## Fakultät für Physik und Astronomie Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

BACHELORARBEIT im Studiengang Physik

vorgelegt von **Benjamin Bastian** aus Salzgitter

2016

# Messung des Energiespektrums des Elektroneneinfanges von <sup>163</sup>Ho mithilfe von metallischen magnetischen Kalorimetern

Die Bachelorarbeit wurde abgegeben von Benjamin Bastian am 2. August Kirchhoff-Institut für Physik unter der Betreuung von Juniorprofessorin Dr. Loredana Gastaldo

Nach dem Standardmodel der Teilchenphysik ist das Neutrino masselos. Mit der Beobachtung der Neutrino-Oszillation wurde gezeigt, dass das Neutrino eine endliche Masse besitzt. Bei der "Electron Capture in <sup>163</sup>Ho"-Kollaboration (ECHo) ist eine Sensitivität bzgl. der Masse des Elektroneutrinos von unter 1 eV geplant. Eine endliche Masse des Neutrinos hat direkten Einfluss auf die Form des kalorimetrischen Energiespektrum des Zerfalls. Um diesen Einfluss zu identifizieren, muss das <sup>163</sup>Ho-Spektrum gut verstanden sein. Zur Studie dieses Spektrums ist eine Hochstatistikmessung erforderlich.

In dieser Arbeit wurde ein neuer experimenteller Aufbau entworfen, um das kalorimetrische Energiespektrum von <sup>163</sup>Ho in einer Hochstatistikmessung mit einer Auflösung von  $E_{\rm FWHM} \leq 10 \, {\rm eV}$  zu messen. Dabei wurden metallisch magnetische Mikrokalorimeter verwendeten, in dessen Absorber das instabile Nuklid implantiert wurde. Die Detektoren wurden bei einer Temperatur von 4,2 K charakterisiert und zeigten ein gutes Verhalten. Der Aufbau wurde in einem Verdünnungskryostaten bei der Arbeitstemperatur von 22 mK getestet. Hierbei trat ein unerwarteter Rauschbeitrag auf. Der Detektor erreichte eine Auflösung von  $\Delta E_{FWHM} \approx 50 \, {\rm eV}$ . Eine Änderung des Auslesesystems des Detektors wird es zukünftigen Experimenten erlauben bessere Leistungsfähigkeit zu erreichen.

## Measurement of the electron capture spectrum of <sup>163</sup>Ho using metallic magnetic calorimeters

According to the Standard Model of Particle Physics neutrinos are massless. The observation of neutrino oscillations demonstrates that neutrinos are indeed massive particles. The Electron Capture in <sup>163</sup>Ho collaboration (ECHo) plans to reach a sensitivity to the electron neutrino mass below 1 eV. The tiny mass of electron neutrinos have a direct impact in the shape of the <sup>163</sup>Ho spectrum in the region close to the endpoint. In order to identify this effect, a good theoretic understanding of the spectrum is needed.

In this work a new detector set-up was developed to perform a high statistics measurement of the <sup>163</sup>Ho spectrum with an energy resolution below 10 eV. For this, metallic magnetic calorimeters with enclosed <sup>163</sup>Ho are used. The detectors have been characterized at 4,2 K showing a good perfomance. In a test run performed in a dilution refrigerator at a base temperature of 22 mK, an unexpected additional noise of the readout channel was present. The achieved energy resolution was about  $\Delta E_{FWHM} \approx 50 \text{ eV}$  which did not allow for the precise measurement of the <sup>163</sup>Ho spectrum. A modification of the detector readout will allow in a future experiment to reach the aimed perfomance.

## Inhaltsverzeichnis

1	$\mathbf{E}$ i	inle	itung	1
<b>2</b>	$\mathbf{T}$	heo	retische Grundlagen	3
2	.1	El€	ektroneneinfang	3
	2.1	.1	Elektroneneinfang in <sup>163</sup> Ho	5
2	.2	Me	etallisches Magnetisches Kalorimeter (MMC)	7
	2.2	.1	Detektor anordnung als kanonisches Ensemble und Signalform	8
	2.2	.2	Detektorgeometrie	9
2	.3	dc-	SQUID-Magnetometer	11
	2.3	.1	Eigenschaften eines dc-SQUID	12
	2.3	.2	Linearisierung des dc-SQUID	13
	2.3	.3	Zweistufiger dc-SQUID Aufbau	13
2	.4	En	ergieauflösung und Rauschen	14
	2.4	.1	SQUID-Rauschen	14
	2.4	.2	Sensormaterial Au:Er	15
	2.4	.3	Magnetisches Johnson Rauschen	15
	2.4	.4	Thermodynamische Energiefluktuationen	16
	2.4	.5	Energieauflösung	16
3	$\mathbf{F}$	vno	rimentelle Methoden	10
J	Ľ	xpe	i mentene methoden	19
3	.1	Ex	perimenteller Aufbau	19
3	.2	Pra	äparieren des Feldstromes	21

ii	Inhaltsverzeichnis					
3.3 Si	gnalaufnahme und digitale Erfassung	22				
3.4 Si	gnalanalyse	23				
4 Exp	erimentelle Ergebnisse	25				
4.1 R	auschen und Energieauflösung	25				
4.1.1	Rauschen bei 4,2 K	25				
4.1.2	Ergebnisse bei 22 mK	27				
4.2 E	nergiespektrum	29				
4.2.1	Aktivität	29				
4.2.2	Energieauflösung	30				
4.2.3	Gemessenes <sup>163</sup> Ho-Spektrum	31				
5 Zusa	ammenfassung und Ausblick	33				
Literat	Literaturverzeichnis 3					

### 1. Einleitung

Um das kontinuierliche Energiespektrum des  $\beta$ -Zerfalls zu erklären wurde von Wolfgang Pauli die Existenz eines neutralen Teilchens postuliert. Das als Neutrino bezeichnete Teilchen unterliegt nur der schwachen Wechselwirkung, weshalb sein Nachweis 26 Jahre bis nach Paulis Postulat dauerte [CLC56]. Im sehr erfolgreichen Standardmodel hat das Neutrino einen festen Platz. In dieser Theorie wird es allerdings als masselos angesehen.

Mit der Beobachtung der Neutrino-Oszillation [Fuk98] wurde gezeigt, dass das Neutrino eine endliche Masse besitzt. Es wurde beobachtet, dass der auf der Erde gemessene Anteil der Elektroneutrinos der Sonne, nicht mit der Vorhersage der gutverstandenen Produktionsmechanismen in der Sonne übereinstimmt. Dies wird mit der Neutrino-Oszillation erklärt, mit der die Neutrinos nach einer gewischen Laufstrecke ihre Flavoureigenzustände ändern. Dies wird theoretisch dadurch erklärt, dass die Flavoureigenzustand eine Superposition der Masseneigenzustände sind. Für die Astrophysik und der Teilchenphysik war dies ein wichtiger Beitrag. Allerdings sind viele Theorien auf eine absolute Neutrinomasse angewiesen um bestimmte Effekte abschätzen zu können. Diese konnte bisher nicht festgelegt werden. Was zu einer Vielzahl von Experimenten zur Bestimmung der Neutrinomasse und einer großen wissenschaftlichen Aufmerksamkeit führte.

Die untere Grenze für das Elektroantineutrino wurde mit 2 eV durch das Tritium-Experiment [J.B12] festgelegt. Auf der anderen Seite ist die Masse des Elektroneutrino mit  $m(\nu_e) < 225 \text{ eV}$  weniger eingeschränkt. Gesetzt wurde diese Grenze durch die Erforschung des "IBEC<sup>41</sup> in <sup>163</sup>Ho [PTS87]. Die Halbwertszeit dieses Nuklids liegt bei etwa 4570 Jahren und der  $Q_{\text{EC}}$ -Wert liegt bei  $(2,833\pm0,030^{stat}\pm0,015^{syst})$  keV [Eli15]. Dieses Nuklid ist auch heute noch der beste Kandidat zur Bestimmung der Elektroneutrinomasse. Dieses wird in den drei Experimente ECHo [Has16], HOLMES [Alp15] und NuMECS [Cro16] verwendet. Diese bestimmen die bei dem Elektroneneinfang von <sup>163</sup>Ho entstehende kalorimetrische Energie zur Bestimmung der Elektroneutrinomasse und planen eine Sensitivität im Sub-eV-Bereich. Das Konzept der Messung des kalorimetrischen Energiespektrums geht auf den Vorschlag in [Rúj82] zurück. Die Masse des Neutrinos hat direkten Einfluss auf die Form des kalorimetrischen Energiespektrums des Zerfalls. Um diesen kleinen Einfluss der Neutrinomasse auf die Form des kalorimetrischen Abregungsspektrums zu identifizieren, muss das Spektrum präzise verstanden sein. Bei den ersten Messungen des Spektrums innerhalb der ECHo-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Internal Bremstrahlung Electron Capture

Kollaboration wurde eine Energieauflösung von  $\Delta E_{\rm FWHM} \leq 10 \, \rm eV$  erreicht. Dabei konnte gezeigt werden, dass das Energiespektrum zusätzliche unerklärte Resonanzen zeigt [Ran14], die bisherige Theorien, unter Berücksichtigung von Einlochanregungen im Tochteratom, nicht erklären konnten. Dies führte zu weiteren theoretischen Überlegungen [Rob15, Fae15, Rúj16] zum Elektroneneinfang von <sup>163</sup>Ho. So werden mögliche Mehrlochanregungen berücksichtigt, die die zusätzlichen Resonanzen erklären können. Diese theoretischen Modelle benötigen allerdings weitere experimentelle Beobachtungen, um das Spektrum ausreichend gut zu beschreiben. Diese sollen mit einem Hochstatistikspektrum (10<sup>5</sup> bis 10<sup>6</sup> Ereignisse) und einer Energieauflösung von unter 10 eV gegeben werden. Die vorliegende Arbeit hat das Ziel diese Messung durchzuführen.

In Kapitel 2 werden die physikalischen Grundlagen des Zerfalls von <sup>163</sup>Ho dargelegt. Eine Erläuterung der Funktionsweise des verwendeten Detektors, in welchem das instabile Isotop eingebettet ist, um eine Quanteneffizienz von nahezu 100% zu erreichen, wird dargelegt. Des Weiteren werden die zur Auslese verwendeten SQUID<sup>2</sup>-Magnetometer hier diskutiert. Ebenso werden die Rauschbeiträge des Aufbaus beschrieben, die die Energieauflösung des Experiments bestimmen.

Die Realisierung des Experimentes wird in Kapitel 3 erläutert. Neben den bei der Verwendung von metallisches magnetischen Mikrokalorimeter, sowie der für den Zweck einer drei- bis vierwöchigen Messung wichtigen experimentellen Methoden, werden hier erläutert.

Die Diskussion der Ergebnisse findet in Kapitel 4 statt. Zur Analyse der Energieauflösung wurden Rauschspektren des experimentellen Aufbaus bei 4,2 K und 22 mK aufgenommen und besprochen. Neben der Auflösung des Detektors wird auch die gemessene Aktivität diskutiert. Zum Schluss wird das gemessene kalorimetrische Energiespektrum gezeigt und erörtert.

Im letzten Teil der Arbeit wird eine Zusammenfassung geboten, in welcher die vorgestellten Ergebnisse resümiert und ein Fazit gezogen wird.

