Bachelorarbeit

Röntgenfluoreszenz zur Monochromatisierung für die Untersuchung von supraleitendenden Nanodraht Einzelphotonendetektoren



Physik-Institut Mathematisch-naturwissenschaftliche Fakultät Universität Zürich

> Michael Hotz Matrikel-Nummer 11-918-851

> > 11 November 2015

Gruppe: Prof. Dr. A. Schilling Betreuer: Dr. A. Engel In dieser Arbeit wurde eine Vorrichtung zur Befestigung einer Röntgenquelle und Targetmaterialien an einem Kryostaten entworfen, gebaut und getestet. Die Röntgenquelle soll über verschiedene, leicht austauschbare Targetmaterialien genutzt werden, um mittels Röntgenfluoreszenz eine mögliche Energieauflösung von supraleitenden Nanodraht Einzelphotonendetektoren (engl. X-Ray Superconducting Nanowire Single-Photon Detector, X-SNSPD) aus Tantalnitrid (TaN) qualitativ zu untersuchen. In einem ersten Schritt wurde die Funktionalität der Konstruktion mit einem kommerziellen Detektor überprüft. Die erstellte Konstruktion funktioniert. Danach wurden Messungen an einem X-SNSPD durchgeführt. Eine Veränderung im Puls Amplitudenspektrum wurde festgestellt.

# Inhaltsverzeichnis

1 Motivation										
2	Phy	Physikalischer Hintergrund								
	2.1	Röntg	enspektren	2						
		2.1.1	Bremsspektrum	3						
		2.1.2	Charakteristisches Röntgenspektrum	3						
	2.2	Röntg	enfluoreszenz	4						
	2.3	X-SNS	SPD	5						
		2.3.1	Detektionsprinzip	6						
		2.3.2	Energieauflösung	8						
3	Exp	perime	enteller Aufbau	10						
	3.1	Halter	rung	10						
	3.2	Funkt	ionalität der Konstruktion	11						
		3.2.1	Detektor	14						
		3.2.2	Detektionsprinzip	15						
	3.3	Unter	suchung eines X-SNSPD	15						
		3.3.1	Kryostat	16						
4	Resultate und Diskussion									
	4.1	Spekt	ren	17						
		4.1.1	Anodenstrommessung	18						
	4.2	Ausw	ertung	18						
		4.2.1	Germanium Target	23						
		4.2.2	Kupfer Target	24						
		4.2.3	Detektorauflösung	24						
		4.2.4	Intensitäten	25						
	4.3	Unter	suchung eines X-SNSPDs	27						
5	Au	sblick		30						
6	Daı	nksagı	ung	31						
Li	tera	turver	zeichnis	32						

# 1 Motivation

Supraleitende Nanodraht Einzelphotonendetektoren, SNSPDs<sup>1</sup> sind gut erforscht im Bereich infraroter und optischer Wellenlängen. Sie eigenen sich für diverse mögliche Anwendungen wie Quantenkryptografie, Temperaturmessung in optischen Fasern oder klassische Satelliten-Bodenstation Kommunikation durch ihre hohe Effizienz, geringe Dunkelzählrate und eine besonders hohe Zeitauflösung [1]. Es können auch Ionen und biologische Makromoleküle detektiert werden, was diese interessant macht für das Gebiet der Massenspektrometrie schwerer Moleküle mittels Laufzeitmessungen [2].

Durch Verdickung der Leiterbahnen aus Tantalnitrid (TaN) lassen sich auch Photonen mit höheren Energien, z.B. von Röntgenquellen detektieren. Diese werden Röntgen supraleitende Nanodraht Einzelphotonendetektoren, X-SNSPDs<sup>2</sup> genannt. Die verbreiterten Leiterbahnen ermöglichen eine Energieauflösung [3].

Um diese Energieauflösung quantitativ genauer zu untersuchen, müssen verschiedene Energiespektren verwendet werden. Dafür eignet sich das Phänomen der Röntgenfluoreszenz. Durch Beleuchtung verschiedener Materialien mit einer Röntgenquelle lassen sich trivial unterschiedliche Spektren, sogenannte Röntgenfluoreszenzspektren, erzeugen. Dies hat den Vorteil, dass nur Photonen bestimmter Energien erzeugt werden, die für das Material charakteristisch sind und das ursprüngliche Spektrum der Röntgenquelle, insbesondere auch der Bremsstrahlungsanteil, vernachlässigbar klein wird.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden folgende Ziele gesetzt:

- Es soll eine Konstruktion erstellt werden, die eine bereits vorhandene Röntgenquelle nutzt, um durch Bestrahlung von verschiedenen Proben Röntgenfluoreszenz zu erzeugen. Dabei gilt es den vorhandenen Platz möglichst optimal auszunutzen sowie eine leichte Austauschbarkeit der Proben zu gewährleisten.
- Die Funktionalität der Konstruktion soll mit einem kommerziellen EDXRF<sup>3</sup> Detektor überprüft werden.
- Die Konstruktion soll für die Untersuchung der Energieauflösung eines TaN X-SNSPD verwendet werden.

<sup>1</sup> engl. Superconducting Nanowire Single-Photon Detectors, SNSPDs

<sup>2</sup> engl. X-ray Superconducting Nanowire Single-Photon Detectors, X-SNSPDs

<sup>3</sup> engl. Energy Dispersive X-Ray Fluorescence, EDXRF

## 2.1 Röntgenspektren

Als Röntgenspektren bezeichnet man elektromagnetische Strahlung mit Wellenlängen unterhalb des ultravioletten Bereichs, typischerweise zwischen 0.01 und 1 nm [4, S. 351]. Trägt man die Intensität der Röntgenstrahlung gegen die Energie auf erhält man ein Spektrum. Die Spektren üblicher Röntgenquellen haben folgende Anteile:



Abbildung 2.1: Spektrum einer Röntgenquelle mit Wolfram Anode

- Ein Kontinuum, das bei einer minimalen, von der Hochspannung der Röhre abhängigen Wellenlänge  $\lambda_{min}$  beginnt, ein Maximum durchläuft und für grosse Wellenlängen wieder abnimmt[4, S. 352]. (vgl. Unterabschnitt 2.1.1)
- Ein diskretes Linienspektrum, das charakteristisch ist für das Anodenmaterial der Quelle [5, S.74]. (vgl. Unterabschnitt 2.1.2)

#### 2.1.1 Bremsspektrum

Wenn ein Elektron auf die Anode der Röntgenquelle trifft, dringt es in das Anodenmaterial ein und wird durch Wechselwirkung mit den Coulomb-Feldern der Kerne in sukzessiven Prozessen abgelenkt und erfährt dadurch Beschleunigung. Bei jeder Beschleunigung strahlt das Elektron Photonen ab, bis es seine gesamte kinetische Energie verloren hat. Diese Photonen bilden das sogenannte Bremsspektrum.

Die maximale Energie des Bremsspektrums ist nach dem Duane-Hunt'schen Gesetz beschränkt: verliert das Elektron durch eine einzige Wechselwirkung seine gesamte kinetische Energie, die es beim Durchlaufen der Beschleunigungsspannung  $U_0$  aufgenommen hat, so wird ein Bremsquant dieser maximalen Energie ausgesandt [4, S. 353]. Diese maximale Energie entspricht gerade der Beschleunigungsspannung  $\beta$ , S.203].

$$U_0 \cdot e = \frac{hc}{\lambda_{min}} = E_{max} \tag{2.1}$$

#### 2.1.2 Charakteristisches Röntgenspektrum

Ein in das Anodenmaterial eindringendes Elektron kann aus dem Inneren der Hülle eines Atoms ein Elektron herausschlagen, ohne den Rest der Hülle zu verändern. Dazu muss das einfallende Elektron mindestens die Bindungsenergie des zu entfernenden Elektrons mitbringen. Eine Anregung eines inneren Elektrons in die nächsthöhere Schale oder Unterschale ist nicht möglich, weil alle Zustände der inneren Schalen vollständig besetzt sind und nach dem Pauli-Prinzip darüber hinaus keine weiteren Zustände mehr zur Verfügung stehen. Ist die Energie des eindringenden Elektrons gross genug, um ein Elektron aus der K-Schale zu entfernen, so entsteht an dieser Stelle eine Lücke, in die ein anderes Hüllenelektron unter Emission eines Photons nachrücken kann. Am wahrscheinlichsten ist dies ein Elektron aus der nächsten Schale, der L-Schale, weil die L-Elektronen räumlich der K-Schale am nächsten sind. Es können aber auch Elektronen von höheren Schalen in die frei gewordene Stelle der K-Schale nachrücken, jedoch mit erheblich kleinerer Wahrscheinlichkeit [4, S. 354]. Wird die Leerstelle durch das Herabfallen eines Elektrons aus einer äusseren Schale gefüllt, z.B. durch ein Elektron aus der L-Schale, dann ist dieser Vorgang begleitet von der Emission der Röntgen Linie  $K_{\alpha}$ . Falls das Atom genug Elektronen enthält, können die Leerstellen der K-Schale auch durch ein Elektron aus der M-Schale gefüllt werden. Dieser Übergang wird im Spektrum als  $K_{\beta}$  Linie bezeichnet [6, S.7].

