RUPRECHT-KARLS-UNIVERSITÄT HEIDELBERG



Valentin Hoffmann

Messung der AC-Suszeptibilität von paramagnetischem <u>Au</u>:Er bei Temperaturen oberhalb des Spinglas-Übergangs

Bachelorarbeit

August 2012

KIRCHHOFF-INSTITUT FÜR PHYSIK

Fakultät für Physik und Astronomie Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

BACHELORARBEIT im Studiengang Physik

vorgelegt von

Valentin Hoffmann

aus St. Blasien

2012

Messung der AC-Suszeptibilität von paramgentischem <u>Au</u>:Er bei Temperaturen oberhalb des Spinglasübergangs

Die Bachelorarbeit wurde ausgeführt von Valentin Hoffmann am Kirchhoff-Institut für Physik unter der Betreuung von **Herrn Prof. Dr. C. Enss**

In der vorliegenden Arbeit werden der Aufbau zur Messung der Wechselfeldsuzeptibilität einer gesputterten paramagnetischen \underline{Au} :¹⁶⁶Er_{255ppm}-Schicht und die hiermit im Temperaturbereich zwischen 26 mK und 1 K erzielten Ergebnisse diskutiert. Verdünnte paramagnetische Legierungen aus Erbium und Gold, <u>Au</u>:Er, dienen seit einigen Jahren erfolgreich als Temperatursensoren in metallischen magnetischen Kalorimetern, Tieftemperatur-Teilchendetektoren mit hoher Energieauflösung, in welchen die Energie jedes nachgewiesenen Teilchens durch die Amplitude des einhergehenden kurzzeitigen Magnetisierungseinbruchs des Sensors bestimmt wird.

Die Messungen wurden durchgeführt, um den Einfluss des Sensormaterials <u>Au</u>:Er auf die Signalform der Detektoren und das Rauschen des Detektorsignals zu untersuchen. Überraschenderweise nimmt der Realteil der Suszeptibilität mit steigender Frequenz bereits bei Frequenzen unter 1 kHz ab, wobei der Betrag des Imaginärteils messbar ist und zunimmt. Qualitativ entspricht das beobachtete Verhalten demjenigen, welches in der Literatur für paramagnetische Legierungen nahe der Spinglastemperatur berichtet wird, allerdings befindet sich die hier diskutierte Legierung um eine bis drei Größenordnungen über der Übergangstemperatur. Das über das Fluktuations-Dissipations-Theorem aus dem gemessenen Imaginärteil der Suszeptibilität berechnete Rauschen stimmt sehr gut mit einem Beitrag zur spektralen Leistungsdichte des Rauschens des Detektorsignals überein, der zu niedrigen Frequenzen wie f^n mit $n \approx -1$ zunimmt.

Die hier diskutierten Daten bestätigen in neuer Tiefe die bisherige Vermutung, dass das Ensemble schwach wechselwirkender Er-Ionen dieser paramagnetischen Sensoren für diesen Beitrag zum Rauschen verantwortlich ist.

Ac-susceptibility measurement of paramagnetic <u>Au</u>:Er at temperatures above it's spin glass transition. Within this bachelor thesis the experimental setup for measuring the change in magnetic susceptibility for a sputtered paramagnetic Au:¹⁶⁶Er_{255ppm} layer and the results obtained between the temperatures of 26 mK and 1 K are discussed. Paramagnetic alloys of gold diluted with erbium Au:Er have been successfully utilised for several years as temperature sensors in metallic magnetic calorimeters, that are high resolution cryogenic particle detectors in which the energy of each detected particle and the amplitude of the associated short term magnetisation collapse of the sensor is determined. The measurements were done to investigate the influence of the sensor material Au:Er on the signal shape and the noise of the detector signal. Surprisingly the real part of the magnetic susceptibility decreases with increasing frequency even at frequencies below 1 kHz. The imaginary part of the susceptibility was measurable and increases with frequency. Qualitatively the observed behaviour corresponds to that which is reported in the literature for paramagnetic alloys near the spin glass transition temperature; however, the alloy discussed here is one to three orders of magnitude above the transition temperature. The noise, calculated by applying the fluctuation-dissipation theorem to the measured imaginary part of the magnetic susceptibility, agrees very well with a contribution to the spectral density of the noise of the detector signal, which increases with f^n where $n \approx -1$.

The results confirm the previous assumption that the ensemble of weakly interacting Er ions in these paramagnetic sensors is responsible for this contribution to the noise.

Inhaltsverzeichnis

1	Ei	nle	itung	1
2	Pł	hys	ikalische Grundlagen	5
2	.1	Ma	agnetische Eigenschaften von <u>Au</u> :Er	5
	2.1	.1	Paramagnetismus bei tiefen Temperaturen	5
	2.1	.2	Thermodynamische Beschreibung von <u>Au</u> :Er im Modell wechselwirkung freier magnetischer Momente	s- 6
	2.1	.3	Thermodynamische Beschreibung von <u>Au</u> :Er im Modell wechselwirkende magnetischer Momente	er 7
	2.1	.4	Curie-Weiss-Gesetz	9
2	.2	Flu	iktuations-Dissipations-Theorem	10
3	A	ufb	au einer Brückenschaltung mit supraleitendem Flusstransfor-	
	\mathbf{m}	ato	r	11
3	.1	Au	fbau der planaren, mäanderförmigen Spulen	11
3	.2	Sig	gnalberechnung der AC-Suszeptibilitätsmessung	13
3	.3	Th	eoretisches χ'' -abhängiges Rauschen	16
3	.4	Flu	ıs stransformator mit normalleitenden Aluminium-Bonddrähten . $\ .$ $\ .$	17
4	E>	кре	rimentelle Ergebnisse	19
4	.1	Inc	luktivität der Brückenschaltung	19
4	.2	AC	C-Suszeptibilität von <u>Au</u> :Er	21
		1		01

4.2.2 Imaginärteil als Funktion von Temperatur und Frequenz $\ldots\ldots\ldots$	24	
4.3 1/f-Rauschen der Brückenschaltung \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots	29	
5 Zusammenfassung	33	
Literaturverzeichnis		
Danksagung	37	

1. Einleitung

Dem bildgebenden Nachweis von Röntgenstrahlung bzw. der hochpräzisen Bestimmung der Energie von Röntgenphotonen kommt in vielen Teilgebiete der modernen Physik eine wichtige Rolle zu.

Sehr weit entwickelte Messgeräte zum Nachweis von Röntgenstrahlung sind zum Beispiel Halbleiterdetektoren und Kristallspektrometer. Die Stärke von Kristallspektrometern liegt in der enorm hohen Energieauflösung unter 1 eV. Möglich ist dies durch die Ausnutzung von Interferenz bei der Beugung von Röntgenstrahlung. Allerdings bezahlt man dafür mit einem geringen Wellenlängenakzeptanzbereich von nur wenigen 100 eV. Halbleiterdetektoren hingegen zeigen zwar einen deutlich größeren Wellenlängenakzeptanzbereich von einigen 10 keV bis MeV, haben jedoch nur eine Energieauflösung von typischerweise 100 eV bis 500 eV.

Metallische magnetische Kalorimeter (MMC) bieten eine hervorragende Alternative, indem sie eine hohe Auflösung mit einem hohen Wellenlängenakzeptanzbereich verbinden. Derzeitig wird bei einer Photonenergie von 5,9 keV eine Energieuuflösung von bis zu $\Delta E_{\rm FWHM} = 1,8 \,\text{eV}$ [Pie12] und bei einem gleichzeitig großen Wellenlängeakzeptanzbereich von etwa 10 keV.

MMCs werden bei Temperaturen zwischen 10 mK und 100 mK betrieben. Bei solch tiefen Temperaturen ist die spezifische Wärme von Festkörpern sehr gering, weshalb selbst kleinste Energieeinträge zu einer messbaren Temperaturerhöhung führen. In Abbildung 1.1 ist der Aufbau eines MMC vereinfacht dargestellt. Es besteht aus einem Röntgenabsorber, der über einen guten thermischen Kontakt mit einem paramagnetischen Temperatursensor verbunden ist. Dieser wiederum ist schwach an ein Wärmebad gekoppelt. Ein Dauerstrom in der gezeigten Spule erzeugt ein schwaches Magnetfeld, das den Sensor magnetisiert. Der Energieeintrag durch die vollständige Absorption eines Teilchens führt zu einer Erwärmung des Absorbers und des Sensors und damit zu einer Änderung der Sensor-Magnetisierung, weil diese stark temperaturabhängig ist. Die Magnetisierungsänderung führt zu einer Änderung des magnetischen Flusses in der Detektionsspule, welche über einen supraleitenden Flusstransformator zu einem rauscharmen SQUID-Magnetometer übertragen und mit diesem nachgewiesen wird. Detailliert wird das Funtionsprinzip metallischer magnetischer Kalorimeter in [Fle05] beschrieben.

Es werden drei Rauschbeiträge beobachtet, die magnetisches Flussrauschen im SQUID-Magnetometer verursachen und sich limitierend auf die Energieauflösung auswirken. Thermodynamische Energiefluktuationen zwischen den Wärmekapazitäts-Systemen



Abb. 1.1: Schematische Darstellung eines magnetischen Kalorimeters.

des Detektors und dem Bad können nicht unterdrückt werden, da sie unmittelbar aus dem kalorimetrischen Messprinzip folgen, und limitieren die mögliche Energieauflösung fundamental. In der Nähe des Flusstransformators befindliche, normalleitende Körper zum Beispiel aus Kupfer oder Messing, erzeugen magnetisches Johnson-Rauschen, das allerdings gering gehalten werden kann. Diese Rauschbeiträge sind gut verstanden. Ein Rauschbeitrag, dessen Ursache bisher weitgehend ungeklärt war, hat folgende kennzeichnende Eigenschaften: die Proportionalität der spektralen Leistungsdichte zur inversen Frequenz und zur Anzahl der paramagnetischen Ionen im Sensor. Des weiteren ist dieser Beitrag zum Rauschen nahezu temperaturunabhängig im Temperaturbereich zwischen 25 mK und 2 K. Die Ursache dieses Rauschens wurde bisher im paramagnetischen Sensormaterial vermutet [Fle03, Dan05] und eine tiefergehende Untersuchung dieser Vermutung war eines der Ziele dieser Arbeit.

Bei Spingläsern beobachtet man ebenfalls 1/f-Rauschen, dessen Zusammenhang mit dem phasenverschobenen Anteil der Suszeptibilität durch das Fluktuations-Dissipations-Theorem unter anderen durch [Rei86] und [Sve89] belegt wurde. Im Nullfeld geht <u>Au</u>: $\operatorname{Er}_{255ppm}^{1}$ bei einer Temperatur von etwa 0,5 mK in ein Spinglas über. In der vorliegenden Arbeit wurde untersucht, ob auch im Temperaturbereich zwischen 26 mK und 1 K, also weit oberhalb der Spinglas-Übergangstemperatur,

¹verdünnte metallische Legierung aus Gold und 255 ppm Erbium

ein phasenverschobener Anteil der Suszeptibilität gemessen werden kann und in Übereinstimmung mit dem Fluktuations-Dissipations-Theorem das beobachtete 1/f-Rauschen erklärt.

In Kapitel 2 werden zunächst das paramagnetische Verhalten des Sensormaterials <u>Au</u>:Er beschrieben und das Curie-Weiss-Gesetz für die Suszeptibilität in einem statischen Magnetfeld hergeleitet. Des weiteren werden die Aussagen des Fluktuations-Dissipations-Theorem zusammengefasst.

In Kapitel 4 werden der Aufbau einer Brückenschaltung aus planaren, mäanderförmigen Spulen, das Ausgangssignal beim Treiben der Brückenschaltung mit einem Wechselstrom und der Messaufbau für die Messung des magnetischen Flussrauschens beschrieben.