 $<sup>^{2}</sup>$ Akronym für **S**uperconducting **QU**antum Interference **D**evice

### 2. Theoretische Grundlagen

### 2.1 Elektroneneinfang

Ein Elektroneneinfang ist ein schwacher Prozess in einem Atom mit einem protonreichen Kern. Dabei wird ein Elektron aus einem der Orbitale H des Atoms vom Kern eingefangen und zusammen mit einem Proton des Kerns in ein Neutron umgewandelt. Bei diesem Prozess wird ein Elektroneutrino erzeugt und das Tochteratom in einem angeregten Zustand hinterlassen.

$${}^{A}_{Z}X \rightarrow^{A}_{Z-1} Y^{ex} + \nu_e(E_{\nu}) \tag{2.1}$$

Anregungen erster Ordnung sind dabei charakterisiert durch das zurückgelassene Loch H und ein zusätzliches Elektron in einer der äußeren Schalen. Ob ein Elektron eingefangen werden kann hängt dabei unter anderem von der Wellenfunktion ab, welche dabei im Ursprung  $\Phi(0)$  einen nicht verschwindenden Wert annehmen muss. Dies ist der Fall für s- und p<sub>1/2</sub>-Orbitale. Die Energie, welche dabei zur Verfügung steht ist gegeben durch die Massendifferenz des Mutter- und Tochteratoms im Grundzustand  $Q_{EC}$ . Deshalb gilt aus energetischen Gründen für die Ionisationsenergie des eingefangenen Elektrons  $E_{\rm H} < Q_{EC}$  Die Massendifferenz  $Q_{EC}$  teilt sich nach dem Einfang auf in:

$$Q_{EC} = E^{ex} + E_{\nu} + E_r \tag{2.2}$$

Hierbei ist  $E^{ex} = E_{\rm H} - E_{ee}$  die Anregungsenergie des Tochteratoms, definiert durch die Ionisationsenergie  $E_{\rm H}$  des eingefangenen Elektrons und die Energie  $E_{ee}$  des zusätzlichen Elektrons im äußeren Orbital.  $E_{\nu} = \sqrt{m_{\nu}^2 c^4 + p_{\nu}^2}$  ist die Energie des Elektroneutrinos und  $E_r$ , der beim Rückstoß des Neutrinos auf das Atom übertragene Impuls. Die Abregung in den Grundzustand erfolgt durch die Aussendung von Röntgenphotonen und Elektronen (Auger-Effekt, Koster-Kronig Übergänge).

Das Studium des Elektroneneinfangs kann dazu verwendet werden, die effektive Masse des Elektroneutrinos zu bestimmen. Dazu verwendet man den von DeRùjula und Lusignuoli 1982 [Rúj82] vorgeschlagenen Ansatz das Abregungsspektrum des Elektroneneinfanges zu messen, indem das Nuklid in ein Kalorimeter implantiert wird. Durch die Implantation in den Detektor soll garantiert werden, dass im Kalorimeter die gesamte Energie  $E^{ex} + E_r$  deponiert wird. Die Energie des Neutrinos wird vom Detektor dabei nicht erfasst. Daraus ergibt sich für die kalorimetrisch gemessene Energie:

$$E_c = E^{ex} + E_r \tag{2.3}$$

Im folgenden wird  $E_r$  vernachlässigt, da diese Energie für das hier vorgestellte Experiment verschwindend gering ausfällt. Der Endpunkt wird durch die zur Verfügung stehende Energie  $Q_{EC}$  und durch eine effektive Neutrinomasse festgelegt. Da es sich bei der Reaktion (2.1) um einen Zweikörperzerfall handelt, ergibt sich für einen Beitrag H eine Breit-Wigner Verteilung mit einer diskreten Position des Maximums:

$$\frac{dW[E_{\rm H}^{ex}]}{dE_c} = \kappa E_{\nu} p_{\nu} n_{\rm H} \Phi_{\rm H}^2(0) BW[E_c, E_{\rm H}^{ex}, \Gamma_{\rm H}]$$
(2.4)

Mit der Energie des Neutrinos

$$E_{\nu} = Q_{\rm EC} - E_c, \quad , \tag{2.5}$$

dessen Impuls

$$p_{\nu} = \sqrt{(Q_{EC} - E_c)^2 - m_{\nu}^2} \tag{2.6}$$

und der Breit-Wiegner Verteilung

$$BW[E_c, E_{\rm H}^{ex}, \Gamma_{\rm H}] \equiv \frac{\Gamma_{\rm H}}{2\pi} \frac{1}{(E_c - E_{\rm H}^{ex})^2 + \Gamma_{\rm H}^2/4}.$$
 (2.7)

Dabei ist  $\Gamma_{\rm H}$  die natürliche Linienbreite.  $E_{\rm H}^{ex}$  ist dabei die Anregungsenergie des Tochteratoms nach dem Elektroneneinfang eines Elektrons aus dem Orbital H und  $E_{\nu}$  hat hier seinen Ursprung in den Matrixelementen der schwachen Wechselwirkung.  $p_{\nu}$  ist ein Phasenraumfaktor und  $\kappa$  eine Konstante, welche die Matrixelemente der Kernkräfte und die Fermikonstante beinhaltet. Die Breit-Wigner Verteilung wird mit  $BW[E_c, E_{\rm H}^{ex}, \Gamma_{\rm H}]$  bezeichnet.  $B_{\rm H}$  ist eine Korrektur aufgrund von Überlapp und Austausch der Wellenfunktionen der Elektronen. Die Parameter  $E_{\nu}$  und  $p_{\nu}$  beinhalten Informationen über die Neutrinomasse [Rúj16]. Aus den bekannten instabilen Nukliden, die mit einem Elektroneneinfang zerfallen, hat <sup>163</sup>Ho den kleinsten  $Q_{\rm EC}$ -Wert mit  $(2,833\pm0,030^{stat}\pm0,015^{syst})$  keV [Eli15]. Wie im Phasenraumfaktor  $p_{\nu}$  zu sehen ist, haben Nuklide mit einem niedrigen  $Q_{\rm EC}$ -Wert den Vorteil, dass sie vergleichsweise viele Ereignisse in einer kleinen Energieregion nahe am Endpunkt haben. Hier ist die größte Sensitivität auf die Neutrinomasse. Damit erscheint <sup>163</sup>Ho zur Detektion der Neutrinomasse als die beste Wahl.

Ein gutes theoretisches Verständnis des Spektrums ist wichtig, um aus dessen Form die Elektroneutrinomasse ableiten zu können.

### 2.1.1 Elektroneneinfang in <sup>163</sup>Ho

 $^{163}$ Ho zerfällt mit einer Halbwertszeit von ca. 4570 Jahren Aussendung eines Elektroneutrinos, bis zum Grundzustand des stabilen Isotop  $^{163}$ Dy.

$${}^{163}_{67}Ho \to {}^{163}_{66}Dy^{ex} + \nu_e(E_\nu) \to {}^{163}_{66}Dy + E_c + \nu_e(E_\nu)$$
(2.8)

Zur Bestimmung der Elektroneutrinomasse wird <sup>163</sup>Ho in drei Experimenten ECHo [Has16], HOLMES [Alp15] und NuMECS [Cro16] verwendet. Diese Experimente nutzen den oben beschriebenen Ansatz und messen das Abregungsspektrum des Elektroneneinfanges von <sup>163</sup>Ho. Das Spektrum wird durch die charakteristischen Energien der Löcher H dominiert und lässt sich durch die Summe aller möglichen Anregungszuständen H (vgl. Gleichung 2.4) berechnen:

$$\frac{dW_{tot}}{dE_c} = \kappa E_{\nu} p_{\nu} \sum_{\mathcal{H}} n_{\mathcal{H}} \Phi_{\mathcal{H}}^2(0) B_{\mathcal{H}} BW[E_c, E_{\mathcal{H}}^{ex}, \Gamma_{\mathcal{H}}]$$
(2.9)

Mit  $B_{\rm H}$  als einem Korrekturfaktor aufgrund von Elektronenaustausch und Überlappung. Die Anregungsenergien des <sup>163</sup>Dy  $E_{\rm H}^{ex}$  sind unter Einbeziehung des  $4f_{7/2}$ -Elektrons durch welches sich Tochter- und Mutteratom unterscheiden:

$$E_{\rm H}^{ex} \approx E_{\rm H} - E_{4f7/2} \tag{2.10}$$

Hierbei sind  $E_{\rm H}$  die Ionisationsenergie des Elektrons im Orbital H des <sup>163</sup>Dy und  $E_{4f7/2}$ die des  $4f_{7/2}$ -Elektrons im <sup>163</sup>Ho. Ein solches Energiespektrum wurde z.B. im Rahmen des ECHo-Projektes kalorimetrisch gemessen [Ran14]. Hierbei vielen zusätzliche Strukturen im Spektrum auf, die nicht mit nachvollziehbaren zusätzlichen Quellen für Untergrundereignisse erklärt werden konnten. Es wurde daher geschlussfolgert, dass solche Strukturen sehr wahrscheinlich einem angeregtem Zustand des  $^{163}$ Dy entsprechen können. Im Folgenden wurde von verschiedenen Gruppen großer Aufwand betrieben, um diese neuen Strukturen in den Daten theoretisch zu erklären [Rob15, Fae15, Rúj16]. Ein Ansatz ist es, dass das angeregte <sup>163</sup>Dy mehr als ein Loch H hat. Ist das zweite angeregte Elektron noch in einem äußerem Orbital mit sehr geringer Bindungsenergie am Kern gebunden spricht man von einem "Shake-up", wird dieses vom Atom emittiert heißt dieser Vorgang "Shake-off". In beiden dieser Fälle verbleibt das Tochteratom in einem angeregten Zustand mit zwei Löchern H und H'. Bei diesen Prozessen spricht man von einer Zweilochanregung, welche Prozesse höherer Ordnung sind. Die Anregung mit einem Loch sollen im Folgenden Einlochanregungen genannt werden. Der Shake-up hat einen diskreten Beitrag zum Abregungsspektrum mit der Form einer Breit-Wiegner Verteilung. Die gemessene Energie ist dabei

$$E_c = E_{\rm H} + E_{\rm H'} - E_{4f7/2} + E_r \tag{2.11}$$



Abb. 2.1: (a) zeigt ein gemessenes kalorimetrisches Energiespektrum (rot) [Ran14], um die Region der NI-Linie. (blau gestrichelt) zeigt die Einlochanregungen mit Parametern entnommen aus [Fae15]. (violett) zeigt Ein- und Zweilochanregungen mit Parametern aus [Fae15]. In (b) ist die gleiche Messung aus (a), welche mit der Theorie aus [Rúj16] überlagert ist. Zu sehen sind neben dem gesamten theoretischen Spektrum (blau) auch die einzelnen Beiträge der Shake-up (grün, schwarz) und Shake-off Prozesse (lila, rot).

Wohingegen der Shake-off einen kontinuierlichen Beitrag leistet. Es ist zu erwarten, dass die Amplituden dieser Zweilochanregungen im Vergleich zu den Einlochbeiträgen gering sind. Die im Detektor deponierte kalorimetrische Energie  $E_c$  lässt sich aufteilen in:

$$E_c = E_{e,kin} + E_{\rm H} + E_{\rm H'} - E_{4f7/2} + E_r \tag{2.12}$$

Hierbei ist  $E_{e,kin}$  die kinetische Energie des emittierten Elektrons.

Diese zusätzlichen Beiträge wurden in den oben zitierten Arbeiten unterschiedlich berücksichtigt. So wurde in [Rob15] neben den Einlochanregungen nur der Shake-up beachtet. Die Ergebnisse dieser Rechnung finden sich in Tabellenform (Tabelle A.1) im Anhang. Faessler und Šimkovic beachteten zusätzlich den Shake-off, allerdings mit verschwindender kinetischer Energie  $E_{e,kin}$  des emittierten Elektrons [Fae15]. Dadurch ergeben sich auch für die Shake-off Prozesse diskrete Beiträge zum Spektrum mit einer Breit-Wiegner Verteilung, deren Energien genau den Resonanzen des Shakeup entsprechen. Beide Theorien führen zu zusätzlichen Linien im kalorimetrischen Spektrum. Die vorhergesagten Energien der zusätzlichen Beiträge sind identisch, jedoch unterscheiden sich die relativen Amplituden, aufgrund der verschiedenen Modelle zum Berechnen der Wellenfunktionen. Robertson verwendete bei seinen [Car68, Car73] berechnet wurden. Faessler machte einen relativistischen Ansatz zur Bestimmung der Wellenfunktionen. Wie in Abbildung 2.1 (a) zu sehen ist die Theorie von Faessler nicht in der Lage die Form des Spektrums vollständig zu beschreiben. In der Theorie werden konkrete Energien wie z.B. 4 eV für NIOI<sup>1</sup> Linie oder 450 eV für die NI Linie gegeben. Die berechneten Amplituden wurden jedoch nicht gefunden und die kontinuierliche Schulter oberhalb der NI-Linie könnte nicht erklärt werden. In [Rúj16] wurde im Shake-off Prozess angenommen, dass das Elektron kinetische Energie  $E_{kin} \in [0, Q_{\rm EC} - E_{\rm H} - E_{\rm H'}]$  ins Kontinuum fort trägt. In Abbildung 2.1 (b) ist zu sehen, dass diese Theorie die Messwerte um NI besser beschreibt. Jedoch hat sich gezeigt, dass diese Theorie in der Region um die MI-Linie von den Messwerten abweicht.

