

# Spezifikation

## FOCUS 4K-Kryo-Maschine Sumi

### Inhaltsverzeichnis

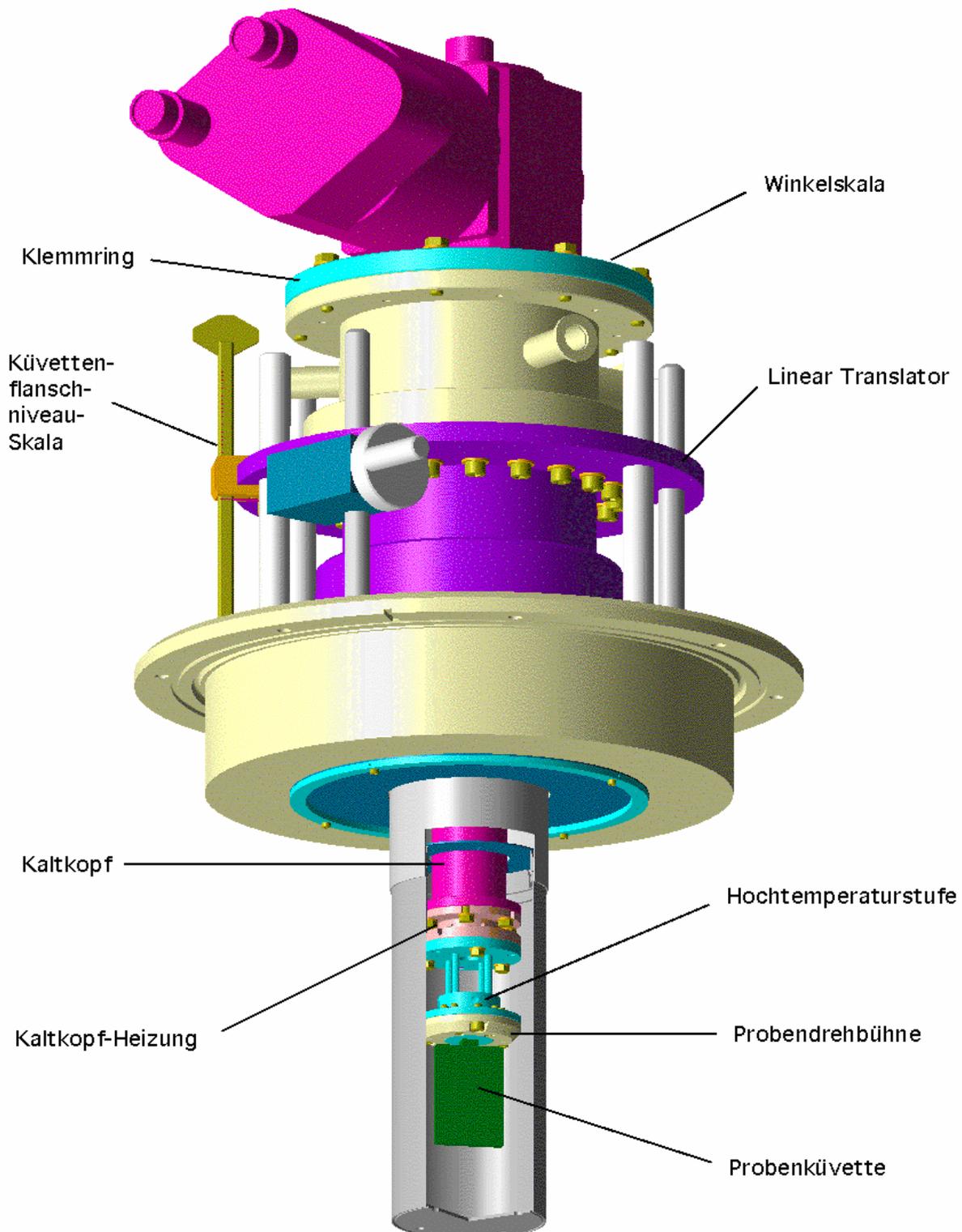
	<u>Seite</u>
<b>Übersicht</b> .....	<b>2</b>
<b>Beschreibung</b> .....	<b>3</b>
<b>Technische Daten</b> .....	<b>4</b>
Probentemperaturbereich .....	4
Tiefste Probentemperatur .....	4
Abkühldauer.....	4
Aufwärmdauer.....	4
Aufheizdauer.....	4
Probenposition.....	4
<b>Kurze Bedienungsanleitung</b> .....	<b>5</b>
Installation der 4K-Kryo-Maschine.....	5
Umbau der Heizstufenkonfiguration .....	5
Probenwechsel.....	6
<b>Baugruppendetails</b> .....	<b>7</b>
4K Closed Cycle Refrigerator System .....	7
Temperatursensoren .....	8
Hochtemperaturstufe .....	9
Heizpatrone .....	9
Linear Translator.....	9
Vakuumdurchführungen.....	10
<b>Freigabemessungen</b> .....	<b>11</b>
Verwendete Probenküvetten.....	11
Temperaturregelung .....	11
Belegung der Sensoren im Temperaturregelsystem .....	11
<b>Temperaturverlauf beim Abkühlen</b> .....	<b>12</b>
<b>Temperaturverlauf beim Aufwärmen</b> .....	<b>24</b>
<b>Temperaturverlauf beim Heizen mit Hochtemperaturstufe</b> .....	<b>34</b>
<b>Heizleistung an Kaltkopf und Hochtemperaturstufe</b> .....	<b>38</b>
<b>Wie reagiert die Kaltkopfheizung, wenn die Kühlung ausfällt?</b> .....	<b>40</b>
<b>Übersicht der gemessenen Temperaturwerte</b> .....	<b>41</b>
<b>Anhang</b> .....	<b>43</b>



## Übersicht

Die 4K-Kryo-Maschine Sumi erfüllt die Forderungen vieler Experimentatoren nach einer benutzerfreundlichen Probenumgebung mit einer umfangreichen Einstellmöglichkeit des Probenzustandes. Sumi kann Materialproben in der FOCUS-Probenkammer schnell auf Kryo-Temperaturen abkühlen, sowie rasch auf moderate Temperaturen aufheizen. Ferner lässt sich die vertikale Position der Probenküvette relativ zum einfallenden Neutronenstrahl millimetergenau einstellen. Insbesondere flache Küvetten sind zusätzlich im Winkel zur Primärstrahlrichtung (Drehung um die vertikale Achse) zuverlässig justierbar. Folgende Abbildung zeigt eine Zusammenstellung der Maschine. Geometrische Details sind in der PSI-Werkstattzeichnung **0-10009.27.3970** (siehe Anhang) zu finden.

