Abschlussbericht

Verbundprojekt

Quantum NanoLab- Modulares Millikelvin-Rastersondenmikroskop für die Quantentechnologie (Q-NL)

Teilvorhaben
UHV-ADR

Förderkennzeichen

13N16417

Projektlaufzeit: 01.07.2022 – 31.03.2025
Berichtszeitraum: 01.07.2022 – 31.03.2025

Zuwendungsempfänger
Universität Augsburg, Institut für Physik, Lehrstuhl Experimentalphysik VI
Universitätsstraße 1, 86159 Augsburg
Deutschland

Verbundkoordinator
Prof. Dr. F. Stefan Tautz (s.tautz@fz-juelich.de)

Teilprojektleiter
Prof. Dr. Philipp Gegenwart (philipp.gegenwart@uni-a.de)

Projektpartner:
Forschungszentrum Jülich GmbH, Jülich
Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Aachen
mProbes GmbH, Jülich
CryoVac GmbH & Co. KG, Troisdorf
Bilfinger Noell GmbH, Würzburg

Inhaltsverzeichnis

I. Kurzbericht 3
Aufgabenstellung 3
Ablauf des Vorhabens 3
Wesentliche Ergebnisse 4
Zusammenarbeit mit Verbundpartnern 4
II. Sachbericht 5
Übersicht über den Projektablauf 5
Eingehende Darstellung der durchgeführten Arbeiten 6
Arbeitspaket 4 – Paramagnetische Kühleinheiten 6
Teilziel 1: Ausheizbare ADR Pille 6
Positionen des zahlenmäßigen Nachweises 13
Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit 13
Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplanes 14
Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen 15
Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses 15

I. Kurzbericht

Aufgabenstellung

Im Verbundprojekt **Q-NL** wird eine neuartige Experimentierumgebung für die Quantentechnologie entwickelt, die auf maßgeschneiderten Nanostrukturen basiert und die Kontrolle einzelner Quantenzustände bei Temperaturen unter 0.1 K ermöglicht. Dazu werden ultrahochvakuumtaugliche Rastersondenmikroskope mit einer modularen Tieftemperaturplattform kombiniert – eine Lösung, die kommerziell bislang nicht verfügbar ist. Weltweit existieren nur rund zehn Eigenbau-Systeme, die Ultrahochvakuum-(UHV)-Rastersondenverfahren mit Temperaturen unter 0.1 K kombinieren, und diese beruhen fast ausschließlich auf komplexen und aufwändigen Mischkryostaten. Vor diesem Hintergrund verfolgt das Projekt das Ziel, die weltweit erste schlüsselfertige Gerätefamilie zu realisieren, die Millikelvin- und UHV-Rastersondenmikroskopie auf Basis der adiabatischen Entmagnetisierungskühlung (ADR) vereint. Dieses Konzept ermöglicht eine bislang unerreichte Kombination aus modularer Einsetzbarkeit und vibrationsfreier Betriebsweise und stellt damit einen entscheidenden technologischen Fortschritt gegenüber dem bestehenden Stand der Technik dar.

Ziel des Teilvorhabens „**UHV-ADR**“ ist die Entwicklung einer UHV-kompatiblen und ausheizbaren Vor- und Endkühlstufe für das Rastersondenmikroskop, mit der Temperaturen unterhalb von 20 mK erzielt werden sollen. Hierfür sollen oxidische Materialien verwendet werden, die bei hohen Temperaturen und unter Vakuum chemisch stabil sind. Die Eignung der Materialien $KBaGd(BO_3)_2$ und $KBaYb(BO_3)_2$ für die Vor- bzw. Endkühlstufe wurde bereits nachgewiesen. Das Ziel besteht darin, das Syntheseverfahren vom Labor- in den Anwendungsmaßstab hochzuskalieren und ein Herstellungsverfahren für robuste Kühlpillen mit notwendiger mechanischer Stabilität, UHV-Tauglichkeit und bestmöglichen ADR-Kühleigenschaften zu entwickeln und zu optimieren.

Ablauf des Vorhabens

Der Ablauf des Teilvorhabens erfolgte gemäß Projektantrag und gliederte sich in drei aufeinander abgestimmte Arbeitspakete. Änderungen in der Struktur oder im Inhalt der Arbeitspakete waren nicht erforderlich, sodass der Projektverlauf planmäßig umgesetzt werden konnte. Nach Abschluss der Förderphase des Teilvorhabens (01.07.2022–30.09.2024) wurde eine kostenneutrale Verlängerung um sechs Monate (bis 31.03.2025) bewilligt, um die Arbeiten erfolgreich abzuschließen. Lediglich die Integration der Kryostate steht noch aus, da diese von Cryovac bisher noch nicht geliefert wurden.

Der Fokus der Arbeit lag auf der Entwicklung UHV-kompatibler und ausheizbarer paramagnetischer Kühleinheiten (Arbeitspaket 4). Zunächst wurde die Materialsynthese vom Milligramm zum Kilogramm Mengen bei gleichbleibender Reinheit hochskaliert. Im

engen Austausch mit dem Projektpartner FZ Jülich wurden die Abmessungen der Kühleinheiten sowie deren Integration in das Insert geplant. Auf Basis der Ergebnisse dieser Gespräche wurden die Vor- und Endkühlstufen hergestellt und nach erfolgreichen UHV-Tests dem FZ Jülich zur Integration in die Inserts übergeben.

