

RUPRECHT-KARLS-UNIVERSITÄT HEIDELBERG



Andrea Kirsch

Entwicklung eines mikrostrukturierten
metallisch magnetischen Kalorimeters
mit massivem Rheniumabsorber
zur β -Spektroskopie von ^{187}Re

Diplomarbeit

HD-KIP 10-36

KIRCHHOFF-INSTITUT FÜR PHYSIK

Fakultät für Physik und Astronomie
Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

DIPLOMARBEIT
im Studiengang Physik

vorgelegt von
Andrea Kirsch
aus Berlin

2010

Entwicklung eines mikrostrukturierten
metallisch magnetischen Kalorimeters
mit massivem Rheniumabsorber
zur β -Spektroskopie von ^{187}Re

Die Diplomarbeit wurde ausgeführt von Andrea Kirsch am
Kirchhoff-Institut für Physik
unter der Betreuung von
Herrn Prof. Dr. C. Enss

Die hier vorliegende Diplomarbeit behandelt die Entwicklung und Charakterisierung eines ersten mikrostrukturierten Prototyps eines magnetischen Kalorimeters mit supraleitendem Rheniumabsorber. Hauptziel dieses Projekts ist dabei die Optimierung der Detektoreigenschaften, um so innerhalb der MARE-Kollaboration eine Neutrinomassensensitivität von $0,2\text{eV}/c^2$ aus einer Analyse des β -Spektrums von ^{187}Re zu ermöglichen. Ein metallisch magnetisches Kalorimeter verwendet als Temperatursensor eine paramagnetische Legierung, die sich in einem schwachen äußeren Magnetfeld befindet. Ein durch die Absorption eines Photons hervorgerufener Energieeintrag in den Detektor führt, dem kalorimetrischen Messprinzip folgend, zu einer Temperaturerhöhung und bewirkt eine entsprechende Verringerung der Magnetisierung des Sensors. Diese kann dann über rauscharme dc-SQUID-Magnetometer in Form einer Änderung des magnetischen Flusses nachgewiesen werden und dient als präzises Maß für die im Detektor deponierte Energie.

Der hier vorgestellte Detektor wurde mit besonderem Augenmerk auf die bestmögliche Energieauflösung entwickelt und basiert aus diesem Grunde auf einem numerisch optimierten Design. Um außerdem besonders schnelle Signalanstiegszeiten zu erhalten, wurde der Absorber erstmals mit Hilfe der Diffusionsschweiß-Technik metallisch mit dem Sensor verbunden. Hierzu wird eine detaillierte Analyse der durchgeführten Charakterisierungsmessungen, die die Magnetisierung des Sensors, die Signalformen, das Rauschen des Detektorsignals und die resultierende Energieauflösung beinhalten, präsentiert.

Development of a Micro-structured Metallic Magnetic Calorimeter with a Massive Rhenium Absorber for β -Spectroscopy of ^{187}Re

This diploma thesis describes the development and characterisation of a first micro-structured prototype of a metallic magnetic calorimeter (MMC) featuring a superconducting rhenium absorber. The primary objective of this project is to optimise the detector properties in order to meet the requirements defined within MARE collaboration to achieve a detection limit for the neutrino mass on the level of $0,2\text{eV}/c^2$ by analysing the β -spectrum of ^{187}Re . A metallic magnetic calorimeter makes use of a paramagnetic temperature sensor, which is placed in a weak magnetic field. According to the calorimetric detection principle, the deposition of energy in the detector due to the absorption of a photon results in a rise of the temperature and causes a decrease of the magnetization of the sensor. This change of magnetization is detected as a change of magnetic flux by low-noise dc-SQUID-magnetometers and serves as a precise measure of the absorbed energy.

The calorimeter in this work was developed with particular emphasis on the best possible energy resolution and is therefore based on a numerically optimized detector design. With a view to very fast signal risetimes, the absorber was for the first time connected metallically to the sensor by means of the diffusion welding technique. A detailed analysis of the performed characterisation measurements, including the magnetization of the sensor, the signal shapes, the noise of the detector signal and the resulting energy resolution, is presented.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	MARE - Eine internationale Kollaboration	3
2.1	Das Neutrino als massebehaftetes Teilchen	3
2.2	Direkte Massenbestimmung aus dem β -Spektrum	4
2.3	Rhenium- β -Experimente	8
3	Theoretische Grundlagen	11
3.1	Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter	11
3.2	Das Sensormaterial <u>Au:Er</u>	12
3.2.1	Eigenschaften von Erbium in Gold	12
3.2.2	<u>Au:Er</u> im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente . . .	13
3.2.3	Detektorsignal	15
3.2.4	<u>Au:Er</u> im Modell wechselwirkender magnetischer Momente	16
3.3	Das Absorbermaterial Rhenium	19
3.3.1	Allgemeine Eigenschaften	19
3.3.2	Spezifische Wärmekapazität von Rhenium	21
3.3.3	Energieabsorption in einem Supraleiter	23
3.4	Detektorgeometrie	24
3.4.1	Mäanderförmige Detektionsspule	24
3.4.2	Berechnung der Signalgröße	26
3.4.3	Flussänderung im SQUID-Magnetometer	27
3.5	Energieauflösung magnetischer Kalorimeter	28
3.5.1	Thermodynamische Energiefluktuationen	28
3.5.2	Magnetisches Johnson-Rauschen	31
3.5.3	Rauschen des SQUIDs	32
3.5.4	1/ f -Rauschen der Erbium-Ionen	32
3.5.5	Limitierung der Energieauflösung	33

4	Der Detektor-Chip	35
4.1	Optimierung der Energieauflösung	35
4.2	Design des Detektor-Chips	37
4.3	Herstellung	39
4.4	Einprägen des Dauerstroms	41
4.5	Magnetfeldverteilung	43
5	Experimentelle Methoden	45
5.1	Erzeugung tiefer Temperaturen	45
5.2	dc-SQUID-Magnetometer	46
5.2.1	Funktionsweise eines dc-SQUIDs	47
5.2.2	Linearisierung des SQUID-Signals	48
5.2.3	Magnetisches Flussrauschen eines dc-SQUIDs	48
5.2.4	Zweistufiger SQUID-Aufbau	50
5.2.5	Eigenschaften des verwendeten SQUIDs	51
5.3	Diffusionsschweißen	51
5.3.1	Diffusion in einem Festkörper	52
5.3.2	Diffusion im System Cu-Au	53
5.3.3	Experimentelle Realisierung für ein magnetisches Kalorimeter	54
5.3.4	Experimentelle Ergebnisse	55
5.4	Experimenteller Aufbau	57
5.4.1	Detektoraufbau	57
5.4.2	Leitungsführung im Kryostaten	59
5.4.3	^{55}Fe -Röntgenquelle	60
5.5	Datenaufnahme und Signalanalyse	61
6	Experimentelle Ergebnisse	63
6.1	Magnetisches Flussrauschen bei $T = 4,2\text{ K}$	63
6.2	Magnetisierung	65
6.3	Eigenschaften des Detektorsignals	69
6.3.1	Spektrum	69
6.3.2	Signalform	73

6.3.3	Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad	79
6.3.4	Signalhöhe und Wärmekapazität	80
6.4	Rauschen bei tiefen Temperaturen	84
6.5	Energieauflösung des Detektors	86
7	Zusammenfassung und Ausblick	89
	Literaturverzeichnis	91

1. Einleitung

Das Neutrino gehört - seit seiner Postulierung Anfang der 30er Jahre des letzten Jahrhunderts - zu den wohl mysteriösesten und auch zu den bis heute am wenigsten verstandenen Elementarteilchen. Dabei wird dem Neutrino als Gegenstand der vergangenen und der aktuellen Forschung gleich in mehrfacher Hinsicht eine Schlüsselrolle in der Physik zugesprochen. So könnte die Kenntnis seiner Eigenschaften dazu verhelfen die Wechselwirkungsmodelle der Teilchenphysik nicht nur zu überprüfen sondern gegebenenfalls auch zu erweitern. Desweiteren hat eine mögliche massebehaftete Natur des Elementarteilchens weitreichende Konsequenzen für die Kosmologie (mit dem zur Zeit heiß diskutierten Thema der *dunklen Materie*) und für die kosmologischen Modelle zur Entstehung des Universums, wie zum Beispiel den *Grand Unified Theories* (GUTs).

Die eigentliche Geburtsstunde des Neutrinos liegt weit zurück im Jahr 1896 und hat seinen Ursprung in der von A.H. BECQUEREL zufällig entdeckten natürlichen Radioaktivität [Bec96]. Hierbei handelte es sich um den sogenannten β -Zerfall, bei dem ein Neutron aufgrund der schwachen Wechselwirkung unter Aussendung eines Elektrons in ein Proton zerfällt. In späteren Versuchen von J. CHADWICK stieß man jedoch unter dieser Annahme eines Zwei-Körper-Zerfalls auf einen Widerspruch zu gleich mehreren Erhaltungssätzen der Physik. Statt der erwarteten diskreten Energie des emittierten Elektrons zeigte der β -Zerfall ein kontinuierliches Energiespektrum, so dass die Energie- und Impulserhaltung nicht erfüllt waren. Die zweite, nicht minder schwerwiegende Unstimmigkeit betraf die Spinerhaltung der zerfallenden Atomkerne, die ebenfalls verletzt war. Zur Lösung dieses Problems verfiel W. PAULI auf einen, wie er selbst sagte, „Ausweg der Verzweiflung“: Er postulierte ein zusätzliches, am Zerfall beteiligtes Teilchen mit einer kleinen aber nicht notwendigerweise verschwindenden Ruhemasse, also einen Drei-Körper-Zerfall [Pau30]. Dieses hypothetische Teilchen könnte dann die fehlende Energie bzw. den fehlenden Impuls tragen und sollte, um ebenfalls die Ladungs- und Drehimpulserhaltung zu gewährleisten, elektrisch neutral sein und den Spin $1/2$ haben. 1934 entwickelte der italienische Kernphysiker E. FERMI auf der Grundlage von Paulis Idee erstmals eine Theorie des β -Zerfalls mit der sich die experimentellen Ergebnisse erklären ließen [Fer34], es mussten aber noch weitere 29 Jahre vergehen, bis von F. REINES und C. COWAN ein erster experimenteller Nachweis des Neutrinos erbracht werden konnte [Rei53]. In der Vergangenheit konnten weitere theoretische und experimentelle Errungenschaften immer mehr von der verborgenen Natur des Neutrinos enthüllen. So weiß man heutzutage, dass das Neutrino eine von Null abweichende Masse besitzt. Dennoch ist es trotz intensiver Forschungsanstrengungen noch nicht gelungen diese zu bestimmen.

Eine Möglichkeit zur Messung der Neutrinomasse, liegt in der Betrachtung des β -Spektrums, welches bereits zur Postulierung des Neutrinos führte. Auf dieser Grundlage schlugen D. MCCAMMON [McC85] und S. VITALE [Vit85] eine Untersuchung des β -Zerfalls von ^{187}Re mit Hilfe von Tieftemperatur-Mikrokalorimetern vor. Ers-

te erfolgreiche Experimente in Italien in den 90er Jahren [Cos92] [Ale99] bewiesen eindrucksvoll das Potential dieses neuen Messprinzips und ermutigten dazu, die verschiedensten kalorimetrischen Detektorkonzepte zu entwickeln und zu verwenden.

In der vorliegenden Arbeit wurde erstmalig ein optimiertes metallisch magnetisches Kalorimeter zur Messung des β -Spektrums von ^{187}Re entwickelt und charakterisiert. Der Schwerpunkt lag dabei, neben dem Erreichen einer möglichst niedrigen Energieauflösung, auch in der Verwirklichung minimaler Anstiegszeiten. Um dies zu bewerkstelligen, wurde ein Verfahren entwickelt bei dem der Sensor und der Absorber des Detektors mit Hilfe der Methode des Diffusionsschweißens metallisch miteinander verbunden werden.

In Kapitel 2 werden zuerst die massebehaftete Natur des Neutrinos und die verschiedenen Möglichkeiten zur Bestimmung der Neutrinomasse beleuchtet. Anschließend soll eine vielversprechende, modellunabhängige Messmethode genauer erklärt werden, die allein auf der kinematischen Betrachtung des β -Spektrums basiert. Zusätzlich zu den theoretischen Hintergründen werden sowohl das KATRIN- als auch das MARE-Projekt als zwei mögliche experimentelle Realisierungen dieser Methode vorgestellt.

Kapitel 3 beschreibt die theoretischen Grundlagen eines metallisch magnetischen Kalorimeters. Die Eigenschaften des verwendeten Sensormaterials Au:Er werden sowohl im Modell wechselwirkungsfreier als auch im Modell wechselwirkender magnetischer Momente betrachtet. Desweiteren findet eine Diskussion der Merkmale des supraleitenden Rheniumabsorbers, einem weiteren wichtigen Bestandteil des Detektors, statt. Im Anschluss soll die gewählte Detektorgeometrie mit einer mäanderförmigen Detektionsspule motiviert und deren Auswirkung auf die Signalgröße erörtert werden. Am Ende des Kapitels wird noch ein Überblick über die Rauschbeiträge gegeben, die die Energieauflösung des Kalorimeters fundamental begrenzen.

Das Kapitel 4 beschäftigt sich ausschließlich mit dem in dieser Arbeit verwendeten Detektor-Chip. Hierbei werden das auf eine bestmögliche Energieauflösung optimierte Detektordesign sowie die einzelnen benötigten Herstellungsprozesse dargestellt. Ferner erfolgt eine Beschreibung der Vorgehensweise bei der Präparation des Dauerstroms in der Detektionsspule und des dadurch erzeugten Magnetfeldes.

In Kapitel 5 werden die zur Durchführung des Experiments notwendigen experimentellen und technischen Grundlagen erläutert. Dies beinhaltet die Kühltechnik des verwendeten Kryostaten zur Erzeugung tiefer Temperaturen, das SQUID-Magnetometer zum Auslesen der Detektorsignale und auch das Diffusionsschweiß-Verfahren zur metallischen Befestigung des Absorbers auf dem Sensor. Zusammenfassend wird zum Schluss noch eine Darstellung des letztendlich charakterisierten Gesamtaufbaus des Detektors gegeben.

Im letzten Kapitel 6 werden die experimentellen Ergebnisse präsentiert. Hierzu werden zunächst die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des Au:Er-Sensors gezeigt und danach die für den Detektor typischen Signalformen vorgestellt, welche durch die Absorption von Röntgenquanten einer ^{55}Fe -Quelle erzeugt wurden. Abschließend wird noch die Energieauflösung des Detektors diskutiert, die sich aus den charakteristischen Linien des Spektrums der Röntgenquelle ermitteln lässt.

2. MARE - Eine internationale Kollaboration

Die im Verlauf des letzten Jahrhunderts gewonnenen experimentellen und theoretischen Erkenntnisse trugen weitreichend zum Verständnis des Neutrinos bei und führten u.a. zur Entwicklung der Theorie der elektroschwachen Wechselwirkung [Gla61] [Wei67][Sal68]. Als ein Teil des „Standardmodells der Elementarteilchen“, das die Phänomene der uns bekannten Wechselwirkungen zu beschreiben vermag, werden in dieser Theorie alle drei Neutrinofamilien mitsamt ihrer Antiteilchen als masselose Teilchen betrachtet¹. Trotz seines Erfolges, liefert das Standardmodell aber nur ein unvollständiges Bild und stößt bei noch vielen grundlegenden Fragen, wie z.B. nach der Ursache für genau drei Fermionenfamilien, an seine Grenzen.

Um dennoch eine eindeutige Beantwortung der Frage nach der Neutrinomasse jenseits des Standardmodells zu erhalten, wurden eine Vielzahl von Experimenten mit den unterschiedlichsten Ansätzen durchgeführt. Eine Möglichkeit stützt sich auf die Analyse von kosmologischen Daten. Hierbei wird angenommen, dass eine nicht verschwindende Neutrinomasse Auswirkungen auf die Inhomogenität der kosmischen Hintergrundstrahlung oder die großräumige Struktur des Universums haben müsse. Solche kosmologischen Betrachtungen ermöglichten es eine aktuelle obere Grenze für die Masse des Neutrinos von $0,26 \text{ eV}/c^2$ festzulegen [Sel08]. Ein anderer Ansatz widmet sich der Untersuchung des neutrinolosen Doppelbeta-Zerfalls $0\nu 2\beta$ über dessen Halbwertszeit dann m_ν bestimmt werden kann. Die Existenz eines derartigen Zerfalls setzt allerdings voraus, dass es sich bei dem Neutrino um ein sogenanntes Majorana-Teilchen handelt. Bisherige auf dieser Grundlage durchgeführte Messungen ergaben eine mögliche Neutrinomasse im Bereich von 0,2 bis $0,6 \text{ eV}/c^2$ [Kla04]. Der große Nachteil der hier vorgestellten indirekten Methoden zur Bestimmung der Neutrinomasse liegt jedoch in ihrer Modellabhängigkeit. Es stellt sich somit die Frage nach der Glaubwürdigkeit der Ergebnisse, da sie auf theoretischen Annahmen basieren, die noch nicht vollständig verifiziert werden konnten.

Im Laufe dieses Kapitels wird zuerst das Neutrino als massebehaftetes Teilchen diskutiert und anschließend eine Messmethode beschrieben, die es erlaubt direkte Informationen über die Neutrinomasse zu gewinnen. Als eine experimentelle Realisierung einer solchen direkten Neutrinomassenbestimmung werden abschließend die im Rahmen des MARE²-Projekts durchgeführten Rhenium-Experimente vorgestellt.

2.1 Das Neutrino als massebehaftetes Teilchen

Anders als noch im „Standardmodell der Elementarteilchen“ angenommen, hat sich in den letzten Jahren die Ansicht durchgesetzt, dass es sich bei dem Neutrino um ein

¹Andernfalls wäre die experimentell beobachtete maximale Paritätsverletzung, d.h. die schwache Wechselwirkung koppelt nur an linkshändige Neutrinos bzw. rechtshändige Antineutrinos, nicht erklärbar.

²von ital. **mare** „Meer“, Akronym für Microcalorimeter Arrays for a Rhenium Experiment

massebehaftetes Teilchen handelt. Grund hierfür waren Beobachtungen von atmosphärischen und solaren Neutrinos, deren Flüsse theoretisch über die Wechselwirkung der kosmischen Strahlung mit der Atmosphäre bzw. über das „Standard-Sonnen-Modell“ (SSM) berechnet werden können. In beiden Fällen wurde in gleich mehreren Experimenten eine signifikante Abweichung vom erwarteten Neutrinofluss gemessen. 1992 veröffentlicht die Kamiokande Kollaboration daraufhin erstmals Daten die eindeutig ein atmosphärisches Myoneneutrino-Defizit belegen [Hir92]. Hinweise für ein solares Elektroneneutrino-Defizit konnten bereits über Jahrzehnte gesammelt werden, der endgültige Beweis wurde aber erst 2001/2 durch das SNO³ erbracht [Ahm02].

Nach dem heutigen Kenntnisstand geht man davon aus, dass die Neutrinos keine signifikante Wechselwirkung mit Materie im Inneren der Sonne bzw. in der Atmosphäre der Erde eingehen und dass das SSM im Wesentlichen richtig ist. Das scheinbare „Verschwinden“ der Elektroneneutrinos wird durch die von Z. MAKI *et al.* 1962 theoretisch vorhergesagten Neutrinooszillationen erklärt, bei denen sich die Neutrinoarten umwandeln können [Mak62]. Die einzelnen Flavoureigenzustände der schwachen Wechselwirkung $|\nu_\alpha\rangle$ ($\alpha = e, \mu, \tau$) sind dabei über die unitäre Mischungsmatrix \mathbf{U} mit den Masseneigenzuständen $|\nu_i\rangle$ ($i = 1, 2, 3$) verknüpft:

$$|\nu_\alpha\rangle = \sum_{i=1}^3 U_{\alpha i} |\nu_i\rangle . \quad (2.1)$$

Für den Fall, dass die Neutrinoarten unterschiedliche Massen besitzen, sind die Flavoureigenzustände somit durch Linearkombinationen der Masseneigenzustände gegeben und die Flavours können periodisch ineinander übergehen. Das heißt als notwendige Voraussetzung für die Existenz von Neutrinooszillationen müssen mindestens zwei der Masseneigenwerte ungleich Null sein. Die Wahrscheinlichkeit, mit der sich ein Neutrino mit dem Flavourzustand $|\nu_\alpha\rangle$ und der Gesamtenergie E_ν nach einer Zeit t in den Zustand $|\nu_\beta\rangle$ umwandelt, beträgt [Kla95]

$$P_{\nu_\alpha \rightarrow \nu_\beta}(t) = |\langle \nu_\beta(t) | \nu_\alpha(0) \rangle|^2 = \sum_i |U_{\alpha i}|^2 |U_{\beta i}|^2 + \sum_{i \neq j} U_{\alpha i} U_{\alpha j}^* U_{\beta i} U_{\beta j}^* \exp\left(-\frac{i}{\hbar} \frac{\Delta m_{ij}^2 c^4}{2E_\nu} t\right) , \quad (2.2)$$

wobei $\Delta m_{ij}^2 = m_i^2 - m_j^2$ die quadratische Massendifferenz zweier Masseneigenzustände angibt. Die beobachteten Flavourumwandlungen enthalten also keine eindeutige Informationen über die absoluten Neutrinomassen, dennoch können sie eindrucksvoll bezeugen, dass Neutrinos eine endliche Ruhemasse besitzen.

2.2 Direkte Massenbestimmung aus dem β -Spektrum

Alle bisher diskutierten Neutrinoexperimente sind nur bedingt für die Bestimmung der Neutrinomassen geeignet, da sie entweder von möglicherweise falschen Modellvorstellungen abhängen, oder lediglich sensitiv auf Massendifferenzen sind. Es werden also weitere modellunabhängige, direkte Methoden zur Festlegung der absoluten

³Abkürzung für das Sudbury Neutrino Observatory

Massenskala benötigt. Hierfür bieten sich Untersuchungen von radioaktiven Zerfallsreaktionen an, bei denen Neutrinos bzw. Antineutrinos beteiligt sind. Eine solche Reaktion ist der bereits bekannte einfache β -Zerfall. Aus dessen kontinuierlichen Spektrum können Informationen über die Neutrinomasse abgeleitet werden - allein durch kinematische Betrachtungen und ohne weitere theoretische Ansätze.

Der einfache β^- -Zerfall lässt sich allgemein beschreiben durch:



wobei ein Kern $X(A, Z)$ unter Emission eines Elektrons und eines Antielektronneutrinos in einen Tochterkern $Y(A, Z')$ mit um eins erhöhter Kernladungszahl übergeht. Die Massendifferenz von Mutter- und Tochteratom bestimmt dabei die freiwerdende Zerfallsenergie E_0 . Bei genauer Kenntnis dieser Zerfallsenergie, die sich entsprechend auf die Reaktionsprodukte aufteilt, kann die Messung des Neutrinos geschickt auf eine Messung der Endpunktsenergie des ebenfalls ausgesandten Elektrons zurückgeführt werden. Mit Hilfe von Fermis Goldener Regel erhält man für das Energiespektrum des Elektrons den Ausdruck

$$N(E_e)dE_e = R(E_e)E_e p_e (E_0 - E_e)^2 \sqrt{1 - \frac{m_{\nu_e}^2 c^4}{(E_0 - E_e)^2}} dE_e \quad (2.4)$$

mit der Gesamtenergie E_e bzw. dem Impuls p_e des Elektrons und der Masse m_{ν_e} des Elektronneutrinos⁴. Der Faktor $R(E_e)$ ist eine von der Neutrinomasse unabhängige Funktion, die sich aus dem sogenannten Formfaktor $S(E_e)$ und der Fermifunktion $F(Z', E_e)$ zusammensetzt:

$$R(E_e) = S(E_e)F(Z', E_e) = G_F^2 \frac{m_e^5}{2\pi^3} \cos^2 \theta_C |M|^2 F(Z', E). \quad (2.5)$$

Hierbei bezeichnen G_F die Fermikonstante, m_e die Elektronenmasse, θ_C den Cabibbo-Winkel und $|M|^2$ das Kernmatrixelement des Übergangs. Mit der Fermifunktion wird die Coulombwechselwirkung zwischen dem Elektron und dem Tochterkern mit der Ladung $Z'e$ berücksichtigt.

In Abbildung 2.1a) ist $F(Z', E_e)$ für den einfachen β^- -Zerfall aufgetragen. Um eine allgemeine Darstellung zu ermöglichen, wurden hierfür die Energieachsen auf die Übergangsenergie $Q = E_0 - m_e c^2$ normiert. Wie man erkennen kann, bewirkt der Einfluss der Coulombwechselwirkung eine Umverteilung der β -Ereignisse zu niedrigeren Energien und ist für den höherenergetischen Bereich nahe der Endpunktsenergie bereits vernachlässigbar. Die generelle Form des Spektrums wird hauptsächlich durch den in Abb. 2.1b) ebenfalls gezeigten Phasenraumfaktor $p_e E_e (E_0 - E_e)^2$ beeinflusst.

⁴Das TCP-Theorem, das aus der relativistischen Quantenfeldtheorie hervorgegangen ist, besagt, dass die Gesamtoperation aus Zeitumkehr T, Ladungskonjugation C und Parität P invariant ist [Lüd57]. Weiterhin kann aus dem TCP-Theorem gefolgert werden, dass die Massen von Teilchen und Antiteilchen exakt gleich sind. Insofern wird der Einfachheit halber im Folgendem die Masse des Elektronneutrinos diskutiert, obwohl beim β^- -Zerfall ein Antielektronneutrino erzeugt wird.

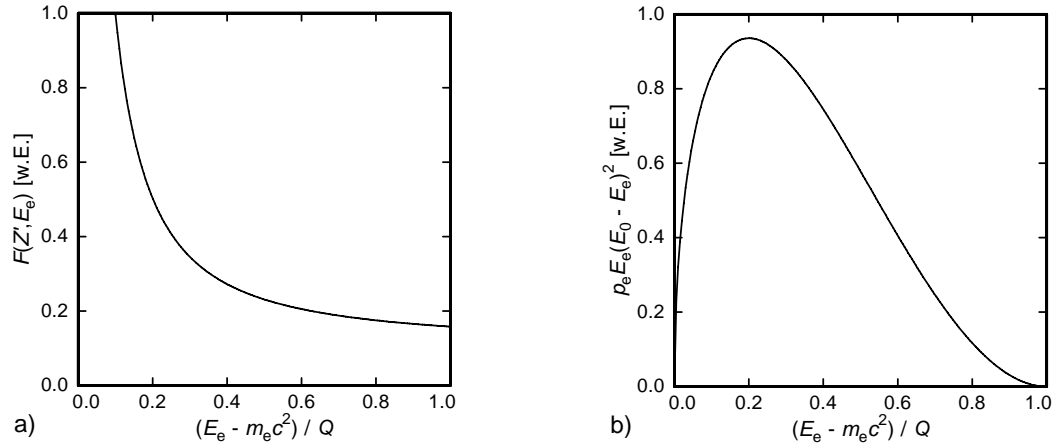


Abb. 2.1: **a)** Allgemeine Fermifunktion des einfachen β^- -Zerfalls, bei der der Einfluss durch die Kernladungszahl des Tochteratoms durch die Skalierung der Ordinate in willkürlichen Einheiten noch nicht mit berücksichtigt wird. **b)** Phasenraumfaktor, der den generellen Verlauf des β -Spektrums bestimmt.

Um die Auswirkungen einer endlichen Ruhemasse des Neutrinos besser untersuchen zu können, wird das β -Spektrum in der sogenannten Kurie-Darstellung aufgetragen:

$$K(E_e) = \sqrt{\frac{N(E_e)}{R(E_e)E_e p_e}} = (E_0 - E_e)^4 \sqrt{1 - \frac{m_{\nu_e}^2 c^4}{(E_0 - E_e)^2}}. \quad (2.6)$$

Für eine verschwindende Neutrinomasse $m_{\nu_e} = 0 \text{ eV}/c^2$ ergibt sich aus dem Kurieplot eine lineare Abhängigkeit zwischen $K(E_e)$ und E_e , wobei die Gerade die Energieachse genau bei der Zerfallsenergie E_0 schneidet. Besitzt das Neutrino jedoch eine endliche Ruhemasse, so kann das Elektron nur mit einer Maximalenergie von $E_{e,\text{max}} = E_0 - m_{\nu_e} c^2$ emittiert werden. Der Kurvenverlauf weicht in diesem Fall von der Geraden ab und schneidet die Energieachse senkrecht bei der um $m_{\nu_e} c^2$ verminderten Energie. In Abbildung 2.2 soll dies für verschiedene Neutrinomassen verdeutlicht werden. Hierfür wurden sowohl eine verschwindende Neutrinomasse, als auch Neutrinomassen von $m_{\nu_e} = 50 \text{ eV}/c^2$ bzw. $m_{\nu_e} = 100 \text{ eV}/c^2$ angenommen.

Aus der Analyse des Kurvenverlaufs und im Speziellen des Schnittpunktes mit der Energieachse lässt sich somit die Masse des Neutrinos bestimmen. Dabei ergibt sich jedoch das Problem, dass gerade in dem interessanten Energiebereich des Kurieplots in der Nähe der Zerfallsenergie E_0 die Zählrate sehr gering ist. Integriert man das Energiespektrum in einem kleinen Intervall $[E_0 - \delta E, E_0]$ unterhalb der Zerfallsenergie, so ergibt sich für den Anteil der für uns wichtigen Ereignisse die Proportionalität

$$F(\delta E) = \int_{E_0 - \delta E}^{E_0} N(E_e, m_{\nu_e} = 0) dE \propto \left(\frac{\delta E}{Q}\right)^3. \quad (2.7)$$

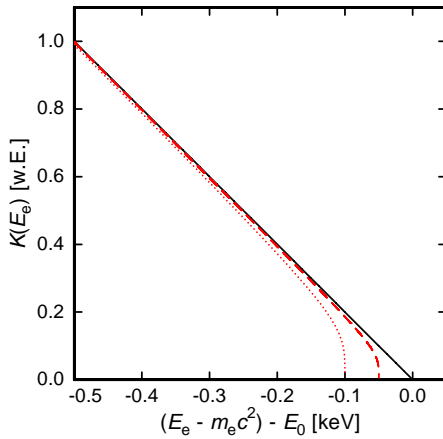


Abb. 2.2: Kurieplot des einfachen β -Zerfalls für verschiedene Neutrinomassen: Die schwarze durchgezogene Gerade ergibt sich dabei für $m_{\nu_e} = 0 \text{ eV}/c^2$. Die roten Kurven entsprechen endlichen Neutrinomassen von $m_{\nu_e} = 50 \text{ eV}/c^2$ (gestrichelte Linie) bzw. $m_{\nu_e} = 100 \text{ eV}/c^2$ (gepunktete Linie).

Um diesen Effekt so gering wie möglich zu halten, ist es also sinnvoll einen Zerfall mit möglichst geringer Endpunktsenergie zu wählen.

Auf der Grundlage dieses Prinzips wurde schon seit den 70er Jahren der β -Zerfall von ${}^3\text{H}$ mit magnetischen Spektrometern analysiert und das verwendete Messverfahren stetig weiterentwickelt, wodurch die Neutrinomasse auf immer kleinere Obergrenzen eingeschränkt werden konnte. Das Element Tritium zerfällt mit einer Halbwertszeit von $\tau_{1/2} = 12,3 \text{ yr}$, sowie einer vergleichsweise niedrigen Übergangsenergie von $Q = 18,6 \text{ keV}$ in ${}^3\text{He}$ und besitzt somit eine für spektroskopische Messungen günstige Aktivität im Endpunktsbereich. Die neuesten Experimente wurden dabei mit sogenannten MAC-E-Filtern⁵ durchgeführt, bei denen die Elektronen adiabatisch entlang der Magnetfeldlinien geführt und durch ein elektrostatisches Potential energieselektiert werden. Ein MAC-E-Filter stellt also ein Hochenergiepass-Filter dar und zeichnet sich zudem durch eine sehr hohe Energieauflösung aus. Auf diese Weise kann die Datenanalyse auf den relevanten Energiebereich beschränkt und störende Einflüsse von niederenergetischen Elektronen vermieden werden. Die zur Zeit genauesten direkten Messungen stammen dabei aus dem Mainzer Neutrinomassen-Experiment mit einer oberen Schranke von

$$m_{\nu_e} \leq 2,2 \text{ eV}/c^2 \quad (95\% \text{ C.L.}) \quad (2.8)$$

bzw. aus dem Troitsk Neutrinomassen Experiment, das einen Wert von

$$m_{\nu_e} \leq 2,05 \text{ eV}/c^2 \quad (95\% \text{ C.L.}) \quad (2.9)$$

ergab [Wei07].

Eine weitere Verbesserung erhofft man sich aus dem Karlsruhe TRITium Neutrino Experiment, kurz KATRIN, das sich gegenwärtig noch im Aufbau befindet und eine neue obere Neutrinomassengrenze von $0,2 \text{ eV}/c^2$ zum Ziel setzt [KAT05]. Um eine solche Massensensitivität im sub-eV/ c^2 -Bereich zu erreichen, setzt man vor allem auf noch größere Spektrometer sowie längere Messzeiten und sieht sich dabei neben den enormen technischen und finanziellen Herausforderungen mit mehreren Problemen konfrontiert. Als der wohl größte Nachteil sei hier die externe Tritium-Quelle

⁵Abkürzung für Magnetic Adiabatic Collimation combined with an Electrostatic Filter

genannt. Durch diese Anordnung werden Elektronen, die bei Zerfällen in angeregte Zustände erzeugt wurden und eine entsprechend geringere Energie tragen, unerkant mitgemessen. Aber auch weitere Effekte bei denen es zur Selbstabsorptionen innerhalb der Quelle oder zu Reflexionen am Quellenhalter kommen kann, beeinflussen die Energie der Elektronen und können so das gemessene Spektrum verfälschen. Diese komplexen Einflüsse müssen alle sehr gut untersucht und ihre Auswirkungen vollständig verstanden sein, um systematische Fehler auszuschliessen und eine sinnvolle Analyse der Messdaten gewährleisten zu können.

2.3 Rhenium- β -Experimente

Einen grundlegend anderen, aber umso vielversprechenderen, Ansatz zur direkten Bestimmung der Neutrinomasse stellen Tieftemperatur-Mikrokalorimeter dar, mit deren Hilfe das β -Spektrum von Rhenium untersucht werden soll. Das kalorimetrische Messprinzip nutzt dabei die Temperaturerhöhung, die bei der Absorption eines β -Teilchens hervorgerufen wird. Je nach Höhe der Temperaturänderung kann dann auf die Energie des absorbierten Teilchens geschlossen werden.

Das Isotop ^{187}Re besitzt mit $Q = 2,47\text{ keV}$ einen besonders niedrigen Wert für die Übergangsenergie. Gemäß der Proportionalität $(\delta E/Q)^3$ kann der Anteil der Zählrate in diesem Endpunktsenergiebereich im Vergleich zu Tritium somit nochmals um einen Faktor 430 gesteigert werden. Zudem stellen die Atome der Re-Quelle auch gleichzeitig den Absorber des Kalorimeters dar, sodass die oben genannten Nachteile der Tritium-Experimente hier ausgeschlossen werden können.

Die ersten Schritte

Die ersten „Gehversuche“ im Bereich der kalorimetrischen Rhenium-Experimente wurden in den 80er Jahren von zwei italienischen Gruppen aus Genua (MANU) und Mailand (MIBeta) unternommen. Unabhängig voneinander konnten in den Folgejahren beide Gruppen auf der Grundlage leicht unterschiedlicher Detektorkonzepte die ersten Erfolge erzielen.

Das MANU-Experiment verwendete dabei 1,5 mg metallisches Rhenium mit einer natürlichen ^{187}Re -Isotopenkonzentration von 63% als Absorber und einen Germanium dotierten Thermistor als Thermometer. Das so bei einer Arbeitstemperatur von 100 mK gemessene Spektrum ermöglichte es eine obere Neutrinomassengrenze von $m_{\nu_e} < 26\text{ eV}/c^2$ (95% C.L.) zu bestimmen [Cos92]. Zudem konnten die bereits 1991 von S.E. KOONIN vorhergesagten sogenannten BEFS⁶ [Koo91] erstmals genauer untersucht werden. Dabei handelt es sich um einen Effekt, bei dem die Wellenfunktionen der emittierten β -Elektronen von den Atomen der unmittelbaren Umgebung zurückgestreut werden und miteinander interferieren. Als eine direkte Auswirkung wurden Oszillationen im β -Spektrum beobachtet, deren Einfluss sich allerdings bei höheren Energien schnell vermindert und am Endpunkt des Spektrums bereits vernachlässigbar ist [Gat99].

⁶Abkürzung für Beta Environmental Fine Struktüre

Das MIBeta-Experiment hingegen basierte auf einem Array aus 8 dielektrischen AgReO_4 -Kristallen zu je 0,25 mg, die ebenfalls von Halbleiter-Sensoren ausgelesen wurden, und erreichte eine obere Grenze für die Neutrinomasse von $m_{\nu_e} < 15 \text{ eV}/c^2$ (90% C.L.) [Sis04].

Beide Gruppen sind derzeit Teil der internationalen MARE Kollaboration. Ziel dieses MARE-Projektes ist es die bereits erreichten Energieauflösungen der MANU- und MIBeta-Experimente von 40 eV bzw. 28,5 eV (bei einer Energie von 2,47 keV) mit Hilfe neuer Detekorkonzepte, wie z.B. den supraleitenden Phasenübergangs-Sensoren (TES⁷) oder den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten magnetischen Kalorimetern, deutlich zu verbessern und die messbare Grenze für die Neutrinomasse weiter zu reduzieren. Dies soll in einem zweistufigen Zeitplan realisiert werden [MAR06].

MARE - Phase I

In der ersten Phase wird zunächst eine Sensitivität von 2-3 eV/ c^2 angestrebt. Die Anforderungen an die Detektoren, die mit Hilfe einer Monte-Carlo-Simulation berechnet wurden, sind dementsprechend hoch. So muss die Statistik im Vergleich zu den bisherigen Experimenten um mehrere Größenordnungen auf über 10^{10} β -Zerfälle gesteigert und die Energieauflösung auf $\Delta E_{\text{FWHM}} < 15 \text{ eV}/c^2$ reduziert werden.

In einer nächsten Generation von Rhenium-Experimenten (MANU-2 und MIBeta-2) sollen hierfür jeweils Arrays aus ca. 300 Detektoren eingesetzt werden, deren Absorber erneut aus metallischem Rhenium bzw. dielektrischen Kristallen bestehen, und durch ihre große Anzahl die benötigte Statistik gewährleisten. Weiterhin konnte durch die Verwendung von Phasenübergangs-Sensoren und durch eine Weiterentwicklung der Halbleiter-Thermistoren in beiden Gruppen die erforderliche Energieauflösung erzielt werden [Per06][Nuc06].

Nach einer Messzeit von ein bis drei Jahren könnten somit noch vor Ende des KATRIN-Experiments erste Ergebnisse vorliegen. Mit dieser ersten Phase des MARE-Projekts bietet sich die interessante Möglichkeit, die in den Mainz- und Troitzk-Experimenten gewonnen Neutrinomassengrenzen über einen unabhängigen, komplementären Ansatz in demselben Sensitivitätsbereich zu überprüfen.

MARE - Phase II

Die zweite Phase hat eine Verbesserung der Sensitivität um eine weitere Größenordnung auf 0,2 eV/ c^2 zum Ziel und ist mit der Genauigkeit des KATRIN-Experiments vergleichbar. Um dies zu erreichen, muss die Statistik weiter auf 10^{14} β -Zerfälle gesteigert und das Detektor-Array entsprechend deutlich vergrößert werden.

Die vielleicht größte Herausforderung bei der Entwicklung geeigneter Detektoren stellen in dieser Phase jedoch sogenannte „Pile-Up“-Effekte dar. Abhängig vom Detektor existiert eine endliche Auflösungszeit τ_{A} bei der es gerade noch möglich ist zwei aufeinanderfolgende Temperaturpulse voneinander zu trennen. Diese Auflösungszeit entspricht größenordnungsmäßig den Signalanstiegszeiten des Detektors und hat zur

⁷Abkürzung für Transition Edge Sensor

Folge, dass Signale die innerhalb dieser Zeitspanne τ_A detektiert werden, nicht mehr korrekt interpretiert werden können und somit die Form des β -Spektrums beeinflussen. Die Rate der „Pile-Up“-Ereignisse ist dabei näherungsweise durch das Produkt aus der totalen Aktivität der Rhenium-Quelle und der Auflösungszeit τ_A gegeben

$$f_{\text{pu}} \approx A \tau_A . \quad (2.10)$$

Um die geforderten hohen Statistiken zu erreichen, ist es nur bedingt möglich f_{pu} über die Aktivität und damit über die Absorbergrößen zu reduzieren. Für das Gelingen dieses Projektes wird es in den nächsten Jahren daher von besonderer Bedeutung sein Detektoren mit möglichst hohen Auflösungsvermögen und kurzen Signalanstiegszeiten zu entwickeln. Die bisher besten veröffentlichten Werte für Signalanstiegszeiten stammen aus dem MANU-2 Experiment und liegen im Bereich von 25-30 μs .

Abbildung 2.3 zeigt die berechnete zeitliche Entwicklung der Neutrinomassensensitivität des MARE-2 Experimentes in Abhängigkeit von der Messdauer. Im Rahmen einer Monte-Carlo-Simulation wurden vier verschiedene experimentelle Anordnungen berücksichtigt, die sich jeweils in der Energieauflösung, Signalauflösungszeit und β -Zerfallsaktivität pro Detektor voneinander unterscheiden.

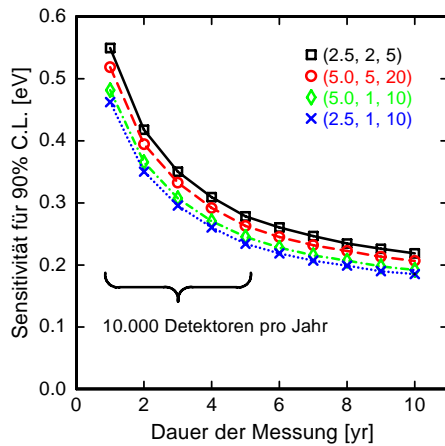


Abb. 2.3: Zeitliche Entwicklung der Neutrinomassensensitivität des MARE-2 Experimentes für vier verschiedene experimentelle Realisierungen. Die Zahlentriplets der einzelnen Kurven beschreiben der Reihe nach die Energieauflösung [eV], die Auflösungszeit [μs] und die Aktivität pro Detektor [s^{-1}]. Die Daten stammen aus [MAR06], Stand vom 19. Mai 2006.

Um das angestrebte Ziel im 0,2 eV-Bereich zu erreichen, wird der engültige Aufbau des MARE-Projekts dementsprechend aus einem Array aus 50000 Detektoren mit einer Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} < 5 \text{ eV}/c^2$ bzw. einer Signalanstiegszeit von $\tau_A < 2 \mu\text{s}$ bestehen und eine Datenaufnahme über zehn Jahre erfordern.

Als ein Teil der internationalen MARE Kollaboration wird in der Heidelberger Gruppe auf der Basis sogenannter metallisch magnetischer Kalorimeter ein neues Detektionskonzept zur Messung des β -Spektrums von ^{187}Re entwickelt. Ein solcher Detektor wurde erstmals 2006 aufgebaut [Hau06] und in den Folgejahren intensiv untersucht und weiterentwickelt [Por07][Hoe08]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Detektor hinsichtlich der für die Neutrinomassenbestimmung gestellten Anforderungen erstmals optimiert und charakterisiert. Dabei wurde bei der Entwicklung und beim Aufbau der Schwerpunkt auf die Reduktion der Signalanstiegszeiten gelegt und eine Verbesserung der Energieauflösung angestrebt.