**Bild 1**



## Beschreibung

Die zentrale Komponente der 4K-Kryo-Maschine ist der CCR-Kaltkopf, der über zwei Druckschläuche mit einem Kompressor verbunden ist, und dessen Kühlfinger vertikal nach unten in die Probenkammer hineinragt. Am unteren Ende des Kühlfingers sind diverse Heizstufen und die Probenküvette angeflanscht.

Ein manuell angetriebener sog. 'Linear Translator' hebt, bzw. senkt den Kaltkopf und damit die Probenküvette, sodass er ihre vertikale Position relativ zur Strahlebene definiert. Das aktuelle Niveau des Küvettenflansches ist an einer Skala oberhalb der Probenkammer ersichtlich.

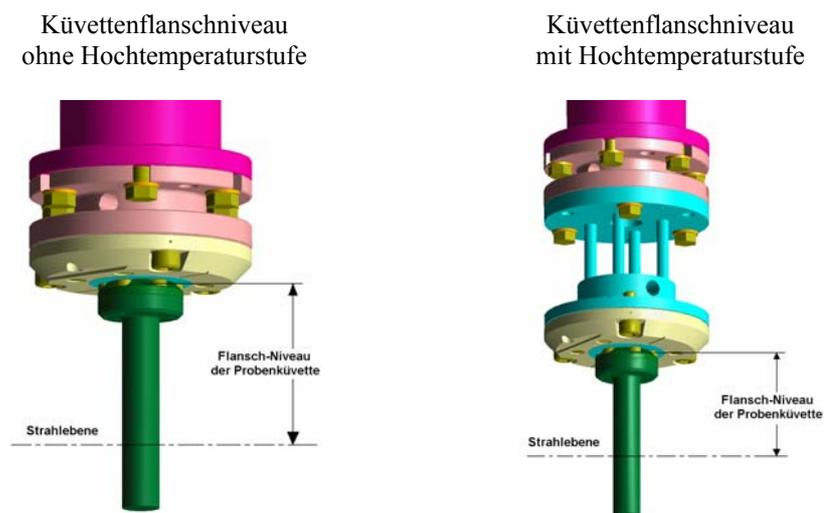
Der Linear Translator sitzt auf dem hutförmig vertieften Deckel der Probenkammer. Über dem Linear Translator befindet sich ein Zwischenrohr mit seitlichen Vakuumstutzen für die Zuführung von Strom-, Gas- und Sensorleitungen.

Der CCR-Kaltkopf ist auf das Zwischenrohr drehbar aufgesetzt und mit einem Klemmring fixiert. Für die Drehung der Probenküvette um die vertikale Achse ist der Klemmring zu lösen und der Kaltkopf soweit zu drehen, bis die gewünschte Winkelorientierung an einer Skala abzulesen ist. Dieses Einstellen ist nur im vakuumlosen Zustand möglich.

Ganz unten in Bild 1 sieht man eine flache Probenküvette, die an einer sog. Probendrehbühne befestigt ist. Eine runde Küvette kann dort von Hand direkt eingeschraubt werden. Im gezeigten Fall einer flachen Küvetten ist die Probendrehbühne zunächst zu demontieren und die Küvette an der ausgebauten Probendrehbühne in einer markierten Winkelposition zu fixieren. Anschliessend wird beides gemeinsam an den Kaltkopf montiert.

Bei Tieftemperaturexperimenten ist zur Verbesserung des Temperaturverhaltens ein Strahlungsschirm aus Aluminium einsetzbar. Die Wandstärke des zylindrischen Rohres beträgt 0,5 mm.

### Bild 2



In Bild 2 erkennt man die beiden unterschiedlichen Konfigurationen für den Einsatz im jeweiligen Proben-temperaturbereich :

Mit der linken Konfiguration nutzt man die Probe vor allem im Tieftemperaturbereich bis 4 Kelvin. Die Probendrehbühne ist hier direkt an die Kaltkopf-Heizung angeflanscht. Im Innern der Kaltkopf-Heizung steckt eine gekapselter Heizwiderstand. Die Kaltkopf-Heizung besitzt einen Cernox-Sensor, der die Temperatur speziell im Kryo-Bereich sehr genau misst. Der Cernox-Sensor ist jedoch hitzeempfindlich und darf nicht wesentlich über Raumtemperatur erwärmt werden.

Das rechte Halbbild zeigt die Konfiguration, die man benutzt, um eine Probe auch auf höhere Temperaturen bis maximal 690 Kelvin zu bringen. Dazu ist unter die Kaltkopf-Heizung eine Hochtemperaturstufe angebaut. Sie zeichnet sich vor allem durch eine bessere Wärmeisolierung zum Kühlfinger aus. Die Widerstandsheizpatrone steckt nun nicht mehr in der Kaltkopf-Heizung, sondern im unteren Flansch der Hochtemperaturstufe. Die Temperaturmessung erledigt ein Platin-Widerstand, der jedoch im Kryo-Temperaturbereich etwas ungenau misst. Die Hochtemperaturstufe wurde von uns so optimiert, dass ihr dynamisches Temperaturverhalten im Tief- und im Hochtemperaturbereich ähnlich gut ist. Die Dokumentation zur Dimensionierung der Hochtemperaturstufe findet man im Anhang.

