# INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde

 $\operatorname{der}$ 

Gesamtfakultät für Mathematik, Ingenieur- und Naturwissenschaften

> der Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

vorgelegt von M.Sc. Steffen Allgeier aus Heidelberg

Tag der mündlichen Prüfung: 15.10.2024

Entwicklung und Charakterisierung des metallischen magnetischen Kalorimeterarrays maXs100 zur Röntgenspektroskopie von heliumartigen  $U^{90+}$ -Ionen

Gutachter: Prof. Dr. Christian Enss Prof. Dr. Maurits Haverkort

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das zur hochaufgelösten Detektion von Röntgenphotonen im Energiebereich bis 130 keV optimierte Detektor-Array maXs100 entwickelt. Die  $8 \times 8$  Pixel des Arrays bestehen jeweils aus einem 50 µm dicken Absorber aus Gold und einem Temperatursensor aus Ag:Er, die gemeinsam ein metallisches magnetisches Kalorimeter bilden. Nach Absorption eines Röntgenphotons löst der resultierende Temperaturanstieg eine Änderung der Magnetisierung des Sensormaterials aus, welche über eine zweistufige SQUID-Auslesekette in ein Spannungssignal umgewandelt wird. In einer Charakterisierungsmessung haben diese Detektoren eine Energieauflösung von etwa 36 eV @ 60 keV erreicht. Zwei maXs100-Detektoren wurden zur Messung des Röntgenspektrums von heliumartigen U<sup>90+</sup>-Ionen am Elektronenkühler des CRYRING@ESR der GSI unter Inzidenzwinkeln zum Ionenstrahl von 0° und 180° aufgebaut, um so eine intrinsische Doppler-Korrektur der Energien zu ermöglichen. Im resultierenden Spektrum konnten erstmals die  $K_{\alpha 2}$ -Übergänge von  $U^{90+}$  experimentell aufgelöst werden. Dabei ist die gemessene Energieaufspaltung unter alleiniger Berücksichtigung der dominierenden statistischen Unsicherheit mit  $(142,6\pm5,1)$  eV in Übereinstimmung mit dem aktuellen Theoriewert von  $(142,36 \pm 0,76)$  eV aus [Koz19].

# Development and characterisation of the metallic magnetic calorimeter array maXs100 for X-ray sprectroscopy of $U^{90+}$ ions

In the framework of this thesis the detector array maXs100 optimised for the highresolution detection of X-ray photons in the energy range up to 130 keV was developed. The 8×8 pixels of the array each consist of a 50 µm thick absorber made of gold and a temperature sensor made of Ag:Er, which together form a metallic magnetic calorimeter. After absorbing an X-ray photon the resulting increase in temperature triggers a change in the magnetisation of the sensor material, which is converted into a voltage signal via a two-stage SQUID readout chain. In a characterisation measurement, these detectors have achieved an energy resolution of about 36 eV @ 60 keV. To measure the X-ray spectrum of U<sup>90+</sup>-ions two maXs100-detectors were set up at the the electron cooler of the CRYRING@ESR at GSI with incidence angles of 0° and 180° with respect to the ion beam to enable an intrinsic doppler correction of the energies. In the resulting spectrum the  $K_{\alpha 2}$  transitions of U<sup>90+</sup> could be resolved experimentally for the first time. Taking only the dominant statistical uncertainty into account the measured energy splitting (142,6 ± 5,1) eV is in agreement with the present theoretical value of (142,36 ± 0,76) eV taken from [Koz19].

# Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2 Hochgeladene schwere Ionen	5
2.1 Energieniveaus hochgeladener Ionen	5
2.2 Übergänge in wasserstoff- und heliumartigen Ione	en 7
3 Grundlagen metallischer magnetischer Kalori	meter 11
3.1 Detektionsprinzip	
3.2 Absorber	
3.2.1 Material	
3.2.2 Absorption in Gold $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	15
3.3 Sensor	
3.3.1 Erbium in Gold- oder Silberlegierungen	
3.3.2 Wärmekapazität und Magnetisierung des $\mathrm{Er}^3$	+-Ensembles 19
3.3.3 Wirtsmetalle Silber und Gold im Vergleich .	
3.4 Spulengeometrie	
3.5 Signalform	
3.6 Rauschbeiträge	
3.7 Intrinsische Energieauflösung	
4 maXs100-Detektor	31
4.1 Design	

4.1.1	Sensor und thermische Ankopplungen	33
4.1.2	Detektionsspule und Dauerstrompräparation	36
4.1.3	Erwartete Energieauflösung	37
4.2 He	erstellung des maXs100	38
4.2.1	Prozess zur Absorber-Fabrikation	41
4.3 Ga	llvanische Abscheidung von Gold	45
4.3.1	Optimierung des Galvanik-Aufbaus	47
4.3.2	Galvanik mit gepulstem und konstantem Strom	48
5 Exde	erimentelle Methoden	53
5 1 SC	)UIDs	53
511	Funktionsprinzip	53
519	Flueerückkopplung und Zweistufiger SOUID Aufbau	54
5.1.2	Flussfuckkopplung und Zweistunger 5Q01D-Aufbau	54
5.1.3	Verstärker-SQUID-Modul	56
5.1.4	SQUID-Rauschen	59
5.2 Kr	yostat	60
5.2.1	Verkabelung	62
5.2.2	Langer Seitenarm	63
5.2.3	Kurzer Seitenarm	66
5.2.4	Detektor-Modul	67
5.3 Da	tenaufnahme und Verarbeitung	69
5.3.1	Analog-Digital-Wandler	69
5.3.2	Datenanalyse-Methoden	70
5.3.3	Kerndichte-Abschätzung	70
5.4 CH	RYRING	72

	Inhaltsverzeichnis	iii
5.4.1	Strahlbereitstellung	72
5.4.2	Detektoren am Elektronenkühler	74
5.4.3	Kalibrationsquellen	76
6 Expe	erimentelle Ergebnisse	79
6.1 Cl	narakterisierungsmessung	79
6.1.1	Reduzierung von Störsignalen	79
6.1.2	Energieauflösung	80
6.2 M	essung am CRYRING	82
6.2.1	Temperaturkorrektur	83
6.2.2	Energie-Kalibration	88
6.2.3	Untergrund-Reduktion	94
6.2.4	Detektor in Strahlrichtung	99
6.3 Sp	ektroskopie von $U^{90+}$	101
6.3.1	Relativistische Verschiebung und L-Serie	102
6.3.2	Linienform im aufaddierten Gesamtspektrum	104
6.3.3	${\rm K}_{\alpha}\text{-} {\rm \ddot{U}} {\rm berg}{\rm \ddot{a}}{\rm nge}$ von heliumartigem ${\rm U}^{90+}$	106
7 Zusa	mmenfassung und Ausblick	111
Literatı	ırverzeichnis	115

Inhaltsverzeichnis

## 1. Einleitung

Im Jahr 1905 hat Albert Einstein den photoelektrischen Effekt mit einer Quantisierung der Energie im elektromagnetischen Feld erklärt [Ein05]. Demnach können Photonen nur mit Elektronen wechselwirken, wenn sie ihre Energie vollständig an das Elektron abgeben können. Seitdem konnten verschiedene Bereiche der Quantenphysik unser klassisches Verständnis des Universums revolutionieren. Einer dieser Bereiche ist die Quantenelektrodynamik (QED), welche die Wechselwirkung geladener Teilchen mit dem elektromagnetischen Feld über den Austausch von Photonen beschreibt.

Im Grenzfall sehr hoher elektrischer Felder werden dabei interessante nicht-lineare Effekte erwartet. Sind die Feldstärken über dem Schwinger-Limit von  $1,32 \cdot 10^{18}$  V/m reicht theoretisch die Energie im Feld zur Erzeugung von Elektron-Positron-Paaren aus [Sch51]. Auch bei Feldstärken unter diesem Limit können diese Paare als virtuelle Teilchen das elektromagnetische Feld beeinflussen. Im Rahmen der QED wird eine Wechselwirkung mit diesen virtuellen Elektron-Positron-Paaren als Vakuumfluktuation bezeichnet. Die Wahrscheinlichkeit einer solchen Wechselwirkung und damit deren Einfluss auf das elektromagnetische Feld nimmt zu höheren Energien hin zu. Auch eine Wechselwirkung von Elektronen mit ihrem eigenen elektrischen Feld wird als Austausch virtueller Photonen im Rahmen der QED beschrieben.

Diese QED-Effekte gelten heute als eine der Ursachen der 1947 von Lamb und Retherford entdeckten Abweichung der Elektronen-Energieniveaus des Wasserstoffatoms von den theoretischen Berechnungen nach der Dirac-Theorie [Lam47]. Diese Abweichung wird als Lamb-Verschiebung bezeichnet und ist besonders stark in schweren Ionen ausgeprägt, bei denen die hohe Kernladung ausreicht um die Elektronen der innersten Schale sehr hohen Feldstärken auszusetzen. Bei einem Urankern beträgt die elektrische Feldstärke beispielsweise im Bereich der innersten Elektronenschale etwa  $10^{18}$  V/m [Mok98] und kommt damit sehr nah an das Schwinger-Limit heran. In den simpleren Systemen wie wasserstoff- oder heliumartigen schweren Ionen lassen sich die Energieniveaus theoretisch am einfachsten beschreiben, deshalb bieten hochionisierte Ionen eine gute Möglichkeit zur experimentellen Überprüfung der QED-Effekte. Die Untersuchung von heliumartigem U<sup>90+</sup> erlaubt insbesondere auch Rückschlüsse auf die Elektron-Elektron-Wechselwirkung als einfachstes, schweres Mehrelektronensystem. In Kapitel 2 sind die wichtigsten atomphysikalischen Grundlagen zum Verständnis der Beschreibung dieser Systeme zusammengefasst.

Die Energien für einen Übergang zwischen den Energieniveaus der unteren Schalen in heliumartigem Uran befinden sich im Energiebereich von etwa 10 keV bis 130 keV. Zur Messung des Energiespektrums der bei den Übergängen ausgesendeten Photonen in einem so weiten Energiebereich kommen oft Halbleiterdetektoren zum Einsatz, die eine Energieauflösung (FWHM) von etwa 130 eV bei Photonenenergien von etwa 6 keV erreichen können [Nak05]. Die Energieauflösung verschlechtert sich zu höheren Energien jedoch proportional zur Wurzel der Photonenenergie [Spi05] und beträgt damit mehrere 100 eV bei 130 keV. Da die theoretisch berechnete Aufspaltung der  $K_{\alpha}$ -Übergänge in U<sup>90+</sup> lediglich 142 eV und 74 eV [Koz19] betragen, können diese Substrukturen nicht mit den momentan verfügbaren Halbleiterdetektoren aufgelöst werden. Für eine exakte Untersuchung der Lamb-Verschiebung sind also Detektoren mit besserer Energieauflösung nötig. Kristallspektrometer bieten zwar eine sehr gute Energieauflösung von etwa 1 eV im Energiebereich bis zu wenigen keV [Kub14] und auch bei hohen Energien von etwa 50 keV wurde eine Energieauflösung unter 100 eV demonstriert [Cha06], aber der Energiebereich der gleichzeitig bei einer Messung abgedeckt werden kann beträgt nur wenige keV.

Metallische magnetische Kalorimeter vereinen die Vorteile der beiden Detektortypen und liefern eine hervorragende Energieauflösung über einen großen Energiebereich [Ens00]. Diese Detektoren werden bei sehr tiefen Temperaturen von etwa 20 mK betrieben und sind so dimensioniert, dass die Absportion eines einzelnen Röntgenphotons zu einer messbaren Temperaturerhöhung führt. Ausgelesen wird dieser Temperaturanstieg durch ein paramagnetisches Sensormaterial, welches durch ein Magnetfeld eine temperaturabhängige Magnetisierung erhält, die mit Hilfe von supraleitenden Quanteninteferenzdetektoren (SQUIDs) in ein elektrisches Signal umgewandelt wird. Alle physikalischen Grundlagen, die zum Verständnis der Funktionsweise dieser Detektoren nötig sind werden in Kapitel 3 ausführlich erklärt. Für die Messung der Übergänge in heliumartigem U<sup>90+</sup> wurde der neue Detektor maXs100 entwickelt, der unter perfekten Bedingungen theoretisch Photonen mit Energien im Bereich von 100 keV mit einer Energieauflösung von 24 eV detektieren kann. Die 64 Pixel des maXs100-Detektors werden über 32 SQUID-Kanäle ausgelesen. Details zum Design und der Herstellung des Detektoren mittels Mikrostrukturierungsverfahren werden in Kapitel 4 vorgestellt.

Als einer der wenigen Orte auf der Welt ist es an der Beschleunigeranlage der GSI<sup>1</sup> möglich U<sup>91+</sup>-Ionen herzustellen und bei niedrigen Strahlenergien im Speicherring CRYRING@ESR zu speichern. Bei der Rekombination der Ionen mit Elektronen des Elektronenkühlers am CRYRING entstehen heliumartige U<sup>90+</sup>-Ionen mit einem Elektron im angeregten Zustand. Die Photonen, die beim Übergang in niedrigere Energiezustände ausgesendet werden, können sowohl an einem Röntgenfenster in Strahlrichtung, wie auch an einem Röntgenfenster entgegen der Strahlrichtung gemessen

 $<sup>^1\</sup>mathrm{Helmholzzentrum}$  für Schwerionenforschung GmbH, Planckstraße 1, 64291 Darmstadt, Deutschland

werden. Diese Geometrie bietet die Möglichkeit einer intrinsischen Dopplerkorrektur der Energien selbst bei "unbekannter" Geschwindigkeit der Ionen im Strahl. Für die Strahlzeit E138 wurden zwei <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Verdünnungskryostate am Kirchhoff-Institut für Physik<sup>2</sup> mit maXs100-Detektoren ausgestattet und an den Röntgenfenstern des CRYRINGs aufgebaut. Der genaue Aufbau dieser Systeme und der Anlagen der GSI ist in Kapitel 5 erläutert.

Die Eigenschaften der beiden Detektorsysteme sind anhand einer Testmessung zu Beginn von Kapitel 6 vorgestellt. Ebenso wird in diesem Kapitel die Auswertung der während der Strahlzeit aufgenommenen Daten detailiert beschrieben. Abschließend werden die resultierenden Energiespektren mit einigen Übergängen im niederenergetischen Bereich bis 30 keV, sowie die Ergebnisse zu den K<sub> $\alpha$ </sub>-Übergängen diskutiert.

 $<sup>^2</sup>$ Universität Heidelberg, Im Neuenheimer Feld 227, 69120 Heidelberg, Deutschland

## 2. Hochgeladene schwere Ionen

Bei hohen elektrischen Feldern, wie sie bei schweren Atomen mit hoher Kernladungszahl Z auftreten, sind die Auswirkungen von QED-Effekten auf die Energieniveaus der gebundenen Elektronen besonders stark. Die Vielzahl der Elektronen eines schweren Atoms machen die theoretische Beschreibung der Energieniveaus allerdings sehr komplex. Hochionisierte Systeme mit nur noch einem oder zwei verbleibenden Elektronen sind hingegen sehr viel einfacher zu berechnen und deshalb sehr interessant für eine genauere Untersuchung der QED-Effekte. Die atomphysikalische Beschreibung der Energieniveaus in wasserstoff- oder heliumartigen schweren Ionen ist in der Literatur wie beispielsweise in [Bey97, Bey99] ausführlich behandelt. In diesem Kapitel werden die wichtigsten Grundlagen zur Berechnung der Energieniveaus und den Übergängen zusammengefasst.

#### 2.1 Energieniveaus hochgeladener Ionen

Die gebundenen Elektronen im hohen elektrischen Feld eines schweren Atomkerns müssen aufgrund der hohen Energien relativistisch betrachtet werden. Die Dirac-Gleichung enthält die relativistischen Effekte und berücksichtigt auch die Kopplung des Elektronenspins s an den Bahndrehimpuls mit der Quantenzahl l. Im stationären Fall kann die Dirac-Gleichung für ein einzelnes Elektron mit Elementarladung -eund Masse  $m_e$  im elektrischen Potential des Atomkerns  $\varphi_r$  geschrieben werden als

$$(-i\hbar c\boldsymbol{\alpha}_k \nabla_k + \boldsymbol{\beta} m_{\rm e} c^2 - e\varphi_r)\psi = E\psi, \qquad (2.1)$$

wobei  $\boldsymbol{\alpha}_k = \begin{pmatrix} 0 & \boldsymbol{\sigma}_k \\ \boldsymbol{\sigma}_k & 0 \end{pmatrix}$  mit den Paulimatrizen  $\boldsymbol{\sigma}_k$  und  $\boldsymbol{\beta} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}$  mit der 2×2-Einheitsmatrix 1 ist. Jede Lösung dieser Gleichung stellt einen möglichen Eigenzustand des Systems dar. Um die Energieniveaus zu berechnen ist keine exakte Lösung der Spinor-Wellenfunktion  $\psi$  nötig, es müssen nur die Eigenwerte der Energie E gefunden werden. Nähert man das elektrische Potential eines Atomkerns mit Ladungszahl Z als Coloumb-Potential einer punktförmigen Ladung  $\varphi_r = Ze/r$  an, ergeben sich daraus die Energie-Eigenwerte

$$E_{njl} = m_{\rm e}c^2 \left( 1 + \left( \frac{\alpha Z}{n - (j + 1/2) + \sqrt{(j + 1/2)^2 - (\alpha Z)^2}} \right)^2 \right)^{-1/2}, \qquad (2.2)$$

mit der Quantenzahl j des Gesamtdrehimpulses  $\mathbf{j} = \mathbf{l} + \mathbf{s}$  und der Feinstrukturkonstanten  $\alpha \approx 7,3 \cdot 10^{-3}$ [Bey97]. Mit einer Potenzreihenentwicklung nach  $\alpha^2 Z^2$  ergeben sich die ersten Terme zu

$$E_{njl} = -\frac{1}{2} \frac{m_{\rm e} c^2}{n^2} \alpha^2 Z^2 - \frac{1}{2} \frac{m_{\rm e} c^2}{n^3} \left(\frac{1}{j+1/2} - \frac{3}{4n}\right) \left(\alpha^2 Z^2\right)^2 + \dots$$
(2.3)

Mit der Definition der Rydberg-Energie als  $Ry = m_{\rm e}c^2\alpha^2/2 \approx 13,6\,{\rm eV}$ erkennt man, dass der erste Term der nicht-relativistischen Eigenenergie nach dem Bohrschen Atommodell entspricht:

$$E_n^0 = -Ry\frac{Z^2}{n^2}\,, (2.4)$$

mit der ganzzahligen Hauptquantenzahl n. Diese Energieniveaus werden auch "Schalen" genannt mit den Bezeichnungen nach aufsteigendem n als {K, L, M, N, ...}. Der Korrekturterm erster Ordnung enthält die Aufspaltung nach dem Gesamtdrehimpuls und ergibt die sogenannte Feinstruktur der Energieniveaus:

$$\Delta E_{nj}^{1} = -Ry \frac{Z^{4} \alpha^{2}}{n^{3}} \left( \frac{1}{j+1/2} - \frac{3}{4n} \right)$$
(2.5)

In diesem Bild sind die Energien der Zustände für gleiche j mit unterschiedlichem l entartet. In Experimenten wurden allerdings unterschiedliche Energien für diese Niveaus beobachtet[Lam47]. Diese Abweichung zu den aus der Dirac-Gleichung hergeleiteten Energien wird als Lamb-Verschiebung bezeichnet. Teilweise sind diese Abweichungen auf die Näherung des Atomkerns als punktförmig zurückzuführen und können durch die Wahl eines geeigneteren Atomkernpotentials  $\varphi_r$  korrigiert werden. Einen weiteren großen Beitrag verursachen QED-Effekte, wie die Selbstenergie der Elektronen, also eine Wechselwirkung des Elektrons mit dessen eigenem elektrischen Feld oder die Vakuumpolarisation durch die Wechselwirkung mit virtuelen Elektron-Positron-Paaren. Die Energie-Korrektur aufgrund der QED-Effekte der Lamb-Verschiebung kann nach [Bey97] beschrieben werden durch

$$\Delta E_{\text{lamb}} = \frac{\alpha}{\pi} \frac{(\alpha Z)^4}{n^3} F_l(\alpha Z) m_{\text{e}} c^2 \,. \tag{2.6}$$

Dabei entspricht der Faktor  $F_0(\alpha Z) \approx \ln((\alpha Z)^{-2})$  und für Zustände mit  $l \neq 0$  nimmt er etwa den Wert  $F_l(\alpha Z) \approx 1$  an.

Verglichen mit der Proportionalität der nicht-relativistischen Energie der Zustände  $E_n^0 \propto Z^2$ , die den größten Anteil des absoluten Energiebetrags ausmacht, fällt der Beitrag der Lamb-Verschiebung mit der Proportionalität zu  $Z^4$  bei hohen Kernladungszahlen zunehmend stärker ins Gewicht. Die Beiträge der Lamb-Verschiebung zur Energie des Grundzustandes von U<sup>91+</sup> ist zur Veranschaulichung in Tabelle 2.1 aufgeführt. Die Hauptbeiträge der Lamb-Verschiebung addieren sich auf zu etwa 465 eV, bei einer Ionisationsenergie von 132 keV.

Beitrag	Energie $[eV]$
Eigenwert Dirac-Gleichung (punktförmiger Kern)	-132280.0
Endliche Atomkern-Ausdehnung	198.7
Selbstenergie 1. Ordnung	355.0
Vakuumpolarisation 1. Ordnung	-88.6
QED 2. Ordnung	$\pm 2$

**Tabelle 2.1:** Energie des Grundzustandes von  $U^{91+}$  mit den höchsten Beiträgen der Lamb-Verschiebung, entnommen aus [Bey97]

Sind weitere Elektronen an den Atomkern gebunden muss auch eine Wechselwirkung der Elektronen untereinander berücksichtigt werden und das veränderte elektrische Potential. Die genauen komplexen Berechnungsansätze können beispielsweise in [Bey99] nachgelesen werden. Für leichte Ionen dominiert die sogenannte LS-Kopplung, für die der Gesamtspin  $S = s_1 + s_2$  der Elektronen eine gute Quantenzahl darstellt. In diesem Fall beträgt der Grad der Entartung eines Energieniveaus in solchen Systemen (2S+1). Die daraus resultierenden Energiezustände für das einfachste Mehr-Elektronen-System, den heliumartigen Ionen, können eingeteilt werden in Singulett-Zustände, die sich für die antiparallele Spin-Konfiguration der beiden Elektronen ergeben und dreifach entartete Triplett-Zustände für die parallele Spin-Konfiguration. Für schwere Ionen wie U<sup>90+</sup> ist hingegen eine Beschreibung in der jj-Kopplung zu verwenden. Hierbei werden zuerst die Drehimpulse j = l+s der einzelnen Elektronen gebildet und anschließend zu einem Gesamtdrehimpuls  $J = j_1+j_2$ kombiniert.

### 2.2 Übergänge in wasserstoff- und heliumartigen Ionen

Zur Benennung eines Energiezustandes gibt es die geläufige Konvention  $nx_j$ , wobei  $x = \{s, p, d, f, ...\}$  für die Bahndrehimpulsquantenzahlen  $l = \{0, 1, 2, 3, ...\}$  steht. Für heliumartige Systeme können entsprechend zwei solcher Ausdrücke, jeweils für eines der beiden Elektronen, zusammengesetzt werden. Zur vollständigen Beschreibung wird die Gesamtdrehimpulszahl J hinzugefügt. Insgesamt kann der elektronische Zustand eines heliumartigen Systems also beschrieben werden mit der Notation  $([nx_j]_1[nx_j]_2)_J$ .

Bei Übergängen von einem Zustand in einen anderen können auf Grundlage der Drehimpulserhaltung Regeln für die verschiedenen Arten des Übergangs gefunden werden, wie bspw. in [Bey97] ausführlich hergeleitet. Im Rahmen der **LS**-Kopplung findet man für leichte Atome bei elektrischen Dipolübergängen (E1) in wasserstoffartigen Ionen die Auswahlregeln  $\Delta l = \pm 1$  und  $\Delta j = 0, \pm 1$ . Für Ionen mit niedriger Kernladungszahl Z sind die Übergänge höherer Ordnung stark unterdrückt. Dazu zählen zum Beispiel magnetische Dipolübergänge (M1), für die die Auswahlregeln  $\Delta l = 0$  und  $\Delta j = 0, \pm 1$  gelten oder auch elektrische Quadrupolübergänge (E2) mit den Auswahlregeln  $\Delta l = 0, \pm 2$  und  $\Delta j = 0, \pm 1, \pm 2$ . Für die Übergänge in heliumartigen leichten Ionen gelten ähnliche Auswahlregeln, wie bspw. bei den elektrischen Dipolübergängen  $\Delta L = \pm 1$  und  $\Delta J = 0, \pm 1$ , wobei hier der Übergang  $J = 0 \rightarrow J' = 0$  verboten ist. Zusätzlich sind die Übergänge zwischen Singulett- und Triplett-Zuständen ( $\Delta S = 0$ ) für kleine Z stark unterdrückt. Diese Unterdrückung ist bei schweren Ionen wie heliumartigem Uran aufgehoben. Bei ihnen stellen einige Übergänge der Triplett-Zustände in den Singulett-Grundzustand sogar die intensivsten Linien dar.

In Abbildung 2.1 sind die niederenergetischsten Übergänge der K-Serie, also Übergänge auf die Zustände der K-Schale, für wasserstoffartiges (links) und heliumartiges (rechts) Uran gezeigt, wobei die weniger intensiven Übergänge ausgegraut und die Triplett-Zustände in orange dargestellt sind. Die geläufige Notation<sup>1</sup> zur Benen-



Abbildung 2.1: Intensivste Übergänge in den Grundzustand von wasserstoffartigem Uran (links) und heliumartigen Uran mit nur einem angeregten Elektron (rechts). Schwächere Übergänge sind in grau und die Triplett-Zustände in orange eingezeichnet.

nung der stärksten Spektrallinien entspricht der Bezeichnung der Schale der Serie mit einem angehängten Index, der für die Änderung der Hauptquantenzahl  $\Delta n$  des Übergangs steht und bezeichnet wird mit { $\alpha, \beta, \gamma, ...$ }. In der Feinstruktur sind diese Linien aufgespalten und werden im Index durchnummeriert, wie in der Abbildung

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Nach Manne Siegbahn

links gezeigt für die  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linie. Im Energiespektrum des Wasserstoff-Atoms wird diese Serie auch als Lyman-Serie bezeichnet und statt K mit Ly abgekürzt. Für Zwei-Elektronen-Systeme gibt es eine weitere Aufspaltung, weshalb eine zusätzliche Notation notwendig ist. Für den Fall, dass sich eines der beiden Elektronen im Grundzustand befindet eignet sich die eindeutige Notation nach [Gab72] mit den Buchstaben {W, X, Y, Z}<sup>2</sup>, wie in der Abbildung rechts eingezeichnet.

Die Ionisierungsenergie des Grundzustandes liegt bei heliumartigem Uran etwa bei 129,6 keV, bei den Energieniveaus der L-Schale liegt sie zwischen 29 keV und 33,5 keV [Koz19]. Die Energie der ausgesendeten Photonen bei den in Abbildung 2.1 eingezeichneten Übergängen liegt also bei etwa 100 keV und Übergänge in die L-Schale bei etwa 10 keV bis 30 keV. Über diesen großen Energiebereich hinweg müssen Photonen also mit einer Energieauflösung weit unter der Größe der Lamb-Verschiebung von einigen 100 eV detektiert werden um diese QED-Effekte experimentell untersuchen zu können. Mit metallischen magnetischen Kalorimetern ist dies beispielsweise möglich.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Wobei die Übergänge W und X trotzdem oft als  $K_{\alpha 1}$ -Übergänge, bzw. Y und Z als  $K_{\alpha 2}$ -Übergänge zusammengefasst werden.

2. Hochgeladene schwere Ionen

# 3. Grundlagen metallischer magnetischer Kalorimeter

Wie im vorherigen Kapitel angesprochen, wurden für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen metallische magnetische Kalorimeter benutzt. Deren zugrundeliegendes Funktionsprinzip wird in diesem Kapitel erklärt, sowie auf alle Bestandteile dieser Kalorimeter genauer eingegangen. Anschließend werden alle Grundlagen, die zum Verständniss der gemessenen Signale benötigt werden, besprochen.

#### 3.1 Detektionsprinzip

Metallische magnetische Kalorimeter (MMCs<sup>1</sup>) sind Tieftemperatur- Teilchendetektoren, die die Energie eines einzelnen auftreffenden Teilchens absorbieren und in ein elektrisch auslesbares Signal umwandeln. Der Aufbau eines MMC ist in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt.



Abbildung 3.1: Schematische Darstellung eines metallischen magnetischen Kalorimeters, bestehend aus Absorber, Sensor und Detektionsspule. Der Absorber ist über einen wohldefinierten thermischen Kontakt in Form von Stämmen an den Sensor gekoppelt und der gesamte Detektor über einen kleineren thermischen Kontakt an ein Wärmebad.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Abkürzung vom englischen 'Metallic Magnetic Calorimeter'

Es besteht aus einem Absorber, der auf Stämmen steht und über diese thermisch wohldefiniert an einen Temperatursensor gekoppelt ist. Dieser Sensor ist wiederrum durch eine schwache thermische Kopplung mit einem Wärmebad verbunden. Der Sensor besteht aus einem paramagnetischen Material, das durch ein äußeres Magnetfeld eine Magnetisierung erhält, welche über die am Sensor angebrachte supraleitende Spule von einem SQUID<sup>2</sup> ausgelesen werden kann.

Trifft ein Photon auf den Absorber wird dessen gesammte Energie E in Wärme umgewandelt und erwärmt zunächst den Absorber. Der hierbei stattfindende Absorptionsund Thermalisierungsprozess ist in Unterkapitel 3.2 genauer beschrieben. Über die Stämme fließt die Wärme dann gleichmäßig in den Sensor und führt dort nach dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik zu einer Temperaturerhöhung

$$\Delta T \approx \frac{\Delta E}{C_{\rm ges}} \,, \tag{3.1}$$

wobei  $C_{\text{ges}}$  die Wärmekapazität des gesamten Detektors ist. Durch diese Temperaturänderung des Sensors ändert sich auch seine Magnetisierung  $\Delta M$ , die für kleine Temperaturänderungen angenähert werden kann durch

$$\Delta M \approx \frac{\partial M}{\partial T} \Delta T \,. \tag{3.2}$$

Auf die magnetischen und thermischen Eigenschaften des Sensormaterials wird in Unterkapitel 3.3 genauer eingegangen. Die Änderung der Magnetisierung führt wiederrum zu einer Änderung des magnetischen Flusses

$$\Delta \Phi \propto \Delta M \approx \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\Delta E}{C_{\text{ges}}}$$
(3.3)

in der Spule am Sensor und dadurch auch zu einer Flussänderung im damit verbundenen SQUID. Dies führt zu einer Änderung des Spannungsabfalls über dem SQUID und kann so als elektrisches Signal ausgelesen werden. Der Aufbau und die Funktionsweise eines SQUIDs ist in Abschnitt 5.1.1 beschrieben. Nach der Erwärmung des Detektors fließt die Wärme schließlich wieder über die wohldefinierte thermische Ankopplung ins Wärmebad ab.

Aus Gleichung 3.3 wird ersichtlich, dass sowohl ein hohes  $\partial M/\partial T$  als auch ein kleines  $C_{\text{ges}}$  nötig sind, um ein möglichst hohes Signal zu erhalten. Diese Bedingungen müssen bei der Wahl der Materialien für den Absorber und Sensor berücksichtig werden. Generell hilft es aber für die Wärmekapazität die Ausmaße des Detektors gering zu wählen und die Betriebstemperatur unter 100 mK zu halten.

 $<sup>^2\</sup>mathrm{Abk}\ddot{\mathrm{u}}\mathrm{rzung}$ von "Supraleitender QU<br/>anten Interferenz Detektor"

#### 3.2 Absorber

Es gibt viele verschiedene Anwendungsgebiete für MMCs, bei denen unterschiedliche Eigenschaften des Detektors, wie beispielsweise die Absorptionswahrscheinlichkeit für zu detektierende Teilchen, die Energieauflösung des Detektors in bestimmten Energiebereichen oder die Absorptionsfläche besonders relevant sind [Bha12, Hen15, Gam16, Gas17, Dev22]. Um den Detektor entsprechend optimieren zu können bietet sich die im vorherigen Unterkapitel eingeführte Trennung von Absorber und Sensor an. Die Aufgabe des Absorbers ist dann die Umwandlung eines Energieeintrags  $\Delta E$  durch Absorption eines Teilchens in eine Temperaturänderung  $\Delta T$  und den Weitertransport der Wärme in den Sensor.

Diese Trennung ermöglicht auch die Wahl eines nicht paramagnetischen Materials für den Absorptionsprozess. Darüber hinaus sollte das gewählte Material einige Eigenschaften besitzen, die eine gute Detektorperformanz ermöglichen. Vom Absorbermaterial hängt z.B. das Thermalisierungsverhalten ab. Hierbei ist wichtig, dass die eingebrachte Energie in den thermischen Systemen innerhalb des Materials schnell und vollständig thermalisiert um wohldefinierte Signalformen zu erhalten. Aus Gleichung 3.3 kommt die weitere Anforderung, dass die Wärmekapazität für ein hohes Signal möglichst niedrig sein sollte. Dies lässt sich durch geringe Ausmaße des Absorbers erreichen, die jedoch dazu führen, dass die Absorptionswahrscheinlichkeit der zu detektierenden Teilchen niedrig ist. Die Absorptionswahrscheinlichkeit steigt mit der Elektronendichte des Absorbermaterials, daher ist eine hohe Teilchendichte und gleichzeitig hohe Kernladungszahl vorteilhaft. Nicht zuletzt ist es auch wichtig, dass die Absorber, welche üblicherweise mit Verfahren der Mikrostrukturierung prozessiert werden, mit dem gewählten Material auch zuverlässig hergestellt werden können.

#### 3.2.1 Material

Bei tiefen Temperaturen lassen sich im Wesentlichen drei Klassen von Festkörpern unterscheiden, die sich als Absorbermaterial eignen können: Dielektrika, Supraleiter und normalleitende Metalle. Im Folgenden schauen wir jeweils auf die Vor- und Nachteile dieser drei Klassen.

#### Dielektrika

Bei einem unmagnetischen Dielektrikum ist bei tiefen Temperaturen T der phononische Beitrag zur spezifischen Wärmekapazität dominierend und kann im Debye-Modell als  $c_{\rm ph} \propto T^3$  beschrieben werden. Daher erfüllen sie die Vorraussetzung eine niedrige Wärmekapazität bei den Betriebstemperaturen von wenigen mK zu haben sehr gut. Allerdings entstehen bei der Absorption von hochenergetischen Teilchen in den Dielektrika Elektron-Loch-Paare, die einen Teil der absorbierten Energie aufnehmen und dabei leicht an Unreinheiten oder anderen Defekten im Material gebunden werden können. Bei tiefen Temperaturen gibt es wenig thermische Anregungsenergie und praktisch keine freien Ladungsträger, wodurch sich eine lange Rekombinationszeit über 100 ms und eine entsprechend große Totzeit des Detektors ergeben [McC93]. Auch können selbst bei gleicher Energie der absorbierten Teilchen unterschiedlich viele solcher Paare entstehen und damit ein unterschiedlich großer Anteil der eingebrachten Energie für die Detektion auf kurzen Zeitskalen scheinbar verloren gehen. Das führt zu einer statistischen Verbreiterung der Verteilung der gemessenen Energie und damit einer Verschlechterung der Energieauflösung des Detektors.

#### Supraleiter

Die Wärmekapazität von Supraleitern ist bei tiefen Temperaturen ebenfalls gering. Ihr elektronischer Beitrag verschwindet weit unterhalb der Sprungtemperatur, da die Elektronen zu Cooper-Paaren kondensieren, die keinen Beitrag zur spezifischen Wärmekapazität leisten. Cooper-Paare tragen auch keine Entropie, weshalb auch die Wärmeleitfähigkeit in Supraleitern verhältnismäßig gering ist [Ens05]. Außerdem kann ein Teil der eingebrachten Energie Cooper-Paare aufbrechen. Wie auch bei den Elektron-Loch-Paaren in Dielektrika variiert die Anzahl der so entstehenden Quasiteilchen und damit die in diesem System deponierte Energiemenge und führt zu einer statistischen Unschärfe der gemessenen Energie [Cos93]. Diese Eigenschaften der Supraleiter führen zu hohen Signalanstiegszeiten und zu Abfallszeiten von bis zu über 1 s bei einer Temperatur von etwa 27 mK und begrenzen damit die mögliche Zählrate stark [Hen12]. Die theoretischen Details des Thermalisierungsverhaltens von Supraleitern sind noch immer nicht vollständig verstanden [Koz09].

#### Normalleitende Metalle

Normalleitende Metalle haben zusätzlich zur phononischen Wärmekapazität einen bei tiefen Temperaturen dominierenden elektronischen Anteil  $c_{\rm el} \propto T$ , wodurch die Wärmekapazität im mK-Temperaturbereich viel höher ist als bei dielektrischen oder supraleitenden Materialien. Sie haben aber auch wegen ihrer freien Elektronen den Vorteil einer hohen Wärmeleitfähigkeit. Die größte Überlegenheit zeigt sich aber in ihrem Thermalisierungsverhalten, das theoretisch sehr gut verstanden ist und in der Regel auf einer sehr kurzen Zeitskala eine nahezu vollständige Umwandlung der eingebrachten Energie in Wärme zeigt. Deshalb stellen normalleitende Metalle vielversprechende Kandidaten als Absorbermaterial dar [Koz12].

#### 3.2.2 Absorption in Gold

Ein normalleitendes Metall mit einer großen Dichte von  $\rho = 19,3 \text{ g/ cm}^3$  und hoher Kernladungszahl Z = 79 ist Gold, das auch in dieser Arbeit beim maXs100-Detektor als Absorbermaterial zum Einsatz kam. Wie in Kapitel 2 bereits erklärt wurde, liegt die Energie der Photonen aus interessanten Uran-Linien in einem Bereich bis zu 130 keV. Bei Photonenenergien dieser Größe ist der Photoeffekt der dominante Absorptionsprozess, bei dem die gesamte Energie zunächst an ein Photoelektron abgegeben wird. Die Lücke, die in der Elektronenhülle durch die Erzeugung eines Photoelektrons entsteht, kann durch Abregung eines Elektrons höherer Energienieveaus unter Aussendung eines neuen Photons gefüllt werden. Ein so entstandenes Photon hat je nach Entstehungsort im Absorbervolumen eine gewisse Wahrscheinlichkeit den Absorber ohne weitere Wechselwirkungen zu verlassen. Die dadurch "verlorene" Energie entspricht immer einem Übergang zwischen Energienievaus eines Goldatoms. Im detektierten Spektrum ergeben sich so scheinbare Linien, die genau um die charakteristischen Energien der Gold-Linien zu tiefen Energien hin verschoben sind und Escape-Linien<sup>3</sup> genannt werden. In Abbildung 3.2 sind Absorptionswahrscheinlich-



Abbildung 3.2: Absorptionswahrscheinlichkeiten für Photonen in Goldschichten mit 50 µm (rot) und 100 µm (blau) Höhe in Abhängigkeit der Photonenenergie. Der gestrichelte Graph zeigt den Verlauf ohne Berücksichtigung der Escape-Photonen. [Web23]

keiten für Photonen in Goldschichten der Dicken 50 µm (rot) und 100 µm (blau) in Abhängigkeit der Photonenenergie dargestellt. Die beiden gestrichelten Linien beschreiben die Absorptionswahrscheinlichkeit aller Photonen in Gold. Als durchgezogene Linien ist die Photopeak Effizienz gezeigt, die nur die Photonen beinhaltet, welche ihre gesamte Energie im Gold deponieren. Bei niedrigen Energien unter 30 keV, wie sie bei den Übergängen der L-Serie in U<sup>90+</sup>-Ionen vorkommen, liegt die Photopeak Effizienz bei über 90 % sinkt zu höheren Energien aber sehr schnell ab. Die Energien der U<sup>90+</sup>-K<sub> $\alpha$ </sub>-Linien liegen, auch bei einer Rotverschiebung um 14 % durch

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>Englisch für "entkommen"

die in Abschnitt 5.4.2 beschriebene Geometrie der Messung am CRYRING, bei über 82 keV. Das ist jenseits des sprunghaften Anstiegs der Absorptionswahrscheinlichkeit bei 80,7 keV, ab dem die Photonenenergie ausreicht um auch Elektronen aus der K-Schale der Goldatome herauszulösen. Die Absorptionswahrscheinlichkeit ist bei Photonen aus den K<sub> $\alpha$ </sub>-Übergängen also erhöht, aber etwa 60 % dieser Photonen fallen in die Escape-Linien im niederenergetischen Bereich.