Um die Form des kalorimetrischen Energiespektrums besser zu verstehen ist es notwendig, das Spektrum mit einer Energieauflösung von etwa 10 eV zu messen. Dies erlaubt es die in den Theorien erwarteten Strukturen des Spektrums, die sich durch Zweilochanregungen ergeben (siehe z.B. Abbildung 2.1 (b) die Shake-up Beiträge) von den dominierenden Einlochbeiträgen (NI, NII) hinreichend zu unterscheiden. Aufgrund der geringeren Wahrscheinlichkeit der Zweilochanregungen sind mindestens  $10^6$  Ereignisse im Spektrum nötig um eine ausreichende Statistik zu erhalten. Daher soll in dieser Arbeit ein experimenteller Aufbau entworfen werden um eine Messung zu ermöglichen, die diese Größenordnung von Ereignissen in einer drei- bis vierwöchigen Messung aufnehmen kann.

### 2.2 Metallisches Magnetisches Kalorimeter (MMC)

Für die Messung des kalorimetrischen Spektrums soll ein metallisches magnetisches Mikrokalorimeter verwendet werden. Abbildung 2.2 zeigt ein schematisches Bild eines MMC's. Diese Detektoren bestehen aus einem Absorber (1) mit der Wärmekapazität  $C_{sens}$  und einem paramagnetischen Sensors (2) mit einer Wärmekapazität  $C_{sens}$ . Gemessen wird die Temperaturänderung  $\delta T$  bei einem Energieeintrag  $\delta E$  durch ein absorbiertes Teilchen in diesem System mit der Wärmekapazität  $C = C_{sens} + C_{abs}$ . Der Sensor befindet sich in einem Magnetfeld B (3), welches diesen magnetisiert. Der Sensor (2) ist magnetisch über supraleitende Spulen (4) an ein hochsensitives SQUID-Magnetometer (5) gekoppelt, welches die Temperaturänderung als Funktion der Flussänderung misst. Zum Schluss ist der Sensor mit einem Wärmebad (6) schwach thermisch gekoppelt (7), welche durch das Design frei wählbar ist. Die Änderung

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Zur Beschreibung der einzelnen Linien wird die in der Röntgenphysik übliche Schreibweise verwendet. Dabei werden die Linien den eingefangenen Elektronen zugeordnet. Die Großbuchstaben bezeichnen nach dem Bohrschen Atommodel die besetzte Schale (K entspricht n = 1, L: n = 2, etc.), während mit den römischen Ziffern die Energieniveaus innerhalb der Schalen vom niedrigsten an durchnummeriert werden.



der Magnetisierung  $\delta M$  ist mit der Energieänderung im Absorber über die einfache Relation

$$\delta M = \frac{\partial M}{\partial T} \delta T = \frac{\partial M}{\partial T} \frac{\delta E}{C}$$
(2.13)

verbunden [Fle05]. Die thermodynamischen Eigenschaften von Au:Er sind gut verstanden und präzise berechenbar mithilfe der Molekularfeldtheorie. Dies erlaubt es MMCs mit gut definierten Eigenschaften zu entwickeln, welche auf die Detektion von bestimmten Teilchen und Photonen zugeschnitten werden können.

### 2.2.1 Detektoranordnung als kanonisches Ensemble und Signalform

Um die Punktantwortfunktion des Detektors auf einen Energieeintrag zu bestimmen kann die Anordnung als ein kanonisches Ensemble mit zwei diskreten Subsystemen beschrieben werden (siehe Abb. 2.3). Dabei stellt das Zeemansystem der Wärmekapazität  $C_z$  die magnetischen Momente des Sensormaterials dar. Dieses ist mit dem Elektronensystem  $C_e$  über die thermische Kopplung  $G_{ze}$  verbunden, welches mit dem Wärmebad der über die Kopplung  $G_{eb}$  kontakt hat. Dieses Ensemble unterliegt thermischen Energiefluktuation, welche sich durch zufällige Energieüberträge zwischen den Subsystemen  $P_{ze}$  bzw.  $P_{eb}$  charakterisiert sind.

Die zeitliche Entwicklung der Energien innerhalb der Subsysteme lassen sich mithilfe zweier gekoppelter Differentialgleichungen beschreiben. Um die Detektorantwort eines Wärmeeintrages von  $\dot{Q}(t) = E\delta(t)$  zu berechnen, vernachlässigt man die Rauschquellen  $P_{ze}$  und  $P_{eb}$  und löst die Differentialgleichung für den Energieinhalt des Zeemansystems.

$$E_z(t) = E\beta \left( -e^{-\frac{t}{\tau_0}} + e^{-\frac{t}{\tau_1}} \right)$$
(2.14)

Diese Funktion entspricht damit einer Signalantwort mit den Anstiegs- bzw. Ab-



Abb. 2.3: Model eines magnetischen Kalorimeters als kanonisches Ensemble mit zwei Subsystemen. Der Energieeintrag findet im Elektronensystem statt, welches thermisch mit dem Wärmebad und dem Zeemansystem gekoppelt ist.

fallszeiten  $\tau_0$  und  $\tau_1$ , welche von den thermodynamischen Eigenschaften  $G_{eb}$ ,  $G_{ze}$ ,  $C_e$  und  $C_z$  des Systems abhängen. Der Parameter  $\beta = C_z/(C_z + C_e)$  ist das Verhältnis der Wärmekapazitäten des Zeemansystems  $C_z$  im Sensormaterial und die des Elektronensystems  $C_e$  [Fle05]. Man erkennt direkt, dass die Signalhöhe an das Verhältnis  $\beta$  gekoppelt ist. Die Anstiegszeit hängt mit der Elektron-Spinkopplung des Zeemansystems zusammen und ist gegeben durch die Korringa-Relation [Whi02]

$$\tau_0 = (1 - \beta) \frac{\kappa}{T},\tag{2.15}$$

wobei  $\kappa = 7 \cdot 10^{-9}$  Ks für Au:Er ist [Sjø75]. Für  $\beta \approx 0.5$  und T = 30 mK erhält man  $\tau_0 \approx 100$  ns. Abbildung 2.4 zeigt die Punktantwortfunktion (2.14).

### 2.2.2 Detektorgeometrie

In der vorliegenden Arbeit wurde der Detektorchip mit dem Design D14E-Sandwich verwendet. Dieser Chip enthält ein Array aus  $8 \times 2$  Detektorpixel aus der Serie "maXs-20" auf einem Substrat aus Silizium der Maße  $5 \times 5 \text{ mm}^2$ . Diese Detektoren wurden für die Detektion von Röntgenphotonen mit einer Energie bis zu 20 keV optimiert [Heu11]. Abbildung 2.5 (a) zeigt den schematischen Aufbau des Detektors. In grau sind die supraleitenden Detektionsspulen aus Niob abgebildet, welche mit dem Feldstrom  $I_f$  das Magnetfeld erzeugen um das Sensormaterial Au:Er (orange) magnetisiert. Dieses Design verwendet eine sogenannte Sandwich-Geometrie für die Auslesespule des Au:Er Sensors. Hierbei wurde auf dem Sensor, der auf der supraleitenden Auslesespule liegt, eine weitere supraleitende Fläche (zweite Nb-Schicht, **grau**) mit einem Durchmesser von 105  $\mu m$  strukturiert. Hierdurch befindet sich der Sensor wie ein SSandwichßwischen den verbundenen supraleitenden Strukturen. Um



**Abb. 2.5:** (a) zeigt den schematischen Aufbau des D14E-Sandwichs. In (b) ist ein Foto eines Detektors.

die Sensitivität des Detektors zu maximieren spielt der sogenannte Füllfaktor F einer Geometrie eine entscheidende Rolle.

$$F = \frac{\int_{V_s} B^2(\mathbf{r}) d^3 r}{\int_{\mathbb{R}^3} B^2(\mathbf{r}) d^3 r}$$
(2.16)

Dieser liegt für das Sandwich-Design mit  $F \approx 1$  nahe am Maximum [Fle09]. F ist der Quotient der magnetischen Feldenergie im Sensorvolumen  $V_s$  und der gesamten Feldenergie und bestimmt damit, wie stark die Spins im Zeemansystem des paramagnetischen Sensors an das Magnetfeld koppeln. Die zwei Spulen eines Detektors mit einer Induktivität von 1,8 nH sind gradiometrisch parallel geschaltet, so ist die Richtung des Stromflusses  $I_f$  in den Spulen genau gegensätzlich, wodurch äußere Störungen von homogenen Magnetfeldern gerade kompensiert werden. Der Feldstrom  $I_f$  erzeugt in der Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers einen magnetischen Fluss, welche selbst parallel zu den Detektionspulen geschaltet ist. Das Absorbermaterial ( $250 \times 250 \,\mu \text{m}^2 \times 5 \,\mu \text{m}$ ) ist über fünf sogenannte Stems (gelb) mit einem Durchmesser von  $12 \,\mu \text{m}$  mit dem Sensormaterial (Au:Er) verbunden. Durch diese thermische Kopplung soll der Verlust von Hochenergiephononen, die während der ersten Phase der Thermalisierung entstehen, verhindert werden, um einen unerwünschten Energieverlust zu reduzieren.

In jeden der 16 Absorber wurde auf einer Fläche von  $230 \times 230 \,\mu\text{m}^2$ <sup>163</sup>Ho implantiert. Dies geschah im Dezember 2015 bei ISOLDE, CERN. Nach der Implantation wurde eine weitere Goldschicht ( $240 \times 240 \,\mu\text{m}^2 \times 5 \,\mu\text{m}$ ) auf den Absorber und das Holmium strukturiert, um das <sup>163</sup>Ho vollständig einzuschließen und eine Quanteneffiziens von > 99,99% zu erreichen.

Der Absorber wurde derart dimensioniert, dass eine Quanteneffizienz von nahe 100% für die Energien und den Teilchen, die beim Elektroneneinfang des <sup>163</sup>Ho entstehen, erreicht wird. Daher besteht dieser aus zwei Lagen Au. Auf die erste Lage wurde das <sup>163</sup>Ho implantiert<sup>2</sup>, wonach in einem zweiten Fabrikationsschritt eine weitere Goldschicht gleicher Maße auf strukturiert wurde [Ran14].

### 2.3 dc-SQUID-Magnetometer

Der Detektor D14E-Sandwich ist derartig konstruiert, dass ein SQUID-Magnetometer zum Auslesen der Detektionsspule verwendet werden kann, welches die Flussänderung in eine Spannungsänderung umwandelt. Für eine genauere Beschreibung der SQUIDs siehe [Cla06]. Im Nachfolgenden wird auf die Funktionsweise nur auf diese Anwendungen notwendigen Charakteristiken eingegangen.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Die Implantation fand statt in Isolde, CERN statt [Has16].

#### 2.3.1 Eigenschaften eines dc-SQUID

Ein dc-SQUID ist eine supraleitende geschlossene Schleife, welche an zwei Stellen Josephson-Kontakte<sup>3</sup> besitzt. Abb. 2.6 (a) zeigt ein dc-SQUID schematisch dargestellt. Cooperpaare sind Bosonen und lassen sich daher durch eine makroskopische Wellenfunktion beschreiben, wodurch der in der Schleife eingeschlossene Fluss quantisiert wird [Bar57, Jos62]. An den Josephson-Kontakten kann magnetischer Fluss eintreten oder austreten. Parallel zu den Kontakten sind Shunt-Widerstände angebracht, welche ein hysteresisches Verhalten des SQUIDs verhindern [Cla06]. Lässt man einen Strom I über das SQUID fließen tunneln die Cooperpaare zunächst durch die Kontakte ohne Spannungsabfall, bis ein kritischer Strom  $I_c$  erreicht wird. Wie in Abb. 2.6 (b) zu sehen entsteht ein endlicher Spannungsabfall und der SQUID geht zu höheren Strömen zu einem ohmschen Verhalten über. Die Form dieser Kurve zeigt zwei Extrema und



**Abb. 2.6:** (a) Schema eines SQUID (b) Strom-Spannungs-Charakteristik für die beiden Extrema der Flusszuständen (c) Fluss-Spannungs-Charakteristik mit dem Biasstrom  $I_b = 31 \,\mu\text{A}$ 

ist stark abhängig von dem durch die Leiterschleife fließenden magnetischen Fluss. Nimmt der Fluss ein Vielfaches des Flussquants  $\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2,07 \cdot 10^{-15}$ Vs an so entspricht der Spannungsabfall der unteren Kurve bzw. für  $\Phi = (n + 1/2)\Phi_0$  der oberen. Den Betriebsstrom  $I_b$  (siehe gepunktete Linie in (b)) wählt man  $I_b > I_c$  um einen endlichen Spannungsabfall zu messen. Betrachtet man nun diesen Abfall als Funktion des magnetischen Flusses so zeigt sich die Spannung sinusförmig (c).