Abbildung 2.2 zeigt weitere Übergänge.



Abbildung 2.2: Röntgenserien im Termschema der inneren Schalen [7, S.33].

Tabelle 2.1: Literaturwert	e für die	e Energie d	er Röntger	nemission	slinien in	keV	[7,	, S.36	1
----------------------------	-----------	-------------	------------	-----------	------------	-----	-----	--------	---

Element	$K\alpha_1$	Kα <sub>2</sub>	$K\beta_1$	$L\alpha_1$	$L\alpha_2$
<sup>29</sup> Cu	8.04778	8.02783	8.90529	0.9297	0.9297
<sup>32</sup> Ge	9.88642	9.85532	10.9821	1.188	1.188

### 2.2 Röntgenfluoreszenz

Durch die Beleuchtung von reinen Targetmaterialien mit einer Röntgenquelle erhält man Strahlung bei Energien, die charakteristisch sind für das beleuchtete Element. Dieser Prozess nennt sich Röntgenfluoreszenz. Röntgenfluoreszenz, XRF<sup>1</sup>, findet breite Anwendung bei chemischen Analysen, Untersuchung von Detektoren (vgl. [8]) und soll auch hier genutzt werden um verschiedene Energiespektren zu erzeugen. Röntgenfluoreszenz funktioniert nach dem selben Prinzip des charakteristischen Röntgenspektrums: die Anregung geschieht jedoch durch die Absorption eines Photons. Die Primärstrahlung der Röntgenquelle trifft auf ein externes Target, das dann charakteristische Röntgenstrahlung und vereinzelt Bremsstrahlung abstrahlt. Die emittierte Strahlung ist pseudomonochromatisch, da sie nicht nur Strahlung einer Wellenlänge enthält. Der Grad der Monochromatisierung kann durch Filter oder durch Reflexion an Einkristallen durch Erfüllung der Bragg-Bedingung verbessert werden. Typische Sekundärtargets sind, in abnehmender Ordnung der Energie der *K* $\alpha$  Emission: Gd, Sn, Ag, Mo, Ge, Cu, Fe, Ti und Al [6, S.207, S.208]. Die Fluoreszenzeffizienz wird mit sinkender Ordnungszahl kleiner und fällt nach Ti rapide ab [6, S.208].

Die Effizienz der Anregung von XRF Linien hängt von der Energieverteilung der einfallenden Primärstrahlung ab. Um XRF anzuregen, sollte die Primärstrahlung Energien über der Absorptionsenergie der Linien des anzuregenden Elements haben; adäquate Anregung kommt durch Röntgenstrahlen mit hoher Energie

<sup>1</sup> engl. X-Ray Fluorescence, XRF

zustande und üblicherweise sollte die Röntgenröhrenspannung 1.5 bis 2 mal die Absorptionsenergie des Elements sein. Durch diese Überspannung wird gewährleistet, dass ein substantieller Anteil des Röntgenröhrenspektrums für die Anregung der erwünschten charakteristischen Linien vorhanden ist [6, S.202].

### 2.3 X-SNSPD

Es wurde gezeigt, dass mit SNSPDs eine Zeitauflösung von weniger als 30 ps [9] und Zählraten bis zu 2 GHz [10] im optischen und infraroten Bereich möglich sind.

Für SNSPDs gibt es unterschiedliche Designs; in [1, Abschnitt 2.3] findet sich eine Übersicht. Die Designs basieren auf Nanometer dicken Drähten aus einem supraleitenden Material, das auf einem Substrat aufgebracht wird. SNSPDs werden typischerweise aus einem 4.5 bis 6 nm dicken, supraleitenden Film hergestellt. Durch Verdickung der Leiterbahnen auf 100 nm lassen sich auch Photonen mit höheren Energien, z.B. von Röntgenquellen detektieren. Diese werden Röntgen supraleitende Nanodraht Einzelphotonendetektoren (engl. X-ray Superconducting Nanowire Single-Photon Detectors, X-SNSPDs) genannt [3].



Abbildung 2.3: 100 nm dicker TaN X-SNSPD auf Saphirsubstrat aus [11, S. 88]

Der Nanodraht ist mäandrierend aufgebracht um damit trotz einer geringen Drahtbreite eine möglichst grosse Fläche abzudecken. Dadurch kann der Füllfaktor erhöht werden und damit auch die Wahrscheinlichkeit ein auftreffendes Photon zu detektieren. Die Detektionswahrscheinlichkeit hängt auch vom verwendeten supraleitenden Material ab. Ta hat eine höhere Elektronendichte als das oft eingesetzte Nb. Die höhere Elektronendichte führt zu einer geringeren Eindringtiefe von Photonen in TaN Detektoren und damit zu einer höheren Nachweiseffizienz.

#### 2.3.1 Detektionsprinzip

Für SNSPD ist das Detektionsprinzip wie folgt: Ein auftreffendes Photon aus dem optischen oder infraroten Wellenlängenbereich bricht Cooper-Paare auf. Durch Stromumverteilung aufgrund mehrerer Prozesse wird die Supraleitung in einem Bereich des Drahtes zerstört. Der normalleitende Bereich hat einen endlichen Widerstand der über eine Vierpunktmessung eine Spannung gemessen werden, die sich zur Photonenzählung nutzen lässt. Für X-SNSPDs ist aufgrund der höheren Energie der Röntgenphotonen die Störung so gross, dass je nach Temperatur und Querschnittfläche des Streifens ein Photon die gesamte Breite normal leitend machen kann.



Abbildung 2.4: Funktionsweise eines SNSPD aus [1]

Für SNSPDs wurde für den Ablauf des Detektionsmechanismus folgendes Modell entwickelt (nach **1**] und [12]):

- i Der supraleitende Nanodraht wird unterhalb der kritischen Temperatur von einem subkritischen Biasstrom  $I < I_C$  durchströmt
- ii Ein Photon wird absorbiert. Dessen Energie reicht aus um einige Cooperpaare aufzubrechen. Dadurch entsteht ein kleiner Widerstand , Hotspot genannt: dessen Durchmesser ist jedoch kleiner als die Breite des Nanodrahts.
- iii Der Strom muss um die Peripherie des Hotspots fliessen. Mehrere Prozesse führen dazu, dass der normalleitende Bereich sich ausdehnt.
- iv Dies führt zu einem Zusammenbruch der Supraleitung über die Breite des Drahts.
- v Erzeugung von Joulscher Wärme über den DC Bias fördert die Vergrösserung der normalleitenden Zone entlang der Drahtachse.

vi Die Wärme wird durch die externe Kühlung abgeführt, so dass der Nanodraht wieder supraleitend wird.

 $\tau_1$  und  $\tau_2$  charakterisieren die Zeitdauer der Detektion und Erholung.  $\tau = \tau_1 + \tau_2$  ist die Totzeit des Detektors.

Die mikroskopischen Mechanismen der Detektion in supraleitenden Nanodrähten sind Gegenstand aktueller Untersuchungen [12].



**Abbildung 2.5:** Typische Spannungspulse für TaN X-SNSPDs (Detektor TaN-A und TaN-B) mit eingezeichneter Amplitude A und Pulslänge  $T_p$  aus [11, S. 67]

Die Pulsamplitude *A* ist definiert als der Betrag des ersten Pulsmaximums. Die Auswertung der gemessenen Spannungssignale lässt Rückschlüsse auf die Energie zu. Die Amplituden der Detektionspulse variieren signifikant. Der Ursprung der Amplitudenvariation kann dem Widerstand der normalleitenden Domäne zugeschrieben werden. Dieser ist von der Grössenordnung 1 $\Omega$  [11, S.100]. Da dieser kleiner ist als die 50 $\Omega$ Impedanz des Koaxialkabels zur Signalauslesung, ist der Spannungsabfall über den Detektor abhängig von diesem Widerstand und daher von der Grösse der normalleitenden Domäne. Dies im Unterschied zu dünn-SNSPDs, wo der Widerstand der normalleitenden Domäne einige hundert  $\Omega$  betragen kann; daher kann der Spannungsabfall nicht so stark variieren wie im X-SNSPD. Experimente mit 6 nm dünnen NbN SNSPDs haben gezeigt, dass die Röntgen Photon Detektion hauptsächlich durch Photoabsorption im Saphirsubstrat und sukzessive Energiediffusion in die supraleitende Meanderstruktur passiert [13]. Die genaue Rolle der Substrate im Detektionsprozess für Röntgenphotonen für dünn- und dick-film (X-)SNSPD ist noch nicht vollständig verstanden und benötigt noch weitere Untersuchungen [11, S.116].