Wesentliche Ergebnisse

Im Rahmen des Projekts konnten die wesentlichen Kernziele erreicht werden: Die Vor- und Endkühlstufe wurde erfolgreich nach den erforderlichen Maßen hergestellt und in die Inserts integriert. Die UHV-Tauglichkeit wurde erfolgreich getestet. Nach Abschluss des Projektzeitraums ist das gesamte System weitgehend einsatzbereit. Lediglich der Nachweis der ADR-Zielwerte im Rastersondenmikroskop steht noch aus. Dieser erfolgt, nachdem die Lieferung und Integration der Kryostaten durch den Projektpartner Cryovac durchgeführt wurde.

Zusammenarbeit mit Verbundpartnern

Das Verbundprojekt wurde in enger Zusammenarbeit mit insgesamt fünf weiteren Partnern durchgeführt. Im Folgenden werden kurz die Kernaufgaben jedes Partners dargestellt:

- **Forschungszentrum Jülich GmbH** (Teilvorhaben *Inserts*): Entwickelt die Inserts mit Hochfrequenzverkabelung und ADR-Kühleinheit und ist verantwortlich für den Aufbau der gesamten UHV-Tieftemperaturanlage.
- **mProbes GmbH** (Teilvorhaben *Rastersondenmikroskope*): Verantwortlich für die Entwicklung und Bereitstellung der ultrakompakten Rastersondenikroskope.
- **CryoVac GmbH & Co. KG** (Teilvorhaben *Kryostate*): Zuständig für die Entwicklung und Optimierung der Kryopumpe und des 4He-Badkryostaten und der 1K-Verdampfungskühlung als Vorkühlstufe für die ADR.
- **Bilfinger Noell GmbH** (Teilvorhaben *Magnete*): Entwickelt die supraleitenden Magnetsysteme für die ADR-Kühlung und die Probenmagnetfelder.
- **RWTH Aachen** (Teilvorhaben *Validierung*): Validiert die Experimentierumgebung an maßgeschneiderten Nanostrukturen und Quantensystemen, insbesondere atomare und molekulare Spin-Qubits.

II. Sachbericht

Übersicht über den Projektablauf

Der folgende Abschnitt gibt eine Übersicht über die wesentlichen Ergebnisse des Projekts. Die Darstellung erfolgt chronologisch nach Kalenderjahren, um die Entwicklung des Projektfortschritts nachvollziehbar darzustellen.

Kalenderjahr 2022

Im Kalenderjahr 2022 konnten erfolgreich Pellets mit einem Durchmesser von 37 mm und einer Dicke von ca. 10 mm aus einer 50:50-Mischung aus dem Kühlmaterial $KBaYb(BO_3)_2$ und feinem Silberpulver hergestellt werden. Diese wurden ausführlich hinsichtlich ihrer mechanischen Stabilität bei Druck und wiederholter thermischer Ausdehnung getestet. Es konnte gezeigt werden, dass diese Pellets mechanisch bearbeitbar sind (Durchbohrung und Gewindeeinfräsung). Mit diesen Pellets konnte gezeigt werden, dass Drücke unter 10^{-9} mbar erreicht werden können, sodass sie ohne die ursprünglich vorgesehene Edelstahlverkapselung UHV-tauglich sind.

Kalenderjahr 2023

Im Jahr 2023 wurde mit verschiedenen Methoden experimentiert, um die Synthese der Kühlmaterialien zu skalieren. Die Nassvermahlung mit Isopropanol erwies sich nach der Überprüfung durch Röntgenbeugung als die beste Methode hinsichtlich Reinheit des Endprodukts und Handhabung.

Darüber hinaus wurden Tests durchgeführt, um die gesamte Hauptkühlstufe in einem Stück isostatisch zu verpressen. Zu diesem Zweck wurde an der Universität Augsburg eine sogenannte Eispresse entwickelt und konstruiert. Zudem wurden Proben an das Forschungszentrum Jülich geschickt und dort in einer kommerziellen isostatischen Presse verpresst. Das Fazit lautete, dass diese Vorgehensweise zu teuer ist und der Erfolg nicht gesichert werden kann. Deshalb wurde entschieden, die Kühlstufen aus einzelnen Pellets zu fertigen. Diese werden mittig durchbohrt und durch einen durchgehenden Stab gegeneinander gedrückt. Tests hierzu zeigten eine hinreichende mechanische Stabilität und einen ausreichend guten Wärmetransport.

Kalenderjahr 2024

Mithilfe des entwickelten Syntheseverfahrens konnten große Mengen hochreinen Kühlmaterials hergestellt werden. Dieses wurde mit feinem Silberpulver gemischt und mithilfe des uniaxialen Pressverfahrens zu Pellets mit den zuvor definierten Abmessungen gepresst. Anschließend wurden die Pellets an den Kreisflächen poliert und mit einer dünnen Schicht Gold beschichtet. In diesem Zustand wurden sie dem FZ Jülich übergeben. Dort stellte man fest, dass an den Kanten und Mantelflächen der Pellets ein

leichter Materialverlust auftrat. Dadurch konnten die hohen Anforderungen an die UHV-Tauglichkeit nicht erfüllt werden.

Kalenderjahr 2025

Mit neu synthetisiertem Kühlmaterial wurden Pellets gleicher Abmessungen mit einem nochmals überarbeiteten und verbesserten Pressverfahren hergestellt und dem FZ Jülich übergeben. Diesmal konnten stabilere Pellets mit scharfen Kanten hergestellt werden und Drücke im Bereich von 10^{-8} mbar ohne und 10^{-10} mbar mit Ausheizen wurden erzielt und somit die Zielvorgaben erreicht. Die Pellets wurden erfolgreich im Insert installiert, womit diese auch weitestgehend einsatzbereit sind. Alle Arbeiten konnten somit im Berichtszeitraum planmäßig abgeschlossen werden.