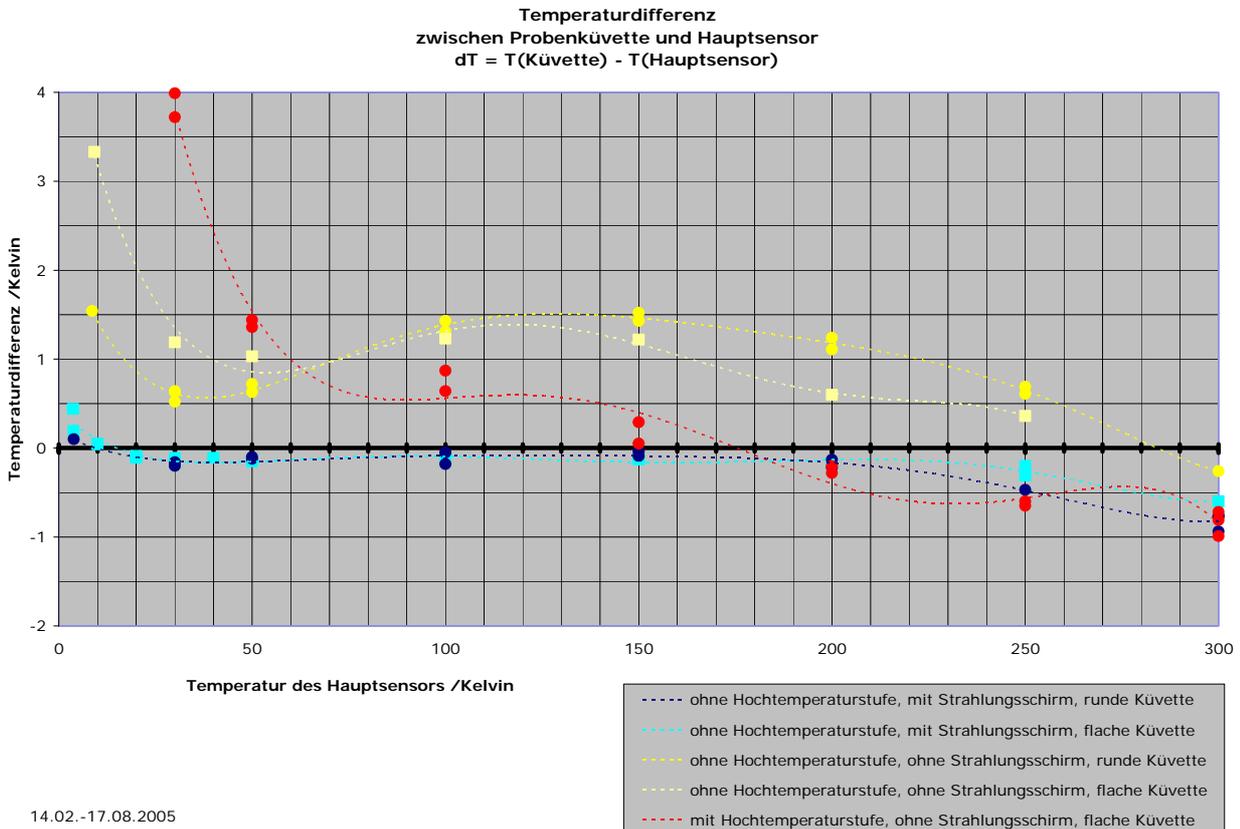
## Technische Daten

Folgende Temperaturdaten wurden mit leeren Probenküvetten gemäss Bild 5 (Sensoranschluß in Bodennähe) ermittelt.

**Tabelle 1**

		Ohne Hochtemperaturstufe	Mit Hochtemperaturstufe
<b>Probentemperaturbereich</b>	ohne Strahlungsschirm :	10,20 ... 300 Kelvin	18,75 ... 690 Kelvin
	mit Strahlungsschirm :	3,98 ... 300 Kelvin	-
<b>Tiefste Probentemperatur</b> (ungeregelt)	ohne Strahlungsschirm :	10,20 Kelvin	18,75 Kelvin + 2,8 K/h
	mit Strahlungsschirm :	3,98 Kelvin	-
<b>Abkühldauer</b> von 300 auf 30 Kelvin	ohne Strahlungsschirm :	80 Minuten	66 Minuten
	mit Strahlungsschirm :	73 Minuten	-
<b>Aufwärmdauer</b> von 30 auf 300 Kelvin	ohne Strahlungsschirm :	56 Minuten	17 Minuten
	mit Strahlungsschirm :	60 Minuten	-
<b>Aufheizdauer</b> von 300 auf 690 Kelvin		-	32 Minuten
<b>Abkühldauer</b> von 690 auf 300 Kelvin		-	64 Minuten
<b>Probenposition</b>	Küvettenflanschniveau über der Strahlebene :	25 ... 80 mm	10 ... 76 mm
	Flachküvettenwinkel relativ zur Primärstrahlrichtung :	45° ... 135°	45° ... 135°

**Bild 3**



## Kurze Bedienungsanleitung

### Installation der 4K-Kryo-Maschine

1. Die Probenkammer in die FOCUS-Probenlinie einbauen und die Turbomolekularpumpe anschliessen
2. Ggf. Hochtemperaturstufe montieren (entsprechend Konfiguration für Hoch- oder Tieftemperaturexperimente)
3. Entweder eine Flachküvette an der Probendrehbühne in die markierte Winkelposition bringen, fixieren und
4. diese Probendrehbühne an das freie Ende der untersten Heizstufe anflanschen
5. Oder eine runde Probenküvette in die bereits montierte Probendrehbühne einschrauben (Gewinde M6)
6. Die Verbindungsleitungen zwischen dem Temperatur-Controller und dem Kaltkopf anschliessen
7. Die Funktion der Temperatursensoren und der Heizung überprüfen
8. Gegebenenfalls den Strahlungsschirm über den Kühlfinger schieben und eindrehen
9. Sumi mittels Kran in die oben offene Probenkammer absenken und die Flanschverbindung verschrauben
10. Gegebenenfalls die Winkelposition des Kaltkopfes (und der Probe) bei gelöstem Klemmring neu einstellen
11. Die gewünschte Flanshhöhe der Küvette über Strahlebene mit der Handkurbel am Linear Translator einstellen
12. Die Stickstoffleitung an das Belüftungsventil der 4K-Kryo-Maschine anstecken, das Belüftungsventil schließen
13. Alle Vakuumventile und Öffnungen an der Probenkammer schliessen
14. Das Plattenventil der Turbomolekularpumpe öffnen
15. Oben auf dem Detektorgehäuse an der Vorvakuumpumpe das Abpumpen der Probenkammer starten
16. Warten, bis das Vakuum auf unter  $1 \times 10^{-4}$  mbar gesunken ist (Isoliervakuum)
17. Den Kompressor einschalten
18. Am Temperatur-Controller mittels TECS die gewünschte Solltemperatur setzen