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>Ein Josephson-Kontakt ist eine nichtleitende Barriere, durch welche die Cooperpaare hindurchtunneln müssen. Realisiert werden diese durch Metalloxidschichten mit der Dicke von wenigen nm.

### 2.3.2 Linearisierung des dc-SQUID

Wie man an Abb. 2.6 (c) erkennt ist die einfache SQUID-Kennlinie hochgradig unlinear. Um nun einen linearen Fluss-Spannungs-Wandler zu erhalten dessen Sensitivität  $V_{\Phi} = \partial V / \partial \Phi$  auch nicht vom eingekoppelten Fluss abhängt, koppelt man eine Rückkoppelspule an das SQUID, durch welche ein Rückkoppelstrom  $I_f$  fließen kann um den externen magnetischen Fluss  $\partial \Phi$  zu kompensieren. Auf diese Weise wird der Arbeitspunkt des SQUID's definiert. Um den Rückkoppelstrom  $I_f$  zu erzeugen, wird die Änderung der abgegriffene Spannung  $dU_{SQ}$  integriert. Die integrierte Spannung fällt über einen Rückkoppelwiderstand  $R_{fb}$  ab durch welchen der Strom  $I_f$  zur die Rückkoppelspule fließt. Die Spannung über dem Feedbackwiderstand hinter dem Integrator wird als Messsignal verwendet, welches direkt proportional zur Flussänderung im SQUID ist. Dieses Verfahren wird als Flux-Locked Loop (FLL) bezeichnet [Dru11]. Für die Realisierung des hier beschriebenen Schaltplans gibt es Standard Zwei- und Drei-Kanal Verstärkerelektroniken<sup>4</sup> mit einer 24 Pin Lemo-Anschluss und werden im Folgenden SQUID-Elektroniken genannt.

### 2.3.3 Zweistufiger dc-SQUID Aufbau

Um das Signal des dc-SQUID's, welches an das MMC gekoppelt ist, bereits im Kryostaten zu verstärken, verwendet man ein Array aus 16 hintereinandergeschalteten SQUIDs, in die das Ausganssignal des Detektor-SQUID gleichermaßen einkoppelt. Der Aufbau ist in Abb. 2.7 dargestellt. Die Spannung wird über das gesamte Array abgegriffen. Das Feedbacksignal für den FFL-Betrieb geht weiterhin an das Front-End. Die Flussänderung  $\Delta \Phi_1$  führt zu einer Spannungsänderung  $\Delta U_1 = V_{\Phi,1} \cdot \Delta \Phi_1$ . Dadurch ändert sich der Stromfluss  $\Delta I_1 = \Delta U_1/R_g$  durch die zum Detektor-SQUID parallelen Spule, welche als Flussänderung  $\Delta \Phi_2 = M_{i2} \cdot \Delta I_1^5$  in das Array einkoppelt. Die in Reihe geschalteten SQUIDS verhalten sich wie ein einziges SQUID, vorausgesetzt in alle 16 SQUIDs koppelt die gleiche Flussänderung  $\Delta \Phi_2$  eue. Demnach kann dem Array ebenfalls eine Sensitivität  $V_{\Phi,2} = \partial V_2/\partial \Phi_2$  zugeordnet werden. Unter Berücksichtigung aller Zusammenhänge inklusive des Verstärker mit dem Multiplikationsfaktor *a* folgt für die Ausgangsspannung  $U_{out}$ :

$$U_{out} = a \int_{U_2(0)}^{U_2(1)} dU_2 = a \int_{\Phi_1(0)}^{\Phi_1(1)} \frac{V_{\Phi,1} V_{\Phi,2} M_{12}}{R_g} d\Phi_1 = a \frac{V_{\Phi,1} V_{\Phi,2} M_{12}}{R_g} \Delta \Phi_1$$
(2.17)

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>FLL-Electronics, Magnicon

 $<sup>{}^{5}</sup>M_{ij}$  bezeichnet die Kopplungsfaktoren zwischen einer Spule und dem SQUID.



Abb. 2.7: Schema eines zweistufigen Aufbaus mit der FFL-Elektronik zur Linearisierung des Frontend-SQUIDs.

Über den Widerstand  $R_{fb}$  fällt die Ausgangsspannung  $U_{out}$  ab. Damit entsteht ein Rückkoppelstrom  $I_f = U_{out}/R_{fb}$ , welcher in der Rückkoppelspule den magnetischen Fluss  $\Delta \Phi_1 = M_{fb} \cdot I_f$  mit umgekehrten Vorzeichen erzeugt, wodurch das Detektor-SQUID an seinem Arbeitspunkt stabilisiert bleibt [Fle03].

### 2.4 Energieauflösung und Rauschen

Energieauflösung des Detektors ist limitiert durch das Rauschen des gesamten Aufbaus. Erst ein Verstehen aller Rauschbeiträge erlaubt es, die Auflösung des Detektors zu verbessern, indem man diese reduziert. Umgekehrt erlauben Analysen des Rauschens Vorhersagen über die Energieauflösungen zu treffen. Das Rauschen lässt sich in verschiedene Beiträge aufteilen.

### 2.4.1 SQUID-Rauschen

Jeder ohmscher Widerstand erzeugt ein weißes Stromrauschen mit einer konstanten temperaturabhängigen spektralen Leistungsdichte [Nyq28, Joh28]. Ein Magnetometer übersetzt dieses Stromrauschen in ein magnetisches Flussrauschen. Im Falle eines SQUIDs tragen dabei sowohl die Shunt-Widerstände als auch Josephson-Kontakte zum intrinsischen weißen Rauschen  $\sqrt{S_{\Phi,SQ,w}}$  bei, welche sich additiv zusammensetzen

[Fer15]. Zusätzlich kommt bei niederen Frequenzen ein weiterer Rauschbeitrag hinzu. Dieses 1/f-Rauschen wird phänomenologisch beschrieben [Dru11] und am Ende zum weißem Rauschen inkohärent hinzu addiert. Damit lässt sich das SQUID-Rauschen beschreiben als:

$$S_{\Phi,SQ}(f) = S_{\Phi,SQ,w} + \frac{S_{\Phi,1/f}(1\text{Hz})}{f^{\alpha}}$$
 (2.18)

Dabei ist  $\sqrt{S_{\Phi,1/f}}(1\text{Hz})$  die Rauschamplitude des 1/f-Anteils bei einer Frequenz von 1Hz und  $\alpha$  ein freier Koeffizient zwischen 0,5 und 1 [Fer15].

### 2.4.2 Sensormaterial Au:Er

Ein weiterer Rauschbeitrag ergibt sich aus den magnetischen Momenten der Erbium-Atome im Sensormaterial. Neuere Untersuchungen haben ergeben, dass dieses Rauschen mit der AC-Suszeptibilität des Sensormaterials Au:Er zusammenhängt [Wis13]. Das Energiespektrum dieses Rauschbeitrages zeigt eine Frequenzabhängigkeit und kann phänomenologisch mit

$$S_{\Phi,Er} \simeq 0.12 \frac{\mu_B^2}{f^\eta} \tag{2.19}$$

beschrieben werden, wobei  $\mu_B$  das Bohrsche Magneton und  $\eta$  einen frei wählbaren Parameter zwischen 0,8 und 1 darstellt [Hof12].

### 2.4.3 Magnetisches Johnson Rauschen

Bei endlicher Temperatur führen die Elektronen thermische Bewegungen aus, die vergleichbar mit denen der Brownschen Molekularbewegungen sind. Diese ungeordneten Bewegungen führen zu Magnetfeldfluktuationen im und in näheren Umgebung des betrachteten elektrischen Leiters. Die Fluktuationen koppeln in der Detektionsspule ein und führen zu einem zusätzlichen Beitrag zum magnetischen Flussrauschen in der Spule und damit auch im SQUID-Magnetometer. Dieser Effekt wird zur Analogie des Johnson-Rauschen elektrischer Leiter als magnetisches Johnson-Rauschen  $\sqrt{S_{\Phi,JR}}$ bezeichnet [Fle05]. Numerische Simulationen mit der Finite-Elemente Software haben gezeigt, dass dieses Rauschen für das hier verwendete Design bis zu zwei Größenordnungen unter dem typischen weißem Rauschen des Magnetometers und daher vernachlässigt werden kann. Der Absorber liefert hier ebenfalls keinen nennenswerten Beitrag da sich dieser oberhalb der supraleitenden Abdeckung des Sensormaterials befindet.

#### 2.4.4 Thermodynamische Energiefluktuationen

Wie bereits in Kapitel 2.2.1 diskutiert wurde, lässt sich die zeitliche Entwicklung der Energien innerhalb der Subsysteme des Detektoraufbaus mithilfe zweier gekoppelter Differentialgleichungen beschreiben. Um nun das Rauschspektrum des Zeemansystems zu erhalten, dessen Energiefluktuationen über sein magnetisches Moment an die Einkoppelspule gekoppelt ist, ist es nötig die Differentialgleichungen in den Frequenzraum zu transformieren und zu lösen<sup>6</sup>. Damit folgt für das thermodynamische Rauschspektrum:

$$S_{E_z}(f) = k_B C_z T^2 \left( (1 - \beta) \frac{4\tau_0}{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} + \beta \frac{4\tau_1}{1 + (2\pi\tau_1 f)^2} \right)$$
(2.20)

Dieses Rauschen hängt von den thermodynamischen Eigenschaften des Detektors ab und ist somit intrinsisch und limitierend in Bezug auf die Energieauflösung für jedes MMC.

### 2.4.5 Energieauflösung

Die Energieauflösung hängt mit dem Signal-zu-Rauschverhältnis *SNR* zusammen. Diese lässt sich unter anderem mit Hilfe eines sogenannten optimalen Filters berechnen. Es kann gezeigt werden, dass sich die Energieauflösung aus dem Signal-zu-Rauschverhältnis *SNR* berechnen lässt:

$$SNR(f) = \frac{\left|\tilde{p}(f)\right|}{\sqrt{S_{\Phi,ges}}}$$
(2.21)

$$\left| \tilde{p}(f) \right| \simeq \frac{\tau_1 \beta}{\sqrt{1 + (2\pi\tau_0 f)^2} \sqrt{1 + (2\pi\tau_1 f)^2}}$$
 (2.22)

$$\Delta E_{rms} = \left[ \int_0^\infty SNR(f)^2 4df \right]^{-\frac{1}{2}}$$
(2.23)

Dabei ist  $\tilde{p}(f)$  die Fouriertransformierte der dimensionslosen Punktantwortfunktion 2.14 aus Kapitel 2.2.1. Betrachtet man bei der Berechnung der Energieauflösung lediglich den Rauschbeitrag des Zeemansystems aufgrund thermodynamischer Fluktuationen (vgl. Gleichung 2.20) und wählt  $\beta$  mit 1/2 optimal ergibt sich daraus:

$$\Delta E_{rms} = \sqrt{8k_B C_e T^2} \left(\frac{\tau_0}{\tau_1}\right)^{\frac{1}{4}} \tag{2.24}$$

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup>für Details betrachte [Fle05]