#### 2.3.2 Energieauflösung

Semenov *et al* haben gezeigt, dass für SNSPDs aus NbN eine Energieauflösung von 0.55 eV für einzelne Photonen im Infrarotbereich zwischen 0.8 und 1.2 eV möglich ist [14].

In vorgängigen Untersuchungen, welche K. Inderbitzin durchgeführt hat, wurden aus NbN und TaN 100 nm dicke X-SNSPD hergestellt und bezüglich ihrer Photondetektionsfähigkeit untersucht. Im Bereich von 8 bis 10 keV ist mit NbN Detektoren eine Energieauflösung leicht besser als 1.5 keV möglich. Dies wird dadurch begründet, dass die Hauptemissionslinien der Quelle um 8.4 keV und 9.7 keV unterschieden werden können, aber die Doubletlinie bei 9.7-10.0 keV nicht aufgelöst werden kann (vgl. Abbildung 2.6). Mit TaN X-SNSPDs kann allerdings eine bessere Detektor Performance erreicht werden als mit gleich dicken NbN Filmen, bezüglich Detektionseffizienz, Latching und Pulsamplituden [11, S. 115].

Eine genaue Charakterisierung der Energieauflösung von X-SNSPDs steht noch aus.



**Abbildung 2.6:** Die Achsen oben und rechts bezeichnen das Röntgenröhren Spektrum bei  $U_A = 30$ kV (gestrichelte rote Linie). Berücksichtigt man die Transmission durch das 0.1mm dicke Fenster des Kryostaten aus Kapton, die 1  $\mu$ m dünne thermische Abschirmung aus Aluminium und die Absorption im 100 nm dicken Niobium, dann zeigt die rote Linie die relative Wahrscheinlichkeit für die Absorption eines Photons. Die Achsen links und unten bezeichnen die Histogramme der Spannungsignalamplituden für Photonen aus der Röntgenquelle bei unterschiedlicher Anodenspannung und der radioaktiven Fe-55 Quelle. Die Histogramme verwenden eine Binbreite von 4 mV (5.2 mV für die Fe-55 Daten) und sind bei 79 mV normalisiert, da dies über dem Rauschlevel liegt. Die zwei roten Pfeile zeigen bevorzugte Puls Amplituden, die den charakteristischen Hauptemissionslinien bei 8.3-8.4 kV und 9.7-10.0 kV zugeschrieben werden können. Aus [11, S. 97]

### 3.1 Halterung

Ein wichtiger Teil dieser Arbeit war es, eine Halterung zu entwerfen, die das einfache Austauschen von Proben zur Bestrahlung mit der Röntgenquelle zulässt, aber auch die räumlichen Beschränkungen durch den externen Bleistrahlenschutzmantel gut ausnutzt. Der Abstand zwischen Target und Fenster des Kryostaten sollte möglichst minimiert werden, um den schwachen Effekt der Röntgenfluoreszenz nicht noch zusätzlich abzuschwächen. Zudem sollten keine zusätzlichen Löcher in den Kryostaten gebohrt werden um die Halterung zu befestigen. Aus der in Abschnitt 2.2 aufgeführten Liste von Elementen, die sich gut für XRF eignen, wurden zwei ausgewählt: <sup>29</sup>Cu<sup>1</sup> und <sup>32</sup>Ge. Die Probe wird im Illuminationsbereich der Röntgenquelle positioniert. Kupfer und Germanium eigneten sich durch einfache Bearbeitung, nicht-toxische Eigenschaften und Verfügbarkeit. Aus Platzgründen mussten die Proben auf 2 mm Dicke und 10 mm Durchmesser dimensioniert werden. Zusätzlich musste der Röntgenstahlquerschnitt durch eine Bleiabschirmung verkleinert werden, die direkt auf der Röntgenquelle montiert wird. Die nötigen Teile wurden in Solidworks entworfen und dann hergestellt. Alle erstellten Pläne finden sich im Anhang B.



(a) Entworfene Halterung inklusive Probenbefestigung



(b) Röntenquelle am Kryostaten montiert; bei geöffnetem Strahlenschutz

Abbildung 3.1: Vergleich Entwurf und tatsächlicher Aufbau. Zusätzlich sichtbar sind in Abbildung 3.1b die Schläuche der Wasserkühlung der Quelle und die elektrische Verkabelung.

<sup>1</sup> OFHC (Oxygen-free high thermal conductivity) Kupfer

### 3.2 Funktionalität der Konstruktion

In einem ersten Teil soll die Funktionalität der Konstruktion mit einem kommerziellen Detektor überprüft werden. Der dafür verwendete Aufbau wird hier beschrieben.





Die verwendete Röntgenquelle ist eine 'Water-Cooled Radiation Shielded X-ray Tube' Neptune 5200 Series mit Wolfram Anodenmaterial von Oxford Instruments [15]. Diese kann bei einer variablen Anodenspannung zwischen 0 und 49.99 kV und variablem Anodenstrom zwischen 0 und 2 mA über eine externe Steuerung betrieben werden. Der Anodenstrom wird über ein digitales Multimeter, und einer GPIB Schnittstelle an einem Computer, mittels der Software Labview, aufgenommen. Mit einem XPIN-BT Röntgendetektor von Moxtek wird die Energie der Röntgenfluorsezenzphotonen gemessen. Das Detektorsignal wird mit dem analogen Modul '450 Research Amplifier' von ORTEC verstärkt und Pulse geformt. Das ORTEC '926 ADCAM MCB' Modul ist ein NIM <sup>2</sup> Modul, das für hochleistungsfähige Datenakquisition in nuklearer Spektroskopie entwickelt wurde [16].

<sup>2</sup> engl. Nuclear Instrumentation Modul, NIM



Abbildung 3.3: Schematische Darstellung des Aufbaus. Der blaue Strahl symbolisiert den Weg der Röntgenstrahlung, der rote Strahl den Weg der Röntgenfluoreszenz. Der Winkel  $\alpha$  beträgt 45 °.



**Abbildung 3.4:** Verwendeter Aufbau. Der XPIN-BT wurde mit Scotchtape an den Kryostaten geklebt, um Verschiebungen beim Verschliessen des Schutzmantels vorzubeugen.

Der Röntgenstrahl wird durch einen Bleikollimator auf die Probengrösse eingeschränkt. Im Kryostaten werden nur die vordere Hälfte der Abschirmungselemente eingebaut um zusätzliche Absorption der Photonen im Kryostatmaterial zu vermeiden. Auf dem Probenhalter wird eine Tantalplatte mit einem Loch montiert. Dies ist notwendig, damit der Detektor bei direkter Bestrahlung nicht in Sättigung geht. Für die Fläche des Lochs wird (0,0763  $\pm$  0,0005) mm<sup>2</sup> unterstellt.



**Abbildung 3.5:** Probenhalter des Kryostaten aus Kupfer mit montierter Tantal Platte. Oben ist das Kupferband für die thermische Kopplung.



**Abbildung 3.6:** Mikroskopaufnahme zur Ausmessung des Lochs in der Tantalscheibe. Diese ist auf dem Probenhalter im Kryostaten montiert.

#### 3.2.1 Detektor



Abbildung 3.7: Moxtek XPIN-BT Detektor, [17]

Der 'XPIN-BT X-ray Detector' von Moxtek ist ein kompakter Detektor mit eingebauter zweistufiger thermoelektrischer Kühlung, der sich für energiedispersive Röntgenfluoreszenzanalysen (ERDFA)<sup>3</sup> eignet. XPIN-BT Detektoren verwenden eine 625  $\mu$ m Silizium PIN Diode<sup>4</sup>, einen multi-layer Kollimator und ein Berylliumfenster. Das Berylliumfenster ist in zwei verschiedenen Grössen erhältlich. Hier wurde mit der 6 mm<sup>2</sup> und 25  $\mu$ m dicken Version gearbeitet, die eine höhere Energieauflösung zulässt. [18]



Abbildung 3.8: Die Transmissionwahrscheinlichkeit berechnet für das Beryllium Fenster und die Silizium Diode. Berechnet mit http://henke.lbl.gov/

Im angestrebten Energiebereich führt dies zu einer Detektionseffizienz von fast 100% und kann als konstant angenommen werden.