3. Theoretische Grundlagen

3.1 Detektionsprinzip magnetischer Kalorimeter

Im Folgenden soll das Funktionsprinzip eines metallisch magnetischen Kalorimeters beschrieben werden, das auf dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik beruht. Abbildung 3.1 zeigt den schematischen Aufbau eines solchen Kalorimeters zur Messung der Energie massiver Teilchen oder einzelner Röntgenquanten.

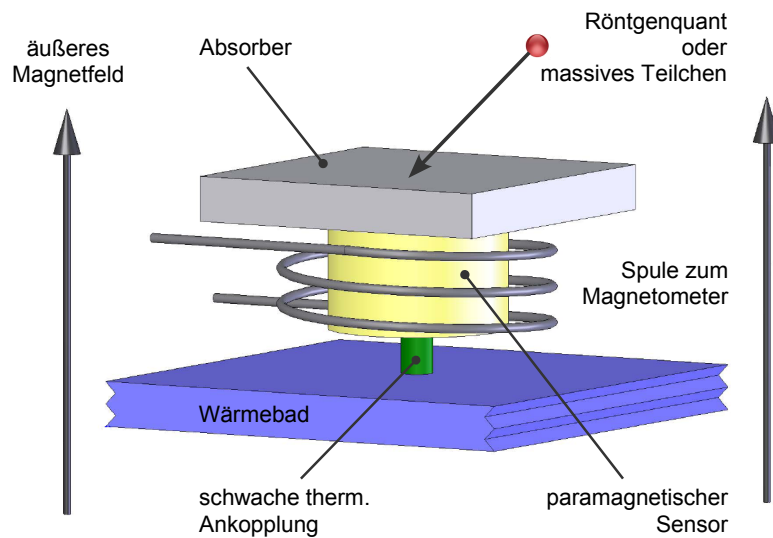


Abb. 3.1: Schematische Darstellung eines metallisch magnetischen Kalorimeters.

Die Hauptbestandteile des Detektors sind dabei ein Absorber für die zu detektierenden Teilchen und ein paramagnetischer Temperatursensor, die beide in einem möglichst starken thermischen Kontakt miteinander stehen. Der Sensor ist weiterhin schwach an ein Wärmebad der Temperatur T gekoppelt und befindet sich zudem in einem äußeren Magnetfeld, wodurch sich die magnetischen Momente des Sensors teilweise ausrichten.

Wird ein Teilchen oder Röntgenquant im Absorber absorbiert, so kommt es zu einem Energieeintrag δE im Detektor, der in linearer Näherung eine Temperaturerhöhung des Absorbers und des Sensors um

$$\delta T = \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}} \quad (3.1)$$

zur Folge hat. Hierbei bezeichnet C_{tot} die Gesamtwärmekapazität des Detektors. Diese Erwärmung bewirkt aufgrund des paramagnetischen Verhaltens des Sensors eine Änderung der Magnetisierung δM , die für hinreichend kleine Temperaturänderungen ($\delta T \ll T$) durch

$$\delta M = \frac{\partial M}{\partial T} \delta T = \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C_{\text{tot}}} \quad (3.2)$$

gegeben ist. In der Spule, die den Sensor umschließt, induziert die Magnetisierungsänderung dann eine Änderung des magnetischen Flusses $\delta\phi \propto \delta M$, welche mit Hilfe eines empfindlichen Magnetometers ausgelesen wird. Die Bestimmung der absorbierten Energie erfolgt somit über eine Messung der Magnetisierung bzw. des magnetischen Flusses, der proportional zu δE ist.

Anhand von Gleichung 3.2 lassen sich direkt zwei wichtige Anforderungen ableiten, die an die Detektormaterialien gestellt werden. Um eine Maximierung des Detektorsignals und damit die bestmögliche Energieauflösung zu gewährleisten, sollte die Magnetisierung des Sensors eine möglichst starke Temperaturabhängigkeit aufweisen. Als eine zusätzliche Forderung ist es wichtig die Gesamtwärmekapazität des Detektors so gering wie möglich zu halten. Dies lässt sich zum einen durch möglichst kleine Absorber- und Sensorvolumina, aber auch durch die Wahl tiefer Arbeitstemperaturen erreichen, bei denen der elektronische und der phononische Anteil der Wärmekapazität den Abhängigkeiten $C_{\text{el}} \propto T$ bzw. $C_{\text{ph}} \propto T^3$ entsprechend kleiner sind. Eine weitere Alternative stellen Absorber aus Supraleitern dar, für die die elektronische Wärmekapazität unterhalb der Sprungtemperatur T_c exponentiell unterdrückt und praktisch vernachlässigbar ist. Wie sich in Abschnitt 4.1 zeigen wird, kann dann auch die Wärmekapazität des Sensors entsprechend klein gehalten werden.

Unter diesen Voraussetzungen hat sich seit Beginn der 90er Jahre mit Erbium dotiertes Gold als ein besonders geeigneter Kandidat für das Sensormaterial durchgesetzt [Ban93]. Durch die starke Kopplung zwischen den Systemen der Leitungselektronen und der lokalisierten magnetischen Momente ermöglicht diese Legierung zudem eine schnelle Thermalisierung, wodurch die gewünschten schnellen Signalanstiegszeiten (siehe Abschnitt 2.3) garantiert werden können.

3.2 Das Sensormaterial Au:Er

3.2.1 Eigenschaften von Erbium in Gold

Im Rahmen dieser Arbeit wurde als paramagnetischer Temperatursensor eine Legierung aus dem Edelmetall Gold (Au) und dem Seltenerdmetall Erbium (Er) mit einer Erbiumkonzentration von 295 ppm verwendet.

Reines Gold ist diamagnetisch und besitzt eine nahezu temperaturunabhängige magnetische Volumenssuszeptibilität von $\chi_{\text{Au}} = -3.45 \cdot 10^{-5}$. Die paramagnetischen Eigenschaften des Sensormaterials resultieren also erst aus der Dotierung des Wirtsmetalls Gold mit geringen Mengen Erbium. Bei diesem Vorgang besetzen die Erbium-Atome, wie in Abbildung 3.2 skizziert, reguläre Gitterplätze des kubisch flächenzentrierten Kristallgitters von Gold und geben dabei drei Valenzelektronen an das Leitungsband von Gold ab. Die Er^{3+} -Ionen besitzen daher die Elektronenkonfiguration $[\text{Kr}] 4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$ und tragen aufgrund der unvollständig gefüllten $4f$ -Schale ein permanentes magnetisches Moment.

Für Temperaturen unterhalb von etwa 50 K überwiegt der Einfluss der Erbium-Ionen im Au-Wirtsmaterial und die Legierung zeigt insgesamt ein paramagnetisches Verhalten.

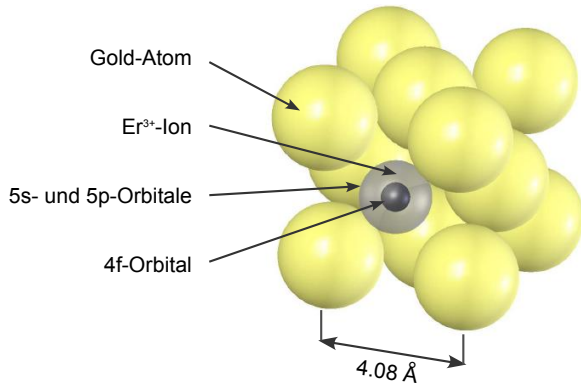


Abb. 3.2: Schematischer Ausschnitt der Gitterstruktur einer Au:Er-Legierung. Die Er³⁺-Ionen, deren Ionenradius durch die äußeren 5s- und 5p-Orbitale 1 Å beträgt, nehmen reguläre Plätze des fcc-Gitters von Au ein. Mit einem Radius von nur 0,4 Å liegen die teilweise gefüllten 4f-Schalen tief im Inneren des Ions.

Vergleicht man den Ionenradius der Er³⁺-Ionen, $r_{\text{ion}} \approx 1 \text{ \AA}$, mit dem Radius der 4f-Schale, $r_{4f} \approx 0,3 \text{ \AA}$, so erkennt man, dass diese tief im Inneren des Er³⁺-Ions liegt. Das von den Goldatomen erzeugte Kristallfeld wird somit effektiv von den äußeren 5s- und 5p-Orbitalen abgeschirmt und ist am Ort der 4f-Elektronen hinsichtlich der Spin-Bahn-Kopplung in guter Näherung vernachlässigbar. Dies erlaubt es den Gesamtdrehimpuls \mathbf{J} des Er³⁺-Grundzustandes gemäß der Hund'schen Regeln aus dem Gesamtspin \mathbf{S} und dem Gesamtbahndrehimpuls \mathbf{L} zu berechnen und man erhält $S = 3/2$, $L = 6$ und $J = 15/2$. Mit dem hieraus resultierenden Landé-Faktor $g_J = 6/5$ kann dann das magnetische Moment $\boldsymbol{\mu} = -g_J \mu_B \mathbf{J}$ bestimmt werden [Abr70], wobei $\mu_B = 9,27 \cdot 10^{-24} \text{ J/T}$ dabei das Bohr'sche Magneton angibt.

Für hohe Temperaturen $T > 100 \text{ K}$ findet man eine gute Übereinstimmung zwischen der auf diese Weise theoretisch vorhergesagten und der tatsächlich gemessenen Magnetisierung [Wil69]. Bei tiefen Temperaturen kann der Einfluss des Kristallfeldes jedoch nicht mehr vernachlässigt werden. Infolgedessen wird die $(2J + 1)$ -fache Entartung des Grundzustandes aufgehoben und es kommt zu einer Aufspaltung in mehrere Multipletts (Γ_6 -, Γ_7 -Doublett, $3 \times \Gamma_8$ -Quartett). Das energetisch niedrigste Multiplett ist, im Falle von Er³⁺ in Au, ein Kramers- Γ_7 -Doublett, dessen Abstand zu dem nächsthöheren Multiplett $\Delta E = 17 \text{ K} \cdot k_B$ [Hah92] beträgt¹. Die Größe $k_B = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$ kennzeichnet dabei die Boltzmann-Konstante. Im Fall tiefer Temperaturen ist eine Besetzung der höheren Multipletts somit also sehr unwahrscheinlich und das Verhalten von Au:Er kann folglich als ein Spin-1/2-System mit einem effektiven Quasispin von $\tilde{S} = 1/2$ und einem effektiven Landé-Faktor von $\tilde{g} = 6,8$ betrachtet werden [Abr70].

3.2.2 Au:Er im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

Wie bereits in Abschnitt 3.1 beschrieben wurde, basiert das Grundprinzip eines magnetischen Kalorimeters darauf, die Bestimmung der Teilchenenergie auf eine Mes-

¹Dieser bisher vermutlich genaueste Wert für den Energieabstand stammt aus Neutronenstreuexperimenten. Weitere experimentelle Methoden ergaben im Einzelnen: Hyperfein-Resonanz-Spektroskopie: $11 \pm 2 \text{ K} \cdot k_B$ [Sjö75], ESR: $16 \pm 6 \text{ K} \cdot k_B$ [Dav73] und Gleichfeldsuszeptibilität $19 \text{ K} \cdot k_B$ [Wil69].

sung der Magnetisierungsänderung eines paramagnetischen Temperatursensors zurückzuführen. Aus Gleichung 3.2 lässt sich erkennen, dass hierfür sowohl die Wärmekapazität C_{tot} des Kalorimeters als auch die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung $\partial M/\partial T$ bekannt sein müssen.

Beide Größen können mit Hilfe der freien Energie F berechnet werden. Für diese gilt in der statistischen Physik der Ausdruck

$$F = -Nk_{\text{B}}T \ln z \quad (3.3)$$

mit der Anzahl N der magnetischen Momente und der Ein-Teilchen Zustandssumme

$$z = \sum_i e^{-E_i/k_{\text{B}}T} . \quad (3.4)$$

Die Werte E_i bezeichnen dabei die Energieeigenwerte eines einzelnen magnetischen Moments. Durch Bildung der thermodynamischen Ableitungen können aus den beiden Gleichungen 3.3 und 3.4 die Wärmekapazität

$$C = \frac{N}{k_{\text{B}}T^2} (\langle E^2 \rangle - \langle E \rangle^2) \quad (3.5)$$

und die Magnetisierung

$$M = -\frac{N}{V} \left\langle \frac{\partial E}{\partial B} \right\rangle , \quad (3.6)$$

sowie deren Ableitung nach der Temperatur bestimmt werden. Mit $\langle X \rangle$ wird hierbei der thermodynamische Mittelwert der Größe X angegeben.

Wie bereits erwähnt, kann Au:Er bei tiefen Temperaturen und kleinen Magnetfeldern als ein Spin-1/2-System dargestellt werden. In einem äußeren Magnetfeld B besitzen die magnetischen Momente des Erbium-Ions somit zwei mögliche Orientierungen mit den Energieeigenwerten

$$E_{\pm} = \pm \frac{\tilde{g}\mu_{\text{B}}B}{2} . \quad (3.7)$$

Für die Wärmekapazität der magnetischen Momente findet man somit die Beziehung

$$C_{\text{Z}} = Nk_{\text{B}} \left(\frac{E}{k_{\text{B}}T} \right)^2 \frac{e^{E/k_{\text{B}}T}}{(e^{E/k_{\text{B}}T} + 1)^2} \quad (3.8)$$

mit einer Energieaufspaltung von $E = \tilde{g}\mu_{\text{B}}B$.

Die Magnetisierung M einer Au:Er-Legierung ergibt sich auf analoge Weise zu

$$M = \frac{N}{V} \frac{\tilde{g}\mu_{\text{B}}}{2} \tanh \left(\frac{E}{2k_{\text{B}}T} \right) . \quad (3.9)$$

Im Grenzfall hoher Temperaturen ($E/(2k_{\text{B}}T) \ll 1$) kann der Hyperbeltangens zu $\tanh(h) \approx h$ entwickelt werden und man erhält für die Magnetisierung den als Curie-Gesetz bekannten Zusammenhang

$$M \approx \frac{N}{V} \frac{\tilde{g}\mu_{\text{B}}E}{4k_{\text{B}}T} = \frac{\lambda H}{T} . \quad (3.10)$$

Bei tiefen Temperaturen ($E/(2k_B T) \gg 1$) weicht die Magnetisierung immer stärker vom Curie-Verhalten ab und erreicht schließlich einen Sättigungswert von $N\tilde{g}\mu_B/2V$, wenn alle magnetischen Momente parallel zum äußeren Magnetfeld ausgerichtet sind.

3.2.3 Detektorsignal

Nach Abschnitt 3.1 führt ein Energieeintrag δE im Detektor zu einer temperaturabhängigen Änderung der Magnetisierung δM bzw. zu einer Änderung des magnetischen Momentes δm . In der folgenden Diskussion eignet es sich dabei eher das magnetische Moment zu betrachten, da dieses, anders als die Magnetisierung, unabhängig von der gewählten Sensorgeometrie ist. Fließt die im Detektor deponierte Energie δE in das Zeeman-System der hier als wechselwirkungsfrei angenommenen magnetischen Momente, so bewirkt sie dort ein Umklappen von δN Spins, die jeweils die Energie $\tilde{g}\mu_B B$ tragen. Mit Gleichung 3.2 gilt für die Änderung des magnetischen Moments folglich:

$$\delta m = V \frac{\partial M}{\partial T} \delta T = V \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C_Z} = \frac{\delta E}{B}. \quad (3.11)$$

Das $1/B$ -Verhalten lässt sich dabei auf die Zeeman-Aufspaltung zurückführen, die proportional zu B ist und daher dazu führt, dass bei größeren Magnetfeldern mit der gleichen Energie weniger Spins umgeklappt werden können.

In einem realen Detektor müssen neben den magnetischen Momenten jedoch noch weitere Systeme berücksichtigt werden. Hierzu gehören sowohl die Leitungselektronen des Sensors und des Absorbers mit der Wärmekapazität C_{el} , als auch die Gitterschwingungen mit der Wärmekapazität C_{ph} . Aufgrund der T^3 -Abhängigkeit der Wärmekapazität des Phononensystems kann bei den betrachteten tiefen Temperaturen der Beitrag der Phononen zur Wärmekapazität allerdings vernachlässigt werden. Dadurch wird nicht die gesamte im Detektor deponierte Energie δE vom Zeeman-System aufgenommen, sondern nur der Bruchteil

$$\delta E_Z = \frac{C_Z}{C_Z + C_{\text{el}}} \delta E. \quad (3.12)$$

Abbildung 3.3 zeigt die berechnete Änderung des magnetischen Moments des in dieser Arbeit verwendeten Sensors mit den Maßen $245 \mu\text{m} \times 245 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$ bei einem Energieeintrag von $5,9 \text{ keV}$ für zwei verschiedene Temperaturen. Weiterhin wurden der Sommerfeldkoeffizient $\gamma_{\text{Au}} = 7,29 \cdot 10^{-4} \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-2}$ [Kit06] und der Proportionalitätsfaktor $\beta_{\text{Au}} = 4,41 \cdot 10^{-4} \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-4}$ [Kit06] von Gold angenommen. Ein Absorber wurde nicht mit in die Betrachtung eingeschlossen.

Für kleine Magnetfelder ($\tilde{g}\mu_B B \ll k_B T$) wächst der Anteil der Energie, die in das Zeeman-System fließt, gemäß Gleichung 3.12 und 3.8 mit B^2 und das magnetische Moment steigt zunächst linear mit dem Magnetfeld an:

$$\delta m = \frac{\delta E_Z}{B} \propto B. \quad (3.13)$$

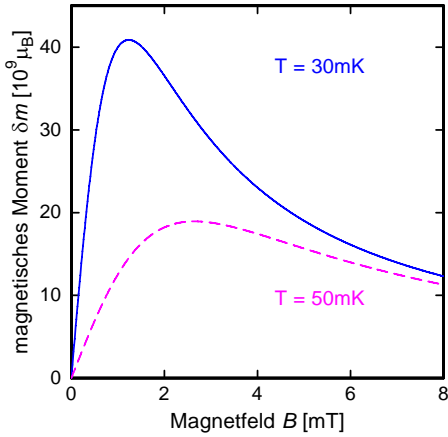


Abb. 3.3: Änderung des magnetischen Moments δm als Funktion des Magnetfelds B für einen quaderförmigen Sensor mit Volumen $245 \mu\text{m} \times 245 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$ und einer Erbium-Konzentration von 295 ppm bei der Absorption eines Teilchens der Energie 5,9 keV. Die Berechnung wurde für die Temperaturen $T = 30 \text{ mK}$ (durchgezogene Linie) und $T = 50 \text{ mK}$ (gestrichelte Linie) durchgeführt.

Im Bereich mittlerer Magnetfelder besitzt das magnetische Moment ein temperaturabhängiges Maximum, bei dem die Wärmekapazitäten der magnetischen Momente und der Leitungselektronen nahezu gleich groß sind:

$$C_Z(B_{\text{max}}, T) \approx C_{\text{el}}(B_{\text{max}}, T) . \quad (3.14)$$

Man kann in der Abbildung desweiteren gut erkennen, wie die Änderung des magnetischen Moments beim Verringern der Temperatur zunimmt und das Maximum dabei zu niedrigeren Magnetfeldern wandert.

Bei hohen Magnetfeldern ($\tilde{g}\mu_B B \gg k_B T$) gelangt fast die gesamte Energie in das System der magnetischen Momente und man erhält die bereits in Gleichung 3.11 hergeleitete $1/B$ -Abhängigkeit.

3.2.4 Au:Er im Modell wechselwirkender magnetischer Momente

Bei der bisherigen Betrachtung wurde der Einfluss des Kristallgitters auf die Erbium-Ionen berücksichtigt, was bereits eine gute qualitative Beschreibung des Sensormaterials ermöglicht. Um eine gute quantitative Übereinstimmung zwischen den theoretisch vorhergesagten und den experimentellen Ergebnissen zu erzielen, müssen aber auch mögliche Wechselwirkungen zwischen den Er^{3+} -Ionen mit einbezogen werden.

Die zwei dominanten Mechanismen stellen hierbei die Dipol-Dipol-Wechselwirkung und die sogenannte RKKY-Wechselwirkung² dar, welche im Folgenden kurz erläutert werden sollen. Für eine genauere Beschreibung der einzelnen Wechselwirkungsmechanismen sei auf [Fle03] verwiesen.

Eine direkte Austauschwechselwirkung zwischen den $4f$ -Elektronen der Er^{3+} -Ionen kann hingegen vernachlässigt werden, da sich die Elektronen zum einen weit im Inneren der Er^{3+} -Ionen befinden und zum anderen die Konzentration der Erbium-Ionen mit $x = 295 \text{ ppm}$ hinreichend klein ist.

²Benannt nach denjenigen Physikern, die diese Wechselwirkung erstmals vorgeschlagen haben: M.A. Rudermann, C. Kittel, T. Kasuya und K. Yosida

Dipol-Dipol-Wechselwirkung

Die Dipol-Dipol-Wechselwirkung beschreibt die Wechselwirkung der magnetischen Momente $\boldsymbol{\mu}_i$ und $\boldsymbol{\mu}_j$ zweier paramagnetischer Ionen an den Stellen \mathbf{r}_i und \mathbf{r}_j . Diese kann über einen Zusatzterm im Hamiltonoperator in die Berechnungen für die Magnetisierung M und die Wärmekapazität C mit berücksichtigt werden:

$$\mathcal{H}_{ij}^{\text{Dipol}} = \underbrace{\frac{\mu_0}{4\pi} (\tilde{g}\mu_B)^2 (2k_F)^3}_{\Gamma_{\text{Dipol}}} \left(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j \right) \frac{1 - 3 \left(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij} \right) \left(\tilde{\mathbf{S}}_j \cdot \hat{\mathbf{r}}_{ij} \right) / \left(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j \right)}{(2k_F r_{ij})^3}, \quad (3.15)$$

wobei $\hat{\mathbf{r}}_{ij}$ den Einheitsvektor in Richtung $\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j$ und r_{ij} den Abstand zwischen den betrachteten magnetischen Momenten an den Orten \mathbf{r}_i und \mathbf{r}_j angibt. Weiterhin bezeichnen $\tilde{\mathbf{S}}_{i/j}$ die effektiven Quasispins und $k_F = 1,2 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-1}$ den Betrag des Fermi-Wellenvektors der Leitungselektronen in Gold, der hier eingeführt wurde, um einen direkten Vergleich mit der RKKY-Wechselwirkung zu ermöglichen.

RKKY-Wechselwirkung

Die RKKY-Wechselwirkung nimmt an, dass die $4f$ -Elektronen des Er^{3+} untereinander eine indirekte Austauschwechselwirkung über die Leitungselektronen des Wirtsmetalls eingehen können. Der entsprechende Beitrag zum Hamiltonoperator kann ebenfalls mit Hilfe der effektiven Quasispins dargestellt werden:

$$\mathcal{H}_{ij}^{\text{RKKY}} = \underbrace{\mathcal{J}^2 \frac{\tilde{g} (g_J - 1)^2 4V_p^2 m_e^* k_F^4}{g_J^2 (2\pi)^3 \hbar^2}}_{\Gamma_{\text{RKKY}}} \left(\tilde{\mathbf{S}}_i \cdot \tilde{\mathbf{S}}_j \right) F(2k_F r_{ij}). \quad (3.16)$$

Die sogenannte Austauschenergie \mathcal{J} gibt die Stärke der Wechselwirkung zwischen den lokalisierten $4f$ -Elektronen und den Leitungselektronen des Goldes an. Anders als bei der Dipol-Dipol-Wechselwirkung taucht hier neben dem effektiven Landé-Faktor \tilde{g} auch der Landé-Faktor g_J freier Er^{3+} -Ionen auf. Zusätzlich beinhaltet die Gleichung 3.16 das Volumen V_p der primitiven Einheitszelle und die effektive Masse m_e^* der Leitungselektronen des Wirtsmaterials Gold. Der Faktor F beschreibt die *Kittel-Funktion* $F(\rho) = (\cos \rho - \frac{1}{\rho} \sin \rho) / \rho^3$, die für das oszillierende Verhalten und die $1/r_{ij}^3$ -Abhängigkeit der RKKY-Wechselwirkung verantwortlich ist.

Da sowohl die Dipol-Dipol- als auch die RKKY-Wechselwirkung somit ein $1/r^3$ -Verhalten aufweisen, kann ihre relative Stärke zueinander mit Hilfe der dimensionslosen Proportionalitätskonstante

$$\alpha = \frac{\Gamma_{\text{RKKY}}}{\Gamma_{\text{Dipol}}} \quad (3.17)$$

angegeben werden.

Um die obigen Zusatzterme im Hamiltonoperator berechnen zu können, wurden zwei verschiedene numerische Ansätze entwickelt. Eine dieser Methoden basiert auf

dem Prinzip der Molekularfeld-Näherung, bei der der Einfluss aller magnetischen Momente auf ein bestimmtes magnetisches Moment durch ein zusätzliches sogenanntes Molekularfeld dargestellt wird. Das in dieser Arbeit verwendete Verfahren, welches auf einer Diagonalisierung der Hamilton-Operators beruht, wurde von J. Schönefeld [Sch00] und A. Fleischmann [Fle03] vorgeschlagen.

In Abbildung 3.4 wird der theoretische Verlauf der Magnetisierung M und der Wärmekapazität C mit experimentellen Ergebnissen für Au:Er mit einer Erbiumkonzentration von 300 ppm verglichen. Die durchgezogenen Linien geben dabei die Berechnungen der numerischen Diagonalisierung und die Symbole die jeweiligen Messwerte bei verschiedenen Magnetfeldern wieder. Für den dimensionslosen Wechselwirkungsparameter wurde in beiden Fällen ein Wert von $\alpha = 5$ angenommen.

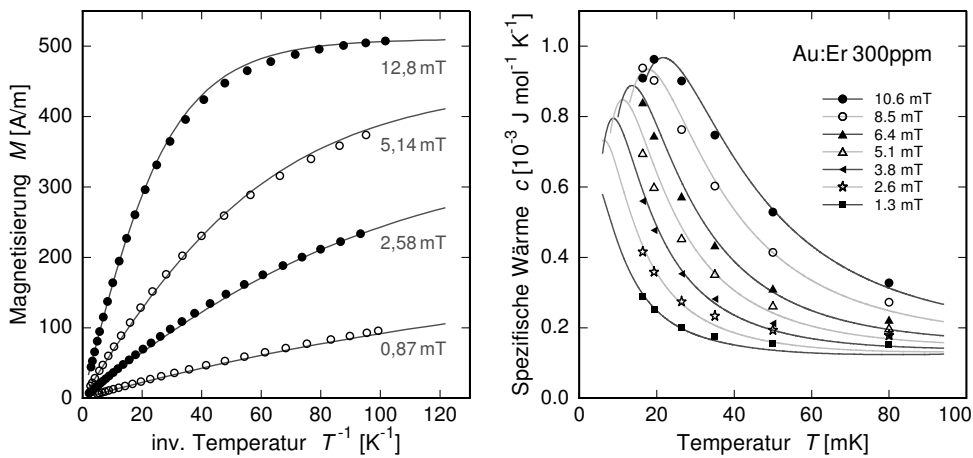


Abb. 3.4: Magnetisierung als Funktion der inversen Temperatur (links) und spezifische Wärme in Abhängigkeit von der Temperatur (rechts) für Au:Er mit einer Ionenkonzentration von 300 ppm bei verschiedenen Magnetfeldern. Die Symbole geben jeweils die gemessenen Datenpunkte und die durchgezogenen Linien die theoretischen Vorhersagen nach der Methode der numerischen Diagonalisierung wieder. Als Wechselwirkungsparameter wurde in beiden Fällen $\alpha = 5$ angenommen [Fle03].

Es ergibt sich eine sehr gute quantitative Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment. Bei hohen Temperaturen zeigt die Magnetisierung auch im Modell wechselwirkender magnetischer Momente das erwartete Curie-Verhalten und folgt einer $1/T$ -Abhängigkeit. Für tiefe Temperaturen wird ebenfalls ein Sättigungswert erreicht, der allerdings im Vergleich zu der Magnetisierung nicht wechselwirkender Er^{3+} -Ionen um mehr als 10% reduziert ist. Im Bereich kleiner Magnetfelder ist dieser Magnetisierungsverlust sogar noch größer und kann bis zu 30% betragen. Die spezifische Wärme zeigt ein ausgeprägtes magnetfeldabhängiges Maximum, das allgemein als *Schottky-Anomalie* bekannt ist. Gegenüber dem wechselwirkungsfreien Fall ist die Breite dieses Maximums nun aber in etwa verdoppelt.

Als direkte Auswirkung haben diese beiden Effekte eine Reduktion des Detektorsignals zur Folge und müssen somit bei der Optimierung der Detektoreigenschaften in Kapitel 4.1 mit berücksichtigt werden.

Einfluss des Isotops ^{167}Er

Erbium besitzt sechs stabile Isotope mit den Massenzahlen 162 bis 170 die zu der natürlichen Isotopenzusammensetzung beitragen und von denen fünf keinen Kernspin tragen. Einzig das Isotop ^{167}Er hat einen Kernspin von $I = 7/2$, der bei tiefen Temperaturen über die Hyperfeinwechselwirkung sowohl die Magnetisierung als auch die Wärmekapazität beeinflusst [Fle03]. Da im Rahmen dieser Arbeit isotopisch angereichertes Erbium als Sensormaterial verwendet wurde, dessen Anteil des Isotops ^{167}Er auf wenige Prozent reduziert ist, kann dieser Einfluss allerdings im weiteren Verlauf vernachlässigt werden³.

Einfluss der Kernquadrupolmomente in Au

Neben den bereits erwähnten thermodynamischen Systemen der Er^{3+} -Ionen und der Leitungselektronen wurde in vergangenen Messungen noch ein weiterer Beitrag zur Wärmekapazität gefunden [Fle98][Hor99][Her00], der sehr wahrscheinlich von den Quadrupolmomenten der Goldkerne stammt. Untersuchungen an einer Ag:Er-Legierung, bei der keine zusätzlichen Wärmekapazitätsbeiträge gemessen werden konnten, bestärkt diese Vermutung [Gör01].

Das Wirtsmetall des Sensors besteht zu 100% aus dem einzig stabilen Goldisotop ^{197}Au , das einen Kernspin von $I = 3/2$ und ein Kernquadrupolmoment von 0,547 barn besitzt [Wea82]. Für reines Gold sind die Energien der Kerne aufgrund der kubischen Kristallsymmetrie entartet. In der verdünnten Au:Er-Legierung hingegen verzerren die eingebrachten Er^{3+} -Ionen die Gitterstruktur und tragen zudem eine andere Ladung als die der Goldatome. Somit entsteht ein elektrischer Feldgradient am Ort der Goldatome, der die Entartung der Energieeigenwerte aufhebt. Diese Quadrupolaufspaltung hat eine zusätzliche Wärmekapazität zur Folge, die sich durch eine weitere kurze Zerfallskonstante des Detektorsignals im Bereich von 100 μs bis 1 ms bemerkbar macht. Nach einem schnellen Abklingen des Signals, bei dem die Energie aus dem Zeeman-System in das System der Kernquadrupolmomente fließt, folgt dann anschließend ein gemeinsames Thermalisieren mit dem Wärmebad. Messungen haben dabei gezeigt, dass sich diese zusätzliche, kleine Zeitkonstante annähernd temperaturunabhängig verhält und linear mit dem äußeren Magnetfeld anwächst [Ens02].

3.3 Das Absorbermaterial Rhenium

3.3.1 Allgemeine Eigenschaften

Rhenium ist ein seit 1925 bekanntes, sehr seltenes, silberweis glänzendes, schweres Übergangsmetall. Der Name des Elements leitet sich dabei vom lateinischen Wort *Rhenus* für Rhein ab und verweist auf die Heimatgegend seiner Entdecker Walter

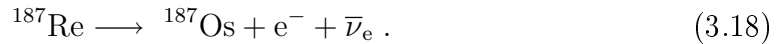
³Die genaue Isotopenzusammensetzung des Sensors beträgt dabei: ^{166}Er (95,3%); ^{167}Er (2,8%); ^{164}Er , ^{168}Er , ^{170}Er (Rest).

Noddack und Ida Tacke. Eine Reihe wichtiger Größen und Merkmale von Rhenium sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst:

Kernladungszahl Z	75
natürliche Isotope mit ihrer rel. Häufigkeit	^{185}Re (37,4 %), ^{187}Re (62,6 %)
molare Masse M_{mol}	186 g/mol
Dichte	21,02 g/cm ³
Elektronenkonfiguration	$[\text{Xe}]4f^{14}5d^56s^2$
Kristallstruktur	hcp
Debye-Temperatur Θ_{D}	417 K
Sommerfeldkoeffizient γ	2,35 mJ/mol K ²
Sprungtemperatur T_{C}	1,69 K
kritisches Feld B_{C} bei $T = 0$ K	20 mK
Energielücke Δ	0,39 meV

Tab. 3.1: Zusammenfassung einiger wichtiger Eigenschaften des Absorbermaterials Rhenium aus [Kit06][Poo95][Win07].

In seiner natürlichen Isotopenzusammensetzung besteht Rhenium aus zwei verschiedenen Isotopen ^{185}Re und ^{187}Re von denen das Letztere β -instabil ist und zu ^{187}Os zerfällt:



Mit $Q = 2,47$ keV besitzt dieser Zerfall eine sehr niedrige Übergangsenergie, die Lebensdauer ist hingegen mit einem Wert von $\tau_{1/2} = 4,32 \cdot 10^{10}$ yr [Sis04] verhältnismäßig groß.

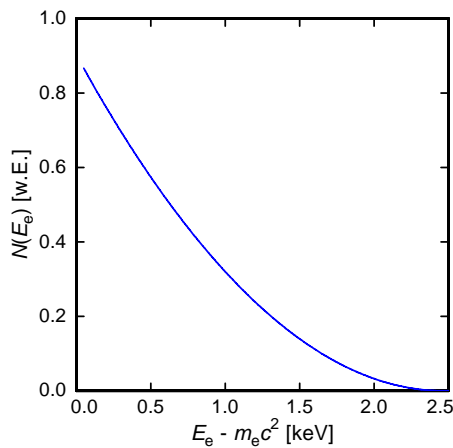


Abb. 3.5: Theoretisch berechnetes β -Spektrum von ^{187}Re bei dem der Einfluss der Fermifunktion $F(Z', E_e)$ berücksichtigt ist. Die Übergangsenergie des Spektrums beträgt $Q = 2,47$ keV.

Abbildung 3.5 zeigt eine theoretische Vorhersage des β -Spektrums von $^{187}\text{Rhenium}$ auf der Grundlage der in Kapitel 6.3.1 hergeleiteten Formeln. Wie man erkennen kann, besitzt das Spektrum für die Energie $E_e - m_e c^2 = 0$ einen endlichen Wert. Dieser ergibt sich durch den Einfluss der bereits erwähnten Fermi-Funktion $F(Z', E_e)$ aus Kapitel 6.3.1.

Im Rahmen dieser Arbeit dient Rhenium aber nicht nur als Quelle für den β -Zerfall, der gemessen werden soll, sondern stellt auch gleichzeitig den Absorber des Kalorimeters dar. Da das instabile ^{187}Re zudem eine relative Häufigkeit von 62,6% besitzt und damit den Großteil der Zusammensetzung ausmacht, kann Rhenium günstigerweise sogar in seiner natürlichen Isotopenkonzentration als Absorbermaterial verwendet werden. Die Zerfallsaktivität A pro Masse von Rhenium mit natürlicher Isotopenzusammensetzung ist dabei gegeben durch:

$$\frac{A}{m_{\text{Re}}} = 0,626 \frac{N_{\text{A}}}{M_{\text{mol}}} \frac{1}{\tau_{1/2}} \quad (3.19)$$

mit der Avogadro-Konstante $N_{\text{A}} = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ und ergibt in etwa einen Wert von 1,5 Bq/mg. Um eine für den Detektor geeignete Aktivität bzw. Zählrate zu ermitteln, muss man berücksichtigen, dass diese über Gleichung 2.10 fest mit den unerwünschten „Pile-Up“-Ereignissen und der Signalanstiegszeit verknüpft ist. Aber auch die Energieauflösung ΔE des Detektors ist hierfür von entscheidender Bedeutung und man findet für die Aktivität und der damit verbundenen Pile-Up-Rate A_{pu} des Absorbers den empirischen Zusammenhang

$$\frac{A_{\text{pu}}(m_{\nu}, \Delta E)}{A(m_{\nu}, \Delta E)} = 0,25 \frac{\tau_{\text{A}} A E_0^2}{\Delta E^2} . \quad (3.20)$$

Das folgende Zahlenbeispiel soll die auftretenden Größen verdeutlichen: Bei einer erreichbaren Energieauflösung von zum Beispiel $\Delta E = 10 \text{ eV}$ und einer Anstiegszeit von $\tau_{\text{A}} = 0,5 \mu\text{s}$ wäre eine Aktivität von bis zu 7 Bq möglich.

Einen weiteren wichtigen Faktor für den Nachweis der β -Zerfälle stellt die sogenannte Quanteneffizienz des Absorbers dar. Im Idealfall, bei einer Quanteneffizienz von 1, wechselwirkt jedes Elektron, das bei einem β -Zerfall emittiert wird, mit dem Absorber und kann somit nachgewiesen werden. Für die Energie 2,47 keV der Elektronen am Endpunkt des β -Spektrums beträgt der Absorptionskoeffizient in Rhenium $\lambda \approx 8 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^2$ [Sal03], wodurch sich im Mittel eine Absorptionslänge von $\lambda/\rho \approx 40 \text{ nm}$ ergibt. Für eine grobe Abschätzung der Absorptionswahrscheinlichkeit soll stark vereinfachend angenommen werden, dass die Energie aller Zerfälle, die sich innerhalb dieser Absorptionslänge am Rand des Absorbers ereignen, verloren geht. Weiterhin soll die Absorberfläche des in dieser Arbeit gemessenen Detektors die Abmessungen $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ besitzen. Unter diesen Voraussetzungen erhält man, dass die Absorptionswahrscheinlichkeit für einen Absorber mit $10 \mu\text{m}$ bereits bei über 99,6% liegt und für $d = 1 \mu\text{m}$ immerhin noch 96% beträgt. Im Rahmen einer realistischeren Betrachtungsweise, in der das genaue Absorptionsverhalten von Elektronen im Festkörper mit berücksichtigt wird, müssten die berechneten Quanteneffizienzen sogar noch höher liegen.

3.3.2 Spezifische Wärmekapazität von Rhenium

Die Wärmekapazitäten des Sensors und des Absorbers haben einen großen Einfluss auf die Detektoreigenschaften und sind von entscheidender Bedeutung für die Energieauflösung (siehe Kapitel 3.1). Wie man der Tabelle 3.1 entnehmen kann, weist das

hier verwendete Absorbermaterial Rhenium die Besonderheit auf, dass es im tiefen Temperaturbereich unterhalb der Sprungtemperatur $T_C = 1,69\text{ K}$ supraleitend ist. Die daraus resultierenden Konsequenzen für die spezifische Wärmekapazität sollen im Folgenden erläutert werden.

Im normalleitenden Zustand setzt sich die spezifische Wärme von metallischem Rhenium aus mehreren Beiträgen zusammen, die in der Summe

$$c_{\text{nl}} = AT^{-2} + BT^{-3} + \gamma T + \beta T^3 \quad (3.21)$$

ergeben [GHa71]. Während die ersten beiden Terme den Quadrupolbeitrag der Kerne kennzeichnen, der in Rhenium besonders stark ausgeprägt ist, repräsentieren der dritte und der vierte Summand die bereits bekannten elektronischen und phononischen Anteile. Für die einzelnen Proportionalitätskonstanten gilt desweiteren: $A = 4,06 \cdot 10^{-5} \text{ J/mol}^{-1} \text{ K}$, $B = 3,4 \cdot 10^{-8} \text{ J/mol}^{-1} \text{ K}^2$, $\gamma = 2,35 \cdot 10^{-3} \text{ J/mol K}^2$ und $\beta = 2,4 \cdot 10^{-5} \text{ J/mol K}^4$. Hierbei kann man erkennen, dass die spezifische Wärme der Elektronen, aufgrund des höheren Sommerfeldkoeffizienten γ , in etwa dreimal so groß ist wie die von Gold, das üblicherweise als Absorbermaterial genutzt wird. Rhenium im normalleitenden Zustand stellt also kein besonders geeigneten Kandidaten für den Absorber eines magnetischen Kalorimeters dar.

Im supraleitenden Zustand, unterhalb der Sprungtemperatur T_C , kann hingegen kein Kernquadrupolanteil an der spezifischen Gesamtwärmekapazität mehr beobachtet werden, was mit einem starken Anstieg der Spin-Gitter-Relaxationszeit begründet wird. Desweiteren kommt es nun, bedingt durch die Bildung sogenannter Cooper-Paare, zu einer Änderung des Verhaltens der elektronischen spezifischen Wärme der Elektronen. Im Rahmen der BCS-Theorie⁴ wird diese für $T < T_C$ durch eine exponentielle Temperaturabhängigkeit beschrieben [Buc04]:

$$c_{\text{el,sl}} = 9,17 \gamma T_C \exp\left(-\frac{1,5 T_C}{T}\right) . \quad (3.22)$$

Betrachtet man den Bereich tiefer Temperaturen $T \ll T_C$ so ist der elektronische Beitrag zur spezifischen Wärme im Vergleich zum phononischen Anteil vernachlässigbar und es gilt in guter Näherung: $c_{\text{sl}} \approx c_{\text{ph}} = \beta T^3$.

Eine Berechnung der spezifischen Wärmekapazitäten von supraleitendem Rhenium bei einer typischen Betriebstemperatur magnetischer Kalorimeter von 50 mK ergibt somit:

$$c_{\text{sl}} = c_{\text{el,sl}} + c_{\text{ph}} = 1,8 \cdot 10^{-29} \text{ J/mg K} + 0,02 \text{ pJ/mg K} = 0,02 \text{ pJ/mg K} . \quad (3.23)$$

Wie man dieser Rechnung entnehmen kann, besitzt Rhenium als Supraleiter eine spezifische Wärmekapazität, die gegenüber normalleitenden Absorbermaterialien, um mehrere Größenordnungen reduziert ist. Zum Vergleich sei hier die spezifische Wärmekapazität $c_{\text{Au}} = 185 \text{ pJ/mg K}$ von Gold (ebenfalls bei $T = 50 \text{ mK}$) genannt.

⁴Theoretische Formulierung der Supraleitung, die von den Physikern J. Bardeen, L. Cooper und J.R. Schrieffer entwickelt und 1957 als *Theory of Superconductivity* [Bar57] veröffentlicht wurde.

Rhenium und Supraleiter im Allgemeinen bieten also trotz verhältnismäßig großer Absorbervolumina den Vorteil einer extrem kleinen Wärmekapazität und sind somit für die Verwendung in magnetischen Kalorimetern, auch fernab des MARE-Projekts, von großem Interesse. Das bis heute dennoch in den meisten Fällen von dem Gebrauch supraleitender Absorber abgesehen wird, lässt sich auf ihr Absorptionsverhalten zurückzuführen, welches noch nicht vollständig verstanden ist.

3.3.3 Energieabsorption in einem Supraleiter

Setzt man Supraleiter als Teilchenabsorber ein, so zeigen diese ein anderes Thermalisierungsverhalten als die üblicherweise genutzten normaleitenden, metallischen Absorber. Grund hierfür sind die schwach gebundenen Cooper-Paare, die aus jeweils zwei Elektronen bestehen und leicht wieder aufgebrochen werden können. Die dazu benötigte Bindungsenergie ist dann anschließend in den neu entstandenen langlebigen Quasiteilchen gespeichert. Ein theoretisches Modell, das die verschiedenen Phasen der Energieabsorption in einem Supraleiter beschreibt, wurde in [Kap76] entwickelt und in [Koz00] verbessert und soll in diesem Abschnitt kurz vorgestellt werden.