Durch die Reduzierung der Wärmekapazität  $C_e$ , sowie die Anstiegszeit  $\tau_0$  lässt sich daher, von weiteren Rauschbeiträgen abgesehen (z.B. durch die Auslese), die Energieauflösung erhöhen. Limitiert wird dies zum einen durch die Relaxionszeit des Zeemansystems und zum anderen muss  $C_e$  endlichen bleiben [Fle05]. Für die Einbeziehung aller Rauschbeiträge, addiert man diese inkohärent und erhält für das Gesamtrauschen am SQUID-Magnetometer:

$$S_{\Phi,ges}(f) = \frac{\partial \Phi_{SQ}}{\partial \Phi_D} \left( \frac{1}{\beta} \frac{\Phi}{\mathrm{d}E} S_{E_z}(f) + S_{\Phi,Er} + S_{\Phi,JR} \right) + S_{\Phi,SQ}$$
(2.25)

Hierbei ist  $\partial \Phi_{SQ}/\partial \Phi_D$  die Änderung des Flusses im SQUID in Abhängigkeit der Flussänderung in der Detektionsspule und wird auch als Kopplungsfaktor  $k_{\Phi}$  bezeichnet. Um mit Gleichung (2.23) die Energieauflösung bestimmen zu können, wird das Flussrauschen (2.25) in ein Energierauschen umgerechnet [Heu11]:

$$S_{E_z,ges}(f) = \beta \frac{\partial \Phi_D}{\partial \Phi_{SQ}} \frac{\partial E}{\partial \Phi_D} S_{\Phi,ges}(f)$$
(2.26)

2. Theoretische Grundlagen

### 3. Experimentelle Methoden

### 3.1 Experimenteller Aufbau

Abbildung 3.1 zeigt eine schematische Seitenansicht (a) des Experimentes und eine Draufsicht (b). Der Detektorchip (1) "D14E-Sandwich w8p10 D2" und der Chip mit den Detektor-SQUIDs (2) "HDSQ2d w#1 4A11"<sup>1</sup> wurden auf einen für dieses Experiment entworfenen Halter aus Kupfer (3) geklebt. Der Halter ( $74 \times 17 \text{ mm}^2$ )



**Abb. 3.1:** (a): Schematische Skizze des Experimenthalters, (b): Foto des Experiments, (1): Detektorchip, (2): Detektor-SQUIDs (3): Kupferhalter, (4):Niobschicht, (5): Wärmebad, (6): Platine mit Leiterbahnen, (7): Feld- und Heizerleitungen aus Nb:Ti in Cu:Ni, (8): verzinnte Leiterbahnen, (9): Aluminiumbonds, (10): Nb-Schicht, (11): Stecker, (12): Goldbonds, (13): Abstandshalter

wurde für die Auslese von vier SQUID-Kanälen ausgelegt und ermöglicht es somit im besten Falle mit bis zu acht Pixeln zu arbeiten. Um das Experiment vor magnetischen

 $<sup>^1 \</sup>rm Vier$  SQUID-Kanäle auf einem Silizium<br/>substrat der Maße $3\times 3\,\rm mm^2,$ hergestellt im Reinraum des Kirchhof-Instituts für Physik

Störfeldern zu schützen, ist um den Halter ein Bleischild (4) mit der Schichtdicke von ca. 1 mm gestülpt. Das Experiment wird bei einer Temperatur unterhalb der kritischen Temperatur von Blei statt. Die Wärmeleitfähigkeit des supraleitenden Bleis ist für sich unzureichend. Daher ist der Kupferhalter an der Vorderseite (links) 1,5 mm breiter, um einen guten thermischen Kontakt zum Wärmebad (5) zu ermöglichen. Das Bleischild erlaubt es nur von einer Seite mit Zuleitungen an das Experiment zu kommen. Daher wurden unter der Platine (6) für die Auslese der SQUID-Kanäle zwei 1 mm breite und 1 mm tiefe Furchen eingefräßt um die Feld- und Heizerleitungen zum Präparieren des Feldstromes (7) hinten an das Experiment zu führen. Es ist zweckdienlich, dass, aufgrund der hohen Ströme, der Großteil dieser Leitungen durchgehend supraleitend ist um Energiedissipation am Experiment und auf der Experimentierplattform des Kryostaten zu vermindern. Die verwendeten Heiz- und Feldleitungen bestehen daher aus feingesponnen Nb/Ti-Drähten in einer Kupfermatrix mit der Gesamtdicke von etwa 10  $\mu$ m. Zusätzlich sind die Drähte mit einem Schutzlack isoliert. Eine Kupfermatrix dient zum Abtransport von Wärmeenergie, die bei möglicher Energiedissipation entstehen kann. Die Leitungen sind an der Platine an verzinnte<sup>2</sup> Leiterbahnen (8) angelötet, wodurch auch dieser Teil der Zuleitungen supraleitend wird. Lediglich eine kleine Fläche der Leiterbahnen vor dem Detektorchip wurde unverzinnt gelassen, da die Aluminiumbonds (9) wegen des Flussmittels nicht auf Lötzinn halten. Um die Detektor-SQUIDs von den magnetischen Johnson-Rauschen der Elektronen des Kupferhalters zu schützen, wurde dieser mit Niob (300 nm) (10) beschichtet. Die Leitungen des SQUID-Magnetometers wurden an die unverzinnten Kupferbahnen gebondet. Da bei der Auslese der SQUIDs Ströme zwischen  $10 \,\mu A$ und  $100 \,\mu\text{A}$  auftreten, ist hier die Wärmedissipation vernachlässigbar. Es können Steckverbindungen (11) aus Kupfer verwendet werden, welche an der Vorderseite der Platine angelötet wurden. Auf dem Experimenthalter ist mit dem Detektor-SQUID nur der erste Teil des zwei-stufigen Aufbaus realisiert. Um den Wärmekontakt zwischen Detektor und dem Wärmebad zu verbessern wurden Goldbonds verwendet (12). Zum Schutz der Bonds und Mikrochips wurde ein Abstandshalter (13) aus Platinenmaterial oben an das Experiment angeschraubt. In Abbildung 3.2 ist der verwendete Detektorchip schematisch dargestellt. Ausgelesen wurden Detektor vier und fünf. Der experimentelle Aufbau wurde an die Experimentierplattform des Kryostaten<sup>3</sup> angeschraubt. Der Wärmekontakt wurde unter Verwendung von Wärmeleitpaste<sup>4</sup> verbessert. Als Verstärker-SQUID wurde C633 P39 C6X16F<sup>5</sup> mit einem eigenen Halter verwendet. Auch dieses wurde an die Experimentierplattform unter der Verwendung von Wärmeleitpaste montiert. Die vier Zuleitungen jedes SQUID-Kanals wurden an das Array mit Nb:Ti-Drähte in einer Cu:Ni-Matrix mit Schutzlack angeschlossen. In

<sup>4</sup>Baysilone-Paste, GE Bayer Silicones

 $<sup>^2</sup>$ Sn60:Pb38:Cu2

 $<sup>^{3}\</sup>mathrm{Verd}\ddot{\mathrm{u}}\mathrm{nnungskryostat}$ mit einer Arbeitstemperatur von  $20\,\mathrm{mK}$ 

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>Hergestellt von der Physikalisch Technischen Bundesanstalt, Außenstelle Berlin



Abbildung 3.2 sind die zur Verfügung stehenden Detektoren schematisch gezeigt. Im Experiment wurden die Detektoren vier und fünf verwendet.

### 3.2 Präparieren des Feldstromes

Ein wichtiger Schritt beim Betreiben eines MMC ist das Präparieren des Feldstromes in den Detektorspulen. Zum Präparieren gibt es, wie in Abbildung 3.3 (a) gezeigt, zusätzlich zwei Kontakte am Spulenstromkreis, um einen Strom  $I_f$  anzulegen. Nach dem Anlegen des Stromes fließt der Großteil durch das kurze Teilstück mit der geringeren Induktivität (rot gefärbt in (b)). Ein Heizerwiderstand ermöglicht es einen Teil der supraleitenden Struktur kurzzeitig über die kritische Temperatur von Niob zu erwärmen, so dass der Feldstrom durch die Spulen gezwungen wird (c). Nachdem das zunächst erhitzte Teilstück wieder supraleitend ist, fließt ein Strom  $I'_f$  durch die Spulen (d). Die Stromquelle des Feldstromes kann nun entfernt werden. Der optimale Wert des Feldstromes des hier verwendeten Detektor liegt bei  $I_f = 27 \,\mathrm{mA}$ [Heu11]. Die Präparation findet im Kryostaten bei den Temperaturen zwischen  $T_{c,Al} = 1,2 \,\mathrm{K}$  und  $T_{c,Nb} = 9,2 \,\mathrm{K}$  statt um zu gewährleisten, dass zum einen die Niobstrukturen supraleitend sind und zum anderen die Aluminiumbonds noch einen endlichen Widerstand haben. Dadurch soll verhindert werden, dass ein Teil des Feldstromes beim Präparieren durch die Einkoppelspule des SQUID-Magnetometers verloren geht. Der Heizerwiderstand wird, bei dem hier verwendeten Detektor, durch



Abb. 3.3: Verschiedene Schritte zum Einfrieren des Feldstromes

Au:Pd mit  $R \approx 20 \,\Omega$  realisiert und der Heizstrom liegt zwischen 2 und 3 mA. Ein Supraleiter ist ein perfekter Diamagnet, weshalb der magnetische Fluss eine Erhaltungsgröße darstellt. Auch nachdem das zunächst erhitzte Teilstück wieder supraleitend ist, bleibt daher der zuvor generierte Fluss durch die Detektionsspulen erhalten, indem der Supraleiter den Strom  $I'_f$  beibehält (d). In der geschlossenen supraleitenden Spule ergibt sich aufgrund der Induktivitäten und der Flusserhaltung ein Strom von

$$I'_f = I_f \frac{2L_s}{2L_s + L_h},$$
(3.1)

wobei  $L_s$  die Induktivität einer der beiden Detektorspulen und  $L_h$  die Induktivität des erwärmten Pfades darstellt. Es gilt  $L_h \ll L_m$  und somit  $I'_f \approx I_f$  [Ran14].

### 3.3 Signalaufnahme und digitale Erfassung

Wie in Abschnitt 2.3 erläutert, ist dank der FFL-Schaltung die Ausgangsspannung der SQUID-Elektronik proportional zur Änderung des magnetischen Flusses an der Detektionsspule. Der Energieeintrag durch einen Zerfall im Absorber sorgt damit zu einer pulsförmigen Spannungsänderung am Ausgang der SQUID-Elektronik<sup>6</sup>. In Abbildung 3.4 ist eine schematische Skizze der Datenaufnahme eines SQUID-Kanals zu sehen. Um das Signal zu erfassen, werden Oszilloskopkarten verwendet mit zwei bzw. vier Eingangskanälen<sup>7</sup>, die die Spannungsausgabe gegen die Zeit messen können. Die Ausgangsspannung der SQUID-Elektronik wird aufgeteilt in einen Signalkanal und einen Triggerkanal. Um das Signal vollständig rekonstruieren zu können, darf nach

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup>FLL-Elektronik, Magnicon

 $<sup>^7\</sup>mathrm{GageDigitizer}$  CS12100 A/D card bzw. PCIe RazorCompuScope, DynamicSignals mit einer Abtastrate von  $5\,\mathrm{MHz}$ 

dem Shannon-Nyquist Theorem die maximale Frequenz des Signals nicht größer sein als die halbe Abtastrate der Oszilloskopkarte. Daher durchläuft das Messsignal einen



Abb. 3.4: Schematische Skizze der Datenaufnahme

Tiefpassfilter. Um den Einfluss von Störungen im Triggersignal so gering wie möglich zu halten, wird für dieses ein Bandpassfilter verwendet. Zum Auslesen der Karte wird ein für die Anwendung von MMCs konzipiertes Programm "DDAQ<sup>"8</sup> benutzt. Sobald der Trigger eine freiwählbare Schwelle überschreitet, werden 16384 aufeinanderfolgende Spannungswerte aufgezeichnet. Das Zeitfenster  $\Delta t$  ist dabei variabel. Typischerweise ist der Aufzeichnungsbeginn auf etwa  $\Delta t/4$  vor dem Erreichen der Triggerschwelle gesetzt. Des Weiteren werden zur Analyse des Rauschens Ruhesignale, d.h. Zeitfenster ohne Ereignis, in einem freiwählbaren Verhältnis zu der Pulsanzahl aufgenommen. Die aufgezeichneten Ereignisse werden in einer Binärdatei gespeichert.