<sup>3</sup> engl. Energy Dispersive X-Ray Fluorescence, EDXRF

<sup>4</sup> engl. Positive Intrinsic Negative Diode, PIN Diode

#### 3.2.2 Detektionsprinzip

Der Detektor ist an einem externen Netzgerät angeschlossen. Die Auflösung ist während der Inbetriebnahme nicht stabil; es muss gewartet werden, bis die Betriebstemperatur von -35 ° C erreicht wird. Der Detektor misst die Energie der eintreffenden Röntgenphotonen. Durch Absorption im empfindlichen Bereich entstehen Elektron-Lochpaare. Deren Anzahl ist proportional zu der Energie des Photons [19, S. 378]. Über den BNC Anschluss wird entweder ein Digitaler Puls Prozessor oder ein Analoger Pulse Shaping Amplifier angeschlossen. Hier wird das analoge Modul '450 Research Amplifier' von ORTEC verwendet. Im Betrieb ist das unverarbeitete Detektorsignal eine Sägezahnfuktion mit jeweils 4 V Spannungsabfall. Wenn ein Photon detektiert wird, wird eine Stufe im Signal der Rampe erzeugt. Die Höhe der Stufe entspricht der Energie des Photons, wobei höhere Stufen höhere Energie bedeuten.





(a) Detektorsignal ohne zusätzliche Signalverarbeitung

**(b)** Detailsicht: Detektorsignal (rot), verarbeitetes Signal (blau).



### 3.3 Untersuchung eines X-SNSPD

In einem zweiten Schritt wird ein X-SNSPD in den Kryostat eingebaut. Zuerst wird mit dem Originalspektrum der Röntgenquelle gemessen. Dann wird die Konstruktion zur Bestrahlung mit Fluoreszenzspektren montiert und Messungen mit den <sup>29</sup>Cu und <sup>32</sup>Ge Targets durchgeführt.

Das Signal des X-SNSPD wird über ein Koaxialkabel aus dem Kryostaten geführt, dann durch eine Verstärkerkette verstärkt und mit einem Tektronix DPO 7354 ausgelesen. In früheren Experimenten war ein Verstärker im Kryostaten platziert, jedoch hatte dieser eine grosse Joulsche Wärmeleistung. Um die Kühlung zu optimieren wurde dieser neu ausserhalb angebracht. Die neue Verstärkerkette funktioniert einwandfrei und wurde bereits für die Untersuchung von SNSPDs eingesetzt. Die Temperaturkontrolle des Kryostaten wird über die Software Labview gesteuert.

### 3.3.1 Kryostat

Um die nötigen tiefen Temperaturen zu erreichen, wird mit einem optischen <sup>4</sup>He Kryostat der Janis Research Company gearbeitet, der mit einer <sup>3</sup>He Option ausgestattet ist. Mit dieser können Temperaturen < 1K erreicht werden. Jedoch kommt die <sup>3</sup>He Option nicht zum Einsatz, da die Messungen bei 4.5 K durchgeführt werden können. Bei der Probe ist eine Heizung angebracht um andere Temperaturen erreichen zu können als nur die des Wärmereservoirs. Das <sup>4</sup>He Reservoir ist mit einer Vakuumisolation umschlossen. Um Hohlraumstrahlung von ausserhalb des Kryostaten abzuschirmen und somit den <sup>4</sup>He Verbrauch zu minimieren, wird das <sup>4</sup>He Reservoir zusätzlich von einem LN<sub>2</sub> Reservoir umgeben, welches wiederum durch ein Vakuum gegen die Raumtemperatur isoliert ist. Beim Probenhalter hat es optische Öffnungen in den Umhüllungen nach aussen, um den Detektor auch mit optischem Licht untersuchen zu können. Der Detektor wurde für die Experimente in dieser Arbeit über ein Kupferband zusätzlich mit dem He Reservoir in thermischen Kontakt gebracht (vgl. Abbildung 3.5).



Abbildung 3.10: Innerer Aufbau des Kryostaten. Aus [20]

## 4.1 Spektren

Folgende Messreihen wurden für die Datenakquisition mit der <sup>29</sup>Cu und <sup>32</sup>Ge Probe durchgeführt. Die Messungen wurden nach einer Detektor live-time von 600s von der Software 'Maestro Ortec' beendet.

Anodenspannung in kV	Anodenstrom in mA
20	0.25
20	0.50
20	1.00
20	1.25
20	1.50
20	1.75
20	2.00
25	1.00
30	1.00
35	1.00
40	1.00
45	1.00
50	0.25
50	0.50
50	0.75
50	1.00
50	1.25
50	1.50
50	1.75
50	2.00

In einer ersten Messreihe wurde bei niedrigen Energien ein wesentlicher Peak festgestellt. Der hohe Peak <sup>1</sup> in diesem Bereich ist durch unerwünschte Effekte in der analogen Elektronik zu erklären. Diese führten zu erheblicher Detektortotzeit und unbrauchbaren Messwerten. Durch Anpassung des LLD <sup>2</sup> des 926 ADCAM MCB konnte dies für eine zweite Messreihe verbessert werden.

<sup>1</sup> auch bekannt als Pedesto Peak

<sup>2</sup> engl. Low Level Discriminator, LLD

#### 4.1.1 Anodenstrommessung

Über das digitale Multimeter wurde mit Labview der Verlauf des Anodenstroms während der Durchführung aufgezeichnet. Aufgrund der minimalen zeitlichen Abweichung kann der Anodenstrom für die Dauer einer Messung als konstant betrachtet werden.



**Abbildung 4.1:** zeitlicher Anodenstromverlauf während der Durchführung des Experiments bei 50kV Anodenspannung und 0.5 mA Anodenstrom für die <sup>29</sup>Cu Probe

Mit einem Wert von  $(0.500038 \pm 0.00007)$ mA zeigt sich hier beispielhaft für die anderen Messreihen der Anodenstromverlauf. Die zeitlichen Unterschiede sind so geringfügig, dass sie wohl auf Konversionsfehler des ADC<sup>3</sup> im Messgerät zurückzuführen sind.

### 4.2 Auswertung

Allgemein besteht bei energiedispersiver Spektroskopie das Spektrum aus elementspezifischen Peaks und einem breiten unspezifischen Untergrund, der durch Bremsstrahlung im Detektor erzeugt wird. Dieser ist jedoch vernachlässigbar klein.

<sup>3</sup> engl. Analog to Digital Converter, ADC



**Abbildung 4.2:** Detektierte Ereignisse im gesamten Energiebereich des Detektors für die <sup>31</sup>Ge Probe.



**Abbildung 4.3:** Detektierte Ereignisse im gesamten Energiebereich des Detektors für die <sup>29</sup>Cu Probe.

Bei höherer Anodenspannung (siehe Abbildung 4.2b und Abbildung 4.3b) werden deutlich mehr Ereignisse detektiert. Für Germanium finden sich bei 20 kV und 50 kV Anodenspannung drei erkennbare Spitzen. Die Spitzen bei 10 KeV und 11 keV sind die durch die Auflösung des Detektors verbreiterten, erwarteten Fluoreszenz Linien von <sup>31</sup>Ge. Zudem ist das ursprüngliche Spektrum der Röntgenquelle nicht mehr erkennbar, insbesondere die Peaks des Anodenmaterials und das starke Bremsstrahlungsspektrum der Röntgenquelle sind nicht vorhanden. Bei der Kupferprobe finden sich bei 20 kV und 50 kV Anodenspannung auch drei klar erkennbare Spitzen im Bereich zwischen 8 keV und 9 keV. Die zwei Spitzen bei 8 keV und 9 keV sind die durch die Auflösung des Detektors verbreiterten Fluoreszenz Linien von <sup>29</sup>Cu. Auch ist wieder das Bremsspektrum nicht sichtbar.