### Umbau der Heizstufenkonfiguration

**Achtung :** Der Einbau bzw. die Demontage der Hochtemperaturstufe darf nur durch einen Instrumentverantwortlichen (oder Spezialisten der Probenumgebungsgruppe) durchgeführt werden. Für die bessere Zugänglichkeit bei diesen Arbeiten muß die komplette Baugruppe der 4K-Kryo-Maschine aus der Probenkammer herausgezogen werden. Falls die Kryo-Maschine unmittelbar vorher in Betrieb war, könnte es dabei zum Vereisen der kalten Teile kommen. Um dies zu verhindern, sollte man den Kompressor einige Stunden vor dem Umbau abgeschaltet, die Probenkammer mit Stickstoff fluten und den Kühlfinger über das Belüftungsventil permanent mit Stickstoff umströmen lassen.

#### Vorarbeiten für Messungen ohne Hochtemperaturstufe

TECS-Sensorkonfiguration umstellen :                    `tecs/focus> device ccr2`  
 → Kanal A führt den Hauptsensor  
 (in Kanal D wird zusätzlich die Temperatur der ersten Kühlstufe gemessen)

#### Vorarbeiten für Messungen mit Hochtemperaturstufe

TECS- Sensorkonfiguration umstellen :                    `tecs/focus> device ccr2ht`  
 → Kanal B führt den Hauptsensor  
 (in Kanal A wird zusätzlich die Temperatur der Kaltkopfheizung und  
 in Kanal D die Temperatur der ersten Kühlstufe gemessen)

#### Montage der Hochtemperaturstufe

1. Die Sumi-Baugruppe aus der Probenkammer heben
2. Ggf. Strahlungsschirm, vorhandene Probenküvette und Probendrehbühne entfernen
3. Die Hochtemperaturstufe an den unteren Flansch der Kaltkopf-Heizung (vgl. Bild 2) schrauben
4. Die Heizpatrone von der Kaltkopf-Heizung lösen und in die Hochtemperaturstufe stecken (seitl. Klemmschr.)
5. Die hochgewickelte Platinsensorzuleitung vom Kühlfinger lösen und an der Hochtemperaturstufe einstecken
6. Die Funktion der Temperatursensoren und der Widerstandsheizung überprüfen (Handwärme, Solltemp. setzen)
7. Die Probendrehbühne mit blankem Kupferinnenteil ggf. zusammen mit einer Probenküvette anflanschen
8. Der Einsatz des Strahlungsschirmes und der Probendrehbühne mit vergoldetem Kupferinnenteil ist für Experimente über Raumtemperatur nicht zulässig
9. Die Sumi-Baugruppe in die Probenkammer senken und verschrauben
10. Ggf. die Winkelposition des Kaltkopfes bei gelöstem Klemmring neu einstellen
11. Das Küvettenflansch-Niveau gemäß der Befüllung der Probenküvette neu einstellen

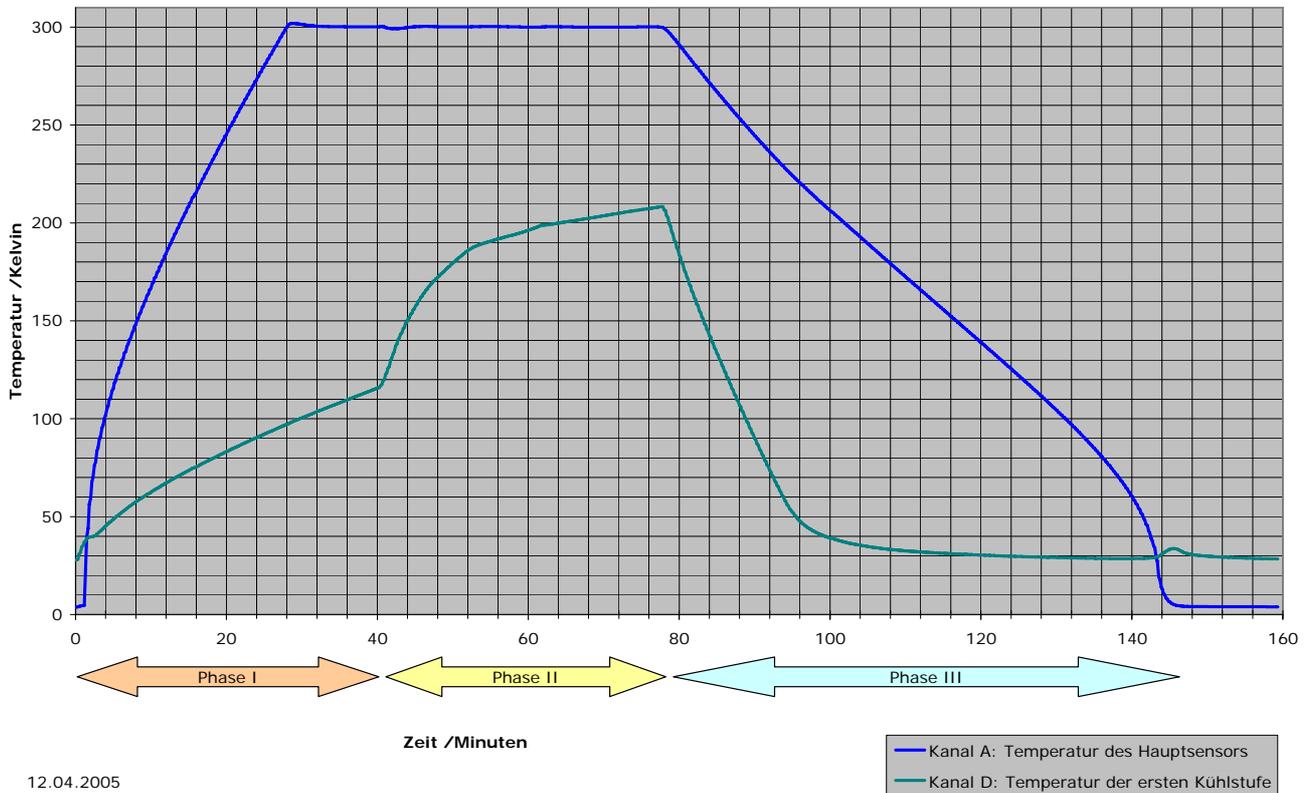
Die Demontage der Hochtemperaturstufe erfolgt sinngemäß in umgekehrter Reihenfolge wie die Montage.