### 3.4 Signalanalyse

Durch die oben beschriebene Datenaufnahme erhält man einen Satz von Einzelereignissen, welchen jeweils eine Energie zugeordnet werden muss. Diese werden zu einem Histogramm zusammengeführt und bilden so das gemessene Spektrum ab. Jedes Ereignis ist ein zeitabhängiges Spannungssignal. Das Spannungssignal entspricht einer Leistung, daher ist die Energie eines Pulses proportional zu seiner Fläche. Geht man von der Annahme aus, dass sich die Signale unterschiedlicher Energieeinträge durch eine Streckung aufeinander abbilden lassen, skaliert die Amplitude A linear mit der Energie. Ein gemessenes Signal  $s(t_i)$  von der Oszilloskopkarte lässt sich beschreiben mit

$$s(t_i) = Ar(t_i) + n(t_i), \qquad (3.2)$$

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup>Basierend auf "LabView", National Instruments

wobei mit dem Index *i* beachtet wird, dass die Karte zu diskreten Zeitpunkte misst.  $r(t_i)$  stellt das unverrauschte Referenzsignal dar und  $n(t_i)$  das Rauschen, welches das Signal überlagert.  $r(t_i)$  lässt sich zum Beispiel aus Mittelung mehrerer geeigneter Pulse gewinnen. Die Verschiebung der verrauschten Nulllinie, durch niederfrequentes Flussrauschen (z.B. Temperaturdrift), wird mit dem Offsetparameter  $B_f$  berücksichtigt. Als Fitfunktion wird daher

$$f(t_i) = A_f r(t_i) + B_f \tag{3.3}$$

verwendet. Zur Signalanalyse wird die  $\chi^2$ -Fit-Methode verwendet, bei welcher die Fitfunktion durch Streckung mit dem Parameter  $A_f$  und Ermittlung des Offsets  $B_f$  an das jeweilige Signal angepasst wird. Dabei wird der Ausdruck

$$\chi^{2} = \sum_{i} (s(t_{i}) - f(t_{i}))^{2}$$
(3.4)

minimiert [Fle98]. Am Ende der Analyse eines jeden Pulses, erhält man mit dem Parameter  $A_f$ , die relative Amplitudenhöhe in Bezug zum gemittelten Referenzpuls. Die Triggerschwelle wird auch von starken externen Störungen (z.B. Signale von



Mobiltelefonen) ausgelöst. Um diese Ereignisse von den echten Pulsen zu unterscheiden betrachtet man das  $\chi^2$  in einem Diagramm in Abhängigkeit der Amplitude. In Abbildung 3.5 sieht man, dass sich die Pulse bestimmter Linien in Regionen zusammenfinden. Alle Ereignisse deren  $\chi^2$  größer ist als das der zusammenhängenden Gebiete werden verworfen.

Um absolute Energien zu erhalten, lässt sich das Energiespektrum über die Identifizierung der starken Linien MI, MII, NI bzw. NII kalibrieren.

### 4. Experimentelle Ergebnisse

Der Aufbau war während des Zeitraums 6. bis 15. Juni 2016 in einem Verdünnungskryostaten eingebaut. Es standen dafür zwei SQUID-Kanäle mit je zwei Detektorpixeln zur Verfügung.

### 4.1 Rauschen und Energieauflösung

Wie in Unterkapitel 2.4 erklärt, ist die Energieauflösung direkt vom Rauschen abhängig. Neben der Energieauflösung, lässt sich aus der Analyse des Rauschspektrums verschiedener Temperaturen noch weitere charakteristische Eigenschaften bestimmen.

#### 4.1.1 Rauschen bei 4,2 K

Der Aufbau wurde vor dem Abkühlen im Kryostaten, in einem Heliumbad bei einer Temperatur von 4,2 K getestet. Eine Analyse des Rauschspektrums zwischen 1 kHz und 10 MHz bei dieser Temperatur ermöglicht es die Funktionsfähigkeit des Detektoraufbaus zu prüfen, da das Rauschspektrum einen Rückschluss auf die Induktivitäten zulässt. Zwischen 1,2 K und 9,25 K sind die Niobstrukturen bereits supraleitend. Die Aluminiumbonds haben jedoch noch einen endlichen Widerstand  $R_w$ . Dieser Widerstand produziert ein weißes Spannungsrauschen [Joh28, Nyq28] mit:

$$S_U = 4k_B T R_w \tag{4.1}$$

Zusammen mit der Gesamtinduktivität  $L_{tot} = L_i + L_w + L_s/2$  bildet der Aluminiumwiderstand  $R_w$  einen Tiefpass. Übersetzt in ein Flussrauschen, folgt für das Rauschen der Aluminiumbonds,

$$S_{\Phi}(f) = M_{is}^2 \frac{4k_B T}{R_w} \frac{1}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2}$$
(4.2)

wobei die Abschneidefrequenz durch

$$f_0 = \frac{R_w}{2\pi L_{tot}} \tag{4.3}$$

gegeben ist. Das gesamte Spektrum lässt sich unter Berücksichtigung des weißen Rauschen des SQUIDs darstellen als:

$$S_{\Phi}(f) = M_{is}^2 \frac{4k_B T}{R_w} \frac{1}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)} + S_{\Phi,SQ}$$
(4.4)

Diese Funktion kann damit an das Rauschspektrum mithilfe einer Regressionsrechnung an die Messwerte angepasst werden, wobei  $R_w$ ,  $L_{tot}$  und  $S_{\Phi,SQ}$  die Variationsparameter darstellen [Hän15]. Das Rauschspektrum wurde mit einer Oszilloskopkarte<sup>1</sup> aufgenommen. In Abbildungen 4.1 sind die Ergebnisse der Rauschmessung gezeigt. Man sieht bei beiden Spektren das oben beschriebene Tiefpassverhalten, woraus sich



**Abb. 4.1:** In (a) das gemessene Rauschspektrum bei 4,2 K des ersten SQUID-Kanals. (b) das des zweiten Kanals. Das theoretische Spektrum aus der Regressionsrechnung.

schließen lässt, dass die Aluminiumbonds mit den Spulen der SQUIDs und Detektoren eine geschlossene Schleife bilden. Die Abschneidekante zwischen  $10^6$  und  $10^7$  Hz ist durch die SQUID-Elektonik bedingt. Mithilfe einer Regressionsrechnung wurde das Spektrum der Gleichung (4.1) an die experimentellen Werte angepasst. Die Ergebnisse sind in Tabele 4.1.1 zu finden.

SQUID-Kanal	Detektor	$\sqrt{S_{\Phi,SQ,w}}$	$R_w$	$L_{tot}$	$M_{is}^{-1}$	$L_w$	$L_s$
		$\mu \Phi_0/\sqrt{\mathrm{Hz}}$	$\mathrm{m}\Omega$	nH	$\mu A/\Phi_0$	nH	nH
1	4	7,0	4,79	$2,\!57$	12,3	0,72	$0,\!8$
2	5	8,3	$11,\!6$	3,99	12,2	1,8	$1,\!5$

Tab. 4.1: Ergebnisse der Regressionsrechnung für beide SQUID-Kanäle

Hierbei wurde die Induktivität  $L_w$  aus der empirischen Relation zwischen Indukti-

 $<sup>^{1}\</sup>mathrm{Typ}$  siehe Unterkapitel 3.3

vität der Bonds und ihrem Widerstand,

$$L_w \approx 0.15 \frac{\mathrm{nH}}{\mathrm{m}\Omega} R_w \tag{4.5}$$

bestimmt [Hän15] und für die Induktivität der Einkoppelspule der für die im Reinraum des Kirchhoff-Instituts hergestellten SQUIDs typische Wert von  $L_i = 1,8$  nH angenommen [?]. Die simulierte Spuleninduktivität des Detektors liegt mit  $\tilde{L}_s = 1,8$  nH in der gleichen Größenordnung mit den hier ermittelten Werten.

Des Weiteren lässt sich die Energieauflösung des Aufbaus für eine Arbeitstemperatur von ca. 25 mK abschätzen. Aus der Serie der im Reinraum des Kirchhoff Instituts produzierten SQUIDs wurde ein 1/f-Rauschen bei 4,2 K von  $\sqrt{S_{\Phi,1/f}}(1\text{Hz}) = 5 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ gemessen. Aus früheren Messungen bei Temperaturen um die 25 mK hat man einen Anstieg des 1/f-Rauschens um einen Faktor zwei beobachtet. Für das weiße Rauschen nimmt man erfahrungsgemäß  $\sqrt{S_{\Phi,w}} = 0.4 \,\mu \Phi_0 / \sqrt{\text{Hz}}$ an. Mit

$$k_{\Phi} = \frac{M_{is}}{L_s + 2(L_i + L_w)}$$
(4.6)

lässt sich der Kopplungsfaktor  $k_{\Phi} = \partial \Phi_{SQ} / \partial \Phi_D$  zwischen SQUID und Detektorspule finden. Wobei  $M_{is}$  die SQUID-Sensitivität ist. Unter Annahme dass der Detektor eine Temperatur von 25 mK hat und ein Feldstrom von 40 mA präparieren wurde, folgt nach Gleichung (2.23) unter Berücksichtigung aller Rauschbeiträge für beide Detektoren eine Energieauflösung von etwa  $\Delta E_{\rm FWHM} \approx 7 \,\text{eV}$ . Diese liegt damit unter den geforderten 10 eV.

### 4.1.2 Ergebnisse bei 22 mK

Das Verstehen des Rauschspektrums bei der Arbeitstemperatur von  $T \approx 22 \,\mathrm{mK}$  und dem Biasstrom  $I_{\rm b} \approx 20 \,\mu\mathrm{A}$  des Detektors-SQUIDs spielt eine wichtige Rolle. Für beide Kanäle wurde das Rauschen mit einem Spektrumanalysator<sup>2</sup> aufgenommen, während sich das Experiment im Kryostaten befand, welcher auf eine Temperatur von 22 mK stabilisiert war. Abbildung 4.3 zeigt das gemessene Flussrauschen beider Kanäle. Zur Beschreibung der gemessenen Spektren wird Gleichung (2.25) zugezogen. Bei den Berechnungen der thermodynamischen Rauschbeiträge und dem Rauschen des Sensormaterials Au:Er wurde die Geometrie des verwendeten Detektors berücksichtigt. Des Weiteren wurde eine Detektortemperatur von 33 mK angenommen, da sich der Detektor durch Wärmedissipation aufwärmt (vgl. 29 mK Betriebstemperatur in [Ran14]). Es wurde beiden Detektoren ein Feldstrom von  $I_f = 40 \,\mathrm{mA}$  angeboten. Erfahrungsgemäß etablieren sich etwa 90 % des angebotenen Stromes in den

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>FFT Spectrum Analyzer, Model SR760, Stanford Research Systems

Detektorspulen, so dass bei der Berechnung des Rauschens 35 mA verwendet werden. Die Anstiegs- und Abfallszeiten sind dem Fit aus Abbildung 4.2 entnommen. Das Johnson-Rauschen wurde hier vernachlässigt. Als freie Parameter bleiben die des SQUID-Rauschens, welche mit einer Regressionsrechnung angepasst wurden. Tabelle 4.1.2 zeigt die hier bestimmten Rauschwerte der SQUIDs. Es zeigt sich, dass das



**Abb. 4.3:** In (a) ist das gemessene Rauschspektrum bei 22 mK des ersten SQUID-Kanals sichtbar. (b) zeigt das des zweiten Kanals. gestrichelt grün: Thermodynamische Energiefluktuationen, gepunktet braun: Erbium-Rauschen, gestrichelt-doppelgepunktet lila: SQUID-Rauschen, durchgezogen blau: Summe aller Rauschbeiträge

SQUID-Rauschen in beiden Kanälen dominiert. Das 1/f-Rauschen ist gegenüber den bisherigen Erfahrungswerten mit SQUIDs vergleichbaren Designs um den Faktor 6 bis 7 erhöht. Das weiße Flussrauschen ist ebenfalls höher als erwartet. Ursachen können in unzureichender Schirmung, sowie in der Fluktuation der kritischen Ströme der

SQUID-Kanal	Detektor	$\frac{\sqrt{S_{\Phi,SQ,w}}}{\mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}}$	$\frac{\sqrt{S_{\Phi,SQ,1/f}}}{\mu\Phi_0/\sqrt{\text{Hz}}}$
1	4	$0,\!99$	64
2	5	$^{2,2}$	70

Tab. 4.2: Ergebnisse der Regressionsrechnung für beide SQUID-Kanäle

Josephson-Kontakten liegen. Eine genaue Erklärung ist nicht möglich, da die Gründe des 1/f-Rauschens Gegenstand aktueller Forschung sind. Die zu erwartende Auflösung  $\Delta E_{\rm FWHM}$  für die Detektoren liegt damit zwischen 40 eV und 50 eV.