#### Thermalisierungsverhalten

Die bei der Absorption erzeugten Photoelektronen stellen nur den ersten Schritt im Thermalisierungsprozess der Goldschicht dar. Nachdem das hochenergetische freie Elektron erzeugt wurde streut es an anderen Elektronen und verteilt durch diese Wechselwirkung seine Energie an umliegende Elektronen. Ist die mittlere Energie der Elektronen genug gesunken, wird die Elektron-Phonon-Wechselwirkung dominant. Die dadurch entstehenden athermischen Phononen interagieren ihrerseits wieder mit Elektronen und geben so ihre Energie wieder an das System der Elektronen zurück. Da bei mK-Temperaturen die elektronische Wärmekapazität viel größer ist als die phononische, muss sich ein Großteil der Energie am Ende auch im System der Elektronen sammeln. Die Zeitskala auf der diese Prozesse ablaufen ist in der Größenordnung von unter  $10^{-9}$  s und damit wesentlich geringer als die, auf der die thermische Diffusion stattfindet [Ens00, Koz12]. Das bedeutet die Geschwindigkeit mit der der Absorber thermalisiert, wird durch die thermische Leitfähigkeit und damit durch Verunreinigungen und andere Defekte im Gold beschränkt und liegt in der Größenordnung von unter  $10^{-7}$  s für wenige 100 µm große Absorber [Fle03].

#### Energieverlust durch athermische Phononen

Zu dem Zeitpunkt, an dem sehr viele athermische Phononen am Thermalisierungsprozess beteiligt sind, kommt es je nach Detektorgeometrie mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit vor, dass diese Phononen den Absorber verlassen und direkt ins Wärmebad entkommen ohne ihre Energie im Detektor zu deponieren. Dadurch wird ein Teil der Energie nicht detektiert, was im Energiespektrum zu einer niederenergetischen Schulter der Spektral-Linien führen kann [Koz13]. Um diesem Energieverlust vorzubeugen ist es möglich den Absorber geometrisch vom Sensor zu isolieren. Gibt es nur wenig oder sehr verwinkelte Kontaktfläche zum Sensor, müssen die athermischen Phononen mehrmals an den Oberflächen des Absorbers reflektiert werden bevor sie den Sensor erreichen. So erhöht sich der Weg, den die Phononen innerhalb des Absorbers zurücklegen müssen und dadurch auch die Wahrscheinlichkeit, dass sie ihre Energie im Absorber wieder abgeben. Um diese Reduktion der Kontaktfläche zwischen Absorber und Sensor umzusetzen wurden die Absorber auf Stämme gesetzt, über die der Kontakt zum Sensor hergestellt wird [Fle09].

#### Großflächige Absorber

Bei Absorbern mit großem Volumen kann es bei zu geringem Restwiderstandsverhältnis zu einer Abhängigkeit des Thermalisierungsverhaltens vom Absorptionsort der Photonen kommen. Findet der Eintrag der Energie mittig statt, kann die Wärme gleichmäßiger und schneller in den Sensor fließen, als bei einem Energieeintrag am Absorberrand. Das bedeutet eine ortsabhängige Signalform, die zu einer Verschlechterung der Energieauflösung führt [Pie12]. Die oben erwähnten Absorber-Stämme bieten eine simple Möglichkeit die thermische Kopplungsstärke zwischen Absorber und Sensor genau einzustellen. Der Bereich des Sensors, auf dem die Stämme stehen, kann vom restlichen Sensor getrennt und nur über schmale Stege zu ihm kontaktiert werden. Über die Dimensionierung dieser Stege kann die Kopplung ausreichend gering gewählt werden um eine möglichst vollständige Thermalisierung innerhalb des Absorbers zu erzwingen, bevor ein signifikanter Anteil der Wärmemenge bereits in den Sensor geflossen ist. Eine Beschreibung der Wärmediffusion in Gold ist bspw. in [Gam13] zu finden. Aus dem dort hergeleiteten gaußförmigen Wärmeleitungskern ergibt sich für n Dimensionen eine Breite der Wärmeverteilung von

$$\sigma = \sqrt{2nDt} \,, \tag{3.4}$$

mit der Zeit t und der Wärmediffusionskonstante D, die zum Beispiel bei Gold mit einem Restwiderstandsverhältnis von RRR = 14 für eine Temperatur von 20 mK etwa  $D = 0.2 \,\mathrm{mm^2/\mu s}$  beträgt. Bei einem angenommenen Absorber der Ausmaße  $1.25 \,\mathrm{mm} \times 1.25 \,\mathrm{mm} \times 50 \,\mu\mathrm{m}$  kann die Wärmeausbreitung zwei-dimensional betrachtet werden, da die Höhe des Absorbers vernachlässigbar klein ist verglichen mit der Seitenlänge. Als konservative Abschätzung der Obergrenze des Zeitraums bis zur vollständigen Thermalisierung, betrachten wir das Worst-Case-Szenario, dass ein Wärmeeintrag in einer Ecke des Absorbers geschieht und sich die Wärme bis in die gegenüberliegende Ecke ausgebreitet haben muss. Bei einer Flächendiagonale von  $1.77 \,\mathrm{mm^2}$  ergibt sich mit Gleichung 3.4 ein Zeitraum von etwa  $3.9 \,\mu\mathrm{s}$ . Dabei sind auftretende Randeffekte nicht berücksichtigt. Ein mittiger Wärmeeintrag wäre hingegen schon nach etwa 1 µs gleichmäßig über den Absorber verteilt.

#### Weitere Eigenschaften von Gold

Weitere Vorteile, die für die Verwendung von Gold als Absorbermaterial sprechen, wäre die selbst im Vergleich mit anderen normalleitenden Metallen sehr hohe thermische Leitfähigkeit. Außerdem zählt es zu den Edelmetallen und ist damit chemisch inert. Noch dazu ist das einzige natürlich vorkommende Isotop stabil, daher bedarf es keiner besonderen Aufbereitung, um eine niedrige Eigenaktivität zu gewährleisten. Durch all diese Eigenschaften hat Gold auch in der Industrie viele Anwendungsgebiete, weshalb gut ausgereifte Prozesse zur galvanischen Abscheidung entwickelt wurden, die sich auch zur Mikrostrukturierung eignen. Näheres zu Mikrostrukturierung und dem Galvanikprozess, ist in Unterkapitel 4.3 beschrieben.

#### 3.3 Sensor

Die Aufgabe des paramagnetischen Sensors ist, wie in Unterkapitel 3.1 erwähnt, den Temperaturanstieg  $\Delta T$ , welcher durch einen Energieeintrag in den Detektor erfolgt, in eine Magnetisierungsänderung  $\Delta M$  umzuwandeln. Materialien mit Atomen oder Molekülen mit permanentem magnetischem Moment, deren Kopplung untereinander sehr schwach ist, sind Paramagneten. In einem äußeren Magnetfeld richten sich die Spins in Magnetfeldrichtung aus. Die Gesamtmagnetisierung des Materials hängt dann von der vorhandenen Wärmemenge ab und folgt dem Curie-Gesetz. Eine schwache Kopplung zwischen den magnetischen Momenten kann zum Beispiel erreicht werden, indem sie in geringer Konzentration in ein unmagnetisches Wirtsmaterial eingebaut werden. Um kurze Pulsanstiegszeiten zu ermöglichen ist eine gute thermische Kopplung zwischen dem System der magnetischen Momente und den thermischen Systemen des Wirtsgitters wichtig. Da die Spin-Phonon-Kopplung in der Regel viel schwächer ist als die Kopplung der Spins zu Leitungselektronen bei Metallen, eignen sich Metalle mit einer Relaxationszeit von unter 100 ns [Ban93] als Wirtsmaterial besser als Dielektrika. Beim Sensor des maXs100-Detektors kam Silber als Wirtsmaterial für einige hundert ppm des Seltenerdmetalls Erbium (Ag:Er) zum Einsatz. Eine häufig verwendete weitere Möglichkeit ist mit Erbium dotiertes Gold (Au:Er) [Fle00, Ens00]. In diesem Unterkapitel schauen wir uns diese Sensormaterialien im Hinblick auf ihre relevanten Eigenschaften, sowie deren Auswirkungen auf die spätere Signalhöhe, genauer an.

#### 3.3.1 Erbium in Gold- oder Silberlegierungen

Werden Erbium-Atome in sehr geringer Konzentration von wenigen 100 ppm in Goldoder Silber eingebracht, geben sie 3 Elektronen an das Elektronengas des Wirtsmaterials ab und nehmen reguläre Gitterplätze dessen fcc-Gitters ein, wie in Abbildung 3.3 dargestellt.

Das so entstehende  $\text{Er}^{3+}$ -Ion hat dann die Elektronenkonfiguration [Kr]4d<sup>10</sup>4f<sup>11</sup>5s<sup>2</sup>5p<sup>6</sup> und durch die drei fehlenden Elektronen im 4f-Orbital ein permanentes magnetisches Moment. Da die Größe des 4f-Orbitals mit einem Durchmesser von 0,6 Å [Fra76] kleiner ist als die 5s- und 5p-Orbitale mit 2,0 Å, werden die Elektronen des 4f-Orbitals



Abbildung3.3: SchematischeDarstellung eines in ein Gold- oderSilber-Wirtsgitterimplantierten $\mathrm{Er}^{3+}$ -Ions.Das $\mathrm{Er}^{3+}$ -Ion nimmteinen regulärenGitterplatz ein.Die Ausmaße dessen 5s- und 5p-,sowie des 4f-Orbitals sind durchdie transparente hellblaue, bzw.Kugel angedeutet.

durch die umliegenden Elektronen vom Kristallfeld des Gitters abgeschirmt. Für Temperaturen über 100 K kann der Einfluss des Kristallfeldes bei der theoretischen Beschreibung noch vernachlässigt werden [Wil69]. Unter dieser Annahme ergibt sich nach den Hundschen Regeln eine Anordnung der Elektronen des Erbium-Ions, die einen Gesamtspin S = 3/2, einen Gesamtbahndrehimpuls L = 6 und einen Gesamtdrehimpuls J = L + S = 15/2 zeigt. Nach [Abr70] ergibt sich dann für das magnetische Moment

$$\boldsymbol{\mu} = -g_{\mathrm{J}}\mu_{\mathrm{B}}\boldsymbol{J},\tag{3.5}$$

mit dem Landé-Faktor

$$g_{\rm J} = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} = \frac{6}{5}$$
(3.6)

und dem Bohrschen Magneton  $\mu_{\rm B} = 9.27 \cdot 10^{-24} \, {\rm J/T}.$ 

Bei Temperaturen unter 100 K muss das Kristallfeld, das den 16-fach entarteten Grundzustand in eine Reihe von Mutlipletts aufspaltet, dann ernst genommen werden. Ein Kramers- $\Gamma_7$ -Duplett ist dabei der energetisch günstigste Zustand und hat bei einem Gold- bzw. Silber-Wirtsgitter einen Abstand von  $\Delta E/k_{\rm B} \approx 17 \,\mathrm{K}$  bzw.  $\Delta E/k_{\rm B} \approx 25 \,\mathrm{K}$  zum nächst höheren Zustand [Hah92], wobei  $k_{\rm B} = 8,62 \cdot 10^{-5} \,\mathrm{eV/K}$  die Bolzmann-Konstante ist. Durch diesen großen Abstand kann man bei den typischen Betriebstemperaturen der MMCs von unter 100 mK davon ausgehen, dass nur dieses niedrigste Doublett besetzt ist und man unter Einfluss eines schwachen externen magnetischen Feldes ein zwei-Niveau System vorliegen hat. Dieses besitzt einen Quasispin  $\tilde{S} = 1/2$  und einen effektiven Landé-Faktor  $\tilde{g}_{\rm J} = 6,80$  für <u>Au</u>:Er [Abr70] und  $\tilde{g}_{\rm J} = 6,84$  für <u>Ag</u>:Er [Tao71].

#### 3.3.2 Wärmekapazität und Magnetisierung des Er<sup>3+</sup>-Ensembles

Welchen Beitrag zur Wärmekapazität dieses Ensemble aus  $Er^{3+}$ -Ionen in einem Silber- oder Goldgitter leistet und wie sich dessen Magnetisierung in einem äu-

ßeren Magnetfeld verhält wurde in der Literatur schon sehr ausgiebig hergeleitet [Sch00, Fle03, Her22, Her23]. In diesem Abschnitt werden die wichtigsten Erkenntnisse kurz zusammengefasst und anhand des Beispiels <u>Ag</u>:Er veranschaulicht. Die Unterschiede, die bei <u>Au</u>:Er auftreten, werden in Abschnitt 3.3.3 hervorgehoben.

#### Er<sup>3+</sup>-Ionen als wechselwirkungsfreie magnetische Momente

Bei niedrigen Konzentrationen kann das Ensemble aus  $\mathrm{Er}^{3+}$ -Ionen im einfachsten Fall betrachtet werden als voneinander unabhängige magnetische Momente mit effektivem Spin  $\tilde{S} = 1/2$ , welche in einem äußeren Magnetfeld  $B^4$  eine Energieaufspaltung  $\delta E = \tilde{g}\mu_{\mathrm{B}}B$  erfahren. Betrachten wir N solcher magnetischer Momente, ergibt sich für ein solches Zeeman-System die Wärmekapazität

$$C_{\rm z} = Nk_{\rm B} \left(\frac{\delta E}{k_{\rm B}T}\right)^2 \frac{\mathrm{e}^{\delta E/k_{\rm B}T}}{\left(\mathrm{e}^{\delta E/k_{\rm B}T} + 1\right)^2},\tag{3.7}$$

mit der Bolzmann-Konstante  $k_{\rm B} = 8,62 \cdot 10^{-5} \,\mathrm{eV/K}$ . Der Temperaturverlauf der Wärmekapazität lässt sich am Beispiel in Abbildung 3.4 links für ein Magnetfeld von etwa  $B = 5 \,\mathrm{mT}$  in schwarz nachvollziehen. Man erkennt die Schottky-Anomalie, die bei niedrigen Temperaturen in zwei-Niveau-Systemen auftritt und ein Maximum von  $C_{\rm z} \approx 0,44 \, Nk_{\rm B}$  bei  $k_{\rm B}T \approx 0,42 \,\delta E$  zeigt. Im Extremfall sehr tiefer Temperaturen lässt sich ein näherungsweise exponentieller Abfall  $C_{\rm z} \propto \mathrm{e}^{-\delta E/k_{\rm B}T}$  erkennen und zu hohen Temperaturen hin nimmt die Wärmekapazität mit  $C_{\rm z} \propto B^2/T^2$  ab. Silber liefert als Wirtsmetall für die Erbium-Ionen erst bei Temperaturen über 100 mK einen relevanten Beitrag zur Wärmekapazität.

Für die **Magnetisierung** eines solchen Systems, verteilt über ein Volumen V, erhält man

$$M = \frac{N}{V} \tilde{g} \tilde{S} \mu_{\rm B} \mathcal{B}_{\tilde{S}} \left( \frac{\tilde{g} \tilde{S} \mu_{\rm B} B}{k_{\rm B} T} \right) = \frac{N}{2V} \tilde{g} \mu_{\rm B} \tanh\left(\frac{\delta E}{2k_{\rm B} T}\right)$$
(3.8)

mit der Brillouin-Funktion  $\mathcal{B}_{\tilde{S}} = \mathcal{B}_{1/2}(x) = \tanh(x)$ . In Abbildung 3.4 rechts ist die Magnetisierung für den wechselwirkungsfreien Fall bei einer Erbiumkonzentration von 500 ppm gegen die inverse Temperatur dargestellt. Für hohe Temperaturen ergibt sich hier der bekannte Curie-Verlauf  $M \propto B/T$  und für tiefe Temperaturen gerät die Magnetisierung bei  $M = \frac{N}{2V}\tilde{g}\mu_{\rm B}$  in Sättigung.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>Es ist zu beachten, dass in dieser Arbeit die Begriffe "Magnetfeld" (B) und "magnetische Induktion" (H) synonym verwendet werden, um den Lesefluss zu verbessern. Wenn der Unterschied von Bedeutung ist, wird er auch durchgeführt.



Abbildung 3.4: Temperaturverlauf der Wärmekapazitätsbeiträge (links) und Magnetisierung (rechts) eines <u>Ag</u>:Er-Sensors mit einer Erbiumkonzentration von 500 ppm in einem Magnetfeld von B = 5 mT. Dabei ist der Beitrag von Silber zur Wärmekapazität [Mar73] gestrichelt eingezeichnet und die durchgezogenen Linien beziehen sich auf den Beitrag durch die Er<sup>3+</sup>-Ionen, wobei schwarz den Fall ohne Wechselwirkung darstellt und die farbigen Kurven den Fall mit Wechselwirkung bei unterschiedlich hohen Wechselwirkungsparametern  $\alpha$ . Erstellt mit dem Code aus [Her22, Her23].

#### Wechselwirkende magnetische Momente

Die oben hergeleiteten Ausdrücke für die Wärmekapazität und Magnetisierung stellen gute Näherungen dar, die den prinzipiellen Verlauf schon gut beschreiben. In realen Systemen treten aber Wechselwirkungen zwischen den magnetischen Momenten auf, die sich nicht vernachlässigen lassen. Einer dieser Wechselwirkungsmechanismen ist die **Dipol-Dipol-Wechselwirkung** zwischen zwei Dipolen mit Spin  $\tilde{S}_i$  und  $\tilde{S}_j$ im Abstand  $r_{ij}$ . Diese direkte Wechselwirkung kann mit dem Hamiltonoperator

$$\mathcal{H}_{i,j}^{\mathrm{DD}} = \Gamma_{\mathrm{DD}} \frac{\tilde{\boldsymbol{S}}_{i} \cdot \tilde{\boldsymbol{S}}_{j} - 3\left(\tilde{\boldsymbol{S}}_{i} \cdot \hat{\boldsymbol{r}}_{ij}\right)\left(\tilde{\boldsymbol{S}}_{j} \cdot \hat{\boldsymbol{r}}_{ij}\right)}{\left(2k_{\mathrm{F}}r_{ij}\right)^{3}}$$
(3.9)

beschrieben werden, mit dem normierten Richtungsvektor  $\hat{r}_{ij}$  zwischen den Dipolen *i* und *j* und dem Vorfaktor

$$\Gamma_{\rm DD} = (\mu_0/4\pi)(\tilde{g}\mu_{\rm B})^2 (2k_{\rm F})^3, \qquad (3.10)$$

wobei  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Vs/(Am)}$  die magnetische Feldkonstante und  $k_{\rm F}$  der Fermi-Wellenvektor der Leitungselektronen des Wirtsmaterials ist. Für Silber und Gold als Wirtsmaterial kann  $k_{\rm F} = 1, 2 \cdot 10^{10} / \text{m}$  angenommen werden [Kit05]. Die Stärke dieser Wechselwirkung unterscheidet sich bei beiden Materialien nur aufgrund des leicht unterschiedlichen Landé-Faktors und ist damit sehr ähnlich. Der andere wichtige Wechselwirkungsmechanismus zwischen den magnetischen Momenten ist eine indirekte Austauschwechselwirkung über Leitungselektronen des Wirtsmaterials und wird **RKKY<sup>5</sup>-Wechselwirkung** genannt [Rud54, Kas56, Yos57]. Beschrieben werden kann diese Wechselwirkung mit dem Hamilton-Operator

$$\mathcal{H}_{i,j}^{\mathrm{RKKY}} = \Gamma_{\mathrm{RKKY}} \left( \tilde{\boldsymbol{S}}_i \cdot \tilde{\boldsymbol{S}}_j \right) F \left( 2k_{\mathrm{F}} r_{ij} \right)$$
(3.11)

mit der Kittel-Funktion

$$F(x) = \frac{1}{x^3} \left( \cos x - \frac{\sin x}{x} \right)$$
 (3.12)

Der Vorfaktor  $\Gamma_{\text{RKKY}}$  ist abhängig von der Kopplungsstärke der magnetischen Momente an die Leitungselektronen des Wirtsmaterials und bei <u>Ag</u>:Er größer als bei <u>Au</u>:Er [Tao71]. Sowohl die Dipol-Dipol- als auch die RKKY-Wechselwirkung zeigen prinzipiell eine Proportionalität zu  $r_{ij}^{-3}$  wodurch sich ihre relative Stärke über den Wechselwirkungsparameter  $\alpha = \Gamma_{\text{RKKY}}/\Gamma_{\text{DD}}$  miteinander vergleichen lässt. So findet man einen Wert von  $\alpha \approx 5$  für <u>Au</u>:Er [Fle03] und Werte zwischen  $\alpha = 6$  und  $\alpha = 15$ für <u>Ag</u>:Er [Her22]. Da die Dipol-Dipol-Wechselwirkung bei beiden Materialien näherungsweise gleich stark ist, veranschaulicht dieser Wechselwirkungsparameter also auch die Stärke der Wechselwirkungen im Vergleich zueinander.

Eine numerische Berechnung der Wärmekapazität und Magnetisierung unter Berücksichtigung der gesamten Wechselwirkung wurde in [Sch00, Fle03] ausführlich durchgeführt und diskutiert. Auf dieser Grundlage wurde in [Her22, Her23] ein Code erstellt, der mit Ergebnissen einer Simulation von neun wechselwirkenden magnetischen Momenten in <u>Ag</u>:Er und <u>Au</u>:Er Temperaturverläufe für die Wärmekapazität und Magnetisierung erzeugt. In Abbildung 3.4 sind diese Verläufe für <u>Ag</u>:Er mit einer Erbiumkonzentration von 500 ppm in einem Magnetfeld von B = 5 mT bei verschiedenen Werten für  $\alpha$  farbig dargestellt. Es lässt sich bei der Wärmekapazität leicht erkennen, dass sich bei stärkerer Wechselwirkung ein Schottky-Peak geringerer Höhe und größerer Breite ausbildet. Außerdem ist die Abnahme der Magnetisierung zu stärkeren Wechselwirkungen hin ersichtlich, was sich effektiv in einer geringeren Signalhöhe auswirkt.

Mit steigender Erbium-Konzentration nimmt der Abstand der Erbium-Ionen im Material ab und damit die gesamte Wechselwirkungsstärke zu, weshalb sich diese Erkenntnisse im Wesentlichen auch auf das Verhalten bei unterschiedlichen Erbiumkonzentrationen übertragen lassen.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>Abkürzung gebildet aus den Anfangsbuchstaben der Nachnamen von M.A. Ruderman, C. Kittel, T. Kasuya und K. Yosida

#### 3.3.3 Wirtsmetalle Silber und Gold im Vergleich

Wie im vorherigen Abschnitt erklärt ist die Dipol-Dipol-Wechselwirkung bei <u>Ag</u>:Er und <u>Au</u>:Er näherungsweise gleich stark, wodurch sich mit dem Wechselwirkungsparameter  $\alpha$  auch die Stärke der Wechselwirkung zwischen den beiden Materialien vergleichen lässt. Die Graphen in Abbildung 3.4 mit  $\alpha = 5$  sollten in guter Näherung für <u>Au</u>:Er gelten. Das bedeutet <u>Ag</u>:Er hat gegenüber <u>Au</u>:Er eine leicht erhöhte Wärmekapazität bei Betriebstemperaturen der MMCs von leicht über 20 mK und gleichzeitig ist ein flacherer Magnetisierungsverlauf zu erwarten, was beides die Signalhöhe reduziert.

Ein weiterer relevanter Unterschied der beiden Materialien ist das **Kernquadru**polmoment. Das einzige stabile Goldisotop <sup>197</sup>Au hat einen Kernspin von I = 3/2und ein großes elektrisches Kernquadrupolmoment von 0,55 barn [Pow74], was eine Hyperfeinaufspaltung der Energieniveaus bewirkt. In reinem Gold sind diese Energieniveaus aufgrund der Gittersymmetrie entartet, aber durch eine Störung der Symmetrie, wie sie durch das Einbringen von  $\text{Er}^{3+}$ -Ionen stattfindet, wird die Entartung aufgehoben und die Aufspaltung der Energieniveaus bewirkt einen zusätzlichen Beitrag zur Wärmekapazität [Her00]. Dieses zusätzliche thermische System mit einer Relaxationszeit von wenigen 100 µs führt zu einer veränderten Signalform, was sich nachteilig auf die Energieauflösung auswirkt [Ens00]. Im Gegensatz dazu haben die natürlich vorkommenden Silberisotope <sup>107</sup>Ag und <sup>109</sup>Ag beide einen Kerspin von I = 1/2, weisen daher kein Kernquadrupolmoment auf und haben damit auch keinen zusätzlichen Beitrag zur Wärmekapazität. Weil die Energieauflösung dadurch besser zu erwarten ist, rechtfertigt dieser Vorteil die Verwendung von Silber statt Gold als Wirtsmetall für die Erbium-Ionen.

#### 3.4 Spulengeometrie

Im vorherigen Unterkapitel wurden die Eigenschaften des Sensormaterials im Hinblick auf eine möglichst große Magnetisierungsänderung für einen gegebenen Wärmeeintrag besprochen. Um diese Magnetisierungsänderung mit einem SQUID auslesen zu können wird eine gute magnetische Kopplung des Sensormaterials zur SQUID-Schleife benötigt, die zugleich zuverlässig mit Mikrostrukturierungsverfahren realisiert werden kann. Hierfür eignet sich ein flacher Sensor, der über einer mäanderförmigen Spule aufgebracht ist, wie in Abbildung 3.5 schematisch dargestellt. Hier bilden die Detektionsspulen zweier benachbarter MMCs gemeinsam einen geschlossenen Stromkreis, zu dem die Einkoppelspule des SQUIDs mit der Induktivität  $L_i$  parallel geschaltet ist. Die Induktivität einer mäanderförmigen Spule mit einem Mitte-zu-Mitte-Abstand p der einzelnen Bahnen, die eine Fläche A bedeckt kann angenähert



**Abbildung 3.5:** Ein gradiometrisch verschaltetes Detektor-Paar, dessen Signal mit einem SQUID ausgelesen wird. Oben: Draufsicht mit Schaltplan und grün eingezeichneten Magnetfeldlinien. Unten: Querschnittszeichnung.

werden durch

$$L_{\rm m} = l\mu_0 \frac{A}{p} \,, \tag{3.13}$$

wobei  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Vs/Am}$  die magnetische Permeabilität des Vakuums ist und *l* einer Konstante entspricht, die vom Verhältnis der Bahnbreite *w* zu *p* abhängt [Fle05].

Im Betriebszustand des Detektors sind die Spulen der MMCs supraleitend und tragen einen Dauerstrom  $I_0$ , der das magnetische Feld zur Ausrichtung der magnetischen Momente im Sensormaterial erzeugt. Der Betrag des Magnetfeldes  $B(\mathbf{r})$  einer mäanderförmigen Spule am Ort  $\mathbf{r}$  kann beschrieben werden als

$$B(\boldsymbol{r}) = \mu_0 G(\boldsymbol{r}/p) \frac{I_0}{p}, \qquad (3.14)$$

mit einem geometrischen Kopplungsfaktor  $G(\mathbf{r}/p)$  [Bur04] und nimmt mit zunehmendem Abstand zur Spulenebene exponentiell ab [Fle05]. Bei einer Temperaturänderung im Sensor nach einem Energieeintrag  $\Delta E$  ergibt sich für jedes Volumenelement dV am Ort  $\mathbf{r}$  eine Änderung des magnetischen Flusses in der Spule von

$$d\Phi = \mu_0 \frac{G(\boldsymbol{r}/p)}{p} \Delta M(B(\boldsymbol{r}), T) dV, \qquad (3.15)$$

mit der Magnetisierungsänderung  $\Delta M$  des Sensorelements dV. Die gesamte Änderung des magnetischen Flusses in der Spule ist entsprechend über das Sensorvolumen  $V_{\rm s}$  intergriert und unter Verwendung von Gleichung 3.3

$$\Delta \Phi = \frac{\Delta E}{C_{\text{ges}}} \int_{V_{\text{s}}} \mu_0 \frac{G(\boldsymbol{r}/p)}{p} \frac{\partial M(B(\boldsymbol{r}), T)}{\partial T} dV, \qquad (3.16)$$

mit der Wärmekapazität des Detektors  $C_{\text{ges}}$ . Bei einer größeren Höhe des Sensors summieren sich also zwar mehr magnetische Momente auf, allerdings nimmt deren Kopplungsstärke zur Detektionsspule stark ab und die höhere Wärmekapazität verringert die Änderung des magnetischen Flusses pro eingebrachter Energie deutlich. Zur Bestimmung der optimalen Sensorhöhe kann das Volumen-Integral durch numerischen Simulationen für verschiedene Höhen berechnet werden wie es beispielsweise in [Her23] realisiert ist.

Da in einer supraleitenden Leiterschleife der magnetische Fluss erhalten bleibt, induziert eine temperaturabhängige Magnetisierungsänderung in Sensor 1, bzw. Sensor 2 einen Strom in der Leiterschleife, welcher die Änderung des magnetischen Flusses  $\Delta \Phi_1$  bzw.  $\Delta \Phi_2$  genau ausgleicht. Die Detektionsspulen der MMCs bilden nicht nur gemeinsam, sondern auch jeweils zusammen mit der Einkoppelspule des SQUIDs eine geschlossene Leiterschleife. Dadurch resultieren die beiden Strombeiträge

$$\Delta I_1 = \frac{\Delta \Phi_1}{L_{\rm m} + 2(L_{\rm i} + L_{\rm p})} \tag{3.17}$$

$$\Delta I_2 = \frac{-\Delta \Phi_2}{L_{\rm m} + 2(L_{\rm i} + L_{\rm p})} \tag{3.18}$$

in der Einkoppelspule des SQUIDs für eine Flussänderung  $\Delta \Phi_1$  bzw.  $\Delta \Phi_2$  in den beiden Detektionsspulen. Hierbei ist  $L_p$  die parasitäre Induktivität der Verbindungsleitungen zwischen Detektionsspulen und Einkoppelspule. Bei einem symmetrischen Aufbau, in dem die Induktivitäten  $L_m$  für beide Detektionsspulen gleich sind, unterscheiden sich die beiden Ströme entsprechend nur um das Vorzeichen. Die Summe beider Ströme ergibt den gesamten Strom durch die Einkoppelspule  $\Delta I_s = \Delta I_1 + \Delta I_2$ , welcher wiederum eine Änderung des magnetischen Flusses in der SQUID-Schleife

$$\Delta \Phi_{\rm s} = M_{\rm is} \Delta I_{\rm s} = \frac{M_{\rm is}}{L_{\rm m} + 2(L_{\rm i} + L_{\rm p})} (\Delta \Phi_1 - \Delta \Phi_2), \qquad (3.19)$$

erzeugt, mit der Gegeninduktivität  $M_{is} = k\sqrt{L_i L_s}$  zwischen SQUID-Schleife und der Einkoppelspule, wobei k eine Kopplungskonstante und  $L_s$  die Induktivität der SQUID-Schleife ist. Anhand dieser Formel ist direkt ersichtlich, dass eine in beide Sensoren gleichermaßen einkoppelnde Flussänderung, wie sie beispielsweise bei einer Temperaturänderung des gesamten Detektorchips vorkommt, genau aufgehoben wird, was diesen Aufbau zu einem Gradiometer erster Ordnung macht. Das mit dem SQUID ausgelesene Signal kann durch das Vorzeichen des auftretenden Signals einem der beiden MMCs zugeordnet werde.

#### 3.5 Signalform

Das durch die SQUIDs ausgelesene Signal ist proportional zur Magnetisierung des Sensors und damit zur Wärmemenge im thermischen System der Erbium-Ionen. Um den zeitlichen Verlauf des Signals nach einem Wärmeeintrag beschreiben zu können muss also der Wärmetransport in und aus diesem System heraus betrachtet werden. Wie schon in den Unterkapiteln 3.2 und 3.3 beschrieben wird die Wärme zwischen den elektronischen und phononischen Systemen im Absorber und Sensor und dem System der Erbium-Ionen ausgetauscht. Die thermischen Kopplungen dieser Systeme untereinander sind allerdings nicht die beschränkende Größe für den Wärmetransport, wenn eine thermischen Engstelle zwischen Absorber und Sensor eingeführt wird, wie in Unterkapitel 3.2 besprochen. Dabei wird der Wärmetransport in den Sensor und damit in das System der Erbium-Ionen so stark ausgebremst, dass angenommen werden kann, dass sowohl die thermischen Systeme innerhalb des Absorbers, wie auch die thermischen Systeme innerhalb des Sensors sich zu jedem Zeitpunkt in einem thermischen Gleichgewicht befinden. Mit dieser Bedingung vereinfacht sich das zugrundeliegende thermodynamische Modell auf das Subsystem des Absorbers mit der Temperatur  $T_{\rm a}$  und Wärmekapazität  $C_{\rm a}$ , sowie das Subystem des Sensors mit Temperatur  $T_{\rm s}$  und Wärmekapazität  $C_{\rm s}$ , die mit dem Wärmeleitwert  $G_{\rm as}$  miteinander gekoppelt sind. Zur Thermalisierung wird das Sensorsystem mit dem Wärmeleitwert  $G_{\rm sw}$  an ein Wärmebad der Temperatur  $T_0$  gekoppelt, wie in Abbildung 3.6 gezeigt.



**3.6:** Thermodynamisches Abbildung Modell für ein MMC, dessen Signalanstiegszeit durch eine thermische Engstelle zwischen Absorber und Sensor limitiert ist, nach [Gam19]. In diesem Fall kann die Wechselwirkung  $\operatorname{der}$ thermischen Systeme innerhalb des Absorbers und innerhalb des Sensors vernachlässigt werden.

Für einen punktförmigen Energieeintrag  $E\delta(t)$  in den Absorber zum Zeitpunkt t = 0 ergeben sich in diesem thermodynamischen Modell für die Energie im Ab-
sorber  $E_{\rm a}$  und die Energie im Sensor  $E_{\rm s}$  folgende Differentialgleichungen:

$$\dot{E}_{a}(t) = C_{a}\dot{T}_{a}(t) = -(T_{a}(t) - T_{s}(t))G_{as} + E\delta(t)$$
(3.20)

$$E_{\rm s}(t) = C_{\rm s}T_{\rm s}(t) = -(T_{\rm s}(t) - T_{\rm a}(t))G_{\rm as} - (T_{\rm s}(t) - T_{\rm 0}(t))G_{\rm sw}$$
(3.21)

Eine exakte Lösung dieses Systems ist beispielsweise in [Gam19] gezeigt. Wir beschränken uns hier auf eine Näherungslösung dieses Differentialgleichungssystems für den Fall  $G_{\rm as} \gg G_{\rm sw}$ . In diesem Fall erreichen Absorber und Sensor ein thermodynamisches Gleichgewicht, bevor ein relevanter Anteil der Energie in das Wärmebad abgeflossen ist, was in der Regel ein möglichst hohes Signal bewirkt. Der Temperaturanstieg des Sensors  $\Delta T_{\rm s}(t)$  ergibt sich in diesem Fall ab dem Zeitpunkt des Energieeintrags t = 0 zu

$$\Delta T_{\rm s}(t) \approx \frac{E}{C_{\rm s}} \underbrace{\beta(-e^{-t/\tau_{\rm an}} + e^{-t/\tau_{\rm ab}})}_{:=p(t)}, \qquad (3.22)$$

mit

$$\beta \approx \frac{C_{\rm s}}{C_{\rm a} + C_{\rm s}} \tag{3.23}$$

und  $\tau_{\rm an}$  der Anstiegszeit und  $\tau_{\rm ab}$  der Abklingzeit des Signals. Die Temperatur des Sensors hat also einen pulsförmigen Verlauf p(t) mit schnellem exponentiellem Anstieg und langsamem exponentiellem Abklingverhalten. Die maximale Höhe des Signals ist proportional zur eingetragenen Energie E und dem Faktor  $\beta$ , der dem Anteil der Sensor-Wärmekapazität an der gesamten Wärmekapazität des Detektors  $C_{\rm ges} = C_{\rm a} + C_{\rm s}$  entspricht.

Im angenommenen Fall $G_{\rm as} \gg G_{\rm sw}$ lässt sich die Anstiegszeit näherungsweise schreiben als

$$\tau_{\rm an} \approx \frac{C_{\rm a}C_{\rm s}}{G_{\rm as}(C_{\rm a}+C_{\rm s})} \tag{3.24}$$

und die Abklingzeit entspricht näherungsweise

$$\tau_{\rm ab} \approx \frac{C_{\rm a} + C_{\rm s}}{G_{\rm sw}} \,. \tag{3.25}$$

Die Zeit des Signalanstiegs hängt also wie erwartet ab vom Wärmeleitwert, der den Wärmefluss in den Sensor begrenzt und dementsprechend hängt die Abklingzeit vom Wärmeleitwert zum Wärmebad ab. Es ist außerdem ersichtlich, dass bei der Signalabklingzeit nur die Gesamtwärmekapazität des gesamten Detektors wichtig ist, bei der Signalanstiegszeit, aber auch das Verhältnis der Wärmekapazitäten des Absorbers und Sensors.

### 3.6 Rauschbeiträge

Das im vorherigen Unterkapitel eingeführte thermodynamische Modell kann um Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen erweitert werden, die unabhängig von einem Energieeintrag zu jeder Zeit vorhanden sind. In Abbildung 3.6 sind diese Fluktuationen als Rauschquellen eingezeichnet, wurden aber in der bisherigen Betrachtung vernachlässigt. Beschränkt man sich in dem Modell nur auf die Rauschquellen und lässt den Energieeintrag aus, ergibt sich das Differentialgleichsungssystem zu

$$\dot{E}_{a}(t) = C_{a}\dot{T}_{a}(t) = -(T_{a}(t) - T_{s}(t))G_{as} - P_{as}(t)$$

$$\dot{E}_{s}(t) = C_{s}\dot{T}_{s}(t) = -(T_{s}(t) - T_{a}(t))G_{as} - (T_{s}(t) - T_{0}(t))G_{sw} + P_{as}(t) + P_{sw}(t)$$
(3.26)
(3.26)
(3.27)

mit  $P_{\rm as}(t)$  als Rauschquelle zwischen Absorber und Sensor und  $P_{\rm sw}(t)$  als Rauschquelle zwischen Sensor und dem Wärmebad.

Bei einer Transformation in den Frequenzraum ergibt sich unter der Annahme von  $\tau_{\rm ab} \gg \tau_{\rm an}$  (folgend aus  $G_{\rm as} \gg G_{\rm sw}$ ) und  $C_{\rm a} \approx C_{\rm s}$  das Leistungsspektrum der Energiefluktuationen im Sensor zu

$$S_{\rm E_s,td}(f) \approx 4k_{\rm B}C_{\rm s}T^2\left((1-\beta)\frac{\tau_{\rm an}}{1+(\tau_{\rm an}2\pi f)^2} + \beta\frac{\tau_{\rm ab}}{1+(\tau_{\rm ab}2\pi f)^2}\right),\qquad(3.28)$$

in Abhängigkeit der Frequenz f, wie in [Fle05] hergeleitet.

Zusätzlich verursacht die brownsche Bewegung aller Ladungsträger in nicht-supraleitenden Metallen fluktuierende Magnetfelder, die ein magnetisches Flussrauschen in die Detektionsspule einkoppeln. Dieser Rauschbeitrag wird als magnetisches Johnson Rauschen bezeichnet und ist beispielsweise in [Ens00, Pie08, Pie12] genauer beschrieben. Ein Metall mit elektrischer Leitfähigkeit  $\sigma$  und Schichthöhe h koppelt in eine mäanderförmige Spule mit Mitte-zu-Mitte-Abstand p der Leitungsbahnen, die sich in einem Abstand d zu dem Metall befindet und mit dem Metall innerhalb der Fläche A überlappt, ein magnetisches Flussrauschen ein von

$$S_{\Phi,J}(f) = \frac{2.376}{4\pi} \mu_0^2 k_B T \sigma A p \left( e^{-2\pi d/p} - e^{-2\pi (d+h)/p} \right) .$$
(3.29)

Verglichen mit anderen Rauschbeiträgen ist das magnetische Johnson Rauschen typischerweise vernachlässigbar [Pie12].

Auch im System der Erbium-Ionen gibt es magnetische Fluktuationen, die in die Detektionsspule koppeln. Nach [Fle09] kann die spektrale Leistungsdichte eines Erbium-Ions in Gold dabei angegeben werden als  $S_{\rm m}(f) \approx (0.1 \, \mu_{\rm B}^2/{\rm Hz})/(f/Hz)^{\eta}$ , mit dem Bohr-Magneton  $\mu_{\rm B}$  und Werten von  $\eta$  zwischen 0,8 und 1. In eine mäanderförmige Detektionsspule koppelt dadurch ein magnetisches Flussrauschen ein von

$$S_{\Phi,\mathrm{Er}} = \frac{\mu_0^2 \langle G^2 \rangle}{p^2} S_\mathrm{m}(f) N_\mathrm{Er} \,, \qquad (3.30)$$

mit dem gewichteten Mittelwert des quadrierten geometrischen Kopplungsfaktors Gund der Anzahl an Erbium-Ionen im Sensor  $N_{\rm Er}$ . Eine detailierte Beschreibung des Erbiumsystems in Silber ist in [Her22] gegeben.