Wird Röntgenstrahlung oder ein massives Teilchen im Absorber absorbiert, so wird mit großer Wahrscheinlichkeit zunächst ein hochenergetisches Photoelektron erzeugt, welches seine Energie über Sekundärionisation und Plasmonenemission⁵ in kürzester Zeit auf weitere Elektronen verteilt. Innerhalb weniger Femtosekunden ist die mittlere Energie der Elektronen stark auf einen charakteristischen Wert abgefallen, für den die Raten $\tau_{e,e}^{-1}$ für die Elektron-Elektron-Streuung und $\tau_{e,ph}^{-1}$ für die Elektron-Phonon-Streuung annähernd gleich groß sind. An diesem Punkt beginnen die athermischen Elektronen damit Kaskaden von hochfrequenten Phononen zu erzeugen, bis ihre Energie im Mittel in der Größenordnung der Debye-Energie Ω_D liegt. Diese hochenergetischen Phononen sind dabei so langlebig, dass sich eine regelrechte „Phononen-Wolke“ bildet, in der die gesamte eingebrachte Energie deponiert ist. Die weitere Thermalisierung erfolgt in einem Supraleiter nun durch das Aufbrechen der Cooper-Paare, wobei zwei hochenergetische sogenannte Quasiteilchen entstehen, die jedoch schnell wieder zu zwei niederenergetischen Phononen zerfallen. Sobald die Rekombinationszeit τ_{qt} der Quasiteilchen gleich groß oder größer ist als die Zeit τ_a , die zum Aufbrechen der Cooper-Paare benötigt wird, steigt die Anzahl der Quasiteilchen stark an. Wird nun ein Phonon von einem Quasiteilchen emittiert, so bricht es unmittelbar darauf erneut ein Cooper-Paar auf und verdreifacht damit die Anzahl der Quasiteilchen. Dementsprechend endet diese letzte Phase, wenn die mittlere Teilchenenergie auf $E_{qt} < 3 \Delta$ abgefallen ist und sich fast die gesamte Energie im System der langlebigen Quasiteilchen befindet. Die Größe Δ gibt hier die Energielücke eines Supraleiters an und hat für Rhenium bei der Temperatur $T=0$ einen Wert von $\Delta(0) = 0,39$ mK. Am Schluss dieses Thermalisierungs-Prozesses rekombinieren die Quasiteilchen nach entsprechend langer Zeit endgültig zu Cooper-Paaren.

⁵Als Plasmonen werden quantisierte Dichteschwankungen von Ladungsträgern bezeichnet.

Für diese Rekombinationszeit wird in [Kap76] näherungsweise der Ausdruck

$$\tau^{-1} = \frac{\sqrt{\pi}}{\tau_0} \left(\frac{2\Delta(0)}{k_B T} \right)^{\frac{5}{2}} \sqrt{\frac{T}{T_C}} \exp\left(-\frac{\Delta(0)}{k_B T}\right) \quad (3.24)$$

mit der materialspezifischen Zeitkonstante

$$\tau_0 = \frac{Z_1(0)\hbar}{2\pi b (k_B T)^3} \quad (3.25)$$

gefunden. Hierbei ist $Z_1(0)$ ein dimensionsloser Normierungsfaktor der Einteilchen-Greensfunktion des Supraleiters und b eine Proportionalitätskonstante, die aus der Abschätzung der Phononenzustandsdichte resultiert.

Berechnet man mit Hilfe dieses Modells die Rekombinationszeit der Quasiteilchen für typische Arbeitstemperaturen magnetischer Kalorimeter um 50 mK, so erhält man für den Signalabfall Zeitkonstanten in der Größenordnung von mehreren tausend Jahren. Ein hochauflösendes magnetisches Kalorimeter mit supraleitendem Teilchenabsorber wäre unter solchen Voraussetzungen nicht möglich. Experimentelle Ergebnisse aus der Vergangenheit konnten diese theoretischen Vorhersagen überraschenderweise jedoch nicht bestätigen [Cos93][Hau06]. Tatsächlich wurden für Temperaturen $T > 2 \cdot 10^{-4}\Theta_D$ keine störenden Einflüsse auf die Energieauflösung durch das System der Quasiteilchen beobachtet, was zu weiteren Experimenten auf diesem Gebiet ermutigt. Erst für noch tiefere Temperaturen erfolgt eine allgemeine Änderung des Thermalisierungsverhaltens [Cos93], die bisher allerdings noch nicht theoretisch erklärt werden konnte.

3.4 Detektorgeometrie

3.4.1 Mäanderförmige Detektionsspule

In Abschnitt 3.2.3 wurde das Detektorsignal als Änderung des magnetischen Moments δm des paramagnetischen Sensors diskutiert, da auf diese Weise dessen Geometrie vernachlässigt werden konnte. Die eigentliche Signalgröße $\delta\Phi/\delta E$, also die Flussänderung $\delta\Phi$ in der Detektionsspule bei einem Energieeintrag δE , hängt allerdings nicht nur von den thermodynamischen Eigenschaften des Sensors und des Absorbers ab, sondern sehr wohl auch von der Detektorgeometrie.

Bei der im Kapitel 3.1 abgebildeten einfachen Anordnung aus einem zylindrischen Sensor und einer äußeren Spule handelt es sich um eine häufig genutzte Detektorgeometrie, mit der bereits sehr gute Energieauflösungen von bis zu $\Delta E = 2,7$ eV [Lin07] erreicht werden konnten. Für die Verwendung von supraleitendem Rhenium als Absorbermaterial ergibt sich hier jedoch das Problem, dass das benötigte äußere Magnetfeld sehr groß ist und bereits im Bereich des kritischen Magnetfeldes B_C liegt. Die Eigenschaften des Supraleiters können somit beeinflusst oder gar aufgehoben werden. Neben diesem einfachsten Aufbau für ein metallisch magnetisches Kalorimeter sind aber noch weitere Geometrien denkbar. In der vorliegenden Arbeit

wurde ein Detektordesign mit einer mäanderförmigen Detektionsschleife gewählt, die von einem planaren Sensor bedeckt ist. Wie beispielsweise in [Fle05] gezeigt, ist es auf diese Weise möglich großflächige Sensorflächen zu erzielen, was sich für eine stabile Befestigung des Rheniumabsorbers, der in den hier durchgeführten Messungen eine Fläche von $250\mu\text{m} \times 250\mu\text{m}$ hatte, als besonders günstig erweist (siehe Kapitel 5.3).

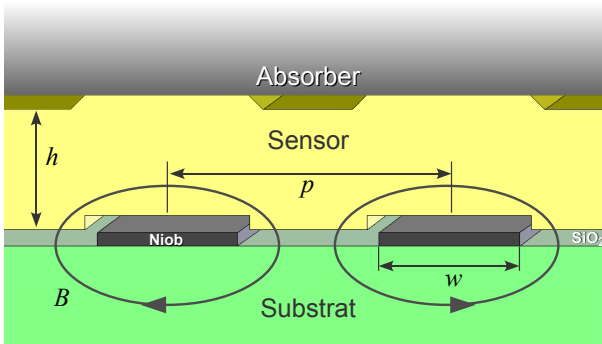


Abb. 3.6: Schematischer Schnitt durch eine mäanderförmige Detektionsschleife über der sich ein Sensor der Dicke h und der Absorber befinden. Als Isolationsmaterial zwischen Sensor und Detektionsschleife dient SiO_2 .

In Abbildung 3.6 ist ein Schnitt durch eine solche mäanderförmige Detektionsschleife zu sehen, die im Folgenden auch kurz als Mäander⁶ bezeichnet werden soll. Die einzelnen Leiterstreifen bestehen aus einem supraleitenden Material, typischerweise Niob, und sind durch eine dünne (ca. 200-400 nm), nichtleitende Schicht (meist SiO_2) vom darüberliegenden Sensor der Dicke h isoliert. Oberhalb des Sensors befindet sich, im guten thermischen Kontakt, der Absorber. Zwei für diese Geometrie charakteristische Größen sind die Breite der Mäanderstreifen w sowie der Mitte-zu-Mitte-Abstand p , der den Abstand zwischen zwei benachbarten Streifen angibt.

Abbildung 3.7 zeigt die verwendete vollständige Detektorgeometrie. Sie besteht aus zwei parallel angeordneten Mäandern, zu denen ebenfalls parallel die Einkoppelschleife eines SQUID⁷-Magnetometers geschaltet werden kann. Bevor im nächsten Abschnitt das Detektorsignal dieser Geometrie diskutiert wird, sollen an dieser Stelle die Vorteile eines solchen Aufbaus erläutert werden:

- Durch Einprägen eines Dauerstroms I_0 in die beiden mäanderförmigen Leiterstreifen kann das für die Ausrichtung der magnetischen Momente notwendige Magnetfeld direkt mit Hilfe der Detektionsschleife gebildet werden. Dadurch kann auf eine zusätzliche Spule zum Erzeugen des externen Magnetfeldes verzichtet werden.
- Zum anderen ist das so erzeugte Magnetfeld $B(\mathbf{r})$ inhomogen und fällt in z -Richtung nahezu exponentiell, also verhältnismäßig stark, ab. Der Sensor befindet sich somit im Mittel in einem relativ großen, der darüberliegende Absorber

⁶Das Wort „Mäander“ wurde durch die alte griechische Bezeichnung „Μαίανδρος“ (Maiandros) zweier Flüsse in der westlichen Türkei geprägt und beschreibt im heutigen Sprachgebrauch meist schlingenförmige Strukturen.

⁷Abkürzung für Superconducting Quantum Interference Device. Für eine Diskussion und Beschreibung eines SQUID-Magnetometers sei auf Kapitel 5.2 verwiesen.

hingegen bereits in einem sehr schwachen Magnetfeld, das bereits auf einen Wert unterhalb des kritischen Feldes B_C abgefallen ist. Dies ermöglicht die Verwendung supraleitender Absorber.

- Weiterhin erlaubt die hier verwendete Transformatorkopplung eine räumliche Trennung von SQUID und Sensor, wodurch die vom SQUID ausgehenden parasitären Temperatureinträge auf den Sensor minimiert werden können. Durch den gradiometrischen Aufbau der zwei parallelgeschalteten mäanderförmigen Detektionsspulen wird zusätzlich der Einfluss äußerer Temperaturschwankungen unterdrückt, da sich die entstandenen Ströme in den beiden Mäandern gegenseitig ausgleichen.

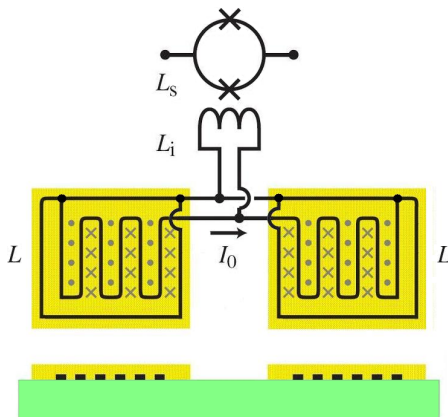


Abb. 3.7: Skizze des in dieser Arbeit verwendeten gradiometrischen Aufbaus aus zwei mäanderförmigen Detektionsspulen mit Transformatorkopplung.

3.4.2 Berechnung der Signalgröße

Betrachtet man die in Kapitel 3.1 vorgestellte einfache Detektorgeometrie, so erzeugt eine Magnetisierungsänderung δm des zylindrischen paramagnetischen Sensors innerhalb einer kreisförmigen Leiterschleife mit Radius r eine Änderung des magnetischen Flusses von

$$\delta\Phi = \mu_0 \frac{G}{r} \delta m, \quad (3.26)$$

wobei $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Vs/Am}$ die magnetische Permeabilität des Vakuums darstellt. Der dimensionslose Parameter G , auch Geometriefaktor genannt, berücksichtigt die Kopplung zwischen Sensor und Detektionsschleife. Der Wert von G ist dabei abhängig von der relativen Anordnung von Sensor und Spule, nicht aber von ihrer absoluten Größe.

Die Signalgröße einer mäanderförmigen Detektionsschleife kann durch einen ähnlichen Ansatz berechnet werden. Hierbei muss allerdings das stark inhomogene Magnetfeld und der somit positionsabhängige Geometriefaktor $G(\mathbf{r}/p)$ berücksichtigt werden. Für die Flussänderung $d(\delta\Phi)$, die von einer Magnetisierungsänderung $\delta M(\mathbf{r})$ im Volumenelement dV am Ort \mathbf{r} hervorgerufen wird, erhält man dann:

$$d(\delta\Phi) = \mu_0 \frac{G(\mathbf{r}/p)}{p} \delta M(\mathbf{r}) dV, \quad (3.27)$$

mit dem Mitte-zu-Mitte-Abstand p . Gemäß Gleichung 3.2 kann der obige Ausdruck weiter umgeformt werden und man findet für die Änderung des magnetischen Flusses pro Energieeintrag

$$\frac{\delta\Phi}{\delta E} = \left(C_{\text{abs}} + \int_{V_{\text{sens}}} c_{\text{sens}}(\mathbf{r}) d^3r \right)^{-1} \int_{V_{\text{sens}}} \mu_0 \frac{G(\mathbf{r}/p)}{p} \frac{\partial M[B(\mathbf{r}, T)]}{\partial T} d^3r . \quad (3.28)$$

Hierbei sind C_{abs} die Wärmekapazität des Absorbermaterials und c_{sens} die spezifische Wärme des Sensors. Der Geometriefaktor $G(\mathbf{r}/p)$ kann dabei über die einfache Beziehung [Bur04]

$$B(\mathbf{r}) = \mu_0 G(\mathbf{r}/p) \frac{I_0}{p} \quad (3.29)$$

bei Kenntniss des Betrags $B(\mathbf{r})$ des Magnetfelds berechnet werden.

Es ist möglich die Ortsabhängigkeiten der spezifischen Wärme des Sensors, der Magnetisierung und des Geometriefaktors durch eine Magnetfeldabhängigkeit auszudrücken, wodurch die Integration über das Sensorvolumen V_{sens} in eine Integration über die Magnetfeldverteilung $P(B)$ überführt werden kann. Die Größe $P(B)dB$ gibt hierbei die Häufigkeit an, mit der in V_{sens} ein Magnetfeld vom Betrag B im Intervall $[B, B+dB]$ auftritt. Mit der Definition

$$\langle X \rangle = \int X P(B) dB \quad (3.30)$$

für den Mittelwert der Größe X , lässt sich die Gleichung 3.28 für die Signalgröße umschreiben zu

$$\frac{\delta\Phi}{\delta E} = \frac{V_{\text{sens}}}{C_{\text{abs}} + V_{\text{sens}} \langle c_{\text{sens}} \rangle} \left\langle \mu_0 \frac{G}{p} \frac{\partial M}{\partial T} \right\rangle . \quad (3.31)$$

3.4.3 Flussänderung im SQUID-Magnetometer

Im vorherigen Abschnitt wurde die Flussänderung pro Energieeintrag *im Mäander* diskutiert. Da aber diese Flussänderung mittels einer parallel zu der mäanderförmigen Detektionsschleife angebrachten Einkoppelspule in das SQUID-Magnetometer übertragen, und dort nachgewiesen wird, stellt natürlich die Änderung des magnetischen Flusses pro Energieeintrag *im SQUID* das eigentliche Maß für die absorbierte Energie dar.

Dabei hängt die Änderung des magnetischen Flusses $\delta\Phi_S$ von der Induktivität L_m eines Mäanders, der Induktivität L_i der Einkoppelspule, der Induktivität L_w der Verbindungsleitungen und der Gegeninduktivität $M_{is} = k\sqrt{L_i L_s}$ zwischen dem SQUID-Magnetometer mit der Induktivität L_s und der Einkoppelspule ab. Ausgehend von der Flusserhaltung und den Kirchhoff'schen Regeln, wird durch eine Flussänderung $\delta\Phi$ in der mäanderförmigen Detektionsschleife in der Einkoppelspule der Strom [Bur04]

$$\delta I = \frac{\delta\Phi}{L_m + 2(L_i + L_w)} \quad (3.32)$$

erzeugt. Dieser Strom bewirkt nun über die Gegeninduktivität M_{is} im SQUID-Magnetometer eine Flussänderung $\delta\Phi_{\text{S}}$, die durch

$$\delta\Phi_{\text{S}} = M_{\text{is}}\delta I = \frac{k\sqrt{L_{\text{i}}L_{\text{s}}}}{L_{\text{m}} + 2(L_{\text{i}} + L_{\text{w}})} \delta\Phi \quad (3.33)$$

gegeben ist, wobei sich die Induktivität des Mäanders numerisch berechnen lässt. Bei Vernachlässigung äußerer Randeffekte konnte in [Fle05] hierzu der Zusammenhang

$$L_{\text{m}} = l\mu_0 \frac{A}{p} \quad (3.34)$$

gefunden werden. Der Vorfaktor l ist dabei abhängig vom Verhältnis w/p der Streifenbreite zum Mitte-zu-Mitte-Abstand und A gibt die vom Mäander aufgespannte Fläche an.

Für den in dieser Arbeit aufgebauten Detektor gilt $w/p = 0,5$ (mit dem dazugehörigen Vorfaktor $l = 0,22$) und $A = 245 \mu\text{m} \times 245 \mu\text{m}$ für die Mäanderfläche. Eine Rechnung ergibt somit $L_{\text{m}} = 2,77 \text{ nH}$. Desweiteren hatte das verwendete SQUID vom Typ C4X116W eine Einkoppelinduktivität von $L_{\text{i}} = 1,8 \text{ nH}$ mit der Gegeninduktivität $M_{\text{is}} = 0,383 \text{ nH}$. Die Induktivität der Verbindungsleitungen L_{w} ist, wie noch in Kapitel 5.4.1 beschrieben wird, hauptsächlich durch die Aluminiumbonddrähte gegeben, die den Detektor-Chip mit dem SQUID verbinden und kann zu $0,5 \text{ nH}$ angenommen werden. Setzt man diese Werte in Gleichung 3.33 ein, so erkennt man, dass der Kopplungsfaktor $\delta\Phi_{\text{S}}/\delta\Phi = 0,052$ beträgt, d.h. 5,2% der anfänglichen Flussänderung im Mäander werden auch vom SQUID ausgelesen.

3.5 Energieauflösung magnetischer Kalorimeter

Die Eigenschaften und damit verbunden die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters hängen entscheidend von dessen Signal-zu-Rausch-Verhältnis ab. Für den optimalen Einsatz ist es also naheliegend ein möglichst großes Signal mit gleichzeitig niedrigen Rauscheinflüssen zu erzielen. Viele Rauschbeiträge resultieren dabei aus äußeren Einflüssen, wie z.B. Temperaturschwankungen, elektromagnetische Effekte oder Infrarotstrahlung, bedingt durch eine unzureichende Abschirmung, und können von daher durch entsprechende Vorkehrungen im experimentellen Aufbau weitestgehend eliminiert werden. Es existieren aber auch andere, instrinsische Beiträge zum Gesamttrauschen, die vom generellen Prinzip des Detektors abhängen und somit nicht verhindert werden können. Diese sollen nun im folgenden Abschnitt vorgestellt und die mit ihnen verbundene fundamentale Limitierung der Energieauflösung eines Kalorimeters berechnet werden.

3.5.1 Thermodynamische Energiefluktuationen

Um die Auswirkungen thermodynamischer Energiefluktuationen auf die Energieauflösung zu beschreiben, kann ein magnetisches Kalorimeter, wie in Abbildung 3.8

dargestellt, als ein kanonisches Ensemble aus zwei diskreten Subsystemen aufgefasst werden. Diese beiden Subsysteme werden durch das Zeeman-System der magnetischen Momente des Sensors mit der Wärmekapazität C_z , sowie durch das System der Leitungselektronen von Sensor und Absorber mit der dazugehörigen Wärmekapazität C_e gebildet und können über eine thermische Kopplung G_{ze} untereinander Wärme austauschen. Desweiteren sind die Leitungselektronen über eine weitere thermische Kopplung G_{eb} mit einem Wärmebad der Temperatur T_b verbunden. Parallel zu den Kopplungen befinden sich zusätzlich thermische Rauschquellen $P_{ze} = 4k_B G_{ze}$ und $P_{eb} = 4k_B G_{eb}$, die die Fluktuation der Energie zwischen den Subsystemen bzw. zwischen den Leitungselektronen und dem Wärmebad berücksichtigen.

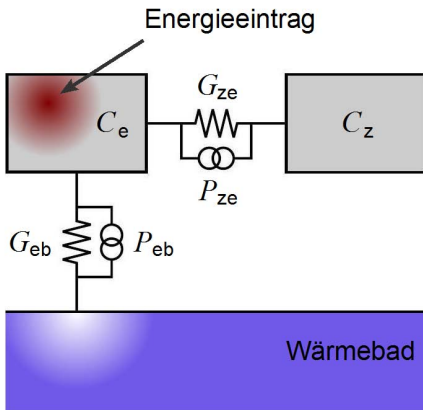


Abb. 3.8: Vereinfachtes Modell eines magnetischen Kalorimeters als ein kanonisches Ensemble aus zwei diskreten Subsystemen.

Der Wärmefluss in den beiden Systemen wird nach diesem Modell durch die Differentialgleichungen

$$\begin{aligned} C_z \dot{T}_z &= G_{ze}(T_e - T_z) + P_{ze}(t) \\ C_e \dot{T}_e &= -G_{ze}(T_e - T_z) - G_{eb}(T_e - T_b) - P_{ze} - P_{eb} \end{aligned} \quad (3.35)$$

beschrieben, wobei T_e die Temperatur des Systems der Elektronen und T_z die Temperatur des Zeeman-Systems bezeichnet.

Die spektrale Dichte der Energiefluktuationen zwischen den einzelnen Subsystemen kann analog zum Stromrauschen eines elektrischen Widerstandes berechnet werden, wobei man $S_{P_{ze}} = 4k_B T^2 G_{ze}$ bzw. $S_{P_{eb}} = 4k_B T^2 G_{eb}$ erhält. Zusammen mit den Differentialgleichungen aus 3.35 findet man somit für das Leistungsspektrum der Energiefluktuationen im Zeeman-System den Ausdruck:

$$S_{E_z}(f) = k_B T^2 C_z \left(\frac{4\alpha_0 \tau_0}{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} + \frac{4\alpha_1 \tau_1}{1 + (2\pi\tau_1 f)^2} \right). \quad (3.36)$$

Hierbei entsprechen τ_0 und τ_1 jeweils den charakteristischen Zeitkonstanten für den Anstieg oder Abfall der Energie des Systems, die als Funktionen der thermischen Kopplungen und der Wärmekapazitäten der Subsysteme ausgedrückt werden können:

$$\tau_{0/1} = \frac{1}{2} \frac{C_e G_{ze} + C_z (G_{ze} + G_{eb})}{G_{ze} G_{eb}} \mp \sqrt{\left(\frac{C_e G_{ze} + C_z (G_{ze} + G_{eb})}{G_{ze} G_{eb}} \right)^2 - 4 \frac{C_z C_e}{G_{ze} G_{eb}}} . \quad (3.37)$$

Die dimensionslosen Koeffizienten $\alpha_{0/1}$ erfüllen die Relation $\alpha_0 + \alpha_1 = 1$ und hängen sowohl von den Wärmekapazitäten, als auch von den Zeitkonstanten ab. Unter der Annahme, dass die Wärmekapazitäten der Elektronen und der magnetischen Momente nicht allzu verschieden sind ($C_e \approx C_z$), und außerdem $\tau_0 \ll \tau_1$ gilt, können die Näherungen

$$\alpha_0 \approx 1 - \beta \quad \text{und} \quad \alpha_1 \approx \beta \quad (3.38)$$

mit

$$\beta = \frac{C_z}{C_z + C_e} \quad (3.39)$$

gemacht werden.

In 3.36 eingesetzt, stellt sich das Rauschspektrum der thermodynamischen Fluktuationen als eine inkoherente Summe zweier Beiträge dar und setzt sich stufenförmig aus zwei Plateaus zusammen (siehe Abbildung 3.9). Fluktuationen zwischen den magnetischen Momenten und den Leitungselektronen erzeugen dabei ein flaches Plateau mit einer Amplitude von $\sqrt{S_{E_z}} = \sqrt{4k_B C_z T^2 \tau_0 (1 - \beta)}$ bis hin zu relativ hohen Frequenzen von $f_0 = (2\pi\tau_0)^{-1}$. Für Frequenzen unterhalb von $f_1 = (2\pi\tau_1)^{-1}$ wird dieser Beitrag dann durch ein zweites, größeres Plateau der Amplitude $\sqrt{S_{E_z}} = \sqrt{4k_B C_z T^2 \tau_1 \beta}$ überlagert, welches wiederum aus den Energiefluktuationen zwischen Elektronen und Wärmebad resultiert.

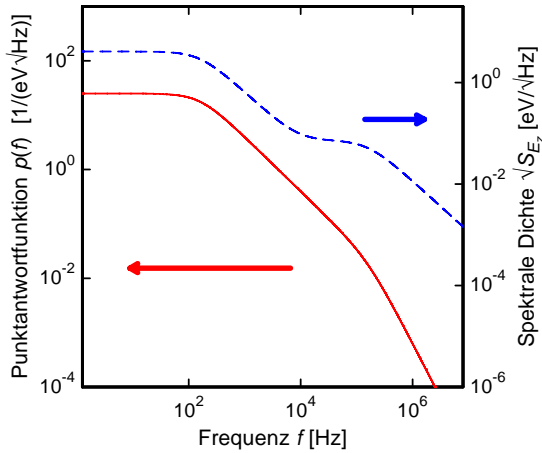


Abb. 3.9: Spektrum der Punktantwortfunktion $\tilde{p}(f)$ (linke Achse) sowie der spektralen Dichte des Rauschens $\sqrt{S_{E_z}}(f)$ (rechte Achse) eines magnetischen Kalorimeters mit den typischen Werten $C_e = C_z = 1 \text{ pJ/K}$, $\tau_0 = 1 \text{ }\mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ bei einer Temperatur von $T = 50 \text{ mK}$.

Um das Verhältnis von der Signalgröße zu den Rauschbeiträgen bestimmen zu können, benötigen wir weiterhin die sogenannte Punktantwortfunktion des Detektors auf einen äußeren Energieeintrag. Ausgehend von den anfänglichen Differentialgleichungen des kanonischen Ensembles mit zwei diskreten Systemen, berücksichtigen wir hierfür also einen zusätzlichen Wärmeeintrag im System der Elektronen von

$$\dot{Q} = E\delta(t) \quad (3.40)$$

mit der Dirac'schen Deltafunktion $\delta(t)$ und der absorbierten Energie E . Weiterhin sollen die beiden Rauschquellen P_{ze} und P_{eb} vernachlässigt werden. Löst man nun die beiden Gleichungen aus 3.35 und führt anschließend eine Fouriertransformation durch, so erhält man für die Punktantwortfunktion im Frequenzraum

$$|\tilde{p}(f)| \approx \frac{2\tau_1\beta}{\sqrt{1 + (2\pi\tau_0f)^2}\sqrt{1 + (2\pi\tau_1f)^2}}. \quad (3.41)$$

Diese ist ebenfalls in Abbildung 3.9 aufgetragen. Betrachtet man die linke Achse, die entsprechend die Punktantwortfunktion eines Detektors mit den typischen Werten $C_e = C_z = 1 \text{ pJ/K}$, $\tau_0 = 1 \mu\text{s}$ und $\tau_1 = 1 \text{ ms}$ bei $T = 50 \text{ mK}$ in Abhängigkeit von der Frequenz zeigt, so erkennt man drei charakteristische Frequenzbereiche. Während die Amplitude im niederfrequenten Bereich noch konstant ist, fällt $|\tilde{p}(f)|$ ab einer Frequenz von $f_1 = (2\pi\tau_1)^{-1}$ zunächst mit f^{-1} und oberhalb von $f_0 = (2\pi\tau_0)^{-1}$ sogar proportional zu f^{-2} ab.

3.5.2 Magnetisches Johnson-Rauschen

Aufgrund der endlichen thermischen Energie kommt es zu ungerichteten, voneinander unabhängigen Bewegungen der Elektronen im Leitungsbad der metallischen Bestandteile des Detektors. Es werden somit Magnetfeldfluktuation induziert, die zu einem Rauschen des magnetischen Flusses innerhalb der Detektionsschleife führen. Da dieser Effekt dem elektrischen Johnson-Rauschen stark ähnelt, wird er häufig analog als *magnetisches* Johnson-Rauschen bezeichnet. Die Größe des magnetischen Johnson-Rauschens hängt dabei von der Lage der Elektronen zu der Detektionsspule ab und kann mit Hilfe des Fluktuations-Dissipations-Theorems berechnet werden [Har68]. Für das magnetische Flussrauschen findet man somit

$$\sqrt{S_{\Phi, J}} = \mathcal{C}\mu_0\sqrt{Vk_{\text{B}}T\sigma} \quad (3.42)$$

in Abhängigkeit vom Volumen V des metallischen Leiters, der thermischen Energie $k_{\text{B}}T$ der Leitungselektronen und der elektrischen Leitfähigkeit σ . Der Einfluss der Detekorgeometrie auf das Rauschen wird durch die Proportionalitätskonstante \mathcal{C} berücksichtigt, die bei einer für das Mäanderdesign optimierten Sensorhöhe den Wert $\mathcal{C} = \sqrt{0,02}$ annimmt [Fle05].

Mit dieser Formel kann man nun den erwarteten Wert für das magnetische Johnson-Rauschen des in dieser Arbeit verwendeten Au:Er-Sensors mit einem Volumen von $V = 250 \times 250 \times 1,5 \mu\text{m}^3$ und einer Leitfähigkeit⁸ von $\sigma = 5,1 \cdot 10^8 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ abschätzen. Nach Einsetzen in 3.42 erhält man bei einer Temperatur von 50 mK demzufolge $\sqrt{S_{\Phi, J, \text{sens}}} \approx 0,5 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Quellen für das Johnson-Rauschen können

⁸Die elektrische Leitfähigkeit σ wurde hier nach dem in [Ara66] von S. Araj und G.R. Dunmyre für tiefe Temperaturen gefundenen linearen Zusammenhang $\rho = 1/\sigma = x6,7 \cdot 10^{-6} \Omega\text{m}$ bestimmt, wobei ρ den spezifischen Widerstand bezeichnet. x gibt die Konzentration des Erbiums in der Au:Er-Legierung an und lag für den hier vorgestellten Detektor bei 295 ppm.

neben dem Sensor aber auch der Absorber, sowie alle anderen metallischen Bestandteile, wie z.B. der Messinghalter auf dem sich der Detektor befindet, oder die äußere Bleiabschirmung, sein.

3.5.3 Rauschen des SQUIDS

Das verwendete dc-SQUID-Magnetometer trägt ebenfalls zum Rauschen des Detektors bei. Insgesamt setzt sich die Auslese-Technik dabei aus einem zweistufigen Aufbau mit Detektor- und Verstärker-SQUID bei tiefen Temperaturen, sowie einer zusätzlichen Verstärkungselektronik bei Raumtemperatur zusammen, die für das Gesamttrauschen entsprechend berücksichtigt werden müssen.

Um ein Gefühl für die Größenordnung des Flussrauschens zu erhalten, sollen an dieser Stelle nur die typischen Werte des in dieser Arbeit verwendeten Magnetometers angegeben werden. Für eine eingehende Diskussion der einzelnen Rauschbeiträge und der Funktionsweise eines SQUID-Magnetometers sei jedoch auf das Kapitel 5.2 verwiesen. Wie sich dort zeigen wird, setzt sich das Rauschen des Auslesekreises aus einem weißen, d.h. frequenzunabhängigen Anteil von $\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}, w}} \approx 0,35 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ und einem $1/f$ -abhängigen Anteil von $\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}, 1/f}}|_{1\text{Hz}} \approx 10 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz zusammen.

3.5.4 $1/f$ -Rauschen der Erbium-Ionen

Für metallisch magnetische Kalorimeter kann noch eine weitere Art von Rauschen mit einer $1/f$ -Abhängigkeit beobachtet werden, dessen Ursprung bis jetzt allerdings noch nicht vollständig geklärt ist.

Messungen in [Dan05] liefern jedoch erste Hinweise. Darin wurden drei identische gradiometrische Kalorimeter mit unterschiedlicher Anzahl der Sensoren bei 4,2 K untersucht und die Rauschspektren verglichen. Für einen ersten Aufbau ohne Sensoren ergaben sich dabei lediglich die für ein SQUID-Magnetometer typischen Anteile aus einem weißen und einem $1/f$ -Rauschen. Weitere Experimente mit einem bzw. zwei Sensoren zeigten daraufhin einen Anstieg des $1/f$ -Beitrages in Abhängigkeit von der Anzahl der Au:Er -Sensoren und der Erbiumkonzentration. Anhand dieser Beobachtungen konnten also die Erbium-Ionen des Sensors als mögliche Quelle für den $1/f$ -Anstieg des Rauschen ausfindig gemacht werden. In [Fle03] wurde zusätzlich festgestellt, dass sich dieser Effekt annähernd temperaturunabhängig und in etwa proportional zur Anzahl N_{Er} der Erbium-Ionen verhält.

Die aus diesen Experimenten gewonnenen Erfahrungen ermöglichen eine zumindest quantitative Darstellung des $1/f$ -Rauschens der Erbium-Ionen. Für einen Detektor mit mäanderförmiger Detektionsspule lässt sich das magnetische Flussrauschen entsprechend durch

$$S_{\Phi, \text{Er}} = \left(\frac{\mu_0 \langle G \rangle}{p} \right)^2 S_m(f) N_{\text{Er}} N_{\text{sens}} \quad (3.43)$$

beschreiben, wobei S_m das Rauschen eines einzelnen Erbium-Ions und N_{sens} die Anzahl der Sensoren angeben.

Als eine mögliche Erklärung für diesen zusätzlichen Rauschbeitrag könnten Spin-Spin-Fluktuationen genannt werden. Diese treten vor allem im Bereich des Spinglasüberganges oder aber unterhalb dieser Temperatur auf und müssten somit für die Temperaturen der oben genannten Experimente stark unterdrückt sein. Ein anderer Erklärungsversuch, der auf der Wechselwirkung der magnetischen Momente des Erbiums mit den Quadrupolmomenten der Goldkerne beruht, konnte ebenfalls ausgeschlossen werden. Untersuchungen an Ag:Er-Sensoren, die als Wirtsmaterial Silber verwenden, welches keine Quadrupolmomente besitzt, zeigten nicht die erwartete Änderung des Rauschverhaltens.

3.5.5 Limitierung der Energieauflösung

Um die erreichbare Energieauflösung zu berechnen, ist es hilfreich nicht wie in den Abschnitten zuvor das magnetische Flussrauschen der verschiedenen Beiträge, sondern das scheinbare Gesamtrauschen im Zeeman-System der magnetischen Momente zu betrachten. Für dieses erhält man aus der Summe der Einzelbeiträge

$$S_{E_z, \text{ges}}(f) = \frac{1}{F^2} S_{E_z}(f) + \frac{\beta}{F^2} \left(\frac{dE}{d\Phi} \right)^2 [S_{\Phi, \text{Er}}(f) + S_{\Phi, \text{J}}] + \beta \left(\frac{dE}{d\Phi} \right)^2 [S_{\Phi, \text{SQ}, 1/f}(f)] . \quad (3.44)$$

Der Umrechnungsfaktor F beschreibt dabei die Kopplung zwischen Mäander und SQUID und ist gemäß der Gleichung 3.33 durch den Faktor

$$\frac{\delta\Phi_s}{\delta\Phi} = \frac{k\sqrt{L_i L_s}}{L_m + 2(L_i + L_w)} \quad (3.45)$$

gegeben. Zusammen mit der in Gleichung 3.41 angegebenen Punktantwortfunktion $\tilde{p}(f)$ des Detektors kann nun das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis bestimmt werden:

$$SNR(f) = \frac{\tilde{p}(f)}{\sqrt{S_{E_z, \text{ges}}(f)}} . \quad (3.46)$$

In Abbildung 3.10 sind beide Größen, also sowohl das Spektrum des Gesamtrauschens als auch das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis, in Abhängigkeit von der Frequenz aufgetragen.

Nach einer anschließenden Integration der Gleichung 3.46 über den gesamten Frequenzbereich findet man für die Energieauflösung des Detektors entsprechend

$$\Delta E_{\text{FWHM}} = \frac{2\sqrt{2\ln(2)}}{\sqrt{\int_0^\infty [SNR(f)]^2 df}} . \quad (3.47)$$

Berücksichtigt man nur den Einfluss der thermodynamischen Fluktuationen auf die Energieauflösung und nimmt weiterhin die, für den realen Detektor zutreffenden Näherungen $C_e \approx C_z$ sowie $\tau_0 \ll \tau_1$ an, so ergibt sich für die Halbwertsbreite [Fle05]

$$\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,35\sqrt{4k_B C_e T^2} \left(\frac{1}{\beta(1-\beta)} \frac{\tau_0}{\tau_1} \right)^{1/4} . \quad (3.48)$$

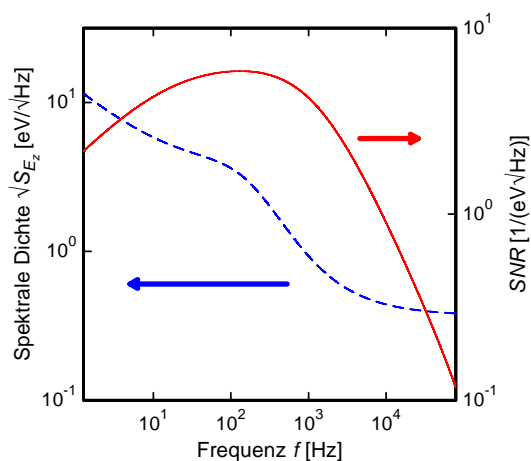


Abb. 3.10: Frequenzspektrum des Gesamttrauschens $\sqrt{S_{E_z}}$ im Zeeman-System (linke Achse) und das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis SNR (rechte Achse).

Aus diesem vereinfachten Ausdruck können mehrere Aussagen über die Energieabflösung eines Kalorimeters abgelesen werden:

- Die Energieauflösung ist aufgrund der endlichen Signalanstiegszeiten τ_0 fundamental begrenzt.
- Mit kleiner werdendem Verhältnis von Anstiegs- zu Abfallszeit des Signals verbessert sich die Energieauflösung des Detektors. Es ist also günstig möglichst kleine Signalanstiegszeiten τ_0 in Verbindung mit großen Abklingzeiten τ_1 zu gewährleisten. Hierbei ist aber zu beachten, dass τ_0 durch die Elektron-Spin-Relaxationszeit des paramagnetischen Sensormaterials bestimmt ist und sich ein großer Wert von τ_1 negativ auf die erreichbare Zählrate auswirkt.
- Der maximal mögliche Wert für die Energieauflösung ergibt sich, wenn die Wärmekapazität der Leitungselektronen gleich der des Zeeman-Systems der magnetischen Momente $C_e = C_z$ ist.

4. Der Detektor-Chip

Dieses Kapitel beschreibt den in dieser Arbeit entwickelten und charakterisierten Detektor-Chip. Hierbei werden zuerst kurz die durchgeführte Optimierungsrechnung und das sich daraus ergebene Detektordesign erläutert. Desweiteren soll ein Überblick über die Herstellungsprozesse und die Funktion der verschiedenen Strukturen des Detektor-Chips gegeben werden.

4.1 Optimierung der Energieauflösung

Je nach Anwendungsgebiet eines metallisch magnetischen Kalorimeters werden verschiedene Anforderungen an den Detektor gestellt, die bei der Entwicklung des Designs berücksichtigt werden können.

Der in dieser Arbeit verwendete Detektor ist für die Verwendung eines supraleitenden Rheniumabsorbers vorgesehen. Dieser dient nicht nur zur Energieabsorption, sondern beinhaltet auch gleichzeitig das instabile Isotop ^{187}Re , dessen β -Spektrum gemessen werden soll. In vorherigen Experimenten [Hau06][Por07] hat sich hierfür in puncto Aktivität und Handhabbarkeit ein Rheniumwürfel mit den Abmessungen $V_{\text{abs}} = 250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$ als besonders zweckmäßig erwiesen.

Ausgehend von dem damit festgelegten Absorbervolumen V_{abs} mit dem Absorbmaterial Rhenium können nun die für die Detektoreigenschaften relevanten Größen optimiert werden. Im Mittelpunkt einer solchen Optimierungsrechnung steht dabei immer das Erreichen der bestmöglichen Energieauflösung ΔE_{FWHM} , die nach der Gleichung 3.47 von dem Signal-zu-Rauschen-Verhältnis SNR und folglich sowohl von der Fouriertransformierten der Punktantwortfunktion, als auch vom Gesamttrauschen des Kalorimeters abhängt (siehe Abschnitt 3.5.5). Insgesamt zeigt sich, dass die Energieauflösung von einer Vielzahl von Faktoren beeinflusst wird, die neben der Geometrie des Sensors und der Detektionsspule auch durch die Eigenschaften der eingesetzten Materialien gegeben sind und die es zu optimieren gilt. Andererseits sind einige dieser Parameter durch experimentelle Randbedingungen bereits festgelegt und können demnach nicht mehr variiert werden. So legt beispielsweise die Wahl des SQUID-Magnetometers bereits die Einkoppelinduktivität L_i , die Gegeninduktivität M_{is} sowie das magnetische Flussrauschen des SQUIDs fest. Weiterhin werden durch die verwendeten Sensor- und Absorbmaterialien (Au:Er, Rhenium) der g -Faktor, die relative Stärke α der RKKY-Wechselwirkung sowie die elektrischen Leitfähigkeiten des Sensors bzw. des Absorbers vorgegeben.

Basierend auf diesen Annahmen ist die Energieauflösung eines magnetischen Kalorimeters durch die folgenden noch zu optimierenden Größen bestimmt:

$$\Delta E_{\text{FWHM}} = \Delta E_{\text{FWHM}}(T, A_{\text{sens}}, h_{\text{sens}}, x, p, w/p, I), \quad (4.1)$$

wobei A_{sens} die Fläche, h_{sens} die Höhe und x die Erbiumkonzentration des Au:Er-Sensors angeben. Ferner kennzeichnen T die Arbeitstemperatur, p den Mitte-zu-

Mitte-Abstand, w/p das Verhältnis von Streifenbreite zum Mitte-zu-Mitte-Abstand und I den magnetfelderzeugenden Dauerstrom innerhalb der mäanderförmigen Detektionsspule.

Im Rahmen einer numerischen Simulation können nun die verschiedenen Parameter variiert und somit die bestmögliche Energieauflösung erzielt werden. Hierbei muss beachtet werden, dass die erreichbare untere Temperaturgrenze durch die gegebenen Kühltechniken (siehe Kapitel 5.1) auf einen Wert von ungefähr 20-25 mK limitiert ist. Um den Absorber effektiv auf dem Sensor befestigen zu können, wird desweiteren die Sensorfläche auf eine minimale Ausdehnung von ca. $A_{\text{sens}} \geq 245 \mu\text{m} \times 245 \mu\text{m} = 0,06 \text{mm}^2$ eingegrenzt. Wie sich zeigt, hat eine Änderung des Verhältnisses w/p zwischen Streifenbreite und Mitte-zu-Mitte-Abstand nur eine sehr schwache Auswirkung auf die Energieauflösung, da sie größtenteils durch eine Modifikation der anderen Parameter ausgeglichen werden kann. Für die Geometrie der Detektionsspule wurden daher mit $w = 3 \mu\text{m}$, $p = 6 \mu\text{m}$ und einem Verhältnis von $w/p = 0,5$ jeweils Werte gewählt, die es erlauben die Niobbahnen durch die am Institut zur Verfügung stehenden Strukturierungsmethoden mit einer hohen Erfolgsquote herzustellen.