## Probenwechsel

Die Arbeitsschritte beim Probenwechsel können zeitlich in drei Phasen eingeteilt werden :

### Bild 4

Typischer Temperaturverlauf beim Probenwechsel für Tieftemperaturexperimente  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
flache Küvette



### Phase I

1. Temperatur-Sollwert des Hauptsensors auf 300 Kelvin setzen tecs/focus> set 300
2. Kompressor ausschalten
3. Vakuumpumpe ausschalten (Steuereinheit am Detektorgehäusedach)
4. Das Plattenventil unterhalb der Probenkammer schliessen
5. Evtl. warten, bis die Temperatur der ersten Kühlstufe (Kanal D) auf z.B. 100 Kelvin angestiegen ist

### Phase II

1. Die Probenkammer vorsichtig mit Stickstoff fluten, steigenden Innendruck am Manometer beobachten
2. Vor Erreichen des Normaldrucks (z.B. bei 0,8 bar) die Flügelschrauben an der Kammertür losschrauben, um einen Kammerüberdruck zu verhindern
3. Die Stickstoffzufuhr leicht erhöhen und danach die Kammertür öffnen
4. Ggf. vorhandenen Strahlungsschirm abnehmen (Renkverbindung), unbedingt Handschuh benutzen
5. Alte Probenküvette (bzw. Probendrehbühne) abschrauben
6. Ggf. Küvettenflanschniveau neu einstellen
7. Ggf. die Winkelposition des Kaltkopfes (und der Probe) bei gelöstem Klemmring neu einstellen
8. Neue Probenküvette (bzw. Probendrehbühne mit neuer Küvette) montieren
9. Ggf. Strahlungsschirm einsetzen
10. Stickstoffzufuhr abstellen und sofort Kammertür schliessen
11. Plattenventil öffnen (sofern die Turbomolekularpumpe stillsteht, bzw. Rotorfrequenz = 0 Hz)
12. Vorvakuumpumpe einschalten, Turbomolekularpumpe startet automatisch
13. Möglichst warten, bis das Vakuum besser als  $1 \times 10^{-4}$  mbar ist (Isoliervakuum)

### Phase III

1. Kompressor einschalten
2. Temperatur-Sollwert des Hauptsensors neu einstellen, z.B. tecs/focus> set 0

Ein Probenwechsel für Hochtemperaturrexperimente läuft sinngemäß gleich ab. Gegenüber dem Probenwechsel für Tieftemperaturrexperimente sind folgende Punkte anders :

- Der Kompressor bleibt permanent eingeschaltet
- Phase II beginnt, sobald der Hauptsensor etwa 300 Kelvin erreicht hat (Schutz gegen Verbrennung)
- Ein Strahlungsschirm wird nicht verwendet
- Als Probendrehbühne darf nur diese mit dem blanken Kupferinnenteil verwendet werden

## *Baugruppendetails*

### **4K Closed Cycle Refrigerator System**

Hersteller :	Sumitomo Heavy Industries, Ltd.	
System :	Sumitomo 4K Closed Cycle Refrigerator System	
	Modell	SRDK – 408DA
Kalkkopf :	Modell	RDK – 408D
	Serien-Nr.	3KD02003C
	Datum	12/2001
Kompressor :	Modell	CSA – 71A

### ***Technische Daten***

#### **Kühlleistung**

Erste Kühlstufe :	31 Watt Kühlleistung bei 40 K
Zweite Kühlstufe :	1 Watt Kühlleistung bei 4.2 K

#### **Tiefste Temperatur**

Kalkkopf :	3,2 K
------------	-------

#### **Gewicht**

Kalkkopf :	18 kg
Kompressor :	150 kg

## Temperatursensoren

### Dünnschicht-Widerstandstemperatursensor

Hersteller : Lake Shore  
 Bezeichnung : **Cernox** CX -1050-CU-1.4L

### Platin-Widerstandsthermometer

Hersteller : Lake Shore  
 Bezeichnung : **PT-102** - 35 P 7423

### Thermoelemente

Hersteller : Lake Shore  
 Bezeichnung : Type **Chromel-AuFe**(0.07%) , 3? AWG , Model number 9006 00?  
 bzw.  
 Bezeichnung : **Type E** , 3? AWG , Modelnumber 9006-00?

### Technische Daten

Tabelle 2

	<i>möglicher Meßbereich</i>	<i>Meßgenauigkeit (kalibriert) bzw. Empfindlichkeit</i>	<i>gewählter Meßbereich</i>	<i>Fühler- größe</i>	<i>Einsatzort</i>
<b>Cernox</b>	1,4 ... 325 K	± 5 mK (bei 4,2 K) ± 20 mK (bei 20 K) ± 35 mK (bei 50 K) ± 50 mK (bei 100 K) ± 140 mK (bei 300 K)	1,4 ... 310 K	Ø 8 mm x 3,8 mm	Kaltkopf-Heizung und 1.Kaltkopf-Kühlstufe
<b>PT-102</b>	14 ... 873 K	± 20 mK (bei 100 K) ± 35 mK (bei 300 K) ± 50 mK (330...480 K) ± 200 mK (> 480 K)	30 ... 700 K	Ø 2 mm x 20,3 mm	Hochtemperatur- Stufe
<b>Chromel- AuFe</b>	1,4 ... 610 K	> 15 µV / K (> 10 K)	1,4 ... 40 K	Ø 1,6 mm	noch nicht im Einsatz, aber vorgesehen für die Hoch- temperatur-Stufe bis 610 Kelvin
<b>Type E</b>	3 ... 1274 K	1,7 K (73...273 K) 8,5 µV / K (bei 20 K) > 15 µV / K (> 40 K)	40 ... 690 K	Ø 1,6 mm	noch nicht im Einsatz, aber ggf. später an der Hochtemperatur- Stufe