Zusätzlich zu diesen im Detektor auftretenden Rauschkomponenten gibt es noch durch die SQUIDs verursachtes Rauschen, welches in Abschnit 5.1.4 beschrieben ist.

## 3.7 Intrinsische Energieauflösung

Die im vorherigen Unterkapitel besprochenen Rauschbeiträge führen zu einer Verbreiterung der von einem MMCs gemessenen Energie. Auf Grundlage des in Unterkapitel 3.5 eingeführten thermodynamischen Systems und der aus einem Energieeintrag resultierenden Signalform, lässt sich unter alleiniger Betrachtung des thermodynamischen Rauschbeitrags eine fundamentale Limitierung der instrumentellen Linienbreite ableiten. Nach [Fle03] ergibt eine Auswertung der Signale mit der Methode des optimalen Filterns eine gaußförmige Verbreiterung der Linie von

$$\Delta E_{\rm FWHM} = 2\sqrt{2\ln 2} \left( \int_{0}^{\infty} SNR^2(f) \,\mathrm{d}f \right)^{-1/2} \,, \tag{3.31}$$

mit dem Signal-zu-Rauschen-Verhältnis

$$SNR^{2}(f) = \frac{|\tilde{p}(f)|^{2}}{S_{E_{s},td}(f)}.$$
 (3.32)

Hier ist  $\tilde{p}(f)$  die in den Frequenzraum transformierte Pulsform p(t) aus Gleichung 3.22 und  $S_{\text{E}_{s},\text{td}}(f)$  das Leistungsspektrum der Energiefluktuationen im Sensor wie in Gleichung 3.28 angegeben.

Unter den gleichen Annahmen, die auch zur Herleitung der Signalform und des Rauschens gemacht wurden, ergibt sich die instrumentelle Linienbreite eines metallischen magnetischen Kalorimeters damit zu

$$\Delta E_{\rm FWHM} \approx 2\sqrt{2\ln 2} \sqrt{4k_{\rm B}T^2 C_{\rm a}} \left(\frac{1}{\beta(1-\beta)} \frac{\tau_{\rm an}}{\tau_{\rm ab}}\right)^{1/4} . \tag{3.33}$$

Diese Formel für die Verbreiterung der Linie bestätigt nochmals die getroffenen Annahmen. Für eine möglichst kleine Linienbreite folgt direkt die Bedingung  $\tau_{\rm ab} \gg \tau_{\rm an}$ und indirekt auch  $G_{\rm as} \gg G_{\rm sw}$ . Des Weiteren ergibt sich ein Minimum für  $\beta \approx 1/2$ , was der Grund für die zweite Annahme  $C_{\rm a} \approx C_{\rm s}$  war.

# 4. maXs100-Detektor

Wie in Abschnitt 3.2.2 angesprochen eignen sich für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Messung MMCs mit Absorbern aus 50 µm dickem Gold. Hierfür wurde der neue Detektor maXs100 entworfen und im Reinraum des Kirchhoff-Instituts für Physik hergestellt. Das Design und wichtige Parameter des maXs100-Detektors, sowie dessen Herstellung mit Mikrofabrikationsprozessen werden in diesem Kapitel vorgestellt. Zum Schluss wird auf die Möglichkeiten der Optimierung des Galvanik-Prozesses zur Absorber-Mikrofabrikation im Hinblick auf die Herstellung zukünftiger Varianten eingegangen.

# 4.1 Design

Das Design des maXs100-Detektors wurde mit der Software Virtuoso<sup>1</sup> erstellt und ist in Abbildung 4.1 mit KLayout<sup>2</sup> graphisch dargestellt. Auf dem  $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ großen Detektor-Chip befinden sich, in einem quadratischen Raster angeordnet, insgesamt 64 MMCs, die jeweils aus einem Absorber (1), einem Sensor (2) und einer Detektionsspule bestehen. Jedes dieser MMCs wird im Folgenden auch Pixel genannt und alle Pixel zusammen genommen als Detektor<sup>3</sup> bezeichnet. Wie in Abschnitt 3.4 erläutert, werden je zwei dieser Pixel gradiometrisch zusammengeschlossen und gemeinsam von einem SQUID-Kanal ausgelesen. Eine Ausnahme dazu bilden die vier Pixelpaare in den Ecken des Rasters, die eine leichte Abweichung der Gradiometrie aufweisen, um auf Temperaturschwankungen des Detektorchips sensitiv zu sein.

Die insgesamt 32 Kanäle werden durch sogenannte Striplines<sup>4</sup> aus 30 µm breiten Niobbahnen mit den Kontaktierungsflächen (7) am Rand des Detektor-Chips verbunden. In der Zeichnung ist die untere Nioblage in schwarz eingezeichnet und die obere Nioblage in grau. Die beiden Leitungen eines SQUID-Kanals sind übereinander geführt um die Induktivität zu senken. Um die beiden Schichten elektrisch zu isolieren, wurde auf die untere Niobschicht eine dünne Oxidschicht und zusätzlich eine etwa 300 nm dicke Schicht SiO<sub>2</sub> aufgebracht, die nur an Stellen der Durchkontaktierungsflächen können so zur elektrischen Verbindung des Chips Bonddrähte befestigt werden.

 $<sup>^1 \</sup>mathrm{Cadence}$  Design Systems, Inc., Bagshot Road, Bracknell, Berkshire, RG12 OPH, UK.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>KLayout GDS2 Viewer, https://www.klayout.de

 $<sup>^{3}</sup>$ Auch wenn streng genommen jedes Pixel für sich auch als Detektor bezeichnet werden kann.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>In diesem Kontext verwendet für zwei flache übereinandergeführte Leitungsbahnen, die durch eine nicht-leitende Schicht elektrisch getrennt sind.



Abbildung 4.1: Technische Zeichnung des maXs100 Detektors. Links: Der gesamte Chip, rechts: Ein Quadrant in Vergrößerung. (1) Absorber (transparent dargestellt) (2) Sensor (3) Thermalisierungsstrukturen (transparent über den Sensoren) (4) Leitungen zum Auslesen mit einem SQUID-Kanal (5) Zuleitungen für die Präparation des Dauerstroms (6) Pulser-Leitungen (7) Kontaktierungsflächen für Bonddrähte.

Bei der Führung der Leitungen wurde auf 90°-Winkel verzichtet, um überhöhten elektrischen Feldern an diesen Stellen vorzubeugen. Zusätzlich gibt es für jeden Quadranten des Detektor-Chips zur Präparation des felderzeugenden Dauerstroms (in Abschnitt 4.1.2 genauer erklärt) vier ebenfalls 30 µm breite Niobbahnen, die zu den breiteren Kontaktierungsflächen führen und fast vollständig in der unteren Nioblage verlaufen. Die 64 Pixel sind in baugleiche Quadranten angeordnet. In der vergrößerten Darstellung eines Quadranten im rechten Teil der Abbildung 4.1, lässt sich die Reihenschaltung aller Pixel eines Quadranten in schwarz (5) nachvollziehen. Ein einzelnes Leitungspärchen (6) führt zu einem kleinen Heizer-Widerstand in der Ecke des MMC Rasters, mit dem zu Charakterisierungszwecken mit einem Strompuls ein Temperaturanstieg erzeugt werden kann.

Die Absorberfläche erstreckt sich insgesamt über eine quadratische Fläche mit 10,3 mm Seitenlänge. Etwa 5,7 % dieser Fläche sind nicht durch Absorber bedeckt, sondern liegen durch die 40 µm breiten Abstände zwischen den Absorbern frei, sodass sich eine effektive aktive Fläche von 1 cm<sup>2</sup> ergibt. In den Ecken des Chips befinden sich Thermalisierungsstrukturen (3) aus galvanisiertem Gold, mit einer Fläche von 1 mm × 1 mm. An diesen quadratischen Flächen kann der Chip zur Befestigung, von oben mit einem Rahmen an die Detektor-Plattform festgedrückt werden. Zusammen mit Thermalisierungsstrukturen am Rand des Chips, die jeweils eine Fläche von etwa 2,4 mm<sup>2</sup> haben und eine rückseitig aufgebrachte Schicht aus Ag:Er und Gold

dienen diese Strukturen als thermisches Reservoir um die Temperaturerhöhung eines Pixels durch Wärmeeinträge in umliegenden Pixeln minimal zu halten. Zusätzlich bieten die Thermalisierungsstrukturen auf der Oberseite die Möglichkeit sie über Gold-Bonddrähte direkt mit der Detektorplattform thermisch zu verbinden.



Abbildung 4.2: Technische Zeichnung eines nicht-gradiometrischen Pixelpaares des maXs100-Detektors. Die Vergrößerung zeigt den Bereich des Dauerstromschalters, zur besseren Übersichtlichkeit ohne die obere Nioblage. (1) Absorber (transparent dargestellt) (2) Sensor (3) Thermalisierungsstruktur (4) Leitungen zum Auslesen mit einem SQUID-Kanal (5) Zuleitungen für die Präparation des Dauerstroms (8) Stämme (9) Mäanderförmige Detektionsspule (10) Rückleitung der Detektionsspule (11) Heizer-Widerstand

In Abbildung 4.2 ist eine vergrößerte Ansicht eines Pixel-Paars gezeigt. Die Absorber (1) haben eine Kantenlänge von 1250 µm, aber keine quadratische Grundfläche. Der Grundgedanke hiervon ist, die darunter liegenden Niobstrukturen vor auftreffenden Photonen zu schützen. Bei zu starker Erwärmung könnte der supraleitende Zustand des Niob lokal zusammenbrechen, wodurch sich der felderzeugende Dauerstrom ändern könnte. Die Absorber stehen frei auf vier Stämmen (8) mit 30 µm Durchmesser. Details zur Herstellung dieser freistehenden Struktur sind in Abschnitt 4.2.1 erläutert.

#### 4.1.1 Sensor und thermische Ankopplungen

Der Sensor (2) besteht aus einer 2,9 µm hohen Schicht Silber, die mit etwa 420 ppm Erbium dotiert ist und bedeckt eine Fläche von 700 µm × 700 µm. Für eine schnellere und gleichmäßigere Thermalisierung wird die Fläche des Sensors mit einer 3 µm hohen galvanisierten Goldschicht bedeckt. Diese Thermalisierungslage setzt sich über 30 µm breite und etwa 290 µm lange Stege bis zu einer 300 µm × 300 µm großen Thermalisierungsfläche (3) zwischen den Pixeln fort. Unter der Thermalisierungsfläche sollte idealerweise ein Loch bis zur Rückseite des Detektor-Chips geätzt sein [Hen17, Sch19], dessen Wände mit einer Goldschicht bedeckt sind und so einen hervorragenden thermischen Kontakt zur Rückseitenbeschichtung herstellen [Gam19]. Über diese Struktur wird die Wärme nach einem Energieeintrag abgeführt und dient damit als Kontakt zum Wärmebad. Die Geometrie des Verbindungsstegs zur Thermalisierungsfläche definiert somit den Wärmeleitwert  $G_{sw}$  zwischen Sensor und Wärmebad. Leider war die Entwicklung des Prozesses zur Rückseitenkontaktierung zum Zeitpunkt der Herstellung der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten maXs100-Detektoren noch nicht abgeschlossen, weshalb der Detektor ohne diese produziert wurde.

An jeden Stamm des Absorbers ist der Sensor über vier  $16 \,\mu\text{m}$  breite und  $10 \,\mu\text{m}$  lange Stege in der Sensorlage und zusätzlich über zwei  $7 \,\mu\text{m}$  breite und  $10 \,\mu\text{m}$  lange Stege in der Thermalisierungslage mit dem Absorber verbunden. Die Geometrie dieser thermischen Anbindung definiert den Wärmeleitwert  $G_{\text{as}}$  zwischen Absorber und Sensor. Wie in Unterkapitel 3.5 beschrieben, bestimmen diese Wärmeleitwerte zusammen mit den Wärmekapzitäten des Absorbers und des Sensors die Signalanstiegs und -Abklingzeit der Pulse.

Der Wärmeleitwert zwischen zwei Strukturen, die durch einen Steg der Länge lund Querschnittsfläche A verbundenen sind, lässt sich nach dem Wiedemann-Franz-Gesetz über den spezifischen elektrischen Widerstand  $\rho$  des Stegmaterials bei einer Temperatur T berechnen nach

$$G = \frac{\mathcal{L}T}{\rho} \frac{A}{l} \,, \tag{4.1}$$

mit der Lorenz-Zahl  $\mathcal{L} = 2,44 \cdot 10^{-8} \,\mathrm{W}\,\Omega\,\mathrm{K}^{-2}$ . Für unsere galvanisierten Goldstrukturen kann ein hohes Restwiderstandsverhältnis von RRR = 14 oder höher angenommen werden, wie in Unterkapitel 4.3 genauer erläutert wird. Damit ergibt sich für den spezifischen elektrischen Widerstand von Gold bei sehr tiefen Temperaturen von  $T = 20 \,\mathrm{mK}$  ein Wert von

$$\rho_{\rm Au} = \frac{\rho_{\rm Au}^{300\rm K}}{RRR - 1} = 1.7 \cdot 10^{-9} \,\Omega\,\mathrm{m}\,, \qquad (4.2)$$

wobei  $\rho_{Au}^{300\text{K}}$  der Wert bei T = 300 K für eine sehr niedrige Defektdichte <sup>5</sup> ist. Für den spezifischen elektrischen Widerstand des Sensormaterials <u>Ag</u>:Er muss der zusätzliche Beitrag durch die Erbium-Ionen berücksichtigt werden. Zusammen mit dem typischerweise bei gesputterten Schichten geringen Restwiderstandsverhältnis von etwa RRR = 2,4, ergibt sich ein Wert von etwa

$$\rho_{\rm Ag:Er} = \frac{\rho_{\rm Ag}^{300\rm K}}{RRR - 1} + 1.61 \cdot 10^{-6} \,\Omega\,{\rm m} \cdot c = 1.42 \cdot 10^{-8} \,\Omega\,{\rm m}\,, \tag{4.3}$$

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>Etwa dem phononischen Beitrag entsprechend. (Wie er in der Literatur zu finden ist)

wobei c die Erbiumkonzentration im Sensor ist [Foi71, Hen17]. Vergleicht man die beiden spezifischen elektrischen Widerstände wird sofort ersichtlich, dass die Wärmeleitfähigkeit der Goldschicht etwa eine Größenordnung höher ist und so die Wärme schnell über die gesamte Fläche des Sensor verteilt. Dadurch sollte die Thermalisierung innerhalb des Sensors auf etwa der gleichen Zeitskala stattfinden, wie die Thermalisierung innerhalb des Absorbers, die wie in Abschnitt 3.2.2 gezeigt bei unter 4 µs liegt. Die Zeitskala auf der der Wärmeaustausch zwischen Absorber und Sensor stattfindet, sollte diese Thermalisierungszeit deutlich übersteigen, damit ein thermodynamisches Modell vorliegt, wie in Unterkapitel 3.5 beschrieben.

Der Wärmeleitwert zwischen Absorber und Sensor ergibt sich mit der beschriebenen Geometrie und Gleichung 4.1 für  $T = 20 \,\mathrm{mK}$  zu  $G_{\mathrm{as}} = 7,39 \,\mu\mathrm{W/K}$ . Mit Werten aus der im nächsten Abschnitt beschriebenen Simulation, ergibt sich die Wärmekapazität des Absorbers bzw. Sensors mit den hier vorgestellten Maßen zu etwa  $C_{\rm a} = 112 \, {\rm pJ \, K^{-1}}$ , bzw.  $C_{\rm s} = 122 \, {\rm pJ \, K^{-1}}$ . Setzt man diese Werte in Gleichung 3.24 ein, ergibt sich eine Signalanstiegszeit von  $\tau_{an} = 7.9 \,\mu s$ . Damit sollte die Voraussetzung des thermodynamischen Modells erfüllt sein. Analog ergibt sich der Wärmeleitwert des Stegs zur Thermalisierungsfläche (3) zu  $G_{sw} = 89.5 \,\mathrm{nW/K}$ . Aus Gleichung 3.25 ergibt sich damit, für den Fall, dass die Thermalisierungsfläche in gutem thermischen Kontakt zu einem Wärmebad wie dem Detektorhalter steht, eine Signalabklingzeit von  $\tau_{ab} = 2.6 \,\mathrm{ms}$ . Dies ist ohne die Rückseitenkontaktierung allerdings nicht der Fall, weshalb sich bei den verwendeten Detektoren die Wärme in das Nachbar-Pixel ausbreitet und mit einem niedrigeren Wärmeleitwert durch das Substrat abfließt, wie in [Hen17] erläutert. Für perfekt gradiometrisch verschaltete Detektor-Pixel ist für den Signalverlauf allerdings nicht die absolute Temperatur relevant, sondern die Temperaturdifferenz zwischen den beiden Pixeln, wie mit Gleichung 3.19 hergeleitet. Die Signalabfallszeit des einen Pixels müsste also etwa der Anstiegszeit des Nachbar-Pixels  $\tau_{an}^{NP}$  durch einen Wärmefluss über die thermische Kopplung zwischen zwei Pixeln, entsprechen. Gekoppelt sind zwei Detektor-Pixel näherungsweise über zwei Thermalisierungsstege in Reihe, entsprechend also mit einem Wärmeleitwert von  $G_{\rm sw}/2$ . Daraus ergibt sich

$$\tau_{\rm ab} \approx \tau_{\rm an}^{\rm NP} \approx \frac{C_{\rm ges} C_{\rm ges}}{(C_{\rm ges} + C_{\rm ges}) G_{\rm sw}/2} \approx \frac{C_{\rm ges}}{G_{\rm sw}}$$
(4.4)

und damit also die gleiche Abklingzeit wie im Fall mit Rückseitenkontaktierung [Hen17].

Wie in Abschnitt 3.2.2 erklärt, ist die Zeit bis sich die Wärme innerhalb des Absorbers gleichmäßig verteilt hat bei geringerem Restwiderstandsverhältnis des galvanisierten Goldes größer. Die zusätzlichen Stege zwischen Absorber und Sensor in der Thermalisierungslage haben den Vorteil, dass sich durch ein geringeres Restwiderstandsverhältnis die Anstiegszeit der Pulse ebenfalls erhöht und somit das Verhältnis der Thermalisierungszeit innerhalb des Absorbers und der Anstiegs- und Abklingzeit der Pulse weniger stark vom Restwiderstandsverhältnis abhängt, falls dieses für beide Galvanikvorgänge vergleichbar ausfällt.

#### 4.1.2 Detektionsspule und Dauerstrompräparation

Unter den Sensoren ist die mäanderförmige Detektionsspule (9) aus Niob mit einer Bahnbreite von 5 µm und einem Mitte-zu-Mitte-Abstand von 10 µm strukturiert, in Abbildung 4.2 im Randbereich des rechten Pixels zu erkennen. Umgeben ist die Detektionsspule von Rückleitungen (10) die zum Nachbarpixel führen, sodass sich ein geschlossener Stromkreis durch beide Mäander ergibt. Durch die diagonale Bahnführung der mäanderförmigen Spule und das Umschließen durch die Rückleitungen werden der Einfluss äußerer magnetischer Felder und elektromagnetisches Übersprechen zwischen angrenzenden Pixeln reduziert [Fle05]. Der vergrößerte Bildausschnitt rechts unten zeigt das Verbindungsstück der beiden Spulen, ohne die obere Nioblage. Auf den grün eingefärbten Flächen fehlt die Isolationsschicht auf der unteren Nioblage, wodurch diese Flächen eine Verbindung beider Nioblagen darstellen. So lässt sich die Leitungsführung zwischen den Spulen und auch der zu beiden Spulen parallele Abgriff für die Leitungen (4) zum Detektor-SQUID nachvollziehen. Durch diese Verschaltung heben sich bei symmetrisch aufgebauten Pixeln gleichermaßen einkoppelnde Magnetisierungsänderung beispielsweise durch Temperaturschwankungen des Chips, genau auf. In Abbildung 4.2 ist allerdings einer von vier dediziert nicht-gradiometrischen Kanälen gezeigt, bei dem die Fläche des rechten Sensors 16%kleiner ist, um eine Temperaturabhängigkeit des Ruhesignals zu erreichen und so im Betrieb eine Information über die Chip-Temperatur zu erhalten. Über eine Verengung der Nb-Bahn, die beide Mäander miteinander verbindet, ist ein Stück Gold-Paladium als Heizer-Widerstand (11) aufgebracht. Diese Struktur dient zum Präparieren des felderzeugenden Dauerstroms [Hen17]. Mit den Zuleitungen (5) kann dabei ein Strom durch die Spulen von außen eingeprägt werden.

Um das Vorgehen bei der Präparation des Dauerstroms nachvollziehen zu können sind in Abbildung 4.3 die Niobstrukturen eines Pixelpaares gezeigt, mit farbig angedeutetem Stromfluss. Wird im komplett supraleitenden Zustand (A) über die Zuleitungen der Spulen ein Strom  $I_0$  geleitet, fließt der Strom hauptsächlich durch die, verglichen mit den Mäandern viel kürzeren Rückleitungen und die Engstelle unter dem Heizer-Widerstand. Wird mit dem Zuleitungspaar zum Heizer-Widerstand ein kurzer Strompuls  $I_{\rm H}$  durch den Widerstand geschickt (B), lässt sich dadurch das Niob in der Engstelle gezielt über die Sprungtemperatur bringen. Auf diese Weise wird der Stromfluss bei von außen eingespeistem Strom  $I_0$  in die Detektionsspulen umgeleitet. Bei der Unterschreitung der Sprungtemperatur (C) bleibt der Strom im dann wieder geschlossenen supraleitenden Stromkreis erhalten.



Abbildung 4.3: Schematische Darstellung der Schritte zur Dauerstrom-Präparation mit grün eingefärbtem Stromfluss durch die Spulen und rot eingefärbtem Strom durch die Strukturen zum Heizer-Widerstand. (A) Stromfluss im komplett supraleitenden Zustand (B) Stromfluss während dem Anlegen eines Stroms durch den Heizer-Widerstand (C) Stromfluss nach der Präparation.

## 4.1.3 Erwartete Energieauflösung

Anhand der beschriebenen Geometrie kann die Energieauflösung des Detektors im Betrieb simuliert werden. Hierfür wurde ein Code verwendet, der auf Grundlage einer Simulation der Verteilung des magnetischen Feldes und der thermodynamischen Eigenschaften des Sensormaterials die Energieauflösung für die gegebenen Parameter berechnet. Entwickelt und ausführlich beschrieben wurde dieser Code in [Her23], basierend auf [Sch00, Fle03]. Die wichtigsten Parameter des maXs100-Detektors sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst. Die Werte für die Wärmekapazitäten und der Induktivität der Detektionsspule basieren dabei auf Ergebnissen der Simulation.

Für eine Betriebstemperatur von 20 mK und einer angenommenen Induktivität der SQUID-Einkoppelspule von 1,2 nH ergibt sich damit für einen präparierten Dauerstrom von 90 mA eine Energieauflösung des Detektors von etwa  $\Delta E_{\rm FWHM} = 24 \, {\rm eV}$ . Für die Energieauflösung wurde die Goldschicht auf dem Sensor nur indirekt über die Signalanstiegs- und -abklingzeit berücksichtigt, deren Beitrag zur Wärmekapazität allerdings nicht, da er mit weniger als 2 % der Gesamtwärmekapazität vernachlässigt werden kann. 4. maXs100-Detektor

Zuleitungen		Heizer Dauerstromschalter	
Material	Nb	Material	AuPd
Bahnbreite 1. Lage	$30\mu{ m m}$	Länge	$20\mu{ m m}$
Bahnbreite 2. Lage	$24\mu m$	Breite	$5\mu{ m m}$
Schichtdicke 1. Lage	$250\mathrm{nm}$	Schichtdicke	$160\mathrm{nm}$
Schichtdicke 2. Lage	$400\mathrm{nm}$	Widerstand	$8,8\Omega$
Schichtdicke Isolation	$350\mathrm{nm}$		
Sensor		Detektionsspule	
Material	$\underline{Ag}:Er(420 \text{ ppm})$	Material	Nb
Fläche	$(700\mu{ m m})^2$	Schichtdicke	$250\mathrm{nm}$
Schichtdicke	$2,9\mu\mathrm{m}$	Bahnbreite	$5\mu{ m m}$
Wärmekapazität	$122{\rm pJ}{\rm K}^{-1}$	Mitte-zu-Mitte-Abs.	$10\mu{ m m}$
		Induktivität	$13,6\mathrm{nH}$
Absorber		Stämme	
Material	Au	Material	Au
Fläche	$(1250\mu{\rm m})^2$	Durchmesser	$30\mu{ m m}$
Schichtdicke	$50\mu{ m m}$	Höhe	$7\mu{ m m}$
Wärmekapazität	$112\mathrm{pJ}\mathrm{K}^{-1}$	Anteil AbsFläche	$0{,}18\%$
Kopplung Absorber-Se	nsor	Kopplung Wärmebad	
Material	$\underline{Ag}:Er + Au$	Material	Au
Wärmeleitwert	$7,4\mathrm{\mu WK^{-1}}$	Wärmeleitwert	$90 \mathrm{nW}\mathrm{K}^{-1}$
Signalanstiegszeit	$7{,}9\mathrm{\mu s}$	Signalabklingzeit	$2,6\mathrm{ms}$

**Tabelle 4.1:** Übersicht über wichtige Parameter des maXs100-Detektors bei einer Betriebstemperatur von T = 20 mK und einem RRR=14 des galvanisierten Goldes. Die Wärmekapazität des Sensors setzt sich aus den Kapazitäten der <u>Ag</u>:Er - und Goldschicht zusammen. Die Induktivität der Detektionsspule wurde mit dem Code von [Her23] simuliert.

# 4.2 Herstellung des maXs100

Zur Herstellung von Mikrokalorimetern eignen sich Mikrostrukturierungsprozesse, die auf Methoden der Fotolithografie basieren. Eine ausführliche Beschreibung dieser Prozesse lässt sich beispielsweise in [Pie08, Koc17] nachlesen. In diesem Unterkapitel werden die wichtigsten, verwendeten Methoden für ein grundlegendes Verständnis zusammenfassend beschrieben und auf den Glavanikprozess zur Herstellung der Absorber genauer eingegangen.

Bei der Fotolithografie wird ein fotosensitiver Lack auf den Wafer aufgebracht, von

dem durch selektive Belichtung mit anschließender Entwicklung eine gewünschte Struktur bestehen bleibt. So kann gezielt nur an nicht mit Lack bedeckten Flächen ein Material haftend aufgebracht oder schon bestehende Materialschichten nur an den freiliegenden Stellen bearbeitet werden. Hergestellt wurden die verwendeten Detektoren lagenweise auf einseitig polierten 3-Zoll-Wafern aus hochreinem Silizium im institutsinternen Reinraum des Kirchhoff-Instituts für Physik<sup>6</sup>. Eine Übersicht aller Lagen des maXs100-Detektors ist in Tabelle 4.2 aufgeführt.

Lage	Struktur	Material	Material- abscheidung	Fotolack AZ	Prozess
1	Detektionsspulen, Zuleitungen und Kontaktierungs- flächen	$250\mathrm{nm}$ Nb	Sputtern	MIR701	Ätzen
2	Erste Isolation	$25\mathrm{nm}$ - $50\mathrm{nm}$ Nb $_2\mathrm{O}_5$	Anodisierung	$5214\mathrm{E}$	
3	Zweite Isolation	$300\mathrm{nm}~\mathrm{SiO}_2$	Sputtern	$5214\mathrm{E}$	Lift-Off
4	Heizer- Widerstände	160 nm AuPd	Sputtern	$5214\mathrm{E}$	Lift-Off
5	Obere Zuleitungen	$400\mathrm{nm}$ Nb	Sputtern	5214E	Lift-Off
6	Dritte Isolation	$120\mathrm{nm}~\mathrm{SiO}_2$	Sputtern	5214E	Lift-Off
7	Rückseiten- Thermalisierung	2µm Ag:Er 500 nm Au	Sputtern	$5214\mathrm{E}$	Lift-Off
8	Sensor	2,9 μm <u>Ag</u> :Er	Sputtern	$5214\mathrm{E}$	Lift-Off
9	Thermalisierung	100 nm Au 3 µm Au	Sputtern Galvanik	4562 4562	2-Lagen- Prozess
10	Stämme Absorber	100 nm Au 50 μm Au	Sputtern Galvanik	4562 40XT	Siehe Abschnitt 4.2.1

**Tabelle 4.2:** Übersicht aller Lagen des maXs100-Detektors mit den wichtigsten Informa-tionen zu deren Prozessierung.

 $<sup>^{6}</sup>$ Universität Heidelberg, Im Neuenheimer Feld 227, 69120 Heidelberg

Die verwendeten Lacke<sup>7</sup> wurden hierbei mittels Schleuderbeschichtung aufgebracht und durch einen Laserlithographen<sup>8</sup> mit einem Laser zeilenweise direkt in den Lack geschrieben. Die belichteten Flächen lassen sich gegenüber der unbelichteten Flächen, je nach Lack-Art (Positiv- oder Negativlack) sehr viel schneller oder langsamer in einem basischen Entwickler lösen. Nach einem Bad in der Entwicklerflüssigkeit bleiben so die langsamer löslichen Strukturen des Lacks auf dem Wafer erhalten.

Eine der wichtigsten Prozessarten der Lagenherstellung ist der Lift-Off-Prozess. Hier befindet sich der Lack auf den Flächen des Wafers, an dem kein Material aufgebracht werden soll. Wird nun beispielsweise durch Kathodenzerstäubung (auch "Sputtern" genannt) Material über den gesamten Wafer aufgebracht, liegt dieses Material nur an den freiliegenden Stellen der Lackstruktur direkt auf dem Wafer auf. Das Material, das auf dem Lack gelandet ist hebt sich beim Entfernen des Lacks mit einem Lösemittel wie Aceton oder DMF<sup>9</sup> als Folie ab. Die Sputter-Vorgänge zur Herstellung des maXs100-Detektors wurden hauptsächlich in einer kommerziell erhältlichen UHV-Sputteranlage<sup>10</sup> durchgeführt, das Sputtern des SiO<sub>2</sub> fand in einer Sputteranlage<sup>11</sup> außerhalb des Reinraums statt.

Ein anderer wichtiger Prozess zur Lagenherstellung ist der Ätzprozess, bei dem in den freiliegenden Stellen des Lacks die darunterliegende Schicht durch Nass- oder Plasmaätzen abgetragen wird. Das Material der Lage wird zunächst vollflächig auf den Wafer aufgebracht und anschließend der Lack auf dem Material strukturiert. Folgt das Abtragen durch einen reaktiven Ionenätz-Prozess entstehen in der Regel gleichmäßige und scharfe Kanten in den Strukturen. Bei einem Mehrlagenprozess besteht allerdings die Gefahr unbeabsichtigt weiter unterliegende Lagen anzugreifen, weshalb diese Methode beim maXs100-Detektor nur bei der untersten Lage zum Einsatz kam. In der verwendeten Plasmaätzanlage SI500C<sup>12</sup> wurde zum Abtragen des Niobs der untersten Lage ein induktiv gekoppeltes Plasma mit dem Prozessgas SF<sub>6</sub> benutzt.

Ein weiterer Prozess, der bei der Herstellung des maXs100-Detektors nur einmal zum Einsatz kam ist das Anodisieren, mit dem eine isolierende Oxidschicht auf der untersten Niob-Lage gebildet wird. Hierbei liegt die zu anodisierende Fläche im Lack frei und der gesamte Wafer wird in einer Lösung aus Ethylenglykol<sup>13</sup>, Ammonium-

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup>AZ Electronic Materials, Teil der Merck Performance Materials GmbH, Rheingaustraße 190-196, 65203 Wiesbaden, Deutschland

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup>HIMT MLA 150, Heidelberg Instruments Mikrotechnik GmbH, Mittelgewannweg 27, 69123 Heidelberg, Deutschland

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup>Dimethylformamid,  $(CH_3)_2$ N-CHO

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup>DCA Instruments Oy, Vajossuonkatu 8, 20360 Turku, Finnland

 $<sup>^{11}\</sup>mathrm{Alcatel}$  SCM 601 von Alcatel Vacuum Technology France SAS

 $<sup>^{12}\</sup>mathrm{SENTECH}$ Instruments GmbH, Schwarzschildstraße 2, 12489 Berlin, Deutschland

<sup>&</sup>lt;sup>13</sup>Ethan-1,2-diol

pentaborat<sup>14</sup> und Wasser im Volumen-Verhältnis 25:4:19 versenkt. Durch Anlegen einer Spannung von 25 V zwischen der Niobschicht und einer Anode in der Flüssigkeit, oxidiert die oberste Schicht des Niobs und bildet eine etwa 25 nm-50 nm hohe Schicht Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Auf den Zwei-Lack-Lagen-Prozess für die galvanisierten Strukturen wird im nächsten Abschnitt auführlich eingegangen.



Abbildung 4.4: Mikroskopaufnahme eines der hergestellten maXs100-Pixel-Paare mit einem abgerissenen Absorber. Die Absorberflächen wurden mit einem anderen Fokuspunkt aufgenommen als der Rest des Bildes und digital zusammengesetzt.

In Abbildung 4.4 ist die Mikroskopaufnahme eines der hergestellten maXs100-Pixel-Paare zu sehen, bei dem sich während der Herstellung ein Absorber abgelöst hat. Aufgrund der hohen Absorberdicke wurde das Bild aus zwei Aufnahmen mit unterschiedlichem Fokuspunkt zusammengesetzt. Das zur Aufnahme verwendete Licht wurde mit einem Gelbfilter versehen, deshalb erscheinen die Niobstrukturen hier auch gelb und das Substrat grünlich. Der Detektor-Chip mit dem abgebildeten Pixel-Paar wurde nicht zur Messung eingesetzt, zeigt aber durch den Defekt die unter den Absorbern liegenden Strukturen.

# 4.2.1 Prozess zur Absorber-Fabrikation

Der Prozess zur Herstellung von Absorbern auf Stämmen basiert auf dem Zwei-Lack-Lagen-Prozess aus [Sch12] und der in [Kra20] vorgenommenen Weiterentwickelung. Hierbei werden zwei verschiedene Lacklagen übereinander strukturiert, getrennt durch eine dünne Kontaktierungsschicht aus Gold für den Galvanikprozess. Die einzelnen Prozessierungsschritte sind in Abbildung 4.5 im schematischen Querschnitt dargestellt.

Auf einem Wafer mit bereits neun produzierten Lagen des maXs100-Detektors, wird wie in Schritt (1) dargestellt eine etwa  $7 \,\mu\text{m}$  dicke Schicht des Positivlacks AZ 4562

 $^{14}(\mathrm{NH}_4)\mathrm{B}_5\mathrm{O}_8$ 



Abbildung 4.5: Schematische Querschnittzeichnung der Prozessschritte zur Herstellung der Absorber auf Stämmen. (1) Strukturierung der Stämme mit AZ 4562 (2) Sputter-Abscheidung der Gold-Kontaktierungslage (3) Strukturierung der Absorber mit AZ 40XT (4) Galvanisieren der Absorber aus Gold (5) Lift-Off.

aufgebracht und an den Flächen der Stämme der Absorber und in einem 4,5 mm breiten Ring am Waferrand freigelegt. Nach dem Strukturieren wird die Lackschicht für 2 min auf eine Temperatur von 120 °C erwärmt, wodurch der Lack aufweicht und die dargestellte Verrundung der Kanten eintritt. Durch diese Verrundung kann sichergestellt werden, dass die in Schritt (2) durch Sputtern aufgetragene etwa 100 nm dicke Schicht Gold über die gesamte Fläche des Wafers, insbesondere der Stamm-Mulden, elektrisch leitend zusammenhängt. Am Waferrand kann diese Goldschicht elektrisch kontaktiert werden und so als Kathode des Galvanik-Prozesses dienen.

Die Form und Größe der Absorber wird durch Lackwände auf der Goldschicht definiert, welche die Flächen zwischen den Absorbern vor der Goldabscheidung schützen, wie in der Abbildung in Schritt (3) dargestellt. Die Höhe der Lackwände von etwa 80 µm wurde größer gewählt, als die Absorberhöhe von 50 µm um ein Zusammenwachsen der Absorber zuverlässig zu verhindern. Die in früheren Arbeiten [Pie12, Gam19] an dieser Stelle verwendeten Negativlacke lassen sich am Ende des Prozesses aufgrund der auftretenden Quervernetzung schlechter entfernen als Positivlacke, deshalb wurde für die Herstellung des maXs100-Detektors der Positivlack AZ 40XT verwendet. Da dessen Standardparameter für Lackschichten von 40 µm Höhe optimiert sind, wurden im Rahmen dieser Arbeit neue Parameter zur Aufbringung und Strukturierung des Lacks untersucht. Die Ergebnisse dieses langwierigen Optimierungsprozesses werden im Folgenden dargestellt.

Um eine 80 µm hohe Schicht zu erhalten werden mit einer Pipette etwa 4 ml des AZ 40XT in der Mitte des Wafers aufgebracht und anschließend in zwei Schritten bei 500 rpm für 5 s und bei 1000 rpm für 20 s geschleudert. Für diese Schleuderbe-

schichtung muss der Lack flüssig sein und enthält deshalb ein Lösemittel. Dennoch besitzt der Lack eine hohe Viskosität und wird für eine gleichmäßige Verteilung der Schicht, nach dem Schleudervorgang für etwa 2 h auf einer waagrechten Oberfläche ruhen gelassen (auch Reflow-Zeit genannt).

In den folgenden Strukturierungsschritten wird eine feste Lackschicht benötigt, deshalb wird nach der Aufbringung auf den Wafer ein sogenannter Softbake durchgeführt. Dabei wird der belackte Wafer erwärmt, um einen Teil des Lösemittels zu verdampfen und den Lack zu festigen. Je höher die Lackschicht ist, desto niedriger muss die Temperatur und entsprechend höher die Zeit für diesen Schritt gewählt werden, damit das Lösemittel durch Diffusion langsam aus dem Lack entweichen kann ohne Blasen zu bilden. Obwohl auch während der Reflow-Zeit schon bei Raumtemperatur ein Teil des Lösemittels verdampft, muss die Temperatur des Softbakes auf 60 °C reduziert werden, um Blasenbildung sicher zu vermeiden. Wegen der entsprechend langen Zeit von etwa 14 h, die nötig ist um die Restlösemittelkonzentration genügend zu senken, wird der Softbake vor Umgebungseinflüssen geschützt in einem Ofen durchgeführt, dessen Temperatur innerhalb der ersten etwa 30 min von Raumtemperatur auf 60 °C hochgefahren wird.

Im Gegensatz zu anderen Positivlacken bildet der AZ 40XT während der Fotoreaktion keinen Stickstoff, weshalb eine Blasenbildung in diesem Schritt ausgeschlossen ist. Allerdings erfordert die dicke Lackschicht eine hohe Belichtungsdosis, insbesondere in den Mulden der Stämme, da durch deren Form die Durchmischung der Entwicklerflüssigkeit während der Entwicklung reduziert ist und damit die Abtragung des Lacks langsamer abläuft. Um Lackrückstände nach dem Entwickeln in den Mulden der Stämme zu vermeiden wird die Belichtung daher in zwei Schritten durchgeführt. Im ersten Schritt werden die Absorberflächen mit einer Dosis von  $800 \,\mathrm{mJ/cm^2}$  belichtet und in einem zweiten Schritt die Flächen der Stämme mit einer Dosis von 2000 mJ/cm<sup>2</sup> nachbelichtet um die Löslichkeit zusätzlich zu erhöhen und die mangelnde Durchmischung zu kompensieren. Zum Abschließen der Fotoreaktion im Lack wird der Wafer auf einer Heizplatte für 1 min auf eine Temperatur von 105 °C erhitzt (Post-Exposure-Bake genannt). Zum Entwickeln wird der Wafer in einem Glasschälchen gefüllt mit AZ 826MIF<sup>15</sup> für 4-5 min geschwenkt und abschließend mit Reinstwasser abgespült. In Abbildung 4.6 ist oben eine so strukturierte Lackschicht zu sehen.

In Tabelle 4.3 sind diese Strukturierungsparameter des AZ 40XT zusammengefasst und zum Vergleich den weniger komplexen Standardparametern des dünner aufgebrachten AZ 4562 gegenübergestellt.

Nach dem Strukturieren der Absorber werden diese  $50\,\mu\mathrm{m}$  dick galvanisiert, wie in

 $<sup>^{15}\</sup>mathrm{Alternativ}$  eignet sich auch der Nachfolge-Entwickler AZ 2026<br/>MIF

4. maXs100-Detektor

	AZ 4562 (Stämme)	AZ 40XT (Absorber)
Schleuderbeschichtung	500 rpm für 7 s 3000 rpm für 30 s	500 rpm für 5 s 1000 rpm für 20 s
Reflow-Zeit	$15\mathrm{min}$	etwa $2\mathrm{h}$
Softbake	$100^{\rm o}{\rm C}$ für $3{\rm min}$	$60^{\rm o}{\rm C}$ für etwa $14{\rm h}$
Belichtungsdosis	$550{ m mJ/cm^2}$	Absorber: $800 \text{ mJ/cm}^2$ Stämme: $2000 \text{ mJ/cm}^2$
Post-Exposure-Bake		$105^{\rm o}{\rm C}$ für $1{\rm min}$
Entwickeln	AZ 826MIF für 120-140 s	AZ 826MIF für $4-5 \min$
Lackdicke	$7\mu{ m m}$	80 µm

Tabelle 4.3: Strukturierungsparameter der beiden Positivlacke AZ 4562 und AZ 40XT.