In Tabelle 4.1 werden die zu einer gegebenen Absorberwärmekapazität C_{abs} optimierten Parameter für fünf verschiedene Temperaturen im Bereich von 30 mK bis 80 mK zusammengefasst. Ebenfalls mit aufgelistet sind die resultierende Signalgröße $\delta\Phi/\delta E$ und die Energieauflösung ΔE_{FWHM} des Detektors, der über ein SQUID-Magnetometer mit den Induktivitäten $L_i = 1,8 \text{nH}$, $M_{\text{is}} = 0,383 \text{nH}$ und den Rauschbeiträgen $\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}, w}} = 0,35 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$, $\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}, 1/f}}|_{1 \text{Hz}} = 10 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz ausgelesen wird. Die Absorberwärmekapazität C_{abs} setzt sich dabei aus dem Rheniumwürfel mit dem Volumen V_{abs} und zwei dünnen Schichten aus 500 nm Kupfer und wenigen nm Gold auf der Unterseite des Absorbers zusammen, deren Grund noch in Kapitel 5.3.3 geklärt wird. In früheren Messungen mit magnetischen Kalorimetern wurden für die Wärmekapazität des Rheniumabsorbers deutlich größere Werte gefunden als man für einen Supraleiter gemäß der in Kapitel 3.3.2 gegebenen Gleichungen erwarten würde. Für die hier durchgeführten Optimierungsrechnungen wird deshalb eine zusätzliche Wärmekapazität mit der in [Por07] ermittelten Größenordnung von $C_{\text{extra}} = 3 \text{pJ/K}$ angenommen. Die thermischen Kopplungen zwischen Sensor und Absorber bzw. zwischen Sensor und Wärmebad gehen über die charakteristischen Zeitkonstanten mit in die Berechnungen ein, wobei davon ausgegangen wurde, dass

T [mK]	C_{abs} [pJ/K]	h_{sens} [μm]	A_{sens} [mm^2]	C_{sens} [pJ/K]	x [ppm]	I [mA]	$\delta\Phi/\delta E$ [$\text{m}\Phi_0/\text{keV}$]	ΔE_{FWHM} [eV]
30	3,06	1,48	0,06	2,06	280	30	32,47	2,90
40	3,09	1,46	0,06	1,92	294	42	25,26	3,79
50	3,11	1,44	0,06	1,86	303	53	20,63	4,70
60	3,13	1,42	0,06	1,78	309	67	17,39	5,61
80	3,17	1,40	0,06	1,74	311	89	12,99	7,43

Tab. 4.1: Ergebnis der Optimierungsrechnung.

durch einem metallischen Kontakt zwischen Sensor und Absorber (siehe Kapitel 5.3) eine Signalanstiegszeit von $\tau_0 = 10 \mu\text{s}$ erreicht werden kann. Wie im nächsten Abschnitt noch beschrieben wird, ist es möglich die Abfallszeit τ_1 , für die hier 5 ms geplant wurden, beliebig einzustellen.

Anhand dieser Tabelle lässt sich leicht erkennen, wie sich die Energieauflösung mit abnehmender Temperatur verbessert. Bei einer realistischen Arbeitstemperatur von $T = 30 \text{ mK}$ kann somit über die Optimierung der offenen Parameter ein Wert von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,90 \text{ eV}$ erzielt werden.

4.2 Design des Detektor-Chips

Aus den Ergebnissen der Optimierungsrechnungen geht das in Abbildung 4.1 schematisch dargestellte Detektordesign hervor, welches speziell für die Verwendung eines supraleitenden Rheniumabsorbers entwickelt und im Rahmen dieser Arbeit charakterisiert wurde. Dabei wurden hinsichtlich der in Tabelle 4.1 angeführten Parameter die optimierten Werte für eine Arbeitstemperatur von $T = 30 \text{ mK}$ berücksichtigt.

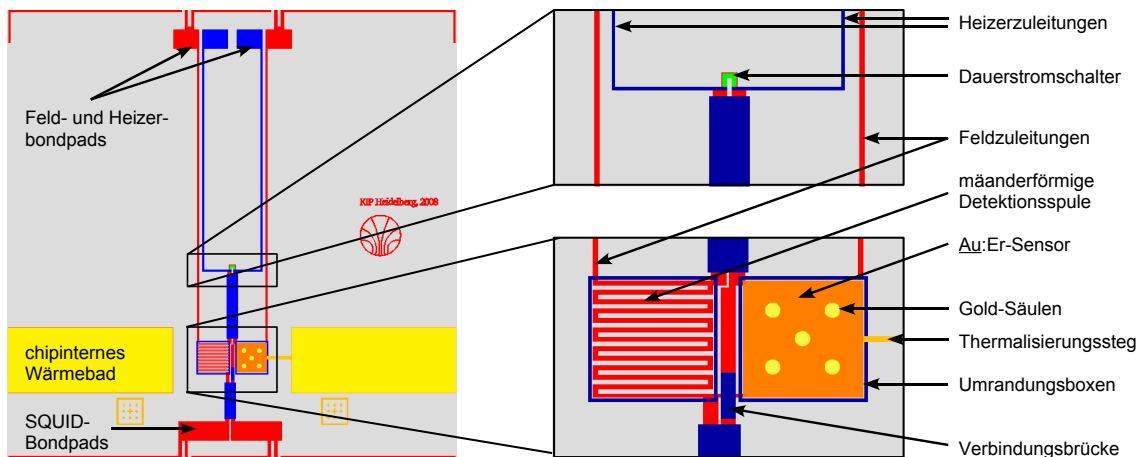


Abb. 4.1: Schematische Darstellung des entwickelten Chipdesigns, wobei die unterschiedlichen Farben auf die einzelnen für die Herstellung benötigten Lagen verweisen. **Links:** Ansicht des gesamten Detektor-Chips mit den Maßen $3,2 \text{ mm} \times 3,2 \text{ mm}$. **Rechts oben:** Nahansicht des supraleitenden Dauerstromschalters. **Rechts unten:** Nahansicht der beiden mäanderförmigen Detektionsspulen. Für eine bessere Übersicht, wurde die Anzahl der Mäanderstreifen reduziert.

Der gesamte Chip hat die Abmessungen von $3,2 \text{ mm}$ Länge \times $3,2 \text{ mm}$ Breite und verwendet als Substrat einen Saphir-Kristall. Wie sich noch in Abschnitt 5.3.3 zeigen wird, stellt dieses Material durch seine vergleichsweise hohe Festigkeit eine besonders geeignete Unterlage für das Aufbringen des Absorbers dar.

Symmetrisch zur Mittelachse sind zwei mäanderförmige Detektionsspulen angeordnet, die jeweils eine Streifenbreite von $w = 3 \mu\text{m}$ und einen Mitte-zu-Mitte Abstand von $p = 6 \mu\text{m}$ besitzen. Über der vom rechten Mäander aufgespannten Fläche

von $245 \mu\text{m} \times 245 \mu\text{m}$ befindet sich ein $1,5 \mu\text{m}$ hoher Au:Er-Sensor, dessen Erbiumkonzentration $x = 295 \text{ ppm}$ beträgt. Für eine bessere Charakterisierung des Detektors bietet es sich an eine der beiden Detektionsspulen, hier die linke, nicht mit einem Sensor zu bedecken. Zwar wird bei einem solchen Aufbau die vorteilhafte gradiometrische Anordnung aufgehoben, jedoch erhält man im Gegenzug die Möglichkeit einer genauen Messung der Magnetisierung des paramagnetischen Temperatursensors. Die Funktionsweise der fünf zusätzlichen Gold-Säulen auf der Oberseite des Sensors erschließt sich im Kapitel 5.3.3.

Wie bereits in Kapitel 3.4.1 angesprochen, erzeugt ein konstanter Strom innerhalb der Detektionsspule das zur Ausrichtung der magnetischen Momente benötigte Magnetfeld. Um einen solchen Dauerstrom präparieren zu können, muss die geschlossene supraleitende Struktur allerdings zuerst in einem kleinen Bereich unterbrochen und in den normalleitenden Zustand getrieben werden. Dies wird über einen Dauerstromschalter in Form eines Widerstands bewerkstelligt, der bei genügend hohen applizierten Strömen die darunterliegende Niob-Bahn auf Temperaturen oberhalb der Sprungtemperatur erwärmt. Eine genaue Erläuterung zum Einprägen des Dauerstroms wird im übernächsten Abschnitt 4.4 gegeben. Damit der Temperatureinfluss des resistiven Dauerstromschalters auf die restlichen Strukturen und vor allem auf den supraleitenden Rheniumabsorber möglichst gering ist, ist dieser in hinreichender Entfernung angeordnet. Hierfür befindet sich der Widerstand, der auch häufig einfach als „Heizer“ bezeichnet wird, am Ende einer einzelnen U-förmigen Schleife, die mittig von den beiden Detektionsspulen um $550 \mu\text{m}$ nach oben wegläuft.

Die für die Präparation des Dauerstroms ebenfalls benötigten Feld- und Heizerleitungen erstrecken sich bis zum oberen Rand des Chips, wo sie in vier nebeneinander angeordneten Bondpads¹ enden. Über zwei weitere Zuleitungen, die den Mäander mit den SQUID-Bondpads in der Mitte des unteren Randes verbinden, gelangen die zu messenden Signale letztendlich in die Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers. Zur Kontaktierung der Bondpads des Detektor-Chips mit den anderen Bauteilen des Experiments werden dünne Aluminiumdrähte genutzt.

Um parasitäre Streuinduktivitäten zu reduzieren, werden die zum Heizer führende U-förmige Verlängerung des Mäanderkreises, sowie die Leitungen zur Einkoppelspule des SQUIDs großflächig durch zusätzliche Strukturen aus Niob bedeckt. Außerdem sorgen zwei supraleitende Umrundungen, die jeweils eine der beiden Detektionsspulen umgeben, für eine weitere Reduktion parasitärer Effekte. Da innerhalb der geschlossenen Boxen das Prinzip der magnetischen Flussershaltung gilt, können auf diese Weise störende Einflüsse durch ein äußeres Magnetfeld oder durch das magnetische Johnsonrauschen vermindert werden.

Im Gegensatz zu der vertikalen Hauptachse auf der sich fast alle wichtigen Bestandteile des Detektor-Chips befinden, ist das chipinterne Wärmebad horizontal auf der Höhe der beiden Detektionsspulen angeordnet. Die zwei $500 \mu\text{m}$ breiten und $7 \mu\text{m}$ hohen Streifen aus Gold erstrecken sich über die gesamte Breite des Chips und werden später beim fertigen Aufbau metallisch mit dem Experimenthalter verbun-

¹Begriff aus dem Englischen, bezeichnet die Kontaktierungsflächen über die eine Verbindung zu den anderen Leitungen erfolgt.

den (siehe Kapitel 5.4). Über einen Thermalisierungssteg, der den Sensor mit dem Wärmebad kontaktiert, ist es dem Au:Er-Sensor möglich nicht nur phononisch durch das Substrat, sondern auch elektronisch zu thermalisieren.

Wie in Kapitel 3.5.1 beschrieben, hängen die charakteristischen Zeitkonstanten des Detektors von der Gesamtwärmekapazität C_{tot} und der Kopplung des Sensors mit dem Wärmebad ab. Insbesondere kann also die Signalabfallszeit mit Hilfe des Thermalisierungsstegs gezielt eingestellt werden. Berücksichtigt man das Wiedemann-Franz-Gesetz, so ergibt sich für die Abklingzeit des Signals der Zusammenhang:

$$\tau_1 = \frac{C_{\text{tot}} \rho_{\text{lit}}}{(\text{RRR} - 1) \mathcal{L} T} \cdot \frac{l}{A} \quad (4.2)$$

mit der Länge l und der Querschnittsfläche A des Thermalisierungsstegs. Die restlichen Größen bezeichnen die Lorentz-Zahl $\mathcal{L} = 2,45 \cdot 10^{-8} \text{W}\Omega\text{K}^{-2}$, die Wärmebadtemperatur T , den Literaturwert ρ_{lit} des spezifischen elektrischen Widerstandes bei Raumtemperatur und das Restwiderstandsverhältnis RRR des verwendeten Materials. Für den hier vorliegenden Detektor-Chip wurden die Dimensionen der Thermalisierungstruktur zu $l = 200 \mu\text{m}$ und $A = 3 (\mu\text{m})^2$ bestimmt und als Material reines Gold mit einem Restwiderstandsverhältnis von $\text{RRR} \approx 2$ und einem spezifischen Widerstand von $\rho = 22,14 \text{n}\Omega\text{m}$ eingesetzt. Die Abfallszeiten sollten somit für eine Badtemperatur von etwa 30 mK bei $\tau_1 = 10 \text{ms}$ liegen.

4.3 Herstellung

Für die Herstellung des Detektor-Chips wurden die Strukturen in einem speziellen 7-Lagen-Dünnschichtprozess auf ein Substrat mikrostrukturiert, der im Folgenden kurz erläutert werden soll.

Das Auftragen der verschiedenen Metall- und Nichtleiterschichten erfolgt hierzu mit Hilfe der sogenannten Kathodenzerstäubung, die auch als Sputterdeposition oder kurz als Sputtern² bezeichnet wird. Bei diesem Beschichtungsverfahren werden die Atome oder Moleküle aus einem Festkörper des gewünschten Materials (Target) durch den Beschuss mit hochenergetischen Ionen herausgelöst und gehen in die Gasphase über. Die freien, herausgeschlagenen Atome bzw. Moleküle gelangen daraufhin zum Substrat und kondensieren wieder auf dessen Oberfläche. Als Plasma diente hier das Edelgas Argon, um Reaktionen zwischen den Ionen und den Targetatomen zu vermeiden.

Zur eigentlichen Herstellung der Strukturen, die meist nur wenige Mikrometer breit sind, werden die einzelnen Lagen mit zwei verschiedenen photolithographischen Prozessen behandelt: dem Ätz- und dem Lift-off-Prozess. In beiden Prozessen wird der benötigte Photolack mit dem Spincoating-Verfahren gleichmäßig auf das Substrat aufgebracht, durch das sogenannte Softbake gehärtet und dann mit einer Glasmaske, die teilweise mit UV-undurchlässigem Chrom beschichtet ist, bedeckt. Bei der anschließenden Belichtung mit einer Quecksilberdampflampe sind somit nur bestimmte Bereiche der UV-Strahlung ausgesetzt. Hierbei wird ausgenutzt,

²vom engl. **to sputter** „zerstäuben“

dass sich die Löslichkeit des Photolacks mit der Einstrahlung ändert. Für die Mikrostrukturierungsprozesse stehen im institutseigenen Reinraum sowohl der Negativlack AZ[®] nLOFTM 2070, bei dem die belichteten Stellen polymerisiert, also weiter verfestigt werden, als auch der Positivlack AZ[®] 5214 E, bei dem die belichteten Stellen stattdessen wieder in eine höhere Löslichkeit übergehen, zur Verfügung. Die unerwünschten Lackbereiche lassen sich nun mit einer geeigneten Entwicklerflüssigkeit abtragen, was zu einer entsprechenden Strukturierung des Lackes führt.

In dem bereits erwähnten Ätz-Prozess wird das Substrat zuerst mit dem zu strukturierenden Material beschichtet und darüber der Photolack aufgetragen. Die unerwünschten Bereiche der Schicht werden nicht vom Lack geschützt und, wie der Name des Prozesses schon andeutet, mittels einer Ätzlösung entfernt. Die nicht mehr gebrauchten gehärteten Lackreste werden am Ende mit den Lösungsmitteln DMF³ oder NMP⁴ ebenfalls abgelöst. Der Liftoff-Prozess verläuft hingegen so, dass zu Beginn der Photolack auf das noch unbehandelte Substrat strukturiert wird. Bei der darauffolgenden Kathodenzerstäubung scheidet sich das Targetmaterial gleichmäßig auf dem Lack *und* den freiliegenden Bereichen des Substrats ab. Zum Entfernen des Photolacks mitsamt der darüberliegenden Materialschicht werden auch hier wieder Lösungsmittel genutzt, wobei das direkt auf dem Substrat deponierte Material jedoch weiterhin haften bleibt.

In einem ersten Schritt werden auf einen blanken, 430 μm dicken Saphirwafer mit einem Durchmesser von 2 Zoll die beiden mäanderförmigen Detektionsspulen sowie die Zuleitungen zum SQUID-Magnetometer aufgebracht. Dafür wird eine supraleitende Niob-Schicht von 400 nm Dicke gleichmäßig auf das gesamte Substrat gesputtert und diese dann in einem Ätz-Prozess strukturiert.

Die nächste Lage soll die Strukturen der ersten Schicht in zweierlei Hinsicht schützen. Zum einen wird die Nioboberfläche durch einen Anodisierungs-Prozess bis zu 25 nm tief oxidiert und somit eine elektrische Isolation von den später folgenden Lagen erzeugt. Zum anderen sorgt eine zusätzliche SiO₂-Schicht für einen Schutz der Detektionsspulen vor mechanischen Einflüssen. Die Wahl der Dicke des SiO₂ von 200 nm stellt dabei einen Mittelweg aus einer hohen Stabilität und einem möglichst geringen zusätzlichen Abstand zwischen den Niob-Bahnen des Mäanders und dem Sensor dar⁵. In beiden Prozessen sind die Feldleitungs- und SQUID-Bondpads mit einem Photolack bedeckt und bleiben folglich unbehandelt.

Die Deposition des zum Einfrieren des Dauerstroms benötigten Dauerstromschalters findet nun in der dritten Lage statt. Als Material kommt hier eine Legierung aus Gold und Palladium zum Einsatz, die auch noch bei tiefen Temperaturen einen verhältnismäßig hohen spezifischen Widerstand aufweist. Insgesamt besteht der Heizer aus einer 75 nm hohen Au:Pd-Schicht und einem weiteren, wenige nm dünnen Titan-Film, der als Haftvermittler zur unteren SiO₂-Lage fungiert.

³Abkürzung für N,N-Dimethylformamid

⁴Abkürzung für N-Methyl-2-Pyrrolidon

⁵Wie wir noch in Abschnitt 4.5 sehen werden, ist es günstig den Sensor nahe an die magnetfelderzeugenden Detektionsspulen zu bringen, da das Magnetfeld und somit auch die Signalgröße stark mit dem Abstand abnehmen.

Die noch fehlenden supraleitenden Strukturen werden in einer zweiten, ebenfalls 400 nm dicken Niob-Schicht strukturiert. Hierzu zählen u.a. die Heizer-Zuleitungen mit den entsprechenden Bondpads und eine Verbindungsbrücke für die SQUID-Zuleitungen aus der ersten Lage, wobei die elektrische Kontaktierung durch einen Überlapp der Niob-Bahnen mit den zu verbindenden Strukturen realisiert wird. Desweiteren werden zur Minimierung störender Einflüsse durch das äußere Magnetfeld und durch parasitäre Streuinduktivitäten die geschlossenen Umrandungen um die beiden Detektionsspulen bzw. die großflächige Abdeckung der zum Heizer führenden Mäanderschleife und der SQUID-Zuleitungen ebenfalls in dieser Lage aufgetragen.

In der sich anschließenden fünften und sechsten Lage werden der Thermalisierungssteg und die Grundfläche für das chipinterne Wärmebad aus einer 300 nm dicken Goldschicht, sowie der $1,5\ \mu\text{m}$ hohe paramagnetische Au:Er-Sensor des Detektor-Chips hinzugefügt. Als Haftvermittler zwischen der SiO_2 -Schicht und den Au- bzw. Au:Er-Strukturen dienen hier erneut wenige nm Titan.

Zum Schluss wird eine letzte, siebte Lage für die Herstellung des Wärmebades und der fünf auf dem Sensor positionierten Säulen verwendet. Dies erfolgt über einen galvanischen Prozess, in dem das gewünschte Metall (hier reines Gold) an den betreffenden Stellen abgeschieden wird. Eine detaillierte Beschreibung des galvanischen Abscheidungsprozesses ist zum Beispiel in [Pie08] zu finden.

4.4 Einprägen des Dauerstroms

Die in dieser Arbeit gewählte Geometrie eines metallisch magnetischen Kalorimeters erlaubt es, das zur Ausrichtung der magnetischen Momente benötigte Magnetfeld direkt durch einen in der mäanderförmigen Detektionsspule eingepprägten Dauerstrom zu erzeugen. Die Vorgehensweise bei der Präparation des Dauerstroms soll nun anhand der in Abbildung 4.2 gegebenen schematischen Darstellung geschildert werden.

Zunächst ist es von entscheidender Bedeutung, die supraleitende Verbindung zwischen der Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers und der Detektionsschleife zu unterbrechen. Da diese Verbindung, wie bereits in Abschnitt 4.2 erläutert, zum Teil auch aus dünnen Aluminiumdrähten besteht, ist es hierfür ausreichend den Detektor auf eine Temperatur knapp oberhalb der Sprungtemperatur der Drähte von $T_c = 1,18\text{K}$ zu bringen.

Dadurch wird erreicht, dass der anschließend injizierte Feldstrom I_F anhand der ohm'schen Widerstände der Bonddrähte nicht mehr durch die Einkoppelspule des SQUIDs fließt. Stattdessen kann der einzufrierende Strom nur noch zwei mögliche Wege durch die Niob-Leitungen nehmen, die im Gegensatz zu Aluminium eine wesentlich höhere kritische Temperatur von $9,25\text{K}$ besitzen und somit noch immer supraleitend sind. Wie in Abbildung 4.2b) angedeutet, führt der kürzere der beiden Wege mit der Induktivität L_H direkt über den supraleitenden Dauerstromschalter, während die andere, sehr viel längere Strecke durch die gesamte Detektionsspule mit der Induktivität $2L_m$ verläuft. Zusammen bilden die beiden Mäanderhälften und die einzelne U-förmige Schlaufe in Richtung des Heizers eine geschlossene supraleitende Schleife, in deren Inneren der magnetische Fluss eine Erhaltungsgröße ist. Dem-

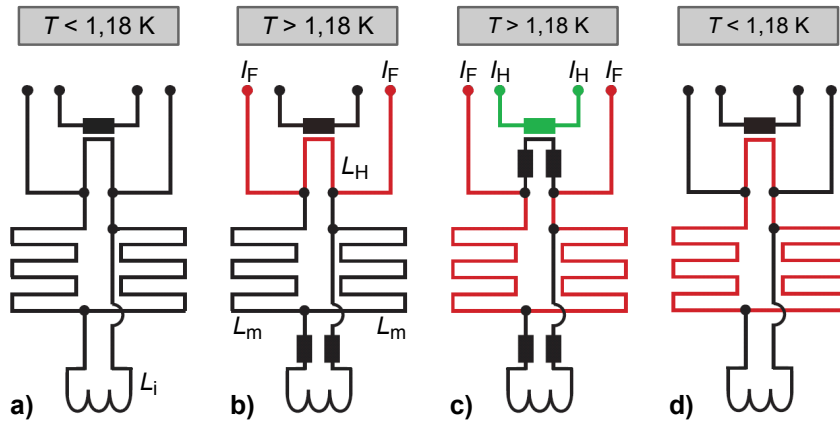


Abb. 4.2: Schematische Darstellung zur Präparation des Dauerstroms. **a)** Der Detektor befindet sich bei $T < 1,18\text{ K}$. **b)** Temperaturerhöhung auf über $1,18\text{ K}$, die Verbindung zur Einkoppelspule wird normalleitend und der Strom fließt durch L_H . **c)** Lokales Heizen auf über $9,25\text{ K}$ bewirkt Stromfluss durch die Detektionsspule. **d)** Heizvorgang wird beendet, der Detektor kühlt wieder ab und in der supraleitenden Schleife ist der Strom I_0 eingefroren.

zufolge teilt sich der eingespeiste Strom entsprechend der Induktivitäten auf. Der überwiegende Anteil wählt hierbei den kurzen Weg, der im Vergleich zu den beiden Mäandern die sehr viel geringere Induktivität L_H aufweist.

Injiziert man in die Zuleitungen zum Dauerstromschalter zusätzlich einen Heizstrom I_H , so kann die unter dem Widerstand liegende Niob-Bahn lokal auf über $9,25\text{ K}$ erwärmt und auf diese Weise normalleitend getrieben werden (Abbildung 4.2c)). Als Konsequenz fließt nun der gesamte Feldstrom durch die Induktivität $2L_m$, also durch die lange mäanderförmige Detektionsspule. Gleichzeitig dringt der magnetische Fluss $\Phi = 2L_m I_F$ in die unterbrochene supraleitende Schleife ein.

Im letzten Schritt wird der Heizvorgang beendet, wodurch sich die Niob-Bahn unterhalb des Widerstandes wieder abkühlt. Dies führt dazu, dass der supraleitende Kreis erneut geschlossen und der nun darin eingeschlossene magnetische Fluss wieder eine Erhaltungsgröße ist. Nach dem Ausschalten des Feldstroms fließt nun zur Erhaltung des magnetischen Flusses ein Dauerstrom I_0 durch die beiden Induktivitäten $2L_m + L_H$ (Abbildung 4.2d)). Unter Berücksichtigung von $2L_m \gg L_H$ findet man für den felderzeugenden Dauerstrom innerhalb der Detektionsspule den Wert

$$I_0 = \frac{2L_m}{2L_m + L_H} I_F \approx I_H. \quad (4.3)$$

An dieser Stelle wird auch klar, warum sich die Aluminium-Bonddrähte während des Heizvorgangs im normalleitenden Zustand befinden müssen. Wäre dies nicht der Fall, so würde der Feldstrom nach dem Heizen nicht nur wie beabsichtigt durch die Detektionsspule, sondern zu einem nennenswerten Teil auch durch die Einkoppelspule mit der Induktivität L_i verlaufen. Der Strom in der Einkoppelspule würde dann ein Magnetfeld in der Nähe des SQUIDS verursachen, welches die sensitiven Eigenschaften des Magnetometers stark beeinträchtigt.

4.5 Magnetfeldverteilung

Das durch den eingepprägten Dauerstrom I_0 erzeugte Magnetfeld ist, wie bereits in Kapitel 3.4 angesprochen, stark inhomogen und somit nur schwer analytisch zu berechnen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die resultierende Magnetfeldverteilung daher numerisch mit der Software FEMM 4.0⁶ ermittelt, welches auf die sogenannte Finite-Elemente-Methode zurückgreift.

Da es das Programm nur erlaubt quasi zweidimensionale Probleme der Elektro- und Magnetostatik zu lösen, wird für die Simulationen lediglich die Ebene senkrecht zum Verlauf der Mäanderstreifen betrachtet. Die gesamte Struktur der Detektionsspule kann dann auf zwei unendlich lange, perfekt diamagnetische Streifen mit periodischen Randbedingungen reduziert werden, durch die in entgegengesetzter Richtung der Strom $\pm I_0$ fließt.

Der Rand des Mäanders, der die einzelnen Streifen miteinander verbindet, wird also in dieser Annahme nicht in Betracht gezogen. Jedoch treten solche Randeffekte aufgrund der gegebenen Proportionen nur in einem sehr kleinen äußeren Bereich der Mäanderfläche auf und spielen insofern kaum eine Rolle. Ebenfalls vernachlässigt wird hier der Einfluss des sich über der Detektionsspule befindlichen paramagnetischen Au:Er-Sensors. Da das Sensormaterial bei den relevanten Temperaturen eine sehr geringe magnetische Suszeptibilität von nur $\chi < 0,15$ besitzt, ist aber auch diese Vereinfachung durchaus gerechtfertigt.

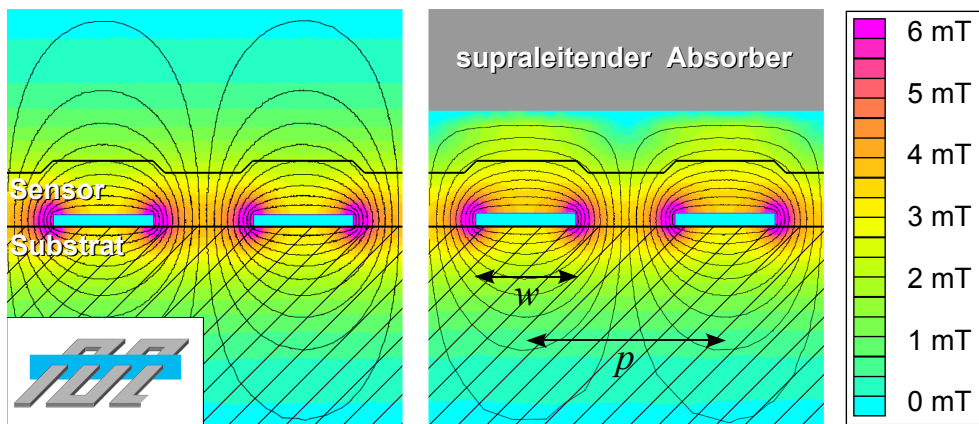


Abb. 4.3: Numerisch berechnete Magnetfeldverteilung der verwendeten Detektorgeometrie für einen optimierten Dauerstrom von $I_0 = 30$ mA. **Links:** ohne supraleitenden Absorber. **Rechts:** mit supraleitendem Absorber im Abstand $3 \mu\text{m}$ über der Detektionsspule.

Abbildung 4.3 zeigt die basierend auf diesen Annahmen berechnete Magnetfeldverteilung der Detektionsspule mit der Streifenbreite $w = 3 \mu\text{m}$ und dem Mitte-zu-Mitte-Abstand $p = 6 \mu\text{m}$ für einen Dauerstrom von $I_0 = 30$ mA. Die Simulation wurde dabei für zwei verschiedene Detektor-Konfigurationen durchgeführt: einmal *ohne* und einmal *mit* supraleitendem Rheniumabsorber im Abstand von $3 \mu\text{m}$ zu den

⁶FEMM: Finite Element Method Magnetics, Version 4.0 von David Meeker

stromdurchflossenen Mäanderstreifen. Um den Effekt mit zu berücksichtigen, dass kein Magnetfeld in den Supraleiter eindringen kann, gelten entlang der Absorberoberflächen die Randbedingungen $\mathbf{B} = \mathbf{rot}\mathbf{A} = \mathbf{0}$.

Wie in beiden Fällen gut zu erkennen ist, nimmt die Stärke des Magnetfeldes in z -Richtung sehr schnell ab. Dies macht es erforderlich, den paramagnetischen Au:Er-Sensor sehr nahe an die Detektionsspule heranzubringen, da nur so eine Magnetisierungsänderung des Sensors auch innerhalb der Detektionsspule gut detektiert und damit nach Gleichung 3.31 auch eine hohe Signalgröße sichergestellt werden kann.

In dem Detektoraufbau mit supraleitendem Absorber (Abbildung 4.3, rechts) wird das Magnetfeld vollständig aus dem Absorbervolumen verdrängt, was zu einem Anstieg der Feldstärke innerhalb des Sensors führt. Allerdings fällt dieser Effekt wegen der starken exponentiellen Abnahme des Magnetfeldes mit der Höhe kaum ins Gewicht. Weiterhin sei hier erwähnt, dass die Magnetfeldstärke an der Oberfläche des Rheniumabsorbers weit unterhalb des kritischen Wertes von $B_C = 20$ mT liegt.

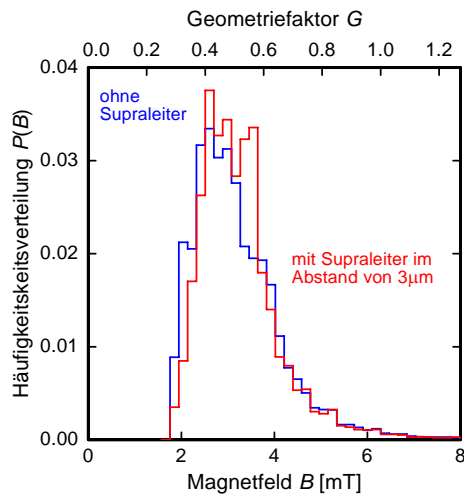


Abb. 4.4: Häufigkeitsverteilung der Magnetfeldstärke B in dem $1,5\ \mu\text{m}$ hohen Sensor für einen Dauerstrom von $I_0 = 30$ mA. Die beiden Kurven geben die Verteilung für einen Aufbau ohne (blaue Linie) und für einen Aufbau mit (rote Linie) supraleitendem Absorber im Abstand von $3\ \mu\text{m}$ zur Detektionsspule wieder. Der Zusammenhang zum Geometriefaktor G auf der oberen Achse ist durch Gleichung 3.29 gegeben.

Mit einer gegebenen Sensorhöhe von $h = 1,5\ \mu\text{m}$ lässt sich aus den simulierten Daten außerdem die bereits aus dem vorherigen Kapitel 3.4.2 bekannte und in Abbildung 4.4 dargestellte Häufigkeitsverteilung $P(B)$ des Magnetfeldes B innerhalb des Sensorvolumens ermitteln. Die Berechnung erfolgt dabei so, dass an mehreren tausend, möglichst gleichmäßig über den gesamten Sensorquerschnitt verteilten Punkten der Betrag des Magnetfeldes B bestimmt und darüber die Häufigkeitsverteilung festgestellt wird. Die Größe $P(B)dB$ wird für die Berechnung der Signalgröße benötigt und gibt die Häufigkeit an, mit der im Sensorvolumen V_{sens} ein Magnetfeld vom Betrag B im Intervall $[B, B+dB]$ auftritt.

5. Experimentelle Methoden

5.1 Erzeugung tiefer Temperaturen

Wie bereits in den vorangegangenen Kapiteln mehrmals erwähnt wurde, werden magnetische Kalorimeter im Bereich tiefer Temperaturen typischerweise zwischen 10 mK und 100 mK betrieben. Im Rahmen dieser Arbeit wurde hierzu ein adiabatischer Elektronenspin-Entmagnetisierungs-Kryostat - kurz ADR¹ - eingesetzt, dessen Besonderheiten und Funktionsweise nun kurz skizziert werden sollen. Für eine genaue Diskussion dieser und auch anderer zur Verfügung stehender Kühltechniken sei [Ens05] oder [Pob96] empfohlen.

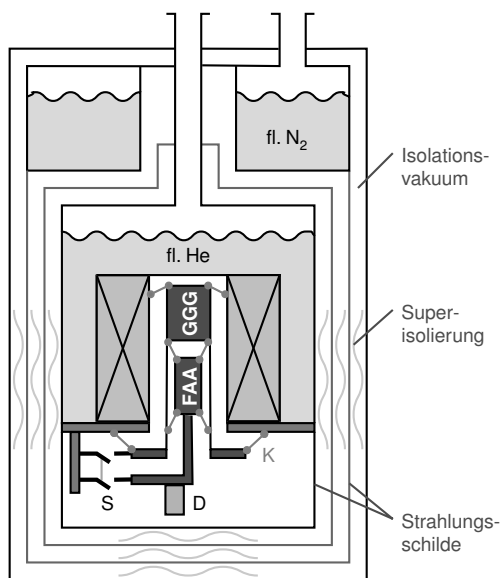


Abb. 5.1: Schematischer Schnitt durch einen Elektronenspin-Entmagnetisierungs-Kryostat. Die beiden Salzpillen (GGG und FAA) sind mit Hilfe von Kevlar-Fäden (F) befestigt und können mit dem Heliumbad über einen mechanischen Wärmeschalter (S) thermisch verbunden werden. Weiterhin steht die FAA-Pille im guten thermischen Kontakt mit einem Kupferhalter, auf dem der Detektor montiert ist.

In Abbildung 5.1 ist ein schematisches Schnittbild des verwendeten ADR gezeigt. Ausgehend von einer Raumtemperatur von etwa 300 K erfolgt der Abkühlungsprozess in mehreren Stufen. Die äußeren Strahlungsschilde dienen zum Schutz vor parasitären Wärmeeinträgen durch Infrarotstrahlung indem sie die einzelnen Temperaturbereiche des Kryostaten voneinander isolieren. Diese bestehen aus einem äußeren Bad aus flüssigem Stickstoff bei 77 K und einem anschließendem Heliumbad bei 4,2 K. Durch Pumpen am Heliumbad ist es möglich die Temperatur noch weiter auf ca. 1,5 K zu reduzieren. Die nächsten Kühlstufen im mK-Bereich werden bei einem ADR nun mit Hilfe zweier paramagnetischer Salzpillen erreicht, die durch schwach wärmeleitende Kevlar-Fäden (K) fixiert sind und sich innerhalb einer zylindrischen supraleitenden Magnetspule befinden. Dabei stellt die am Heliumbad befestigte GGG²-Pille eine Art Wärmesenke für die darauf folgende FAA³-Pille dar, die direkt mit der Experimen-

¹Abkürzung aus dem Englischen für Adiabatic Demagnetization Refrigerator

²Gadolinium-Gallium-Granat: $Gd_3Ga_5O_{12}$

³Eisen-Ammonium-Alaun: $Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$

tierplattform verbunden ist. Weiterhin sind beide Pillen über einen mechanischen Wärmeschalter (S), thermisch an das Heliumbad angekoppelt.

Zu Beginn sind die paramagnetischen Salze über den geschlossenen Wärmeschalter noch thermisch mit dem Wärmebad verbunden. Wird nun ein magnetisches Feld von maximal 6 T innerhalb der supraleitenden Spule erzeugt, so kommt es zu einer Zeeman-Aufspaltung der entarteten Eigenzustände. Sobald diese größer als die thermische Energie wird ($g\mu_B B > k_B T$), besetzen die magnetischen Momente der Salze überwiegend die energetisch günstigeren Zustände und es kommt zu einem Rückgang der Entropie. Die dabei entstehende Magnetisierungswärme kann an das Wärmebad abgeführt werden bis sich wieder ein thermisches Gleichgewicht eingestellt hat.

Dieser isothermen Magnetisierung schließt sich in einem zweiten Prozess eine adiabatische Entmagnetisierung an. Hierfür wird nun der Wärmeschalter geöffnet und das Magnetfeld innerhalb der Spule langsam reduziert. Die folgende Reduktion der Zeeman-Aufspaltung erlaubt es den magnetischen Momenten wieder höherenergetischere Zustände einzunehmen, wodurch die Entropie erneut zunimmt. Die hierfür nötige Energie wird dem System der Phononen entzogen, welches sich entsprechend abkühlt.

Bei einer vollständigen Entmagnetisierung der Spule, kann die FAA-Pille und damit auch die Experimentierplattform nach dem oben beschriebenen Prinzip auf bis zu 21 mK heruntergekühlt werden. Als Thermometer dient dabei ein kalibrierter RuO_2 -Widerstand, der für tiefe Temperaturen eine relative Empfindlichkeit von $d \log(R)/d \log(T) \simeq -1,5$ besitzt und über eine Widerstandsmessbrücke vom Typ AVS-47⁴ gemessen wird.

Da so keine kontinuierliche Kühlleistung erbracht wird, steigt die Temperatur der Experimentierplattform aufgrund parasitärer Wärmeeinflüsse langsam an. Um diesem Effekt entgegenzuwirken und die Temperatur auf einen konstanten Wert zu halten, kann der Entmagnetisierungsvorgang bereits bei einem endlichen Magnetfeld gestoppt werden. Im Gegenzug zu den nun etwas höheren Endtemperaturen erhält man auf diese Weise die Möglichkeit die äußeren Wärmeeinträge durch weiteres Entmagnetisieren zu kompensieren. Die Temperatursteuerung erfolgte dabei mit Hilfe eines analogen PID-Reglers. Insgesamt konnte mit dieser Technik im tiefen Temperaturbereich $T < 30$ mK eine Stabilität von etwa $\Delta T \simeq 5 \mu\text{K}$ erreicht werden.

5.2 dc-SQUID-Magnetometer

Kommt es im Kalorimeter zu einem Energieeintrag, so kann dieser über eine Änderung der Magnetisierung des Sensors und somit über eine magnetische Flussänderung bestimmt werden. Die derzeit genauesten Sensoren für den magnetischen Fluss stellen sogenannte SQUID-Magnetometer dar. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein zweistufiger dc-SQUID-Aufbau verwendet, dessen Funktionsweise und Eigenschaften im folgenden Abschnitt erläutert werden sollen.

⁴Hersteller: Pico Watt Electrinika, Finnland

5.2.1 Funktionsweise eines dc-SQUIDS

Die Funktionsweise eines SQUIDS beruht auf der Tatsache, dass sich der Zustand der Cooper-Paare nach der BCS-Theorie durch eine gemeinsame, makroskopische Wellenfunktion beschreiben lässt. Dies bewirkt einerseits eine Quantisierung des magnetischen Flusses innerhalb eines geschlossenen, supraleitenden Rings in Vielfache des magnetischen Flussquants $\Phi_0 = h/2e = 2,07 \cdot 10^{-15}$ Vs. Als eine weitere Folge kommt es zu den Josephson-Effekten, bei denen es den Cooper-Paaren möglich ist kohärent durch sogenannte Josephson-Kontakte, die meist aus einer sehr dünnen, nichtleitenden Metalloxid-Schicht bestehen, zu tunneln. Eine ausführliche Beschreibung dieser Effekte ist zum Beispiel in [Ens05] zu finden.

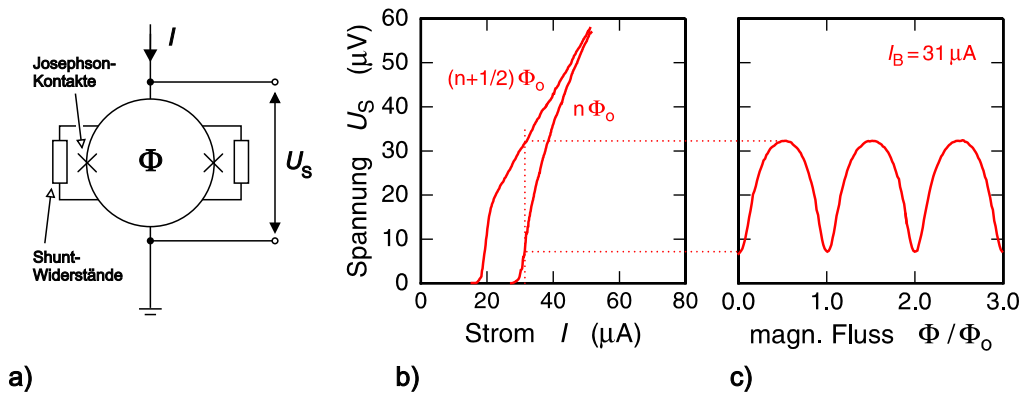


Abb. 5.2: a) Schematische Darstellung eines dc-SQUIDS. b) Beispiel einer Strom-Spannungs-Kennlinie für $\Phi = n\Phi_0$ und $\Phi = (n + 1/2)\Phi_0$. c) Spannungs-Fluss-Kennlinie für den in b) markierten Betriebsstrom von $I_b = 31 \mu\text{A}$.

Wie in Abbildung 5.2a) schematisch dargestellt, besteht ein dc-SQUID aus einer supraleitenden Schleife, die durch zwei Josephson-Kontakte unterbrochen ist. Durch diese „offenen“ Stellen kann der magnetische Fluss sowohl in die Schleife hineingelangen als auch wieder austreten. Desweiteren sind zwei Shunt-Widerstände parallel zu den Tunnelbarrieren angeordnet, um so ein hysteretisches Verhalten des SQUIDS zu unterdrücken [Cla04]. Wird nun ein Betriebsstrom I_b von außen durch die Schleife geschickt, so tunneln die Cooper-Paare bis zu einer kritischen Stromstärke I_c durch die Josephson-Kontakte, ohne dass eine Spannung über dem SQUID abfällt. Der Wert des kritischen Stroms ist dabei durch die Geometrie der Tunnelbarriere bestimmt und hängt zudem periodisch von dem magnetischen Fluss Φ durch die SQUID-Schleife ab.