Die experimentellen Ergebnisse werden in Kapitel 4 präsentiert und diskutiert. Der Realteil χ' der AC-Suszeptibilität von <u>Au</u>:Er als Funktion der Temperatur wird mit der theoretischen Vorhersage aus dem Curie-Weiss-Gesetz verglichen. Weiterhin wird der frequenzabhängige Verlauf von χ' beschrieben. Das Verhältnis von Imaginär- zu Realteil der AC-Suszeptibilität χ'' / χ' als Funkion der Temperatur und der Frequenz wird diskutiert. Für Spingläser wurde ein Zusammenhang zwischen der Abnahme des Realteils mit der Frequenz und dem Wert des Imaginärteils beschrieben. Dieser Zusammenhang wird für die durchgeführten Messungen überprüft und bestätigt. Mit dem Fluktuations-Dissipations-Theorem wird die spektrale Leistungsdichte des magnetischen Flussrauschens aus dem Imaginärteil der Suszeptibilität berechnet und mit Messungen des magnetischen Flussrauschens im SQUID-Magnetometer verglichen. Bei der Arbeit mit metallischen magnetischen Kalorimetern wurde bisher eine empirische Formel verwendet, die ein durch <u>Au</u>:Er verursachtes 1/f-Rauschen beschreibt. Die Übereinstimmung des aus χ'' berechneten Rauschens mit der Voraussage der empirischen Formel wurde überprüft und bestätigt.

In Kapitel 5 werden die Ergebnisse zusammengefasst.

1. Einleitung

2. Physikalische Grundlagen

2.1 Magnetische Eigenschaften von <u>Au</u>:Er

2.1.1 Paramagnetismus bei tiefen Temperaturen

Mit Erbium (Er) dotiertes Gold (Au) wird häufig als paramagnetisches Sensormaterial magnetischer Kalorimeter verwendet. In der vorliegenden Arbeit wurde <u>Au</u>:Er mit einer Konzentration von 255 ppm Erbium-Ionen untersucht.

Die Er-Atome besetzen reguläre Gitterplätze des fcc-Gold-Wirtsgitters und geben je drei Valenzelektronen an das Leitungsband ab. Die Er-Ionen verbleiben dreifach positiv geladen und haben die Elektronenkonfiguration [Kr] $4d^{10}4f^{11}5s^25p^6$. Der Paramagnetismus der Legierung rührt von den unvollständig besetzten 4f-Orbitalen der Er-Ionen her und überwiegt den Diamagnetismus von reinem Gold. Gold hat nahezu temperaturunabhängig die Volumensuszeptibilität $\chi_{Au} = -3,45 \cdot 10^{-5}$. Hier, wie im Rest der Arbeit werden die Werte der Suszeptibilität χ in SI-Einheiten angegeben.

Benachbarte Gold-Atome erzeugen am Ort jedes Er-Ions ein Kristallfeld. Die 4f-Orbitale ($r_{4f} \approx 0,3$) liegen tief im Inneren der Er-Ionen ($r_{Ion} \approx 1$). Dort wird das Kristallfeld durch die weiter außen liegenden Elektronen der 5*s*- und 5*p*-Orbitale abgeschirmt, sodass der Bahndrehimpuls der 4*f*-Elektronen nicht "gequenched" wird. Mit den Hundschen Regeln werden der Gesamtspin S, der Gesamtbahndrehimpuls L und der Gesamtdrehimpuls J des unter Vernachlässigung des Kristallfeldes sechzehnfach entarteten Grundzustandes eines Er-Ions bestimmt. Daraus resultiert der Landé-Faktors $g_J = 6/5$ [Abr70], mit dem das magnetische Moment $\mu = -g_J \mu_B J$ eines Er-Ions in dieser Näherung berechnet werden kann.

Bei Temperaturen über 100 K stimmen die hieraus berechneten Werte der Magnetisierung mit den Messungen gut überein [Wil69]. Bei tieferen Temperaturen rückt die thermische Energie in die Nähe der Energieaufspaltungen durch das abgeschirmte Kristallfeld. Für korrekte Vorhersagen muss der Einfluss durch ein zusätzliches Potential mit der Symmetrie des Wirtskristalls Gold des Kristallfeldes berücksichtigt werden. Die sechzehnfache Entartung des Er^{3+} -Grundzustandes geht in eine Gruppe von Multipletts über (Γ_{6-} , Γ_{7} -Doublett, $3 \times \Gamma_{8-}$ Quartett). Deren energetisch günstigstes ist ein Γ_{7-} Kramers-Doublett, dessen energetischer Abstand im Nullfeld zum nächsthöheren Multiplett etwa $\Delta E/k_{\rm B} = 17$ K [Hah92] beträgt. Dieser Wert wurde von W. Hahn et. al. anhand von Neutronenstreuung gemessen. Für Temperaturen deutlich unter 1 K und kleine Magnetfelder lässt sich das magnetische Verhalten der Er-Ionen in Gold als Zwei-Niveau-System mit dem effektiven Quasi-Spin $\tilde{S} = 1/2$ und effektivem, isotropem Landé-Faktor $\tilde{g} = 34/5$ [Abr70] beschreiben.

2.1.2 Thermodynamische Beschreibung von <u>Au</u>:Er im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente

Für die Diskussion der Signalgröße von magnetischen metallischen Kalorimetern ist es unerlässlich, Wärmekapazität und Magnetisierung von <u>Au</u>:Er in einem statischen äußeren Magnetfeld theoretisch beschreiben zu können. Wie in der Vergangenheit bereits gezeigt wurde, können diese Größen mit Methoden der statistischen Physik und der Thermodynamik sehr gut beschrieben werden [Fle03]. Zur Einordnung dieser Arbeit in den Gesamtzusammenhang soll zuerst ein Überblick über die Wärmekapazität und die Magnetisierung im wechselwirkungsfreien und im wechselwirkenden Fall gegeben werden, um von da zur Beschreibung der Suszeptibilität bei schwachen Magnetfeldern überzugehen.

Vernachlässigt man zunächst die Wechselwirkung der magnetischen Momente untereinander, so erhält man für die Wärmekapazität C_z des Systems der magnetischen Momente

$$C_{\rm z} = Nk_{\rm B} \left(\frac{\Delta E}{2k_{\rm B}T}\right)^2 \cosh^{-2} \left(\frac{\Delta E}{2k_{\rm B}T}\right)$$
(2.1)

wobei N die Anzahl der magnetischen Momente, $k_{\rm B} = 1,38 \cdot 10^{-23} \,\text{J/K}$ die Boltzmann-Konstante und $\Delta E = \tilde{g}\mu_{\rm B}B$ die Zeemanaufspaltung des magnetischen Zwei-Niveau-Systeme mit dem Quasispin $\tilde{S} = 1/2$ und $\tilde{g} = 6,8$ in einem äußeren Magnetfeld B bezeichnen.

Als Ausdruck für die Magnetisierung erhält man

$$M = \frac{N}{V} \tilde{S} \tilde{g} \mu_{\rm B} \tanh\left(\frac{\Delta E}{2k_{\rm B}T}\right), \qquad (2.2)$$

wobei V für das Volumen der <u>Au</u>:Er -Probe steht. In Abbildung 2.1 ist der so berechnete Verlauf der Wärmekapazität der Zwei-Niveau-Systeme im wechselwirkungsfreien Fall als Funktion der reduzierten Temperatur $k_{\rm B}T/\Delta E$ dargestellt. Bei etwa $k_{\rm B}T/\Delta E \approx 0.42$ kann man ein Maximum mit einem Wert von $C_{\rm Z,max} \approx 0.44Nk_{\rm B}$ erkennen, das als Schottky-Anomalie bezeichnet wird.

Des weiteren ist in Abbildung 2.2 die Magnetisierung von <u>Au</u>:Er im Modell wechselwirkungsfreier magnetischer Momente als Funktion der inversen Temperatur 1/T für eine Erbiumkonzentration von 250 ppm gezeigt.

Für den Fall hoher Temperaturen oder kleiner Felder $T \gg \tilde{g}\mu_{\rm B}B/2k_{\rm B}$ kann man eine Taylor-Entwicklung des Hyperbeltangens in Gleichung 2.2 nach h durchführen. Mit



Abb. 2.1: Unter Vernachlässigung der Wechselwirkungen berechnete Wärmekapazität eines Zwei-Niveau-Systems mit Energieaufspaltung $\Delta E = \tilde{g}\mu_{\rm B}B$ als Funktion der reduzierten Temperatur $k_{\rm B}T/\Delta E$.



Abb. 2.2: Unter Vernachlässigung der Wechselwirkungen berechnete Magnetisierung M als Funktion der inversen Temperatur 1/T für <u>Au</u>:Er mit einer Erbium-Konzentration von 250 ppm.

dem ersten Term erhält man den als Curie-Gesetz bekannten Verlauf der Entwicklung:

$$M \approx \frac{N}{V} \tilde{S} \left(\tilde{S} + 1 \right) \frac{\left(\tilde{g} \mu_{\rm B} \right)^2}{3k_{\rm B}} \frac{B}{T} , \qquad (2.3)$$

Die entsprechende Curie-Gerade ist gestrichelt in Abbildung 2.2 eingezeichnet. Im Bereich hoher Temperaturen stimmt sie mit dem durch die Brillouin-Funktion beschriebenen Verlauf der Magnetisierung überein, weicht dann aber deutlich ab. Die durch die Brillouin-Funktion beschriebene Sättigung der Magnetisierung tritt dann auf, wenn keine zusätzlichen Spins mehr ausgerichtet werden können, weil diese bereits alle nach dem äußeren Magnetfeld ausgerichtet sind.

2.1.3 Thermodynamische Beschreibung von <u>Au</u>:Er im Modell wechselwirkender magnetischer Momente

In Abschnitt 2.1.1 wurde gezeigt, dass das Verhalten paramagnetischer Er-Ionen in Gold im Limes tiefer Temperaturen auf ein Zwei-Niveau-System reduziert werden kann. Um thermodynamische Größen wie die Wärmekapazität und Magnetisierung korrekt ableiten zu können, müssen jedoch Wechselwirkungen zwischen den magnetischen Momenten der Er³⁺-Ionen in ein theoretisches Modell integriert werden. Zu diesen zählen die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung und die RKKY- Wechselwirkung¹, eine indirekte Austauschwechselwirkung. Da die 4f-Orbitale selbst zweier direkt benachbarter Erbium-Ionen einen verschwindend kleinen Überlapp besitzen und zudem die Konzentration von Erbium in Gold nur einige 100 ppm beträgt, kann der Beitrag der direkten Austauschwechselwirkung vernachlässigt werden.

Die Dipol-Dipol-Wechselwirkung ist anisotrop und rührt von der Wechselwirkung der magnetischen Dipolmomente der Er-Ionen her. Die Dipol-Dipol-Wechselwirkung nimmt für große Abstände r der Erbium-Ionen proportional zu $1/r^3$ ab.

Die indirekte RKKY-Wechselwirkung beruht auf der Austauschwechselwirkung der 4f-Elektronen mit Elektronen des Leitungsbandes. Diese übertragen ihrerseits die Wechselwirkung auf die 4f-Elektronen des nächsten Er-Ions, sodass die 4f-Elektronen zweier verschiedener Er-Ionen indirekt wechselwirken. Die RKKY-Wechselwirkung nimmt für große Abstände r der Erbium-Ionen ebenfalls proportional zu $1/r^3$ ab.

Weil beide Wechselwirkungen für große Abstände r der Erbium-Ionen proportional zu $1/r^3$ abklingen, ist es möglich, die Stärke der beiden Wechselwirkungen mit Hilfe eines sogenannten Wechselwirkungsparameters α der die Stärke der RKKY-Wechselwirkung relativ zur Stärke der Dipol-Dipol-Wechselwirkung angibt, zu vergleichen. Für feste Lösungen von Erbium in Gold kann $\alpha = 5$ angenommen werden, die RKKY-Wechselwirkung ist also stärker als die Dipol-Dipol-Wechselwirkung.