Abbildung 4.5 (4) dargestellt. Eine nähere Beschreibungs des Galvanikprozesses ist im nächsten Unterkapitel gegeben. Im letzten Schritt (5) werden beide Lackschichten durch ein Bad des Wafers in DMF entfernt und die dünne Goldfolie der Kontaktierungslage zwischen den Absorbern mittels Ultraschall zerissen und so entfernt.

Die so hergestellten freistehenden Absorber sind in Abbildung 4.6 unten zu sehen.



Abbildung 4.6: Mikroskopaufnahmen der Absorber-Herstellung. Oben: Seitlich aufgenommene Lackstruktur vor dem Galvanisieren. Unten: Seitlich aufgenommene freistehende Absorber.

Über den Widerstand einer galvanisierten Goldstruktur des fertigen Wafers, gemessen bei Raumtemperatur und etwa 4 K, konnte das Restwiderstandsverhältnis leider nicht exakt bestimmt werden. Der Absolutwert bei tiefen Temperaturen war zu nahe an der unteren Grenze des Messbereichs der verwendeten Messbrücke, legt aber einen Wert von 14 oder größer nahe. Die Simulationsergebnisse aus Abschnitt 4.1.3, die mit der Annahme RRR = 14 durchgeführt wurden, zeigen eine gute Übereinstimmung mit dem Verhalten, das der Detektor im Betrieb gezeigt hat (siehe Kapitel 6).

# 4.3 Galvanische Abscheidung von Gold

Bei der galvanischen Abscheidung von Metallen werden zwei Elektroden in ein Elektrolytbad eingetaucht, in dem Metall-Ionen des abzuscheidenden Materials gelöst sind. Durch Anlegen einer Spannung zwischen den Elektroden werden die Metall-Ionen an der Kathode in ihre elementare Form reduziert und lagern sich an deren Oberfläche an. Je nach Ladungszahl z der Metall-Ionen im Elektrolyt wird dem Faradayschen Gesetz zufolge durch einen Stromfluss der Stärke I für eine Zeit t die Masse

$$m = \frac{MIt}{zF},\tag{4.5}$$

abgeschieden, wobei M die Molmasse des Metals und  $F = eN_A$  die Faraday-Konstante, mit der Elementarladung  $e = 1.6 \cdot 10^{-19}$  C und der Avogadro-Konstante  $N_A = 6.02 \cdot 10^{23}$  mol<sup>-1</sup> ist. Der im Rahmen dieser Arbeit verwendete sulfidische Goldelektrolyt TechniGold 25 ES<sup>16</sup> scheidet mit jedem aufgenommenen Elektron ein Goldatom ab, was einer Ladungszahl z = 1 entspricht.

Thermisch aktiviert können die angelagerten Atome an der Oberfläche zu umliegenden Gitterplätzen diffundieren und so energetisch günstigere Lücken füllen. Eine geringe Stromdichte führt zu einem längeren Zeitraum, den die Atome dafür Zeit haben, bevor sich zu viele weitere Atome angelagert haben und sich gegenseitig blockieren [Koc17]. Eine zu hohe Stromdichte führt also zu raueren Oberflächen. Für ein optimales Aufwachsen der Goldschicht empfiehlt der Hersteller eine Prozesstemperatur von 60 °C und eine Stromdichte von  $j = I/A = 1 \text{ mA/cm}^2$  über die zu galvanisierende Fläche A. Mit der Dichte von Gold  $\rho_{au} = 19,32 \text{ g/cm}^3$  und Molmasse von Gold M = 196,97 g/mol ergibt sich für diesen Galvanikprozess also theoretisch ein linearer Zusammenhang der Schichtdicke

$$h = \frac{Mjt}{\rho_{\rm au}F} = 1,057 \,\frac{\rm nm}{\rm s} \cdot t \,, \tag{4.6}$$

mit der Zeit. Eine Schichtdicke von  $h = 50 \,\mu\text{m}$  benötigt damit 13,14 h um aufzuwachsen.

Diese Parameter wurden mit konstantem Stromfluss für die Galvanikprozesse zur Herstellung der Detektoren am Kirchoff-Institut einschließlich des maXs100-Detektors verwendet. Hierbei diente die Kontaktierungslage aus Gold des Zwei-Lack-Lagenprozesses, wie im vorherigen Abschnitt beschrieben, als Kathode des Galvanikprozesses. Der Wafer wurde in eine Halterung eingesetzt, welche zum einen die Goldschicht am Rand des Wafers mit einer Nadel elektrisch kontaktiert und zum anderen ein ebenfalls elektrisch kontaktiertes platinbeschichtetes Metall-Gitter über den Wafer hält. Der so präparierte Wafer wurde vollständig in 11 des in einem Wasserbad auf 60 °C

<sup>&</sup>lt;sup>16</sup>Technic Deutschland GmbH, Glärbach 2, 58802 Balve, Deutschland

erwärmten Goldelektrolyts versenkt. An den Wafer und das Anodengitter wurde ein SourceMeter  $2601A^{17}$  angeschlossen, mit dem der Strom durch den Wafer gesteuert wurde.

Diese Prozesse haben zwar die gewünschten Strukturen erzeugt, das Restwiderstandsverhältnis dieser Schichten war allerdings nur bei wenigen Ausnahmen bei hohen Werten bis zu RRR = 40 und lag in der Regel zwischen 9 und 14. Bei vergleichbaren galvanisierten Goldschichten wurden schon Werte von RRR = 56 erreicht [Bro08]. Da bei tiefen Temperaturen hauptsächlich Verunreinigungen und andere Gitterdefekte die elektrische Leitfähigkeit begrenzen kann das Restwiderstandsverhältnis als Maß der Reinheit und Qualität der abgeschiedenen Schicht betrachtet werden. Leichte Verunreinigungen während einem Galvanikprozess können nicht vollständig vermieden werden und sammeln sich im Elektrolyt an. Die Beobachtung, dass die besten Ergebnisse in der Regel mit frisch angebrochenem Elektrolyt erzielt wurden legt die Annahme nahe, dass die Wiederverwendung des Elektrolyts für mehrere Prozesse ein Grund der niedrigen Restwiderstandsverhältnisse sein könnte.

Auch die Schichtdickenhomogenität der aufgewachsenen Schichten ist optimierbar. In Abbildung 4.7 ist beispielweise das Profil einer galvanisierten Thermalisierungsstruktur eines ECHo100k-Detektors [Man21] zu sehen, aufgenommen mit einem DektakXT<sup>18</sup>-Profilometer, die eine typische Absenkung der Schichthöhe zur Mitte der Struktur hin, zeigt. Dies könnte zurückzuführen sein auf Verarmungszonen der Goldionen im Elekytrolyten, die während dem Galvanik-Prozess vor allem bei größeren Flächen auftreten können.



Abbildung 4.7: Profilmessung der Thermalisierungsstruktur aus Gold eines ECHo100k-Detektors, die mit konstantem Strom 5 µm hoch galvanisiert wurde.

Diese Probleme wuden im Rahmen dieser Arbeit mit einem neu entwickelten Galvanikaufbau untersucht, der im nächsten Abschnitt vorgestellt wird. Die Präparation der Wafer mit dem Zwei-Lack-Lagen-Prozess wurde beibehalten, aber mit dem neu-

<sup>&</sup>lt;sup>17</sup>Bis 2010: Keithley Instruments Corp.

<sup>&</sup>lt;sup>18</sup>Bruker Corporation, 40 Manning Road, Billerica, MA 01821, USA

en Aufbau auch Galvanik mit gepulsten Strömen untersucht. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in 4.3.2 zusammengefasst.

#### 4.3.1 Optimierung des Galvanik-Aufbaus

Um die Kontamination des Elektrolyten mit Verunreinigungen möglichst gering zu halten ist es sinnvoll eine Geometrie zu wählen, die eine vollständige Bedeckung der zu galvanisierenden Fläche des Wafers und der Anode auch bei der Verwendung einer geringen Elekytrolytmenge sicherstellt. Dies ermöglicht es für jeden Galvanik-Prozess nur einen Teil des angebrochenen, unbenutzten Elektrolyts zu verwenden. Außerdem sollte die Oberfläche des Aufbaus, die mit dem Elektrolyt in Kontakt kommt möglichst klein gehalten werden.



Abbildung 4.8: Im Rahmen dieser Arbeit entwickelter Galvanikaufbau. Links: Eine Explosionszeichnung der Bestandteile, Darstellung nach [Orl24]. Rechts: Zusammengesetzt und für den Betrieb aufgebaut.

Der in Abbildung 4.8 gezeigte Aufbau setzt diese Anforderungen um. Der Elektrolytbehälter besteht hierbei aus einem 40 mm hohen Acrylglas-Rohr mit 64 mm Innendurchmesser, das durch einen weichen Silikon-Dichtring auf den Wafer gepresst wird. So bildet der Wafer, der ohnehin mit dem Elektrolyt in Kontakt stehen muss den Boden des Behälters. Mechanisch unterstützt wird der Wafer durch eine Boden-Platte, die eine passende Ausfräsung für den Wafer eingearbeitet hat. Der Wafer ragt dabei über den Außenradius des Rohres hinaus und ermöglicht so eine elektrische Kontaktierung außerhalb des Elektrolyts. Auf diese Weise wird auch ein Aufwachsen von Gold am Waferrand verhindert, was durch eine unzureichend mit Schutzlack bedeckte Kontaktierungslage im Randbereich auftreten könnte und die Menge des abgeschiedenen Goldes auf den eigentlich beabsichtigten Galvanikflächen entsprechend reduziert. Zur Befestigung des Rohrs an der Bodenplatte sind im äußeren Bereich Gewindebohrungen und Führungsstäbe eingelassen, sodass auch die Verschraubung vom Elektrolyt getrennt ist. Um den Elektrolyt auf die Prozesstemperatur zu erwärmen wird der Aufbau auf eine Heizplatte gestellt. Durch das mittige Loch in der Bodenplatte kann erwärmte Luft an der Waferunterseite zirkulieren und den Wafer und somit auch den Elektrolyt erwärmen.

Das verwendete Anodengitter besitzt drei senkrecht abstehende Füße und besteht aus purem Platin, damit auch an dieser Stelle eine metallische Kontamination des Elektrolyts ausgeschlossen werden kann. Gehalten wird das Gitter durch einen Acrylglas-Deckel mit drei Löchern, durch die die Füße durchragen und festgeschraubt werden können. Wie in Abbildung 4.8 rechts gezeigt ist, hält der Deckel das Gitter auf der Unterseite in den Elektrolyt und ermöglicht eine elektrische Kontaktierung des Gitters an den durchragenden Enden der Gitterfüße. Außerdem verhindert der Deckel übermäßiges Verdunsten des Elektrolyts bei längeren Galvanikprozessen.

### 4.3.2 Galvanik mit gepulstem und konstantem Strom

Bei Galvanikprozessen kann es zu Ionen-Verarmungszonen an der Kathodenfläche kommen, wenn nicht schnell genug Ionen aus dem restlichen Elekytrolyt nachrücken können. Dies ist im zentralen Bereich der zu galvanisierenden Flächen stärker der Fall als im Randbereich, in dem noch Ionen aus den umliegenden Regionen zur Verfügung stehen. Treten Verarmungszonen auf, kann das die Rate der Materialabscheidung lokal verringern. Um der Ausbildung von Verarmungszonen vorzubeugen kann statt eines konstanten Stroms ein gepulster Strom verwendet werden [Liu11]. Der Gedanke dahinter ist, dass sich innerhalb der Zeit zwischen den Pulsen die Ionen wieder gleichmäßiger verteilen können und die Verarmung so reduziert wird. Bei der Diagonalen im Inneren des oben beschriebenen Galvanikaufbaus von etwa 7,5 cm, ergibt eine Betrachtung der diffusiven Ausbreitung der Elektrolyt-Ionen im drei-dimensionalen Fall mit Gleichung 3.4 und einer Diffusionskonstanten von  $D = 10^5 \,\mathrm{cm}^2/\mathrm{\mu s}$  [Liu11] einen Zeitraum von etwa 100 µs bis die Ionenkonzentration an jedem Ort im Elektrolytvolumen ausgeglichen ist. Dabei ist zu beachten, dass sich der angenommene Wert der Diffusionskontanten eigentlich auf ein anderes Gold-Elektrolyt bezieht und der errechnete Zeitraum daher nur als grobe Abschätzung anzusehen ist. Als konservativer Ansatz können also Stromunterbrechungen von bspw. 1 ms gewählt werden.

Die Auswirkungen auf die Oberflächenbeschaffenheit wurden untersucht mit einer Teststruktur, bestehend aus  $500 \,\mu\text{m} \times 500 \,\mu\text{m}$  großen quadratischen Flächen, die gleichmäßig über den Wafer verteilt wurden und mäanderförmigen Bahnen mit denen das RRR bestimmt werden konnte. Mit dem neuen Aufbau und jeweils 110 ml unbenutztem Elektrolyt TechniGold 25 ES wurden im Laufe dieser Arbeit verschie-

dene Betriebsarten erprobt, mit denen diese Struktur galvanisiert und untersucht wurde:

- 1. Zum Vergleich ein Wafer mit dem bisher verwendeten konstanten Strom, eingeregelt durch ein SourceMeter 2601A auf  $j = 1 \text{ mA/cm}^2$ .
- 2. Mit langsam gepulsten Strömen der gleichen Stromdichte und aus gleicher Stromquelle, aber durch ein Computerprogramm gesteuert 1 s lang angeschaltet mit anschließender 2 s langer Unterbrechung.
- 3. Gleiche Verfahrensweise wie in (2), jedoch mit zusätzlichem 1 kΩ-Widerstand und einer Diode, die mit dem Galvanikaufbau in Reihe geschaltet sind. Der Widerstand und die Diode sollen den Einfluss möglicher Spannungsspitzen bei den Ein- und Ausschaltvorgängen auf die Stromdichte reduzieren.
- 4. Mit hochfrequent gepulsten Strom: Ein 1 kHz-Rechtecksignal aus einem Funktionsgenerator, der durch den 1 k $\Omega$ -Widerstand in der Hälfte der Galvanisierzeit ebenfalls eine (nicht automatisiert nachgeregelte) Stromdichte von etwa  $j = 1 \text{ mA/cm}^2$  durch den Galvanikaufbau bewirkt hat und sonst durch die Diode keinen Stromfluss zugelassen hat.



**Abbildung 4.9:** Profilmessungen von Goldschichten, die mit unterschiedlichen Betriebsarten mit dem neuen Aufbau galvanisiert wurden.

In Abbildung 4.9 sind typische Profilmessungen der resultierenden Oberflächen für jede Betriebsart gezeigt. In (1) ist die mittig reduzierte Schichthöhe des Wachstums mit konstantem Strom gut zu erkennen, die in der Regel bei den gepulsten Strömen fast nicht mehr aufgetreten sind. Bei (2) ist eine erhöhte Rauigkeit zu erkennen, die

möglicherweise durch Spannungsspitzen beim Einregeln des Stroms zu Beginn der Pulse verursacht wurden. Diese Spannungsspitzen könnten zu Spitzen in der Stromdichte führen, durch die es wie zu Beginn des Unterkapitels erklärt, zu einer ungleichmäßigeren Anlagerung der Goldatome kommen kann. Wenn kleine Häufungen auf der Oberfläche entstanden sind, ist das elektrische Feld an diesen Stellen erhöht und es lagern sich an den Spitzen noch mehr Atome ab [Koc17]. Es könnte also schon ein kurzer Zeitraum zu Beginn jedes Pulses ausreichen um Keime zu erzeugen für Spitzen die im weiteren Verlauf des Galvanikprozesses stärker anwachsen. Durch den in Reihe geschalteten  $1 \,\mathrm{k}\Omega$ -Widerstand führen Spannungsspitzen zu geringeren Stromdichtespitzen und könnten die Keimbildung unterdrücken, wie in (3) mit der viel glatteren Oberfläche beobachtet. Eine genauere Untersuchung der beim Source-Meter auftretenden Spannungsspitzen durch eine hochfrequent aufgelöste Messung steht noch aus. Ohne Kenntnis des Spannungsverlaufs beim Einschaltvorgang ist eine Aussage über den während des Prozesses geflossenen Gesamtstrom nicht möglich und die absolute Höhe der Strukturen nicht aussagekräftig. Auch (4) zeigt im Wesentlichen eine gute Homogenität der Schichthöhe.

Betriebsart		RRR	Soll-Höhe	Elektrolyt-Alter	Aufbau-Alter
1		23,4-24,9	$5\mu{ m m}$	frisch geöffnet	Neu-Zustand
9	a)	58-81	$5\mu{ m m}$	$\sim 2$ Wochen	$\sim 2$ Wochen
2	b)	$15,\!6\text{-}16,\!1$	$5\mu{ m m}$	$\sim 9$ Monate	$\sim 9$ Monate
4		16,4-18,6	$3\mu{ m m}$	frisch geöffnet	$\sim 1,7$ Jahre
3		23,3-25,1	$3\mu{ m m}$	$\sim 6$ Wochen	$\sim 1,9\mathrm{Jahre}$

**Tabelle 4.4:** Restwiderstandsverhältnisse und wichtige Parameter bei der Herstellung der Teststrukturen. Die Reihenfolge der aufgelisteten Prozessergebnisse entspricht der chronologischen Reihenfolge, die durchgezogenen Linien stehen für zeitliche Pausen.

Die Untersuchung der Restwiderstandsverhältnisse für alle Betriebsarten ist in Tabelle 4.4 in chronologischer Reihenfolge aufgeführt. Die Teststrukturen wurden innerhalb eines Zeitraums von zwei Jahren hergestellt, in denen auch andere Strukturen mit dem Aufbau galvanisiert wurden. Teile des selben Elektrolyts wurden jeweils für die Tests (1), (2a) und (2b) verwendet, sowie für (3) und (4). Um die Betriebsarten im Hinblick auf das Restwiderstandsverhältnis am besten miteinander vergleichen zu können ist es sinnvoll nur die Tests gemeinsam zu betrachten, die in einem zeitlichen Abstand von wenigen Wochen zueinander erstellt wurden, um den Einfluss von Alterungserscheinungen des Elektrolyts und Ablagerungen im Aufbau durch möglicherweise unachtsamen Gebrauch auszuschließen. In der Tabelle sind große zeitliche Abstände durch eine durchgezogene horizontale Linie angedeutet. Der Vergleich von (1) mit (2a), sowie von (3) mit (4) legt nahe, dass sowohl ein konstanter Strom, wie auch ein hochfrequent gepulster Strom schlechtere Restwiderstandsverhältnisse der Strukturen ergeben als Restwiderstandsverhältnisse der Strukturen, die mit langsam gepulstem Strom aufwachsen. Der Nachteil einer hohen Frequenz bei den gepulsten Strömen könnte auf die Ausbildung kleinerer Kristallite zurückzuführen sein, die die resultierende Schicht zwar mechanisch stabiler macht [Che16], aber durch die Erhöhte Anzahl von Korngrenzen auch die elektrische Leitfähigkeit reduziert.

Die Tests (2a) und (2b) wurden mit der gleichen Betriebsart und Teilen des selben Elektrolyts erstellt, der einzige Unterschied war, dass (2b) etwa neun Monate später durchgeführt wurde. Der starke Einbruch des Restwiderstandsverhältnisses nach dieser Zeit weist auf die Bedeutung von Alterungsprozessen im Elektrolyt hin. Selbst nach neu eingestelltem pH-Wert konnten die früheren Ergebnisse nicht reproduziert werden. Mit einer frischen Charge des Elektrolyts, die für (3) und (4) benutzt wurde, konnten wieder höhere Werte erreicht werden, dennoch konnten die Maximalwerte nicht mehr reproduziert werden. Der Galvanikaufbau war zum Zeitpunkt dieser Tests schon für einige weitere Prozesse verwendet worden. Bei jeder Verwendung des Aufbaus könnten sich trotz Reinigung mit Reinstwasser nach den Prozessen, Verunreinigungen ablagern, die teilweise wieder in frischem Elektrolyt in Lösung gehen könnten. Für zukünftige Prozesse sollte daher ein besonderes Augenmerk auf bessere Reinigungsvorgänge, gegebenenfalls auch mechanisch, gelegt werden.

Die Ergebnisse dieser Untersuchung weisen auf die Anfälligkeit des Galvanikprozesses gegenüber schon leichter Verunreinigungen und des Alters des verwendeten Elektrolyten hin. Obwohl das höchste Restwiderstandsverhältnis mit dem vorliegenden Aufbau nicht mehr reproduziert werden konnte, gibt es bei der Verwendung von nicht gealtertem Elektrolyt eine große Verbesserung zu den früher reproduzierbar erreichten Werten von 9 bis 14 auf über 23. Vor allem aber konnte durch die Optimierung des Galvanikprozesses die Inhomogenität in größeren Strukturen und zwischendurch aufgetretene erhöhte Rauigkeit behoben werden. 4. maXs100-Detektor

# 5. Experimentelle Methoden

## 5.1 SQUIDs

Wie in Kapitel 3 erläutert erfordert das Auslesen eines MMCs eine rauscharme Umwandlung der magnetischen Flussänderung in eine Spannungsänderung. Bei erwarteten Pulsanstiegszeiten in der Größenordnung von µs sollte die Bandbreite hierbei entsprechend im Bereich von einigen MHz liegen. Die im Rahmen dieser Arbeit für diesen Zweck eingesetzten SQUIDs, sowie deren Verwendung in einem zweistufigen Aufbau werden in diesem Unterkapitel erklärt.

#### 5.1.1 Funktionsprinzip

Der Aufbau eines dc-SQUIDs ist in Abbildung 5.1 a) anhand eines Schaltbild gezeigt. Es besteht im Wesentlichen aus einer supraleitenden Leiterschleife, die durch zwei Josephson-Kontakte unterbrochen und zum Verhindern hysteretischen Verhaltens durch zwei dazu parallel geschaltete Shunt-Widerstände ergänzt wird. Bei einem Josephson-Kontakt handelt es sich um eine nicht supraleitende Schicht, die dünn genug ist, dass ein schwacher, aber merklicher Überlapp der makroskopischen Wellenfunktionen der Cooper-Paar-Zustände beider Teile der supraleitenden Schleife vorhanden ist. An diesen Unterbrechungen kann eine magnetische Flussänderung  $\Delta \Phi$  in die supraleitende Schleife eindringen.



**Abbildung 5.1:** a) Schematisches Schaltbild eines dc-SQUID, b) Strom-Spannungs-Kennlinie für die beiden Extremfälle  $\Phi = n\Phi_0$  und  $\Phi = (n + \frac{1}{2})\Phi_0$ , c) Fluss-Spannungs-Kennlinie für einen konstanten Betriebsstrom von  $I_{\rm b} = 31\,\mu\text{A}$ . Für diesen Betriebsstrom ist der Arbeitspunkt (A.P.) in den Kennlinien in b) und c) eingezeichnet. [Sch00]

Wird ein Betriebsstrom  $I_{\rm b}$ , wie in der Abbildung angedeutet, durch das SQUID getrieben, fällt bis zu einem kritischen Strom  $I_c$  keine Spannung über dem SQUID ab, da die Cooper-Paare unterhalb dieses Stroms kohärent durch die Josephson-Kontakte tunneln können. Oberhalb von  $I_c$  kommt ein Quasiteilchenstrom hinzu und eine Spannung  $U_{\rm S}$  fällt über dem SQUID ab. Dieses Verhalten wird auch als Josephson-Effekt bezeichnet und ist in [Jos62, Cla04] genauer beschrieben. Der Verlauf der Strom-Spannungs-Kennlinie, der auch auf periodische Weise vom eingeschlossenen magnetischen Fluss  $\Phi$  abhängt, ist in Abbildung 5.1 b) für zwei Extrema von  $\Phi$  gezeigt. Die Periode mit der sich der Verlauf zwischen den Extrema hin und her bewegt ist das magnetische Flussquant  $\Phi_0 = h/2e = 2,07 \cdot 10^{-15} \,\mathrm{Vs}$ . Bei einem ganzzahligen Vielfachen  $\Phi = n\Phi_0$  des Flussquants ergibt sich der Verlauf mit höchstem kritischen Strom, bei halbzahligen Vielfachen  $\Phi = (n + \frac{1}{2})\Phi_0$  des Flussquants wird der kritische Strom minimal. Hält man nun den Betriebsstrom an einem Arbeitspunkt bei etwa dem maximalen  $I_{\rm c}$  fest und betrachtet den Spannungsabfall in Abhängigkeit des magnetischen Flusses, ergibt sich der periodische Verlauf aus Abbildung 5.1 c). Durch die hohe Steigung am Arbeitspunkt ist die Spannung sehr sensitiv auf Änderungen des magnetischen Flusses, verhält sich allerdings nicht-linear.

#### 5.1.2 Flussrückkopplung und Zweistufiger SQUID-Aufbau

Mit einem dc-SQUID können aufgrund der Periodizität dessen Strom-Spannungs-Kennlinie, nur geringe magnetische Flussänderungen eindeutig in eine Spannung umgewandelt werden. Um nicht nur den geringen annähernd linearen Bereich in der Größenordnung von etwa  $\Phi_0/4$  sinnvoll nutzen zu können, kann mit einer Rückkoppelspule über einen Rückkoppelwiderstand und einen Regelkreis der magnetische Fluss im SQUID konstant gehalten werden. Die Spannung über dem Rückkoppelwiderstand und der Rückkoppelspule dienen so als linearisiertes Ausgangssignal. Um bei einem solchen Regelkreis den Einfluss des Rauschens der Raumtemperatur-Elektronik gering zu halten, kann durch die Verwendung einer zusätzlichen Verstärker-SQUID-Stufe das Signal schon bei tiefen Temperaturen rauscharm vorverstärkt werden. Das Schaltbild eines solchen Aufbaus inklusive des Regelkreises zur Flussrückkopplung ist in Abbildung 5.2 gezeigt.

Die Einkoppelspule des Detektors ist mit der Gegeninduktivität  $M_{iS}$  an das SQUID der ersten Stufe (im folgenden Detektor-SQUID genannt) gekoppelt. Das Detektor-SQUID ist parallel zu einem Widerstand  $R_g$  und in Reihe mit der Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs geschaltet und wird durch eine Stromquelle mit dem Betriebsstrom  $I_{b1}$  versorgt. Der Widerstand  $R_g$  wird dabei so gewählt, dass er viel kleiner ist als der dynamische Widerstand des Detektor-SQUIDs  $R_d(\Phi_S)$ , wodurch am Detektor-SQUID eine nahezu konstante Spannung  $U_S$  anliegt. Auf diese Weise wird ein Großteil der elektrischen Leistung durch den Betriebsstrom  $I_{b1}$  nicht am Detektor-SQUID son-



Abbildung 5.2: Schematisches Schaltbild des zweistufigen dc-SQUID-Aufbaus, bestehend aus der 1.Stufe mit Detektor-SQUID im Spannungsbetrieb, der 2.Stufe als Reihenschaltung von  $N_{SQ}$  SQUIDs als Verstärker-SQUID und dem Regelschaltkreis für die Flussrückkopplung und damit Linearisierung des Signals. Die Farben deuten die unterschiedlichen Temperaturen der beiden SQUID-Stufen und der Raumtemperatur-Elektronik an. Entnommen und modifiziert aus [Hen17].

dern am Widerstand  $R_{\rm g}$  als Wärme dissipiert. Durch diesen Betrieb im Spannungs-Bias fungiert das Detektor-SQUID als Fluss-zu-Strom-Wandler, was bedeutet bei einer Veränderung des magnetischen Flusses  $\Phi_{\rm S}$  im Detektor-SQUID, verändert sich auch dessen dynamischer Widerstand  $R_{\rm d}(\Phi_{\rm S})$  und damit auch der Stromfluss  $I_{\rm S}$  durch das Detektor-SQUID gemäß

$$I_{\rm S} = \frac{I_{\rm b1} R_{\rm g}}{R_{\rm d}(\Phi_{\rm S}) + R_{\rm g}},\tag{5.1}$$

der wiederrum durch die Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs fließt.

Das Verstärker-SQUID selbst besteht aus  $N_{\rm SQ}$  in Reihe geschalteten SQUIDs und wird mit dem Strom  $I_{\rm b2}$  aus einer zweiten Stromquelle im Strom-Bias betrieben. Die Höhe des gesamten Spannungsabfalls über dem Verstärker-SQUID setzt sich aus dem Spannungsabfall über den einzelnen SQUID-Zellen zusammen. Ist der magnetische Fluss in allen SQUID-Zellen gleich groß, addieren sich deren Fluss-Spannungs-Kennlinien gleichphasig auf das  $N_{\rm SQ}$ -fache auf, wobei sich das Rauschen der einzelnen Zellen nur proportional zu  $\sqrt{N_{\rm SQ}}$  erhöht. Dadurch ist es möglich bei genügend vielen Zellen, das Rauschen der zweiten Stufe, sowie das Rauschen der Raumtemperatur-Elektronik effektiv zu unterdrücken. Der magnetische Fluss, der durch den Strom  $I_{\rm S}$  in der Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs erzeugt wird, koppelt jeweils in die einzelnen SQUIDs ein. Der magnetische Fluss in den Zellen des Verstärker-SQUIDs entspricht

$$\Phi_{\rm A} = M_{\rm iA} I_{\rm S} \,, \tag{5.2}$$

mit der Gegeninduktivität  $M_{iA}$  zwischen der Einkoppelspule und den SQUID-Zellen.

Damit ist der magnetische Fluss im Verstärker-SQUID also abhängig vom magnetischen Fluss im Detektor-SQUID und wird durch einen Fluss-zu-Fluss Verstärkungsfaktor  $G_{\Phi}$  erhöht, der unter anderem von  $I_{\rm b1}$ ,  $R_{\rm g}$  und  $M_{\rm iA}$  abhängt. Dieser Verstärkungsfaktor sollte so gewählt werden, dass der Hub der  $I_{\rm S}(\Phi_{\rm S})$ -Kennlinie des Detektor-SQUIDs im Verstärker-SQUID eine magnetische Flussänderung von etwas weniger als  $\Delta \Phi_{\rm A} \leq \Phi_0$  erzeugt.

Die Stromquelle  $I_{\Phi A}$  führt zu einer zweiten Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs und ermöglicht dort das Einbringen eines zusätzlichen magnetischen Flusses. Durch diesen Offset von  $\Phi_A$  kann die Phase der  $\Phi_A$ - $U_A$ -Kennlinie des Verstärker-SQUIDs relativ zur  $\Phi_S$ - $I_S$ -Kennlinie des Detektor-SQUIDs so verschoben werden, dass deren lineare Bereiche übereinander liegen. So wird in der resultierenden  $\Phi_S$ - $U_A$ -Kennlinie sichergestellt, dass es auch hier einen näherungsweise linearen Bereich gibt, der die Festlegung eines eindeutigen Arbeitspunktes ermöglicht.

Ein Spannungsabgriff über dem Verstärker-SQUID führt in einen Differenzverstärker, der die Differenz zur Referenzspannung  $U_{\rm b}$  über einen Integrator als Ausgangsspannung  $U_{\rm out}$  ausgibt. Diese Ausgangsspannung ist über den Widerstand  $R_{\rm fb}$  mit der Rückkoppelspule verbunden, die wiederum magnetischen Fluss mit der Gegeninduktivität  $M_{\rm fb}$  in das Detektor-SQUID koppelt. Durch diese Fluss-Rückkopplung wird eine Änderung des magnetischen Flusses  $\Delta \Phi_{\rm S}$  im Detektor-SQUID ausgeglichen und der zweistufige Aufbau an einem festen Arbeitspunkt auf der  $\Phi_{\rm S}$ - $U_{\rm out}$ -Kennlinie gehalten, der über  $U_{\rm b}$  eingestellt werden kann. Die Ausgangsspannung

$$U_{\rm out} = -\frac{R_{\rm fb}}{M_{\rm fb}} \Delta \Phi_{\rm S} \,. \tag{5.3}$$

entspricht so dem linearisierten Signal des Detektors.

#### 5.1.3 Verstärker-SQUID-Modul

Wie im letzten Abschnitt ersichtlich wurde, benötigt man zum Betrieb eines solchen zweistufigen SQUID-Aufbaus (der im Folgenden als ein SQUID-Kanal bezeichnet wird) insgesamt typischerweise neun Leitungen von der Raumtemperaturelektronik zu den SQUID-Stufen. Jeweils zwei Leitungen für den Betriebsstrom und die Rückkoppelspule des Detekor-SQUIDs, drei Leitungen für den Betriebsstrom und eine 3-Draht-Spannungsmessung des Verstärker-SQUIDs und zwei weitere Leitungen für die Modulationsspule des Verstärker-SQUIDs. In diesem Abschnitt ist die experimentelle Umsetzung dieses Aufbaus erklärt für 36 SQUID-Kanäle zum Einbau in einen Kryostaten, welcher die tiefen Temperaturen erzeugt um die Strukturen unterhalb ihrer Sprungtemperatur zu halten.

Das Detektor-SQUID muss sehr nahe am Detektor-Chip angebracht werden um niedrige Induktivitäten der Verbindungsleitungen zu ermöglichen und sollte deshalb möglichst kalt sein um den Wärmeeintrag auf den Detektor gering zu halten. Da das Verstärker-SQUID aus  $N_{\rm SQ}$  in Reihe geschalteten SQUID-Zellen besteht, wird hier eine entsprechend größere Wärmemenge frei, weshalb sich eine thermische Trennung der beiden SQUID-Stufen anbietet. Der Widerstand  $R_{\rm g}$  an dem der Großteil der Wärme durch den Betrieb der Detektor-SQUID-Stufe dissipiert wird, kann dabei auch auf den Chip des Verstärker-SQUIDs ausgelagert werden, wie es in Abbildung 5.2 durch unterschiedliche Farben angedeutet ist.

Diese Trennung ist bei dem im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Aufbau durch ein räumlich separiertes, austauschbares Verstärker-SQUID-Modul realisiert. Um auch die Verstärker-SQUIDs bei möglichst tiefen Temperaturen zu halten, muss eine gute thermische Ankopplung des Moduls an den Kryostaten gegeben sein. Die Reihenschaltung der vielen SQUID-Zellen verstärkt nicht nur das Signal, sondern lässt auch externe magnetische Störung besonders stark in die Auslesekette einkoppeln, weshalb auch eine sehr gute magnetische Abschirmung vorhanden sein muss. Um diese Anforderungen zu erfüllen wurden die Verstärker-SQUIDs, wie in Abbildung 5.3 gezeigt, an den Enden langer Platinen<sup>1</sup>-Finger aufgebracht, die an einer Halterung aus verzinntem Kupfer befestigt ist.

Das Kupfer bietet durch seine hohe thermische Leitfähigkeit eine gute thermische Anbindung der Platine und die Zinnschicht<sup>2</sup> wird unterhalb der Sprungtemperatur von etwa 3,7 K supraleitend und schirmt daher externe magnetische Störungen sehr gut ab. Die in der Abbildung gezeigte obere und untere Platte der Halterung werden diffusionsverschweißt mit Hilfe von Indium, das bei einer Temperatur von etwa 120 °C mit dem Zinn ein Eutektikum bildet und so eine supraleitende Verbindung beider Plattenbeschichtungen herstellt. Damit ergeben sich durch die Ausfräsungen der unteren Platte Hohlräume mit einer zusammenhängenden supraleitenden Oberfläche, die einen Öffnungs-Querschnitt von 3 mm × 6 mm Fläche aufweisen. Die Verstärker-SQUIDs werden etwa 36 mm tief in diese Hohlräume eingeführt, wodurch sich eine sehr effektive magnetische Abschirmung ergibt. Genauere Untersuchungen der abschirmenden Eigenschaften der Zinnbeschichtung, sowie des Prozesses des Dif-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Hergestellt von Multi Leiterplatten GmbH, Brunnthaler Straße 2, D-85649 Brunnthal - Hofolding, https://www.multi-circuit-boards.eu

 $<sup>^2 \</sup>mathrm{Verzinnt}$ durch die Firma HATTLER & Sohn GmbH, Bergstraße 13 – 17, 78056 Villingen-Schwenningen.



Abbildung 5.3: Verstärker-SQUID-Modul Bestandteile. Auf der blauen Platine sind sechs Verstärker-SQUID-Chips befestigt, sowie Steckersockel für die SQUID- und Detektor-Kabel. Die obere und untere Platte der Halterung bestehen aus zinnbeschichtetem Kupfer und wurden mit Indium diffusionsverschweißt, um eine durchgängige supraleitende Schicht zur Abschirmung externer magnetischer Störungen zu bilden [All17].

fusionsverschweißens mit Indium sind in [All17] zu finden.

Die benutzten Verstärker-SQUID-Chips wurden im hauseigenen Reinraum des Kirchhoff-Instituts für Physik hergestellt und stammen von den Wafern "HDSQ13w3", "HDSQ14w1" und "HDSQ11bw3". Das Design basiert auf den in [Kem15] vorgestellten SQUID-Zellen. Auf ihnen befinden sich je zwei Verstärker-SQUIDs mit jeweils 16 SQUID-Zellen, deren Eingangssensitivität und Rückkoppelsensitivität beide etwa  $1/M_{iS} \approx 1/M_{iA} \approx 12 \,\mu A/\Phi_0$  betragen. Die Platine trägt wie gezeigt sechs solcher Chips, die direkt auf das freiliegende Platinenmaterial mit dem Spulenlack GE-7031<sup>3</sup> geklebt wurden. Dünne Aluminium-Bonddrähte verbinden die Kontaktflächen der Verstärker-SQUIDs mit den Leitungen der Platine, die zu den angelöteten Steckersockeln führen. An der Halterung wird die Platine nur steckerseitig angeschraubt. Um Schwingungen der Platinen-Finger und damit der Verstärker-SQUIDs zu verhindern, werden die Platinen-Finger am SQUID-seitigen Ende mit verzinnten 1,6 mm Madenschrauben, die durch Gewinde in der oberen Platte geschraubt werden, angedrückt.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>LakeShore Cryotronics Inc., 575 McCorkle Boulevard, Westerville, Ohio, USA

Falls beim Abkühlen ein Rest-Magnetfeld in der supraleitenden Abschirmung eingefroren wird, würden Schwingungen der SQUIDs relativ zur Abschirmung zu einem magnetischen Rauschbeitrag führen.

Es sind zwei Arten von Stecker-Sockeln der Firma Samtec<sup>4</sup> an der Platine befestigt. Zum einen, die vier zweireihigen 30-Pin-Steckersockel<sup>5</sup>, an welchen die Kabel zu den SQUID-Elektroniken außerhalb des Kryostaten angeschlossen werden. Der Aufbau dieser Kabel und deren Kabelführung im Kryostaten sind in Abschnitt 5.2.1 näher beschrieben.

Zum anderen befinden sich auf der Platine drei zweireihige 16-Pin-Steckersockel<sup>6</sup>, in die die Kabel zu den Detektor-SQUIDs<sup>7</sup> (im folgenden als Detektorkabel bezeichnet) eingesteckt werden. Die Detektorkabel beinhalten für vier Kanäle jeweils zwei Leitungspaare aus verzinntem Kupfer, von denen eines das Detektor-SQUID mit dem Widerstand  $R_g$  und der Einkoppelspule des Verstärker-SQUIDs verbindet. Das andere Leitungspaar verbindet die Rückkoppelspule des Detektor-SQUIDs über die Durchleitung auf der Platine mit den entsprechenden Pins der 30-Pin-Steckersockel.

Insgesamt werden zum Auslesen eines Detektors mit 32 SQUID-Kanälen also drei dieser Module mit Kupfer-Zinn-Halterung benötigt, die sich gemeinsam in einer zusätzlichen weichmagnetischen Abschirmung<sup>8</sup> befinden.

### 5.1.4 SQUID-Rauschen

Zusätzlich zum Rauschen des Detektors, welches in Unterkapitel 3.6 behandelt wurde, leisten die zur Auslesung verwendeten SQUIDs auch einen Rauschbeitrag. Das intrinsische Rauschen der SQUIDs wurde in verschiedenen Veröffentlichungen detailiert beschrieben [Wei96, Cla04, FS24]. Es setzt sich zusammen aus einer frequenzunabhängigen und einer frequenzabhängigen Komponente.