### 4.2 Energiespektrum

Mit beiden Kanälen wurde mithilfe der Oszilloskopkarten das Energiespektrum im Zeitraum vom 11. bis 13. Juni 2016 aufgenommen. Der Messzeitraum betrug 62,6 Stunden. Aufgrund der zu erwartenden Auflösung (40 eV bis 50 eV) wurde auf die Aufnahme eines Hochstatistikspektrums mit  $10^5$  bis  $10^6$  Ereignissen verzichtet. Die Triggerschwelle wurde für Detektor vier auf  $\pm 8 \text{ mV}$  und für Detektor fünf auf  $\pm 4 \text{ mV}$  gesetzt. Diese Schwellen wurden derart gewählt, dass die Aufnahme nicht durch das Rauschen ausgelöst wurde. Das Messsignal wurde mit einer Abschneidefrequenz von 30 kHz gefiltert. In der Oszilloskopkarte wurde dieses DC gekoppelt, während das Triggersignal einen Bandpassfilter mit der Bandbreite von 1 kHz bis 3 kHz durchlief und AC gekoppelt wurde.

### 4.2.1 Aktivität

Aus der Anzahl der gesammelten Pulse und den bekannten Verhältnissen der dominierenden Einlochprozessen ist es möglich eine Abschätzung für die Aktivitäten des in den Absorbern implantierten <sup>163</sup>Ho zu machen. Aufgrund des hohen Rauschniveaus (siehe Unterkapitel 4.1.2) lagen die gewählten Triggerschwellen über den Pulshöhen der Linien OI und OII, welche daher nicht erfasst werden konnten. Unter Vernachlässigung der Zweilochbeiträgen beträgt der relative Anteil  $p(OI, OII) \approx 10,5\%$  am Spektrum. Die Messzeit betrug 62,6 Stunden. Tabelle 4.2.1 zeigt die ermittelten Aktivitäten der einzelnen Absorber. Wie man der Abbildung 3.2 entnehmen kann, sind die Absorber von links (4a) nach rechts (5b) auf dem Detektorchip angeordnet. Man erkennt ein Ansteigen der Aktivität nach rechts hin. Dies lässt sich nicht ausreichender Kollimierung des Implantationsstrahls begründen. Die gemessenen Aktivitäten sind eine Größenordnung unter der angedachten von 1 Bq.

Absorber	Anzahl gemessener Pulse	Aktivität
		$\mathrm{mBq}$
4a	19031	93
4b	21630	108
5a	21912	107
5b	28332	141

Tab. 4.3: Aktivitäten der Absorber. Einem Detektor sind die Absorber a und b zugeordnet.

$\Delta E_{\rm FWHM}$ bei	Nullpunkt	$0,4 \mathrm{keV}$ (NI)	$1,8 \mathrm{keV}$ (MII)	$2,0\mathrm{keV}$ (MI)
Detektor	eV	$\mathrm{eV}$	eV	$\mathrm{eV}$
4	41	55	51	50
5	38	47	50	45

Tab. 4.4: Auflösung der Detektoren bei verschiedenen Energien.

### 4.2.2 Energieauflösung

Es ist zu erwarten, dass mit höherem SNR die Auflösung des Detektors zunimmt. Um die Energieauflösung des Detektors zu erhalten wird eine Gauß Verteilung an die relativen Amplituden der sogenannten Nullsignale mit Hilfe einer Regressionsrechnung angepasst. Zu jedem gesammelten Ereignis wurde zusätzlich ein Nullsignal ohne Puls aufgezeichnet. Die relativen Amplituden dieser Ereignisse sammeln sich um den Nullpunkt zu einer sogenannten Baseline. Es ergibt sich dabei eine Gauß Verteilung, dessen Halbwertsbreite der Energieauflösung entspricht. Bestimmt man zusätzlich die Halbwertsbreiten der Linien unter Berücksichtigung der natürlichen Linienbreiten so erhält man ein Auflösungsprofil des Detektors in Abhängigkeit der ermittelten Energie. Die Halbwertsbreite der Nullsignalen ist etwa 10 eV kleiner als die Breiten der Linien des gemessenen Spektrums. Die Auflösung ist nicht signifikant von der Energie abhängig. Eine mögliche Erklärung für die zusätzliche Verbreiterung der Linien im Spektrum in Bezug zur Nulllinie kann, zum einen die Schwankung der Temperatur der Experimentierplattform im Bereich von  $\Delta T = 30 \,\mu \text{K}$  sein. Zum anderen kann dies an der Addition von vier unterschiedlichen Spektren aus vier unterschiedlichen Detektorpixeln liegen. Die hier gemessenen Auflösungen liegen in dem Bereich des aus Unterkapitel 4.1.2 bestimmten Spanne von 40 eV bis 50 eV.

### 4.2.3 Gemessenes <sup>163</sup>Ho-Spektrum

In Abbildung 4.4 wurde die theoretische Beschreibung des Spektrums durch Feassler [Fae15] den Messwerten unterlegt. Zur Faltung der Theorie mit einer Gauss Verteilung wurde eine Auflösung von  $\Delta E_{\rm FWHM} = 50 \,\text{eV}$  verwendet. Der Endpunkt  $Q_{EC}$ des theoretischen Spektrums ist 2,833 keV. Die Region um die MI-Linie wird durch



Abb. 4.4: Gemessenes Enerder giespektrum gemessenen Pulse der Binbreite  $5 \,\mathrm{eV}$ . Rot gezeichnet ist theoretische Spektrum aus [Fae15].

die Theorie beschrieben. Die Werte der Energien aus den Regressionsrechnungen (Unterkapitel 4.2.2) der Linien NI, MI und MII stimmen innerhalb der Auflösung mit den theoretisch erwartenden Werten (siehe Anhang Tabelle A.1) überein. Die negative Flanke der NI-Linie wird durch die Theorie nicht beschrieben. Über vorhergesagten Zweilochanregungen in der NI-Region und am Endpunkt ist aufgrund der geringen Statistik keiner Aussage möglich. Die OI und OII-Linien sind im gemessenen Spektrum nicht vorhanden, da diese Energien nicht ausreichen um die gewählten Triggerlevel beider Detektoren zu überschreiten. Geringere Schwellen waren aufgrund des Rauschens nicht möglich. Die Amplituden der NI und NII-Linien sind etwa 10% kleiner als die erwartete relative Höhe. Es ist zu erwarten, dass auch hier die Triggerschwelle in Kombination mit dem Rauschen die Rate dieser Linien reduziert. Des Weiteren ist es möglich, dass bei der in Unterkapitel 3.4 beschrieben Methode zur Auswahl der Ereignisse, Pulse mit niedrigem *SNR* verworfen wurden.

4. Experimentelle Ergebnisse

### 5. Zusammenfassung und Ausblick

Aufgrund der niedrigen Endpunktsenergie  $Q_{EC} = (2,833 \pm 0,030^{stat} \pm 0,015^{syst})$  keV bietet der Elektroneneinfang von <sup>163</sup>Ho eine großartige Möglichkeit zur Bestimmung der Elektroneutrinomasse. Es wurde gezeigt, dass metallisches magnetische Mikrokalorimeter mit implantiertem <sup>163</sup>Ho bei einer Aktivität von ca. 10 mBq im Absorbermaterial des Detektors bei Temperaturen unter 30 mK in der Lage sind, das Spektrum mit einer Auflösung  $\Delta E_{FWHM} \leq 10 \text{ eV}$  zu vermessen [Ran14].

Diese Ergebnisse motivierten untereinem großen Aufwand Experimente zur Bestimmung der Neutrinomasse durchzuführen, bei denen das <sup>163</sup>Ho-Spektrum mit Hochstatisitik Messungen präzise bestimmt wird. Das ECHo-Experiment zielt auf eine Sensitivität bzgl. der Neutrinomasse im Sub-eV-Bereich, bei der verwendung vonn MMCs mit im Absorber implantiertem <sup>163</sup>Ho. Die hier diskutierte Arbeit wurde im Rahmen der ECHo-Kollaboration getätigt und hatte das Ziel der Hochstatistikmessung des <sup>163</sup>Ho-Spektrums. Es wurden Detektoren verwendet, welche aus der Serie "maXs-20" stammen und in [Heu11] für die Detektion von Röntgenphotonen mit einer Energie bis zu 20keV optimiert wurden. Das <sup>163</sup>Ho wurde implantiert in die Absorber jeder der 16 Pixels auf dem Detektorchip in ISOLDE, CERN in Dezember 2014. Einige dieser Pixel wurde schon in früheren Experimenten charackterisiert. Zum Beispiel wurden mit zwei Detektoren diesen Typs bereits erfolgreich Spektren mit einer Detektorauflösung unter  $10 \,\mathrm{eV}$  aufgenommen. Ein Spektrum mit über  $2 \cdot 10^5$ Ereignisse addiert aus vier Spektren von vier verschiedenen Detektropixeln über eine Messzeit von zwei Tagen in einem Untergrundlabor wurde erfasst. Um den kleinen Einfluss der Neutrinomasse auf das Spektrum zu beobachten ist ein gutes Verstehen des Spektrums notwendig. Dafür ist ein hochauflösendes Spektrum mit  $> 10^6$ Ereignissen nötig. In dieser Arbeit wurde ein experimenteller Aufbau zum Auslesen von acht Pixel eines Detektorchips entworfen, um in einer drei- bis vierwöchigen Messung die erforderliche Statistik von  $10^6$  Ereignissen zu erhalten. Zum Auslese der MMC-Detektoren wurden sogenannte zweistufige dc-SQUID-Magnetometer verwendet. Als Schirmung vor magnetischen Störungen durch externe Felder diente ein Bleischild. Der Aufbau wurde in einem Heliumbad bei einer Temperatur von 4,2 K getestet. Die Auswertung des Rauschspektrums ermöglichte eine Abschätzung der Energieauflösung des Detektors, unter der Verwendung des SQUID-Magnetometer, von etwa 7 eV bei 25 mK. Die Messung des kalorimetrischen Spektrums fand in einem Verdünnungskryostaten mit der Arbeitstemperatur von 22 mK über einen Zeitraum von 63 Stunden statt. Es wurden dabei bis zu  $10^5$  Ereignisse gemessen. Es zeigte sich, dass während des Implantationsprozesses etwa 100 mBq in jeden Absorber implantiert wurden. Die Eigenschaften der MMCs mit implantiertem <sup>163</sup>Ho wurden analysiert bei mK-Temperaturen und das Verhalten war vergleichbar mit denen voriger Experimente. Die Stabilität der Detektoreigenschaften über die Zeit zeigt, dass die hier verwendeten Detektoren mit implantiertem <sup>163</sup>Ho stabil genug sind um eine Lagzeitmessung zu erlauben. Die Auflösung des Detektor betrug  $\Delta E_{FWHM} \approx 50 \text{ eV}$ . Unerwartet hohe Rauschbeiträge des verwendeten SQUID-Magnetometers führten zu einer Verminderung der Auflösung.

In späteren Arbeiten kann die Reduktion der Rauschbeiträge, durch die Verwendung eines geeigneten SQUIDs, die angedachte Energieauflösung erreicht. Solch eine Verebsserung kann mit diesem Aufbau umgesetzt werden. Eine Verwendung eines Niobschildes anstatt des Bleischildes, könnte zu einer weiteren Verbesserung der Sensitivität auf externe Magnetfelder führen. Es soll eine Temperaturstabilität im Bereich von wenigen  $\mu$ K erreicht werden. Diese Verbesserung werden es möglich machen das <sup>163</sup>Ho-Spektrum mit einer Auflösung unter 10 eV zu messen. Die Aufnahme einer solchen Hochstatistikmessung mit einer solchen Energieauflösung wird es erlaben, die Form des Spektrum im Detail zu erforschen.