Abbildung 2.3 zeigt Messungen der spezifischen Wärme und der Magnetisierung einer <u>Au</u>: Er_{300 ppm}-Probe als Funktion der inversen Temperatur beziehungsweise der Temperatur für verschiedene Magnetfelder. Die durchgezogenen Kurven entsprechen numerisch berechneten Verläufen, bei denen die Dipol-Dipol-Wechselwirkung und die RKKY-Wechselwirkung als zusätzliche Terme im Hamilton-Operator berücksichtigt wurden. Eine detaillierte Beschreibung dieser Berechnungen findet man beispielsweise in [Fle05]. Wie sowohl für die gemessene Magnetisierung, als auch für die gemessene spezifische Wärme leicht zu erkennen ist, zeigt das verwendete Modell wechselwirkender Erbium-Ionen eine gute Übereinstimmung mit den experimentell bestimmten Daten. Auch mit Wechselwirkung zeigt die Magnetisierung bei hohen Temperaturen das erwartete Curie-Verhalten, $M \propto 1/T$, während sich bei tiefen Temperaturen ein etwas kleinerer Sättigungswert der Magnetisierung als im wechselwirkungsfreien Modell einstellt. Des Weiteren zeigt die Wärmekapazität ein magnetfeldabhängiges Maximum, dessen Breite im Vergleich zum wechselwirkungsfreien Fall jedoch etwa doppelt so groß ist. Insgesamt führt die Wechselwirkung der Erbium-Ionen untereinander somit im relevanten Temperaturbereich zu einer Verringerung des Detektorsignals magnetischer Kalorimeter.

¹Benannt nach den Namen der Physiker M. A. Rudermann, C. Kittel, T. Kasuya und K. Yosida.



Abb. 2.3: Gemessene Magnetisierung (links, Symbole) und der spezifischen Wärme (rechts, Symbole) eines <u>Au</u>:Er -Sensors mit einer Erbium-Konzentration von 300 ppm als Funktion der inversen Temperatur (links) beziehungsweise der Temperatur (rechts) für verschiedene Magnetfelder. Die durchgezogenen Kurven sind numerische Simulationen, die mit Hilfe einer Monte-Carlo-Methode durchgeführt wurden [Fle03] und für die angenommen wurde, dass der Wechselwirkungsparameter $\alpha = 5$ beträgt.

2.1.4 Curie-Weiss-Gesetz

Die magnetische Suszeptibilität ist eine dimensionslose Größe, die die Magnetisierung M als lineare Antwort auf ein Magnetfeld H beschreibt:

$$M = \chi H . \tag{2.4}$$

Weil bei den verwendeten geringen Erbium-Konzentrationen $\chi \ll 1$ und $M \ll H$ ist, können Entmagnetisierungseffekte vernachlässigt werden und das innere Magnetfeld H_i in guter Näherung mit dem äußeren Feld H identifiziert werden. Aus Gleichung 2.3 folgt die Suszeptibilität für den wechselwirkungsfreien Fall:

$$\chi = \frac{M}{H} \mu_0 \frac{N}{V} \tilde{S} \left(\tilde{S} + 1 \right) \frac{\left(\tilde{g} \mu_{\rm B} \right)^2}{3k_{\rm B}T} = \frac{C}{T} .$$
(2.5)

Hierbei ist $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Vs/Am die magnetische Permeabilität des Vakuums und C die sogenannten Curie-Konstante:

$$C = \mu_0 \frac{N}{V} \tilde{S} \left(\tilde{S} + 1 \right) \frac{\left(\tilde{g} \mu_{\rm B} \right)^2}{3k_{\rm B}} .$$
(2.6)

Mithilfe der Molekularfeldnäherung, die auf Pierre-Ernest Weiss (1907) zurückgeht, ist es möglich, die Suszeptibilität unter Berücksichtigung der Wechselwirkungen zu beschreiben. Das komplexe Vielteilchenproblem wird gelöst, indem man ein mittleres Molekularfeld $H_{\rm M}$ einführt, das ein einzelnes magnetisches Moment durch die Wechselwirkung mit allen seinen Nachbarn erfährt. Unter der Annahme, dass dieses Molekularfeld proportional zur Magnetisierung ist, lässt sich in wenigen Schritten das Curie-Weiss-Gesetz für die Suszeptibilität,

$$\chi = \frac{C}{T + \Theta} . \tag{2.7}$$

Der Parameter Θ wird paramagnetische Curie-Temperatur genannt. Mit einer Virialnäherung kann diese, abhängig von den Wechselwirkungen der magnetischen Momente untereinander, berechnet werden [Dan05, Fis76, Hou75]. Für <u>Au</u>:Er der Konzentration 255 ppm führt die Virialnäherung zu $\Theta = 1,40$ mK. Die Curie-Weiss-Temperatur ist um etwa einen Faktor drei größer als die Sprungtemperatur. Nur oberhalb der Curie-Temperatur ist das Curie-Weiss-Gesetz für die Suszeptibilität in der gezeigten Form gültig.

2.2 Fluktuations-Dissipations-Theorem

Im Jahr 1928 erklärte Nyquist die zuvor von Johnson [Joh28] experimentell bestimmte fluktuierende elektromotorische Kraft mit thermischer Agitation in elektrischen Leitern [Nyq28]. In einem Gedankenexperiment verbindet Nyquist zwei Widerstände, die sich im thermische Gleichgewicht befinden, zu einem einfachen Stromkreis. Von der Existenz einer fluktuierenden elektromotorischen Kraft ausgehend, argumentierte er, dass ein elektrischer Widerstand genau so viel Energie durch Fluktuation freisetzen müsse, wie er aus den Strömen des anderen Widerstandes dissipiert. Sonst würde er sich gegenüber dem anderen Widerstand erwärmen, was den 2.Hauptsatz der Thermodynamik verletzen würde.

Er führt seine Argumentation weiter und endet bei der spektralen Verteilung des Quadrates der Rauschspannung über einen Widerstand R:

$$\frac{\Delta U^2}{\Delta f} = 4k_{\rm B}TR\tag{2.8}$$

Er verallgemeinert dies für den Realteil einer frequenzabhängigen Impedanz Z_f :

$$\frac{\Delta U_f^2}{\Delta f} = 4k_{\rm B}T {\rm Re}(Z_f) \tag{2.9}$$

Diese spezielle Form des Fluktuations-Dissipations-Theorems beschreibt auch die spektrale Leistungsdichte des Spannungsrauschens $S_U(f) = \Delta U_f^2 / \Delta f$ über der hier diskutierten Brückenschaltung als Funktion des Realteils der Impedanz der Brückenschaltung Die Nyquist-Relation wurde 1951 durch Callen und Welton verallgemeinert und ist seitdem als Fluktuations-Dissipations-Theorem bekannt [Cal51].

3. Aufbau einer Brückenschaltung mit supraleitendem Flusstransformator

In den diskutierten Messungen wurde eine Brückenschaltung verwendet, durch die ein Wechselstrom getrieben wird, der ein magnetisches Wechselfeld in den zwei gesputterten <u>Au</u>:Er-Proben erzeugt, die auf zwei der vier Spulen der Brückenschaltung platziert sind. Aus dem Ausgangssignal der Brückenschaltung kann die AC-Suszeptibilität von <u>Au</u>:Er bestimmt werden. Um die Betriebstemperatur der Brückenschaltung zu erzeugen, wurde ein kommerzieller adiabatischer Elektronenspin-Entmagnetisierungskryostat genutzt¹. Während die später diskutierten der eine Basistemperatur von 26 mK erreichte. Details zur Temperaturmessung, und Ausführung der in den Messungen verwendeten Leitungen sind unter anderem in [Por07] beschrieben.

Zur hochempfindlichen Messung magnetischer Flussänderungen, die der Flusstransformator erzeugt, wurde ein zweistufiger SQUID-Aufbau aus einem dc-SQUID-Magnetometer zur Detektion der magnetischen Flussänderung und einem Array von dc-SQUID-Magnetometern, die der Verstärkung des Signals des Detektions-SQUID dienen, verwendet. Eine detaillierte Beschreibung des Aufbaus und der Funktionsweise von dc-SQUID-Magnetometern findet man in [Cla04]. Für die hier vorgestellten Messungen wurde ein C4X1W-SQUID als Detektions-SQUID und ein C6X16 als Verstärker-SQUID der Firma Magnicon².

Die Erzeugung des Treiberstromes zur Bestimmung der Phasenverschiebung und der Amplitude des Ausgangssignals wurde durch einen Lock-In-Verstärker³ realisiert, welcher die Kreuzkorrelation des Eingangs- und Ausgangssignal berechnet und somit als extrem schmalbandiger Bandpassfilter wirkt.

3.1 Aufbau der planaren, mäanderförmigen Spulen

Bevor die Brückenschaltung beschrieben wird, soll zunächst eine Beschreibung der hierbei verwendeten planaren mäanderförmigen Spulen gegeben werden, aus denen die Brückenschaltung aufgebaut ist. In Abbildung 3.1 ist ein Mäander mit einer darüber liegenden Schicht aus <u>Au</u>:Er schematisch als Draufsicht (links oben) und im Querschnitt (links unten und rechts) dargestellt. In der linken Abbildung sind mäan-

¹Kryostat B04 der Firma Vericold Technologies Ismaning bei München

²Magnicon GMBH Abbestr. 2-12, 10587 Berlin

 $^{^{3}\}mathrm{Lock}\text{-In}$ amplifier SR830, Stanford Research Systems

derförmige Bahnen aus Niob dargestellt, die auf einem Substrat planar aufgebracht sind. Das Metall Niob ist bei Temperaturen unterhalb von 9 K supraleitend. Die über den Niobbahnen liegende Schicht aus <u>Au</u>:Er wird von dem inhomogenen Magnetfeld, das durch einen Strom I in der mäanderförmigen Spule erzeugt wird, durchsetzt. Der Mäander besitzt die Induktivität L, welche von der Suszeptibilität χ der <u>Au</u>:Er -Schicht abhängt.



Abb. 3.1: Links: Schematische Darstellung einer planaren mäanderförmigen Spule. Die gelbe Fläche zeigt eine Schicht aus <u>Au</u>:Er, die Richtung des Magnetfeldes, das durch den Strom I erzeugt wird, ist durch Punkte und Kreuze angedeutet. **Rechts:** Schnitt durch Sensor mit Höhe h, Isolationsschicht (grau), zwei Mäanderstreifen mit Breite w und Mittezu-Mitte Abstand p und Substrat. Die Richtung des Stroms in den Mäanderstreifen ist durch Punkte und Kreuze angedeutet, Pfeile zeigen Feldlinien des erzeugten Magnetfeldes.

In der Brückenschaltung werden baugleicher Mäander mit und ohne darüberliegender <u>Au</u>:Er-Schicht verwendet. Die Leerinduktivität eines Mäanders ohne die Induktivitätsvergrößernde Suszeptibilität von <u>Au</u>:Er beträgt L_0 .

Die Geometrie der mäanderförmigen Spule wird durch die Streifenbreite w und den Mitte-zu-Mitte Abstand p beschrieben. Bei den verwendeten Mäandern ist $w = 4,1 \, \mu m$ und $p = 10 \, \mu m$. In Abbildung 3.1 (rechts) ist ein Schnitt durch einen Teil des Mäanders dargestellt, der zwei Mäanderstreifen zeigt. Die Richtung des Stroms I, der die schwarz gezeichneten Niobbahnen durchfließt, ist durch Punkte und Kreuze angedeutet. Weil der Strom in zwei benachbarten Bahnen in entgegengesetzter Richtung fließt, ist auch die Richtung der erzeugten Magnetfelder entgegengesetzt. Die Feldlinien des erzeugten Magnetfeldes verlaufen oberhalb der Niobbahnen parallel zur Mäanderebene, zwischen den Niobbahnen verlaufen sie senkrecht zu dieser. Auf den Niobstreifen ist zur elektrischen Isolation eine 200 nm dünne Schicht SiO₂ aufgebracht. Bei der hier untersuchten Brückenschaltung wurde auf zwei der vier Mäander eine <u>Au</u>:¹⁶⁶Er_{255ppm}-Schicht mit einer Dicke von 1,35 μ m aufgesputtert.