Das frequenzunabhängige weiße Rauschen hat seinen Ursprung im thermischen Stromrauschen der Shunt-Widerstände. Unter Berücksichtigung der Eigenschaften der parallel geschalteten Josephson-Kontakte, lässt sich mittels numerischer Simulationen [Tes77, Bru82] ein Ausdruck für die spektrale Leistungdichte des Flussrauschens von optimierten dc-SQUIDs mit zwei Shunt-Widerständen finden zu

$$\sqrt{S_{\Phi,\mathrm{th}}} \approx L_{\mathrm{S}} \sqrt{\frac{18k_{\mathrm{B}}T}{R}},$$
(5.4)

 $<sup>^4\</sup>mathrm{Samtec}$  USA, 520 Park East Boulevard, New Albany, IN 47150

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>Vom Typ "TFM-115-01-S-D", Firma Samtec

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup>Vom Typ "SHF-108-01-L-D-TH", Firma Samtec

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup>Kabel vom Typ "FFTP-08-D-08.77-01-N", Firma Samtec

 $<sup>^8 \</sup>rm Bestehend$ aus der Legierung "ASTM A753 Alloy 4" hergestellt durch Magnetic Shields Ltd, Headcorn Road, Staplehurst TN12 0DS, www.magneticshields.co.uk

mit der Bolzmann-Konstante  $k_{\rm B} \approx 1,38 \cdot 10^{-23}$  J/K und der Induktivität der SQUID-Leiterschleife  $L_{\rm S}$ . Für ein beispielhaftes SQUID mit einer SQUID-Induktivität von  $L_{\rm S} \approx 100$  pH und einem Shunt-Widerstand von  $R \approx 7 \Omega$  ergibt sich bei einer Temperatur der Shunt-Widerstände im Betrieb von etwa  $T \approx 150$  mK [Wel94] ein weißes Rauschen von etwa  $\sqrt{S_{\Phi,\rm th}} \approx 0,12 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ .

Der Ursprung des 1/f-Beitrags zum intrinsischen Fluss-Rauschen ist bisher theoretisch nicht vollständig verstanden. Die beobachtete Abhängigkeit von der Frequenz f ermöglicht aber eine phänomenologische Beschreibung der Leistungsdichte dieses Beitrags durch

$$S_{\Phi,1/f}(f) = \frac{S_{\Phi,1/f}(1 \text{ Hz})}{(f/1 \text{ Hz})^{\nu}}$$
(5.5)

mit Werten für  $\nu$  zwischen 0,5 und 1,0 [Dru10, FS24]. Das Rauschniveau bei 1 Hz ist dabei typischerweise bei etwa  $\sqrt{S_{\Phi,1/f}(1 \text{ Hz})} \approx 1...5 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$  [Kem16].

Auch die Stromquellen und der Differenzverstärker im Regelkreis des zweistufigen SQUID-Aufbaus bringen ein zusätzliches Rauschen mit ein. Die verwendeten SQUID-Elektroniken zeigen bei  $f > 1 \,\mathrm{kHz}$  ein weißes Spannungsrauschen von etwa  $\sqrt{S_{\mathrm{V,E}}} \approx 0.33 \,\mathrm{nV}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$  welches zu niederen Frequenzen ansteigt auf bis zu  $\sqrt{S_{\mathrm{V,E}}} \approx 0.8 \,\mathrm{nV}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$  bei  $0.1 \,\mathrm{Hz}$  [Dru06]. Übersetzt man dieses Spannungsrauschen über den Fluss-zu-Spannungs-Transferkoeffizient  $V_{\Phi} = \partial U_{\mathrm{S}}/\partial \Phi_{\mathrm{S}}$  in ein Flussrauschen ergibt sich bei einem dc-SQUID mit  $V_{\Phi} \approx 188 \,\mu\mathrm{V}/\Phi_0$  [Bau22] ein weißes Flussrauschen von etwa  $\sqrt{S_{\Phi,\mathrm{E}}} \approx 1.8 \,\mu\Phi_0/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ , was das weiße Rauschen eines einstufigen SQUID-Aufbaus dominieren würde. Betrachtet man einen zweistufigen SQUID-Aufbau, bei dem Fluss-zu-Spannungs-Transferkoeffizienten von  $V_{\Phi} \approx 1.39 \,\mathrm{mV}/\Phi_0$  erreicht werden können [Kem15] reduziert sich das induzierte weiße Flussrauschen der Elektronik auf etwa  $\sqrt{S_{\Phi,\mathrm{E}}} \approx 0.24 \,\mu\Phi_0/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ . Dies zeigt deutlich den Vorteil eines zweistufigen SQUID-Aufbaus gegenüber der Auslese mit einer einzelnen SQUID-Stufe.

### 5.2 Kryostat

Um die tiefen Temperaturen von etwa 20 mK zu erreichen, die für den Betrieb von MMCs nötig sind, kamen im Rahmen der Messung am CRYRING zwei  ${}^{3}\text{He}/{}^{4}\text{He}$ - Verdünnungskryostate LD-250 der Firma BluFors<sup>9</sup> zum Einsatz. Ein Foto des inneren Aufbaus eines der beiden eingesetzten Kryostate ist rechts in Abbildung 5.4 gezeigt. Der Kryostat besteht aus einer Vakuumkammer, in der sich fünf Plattformen befinden, die über Stangen an den jeweils höheren Plattformen aufgehängt sind. An jeder Plattform sind Wärmeschilde angebracht, welche die unteren Plattformen umschlie-

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup>BlueFors Cryogenics Oy, Arinatie 10, 00370, Helsinki, Finland, http://www.bluefors.com/



Abbildung 5.4: Aufbau eines <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Verdünnungskryostats. Links: Schematische Darstellung des Heliumgemisch-Kreislaufs [Pon17]. Rechts: Foto eines der beiden zur Messung eingesetzten Kryostate mit abgenommenen Wärmeschilden, sodass die Pulsröhrenkühler-Stufen, Komponenten des Heliumgemisch-Kreislaufs und die Verkabelung sichtbar sind.

ßen, um Wärmestrahlung von ihnen abzuhalten. An den beiden obersten Plattformen sind zwei Stufen eines Pulsröhrenkühlers befestigt, die ohne den Einsatz kryogener Flüssigkeiten Temperaturen von etwa 60 K, bzw. auf der zweiten Stufe etwa 3,3 K erreichen können. Die Funktionsweise eines Pulsröhrenkühlers basiert prinzipiell auf dem Stirling-Kreisprozess, bei dem durch Expansion eines Arbeitsgases (in diesem Fall Helium) der Umgebung Wärme entzogen wird und ist beispielsweise in [Ens05] beschrieben.

Auf den untersten Plattformen befinden sich die wichtigen Elemente des  ${}^{3}\text{He}/{}^{4}\text{He-Kreislaufs}$ , der auch links in Abbildung 5.4 schematisch dargstellt ist. Er besteht aus der Still, die über ein Steigrohr und Wärmetauschern mit der Mischkammer verbunden ist und wird über eine Turbo-Molekular-Pumpe (TMP) geschlossen. Darin befindet sich ein Gemisch aus den beiden stabilen Heliumisotopen  ${}^{3}\text{He}$  und  ${}^{4}\text{He}$ , das bei Temperaturen unter 0,87 K eine  ${}^{3}\text{He}$ -reiche und  ${}^{4}\text{He}$ -reiche Phase ausbildet, wobei die Phasengrenze in der sogenannten Mischkammer liegt. Die  ${}^{4}\text{He}$ -reiche Phase enthält in der Mischkammer einen Anteil von etwa 6,5 %  ${}^{3}\text{He}$ , der im Verlauf des Steigrohrs zur Still auf weniger als 1 % sinkt, da in der Still durch den niedrigen Druck, den die TMP über der Heliumoberfläche erzeugt und einen Heizer bei einer Temperatur von etwa 750 mK vorwiegend  ${}^{3}\text{He}$  verdampft wird. Das  ${}^{3}\text{He}$ -Gas wird dann durch die

TMP angesaugt, bei Raumtemperatur durch eine  $LN_2$ -Kühlfalle gereinigt und über Wärmetauscher wieder verflüssigt in die konzentrierte <sup>3</sup>He-Phase der Mischkammer zurückgeführt. Durch den osmotischen Druck aufgrund des Konzentrationsgefälles zwischen Still und Mischkammer, wandert <sup>3</sup>He von der Mischkammer zur Still, wodurch in der Mischkammer der Anteil von <sup>3</sup>He in der verdünnten Phase unter 6,5 % sinkt und <sup>3</sup>He aus der konzentrierten Phase in die verdünnte Phase nachrücken kann. Beim Überschreiten der Phasengrenze entzieht das <sup>3</sup>He der Umgebung latente Wärme, wodurch die Mischkammer eine Temperatur von unter 10 mK erreichen kann. [Ens05]

#### 5.2.1 Verkabelung

Im Foto des Kryostaten in Abbildung 5.4 rechts sind zwölf SQUID-Kabel zu sehen, die jeweils alle Leitungen für den Betrieb von drei zweistufigen SQUID-Kanälen enthalten. Damit können 36 und somit alle 32 Kanäle des Detektors simultan ausgelesen werden. Eine detailierte Beschreibung der Kabel und deren Einbau in den Kryostaten ist in [All17] zu finden, die wichtigsten Informationen sind im Folgenden zusammengefasst.

Insgesamt führt ein SQUID-Kabel 30 Leitungen bestehend aus "Alloy<br/>30"<sup>10</sup>-Drähten mit einem Durchmesser von 200 µm und elektrischen Widerstand von 1,56 Ω/m, die zusammen mit Nomex-Fasern<sup>11</sup> durch die Firma Comtronic<sup>12</sup> zu einem stabilen Kabelstrang verwoben wurden.

Ein Ende der Kabel führt zu Vakuumdurchführungen der Firma LEMO<sup>13</sup>, die an der Vakuumkammer des Kryostaten in Aluminium-Boxen angebracht sind und in welche von außen die SQUID-Elektroniken<sup>14</sup> eingesteckt werden. Am anderen Ende des Kabelstrangs führen die Leitungen zu den zweireihigen 30-poligen Samtec-Kupplungen der Verstärker-SQUID-Module, wie in Abschnitt 5.1.3 erklärt wurde. An jeder Temperaturstufe des Kryostaten sind die Kabel mit Vakuumfett<sup>15</sup> in Kupferplattenstapel eingeklemmt und so thermisch gut an die Plattformen gekoppelt. So kann die Wärme, die durch die insgesamt 360 Leitungen in Richtung Verstärker-SQUID-Module fließt,

 $<sup>^{10}</sup>$  Kupfer-Nickel-Legierung mit 2 % Nickel, hergestellt durch die Isabellenhütte Heusler GmbH und Co. KG, Eibacher Weg 3-5, D-35683 Dillenburg.

<sup>&</sup>lt;sup>11</sup>Hergestellt durch DuPont de Nemours (Deutschland) GmbH, Hugenottenallee 175, 63263 Neu-Isenburg, Deutschland

<sup>&</sup>lt;sup>12</sup>Comtronic GmbH - Verbindungstechnik, Im Neuenacker 4, D-69253 Heiligkreuzsteinach, https://www.comtronic-gmbh.de

 $<sup>^{13}\</sup>mathrm{LEMO}$  Elektronik GmbH, Hanns-Schwindt-Str. 6, 81829 München, Germany, https://www.lemo.com

<sup>&</sup>lt;sup>14</sup>Modell XXF-1, Magnicon GmbH - Barkhausenweg 11, 22339 Hamburg, Deutschland

<sup>&</sup>lt;sup>15</sup>Apiezon N, M&I Materials Ltd., Hibernia Way, Trafford Park, Manchester M32 0ZD, United Kingdom
schrittweise abgeführt werden. Ein zusätzliches Kabel, welches  $12 \times 2$  Leitungspaare enthält ist separat geführt und enthält alle Leitungen, die nötig sind um in alle vier Quadranten des Detektors einen Dauerstrom zu präparieren, wie in Abschnitt 4.1.2 erklärt.

# 5.2.2 Langer Seitenarm

Aufgrund geometrischer Einschränkungen am CRYRING durch Gestelle, Anbauteile am CRYRING und Fluchtwegen wurden die beiden Detektoren auf unterschiedliche Weise in die Kryostate eingebaut. Einer der Detektoren wurde dabei an einem seitlich am Kryostaten herausragenden Kupferarm angebracht, um den Detektor näher an das Röntgenfenster des Speicherrings positionieren zu können. Umgeben ist der Kupferarm von mehreren Schilden, die zur Abschirmung von Wärmestrahlung bzw. zur Abschirmung magnetischer Felder dienen.



Abbildung 5.5: CAD Zeichnung des an der Mischkammerplattform befestigten Detektor-Seitenarms. Ein Querschnitt der Strahlungsschilde und deren Verlängerungen um den Arm herum sind mit abgebildet. Die Verkabelung und Kühltechnik des Kryostaten sind nicht dargestellt.

In Abbildung 5.5 ist eine Zeichnung des an der Mischkammerplattform des Kryostaten angebrachten Kupferarms in einem Querschnitt der umgebenden Strahlungsschilde gezeigt. Zur Übersichtlichkeit sind die Verkabelung und die Kühltechnik des Kryostaten in der Darstellung ausgelassen. Der Kupferarm besteht aus einer 6 mm dicken und 565 mm langen Platte aus sauerstofffreiem Kupfer, die bei 850 °C für etwa 36 h im Vakuum getempert wurde. Mit zwei L-förmigen Winkeln aus dem gleichen Kupfer wurde der Arm, wie gezeigt mit Messingschrauben großflächig über eine Adapter-Platte aus Kupfer an die Mischkammerplattform geschraubt. Durch eine dünne Schicht Vakuumfett<sup>16</sup> zwischen den aneinander geschraubten Flächen entsteht ein guter thermischen Kontakt. Die Langlöcher in den Kupferwinkeln und der Adapter-Platte erlauben ein Ausrichten des Arms in allen Raumrichtungen.

Am anderen Ende des Arms ist zum Einsetzen des Detektor-Moduls mit einer 90°-Blickrichtung eine 3 mm hohe Vertiefung gefräst mit Aussparungen im Kupfer an den Stellen der Steckersockel des Detektor-Moduls. Die Kupferplattform des Detektor-Moduls wird beim Anschrauben größflächig an die Kupferfläche des Arms gedrückt, auch hier mit einer dünnen Schicht Vakuumfett. Der Aufbau des Detektor-Moduls wird in Abschnitt 5.2.4 näher beschrieben.



Abbildung 5.6: CAD Zeichnung der Rückseite des Seitenarms. Das Detektor-Modul ist in einem Abstand zum Arm dargestellt, um die Steckverbindung zur Arm-Platine sichtbar zu machen.

Auf der Rückseite des Arms ist wie in Abbildung 5.6 gezeigt, eine zweiseitige 1 mm dicke Platine<sup>17</sup> angeschraubt, die die nötigen Leitungen für den Betrieb aller Detektor-SQUIDs von der Mischkammerplattform zum Detektor-Modul führt. Gegenüber der thermischen Ankopplung der Kupferstäbe befinden sich die acht 16-Pin-Steckersockel<sup>18</sup>, in die die von den Verstärker-SQUID-Modulen kommenden Detektor-Kabel eingesteckt werden können. Zusätzlich befinden sich zwei weitere dieser Steckersockel ganz am Ende der Platine, die für die Leitungen zur Präparation des Dauerstroms benötigt werden. In Abbildung 5.6 sind die auf der Platinen-Vorderseite geführten 0,2 mm breiten, verzinnten Kupferbahnen der SQUID-Kanäle zu sehen. Die supraleitenden Eigenschaften der Zinnschicht sollen den Widerstand der Leitungen im Betrieb reduzieren. Nicht zu sehen sind die Dauerstrom-Leitungen auf der Rückseite

 $<sup>^{16}\</sup>mathrm{Apiezon}$ N, M&I Materials Ltd., Hibernia Way, Trafford Park, Manchester M32 0ZD, United Kingdom

 $<sup>^{17}{\</sup>rm Hergestellt}$ von Multi Leiterplatten GmbH, Brunnthaler Straße 2, D<br/>-85649 Brunnthal - Hofolding, https://www.multi-circuit-boards.eu

<sup>&</sup>lt;sup>18</sup>Vom Typ "SHF-108-01-L-D-TH", Firma Samtec

der Platine, die 0,3 mm breit und von Lötstopp-Lack statt einer Zinnschicht bedeckt sind. So liegen diese Leitungen elektrisch isoliert, direkt am Kupferarm an, um Wärme durch Heizeffekte bei der Dauerstrom-Präparation möglichst effizient abzuführen. Detektorseitig enden alle Leitungen an 16-Pin-Kupplungen<sup>19</sup>, die beim Einsetzen des Detektor-Moduls direkt in dessen 16-Pin-Sockel greifen.

Über 64 1 mm breite Stege aus dem Platinenmaterial FR4 sind seitlich des Kupferarms zwei jeweils 5 mm breite und 6 mm dicke Kupferstäbe in einem Abstand von 3 mm zum Arm befestigt. Beide Kupferstäbe sind über eine Verbindungsplatte aus Kupfer miteinander verschraubt und zur thermischen Ankopplung mit einem weiteren Kupferwinkel direkt an der Mischkammerplattform befestigt und auf diese Weise mechanisch stabil, aber thermisch nur schwach an den Kupferarm gekoppelt. Über die Kupferstäbe ist ein 300 mm langes einseitig zugeschweißtes Niob-Rohr mit einem Innendurchmesser von 74 mm und 0,5 mm Wandstärke geschoben und mit vier Schrauben befestigt. Niob wird bei Temperaturen unter 9,3 K supraleitend und schirmt den 254 mm tief im Rohr sitzenden Detektor von externen magnetische Störungen effektiv ab. Um den Photoneneinfall auf den Detektor zu ermöglichen befindet sich allerdings ein Loch mit 15 mm Durchmesser über dem Detektor, das die Abschirmung herabsetzt.

Drei Aluminium-Rohre mit einer Wandstärke von 1,5 mm sind als Verlängerungen der Wärmesschilde des Kryostaten an den Temperaturstufen 60 K, 3,3 K und 750 mK um den Kupferarm angebracht. Der Abstand zwischen den Rohren beträgt 2,5 mm und die detektor-seitigen Enden der Rohre sind zugeschweißt. Um die Schilde und den Kupferarm mechanisch zu verbinden und so Vibrationen des Detektors möglichst gering zu halten, aber gleichzeitig die thermische Isolation möglichst gut zu erhalten, wurden sternförmige Abstandshalter aus FR4 an den Enden der Schilde angebracht. Der innerste Abstandshalter zum Niob-Rohr besteht nur aus zwei Ringen, die mit Speichen aus Zahnseide in Position gehalten werden um den Wärmefluss so nahe am Detektor-Modul besonders gering zu halten. Der äußerste Abstandshalter zum Vakuum-Rohr wurde aus ABS<sup>20</sup> 3D-gedruckt. Über dem Detektor befinden sich Bohrungen in den Rohren mit 20 mm Durchmesser, die durch eine 6 µm dicke und mit 40 nm Aluminium beschichtete Maylarfolie<sup>21</sup> verschlossen sind und so als Röntgenfenster dienen.

Das Vakuum-Rohr mit 2 mm Wandstärke ist mit einem ISO 100 Überwurf-Flansch an den Seiten-Port des Kryostaten angebracht und besteht aus einer weichmagnetischen Legierung<sup>22</sup>, die äußere Magnetfelder im Inneren zusätzlich zur supraleitenden

 $<sup>^{19}\</sup>mathrm{Vom}$  Typ "SFMC-108-01-L-D", Firma Samtec

<sup>&</sup>lt;sup>20</sup>Acrylnitril-Butadien-Styrol-Copolymer (ein Thermoplast-Kunststoff)

<sup>&</sup>lt;sup>21</sup>ES301865, der Goodfellow GmbH, Alstertwiete 3, D-20099 Hamburg, Deutschland.

 $<sup>^{22},\!\</sup>mathrm{ASTM}$ A<br/>753 Alloy 4" hergestellt durch Magnetic Shields Ltd, Head<br/>corn Road, Staplehurst TN12 0DS, www.magnetic<br/>shields.co.uk

Abschirmung stark reduziert. Das Röntgenfenster hat einen Durchmesser von  $20 \,\mathrm{mm}$  und ist mit einer  $125 \,\mathrm{\mu m}$  dicken Polyimid-Folie<sup>23</sup> verschlossen.

# 5.2.3 Kurzer Seitenarm

Am zweiten Röntgenfenster konnte der Kryostat näher am CRYRING positioniert werden. Dies ermöglichte es den zweiten Detektor auf einem sehr viel kürzeren Kupferarm anzubringen, der nicht über die Mischkammer-Plattform des Kryostaten herausragt und daher keine Verlängerungen der Wärmeschilde des Kryostaten benötigt. Durch die geringere Länge des Arms ist sowohl die Anfälligkeit für Vibrationen geringer, wie auch die thermische Verbindung zwischen Mischkammer-Plattform und Detektor-Modul besser, wodurch in diesem Aufbau gegenüber dem langen Seitenarm eine leicht geringere Temperatur des Detektors zu erwarten ist. In Abbildung 5.7 links ist ein Foto des Aufbaus im Inneren des Kryostaten zu sehen.



Abbildung 5.7: Links: Ein frontal aufgenommenes Foto des Aufbaus mit kurzem Detektorarm, eingebaut in den Kryostaten. Rechts: CAD Zeichnung des kurzen Detektorarms mit Schnittansicht des Niob-Rohrs und der Mischkammerplattform.

Wie in der Zeichnung rechts zu sehen, ist das Detektor-Modul an der Stirnseite der 156 mm langen und 6 mm breiten Armplatte befestigt. Die Armplatte ist über vier zylindrische Stützen an die Adapterplatte der Mischkammer-Plattform geschraubt und lässt sich mit dieser Geometrie seitlich ausrichten. Auch um diesen kurzen Detektorarm wurde ein Niob-Rohr mit einem Innendurchmesser von 74 mm und Länge von 135 mm als supraleitende Abschirmung angebracht. Durch die küzere Länge bei gleichem Durchmesser sind die abschirmenden Eigenschaften im Vergleich zum Aufbau

<sup>&</sup>lt;sup>23</sup>, Kapton" von DuPont, 974 Centre Road, Wilmington, DE 19805, USA

mit langem Detektorarm jedoch schlechter. Desweiteren fehlt beim kurzen Arm eine weichmagnetische Abschirmung komplett, die beim langen Seitenarm als Verlängerung des Vakuumtopfs ausgeführt war und in diesem Aufbau keinen Platz fand. Mit der kurzen Armplatte befindet sich der Detektor näher am Verstärker-SQUID-Modul, weshalb keine zusätzliche Platine zur Leitungsführung benutzt wurde, sondern eine etwas längere Ausführung der Detektor-Kabel<sup>24</sup> direkt in das Detektor-Modul eingesteckt wurde.

# 5.2.4 Detektor-Modul

Der Detektor-Chip befindet sich in einem austauschbaren Detektor-Modul, das am Ende der jeweiligen Kupfer-Arme, wie in den Abschnitten 5.2.2 und 5.2.3 beschrieben, befestigt wird. In Abbildung 5.8 links ist eine Explosionszeichnung des Moduls



**Abbildung 5.8:** Links: Explosions-Zeichnung der Bestandteile des Detektor-Moduls. Rechts: Foto eines auf die Detektor-Plattform aufgeklebten maXs100-Detektors mit angebondeten Detektor-SQUIDs und Platinenleitungen, aufgenommen durch die Röntgenfenster-Bohrungen der Wärmeschilde des Detektor-Seitenarms.

gezeigt. Die Detektor-Plattform bildet die Grundlage des Detektor-Moduls und besteht aus einer 6 mm dicken Platte mit einer Flächendiagonale von 71 mm, die aus getempertem Kupfer gefertigt wurde. In der Mitte befindet sich eine 0,6 mm hohe Erhöhung, die den Detektor-Chip und die acht zur Auslesung benötigten Detektor-SQUID-Chips trägt und somit deren Oberfläche um etwa 1 mm, also der Dicke der Platine, über die Oberfläche der Detektorplattform anhebt. Die erhöhten Flächen, auf denen die Detektor-SQUIDs sitzen sind zur zusätzlichen magnetischen Abschirmung mit einer einige 100 nm dicken Schicht Niob besputtert. Darauf wurden die Detektor-SQUIDs mit dem Spulenlack GE-7031<sup>25</sup> geklebt. Zur Aufbringung des Detektor-

 $<sup>^{24}\</sup>mathrm{Vom}$  Typ "FFTP-08-D-18.00-01-N", Firma Samtec

 $<sup>^{25} {\</sup>rm LakeShore}$  Cryotronics Inc., 575 McCorkle Boulevard, Westerville, Ohio, USA

Chips auf die Plattform wurde nur eine dünne Schicht Vakuumfett "Apiezon N" benutzt, um zu große Verspannungen des verglichen mit den SQUID-Chips größeren Detektor-Chips beim Abkühlen zu verhindern.

Umgeben ist diese Erhöhung von der Platine, deren 0,1 mm breiten Leitungen die Kontakt-Flächen auf der Oberseite, nahe den SQUID-Chips, mit den Durchführungen der Pins der rückseitig angebrachten 16-Pin-Steckersockel verbindet. Die Gehäuse der Steckersockel füllen die seitlichen Aussparungen der Detektor-Plattform auf und stehen etwa 6 mm von der Rückseite der Plattform hervor. Beim Einsetzen in den 6 mm breiten Detektor-Seitenarm schließen die Steckersockel genau mit dessen Platine ab.

Aluminium-Bonddrähte mit einem Durchmesser von 25 µm stellen die Verbindung zwischen Platine und SQUID-Chips her, wie im Foto in Abbildung 5.8 rechts zu sehen ist. Zwischen dem Detektor und den SQUIDs wurden die Leitungen möglichst kurz gehalten und mit jeweils zwei Bonddrähten verbunden, um die Induktivität der Leitungen gering zu halten und damit eine möglichst gute Kopplung zwischen Detektor und SQUIDs zu erreichen. Die verwendeten SQUID-Chips tragen jeweils vier SQUIDs mit einer Eingangssensitivität von etwa  $1/M_{iS} \approx 9 \mu A/\Phi_0$  und einer Rückkoppelsensitivität von etwa  $1/M_{iA} \approx 42 \mu A/\Phi_0$ . Deren Design ist in [Bau22] näher beschrieben und die Chips wurden entnommen von Wafer "HDSQ14w1", der im institutsinternen Reinraum hergestellt wurde. In jeder Ecke des Detektor-Chips sind die Leitungen, die zur Präparation des Dauerstroms in den jeweiligen Quadranten des Detektor-Chip gebonded.

Durch vier Aussparungen in der Platine ragen quadratische Podeste hervor, die eine 0,5 mm dicke Kupferplatte tragen, welche den Detektor umrahmt. Auf der Unterseite dieser Platte stehen vier Säulen ab, die mit leichtem Druck auf die Thermalisierungsstrukturen des maXs100-Chips pressen. Dadurch wird der Detektor festgehalten und erhält eine zusätzliche thermische Anbindung von oben.

Vier weitere quadratische Podeste, die am Rand der Detektor-Plattform positioniert sind, tragen auf einer Höhe von  $3,4\,\mathrm{mm}$  über dem Detektor eine weitere  $0,5\,\mathrm{mm}$  dicke getemperte Kupferplatte, die mit ihrer mittigen  $10,4\,\mathrm{mm} \times 10,4\,\mathrm{mm}$  großen Aussparung nur die Absorptionsfläche des Detektors freilegt und so als Kollimator fungiert, der die anderen Strukturen vor den auftreffenden Photonen schützt.

# 5.3 Datenaufnahme und Verarbeitung

### 5.3.1 Analog-Digital-Wandler

Die Ausgangssignale der SQUID-Elektroniken werden mit Analog-Digital-Wandlern (ADC) vom Typ "SIS3316" von Struck<sup>26</sup> digitalisiert und über das C++ Programm PAQS [Hen17] abgespeichert. Für beide Detektoren wurden jeweils zwei miteinander synchronisierte 16-Kanal-ADC-Module verwendet. Für jedes aufgenommene Signal wurden mit einer maximalen Abtastrate von 125 MHz bei 16-fachem Oversampling insgesamt 16384 Werte in einem Spannungsbereich von -2,5 V bis 2,5 V in einen 16-Bit Wert konvertiert.

Der interne Triggermechanismus arbeitet mit einem CFD<sup>27</sup>-Algorithmus um den Triggerzeitpunkt des Signals festzulegen. Jeder ADC-Kanal hat dafür im zugehörigen FPGA einen zusätzlichen Trigger-Kanal, in dem ein FIR<sup>28</sup>-Filter auf das Eingangssignal angewendet wird. Dabei wird das Signal zunächst mit einem gleitenden Mittelwert geglättet um hochfrequentes Rauschen zu reduzieren. In einem zweiten Schritt wird das geglättete Signal zeitlich verzögert von sich selbst subtrahiert. Übrig bleib ein Trigger-Signal, bei dem niederfrequentes Rauschen und konstante Spannungsverschiebungen deutlich reduziert sind. Das Überschreiten einer Schwellenspannung in diesem Trigger-Signal löst das Triggerereignis aus. Der tatsächliche Triggerzeitpunkt wird hingegen auf Grundlage des Zeitpunkts zu dem das Triggersignal auf 50% abgefallen ist zurück gerechnet. Die so ermittelten Zeitstempel liegen im Idealfall bei Signalen gleicher Form auch bei unterschiedlichen Amplituden übereinander. Durch Rauschen auf den Signalen kann sich die Genauigkeit des so bestimmten Zeitstempels verschlechtern. Die Breite des Mittelungszeitraums der Glättung und die Größe der zeitlichen Verzögerung bei der Subtraktion sind Parameter, die auf sehr schnell ansteigende Signale optimiert sind und bei diesen die genausten Zeitstempel liefern. Bei langsam ansteigenden Signalen, wie denen des maXs100-Detektors kann es eine Abweichung zum tatsächlichen Pulsbeginn geben, wie in Abschnitt 6.2.3 gezeigt wird.

Zu jedem vom ADC getriggerten Ereignis werden standardmäßig neben der digitalisierten Spannungspur auch Informationen ausgelesen und ermittelt wie bspw. der ADC-Zeitstempel oder die Polarität des Pulses und gemeinsam abgespeichert. Bei jedem regulär ausgelösten Triggerereignis wurde auch das Auslesen der Kanäle, an denen die nicht-gradiometrischen Pixelpaare des Detektors angeschlossen waren, erzwungen. Diese Signalspuren enthalten größtenteils Ruhesignale, die wie in Abschnitt 6.1.2 erkläutert, später als Temperaturinformation verwendet werden können.

<sup>&</sup>lt;sup>26</sup>Struck Innovative Systeme GmbH, Harksheider Str. 102, 22399 Hamburg.

<sup>&</sup>lt;sup>27</sup>Abkürzung des englischen Begriffs "Constant Fraction Discriminator"

<sup>&</sup>lt;sup>28</sup>Abkürzung des englischen Begriffs "Finite Impulse Response"

### 5.3.2 Datenanalyse-Methoden

Alle MMC-Signale, die durch eine Absorption von Photonen im Absorber ausgelösten wurden, haben im Regelfall die gleiche Pulsform und unterscheiden sich nur durch einen Streckfaktor, der Amplitude des Signals, die fast linear mit der Energie der absorbierten Photonen skaliert. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Anpassungs-Algorithmus (im Folgenden als TemplateFit bezeichnet) aus dem DARQ-Paket verwendet, wie in [Fle03, Ham21, Bar24] beschrieben, um die Amplitude aller Signale zu bestimmen. Zunächst wird hierfür durch Mittelung vieler Pulse ähnlicher Höhe, zum Beispiel aller Pulse einer intensiven Kalibrationslinie möglichst hoher Energie, ein Musterpuls erzeugt. Dieser Musterpuls wird nun mit dem Streckfaktor A und einer Verschiebung O angepasst an jede aufgenommene Signalspur, welche sich aus den abgetasteten Spannungswerten  $s_i$  zusammensetzt. Die Anpassung minimiert dabei das mittlere Abweichungsquadrat

$$\chi^2 = \frac{1}{f} \sum_{i=1}^{f} \left( s_i - A\theta_i - O \right)^2 \,, \tag{5.6}$$

bezüglich A und O, wobei f = 16384 die Anzahl der abgetasteten Werte in der Signalspur ist und  $\theta_i$  die Werte des Musterpulses sind. Der optimale Streckfaktor A entspricht der Amplitude der Signalspur relativ zum Musterpuls und wird zusammen mit der Verschiebung und weiteren Werten wie bspw. dem  $\chi^2$  gespeichert.

Ein besonders großes  $\chi^2$  impliziert eine starke Abweichung von der durchschnittlichen Pulsform. Das kann zum Beispiel vorkommen, wenn andere Teilchen absorbiert wurden wie Myonen, es zu einem Pile-Up Ereignis, also zwei kurzzeitig aufeinanderfolgend absorbierten Photonen kommt, die Absorption eines Photons direkt im Sensor stattgefunden hat oder bei starken Störsignalen. Durch eine Analyse der  $\chi^2$ -Verteilung können solche Signale aussortiert werden.

### 5.3.3 Kerndichte-Abschätzung

Das vermutlich geläufigste Verfahren, um die Häufigkeitsverteilung  $\tilde{f}$  einer Zufallsvariablen x anhand einer Stichprobe von n Messwerten darzustellen ist das Erstellen eines Histogramms. Typischerweise wird dafür der Wertebereich der Zufallsvariablen in Intervalle gleicher Breite eingeteilt und die Anzahl der Messwerte, deren Wert in ein Intervall fällt gibt die Höhe der Häufigkeitsverteilung im Bereich dieses Intervalls an. Es entsteht eine nicht-stetige Treppenfunktion, die bei einer großen Anzahl an Messwerten, kleine Intervallbreiten zulässt und einer guten Näherung der Häufigkeitsverteilung entspricht.

Für eine sinnvolle Häufigkeitsverteilung muss die Intervallbreite größer gewählt wer-

den je kleiner die Anzahl der Messwerte ist. Entsprechend stärker hängt die Form der Häufigkeitsverteilung bei geringer Statistik von der Wahl der genauen Positionen der Intervallgrenzen ab. Als Beispiel sind in Abbildung 5.9 links für 20 Messwerte



Abbildung 5.9: Links: Histogramme mit angepasster Gauss-Verteilung für unterschiedlich gewählte Intervalltgrenzen. Beiden Histogrammen liegt die selbe Stichprobe einer normalverteilten Zufallsvariable x zugrunde. Rechts: Häufigkeitsdichten aus Kerndichte-Abschätzungen mit Gauss-Kern unterschiedlicher Bandbreiten.

einer normalverteilten Zufallsvariable x, zwei Histogramme mit zueinander verschobenen Intervallgrenzen in blau und rot gezeigt. An beide Histogramme wurde eine Gauss-Verteilung angepasst und als gestrichelte Linie eingezeichnet. Anhand der Abweichung der am oberen Rand eingezeichneten Mittelpunkte der Anpassungen erkennt man wie stark die Verteilungsmittelpunkte von der Wahl der Intervallgrenzen abhängen.

Um dieses Problem zu umgehen kann die Häufigkeitsverteilung auch durch eine Kerndichte-Abschätzung (KDE<sup>29</sup>) erstellt werden. Hierfür wird eine Kerndichte k(x) angenommen für alle Werte  $x_i$  der Stichprobe. Die Häufigkeitsdichte durch eine Kerndichteschätzung mit einer Bandbreite  $\sigma$  bei Kenntnis von n Messwerten ergibt sich damit zu

$$\tilde{f}_n(x) = \frac{1}{n\sigma} \sum_{i=1}^n k\left(\frac{x-x_i}{\sigma}\right) \,. \tag{5.7}$$

Für experimentelle Messwerte, die typischerweise gaussverteilt streuen, ist die Annahme eines Gausskerns  $k(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \exp\left(\frac{-x^2}{2}\right)$  sinnvoll.

<sup>&</sup>lt;sup>29</sup>Abkürzung des englischen Begriffs "Kernel Density Estimation"

Auf diese Weise entsteht eine stetige Häufigkeitsdichte, deren Qualität von der Wahl der Bandbreite  $\sigma$  abhängig ist. In Abbildung 5.9 sind rechts Häufigkeitsdichten aus Kerndichte-Abschätzungen unterschiedlicher Bandbreite der links dargestellten Stichprobe zu sehen. Dem blau gezeigten Verlauf liegt eine sehr groß gewählte Bandbreite zugrunde, durch die Details der Verteilung der Stichprobe untergehen. Die rot dargestellte Häufigkeitsdichte wurde mit einer sehr kleinen Bandbreite erzeugt und ist dadurch anfällig für statistische Fluktuationen. Bei der schwarzen Verteilung wurde die Bandbreite sinnvoll gewählt. Sie ähnelt den angepassten Gauss-Verteilungen links, kommt aber ohne die Wahl von Intervallgrenzen aus.

Wenn es um die Verteilung der Messwerte aus MMCs geht ist bekannt, dass sie etwa einer Gauss-Verteilung mit der Breite der Detektorauflösung entsprechen. Nach [Bus18] bewegt sich eine geeignete Wahl der Bandbreite  $\sigma$  für MMC-Messwerte in der Größenordnung von einem Drittel der Energieauflösung  $\Delta E_{\rm FWHM}$  des Detektors. Um die reale Breite der zugrundeliegenden Verteilung zu berechnen muss die Bandbreite der KDE quadratisch von der Breite einer an  $\tilde{f}_n(x)$  angepassten Gaussverteilung abgezogen werden.

# 5.4 CRYRING

### 5.4.1 Strahlbereitstellung

Die 91-fach ionisierten <sup>238</sup>Uran-Ionen wurden durch die Teilchenbeschleunigeranlage an der GSI<sup>30</sup> in Darmstadt bereitgestellt und im Speicherring CRYRING für die Messung gespeichert. In Abbildung 5.10 ist eine Zeichnung des GSI-Geländes mit den hierfür relevanten Anlagen zu sehen.

Die U<sup>4+</sup>-Ionen aus einer Ionenquelle werden im Linearbeschleuniger UNILAC<sup>31</sup> zunächst auf eine Energie von 1,4 MeV/u beschleunigt und verlieren in einem Gas-Stripper beim Durchfliegen von Stickstoff oder Wasserstoff weitere Elektronen [Vor23]. Die resultierenden U<sup>28+</sup>-Ionen werden dann über eine Strecke von 55 m auf eine Energie von 11,4 MeV/u weiter beschleunigt und im Strahlrohr nach der Beschleunigerstrecke durch eine Stripperfolie aus Kohlenstoff geschossen, in der sie einen Großteil ihrer übrigen Elektronen verlieren.

Mit dieser Energie werden  $U^{73+}$ -Ionen in das Synchrotron SIS18<sup>32</sup>, das einen Durchmesser von etwa 69 m hat, eingeschossen. Im SIS18 werden die Uran-Ionen auf hohe Strahlenergien von bis zu 500 MeV/u beschleunigt. Die Wechselwirkung mit einer

<sup>&</sup>lt;sup>30</sup>Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH

 $<sup>^{31}\</sup>mathrm{Aus}$ dem englischen "Universal Linear Accelerator"

 $<sup>^{32}</sup>$ SchwerIonenSynchrotron 18



Abbildung 5.10: Zeichnung des GSI-Geländes mit teilweise offengelegtem Strahlengang. Der Verlauf aller möglichen Ionenbahnen ist in blau angedeutet. Die Vergrößerung zeigt eine CAD Zeichnung des CRYRINGs. [Gei21]

weiteren Stripperfolie im Transport-Strahlrohr zum ESR<sup>33</sup> kann bei so hohen Energien auch die letzten Elektronen abstreifen und die Ionen auf ihren finalen Ladungszustand von bis zu 92+ bringen. Im ESR werden die Ionen wieder abgebremst und durch stochastische und Elektronen-Kühlung die Strahltemperatur gesenkt. Eine nähere Beschreibung zum SIS18 und ESR finden sich in [Fra87].

Für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Messung wurde auf diese Weise  $U^{91+}$  bei Energien von etwa 10 MeV/u hergestellt und in einem letzten Schritt in den CRYRING eingeschossen, der in der vergrößerten Zeichnung links unten in Abbildung 5.10 gezeigt ist. Mit einem Durchmesser von etwa 17 m ist er die kleinste beteiligte Anlage, bietet durch seinen Aufbau aber viele Möglichkeiten zur Untersuchung hochionisierter schwerer Ionen, die bspw. in [Gei17, Les22] detailiert beschrieben sind. Insbesondere die mögliche geringe Strahlenergie trägt zur Reduktion der Dopplerverschiebung und der Dopplerverbreiterung bei. Die paketweise, in Zyklen von etwas weniger als einer Minute, eingeschossenen Ionen können mit dem dort eingebauten Elektronenkühler weiter gekühlt und etwa 20 s im Ring gespeichert werden. Die Halbwertszeit des Strahls ist dabei durch Interaktionen mit dem Elektronenkühler und dem Restgas ( $10^{-12}-10^{-11}$  mbar) gegeben. Das Funktionsprinzip des Elektronenkühlers und wie die Detektoren zur Messung um ihn aufgebaut wurden ist im nächsten Abschnitt erläutert.