Eingehende Darstellung der durchgeführten Arbeiten

Im Folgenden werden die während des Projekts durchgeführten Arbeiten im Detail dargestellt. Diese betreffen das *Arbeitspaket 4 - Paramagnetische Kühleinheiten* (Ziel E). Die Nummerierung der Teilziele folgt durchgehend der in der Gesamtverbundbeschreibung verwendeten Systematik.

Arbeitspaket 4 – Paramagnetische Kühleinheiten

In diesem Arbeitspaket sollen auf Basis von $KBaYb(BO_3)_2$ und $KBaGd(BO_3)_2$ UHV-kompatible ADR-Pillen für die Vor- bzw. Endkühlstufe des Rastersondenmikroskops entwickelt werden. Mithilfe der adiabatischen Entmagnetisierungskühlung sollen durch die Endkühlstufe Temperaturen von unter 20 mK im Rastersondenmikroskop erzielt werden. Die Vorkühlstufe auf Basis des Gd-haltigen Oxids dient dazu, den ungewünschten Wärmeeintrag in die Endkühlstufe zu minimieren und somit die ADR-Endtemperatur und die Haltezeiten im Rastersondenmikroskop zu verbessern.

Teilziel 1: Ausheizbare ADR Pille

Im ersten Schritt wurde nachgewiesen, dass sich aus dem Kühlmaterial $KBaYb(BO_3)_2$ stabile Pellets in der benötigten Größe herstellen lassen. Hierzu wurde ein neues uniaxiales Presswerkzeug mit einem Durchmesser von 37 mm angeschafft (siehe Abb. 1 (a)). Eine der beiden Pressplatten wird mit der polierten Seite nach oben in den zylindrischen Grundkörper des Presswerkzeugs, auch Pressmatrize genannt, eingelegt. Darauf wird eine homogene Mischung im Verhältnis 50:50 aus dem polykristallinen Kühlmaterial und feinem Silberpulver gefüllt. Die zweite Platte wird mit der polierten Seite nach unten auf das Gemisch gelegt. Anschließend wird der Pressstempel oben aufgesetzt und das Presswerkzeug in eine hydraulische Presse eingesetzt (siehe Abb. 1 (d)). Mit dieser wird langsam ein Druck aufgebaut, bis das Limit des Presswerkzeugs oder der Presse erreicht ist. Das Pulver wird so stark komprimiert, bis es einen festen,

zylindrischen Block bildet. Dieser muss anschließend vorsichtig aus der Pressmatrize herausgelöst werden. Auf diese Weise können mechanisch stabile Pellets hergestellt werden. Sie halten lateralen Drücken stand und können mittig durchbohrt werden, ohne dass es zu Materialausfall kommt. Ebenso kann ein stabiles Gewinde eingefräst werden. Die mechanische Stabilität zeigt sich weiterhin darin, dass die mehrfache Einwirkung eines großen Temperaturgradienten (Eintauchen in flüssigen Stickstoff bei -196 °C und anschließendes Erhitzen auf einer Heizplatte bei 150 °C) und die damit verbundene thermische Kontraktion und Ausdehnung zu keiner Schädigung geführt hat.