Der dimensionslose Füllfaktor F gibt die magnetische Feldenergie im Volumen der <u>Au</u>:Er-Schicht relativ zur gesamten magnetischen Feldenergie an. Die numerische Berechnung für die beschriebene Geometrie ergibt den Wert F = 0,236, im Experiment wurde F = 0,21 bestimmt. Um die Vergrößerung der Leerinduktivität durch die <u>Au</u>:Er-Schicht zu berechnen, muss die magnetische Suszeptibilität χ mit dem Füllfaktor F gewichtet werden. So ergibt sich für die Gesamtinduktivität des Mäanders mit Au:Er

$$L = L_0 (1 + \chi F). \tag{3.1}$$

Der Füllfaktor und der im folgenden definierte Geometriefaktor wurden mit dem Programm FEMM⁴ numerisch berechnet. In der Rechnung wurde angenommen, dass sich die Niobleiterbahnen des Mäanders perfekt diamagnetisch verhalten. Der dimensionslose Geometriefaktor G beschreibt die geometrieabhängige Kopplung zwischen den magnetischen Momenten in einem Volumenelement dV am Ort \vec{r} im Sensor und der mäanderförmigen Spule. Mit der Kenntnis des ortsabhängigen Geometriefaktors $G(\vec{r})$ kann für einen beliebigen Strom die Stärke des Magnetfeldes

$$B(\vec{r}) = \mu_0 \cdot G(\vec{r}) \cdot \frac{I}{p}$$
(3.2)

am Ort \vec{r} im Sensor berechnet werden bzw. umgekehrt. Für die hier betrachtete Spulen- und Sensorgeometrie beträgt der mittlere *G*-Faktor etwa 0,5. Die Größe *I* bezeichnet den Strom in den Leiterbahnen, *p* deren Mitte-zu-Mitte Abstand und μ_0 die magnetische Permeabilität des Vakuums.

Der Strom, der in den hier diskutierten Messungen durch die Mäander der Brückenschaltung fließt, beträgt in etwa 5 μ A. Dem entspricht ein mittleres Magnetfeld von etwa 0,25 μ T. Bei diesem sehr geringen Magnetfeld tritt eine Sättigung der Magnetisierung, wie sie in Abbildung 2.3 gezeigt wird, nicht auf.

3.2 Signalberechnung der AC-Suszeptibilitätsmessung

Abbildung 3.2 zeigt das Schema der experimentellen Anordnung zur Messung der AC-Suszeptibilität.

Als Wechselstromquelle wirken der interne Sinus-Spannungsgenerator des Lock-In-Verstärkers und ein *RC*-Tiefpassfilter, der in Reihe zur Brückenschaltung geschaltet ist. Weil selbst bei der maximalen Frequenz des Sinusgenerators, die bei 104 kHz liegt, der Widerstand des Tiefpasses von $R = 10,23 \text{ k}\Omega$ mehr als sieben Größenordnungen über der Impedanz $Z_{\rm B}$ der Brückenschaltung liegt (Induktivität 40 nH), fällt – nach den Gesetzen der Spannungsteilung in einer Reihenschaltung – in sehr guter

⁴Finite Element Method Magnetics, v.4.0, freiverfügbar, http://femm.foster-miller.net

Näherung die Augangsspannung $U \cong U \cdot R/(R+Z_B)$ des Sinusgenerators über R ab. Folgerichtig fließt der Strom $I_0 = U/R$ durch den Tiefpass und durch die Brückenschaltung, unabhängig von deren frequenzabhängiger Impedanz.

Der Tiefpassfilter dient – neben der Einstellung der Stromstärke – der Filterung hochfrequenter Störsignale. Er bewirkt jedoch auch eine Phasenverschiebung von I_0 gegenüber U. Deshalb kann die Phasenverschiebung nur bis zu einer Frequenz von 1 kHz sinnvoll ausgewertet werden. Nähere Details werden im Ergebnisteil diskutiert.

Die Mäander sind zwar gleich konstruiert, können sich jedoch in der Induktivität leicht unterscheiden. Zur Beschreibung der Asymetrie der Leerinduktivitäten in der Brückenschaltung wird eine einzelne Induktivität L_0^{A} , die leicht verschieden von L_0 ist, eingeführt. Bei den gemessenen Frequenzen sind L_0 bzw. L_0^{A} unabhängig von der Frequenz des Wechselstroms und der Temperatur.

Die Stromquelle treibt den Wechselstrom $\tilde{I}_0 = I_0 e^{i \pi f t}$ durch die Brückenschaltung. Dieser fließt zu etwa gleichen Teilen über beide Zweige, in denen sich jeweils zwei Mäander der im vorigen Abschnitt beschriebenen Art befinden. Von diesen is jeweils ein Mäander mit <u>Au</u>:Er der magnetischen Suszeptibilität χ belegt. Durch die Belegung mit <u>Au</u>:Er besitzen diese die Induktivität $L = L_0(1 + \chi F)$, wobei F den Füllfaktor bezeichnet. Der Strom \tilde{I}_i in der Brücke, die die Einkoppelspule des SQUIDs ent-



Abb. 3.2: Skizze des Aufbaus zur Messung der AC-Suszeptibilität von <u>Au</u>:Er. Induktivitäten sind mit L bezeichnet, Wechselströme mit \tilde{I} , die Gegeninduktivität mit $M_{\rm is}$ und der magnetische Fluss im SQUID mit $\tilde{\Phi}_{\rm s}$.

hält, umgeht die vergrößerten Induktivitäten L. Die Amplitude von \tilde{I}_i ist ein Maß für die Differenz der Induktivität von Mäander mit und ohne <u>Au</u>:Er -Probe. Der geschlossene Kreis aus Brückenschaltung und Einkoppelspule bildet einen supraleitenden Flusstransformator, der den Strom \tilde{I}_i in einen magnetischen Fluss im SQUID transformiert.

Bevor $\tilde{\Phi}_s$ in Abhängigkeit von der Suszeptibilität χ berechnet wird, soll kurz die Schreibweise der Suszeptibilität in Real- und Imaginärteil erklärt werden. Die Magnetisierung M(t) der <u>Au</u>:Er -Probe kann dem Wechselfeld $\tilde{H}(t) = H e^{i2\pi f t}$, das durch den Wechselstrom in den Spulen erzeugt wird, nicht instantan folgen. Sie ist kohärent mit dem Wechselfeld, jedoch um einen negativen Winkel φ phasenverschoben:

$$\widetilde{M}(t) = |\chi| H e^{i(2\pi f t + \varphi)}, \qquad \varphi \le 0.$$
(3.3)

Die Phasenverschiebung kann beschrieben werden, indem ein imaginärer Teil von χ eingeführt wird:

$$\widetilde{M}(t) = |\chi| e^{i\varphi} H e^{i2\pi ft} = \widetilde{H}(t) \left(\chi' + i\,\chi''\right), \qquad \frac{\chi''}{\chi'} = \tan\varphi \ . \tag{3.4}$$

Ab jetzt soll folgende Schreibweise für χ verwendet werden:

$$\chi = \chi' + i\chi'', \qquad \chi'' \le 0.$$
 (3.5)

Die Berechnung von $\widetilde{\Phi}_s$ mit den Kirchhoff'schen Regeln führt zu dem Ergebnis:

$$\widetilde{\Phi}_{\rm s} = \widetilde{I}_{\rm i} M_{\rm is} = \widetilde{I}_0 M_{\rm is} \frac{L_0}{2 L_{\rm ges}} \left(\chi' F + i \chi'' F + \frac{\Delta L_0}{L_0} \right) . \tag{3.6}$$

Hierbei ist $L_{\text{ges}} = L_{\text{bs}} + L_{\text{b}} + L_{\text{i}}$ die Gesamtinduktivität des supraleitenden Flusstransformators. Sie setzt sich zusammen aus der Induktivität $L_{\text{bs}} = (L_0 + L)/2$ der Brückenschaltung, aus der Induktivität L_{b} der Aluminium-Drähte und der Induktivität L_{i} der Einkoppelspule. Die Gesamtinduktivität kann direkt gemessen werden, wie in Abschnitt 3.4 gezeigt. Die Gegeninduktivität M_{is} gibt die Stärke der Kopplung zwischen Einkoppelspule und dem primären SQUID an.

Das Verhältnis der Leerinduktivität eines Mäanders zur doppelten Gesamtinduktivität des Flusstranformators, $L_0/2L_{ges}$, ist ein konstanter Faktor. Abbildung 3.3 veranschaulicht, wie die gemessene Amplitude des Ausgangssignals und die Phasenverschiebung des Ausgangssignal \tilde{I}_i gegenüber dem Anregungssignal \tilde{I}_0 zustande kommen, die Gleichung 3.6 beschreibt. Die Asymetrie der Leerinduktivitäten in der Brückenschaltung führt zu dem Anteil $\Delta L_0/L_0$, wobei $\Delta L_0 = (L_0 - L_0^A)/2$ ist. Der mit dem Füllfaktor F gewichtete Realteil χ' der AC-Suszeptibilität verursacht den Signalanteil $\chi' F$. Der Imaginärteil χ'' der AC-Suszeptibilität führt zur Phasenverschiebung φ^A , jedoch entspricht tan φ^A nicht dem oben beschriebenen tan $\varphi = \chi''/\chi'$.



Abb. 3.3: Skizze zur Veranschaulichung der Signalanteile im Messignal.

Mit einer kleinen Korrektur

$$\frac{\chi''}{\chi'} = \tan\varphi = \tan\varphi^{A} \cdot \frac{\chi' F + \frac{\Delta L_{0}}{L_{0}}}{\chi' F}$$
(3.7)

erhält man jedoch direkt χ''/χ' aus den Messwerten.

3.3 Theoretisches χ'' -abhängiges Rauschen

Anders als im Wechselstrombetrieb, verhält sich die Brückenschaltung "in Ruhe", also ohne externes Signal. War zuvor der Weg über die Einkoppelspule derjenige, mit dem ein Strom I_i die Induktivitäten L umging, so wirkt "in Ruhe" die Brückenschaltung auf einen Rauschstrom, der durch den supraleitenden Kreis aus Brückenschaltung und Einkoppelspule fließt, als Impedanz, die den Strom verringert. Dabei ist I_i proportional zur Differenz der Induktivitäten. Der Strom passiert beide Zweige, die die jeweils die Induktivitäten L_0 und L enthalten. Gleichzeitig wirkt die Brückenschaltung selbst als eine Rauschquelle. Durch den Imaginärteil der AC-Suszeptibilität hat die Impedanz der Brückenschaltung einen Realteil. Die Impedanz Z_{bs} der Brückenschaltung beträgt:

$$Z_{\rm bs} = i \, 2 \, \pi \, f \cdot \frac{L + L_0}{2} = L_0 \cdot \left(i \, 2 + i \, \chi' \, F + i^2 \, \chi'' \, F \right) \cdot \pi \, f \, . \tag{3.8}$$

Weil $i^2 \chi''$ positiv ist, beträgt der Realteil $\operatorname{Re}(Z_{\mathrm{bs}})$

$$\operatorname{Re}(Z_{\rm bs}) = \pi f L_0 |\chi''(f)| F .$$
(3.9)



Abb. 3.4: Schaltbild der Brückenschaltung im supraleitenden Flusstransformator bei einer Rauschmessung. Es fließen Rauschströme, die durch den Realteil der Impedanz der Brückenschaltung entstehen. Induktivitäten sind mit L bezeichnet, Wechselströme mit \tilde{I} , die Gegeninduktivität mit $M_{\rm is}$ und der magnetische Fluss im SQUID mit $\tilde{\Phi}_{\rm s}$.

Durch den Imaginärteil der AC-Suszeptibilität hat die Impedanz der Brückenschaltung einen Realteil, wie man in Gleichung 3.8 und 3.9 erkennt, bildet also einen frequenzabhängigen, ohmschen Widerstand R(f). Das Fluktuations-Dissipations-Theorem sagt für diesen ein Spannungsrauschen der spektralen Leistungsdichte

$$S_{\rm U}(f) = 4 k_{\rm B} T \operatorname{Re}(Z(f)) \tag{3.10}$$

voraus. Dieses Spannungsrauschen fällt über der Gesamtimpedanz $Z_{\text{ges}} = i2\pi f L_{\text{ges}}$ der supraleitenden Schleife ab und erzeugt Rauschströme der spektralen Leistungsdichte $S_{\text{I}} = S_{\text{U}}/|Z_{\text{ges}}|^2$. Die Rauschströme werden mit der Gegeninduktivität M_{is} in das SQUID gekoppelt und erzeugen dort ein magnetische Flussrauschen $\sqrt{S_{\Phi}}$:

$$\sqrt{S_{\Phi,\chi''}} = M_{\rm is} \sqrt{\frac{S_{\rm U,\chi''}}{|Z_{\rm ges}|^2}} = M_{\rm is} \frac{\sqrt{4\,k_{\rm B}\,T\,{\rm Re}(Z_{\rm bs})}}{2\,\pi\,f\cdot L_{\rm ges}} = \frac{M_{\rm is}}{L_{\rm ges}} \sqrt{\frac{k_{\rm B}\,T\,L_0\,\chi''\,F}{\pi\,f}} \,.$$
(3.11)

3.4 Flusstransformator mit normalleitenden Aluminium-Bonddrähten

Bei der in Abschnitt 3.3 diskutierten Rauschmessung befinden sich die dünnen Verbindungsdrähte aus Aluminium zwischen der Brückenschaltung und Einkoppelspule im supraleitenden Zustand. Oberhalb 1,2 K ist Aluminium normalleitend. Die Aluminium-Bonddrähte haben dann außer der Induktivität $L_{\rm b}$ zusätzlich den Widerstand $R_{\rm b}$ und generieren eine Rauschspannung, deren spektrale Leistungsdichte durch Gleichung 3.10 gegeben wird. Die Gesamtimpedanz muss zusätzlich $R_{\rm b}$ einbeziehen und wird ersetzt durch $Z_{\rm ges} = R_{\rm b} + i\,2\,pi\,f\,L_{\rm ges}$.