Wenn mit den K-Linien von Elementen höherer Ordnungszahl gearbeitet wird, wie z.B. Pb oder U, wird die Linienbreite wichtig. In solchen Fällen bietet es sich an, die Spektren einer Voigtfunktion anzupassen [6, S.282]. Eine Voigtfunktion ist eine Faltung einer Gausschen Normalverteilung mit einer Lorentz-Kurve. Die Motivation dafür ist der Ursprung der Röntgenfluoreszenz als ein quantenmechanisches Resonanzphänomen und die Faltung mit der Gaussverteilung durch nicht-vernachlässigbare normalverteilte Effekte des Detektors. Es wurde versucht, die experimentellen Daten mit Voigtprofilen anzufitten. Die Ergebnisse stellten sich allerdins als schlechter heraus, verglichen mit den Resultaten für reine Gaussverteilungen. Basierend auf obiger Begründung wurden deshalb ausschliesslich Gaussverteilungen zur Beschreibung der Daten verwendet:

$$G(x; A, \mu, \sigma) = \frac{A}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} e^{\frac{-(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}$$
(4.1)

Die Normalverteilung wird durch drei Parameter charakterisiert: Die Position des Maximums  $\mu$ , die Breite  $\sigma$  und Fläche *A*. Gleichung 4.1 ist bis auf den Faktor *A* eine Normalverteilung. Die Fläche *A* ist direkt proportional zu der Anzahl detektierter Photonen [6, S. 281].  $\sigma$  lässt Rückschlüsse auf das Auflösungsvermögen des Detektors zu.

Die zwei Linien für  $K\alpha_1$  und  $K\alpha_2$  für <sup>29</sup>Cu ( $\Delta E = 19.95 \text{ eV}$ ) und <sup>32</sup>Ge ( $\Delta E = 31.1 \text{ eV}$ ) sind zu nahe beieinander für das Auflösungsvermögen des Detektors<sup>4</sup>. Unter Einführung von Zwangsbedingung lassen sich dennoch die einzelnen Parameter der beiden Normalverteilungen für  $K\alpha_1$  und  $K\alpha_2$  reproduzierbar bestimmen. Unter maximaler Anzahl Freiheitsgrade sind die Fits sehr stark vom Startwert abhängig und daher ungeeignet [6, S.283]. Es wird hier beispielshalber ein Fit mit einer Summe aus zwei Normalverteilungen gemacht, unter der Zwangsbedingung der Verhältnisse der Intensitäten der Linien anhand von Literaturwerten, um die Anzahl Parameter zu minimieren.

<sup>4 148</sup> eV mit  $^{55}$ Fe mit 8 $\mu$ s Shaping Time bei -55 ° C [18]



**Abbildung 4.4:** Spektrum mit <sup>32</sup>Ge Target bei 50kV Anodenspannung und 1mA Anodenstrom. Gezeigt wird die Aufteilung der *K* $\alpha$  Peaks in *K* $\alpha_1$  und *K* $\alpha_2$ . Die Summe der *K* $\alpha_{1,2}$  (rot) kann sehr gut als einzelne Gausskurve (schwarz) angenähert werden.

Die beobachtete Peakform der K-Linien kann als Einhüllende der  $K\alpha_1$  und  $K\alpha_2$  interpretiert werden. Diese kann jedoch sehr gut mit einer einzelnen Gausskurve dargestellt werden [6, S.282]: es gibt eine minimale Verschiebung von  $\mu$  zu leicht kleineren Energien aufgrund des Ungleichgewichts der Intensitäten von  $K\alpha_{1,2}$ . Bei der Berechnung der FWHM gibt es mit dieser Methode der Anpassung einer einzelnen Gausskurve statt einer Summe aus zwei Gausskurven insbesondere bei hohen Photonenergien (>12 keV) Abweichungen [6, S.283]. Dies ist aber im untersuchten Energiebereich noch nicht problematisch.

Es ist zu erwarten, dass auch mit einem X-SNSPD die kleine Energiedifferenz von  $K\alpha_{1,2}$  nicht aufgelöst werden kann [11]. Daher ist der Fit mit einer einzelnen Gausskurve nach Gleichung 4.1 für  $K\alpha$  und  $K_{\beta}$ hinreichend gut.

Die Daten werden zunächst um das Hintergrundsignal bereinigt. Das Hintergrundsignal wird durch Mitteln der Einträge der Messdaten ausserhalb der ROIs<sup>5</sup> ermittelt. Nach Abzug des Hintergrunds werden die Daten  $A, \mu, \sigma$ , mit einem nicht-linearen Least-Square Fit in der Python-Software gefittet. Dieser basiert auf dem Levenberg-Marquardt Algorithmus.

<sup>5 (</sup>engl. Region Of Interest, ROI)



Abbildung 4.5: Spektrum der Proben bei 50kV Anodenspannung mit 1mA Anodenstrom. Gezeigt wird jeweils die ROI mit den gefitteten Kurven

Es wurden mehrere Spektren bei konstanter Anodenspannung mit variablem Anodenstrom gemessen. Aus den Resultaten der Fits dieser Spektren wird zusätzlich der gewichtete Mittelwert der  $\mu_i$  mit den dazugehörigen Unsicherheiten der  $m_{\mu i}^{6}$  für die  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$  berechnet, um die Position der Peaks mit Literaturwerten vergleichen zu können. Dadurch lassen sich auch zusätzlich auftretende Peaks, die nicht auf die Targetmaterialien zurückzuführen sind, anderen im Kryostaten vorhandenen Materialien zuordnen. Der gewichtete Mittelwert  $\mu$  wird berechnet nach:

$$\bar{\mu} = \frac{\sum_{i} \mu_{i}/m_{i}^{2}}{\sum_{i} 1/m_{i}^{2}}$$
(4.2)

Mit den dazugehörigen Unsicherheit auf den gewichteten Mittelwert

$$\sigma_{\bar{\mu}} = \frac{1}{\sum_i 1/m_i^2} \tag{4.3}$$

<sup>6</sup> der Übersichtlichkeit halber hier *m<sub>i</sub>* 

#### 4.2.1 Germanium Target



**Abbildung 4.6:** Gemessene Spektren mit <sup>32</sup>Ge Target bei 20kV und 50kV Anodenspannung mit variablem Anodenstrom im Bereich der primären Fluoreszenz Linien  $K\alpha$ ,  $K\beta$ 

Beobachtet werden die zwei ausgezeichneten Spitzen bei etwa 9.9 keV und 11 keV, die zum Element passen und eine Spitze bei 8keV, die man nicht bei <sup>32</sup>Ge erwarten würde. Eine Verschiebung der Peakposition  $\mu$  bei unterschiedlichem Anodenstrom kann weder bei 20 kV noch bei 50 kV Anodenspannung festgestellt werden. Bei zunehmendem Anodenstrom und konstanter Anodenspannung nehmen die detektierten Ereignisse linear zu.

Die Ergebnisse der Fits sind im Anghang A tabelliert. Mit diesen ergeben sich nach Gleichung 4.2 für die gewichteten Mittelwerte

Probenmaterial	Anodenspannung	<i>K</i> α in keV	$K\beta$ in keV
<sup>32</sup> Ge	20 kV	$9.8674 \pm 0.0001$	$10.9676 \pm 0.0004$
<sup>32</sup> Ge	50 kV	$9.8633 \pm 0.0001$	$10.9717 \pm 0.0001$

Der dritte Peak bei 8 keV wächst wie die Fluoreszenzlinien auch mit steigendem Anodenstrom und zeigt dadurch ähnliche Abhängigkeiten vom Anodenstrom und Spannung. Dieser Peak kann aufgrund seiner Position, ausgehend von der Auswertung der Fits, der  $K\alpha$  Linie von Kupfer zugeschrieben werden. Im Kryostaten hat es viele Teile aus Kupfer; insbesondere die Probenhalterung gezeigt in Abbildung 3.5 ist aus Kupfer, welche die Photonen auf ihrem Weg zum Detektor noch durchqueren müssen. Mit grosser Wahrscheinlichkeit kann daher gesagt werden, dass dieser verhältnismässig kleine Effekt tertiär Strahlung durch Anregung mit quasimonochromatischen Strahlen der Sekundärstrahlung zugeschrieben werden kann. In der ersten Messreihe wurde dieser jedoch aufgrund der falschen Einstellungen nicht beobachtet: das Hintergrundsignal war zu gross.