In Abbildung 5.2b) ist die Strom-Spannungs-Kennlinie für die beiden möglichen Grenzfälle aufgetragen. Man erkennt, dass der kritische Strom I_c für $\Phi = (n + 1/2)\Phi_0$ minimal und für $\Phi = n\Phi_0$ maximal wird, wobei n eine ganze Zahl bezeichnet. Oberhalb von I_c springt die Spannung auf einen endlichen Wert U_s und zeigt bei weiterer Erhöhung der Stromstärke ein Ohm'sches Verhalten.

Betreibt man das dc-SQUID nun mit einem Betriebsstrom der knapp oberhalb der maximalen kritischen Stromstärke liegt ($I_b > I_c(n\Phi_0)$), so erhält man einen vom

magnetischen Fluss periodisch abhängigen Spannungsabfall (siehe Abbildung 5.2c), rechtes Teilbild). Das SQUID wird also als ein Fluss-Spannungs-Wandler genutzt.

5.2.2 Linearisierung des SQUID-Signals

Durch das periodische Verhalten der abfallenden Spannung ist der nutzbare Arbeitsbereich, d.h. derjenige Bereich, in dem die Fluss-Spannungs-Kennlinie linear oder zumindest monoton ansteigt, auf ein Intervall $\delta\Phi \simeq \pm\Phi_0/4$ eingegrenzt und verhältnismäßig klein. Mit Hilfe der in Abbildung 5.3 gezeigten zusätzlichen **Flux-Locked-Loop-Schaltung** kann jedoch die Kennlinie über einen größeren Bereich linearisiert werden [Dru04].

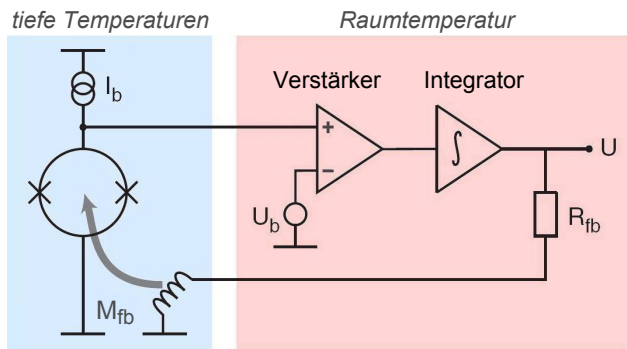


Abb. 5.3: Schematische Darstellung der FLL-Schaltung.

Die Grundidee einer solchen Rückkoppelelektronik basiert darauf, den Fluss im SQUID auf einen festen Wert bzw. Arbeitspunkt zu halten, an dem die Spannungs-Fluss-Abhängigkeit günstigerweise besonders groß ist. Hierfür wird die aus dem dc-SQUID kommende Spannung bei Zimmertemperatur zunächst verstärkt und anschließend in einem Spannungsintegrator aufintegriert. Die Referenzspannung U_b des Verstärkers wird dabei so gewählt, dass sie dem Spannungsabfall über dem SQUID am Arbeitspunkt entspricht. Über einen Widerstand R_{fb} gelangt die Ausgangsspannung U des Integrators als Strom in die Rückkoppelspule, wo sie den Rückkoppelfluss $\Phi_{fb} = M_{fb}U/R_{fb}$ erzeugt. Dieser Rückkoppelfluss sorgt nun dafür, dass jede Flussänderung $\Delta\Phi$, die von außen in die Schleife gelangt, kompensiert wird und hält das SQUID somit am gewünschten Arbeitspunkt.

5.2.3 Magnetisches Flussrauschen eines dc-SQUIDs

Wie bereits oben erwähnt, werden bei einem SQUID Shunt-Widerstände R parallel zu den Josephson-Kontakten eingesetzt. Diese vermeiden zwar ein hysteretisches Verhalten des SQUIDs, verursachen aber gleichzeitig auch ein elektrisches Stromrauschen, welches über die Eigeninduktivität L_S vom SQUID in einen zusätzlichen weißen Rauschbeitrag übersetzt wird. Um diesen Effekt zu untersuchen wurden in [Tes77] numerische Berechnungen durchgeführt und für das intrinsische magnetische Flussrauschen eines optimierten SQUIDs der Zusammenhang

$$\sqrt{S_{\Phi, \text{SQ}}} = \frac{\partial\Phi}{\partial U} \sqrt{S_{U, \text{SQ}}} \simeq L_S \sqrt{16k_B T/R} \quad (5.1)$$

gefunden, wobei $\partial\Phi/\partial U$ die Steigung der Kennlinie am Arbeitspunkt bezeichnet. Für ein SQUID mit den typischen Werten von $L_S \simeq 100$ nH für die Eigeninduktivität und $R \simeq 5 \Omega$ für die Shunt-Widerstände ergibt sich somit bei der Temperatur $T = 4,2$ K der Rauschbeitrag zu $\sqrt{S_\Phi} = 0,7 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$.

Bedingt durch die \sqrt{T} -Abhängigkeit der Gleichung 5.1 müsste es also möglich sein, das intrinsische Flussrauschen des Magnetometers mit abnehmender Temperatur beliebig zu verringern. Tatsächlich jedoch ist das intrinsische Flussrauschen auf fundamentale Weise limitiert und besitzt aufgrund der Unschärferelation einen minimalen endlichen Wert. In diesem sogenannten Quantenlimit verhält sich das SQUID-Rauschen dann temperaturunabhängig und ist nur noch von der Eigeninduktivität $\sqrt{S_{\Phi,\text{SQ}}} \propto \sqrt{L_S}$ abhängig.

Neben diesem weißen Rauschen weisen SQUIDs aber noch einen weiteren, $1/f$ -abhängigen Rauschanteil auf, der sich vermutlich auf thermisch fluktuierende Defekte im SQUID-Material zurückführen lässt [Cla04]. Grund hierfür sind einerseits thermische Bewegungen der gefangenen magnetischen Flussschläuche im Inneren der SQUID-Schleife. Andererseits kann es zu Fluktuationen des kritischen Stroms kommen, indem die Elektronen innerhalb der Josephson-Kontakte an Defekten kurzzeitig festgesetzt werden.

Betrachtet man die im vorherigen Abschnitt vorgestellte Ausleseelektronik, so ergibt sich noch ein dritter, nicht intrinsischer Beitrag zum scheinbaren Flussrauschen des SQUID-Magnetometers, der von dem bei Zimmertemperatur betriebenen Spannungsverstärker verursacht wird. Wie bereits in den Kapiteln 4.4 und 4.5 erläutert, werden magnetische Kalorimeter in einem Modus betrieben bei dem sich der paramagnetische Sensor innerhalb eines Magnetfeldes befindet. Dies ist aber gleichzeitig mit einer Reduktion des kritischen Stroms I_c , der ebenfalls von der Größe des Magnetfeldes abhängt, und damit auch mit einer Reduktion des Spannungshubs der Spannungs-Fluss-Kennlinie des SQUIDs verbunden. Daher wird mit einem steigendem Magnetfeld der Beitrag des Spannungsrauschens des Verstärkers der oben beschriebenen Elektronik zum scheinbaren Flussrauschen des SQUIDs zunehmen. Die in dieser Arbeit verwendete FLL-Schaltung⁵ wurde an der PTB in Berlin entwickelt und besitzt in einem Frequenzbereich von 100 Hz bis 10 MHz ein Ausgangsspannungsrauschen von $\sqrt{S_U} = 0,33$ nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$. Somit stellt sich das Problem, dass dieses Spannungsrauschen typischerweise einen zusätzlichen Beitrag zum weißen Flussrauschen von $\sqrt{S_\Phi} = 1,7 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ liefert, der in einer Größenordnung liegt, die die intrinsischen Rauschbeiträge bei weitem übertrifft und bereits das eigentliche SQUID-Signal überlagert.

Durch eine zusätzliche Verstärkung des SQUID-Signals bei *tiefen* Temperaturen kann das Verhältnis von SQUID-zu-Verstärkerrauschen jedoch deutlich verbessert und der Einfluss des Spannungsrauschens auf diese Weise irrelevant gemacht werden.

Im nächsten Abschnitt soll ein entsprechender zweistufiger Aufbau vorgestellt werden, bei dem ein weiteres SQUID oder SQUID-Array als Tieftemperatur-Verstärker fungiert. Dabei bietet ein Array aus N hintereinander geschalteten SQUIDs den

⁵Elektronik XXF-1, Hersteller: Magnicon GbR

Vorteil, dass die Signalgröße linear mit N anwächst, während das Rauschen der einzelnen SQUIDs sich inkohärent addiert und nur proportional zu \sqrt{N} zunimmt.

5.2.4 Zweistufiger SQUID-Aufbau

In Abbildung 5.4 ist der Aufbau eines zweistufigen SQUID-Magnetometers skizziert, das mit den konstanten Strömen I_{b1} und I_{b2} betrieben wird. Durch die Induktivität L_i der Einkoppelpule wird im primären SQUID (links), das im Folgenden als Detektor-SQUID bezeichnet werden soll, eine Änderung des magnetischen Flusses $\Delta\Phi_1$ verursacht. Die somit, entsprechend der Spannungs-Fluss-Kennlinie, abfallende Spannungsänderung ΔU erzeugt im parallelen Stromkreis eine Stromänderung $\Delta I_1 = \Delta U_1/R_g$. Diese wird dann über die Gegeninduktivität M_{i2} als ein magnetischer Fluss $\Delta\Phi_2 = M_{i2}\Delta I_1$ im sekundären SQUID-Array, das als Verstärker-SQUID eingesetzt wird, eingekoppelt. Man erhält demzufolge eine Fluss-zu-Fluss-Verstärkung am Arbeitspunkt, die definiert ist durch:

$$G_\Phi = \frac{\Delta\Phi_2}{\Delta\Phi_1} = M_{i2} \left(\frac{\Delta I_1}{\Delta\Phi_1} \right)_{R_g, I_{b1}}. \quad (5.2)$$

Hierbei muss bei der Wahl von R_g beachtet werden, dass der Hub des magnetischen Flusses Φ_2 des sekundären SQUIDs kleiner bleibt als ein Flussquant Φ_0 . Nach [Fle03] kann auf diese Weise ein eindeutig definierter Arbeitspunkt gewährleistet werden.

Als Eingangssignal der Rückkoppelelektronik dient bei einer zweistufigen Anordnung der Spannungsabfall über dem Verstärker-SQUID. Dieser wird dann, wie in Abschnitt 5.2.2 beschrieben, zur Linearisierung des Signals bei Raumtemperatur verstärkt und integriert. Die Rückkopplung erfolgt anschließend in das Detektor-SQUID, das so an einem festen Arbeitspunkt gehalten wird.

Das Gesamtrauschen eines solchen zweistufigen Aufbaus setzt sich aus den Beiträgen der einzelnen Komponenten zusammen. Diese sind durch das intrinsische Rauschen des Detektor-SQUIDs $\sqrt{S_{\Phi_1}}$, das intrinsische Rauschen des Verstärker-SQUIDs $\sqrt{S_{\Phi_2}}$, das Stromrauschen des Widerstandes R_g und durch das Rauschen

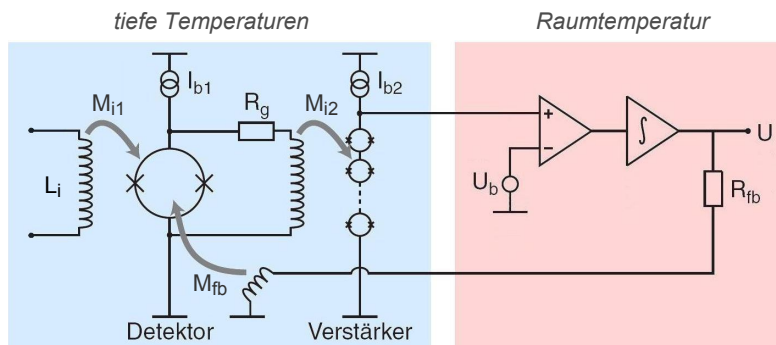


Abb. 5.4: Schematische Darstellung eines zweistufigen SQUID-Aufbaus aus einem Detektor-SQUID und einem SQUID-Array als Tieftemperatur-Vertärker.

$\sqrt{S_U}$ des Verstärkers bei Zimmertemperatur gegeben. Insgesamt erhält man für das magnetische Flussrauschen eines zweistufigen SQUID-Magnetometers die Summe:

$$\sqrt{S_{\Phi, SQ}} = \left(S_{\Phi_1} + \frac{S_{\Phi_2}}{G_{\Phi}^2} + \frac{4k_B T}{R_g} \left(\frac{M_i}{G_{\Phi}} \right)^2 + \frac{S_U}{(\Delta U_2 / \Delta \Phi_2)^2 G_{\Phi}^2} \right)^{1/2}. \quad (5.3)$$

5.2.5 Eigenschaften des verwendeten SQUIDs

Für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurde ein SQUID-Chip vom Typ C4X114W verwendet, der an der PTB in Berlin entwickelt und hergestellt wurde. Auf dem Chip befinden sich die Einkoppelspule zum Detektor-SQUID, das Detektor-SQUID selbst und das Verstärker-SQUID, das aus einem Array von 16 in Serie geschalteten SQUIDs aufgebaut ist. Die Eingangskopplung des SQUIDs beträgt $1/M_i = 5,4 \mu\text{A}/\Phi_0$ und die Kopplung der Rückkoppelspule zum Detektor-SQUID ist für den zweistufigen Aufbau durch $1/M_{fb} = 42,4 \mu\text{A}/\Phi_0$ gegeben.

Weiterhin zeigte der SQUID-Aufbau insgesamt ein magnetisches Flussrauschen, das sich aus einem weißen Anteil von $\sqrt{S_{\Phi, SQ, w}} \approx 0,35 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ und einem $1/f$ -abhängigen Anteil von $\sqrt{S_{\Phi, SQ, 1/f}|_{1\text{Hz}}} \approx 10 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz zusammensetzt.

Es sei hier noch erwähnt, dass die in Kapitel 4.1 beschriebenen Optimierungsrechnungen auf der Grundlage der Induktivitäten und der Rauschbeiträge des hier genannten SQUIDs C4X114W durchgeführt wurden.

5.3 Diffusionsschweißen

Der Detektor-Chip beherbergt den paramagnetischen Au:Er-Sensor, dessen Magnetisierungsänderung mit Hilfe des SQUID-Magnetometers gemessen wird, und wurde bereits im vorherigen Kapitel 4 vorgestellt. Optimierungsrechnungen zum Detektordesign ergaben dort $w = 3 \mu\text{m}$ für die Breite der Mäanderstreifen, $p = 6 \mu\text{m}$ für den Mitte-zu-Mitte Abstand und $h = 1,5 \mu\text{m}$ für die Höhe des Sensors. Aus der daraus resultierenden Magnetfeldverteilung $B(\mathbf{r})$ kann man erkennen, dass die Feldstärke sehr stark mit der Höhe abnimmt (siehe Abschnitt 4.5). Um sicher zu stellen, dass sich der Sensor dennoch in einem ausreichend starken Magnetfeld befindet, musste dieser direkt auf die Niobbahnen der Detektionsspule und der darüberliegenden isolierenden SiO_2 strukturiert werden.

Gleichzeitig soll zudem eine elektronische Kopplung zwischen dem Absorber und dem Sensor bestehen, die eine schnelle Thermalisierung erlaubt. Dies ermöglicht besonders kurze Anstiegszeiten des Detektorsignals und eine bessere Diskriminierung der unerwünschten „Pile-Up“-Effekte. Zur Realisierung einer solchen elektronischen Verbindung wurde im Rahmen dieser Arbeit die Oberseite des Sensors mit der Unterseite des Absorbers diffusionsverschweißt⁶. In diesem Prozess werden die beiden

⁶Es besteht natürlich die Alternative, den Absorber auf den Sensor aufzukleben. Jedoch ist die thermische Kopplung in diesem Fall weitaus schlechter, da der Wärmetransport dann nur noch über die Phononen des Klebers stattfindet.

möglichst glatten Oberflächen unter Druck und erhöhter Temperatur zusammengeführt. Aufgrund der thermischen Bewegung der Atome über die Verbingungsfläche hinweg wird dann ein stabiler Kontakt hergestellt.

5.3.1 Diffusion in einem Festkörper

Unter der Diffusion in einem Festkörper versteht man die Bewegung von Atomen oder Molekülen, die auf eine thermische Anregung zurückzuführen ist. Dabei führt ein Konzentrationsgradient $\partial c/\partial x$ in einem System von Atomen oder Molekülen zu einem Teilchenstrom mit der Bestrebung eben diesen Konzentrationsunterschied auszugleichen. Der entstehende Diffusionsstrom J in x -Richtung, also die Anzahl der Teilchen, die pro Zeiteinheit durch eine Einheitsfläche senkrecht zu \boldsymbol{x} fließen, wird im einfachstem Fall ohne äußere Krafteinwirkung durch das sogenannte 1-te Fick'sche Gesetz beschrieben:

$$J = -D \left(\frac{\partial c}{\partial x} \right). \quad (5.4)$$

Der Diffusionskoeffizient D besitzt die Einheit $[\text{cm}^2/\text{s}]$ und beschreibt, wieviele Teilchen pro Zeiteinheit die Fläche passieren.

Werden nun zwei massive Proben (A und B) aus verschiedenen Materialien zusammengebracht, so diffundieren die Atome in beide Richtungen durch die Grenzfläche und verändern die Zusammensetzung der jeweils anderen Komponente. Es entstehen zwei Legierungen mit unterschiedlichen Konzentrationen und unterschiedlichen freiwerdenden Mischungsenergien, wobei der verursachte Energiegradient eine zusätzliche Driftgeschwindigkeit $\langle v \rangle_d$ der Atome zur Folge hat.

Weiterhin unterscheiden sich in der Regel auch die Werte der partiellen Diffusionskoeffizienten $D_{A,B}$ für die beiden Bestandteile. Durch den aus dieser Differenz resultierenden Nettodiffusionsstrom wandert die Grenzfläche zwischen den Proben in einem äußeren Bezugssystem mit der Geschwindigkeit v_g in Richtung der schneller diffundierenden Komponente [But74]:

$$J = -D^* \left(\frac{\partial c}{\partial x} \right) + \langle v \rangle_d c + v_g c. \quad (5.5)$$

Hierbei ist der sogenannte Interdiffusionskoeffizient D^* über den Stoffmengenanteil $x_{A,B}$ durch die 2-ten Darken'sche Gleichung definiert:

$$D^* = D_A x_B + D_B x_A \quad (5.6)$$

und entsprechend abhängig von der Konzentrationszusammensetzung der Legierungen.

Da die Diffusion ein thermisch aktivierter Prozess ist, weist der Interdiffusionskoeffizient zusätzlich auch eine Abhängigkeit von der Temperatur T auf. Gemäß der Arrhenius-Gleichung findet man den exponentiellen Zusammenhang:

$$D^* = D_0 \exp(-Q/RT) \quad (5.7)$$

mit der universellen Gaskonstanten $R = 8,31 \text{ J/mol K}$ und den Größen D_0 für die Diffusionskonstante bzw. Q für die Aktivierungsenergie, die beide materialspezifisch sind. Man erhält also einen geraden Kurvenverlauf, wenn der Interdiffusionskoeffizient D^* logarithmisch als Funktion der inversen Temperatur $1/T$ aufgetragen wird.

5.3.2 Diffusion im System Cu-Au

In der Vergangenheit wurden die diffusiven Eigenschaften der unterschiedlichsten Legierungen gemessen. An dieser Stelle sollen aber nur einige Ergebnisse des, wie sich im nächsten Abschnitt noch zeigen wird, für uns interessanten Systems aus Gold und Kupfer zusammengefasst werden.

In [Bor63] wurden durch Borovskii *et al.* Studien an massiven polykristallinen Proben aus reinem Kupfer und Gold bei den Temperaturen zwischen 370 und 780 °C durchgeführt. Khobaib und Gupta betrachteten hingegen eine Legierung aus 50% Au und 50% Cu mit einer aufgalvanisierten Kupferschicht und ließen diese bei Temperaturen von 300 bis 700 °C ineinander diffundieren [Kho70]. In einem ähnlichen Versuch, der sich ebenfalls mit elektroplattierten Strukturen befasste, galvanisierten Pinnel und Bennett eine etwa 100 μm dicke Goldlage auf einen massiven polykristallinen Kupferblock. Der Diffusionsprozess wurde anschließend für Temperaturen unterhalb von 750 °C beobachtet [Pin72]. Die letzte Messung, die hier noch erwähnt werden soll, stammt von Pines *et al.* und untersucht eine dünne Bimetallschicht aus reinem Gold und Kupfer in einem Temperaturbereich von 150-300 °C im Abstand von 50 °C [Pin68]. Die Berechnungen der konzentrationsabhängigen Interdiffusionskoeffizienten basierten auf der sogenannten Matano-Analyse [Mat33]. Da hierzu das Konzentrationsprofil in x -Richtung bekannt sein muss, wurden die Proben nach der Diffusionsphase mit Hilfe einer Elektronenmikrosonde⁷ oder des Prinzips der Elektronenbeugung auf den Konzentrationsgehalt in Abhängigkeit von x untersucht.

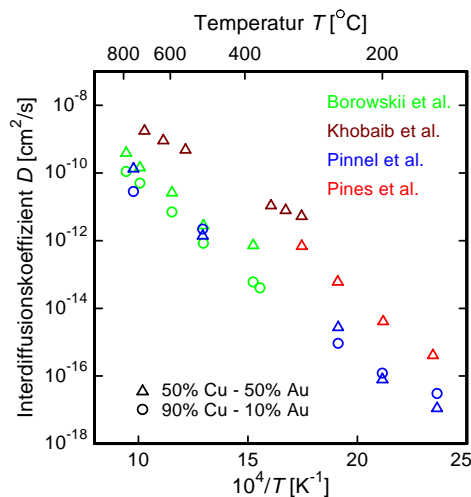


Abb. 5.5: Interdiffusionskoeffizient D^* in Abhängigkeit von der inversen Temperatur $1/T$ für die vier verschiedenen Experimente. Die dreieckigen und die kreisförmigen Symbole geben jeweils die Messdaten für eine Legierung aus 50% Cu - 50% Au bzw. 90% Cu - 10% Au an [Bor63] [Kho70] [Pin72] [Pin68].

⁷Die Elektronenmikrosonde ist ein spezielles Rasterelektronenmikroskop, das darauf optimiert ist, chemische Analysen an Oberflächen im μm -Bereich durchzuführen. Hierzu werden das wellenlängendispersive oder das energiedispersive Röntgenanalyse-Verfahren angewendet.

Abbildung 5.5 zeigt die gemessenen Interdiffusionskoeffizienten D^* der obigen Experimente in logarithmischer Skala als Funktion der inversen Temperatur. Zur besseren Übersicht sind dabei nur die Messpunkte für eine Legierung von 50% Gold und 50% Kupfer und, falls Daten für weitere Konzentrationszusammensetzungen existieren, von 10% Gold und 90% Kupfer wiedergegeben⁸. Insgesamt wurden in den vier Messungen für die Diffusionskonstante D_0 Werte zwischen $8 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$ und $4 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ ermittelt. Die Aktivierungsenergie Q lag jeweils im Bereich von -26 kcal/mol bis -10 kcal/mol.

5.3.3 Experimentelle Realisierung für ein magnetisches Kalorimeter

Für die experimentelle Realisierung einer Diffusionsverbindung zwischen dem Absorber und dem Sensor eines metallisch magnetischen Kalorimeters ist es von entscheidender Bedeutung, die Temperatureinwirkung zur thermischen Aktivierung des Diffusionsprozesses so klein und so kurz wie möglich zu wählen. Frühere Versuche hierzu haben gezeigt, dass sich die Eigenschaften des paramagnetischen Au:Er-Sensors bei einer dauerhaften Aufwärmung auf über $350 \text{ }^\circ\text{C}$ stark verändern. Vor allem die resultierende Abhängigkeit der Magnetisierung von der Temperatur war für die experimentellen Anforderungen nicht mehr geeignet.

Um also eine Diffusion auch in einem relativ niedrigen Temperaturbereich zu gewährleisten, wurde im Rahmen dieser Arbeit an der $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ großen Unterseite des Absorbers eine 500 nm dicke Kupferlage aufgetragen. Dabei zeichnet sich Kupfer insofern als ein besonders geeignetes Material aus, als dass es schon bei verhältnismäßig tiefen Temperaturen (sogar schon bei Raumtemperatur) ein verhältnismäßig starkes diffusives Verhalten aufweist. Mit einer weiteren, wenige nm dünnen Goldschicht soll die Oxidation der Kupferoberfläche verhindert werden.

Neben der Temperatur T und der Zeit t stellt der Druck p , mit dem der Absorber und der Sensor aneinander gepresst werden, einen dritten wichtigen Parameter für das Gelingen des Diffusionsschweiß-Vorganges dar. Hierbei kann durch das Ausüben eines genügend großen Drucks ein guter Kontakt zwischen den zu verbindenden Materialien erreicht werden, der das Diffundieren der Atome über die Grenzfläche hinweg begünstigt. Zur Maximierung dieses Effektes wurden fünf $7 \mu\text{m}$ hohe Säulen aus Gold mit einem Durchmesser von $30 \mu\text{m}$ auf den $245 \mu\text{m} \times 245 \mu\text{m}$ großen Sensor strukturiert. Auf diese Weise konnte die Kraft pro Fläche um fast zwei Größenordnungen gesteigert werden.

Für die Herstellung der Diffusionsschweiß-Verbindung wurde speziell für ein magnetisches Kalorimeter die in Abbildung 5.6 schematisch dargestellte Apparatur entwickelt. Der Aufbau ist aus unmagnetischem Edelstahl gefertigt und hat insgesamt die Maße 5 cm (Länge) \times 5 cm (Breite) \times $2,8 \text{ cm}$ (Höhe). Die massive Unterlage besitzt einen stufenförmigen Versatz von etwa $500 \mu\text{m}$ Höhe an dem der Detektor-Chip mit Hilfe eines Edelstahl-Halters eingespannt werden kann. Zur Befestigung dienen hier jeweils kleine Klemmen aus Bronze. Anschließend wird der Absorber

⁸Für die meisten Versuchsreihen stellten diese beiden Legierungsmischungen zwei markante Werte dar, zwischen denen die Interdiffusionskoeffizienten der anderen Zusammensetzungen liegen.

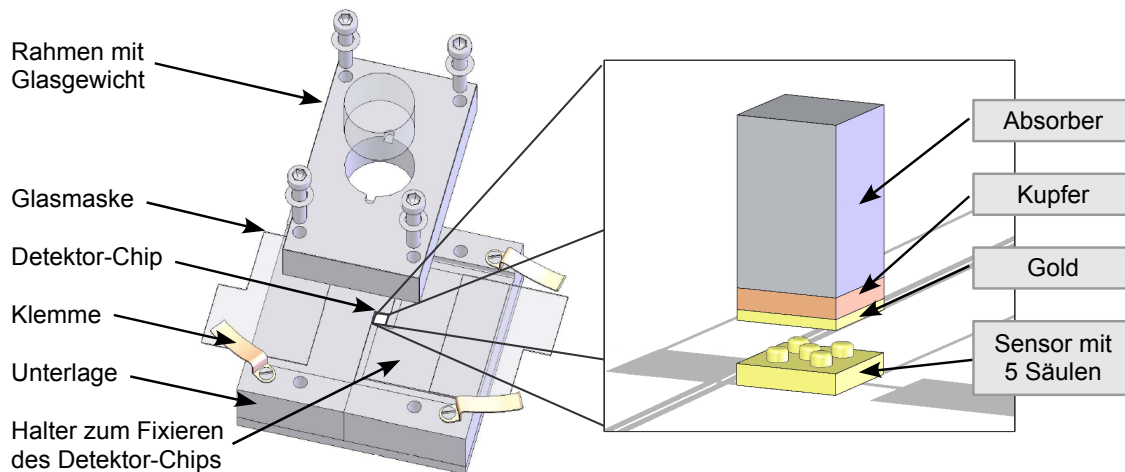


Abb. 5.6: Links: schematische Darstellung der zum Diffusionsschweißen verwendeten Apparatur. Rechts: Vergrößerung des Au:Er-Sensors und des Absorbers die miteinander verschweißt werden sollen.

manuell mit einer Pinzette sorgfältig mittig auf den Sensor positioniert und darauf geachtet, dass die Strukturen auf dem Chip dabei nicht beschädigt werden. Über zwei dünne Glasmasken, die kleine einpolierte Einkerbungen aufweisen, ist es möglich den Absorber noch zusätzlich zu fixieren. Um einen guten Kontakt zwischen den beiden Teilstücken (Sensor und Absorber) zu erzielen, wird ein stabiler Rahmen oberhalb des Chips montiert, in dessen Mitte passgenau ein Loch für einen ca. 1 cm hohen Glaszylinder mit einem Durchmesser von 1,5 cm eingearbeitet wurde. Dieser Glaszylinder kann frei beweglich durch die Öffnung hinabgleiten und übt somit kontinuierlich eine genau senkrechte Kraft nach unten aus. Somit sind die Absorber- und Sensorfläche mit den fünf Säulen immer exakt parallel zueinander orientiert, während sie zusammengedrückt werden. Über eine regulierbare Heizplatte, auf die der recht handliche Gesamtaufbau plaziert wird, kann dann der Temperaturwert, bei dem der Diffusions-Prozess abläuft, festgelegt werden.

5.3.4 Experimentelle Ergebnisse

Zu Beginn bestand das Ziel der ersten Messreihen vor allem darin, die optimalen Werte für den Druck p , die Temperatur T und die Zeit t zu ermitteln. Als Absorbiermaterial diente für die Testmessungen ein Silizium-Wafer mit einer Dicke von $430\ \mu\text{m}$ aus dem jeweils ca. $250\ \mu\text{m} \times 250\ \mu\text{m}$ große Stücke ausgesägt⁹ wurden. Auf die Unterseiten der Siliziumquader waren dann, wie weiter oben bereits beschrieben, die beiden Lagen aus Kupfer und Gold aufgebracht. Weiterhin wurde vor jeder Messung die Sensor- und Kupferoberfläche gründlich gereinigt¹⁰. In mehr als 100 Versuchen konnte ein ausgewogener Kompromiss aus einer recht guten Erfolgsquote beim Zusammenschweißen des Sensors mit dem Absorber und einer unteren Grenze

⁹Säge vom Typ DAD-2H/6, Hersteller: Disco Abrasive Systems, Ltd., Japan

¹⁰Die Reinigung erfolgte durch mehrstufige Ultraschallbäder in DMF und Isopropanol.

Parameter	Werte
Temperatur T (der Heizplatte)	245 °C
Zeit t	30 min
Druck p	1,3 GPa

Tab. 5.1: Zusammenfassung der optimalen Werte der für die Diffusion wichtigen Parameter, wie sie in dieser Arbeit ermittelt wurden.

für die Temperatur und die Zeit gefunden werden. Die entsprechenden Werte sind in der Tabelle 5.1 zusammengefasst. Der Druck war dabei praktisch beliebig hoch wählbar, da zum einen der Detektor-Chip auf einem sehr stabilen Saphir-Substrat strukturiert wurde und zum anderen die isolierende SiO_2 -Schicht einen guten Schutz für die mäanderförmige Detektionsspule aus Niob bietet.

Die hier experimentell bestimmten Werte sind im Vergleich mit den in Abschnitt 5.3.2 vorgestellten Daten früherer Experimente konsistent. Betrachtet man die dort gegebene Abbildung 5.5 bei einer Temperatur von 245 °C, so liegen die Interdiffusionskoeffizienten der vier verschiedenen Messreihen in etwa in einem Bereich von $10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}$ bis $10^{-13} \text{ cm}^2/\text{s}$. Gemäß dem Zusammenhang $x = \sqrt{D^*t}$ berechnet sich die Eindringtiefe nach 30 min entsprechend zu $x = 13\text{-}130 \text{ nm}$.

Auf der Grundlage dieser optimierten Werte, wurde im Anschluss versucht den Sensor mit einem $(250 \times 250 \times 500) \mu\text{m}^3$ großen Absorber aus einkristallinem Rhenium zu verschweißen. Hierbei ergab sich allerdings die Schwierigkeit, dass sich die Kanten des Rheniumwürfels beim Zurechtschneiden¹¹ stark deformierten und die Unterseite somit nicht mehr ebenmäßig flach bzw. plan war. Es konnte also kein guter Kontakt mehr zwischen der aufgesputterten Kupferschicht auf dem Rheniumabsorber und den Säulen des Sensors erzielt werden, was das Verschweißen unmöglich machte.

Da keine baldige Behebung des Problems in Sicht war, wurde alternativ auf eine etwa $20 \mu\text{m}$ dünne Folie mit der Fläche $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ aus polykristallinem Rhenium zurückgegriffen. Diese hat zwar den Nachteil einer kleineren Wärmekapazität bzw. Aktivität, die nicht mehr auf die Optimierung des Detektor-Chips abgestimmt

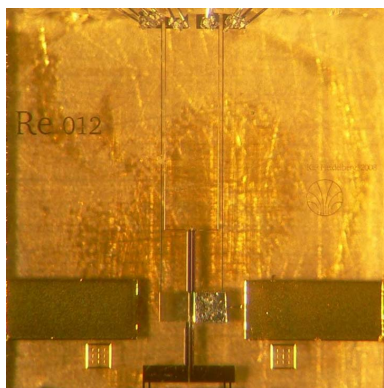


Abb. 5.7: Foto des Detektor-Chips Re012 mit einer auf den Sensor (linke mäanderförmige Detektionsspule) aufgeschweißten Rheniumfolie. Ebenfalls zu sehen sind die Enden der Aluminiumdrähte, die die oberen Bondpads für die Feld- und Heizerleitungen mit einer Kupferplatine (außerhalb des Bildes) verbinden.

¹¹Säge vom Typ Ws 22, Hersteller: I-B-S Vertigungs- und Vertriebs-GmbH

ist, bietet aber auf der anderen Seite aufgrund der geringen Höhe und der damit verbundenen schnellen Thermalisierung die Möglichkeit verhältnismäßig kurze Anstiegszeiten zu erreichen. Abbildung 5.7 zeigt ein Foto des Detektor-Chips Re012, dessen Sensor erfolgreich mit einer Rheniumfolie verschweißt und im Rahmen dieser Arbeit gemessen wurde.

5.4 Experimenteller Aufbau

Im Kapitel 3 wurden sowohl die thermodynamischen Eigenschaften des Sensors, als auch die theoretischen Grundlagen der mäanderförmigen Detektionsspule eines metallisch magnetischen Kalorimeters hergeleitet. Anschließend folgte eine Beschreibung des im Rahmen dieser Arbeit gemessenen Detektor-Chips. In den vorherigen Abschnitten wurden dann noch weitere, wichtige experimentelle Methoden zur Erzeugung tiefer Temperaturen, zum Messen der magnetischen Flussänderungen oder aber zum Aufbringen des Absorbers auf den Sensor diskutiert. Die nächsten Abschnitte sollen nun den verwendeten experimentellen Aufbau beschreiben, in dem die einzelnen Komponenten des Detektors zusammengeführt werden.

5.4.1 Detektoraufbau

Den Mittelpunkt des gesamten Aufbaus stellt der Detektor-Chip mit der aufgeschweißten Rheniumfolie dar. Dieser wurde zuerst optisch und dann durch Messungen bei 4,2K auf Fehler getestet. Hierbei wurden vor allem der maximal mögliche kritische Strom I_c bestimmt, der durch die mäanderförmigen Detektionsspulen aus supraleitendem Niob fließen kann und die Funktionstüchtigkeit des Heizers untersucht.

In Abbildung 5.8 ist eine schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus des Detektors gegeben. Gemeinsam mit zwei Leiterplatinen und dem SQUID-Chip wurde der Detektor-Chip auf einen 13 mm breiten und 48 mm langen Halter aus Messing fixiert. Zur Befestigung wurden die beiden Chips mit Hilfe eines tieftemperaturtauglichen Spulenlacks (GE 7031 Varnish) und die Platinen mit einem Epoxidharz (Stycast 2850FT) aufgeklebt. Der Messinghalter dient somit sowohl als Unterlage als auch als Wärmebad für die verschiedenen Komponenten und wird dann später direkt an der Experimentierplattform des Kryostaten befestigt. Grundlage für die Wahl des Haltermaterials ist hierbei vor allem ein Kompromiss aus einer ausreichend großen thermischen Leitfähigkeit κ und einer vergleichsweise kleinen elektrischen Leitfähigkeit σ , die für Messing $\sigma = 1,43 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ beträgt [Wea82]. Nach der in Abschnitt 3.5.2 diskutierten Gleichung 3.42 kann somit das magnetische Johnsonrauschen der Leitungselektronen deutlich reduziert werden, da gilt: $\sqrt{S_{\Phi,J}} \propto \sqrt{\sigma}$.

Die für den Betrieb des Feldstroms und des Heizers benötigten Zuleitungen aus vier supraleitenden NbTi/CuNi-Drähten¹² wurden entlang einer Nut auf der Unterseite des Messinghalters über eine Öffnung nach oben zum Experiment geführt und

¹²Die CuNi-Matrix, in der die supraleitenden NbTi-Filamente eingebettet sind, ermöglichen es Lötverbindungen zum Draht herzustellen.

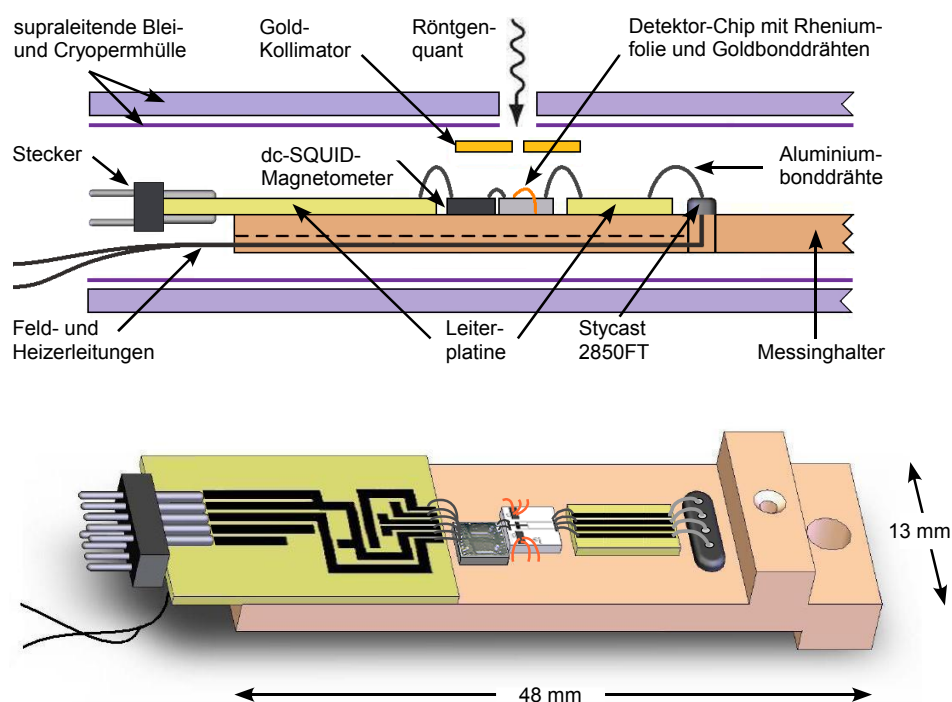


Abb. 5.8: Oben: Schematischer Schnitt durch den verwendeten Detektoraufbau. Unten: Schematische Aufsicht auf den Detektoraufbau ohne die schützenden Blei- und Cryoperm-Ummantelungen und den Goldkollimator.

ebenfalls mit Stycast 2850FT eingeklebt. Mit der ersten der beiden Leiterplatten aus Kupferleitungen soll die räumliche Trennung zwischen den Stirnseiten der vier NbTi/CuNi-Drähte und dem Detektor-Chip überbrückt werden. Die zweite, doppel-seitige Kupferplatte verbindet das SQUID-Magnetometer mit einem Stecker, über den dann die Leitungen in den Kryostaten gelangen.

Die Kontaktierung zwischen den verschiedenen Komponenten erfolgte über Aluminiumdrähte mit einem Durchmesser von $25\ \mu\text{m}$, wobei sich die Enden der Drähte durch Ultraschallpulse mit den jeweiligen Kontaktflächen verschweißen bzw. „bonds“ lassen. Bei der Anordnung des Aufbaus wurde zuvor darauf geachtet, dass die Al-Bonddrähte, die zwischen dem Detektor-Chip und dem SQUID verlaufen, möglichst kurz gehalten werden können. Dies ermöglicht es die Induktivität L_w der Verbindungsleitungen zu minimieren, die sich, wie bereits in Kapitel 3.4.3 besprochen, negativ auf den Kopplungsfaktor $\delta\Phi_S/\delta\Phi$ und damit auch auf die Größe des Detektorsignals im SQUID auswirkt. Um eine bessere thermische Ankopplung des Detektor-Chips zu gewährleisten, wurden zusätzlich noch mehrere Goldbonds vom Wärmebad des Chips auf den Messinghalter gesetzt. Da Gold ein Normalleiter ist und entsprechend bei tiefen Temperaturen nicht supraleitend wird, kann der Au:Er-Sensor so nicht nur phononisch durch das Saphir-Substrat des Chips, sondern auch elektronisch durch die Au-Drähte die Wärme abgeben.

Zum Schutz vor äußeren elektromagnetischen Feldern, die den Einsatz des dc-SQUIDS als empfindliches Magnetometer unmöglich machen würden, ist der gesamte

experimentelle Aufbau von einer supraleitenden dünnen Bleihülle und einer zusätzlichen speziell getemperten Cryoperm¹³-Ummantelung umgeben¹⁴. Damit die Röntgenquanten der ⁵⁵Fe-Quelle, die noch in Abschnitt 5.4.3 beschrieben wird, den Detektor erreichen können, befindet sich in beiden Hüllen direkt oberhalb des Sensors mit der aufgetragenen Rheniumfolie eine kleine Öffnung. Um sicher zu stellen, dass die emittierten Röntgenquanten wirklich von der Folie und nicht vom umliegenden Substrat der Chips absorbiert werden, wurde zusätzlich ein Kollimator aus einer dünnen Goldfolie mit einem ca. 100 μm breitem Loch mittig über dem Absorber positioniert.

5.4.2 Leitungsführung im Kryostaten

Um den Detektoraufbau mit einem zweistufigen SQUID-Magnetometer betreiben zu können, werden insgesamt 13 Leitungen benötigt. In Abbildung 5.9 ist eine schematische Darstellung der Leitungsführung zu sehen, in der die teilweise miteinander verdrehten Drähte von außen bei Raumtemperatur bis auf die Experimentierplattform des Kryostaten bzw. den Experimenthalter bei tiefen Temperaturen verlaufen.