Das Ziel ist es genügend Ereignisse zwischen den N- und M-Linien zu sammeln um die Auswirkungen der Anregungen höherer Ordnung zu studieren. Es ist wichtig den Einfluss der Zweilochanregungen ab der MI-Linie zu verstehen, da diese zu einer Erhöhung der Wahrscheinlichkeitsdichte des Spektrums um den Endpunkt führen können. Folglich würde dies die Sensitivität auf des Experimentes bzgl. der Neutrinomasse steigern.

# Anhang

**Tab. A.1:** Energien und Besetzungsnummerunterschiede des Vergleichs zwischen <sup>163</sup>Ho vor und dem angeregtem <sup>163</sup>Dy direkt nach einem Elektroneneinfang. Die Bindungsenergien  $E_b$  sind in eV angegeben [Rob15, Wea89].

	$E_b$		3s1/2	3p1/2	3p3/2	3d3/2	3d5/2	4s1/2	4p1/2	4p3/2	4d3/2	4d5/2	4f5/2	4f7/2	5s1/2	5p1/2	5p3/2
	Dy		2047	1842	1676	1333	1292	414,2	333,5	293,2	153,6	153,6	8	4,3	49,9	26,3	26,3
	Ho		2128	1923	1(41	1392	1351	$^{432,4}$	343,5	308,2	100	160	8,0	5,2	49,3	30,8	24,1
	$E_c$	Г															
	eV	eV															
(MI)	2041,8	13,2	-1											1			
	2474,2	13,2	-1					-1						1			
	2385,3	13,2	-1						-1					1			
	2350,0	13,2	-1							-1				1			
	2201,8	13,2	-1								-1			1			
	2201,8	13,2	-1									-1		1			
	2091,1	13,2	-1											1	-1		
	2072,6	13,2	-1											1		-1	
()	2065,9	13,2	-1											1			-1
(MII)	1836,8	6		-1										1			
	2269,2	6		-1				-1						1			
	2180,3	6		-1					-1	1				1			
	2145,0	6		-1						-1	1			1			
	1996,8	0		-1							-1	1		1			
	1990,8	0		-1								-1		1	1		
	1867.6	6		-1										1	-1	1	
	1860.0	6		-1										1		-1	1
(NI)	409.0	5.4		-1				-1						1			-1
(111)	841.4	5.4						-1						1			
	752.5	5.4						-1	-1					1			
	717.2	5.4						-1	-	-1				1			
	569.0	5.4						-1			-1			1			
	569.0	5,4						-1				-1		1			
	458,3	$^{5,4}$						-1						1	-1		
	439,8	$^{5,4}$						-1						1		-1	
	433,1	$^{5,4}$						-1						1			-1
(NII)	328,3	$^{5,3}$							-1					1			
	671,8	$^{5,3}$							-2					1			
	636, 5	$^{5,3}$							-1	-1				1			
	488,3	$^{5,3}$							-1		-1			1			
	488,3	$^{5,3}$							-1			-1		1			
	377,6	$^{5,3}$							-1					1	-1		
	359,1	$^{5,3}$							-1					1		-1	
(0.T)	352,4	$^{5,3}$							-1					1			-1
(OI)	44,7	3												1	-1	-	
(OII)	21,1	3												1		-1	

### Literaturverzeichnis

- [Alp15] B Alpert, M Balata, D Bennett, M Biasotti, C Boragno, C Brofferio, V Ceriale, D Corsini, PK Day, M De Gerone, et al., Holmes, *The European Physical Journal C*, 1–11, 2015.
- [Bar57] John Bardeen, Leon N Cooper, und John Robert Schrieffer, Theory of superconductivity, *Physical Review*, 108(5), 1175, 1957.
- [Car68] Thomas A Carlson, CW Nestor Jr, Thomas C Tucker, und FB Malik, Calculation of electron shake-off for elements from z=2 to 92 with use of self-consistent-field wave functions, *Phys. Rev.*, 169(1), 27, 1968.
- [Car73] Thomas A Carlson und CW Nestor Jr, Calculation of electron shake-off probabilities as the result of x-ray photoionization of the rare gases, *Phys. Rev. A*, 8(6), 2667, 1973.
- [Cla06] J Clarke und AI Braginski, The SQUID Handbook: Applications of SQUIDS and SQUID Systems. Vol. 2, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, Germany, 2006.
- [CLC56] F. B. Harrison C. L. Cowan, F. Reines, Detection of the free neutrino, Science, 124(3212), 1956.
- [Cro16] MP Croce, MW Rabin, V Mocko, GJ Kunde, ER Birnbaum, EM Bond, JW Engle, AS Hoover, FM Nortier, AD Pollington, et al., Development of holmium-163 electron-capture spectroscopy with transition-edge sensors, *Journal of Low Temperature Physics*, 1–11, 2016.
- [Dru11] Dietmar Drung, Jörn Beyer, Jan-Hendrik Storm, Margret Peters, und Thomas Schurig, Investigation of low-frequency excess flux noise in dc squids at mk temperatures, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 21(3), 340–344, 2011.
- [Eli15] Sergey Eliseev, Klaus Blaum, M Block, S Chenmarev, H Dorrer, Ch E Düllmann, C Enss, PE Filianin, L Gastaldo, Mikhail Goncharov, et al., Direct measurement of the mass difference of ho 163 and dy 163 solves the q-value puzzle for the neutrino mass determination, *Physical review letters*, 115(6), 062501, 2015.

38	Literaturverzeichnis
[Fae15]	Amand Faessler und F Šimkovic, Improved description of one-and two-hole excitations after electron capture in Ho 163 and the determination of the neutrino mass, <i>Phys. Rev.</i> , $91(4)$ , 045505, 2015.
[Fer15]	A. Ferring, Hochauflösendes magnetisches Kalorimeter zur Detektion con einzelnen Röntgenquanten, Masterarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2015.
[Fle98]	Andreas Fleischmann, Entwicklung mikrostrukturierter magnetischer Kalo- rimeter mit verbesserter magnetischer Flusskopplung für die hochauflösende Röntgenspektroskopie, Diplomarbeit, Institut für Angewandte Physik, Uni- versität Heidelberg, 1998.
[Fle03]	Andreas Fleischmann, Magnetische Mikrokaloriemeter: Hochauflösen- de Röntgenspektroskopie mit energiedispersiven Detektoren, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2003.
[Fle05]	A. Fleischmann, C Enss, und GM Seidel, Metallic magnetic calorimeters, in <i>Cryogenic particle detection</i> , 151–216, Springer, 2005.
[Fle09]	Andreas Fleischmann, L Gastaldo, S Kempf, A Kirsch, A Pabinger, C Pies, JP Porst, P Ranitzsch, S Schäfer, F v Seggern, et al., Metallic magnetic calorimeters, aip conference proceedings, $31(1)$ , 571, 2009.
[Fuk98]	ET AL. Fukuda, Evidence for oscillation of atmospheric neutrinos, <i>Physics Review Letters</i> , $81(8)$ , 1562, 1998.
[Hän15]	S. Hänle, <i>Thermodynamic Properties of Holmium in Gold</i> , Masterarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2015.
[Has16]	C. Hassel, Recent Results for ECHo Experiment, Journal of Low Tempera- ture Physics, 1–12, 2016.
[Heu11]	S. Heuser, Entwicklung mikrostrukturierter magnetischer Kalorimeter mit verbesserter magnetischer Flusskopplung für die hochauflösende Röntgen- spektroskopie, Diplomarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2011.
[Hof12]	V. Hoffmann, Messung der AC-Suszeptibilität von paramagnetischem Au:Er bei Temperaturen oberhalb des Spinglas-Übergangs, Bachelorarbeit, Kirchhoff- Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2012.
[J.B12]	R. M. Barnett et al. J.Beringer, J.F. Arguin, Review of particle physics, <i>Physical Review D</i> , <b>86</b> , 010001 (2012), DOI:10.1103/PhysRevD.86.01001, 2012.

- [Joh28] J. B. Johnson, Thermal agitation of electricity in conductors, *Phys. Rev.*, 32, 97–109, 1928.
- [Jos62] B.D. Josephson, Possible new effects in superconducting tunneling, *Phys. Lett.*, **1**, 251, 1962.
- [Nyq28] H. Nyquist, Thermal agitation of electric charge in conductors, Phys. Rev., 32, 110–113, 1928.
- [PTS87] C. L. Bennet P. T. Springer und P. A. Baisden, Measurement of the neutrino mass using the inner bremsstrahlung emitted in the electron-capture decay of <sup>163</sup>ho, Physical Review A, 35(2), 679, 1987.
- [Ran14] Philipp Chung-On Ranitzsch, Development and characterization of metallic magnetic calorimeters for the calorimetric measurement of the electron capture spectrum of 163Ho for the purpose of neutrino mass determination, Dissertation, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2014.
- [Rob15] R. G. H. Robertson, Examination of the calorimetric spectrum to determine the neutrino mass in low-energy electron capture decay, arXiv preprint arXiv:1411.2906v2, 2015.
- [Rúj82] A. De Rújula und M. Lusignoli, Calorimetric measurements of <sup>163</sup>Holmium decay as tools to determine the electron neutrino mass, *Physical Letters*, 1982.
- [Rúj16] A. De Rújula und M. Lusignoli, The calorimetric spectrum of the electroncapture decay of <sup>163</sup>Ho. The spectral endpoint region, arXiv preprint arXiv:1601.04990, 2016.
- [Sjø75] ME Sjøstrand und G Seidel, Hyperfine resonance properties of er 3+ in au, Phys. Rev., 11(9), 3292, 1975.
- [Wea89] Robert Weast, Chemistry and Physics CRC Handbook, CRC press. p. B-17. Fluoride, 1989.
- [Whi02] Guy K White und Philip Meeson, Experimental techniques in lowtemperature physics (monographs on the physics and chemistry of materials, 59), 2002.
- [Wis13] V. Wissdorf, Magnetisches 1/f-Rauschen und Imaginärteil der magnetischen Suszeptibilitaät von Erbium dotiertem Gold bei Millikelvin Temperaturen, Bachelorarbeit, Kirchhoff-Institut für Physik, Universität Heidelberg, 2013.

# Danksagung

Zu Allerletzt möchte ich die Zeit nutzen mich bei all den Leuten zu bedanken, die mir durch ihre Hilfestellung diese Arbeit ermöglicht haben.

Vorweg möchte ich mich bei Professor Christian Enss für Aufnahme in seine Arbeitsgruppe bedanken, die mir die Möglichkeit gab, einen kleinen Beitrag zur Bestimmung der Neutrinomasse zu leisten.

Lieben Dank an Juniorprofessorin Loredana Gastaldo für ihre herzliche Betreuung. Geholfen hat neben den vielen fachlichen Hilfestellungen, auch ihre ansteckende Begeisterung für alles was mit Physik zutun hat.

Auch bedanken möchte ich mich Dr. Andreas Fleischmann, der mir durch seine schnelle Hilfesleistung bei wichtigen Punkten meines Experimentes geholfen hat.

Für die zahllosen Hilfestellungen in Bezug auf SQUIDs möchte ich mich bei Dr. Sebastian Kempf bedanken, welcher stets ein offenes Ohr hatte.

Danke auch an Clemens Hassel, welcher mich bis zum bitteren Ende durch meine Arbeit begleitet und stets sofort ein offenes Wort für jegliche Fragestellungen hatte.

Weiter ein Dank an die anderen ECHo-Menschen, namentlich Dorothea Fonnesu, Federica Mantegazzini, Christian Fischer und Mathias Wegner, die mir bei vielen weiteren Punkten fachlich zur Seite standen. Des Weiteren bedanke ich mich bei den weiteren Büroinsassen Lisa Gamer, Felix Ahrens und Dennis Schulz, welche mir gerade zum Ende meiner Arbeit immer ein freundliches Ohr liehen. Auch namentlich erwähnt werden soll hier Anna Ferring, die mir mit ihrem siebten Sinn für SQUIDs immer weiterhalf.

Zum Schluss möchte ich mich bei den restlichen Mitgliedern der Gruppen F3 und F4 für die angenehme Arbeitsatmosphäre bedanken.

### Erklärung

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

Heidelberg, den 2. August 2016

.....

(Benjamin Bastian)