#### 4.2.2 Kupfer Target



**Abbildung 4.7:** Gemessene Spektren mit <sup>29</sup>Cu Target bei 20kV und 50kV Anodenspannung mit variablem Anodenstrom im Bereich der primären Fluoreszenz Linien  $K\alpha$ ,  $K\beta$ 

Die Ergebnisse aus den Fits sind im Anghang A tabelliert. Mit diesen ergeben sich nach Gleichung 4.2 für die gewichteten Mittelwerte

Probenmaterial	Anodenspannung	<i>K</i> α in keV	$K\beta$ in keV
<sup>29</sup> Cu	20 kV	$8.0193 \pm 0.0001$	$8.8858 \pm 0.0002$
<sup>29</sup> Cu	50 kV	$8.0154 \pm 0.0001$	$8.8813 \pm 0.0001$

Es taucht ein dritter Peak bei 8.4 eV auf, der wieder Abhängigkeiten vom Anodenstrom und Spannung zeigt. Dieser kann jedoch weder dem Targetmaterial, noch einem Material im Kryostaten zugeordnet werden. Obwohl das Kupfer Target nicht monokristallin ist, wurde die Ausrichtung des Targets verändert um die Möglichkeit einer zufälligen Erfüllung der Bragg Bedingung auszuschliessen. Der zusätzliche Peak bleibt vorhanden. Der gewichtete Mittelwert der Position des dritten Peaks ist bei (8.3722 ± 0.0005)keV. Dies wäre nahe bei der sehr intensiven *L* $\alpha$  Linie von Wolfram, dem Anodenmaterial. Für Winkel < 1° nimmt die Reflektivität eines flachen Targets stark zu[6, S.559]. Jedoch ist Reflexion des Originalspektrums aufgrund des grossen Einfallswinkels von  $\alpha = 45^{\circ}$  unwahrscheinlich.

#### 4.2.3 Detektorauflösung

Aus dem Parameter  $\sigma$  aus Gleichung 4.1 lässt sich die Energieauflösung des Detektors bestimmen. Diese entspricht der Halbwertsbreite jedes Peaks. Die Halbwertsbreite FWHM<sup>7</sup> lässt sich wie folgt berechnen

<sup>7</sup> engl. Full Width at Half Maximum, FWHM

$$FWHM = 2\sqrt{2ln(2)}\sigma\tag{4.4}$$

Für das <sup>32</sup>Ge und <sup>29</sup>Cu Target werden nach Gleichung 4.4 die Energieauflösungen bei  $K\alpha$  und  $K\beta$  aus dem gewichteten Mittelwert der  $\sigma$  berechnet.

Probenmaterial	FWHM bei $K\alpha$ in eV	FWHM bei $K\beta$ in eV
<sup>29</sup> Cu	$217.4\pm0.1$	$226.7\pm0.2$
<sup>32</sup> Ge	$228.5\pm0.1$	$249.2\pm0.3$

Die Werte sind leicht grösser als die Optimalwerte des Detektors<sup>8</sup>. Die Diskrepanz kann auf die Unterschiede der verwendeten Ausleseelektronik zu der vom Hersteller verwendeten zurückgeführt werden. Ausserdem ist eine Energieabhängigkeit im Auflösungsvermögen des Detektors sichtbar.

#### 4.2.4 Intensitäten

Um in weiterführenden Experimenten statistisch signifikante Aussagen über die Verschiebungen im Pulsamplitudenspektrum bei X-SNSPDs machen zu können, müssen die Intensitäten pro Fläche und Zeit berechnet und die Abhängigkeiten von Anodenstrom und Anodenspannung betrachtet werden. Diese Intensität lässt sich aus dem Mass der Intensität *A* der Fluoreszenzlinien aus den Fits, der Messzeit  $\Delta t$  und der Fläche des Lochs  $A_{Loch}$  in der Tantalscheibe im Kryostaten berechnen:

$$I = \frac{A}{\Delta t \cdot A_{Loch}} \tag{4.5}$$

mit der Unsicherheit nach dem Gauss'schen Fehlerfortpflanzungsgesetz:

$$m_I = \sqrt{\left(\frac{I}{A} \cdot m_A\right)^2 + \left(\frac{I}{A_{Loch}} \cdot m_{ALoch}\right)^2}$$
(4.6)

<sup>8</sup> Auflösungsvermögen des Detektors: 148 eV mit  $^{55}$ Fe mit 8  $\mu$ s Shaping Time bei -55 ° C [18]



**Abbildung 4.8:** Intensitäten bei unterschiedlichem Anodenstrom bei 20 kV bzw. 50 kV Anodenspannung für das <sup>32</sup>Ge Target und <sup>29</sup>Cu Target

Hier ist die lineare Zunahme der gemessenen Intensität der Sekundärstrahlung bei konstanter Anodenspannung und variablem Anodenstrom der Röntgenquelle gut sichtbar. Dies ist in guter Übereinstimmung mit früheren Messungen, wo der lineare Zusammenhang des Photonenflusses der Quelle bei konstanter Anodenspannung mit Zunahme des Anodenstroms gezeigt wurde.



**Abbildung 4.9:** Intensitäten bei 1mA Anodenstrom bei unterschiedlicher Anodenspannung für das <sup>29</sup>Cu Target und <sup>32</sup>Ge Target

Die Intensität bei konstantem Strom zeigt eine Abweichung für höhere Anodenspannungen von einem linearen Verhalten. Dies lässt sich dadurch erklären, dass bei höherer Anodenspannung auch die mittlere Kinetische Energie der Photonen zunimmt. Die Absorptionstiefe im Material ist abhängig von der Kinetischen Energie. Die Röntgenfluoreszenz wird bei tieferer Absorption mit einer höheren Wahrscheinlichkeit im Targetmaterial selbst absorbiert, was zu der beobachteten Abschwächung der gemessenen Intensität

führen könnte.

Beim Vergleich der gewichteten Mittelwerte der  $\mu_i$  nach Gleichung 4.2 mit Literaturwerten (vgl. Tabelle 2.1.2) ist eine systematische Abweichung von ca. 20 eV vorhanden. Die erhaltenen Werte sind alle zu tief. Dies weist auf eine systematische Ungenauigkeit hin. Die Abweichung kann durch das angewendete Verfahren (vgl. Abschnitt 4.2) für die Auswertung der Messwerte erklärt werden. Zudem könnte hier auch noch eine Ungenauigkeit in der Eichung des Detektors hinzukommen. In der Ortec Maestro Software [21, S.83] wird die Energiekalibration über zwei oder mehr Punkte ausgeführt. Bei zwei Peaks wird ein linearer Fit durchgeführt, bei drei und mehr Peaks ein quadratischer. Hier wurden jeweils nur zwei Peaks verwendet. Trotzdem kann dadurch eine gewisse Ungenauigkeit nicht ausgeschlossen werden, da es dem Experimentator überlassen ist, den Kanal und somit den Punkt für die Kalibration auszuwählen.

### 4.3 Untersuchung eines X-SNSPDs

Zuerst wurde der TaN X-SNSPD mit dem Spektrum der Röntgenquelle bei 2mA Anodenstrom und variabler Anodenspannung untersucht. Für die Anodenspannung wurde gewählt: 10kV, 20kV, 30kV, 40kV und 50kV. Mit dem Digitaloszilloskop Tektronix DPO 7354 wurden mit der Option fastframe zu jedem Spannungswert 10 x 10000 Frames aufgenommen.



Abbildung 4.10: Eine Fastframe Aufnahme: gezeigt werden 1000 einzelne Frames

Es ist eine Abweichung vom normalen Spannungsverlauf im Vergleich zu Abbildung 2.5 vorhanden. Anstatt eines Maximums/Minimums wird ein Doppelpeak beobachtet. Dies ist vermutlich ein Alterungseffekt des Detektors. X-SNSPD sind bei Lagerung anfällig auf Langzeit Strukturschäden oder chemische Änderungen [22].

Dann wurde die Konstruktion für die Röntgenfluoreszenz am Kryostaten montiert. Aufgrund der geringen Detektionsrate wurden 13 x 1000 Frames aufgenommen.



Abbildung 4.11: Histogrammierte Verteilung der Pulsamplituden

Die Anzahl detektierter Ereignisse nimmt deutlich ab. Für die Histogramme werden Werte > 0.4 mV genommen, um elektronische Rauschsignale ausschliessen zu können. Aufgrund der beobachteten Verteilung in Abbildung 2.6 ist davon auszugehen, dass Energien > 20 keV nicht mehr aufgelöst werden können. Auch hier (vgl. Abbildung 4.11) ist der Verlauf der Verteilung für die Spannungspulse ähnlich. Im Bereich > 1.1 mV zeigt die Kurve ein bekanntes Verhalten: Die Pulsamplituden nehmen zwischen 10 kV und 20 kV stark zu, während die Änderung für Anodenspannungen > 20 kV nur sehr klein sind.