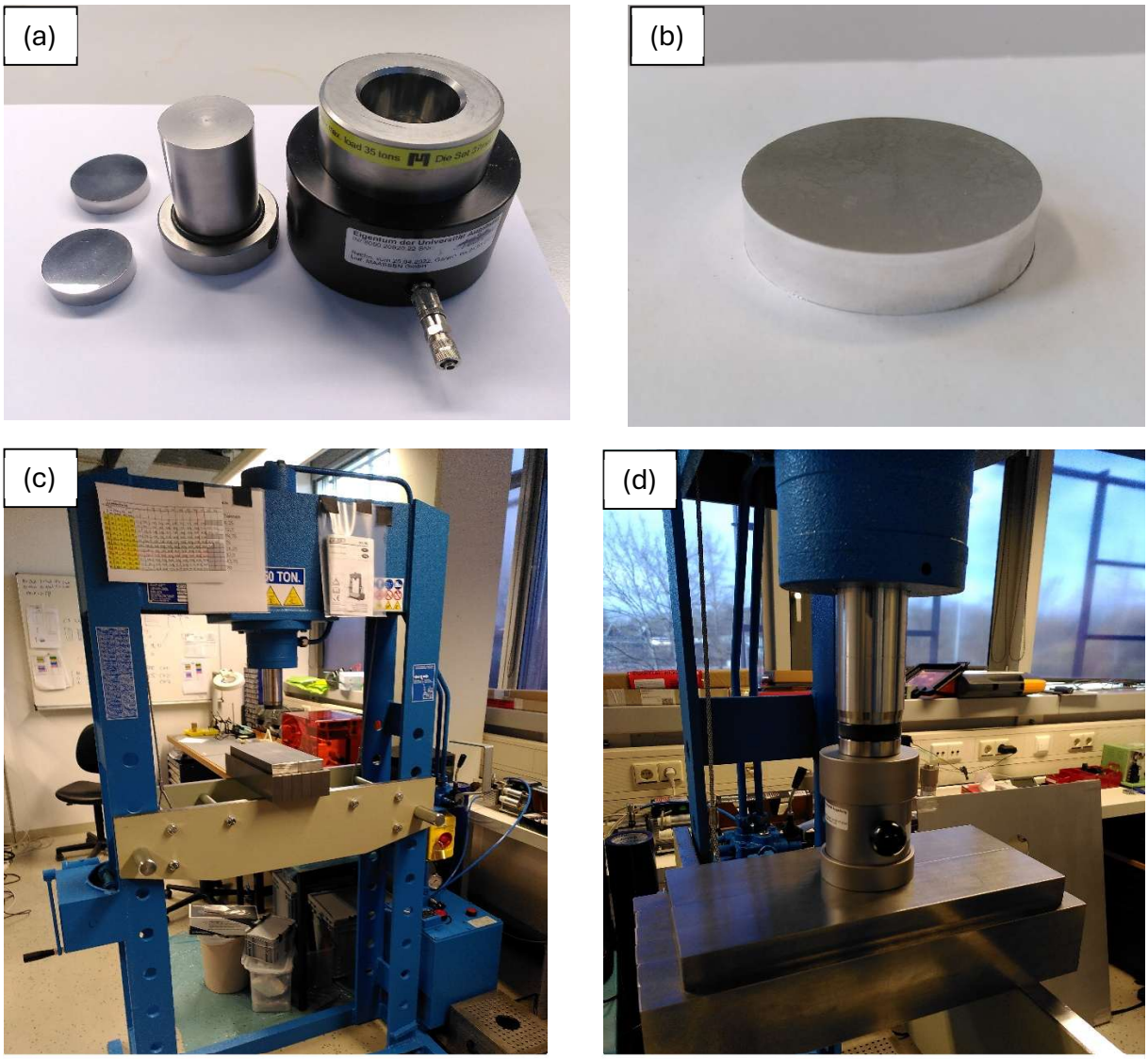

Abb. 1: (a) Das verwendete Presswerkzeug besteht aus einer Pressmatrize sowie zwei polierten Platten und einem Pressstempel. (b) Ein Pellet aus einer homogenen Mischung aus Kühlmaterial und feinem Silberpulver nach dem Pressen. (c) Die verwendete hydraulische Presse. (d) Das Presswerkzeug ist in die hydraulische Presse eingespannt.

Anschließend wurde die UHV-Tauglichkeit der Pellets untersucht. Hierzu wurde ein Vakuumteststand aufgebaut, der im Wesentlichen aus einer Edelstahlkapsel besteht, die durch eine Turbomolekularpumpe evakuiert werden kann (siehe Abb. 2 (a)). Zur Aufzeichnung des Drucks wurde eine Druckmessröhre installiert und zur Ausheizung der Kammer ein Widerstandsdraht um die Kapsel gewickelt. Die Ergebnisse zeigten, dass

ohne Ausheizen ein Druck im Bereich von 10^{-8} mbar erzielt werden kann. Nach Ausheizen für wenige Stunden bei 115 °C sank der Enddruck auf das untere Auflösungsvermögen der Druckmessröhre von $7{,}5 \cdot 10^{-9}$ mbar (Abb. 2 (d)). Somit konnte nachgewiesen werden, dass die Pellets auch ohne die ursprünglich vorgesehene, aufwendige und eine Kühlpillenvolumen reduzierende Edelstahlverkapselung UHV-tauglich sind.