 $<sup>^{33}\</sup>mathrm{Aus}$ dem englischen "Experimental Storage Ring"

### 5.4.2 Detektoren am Elektronenkühler

Wie im oberen Teil der Abbildung 5.11 schematisch dargestellt werden im Elektronenkühler (e) des CRYRING die zirkulierenden Uran-Ionen über eine Strecke von etwa 1,1 m mit einem kalten Elektronenstrahl überlagert [Les22]. Dafür werden Elek-



Abbildung 5.11: Oberer Teil: Schematische Zeichnung des Aufbaus der Detektoren am CRYRING mit angedeutetem Strahlengang. Unterer Teil: Fotos der beiden Detektoren, aufgebaut an den beiden Röntgenfenstern um den Elektronenkühler des CRYRINGs herum.

tronen mit einer supraleitenden Elektronenkan<br/>one durch eine Kühlerspannung  $U_{\rm EC}$ etwa auf die mittlere Geschwindigkei<br/>tvder Ionen im Teilchenstrahl beschleunigt und mittels<br/> Magnetfeld kollinear zum Ionenstrahl gelenkt. Als Anteil der Lichtgeschwindigkei<br/>t $\beta = v/c$ ausgedrückt, ergibt sich die Geschwindigkeit der Elektronen relativistisch betrachtet zu

$$\beta(U_{\rm EC}) = \sqrt{1 - \left(1 + \frac{eU_{\rm EC}}{m_{\rm e}c^2}\right)^{-2}},\tag{5.8}$$

mit der Elementarladung e, der Masse eines Elektrons  $m_{\rm e}$  und der Lichtgeschwindigkeit c.

74

Im Bereich der Überlagerung beider Strahlen erfahren die positiv geladenen Uran-Ionen eine anziehende Kraft von den Elektronen. Das bedeutet Ionen, deren Geschwindigkeit niedriger ist als die der Elektronen werden beschleunigt und Ionen deren Geschwindigkeit größer ist werden abgebremst. Dadurch verschmälert sich die Geschwindigkeitsverteilung des Ionenstrahls. Die Elektronen werden nach der Wechselwirkung wieder mit einem Magnetfeld aus dem Ionenstrahl heraus und auf eine Kollektor-Anode gelenkt.

Zusätzlich kommt es bei der Wechselwirkung auch zur Rekombination von U<sup>91+</sup>-Ionen mit Elektronen, unter Aussendung eines Photons. Durch den Einfang des Elektrons verringert sich der Ionisationszustand des Uran-Ions und zurück bleibt ein U<sup>90+</sup> in einem angeregten Zustand. Bei der folgenden Abregung werden Röntgenphotonen ausgesendet, deren Energie im Ruhesystem des Ions gerade der Energiedifferenz der involvierten Energieniveaus entspricht, wie in Kapitel 2 erklärt.

#### Positionierung der maXs100-Detektoren

Die beiden Detektoren sind zur Messung, wie in Abbildung 5.11 dargestellt, an Röntgenfenstern hinter den Ablenkmagneten des CRYRING-Segments aufgebaut, in dem sich der Elektronenkühler befindet. Dabei befindet sich eines der Röntgenfenster an dem Ende das Segments in Strahlrichtung (0°-Port) und das Andere gegen Strahlrichtung (180°-Port). Durch die hohe Relativgeschwindigkeit der emittierenden Ionen kommt es im Bezugssystem der Detektoren zu einer Dopplerverschiebung der Photonen-Energien, die in das Emitter-System zurücktransformiert werden kann gemäß

$$E^{0} = E^{\text{lab}}\gamma(1 - \beta\cos\theta), \qquad (5.9)$$

mit der Energie im Emitter-Bezugssystem  $E^0$ , dem Lorentz Faktor  $\gamma = 1/\sqrt{1-\beta^2}$ und dem Detektionswinkel  $\theta$ , unter dem sich der Detektor zur Vorwärtsrichtung der Emitter-Ionen befindet.

Die Variation des Detektionswinkels  $\Delta \theta$  liegt bei einer Diagonale der Detektionsfläche von 14,5 mm, einem Strahldurchmesser von 2,6 mm [Kra21] und einem Abstand zum Rekombinationsort von etwa 3 m bis 4,5 m in konservativer Abschätzung bei maximal 0,16°. Berechnet man die Verbreiterung einer Spektrallinie bei E = 100 keV durch  $\Delta \theta$  mit einem  $\beta = 0,146$  92 erhält man  $\Delta E = 0,06 \text{ eV}$ . Schätzt man die Unsicherheit der Detektorposition durch 3 mm ab, entsprechend einem Winkel von 0,06°, folgt daraus eine systematische Unsicherheit der Linienmitte von  $\Delta E = 0,008 \text{ eV}$ .

Im unteren Teil der Abbildung 5.11 sind Fotos beider Kryostate zu sehen, aufgebaut am Elektronenkühler des CRYRINGs. Der Detektor, der mit dem längeren Seitenarm installiert wurde, war am 180°-Port aufgebaut (links zu sehen) und der Detektor am kurzen Detektorarm am 0°-Port (rechts zu sehen). Wie in den beiden Vergrößerungen gut zu erkennen ist, befanden sich direkt an den Röntgenfenstern jeweils graue Kalibrationsquellen-Halterungen, mit denen die Quellen zur Kalibration ferngesteuert vor den Detektor bewegt werden konnten. Nähere Informationen zu diesem Aufbau und den Kalibrationsquellen sind in Abschnitt 5.4.3 zu finden.

### Ionen-Detektor

Nach einer Rekombination im Elektronenkühler erfährt das entstandene U<sup>90+</sup>-Ion im Ablenkmagneten (d) durch dessen veränderten Ladungszustand eine schwächere Lorentz-Kraft und bewegt sich auf einem größeren Radius fort. Dadurch werden diese Ionen nicht mehr länger auf der geschlossenen Bahn im CRYRING gehalten, sondern treffen nach dem Ablenkmagneten auf einem Ionen-Detektor auf, der in Abbildung 5.11 in rosa dargestellt ist. Je nach genauem Rekombinationsort innerhalb der Überlagerungsstrecke des Elektronenkühlers fliegen die Ionen etwa 5,5 m bis 6,5 m zum Ionen-Detektor. Zur Detektion wurde ein CEM<sup>34</sup> verwendet [Pfä22], dessen Signal zunächst von einem CFD-Modul verarbeitet wurde und dann mit den ADCs beider MMCs ausgelesen wurde. Die so erhaltenen Signale besitzen eine sehr geringe Signalanstiegszeit in der Größenordnung der ADC-Zeitschritte von etwa 128 ns, daher können deren Zeitstempel benutzt werden, um die Zeitpunkte einer erfolgten Rekombination präziese zu bestimmen.

### 5.4.3 Kalibrationsquellen

Um eine periodische Kalibration der Pulshöhen über den gesamten Zeitraum der Messung zu ermöglichen, waren die radioaktiven Kalibrationsquellen auf einem beweglichen Schieber in einer Halterung an den Röntgenfenstern des CRYRINGs angebracht. Hergestellt wurden diese Halterungen am Helmholz-Institut Jena und sind in [Pfä22] genauer beschrieben. Anhand von Abbildung 5.12 lässt sich der innere Aufbau der Halterung nachvollziehen. Mit dem verwendeten Schieber<sup>35</sup> können die vier Positionen der Rahmen ferngesteuert mit einem Schrittmotor vor die Öffnung des Gehäuses gefahren werden. An drei der Positionen wurden eine oder mehrere Kalibrationsquellen angebracht und eine Position wurde zur Messung der Uran-Photonen frei gelassen. Nach Einschuss von Uran-Ionen in den CRYRING wurde der Schieber für 25 s auf die leere Position eingestellt und anschließend für den Rest des Einschuss-Zyklus die Quellen vor den Detektor bewegt. Wenn der Schieber auf die leere Position eingestellt ist, befinden sich die Quellen innerhalb des Gehäuses der Halterung, die zur Abschirmung der Strahlung mit Plastik, Kupfer und Blei verkleidet ist. Das Si-

<sup>&</sup>lt;sup>34</sup>Abkürzung des englischen Begriffs "Channel Electron Multiplier"

 $<sup>^{35}\</sup>mathrm{Vom}$  Typ "ELL9 - SM1-Threaded, Four-Position Slider", Thorlabs GmbH, Münchner Weg 1, 85232 Bergkirchen, Deutschland.



**Abbildung 5.12:** CAD Zeichnung der Halterung der Kalibrationsquellen [Pfä22].

gnal, das bei jedem neuen Uran-Einschuss generiert und zur Synchronisation des Schiebers verwendet wurde, ist auch auf einem Kanal der ADCs digitalisiert worden, um später über den Zeitstempel die Kalibrationsdaten von der Uran-Messung trennen zu können.

An beiden Detektoren wurden die Isotope <sup>57</sup>Co, <sup>153</sup>Gd und <sup>241</sup>Am als Kalibrationsquellen verwendet. Durch die Rot- bzw. Blauverschiebung unterscheiden sich die interessanten Energiebereiche für beide Detektoren, weshalb am 180°-Detektor zusätzlich eine <sup>109</sup>Cd-Quelle benutzt wurde. Eine Kalibrationsquelle mit <sup>169</sup>Yb befand sich an den ersten Tagen der Messung ebenfalls am 180°-Detektor wurde danach aber für die meiste Messzeit am 0°-Detektor angebracht. In der nachfolgenden Tabelle 5.1 sind die Literatur-Energien der interessanten Übergänge der Isotope aufgelistet.

Isotop	Übergang	$E_{\rm Lit}  [{\rm eV}]$	$P_{\gamma}$ [%]
<sup>57</sup> Co	$\gamma_{1-0}$	$14412{,}95\pm0{,}31$	$9,\!15\pm0,\!17$
	$\gamma_{2-1}$	$122060,\!65\pm0,\!12$	$85{,}51\pm0{,}06$
	$\gamma_{2-0}$	$136473{,}56\pm0{,}29$	$10{,}71\pm0{,}15$
$^{109}\mathrm{Cd}$	$\gamma_{1-0}$	$88033{,}60\pm1{,}10$	$3{,}63 \pm 0{,}02$
$^{153}\mathrm{Gd}$	$\gamma_{2-0}$	$97431{,}03\pm0{,}17$	$37{,}90\pm0{,}80$
	$\gamma_{3-0}$	$103180,\!16\pm0,\!13$	$57{,}40\pm0{,}60$
<sup>169</sup> Yb	$\gamma_{8-4}$	$63120{,}44\pm0{,}04$	$44,\!05\pm0,\!24$
	$\gamma_{11-8}$	$93614{,}47\pm0{,}08$	$2{,}57 \pm 0{,}02$
	$\gamma_{2-1}$	$109779{,}24\pm0{,}04$	$17{,}36\pm0{,}09$
	$\gamma_{3-1}$	$130522{,}93\pm0{,}06$	$11,\!38\pm0,\!05$
<sup>241</sup> Am	$\gamma_{2-1}$	$26344{,}60\pm0{,}20$	$2,\!40\pm0,\!03$
	$\gamma_{1-0}$	$33196{,}30\pm0{,}30$	$0,\!12\pm0,\!01$
	$\gamma_{2-0}$	$59540{,}90\pm0{,}10$	$35,\!78\pm0,\!09$

**Tabelle 5.1:** Literaturenergien der  $\gamma$ -Übergänge der verwendeten Kalibrationsquellen. Die Werte für <sup>57</sup>Co, <sup>109</sup>Cd, <sup>169</sup>Yb und <sup>241</sup>Am stammen aus [Hel07], die Werte für <sup>153</sup>Gd stammen aus [Bé04]

# 6. Experimentelle Ergebnisse

Zur Spektroskopie von Elektronen-Schalenübergängen in heliumartigen  $U^{90+}$  am Elektronenkühler des CRYRINGs, kamen, wie in Unterkapitel 5.4 beschrieben, zwei Detektorsysteme zum Einsatz, die unter einem Inzidenzwinkel von 0° bzw. 180° zur Richtung des Uran-Strahls positioniert waren (im Folgenden 0°-Detektor bzw. 180°-Detektor genannt). Vor dem eigentlichen Experiment wurde mit den beiden dabei verwendeten maXs100-Detektor-Chips jeweils Charakterisierungsmessungen durchgeführt. Die Ergebnisse der Charakterisierungsmessung für den 0°-Detektor und die ersten vorläufigen Ergebnisse dessen Messung am CRYRING wurden ausführlich in [Fri21] erläutert. In den folgenden Unterkapiteln wird daher der Schwerpunkt auf die entsprechenden Ergebnisse des 180°-Detektors und die dafür angewandten Methoden zur Auswertung gelegt. Die final ausgewerteten Ergebnisse des 0°-Detektors werden im Anschluss vorgestellt und zuletzt beide Ergebnisse gemeinsam im Hinblick auf atomphysikalische Aspekte betrachtet.

# 6.1 Charakterisierungsmessung

Zur Charakterisierung wurde der 180°-Detektor vor dem eigentlichen Experiment in einem Labor auf dem GSI-Gelände in Betrieb genommen und das Spektrum einer <sup>241</sup>Am-Quelle gemessen. Diese Messung fand im später eingesetzten Kryostat, mit dem Aufbau wie in Abschnitt 5.2.2 beschrieben, statt. Das Gestell, auf dem der Kryostat aufgebaut war, ist verglichen mit dem später am CRYRING eingesetzten, jedoch niedriger und damit vermutlich weniger vibrationsanfällig gewesen. Es wurde abwechselnd nur mit der Hälfte der Pixel gemessen, da ein ADC noch für andere Test-Messungen zum Aufbau eines Ersatz-Detektor-Systems im Einsatz war.

### 6.1.1 Reduzierung von Störsignalen

Bei der Inbetriebnahme des Detektorsystems sind zeitweise Störsignale in Form von scharfen Nadeln aufgetreten, die erst auf dem GSI-Gelände von der Auslesekette aufgenommen wurden. Leider konnte der genaue Ursprung der Störsignale nicht abschließend geklärt und damit nicht behoben werden, weshalb sie bei der Charakterisierungsmessung und auch während des Experiments abhängig vom Kanal und zeitabhängig in unterschiedlicher Stärke vorhanden waren. In Abbildung 6.1 ist in blau ein Detektorsignal des 180°-Detektors mit den eben erwähnten zeitweise auftretenden Störsignalen zu sehen. Diese Störsignale können die Analyse-Ergebnisse wie



**Abbildung 6.1:** Detektorsignal des 180°-Detektors mit nadelförmigem Störsignal ohne (blau) und mit angewendetem Medianfilter (rot).

zum Beispiel Signalamplitude oder Pulsform der Detektorsignale verfälschen. Aufgrund des nadelförmigen Verlaufs kann jedoch die Anwendung eines Medianfilters auf die gesamte Signalspur, die Höhe der Störsignale reduzieren. Dabei wurde jeder Spannungswert des Signals durch den Median aus den neun umliegenden Werten<sup>1</sup> ersetzt. Nach dem Filter erhält man das in rot überlagerte Signal, bei dem zwar das Rauschen etwas geglättet ist, der eigentliche Signalverlauf aber im Wesentlichen unverändert bleibt. Der Medianfilter wurde so auf alle Signale angewendet, bevor jede weitere Auswertung, wie die Bestimmung der Signalamplitude, vorgenommen wurde.

### 6.1.2 Energieauflösung

Bei der Charakterisierungsmessung wurden allen gemessenen Signalen eine Temperatur-Information aus einem nicht-gradiometrischen Kanal zugeordnet, wie in Abschnitt 5.3.1 beschrieben. Eine Auftragung der Signalamplituden, die mit dem in Abschnitt 5.3.2 beschriebenen TemplateFit-Algorithmus bestimmt wurden, gegen die zugehörigen Temperatur-Informationen, im Energiebereich der <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$  Linie ist in Abbildung 6.2 links in blau gezeigt. Es lässt sich eine Abhängigkeit erkennen, die sehr gut durch eine Gerade beschrieben werden kann, hier in rot dargestellt. Über die Steigung dieser Geraden kann die Temperaturabhängigkeit der Amplituden über den gesamten Energiebereich korrigiert werden. In Abbildung 6.2 rechts sind die selben Amplituden nach der Korrektur gezeigt. Nach der Temperaturkorrektur lässt sich anhand der charakteristischen Energien der <sup>241</sup>Am-Linien den Amplituden eine Energie zuweisen.

 $<sup>^1 \</sup>mathrm{Inklusive}$  des Werts selbst.



Abbildung 6.2: Auftragung der MMC-Amplituden gegen die Temperatur-Information in einem repräsentativen Pixels des 180°-Detektors (blau) mit Linearer Anpassung (rot). Links: Vor der Korrektur der Temperaturabhängigkeit, rechts: Nach der Korrektur.

Zur Veranschaulichung der erreichbaren Energieauflösung des 180°-Detektors ist hier beispielhaft das Ergebnis einer Messung mit der Hälfte dessen funktionsfähiger Pixel in Abbildung 6.3 dargestellt. Links zeigt das Spektrum nach Kalibration und Aufsummieren der Pixel im Energiebereich um 59,54 keV mit einer Halbwertsbreite der <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$  Linie von  $\Delta E_{\rm FWHM} = 47,7$  eV. Wird ebenso auf ungetriggerte Ruhesignale der gleiche Algorithmus zur Amplitudenbestimmung angewendet, erhält man Rauschamplituden, deren Verteilung rechts zu sehen ist. Über diese Rauschamplitu-



**Abbildung 6.3:** Daten einer <sup>241</sup>Am-Messung nach Aufsummieren von 13 Pixeln des 180°-Detektors. Links: Energieauflösung bei 60 keV, rechts: Intrinsische Energieauflösung.

den lässt sich die intrinsische Energieauflösung des Detektors ablesen, die in dieser Messung mit  $\Delta E_{\rm FWHM,intr.} = 44,8 \, \rm eV$  wie erwartet nur geringfügig kleiner war. Daraus lässt sich schließen, dass die Temperatur-Korrektur auf diesem Niveau ausreichend gut funktioniert.

### 6.2 Messung am CRYRING

Die Dauer der gesamten Strahlzeit betrug 14 Tage, von denen etwa 8 Tage für die Untersuchung von heliumartigen U<sup>90+</sup>-Ionen zur Verfügung standen. In Abbildung 6.4 ist links die Anzahl der gespeicherten Uran-Ionen im CRYRING ab Beginn der eigentlichen Messung gezeigt. Man erkennt vor allem in den ersten Tagen der Messung immer wieder Einbrüche der Ionenanzahl durch Probleme in der Strahlbereitstellung. Erst am letzten Tag gelang es eine durchgehend hohe Intensität von knapp  $2 \cdot 10^6$  Ionen pro Einschuss zu erreichen.



Abbildung 6.4: Anzahl der gespeicherten Uran-Ionen im CRYRING. Links: Im gesamten zeitlichen Verlauf der Messung, rechts: Ein einzelner Einschusszyklus gegen Ende der Messzeit.

Das vergrößerte Zeitfenster rechts in Abbildung 6.4 zeigt die Abnahme der Anzahl der Ionen innerhalb eines Zyklus nach einem beispielhaften Einschuss der Uran-Ionen gegen Ende der Messzeit. Man erkennt, dass nach etwa 25 s die Ionen-Anzahl auf etwa 8% des Maximums abgefallen ist. Ab diesem Zeitpunkt finden entsprechend selten Rekombinationen mit Aussendung von Photonen statt, weshalb diese Zeiträume für Kalibrationsmessungen genutzt wurden.

Anhand der mit 40 Pixeln des 180°-Detektors aufgenommenen Daten werden die verwendeten Methoden zur Analyse der Signale, sowie Verfahren zur Reduktion des

Untergrundes, die sich auch den Einschuss-Zyklus zunutze machen, in den folgenden Abschnitten dieses Unterkapitels besprochen.

#### 6.2.1 Temperaturkorrektur

Während bei der Charakterisierungsmessung nur ein nicht-gradiometrisches Pixel-Paar bei jedem Ereignis mit ausgelesen wurde, um eine Temperaturinformation des Detektorchips zu erhalten, wurden bei der Messung am CRYRING alle vier nichtgradiometrischen Kanäle mit ausgelesen. Insgesamt standen damit vier temperaturabhängige Spannungsniveaus  $T_1(T)$  bis  $T_4(T)$  als Informationen über die Temperatur des Detektors zur Verfügung. In Abbildung 6.5 ist beispielhaft für einige Stunden



**Abbildung 6.5:** Zeitlicher Verlauf der gemittelten Ruhesignale der vier nichtgradiometrischen Pixel-Paare des 180°-Detektors. Die hellen Datenpunkte zeigen alle Werte, die dunkel überlagerten Datenpunkte nur die Werte, bei denen eine Totzeit von 120 ms berücksichtigt ist.

Messzeit gegen Ende der Strahlzeit und um 0,5 V zueinander verschoben der zeitliche Verlauf der Temperatur-Informationen des 180°-Detektors dargestellt. Die hell dargestellten Datenpunkte zeigen für alle Temperatur-Kanäle ähnliche Verläufe, aber weisen auch viele Ausreißer auf. Das Spannungsniveau eines Ruhesignals kann natürlich nur dann als Information über die Detektor-Chip-Temperatur verstanden werden, wenn unmittelbar vor der Messung der Signale kein Energieeintrag in einem der beiden Pixel dieses Kanals stattgefunden hat. Um den Zeitraum bis zur vollständigen Thermalisierung der Pixel abzuschätzen, ist nicht die Abklingzeit der Pulse  $\tau_d$  ausschlaggebend. Diese Abklingzeit beschreibt nur den Zeitraum bis beide Pixel

eines Kanals untereinander im thermischen Gleichgewicht sind, was bei den verwendeten Goldstrukturen mit elektronischem Wärmetransport in der Größenordnung von wenigen Millisekunden stattfindet. Eine weitaus langsamere Thermalisierung findet zwischen den beiden Pixeln und dem Wärmebad in Form des Substrats mit der Abklingzeit  $\tau_{\rm th}$  statt, da bei der Kopplung ans Silizium der wesentlich langsamere Wärmetransport durch die Phononen dominiert [Hen17]. In Abbildung 6.6 sind von einem temperatursensitiven Kanal des 180°-Detektors, jeweils die Muster-Pulse des positiven (in blau) und negativen Pixels (in pink) für eine Charakterisierungsmessung mit einer <sup>241</sup>Am-Quelle, gezeigt. Der Bereich des Signalabfalls wurde mit zwei addierten Exponentialfunktionen angepasst. Es ist zu erkennen, dass beide Pulse



**Abbildung 6.6:** Verlauf eines positiven (blau) und negativen Musterpulses (pink) eines temperatursensitiven Kanals des 180°-Detektors bei der Charakterisierungsmessung einer <sup>241</sup>Am-Quelle.

zunächst mit etwa  $\tau_{\rm d} = 2.6 \,\mathrm{ms}$  auf ein gemeinsames Spannungs- bzw. Temperaturniveau abfallen und sich dann mit der zweiten wesentlich langsameren Abfallszeit in der Größenordnung von grob  $\tau_{\rm th} = 30 \,\mathrm{ms}$  wieder an das Ausgangsniveau annähern. Für möglichst unverfälschte Temperatur-Informationen wurde deshalb eine sinnvolle Totzeit von  $4\tau_{\rm th} = 120 \,\mathrm{ms}$  angenommen. Die dunkler überlagerten Datenpunkte in Abbildung 6.5 zeigen nur die Temperatur-Informationen, bei denen innerhalb dieser Totzeit vor der Messung keine Teilchen in den Absorbern der temperatursensitiven Kanäle absorbiert wurden. Durch die Berücksichtigung der Totzeit ergibt sich eine deutliche Reduzierung der Ausreißer.

Die Temperatur-Kanäle haben jeweils eine eigene Sensitivität auf Temperaturänderungen, da es fabrikationsbedingt zu kleinen Abweichungen der Asymmetrie kommt und auch der Gesamtverstärkungsfaktor der Auslesekette für jeden Kanal leicht variiert. Außerdem lassen sich zusätzliche Ausreißer erkennen, die beispielsweise durch einkoppelnde Störsignale entstehen können und daher eine verfälschte Temperaturangabe darstellen. Durch eine gemeinsame Betrachtung aller Temperaturinformationen lässt sich eine bessere Abschätzung der realen Detektor-Temperatur erreichen. Hierfür werden alle zeitgleich aufgenommenen Temperatur-Informationen als Kom-



Abbildung 6.7: Links: Vier-dimensionale  $\vec{T_i}$ -Tupel der in Abbildung 6.5 gezeigten Daten des 180°-Detektors mit  $T_{i,1}$  farblich kodiert und der Ausgleichsgeraden in rot. Rechts: Schematische Darstellung einiger Tupel mit zugehörigen Lotgeraden und Lotfußpunkten an der Ausgleichsgeraden.

ponenten eines vier-dimensionalen Tupels  $\vec{T}_i$  zusammengefasst. In Abbildung 6.7 sind links diese Tupel für den oben gezeigten Datensatz dargestellt, wobei  $T_1$  farbkodiert wurde um eine drei-dimensionale Darstellung zu ermöglichen. Der im Folgenden beschriebene Algorithmus wird jedoch im vier-dimensionalen Raum durchgeführt. Aus der vier-dimensionalen Punktwolke lässt sich wie erwartet ein linearer Zusammenhang der Temperatur-Informationen erkennen, der durch eine Gerade

$$\vec{T}_{a} = \vec{O} + T_{\rm D} \, \vec{S} \tag{6.1}$$

beschrieben werden kann. Der Usprung  $\vec{O}$  der Geraden setzt sich dabei aus den Signal-Offsets der Temperatur-Kanäle zusammen und die Steigung  $\vec{S}$  entspricht deren unterschiedlichen Sensitivitäten auf Änderungen der Detektor-Temperatur. Die numerische Anpassung einer solchen Geraden ist in der Abbildung in rot dargestellt.

Wie in Abbildung 6.7 rechts dargestellt, lässt sich für jedes Tupel  $\vec{T_i}$  eine Lotgerade finden, die vom Tupel ausgehend die Ausgleichsgerade senkrecht schneidet. Der Schnittpunkt der Ausgleichsgeraden mit dieser Lotgeraden ist der Lotfußpunkt, also der Punkt der Ausgleichsgeraden, an dem die Distanz zum Tupel minimal ist. Diese Position auf der Ausgleichsgeraden, parametrisiert durch den Vorfaktor  $T_D$  in Gleichung 6.1, entspricht einer über alle vier Kanäle gemittelten Detektor-Temperatur. Je weiter Punkte  $\vec{T_i}$  von der Ausgleichsgeraden entfernt liegen, desto wahrscheinlicher ist die Verfläschung mindestens eines Eintrags des Tupels durch ein Störsignal. Durch die Einführung einer Maximal-Distanz zwischen Tupel  $\vec{T_i}$  und Lotfußpunkt können diese verfälschten Informationen aussortiert werden, beispielhaft als roter Bereich eingezeichnet. Ein Histogramm aller Distanzen der Tupel  $\vec{T_i}$  zur Ausgleichsgeraden ist in



Abbildung 6.8: Histogramm der Distanzen der Temperatur-Tupel zur Ausgleichsgeraden am Beispiel eines Messtages des 180°-Detektors. Das Histogramm der Tupel, deren Distanz über dem Schwellwert liegen und als verfälscht gewertet werden, ist in rot dargestellt.

Abbildung 6.8 dargestellt. Bei den Tupeln deren Abstand  $|\vec{T}_i - \vec{T}_a|$  im blauen Bereich des Histogramms liegen, wird die Detektor-Temperatur über alle vier Komponenten berechnet. Das in rot überlagerte Histogramm zeigt alle Distanzen, die über dem gewählten Schwellwert liegen und bei denen mindestens eine fehlerhafte Komponente vermutet wird. Hierbei wurde der Schwellwert so gewählt, dass etwa ab der Mitte des starken Abfalls der Häufigkeit, keine vier dimensionalen Temperatur-Informationen mehr verwendet werden. Damit ist der Schwellwert bewusst konservativ gesetzt, um möglichst keine falschen Werte zu behalten. Dadurch entfällt für etwa die Hälfte der aufgenommenen Signale eine Zuweisung der gemittelten Detektor-Temperatur  $T_D$ .

Um eine möglichst hohe Statistik zu erhalten, sollten jedoch auch die so verworfenen Signale weiter betrachtet werden. Mit einer Reduktion der beschriebenen Betrachtung auf drei Dimensionen durch abwechselndes Ausblenden einer Komponente, kann die mutmaßlich fehlerhafte Komponente, die die große Distanz verursacht, in vielen Fällen identifiziert werden und basierend auf den drei unverfälschten Einträgen des Tupels  $\vec{T_i}$  auf analoge Weise eine Detektortemperatur  $T_{\rm D}$  bestimmt werden. Falls mehrere Komponenten betroffen sind, kann die Reduktion auf zwei Dimensionen erweitert werden. Wie vielen Signalen des vorher gezeigten Datensatzes eine Detektortemperatur  $T_{\rm D}$  gemittelt aus mindestens vier, drei oder zwei Komponenten zugeordnet werden kann ist Tabelle 6.1 zu entnehmen. Lässt man auch  $T_{\rm D}$  aus nur zwei gemittelten Komponenten zu, steigt der Anteil der Signale mit Temperatur-Information auf fast 90 % an. Im Vergleich zur Nutzung nur eines temperatursensi-

# Einträge von $\vec{T_i}$ für Mittelung	Signale mit $T_{\rm D}$	
4	46,8%	
$\geq 3$	80,8%	
$\geq 2$	88,9%	
T-Korrektur nach Abschnitt 6.1.2	92,2%	

**Tabelle 6.1:** Anteil der Signale des 180°-Detektors mit zugewiesener Detektor-Temperatur  $T_{\rm D}$ , erzeugt aus unterschiedlich vielen Komponenten der Tupel  $\vec{T}_i$  an einem Messtag.

tiven Kanals, bei der sich etwa 92,2 % der Signale dieser Messung eine Temperatur-Information zuordnen lassen, fallen also durch die Verwendung der gemittelten  $T_{\rm D}$  nur wenige Prozent der Signale weg.

Mit dieser neu bestimmten Detektortemperatur lässt sich nun eine Temperaturkorrektur der Amplituden durchführen, wie sie in Abschnitt 6.1.2 für den ein-dimensionalen Fall bespochen wurde und anhand der <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$  Linie bei etwa 122 keV linear skalieren. Die daraus resultierenden Energieauflösungen sind für zwei Kalibrationslinien bei 60 und 122 keV in Abbildung 6.9 für 36 Pixel des 180°-Detektors gegen die Energieauflösungen nach einer einfachen ein-dimensionalen Korrektur aufgetragen. Man



**Abbildung 6.9:** Vergleich der Energieauflösung 36 eingesetzter Pixel des 180°-Detektors bei etwa 60 keV (rot) und 122 keV (blau), nach Temperatur-Korrektur mit ein-dimensionaler bzw. vier-dimensionaler Temperatur-Information, anhand der Daten eines Messtages.

erkennt, dass der überwiegende Teil der Punkte unter der gestrichelt eingezeichneten Winkelhalbierenden liegt, also die Linienbreite bei der vier-dimensionalen Korrektur um bis zu 10 eV geringer ist.

### 6.2.2 Energie-Kalibration

#### Linienform

Um eine Energiekalibration der Signalamplituden druchzuführen, muss für mehrere Linien bekannter Energie die gemessene Position der Spektrallinien möglichst genau bestimmt werden. Abbildung 6.10 zeigt das Histogramm anhand der <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$  Li-



**Abbildung 6.10:** Histogramm der <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$  Linie, jeweils für ein beispielhaftes Pixel des 180°-Detektors gemessen am CRYRING. Links: Ein Pixel bei dem nur wenige Störsignale aufgetreten sind, rechts: Ein Pixel bei dem mehr Störsignale aufgetreten sind.

nie linear skalierten Amplituden im Energiebereich dieser Spektrallinie, beispielhaft für zwei Pixel des 180°-Detektors, mit in rot überlagerter Anpassung einer Gauss-Verteilung. Die in Abschnitt 6.1.1 beschriebenen Störsignale wurden durch den Medianfilter stark reduziert und die Streuung der resultierenden Amplituden zeigt in den meisten Pixeln kaum Abweichungen von einer Gauss-Verteilung (links). Dennoch sind bei sehr stark auftretenden Störsignalen (rechts) je nach Polarität des Pixels, zu hohen oder niedrigeren Energien (hier zu hohen Energien) leichte Abweichungen von der angenommenen Gauss-Verteilung zu erkennen. Um die zusätzliche Unsicherheit durch dieses Artefakt der Amplituden-Bestimmung zu quantifizieren wurde der Energie-Bereich für die numerische Anpassung variiert und die Standardabweichung der resultierenden Mittelpunkte als zusätzlicher systematischer Fehler angenommen. Im Extremfall dreier Kanäle beträgt dieser systematische Fehler bis zu  $2\sigma_{stat}$ , in den meisten Fällen ist er jedoch kleiner als  $\sigma_{stat}/2$  und damit kaum bemerkbar.

### **Trigger-Signatur**

Des weiteren wurde bei der Messung am CRYRING festgestellt, dass die Signalamplituden von Ruhesignalen nicht um den Nullpunkt der Energie streuen wie in Abbildung 6.11 links für einen beispielhaften Messtag und Pixel gezeigt. Diese Ruhesignale werden aufgenommen indem per Software-Befehl ein Trigger-Ereignis ausgelöst wird. Eine genauere Untersuchung der Ruhesignale zeigt eine Signatur, die kurz nach dem Auslösen des Trigger-Mechanismus auf die Signale aufgeprägt wurde. Die Amplitude



Abbildung 6.11: Links: Histogramm der aus Ruhesignalen bestimmten Amplituden eines beispielhaften AC-gekoppelten Pixels des 180°-Detektors an einem Messtag am CRYRING. Rechts: Gemittelter Signalverlauf der selben Ruhesignale (blau) und gemittelter Signalverlauf der Ruhesignale eines DC-gekoppelten Pixels (pink).

dieser Signatur ist sehr gering und geht beim Betrachten eines einzelnen Signals im Rauschen unter, aber nach Mittelung von etwa 11000 Ruhesignalen ergibt sich der Verlauf in Abbildung 6.11 rechts. Der Zusammenhang mit dem Trigger-Mechanismus legt einen Ursprung in den ADCs nahe, da die Signatur aber nicht immer beobachtet wird, wie beispielsweise in der Charakterisierungsmessung gezeigt, ist die Ursache noch nicht abschließend geklärt. Es konnte aber quantifiziert werden, dass der Verlauf der Signatur nach etwa 50 µs langen, initialen Sprüngen ein nahezu konstantes um wenige 0,1 mV reduziertes Spannunsniveau annimmt. Der scheinbare Signalabfall, der im blauen Signalverlauf zu sehen ist, wird durch die AC-Kopplung verursacht. Wird ein Musterpuls mit etwa 700 mV Amplitude bei 122 keV an einen 0,2 mV hohen Puls angepasst ergibt sich eine Energie in der Größenordnung von etwa 30 eV, was die verschobene Verteilungsmitte der Ruhesignal-Amplituden um etwa 26 eV erklären kann. Da diese Signatur auch den getriggerten Photon-Signalen überlagert ist, muss diese systematische Verschiebung aller Energien für eine adäquate Energie-Kalibration berücksichtigt werden.

### Kalibration

Um eine möglichst gute Kalibration der MMCs zu erreichen darf die Temperaturabhängigkeit der Wärmekapazität  $C_{\text{tot}}$ , sowie der Änderung der Magnetisierung  $\frac{\partial M}{\partial T}$ nicht vernachlässigt werden. Wie beispielsweise in [Kem18] gezeigt, reicht oft eine Korrektur mit einem Polynom zweiten oder bei größeren Energiebereichen dritten Grades aus, um diese Nicht-Linearität zu korrigieren. Durch die beobachtete Verschiebung der Nullpunktsenergie muss in dieser Messung an das Korrektur-Polynom auch eine Konstante angehängt werden.

Diese Energie-Kalibration muss aufgrund der verschiedenen Sensitivitäten auf Energieeinträge für alle Pixel einzeln durchgeführt werden, weshalb nur Kalibrationslinien mit ausreichender Statistik benutzt wurden. Grundsätzlich für die Kalibration geeignet waren so die Gamma-Linien <sup>57</sup>Co  $\gamma_{1-0}$  (14,4 keV), <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-1}$  (26,3 keV), <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$  (59,5 keV), <sup>109</sup>Cd  $\gamma_{1-0}$  (88 keV), <sup>153</sup>Gd  $\gamma_{2-0}$  (97,4 keV), <sup>153</sup>Gd  $\gamma_{3-0}$  (103,2 keV), <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$  (122,1 keV) und <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$  (136,5 keV). Zusätzlich wurde aus Mangel an Gamma-Linien unter 60 keV auch die <sup>237</sup>Np L $\beta_1$ -Röntgenlinie (17746,9 ± 1,6) eV<sup>2</sup> benutzt, um zumindest eine grobe Abschätzung der Qualität der Korrektur auch in diesem Energiebereich zu ermöglichen.

Wie schon in verschiedenen Arbeiten gezeigt [Fri19, Gei20, Eis23] kann es durch die verwendeten ADCs eine von Kanal zu Kanal unterschiedliche Nicht-Linearität bei der Digitalisierung geben, die wie in [Fri19] gezeigt je nach Größe des betrachteten Spannungsbereichs bis zu 16 LSB<sup>3</sup> betragen kann. Eine genauere Untersuchung der Auswirkung dieser ADC-Nicht-Linearität auf die Energiekalibration unter Verwendung eines kubischen Korrektur-Polynoms hat gezeigt, dass sich bei Amplituden der Größenordnung 0,5 V eine Abweichung um etwa 0,5 LSB ergibt und bei sehr kleinen Amplituden der Größenordnung 0,1 V sogar Abweichungen von bis zu 1,5 LSB [Gei20]. Um den Einfluss der komplexeren Form dieser Nicht-Linearität auf die Energie-Kalibration der MMCs möglichst gering zu halten kann eine Einschränkung des verwendeten Spannungsbereichs hilfreich sein. Deshalb wurde der gesamte Energiebereich in einen niederenergetischen Bereich bis 60 keV und einen hochenergetischen Bereich ab 60 keV unterteilt und die Kalibration für diese kleineren Bereiche seperat durchgeführt.

In Abbildung 6.12 sind links die Signalamplituden der Kalibrationslinien gegen ihre entsprechenden Literatur-Energien für ein beispielhaftes Pixel dargestellt. Die An-

 $<sup>^{2}</sup>$ [Des03]

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>Least Significant Bit



Abbildung 6.12: Polynomanpassung über den Energiebereich bis 140 keV für ein beispielhaftes Pixel des 180°-Detektors. Links: Amplituden gegen die Literatur-Energien der Kalibrationslinien; rechts: Die Abweichung vom linearen Anteil des Polynoms gegen die Literatur-Energien.

passung eines Polynoms dritter Ordnung an die hochenergetischen Kalibrationslinien <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$ , <sup>109</sup>Cd  $\gamma_{1-0}$ , <sup>153</sup>Gd  $\gamma_{2-0}$ , <sup>153</sup>Gd  $\gamma_{3-0}$  und <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$ , mit einem aus den Ruhesignal-Amplituden bestimmten Offset ist als durchgezogene Linie mit eingezeichnet und der lineare Anteil dieses Polynoms in rot gestrichelt überlagert. Man sieht im Grundlegenden einen sehr linearen Verlauf. Auf der rechten Seite wurde der lineare Anteil des Polynoms abgezogen, um nur die Abweichung zur idealen Linearität zu betrachten. Es lässt sich erkennen, dass die Linien <sup>57</sup>Co  $\gamma_{1-0}$ , <sup>237</sup>Np L $\beta_1$  und <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-1}$ , welche nicht in die Anpassung des Polynoms eingeflossen sind, stark abweichen. Da die hochenergetischen Linien gut durch den Verlauf des Polynoms beschrieben werden scheint die Wahl der Energiebereiche sinnvoll zu sein.

In einem direkten Vergleich hat eine polynomiale Anpassung dritter Ordnung mit freier Verschiebung im hochenergetischen Bereich eine noch bessere Übereinstimmung mit den Literatur-Energien gezeigt. Deshalb wurde für den Energiebereich über 60 keV in allen Pixeln diese Korrektur verwendet, um eine möglichst gute Kalibration im Bereich der K<sub> $\alpha$ </sub> Linien von U<sup>90+</sup> zu erhalten. Für den niederenergetischen Bereich standen nur die drei Gamma-Linien <sup>57</sup>Co  $\gamma_{1-0}$ , <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-1}$  und <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$ zur Verfügung, deshalb wurde für diesen Energiebereich nur eine quadratische Korrektur mit freier Verschiebung verwendet.

Die resultierenden Residuen als Differenz der gemessenen Linienenergien und den Literaturenergien sind für alle Pixel in Abbildung 6.13 dargestellt, links für den niederenergetischen Bereich und rechts für den hochenergetischen Bereich. Man erkennt eine starke Streuung von bis zu 10 eV in den statistisch schwächeren <sup>153</sup>Gd-Linien um



**Abbildung 6.13:** Residuen der verwendeten Kalibrations-Linien aller zur Messung verwendeten Pixel des 180°-Detektors. Links: Bei der Kalibration im niederenergetischen Bereich unter 60 keV; rechts: Bei Kalibration im hochenergetischen Bereich über 60 keV.