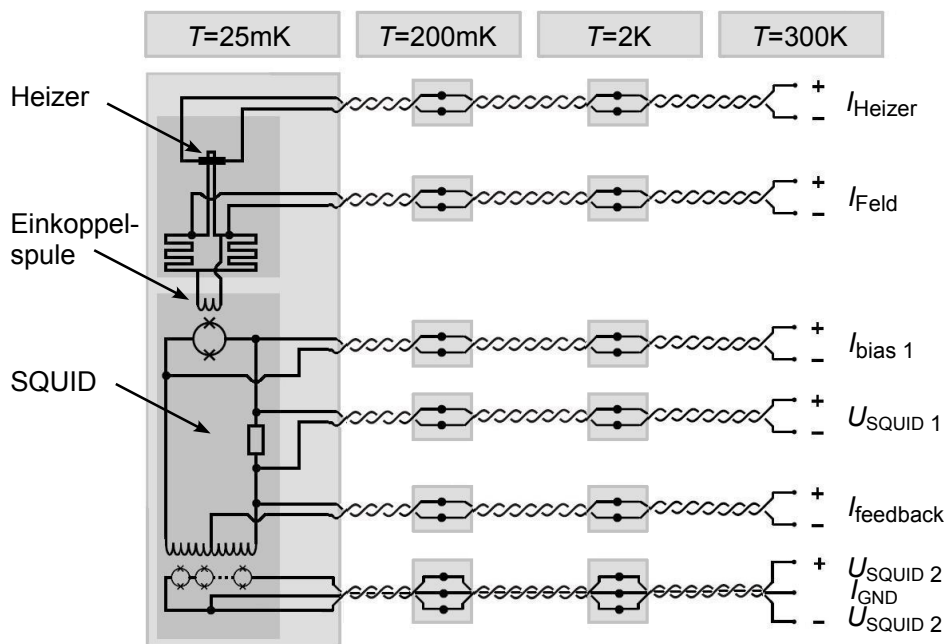


Abb. 5.9: Schematische Darstellung der Leitungsführung für den Detektor-Chip und das zweistufige SQUID-Magnetometer im Kryostaten, die beide jeweils dunkelgrau unterlegt sind. Zur besseren Übersicht sind die thermischen Kopplungen bei 20 K und 77 K nicht mit eingezeichnet.

¹³Speziallegierung für den Einsatz bei tiefen Temperaturen aus den Hauptbestandteilen Nickel (77%), Eisen (15,1%), Kupfer (4,5%), Molybdän (2,5%) und Mangan (Rest); Hersteller: Vakuumschmelze GmbH & Co. KG.

¹⁴Der SQUID-Chip wurde dabei möglichst zentral innerhalb der Ummantelungen angeordnet, da die Abschirmung an dieser Stelle am effektivsten war.

Zunächst werden die Kupferdrähte über dünnwandige Edelstahl-Kapillaren, die zur Abschirmung von hochfrequenten elektromagnetischen Störungen dienen, zum Heliumbad geführt, welches sich durch Abpumpen des Gases bei einer Temperatur von etwa 2 K befindet. Da Kupfer eine relativ hohe Wärmeleitfähigkeit besitzt, ist es nötig die Drähte an mehreren Temperaturstufen (77 K, 20 K und 2 K) thermisch abzufangen und so parasitäre Wärmeeinflüsse zu verringern. Hierzu werden die Kapillaren durch Kupfergehäuse unterbrochen, an deren Innenseite die Leitungen mit Spulack (GE 7031 Varnish) geklebt sind. Das Kupfergehäuse selber steht dabei im guten thermischen Kontakt mit den einzelnen Temperaturstufen.

Um den Temperatureintrag auf die Experimentierplattform nochmals zu reduzieren, bestehen die Verbindungen zwischen dem Heliumbad und der FAA-Pille aus supraleitenden NbTi/CuNi-Drähten, die zusätzlich auf der GGG-Pille bei ca. 200 mK thermisch angekoppelt sind.

5.4.3 ^{55}Fe -Röntgenquelle

Zur Charakterisierung des in dieser Arbeit vorgestellten Detektors wurde eine gekapselte ^{55}Fe -Röntgenquelle eingesetzt. Der Zerfall des Eisenisotops ^{55}Fe in das Isotop ^{55}Mn erfolgt hauptsächlich über einen Elektronen-Einfang-Prozess und besitzt eine Halbwertszeit von $\tau_{1/2} = 2,7\text{ yr}$. Das eingefangene Elektron stammt dabei mit 90%iger Wahrscheinlichkeit aus der K-Schale, in der nun die freie Position mit einem Elektron aus einer höheren Schale besetzt wird. Die hierbei freiwerdende Energie, die durch die Energiedifferenz der beiden Niveaus gegeben ist, wird in Form eines Röntgenquants emittiert. Anschließend kommt es zu einer Kaskade von nachrückenden Elektronen aus den noch höheren Schalen, wobei die Energie der abgestrahlten Teilchen (Photonen und Auger-Elektronen) sukzessive abnimmt.

Das Spektrum von ^{55}Mn wurde in der Vergangenheit mehrfach durch kristallographische Methoden ausgemessen und konnte sehr genau bestimmt werden [Höl97]. Von den beiden dominanten Linien des Spektrums resultiert die größere Linie, die als K_α -Linie bezeichnet wird, aus dem Übergang eines Elektrons von der L- in die K-Schale mit einer Röntgenenergie von 5,9 keV. Die kleinere K_β -Linie bei einer Energie von 6,5 keV wird hingegen von einem Elektronenübergang von der M- in die K-Schale verursacht und weist eine im Vergleich neun mal kleinere Intensität als die K_α -Linie auf. Alle sonstigen niederenergetischen Photonen bzw. Auger-Elektronen werden effektiv durch die Kapselung der hier verwendeten Quelle absorbiert und spielen für die Charakterisierung des Detektors somit keine Rolle.

Insgesamt wurden der Abstand der ^{55}Fe -Quelle und die Größe des Kollimatorloches so gewählt, dass der Detektor aufgrund der Zerfallsaktivität der Quelle einer Ereignisrate von ca. 1 Bq ausgesetzt war.

Als ein weiterer wichtiger Faktor sei hier noch die Wahrscheinlichkeit erwähnt, mit der die Röntgenquanten von dem 20 μm dicken Rheniumabsorber absorbiert werden. Nach den in [Hub04] angegebenen Werten findet man für die emittierten Röntgenquanten bei der dominanten Energie 5,9 keV der K_α -Linie eine Absorptionswahrscheinlichkeit von über 99 %.

5.5 Datenaufnahme und Signalanalyse

Nach der in Abschnitt 5.2 beschriebenen Methode liefert das Ausgangssignal der SQUID-Elektronik eine Spannung, die proportional zum magnetischen Fluss innerhalb der Detektionsspule ist. Kommt es nun zu einem Energieeintrag, so verursacht dieser eine pulsförmige Spannungsänderung, deren Höhe als Maß für die absorbierte Energie dient und entsprechend ausgewertet werden muss.

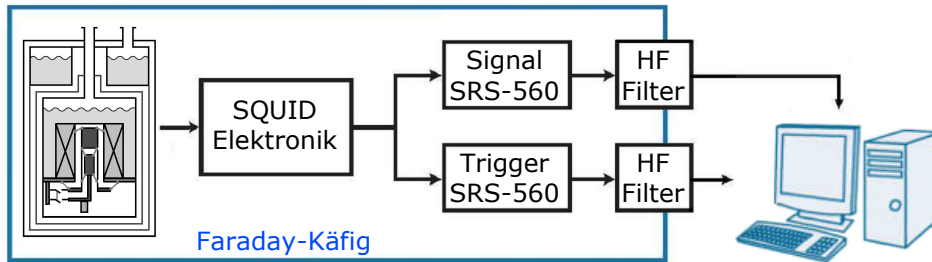


Abb. 5.10: Schematisches Schaltbild der zur Datenaufzeichnung verwendeten Geräte.

In Abbildung 5.10 ist ein schematisches Schaltbild der für die Datenaufzeichnung benötigten Geräte gezeigt. Zunächst wird das Ausgangssignal der SQUID-Elektronik in zwei Kanäle aufgeteilt, von denen einer als Messsignal und der andere als Trigger-Signal verwendet wird. Beide Kanäle werden durch einen rauscharmen Verstärker¹⁵ geschickt, der zusätzlich auch als Bandpassfilter angewendet werden kann. Hierbei ist es über einen Tiefpass möglich das hochfrequente Rauschen aus den Signalen zu filtern. Bei der Wahl der Grenzfrequenz f_{gr} muss allerdings darauf geachtet werden, dass die Nyquist-Bedingung $2f_{gr} < f_{sample}$ mit der Abtastrate f_{sample} des nachfolgenden Analog-Digital-Wandlers erfüllt ist. Ein Hochpassfilter hingegen bietet sich dazu an, das Driften der Signal-Nulllinie aufgrund von Temperaturschwankungen zu minimieren. Allgemein führt ein Filtern aber auch immer zu einer Veränderung der Signalform. Da dies zum Beispiel für eine Pulsformanalyse ungünstig ist, wurde in dem hier durchgeführten Experiment das Messsignal nur schwach gefiltert, um so die Einflüsse möglichst gering zu halten. Insgesamt wurden die Messungen bei langen Zeitfenstern (ca. 80 ms) mit einem Tiefpassfilter von 100 kHz und bei kurzen Zeitfenstern (ca. 0,8 ms) mit gar keinem Filter durchgeführt.

Über einen weiteren Hochfrequenzfilter werden die beiden Signale aus den Faraday-Käfig geführt, der zur Abschirmung des Kryostaten dient. Die Digitalisierung der Signale erfolgt nun mit Hilfe einer 12-bit Oszilloskopkarte¹⁶. Zur Steuerung dieser Karte und zur weiteren Datenaufnahme wurde ein in [Sch00] vorgestelltes Softwareprogramm genutzt, das in einem variablen Zeitfenster typischerweise 16384 aufeinanderfolgende Spannungssignale des Messsignals aufnimmt. Dabei wird die Messung gespeichert sobald das Signal des Triggerkanals einen zuvor festgelegten Schwellwert überschreitet. Die Größe Δt des Zeitfensters kann an den zu untersuchenden Sachverhalt (Signalanstieg oder -abfall) optimal angepasst werden, wobei die Aufteilung

¹⁵Typ SRS-560 von Stanford Research Systems, Sunnyvale, CA, USA

¹⁶CompuScope SAC-8012A/PCI, Gage, Montreal, Kanada

des Intervalls immer so gewählt wurde, dass das Auslösen des Triggers nach etwa 25% des gesamten Aufnahmebereichs eintritt. Zusätzlich wurde nach je zehn Pulsen ein sogenanntes Ruhesignal ohne Puls aufgezeichnet, um eine Analyse des vom Messignal ausgehenden Rauschens zu ermöglichen.

Zur Analyse der Daten wurde die in [Fle98] ausführlich beschriebene χ^2 -Methode angewendet. In dieser Methode wird angenommen, dass unterschiedliche Energieeinträge in den Detektor Signale erzeugen, die sich durch eine Streckung in y-Richtung einander angleichen lassen. Das heißt die jeweils absorbierte Energie äußert sich nur in der Signalhöhe, während die Anstiegs- und Abfallszeiten der Pulse gleich bleiben. Die Einordnung der verschiedenen Pulse erfolgt insofern in Abhängigkeit von der Amplitude und der quadratischen Abweichung zu einem Referenzpuls.

6. Experimentelle Ergebnisse

In den vorangegangenen Kapiteln wurden die theoretischen Grundlagen, das Design des optimierten Detektor-Chips und der experimentelle Aufbau beschrieben. Im Folgenden sollen nun die Messergebnisse präsentiert werden, welche mit diesem Detektor erzielt wurden. Zunächst wird hierfür eine Rauschmessung bei einer Temperatur von $T = 4,2\text{K}$ vorgestellt, die es ermöglicht den experimentellen Aufbau zu überprüfen. Anschließend werden das Verhalten und die Eigenschaften des metallisch magnetischen Kalorimeters bei typischen Arbeitstemperaturen im Bereich von 25mK bis 100mK charakterisiert und die erhaltenen Ergebnisse diskutiert.

6.1 Magnetisches Flussrauschen bei $T = 4,2\text{K}$

Über eine Messung des magnetischen Flussrauschens des Detektoraufbaus bei einer Temperatur von $T = 4,2\text{K}$ lassen sich wichtige Rückschlüsse auf die relevanten Parameter und insbesondere auf die Funktionstüchtigkeit des transformatorgekoppelten Aufbaus des Detektors ziehen.

Die in dieser Arbeit verwendete Transformatorkopplung ist in Abbildung 6.1a) schematisch dargestellt. Sie besteht aus zwei mäanderförmigen Detektionsspulen mit der Induktivität L_m sowie einer Einkoppelspule mit der Induktivität L_i , über die die zu messende Flussänderung durch die Gegeninduktivität M_{is} in das primäre Detektor-SQUID eingekoppelt wird. Ferner dienen Aluminiumbonddrähte, denen die Induktivität L_w und der Widerstand R_w zugeordnet werden können, als Verbindung zwischen der Detektionsspule und der Einkoppelspule.

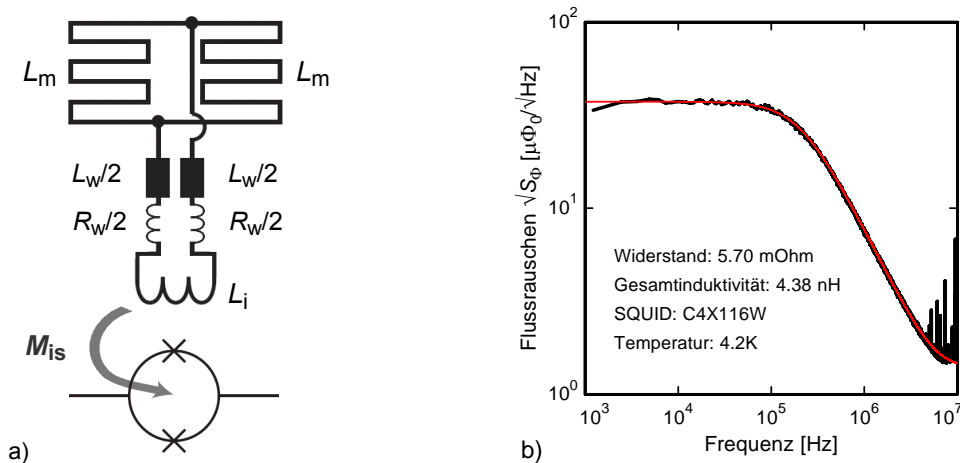


Abb. 6.1: a) Schematische Darstellung des transformatorgekoppelten Aufbaus des Detektors. b) Spektrum des magnetischen Flussrauschens innerhalb des primären SQUIDs in Abhängigkeit von der Frequenz bei einer Temperatur von $T = 4,2\text{K}$. Die schwarze Linie kennzeichnet die gemessenen Daten und die rote Linie repräsentiert den dazugehörigen Fit.

Abbildung 6.1b) zeigt das gemessene Flussrauschen im primären SQUID des soeben beschriebenen Aufbaus als Funktion der Frequenz bei einer Temperatur von $T = 4,2\text{ K}$. Wie man gut erkennen kann, wird der Verlauf des Spektrums im niederfrequenten Bereich bis zu etwa 100 kHz durch ein Plateau mit einer Amplitude von $1,58 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ dominiert. Hieran anschließend erfolgt ein Abfall der Rauschleistung mit der Proportionalität $S_\Phi \propto 1/f^2$.

Qualitativ wird die Form des hier gemessenen Spektrums dabei zum einen durch die Aluminiumdrähte zur Einkoppelspule des SQUIDs bestimmt. Diese befinden sich bei 4,2 K im normalleitendem Zustand, stellen also einen Widerstand R_w dar, und bewirken somit ein thermisches Stromrauschen $S_{\Phi,J} = 4k_B T/R_w$. Zum anderen ist natürlich auch noch das in Kapitel 5.2.3 erläuterte intrinsische weiße Flussrauschen des SQUID-Magnetometers selbst mit in Betracht zu ziehen. Für den erwarteten Gesamtverlauf des magnetischen Flussrauschens innerhalb des SQUIDs ergibt sich auf diese Weise insgesamt der Ausdruck:

$$S_\Phi = M_{\text{is}}^2 \frac{4k_B T}{R_w} \frac{1}{1 + (f/f_0)^2} + S_{\Phi,\text{SQ,w}}, \quad (6.1)$$

mit der Abschneidefrequenz $f_0 = R_w/(2\pi L_{\text{ges}})$ des thermischen Stromrauschens in der Einkoppelspule zum SQUID und der Gesamtinduktivität $L_{\text{ges}} = L_i + L_w + L_m/2$.

Durch Anpassen der obigen Gleichung an die gemessenen Daten, lassen sich nun quantitativ die Größen R_w und L_{ges} des experimentellen Aufbaus ermitteln. Der hier gefundene Verlauf mit den entsprechend angepassten Parametern ist in der Abbildung 6.1b) zusätzlich als rote durchgezogene Linie eingezeichnet.

Die Höhe bzw. Amplitude des Rauschplateaus bei niedrigen Frequenzen hängt von dem durch die Aluminiumdrähte verursachten Widerstand ab und gibt so Aufschluss über die Größe von R_w . Aus dem zugehörigen Fitparameter erhält man für die beiden Verbindungen zwischen Detektor-Chip und Einkoppelspule des SQUIDs, die aus zwei jeweils parallel angeordneten und etwa 0,5 mm langen Aluminiumdrähten bestehen, einen Widerstand von 5,7 m Ω .

Aus der Abschneidefrequenz f_0 kann dann anschließend die Gesamtinduktivität des Aufbaus berechnet werden, wobei sich die beste Übereinstimmung mit den Messdaten für $L_{\text{ges}} = 4,38\text{ nH}$ ergab. Ein Vergleich mit den in Kapitel 3.4.3 gefundenen Werten für die Einzelinduktivitäten zeigt jedoch eine deutliche Diskrepanz. Die Induktivität der Detektionsspule konnte dort über eine numerische Simulationsrechnung zu $L_m = 2,77\text{ nH}$ ermittelt werden, während sich die Induktivität der Einkoppelspule in einer separaten Messung zu $L_i = 1,8\text{ nH}$ bestimmen ließ. Die in Kapitel 3.4.3 ebenfalls angegebene Induktivität der Aluminiumdrähte wurde anhand der Drahtlänge abgeschätzt und zu $L_w = 0,5\text{ nH}$ angenommen. In der Summe ergibt sich aus diesen Werten zu der obigen bei 4,2 K gemessenen Gesamtinduktivität eine Differenz von $\Delta L_{\text{ges}} = 0,7\text{ nH}$, die in den theoretischen Vorhersagen der Detektoreigenschaften miteinbezogen werden muss. Der hierdurch resultierende korrigierte Kopplungsfaktor $\delta\Phi_S/\delta\Phi = 0,048$ ist dabei im Vergleich zu dem in Kapitel 3.4.3 berechneten Wert um etwa 8 % kleiner. Als direkte Konsequenz äußert sich diese Korrektur entsprechend in einer Reduktion der Signalgröße des Detektors.

Worin sich die Abweichung begründet ist allerdings noch unklar. Nach dem heutigen Kenntnisstand wird aber angenommen, dass die zur Berechnung der Induktivität L_m durchgeführten Simulationen aufgrund des vernachlässigten Randbereichs der mäanderförmigen Struktur zu ungenau sind und der Differenzbetrag insofern der Induktivität der Detektionsspule zuzuordnen ist.

6.2 Magnetisierung

Das für dieses Experiment genutzte magnetische Kalorimeter ist nur auf einer der beiden Mäanderhälften mit einem paramagnetischen Au:Er-Temperatursensor bestückt. Hierdurch geht die gradiometrische Wirkungsweise des Aufbaus verloren, was es ermöglicht die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung des Sensors zu untersuchen.

Das Magnetfeld, welches durch einen konstanten Dauerstrom in der Mäanderstruktur erzeugt wird, ist nach Kapitel 3.4.2 stark inhomogen. Die daraus resultierende Magnetisierung des Sensors besitzt somit eine Ortsabhängigkeit und kann nicht direkt experimentell nachgewiesen werden. Im Folgenden wird insofern anstelle der tatsächlichen Magnetisierung des Sensors behelfsmäßig die magnetische Flussänderung im SQUID-Magnetometer als Messgröße diskutiert. Der Einfachheit halber soll die Änderung des magnetischen Flusses in diesem Kapitel ebenfalls als 'Magnetisierung' bezeichnet werden, wenngleich es sich hierbei natürlich um zwei verschiedene physikalische Größen handelt.

Abbildung 6.2a) zeigt den experimentell gemessenen Verlauf des magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer als Funktion der inversen Temperatur für vier verschiedene eingeprägte Dauerströme $I_0 = 15 \text{ mA}$, 30 mA , 60 mA und 90 mA . Gemäß der in Kapitel 4.5 angegebenen Simulation der Magnetfeldverteilung sind diese vier Dauerströme jeweils äquivalent zu einem mittleren Magnetfeld im Sensor von $1,6 \text{ mT}$, $3,3 \text{ mT}$, $6,6 \text{ mT}$ und $9,8 \text{ mT}$. Zusätzlich sind in der Abbildung die Ergebnisse einer numerischen Berechnung des Temperaturverlaufs der Magnetisierung als gestrichelte Kurven mit eingezeichnet. In die Simulationen gehen dabei sowohl das einfache paramagnetische Verhalten der Er^{+3} -Ionen, als auch die in den Kapiteln 3.2.4 und 3.2.4 beschriebenen Dipol-Dipol- und RKKY-Wechselwirkungen zwischen den Er^{+3} -Ionen ein.

Unter der Annahme der im Kapitel 4.2 angegebenen Parameter des Detektor-Designs und des verwendeten Sensormaterials konnte allerdings zuerst keine gute Übereinstimmung mit den Messdaten gefunden werden. Insgesamt zeigte sich, dass die gemessenen Magnetisierungen stets unterhalb der erwarteten Theoriekurven lagen und sehr viel flacher verliefen als angenommen. Um ein Gefühl für die auftretenden Größenordnungen zu erhalten sei hier kurz die relative Abweichung zwischen Theorie und Experiment erwähnt, die bei einer Temperatur von 50 mK im Mittel um die 30% erreichte.

Als Erklärung für diese Unstimmigkeit müssen mehrere mögliche Gründe in Betracht gezogen werden. Einerseits ist es denkbar, dass die theoretischen Berechnungen mit einem falschen Kopplungsfaktor $\delta\Phi_S/\delta\Phi$ durchgeführt wurden. Dieser bestimmt

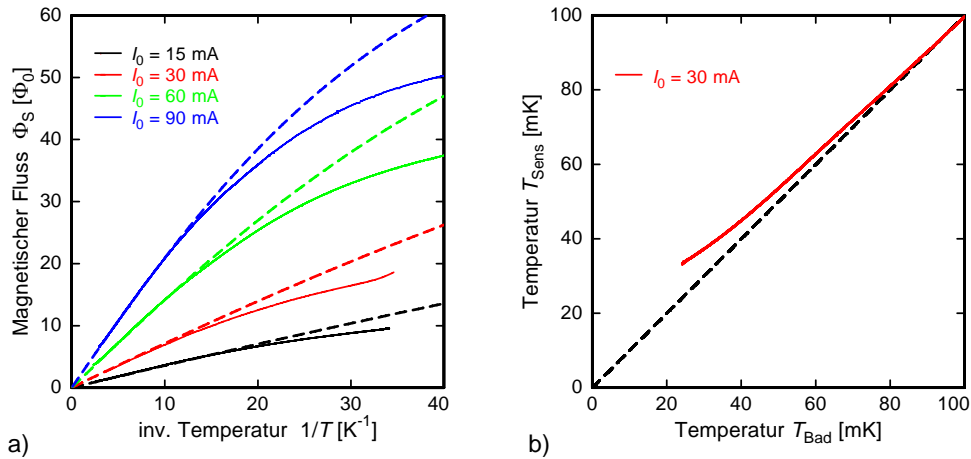


Abb. 6.2: a) Gemessener Temperaturverlauf der Magnetisierung des Au:Er-Sensors (durchgezogene Linie) und die dazugehörigen Theoriekurven bei einer Erbiumkonzentration von 240 ppm (gestrichelte Linie) für vier verschiedene Dauerströme I_0 . b) Temperatur des Sensors als Funktion der Temperatur des Kryostaten für einen Dauerstrom von 30 mA.

die in das SQUID-Magnetometer eingekoppelte Flussänderung und ist, wie bereits in Kapitel 3.4.3 besprochen, abhängig von den einzelnen Induktivitäten des transformatorgekoppelten Aufbaus. Da jedoch die verschiedenen Werte für die Induktivitäten sehr genau bekannt sind, bzw. mit der im vorherigen Abschnitt besprochenen Methode sehr genau ermittelt wurden, kann diese Möglichkeit ausgeschlossen werden. Andererseits wären die unterschiedlichen experimentellen und theoretischen Daten auch durch eine von den geplanten Maßen $245 \mu\text{m} \times 245 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$ abweichende Sensorgeometrie erklärbar. Aber auch ein solcher Erklärungsversuch scheint unwahrscheinlich, zumal die bei der Herstellung eingesetzten Fertigungsverfahren standardisiert und sehr gut verstanden sind.

Der wohl plausibelste Grund für die beobachteten Abweichungen liegt in einem zu der theoretischen Annahme veränderten Wechselwirkungsverhalten der im Sensormaterial enthaltenen Er^{+3} -Ionen. Dieses wurde dabei höchstwahrscheinlich durch das Aufwärmen des Sensors auf ca. 245°C während des in Kapitel 5.3 erläuterten Diffusionsschweiß-Verfahrens verursacht. Diesbezüglich wird angenommen, dass die Er^{+3} -Ionen durch die erhöhte Temperatur verstärkt an Korngrenzen oder anderen Defekten entlang diffundieren und sich so an verschiedenen Stellen innerhalb des paramagnetischen Sensors ansammeln. An solchen verdichteten Bereichen wäre dann die Erbiumkonzentration lokal erhöht und dadurch auch die Wechselwirkungseigenschaft beeinflusst. Die aus der Messung erhaltenen Werte für den Temperaturverlauf zeigten, dass sich die so veränderte Wechselwirkung zwischen den Erbium-Ionen quantitativ gut durch die Annahme einer gegenüber den ursprünglich gewünschten $x = 295$ ppm reduzierten Erbiumkonzentration beschreiben lässt. In Abbildung 6.2a) wurden von daher die berechneten Theoriekurven für eine korrigierte Konzentration von 240 ppm eingezeichnet, mit der die beste Übereinstimmung zu den Messdaten erzielt werden konnte.

An dieser Stelle zeigt sich nun auch, warum es so wichtig für das Gelingen des Experimentes ist, eine möglichst niedrige Temperatur für die thermische Aktivierung der Diffusions-Prozesse zu wählen (siehe Kapitel 5.3.3). Hätte man dies nicht beachtet und den Sensor auf eine höhere Temperatur aufgeheizt, so würde sich das vermutlich in einem entsprechend flacheren Temperaturverlauf der Magnetisierung äußern. Die Magnetisierungseigenschaften des paramagnetischen Sensors des magnetischen Kalorimeters wären dann für die Bestimmung der Temperaturänderung bzw. für die Bestimmung der absorbierten Energie unter Umständen nicht mehr geeignet.

Bis zu einer Temperatur von etwa 65 mK stimmen die gemessenen Magnetisierungen mit der angepassten numerischen Simulation sehr gut überein. Zu tieferen Temperaturen hin verlaufen die experimentellen Kurven aber flacher als erwartet und entfernen sich immer weiter vom theoretischen Temperaturverlauf. Auch hier können wieder diverse Erklärungsversuche für das andersartige Verhalten unternommen werden.

Zum einen spielt das verwendete Verfahren bei der Mikrostrukturierung des Sensors eine potenziell wichtige Rolle für das Magnetisierungsverhalten des Detektors. Bei dem in dieser Arbeit vorgestellten Detektor wurde der Sensor mit Hilfe der Kathodenzerstäubung in mehreren sich abwechselnden Schichten aus reinem Gold und aus einer Au:Er-Legierung mit einer Erbiumkonzentration von 750 ppm hergestellt. Der gewünschte Anteil der Erbium-Ionen ließ sich entsprechend durch die Wahl der jeweiligen Schichtdicken im Bereich weniger nm einstellen. Dadurch ergeben sich Bereiche innerhalb des Sensors, die eine erhöhte Konzentration aufweisen. Im Vergleich zu der in den theoretischen Berechnungen angenommenen homogenen Verteilung, könnte dies, neben den oben bereits genannten Gründen, ebenfalls ein verändertes Wechselwirkungsverhalten zwischen den Erbium-Ionen und somit auch eine veränderte Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung zur Folge haben. Um diesen Sachverhalt zu testen, wurden im Rahmen dieser Arbeit die Simulationsrechnungen dahingehend modifiziert, dass es möglich war diese geschichtete Struktur zusätzlich mit zu berücksichtigen. Wie sich herausstellte zeigten die Theoriekurven daraufhin im tieferen Temperaturbereich in der Tat einen flacheren Verlauf mit dem die Messdaten besser beschrieben werden konnten. Allerdings war es auf der Grundlage dieser Hypothese nur möglich einen Teil, etwa 50 %, der hier beobachteten Abweichungen nachzuvollziehen. Zum anderen besteht auch noch die Möglichkeit das abweichende Magnetisierungsverhalten dadurch zu erklären, dass der Detektor mit fallender Temperatur thermisch vom Wärmebad abkoppelt und nicht mehr der Temperatur T_{Bad} des Kryostaten folgen kann. Angenommen, die numerischen Berechnungen beschreiben jeweils den Magnetisierungsverlauf bei einer guten thermischen Kopplung des Sensors mit der Experimentierplattform, so kann durch einen Vergleich zwischen den simulierten und den gemessenen Daten eine Temperaturkorrektur durchgeführt und die tatsächlich im Sensor herrschende Temperatur T_{Sens} bestimmt werden. Abbildung 6.2b) zeigt die auf diese Weise ermittelte Sensortemperatur in Abhängigkeit von der Temperatur des Kryostaten. Aus dieser Darstellung lässt sich bei einer Badtemperatur von 25 mK für die maximale Temperaturdifferenz $\Delta T = T_{\text{Sens}} - T_{\text{Bad}}$ ein Wert von etwa 10 mK ablesen.

Ein solches thermisches Entkoppeln des Detektor-Chips vom Wärmebad des Kryostaten konnte in der Vergangenheit auch schon bei anderen Experimenten beobachtet und dort oft auf eine Leistungsdissipation des SQUID-Magnetometers zurückgeführt werden. In weiteren Messungen zur Magnetisierung, bei denen das SQUID in einem Modus mit geringerer Wärmeleistung betrieben wurde, sollte getestet werden, ob dieser Sachverhalt auch auf den hier durchgeführten Versuch zutrifft. Es zeigte sich zwar eine sehr leichte aber keine signifikante Änderung des Temperaturverlaufs der Magnetisierung, so dass eine Leistungsdissipation durch die SQUID-Elektronik als Hauptursache für die auftretenden Temperaturdifferenzen ausgeschlossen werden kann.

Darüber hinaus können als Quellen für parasitäre Wärmeeinträge die Infrarot-Strahlung der 1,5 K warmen Umgebung oder aber unzureichend thermisch abgefangene Leitungen zum Detektor angegeben werden. Ob dies hier der Fall war, lässt sich jedoch nur in zukünftigen Messungen mit verbesserter thermischer Ankopplung der Zuleitungen prüfen.

Im Verlauf der Messungen konnte noch eine weitere mögliche Ursache für das thermische Abkoppeln gefunden werden. Dabei deuteten mehrere Indizien darauf hin, dass der Aufbau des Detektors ein bisher noch nicht berücksichtigtes Wärmereservoir besitzen muss. So zum Beispiel zeigten Magnetisierungsmessungen über einen längeren Zeitraum und bei einer konstanten Temperatur, einen langsamen Anstieg des gemessenen magnetischen Flusses im SQUID-Magnetometer. Der Detektor kühlt also mit der Zeit noch weiter nach und nähert sich immer mehr der Temperatur der Experimentierplattform an. Um diese These zu prüfen wurden zusätzliche Messungen der Magnetisierung bei einem Dauerstrom von 60 mA und 90 mA in einem Temperaturbereich von ca. 25 mK bis 30 mK unternommen. Die Temperaturänderung erfolgte dabei mit 0,03 mK/min nur sehr langsam, indem gleichzeitig am Heliumbad des Kryostaten gepumpt und somit die Wärmelast auf die FAA-Salzpille nach und nach verringert wurde. Die hieraus resultierenden Messergebnisse sind in Abbildung 6.3 gemeinsam mit den bereits zuvor präsentierten Daten des gleichen Dauerstroms zusammengetragen, bei denen die Temperatur mit einer 100-fach höheren Rate von 3 mK/min variiert wurde. Wie man deutlich erkennen kann, stimmen die so (mit

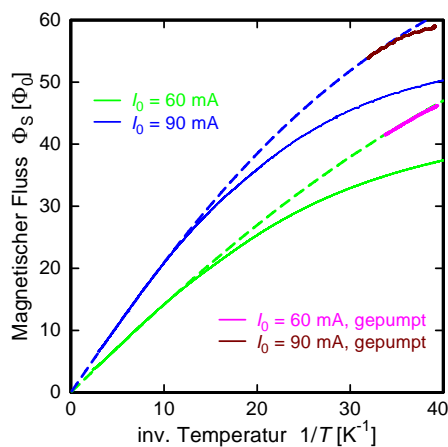


Abb. 6.3: Gemessener Temperaturverlauf der Magnetisierung für die Dauerströme 60 mA und 90 mA bei denen die Temperatur unterschiedlich schnell variiert wurde (durchgezogene Linie). Die gestrichelten Linien geben wieder die jeweiligen Theoriekurven bei einer Erbiumkonzentration von 240 ppm an.

langsamer Temperaturänderung) erhaltenen magnetische Flüsse nun auch im tiefen Temperaturbereich ausgesprochen gut mit den simulierten Theoriekurven überein, was das Vorhandensein eines zusätzlichen Wärmerespeichers weiter bestätigt. Als Quelle für dieses große Wärmereservoir kommt dabei die in dieser Arbeit erstmals zur Abschirmung vor störenden, äußeren Magnetfeldern verwendete Cryoperm-Hülle (siehe Kapitel 5.4) in Frage. Diese Hypothese könnte durch eine zukünftige Messung desselben Experiments *ohne* Cryoperm-Hülle untersucht werden. Letztendlich kann der Grund für die beobachtete Abweichung der Magnetisierung des Sensors hin zu tiefen Temperaturen allerdings nicht mit vollständiger Gewissheit geklärt werden, zumal die Magnetisierungsmessungen bezüglich eines zusätzlichen Wärmespeichers nicht immer eindeutige Aussagen lieferten.

Zum Abschluss dieses Abschnitts sei noch erwähnt, dass sich die hier gemessenen Magnetisierungseigenschaften des Sensormaterials, trotz der Abweichungen von der Theorie, gut für eine Verwendung des Detektoraufbaus als ein energieempfindliches Kalorimeter eignen. Dies war nicht unbedingt selbstverständlich, da es sich hierbei um ein neues, bisher noch nicht untersuchtes, Detektordesign handelt. Desweiteren waren die Auswirkungen des Diffusionsschweiß-Vorgangs auf den Magnetisierungsverlauf nicht bekannt und der erfolgreiche Ausgang des Experiments somit ungewiss.

6.3 Eigenschaften des Detektorsignals

Wie zuvor in Kapitel 5.4 erwähnt wurde, diente eine ^{55}Fe -Röntgenquelle, die oberhalb des experimentellen Aufbaus angebracht war, zur Charakterisierung der Detektoreigenschaften. Im Verlauf des folgenden Abschnitts sollen also nun die Detektorsignale, welche bei der Absorption der emittierten Röntgenquanten im Rheniumabsorber nachgewiesen und aufgenommen wurden, diskutiert werden.

6.3.1 Spektrum

Die Absorption eines Röntgenquants hat, wie zuvor beschrieben, eine Erwärmung des Detektors zur Folge, wobei die damit einhergehende Magnetisierungsänderung des Sensors mit Hilfe der SQUID-Auslese-Elektronik als ein Spannungssignal nachgewiesen wird. Aufgrund ihres zeitlichen Verlaufs mit jeweils charakteristischen Anstiegs- und Abfallszeiten, sollen die so gewonnenen Detektorsignale im weiteren Verlauf auch häufig als Pulse bezeichnet werden.

Für die Signalanalyse wird dabei angenommen, dass nach dem in Kapitel 3.5.1 vorgestellten thermodynamischen Modell jedes der aufgenommenen Signale unabhängig von der deponierten Energie qualitativ denselben zeitlichen Verlauf besitzt. Demzufolge müsste es möglich sein, die zu den unterschiedlichen Energien gehörenden Detektorsignale $s(t)$ durch Strecken in y -Richtung und durch Hinzufügen eines konstanten Offstes A_0 aufeinander abbilden zu können. Bezeichnet $r(t)$ einen geeigneten Referenzpuls, welcher zum Beispiel durch eine Mittelung über mehrere Ereignisse erzeugt werden kann, so ist es möglich den einzelnen Signalen $s(t)$ eine relative Amplitude A zuzuweisen, indem die Summe der quadratischen Abweichung

$\chi^2 = \sum_i [s(t_i) - Ar(t_i) + A_0]$ minimiert wird. Der Wert von χ^2 dient dann als Maßstab dafür, wie sehr sich die jeweiligen Pulse voneinander unterscheiden.

Abbildung 6.4a) zeigt ein Streudiagramm, in dem der χ^2 -Wert der aufgenommenen Pulse gegen die jeweils zugeordnete Amplitude aufgetragen ist und das aus 950 Einzelsignalen (schwarze Punkte) gewonnen wurde. Während der Messung wurde die Temperatur des Kryostaten auf 30 mK geregelt, was nach dem vorangegangenen Abschnitt einer korrigierten Detektortemperatur von 38 mK entspricht, und in der Detektionsspule war ein Dauerstrom von 30 mA eingepreßt. An dieser Stelle sei aber angemerkt, dass auch für andere Temperaturen oder Ströme eine ähnliche Aufteilung des Spektrums gefunden werden konnte. Der Referenzpuls des hier dargestellten Spektrums bei $A = 1$ wurde durch eine Mittelung über mehrere Pulse bestimmt, die von einem Photon der K_α -Linie von ^{55}Mn mit der Energie 5,9 keV stammen.

Im Wesentlichen lassen sich innerhalb des Spektrums drei Bereiche erkennen, an denen die Dichte der aufgezeichneten Pulse besonders groß ist. So treten unter anderem häufig Ereignisse im Bereich von $0 < A < 0,1$ auf, die durch sogenannte Substratpulse hervorgerufen werden. Bei diesen erfolgt die Absorption der Röntgenquanten nicht wie gewollt im Absorber, sondern in dem Saphir-Substrat, auf das der Detektor mikrostrukturiert wurde. Somit führen solche Ereignisse indirekt über das Substratmaterial ebenfalls zu einer Temperaturerhöhung des Au:Er -Sensors und zu einem pulsformigen Detektorsignal. Da jedoch ein Großteil der im Substrat deponierten Energie zum Wärmebad abfließen kann, ohne zu der Erwärmung des Sensors beizutragen, erscheinen diese Pulse im Spektrum bei einer geringeren Energie.

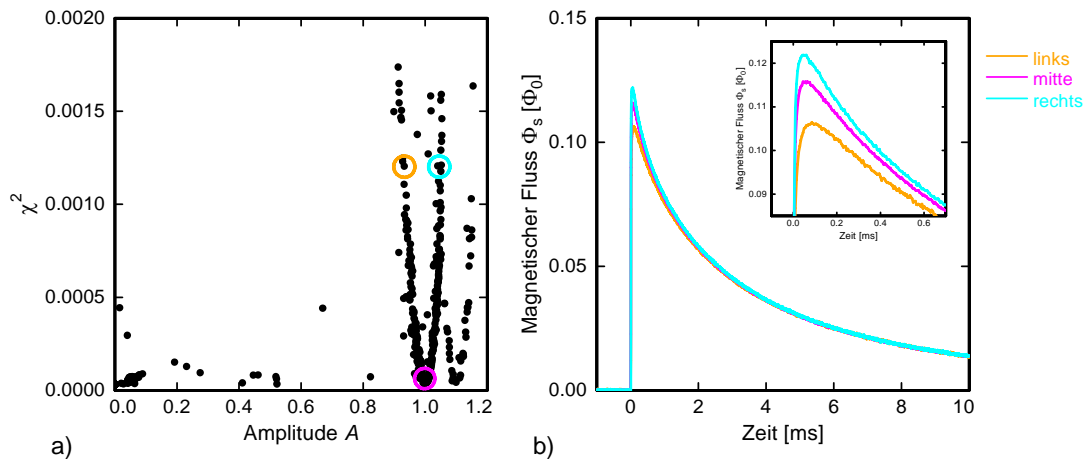


Abb. 6.4: a) Streudiagramm, in dem die quadratische Abweichung χ^2 der Pulse in Abhängigkeit von der Amplitude A aufgetragen ist. Die Daten wurden für eine Temperatur von $T_{\text{Bad}} = 30$ mK und einen eingefrorenen Dauerstrom von 30 mA aufgenommen. Als Referenzpuls dient ein Signal, das von einem Röntgenphoton der Energie 5,9 keV erzeugt wurde. Die drei verschiedenfarbigen Kreise geben jeweils die Orte innerhalb des Spektrums an, aus denen die im rechten Bild aufgetragenen Einzelsignale stammen. b) Drei Einzelsignale aus dem links abgebildeten Spektrum, die alle einer Energie von 5,9 keV entsprechen und aus den jeweils markierten Bereichen der U-förmigen Verteilung ausgewählt wurden.

Besonders auffällig sind bei dem Spektrum allerdings die verdichteten Gebiete bei den Amplituden $A \approx 1$ und $A \approx 1,1$, die jeweils Pulsen entsprechen, welche von im Absorber absorbierten Röntgenquanten verursacht wurden, und der K_α - bzw. der K_β -Linie zugeordnet werden können. In beiden Fällen sind die Ereignisse in einer Art U-förmigen Anordnung mit einer quadratischen Abweichung von bis zu $\chi^2 = 0,0018$ verteilt. Die Abweichungen resultieren dabei aus einer qualitativ leicht unterschiedlichen Pulsform und sind zunächst einmal insofern verwunderlich, als dass ein solches Verhalten in der Vergangenheit bei Versuchen mit magnetischen Kalorimetern noch nicht beobachtet werden konnte.

Um diesen Aspekt genauer zu betrachten, sind in Abbildung 6.4b) drei unterschiedliche - von Photonen der Energie $E = 5,9$ eV verursachte - Pulse in Einheiten des magnetischen Flussquants Φ_0 gegenübergestellt. Für die einzelnen Signale wurden dabei jeweils Ereignisse aus der Mitte oder den beiden Seitenbereichen der Verteilung mit hohem χ^2 ausgewählt (die genauen Positionen der Ereignisse innerhalb des Spektrums sind im linken Bild 6.4a) als verschiedenfarbige Kreise markiert). Betrachtet man nun die rechte Abbildung, so kann man deutlich die verschiedenen hohen maximalen Amplituden der Signale erkennen, wobei die Pulshöhen um bis zu 15 % voneinander abweichen. Weiterhin scheinen sich die Pulsformen nur in den ersten 1 bis 2 ms, also im Anstieg und zu Beginn des Abfalls, deutlich zu unterscheiden und anschließend wieder einen sehr ähnlichen Verlauf anzunehmen. Wodurch diese Pulsformvariation verursacht wird ist noch nicht vollständig geklärt. Es besteht allerdings die Vermutung, dass der Detektor eine Positionsabhängigkeit aufweist, die in einer Variation der Anstiegszeit der Signale resultiert. Eine solche kann auftreten, wenn die Wärmeausbreitung vom Ort der Absorption bis zum Sensor vergleichsweise langsam erfolgt. In diesem Fall übersetzt sich der Abstand zwischen dem Absorptionort und dem Sensor in jeweils unterschiedliche Anstiegszeiten. Somit würden sich die Abweichungen lediglich im Signalanstieg und zu Beginn des Abfalls ereignen, was sich gut mit den Beobachtungen deckt.