Setzt man $R_{\rm b}$ in Gleichung 3.10 ein, dann kann analog zu Gleichung 3.11 die spektrale Verteilung des magnetischen Flussrauschens im SQUID berechnet werden:

$$\sqrt{S_{\Phi,b}} = M_{\rm is} \sqrt{\frac{S_{\rm U,b}}{|Z_{\rm ges}|^2}} = M_{\rm is} \sqrt{\frac{4 \, k_{\rm B} \, T \, R_{\rm b}}{(2 \, \pi \, f \cdot L_{\rm ges})^2 + R_{\rm b}^2}} = M_{\rm is} \sqrt{\frac{4 \, k_{\rm B} \, T}{R_{\rm b} \, (1 + (f/f_{\rm g})^2)}} \tag{3.12}$$

Bei Temperaturen über 1,2 K und tiefen Frequenzen bestimmt der Widerstand der Aluminiumdrähte die Gesamtimpedanz. Die spektrale Leistunsdichte hat ein Plateau von $4k_{\rm B}T/R_{\rm b}$. Mit steigender Frequenz wächst die Impedanz der Induktivitäten, wird bei der Grenzfrequenz $f_{\rm g} = R_{\rm b}/(2\pi L_{\rm ges})$ gleich groß wie der Widerstand und schließlich größer. Die große Impedanz unterdrückt hochfrequente Anteile des Rauschstromes. Die Reihenschaltung aus Widerstand und Induktivität wirkt somit als RL-Tiefpass, der durch die Abschneidefrequenz $f_{\rm g}$ charakterisiert ist. Aus dem Niveau des Plateaus und der Abschneidefrequenz können bei bekannter Temperatur der Widerstand $R_{\rm b}$ und die Gesamtinduktivität $L_{\rm ges}$ des Flusstransformators bestimmt werden.

4. Experimentelle Ergebnisse

Nach der Beschreibung des experimentellen Aufbaus und der Messgrößen sollen nun die Messergebnisse diskutiert werden. Im ersten Abschnitt wird das Resultat einer Rauschmessung oberhalb der Sprungtemperatur von Aluminium gezeigt und daraus die Gesamtinduktivität des supraleitenden Flusstransformators abgeleitet. Im zweiten Abschnitt werden Messwerte des Realteils der Suszeptibilität mit der Voraussage für die Suszeptibilität im statischen Magnetfeld durch das Curie-Weiss-Gesetz verglichen. Im dritten Abschnitt erfolgt die Bestimmung des Imaginärteils der Suszeptibilität aus Messwerten der Phasenverschiebung. Im vierten und letzten Abschnitt werden das vom Imaginärteil der Suszeptibilität abhängige Rauschen, sowie das aus einer empirischen Formel für die Brückenschaltung und für die verwendete Erbium-Konzentration abgeleitete <u>Au</u>:Er -Rauschen mit niederfrequenten Messungen des magnetischen Flussrauschens im SQUID verglichen.

4.1 Induktivität der Brückenschaltung

Sowohl bei der Messung des magnetischen Flussrauschens im SQUID, als auch bei der Messung der AC-Suszeptibilität, bestimmt die Induktivität der Brückenschaltung die Größe der Messsignale und muss daher bekannt sein. Die Induktivität der Brückenschaltung wird anhand des gemessenen magnetischen Fulssrauschens im SQUID bei einer Temperatur von 4,2 K festgelegt. Das Spannungsrauschen wird zeitabhängig aufgenommen und durch diskrete Fouriertransformation in ein Frequenzspektrum



Abb. 4.1: Spektrale Leistungsdichte des magnetischen Flussrauschens im SQUID bei 4,2 K(schwarz) und Anpassung gemäß Gleichung 4.1 mit den in der Graphik aufgelisteten Werten

umgerechnet.

Abbildung 4.1 zeigt die spektrale Leistungsdichte des magnetischen Flussrauschens $\sqrt{S_{\Phi}}$ bei einer Temperatur von 4,2 K. Schwarz gezeichnet sind die Messwerte, das Ergebnis eines Fits ist in roter Farbe eingetragen. Oberhalb der Sprungtemperatur von Aluminium bei 1,2 K befinden sich die Aluminium-Drähte im normalleitenden Zustand und generieren thermisches Spannungsrauschen. In Abschnitt 3.4 wurde die spektrale Leistungsdichte $\sqrt{S_{\Phi,b}}$ des magnetischen Flussrauschens im SQUID hergeleitet, das durch normalleitende Bond-Drähte verursacht wird. Es ist charakterisiert durch ein Plateau bei niedrigen Frequenzen und eine Abschneidefrequenz $f_{\rm g}$. Zum Gesamtrauschen $\sqrt{S_{\Phi}}$ trägt außerdem das weiße magnetische Flussrauschen $\sqrt{S_{\Phi,w}}$ des SQUID bei, das inkohärent addiert werden muss:

$$\sqrt{S_{\Phi}}(f) = \sqrt{M_{\rm is}^2 \frac{4 \, k_{\rm B} \, T}{R_{\rm b} \left(1 + (f/f_{\rm g})^2\right)} + S_{\Phi,\rm w}} \,. \tag{4.1}$$

Hierbei ist $f_{\rm g} = R_{\rm b}/(2\pi L_{\rm ges})$ mit $L_{\rm ges} = L_{\rm bs} + L_{\rm i} + L_{\rm b}$ und $R_{\rm b}$ steht für den Widerstand der normalleitenden Aluminium-Drähte, $L_{\rm bs}$, $L_{\rm i}$ und $L_{\rm b}$ beschreiben die Induktivitäten der Brückenschaltung, der Einkoppelspule und der Aluminium-Drähte. Die Gegeninduktivität $M_{\rm is} = 0.18 \, \Phi_0/\mu {\rm A}$ gibt die Stärke der Kopplung von Einkoppelspule und SQUID an.

Mit der durch Gleichung 4.1 gegebenen Funktion wurde der Fit mit den freien Parametern $R_{\rm b}$ und $L_{\rm ges}$ durchgeführt. Aus der Höhe des in der Abbildung erkennbaren Plateaus des weißen Rauschens von etwa $48 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\rm Hz}$ kann mithilfe der bekannten Temperatur der Widerstand der Bond-Drähte zu 3,6 m Ω bestimmt werden. Ein Abschneiden des Plateaus ist ab einer Frequenz von etwa 10 kHz zu erkennen. Aus der Grenzfrequenz $f_{\rm g} = 14,4$ kHz wird die Induktivität des Flusstransformators zu $L_{\rm ges} = 39,9$ nH berechnet. Die Induktivität $L_{\rm i}$ der Einkoppelspule ist bekannt, die Induktivität der Bond-Drähte wird mit Erfahrungswerten anhand des Widerstandes abgeschätzt. Damit wurde die Induktivität der Brückenschaltung zu $L_{\rm bs} = 37,6$ nH berechnet, die bei Temperaturen über 1 K gleich der Leerinduktivität L_0 des Mäanders ist, da die Kapazität der <u>Au</u>:Er-Schichten hier noch vernachlässigbar ist. Eine Simulation mit der Software FEMM¹ prognostizierte $L_0 = 34,7$ nH. Eine Abweichung zwischen Messung und Simulation von wenigen Prozent war zu erwarten, da in den Simulationen ein perfektes Meißner-Verhalten mit verschwindender magnetischer Eindringtiefe angenommen wurde.

¹Finite Element Methods Magnetics. Freeware von David Meeker; http://femm.foster-miller.net

4.2 AC-Suszeptibilität von <u>Au</u>:Er

Wie in Abschnitt 3.2 deutlich gemacht wurde, muss von den Daten der Suszeptibilitätsmessung das Signal subtrahiert werden, das von der Asymetrie der Brückenschaltung stammt. Im folgenden werden – sowohl für den Real-, als auch für den Imaginärteil – die unkorrigierten Daten und die korrigierten Daten präsentiert.

4.2.1 Realteil als Funktion von Temperatur und Frequenz

Abbildung 4.2 zeigt die Flussamplitude im primären SQUID als Funktion der inversen Temperatur bei verschiedenen Frequenzen des Anregungsstroms und der Amplitude $I_0 = 9.7 \,\mu\text{A}$ desselben. Klar erkennbar ist ein Versatz auf der Achse der magnetischen Flussamplitude, der zu einem endlichen Achsenabschnitt bei Temperaturen $T^{-1} \rightarrow 0$ führt. Dieser wurde als Resultat einer Asymetrie der Brückenschaltung durch leicht unterschiedliche Leerinduktivitäten interpretiert und bereits in den Rechnungen in Abschnitt 3.2 berücksichtigt. Für supraleitende Mäander ist zu erwarten, dass die Induktivität unabhängig von der Temperatur ist, solange diese deutlich geringer als die Sprungtemperatur der Niob-Bahnen ist. Somit sollte der Versatz für alle gemessenen Temperaturen und Frequenzen konstant sein. Dies könnte zukünftig in einer Brückenschaltung ohne <u>Au</u>:Er -Sensoren geprüft werden. Dem Achsenabschnitt von $4,0 \,\mathrm{m}\Phi_0$ kann man mit der Umrechnung durch Gleichung 4.2 eine ungefähre relative Asymetrie der Induktivitäten von $\Delta L_0/L_0 = 4.8 \cdot 10^{-3}$ zuordnen. Wird die Asymetrie durch einen einzigen Mäander repräsentiert, der in seiner Leerinduktivität L_0^A von den anderen Leerinduktivitäten L_0 abweicht, so beträgt die Abweichung $L_0 - L_0^{\rm A} = 2\Delta L_0 \approx 1\%$ bzw. 0,38 nH. In Anbetracht des hochkomplexen Vorganges der Mikrostrukturierung ist diese geringe Abweichung ein hervorragendes



Abb. 4.2: Flussamplitude im SQUID zu verschiedenen Frequenzen als Funktion der inversen Temperatur. Für $T^{-1} \rightarrow 0$ ist ein Versatz der magnetischen Flussamplitude zu erkennen welcher unabhängig von Frequenz und Temperatur auftritt. Die grau gepunktete Linie zeigt den Versatz von 4,0 m Φ_0 , der durch Extrapolation bestimmt wurde. Ergebnis.

Ab jetzt werden die Ergebnisse der gemessenen magnetischen Flussamplitude umgerechnet mit

$$\chi' F + \frac{\Delta L_0}{L_0} = \frac{2 L_{\text{ges}} \Phi_{\text{s}}}{I_0 L_0 M_{\text{is}}} \quad \Longleftrightarrow \quad \chi' F = \frac{2 L_{\text{ges}} \Phi_{\text{s}}}{I_0 L_0 M_{\text{is}}} - \frac{\Delta L_0}{L_0} \tag{4.2}$$

in den mit dem Füllfaktor gewichteten Realteil der Suszeptibilität $\chi' F$, oder durch Division mit F weiter in χ' umgerechnet. Die Gesamtinduktivitäten $L_{\text{ges}} = 39,9$ nH und die Leerinduktivität $L_0 = 37,6$ nH wurden in Abschnitt 4.1 bestimmt. Die Gegeninduktivität beträgt $M_{\text{is}} = 0,18 \Phi_0/\mu A$. Alle im folgenden präsentierten Ergebnisse wurden bei einem Anregungsstrom von 9,7 μA gemessen, abgesehen von denen, für die ein anderer Anregungsstrom angegeben wird.