100 keV herum und bei 16 keV sogar um bis zu 20 eV. Mit Pulshöhen bei 122 keV von bis zu 700 mV, entspricht bei einer 5 V zu 16-Bit-Spannungsumwandlung ein LSB etwa 13,3 eV. Damit beträgt die Streuung bei 100 keV umgerechnet etwa 0,5 LSB und die Streeung bei 16 keV entsprechend etwa 1,5 LSB. Die gute Übereinstimmung mit der Schwankungsbreite aus [Gei20] legt also einen Ursprung in der Nicht-Linearität der ADC-Kanäle nahe. Da die Streuung der Abweichungen um den Nullpunkt symmetrisch zu sein scheint, kann das Aufsummieren einer genügend hohen Anzahl an Pixeln bei einer gaussverteilten Streuung der ADC-Nicht-Linearität, die Abweichung in einem Summenspektrum in den sub-eV Bereich bringen.

Nach der separaten Korrektur können die Histogramme aller Pixel addiert werden um das Gesamt-Spektrum des 180°-Detektors zu erhalten, wie in Abbildung 6.14 gezeigt. Der rote Teil des Histogramms zeigt das Ergebnis mit der niederenergetischen Kalibration und der blau gefärbte Teil das Ergebnis der hochenergetischen Kalibration. Aufsummiert ist auch die Statistik in der <sup>169</sup>Yb  $\gamma_{2-1}$ -Linie genügend hoch um eine Bestimmung der Linienposition zu ermöglichen. In Tabelle 6.2 sind für diese Linien die Abweichungen von den Literaturwerten mit den entsprechenden Fehlern angegeben. Oberhalb der eingezeichneten Trennlinie, sind die Linien mit den Energien der niederenergetischen Kalibration bestimmt und alle Werte unterhalb der Trennlinie wurden mit der hochenergetischen Kalibration bestimmt.

Sowohl im niederenergetischen als auch im hochenergetischen Bereich zeigt sich im Allgemeinen eine gute Übereinstimmung innerhalb der beschriebenen Unsicherhei-



**Abbildung 6.14:** Energie-Spektrum des 180°-Detektors nach Aufsummieren der 40 verwendeten Pixel. Für die Energiekalibration unter 60 keV wurde ein quadratisches Korrektur-Polynom mit freier Verschiebung verwendet und für die Energiekalibration über 60 keV ein kubisches Korrektur-Polynom mit freier Verschiebung.

Kalibrationslinie	$E_{\text{Messung}}$ [eV]	Residuen $[eV]$	$\Delta E_{\rm FWHM} [{\rm eV}]$
$^{57}$ Co $\gamma_{1-0}$	$14412{,}89\pm0{,}16$	$0,\!06\pm0,\!35$	75,8
$^{237}$ Np L $\beta_1$	$17747,\!36\pm0,\!19$	$-0,\!46\pm1,\!61$	83,7
$^{241}\mathrm{Am} \gamma_{2-1}$	$26344{,}60\pm0{,}68$	$0{,}00\pm0{,}71$	75,2
$^{241}\text{Am} \gamma_{2-0}$	$59540{,}93\pm0{,}09$	$-0,\!03\pm0,\!13$	75,2
$^{241} {\rm Am} \ \gamma_{2-0}$	$59540{,}93\pm0{,}09$	$-0,03 \pm 0,13$	75,4
$^{109}\mathrm{Cd}\ \gamma_{1-0}$	$88033{,}64\pm0{,}12$	$-0,\!04\pm1,\!11$	78,3
$^{153}\mathrm{Gd}\ \gamma_{2-0}$	$97430{,}87\pm0{,}58$	$0{,}16\pm0{,}60$	77,2
$^{153}\mathrm{Gd}\ \gamma_{3-0}$	$103180,\!36\pm0,\!42$	$-0,\!20\pm0,\!44$	76,9
$^{169}$ Yb $\gamma_{2-1}$	$109781,\!22\pm0,\!48$	$-1,\!98\pm0,\!48$	79,8
$^{57}$ Co $\gamma_{2-1}$	$122060,\!66\pm0,\!14$	$-0,\!01\pm0,\!18$	77,6

**Tabelle 6.2:** Residuen der statistisch stärksten Kalibrationslinien im Gesamt-Spektrum des 180°-Detektors. Über der Trennlinie wurden die Werte mit der niederenergetischen Kalibration bestimmt, unter der Trennlinie mit der hochenergetischen Kalibration.

ten. Die Residuen sind typischerweise kleiner als 1 eV. Insbesondere im Bereich der  $K_{\alpha}$ -Linien von U<sup>90+</sup> zwischen 82 keV und 88 keV zeigt die nächstgelegene Linie <sup>109</sup>Cd  $\gamma_{1-0}$  innerhalb des 1 $\sigma$  Bereichs eine sehr gute Übereinstimmung. Die einzige signifikante Abweichung zeigt sich bei der statistisch schwächsten Linie <sup>169</sup>Yb  $\gamma_{2-1}$ , deren

Abweichung knapp  $4\sigma$  beträgt, allerdings mit 109 keV auch weit vom interessanten Energiebereich entfernt liegt. Dies zeigt jedoch, dass für zukünftige Messungen die ADC-Nicht-Linearität bestimmt und korrigiert werden muss oder bessere ADCs eingesetzt werden sollten.

### 6.2.3 Untergrund-Reduktion

Insgesamt wurden vom 180°-Detektor bei der Messung über drei Millionen Signale aufgenommen, die verglichen mit den erwarteten wenigen Tausend detektierten Photonen aus den U<sup>90+</sup>-Übergängen einen sehr dominanten Untergrund darstellen. Hierbei handelt es sich einerseits um Photonen aus den verwendeten Kalibrationslinien, aber auch um ungewollte Photonen aus der Umgebung des Speicherrings. Zur Reduzierung des Untergrundes kamen zwei Methoden zum Einsatz, die in den nächsten beiden Abschnitten vorgestellt werden.

### Einschussfilter

Ein großer Anteil der Photonen besteht aus den während der Messung periodisch durchgeführten Kalibrationsmessungen. Wie in Unterkapitel 6.2 gezeigt, fand das Einschießen der Uran-Ionen periodisch statt und der Zeitraum am Ende jedes Zyklus wurde für Kalibrationsmessungen genutzt. Die Kalibrationsquellen waren wie in Abschnitt 5.4.3 vorgestellt auf einer beweglichen Halterung angebracht und befanden sich außerhalb der Kalibrations-Zeiträume innerhalb der Abschirmung, sodass in diesen Phasen eigentlich keine Ereignisse aus diesen Quellen zu erwarten sein sollten. Für jedes aufgenommene Signal des MMCs wurde die Zeitdifferenz zum naheliegendsten Einschuss-Signal des CRYRINGs berechnet, die eine Separation der Kalibrationsdaten ermöglicht.

Abbildung 6.15 zeigt das kalibrierte Energiespektrum aller 40 Pixel des 180°-Detektors während der gesamten Messung in grau. Das blaue Spektrum zeigt nur die Ereignisse aus den ersten 24 s nach einem U<sup>91+</sup>-Ionen-Einschuss in den CRYRING. Trotz der deutlichen Reduktion des Untergrundes auf nur noch etwa 4 % aller Ereignisse, lässt sich das Spektrum der Kalibrationsquellen noch eindeutig erkennen. Die Abschirmung der Kalibrationsquellen in der Halterung war anscheinend nicht ausreichend um die Quellen außerhalb der Kalibrationszeiträume angemessen abzuschirmen. Zusätzlich zu den Spektrallinien lässt sich auch ein breiter Untergrund erkennen, der möglicherweise durch Compton-Streuung der Photonen am Abschirmungsmaterial erzeugt wurde. Bei einem bis 90 keV durchgehend hohen Niveau des Untergrundes mit etwa 10-30 Ereignissen pro 50 eV ist eine präzise Untersuchung der Uran-Übergänge nicht sinnvoll, weshalb eine weitere Reduzierung des Untergrundes nötig ist.



Abbildung 6.15: Aufsummiertes Energiespektrum von 40 Pixeln des 180°-Detektors über die gesamte Messzeit am CRYRING. Alle Daten (grau), nach Anwendung des Einschussfilters (blau).

#### Koinzidenzfilter

Eine weitere Möglichkeit der Untergrundreduktion ist, alle Ereignisse zu entfernen, die nicht zeitgleich mit einer Rekombination von U<sup>91+</sup>-Ionen mit Elektronen aus dem Elektronenkühler aufgetreten sind. Wie in Abschnitt 5.4.2 besprochen, treffen die U<sup>90+</sup>-Ionen sehr kurz nach der Rekombination auf dem Ionendetektor auf, dessen Signal mit jedem MMC-Ereignis mit ausgelesen wurde. Da die Signale des Ionendetektors eine schnelle Anstiegszeit von etwa 0,1 µs haben, entspricht der Triggerzeitpunkt  $t_{\text{Ion}}$  sehr genau dem Zeitpunkt des Ereignisses. MMC-Signale die durch Photonen aus der Abregung der Uran-Ionen stammen müssten koinzident mit  $t_{\text{Ion}}$ auftreten. Beim Definieren einer möglichst kleinen Zeitspanne für den Koinzidenzfilter kann, durch die Signalanstiegszeiten des maXs100-Detektors von über 6 µs, die sich auch herstellungsbedingt von Pixel zu Pixel leicht unterscheiden, die Genauigkeit des Zeitstempels aus dem internen Trigger-Mechanismus des ADC der limitierende Faktor sein (siehe Abschnitt 5.3.1). Daher ist eine genauere Analyse der Detektorsignale im Anstiegsbereich sinnvoll um den Beginn jedes Pulses genauer zu bestimmen.

Um den Zeitpunkt des Pulsbeginns  $t_0$  zu ermitteln wurde in einem Zeitfenster von 192 µs um den Anstiegsbereich des Signals herum ein Signalverlauf der Form

$$U(t) = A \cdot \theta(t - t_0) \cdot \left(e^{-t/\tau_{\rm d}} - e^{-t/\tau_{\rm r}}\right) + C$$
(6.2)

an die Detektorsignale angepasst. Hier beschreibt  $\theta(t)$  die Heaviside-Funktion,  $\tau_{\rm r}$  die Signalanstiegszeit,  $\tau_{\rm d}$  die Signalabklingzeit, A den Skalierungsfaktor und C die



Abbildung 6.16: Typisches Signal des 180°-Detektors mit angewendetem Medianfilter (blau) im Anstiegsbereich, mit zugehöriger Anpassung nach Gl. 6.2 in rot. Der Zeitpunkt des Pulsbeginns  $t_0$  und die Position des Zeitstempels  $t_{0,ADC}$ , welcher durch den Trigger-Mechanismus des ADCs erzeugt wurde, sind mit eingezeichnet.

Verschiebung. Der Signalanstiegsbereich ist in Abbildung 6.16 rechts vergößert dargestellt und zeigt die gute Übereinstimmung der numerisch angepassten Funktion (rot) mit dem Detektorsignal in diesem Zeitfenster. Es lässt sich unschwer die große Abweichung zwischen  $t_0$  und dem in dieser Abbildung auf 0 gesetzten Zeitpunkt  $t_{0,ADC}$  des ADC Trigger-Mechanismus von über 5 µs erkennen. Mit dem so ermittelten Korrekturwert  $\Delta t_0$  können die Zeitstempel für jedes Ereignis einzeln berichtigt werden.

In Abbildung 6.17 sind links für ein exemplarisches Pixel die aus der Anpassung resultierenden Signalanstiegszeiten für verschiedene Energiebereiche dargestellt. Die Werte streuen auf %-Niveau um etwa 7,7 µs und zeigen dabei keine signifikante Energieabhängigkeit. Die künstliche thermische Engstelle zwischen Absorber und Sensor hat den Pulsanstieg wie erwartet stark abgebremst. Die Energieabhängigkeit der Breite der Streuung, die bei hohen Energien und damit besserem Signal-zu-Rauschen Verhältnis wesentlich geringer ausfällt, weist darauf hin, dass ein großer Anteil der Streuung auf die begrenzte Genauigkeit der Anpassung zurückzuführen ist.

Bildet man für jedes Pixel die Medianwerte der Signalanstiegszeiten und trägt diese gegen die Medianwerte der Korrekturzeiten  $\Delta t_0$  auf, erkennt man im Wesentlichen den aufgrund des CFD-Algorithmus im ADC erwarteten linearen Zusammenhang, wie in Abbildung 6.17 rechts gezeigt. Die in rot dargestellten Punkte gehören zu den temperatursensitiven Pixel-Paaren, die im Gegensatz zu den anderen Pixeln nicht AC-gekoppelt, sondern DC-gekoppelt ausgelesen wurden und daher auf einer separaten Geraden liegen. Die Ursache in diesem Versatz ist in einer reduzierten effektiven Signalabklingzeit für die AC-gekoppelten Pixelpaare zu finden, welche sich



Abbildung 6.17: Links: Histogramm der Signalanstiegszeiten  $\tau_{\rm r}$  für ein exemplarisches Pixel des 180°-Detektors. Rechts: Median-Werte der Signalanstiegszeiten  $\tau_{\rm r}$  und Korrekturwerte  $\Delta t_0$  aller verwendeten Pixel des 180°-Detektors. Die roten Pixel waren während der Messung DC-gekoppelt ausgelesen.

auf die Bestimmung des Trigger-Zeitpunkts  $t_{0,ADC}$  des ADCs auswirkt.

Für alle Detektorsignale lässt sich nun sowohl für die nicht-korrigierten, als auch für die korrigierten Zeitstempel die zeitliche Differenz zu den naheliegendsten Zeitpunkten  $\Delta t_{\rm Ion}$  der Ereignisse des Ionendetektors berechnen. Um die erwartete Häufung eindeutiger erkennen zu können, beschränken wir uns in Abbildung 6.18 auf die Photonen, die nach Anwendung des Einschussfilters übrig bleiben. Links ist das Histogramm der Zeitdifferenzen mit unkorrigiertem Pulsbeginn und Gaussanpassung in rot zu sehen. Schon hier lässt sich ein Koinzidenz-Peak erkennen, der eine Halbwertsbreite von etwa 670 ns aufweist und einen Mittelwert von etwa -4,8 μs besitzt. Der Versatz des Mittelwerts von 0 ist in erster Linie auf die eben beschriebene Verschiebung der Photonen-Signale relativ zum Triggerzeitpunkt zurückzuführen. Der Koinzidenz-Peak hebt sich hier nur sehr wenig vom Untergrund hervor. Betrachtet man den 3σ-Bereich der Verteilung beträgt das Verhältnis der Ereignisse zum Untergrund etwa 0,54:1.

Für das rechte Histogramm wurde der gleiche Algorithmus zur Bestimmung der Zeitdifferenzen auf die korrigierten Zeitstempel angewendet. Der Mittelpunkt der Verteilung des Koinzidenz-Peaks liegt bei etwa 750 ns und dessen Breite wurde mit ungefähr 310 ns auf weniger als die Hälfte reduziert. Hier beinhaltet die Abweichung des Mittelwertes von 0 die im Vergleich zu den Photonen längere Flugzeit der Ionen zum Ionen-Detektor zwischen 110 ns und 140 ns, den Signallaufzeitunterschied



Abbildung 6.18: Histogramm der Zeitdifferenzen zwischen den Ereignissen im Ionendetektor und der MMC-Signale. Links: Mit Trigger-Zeitpunkten  $t_{0,ADC}$  des ADCs; rechts: Mit korrigierten Zeitstempeln  $t_0$ . Das zusätzliche blaue Histogramm zeigt nur Ereignisse im Energiebereich der K<sub> $\alpha$ </sub>-Linien von heliumartigem Uran.

zwischen den MMC-Kabeln zum ADC und des längeren Ionen-Detektor-Kabels zum ADC von wenigen 100 ns, sowie eine nicht genauer bestimmte Verzögerung des Ionen-Detektor-Signals durch dessen CFD-Modul. Innerhalb des  $3\sigma$ -Bereichs beträgt hier das Verhältnis der Ereignisse zum Untergrund etwa 1,65:1. Verglichen mit der linken Verteilung, dreht sich das Verhältnis also beinahe um.

Beschränkt man den Energiebereich der betrachteten Photonen auf die hochenergetischen  $K_{\alpha}$ -Linien von heliumartigem Uran (blaues Histogramm), erkennt man eine weitere Reduzierung der Breite der Streuung auf nur noch etwa 240 ns. Die Energieabhängigkeit der Koinzidenzbreite von etwa 70 ns ist wahrscheinlich, wie schon bei der Signalanstiegszeit beobachtet, auf die begrenzte Genauigkeit der Anpassung zurückzuführen. Bei Digitalisierungsschritten des ADCs von 128 ns, die man mindestens als Unsicherheit für die Bestimmung des Zeitstempels des fast stufen-förmig ansteigenden Ionen-Detektor-Signals annehmen muss und als Abschätzung auch als Unsicherheit des MMC-Zeitstempels angenommen werden könnte, liegt die hochenergetische Breite schon nahe am erwartbaren Minimalwert von etwa 180 ns. Für die Zeitstempel wenig verrauschter MMC-Signale könnte auch eine Zeitauflösung erreicht werden, die geriger ist als die Weite der ADC-Digitalisierungsschritte.

Benutzt man ein Koinzidenz-Fenster von 350 ns bis 1,15 µs und wendet diesen Filter zusätzlich zum Einschussfilter auf die Daten der gesamten Messung an, bleiben über den gesamten Energiebereich nur noch etwas über 2100 Ereignisse übrig. Das resul-


Abbildung 6.19: Aufsummiertes Energiespektrum von 40 Pixeln des 180°-Detektors über die gesamte Messzeit am CRYRING: Alle Daten (grau); Nach Anwendung des Einschussfilters (blau) und nach Anwendung des Einschuss- und Koinzidenzfilters (rot).

tierende Energiespektrum ist in Abbildung 6.19 in rot dargestellt. Es lässt sich durch die Verwendung der Filter schon in diesem groben Spektrum eindeutig die Häufung der Ereignisse bei 83 keV und 87 keV, also der Energien der K<sub> $\alpha$ </sub>-Übergänge in heliumartigem U<sup>90+</sup> erkennen, sowie auch Photonen unter 30 keV aus Übergängen der Mund N-Schalen auf die L-Schale. Die Verwendung des Koinzidenzfilters scheint also den Untergrund auf ein ausreichend niedriges Niveau zu reduzieren und demonstriert so die erstmalige erfolgreiche Anwendung eines solchen Filters bei der Spektroskopie hochgeladener Uran-Ionen an einem Speicherring mit MMCs.

### 6.2.4 Detektor in Strahlrichtung

Der Aufbau des 0°-Detektors war verglichen mit dem 180°-Detektor bis auf die in Unterkapitel 5.2 vorgestellten Unterschiede des Seitenarms im Wesentlichen gleich. Dennoch gab es Unterschiede zwischen den Betriebseigenschaften der beiden Detektorsysteme. Zum einen waren beim 0°-Detektor mit insgesamt 54 funktionsfähigen Pixeln 14 Pixel mehr im Einsatz, jedoch waren davon nur drei statt vier Pixel-Paare nicht-gradiometrisch und damit zur T-Korrektur nutzbar. Zum anderen war die Energieauflösung des 0°-Detektors mit durchschnittlich etwa 63 eV bei Energien über 105 keV [Fri21] besser als die des 180°-Detektors. Der kürzere Seitenarm führte wahrscheinlich zu weniger Vibrationen verglichen mit dem Aufbau des 180°-Detektors und daher leicht geringeren Betriebstemperaturen, bzw. geringeren Schwankungen der Detektor-Temperatur, was ein Grund für die bessere Energieauflösung sein könnte.

Eine erste Analyse der Daten des 0°-Detektors erfolgte in [Fri21]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde eine verfeinerte Analyse mit den Methoden, die in dieser Arbeit beschrieben wurden, durchgeführt. Hierbei wurde auch bei der Kalibration der Daten des 0°-Detektors den Korrektur-Polynomen eine freie Konstante hinzugefügt und analog zur Kalibration des 180°-Detektors für den hochenergetischen Bereich über 60 keV ein Polynom dritter Ordnung und im niederenergetischen Bereich unter 60 keV ein Polynom zweiter Ordnung verwendet. Die statistisch stärksten Gamma-Linien sind beim 0°-Detektor im hochenergetischen Bereich die Linien <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$ , <sup>169</sup>Yb  $\gamma_{2-1}$ , <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$  und <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$ , die zur Kalibration verwendet wurden. Die Kalibration im niederenergetischen Bereich wurde mit den Linien <sup>57</sup>Co  $\gamma_{1-0}$ , <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-1}$  und <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$  durchgeführt. Mit dieser Kalibration ergeben sich im Gesamt-Spektrum des 0°-Detektors für die statistisch stärksten Linien die in Tabelle 6.3 aufgeführten Werte.

Kalibrationslinie	$E_{\text{Messung}}$ [eV]	Residuen $[eV]$	$\Delta E_{\rm FWHM} [{\rm eV}]$
$^{57}$ Co $\gamma_{1-0}$	$14413,\!17\pm0,\!07$	$-0,\!22\pm0,\!32$	55,0
$^{237}$ Np L $\beta_1$	$17745,\!25\pm0,\!16$	$1,\!65\pm1,\!61$	$65,\!4$
$^{241}\mathrm{Am}\ \gamma_{2-1}$	$26344{,}65\pm0{,}13$	$-0,05 \pm 0,24$	54,1
$^{241}$ Am $\gamma_{1-0}$	$33192,\!27\pm0,\!59$	$4{,}03\pm0{,}66$	60,0
$^{241}$ Am $\gamma_{2-0}$	$59540{,}96\pm0{,}05$	$-0,06\pm0,11$	57,0
$^{241} {\rm Am} \ \gamma_{2-0}$	$59540{,}96\pm0{,}05$	$-0,06 \pm 0,11$	57,0
$^{153}\mathrm{Gd}\ \gamma_{2-0}$	$97427,\!19\pm0,\!80$	$3,\!84\pm0,\!82$	76,2
$^{153}\mathrm{Gd}\ \gamma_{3-0}$	$103177,\!06\pm0,\!85$	$3,10\pm0,86$	66,3
$^{169}$ Yb $\gamma_{2-1}$	$109779,\!45\pm0,\!46$	$-0,21 \pm 0,46$	$62,\!8$
$^{57}$ Co $\gamma_{2-1}$	$122060,\!62\pm0,\!07$	$0,\!03\pm0,\!14$	$59,\!4$
$^{169}$ Yb $\gamma_{3-1}$	$130521,\!42\pm0,\!71$	$1{,}51\pm0{,}71$	69,0
$^{57}$ Co $\gamma_{2-0}$	$136473,\!66\pm0,\!27$	$-0,10 \pm 0,40$	66,4

**Tabelle 6.3:** Residuen der statistisch stärksten Kalibrationslinien im Gesamt-Spektrum des 0°-Detektors. Über der Trennlinie wurden die Werte mit der niederenergetischen Kalibration bestimmt, unter der Trennlinie mit der hochenergetischen Kalibration.

Da im hochenergetischen Bereich das verwendete Korrektur-Polynom dritter Ordnung bei vier verwendeten Linien ein voll bestimmtes System ist, ist ein Vergleich mit der Kalibration aus [Fri21] nur begrenzt möglich. Die statistisch stärkste Linie, die nicht zur Kalibration verwendet wurde ist <sup>169</sup>Yb  $\gamma_{3-1}$  und zeigt eine geringere Abweichung vom Literaturwert. Die Energieauflösung in den Kalibrationslinien hat sich im Durchschnitt kaum verändert.

Im Vergleich zu [Fri21] wurde auch bei den Daten des 0°-Detektors eine genauere



**Abbildung 6.20:** Aufsummiertes Energiespektrum von 54 Pixeln des 0°-Detektors über die gesamte Messzeit am CRYRING: Alle Daten (grau); Nach Anwendung des Einschussfilters (blau) und nach Anwendung des Einschuss- und Koinzidenzfilters (rot).

Analyse der Signal-Startpunkte durchgeführt. Hierbei wurde das Koinzidenz-Fenster für jedes Pixel seperat festgelegt. Die Breite des erreichten Fensters konnte hierdurch mit 800 ns auf etwa ein Drittel der in [Fri21] verwendeten Breite von 2,5 µs reduziert werden. In Abbildung 6.20 ist in grau ein Histogramm aller Ereignisse des 0°-Detektors gezeigt, überlagert von einem Histogramm in blau, bei dem der Einschuss-Filter angewendet wurde und schließlich in rot die kombinierte Anwendung des Einschuss-Filters mit dem verbesserten Koinzidenz-Filter. Ähnlich wie beim 180°-Detektor bleibt auch hier nach Anwendung der Filter nur ein kleiner Anteil aller Signale von etwa 0,32 % übrig, welche jedoch die Photonen aus den relevanten Übergängen des untersuchten heliumartigen U<sup>90+</sup> enthalten.

## 6.3 Spektroskopie von U<sup>90+</sup>

Die resultierenden Datensätze beider Detektoren enthalten nach Anwendung der Filter jeweils nur noch wenige tausend Ereignisse, über alle Spektral-Linien von U<sup>90+</sup> verteilt. Zur Analyse des Energiespektrums werden daher die Daten beider Detektoren gemeinsam betrachtet. Die MMC-Signalhöhen der Photonen wurden wie im letzten Unterkapitel beschrieben, bezüglich radioaktiver Quellen im Laborsystem kalibriert. Da die Photonen aus den Uran-Übergängen mit einer hohen Relativgeschwindigkeit zu den Detektoren von etwa 14 % der Lichtgeschwindigkeit ausgesendet wurden, ist eine relativistische Korrektur der Energien beider Datensätze nötig. Im nächsten Abschnitt dieses Unterkapitels wird die Transformation der Energien in das Emitter-System besprochen und die Energien im niederenergetischen Bereich mit Übergängen auf die L-Schale betrachtet. Der letzte Teil dieses Unterkapitels geht auf die K<sub> $\alpha$ 1</sub>- und K<sub> $\alpha$ 2</sub>-Übergänge von heliumartigem U<sup>90+</sup> ein.

#### 6.3.1 Relativistische Verschiebung und L-Serie

Einige Übergänge aus höheren Schalen auf die L-Schale von  $\mathrm{U}^{90+}\text{-}\mathrm{Ionen}$  befinden sich im Energiebereich zwischen 10 keV und 30 keV wie in Kapitel 2 besprochen. In Abbildung 6.21 sind in den oberen beiden Histogrammen die Energiespektren beider Detektoren gezeigt, wie sie im Laborsystem gemessen wurden. Wie in Abschnitt 5.4.2 hergeleitet sind die Energien, die der 180°-Detektor aufgenommen hat rotverschoben und müssen deshalb mit dem Faktor  $\gamma (1 + \beta)$  in das Ruhesystem des Ions umgerechnet werden. Analog dazu sind die Energien des 0°-Detektors blauverschoben und werden mit dem Faktor  $\gamma(1-\beta)$  korrigiert, wie in der Abbildung durch Pfeile angedeutet. Die gegensätzliche Richtung, in die die Energien durch die Korrektur verschoben werden ermöglicht es ohne Kenntnis der genauen Geschwindigkeit des Emitters die Spektrallinien beider Spektren übereinander zu schieben. Durch das Gleichsetzen der mit dem jeweiligen Korrekturfaktor multiplizierten Linienpositionen der sechs Übergänge mit höchster Intensität, lassen sich Werte für den  $\beta$ -Faktor berechnen. Durch die geringe Statistik in den Linien unterscheiden sich die Werte je nach verwendeter Linie leicht und ergeben im Durchschnitt einen Wert von  $\beta = 0,146.76 \pm 0,000.20$ , mit der Standardabweichung der Werte als Unsicherheit. Nach Formel 5.8 entspricht das einer Elektronen-Kühlerspannung von  $(5593 \pm 16)$  V. Die so bestimmte Spannung ist damit innerhalb der Unsicherheit in Übereinstimmung mit der effektiven Spannung des Elektronenkühlers von  $(5609, 4 \pm 2, 0)$  V [Pfä24]. Damit konnte demonstriert werden, dass diese Methode zur relativistischen Korrektur der Energien ausreichend gut funktioniert.

Korrigiert man mit diesem  $\beta$ -Durchschnittswert die Blau- und Rotverschiebung ergibt sich aus beiden Datensätzen das untere Histogramm in Abbildung 6.21. In violett bzw. grün überlagert sind theoretische Wahrscheinlichkeitsdichten, die erstellt wurden durch eine Faltung der Ergebnisse der Strahlungskaskaden-Simulation aus [Zhu23] mit einer gaußförmigen Detektorantwort mit  $\Delta E_{\rm FWHM} = 70 \,\text{eV}$  und zur gemeinsamen Darstellung auf die Höhe des Histogramms skaliert wurden. [Zhu23] gibt eine Übereinstimmung der verwendeten Energieniveaus mit Literaturwerten innerhalb von etwa 8 eV an. Im Rahmen dieser Genauigkeit lässt sich eine generelle Übereinstimmung der Linienpositionen erkennen und viele Übergänge aus den M- und N-Schalen auf die L-Schale identifizieren. Mit einer Anpassung, wie sie im nächsten Kapitel beschrieben ist, und den daraus resultierenden statistischen Unsicherheiten, ergeben sich für die benannten Übergänge die Werte in Tabelle 6.4. Die Bennenung



**Abbildung 6.21:** Gemessene Energiespektren der U<sup>90+</sup>-Ionen ( $E_{\rm kin} \approx 10,2 \,{\rm MeV/u}$ ) am CRYRING bei Energien zwischen 9 keV und 34 keV. Die beiden oberen Histogramme zeigen die einzelnen Datensätze des 0°-Detektors und 180°-Detektors im Laborbezugssystem. Das untere Histogramm zeigt die relativistisch korrigierten Datensätze gemeinsam im Emitter-Bezugssystem. Die theoretischen Wahrscheinlichkeitsdichten für U<sup>90+</sup>-Übergänge und Rekombinationsprozesse der Elektronen mit U<sup>91+</sup>-Ionen sind in violett bzw. grün überlagert und basieren auf den Simulationsergebnissen aus [Zhu23].

der Übergänge folgt der Notation  $(nx_j)_J$ , wobei innerhalb der Klammer der Zustand des angeregten Elektrons beschrieben ist mit der Hauptquantenzahl n, der Bezeichnung x des Bahndrehimpulses l und die Drehimpulszahl j = s + l. Der Index J steht für den Gesamtdrehimpuls beider Elektronen. Zur besseren Übersichtlichkeit wurde der Zustand des Elektrons im Grundzustand  $1s_{1/2}$  weggelassen.

Möglicher Übergang	$E_{\text{Messung}}$ [eV]	rel. Intensität [%]
$(3d_{5/2})_2 \to (3p_{3/2})_1$	$16284,9\pm2,9$	$33,2 \pm 2,3$
$(3d_{5/2})_2, (3d_{5/2})_3 \to (2p_{3/2})_2$	$16354,7\pm2,1$	$66,8\pm3,7$
$(3d_{5/2})_2 \to (2p_{1/2})_0$	$20294,8\pm 3,4$	$31,8 \pm 2,8$
$(3d_{3/2})_2 \to (2p_{1/2})_1$	$20398,5\pm 2,5$	$56,1\pm4,0$
$(3p_{3/2})_1 \to (2s_{1/2})_1$	$20530,6\pm5,4$	$12,1\pm1,6$
$(4d_{5/2})_3 \to (2p_{3/2})_2$	$21874,7\pm8,4$	-

**Tabelle 6.4:** Energien und relative Intensitäten der stärksten  $U^{90+}$ -Übergänge im Energiebereich zwischen 10 keV und 30 keV mit den entsprechenden statistischen Unsicherheiten.

Die systematischen Unsicherheiten durch die relativistische Korrektur und Energiekalibration sind nicht aufgeführt. Dies erfordert eine genauere Untersuchung der Nicht-Linearität aller verwendeten ADCs, die noch nicht erfolgt ist. In der Literatur konnten für diese Übergänge keine anderen theoretischen Vergleichswerte gefunden werden.

#### 6.3.2 Linienform im aufaddierten Gesamtspektrum

Die gegensätzliche Richtung der Doppler-Korrekturen bewirkt auch eine Zunahme der Differenz zwischen den Energieauflösungen beider Detektoren bei der Transformation ins Emitter-System. Die Energien des 0°-Detektors, der schon im Laborsystem eine bessere Energieauflösung gezeigt hat, werden um etwa 14% reduziert. Entsprechend wird auch die durchschnittliche Linienbreite dieses Detektors von etwa 59 eV FWHM auf 51 eV reduziert. Analog verschlechtert sich die Energieauflösung des 180°-Detektors in aufsummierten Spektren um etwa 16%, was für Halbwertsbreiten im Laborsystem von etwa 78 eV eine Verbreiterung auf etwa 90 eV bedeutet. Damit beträgt das erwartete Verhältnis der Halbwertsbreiten beider Detektoren im Emitter-System etwa 1,75. Dieser nicht vernachlässigbare Unterschied verändert die Linienform im resultierenden Gesamtspektrum bei gemeinsamer Betrachtung beider Datensätze merklich, sodass die Linienform nicht mehr durch eine einzelne Gaußverteilung beschrieben werden kann. Eine gute Beschreibung der Linienform ist jedoch essentiell, wenn die Linienmitte mit kleinem systematischen Fehler beschrieben werden soll. Durch eine gewichtete Summe zweier Gaußverteilungen nach

$$f(E) = n_0 g(\mu, \sigma_0, E) + n_{180} g(\mu, \sigma_{180}, E), \qquad (6.3)$$

mit  $\mu$  als Verteilungsmitte,  $\sigma_0$  und  $\sigma_{180}$  als Verteilungsbreiten des 0°-, bzw. 180°-Detektors,  $n_0$  und  $n_{180}$  als Anzahl der Ereignisse im 0°-, bzw. 180°-Detektor und der Gaußverteilung

$$g(\mu, \sigma, E) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{E-\mu}{\sigma}\right)^2}, \qquad (6.4)$$

lässt sich die Linienform wesentlich besser beschreiben. Die Untersuchung der Linienform lässt sich besonders gut an Linien mit hoher Statistik durchführen. In Abbildung 6.22 sind hierfür exemplarisch Histogramme der <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$ -Linie links und der <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$ -Linie rechts gezeigt.



**Abbildung 6.22:** Oben sind Histogramme der <sup>241</sup>Am  $\gamma_{2-0}$ -Linie links und der <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$ -Linie rechts mit den kombinierten Daten beider Detektoren, ohne Einschuss- und Koinzidenzfilter gezeigt. In rot ist die Anpassung einer Gaußverteilung eingezeichnet und in blau die Anpassung nach Gleichung 6.3. Unten sind die normierten Residuen der Anpassungen gezeigt.

Obwohl der Unterschied der Energieauflösungen im Laborsystem schwächer ausgeprägt ist, lässt sich die Abweichung von der Gaußverteilung beobachten. Eine Anpassung der Gaußverteilung ist in rot gestrichelt überlagert. Der untere Teil zeigt die Abweichungen dieser Anpassung vom Histogramm als Residuen in rot, die mit der Wurzel der Anzahl der Ereignisse des jeweiligen Intervalls normiert wurden. Es lässt sich ein Verlauf in der Streuung der Residuen erkennen, die auf eine schlechte Beschreibung durch die einfache Gaußverteilung hinweist.

Eine Anpassung der Verteilungsfunktion nach Gleichung 6.3 ist in blau gestrichelt gezeigt, wobei hier die beiden Verteilungsbreiten bei der Anpassung variabel gelassen wurden. Die Residuen dieser Anpassung sind im unteren Teil, ebenfalls in blau gezeigt. Das Verhältnis der beiden Verteilungsbreiten, die sich aus der Anpassung für das Laborsystem ergeben ist mit etwa 1,8 und entsprechend übertragen auf das Emitter-System 2,4, höher als zunächst erwartet. Berücksichtigt man, dass die einzelnen Pixel auch innerhalb eines Detektors unterschiedliche Energieauflösungen haben, lassen sich die aus der Anpassung resultierenden  $\sigma_0$ - und  $\sigma_{180}$ -Werte wohl als Annäherung an die höchsten und niedrigsten Verteilungsbreiten einzelner Pixel verstehen. Damit ergibt sich, wie beobachtet, ein höheres Verhältnis der beiden Verteilungsbreiten als mit den Mittelwerten beider Detektoren. Die im Wesentlichen sehr symmetrische Streuung der Residuen zeigt, dass sich die Linienform durch diese Verteilungsfunktion deutlich besser beschreiben lässt. Daher wurde für die Bestimmung aller Linienpositionen in der Gesamtbetrachtung die Anpassung auf diese Weise durchgeführt. Im niederenergetischen Bereich zur Berücksichtigung des Untergrundes mit zusätzlichem Offset.

Um die statistische Unsicherheit  $\sigma_{\mu}$  der Verteilungsmitte nach Gleichung 6.3 zu berechnen, betrachten wir  $\mu$  als den Mittelwert der Verteilungsmitten der beiden einzelnen Gaußverteilungen mit  $\mu_0 = \mu_{180} = \mu = (\mu_0 + \mu_{180})/2$ . Damit ergibt sich die statistische Unsicherheit als

$$\sigma_{\mu} = \frac{1}{2}\sqrt{\left(\sigma_{\mu,0}\right)^{2} + \left(\sigma_{\mu,180}\right)^{2}} = \frac{1}{2}\sqrt{\left(\frac{\sigma_{0}}{\sqrt{n_{0}}}\right)^{2} + \left(\frac{\sigma_{180}}{\sqrt{n_{180}}}\right)^{2}}.$$
(6.5)

### 6.3.3 K<sub> $\alpha$ </sub>-Übergänge von heliumartigem U<sup>90+</sup>

Eines der Hauptziele des Experiments war es, erstmals die Energieaufspaltung der  $K_{\alpha}$ -Übergänge von heliumartigen Uran-Ionen zu messen. Um das Auftreten von Artefakten aufgrund der für den hoch- und niederenergetischen Energiebereich seperat durchgeführten Kalibrationen auszuschließen wurde analog zum niederenergetischen Durchschnittswert, anhand der  $K_{\alpha 2}$ -Linien ein weiterer Wert für den  $\beta$ -Faktor bestimmt. Wie zu erwarten war, ist dieser Wert mit  $\beta = 0,146.92 \pm 0,000.03$  in guter Übereinstimmung mit dem Mittelwert aus den niederenergetischen Linien und wurde für die folgende Untersuchung der  $K_{\alpha}$ -Übergänge verwendet.

Die mit diesem  $\beta$ -Faktor relativistisch korrigierten Datensätze ergeben gemeinsam das Histogramm in Abbildung 6.23, das analog zum niederenergetischen Bereich in violett mit der theoretischen Wahrscheinlichkeitsdichte überlagert ist. Die Skalierung der Wahrscheinlichkeitsdichten ist auf die Höhe des Histogramms angepasst. Auch hier gibt es eine deutliche Übereinstimmung der Linienpositionen und sowohl der  $K_{\alpha 1}$ -Übergang, wie auch der  $K_{\alpha 2}$ -Übergang sind eindeutig zu identifizieren. Verglichen mit der Auswertung in [Fri21] ist durch die verbesserte Untergrundreduktion im Datensatz des 0°-Detektors die <sup>57</sup>Co  $\gamma_{2-1}$ -Linie, die sich im Emitter-System bei etwa 105 keV befinden würde, nicht mehr zu erkennen.



Abbildung 6.23: Uran Spektrum bei Energien zwischen 90 keV und 110 keV mit den Daten beider Detektoren, relativistisch korrigiert. Die theoretische Wahrscheinlichkeitsdichte für U<sup>90+</sup>-Übergänge ist in violett überlagert und basiert auf den Simulationsergebnissen aus [Zhu23].

### $\mathbf{K}_{\alpha 2}$ -Übergänge in heliumartigem $\mathbf{U}^{90+}$

Abbildung 6.24 zeigt eine Vergrößerung im Energiebereich der U<sup>90+</sup>  $K_{\alpha 2}$ -Linien. Im



Abbildung 6.24: Histogramm der  $K_{\alpha 2}$ -Linien mit in schwarz überlagerter Wahrscheinlichkeitsdichte aus einer Kerndichteabschätzung mit einer Bandbreite von 70/3 eV. In rot gestrichelt ist die Anpassung einer Summe aus zwei Verteilungsfunktionen nach Gleichung 6.3 an die Wahrscheinlichkeitsdichte gezeigt. Theoretische Werte aus [Koz19] für die Zund Y-Linie sind in grün bzw. violett gestrichelt eingezeichnet.