Der hier vorgestellte Detektoraufbau wurde speziell für die direkte Bestimmung der Neutrinomasse aus dem Endpunkt des β -Spektrums von ^{187}Re konzipiert und erfordert daher ein entsprechend hohes Auflösungsvermögen. Eine Möglichkeit die Energieauflösung des Detektors zu definieren liegt in der Betrachtung der maximalen Pulshöhen der Signale, die jeweils durch ein K_α -Röntgenquant mit der Energie 5,9 keV verursacht werden. Bei den hier beobachteten Abweichungen der Pulshöhen von würde sich mit dieser Methode aber nur ein sehr schlechter Wert für die Auflösung finden lassen. Eine auf dieser Basis durchgeführte Auswertung ergab - um einen genauen Wert zu nennen - eine erreichbare Energieauflösung des Detektors von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 806$ eV. Im Vergleich mit dem in Kapitel 4.1 vorgestellten optimierten Detektordesign für das eine Auflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 2,9$ eV bei 30 mK berechnet wurde, bleibt dieser Wert jedoch weit hinter den Erwartungen zurück.

Die soeben gemachte Abschätzung beschränkte sich lediglich auf die maximale Amplitude des Signals. Wie jedoch bereits erwähnt wurde, nähern sich die Pulse im weiteren Zeitverlauf wieder in ihrer Form an, wodurch die Abweichungen geringer werden. Für eine Analyse der Energieauflösung ist es daher eventuell sinnvoller nicht

etwa die Pulshöhe oder den gesamten Puls zu betrachten, sondern nur bestimmte Bereiche des Signals zu verwenden. Hierfür ist es natürlich wichtig ein Zeitintervall auszuwählen, in dem die Übereinstimmung zwischen den verschiedenen Einzelpulsen möglichst groß ist.

Damit die Unterschiede im zeitlichen Verlauf der betrachteten Signale besser nachvollzogen werden können, wurde zusätzlich nach der in [Fle98] beschriebenen Methode die Standardabweichung $\sigma(t)$ der verschiedenen Einzelsignale $\delta\Phi_s(t)$ aus dem obigen Spektrum in Abhängigkeit von der Zeit berechnet. Die Berechnung erfolgte dabei nur für diejenige Anzahl M der Ereignisse, die zu der K_α -Linie des Spektrums beitragen und soll im Folgenden kurz skizziert werden. Aufgrund der Digitalisierung bei der Datenaufzeichnung ist jedes dieser Ereignisse $\delta\Phi_{s_j}(t)$ ($j = 1, \dots, M$) aus N einzelnen Werten $\delta\Phi_s(t_i)$ zusammengesetzt, die die Höhe des Signals zu verschiedenen Zeiten t_i wiedergeben. Durch eine Mittelung über alle Pulse $\delta\Phi_{s_j}(t)$ erhält man in einem ersten Schritt die mittlere Signalform

$$\delta\varphi(t_i) = \frac{1}{M} \sum_{j=1}^M \delta\Phi_{s_j}(t_i). \quad (6.2)$$

Im nächsten Schritt werden nun die Einzelsignale und der mittlere Pulsverlauf miteinander verglichen. Hierzu wird für alle Zeitpunkte t_i die Quadratwurzel aus dem mittleren Abweichungsquadrat zwischen den Signalwerten $\delta\Phi_{s_j}(t)$ ($j = 1, \dots, M$) und dem dazugehörigen Signalwert der gemittelten Pulsform $\delta\varphi(t_i)$ ermittelt und so die Standardabweichung bestimmt:

$$\sigma(t_i) = \sqrt{\frac{1}{M} \sum_{j=1}^M [\delta\varphi(t_i) - \delta\Phi_{s_j}(t_i)]^2}. \quad (6.3)$$

In Abbildung 6.5 ist als Ergebnis dieser Rechnung die Standardabweichung $\sigma(t)$ logarithmisch für den Fall der 5,9 keV-Ereignisse des in Bild 6.4a) gezeigten Spektrums in Abhängigkeit von der Zeit t dargestellt.

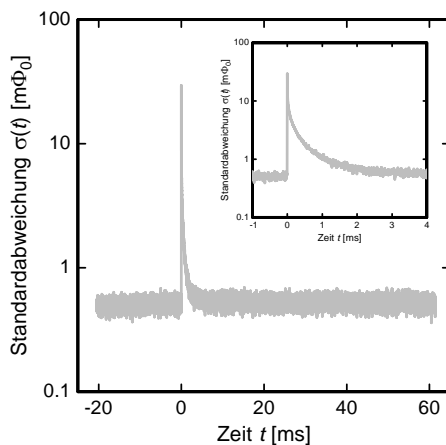


Abb. 6.5: Standardabweichung $\sigma(t)$ des Signalverlaufs aller Einzelsignale, die zu den K_α -Ereignissen im Spektrum aus Bild 6.4a) beitragen.

Die kleinsten Werte für die Standardabweichung, hier etwa $\sigma(t) \simeq 0,46 \text{ m}\Phi_0$, treten dabei am linken Bildrand zu Beginn der Signalaufnahme auf. Der hierzu dominante Beitrag, der vom Rauschen des SQUIDs geleistet wird, kann leicht aus dessen Anteil des weißen, frequenzunabhängigen Rauschens berechnet werden. Wie sich noch im Abschnitt 6.4 zeigen wird, hatte das Magnetometer bei Messungen im tiefen Temperaturbereich eine konstante spektrale Dichte von etwa $0,38 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Ferner ergab sich für den verwendeten SQUID-Aufbau eine Abschneidefrequenz von ca. 1,2 MHz. Für den Beitrag der Auslese-Elektronik folgt somit für die gemessenen Werte des magnetischen Flusses $\delta\Phi_{s,j}(t_i)$ eine Standardabweichung von $\sqrt{1,2 \text{ MHz}} \cdot 0,38 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}} = 0,42 \text{ m}\Phi_0$. Im weiteren Zeitverlauf macht sich der Einfluss niederfrequenter Störsignale durch einen langsamen und im Zeitintervall der Abbildung kaum wahrnehmbaren Anstieg von $\sigma(t)$ bemerkbar. Zusätzlich zu diesen Beiträgen können aber auch noch andere Faktoren, wie zum Beispiel eine Schwankung der Arbeitstemperatur des Detektors oder der „Jitter“¹ der Oszilloskopkarte, die Standardabweichung beeinflussen.

Zum Zeitpunkt $t = 0$, also zum Beginn des Detektorsignals, erkennt man einen deutlichen Anstieg auf einen Wert von $\sigma(t) \approx 30 \text{ m}\Phi_0$, der neben den bisher erwähnten Beiträgen größtenteils auf die Pulsformvariation im Anstieg der aufgenommenen Signale zurückzuführen ist, und anschließend wieder auf das Ausgangsniveau abfällt. Die Vergrößerung des Zeitverlaufs der Standardabweichung im rechten, oberen Bildrand zeigt dabei, dass der Abfall mit etwa 2 ms innerhalb weniger ms erfolgt. Diese Information wird später in dieser Arbeit für eine optimale Auswertung der Energieauflösung noch sehr hilfreich sein und in dem zugehörigen Kapitel 6.5 erneut aufgegriffen.

Hinsichtlich der in den nächsten Abschnitten folgenden Auswertung der aufgenommenen Signale sei an dieser Stelle noch kurz eine Bemerkung erlaubt. Wie bereits bekannt, weichen die Pulse, die von Röntgenquanten gleicher Energie erzeugt werden, für den hier vorgestellten Detektor in ihrer Form recht stark voneinander ab. Um dennoch einen konsistenten und auch aussagekräftigen Vergleich zwischen den verschiedenen Ereignissen bei unterschiedlichen Temperaturen oder eingefrorenen Dauerströmen ziehen zu können, werden bei der weiteren Auswertung stets Einzelpulse aus demselben Bereich der U-förmigen Verteilung der Spektren ausgewählt. Die Analyse konzentriert sich entsprechend im Folgenden auf diejenigen Signale die genau in der Mitte der Verteilung liegen.

6.3.2 Signalform

In diesem Abschnitt werden nun die Form der aufgenommenen Signale und die möglichen Informationen, die sich hieraus extrahieren lassen, vorgestellt. Damit eine bessere Übersicht gewährleistet werden kann, soll in den nächsten beiden Unterabschnitten der Reihe nach zuerst das Abkling- und anschließend das Anstiegsverhalten der aufgezeichneten Pulse getrennt diskutiert werden.

¹Der Begriff *Jitter* bezeichnet den Umstand, dass dem Zeitpunkt, an dem das Signal den angegebenen Schwellwert für den Trigger überschreitet, keine feste Position im Zeitfenster zugewiesen ist.

Signalabfall

Abbildung 6.6 zeigt die magnetische Flussänderung $\delta\Phi_s$ im SQUID bei der Absorption einzelner Röntgenquanten mit der Energie 5,9 keV als Funktion der Zeit. Die Signale wurden bei einem konstanten Dauerstrom von 30 mA für sechs verschiedene Temperaturen der Experimentierplattform im Bereich von 30 mK bis 80 mK aufgenommen. Dargestellt wird dabei jeweils der zeitliche Verlauf von Einzelpulsen, die nach der im vorherigen Abschnitt 6.3.1 erläuterten Methode aus dem Spektrum ausgewählt wurden. Man kann zum einen leicht erkennen, wie die Signalgröße mit steigender Temperatur stark abnimmt. Dieses Verhalten wird dadurch bewirkt, dass bei konstanten Magnetfeldern die Wärmekapazität der Leitungselektronen mit der Proportionalität $C_{el} \propto T$ zunimmt, während gleichzeitig die Wärmekapazität des Zeeman-Systems proportional zu $1/T^2$ abnimmt. Nach Gleichung 3.12 fließt zu hohen Temperaturen hin insofern nur ein geringerer Anteil der in den Detektor eingebrachten Energie in das Zeeman-System des Sensors, wodurch es zu einer schwächeren Änderung des magnetischen Moments des Sensors und letztendlich auch zu einer Abnahme der Signalgröße kommt. Eine eingehende Analyse der Signalgrößen soll jedoch erst in dem übernächsten Abschnitt 6.3.4 folgen. Weiterhin ist gut zu sehen, dass das Abklingverhalten der Pulse ebenfalls eine Abhängigkeit von der Temperatur aufweist, wobei der Abfall mit steigender Temperatur zunehmend schneller erfolgt.

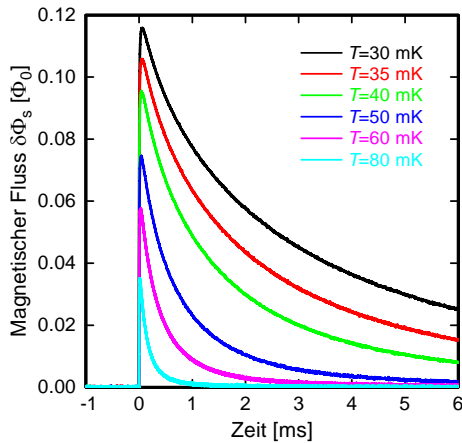


Abb. 6.6: Detektorsignal bei der Absorption eines Röntgenquants mit einer Energie von 5,9 keV für sechs verschiedene Temperaturen auf der Experimentierplattform des Kryostaten und einem Dauerstrom von 30 mA.

Um Aussagen über das Thermalisierungsverhalten treffen zu können, ist es sinnvoll die aus einem Wärmeeintrag resultierenden Pulsantworten des Detektors mathematisch zu parametrisieren. Dazu wird an die Pulse eine Summe von Exponentialfunktionen angefügt, aus denen sich die charakteristischen Zeitkonstanten des Systems ablesen lassen.

Das Abklingverhalten der in dieser Arbeit gemessenen Signale lässt sich quantitativ recht gut durch eine Summe von $n = 3$ Exponentialfunktionen

$$\delta\Phi_s = \sum_{i=1}^n A_i \exp(-t/\tau_i) \quad (6.4)$$

mit den Amplituden A_i und den Zeitkonstanten τ_i beschreiben.

In Abbildung 6.7 sind die zur Beschreibung des Signalabfalls nötigen Parameter, welche durch Anpassung der Gleichung 6.4 an die Pulse ermittelt wurden, für einen Dauerstrom von 30 mA in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen.

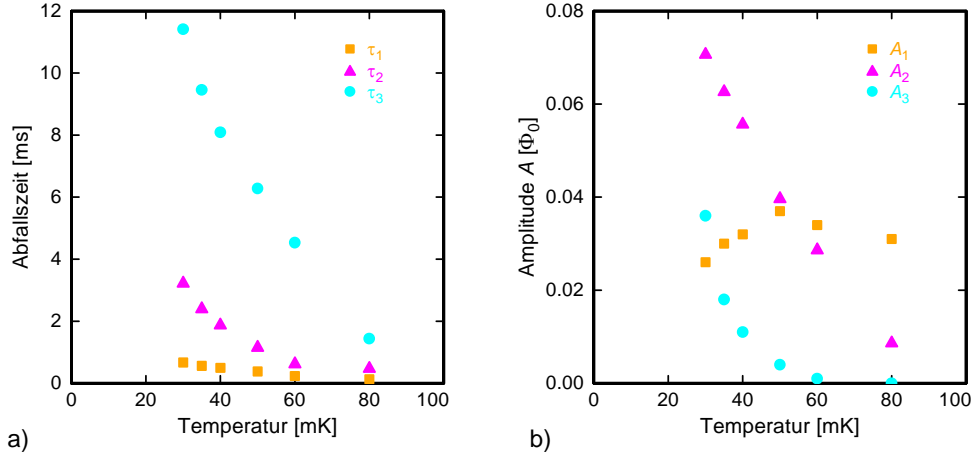


Abb. 6.7: Fitparameter, die für die Beschreibung des Signalabfalls benötigt werden. **a)** Thermische Abfallszeiten τ_1 , τ_2 und τ_3 für einen Dauerstrom von 30 mA in Abhängigkeit von der Temperatur. **b)** Zu den Zeitkonstanten zugehörige Amplituden A_1 , A_2 und A_3 für einen Dauerstrom von 30 mA in Abhängigkeit von der Temperatur.

Der exponentielle Abfall mit der kürzesten Zeitkonstante τ_1 kann dabei der ersten Phase des Relaxations-Prozesses zugeordnet werden, in der die Leitungselektronen und die magnetischen Momente mit dem in Kapitel 3.2.4 erläuterten System der Kernquadrupolmomente von Gold thermalisieren. Das hierzu gehörige Abklingverhalten besitzt für die in der obigen Abbildung dargestellten Pulse bei einem Dauerstrom von 30 mA eine Abfallszeit von etwa $600 \mu\text{s}$ und weist keine erkennbare systematische Temperaturabhängigkeit auf. Dieses Verhalten steht in guter Übereinstimmung mit Beobachtungen, die auch in früheren Messungen gemacht wurden [Kem07][Pie08]. Weiterhin konnte, wie schon zuvor in [Gör01], ein leichter Anstieg der Zeitkonstante τ_1 mit dem Magnetfeld festgestellt werden.

Die zweite und dritte Exponentialfunktion entsprechen dem komplexen Wärmefluss vom Sensor des Detektors zum Wärmebad, das durch den Experimenthalter aus Messing gegeben ist (siehe Kapitel 5.4). Für das hier vorgestellte Kalorimeter erfolgt der Wärmefluss über zwei voneinander getrennte Kanäle, wobei zum einen die Wärme über Phononen transportiert werden kann, die von dem Au:Er-Sensor durch das Saphir-Substrat in den Messinghalter fließen. Die bei diesem ersten Prozess auftretende Thermalisierungsverhalten wird durch den Kapitza-Widerstand und die Kontaktfläche zwischen Sensor und Substrat bestimmt. Der Grenzflächenwiderstand ist dabei eine Folge des akustischen Impedanzunterschieds, der durch die unterschiedlichen Schallgeschwindigkeiten und Dichten der Materialien hervorgerufen wird. Zum anderen besteht ebenfalls noch die Möglichkeit, dass der Sensor über die Leitungselektronen mit dem Wärmebad thermalisiert. Nach Kapitel 4.2 wird dieser elektronische Wärmetransport dabei über einen Au-Thermalisierungssteg, welcher

den Sensor mit dem chipinternen Wärmebad verbindet, und über weiterführende Goldbonddrähte zum Experimenthalter ermöglicht.

Die hieraus resultierenden Zeitkonstanten betragen für die in Abbildung 6.6 gezeigten Pulse bei einer Temperatur von 30 mK jeweils $\tau_2 = 3,2$ ms bzw. $\tau_3 = 11,4$ ms und befinden sich somit im niedrigen ms-Bereich. Desweiteren konnte für die beiden Abfallszeiten τ_2 und τ_3 , im Gegensatz zu der ersten Zeitkonstante τ_1 , neben der bereits erwähnten leichten Magnetfeldabhängigkeit *auch* eine deutliche Abhängigkeit von der Temperatur gefunden werden.

Insgesamt war bei den hier gesehenen Pulsen zu beobachten, dass das Abklingverhalten mit steigender Temperatur zunehmend durch die schnellere der beiden Zeitkonstanten, also τ_2 , dominiert wird. Dieser Sachverhalt wird vor allem in Abbildung 6.7b) deutlich. Wie dort dargestellt, nimmt der Beitrag durch die langsamste Abfallszeit τ_3 mit der Amplitude A_3 der zugehörigen Exponentialfunktion bei $t = 0$ zu höheren Temperaturen hin stark ab und ist im Temperaturbereich $T > 60$ mK bereits vernachlässigbar.

Abschließend sei noch die gute Übereinstimmung angemerkt, die zwischen der Summe aus den drei Exponentialfunktionen und dem zeitlichen Verlauf der aufgenommenen Signale herrscht.

Im Umkehrschluss kann daraus aber auch gefolgert werden, dass hier ein Einfluss der in dem Kapitel 3.3.3 erwähnten und noch teilweise unverstandenen Energieabsorptions-Prozesse innerhalb des supraleitenden Rheniumabsorbers auf das Thermalisierungsverhalten nicht beobachtet werden konnte. Dies war so vor der Durchführung des Experiments nicht zu erwarten, zumal eine Reihe früherer Experimente mit supraleitenden Absorbern deutliche Hinweise für eine weitere sehr lange Thermalisierungszeit lieferten [Cos93]. Als mögliche Ursache hierfür wurde die Erzeugung von langlebigen Quasiteilchen in Betracht gezogen, welche nur langsam wieder rekombinieren, also einen Teil der Energie für einen größeren Zeitraum binden, und somit zu einer zusätzlichen langen Relaxationszeit führen.

Signalanstieg

In den bisher durchgeführten Experimenten mit supraleitenden Absorbern, kamen stets einkristalline Supraleiter zum Einsatz [Hau06][Por07][Hoe08]. Das dort auftretende Anstiegsverhalten wurde entsprechend durch hochenergetische athermische Phononen begründet, die in einem frühen athermischen Stadium der Thermalisierung erzeugt werden, und ballistisch durch den hochreinen Kristall propagieren können [Por07]. Für solche supraleitenden Absorbereinkristalle findet also nach dieser Hypothese, neben einem geringen Wärmefluss durch Diffusion, hauptsächlich ein direkter Wärmetransport vom Ort der Absorption des Röntgenquants zum Sensor statt.

Da es sich in der hier vorliegenden Arbeit bei dem verwendeten Absorber allerdings um eine polykristalline Folie handelte, wird davon ausgegangen, dass der hier beobachtete Anstieg der Signale ausschließlich auf einer diffusiven Wärmeausbreitung im Rheniumabsorber und der thermischen Kopplung zwischen Sensor und Absorber beruht.

Abbildung 6.8 zeigt den für diesen Aufbau mit polykristallinem Absorber gemessenen zeitlichen Verlauf des magnetischen Flusses innerhalb des SQUIDs im Bereich des Anstiegs des Detektorsignals. Analog zum zuvor diskutierten Signalabfall handelt es sich hier ebenfalls um Einzelpulse, die durch die Absorption eines Röntgenquants mit der Energie von 5,9 keV verursacht wurden. Die Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten wurde von 30 mK bis 80 mK variiert und in die mäanderförmige Detektionsspule war ein Dauerstrom von 30 mA eingefroren.

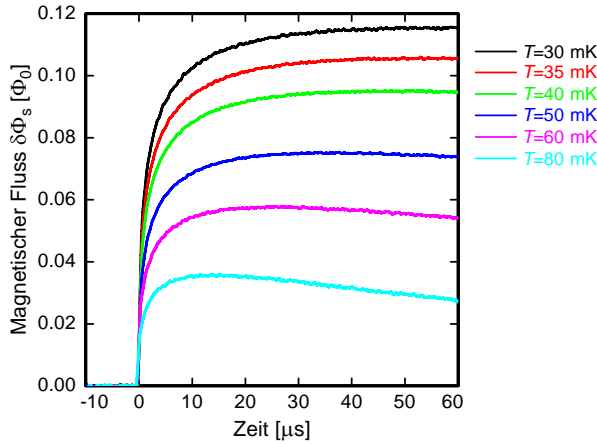


Abb. 6.8: Anstieg des Detektorsignals (hervorgerufen durch die Absorption eines 5,9 keV-Röntgenquants) bei einem Dauerstrom von 30 mA und für sechs verschiedene Temperaturen auf der Experimentierplattform des Kryostaten.

Eine mathematische Parametrisierung des Pulsanstiegs gestaltete sich für die hier gemessenen Signale zunächst recht schwierig. Zwar ist es möglich jeden beliebigen Kurvenverlauf mit einer hinreichend großen Anzahl an Exponentialfunktionen zu fitten, jedoch stellt sich bei einer solchen Herangehensweise die Frage nach dem Nutzen, da für eine sinnvolle Interpretation der Daten die einzelnen eingehenden mathematischen Faktoren auch physikalisch motiviert bzw. verstanden sein müssen. Ein Versuch den Anstieg der Pulse mit maximal zwei Exponentialfunktionen zu beschreiben, die entsprechend durch die diffusive Wärmeausbreitung und die Ankopplung des Absorbers zum Sensor begründet werden könnten, verlief erfolglos². Die größten Abweichungen zwischen dem angepassten Fit und dem gemessenen Signalverlauf traten dabei im Temperaturbereich unter 50 mK auf.

Um dennoch den Signalanstieg mathematisch parametrisieren zu können, wurde nach einem neuen Ansatz gesucht, der die Diffusions-Prozesse innerhalb des Absorbers besser zu beschreiben vermag. Es stellte sich dabei heraus, dass das Anstiegsverhalten der hier aufgezeichneten Pulse qualitativ sehr gut mit Hilfe der Relation

$$s(t) = A_0 \exp\left(\sqrt{-t/\tau_0}\right) \quad (6.5)$$

durch nur eine einzige Exponentialfunktion ausgedrückt werden konnte, wobei A_0 die Amplitude und τ_0 die Zeitkonstante des Anstiegs bezeichnen. Aufgrund der zusätzlichen Wurzel im Exponenten verläuft der Anstieg der Fitkurve nun im oberen Bereich des Pulses etwas flacher, wodurch eine überzeugende Übereinstimmung zum

²Bei der Fitroutine wurde hier auch das Abklingverhalten der Signale mit berücksichtigt.

gemessenen Signalverlauf erzielt wird. Eine mögliche qualitative Erklärung bzw. Motivation für diesen mathematischen Ausdruck könnte durch die in dem polykristallinen Absorber enthaltenen Defekte gegeben werden. Hierbei wird vermutet, dass die Störstellen den diffusiven Wärmetransport innerhalb des Absorbers behindern und somit den Anstieg abbremsen.

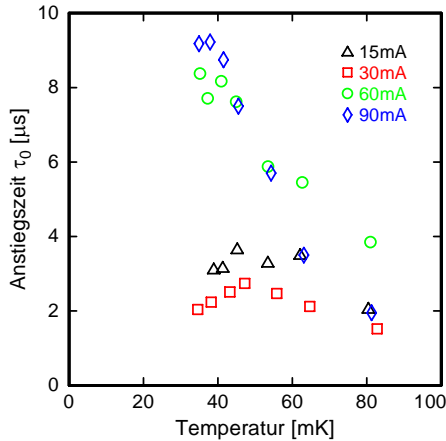


Abb. 6.9: Anstiegszeit τ_0 in Abhängigkeit von der Temperatur. Die verschiedenen Symbole bezeichnen die vier unterschiedlichen Dauerströme von 15 mA, 30 mA, 60 mA und 90 mA die in die mäanderförmige Detektionsspule eingepägt wurden.

In Abbildung 6.9 sind die Anstiegszeiten τ_0 des Detektorsignals, die sich gemäß der Gleichung 6.5 aus dem angepassten Kurvenverlauf des Fits ergeben, für verschiedene Temperaturen und Dauerströme zu sehen. Auffällig ist hier vor allem der stark unterschiedliche Temperaturverlauf in Abhängigkeit vom Magnetfeld bzw. vom präparierten Dauerstrom. Während für die vergleichsweise kleinen Ströme (15 mA und 30 mA) keine erkennbare Temperaturabhängigkeit von τ_0 beobachtet werden kann, wird die Zeitkonstante bei den größeren Strömen (60 mA und 90 mA) jedoch deutlich durch die Temperatur des Detektors beeinflusst. Dieser Einfluss äußert sich dabei in einem Abfall der Anstiegszeiten zu höheren Temperaturen hin. In gleicher Weise bemerkenswert sind die hieraus resultierenden gemessenen Werte für die Anstiegszeiten, die sich im tieferen Temperaturbereich für die eingefrorenen Dauerströme stark voneinander unterscheiden. Entsprechend lässt sich aus der Abbildung für $I_0 = 15$ mA und 30 mA ein nahezu temperaturunabhängiger Wert von $\tau_0 = (2,6 \pm 0,6) \mu$ s ablesen, für $I_0 = 60$ mA und 90 mA nimmt τ_0 bei einer Temperatur von 40 mK hingegen einen ca. dreimal größeren maximalen Wert von um die 9μ s an. Woraus sich diese offensichtliche Magnetfeldabhängigkeit der Zeitkonstante im Anstieg des Detektorsignals ergibt, ist noch nicht völlig verstanden, könnte aber eventuell dadurch erklärt werden, dass die Wärmekapazität C_Z des Zeeman-Systems des Sensors nach Gleichung 3.8 mit dem Magnetfeld zunimmt. Beachtet man zusätzlich noch Gleichung 3.37, die die Anstiegszeit τ_0 und die Wärmekapazität C_Z miteinander in Beziehung setzt, so wird ein möglicher Zusammenhang verständlich. Ebenfalls denkbar wäre auch, dass das Magnetfeld, welches durch einen Dauerstrom innerhalb der Detektionsspule erzeugt wird, die Eigenschaften des supraleitenden Rheniumabsorbers und damit auch dessen Thermalisierungsverhalten beeinflusst.

Zum Ende dieses Abschnitts soll noch die hier erreichte Größenordnung für die Zeitkonstante τ_0 hervorgehoben werden. In Kapitel 2.3 wurde erläutert, wie wichtig

es für die Bestimmung der Neutrinomasse aus dem Endpunkt des β -Spektrums ist, die Anstiegszeiten des Detektors zu minimieren, um so den Effekt durch nicht diskriminierbare „Pile-Up“-Ereignisse zu reduzieren. Dafür wurde in dieser Arbeit erstmals ein metallischer Kontakt zwischen Absorber und Sensor mittels der Methode des Diffusionsschweißens erzeugt. Die hieraus resultierenden Anstiegszeiten im Bereich von 3-9 μs sind sehr viel kürzer als in den zuvor unternommenen Experimenten mit Rheniumabsorbern, bei denen bisher für den Anstieg des Signals die schnellsten erzielten Werte ca. 80 μs betragen [Hoe08] und somit etwa zehn mal größer waren.

6.3.3 Wärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad

Eine für die Analyse der Detektoreigenschaften zentrale Größe ist die Wärmeleitfähigkeit zwischen dem Au:Er-Sensor und dem Wärmebad, das durch den Messinghalter gebildet wird. Im vorherigen Abschnitt 6.3.2 wurde diesbezüglich bei der Diskussion des Abklingverhaltens des Detektorsignals bereits erwähnt, dass der Wärmefluss ausgehend vom Sensor über zwei getrennte Transportkanäle abläuft. Der erste mögliche Transportkanal, welcher von den Phononen getragen wird, sollte dabei durch den Kapitza-Widerstand an der Grenzfläche zwischen dem Au:Er-Sensor und dem Saphir-Substrat bestimmt werden und führt zu einer erwarteten Wärmeleitfähigkeit G_{ph} , die zu hohen Temperaturen hin proportional zu T^3 ansteigt. Desweiteren kann der Temperatursensor auch über die Leitungselektronen durch den Thermalisierungsteg, dem chipinternen Gold-Wärmebad und die Goldbonddrähte zum Experimenthalter thermalisieren. Die hierzu gehörige Wärmeleitfähigkeit G_{el} besitzt eine lineare Proportionalität zur Temperatur. Insgesamt ist die theoretisch erwartete Gesamtwärmeleitfähigkeit des Detektors somit gegeben durch:

$$G_{\text{ges, theo}} = G_{\text{el}} + G_{\text{ph}} = g_{\text{el}}T + g_{\text{ph}}AT^3, \quad (6.6)$$

wobei A die Sensorfläche und g_{el} bzw. g_{ph} jeweils konstante Vorfaktoren bezeichnen.

Um diesen theoretischen Temperaturverlauf mit den Eigenschaften des hier vorliegenden Detektors zu vergleichen, kann die Gesamtwärmeleitfähigkeit zwischen Sensor und Wärmebad aus den gemessenen Signalformen über

$$G_{\text{ges, exp}} = \frac{\delta E}{\int \delta T(t) dt} = \frac{\delta E}{\int \delta \Phi_s(t) dt} \frac{\partial \Phi_s}{\partial T} \quad (6.7)$$

experimentell ermittelt werden. Hierbei geben δE den Energieeintrag, $\delta T(t)$ die Temperaturänderung des Sensors in Abhängigkeit von der Zeit und $\delta \Phi_s$ den magnetischen Fluss innerhalb des SQUID-Magnetometers an.

In Abbildung 6.10 ist die aus den Detektorpulsen berechnete Gesamtwärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der korrigierten Detektortemperatur für drei verschiedene Dauerströme dargestellt. Wie man erkennen kann, nimmt die Wärmeleitfähigkeit mit steigender Temperatur zu. Ebenfalls mit eingezeichnet ist der für $G_{\text{ges, theo}}$ (Gleichung 6.6) bestimmte theoretische Temperaturverlauf. Der Vorfaktor des linearen Summanden lässt sich leicht über das Wiedemann-Franz-Gesetz und den elektrischen Restwiderstand von Au unter Berücksichtigung der Geometrie der Thermo-

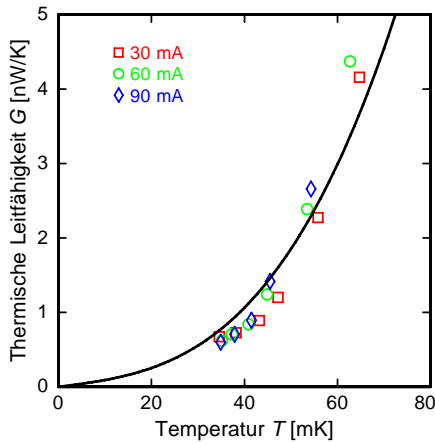


Abb. 6.10: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur. Die aus der Signalform berechneten Werte sind für drei verschiedene Dauerströme durch Symbole dargestellt. Die schwarze durchgezogene Linie gibt die theoretische Erwartung für die Gesamtwärmeleitfähigkeit G_{ges} wieder.

lisierungsstrukturen abschätzen. Für die Berechnung der Theoriekurve wurde entsprechend ein Wert von $g_{\text{el}} = 8 \text{ nWK}^{-2}$ verwendet. Desweiteren kann der Vorfaktor des kubischen Terms mit Hilfe der Fitroutine an die gegebenen Messdaten angepasst werden. Die so erhaltene Summe aus den beiden Beiträgen mit einer T - und einer T^3 -Abhängigkeit ermöglicht eine recht gute Beschreibung der gemessenen Daten, wobei für den variablen Parameter $g_{\text{ph}}A$ ein Wert von $11,62 \pm 0,58 \mu\text{WK}^{-4}$ gefunden wurde. Da die phononische Wärmeleitfähigkeit über den Kapitza-Widerstand mit der Kontaktfläche zwischen Sensor und Substrat skaliert ist es sinnvoll, die von der Fläche A des Sensors unabhängige Größe $g_{\text{ph}} = 194 \pm 10 \text{ WK}^{-4}\text{m}^{-2}$ zu betrachten. Im Vergleich mit dem in [For93] aufgelisteten Wert von $527 \text{ WK}^{-4}\text{m}^{-2}$ für eine Verbindung zwischen Gold und Saphir ist der hier gemessene Koeffizient aber in etwa um einen Faktor drei kleiner. Abweichungen zu den Literaturangaben, auch in dieser Größenordnung, wurden bereits in anderen Arbeiten festgestellt [Pie08][Bur08] und sind insofern nicht besonders verwunderlich. Oft werden die unterschiedlichen Kapitza-Widerstände dabei durch im Detail leicht voneinander abweichende Grenzflächenstrukturen begründet [Swa89]. Für den vorliegenden Fall ist die Grenzfläche sogar recht kompliziert strukturiert, da der Au:Er-Sensor und die Saphir-Oberfläche durch eine dünne SiO_2 -Schicht und die mäanderförmige Detektionsspule aus Niob voneinander getrennt sind.

Ferner konnte beobachtet werden, dass der Verlauf der Wärmeleitfähigkeit im Bereich der höheren Temperaturen durch den Ausdruck $G \simeq C/\tau_2$ gegeben ist. Hierbei spiegelt τ_2 eine der Thermalisierungszeiten des Sensors mit dem Wärmebad wider und C bezeichnet die Gesamtwärmekapazität des Detektors. Dieser Zusammenhang steht dabei in guter Übereinstimmung mit dem im Abschnitt 6.3.2 diskutierten Abklingverhalten des Detektors, welches im hohen Temperaturbereich ausschließlich durch den zu der Relaxationszeit τ_2 gehörenden Beitrag bestimmt wird.

6.3.4 Signalhöhe und Wärmekapazität

Die Flussänderung $\delta\Phi_s$ im SQUID, die durch die Absorption eines Röntgenquants der Energie δE (hier 5,9 keV) erzeugt wird, ist nach den Kapiteln 3.4.2 und 3.4.3

nicht nur von der Detektorgeometrie und dem Temperaturverlauf der Magnetisierung, sondern auch von der Gesamtwärmekapazität C_{tot} des Detektors abhängig. Da in der hier vorliegenden Arbeit ein Absorber verwendet wurde, ist die Gesamtwärmekapazität des Kalorimeters dabei durch die Wärmekapazitäten des paramagnetischen Au:Er-Sensors und der aufgeschweißten Rhenium-Folie gegeben. Gemäß Gleichung 3.31 ist die Größe C_{tot} darüber hinaus direkt mit der experimentell bestimmbaren Signalgröße pro Energieeintrag $\delta\Phi_s/\delta E$ verbunden. Somit kann eine Analyse der gemessenen Pulshöhen auch für eine Bestimmung der Wärmekapazitäten des Detektors verwendet werden.

Abbildung 6.11 zeigt als Symbole das Ergebnis der Messung der Signalgröße des Detektors für verschiedene Temperaturen und vier unterschiedliche eingefrorene Dauerströme $I_0 = 15 \text{ mA}$, 30 mA , 60 mA bzw. 90 mA . Der Wert für die auf die Energie normierte Flussänderung $\delta\Phi_s/\delta E$ im SQUID wurde dabei aus dem auf $t = 0$ extrapolierten Maximum der zu den K_α -Photonen gehörenden Pulsen bestimmt. Um zu berücksichtigen, dass der Detektor bei tiefen Temperaturen nicht mehr der Badtemperatur folgen kann, wurden die Messdaten zusätzlich hinsichtlich ihrer Temperatur korrigiert. Die numerisch simulierten Temperaturabhängigkeiten der Signalgröße sind ebenfalls in der Abbildung 6.11 für die verschiedenen Dauerströme mit eingetragen und als durchgezogene Linien dargestellt. In diese Berechnungen fließt dabei neben dem Magnetisierungsverlauf aus Abschnitt 6.2, bei dem sowohl das einfache paramagnetische Verhalten der Er^{+3} -Ionen, als auch die Dipol-Dipol- und RKKY-Wechselwirkung zwischen den Er^{+3} -Ionen berücksichtigt wurde, auch die theoretisch berechnete Gesamtwärmekapazität des Detektors mit ein.

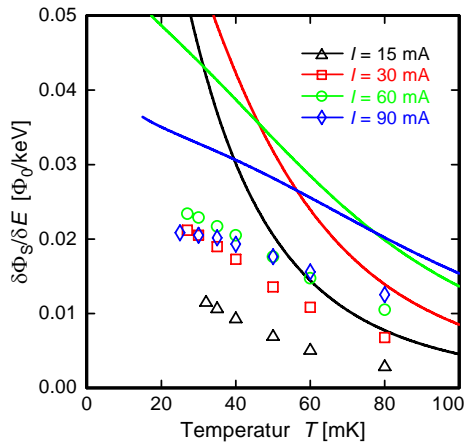


Abb. 6.11: Signalgröße $\delta\Phi_s/\delta E$ als Funktion von der Temperatur für vier verschiedene Dauerströme. Die Symbole zeigen jeweils die gemessenen Daten, die durchgezogenen Linien die theoretische Erwartung (für $x = 240 \text{ ppm}$).

Ein Vergleich zwischen Theorie und Experiment zeigt offensichtliche Unterschiede. Allgemein liegt die experimentell bestimmte Pulshöhe im gesamten gemessenen Temperaturbereich deutlich unterhalb der vorhergesagten Theoriekurven. Bei einer Temperatur von 50 mK sind die Signale dabei teilweise um mehr als 50% kleiner als von der Simulation erwartet. Zu tiefen Temperaturen hin nimmt diese Abweichung, vor allem für die beiden kleineren Dauerströme von 15 mA und 30 mA , sogar noch weiter zu. Da das Magnetisierungsverhalten des Detektors und die Energie der von der ^{55}Fe -Quelle emittierten Photonen sehr gut bekannt sind, bleibt als Erklärung für

die verringerte Signalgröße lediglich die Gesamtwärmekapazität C_{tot} des Kalorimeters als einziger noch offener Parameter übrig.

Für eine genauere Betrachtung der Abweichungen bezüglich der im Detektor enthaltenen Wärmekapazitäten kann die Gesamtwärmekapazität C_{tot} nach Gleichung 3.2 mit Hilfe des Ausdrucks

$$C_{\text{tot}} = \frac{E}{\delta T} = \frac{E}{\delta \Phi_s} \frac{\partial \Phi_s}{\partial T} \quad (6.8)$$

bei bekannter Signalhöhe $\delta \Phi_s$ mit Hilfe des Magnetisierungsverlaufs $\partial \Phi_s / \partial T$ ermittelt werden. Als Ergebnis dieser Berechnung sind in Abbildung 6.12a) sowohl der Verlauf der numerischen Simulationen als auch die aus den Messungen erhaltenen Gesamtwärmekapazitäten des Detektors für die vier Dauerströme in Abhängigkeit von der korrigierten Temperatur abgebildet. Wie man sehen kann weichen die Messdaten für alle Temperaturen und Dauerströme stark von den theoretischen Vorhersagen ab und liegen stets oberhalb der erwarteten Kurven, was auf eine zusätzliche im Detektor vorhandene Wärmekapazität hindeutet.

Diese zusätzliche Wärmekapazität C_{zus} wurde in einem nächsten Schritt explizit aus der Differenz zwischen den gemessenen und den theoretischen Werten ermittelt und ist in Abbildung 6.12b) ebenfalls als Funktion der korrigierten Temperatur dargestellt. In dieser Darstellung erkennt man, dass sich die zusätzliche Wärmekapazität bei $T > 50$ mK annähernd temperaturunabhängig verhält und einen nahezu konstanten Wert von 1,4 pJ/K annimmt, während für $T < 50$ mK ein zunehmender Anstieg von C_{zus} zu tiefen Temperaturen hin erfolgt. Diesbezüglich konnte für die tiefste aufgenommene Temperatur, bei der der Detektor auf $T_{\text{sens}} = 35$ mK abgekühlt war, ein

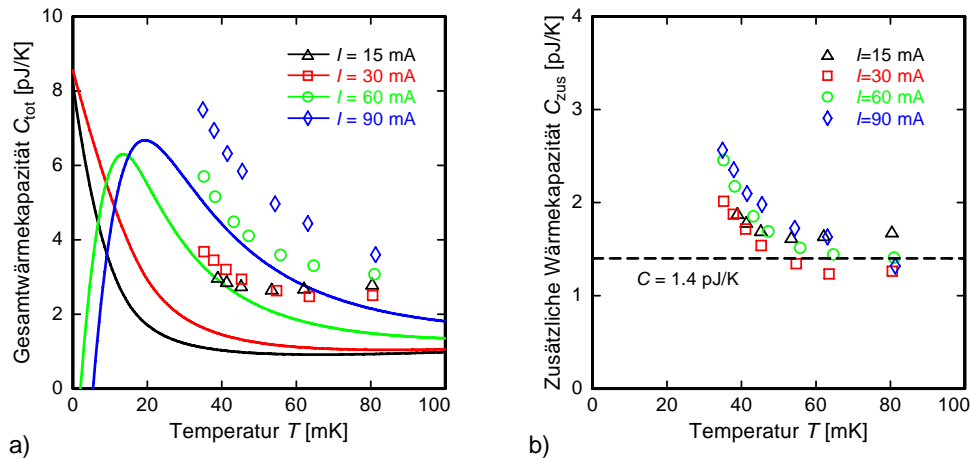


Abb. 6.12: a) Vergleich zwischen der gemessenen (Symbole) und der theoretisch berechneten (durchgezogene Linien) Gesamtwärmekapazität C_{tot} des Detektors als Funktion der Temperatur für vier verschiedene Dauerströme. b) Zusätzliche Wärmekapazität C_{zus} , die sich aus der Differenz zwischen den experimentellen und den theoretischen Werten ergibt, als Funktion der Temperatur. Die gestrichelte Linie markiert die zusätzliche Wärmekapazität die im Bereich hoher Temperaturen gefunden wurde.

maximaler Wert von $C_{\text{zus}} \approx 2,5 \text{ pJ/K}$ gefunden werden. Eine eindeutige Abhängigkeit der zusätzlichen Wärmekapazität von dem in die Detektionsspule eingepprägten Strom I_0 lässt sich im Rahmen der hier durchgeführten Messungen nicht klar feststellen. Jedoch scheinen die größeren Dauerströme tendenziell auch mit einer geringfügig größeren zusätzlichen Wärmekapazität in Verbindung zu stehen (eine Ausnahme bilden hier die Messdaten für $I_0 = 15 \text{ mA}$).

Eine solche reduzierte Größe des Signals bzw. erhöhte Wärmekapazität des Detektors wurde auch schon in früheren Messungen an magnetischen Kalorimetern mit supraleitendem Rheniumabsorber festgestellt und ist deshalb nicht allzu überraschend. In [Por07] wird dabei die Vermutung angestellt, dass die Eigenschaften des dort verwendeten Sensors, der aus Au:Er-Vollmaterial bestand, theoretisch sehr gut verstanden sind. Um die auftretenden Diskrepanzen dennoch erklären zu können, müssten die zusätzlichen Wärmekapazitäten also ausschließlich auf den Rheniumabsorber zurückzuführen sein. Basierend auf einem in [Por07] angenommenen thermischen Modell, welches die Thermalisierung eines Kalorimeters mit supraleitenden Absorber nach der Absorption eines Teilchens beschreiben soll, konnte dem damals verwendeten $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$ großen Rheniumabsorber eine temperaturunabhängige Wärmekapazität in der Größenordnung von 3 pJ/K zugewiesen werden. Dies unterscheidet sich klar von dem in der hier vorliegenden Arbeit beobachteten Verhalten der Wärmekapazität, die zu tiefen Temperaturen hin zunimmt und somit eine ausgeprägte Temperaturabhängigkeit aufweist. Woraus der auftretende Temperaturverlauf der Wärmekapazität resultiert, ist jedoch noch nicht vollständig verstanden.