Abbildung 4.12: Histogrammierte Verteilung der Pulsamplituden normiert auf die Anzahl Pulse

Der Verlauf entspricht den Erwartungen. Das Pulsamplituden Spektrum verändert sich unter Nutzung von Röntgenfluoreszenz. Zudem zeigt die Verteilung der mit dem Germanium Target gemessenen Pulsamplituden im Vergleich zu denen mit dem Kupfer Target eine Tendenz zu höheren Werten. Dies ist in Übereinstimmung mit den Fluoreszenzenergien. Für allgemeinere Schlussfolgerungen wurden jedoch zu wenig Daten erhoben.

# 5 Ausblick

Da die Funktionalität der in dieser Arbeit hergestellten Konstruktion zur Anbringung der Röntgenquelle am Kryostaten zur Erzeugung von Röntgenfluoreszenz gewährleistet ist, können nun umfangreichere Messreihen mit den bereits erstellten Targets durchgeführt werden. Zusätzlich könnten auch neue Targets aus noch nicht verwendeten Materialien hergestellt werden. Dabei sollten die Elementen aus Abschnitt 2.2 bevorzugt werden.

Mit diesen neuen Möglichkeiten können nun auch neu hergestellte X-SNSPD genauer auf ihre Energieauflösung untersucht werden. Die Messungen sollten aufgrund der geringen Ereignisrate über längere Zeiten durchgeführt werden, um statistisch signifikante Aussagen treffen zu können. Auch sollten die Messungen hauptsächlich im Bereich mit Anodenspannungen < 20kV statt finden, da signifikante Änderungen vor allem bei tieferen Energien beobachtet werden können. Auch wäre es interessant zu sehen, ob diese Änderungen aufgrund der Bestrahlung mit unterschliedlichen Röntgenfluoreszenzspektren im Pulsamplitudenspektrum reproduzierbar sind.

# 6 Danksagung

Ich möchte mich bedanken bei:

Prof. Dr. A. Schilling und seiner Forschungsgruppe für die Möglichkeit meine Bachelorarbeit zu schreiben.

Dr. A. Engel für die gute Betreuung, die Anleitung und wertvolle Hilfe bei Fragen und Problemen.

Herrn R. Maier und dem ganzen Werkstatt-Team für die diversen Ratschläge und Fertigung der Teile.

# Literaturverzeichnis

- [1] Chandra M Natarajan, Michael G Tanner, and Robert H Hadfield. Superconducting nanowire single-photon detectors: physics and applications. *Superconductor Science and Technology*, 25(6):063001, 2012. URL: http://stacks.iop.org/0953-2048/25/i=6/a=063001.
- [2] R Cristiano, M Ejrnaes, A Casaburi, N Zen, and M Ohkubo. Superconducting nano-strip particle detectors. Superconductor Science and Technology, 28(12):124004, 2015. URL: http://stacks.iop.org/ 0953-2048/28/i=12/a=124004.
- [3] K. Inderbitzin, A. Engel, A. Schilling, K. Il'in, and M. Siegel. An ultra-fast superconducting nb nanowire single-photon detector for soft x-rays. *Applied Physics Letters*, 101(16):-, 2012. URL: http://scitation. aip.org/content/aip/journal/ap1/101/16/10.1063/1.4759046.
- [4] Dr. R. HoneckerHonecker Dr. G. Otter. *Atome-Moleküle-Kerne*, volume 1. B. G. Teubner Stuttgart, 2. auflage edition, 1993.
- [5] Eugene Hecht. Optics. Addison-Wesley Publishing Company, 2 edition, 1974.
- [6] René E. van Grieken. Handbook of x-ray spectrometry. Marcel Dekker, 2 edition, 2002.
- [7] Lawrence Berkeley National Laboratory. X-ray data booklet, 2009. URL: http://xdb.lbl.gov/xdb.pdf.
- [8] J E Lees, S L Bugby, L Boie, and C Scoular. Energy response of algaas soft x-ray photon counting detectors. *Journal of Instrumentation*, 9(05):P05003, 2014. URL:http://stacks.iop.org/1748-0221/9/ i=05/a=P05003.
- [9] Eric A. Dauler, Andrew J. Kerman, Bryan S. Robinson, Joel K. W. Joel K. W. Yang, Boris Voronov, Gregory Gol'tsman, Scott A. Hamilton, and Karl K. Berggren. Photon-number-resolution with sub-30-ps timing using multi-element superconducting nanowire single photon detectors. *Journal of Modern Optics*, 2009. URL: http://arxiv.org/ftp/arxiv/papers/0805/0805.2397.pdf.
- [10] A. Korneev, P. Kouminov, V. Matvienko, G. Chulkova, K. Smirnov, B. Voronov, G. N. Gol'tsman, M. Currie, W. Lo, K. Wilsher, J. Zhang, W. Słysz, A. Pearlman, A. Verevkin, and Roman Sobolewski. Sensitivity and gigahertz counting performance of nbn superconducting single-photon detectors. *Applied Physics Letters*, 84(26):5338–5340, 2004. URL: http://scitation.aip.org/content/aip/journal/ap1/84/26/ 10.1063/1.1764600, doi:http://dx.doi.org/10.1063/1.1764600.
- [11] Kevin Michel Inderbitzin. Superconducting Nanowires for Soft X-Ray Single-Photon Detection PhD thesis, UZH, 2013.

#### Literaturverzeichnis

- [12] A Engel, J J Renema, K Il'in, and A Semenov. Detection mechanism of superconducting nanowire single-photon detectors. *Superconductor Science and Technology*, 28(11):114003, 2015. URL: http:// stacks.iop.org/0953-2048/28/i=11/a=114003.
- [13] D. PerezdeLara, M. Ejrnaes, A. Casaburi, M. Lisitskiy, R. Cristiano, S. Pagano, A. Gaggero, R. Leoni, G. Golt'sman, and B. Voronov. Feasibility investigation of nbn nanowires as detector in timeof-flight mass spectrometers formacromolecules of interest in biology (proteins). *Journal of Low Temperature Physics*, 151(3-4):771–776, 2008. URL: http://dx.doi.org/10.1007/s10909-008-9745-2, doi:10.1007/s10909-008-9745-2.
- [14] A. Semenov, P. Haas, B. Günther, H.-W. Hübers, K. Il'in, M. Siegel, A. Kirste, J. Beyer, D. Drung, T. Schurig, and A. Smirnov. An energy-resolving superconducting nanowire photon counter. *Superconductor Science and Technology*, 20(10):919, 2007. URL: http://stacks.iop.org/0953-2048/20/i=10/a=005.
- [15] Oxford Intruments. Water-Cooled Radiation Shielded X-ray Tube Neptune 5200 Series. URL: http: //www.oxford-instruments.com/OxfordInstruments/media/x-ray-technology/data-sheet/ Neptune-5200-Series-X-ray-Tube.pdf.
- [16] Model 926 ADCAM Multichannel Buffer Hardware Manual. URL: www.ortec-online.com/download/ 926-MNL.pdf.
- [17] XPIN-BT X-ray Detector Operation Manual. URL: http://moxtek.com/wp-content/uploads/pdfs/ xpin-bt-x-ray-detector-operation-manual/xpin-bt-manual.pdf.
- [18] XPIN-BT X-ray Detector Datasheet. URL: http://moxtek.com/wp-content/uploads/pdfs/ XPIN-BT-X-ray-Detector-DET-DATA-1001.pdf.
- [19] Glenn Fredrick Knoll. Radiation detection and measurement. Number ISBN 0471073385. John Wiley & Sons, 4th edition, 2010.
- [20] Adrian Aeschbacher. Superconducting nanowire single-photon detectors based on tan thin films. Master's thesis, Universität Zürich, 2011. URL: http://www.physik.unizh.ch/groups/schilling/ bama/MAAeschbacher.pdf.
- [21] MAESTRO-32 MCA Emulator for Microsoft Windows 2000 Professional and XP Professional A65-B32 Software User's Manual Software Version 6.0. URL: http://web.mit.edu/8.13/8.13d/manuals/ Ortec-MAESTRO-software-manual.pdf.
- [22] A. Engel, K. Inderbitzin, A. Schilling, R. Lusche, A. Semenov, H. Hübers, D. Henrich, M. Hofherr, K. Il'in, and M. Siegel. Temperature-dependence of detection efficiency in nbn and tan snspd. *Applied Superconductivity, IEEE Transactions on,* 23(3):2300505–2300505, June 2013. URL: http://ieeexplore. ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=6410354, doi:10.1109/TASC.2013.2239345.