Für die geringe Frequenz von 1 Hz, die dem statischen Fall am nächsten kommen sollte, werden die Werte $\chi' F$ nun mit der Theorie verglichen. Theoretisch sollte sich die magnetische Suszeptibilität gemäß dem Curie-Weiss-Gesetz

$$\chi = \frac{C}{T + \Theta} \tag{4.3}$$

verhalten, für das die Curie-Konstante C durch

$$C = \frac{n\,\tilde{g}^2\,\mu_{\rm B}^2\,\tilde{S}\,(\tilde{S}+1)}{3\,k_{\rm B}}$$
(4.4)

gegeben ist. Die Variable $n = N/V = x \cdot N_A/V_m$ bezeichnet die Teilchenzahl pro Volumen, die durch die Konzentration der Erbium-Ionen x = 255 ppm, die Avogadro-Zahl und das molare Volumen $V_m = 10,2 \text{ cm}^3$ berechnet werden kann. Der Landé-Faktor ist $\tilde{g} = 6,8$ und $\tilde{S} = 1/2$ bezeichnet den Quasi-Spin des Zwei-Niveau-Systems, μ_B das Bohr-Magneton und k_B die Boltzmann-Konstante. Es folgt C = 1,34 mK. In Gleichung 4.3 steht T für die Temperatur, die paramagnetische Curie-Temperatur Θ kann mit der Methode der virialen Entwicklung und der Molekularfeld-Entwicklung zu $\Theta \cong 1,40$ mK berechnet werden [Dan05, Fis76, Hou75].

Abbildung 4.3 zeigt $\chi' F$ als Funktion der inversen Temperatur bei der Frequenz von f = 1 Hz. Dass die Messwerte mit zunehmender Frequenz abnehmen, zeigte bereits Abbildung 4.2. Neben den gemessenen Werten ist in lila, strichpunktiert die statische Suszeptibilität χ , wie sie durch das Curie-Weiss-Gesetz beschrieben wird, multipliziert mit dem mit FEMM simulierten Füllfaktor von F = 0,236. Nun kann die reale Geometrie der Mäander und der <u>Au</u>:Er-Schichten geringfügig von den nominalen Parametern abweichen, die bei der Prozessierung angestrebt wurden und bei der Simulation verwendet wurden. Der Füllfaktor wurde für die noch folgende Diskussion so angepasst, dass das Curie-Weiss-Gesetz in einem weiten Temperaturbereich mit den Messwerten übereinstimmt, nämlich zu F = 0,21. Dieser Füllfaktor ist realistisch und recht nahe dem simulierten. Die Übereinstimmung der Messwerte mit der



Abb. 4.3: Messungen von $\chi' F$ als Funktion der inversen Temperatur bei einer Frequenz von f = 1 Hz. Für <u>Au</u>:Er (255 ppm) beträgt paramagnetische Curie-Temperatur die und $\theta = 1,40 \,\mathrm{mK}$ die Curie-Konstante $C = 1,34 \,\mathrm{mK}$. Die Kurven zeigen das Curie-Weiss-Gesetz multipliziert mit dem mit der Software FEMM simulierten Füllfaktor F = 0.236 (lila, strichpunktiert) bzw. für den Füllfaktor F = 0,210 (rot), der die Kurve den Messwerten anpasst.

Theorie lässt keine Zweifel, dass die Suszeptibilität von <u>Au</u>:Er gemessen wurde. Bei Temperaturen unter 35 mK ist jedoch eine leichte Abweichung der Messwerte von der theoretischen Kurve beobachtbar. Die Ursache hierfür ist nicht genau bekannt. Die Abnahme von χ' mit der Frequenz gegenüber dem statischen Wert, die selbst bei der Frequenz von 1 Hz ungleich null sein dürfte, könnte ein Rolle spielen. Des weiteren wurde beobachtet, dass der Betrieb des primären SQUIDs die <u>Au</u>:Er -Schichten leicht heizt. Ein solcher Effekt war insbesondere bei sehr tiefen Temperaturen durchaus zu erwarten, da dort die Wärmeleitfähigkeit stark verringert ist und Wärme schlechter an die Experimentierplattform abgegeben wird. Der Heizeffekt wird mithilfe der Ergebnisse einer weiteren Messung diskutiert.

Die Ergebnisse einer gesonderten Untersuchung des Heizeffektes sind in Abbildung 4.4 (links) zu sehen. Die drei Kurven wurden jeweils bei derselben Temperatur der Experimentierplattform gemessen. Jedoch führte die Heizleistung, die durch den zum Betrieb des primären SQUIDs notwendigen Bias-Strom in den Shunt-Widerständen desselben erzeugt wird, aufgrund der sehr geringen Distanz von Primär-SQUID und <u>Au</u>:Er -Sensoren zu einer Temperaturerhöhung der letzteren gegenüber der Temperatur, die durch das Thermometer auf der Experimentierplattform gemessen wird. Weil die Suszeptibilität der <u>Au</u>:Er-Schichten temperaturabhängig ist, führte dies zu einer unterschiedlichen Signalamplitude für verschieden starke Bias-Ströme. Der genaue Verlauf der Kurve darf nicht mit den anderen Kurven verglichen werden, da die SQUID-Einstellungen so gewählt wurden, dass die Messung mit einem minimalen Bias-Strom betrieben werden konnte. Dies verschlechterte allerdings die Signalfolgegeschwindigkeit der Rückkopplung bei höheren Frequenzen, weswegen nur bis zu der Frequenz 2048 Hz statt bis zu den sonst gewählten 65 kHz gemessen wurde und selbst im gemessenen Bereich Signalminderungen nicht ausgeschlossen werden können.

Auf eine genaue Quantifizierung der Leistung, die für verschiedene Bias-Ströme im



Abb. 4.4: χ' als Funktion der Frequenz für verschiedene Bias-Ströme I_{bias} des primären SQUIDs (links), sowie für verschiedene Anregungsströme I_0 in der Brückenschaltung (rechts)

SQUID erzeugt wird, soll hier verzichtet werden. Für die zuvor und später gezeigten Messungen wurde der Bias-Strom $25 \,\mu\text{A}$ verwendet. Durch dessen Heizleistung verminderte sich das Signal bei 26 mK (Abbildung 4.4, rechts) gegenüber einem Bias-Strom von $17 \,\mu\text{A}$ um etwa ein Prozent. Zum Vergleich: Bei 27 mK in Abbildung 4.3 beträgt die Verminderung des Messwertes gegenüber der Curie-Weiss-Kurve des angepassten Füllfaktors etwa fünf Prozent, ist also deutlich größer.

In Abbildung 4.4 (rechts) ist χ' als Funktion der Frequenz bei einer Temperatur von 29 mK dargestellt. Die Suszeptibilität χ' fällt von 0,5 Hz zu 65 kHz um etwa 15 % ab. Die gleiche relative Abnahme tritt bei höheren Temperaturen auf. Weiterhin zeigt die Abbildung, dass χ' nicht von der Größe des Anregungsstromes \tilde{I}_0 und somit dem Magnetfeld im <u>Au</u>:Er abhängt. Dies zeigt, dass der Strom \tilde{I}_0 keinen Einfluss auf die Temperatur der <u>Au</u>:Er-Proben hat und die Magnetisierung im <u>Au</u>:Er sehr viel geringer als ihr Sättigungswert ist.

4.2.2 Imaginärteil als Funktion von Temperatur und Frequenz

Die Ergebnisse dieses Abschnittes wurden aus der Messung der Phasenverschiebung gewonnen. Der Index A wurde gewählt um zu verdeutlichen, dass die gemessene Phasenverschiebung durch die Asymetrie der Brückenschaltung $\Delta L_0/L_0$ beeinflusst wird. Alle Werte von können korrigiert werden, sodass sie das Verhältnis von Imaginär- zu Realteil der AC-Suszeptibilität, tan φ , ohne den Anteil parasitärer Phasendrehungen berechnet werden kann.



Abb. 4.5: Rohdaten der Phasenverschiebung in Grad aufgetragen gegen die inverse Temperatur. Für hohe Temperaturen $(1/T \rightarrow 0)$ läuft die Phasenverschiebung gegen Null.

Abbildung 4.5 zeigt die Phasenverschiebung in Grad aufgetragen gegen die inverse Temperatur für Frequenzen von 1 Hz bis 1024 Hz. Für hohe Temperaturen $1/T \rightarrow 0$ läuft die Phasenverschiebung gegen Null. Für hohe Temperaturen geht die Besetzungszahldifferenz und somit χ' und χ'' gegen Null. Der von der Asymetrie der Brückenschaltung verursachte Signalanteil ist dann im Limes hoher Temperaturen weit größer als der Anteil, der von der Suszeptibilität verursacht wird. Gleichzeitig ist der Signalanteil, der durch die Asymetrie hervorgerufen wird, phasenverschiebungsfrei (vgl. Abbildung 4.8). Die gemessene und unkorrigierte Phasenverschiebung geht für $T \rightarrow \infty$ also gegen Null.

Bei tiefen Temperaturen scheint sich die unkorrigierte Phasenverschiebung φ^{A} in Abbildung 4.5 bei jeder Frequenz einem Plateauwert anzunähern. Dabei steigt die Höhe des Plateaus mit der Frequenz. Es scheint also, als wäre die Phasenverschiebung durch das <u>Au</u>:Er , deren Tangens durch χ''/χ' gegeben ist, temperaturunabhängig und würde mit der Frequenz ansteigen.

Abbildung 4.6 (links) zeigt den Tangens der gemessenen, unkorrigierten Phasenverschiebung als Funktion der Frequenz von 0,5 Hz bis 8 kHz in einfach-logarithmischer Darstellung für verschiedene Temperaturen. Wie in Abbildung 4.5 schon beobachtet wurde, sinkt die Phasenverschiebung mit steigender Temperatur. Für niedrige Frequenzen läuft die Phasenverschiebung gegen Null. Ab etwa 2000 Hz steigt die Phasenverschiebung zunehmend steiler an. Verantwortlich ist der RC-Tiefpass im Anregungskreis, der in Abschnitt 3.2 besprochen wurde. Abbildung 4.6 (rechts) zeigt die Rohdaten der Phasenverschiebung als Funktion der Frequenz in doppellogarithmischer Darstellung von 1 kHz bis 65 kHz. Zu ansteigenden Temperaturen hin, bei denen die Phasenverschiebung durch das <u>Au</u>:Er geringer wird, nähern sich die Kurven der Tiefpass-Kennlinie an. Diese ist jedoch nicht berechnet worden, da die Kapazität des RC-Tiefpasses hauptsächlich durch den Kapazitätsbelag der Koaxial-



Abb. 4.6: Links: Rohdaten der Phasenverschiebung als Funktion der Frequenz in einfachlogarithmischer Darstellung von 0,5 Hz bis 8 kHz. **Rechts:** Rohdaten der Phasenverschiebung als Funktion der Frequenz in doppel-logarithmischer Darstellung von 1 kHz bis 65 kHz.

kabel und der verdrillten Leitungen im Kryostaten gegeben ist, und daher nicht exakt bekannt ist. Der zusätzliche, diskret aufgebaute Tiefpass besteht aus einem Widerstand von $R = 10,23 \,\mathrm{k\Omega}$ und einer Kapazität von $C = 33 \,\mathrm{pF}$. Aus der Kennlinie des Tiefpasses in Abbildung 4.6 (rechts) konnte eine Leitungskapazität von $C \approx 170 \,\mathrm{pF}$ abgeschätzt werden. Da das <u>Au</u>:Er -Signal bei hohen Frequenzen gegenüber dem Tiefpass-Signal sehr klein wird, ist eine Auswertung nicht sinnvoll. Im folgenden werden daher nur Messwerte diskutiert, die bei Frequenzen unter 1 kHz aufgenommen wurden. Des weiteren wurden alle im folgenden gezeigten Daten hinsichtlich der Asymetrie der Brücke bereinigt wie in Abschnitt 3.2 erläutert.