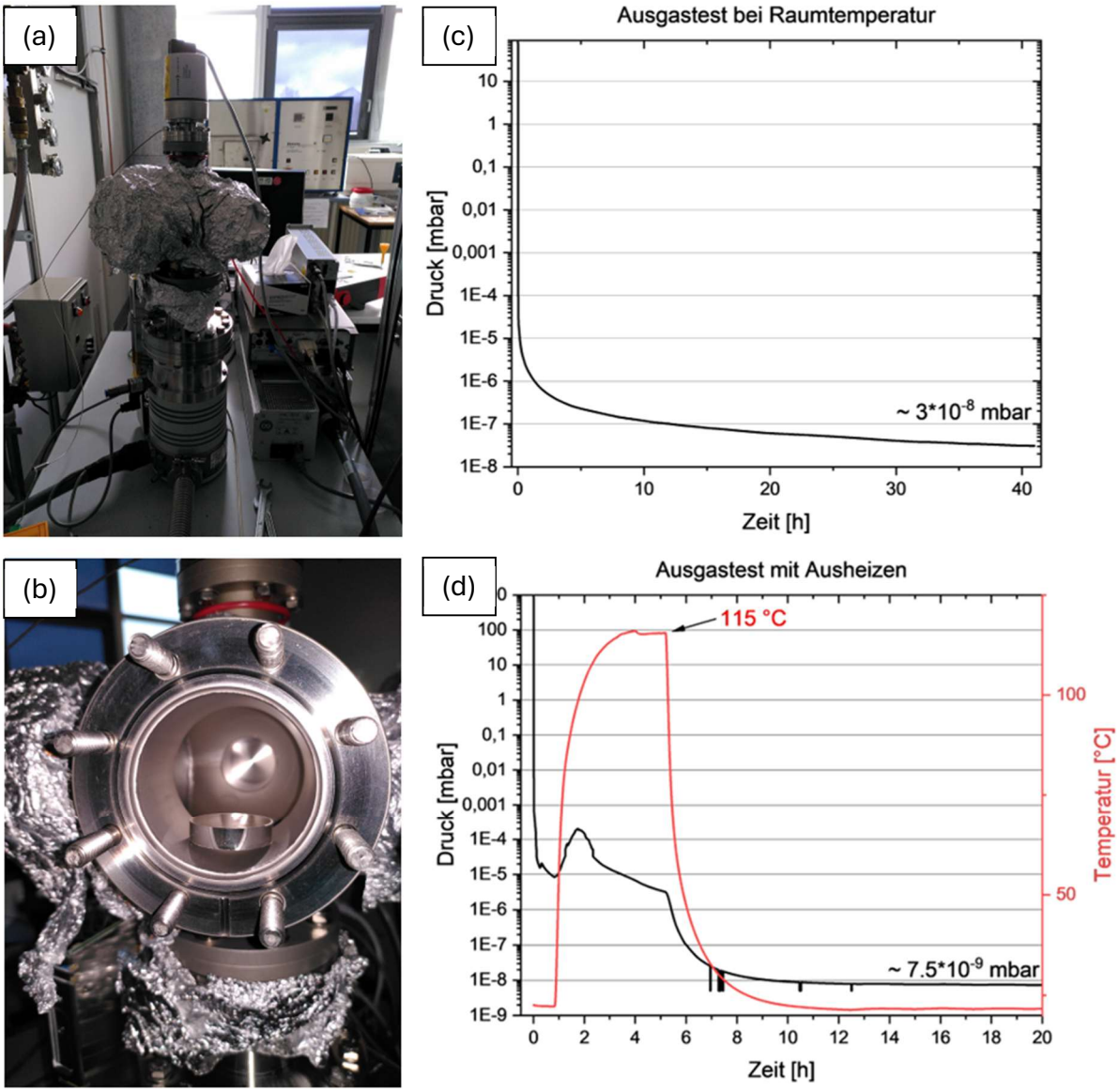

Abb. 2: (a) Vakuumteststand mit Turbopumpe und Messröhre. (b) Getestetes Pellet im geöffneten Vakuumteststand. (c) Druckverlauf bei Raumtemperatur. (d) Druckverlauf mit Ausheizen der Kammer.

Für die bei uns üblichen Untersuchungen im Labormaßstab im Gramm Bereich werden die Ausgangsmaterialien für die Synthese abgewogen und in einem Mörser per Hand vermahlen. Anschließend wird das Pulver in einen Tiegel gefüllt und in einem Ofen erhitzt. Im ersten Schritt werden die Edukte umgewandelt und es findet eine Vorreaktion statt. Anschließend wird das Ganze erneut per Hand vermahlen und im Ofen erhitzt. Bei diesmal erhöhter Temperatur findet die eigentliche chemische Reaktion statt. Unter Umständen muss dieser Schritt mehrmals mit zwischenzeitlichem Vermahlen

durchgeführt werden, um die bestmögliche Reinheit des Produkts zu erreichen. Dieses Verfahren wird in der Grundlagenforschung erfolgreich angewendet, um reine Proben im Milligramm- bis Grammbereich zu erhalten. Zur Herstellung der für das ADR-UHV Rastersondenmikroskop benötigten Kühlpellets werden dagegen Synthesen im Kilogramm Bereich benötigt, für die eine Handvermahlung unmöglich ist. Daher wurde eine Kugelmühle der Firma Retsch, bezogen für 10954,99 € über die Firma OMNILAB, beschafft, deren Details in Abb. 3 gezeigt sind. Zunächst werden die abgewogenen Edukte in einen Edelstahlbehälter gefüllt und Edelstahlkugeln dazu gegeben. Der Behälter wird dann mit einem Deckel verschlossen und in der Mühle fixiert. Anschließend rotiert die Mühle mit mehreren Umdrehungen pro Sekunde und erzeugt so hohe Zentrifugal- und Corioliskräfte. Diese führen zu Prall- und Reibungsprozessen zwischen den Mahlkugeln und den Edukten. Auf diese Weise wird eine homogene Mischung erzeugt. Zunächst wurde die Trockenvermahlung ohne und mit Zusatzstoffen wie Stearinsäure sowie die Nassvermahlung mit verschiedenen Flüssigkeiten wie destilliertem Wasser und Alkoholen mit kleinen Mengen getestet. Die Nassvermahlung mit Isopropanol erwies sich nach der jeweiligen Überprüfung durch Röntgenbeugung als die beste Methode, sowohl hinsichtlich der Reinheit des Endprodukts, als auch der Handhabung. Mithilfe der oben beschriebenen sequentiellen Ofenreaktionen und Mahlprozesse mittels der Kugelmühle gelang die Synthese hochreinen Pulvers der Kühlmaterialien im Kilogrammbereich und es konnten die benötigten großen Mengen an hochreinem Pulver hergestellt werden.

Dieses Pulver besteht aus Polykristallen unterschiedlicher Größe vom Nanometer bis in den Millimeterbereich. Zur thermischen Ankopplung werden diese Polykristalle nach Mischung und Pressung mit Silberpulver im fertigen Kühlpellet allseitig von einer dünnen Silberschicht ummantelt. Dabei ist es wichtig, dass keine Cluster des Kühlmaterials ohne Silberummantelung vorliegen, da dies bei sehr tiefen Temperaturen den Wärmetransport reduzieren und damit die Kühleigenschaften negativ beeinflussen würde. Es ist daher notwendig, zu große polykristalline Körner des Kühlmaterials vor Pressung mit Silberpulver auszusieben. Hierzu wurde eine Siebmaschine der Firma Haver & Boecker für 4259,43 € beschafft (siehe Abbildung 4). Diese besteht aus einem Siebturm, der aus Prüfsieben mit unterschiedlicher Maschenweite besteht. Beim Siebvorgang bleibt in jedem Sieb jener Anteil liegen, der durch das nächst tiefere Sieb nicht mehr durchkommt.

Abb. 3: Einsatz der Kugelmühle: Verwendeter Mahlbecher mit Mahlkugeln und Deckel (links), Gefüllter Mahlbecher (Mitte) und eingespannter Mahlbecher (rechts).

Um das Pulver durch die Maschen zu befördern, werden jedem Sieb Gummikugeln beigefügt, die durch Klopfimpulse dafür sorgen, dass das Pulver besser durch die Maschen fällt. Es wurden Maschenweiten von 400 µm, 100 µm, 40 µm und 20 µm verwendet. Für den finalen Kühlkörper wurde nur polykristallines Pulver mit einer Größe unterhalb von 40 µm verwendet. Größere Körner wurden erneut vermahlen, bis auch sie diese Maximalgröße erreichten. Mit dem so bereitgestellten Feinpulver des Kühlmaterials wurden nach Mischung mit Silberpulver (Korngröße 0.7 – 1.3 µm) die Kühlpellets verpresst und es können so die bestmöglichen Kühleigenschaften des Kühlkörpers garantiert werden.