---

## Hochtemperaturstufe

Hersteller : Janis  
Heizer : Cartridge Heater HTR-25-100 (Lake Shore)  
Temperatursensor : PT-102 (Lake Shore)

### *Technische Daten*

Temperaturbereich : 4,5 bis 700 K  
Heizleistung : siehe Heizpatrone

Zwischen den beiden Anschlußflanschen der eingekauften Hochtemperaturstufe wurde ein zusätzlicher Wärmeleiter angebaut, welcher dafür sorgt, das die Hochtemperaturstufe sowohl im Kryo- als auch im Hochtemperaturbereich annähernd gleich gut funktioniert. Dies war vorher nicht der Fall. Die Dimensionierungsrechnung ist im Anhang ersichtlich. Der Wärmeleiter ist aus ETP-Kupfer gefertigt, 50 mm lang und hat einen Querschnitt von 7,2 mm<sup>2</sup>. Er besteht aus drei Blechstreifen gemäß PSI- Zeichnung 4-10009.27.6401 (siehe Anhang).

## Heizpatrone

Hersteller : Lake Shore  
Bezeichnung : HTR-25-100

### *Technische Daten*

Heizleistung : 100 W  
Widerstand : 25 Ω  
Spannung : 50 V  
Kopfgröße : Ø 6,25 mm x 25,4 mm

## Linear Translator

Hersteller : Thermo Vacuum Generators  
Bezeichnung : Linear Translator  
Art.-Nr. : ZLTS 0810  
Antrieb : Handwheel Kit ZLTSWk

### *Technische Daten*

Hub : 100 mm  
Innenweite : Ø 152 mm  
Befestigungsflansche : DN 150 CF  
Tragfähigkeit : 130 kg (vertikal)  
Eigengewicht : 11 kg

## Vakuumdurchführungen

### Temperatursensor-Vakuumdurchführung

Hersteller : Ceramaseal  
 Bezeichnung : Multipin Connector, MIL-C-26482 Type, Solder Cup  
 10 Pins, NW40KF, Art.-Nr. 17173-01-KF

### Heizstrom-Vakuumdurchführung

Hersteller : Ceramaseal  
 Bezeichnung : Multipin Connector, MIL-C-26482 Type, Solder Cup  
 6 Pins, NW40KF, Art.-Nr. 17172-01-KF

### Thermoelement-Vakuumdurchführung (später)

Hersteller : Ceramaseal  
 Bezeichnung : Thermocouple, Spade Type, Single Pair, Type E  
 Art.-No. 13563-02-KF

## Pinbelegung

**Tabelle 3**

<i>Pin</i>	<i>Temperatursensor-Vakuumdurchführung (10 Pins)</i>			
<b>A</b>	I+	rot	Cernox CX-1050-CU-1.4L	
<b>B</b>	I-	gelb		
<b>C</b>	V+	grün		
<b>D</b>	V-	schwarz		
<b>E</b>	I+	rot	Pt - 102 - 35 P 7423	
<b>F</b>	I-	gelb		
<b>G</b>	V+	grün		
<b>H</b>	V-	schwarz		
<b>I</b>				
<b>J</b>				

**Tabelle 4**

<i>Pin</i>	<i>Heizstrom-Vakuumdurchführung (6 Pins)</i>		
<b>A</b>	+	gelb	
<b>B</b>	-	gelb	
<b>C</b>			
<b>D</b>			
<b>E</b>			
<b>F</b>			

## Freigabemessungen

### Verwendete Probenküvetten

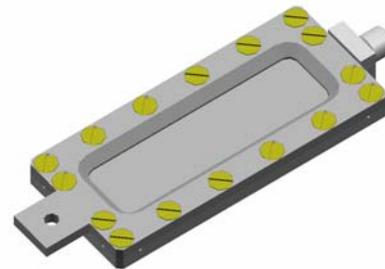
Die Freigabemessungen wurden mit zwei Testküvetten durchgeführt, die zur Temperaturbestimmung am unteren Ende mit einer Anschlußfahne versehen sind. Bei diesen beiden Küvetten handelt es sich um eine runde und eine flache Küvette, die in diesen Standardgrößen bei normalen Experimenten am häufigsten eingesetzt werden.

#### Bild 5

Runde Testküvette  
 Ø10 / 24.5 x 61  
 Reinaluminium  
 3-10009.27.6378



Flache Testküvette  
 50x15x2  
 Reinaluminium  
 3-10009.27.6379



Die beiden Testküvetten sind leer und wurden unter Normalluftatmosphäre bei Raumtemperatur verschlossen.

Um vergleichbare Ergebnisse zu erhalten, befindet sich der Küvettenflansch bei jeder Messung 40 mm über der Strahlebene.

### Temperaturregelung

Die Temperatur wurde immer auf den jeweiligen Hauptsensor geregelt, d.h. entweder auf T1 oder auf T3. Sofern nicht anders angegeben sind die Parameter des Temperaturreglers folgendermaßen eingestellt :

PID = 50 , 20 , 0 (4,167 A/K , 50 sec , 0 sec/maxCurr.2A)

Der Sollwert der Temperatur wechselt jeweils ohne Rampe.

Vor dem Einschalten des Kompressors der Kühlmaschine wurde immer ein Vakuum von kleiner als  $10^{-4}$  mbar abgewartet.