Ein wichtiges Ergebnis lässt sich aus Abbildung 4.7 (links) ablesen: Das Verhältnis χ''/χ' von <u>Au</u>:Er ist bei jeder Frequenz als Funktion der Temperatur im Temperaturbereich zwischen 27 mK und 57 mK etwa konstant. Die Schwankung und das Abfallen der Werte bei Temperaturen größer als 50 mK, $1/T \leq 20$, ist eine Folge der Ungenauigkeit der Messung von sehr kleinen Phasenverschiebungen. Betrugen diese weniger als $0,2^{\circ}$ so schwankte – trotz großer Integrationszeiten und der Verwendung starker Vorfilter zur Eliminierung höherer Harmonischer des Anregungssignals – der Wert in der Anzeige des Lock-In-Verstärkers bisweilen um einige 10%. Nimmt man die Ungenauigkeit der Messung bei kleinen Phasenverschiebungen zur Kenntnis, so sieht es danach aus, als wäre tan φ im gesamten restlichen Temperaturbereich konstant. Die Temperaturunabhängigkeit des 1/f-Rauschens bis zu einer Temperatur von 2 K [Dan05] ist hierfür, wie später verständlich werden wird, ein weiteres, sehr starkes Indiz.



Abb. 4.7: Links: χ''/χ' als Funtion der inversen Temperatur. Rechts: χ''/χ' als Funtion der Frequenz.

Das in gewisser Weise überraschende Ergebnis, dass $\tan \varphi = \chi''/\chi'$ nahezu temperaturunabhängig ist, bedeutet, dass die Temperaturabhängigkeit des Imaginärteils in etwa mit der des Realteils übereinstimmt, also $\chi''(T) = \tan \varphi \propto (T + \Theta)^{-1}$. Abbildung 4.8 veranschaulicht diesen Zusammenhang in der komplexen Zahlenebene.

Abbildung 4.7 (rechts) zeigt das Verhältnis χ''/χ' als Funktion der Frequenz: Mit bloßem Auge ist die etwa lineare Abhängigkeit vom Logarithmus der Frequenz für den gezeigten Frequenzbereich zwischen 0,5 Hz und 512 Hz zu erkennen. Deutlich erkennbar ist vor allem, dass χ''/χ' im gezeigten Temperaturbereich zwischen 32 mK



Abb. 4.8: Skizze zur Veranschaulichung des Messignals bei zwei verschiedenen Temperaturen T_1 und T_2 im hier relevanten Fall $\tan \varphi(T) = \chi''/\chi' = konst.$



Abb. 4.9: Links: Imaginärteil der Suszeptibilität χ'' als Funktion der Frequenz. Für die Temperaturen 29 mK, 40 mK und 50 mK wurde χ'' sowohl aus der gemessenen Phasenverschiebung, als auch aus dem Differenzenquotienten von χ' und ln f berechnet. Wegen des Einflusses des Tiefpassfilters wurden die Werte, die über die Phasenverschiebung bestimmt wurden, nur bis zu der Frequenz von 512 Hz ausgewertet. **Rechts:** Gemessener Realteil der Suszeptibilität χ' als Funktion der Frequenz für die Temperaturen 29 mK, 40 mK und 50 mK.

und 50 mK, von leichten Schwankungen abgesehen, temperaturunabhängig ist.

Einen sehr interessanten Zusammenhang zeigt Abbildung 4.9. Links erkennt man Messwerte von χ'' , die über tan $\varphi \cdot \chi'$ berechnet wurden, als gefüllte Symbole. Sie wurden bis zur Frequenz 512 Hz eingetragen, ab der der Tiefpass wirksam wurde. Als offene Symbole hingegen sind für die entsprechenden Temperaturen der Differenzenquotient von je zwei benachbarten Werten von $\chi'(f)$ und den Logarithmen der entsprechenden Frequenzen f errechnet worden. Der Wert $\pi/2 \cdot \Delta \chi'(f)/\Delta \ln f$ wurde jeweils in der Mitte des Frequenzintervalls $\Delta \ln f$ eingetragen. Die Werte für χ'' , die zum einen durch direkte Messung der Phasenverschiebung, zum anderen durch Differenzierung des Realteils χ' gewonnen wurden, stimmen sehr gut überein. Die in [Lun82] am Spinglasübergang für Au_{92%}: Fe_{8%} beschriebene Beziehung

$$\chi'' = \frac{\pi}{2} \frac{\partial \chi'}{\partial \ln f} \tag{4.5}$$

ist also auch für <u>Au</u>:Er ein bis zwei Größenordnungen über der Spinglastemperatur gültig.

In einem vereinfachten mikroskopischen Modell kann die Aussage von Gleichung 4.5 anschaulich gemacht werden. Ein einzelner, freier Spin reagiert auf Änderungen des Magnetfeldes mit einer Relaxationszeit, die ungleich Null ist. Nun wechselwirken in <u>Au</u>:Er sehr viele Spins miteinander. Aufgrund der ungeordneten Struktur der räumlich statistisch verteilten Spins könnten in der paramagnetischen Legierung stark miteinander wechselwirkende Gruppen von magnetischen Momenten vorliegen, die verschiedenste Größen und breitverteilte Relaxationszeiten besitzen. Im Bereich um die Frequenz des anregenden Wechselfeldes $f \approx (2\pi\tau)^{-1}$ besitzt der Imaginärteil ein ausgeprägtes Maxiumum, während jede relaxierende magnetische Einheit nur bei Frequenzen unter der inversen Relaxationszeit, $f \leq (2\pi\tau)^{-1}$, zum Realteil beiträgt. Dass sich die Größe von χ'' mit einer Abnahme von χ' , wie in Gleichung 4.5 beschrieben, zusammenhängt, kann so erahnt werden. Für die Gültigkeit von Gleichung 4.5 muss in diesem Modell die Verteilung der Relaxationszeiten nur hinreichend flach und breit sein.

4.3 1/f-Rauschen der Brückenschaltung

Die Eigenschaften von χ' und χ'' als Funktion von der Frequenz des anregenden Wechselfeldes und der Temperatur wurden oben ausführlich diskutiert. Die Impedanz bzw. der Realteil der Impedanz der Brückenschaltung und das aus dem Flukuations-Dissipations-Theorem resultierende magnetische Flussrauschen im SQUID können nun abhängig von den Messwerten von χ'' mit den in Abschnitt 3.3 hergeleiteten Formeln bestimmt werden.

Zuvor sollen die Messungen des magnetischen Flussrauschens im primären SQUID bei verschiedenen Temperaturen bezüglich der verschiedenen Rauschbeiträge diskutiert werden. Das Spannungsrauschen wird zeitabhängig aufgenommen und durch diskrete Fouriertransformation in ein Frequenzspektrum umgerechnet. Abbildung 4.10 zeigt das gemessene magnetische Flussrauschen im primären SQUID bei drei



Abb. 4.10: Überlagerung spektraler Leistungsdichten des magnetischen Flussrauschens im SQUID bei verschiedenen Temperaturen.

verschiedenen Temperaturen der Experimentierplattform, auf der sich die Brückenschaltung und das zweistufige SQUID befinden. Im Frequenzbereich zwischen 10 kHz und 1 MHz ist das Flussrauschen nahezu konstant. Die Leistungsdichte dieses weißen Rauschens hängt in den hier diskutierten Messungen von den Einstellungen der Betriebsparameter ab und fällt daher bei den gezeigten Datensätzen geringfügig verschieden aus. Die verschiedenen Rauschanteile, die zum weißen Rauschen beitragen, wie beispielsweise das magnetische Johnson-Rauschen, sollen hier nicht weiter untersucht werden, da sie in anderen Arbeiten ausführlich diskutiert werden [Kem07, Fle05]. Bei etwa 1,5 MHz sieht man das Abschneiden des Rauschplateaus durch die endliche Signalfolgegeschwindigkeit der SQUID-Elektronik. Bei Frequenzen unter 1 kHz erkennt man einen Beitrag zum Rauschspektrum, der mit etwa $f^{-0.85}$ zu tiefen Frequenzen hin ansteigt. Es handelt sich um die inkohärente Summe aus dem Rauschen der Au: Er-Probe und einem zusätzlichen Rauschen, das vermutlich von magnetischen Momenten in den Josephson-Kontakten oder auf den Niob-Strukturen des SQUID verursacht wird. Die inkohärente Summe der beiden Rauschbeiträge ist für alle gezeigten Temperaturen offenbar gleich. Daraus folgt nicht unmittelbar, dass sie im einzelnen temperaturunabhängig sind. Doch wurden in sehr vielen Arbeiten, die metallische magnetische Kalorimeter zum Gegenstand hatten, die Beiträge gesondert untersucht und gezeigt, dass insbesondere der Anteil, der durch Au: Er erzeugt wird, temperaturunabhängig ist.

In Abschnitt 3.3 wurde für die Impedan
z $Z_{\rm bs}$ bzw. den Realteil der Impedan
z ${\rm Re}(Z_{\rm bs})$ der Brückenschaltung

$$Z_{\rm bs} = i \pi f L_0 \cdot (2 + \chi' F + i \chi'' F) . \qquad (4.6)$$

bzw.

$$\operatorname{Re}(Z_{\mathrm{bs}}) = \pi f L_0 \chi'' F$$
 . (4.7)

gezeigt. Ebenfalls wurde das vom Realteil der Impedanz bzw. von χ'' abhängige magnetische Flussrauschen im SQUID berechnet:

$$\sqrt{S_{\Phi}(T,f)} = \frac{M_{\rm is}}{L_{\rm ges}} \sqrt{\frac{k_{\rm B} T L_0 \chi''(T,f) F}{\pi f}} \,. \tag{4.8}$$

In Abbildung 4.11 sind die Werte $S_{\Phi}(f)$ für jede Frequenz, aus den Messwerten der AC-Suszeptibilität bei 50 mK berechnet, in blauer Farbe zu sehen Das gemessene temperaturunabhängige magnetische Flussrauschen bei 26,5 mK ist in schwarz dargestellt. In das berechnete Rauschen geht das Produkt aus dem gemessenen tan φ und dem gemessenen $\chi' F$ ein. Eine von 26,5 mK verschiedene Temperatur darf herangezogen werden, weil $\sqrt{S_{\Phi}}$ temperaturunabhängig. Bei 50 mK ist der Signalanteil von $\chi' F$ und von $\chi'' F$ gegenüber dem Signalanteil von der Asymetrie der Brückenschaltung $\Delta L_0/L_0$ noch deutlich und der Messwert bei einer Frequenz von 1 Hz liegt sehr gut auf der durch das Curie-Weiss-Gesetz gegebenen Kurve, die in Abbildung 4.3 dargestellt wird.



Abb. 4.11: Spektrale Leistungsdichte des niederfrequenten magnetischen Flussrauschens im SQUID bei 26,5 mK von 1 Hz bis 10 kHz. Der weiße Rauschanteil von $0.63 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ wurde subtrahiert.

Die rote, strichpunktierte Linie zeigt das Rauschen, das mit einer empririschen Formel [Fle09] für das magnetische Flussrauschen in einer planaren Spule, die eine Schicht aus <u>Au</u>:Er trägt, für die Brückenschaltung berechnet wurde. Der Beitrag von <u>Au</u>:Er zum beobachteten Flussrauschen, der sowohl durch die blauen Dreiecke, als auch durch die rote, strichpunktierte Linie dargestellt wird, ist vergleichsweise klein gegenüber dem gesamten gemessenen Flussrauschen. Einem Beitrag des <u>Au</u>:Er von $3 \mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ bei einer Frequenz von 1 Hz steht der Beitrag von etwa $9 \mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz gegenüber, der von magnetischen Unreinheiten am SQUID stammt. Inkohärent addiert, ergeben beide Beiträge das gesamte gemessene Rauschen von $10 \mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ bei 1 Hz.