Abb. 4: Siebmaschine mit befestigten Siebturm (links). Drei verschiedene Siebe mit unterschiedlichen Maschenweiten, jeweils mit einer Klopfkugel, sowie Auffangbecher (rechts).

Die für das Rastersondenmikroskop benötigen Kühlkörper haben eine Länge von 172 mm, die weit größer ist als die tiefsten verfügbaren Pressformen für Pellets (Länge ca. 15 mm). Daher wurden alternative Versuche durchgeführt, um Kühlkörper in einem Stück zu verpressen. Zu diesem Zweck wurde in der hauseigenen Werkstatt eine sogenannte Eispresse in Auftrag gegeben. Diese besteht aus zwei verschließbaren Stahlzylindern, die gemeinsam eine Fülllänge von 215 mm haben, die jeweils vollständig mit Wasser befüllt wurden. Für die Versuche wurde an Stelle der Kühlmaterial-Silberpulver-Mischung kostengünstiges Kupferpulver mit einer Korngröße von 22 µm verwendet. Dieses wurde in Gummihüllen gefüllt und mit Kabelbindern verschlossen. Im ersten Versuch wurde die Eispresse in einen Gefrierschrank gestellt und abgekühlt. Die Druckerhöhung durch die Volumenausdehnung beim Phasenübergang von Wasser zu Eis war jedoch so groß, dass sich der Stahlzylinder plastisch verformte. Um den Pressvorgang besser kontrollieren zu

können, wurde im zweiten Versuch ein Kolben mithilfe einer hydraulischen Presse in eine Öffnung der Eispresse gedrückt. Aufgrund der Inkompressibilität von Wasser erfolgt so eine gleichmäßige Druckübertragung auf das Pulver. So konnte ein Druck von über 2 kbar erzeugt werden. Dieser Druck reichte jedoch nicht aus, um ein stabiles Pellet aus dem Kupferpulver herzustellen. Eine weitere Druckerhöhung war aufgrund der Stabilität des verwandten Stahls unmöglich. Zwar ist prinzipiell nicht ausgeschlossen, dass eine speziell zu fertigende Eispresse aus gehärtetem Stahl mit deutlich höherer Wandstärke zu besseren Ergebnissen führen würde. Allerdings wurde dies nicht weiterverfolgt, einerseits wegen der Ungewissheit eines Erfolgs, andererseits aus Kosten- und Zeitgründen, da solch eine Eispresse erst extern in Auftrag gegeben hätte werden müssen.

Weiterhin wurden am FZ Jülich Versuche mit einer kommerziellen kaltisostatischen Presse durchgeführt. Es wurden sechs unterschiedliche Prüflinge mit in Gummihüllen verpackten Mischungen von Kühlmaterial mit Silberpulver sowie auch bereits uniaxial gepresste Pellets bei 4 kbar verpresst. Dabei konnten zwar aus der Pulvermischung mechanisch stabile Presslinge erzeugt werden. Diese sind jedoch unförmig, müssten daher dann aufwendig nachbearbeitet werden und würden somit ihre geschlossenen Oberflächen verlieren, was die UHV-Tauglichkeit verhindert. Bei den Versuchen an den bereits zuvor uniaxial gepressten Pellets konnte eine zusätzliche Volumenreduktion um 7 % festgestellt werden. Dies wäre von Vorteil, da mehr Kühlmaterial auf gleichem Volumen eingesetzt werden könnte. Allerdings entstanden in der isostatischen Presse Risse auf der Oberfläche der Pellets, die eine thermische Anbindung zwischen den Pellets erschweren und die UHV-Eigenschaften verschlechtern. Insgesamt zeigten somit alle Versuche, in einem Arbeitsgang große und lange Kühlpillen zu verpressen, keine zufriedenstellenden Ergebnisse, die den hohen Anforderungen gerecht würden, weshalb von weiteren zeit- und kostenintensiven Experimenten abgesehen wurde.

Daher wurde in enger Absprache mit dem Teilvorhaben „Inserts“, in die die Kühlkörper integriert werden sollen, ein Design entwickelt, das aus übereinander verschraubten, flachen Kühlpellets, welche mit den verfügbaren Pressformen hergestellt werden können, aufgebaut ist. Zudem wurde ein System für die Integration in das Insert, die Ankopplung an die Wärmeschalter sowie die thermische Entkopplung der Kühlstufen vom restlichen Aufbau diskutiert und entworfen. Für die Hauptkühlstufe werden 17 Pellets mit einer Dicke von 10 mm und einem Durchmesser von 37 mm benötigt. Für die Vorkühlstufe sind zwei Pellets mit einer Dicke von 11 mm und einem Durchmesser von 40 mm vorgesehen. Jedes Pellet wurde mittig durchbohrt (6,5 mm Durchmesser), an den Kreisflächen poliert und mit Gold beschichtet (durch einen Sputterprozess). Dies soll den Wärmetransport an den Grenzflächen maximieren und die Pellets langfristig vor Oxidation des Silberanteils schützen. Der thermische Kontakt zwischen den Pellets wird durch einen in der Mitte durchgehenden Stab hergestellt. Dieser drückt die Pellets gegeneinander und koppelt den gesamten Aufbau thermisch an das Rastersondenmikroskop, sodass dieses optimal durch den Kühlkörper abgekühlt werden kann.