### Belegung der Sensoren im Temperaturregelssystem

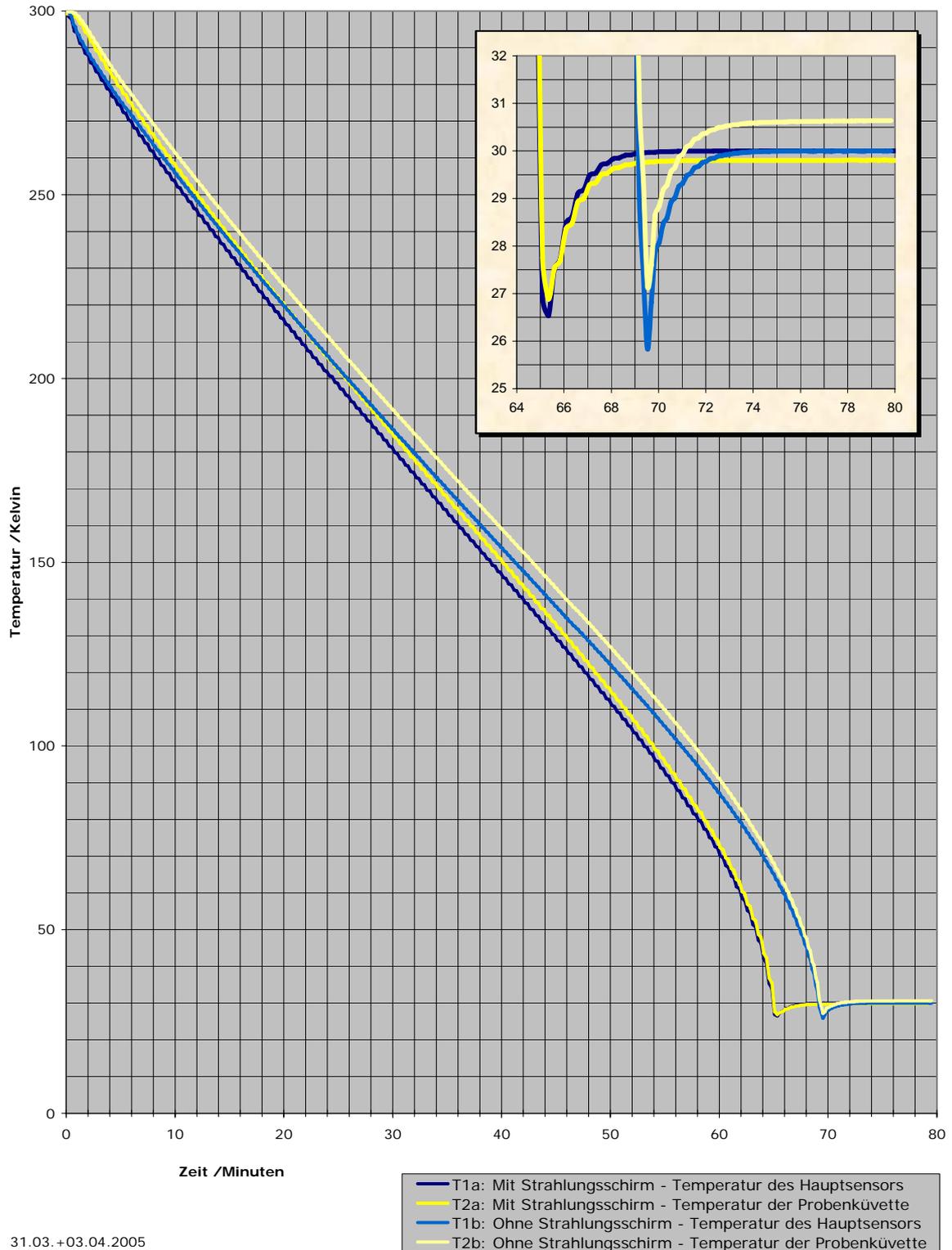
Tabelle 5

Kanal	Temperatur	Sensor-Typ	Einsatzort
A	T1	Cernox	in der Kaltkopfheizung
B	T3	Pt-102	in der Hochtemperaurstufe
D	T2	Cernox	am unteren Ende der jeweiligen Probenküvette

## Temperaturverlauf beim Abkühlen

**Bild 6**

Geregeltes Kühlen von 300 auf 30 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe  
mit oder ohne Strahlungsschirm



31.03.+03.04.2005

Hauptsensor (T1) :

Form der Küvette :

Endtemperatur mit Strahlungsschirm :

Endtemperatur ohne Strahlungsschirm :