Möglicherweise liegt die Ursache in dem bisher noch nicht berücksichtigten Sensor, der bei dem hier diskutierten Detektor, anders als in der oben zitierten Arbeit, vollständig mikrostrukturiert wurde. Als Argument könnte dabei wieder das bereits erwähnte Herstellungsverfahren des Sensors herangezogen werden. Wie zuvor im Abschnitt 6.2 zur Magnetisierungsmessung beschrieben, erfolgte die Strukturierung über sehr viele Schichten aus Au und Au:Er. Es ist also nicht auszuschließen, dass das hieraus hervorgehende Wechselwirkungsverhalten von der theoretischen Annahme einer homogenen Erbium-Verteilung abweicht. Hierzu durchgeführte Simulationsrechnungen zeigten jedoch keine nennenswerten Unterschiede für die Wärmekapazität des Sensors. Um ein Zahlenbeispiel zu nennen sei erwähnt, dass die berechneten Korrekturen für die Signalhöhen bzw. für die Wärmekapazitäten unter Berücksichtigung der geschichteten Struktur des Sensors im Schnitt weniger als 10 % betragen. Damit können die hier auferetenden Unterschiede von teilweise mehr als 50 % offensichtlich nicht erklärt werden.

Desweiteren sind die Auswirkungen der zur Deposition des Sensors genutzten Kathodenzerstäubung auf die Eigenschaften der Au:Er-Legierung ebenfalls noch nicht restlos geklärt. So weisen zum Beispiel gesputterte Goldschichten generell ein schlechtes Restwiderstandsverhältnis auf. Dies würde für eine verhältnismäßig große Dichte an Störstellen bzw. Defekten innerhalb des Materials sprechen, die wiederum eventuell eine zusätzliche Wärmekapazität bewirken könnten [Pab08].

Damit die tatsächliche Ursache für diesen nicht erwarteten Beitrag zur Wärmeka-

pazität bestimmt werden kann, sind allerdings noch weitere Experimente notwendig. Um den beiden hier möglichen Quellen, also dem Sensor und dem Rheniumabsorber, einen jeweiligen Anteil an der zusätzlichen Wärmekapazität zuordnen zu können, wäre es sicherlich hilfreich den Detektor-Chip auch ohne den supraleitenden Absorber zu untersuchen. Hierbei sollte der Chip am Besten einmal mit einer dem Diffusionsschweiß-Prozess ähnlichen Wärmebehandlung und einmal ohne diese charakterisiert werden.

6.4 Rauschen bei tiefen Temperaturen

In den Kapiteln 3.5 und 5.2.3 wurden die für ein magnetisches Kalorimeter erwarteten Rauschbeiträge zusammengefasst und erläutert. Die Energieauflösung wird dabei hauptsächlich durch drei Rauschquellen beeinträchtigt. Neben den thermodynamischen Energiefluktuationen zwischen den Subsystemen des Detektors zählen hierzu das $1/f$ -Rauschen der Erbium-Ionen und das Flussrauschen des zweistufigen SQUID-Magnetometers. Das Flussrauschen des Magnetometers setzt sich dabei sowohl aus einem weißen, als auch einem frequenzabhängigen Anteil zusammen und beinhaltet das intrinsische Rauschen des Detektor-SQUIDs und des Verstärker-SQUID-Arrays, das Rauschen der Elektronik bei Raumtemperatur sowie das thermische Stromrauschen des Widerstandes R_g .

Da der Sensor des Detektor-Chips aus einer metallischen Au:Er-Legierung besteht und die anderen Komponenten des Detektor-Aufbaus nach Kapitel 5.4 auf einem Messinghalter aufgeklebt sind, stellt das magnetische Johnson-Rauschen natürlich einen weiteren potenziellen Beitrag zum Gesamtrauschen dar. Nach Gleichung 3.42 konnte das vom Sensor verursachte Johnson-Rauschen in der mäanderförmigen Detektionsspule bei einer Temperatur von 50 mK auf $\sqrt{S_{\Phi, J, \text{sens}}} \approx 0,5 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ abgeschätzt werden. Um daraus den tatsächlichen Anteil am magnetischen Flussrauschen im SQUID zu erhalten, muss dieser Wert zusätzlich mit dem Kopplungsfaktor $\delta\Phi_S/\delta\Phi = 0,048$ aus Kapitel 3.4.3 multipliziert werden. Der Beitrag des magnetischen Johnson-Rauschens des Sensors am Gesamtrauschen ergibt sich somit zu $0,02 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$. Wie sich im Verlauf dieses Abschnitts noch zeigen wird, ist dieser Rauschanteil im Vergleich zu den anderen Rauschquellen sehr klein und kann von daher vernachlässigt werden. Das magnetische Johnson-Rauschen des ca. 2,5 mm dicken Experimenthalters im 430 μm -Abstand von der Detektionsspule konnte aufgrund des gewählten Haltermaterials (Messing) reduziert werden (siehe Abschnitt 5.4) und ist ebenfalls so gering, dass der hieraus resultierende Beitrag zum Gesamtrauschen nicht berücksichtigt werden muss.

Im Folgenden soll nun das während der Messungen beobachtete magnetische Flussrauschen diskutiert und mit den theoretisch vorhergesagten Rauschanteilen verglichen werden. Abbildung 6.13 zeigt die gemessene spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens des Detektors mit einem eingefrorenen Dauerstrom von $I_0 = 30 \text{ mA}$ innerhalb der Detektionsspule. Die Temperatur der Experimentierplattform des Kryostaten lag bei 25 mK, wodurch der Sensor gemäß der Abbildung 6.2b) eine Temperatur von 34 mK hatte. Um das Spektrum zu erhalten, wurden die Ruhesi-

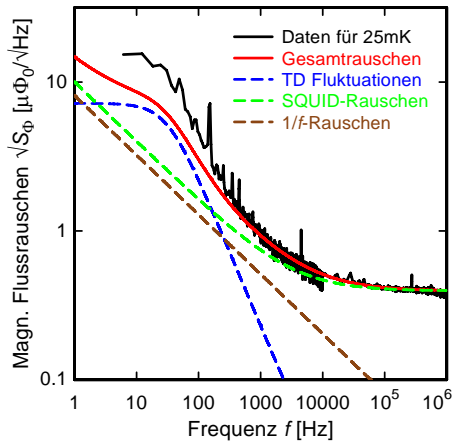


Abb. 6.13: Spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens im primären SQUID bei einer Temperatur von 25 mK und einem eingepprägten Dauerstrom von 30 mA. Die schwarze durchgezogene Linie gibt das gemessene Rauschspektrum und die rote durchgezogene Linie das theoretisch berechnete Gesamtrauschen an. Die gestrichelten Linien bezeichnen die theoretisch erwarteten Einzelbeiträge der drei wesentlichen Rauschquellen des Detektors.

gnale des Detektors, d.h. diejenigen Signale, die wie in Kapitel 5.5 beschrieben nicht einen angegebenen Schwellenwert überschreiten, in verschiedenen großen Zeitfenstern aufgenommen und anschließend fouriertransformiert. Damit der gesamte Frequenzbereich des Spektrums von 1 Hz bis etwa 1 MHz abgedeckt werden konnte, waren zwei Zeitfenster mit den Längen $\Delta t = 0,8$ ms und 163,8 ms nötig³. Weiterhin sind in der obigen Abbildung zu dem gemessenen Rauschspektrum auch die für den hier verwendeten Aufbau theoretisch berechneten Einzelbeiträge der drei wesentlichen Rauschquellen und das daraus erwartete Gesamtrauschen mit eingezeichnet.

Ausgehend vom Bereich der hohen Frequenzen erkennt man zwischen 10 kHz und 1 MHz ein Plateau, bei dem das Rauschen einen Wert von $0,38 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ annimmt und das hauptsächlich von dem weißen Rauschanteil des SQUID-Magnetometers dominiert wird. Betrachtet man dies im Zusammenhang mit dem in Kapitel 5.2.5 angegebenen frequenzunabhängigen Rauschniveau des SQUIDs, das bei einer Temperatur von 16 mK etwa $0,35 \mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}$ beträgt⁴, so ergibt sich eine gute Übereinstimmung.

Für Frequenzen unterhalb von 10 kHz bestimmen mit dem frequenzabhängigen Rauschen des SQUIDs und der Erbium-Ionen, zunehmend auch andere Beiträge den generellen Verlauf des Spektrums, wodurch ein Anstieg zu kleinen Frequenzen hin verursacht wird. Der theoretische Rauschanteil der Erbium-Ionen wurde dabei mit Hilfe der Gleichung 3.43 ermittelt. Wird die so berechnete Kurve an die Messdaten angepasst, so findet man die beste Übereinstimmung für eine Proportionalität von $\sqrt{S_{\Phi, \text{Er}}} \propto 1/f^{0.80}$. Eine vergleichbare Frequenzabhängigkeit, die schwächer ist als die eigentlich erwartete $1/f$ -Abhängigkeit, wurde auch schon in anderen Arbeiten gefunden [Bur08][Pie08][Pab08], konnte aber noch nicht erklärt werden. Eine mögliche Ursache könnte in der gewählten planaren Geometrie oder aber in der Herstellung

³ Dies lässt sich dadurch erklären, dass die kleinste Frequenz, die man aus der Fouriertransformation des Zeitfensters erhalten kann, limitiert ist durch $f_{\text{min}} = 1/\Delta t$. Andererseits ist die höchste erreichbare Frequenz gleichzeitig durch das Nyquist-Shannon-Theorem auf $f_{\text{max}} = 1/(2\Delta t)$ begrenzt [Sha49], was somit für den hier benötigten Frequenzbereich mehrere Zeitfenster erforderlich machte.

⁴Der Rauschwert stammt aus einer Charakterisierungsmessung des C4X114W SQUID-Chips vom November 2009.

der Sensoren liegen, die in den hier betreffenden Arbeiten mittels der Kathodenzerstäubung aufgebracht wurden.

Unterhalb einer Frequenz von etwa 100 Hz wird die Form des magnetischen Flussspektrums durch die thermodynamischen Energiefluktuationen beeinflusst, deren Beitrag über die Gleichung 3.36 in die theoretischen Berechnungen eingeht. Die hierfür wichtigen charakteristischen Anstiegs- und Abfallszeiten wurden aus der Form der bei einem Dauerstrom von 30 mA und einer Wärmebadtemperatur von 25 mK erhaltenen Signale zu $\tau_1 = 5$ ms bzw. $\tau_0 = 1$ μ s abgelesen.

Betrachtet man die inkohärente Summe der verschiedenen theoretisch vorhergesagten Rauschanteile in Abhängigkeit von der Frequenz, so erkennt man in Abbildung 6.13, dass die Berechnungen das gemessene Rauschspektrum insgesamt recht gut beschreiben. Lediglich für Frequenzen kleiner als etwa 100 Hz treten Abweichungen auf, wobei die experimentellen Daten leicht oberhalb des erwarteten Verlaufs liegen. Diese Differenz könnte dabei u.a. durch pulsförmige Schwankungen der Sensor- bzw. der Detektortemperatur erzeugt werden. Ebenfalls denkbar wäre auch ein bei der Aufnahme des Rauschspektrums zu hoch eingestellter Schwellenwert, so dass neben den Ruhesignalen auch noch kleine, durch die Photonen hervorgerufene, pulsförmige Signale aufgezeichnet wurden. In einem solchen Fall würden die kleinen mitgemessenen Pulse entsprechend der Fouriertransformierten der Pulsform besonders den niederfrequenten Bereich des Spektrums stark beeinflussen und dort einen Anstieg des Rauschniveaus bewirken.

6.5 Energieauflösung des Detektors

Neben den bisher vorgestellten Messungen, die zur Charakterisierung des in Kapitel 5.4 beschriebenen Detektoraufbaus durchgeführt wurden, stellt die erreichbare Energieauflösung eine der wohl wichtigsten Eigenschaften des Kalorimeters dar. Um diese zu ermitteln und das Potential des Detektors zu bestimmen, wurde ein Spektrum der im Kapitel 5.4.3 beschriebenen ^{55}Fe -Röntgenquelle aufgenommen. Zum Zeitpunkt der Messung hatte die Experimentierplattform des Kryostaten eine Temperatur von 35 mK und der in die mäanderförmige Detektionsspule eingeprägte Dauerstrom betrug 30 mA. Insgesamt wurde das Spektrum aus 23000 Einzelereignissen und 2300 sogenannten Ruhesignalen gewonnen, denen mit Hilfe der in den Abschnitten 5.5 und 6.3.1 beschriebenen Methode der Abweichungsquadrate eine relative Amplitude zugeordnet werden konnte. Für die Kalibrierung der Energieskala dienten jeweils Ereignisse, die der K_α -Linie von Mangan bei 5,9 keV entsprachen.

Nun wurde bereits in Abschnitt 6.3.1 auf die starken Variationen der Pulsformen hingewiesen, die vor allem im Anstieg und zu Beginn des Abfalls des Signals beobachtet wurden. Als ein möglicher Grund hierfür wurde die Positionsabhängigkeit der Pulsantworten des Detektors vom Ort der Absorption der Röntgenquanten innerhalb des Rheniumabsorbers genannt. Es wurde ebenfalls gezeigt, dass sich dieser Effekt bei einer Analyse der maximalen Signalhöhe signifikant auf die Energieauflösung des Kalorimeters auswirken und zu einer drastischen Verschlechterung des erreichbaren Wertes führen würde. Zur Erinnerung: eine auf dieser Basis durchgeführte Auswer-

tung ergab eine Auflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 806 \text{ eV}$.

Um die Unterschiede im zeitlichen Verlauf der betrachteten Signale besser einschätzen zu können, wurde in Abbildung 6.5 weiterhin die Standardabweichung $\sigma(t)$ der verschiedenen Einzelsignale für eine Temperatur von 30 mK und einen Dauerstrom 30 mA betrachtet. Hieraus konnte geschlussfolgert werden, dass die Signalformvariationen lediglich in den ersten 1-2 ms auftreten und die Pulse anschließend wieder einen sehr ähnlichen Verlauf annehmen. Es ist somit also möglich durch eine geschickte Auswertung der Messdaten die Positionsabhängigkeit des Detektors deutlich zu verringern. Dies kann erreicht werden, indem man in dem Algorithmus, der jedem pulsartigen Detektorsignal durch einen Vergleich mit dem Referenzpuls eine Energie zuweist, ein gewichtetes Zeitintervall auswählt, welches den Signalanstieg und den Beginn des Signalabfalls ausblendet. Dabei ist es wichtig das Zeitfenster gleichzeitig nur soweit einzuschränken, dass das Signal-zu-Rauschen Verhältnis, über das die Energieauflösung nach Gleichung 3.47 definiert ist, möglichst maximiert wird.

In Abbildung 6.14a) ist, als Ergebnis einer solchen gewichteten Energiezuordnung, das Energiespektrum der K_{α} -Linie dargestellt, das mit dem im Rahmen dieser Arbeit diskutierten magnetischen Kalorimeter aufgenommen wurde. Für das Zeitfenster wurde dabei eine Einstellung gewählt, bei der der Pulsverlauf im Intervall zwischen dem Triggerzeitpunkt $t = 0$ und der Zeit $t = 1 \text{ ms}$ unberücksichtigt bleibt. Um aus dieser Linienform die Energieauflösung zu erhalten, wird an das gemessene Spektrum eine Gauß-Verteilung (rote durchgezogene Kurve) angepasst, wobei der freie Parameter der Anpassung durch die Halbwertsbreite der Verteilung gegeben ist⁵. Auf diese Weise findet man die beste Übereinstimmung zwischen Theorie und

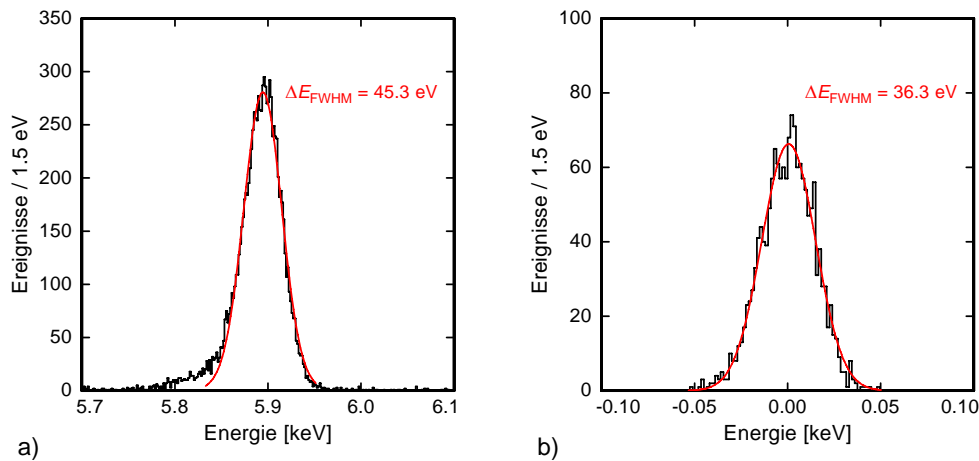


Abb. 6.14: a) Röntgenspektrum der K_{α} -Linie von Mangan bei einer Temperatur des Kryostaten von 35 mK und einem Dauerstrom von 30 mA (Histogramm). Die durchgezogene rote Linie entspricht einer Gauß-Verteilung der Halbwertsbreite $\Delta E_{\text{FWHM}} = 45,3 \text{ eV}$. b) Verteilung der Ruhesignale bei einer Temperatur des Kryostaten von 35 mK und einem Dauerstrom von 30 mA (Histogramm). Die ebenfalls eingezeichnete durchgezogene Linie stellt eine gaußförmige Kurve mit einer Halbwertsbreite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 36,3 \text{ eV}$ dar.

⁵Hierbei wurde die Feinstrukturaufspaltung der K_{α} -Linie von etwa 12 eV vernachlässigt.

Experiment für eine Energieauflösung von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 45,3 \text{ eV}$. Dazu sei hier kurz angemerkt, dass dies mit $E/\Delta E \simeq 130$ das höchste Auflösungsvermögen ist, das bisher mit einem magnetischen Kalorimeter unter Verwendung eines supraleitenden Rheniumabsorbers erzielt werden konnte.

Weiterhin ist in der Abbildung 6.14a) zu erkennen, dass der Verlauf der rechten Flanke der K_α -Linie sehr gut durch die angepasste Gauß-Funktion wiedergegeben wird, während sich auf der niederenergetischen Seite eine leichte Verbreiterung bemerkbar macht. Als ein möglicher Grund hierfür kann der Verlust eines Teils der Energie des absorbierten Röntgenquants durch athermische Phononen genannt werden, die direkt durch das Substrat zum Wärmebad fließen. Eine weitere denkbare Ursache könnte aber auch in einer durch die Wichtung nicht vollständig behobenen Ortsabhängigkeit liegen.

Abschließend sollen noch die zusätzlich mit aufgezeichneten Ruhesignale bei der Energie $E = 0 \text{ keV}$ diskutiert werden. Angenommen, das Rauschen der Ruhesignale unterscheidet sich nicht systematisch vom Rauschen der gemessenen Pulse, so kann die maximal erreichbare Energieauflösung des Experiments (inklusive des gewählten Algorithmus) aus dem Rauschen des Detektorsignals, das durch die Ruhesignale gegeben ist, und dem Verlauf der Detektorantwort ermittelt werden. Dazu wird zu jedem Ruhesignal der zeitliche Verlauf des Musterpulses addiert und auf die so konstruierten Signale die Methode der Signalhöhenbestimmung angewendet. Aus der Breite der damit erzeugten Verteilung kann dann auf die instrumentelle Linienbreite des Detektoraufbaus geschlossen werden. Zu einer solchen instrumentellen Linienbreite tragen neben dem Rauschen des SQUID-Magnetometers auch andere Einflüsse wie etwa mechanische Vibrationen durch die Nutzung der Vakuumpumpen bei. In Abbildung 6.14b) ist die nach der oben beschriebenen Methode erhaltene Verteilung der Ruhesignale wiedergegeben. Die in Form einer roten durchgezogenen Linie ebenfalls mit eingezeichnete angepasste gaußförmige Kurve besitzt eine Halbwertsbreite von $\Delta E_{\text{FWHM}} = 36,3 \text{ eV}$.

Ein Vergleich zeigt, dass die aus der K_α -Linie bestimmte Auflösung schlechter ist, als die der Ruhesignale. In dem hier vorliegenden Fall konnte bei der Energie von $5,9 \text{ keV}$ gegenüber der aus dem Rauschen bestimmten Energieauflösung ein zusätzlicher Anteil von $27,1 \text{ eV}$ zur instrumentellen Linienbreite gefunden werden. Dieser Umstand lässt sich vermutlich auf zwei Ursachen zurückführen. Zum einen können Temperaturschwankungen des Kryostaten aufgrund der starken Temperaturabhängigkeit der Detektoreigenschaften eine Variation der Signalhöhen bewirken. Jedoch sollte der hierdurch verursachte Einfluss wegen der Temperaturstabilität des in Kapitel 5.1 beschriebenen Kryostaten von $2\text{-}5 \mu\text{K}$ kaum die beobachtete Abweichung erklären können. Der weitaus größere Beitrag zur Energieauflösung lässt sich mit hoher Wahrscheinlichkeit durch die bereits erwähnten Pulsformvariationen im Anstieg des Signals erklären. Für die Entwicklung zukünftiger Detektoren zur β -Spektroskopie von ^{187}Re wird es somit von entscheidender Bedeutung sein, die hierfür verantwortliche Ortsabhängigkeit der Pulsantwort des Detektors durch eine geeignete Wahl der Detektorgeometrie oder aber durch einen geschickten Einsatz der Detektormaterialien zu reduzieren.

7. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Entwicklung eines Detektors zur Messung des Energiespektrums des β -instabilen Isotops ^{187}Re diskutiert und die bei der Charakterisierung des Aufbaus erhaltenen Ergebnisse vorgestellt. Aus der Form und der Lage der Endpunktsenergie des β -Spektrums können dann direkte und modellunabhängige Informationen gewonnen werden, die es erlauben die Neutrinomasse, oder zumindest eine obere Grenze der Neutrinomasse zu bestimmen. Basierend auf dieser Methode wird unter internationaler Beteiligung innerhalb des MARE-Projekts das Ziel angestrebt eine Neutrinomassensensitivität von etwa $0.2 \text{ eV}/c^2$ zu erreichen.

Um die an dieses Großprojekt gestellten Anforderungen zu erfüllen, wurde in der hier vorgestellten Arbeit erstmals ein für die Messung des β -Spektrums von ^{187}Re optimiertes magnetisches Kalorimeter, bestehend aus zwei gradiometrisch angeordneten, mäanderförmigen Detektionsspulen, aufgebaut und untersucht. Hierbei wurde besonderes Augenmerk auf das Erreichen einer bestmöglichen Energieauflösung gelegt. Weiterhin sollten die Signalanstiegszeiten möglichst gering gehalten werden, da auf diese Weise die Anzahl der nicht diskriminierbaren „Pile-Up“-Ereignisse und somit auch der Untergrund in der Nähe des Endpunktes für eine gegebene Zählrate minimiert werden kann. Zur Realisierung der benötigten kleinen Anstiegszeiten wurde der Absorber mit Hilfe des Diffusionsschweiß-Verfahrens metallisch auf einem Temperatursensor befestigt, der aus einer paramagnetischen Legierung aus Gold und dem Seltenerdmetall Erbium besteht. Der so angebrachte Absorber aus Rhenium, der gleichzeitig die β -instabilen ^{187}Re -Isotope mit einer relativen Häufigkeit von 62% enthält, ist bei den typischen Arbeitstemperaturen des Detektors supraleitend und besitzt von daher eine vergleichsweise geringe Wärmekapazität.

Kommt es nun zu einem Energieeintrag in dem Absorber, so bewirkt dieser, gemäß dem Funktionsprinzip eines metallisch magnetischen Kalorimeters, eine Änderung der Magnetisierung des Au:Er-Sensors. Die dadurch verursachte Flussänderung innerhalb der Detektionsspule kann über eine Einkoppelspule induktiv in ein rauscharmes, zweistufiges dc-SQUID-Magnetometer übertragen werden. Dort wird das Ausgangssignal des primären SQUIDs zunächst durch ein sekundäres SQUID-Array verstärkt und anschließend durch eine geeignete Elektronik bei Zimmertemperatur nachgewiesen.

Zur Charakterisierung des Detektors wurde die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung experimentell bestimmt und mit den theoretischen Berechnungen verglichen. Die numerischen Simulationen zu den thermodynamischen Eigenschaften der Au:Er-Legierung, die ebenfalls die Wechselwirkungen der Erbium-Ionen untereinander berücksichtigten, zeigten jedoch für die angenommene Erbiumkonzentration von 295 ppm, mit der der Temperatursensor hergestellt wurde, deutliche Unterschiede zu den gemessenen Daten. Unter der Annahme einer auf $x = 240$ ppm reduzierten Erbiumkonzentration konnte allerdings eine gute Übereinstimmung gefunden werden. Es scheint derzeit plausibel, dass dieser Umstand auf die Erwärmung des paramagne-

tischen Sensors während der Diffusionsschweiß-Prozedur zurückzuführen ist. Durch thermisch aktivierte Diffusionsprozesse könnten sich dann die Erbium-Ionen innerhalb der Goldstruktur umordnen und lokal ansammeln, was im Limes tiefer Temperaturen ein verändertes Wechselwirkungsverhalten der ^{3+}Er -Ionen zur Folge haben würde.

Bei einer anschließenden Untersuchung der Detektorsignale konnte eine starke Positonsabhängigkeit der Form des Pulsanstiegs vom Ort der Absorption der Röntgenquanten innerhalb des Absorbers festgestellt werden. Messungen, in denen der Anfangsbereich der aufgezeichneten Pulse genauer betrachtet wurde, zeigten desweiteren, dass der Signalanstieg in Abhängigkeit vom Magnetfeld jeweils Zeitkonstanten von $2\text{--}9\ \mu\text{s}$ besaß und sich qualitativ gut durch nur eine einzige Exponentialfunktion der Form $\exp(-\sqrt{t/\tau_0})$ parametrisieren ließ. Diese hier gemessenen Zeiten stellen somit den bisher schnellsten beobachteten Anstieg eines magnetischen Kalorimeters mit supraleitenden Rheniumabsorber dar. Die abklingende Flanke des Pulses konnte mit Hilfe einer Summe von $n = 3$ Exponentialfunktionen mit drei Abfallszeiten beschrieben werden, die jeweils dem System der Quadrupolmomente der Goldkerne bzw. dem komplexen Wärmefluss vom Sensor zum Wärmebad zugeordnet wurden. Eine ebenfalls durchgeführte Analyse der Signalhöhen deutete auf eine temperaturabhängige zusätzliche Wärmekapazität hin, deren Ursprung noch nicht völlig geklärt ist.

Für eine weitere Charakterisierung wurde die Energieauflösung des Detektors anhand der Form der K_α -Linie eines unter Verwendung einer ^{55}Fe -Röntgenquelle aufgenommenen Spektrums, zu $\Delta E_{\text{FWHM}} = 45,3\ \text{eV}$ bei $5,9\ \text{keV}$ bestimmt. Somit konnte mit dem hier gemessenen experimentellen Aufbau das bisher beste Auflösungsvermögen eines Kalorimeters mit supraleitenden Rheniumabsorber erzielt werden. Eine Auswertung der Ruhesignale ließ ferner sogar auf eine bestmögliche Auflösung von $36,3\ \text{eV}$ schließen. Die auftretenden Diskrepanzen zwischen diesen beiden Werten für das Auflösungsvermögen wurde durch eine vermutlich nicht vollständig unterdrückte Abhängigkeit des Signalverlaufs vom Absorptionort des Röntgenquants erklärt.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte ein mikrostrukturierter Prototyp eines metallisch magnetischen Kalorimeters unter Verwendung eines supraleitenden Absorbers erfolgreich aufgebaut und dabei vielversprechende Ergebnisse erzielt werden. So ist es erstmals über die Methode des Diffusionsschweißens gelungen den Absorber metallisch auf den Sensor aufzubringen, wodurch es möglich war besonders kurze Anstiegszeiten im Bereich weniger μs zu erzielen. Als ein weiterer wichtiger Punkt konnte die Energieauflösung im Vergleich zu bisher entwickelten Kalorimetern mit Rheniumabsorbern deutlich verbessert werden. Dieser erfolgreiche erste Schritt zeugt von dem Potential des hier vorgestellten Detektionskonzepts und es ist abzusehen, dass in zukünftigen Experimenten die Detektoreigenschaften hinsichtlich der für die Neutrinomassenbestimmung gestellten Anforderungen noch weiter optimiert werden können.

Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam und B. Bleaney, *Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals*, Claredon Press, Oxford, 1970.
- [Ahm02] Q.R. Ahmad et al., *Measurement of Day and Night Neutrino Energy Spectra at SNO and Constraints on Neutrino Mixing Parameters*, Phys. Rev. Lett., **89**, 011302-1 bis 011302-5, 2002.
- [Ale99] A. Alesandrello et al., *Bolometric measurements of beta decay spectra of ^{187}Re with crystals of silver perrhenate*, Phys. Lett. B, **457**, 253-260, 1999.
- [Ara66] S. Arajs und G.R. Dunmyre, *A Search for Low-Temperature Anomalies in the Electrical Resistivity of Dilute Gold-Erbium Alloys*, J. Less Com. Metals, **10**, 220-224, 1966.
- [Ban93] S.R. Bandler et al., *Metallic Magnetic Bolometers for Particle Detection*, J. Low Temp. Phys., **93**(3/4), 709-714, 1993
- [Bar57] J. Bardeen, L.N. Cooper und J.R. Schrieffer, *Theory of Superconductivity*, Phys. Rev., **108**(5), 1175-1204, 1957
- [Bec96] H. Becquerel, *Sur diverses propriétés des rayons uraniques*, C.R. Acad. Sci., **122**, 855-858, 1896.
- [Bor63] I.B. Borovskii, N.P. Il'in und E.L. Loseva, *Study of Mutual Diffusion in Cu-Au Systems*, Tr. Inst. Met. Akad. Nauk SSSR, **15**, 32-40, 1963
- [Buc04] W. Buckel und R. Kleiner, *Supraleitung*, Wiley-VCH Verlag Weinheim, 2004
- [Bue88] M. Bühler und E. Umlauf, *A magnetic bolometer for single particle detection*, Europhys. Lett., 297-301, 1988
- [Bur04] A. Burck, *Entwicklung großflächiger magnetischer Kalorimeter zur energieaufgelösten Detektion von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2004.
- [Bur08] A. Burck, *Entwicklung großflächiger mikrostrukturierter magnetischer Kalorimeter mit Au:Er- und AgEr-Sensoren für den energieaufgelösten Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Teilchen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [But74] D.B. Butrymowicz, J.R. Manning und M.E. Read, *Diffusion in Copper and Copper Alloys Part II. Copper-Silver and Copper-Gold Systems*, J. of Phys. and Chem. Ref. Data, **3**(2), 527-602, 1974

- [Cla04] J. Clarke (Ed.) und A.I. Braginski (Ed.), *The SQUID Handbook: Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems*, Wiley-VCH Weinheim, 2004, ISBN 3-527-40229-2.
- [Cos92] E. Cosulich et al., *Detection of ^{187}Re beta decay with a cryogenic microcalorimeter. Preliminary results*, Phys. Lett. B, **295**, 143-147, 1992.
- [Cos93] E. Cosulich, F. Gatti und S. Vitale, *Further Results on μ -Calorimeters with Superconducting Absorber*, J. of Low Temp. Phys., **93**(3/4), 263-268, 1993.
- [Dan05] T. Daniyarov, *Metallische magnetische Kalorimeter zum hochauflösenden Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Molekülen*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2005.
- [Dav73] D. Davidov, C. Rettori, A. Dixon, K. Baberschke, E.P. Chock und R. Orbach, *Crystalline-Field Effects in the Electron-Spin Resonance of Rare Earths in the Noble Metals*, Phys. Rev. B, **8**(8), 3563-3568, 1973.
- [Dru04] D. Drung und M. Mück, *SQUID Electronics*, in J. Clarke (Ed.) und A.I. Braginski (Ed.), *The SQUID Handbook: Vol. I Fundamentals and Technology of SQUIDs and SQUID Systems*, Wiley-VCH Weinheim, 2004, ISBN 3-527-40229-2.
- [Ens02] C. Enss, A. Fleischmann, T. Görlach, Y.H. Kim, G.M. Seidel und H.F. Braun, *Thermalization of Magnetic Calorimeters*, AIP Conference Proceedings, **605**, 71-74, 2002
- [Ens05] C. Enss und S. Hunklinger, *Low-Temperature Physics*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2005, ISBN 3-540-231641.
- [Fer34] E. Fermi, *An attempt of a theory of beta radiation.*, Zeitschrift für Physik, **88**, 161-177, 1934.
- [Fle98] A. Fleischmann, *Hochauflösendes magnetisches Kalorimeter zur Detektion von einzelnen Röntgenquanten*, Diplomarbeit, Institut für angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1998.
- [Fle03] A. Fleischmann, *Magnetische Mikrokalorimeter: Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003.
- [Fle05] A. Fleischmann, C. Enss und G. Seidel, *Metallic Magnetic Calorimeters*, in C.Enss (ed.), *Cryogenic Particle Detection*, Topics Appl. Phys., **99**, 151-216, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005, ISBN 3-540-20113-0.
- [For93] G. Forster, *Untersuchung von Tieftemperaturkalorimetern mit supraleitenden Absorbern und supraleitenden Phasenübergangsthermometern*, Dissertation, Teilinstitut E 15, Universität München, 1993.

- [Gat99] F. Gatti et al., *Nature*, **397**, 137, 1999.
- [GHa71] P.E. Gregers-Hansen, M. Krusimus und G.R. Pickett, *Sign of the Nuclear Quadrupole Interaction in Rhenium Metal*, Phys. Rev. Lett., **27**(1), 38-41, Juli 1971
- [Gla61] S.L. Glashow, *Nucl. Phys. B (Proc. Suppl.)*, **91**, 293, 1961.
- [Gör01] T. Görlach, *Untersuchung paramagnetischer Legierungen für magnetische Tieftemperatur-Kalorimeter*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2001.
- [Hah92] W. Hahn, M. Loewenhaupt und B. Frick, *Crystal field excitations in dilute rare earth noble metal alloys*, Physica B, **180&181**, 176-178, 1992.
- [Har68] J.T. Harding und J.E. Zimmerman, *Quantum Interference Magnetometry and Thermal Noise from a Conducting Environment*, Physics Letters, **27A**(10), 670-671, 1968.
- [Hau06] D. Haug, *Entwicklung eines magnetischen Kalorimeters zur Neutrinomassenbestimmung aus dem Endpunkt des β -Spektrums von ^{187}Re* , Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2006.
- [Her00] T. Herrmannsdörfer, R. König, C. Enss, *Properties of Er-doped Au at Ultralow Temperatures*, Physica B, **284-288**, 1698-1699, 2000.
- [Hir92] K.S. Hirata et al., *Phys. Lett.*, **280**, 146-152, 1992.
- [Hoe08] C. Höhn, *Investigation of the Thermalisation in a Metallic Magnetic Calorimeter with a Superconducting Rhenium Absorber*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008.
- [Hor99] K. Horst, *Hochauflösende Röntgenspektroskopie mit kalorimetrischen Tieftemperaturdetektoren basierend auf ^{166}Er -dotiertem Gold*, Diplomarbeit, Institut für angewandte Physik, Universität Heidelberg, 1999.
- [Hub04] J.H. Hubbell und S.M. Seltzer, *Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients*, Version 1.4, online verfügbar auf URL: <http://physics.nist.gov/xaamdi>, Stand 10.04.2008, National Institute of Standards and Technology, 2004.
- [Höl97] G. Hölzer, M. Fritsch, M. Deutsch, J. Härtwig und E. Förster, *$K\alpha_{1,2}$ and $K\beta_{1,3}$ x-ray emission lines of the 3d transition metals*, Phys. Rev. A, **56**(6), 4554-4568, 1997.
- [Kap76] S.B. Kaplan, C.C. Chi und D.N. Langenberg, *Quasiparticle and Phonon Lifetimes in Superconductors*, Phys. Rev. B, **14**(11), 4854-4873, 1976

- [KAT05] Report by the KATRIN Collaboration, *KATRIN Design Report 2004*, FZ-KA **7090**, 2004.
- [Kem07] S. Kempf, *Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten metallisch magnetischen Kalorimeters*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Kho70] M. Khobaib und K.P. Gupta, *Diffusion of Cu in AuCu Alloy*, Scr. Metall, **4**, 605-609, 1970
- [Kit06] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, R. Oldenburger Verlag, München, 2006
- [Kla95] H.V. Klapdor-Kleingrothaus und A Staudt, *Teilchenphysik ohne Beschleuniger*, B.G. Teubner Stuttgart, 1995
- [Kla04] H.V. Klapdor-Kleingrothaus, A. Dietz, I.V. Krivosheina und O. Chkvorets, *Nucl. Instr. and Meth. A*, **522**, 371-406, 2004.
- [Koo91] S.E. Koonin, *Nature*, **354**, 468, 1991.
- [Koz00] A.G. Kozorezov, *Kinetics of interacting Quasiparticles and Phonons in non-equilibrium Superconductors*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A, **444**(1-2), 3-7, 2000
- [Lin07] M. Link, *Entwicklung eines metallisch magnetischen Kalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Lüd57] G. Lüders, *Ann. of Phys.*, **2**, 1-15, 1957.
- [Mak62] Z. Maki, M. Nakagawa und S. Sakata, *Prog. Theor. Phys.*, **28**, 870, 1962.
- [MAR06] MARE Collaboration, *MARE - Microcalorimeter Arrays for a Rhenium Experiment*, Proposal, URL: http://crio.mib.infn.it/wig/silicini/proposal/proposal_MARE_v2.6.pdf, Stand vom 19. Mai 2006
- [Mat33] C. Matano, *On the Relation between the Diffusion-Coefficients and Concentrations of Solid Metals (The Nickel Copper System)*, Jap. J. Phys., **8**, 109-113, 1933
- [McC85] D. McCammon et al., *3rd Telemark Conference on Neutrino Mass and Low Energy Weak Interactions*, AIP Conference Proceedings , 1985.
- [Nuc06] A. Nucciotti et al., *Application of cryogenic detectors in subnuclear and astroparticle physics*, Nucl. Instr. and Meth. A, **559**, 367-369 , 2006.
- [Pab08] A. Pabinger, *Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten magnetischen Kalorimeters für die hochauflösende Röntgenspektroskopie*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2008.

- [Pau30] W. Pauli, *Offener Brief an die Gruppe der Radioaktiven bei der Gauvereins-Tagung zu Tübingen*, datiert 4. Dezember 1930 (wiedergegeben in *Collected Scientific Papers by Wolfgang Pauli, Vol. 2*. Herausgegeben von R. Kronig and V. Weisskopf, 159, New York, 1964).
- [Per06] D. Pergolesi, L. Gastaldo, F. Gatti, M. Ribeiro Gomes, P. Repetto, S. Dussoni, R. Valle, *MANU-2: A second generation experiment for calorimetric neutrino mass determination with superconducting Re*, Nucl. Instr. and Meth. A, **559**, 349-351, 2004.
- [Pie08] C. Pies, *Entwicklung eines Detektor-Arrays basierend auf magnetischen Kalorimetern für die hochauflösende Röntgenspektroskopie an hochgeladenen Oinen*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Pin68] M.R. Pinnel und J.E. Bennett, *Mass Diffusion in Polycrystalline Copper/Electroplated Gold Planar Couples.*, Metall. Trans., **3**, 1989-1997, 1972
- [Pin72] B.Ya. Pines, I.P. Grebennik und V.F. Gribko, *Electron-Diffraction Study of Volume and Surface Diffusion in the Copper-Gold and Nickel-Gold Systems.*, Ukr. Phy. J., **13**, 194-198, 1968
- [Pob96] F. Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures*, Springer-Verlag, Heidelberg, 1996
- [Poo95] C.P. Poole Jr., H.A. Farach und R.J. Creswick, *Superconductivity*, Academic Press, San Diego, Californien, ISBN-0-12-561456-X, 1995
- [Por07] J.-P. Porst, *Towards MARE: Development of a Metallic Magnetic Calorimeter with Superconducting Rhenium Absorber*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Rei53] F. Reines und C.L. Cowan, Jr., *Detection of the free neutrino*, Phys. Rev., **92**, 830-831, 1953.
- [Sal68] A. Salam, *Weak and electromagnetic interaction*, Proc. 8th Nobel Symposium, Stockholm, 367-377, 1968.
- [Sal03] F. Salvat, J.M. Fernandez-Varea und J. Sempau, *PENELOPE, A Code System for Monte Carlo Simulation of Electron and Photon Transport*, Proceedings of a Workshop / Training Course, OECD/NEA, 7. bis 10. Juli 2003
- [Sch00] J. Schönefeld, *Entwicklung eines mikrostrukturierten magnetischen Tieftemperatur-Kalorimeters zum hochauflösenden Nachweis von einzelnen Röntgenquanten*, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2000.

- [Sel08] U. Seliak, A. Slosar und P. McDonald, *Cosmological parameters from combining the Lyman- α forest with CMB, galaxy clustering and SN constraints*, 2008.
- [Sha49] C.E. Shannon, *Communication in the Presence of Noise*, Proceedings of the Institute of Radio Engineers, **37**(1), 10-21, 1949
- [Sis04] M. Sisti et al., *New limits from the Milano neutrino mass experiment with thermal microcalorimeters*, Nucl. Instr. Meth. A, **520**, 125, 2004.
- [Sjö75] M.E. Sjöstrand und G. Seidel, *Hyperfine resonance properties of Er^{3+} in Au*, Phys. Rev. B, **11**(9), 3292-3297, 1975.
- [Swa89] E.T. Swartz und R.O. Pohl, *Thermal boundary resistance*, Rev. Mod. Phys., **61**(3), 605-668, 1989
- [Tes77] C.D. Tesche und J. Clarke, *dc SQUID: Noise and Optimization*, J. Low Temp. Phys., **29**(3/4), 301-331, 1977.
- [Vit85] S. Vitale et al., *Proceedings of the International School of Physics of Exotic Atoms*, Veröffentlicht in Fundametal Interaction in Low-Energy Systems, (ed. P. Delpiaz, G. Fiorentini, G. Torelli), **23**, 429-434, 1953.
- [Wea82] R.C. Weast, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, CRC Press, Inc., 1981-1982, ISBN 08493-0462-8.
- [Wei67] S. Weinberg, *A model of leptons*, Phys. Rev. Lett., **19**, 1264-1266, 1967.
- [Wei07] C. Weinheimer, *Neutrino mass from beta decay*, Nucl. Phys. B (Proc. Suppl.), **168**, 5-10, 2007.
- [Wel08] R. Weldle, *Untersuchung des Effekts magnetischer Verunreinigungen auf das Thermalisierungsverhalten von supraleitenden Teilchenabsorbieren*, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2009.
- [Wil69] G. Williams und L.L. Hirst, *Crystal-Field Effects of Solid Solutions of Rare Earths in Noble Metals*, Phys. Rev., **185**(2), 407-415, 1969.
- [Win07] M. Winter, *WebElementsTM*, URL: <http://webelements.com>, Stand von 2007

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Heidelberg, den 17.05.2010

.....
(Andrea Kirsch)