Am ersten so hergestellten Kühlkörper traten Probleme auf. So kam es an den Kanten und Mantelflächen der Pellets zu einem leichten Materialverlust. Die hohen Anforderungen an die UHV-Tauglichkeit konnten dadurch nicht oder nur nach Ausheizen im Test am FZ Jülich erfüllt werden. Daher wurde dieser Kühlkörper zur weiteren Untersuchung an die Universität Augsburg zurückgesandt. Die Ursache für die Veränderung der zuvor UHV-tauglichen einzelnen Pellets gegenüber der schlechteren UHV Tauglichkeit des zusammengebauten Kühlkörpers konnte nicht eindeutig identifiziert werden. Zur Verbesserung der UHV Tauglichkeit wurde anschließend eine elektrohydraulische Presse mit deutlich höherer Presskraft und neuen Stützplatten für eine perfekte Justierung und einen gleichmäßigeren Druckaufbau eingesetzt. Zudem wurde ein Verfahren zum Nachpolieren des Presswerkzeugs entwickelt. Mit neu synthetisiertem und gesiebtem Kühlmaterial wurden stabilere Pellets mit gleichen Abmessungen aber schärferen Kanten hergestellt und dem FZ Jülich übersandt. Hiermit konnte ein Druck im Bereich von 10^{-8} mbar ohne und 10^{-10} mbar nach Ausheizen erzielt werden, wodurch die Zielvorgaben erfüllt sind. Diese Pellets wurden erfolgreich in das von Teilvorhaben Inserts entwickelte Bauteil des Kühlkörpers integriert (siehe Abb. 5). Ein mittiger Kupferstab presst hierbei die Pellets gegen eine Kupferplatte. Im Falle der Hauptkühlstufe ist dieser Stab verlängert und führt zum Rastersondenmikroskop, wo es für den thermischen Kontakt festgeklemmt wird. Die dafür notwendigen Bauteile, wie die Kupferhalterung, Isolatoren und Wärmeschilde, wurden vom Forschungszentrum Jülich gefertigt. Das fertiggestellte Insert mit ADR-Kühleinheit wurde in der UHV-Kammer eingebaut und auf UHV-Tauglichkeit getestet. Dabei konnten erneut Drücke im Bereich von 10^{-8} mbar ohne Ausheizen erzielt werden. In diesem Zustand ist das Insert daher einsatzbereit. Der Nachweis der Funktionalität kann erst nach Ablauf der Förderphase erbracht werden, sobald der Kryostat fertiggestellt und dem Projektpartner Forschungszentrum Jülich übergeben wurde.

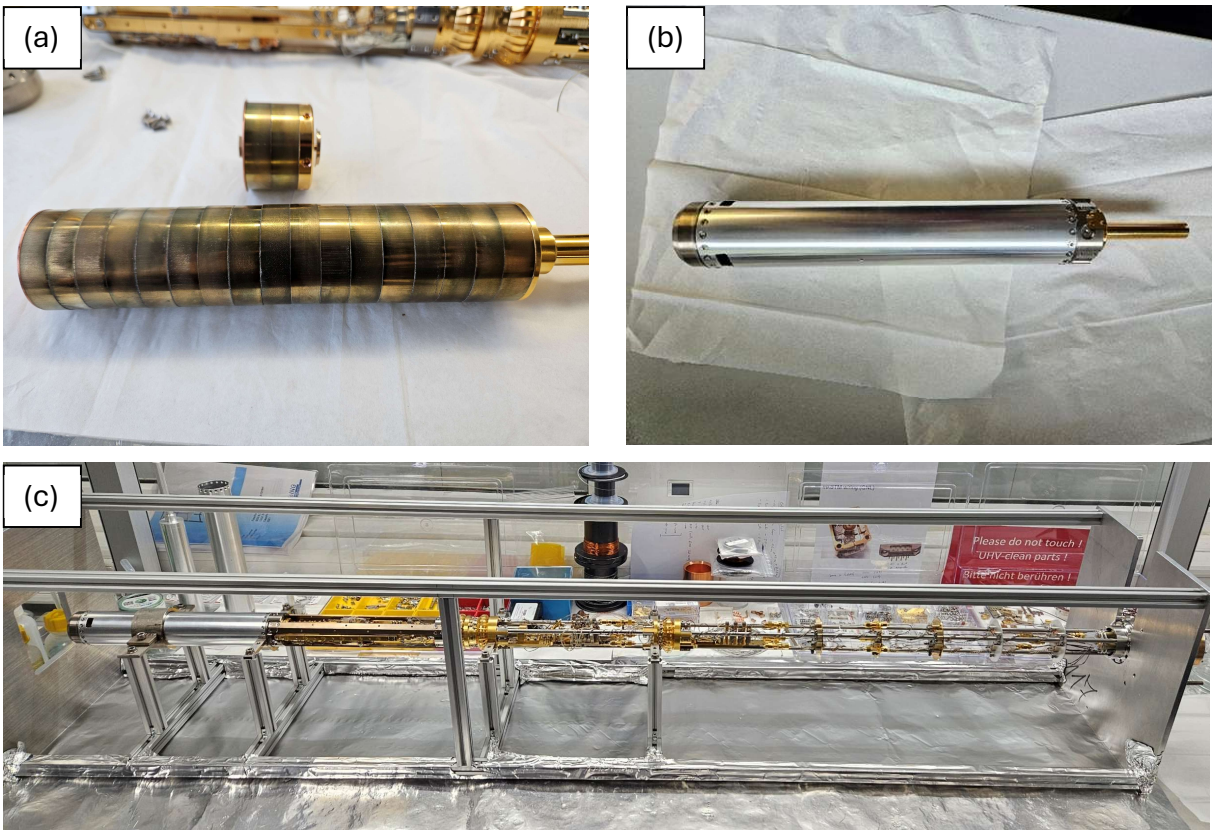

Abb. 5: (a) Die fertige Vor- (oben) und Endkühlstufe (unten) ist in die vergoldete Kupferhalterung eingebaut. (b) Zusammengesetzte ADR-Kühleinheit. (c) Zusammengebauter Insert. Die ADR-Kühleinheit befindet sich auf der linken Seite.

Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die im Rahmen des Projekts bewilligten Mittel wurden vollständig in Anspruch genommen. Gemäß der Finanzierungsplanung wurden sie für Personalausgaben im Zusammenhang mit den geplanten Entwicklungsarbeiten sowie für Materialkosten und Geräte eingesetzt. Die Materialien dienten, wie zuvor dargestellt, zur Synthese der Kühlmaterialien und zur Beschaffung von Silberpulver, das für die Pellets erforderlich ist. In diesem Zusammenhang wurden auch drei Geräte beschafft: ein Presswerkzeug, eine Kugelmühle und eine Siebmaschine. Ein detaillierter zahlenmäßiger Nachweis über die Mittelverwendung wurde separat übermittelt.

Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die im Rahmen dieses Projekts durchgeführten Arbeiten waren notwendig und angemessen, um die angestrebten wissenschaftlichen und technologischen Ziele zu erreichen. Die Entwicklung einer modularen Experimentierplattform für Rastersondenmikroskope bei Millikelvin-Temperaturen ist äußerst anspruchsvoll und ohne gezielte Förderung nicht realisierbar. Die Hochskalierung der Materialsynthese, die Entwicklung der Kühlkörper sowie deren Integration in das Insert sind sehr

ressourcenintensiv und erfordern ein außergewöhnlich hohes Maß an technischer Expertise.

Besonders hervorzuheben ist, dass das Projekt nur durch die enge Zusammenarbeit der verschiedenen Projektpartner erfolgreich durchgeführt werden konnte. Jeder Partner brachte seine spezifische Expertise ein, beispielsweise in den Bereichen der Vakuumtechnik, mechanische Konstruktion, Hochfrequenztechnik, Kryotechnik, Softwareentwicklung, Entwicklung spezieller Magnete für Experimente und die adiabatische Entmagnetisierungskühlung sowie Rastersondenmikroskopie. Durch diese interdisziplinäre Zusammenarbeit konnte eine komplexe, modulare Experimentierplattform realisiert werden, die für eine Vielzahl von Experimenten in der Quanten-Nanowissenschaft und Quantentechnologie eingesetzt werden kann.

Die geleisteten Arbeiten waren somit nicht nur erforderlich, um die Projektziele zu erreichen, sondern auch in Umfang und Aufwand klar angemessen und zielgerichtet.

Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplanes

Die im Rahmen des Projektes entwickelten Systeme bieten einen hohen wissenschaftlichen und technologischen Nutzen und können unmittelbar im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplanes eingesetzt werden. Sobald der Kryostat durch den Projektpartner Cryovac geliefert wird, steht das voll funktionsfähige System für Experimente im Bereich der Quantum Nanoscience zur Verfügung. Insbesondere eignet es sich für Untersuchungen an atomaren und molekularen Spin-Qubit-Systemen, mit dem Schwerpunkt auf Anwendungen in Quantum Information und Quantum Sensing.

Darüber hinaus ist die kommerzielle Verwertung der Anlage bereits eingeplant. Hierfür wurde ein spezielles Verwertungsmodell entwickelt: Die verschiedenen Projektpartner vertreiben jeweils einzelne Systemkomponenten, während der Käufer für den Zusammenbau und die Inbetriebnahme der Anlage auf Basis einer umfassenden Beratung zuständig ist. Dieses Modell ist besonders gut geeignet, da die Käufer überwiegend Wissenschaftler und Labore mit technischer Expertise auf diesem Gebiet sind. Es ermöglicht eine flexible und effiziente Kommerzialisierung. Das Konzept für diese Verwertungsstrategie wurde bereits auf internationalen Fachkonferenzen präsentiert und stieß auf durchweg positive Resonanz.

Die entwickelten Ergebnisse sichern somit nicht nur den unmittelbaren wissenschaftlichen Nutzen, sondern schaffen auch eine nachhaltige Grundlage für die Verwertung und den Transfer der Technologie in die industrielle und akademische Forschung.

Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Während des Projektverlaufs sind keine F&E-Ergebnisse Dritter, die für das Vorhaben von Relevanz wären, bekannt geworden.

Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses

Die relevanten Eigenschaften der Entmagnetisierungskühlung im Teilvorhaben eingesetzen Materialien wurden vor Projektstart erforscht und sind in den beiden folgenden Publikationen dargelegt:

- Y. Tokiwa, S. Bachus, K. Kavita, A. Jesche, A. A. Tsirlin, and P. Gegenwart, Frustrated magnet for adiabatic demagnetization cooling to milli-Kelvin temperatures, Commun. Mater. 2, 42 (2021).
- A. Jesche, N. Winterhalter-Stocker, F. Hirschberger, A. Bellon, S. Bachus, Y. Tokiwa, A. A. Tsirlin, and P. Gegenwart, Adiabatic demagnetization cooling well below the magnetic ordering temperature in the triangular antiferromagnet KBaGd(BO3)2, Phys. Rev. B 107, 104402 (2023).

Es ist beabsichtigt, nach erfolgreichem Test der in den Magnetkryostaten integrierten ADR-UHV-Rastersondenmikroskopieeinsätze deren Perfomance zu publizieren.