Die empirische Formel wurde durch phänomenologische Untersuchungen bestimmt, bei denen die Zahl der <u>Au</u>:Er-Proben und die Konzentration der Erbiumionen variiert wurde. Die spektrale Leistungsdichte des magnetischen Flussrauschens im Mäander beträgt demnach [Fle09]:

$$S_{\mathrm{M},\Phi,\mathrm{Er}}(f) = \left(\frac{\mu_0 G}{p}\right)^2 S_{\mathrm{m}}(f) N_{\mathrm{Er}} .$$

$$(4.9)$$

Hierbei ist G = 0.5 der Geometriefaktor, $p = 10 \,\mu\text{m}$ der Mitte-zu-Mitte Abstand der Mäanderbahnen und $N_{\text{Er}} = 2,03 \cdot 10^{13}$ die Zahl der Er-Ionen in der <u>Au</u>:Er-Probe auf dem Mäander, die aus der Konzentration der Erbiumionen und dem Volumen der <u>Au</u>:Er-Schicht berechnet wird. Weiterhin ist $S_{\rm m}(f)$ die spektrale Leistungsdichte der Fluktuation der z-Komponente eines einzelnen Erbiumions, wobei $S_{\rm m}(1 \,\text{Hz}) \approx$ $0,12\mu_{\rm B}^2/\text{Hz}$ gilt. Für die gestrichelte rote Linie wurde $S_{\rm m}(f) \approx 0,12\mu_{\rm B}^2 f^{-0.85}$ gewählt, weil dies die spektrale Form am besten beschreibt. Der Exponent in der Abnahme zu hohen Frequenzen scheint geringfügig von der Art der Sensorpräparation und beziehungsweise von der Sensorgeometrie abzuhängen.

Mithilfe der Kirchhoff'schen Regeln kann die Flusskopplung zum SQUID berechnet werden und man findet für die spektrale Leistungsdichte des magnetischen Flussrauschens im SQUID $S_{\Phi,\text{Er}}(f)$ mit der Flusskopplung $M_{\text{is}}/2L_{\text{ges}}$:

$$S_{\Phi,\mathrm{Er}}(f) = \frac{M_{\mathrm{is}}}{2L_{\mathrm{ges}}} \cdot S_{\mathrm{M},\Phi,\mathrm{Er}}(f) . \qquad (4.10)$$

Zur Berechnung des gesamten, im <u>Au</u>:Er entstandenen magnetischen Flussrauschens im SQUID müssen zwei Rauschquellen entsprechend den zwei mit <u>Au</u>:Er überdeckten Mäandern inkohärent addiert werden

$$\sqrt{S_{\Phi,\mathrm{Er}}(f)} = \sqrt{2} \cdot \sqrt{\frac{M_{\mathrm{is}}}{2L_{\mathrm{ges}}}} \cdot S_{\mathrm{M},\Phi,\mathrm{Er}}(f) . \qquad (4.11)$$

und man erhält die Verteilung, die durch die rote, strichpunktierte Linie dargestellt wird.

Das aus den Messwerten von χ'' und χ' berechnete magnetische Flussrauschen im SQUID stimmt gut mit dem Flussrauschen überein, das allein aus den nominalen Parametern der Geometrie der verwendeten Mäander und der verwendeten <u>Au</u>:Er-Schichten, sowie der Anzahl an Erbiumionen in jeder der <u>Au</u>:Er-Schichten berechnet wurde. Die empirische Formel beinhaltet bereits die Ergebnisse zahlreicher Messungen des Rauschens, das dem <u>Au</u>:Er zugeschrieben wurde, mit verschiedenen Konzentrationen der Erbiumionen und verschiedenen Mäander- und Absorbergeometrien. Es ist noch nicht bekannt, wieso χ'' und χ' die beobachtete Abhängigkeit von Temperatur und Frequenz haben und insbesondere, weshalb messbare Werte von χ'' und messbare Änderungen von χ' schon bei der sehr niedrigen Frequenz von 1 Hz auftreten. Doch konnte gezeigt werden, dass das phänomenologisch beobachtete magnetische Flussrauschen, dessen Ursprung im <u>Au</u>:Er vermutet wurde, mit dem Imaginärteil der AC-Suszeptibilität von <u>Au</u>:Er direkt zusammenhängt.

5. Zusammenfassung

Das Motiv der vorliegenden Arbeit war die Untersuchung eines Rauschbeitrags zum Detektorsignal metallischer magnetischer Kalorimeter, als dessen Quelle bereits seit einigen Jahren der paramagnetische Temperatursensor aus <u>Au</u>:Er vermutet wurde. Unter Anwendung des Fluktuations-Dissipations-Theorems konnte nun der Rauschbeitrag durch den Imaginärteil χ'' der Suszeptibilität von <u>Au</u>:Er beschrieben werden.

Die Messung der AC-Suszeptibilität erfolgte mithilfe einer Brückenschaltung aus mikrostrukturierten, planaren, mäanderförmigen Spulen. Es ist bereits ein Erfolg, dass überhaupt ein Signal gemessen wurde, das klar mit dem Real- und Imaginärteil der Suszeptibilität in Zusammenhang gebracht werden kann, da es sich um den ersten funktionierenden Prototypen einer Brückenschaltung dieser Art handelt. Grundlage für die Qualität der Messung war der sehr geringe Unterschied der Induktivitäten der Spulen in der Brückenschaltung von weniger als einem Prozent, der in Anbetracht des komplexen Prozesses der Mikrostrukturierung erstaunlich ist.

Der Realteil χ' der Suszeptibilität zeigt eine gute Übereinstimmung mit dem Curie-Weiss-Gesetz, das für Erbiumionen in Gold bei tiefen Temperaturen hergeleitet wurde. Weit oberhalb des Spinglasübergangs, in der paramagnetischen Phase bei Temperaturen zwischen 26 mK und 1 K, nimmt erstaunlicherweise χ' als Funktion der Frequenz f des Wechselfeldes bereits bei Frequenzen unter 1 kHz deutlich ab. In Messungen an anderen Spingläsern wurde solches Verhalten in der Nähe Spinglasübergangs beobachtet, verschwand jedoch rasch in der paramagnetischen Phase. Insgesamt wurde zwischen 0,5 Hz und 65 kHz bei Temperaturen zwischen 29 mK und 50 mK eine Abnahme des Realteils von 15 % gemessen.

Die Beziehung zwischen $\chi''(T)$ und $\chi'(T)$ als Funktion der Temperatur gibt der temperaturunabhängige $\tan \phi = \chi''/\chi'$ an. Der Imaginärteil χ'' weist also eine gleiche oder zumindest sehr ähnliche Abhängigkeit von der Temperatur auf wie der Realteil der Suszeptibilität χ' , ist also ebenfalls proportional zur inversen Temperatur. Von 0,5 Hz bis 8 kHz Wechselfeldfrequenz steigt χ'' mit f^n , $n \approx 0,15$ an. Das mit dem Fluktuations-Dissipationstheorem berechnete magnetische Flussrauschen, das durch $\chi''(f,T)$ verursacht wird, ist proportional zu $f^{n-1} \approx f^{-0.85}$ und unabhängig von der Temperatur. Es stimmt in Verlauf und Größe hervorragend überein mit einer in den vergangenen Jahren empirisch ermittelten Formel für das 1/f-Rauschen, die den Rauschbeitrag in Abhängigkeit von Erbium-Konzentration und Detektorgeometrie beschreibt. Damit besteht ein sehr deutliches Indiz, dass das sogenannte 1/f-Rauschen der <u>Au</u>:Er-Sensoren in magnetischen Kalorimetern vollständig durch den Imaginärteil χ'' der Suszeptibilität erklärt werden kann. 5. Zusammenfassung

Literaturverzeichnis

- [Abr70] A. Abragam und B. Bleaney, Electron Paramagnetic Resonance of Transition Metals, Claredon Press, Oxford, 1970.
- [Cal51] H. B. Callen und T A. Welton, *Irreversibility and Generalized Noise*, Phys. Rev., 83(1), 34-40 1951.
- [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.
- [Dan05] T. Daniyarov, Metallische magnetische Kalorimeter zum hochauflösenden Nachweis von Röntgenquanten und hochenergetischen Molekülen, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2005.
- [Fis76] B. Fischer und M.W. Klein, High- and low-field magnetization of dilute magnetic impurities in the ising- and heisenberg-model molecular-feld approximation, Phys. Rev., 14(11), 5018-5021, 1976.
- [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 Cryogenic Particle Detection, Topics in Applied Physics, 99, 151-216, 2005.
- [Fle09] A. Fleischmann et al., Metallic magnetic calorimeters, AIP Conference Proceedings, 1185, 571-578, 2009.
- [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.
- [Hou75] P.W. Hou und B.R. Coles, Magnetic interactions in dilute agmn alloys, Phys. Rev. Lett., 35(24), 1655-1658, 1975.
- [Nyq28] H. Nyquist, Thermal Agitation of Electric Charge in Conductors, Phys. Rev., 32(1), 110-113, 1928.

- [Joh28] J. B. Johnson Thermal Agitation of Electricity in Conductors, Phys. Rev., 32(1), 97-109, 1928.
- [Jos62] B. D. Josephson, Possible new effects in superconductive tunneling, Phys. Lett., 1, 251, 1962.
- [Kem07] S. Kempf, Entwicklung eines vollständig mikrostrukturierten metallisch magnetischen Kalorimeters, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Lun82] L. Lundgren et al., Low-field susceptipibility measurements on a Au-Fe spin glass, J. Phys. F, 12, 2663-2673, 1982.
- [Pie12] C. Pies et al., maXs: Microcalorimeter Arrays for High-Resolution X-Ray Spectroscopy at GSI/FAIR, J Low Temp Phys, 167, 269-279, 2012.
- [Por07] J.-P. Porst, Towards MARE: Development of a Metallic Magnetic Calorimeter with Superconducting Rhenium Absorber, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2007.
- [Rei86] W. Reim et al. Magnetic Equilibrium Noise in Spin-Glasses: $Eu_{0.4}Sr_{0.6}S$, Phys. Rev., **57**(7), 905-908, 1986.
- [Sve89] P. Svedlindh et al. Equilibrium magnetic fluctuations of a short-range Ising spin glass, Phys. Rev. B, 40(10), 7162-7166, 1989.
- [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.

Danksagung

Die Arbeit ist geschafft! Ich möchte allen denjenigen herzlich danken, die mich in verschiedener Weise unterstützt haben. Mein besonderer Dank gilt:

Herrn PROF. CHRISTIAN ENSS für die freundliche Aufnahme in seine Arbeitsgruppe und die durch ihn geschaffene Möglichkeit, auf dem spannenden Gebiet der Tieftemperatur-Detektoren arbeiten zu dürfen.

ANDREAS FLEISCHMANN für die klugen Ratschläge und den kritischen Blick, durch die er mich immer wieder entscheidend voran brachte. Ohne ihn hätte ich diese Arbeit nicht durchführen können. Ich habe wichtiges von ihm über die Interpretation und die Präsentation wissenschaftlicher Ergebnisse gelernt. Vielen Dank zudem für das Korrekturlesen dieser Arbeit!

LOREDANA GASTALDO für ihre nette Betreuung in meiner Anfangszeit am KIP. Ich wünsche ihr eine schöne Zeit mit Philip und dem neu geborenen Lorenz!

DANIEL HENGSTLER für seine außerordentliche Geduld und Freundlichkeit, mit der er mich sowohl während der Experimentierphase, als auch beim Schreiben der Makros und der Arbeit unterstützte. Immer wieder hatte er hilfreiche Ideen.

Meinen übrigen Mitstreitern im Büro, SÖNKE SCHÄFER, SIMON UHL, EMIL PAVLOV und JESCHUA GEIST für die Unterhaltung, die großartige Hilfsbereitschaft und ihre Toleranz gegenüber nervigen Fragen. Ein besonderes Dankeschön an Sönke für's Korrekturlesen. Bis zur letzten Minute habe ich tatkräftige Unterstützung erfahren!

SEBASTIAN KEMPF und GIULIO PIZZIGONI für ihre Vorarbeit, nämlich das Design und die Herstellung der Brückenschaltung sowie die Erstellung des Messprogramms.

CHRISTIAN PIES und PHILIP RANITZSCH für meine Einarbeitung!

RUDI EITEL und ANDREAS REISER für die stets zuverlässige Helium-Versorgung, sowie den Mitarbeitern der EDV und der Elektronik-Abteilung.

Dem Steuerzahler. Meine Arbeit kostete ihn mehr als 1500 Euro.

Der Taube und ihren beiden Küken in der Platane vor dem Bürofenster, die mich während des Schreibens aufgemuntert haben ;-)

Meinen Freunden CLAUS RIPP und MATHIAS WEGENER. Sie haben mir immer wieder Mut gemacht und mich auch mal von der Arbeit weggeholt. Trotz der Bachelorarbeit war es ein großartiger Grillsommer! Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegeben Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Heidelberg, den

.....

(Valentin Hoffmann)