Histogramm in grau ist die Aufspaltung der  $K_{\alpha 2}$ -Übergänge in die Z- und Y-Linie schon sehr deutlich zu erkennen. Die Positionen der berechneten Literaturwerte der

Z- und Y-Linie [Koz19] sind in grün bzw. violett gestrichelt eingezeichnet. Wegen der geringen Statistik wurde eine KDE<sup>4</sup> mit einer Bandbreite von 70/3 eV durchgeführt um systematische Effekte durch die Wahl der Intervallbreite des Histogramms auszuschließen. Die resultierende Wahrscheinlichkeitsdichte ist als schwarze Linie eingezeichnet und wurde so skaliert, dass die eingeschlossene Fläche mit der Fläche des Histogramms übereinstimmt. Die Anpassung einer Summe aus zwei Verteilungsfunktionen nach Gleichung 6.3 an die Wahrscheinlichkeitsdichte ist in rot gestrichelt dargestellt.

Die aus der Anpassung resultierenden Positionen und relativen Intensitäten der Linien sind mit den entsprechenden statistischen Unsicherheiten in Tabelle 6.5 aufgeführt. Es ist zu beachten, dass mögliche systematische Unsicherheiten auch hier nicht berücksichtigt sind.

Spektrallinie	$E_{\text{Messung}}$ [eV]	$E_{\text{Theorie}} [\text{eV}]$	rel. Intensität [%]
Z	$96033,5\pm3,4$	$96027{,}07\pm0{,}54$	$55,3\pm7,1$
Υ	$96176,1\pm 3,8$	$96169,\!43\pm0,\!54$	$44,7\pm6,2$
Aufspaltung (Y-Z)	$142,6\pm5,1$	$142,36 \pm 0,76$	

**Tabelle 6.5:** Gemessene  $K_{\alpha 2}$ -Energien im Ruhesystem der U<sup>90+</sup>-Ionen und relative Intensitäten mit den jeweiligen statistischen Unsicherheiten. Systematischen Unsicherheiten durch die relativistische Korrektur und Energiekalibration sind nicht enthalten. Die Literaturwerte stammen aus Berechnungen in [Koz19].

Schon im Rahmen der statistischen Unsicherheit zeigen die gemessenen Linienpositionen eine Übereinstimmung mit den Theoriewerten innerhalb des  $2\sigma$ -Intervalls. Da für die absoluten Energie-Werte die systematischen Unsicherheiten relevant sind und zur Bestimmung dieser weitere Untersuchungen nötig sind, wie im niederenergetischen Teil angesprochen, kann für diese Werte noch keine abschließende Einordnung angegeben werden. Für die Bestimmung der Aufspaltung der Linien wird durch die Differenzbildung innerhalb dieses sehr geringen Energiebereichs der systematische Fehler durch die Energiekalibration vernachlässigbar. Auch der systematische Fehler durch die relativistische Korrektur sollte hier minimal sein, da der verwendete  $\beta$ -Faktor direkt anhand dieser beiden Linien bestimmt wurde. Entsprechend zeigt der gemessene Wert für die Aufspaltung eine nahezu perfekte Übereinstimmung mit dem Literaturwert. Für die relativen Intensitäten konnte auch hier kein theoretischer Vergleichswert in der Literatur gefunden werden.

 $<sup>^4\</sup>mathrm{Kerndichteabsch\"atzung},$ siehe Abschnitt 5.3.3

### $K_{\alpha 1}$ -Übergänge in heliumartigem U<sup>90+</sup>

Die Aufspaltung der  $K_{\alpha 1}$ -Übergänge in die X- und W- Linie ist mit einem theoretischen Wert von  $(73,73 \pm 0,76)$  eV [Koz19] noch geringer als die Aufspaltung der  $K_{\alpha 2}$ -Linien und etwa so groß, wie die Energieauflösung der Detektoren. Dementsprechend lässt sich im Histogramm der  $K_{\alpha 1}$ -Linien in Abbildung 6.25 die Aufspaltung nicht eindeutig erkennen. Auch hier ist wieder die Ereignisdichte einer Kerndichteabschätzung mit 70/3 eV Bandbreite in schwarz überlagert. Die Positionen der Literaturwerte für die X- und W- Linien sind in grün bzw. in violett gestrichelt eingezeichnet.



Abbildung 6.25: Histogramm der  $K_{\alpha 1}$ -Linien mit in schwarz überlagerter Wahrscheinlichkeitsdichte aus einer Kerndichteabschätzung mit einer Bandbreite von 70/3 eV. In rot gestrichelt ist die Anpassung einer Summe aus zwei Verteilungsfunktionen nach Gleichung 6.3 an die Wahrscheinlichkeitsdichte gezeigt. Theoretische Werte aus [Koz19] für die X- und W-Linie sind in grün bzw. violett gestrichelt eingezeichnet.

Trotz der geringen Aufspaltung konnte auch hier eine Summe aus zwei Verteilungsfunktionen nach Gleichung 6.3 an die Wahrscheinlichkeitsdichte angepasst werden, in der Abbildung 6.25 als rot gestrichelte Linie zu sehen. Die X- und W-Anteile der Anpassung sind in braun bzw. blau gepunktet miteingezeichnet. In diesem Graph wird der Vorteil der KDE durch die hervorragende Übereinstimmung mit der numerischen Anpassung besonders deutlich. Die daraus resultierenden Energien und relativen Intensitäten der K<sub> $\alpha$ 1</sub>-Übergänge mit den entsprechenden statistischen Unsicherheiten sind in Tabelle 6.6 aufgeführt.

Sowohl die absoluten Energien, wie auch die Aufspaltung der  $K_{\alpha 1}$ -Linien zeigen schon innerhalb der statistischen Unsicherheit eine gute Übereinstimmung mit den theoretischen Berechnungen aus [Koz19]. Für die fehlenden systematischen Unsicherheiten gilt ebenfalls, was bei den Werten der  $K_{\alpha 2}$ -Übergänge besprochen wurde. Auch bei den  $K_{\alpha 1}$ -Übergängen konnte kein theoretischer Literaturwert für die relativen In6. Experimentelle Ergebnisse

Spektrallinie	$E_{\text{Messung}}$ [eV]	$E_{\text{Theorie}} [\text{eV}]$	rel. Intensität [%]
X	$100534,3\pm5,7$	$100536{,}95\pm0{,}54$	$44,3\pm7,1$
W	$100613{,}9\pm5{,}1$	$100610{,}68\pm0{,}54$	$55,7\pm8,3$
Aufspaltung (W-X)	$79,7 \pm 7,7$	$73,73 \pm 0,76$	

**Tabelle 6.6:** Gemessene  $K_{\alpha 1}$ -Energien im Ruhesystem der U<sup>90+</sup>-Ionen und relative Intensitäten mit den jeweiligen statistischen Unsicherheiten. Systematischen Unsicherheiten durch die relativistische Korrektur und Energiekalibration sind nicht enthalten. Die Literaturwerte stammen aus Berechnungen in [Koz19].

tensitäten gefunden werden, jedoch weisen die theoretischen Simulationen<sup>5</sup>, wie in Abbildung 6.23 zu sehen ist, auf ein etwa umgekehrtes Intensitäten-Verhältnis hin. Durch die geringe Anzahl an Ereignissen und die entsprechend hohe statistische Unsicherheit in diesen Übergängen ist dieser Unterschied allerdings nicht signifikant.

Trotz der geringen Anzahl an Ereignissen konnte also insgesamt eine eindrucksvolle Übereinstimmung der experimentell bestimmten Energien mit den aktuellen Theoriewerten innerhalb des 1 $\sigma$ - bzw. 2 $\sigma$ -Intervalls der statistischen Unsicherheit gezeigt werden. Dabei konnte im Rahmen dieser Messung das Aufaddieren zweier Energiespektren aus unterschiedlichen Detektorsystemen unter Berücksichtigung der Dopplerverschiebung demonstriert und außerdem erstmalig die Aufspaltung der K<sub> $\alpha$ 2</sub>-Linien von U<sup>90+</sup> experimentell nachgewiesen werden.

 $^{5}$ Siehe Abschnitt 6.3.1

# 7. Zusammenfassung und Ausblick

Zur Detektion der Röntgenstrahlung aus der Abregung von einfach angeregten heliumartigen Uranionen mit Photonenenergien bis 130 keV wurde das neue metallische magnetische Kalorimeter maXs100 entworfen. Die  $8 \times 8$  Pixel eines maXs100-Detektors bestehen aus Temperatursensoren aus <u>Ag</u>:Er und Absorbern aus galvanisiertem Gold, welche insgesamt eine Detektionsfläche von 1 cm<sup>2</sup> ergeben. Hergestellt wurden die Detektoren im Reinraum des Kirchhoff-Instituts für Physik mit Methoden der Photolithographie. Für die Herstellung der 1250 µm × 1250 µm × 50 µm großen freistehenden Absorber wurde der Zwei-Lack-Lagen-Prozess aus [Sch12, Kra20] weiterentwickelt. Hierbei wurden neue Strukturierungsparameter für 80 µm hohe Schichten des Photolacks AZ 40XT gefunden. Auch an dem in diesem Prozess enthaltenen Galvanik-Schritt wurde gearbeitet. Dabei konnte durch einen neuen Aufbau in Tests eine Verbesserung des reproduzierbaren Restwiderstandsverhältnis von früher 9 bis 14 auf über 23 erreicht werden. Zum Zeitpunkt der Herstellung der im Rahmen dieser Arbeit zur Messung verwendeten maXs100-Detektoren war der neue Galvanik-Aufbau allerdings noch nicht einsatzbereit.

Zum Betrieb wurden die Detektoren in <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Verdünnungskryostate eingebaut, in denen jeweils 36 zweistufige SQUID-Kanäle betrieben werden können. Die stärker Wärme dissipierende Verstärker-SQUID-Stufe wurde dabei modular ausgelagert und direkt auf der Mischkammer des Kryostaten installiert. Die Detektor-SQUIDs sind zusammen mit den maXs100-Detektoren an den Enden von Kupferarmen angebracht, die zur Abschirmung von Wärmestrahlung und externen magnetischen Feldern von Schilden umgeben sind. Um den geometrischen Anforderungen der Messumgebung an Speicherringen gerecht werden zu können, wurde eines der beiden verwendeten Detektorsysteme mit einem langen Kupferarm und das Andere mit einem kurzen Kupferarm ausgestattet. In Charakterisierungsmessungen hatten maXs100-Detektoren Energieauflösungen von etwa  $\Delta E_{\rm FWHM} = 36 \, {\rm eV}$  bei Energien von 60 keV und eine intrinsische Energieauflösung von etwa 32 eV gezeigt [Fri21]. Der Detektor am Ende des langen Kupferarms zeigte eine schlechtere Energieauflösung von 48 eV bei 60 keV und eine intrinsische Energieauflösung von etwa 45 eV. Dieser Unterschied in der Energieauflösung könnte auf eine geringfügig erhöhte Betriebstemperatur am Ende des langen Kupferarms durch stärkere Vibrationen zurückzuführen sein. Eine Analyse der Pulsform hat gezeigt, dass die im Design geplante thermische Engstelle zwischen Absorber und Sensor die Anstiegszeit wie erwartet auf 7-8 µs verlangsamt hat und auch die Abklingzeit befand sich mit über 2 ms im erwarteten Bereich.

Zur Untersuchung der besonders in hochgeladenen Ionen ausgeprägten QED-Effekte,

wurden durch die Beschleunigeranlage der GSI U<sup>91+</sup>-Ionen erzeugt und bei niedrigen Strahlenergien von etwa 10 MeV/u im CRYRING@ESR gespeichert. Zwei Detektorsysteme wurden an den Röntgenfenstern des Elektronenkühlers des Speicherrings aufgebaut, in dem U<sup>91+</sup>-Ionen mit Elektronen zu einfach angeregten heliumartigen  $\mathrm{U}^{90+}\text{-}\mathrm{Ionen}$ rekombinieren. Der Detektor unter 0° zur Strahlrichtung war dabei mit dem kurzen Kupferarm eingebaut und hat mit 54 funktionsfähigen Pixeln gemessen und der Detektor unter 180° zur Strahlrichtung am langen Kupferarm mit 40 funktionsfähigen Pixeln. Durch Probleme bei der Strahlbereitstellung konnten von den 14 Tagen der Strahlzeit effektiv nur an acht Tagen gemessen werden, was die Anzahl an Photonen aus den heliumartigen U<sup>90+</sup>-Ionen im Vergleich zur Erwartung stark reduziert hat. Umso wichtiger war eine bestmögliche Analyse der Daten. Zur Korrektur temperaturabhängiger Signalhöhenschwankungen kam ein Algorithmus zum Einsatz, der aus den Spannungsniveaus der Ruhesignale mehrerer temperatursensitiver Pixelpaare eine gemittelte Detektortemperatur gebildet hat, wobei in einzelnen Kanälen auftretende Ausreißer erkannt und veworfen wurden. Dabei konnte in manchen Kanälen eine Verbesserung der Halbwertsbreite der verwendeten Kalibrationslinien bei 60 keV und 122 keV um bis zu 10 eV erreicht werden im Vergleich zur bisher üblichen Korrektur, bei der nur ein temperatursensitiver Kanal berücksichtigt wurde.

Damit betrugen die in der CRYRING Umgebung erreichten Energieauflösungen bei einer Energie von 60 keV (122 keV) etwa 57 eV (59 eV) beim 0°-Detektor und etwa 75 eV (77 eV) beim 180°-Detektor und waren damit im Vergleich zu den Charakterisierungsmessungen um 20-30 eV verbreitert. Eine Erklärung hierfür könnten die am CRYRING verwendeten höheren Gestelle der Kryostate und damit stärkeren Vibrationen sein oder auch das zeitweise Auftreten von Störsignalen, die erst in der Umgebung des CRYRINGs in die Ausleseketten eingekoppelt haben und deren Ursprung nicht abschließend geklärt werden konnte.

Da das Einschießen der Uranionen in den CRYRING periodisch mit einem Abstand von etwa einer Minute stattfand und die Lebensdauer der Ionen nur etwa 20 s betrug, konnten am Ende jedes Einschuss-Zyklus zur Energiekalibration ferngesteuert Kalibrationsquellen vor die Detektoren gefahren und deren Photonen gemessen werden. Zum Einsatz kamen dabei die Isotope <sup>57</sup>Co, <sup>153</sup>Gd, <sup>241</sup>Am, <sup>109</sup>Cd und <sup>169</sup>Yb, deren intensivsten  $\gamma$ -Linien in kalibrierten, aufsummierten Spektren größtenteils Abweichungen zu den Literatur-Werten im sub-eV Bereich gezeigt haben. Zur adäquaten Trennung der Ereignisse durch Uran-Photonen und den Photonen aus den Kalibrationsmessungen wurden Zeitfilter auf die MMC-Signale angewendet. Hierfür stand ein Triggersignal zur Verfügung, welches zu jedem neuen Ioneneinschuss einen Puls abgegeben hat. Zusätzlich wurde erstmalig die Koinzidenz zu Signalen eines Teilchendetektors verwendet, die kurz nach einer Rekombination von Uranionen mit Elektronen des Elektronenkühlers und damit kurz nach dem Aussenden des Photons durch die Abregung ausgelöst wurde. Diese Detektion wurde ermöglicht durch den veränderten Ladungszustand der Uranionen nach der Rekombination, der zu einer veränderten Flugbahn führte, an deren Ende der Teilchendetektor angebracht wurde. Durch eine genauere Analyse der Startzeitpunkte der MMC-Signale konnte trotz der im Vergleich zu Halbleiterdetektoren hohen Signalanstiegszeiten von mehreren µs ein Koinzidenz-Fenster von nur 800 ns Breite definiert werden. Für Photonen mit E > 80 keV konnte eine Halbwertsbreite der Verteilung der Zeitdifferenzen zwischen den Zeitpunkten des Teilchendetektors und den MMC-Zeitpunkten von nur 238 ns gezeigt werden. Damit gelang außerhalb des Kalibrationszeitraums eine Unterdrückung des Untergrundes um etwa 98 %.

Durch die Relativgeschwindigkeiten der emittierenden Ionen zu den Detektoren von etwa 15 % der Lichtgeschwindigkeit, trat bei den im Laborsystem gemessenen Energien unter den Inzidenzwinkeln 0° bzw. 180° zur Strahlrichtung, eine Blauverschiebung um 16 %, bzw. eine Rotverschiebung um 14 % auf. Die intrinsische relativistische Korrektur der Dopplerverschiebung durch Messung unter Vorwärts- und Rückwärtsrichtung, konnte aufgrund der guten Energieauflösung der Spektrallinien zum ersten Mal für gespeicherte heliumartige Uran-Ionen demonstriert werden. Hierbei war sowohl der Mittelwert des  $\beta$ -Faktors, der aus einigen im niederenergetischen Bereich identifizierten Übergängen aus der N- und M-Schale auf die L-Schale auf  $\beta =$ 0,146 76 ± 0,000 20 bestimmt wurde, sowie der Wert aus den K<sub>\alpha2</sub>-Übergängen mit  $\beta = 0,146 92 \pm 0,000 03$  in guter Übereinstimmung mit dem  $\beta = 0,146 95 \pm 0,000 03$ [Pfä24], der sich aus der Elektronenkühlerspannung ergab.

Der wahrscheinlich größte Erfolg dieser Messung war, dass es mit Hilfe all dieser Methoden erstmals gelungen ist die Aufspaltung der K<sub> $\alpha 2$ </sub>-Übergänge experimentell eindeutig nachzuweisen. Im Rahmen der statistischen Unsicherheit war sowohl die Energie der Z-Linie mit (96 033,5 ± 3,4) eV, wie auch die Energie der X-Linie bei (96 176,1 ± 3,8) eV in guter Übereinstimmung mit dem theoretischen Wert aus [Koz19]. Die Größe der Energieaufspaltung, bei der die systematischen Unsicherheiten durch die Differenzbildung innerhalb eines so kleinen Energiebereichs vernachlässigbar werden zeigt mit (142,6 ± 5,1) eV sogar eine nahezu perfekte Übereinstimmung mit dem theoretischen Wert von (142,36 ± 0,76) eV.

Die Aufspaltung der  $K_{\alpha 1}$ -Übergänge war weniger deutlich erkennbar, konnte aber durch eine Anpassung der Linienform an die Wahrscheinlichkeitsdichte einer Kerndichteabschätzung der Daten im Energiebereich der  $K_{\alpha 1}$ -Übergänge ebenfalls bestimmt werden. Dabei zeigten die Energie der X-Linie mit (100 534,3 ± 5,7) eV und die Energie der W-Linie mit (100 613,9 ± 5,1) eV ebenfalls keine signifikante Abweichung von den Theorie-Werten aus [Koz19] im Rahmen der statistischen Unsicherheit. Für zukünftige Messungen könnten durch die Verbesserungen bei der Absorberherstellung mit dem neu entwickelten Galvanik-Aufbau Detektoren mit kürzeren Absorber-Thermalisierungszeiten hergestellt werden, deren Signalanstiegszeiten weniger stark verlangsamt werden müssen und so eine noch bessere Energieauflösung erreichen können. Zusätzlich kann die Quanteneffizienz der Detektoren um etwa  $30\,\%$ erhöht werden durch Absorber mit einer Höhe von 100 µm auf Grundlage der Weiterentwicklung des Zwei-Lack-Lagen-Prozesses in [Orl24]. Eine geringfügige Verbesserung der Energieauflösung in Kombination mit einer höheren Rate an Uranionen sollte ausreichen um die Aufspaltung der  $K_{\alpha 1}$ -Übergänge ebenfalls deutlich auflösen zu können. Außerdem könnte durch den Einsatz besserer ADCs mit geringerer Nicht-Linearität auch systematische Fehler bei der Energie-Kalibration der aufgenommenen Pulse reduziert werden und die Bestimmung der absoluten Energiewerte weiter verbessern. Zuletzt könnte noch mit einer besseren Abschirmung der Kalibrationsquellen außerhalb der Kalibrationszeiträume der Untergrund weiter reduziert werden, wovon besonders die Analyse der niederenergetischen Übergänge erheblich profitieren könnte. Mit diesen angedachten Verbesserungen sollte es basierend auf den Ergebnissen dieser Arbeit in naher Zukunft möglich sein, die QED-Effekte in hochgeladenen, schweren Ionen auf sub-eV Niveau zu untersuchen.

## Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam and B. Bleaney, Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals, Claredon Press, Oxford, 1970.
- [All17] S. Allgeier, Entwicklung einer modularen 36-Kanal-Auslesekette mit rauscharmen SQUID-basierten Vorverstärkern für die 4k-Pixel-Molekülkamera MOCCA, Master's thesis, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2017.
- [Ban93] S. R. Bandler et al., Metallic Magnetic Bolometers for Particle Detection, J. Low Temp. Phys., 93(3/4), 709–714, 1993.
- [Bar24] A. Barth, High Resolution MMC Arrays for Low Energy Electron Capture Spectrum Studies, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2024.
- [Bau22] F. Bauer, Rauscharme Stromsensor-dc-SQUIDs mit Impedanzanpassung für metallische magnetische Kalorimeter, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2022.
- [Bé04] M.-M. Bé, V. Chisté, C. Dulieu, E. Browne, V. Chechev, N. Kuzmenko, R. L. Helmer, A. Nichols, E. Schönfeld, and R. Dersch, Table of radionuclides (vol. 2-a= 151 to 242), 2004.
- [Bey97] H. F. Beyer, H.-J. Kluge, and V. P. Shevelko, X-Ray Radiation of Highly Charged Ions, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1997.
- [Bey99] H. F. Beyer and V. P. Shevelko (Ed.), Atomic Physics with Heavy Ions, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1999.
- [Bha12] H. Bhang, R. Boiko, D. Chernyak, J. Choi, S. Choi, F. Danevich, K. Efendiev, C. Enss, A. Fleischmann, A. Gangapshev, et al., Amore experiment: a search for neutrinoless double beta decay of 100mo isotope with 40ca100moo4 cryogenic scintillation detector, *Journal of Physics: Confe*rence Series, **375**(4), 042023, 2012.
- [Bro08] A.-D. Brown, S. R. Bandler, R. Brekosky, J. A. Chervenak, E. Figueroa-Feliciano, F. Finkbeiner, N. Iyomoto, R. L. Kelley, C. A. Kilbourne, F. S.

Porter, S. Smith, T. Saab, and J. Sadleir, Absorber materials for transitionedge sensor x-ray microcalorimeters, *J. Low Temp. Phys.*, **151**(1), 413–417, 2008.

- [Bru82] J. J. P. Bruines, V. J. de Waal, and J. E. Mooij, Comment on: 'Dc SQUID: Noise and optimization' by Tesche and Clarke, J. Low Temp. Phys., 46(3), 383–386, 1982.
- [Bur04] A. Burck, Entwicklung großflächiger magnetischer Kalorimeter zur energieaufgelösten Detektion von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2004.
- [Bus18] J. Bussmann, Hochauflösende Rlöntgenspektroskopie an Thorium-229 mit einem maXs30-Detektor, Bachelor's thesis, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2018.
- [Cha06] S. Chatterjee, H. F. Beyer, D. Liesen, T. Stöhlker, A. Gumberidze, C. Kozhuharov, D. Banas, D. Protic, K. Beckert, P. Beller, T. Krings, F. Bosch, B. Franzke, S. Hagmann, J. Hoszowska, P. Indelicate, H.-J. Kluge, X. Ma, B. Manil, I. Mohos, F. Nolden, U. Popp, A. Simionovici, D. Sierpowski, M. Steck, U. Spillmann, C. Brandau, E. Forster, Z. Stachura, S. Tashenov, M. Trassinelli, A. Warczak, O. Wehrhan, E. Ziegler, S. Trotsenko, and R. Reuschl, The FOCAL spectrometer for accurate X-ray spectroscopy of fast heavy ions, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 245(1), 67 à 71, 2006.
- [Che16] C.-Y. Chen, M. Yoshiba, T. Nagoshi, T.-F. M. Chang, D. Yamane, K. Machida, K. Masu, and M. Sone, Pulse electroplating of ultra-fine grained au films with high compressive strength, *Electrochemistry Communications*, 67, 51–54, 2016.
- [Cla04] J. Clarke and A. I. Braginski, The SQUID handbook, Volumen 1, Wiley Online Library, 2004.
- [Cos93] E. Cosulich, F. Gatti, and S. Vitale, Further results on μ-calorimeters with superconducting absorber, J. Low Temp. Phys., 93(3), 263–268, 1993.
- [Des03] R. D. Deslattes, E. G. Kessler Jr, P. Indelicato, L. De Billy, E. Lindroth, and J. Anton, X-ray transition energies: new approach to a comprehensive evaluation, *Reviews of Modern Physics*, 75(1), 35, 2003.
- [Dev22] A. M. Devasia, S. R. Bandler, K. Ryu, T. R. Stevenson, and W. Yoon, Largescale magnetic microcalorimeter arrays for the lynx x-ray microcalorimeter, *Journal of Low Temperature Physics*, **209**(3-4), 337–345, 2022.

- [Dru06] D. Drung, C. Hinnrichs, and H.-J. Barthelmess, Low-noise ultra-high-speed dc squid readout electronics, *Superconductor Science and Technology*, 19(5), S235, 2006.
- [Dru10] D. Drung, J. Beyer, J.-H. Storm, M. Peters, and T. Schurig, Investigation of low-frequency excess flux noise in dc squids at mk temperatures, *IEEE transactions on applied superconductivity*, 21(3), 340–344, 2010.
- [Ein05] A. Einstein, Über einen die erzeugung und verwandlung des lichtes betreffenden heuristischen gesichtspunkt, Annalen der Physik, 17, 132–148, 1905.
- [Eis23] L. Eisenmann, Aufbau und Charakterisierung eines maXs30-Detektor-Moduls zur hochaufgelösten Röntgenspektroskopie, Bachelor's thesis, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2023.
- [Ens00] C. Enss, A. Fleischmann, K. Horst, J. Schönefeld, J. S. Adams, Y. H. Huang, Y. H. Kim, and G. M. Seidel, Metallic magnetic calorimeters for particle detection, J. Low Temp. Phys., 121(3), 137–176, 2000.
- [Ens05] C. Enss and S. Hunklinger, Low-Temperature Physics, SpringerLink: Springer e-Books, Springer Berlin Heidelberg, 2005.
- [Fle00] A. Fleischmann, J. Schönefeld, J. Sollner, C. Enss, J. S. Adams, S. R. Bandler, Y. H. Kim, and G. M. Seidel, Low temperature properties of erbium in gold, J. Low Temp. Phys., 118(1), 7–21, 2000.
- [Fle03] A. Fleischmann, Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003.
- [Fle05] A. Fleischmann, C. Enss, and G. Seidel, Metallic magnetic calorimeters, in C. Enss (Ed.), Cryogenic Particle Detection, 151–216, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2005.
- [Fle09] A. Fleischmann, L. Gastaldo, J. Porst, S. Kempf, A. Kirsch, A. Pabinger, C. Pies, P. Ranitzsch, S. Schäfer, F. Seggern, T. Wolf, C. Enss, and G. Seidel, Metallic magnetic calorimeters, *AIP Conf. Proc.*, **1185**, 2009.
- [Foi71] C. Foiles, Transport anomalies in dilute silver-rare earth alloys, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 32(6), 1205–1209, 1971.
- [Fra76] S. Fraga, *Handbook of Atomic Data*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, 1976.

- [Fra87] B. Franzke, The heavy ion storage and cooler ring project esr at gsi, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 24, 18–25, 1987.
- [Fri19] M. Friedrich, Aufbau und Charakterisierung eines maXs30-Detektors zur hochaufgelösten Röntgenspektroskopie an Elektronenstrahl-Ionenfallen (EBITs), Bachelor's thesis, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2019.
- [Fri21] M. Friedrich, High-Precision X-Ray Spectroscopy of Helium-like Uranium Ions at the Electron Cooler of CRYRING under 0° with a maXs100 Microcalorimeter Array, Master's thesis, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2021.
- [FS24] A. Ferring-Siebert, Untersuchung des niederfrequenten Flussrauschens in dc-SQUIDs bei Temperaturen unter 1K, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2024.
- [Gab72] A. H. Gabriel, Dielectronic satellite spectra for highly-charged helium-like ion lines, Mon. Not. R. Astron. Soc., 160(1), 99–119, 1972.
- [Gam13] L. Gamer, Ein großflächiges magnetisches Kalorimeter zur energieund ortsauflösenden Detektion von Molekülfragmenten, Master's thesis, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2013.
- [Gam16] L. Gamer, D. Schulz, C. Enss, A. Fleischmann, L. Gastaldo, S. Kempf, C. Krantz, O. Novotnỳ, D. Schwalm, and A. Wolf, Mocca: a 4k-pixel molecule camera for the position-and energy-resolving detection of neutral molecule fragments at csr, *Journal of low temperature physics*, 184, 839–844, 2016.
- [Gam19] L. Gamer, Entwicklung und Charakterisierung des 4 k-Pixel Detektorarrays MOCCA für die energie- und ortsaufgelöste Detektion neutraler Molekülfragmente, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2019.
- [Gas17] L. Gastaldo, K. Blaum, K. Chrysalidis, T. Day Goodacre, A. Domula, M. Door, H. Dorrer, C. E. Düllmann, K. Eberhardt, S. Eliseev, et al., The electron capture in 163 ho experiment–echo, *The European Physical Journal Special Topics*, **226**, 1623–1694, 2017.
- [Gei17] W. Geithner, Z. Andelkovic, D. Beck, H. Bräuning, A. Bräuning-Demian, H. Danared, C. Dimopoulou, M. Engström, S. Fedotova, O. Gorda, et al.,

Status and outlook of the cryring@ esr project, *Hyperfine Interactions*, **238**, 1–14, 2017.

- [Gei20] J. Geist, Bestimmung der Isomerenergie von 229-Th mit dem hochauflösenden Mikrokalorimeter-Array maXs30, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2020.
- [Gei21] W. Geithner, Private Kommunikation, 2021.
- [Hah92] W. Hahn, M.Loewenhaupt, and B. Frick, Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys, *Physica B*, **180 & 181**, 176–178, 1992.
- [Ham21] R. Hammann, A. Barth, A. Fleischmann, D. Schulz, and L. Gastaldo, Data reduction for a calorimetrically measured 163 ho spectrum of the echo-1k experiment, *The European Physical Journal C*, 81(11), 963, 2021.
- [Hel07] O. Helene, V. R. Vanin, R. G. Helmer, E. Schönfeld, R. Dersch, C. M. Baglin, E. Browne, R. M. Castro, and P. R. Pascholati, Update of x-ray and gamma-ray decay data standards for detector calibration and other applications, *International Atomic Energy Agency: Vienna*, 210, 2007.
- [Hen12] D. Hengstler, Untersuchung der Eigenschaften von supraleitenden Re-, Znund Zn:Mn-Absorbern f
  ür magnetische Mikrokalorimeter, Diploma thesis, Kirchhoff-Institut f
  ür Physik, Universit
  ät Heidelberg, 2012.
- [Hen15] D. Hengstler, M. Keller, C. Schötz, J. Geist, M. Krantz, S. Kempf, L. Gastaldo, A. Fleischmann, T. Gassner, G. Weber, R. Märtin, T. Stöhlker, and C. Enss, Towards fair: first measurements of metallic magnetic calorimeters for high-resolution x-ray spectroscopy at gsi, *Physica Scripta*, **2015**(T166), 014054, 2015.
- [Hen17] D. Hengstler, Development and characterization of two-dimensional metallic magnetic calorimeter arrays for the high-resolution X-ray spectroscopy, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2017.
- [Her00] T. Herrmannsdörfer, R. König, and C. Enss, Properties of Er-doped Au at ultralow temperatures, *Physica B*, **284-288**, 1698–1699, 2000.
- [Her22] M. Herbst, A. Barth, A. Fleischmann, L. Gastaldo, D. Hengstler, N. Kovac, F. Mantegazzini, A. Reifenberger, and C. Enss, Numerical calculation of the thermodynamic properties of silver erbium alloys for use in metallic magnetic calorimeters, *Journal of Low Temperature Physics*, 209(5), 1119– 1127, 2022.

- [Her23] M. Herbst, High Resolution Magnetic Micro-calorimeters: Thermodynamics, Cooling Requirements, and Noise, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2023.
- [Jos62] B. D. Josephson, Possible new effects in superconductive tunnelling, *Phys. Lett.*, **1**, 251–253, 1962.
- [Kas56] T. Kasuya, A Theory of Metallic Ferro- and Antiferromagnetism on Zener's Model, Progr. Theor. Phys., 16(1), 45, 1956.
- [Kem15] S. Kempf, A. Ferring, A. Fleischmann, and C. Enss, Direct-current superconducting quantum interference devices for the readout of metallic magnetic calorimeters, *Superconductor Science and Technology*, 28(4), 045008, 2015.
- [Kem16] S. Kempf, A. Ferring, and C. Enss, Towards noise engineering: Recent insights in low-frequency excess flux noise of superconducting quantum devices, Applied Physics Letters, 109(16), 162601, 2016.
- [Kem18] S. Kempf, A. Fleischmann, L. Gastaldo, and C. Enss, Physics and applications of metallic magnetic calorimeters, *Journal of Low Temperature Physics*, **193**, 365–379, 2018.
- [Kit05] C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, Wiley, 8th. edition, 2005.
- [Koc17] C. Koch and T. J. Rinke, Fotolithografie: Grundlagen der Mikrostrukturierung, MicroChemicals GmbH, 2017.
- [Koz09] A. Kozorezov, A. A. Golubov, J. Wigmore, D. Martin, P. Verhoeve, R. Hijmering, and I. Jerjen, Energy relaxation in a superconductor with magnetic impurities, *Europhysics letters*, 86(4), 47009, 2009.
- [Koz12] A. Kozorezov, Energy Down-Conversion and Thermalization in Metal Absorbers, J. Low Temp. Phys., 167, 473–484, 2012.
- [Koz13] A. G. Kozorezov, C. J. Lambert, S. R. Bandler, M. A. Balvin, S. E. Busch, P. N. Nagler, J.-P. Porst, S. J. Smith, T. R. Stevenson, and J. E. Sadleir, Athermal energy loss from x-rays deposited in thin superconducting films on solid substrates, *Phys. Rev. B*, 87, 104504, 2013.
- [Koz19] Y. Kozhedub, A. Malyshev, D. Glazov, V. Shabaev, and I. Tupitsyn, Qed calculation of electron-electron correlation effects in heliumlike ions, *Physical Review A*, 100(6), 062506, 2019.

- [Kra20] M. Krantz, Development of a metallic magnetic calorimeter with integrated SQUID readout, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2020.
- [Kra21] C. Krantz, Z. Andelkovic, C. Brandau, C. Dimopoulou, W. Geithner, T. Hackler, V. Hannen, F. Herfurth, R. Hess, M. Lestinsky, et al., Recommissioning of the cryring@ esr electron cooler, in *Proceedings of the* 12th International Particle Accelerator Conference, Campinas, SP, Brazil, 24–28, 2021.
- [Kub14] K. Kubiček, P. H. Mokler, V. Mäckel, J. Ullrich, and J. R. C. López-Urrutia, Transition energy measurements in hydrogenlike and heliumlike ions strongly supporting bound-state QED calculations, *Phys. Rev. A*, **90**, 032508, 2014.
- [Lam47] W. E. Lamb and R. C. Retherford, Fine structure of the hydrogen atom by a microwave method, *Phys. Rev.*, 72, 241–243, 1947.
- [Les22] M. Lestinsky, E. B. Menz, H. Danared, C. Krantz, E. Lindroth, Z. Andelkovic, C. Brandau, A. Bräuning-Demian, S. Fedotova, W. Geithner, et al., First experiments with cryring@ esr, Atoms, 10(4), 141, 2022.
- [Liu11] Z. Liu and A. C. West, Modeling of galvanostatic pulse and pulsed reverse electroplating of gold, *Electrochimica Acta*, **56**(9), 3328–3333, 2011.
- [Man21] F. Mantegazzini, Development and characterisation of high-resolution metallic magnetic calorimeter arrays for the ECHo neutrino mass experiment, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2021.
- [Mar73] D. L. Martin, Specific heat of copper, silver, and gold below 30 k, Physical Review B, 8(12), 5357, 1973.
- [McC93] D. McCammon, W. Cui, M. Juda, J. Morgenthaler, J. Zhang, R. Kelley, S. Holt, G. Madejski, S. Moseley, and A. Szymkowiak, Thermal calorimeters for high resolution x-ray spectroscopy, *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A*, 326(1), 157 – 165, 1993.
- [Mok98] P. H. Mokler, Experimental tests of qed in strong central fields, *Hyperfine* interactions, **114**(1), 21–43, 1998.
- [Nak05] H. Nakajima, H. Yamaguchi, H. Matsumoto, T. Tsuru, K. Koyama, S. Kissel, B. LaMarr, and M. Bautz, The ground calibration of x-ray ccd cameras (xis) with front-illuminated chips onboard astro-e2, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 541(1-2), 365–371, 2005.

- [Orl24] A. Orlow, Improvements of a maXs100 Detector Setup for Future Studies of Atomic Transitions in Highly Charged Uranium Ions, Masterarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2024.
- [Pfä22] P. Pfäfflein, S. Allgeier, S. Bernitt, A. Fleischmann, M. Friedrich, C. Hahn, D. Hengstler, M. O. Herdrich, A. Kalinin, F. M. Kröger, et al., Integration of maxs-type microcalorimeter detectors for high-resolution x-ray spectroscopy into the experimental environment at the cryring@ esr electron cooler, *Physica scripta*, **97**(11), 114005, 2022.
- [Pfä24] P. Pfäfflein, G. Weber, S. Allgeier, S. Bernitt, A. Fleischmann, M. Friedrich, C. Hahn, D. Hengstler, M. O. Herdrich, A. Kalinin, et al., Quantum electrodynamics and electron-electron interaction in strong electric fields: The k<sub>α</sub> transition energies in helium-like uranium, Veröffentlichung ausstehend, 2024.
- [Pie08] C. Pies, Entwicklung eines Detektor-Arrays basierend auf magnetischen Kalorimetern für die hochaufgelöste Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008.
- [Pie12] C. Pies, maXs200: Entwicklung und Charakterisierung eines Röntgendetektors basierend auf magnetischen Kalorimetern für die hochauflösenden Spektroskopie hochgeladener Ionen, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2012.
- [Pon17] R. Pons, Aufbau und Test eines maXs30-Detektors zur hochauflösenden Röntgenspektroskopie, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2017.
- [Pow74] R. Powers, P. Martin, G. Miller, R. Welsh, and D. Jenkins, Muonic 197Au: A test of the weak-coupling model, Nucl. Phys. A, 230(3), 413 – 444, 1974.
- [Rud54] M. A. Ruderman and C. Kittel, Indirect Exchange Coupling of Nuclear Magnetic Moments by Conduction Electrons, *Phys. Rev.*, 96(1), 99–102, 1954.
- [Sch51] J. Schwinger, On gauge invariance and vacuum polarization, *Phys. Rev.*, 82, 664–679, 1951.
- [Sch00] J. Schönefeld, Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperaturkalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2000.

- [Sch12] S. Schäfer, Entwicklung einer Detektorzeile aus metallischen magnetischen Kalorimetern zur hochauflösenden Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Ionen, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2012.
- [Sch19] C. Schötz, PolarmaXs: hochauflösendes, polarisationssensitives Röntgenspektrometer basierend auf magnetischen Mikrokalorimetern, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2019.
- [Spi05] H. Spieler, Semiconductor detector systems, Volumen 12, Oxford university press, 2005.
- [Tao71] L. Tao et al., Hyperfine Splitting of Er and Yb Resonance in Au: A Separation between the Atomic and Covalent Contributions to the Exchange Integral, *Phys. Rev. B*, 4(1), 5–9, 1971.
- [Tes77] C. D. Tesche and J. Clarke, dc SQUID: Noise and optimization, J. Low Temp. Phys., 29(3), 301–331, 1977.
- [Vor23] H. Vormann, W. Barth, M. Miski-Oglu, U. Scheeler, M. Vossberg, and S. Yaramyshev, High current heavy ion beam investigations at gsi-unilac, in *Journal of Physics: Conference Series*, Volumen 2420, 012037, IOP Publishing, 2023.
- [Web23] G. Weber, P. Pfäfflein, F. Kröger, M. O. Herdrich, A. Fleischmann, D. Hengstler, and T. Stöhlker, Simulation of the photopeak efficiency of microcalorimeters equipped with small-volume gold absorbers, *Helmholtz Institute Jena Annual Report 2022*, 2022(GSI-2023-00687), 46, 2023.
- [Wei96] H. Weinstock, SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications, Kluwer Academic Publishers, Niederlande, 1996.
- [Wel94] F. Wellstood, C. Urbina, and J. Clarke, Hot-electron effects in metals, *Physical Review B*, 49(9), 5942, 1994.
- [Wil69] G. Williams and L. Hirst, Crystal-Field Effects in Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals, *Phys. Rev.*, 185(2), 407–414, 1969.
- [Yos57] K. Yosida, Magnetic Properties of Cu-Mn Alloys, Phys. Rev., 106(5), 893– 898, 1957.
- [Zhu23] B. Zhu, High resolution for x-ray spectroscopy studies with highly charged heavy ions at the CRYRING ESR electron cooler, Dissertation, Friedrich-Schiller-Universit {at Jena, 2023.}