# A

# Fit Auswertung

# Germanium Target Auswertungsdaten

labelle A.1: Ka								
U in kV	I in mA	Α	$m_A$	$\mu$ in keV	$m_{\mu}$ in keV	$\sigma$ in keV	$m_{\sigma}$ in keV	
20	0.25	160.28	0.77	9.8664	0.0005	0.0955	0.0005	
20	0.5	322.09	1.18	9.8664	0.0004	0.0962	0.0004	
20	0.75	482.93	1.32	9.8661	0.0003	0.096	0.0003	
20	1.0	639.01	1.83	9.8663	0.0003	0.0964	0.0003	
20	1.25	797.02	1.78	9.8665	0.0002	0.0963	0.0003	
20	1.5	955.31	2.13	9.867	0.0002	0.0966	0.0003	
20	1.75	1112.11	2.07	9.8681	0.0002	0.0965	0.0002	
20	2.0	1263.84	2.45	9.8695	0.0002	0.0963	0.0002	
25	1.0	1188.01	2.46	9.8661	0.0002	0.0962	0.0002	
30	1.0	1757.12	2.95	9.8656	0.0002	0.0966	0.0002	
35	1.0	2311.96	3.57	9.8656	0.0002	0.0967	0.0002	
40	1.0	2832.2	3.64	9.8657	0.0001	0.0968	0.0001	
45	1.0	3321.57	3.99	9.8654	0.0001	0.0968	0.0001	
50	0.25	933.88	1.97	9.8653	0.0002	0.0961	0.0002	
50	0.5	1901.44	3.18	9.8654	0.0002	0.0969	0.0002	
50	0.75	2830.34	3.73	9.8651	0.0001	0.0967	0.0001	
50	1.0	3758.76	4.53	9.8648	0.0001	0.0968	0.0001	
50	1.25	4698.71	5.55	9.8639	0.0001	0.0974	0.0001	
50	1.5	5648.84	5.65	9.8633	0.0001	0.0974	0.0001	
50	1.75	6602.26	6.65	9.8625	0.0001	0.0979	0.0001	
50	2.0	7565.27	7.56	9.8593	0.0001	0.0979	0.0001	

**Tabelle A.1:** *K*α

A

Tabelle A.2	<b>2:</b> Kβ
-------------	--------------

Tabelle A.2: $K\beta$								
U in kV	I in mA	Α	$m_A$	$\mu$ in keV	$m_{\mu}$ in keV	$\sigma$ in keV	$m_{\sigma}$ in keV	
20	0.25	29.36	0.48	10.969	0.002	0.1102	0.0022	
20	0.5	57.97	0.69	10.9657	0.0015	0.1115	0.0016	
20	0.75	86.11	0.79	10.9658	0.0011	0.1116	0.0013	
20	1.0	115.64	0.99	10.9665	0.0011	0.1108	0.0012	
20	1.25	143.06	1.1	10.9668	0.001	0.1119	0.0011	
20	1.5	172.38	1.19	10.9682	0.0009	0.1103	0.0009	
20	1.75	201.37	1.57	10.9681	0.001	0.1123	0.0011	
20	2.0	227.86	1.59	10.9695	0.0009	0.1116	0.001	
25	1.0	209.08	1.36	10.97	0.0008	0.108	0.0009	
30	1.0	305.72	1.57	10.9709	0.0006	0.1064	0.0007	
35	1.0	400.57	1.65	10.9739	0.0005	0.1055	0.0005	
40	1.0	491.92	1.91	10.9734	0.0005	0.1054	0.0005	
45	1.0	576.11	2.17	10.9739	0.0004	0.1045	0.0005	
50	0.25	161.85	0.98	10.9743	0.0007	0.1031	0.0008	
50	0.5	329.02	1.46	10.9735	0.0005	0.1039	0.0006	
50	0.75	493.1	1.89	10.9738	0.0004	0.1043	0.0005	
50	1.0	655.13	2.19	10.9734	0.0004	0.1047	0.0004	
50	1.25	817.23	2.69	10.9727	0.0004	0.1056	0.0004	
50	1.5	978.35	3.15	10.9724	0.0004	0.105	0.0004	
50	1.75	1146.05	3.06	10.9711	0.0003	0.1059	0.0003	
50	2.0	1312.71	3.78	10.9682	0.0003	0.1059	0.0004	

# Kupfer Target Auswertungsdaten

<b>Tabelle A.3:</b> <i>K</i> α							
U in kV	I in mA	Α	$m_A$	$\mu$ in keV	$m_{\mu}$ in keV	$\sigma$ in keV	$m_{\sigma}$ in keV
20	0.25	253.3	1.0	8.0194	0.0004	0.0913	0.0004
20	0.5	510.05	1.69	8.02	0.0003	0.0916	0.0004
20	0.75	758.98	2.05	8.0193	0.0003	0.0915	0.0003
20	1.0	998.17	2.49	8.0198	0.0003	0.0912	0.0003
20	1.25	1257.19	2.67	8.0193	0.0002	0.092	0.0002
20	1.5	1501.84	2.88	8.0193	0.0002	0.0917	0.0002
20	1.75	1752.69	2.85	8.0191	0.0002	0.0919	0.0002
20	2.0	2001.76	3.43	8.0188	0.0002	0.0919	0.0002
25	1.0	1725.28	3.68	8.0187	0.0002	0.0917	0.0002
30	1.0	2447.91	3.75	8.0186	0.0002	0.0921	0.0002
35	1.0	3153.77	4.99	8.0176	0.0002	0.0920	0.0002
40	1.0	3827.37	5.78	8.0174	0.0002	0.0924	0.0002
45	1.0	4459.66	6.31	8.0167	0.0001	0.0925	0.0002
50	0.25	1276.79	2.69	8.0168	0.0002	0.092	0.0002
50	0.5	2509.67	4.2	8.0159	0.0002	0.0918	0.0002
50	0.75	3771.76	4.96	8.0158	0.0001	0.0924	0.0001
50	1.0	5004.23	6.32	8.0167	0.0001	0.0925	0.0001
50	1.25	6241.71	8.65	8.0158	0.0001	0.0927	0.0002
50	1.5	7523.33	10.26	8.0151	0.0001	0.0933	0.0002
50	1.75	8791.5	11.71	8.014	0.0001	0.0935	0.0002
50	2.0	10074.79	14.73	8.0129	0.0002	0.0939	0.0002

Α	

**Tabelle A.4:**  $K\beta$ 

U in kV	I in mA	Α	$m_A$	$\mu$ in keV	$m_{\mu}$ in keV	$\sigma$ in keV	$m_{\sigma}$ in keV
20	0.25	39.18	0.42	8.8865	0.0012	0.0961	0.0012
20	0.5	79.45	0.56	8.8867	0.0008	0.0952	0.0008
20	0.75	118.65	0.71	8.8863	0.0007	0.0961	0.0007
20	1.0	155.08	0.96	8.8858	0.0007	0.0945	0.0007
20	1.25	198.03	1.03	8.8866	0.0006	0.0954	0.0006
20	1.5	239.19	0.92	8.8867	0.0004	0.0966	0.0004
20	1.75	277.8	1.14	8.8855	0.0004	0.0966	0.0005
20	2.0	316.03	1.25	8.8843	0.0004	0.0962	0.0005
25	1.0	267.97	1.05	8.8855	0.0004	0.0948	0.0004
30	1.0	386.0	1.42	8.8856	0.0004	0.0956	0.0004
35	1.0	497.25	1.63	8.8844	0.0004	0.0954	0.0004
40	1.0	602.25	1.63	8.8841	0.0003	0.0954	0.0003
45	1.0	705.06	2.24	8.8829	0.0003	0.0959	0.0004
50	0.25	201.86	0.99	8.8829	0.0005	0.0954	0.0006
50	0.5	396.84	1.34	8.8827	0.0004	0.0952	0.0004
50	0.75	597.1	1.74	8.8814	0.0003	0.0957	0.0003
50	1.0	792.9	2.07	8.8831	0.0003	0.0963	0.0003
50	1.25	989.89	2.22	8.8823	0.0002	0.0961	0.0003
50	1.5	1195.27	2.44	8.8816	0.0002	0.0965	0.0002
50	1.75	1399.26	2.78	8.8805	0.0002	0.0967	0.0002
50	2.0	1598.89	2.88	8.8795	0.0002	0.0978	0.0002

B



Abbildung B.1: Übersicht des Aufbaus















В