in Kaltkopfheizung montiert

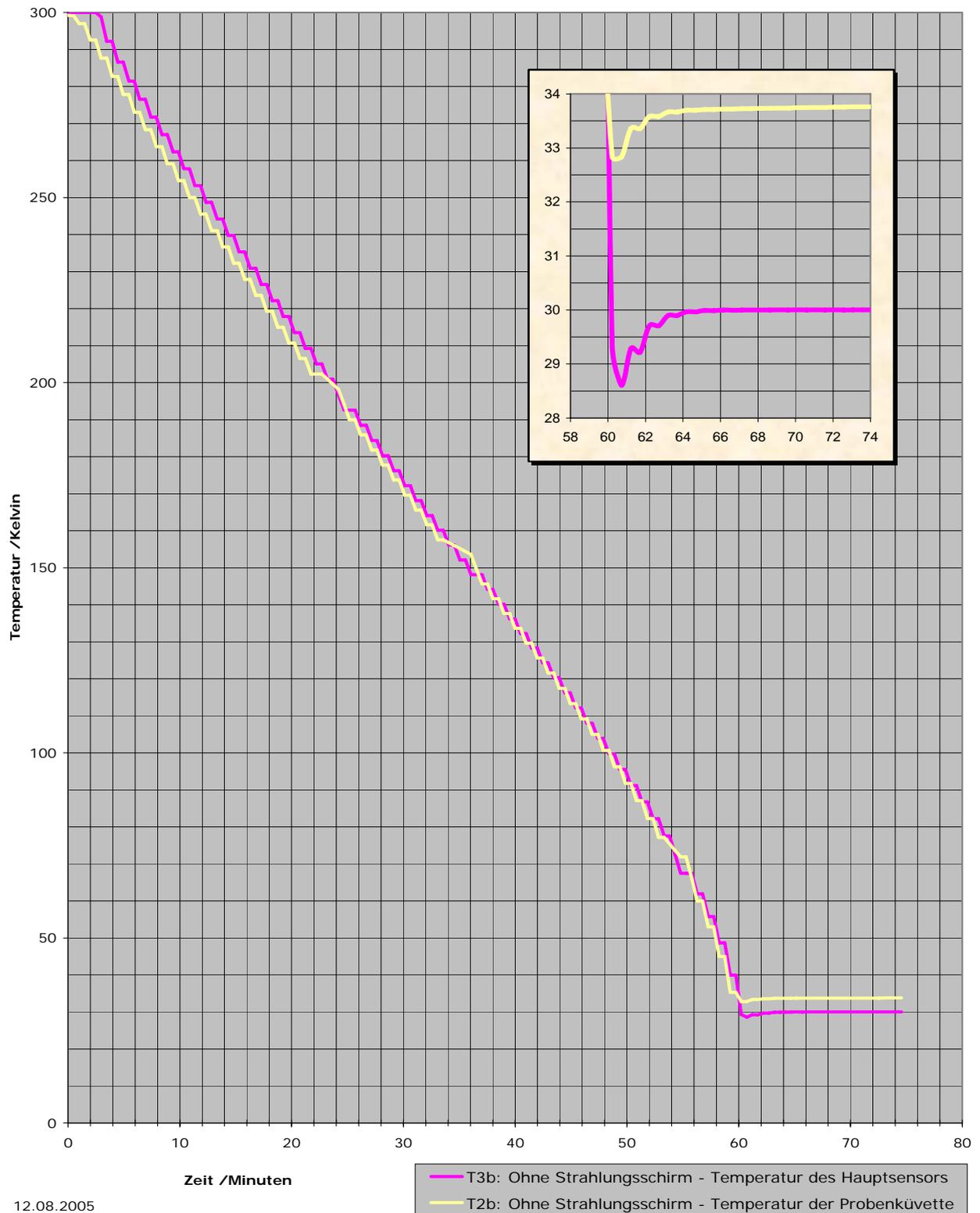
rund

$T2a_{\text{end}} = 29,80$  Kelvin nach 73 Minuten

$T2b_{\text{end}} = 30,64$  Kelvin nach 80 Minuten, steigend mit 0,3 Kelvin/h

Bild 7

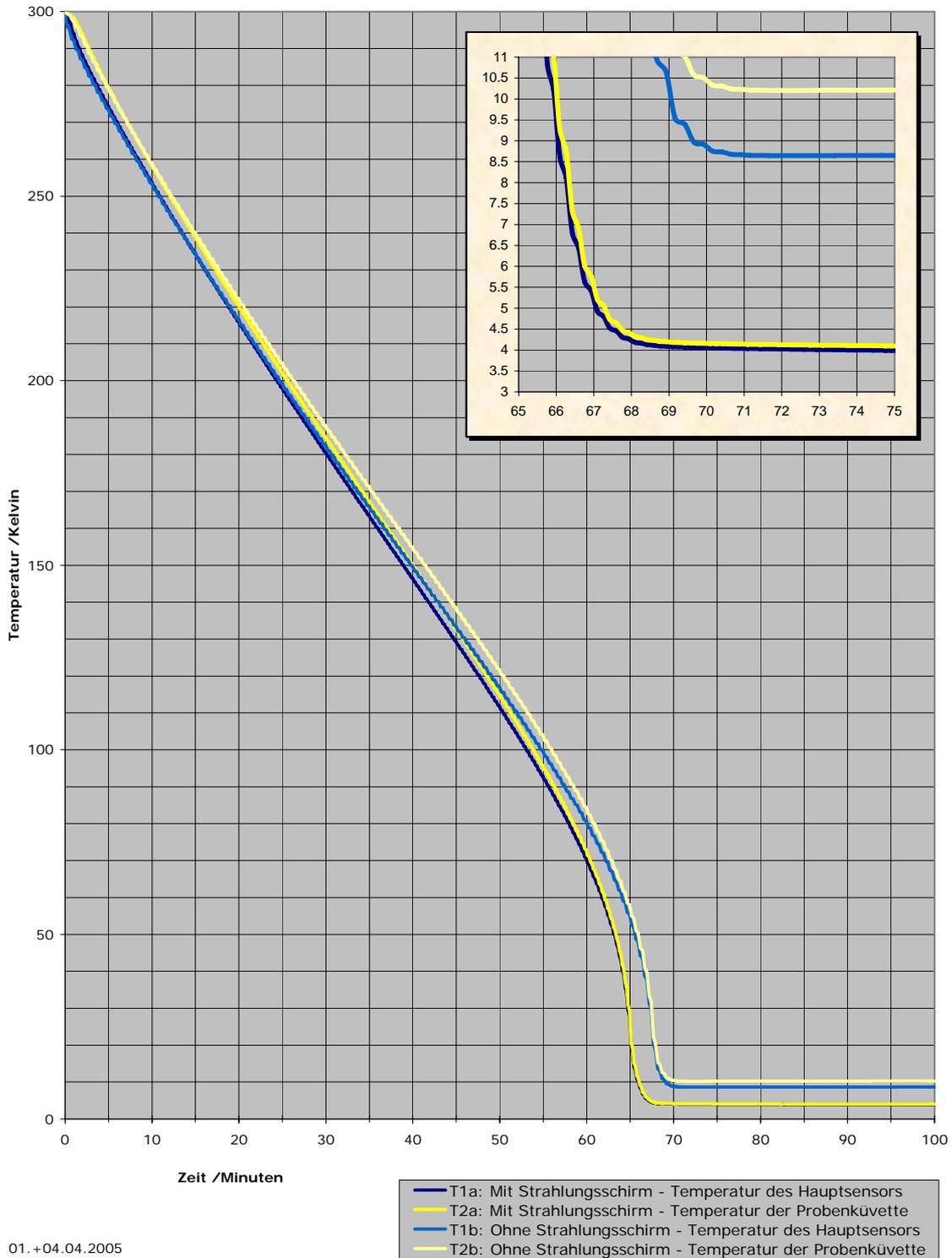
**Geregeltes Kühlen von 300 auf 30 Kelvin  
mit Hochtemperaturstufe  
ohne Strahlungsschirm**



Hauptsensor (T3) : in Hochtemperaturstufe montiert  
 Form der Küvette : flach  
 Endtemperatur :  $T2b_{\text{end}} = 33,72$  Kelvin nach 66 Minuten, dann steigend mit 0,33 K/h

**Bild 8**

**Abkühlen von 300 Kelvin auf tiefste Temperatur  
ohne Hochtemperaturstufe  
mit oder ohne Strahlungsschirm**



Hauptsensor (T1) :  
Ohne Temperaturregelung

in Kaltkopfheizung montiert

Form der Küvette :

rund

Temperaturen mit Strahlungsschirm :

T2a = 4,10 Kelvin nach 75 Minuten

T2a = 4,00 Kelvin nach 101 Minuten

tiefste Temperatur mit Strahlungsschirm :

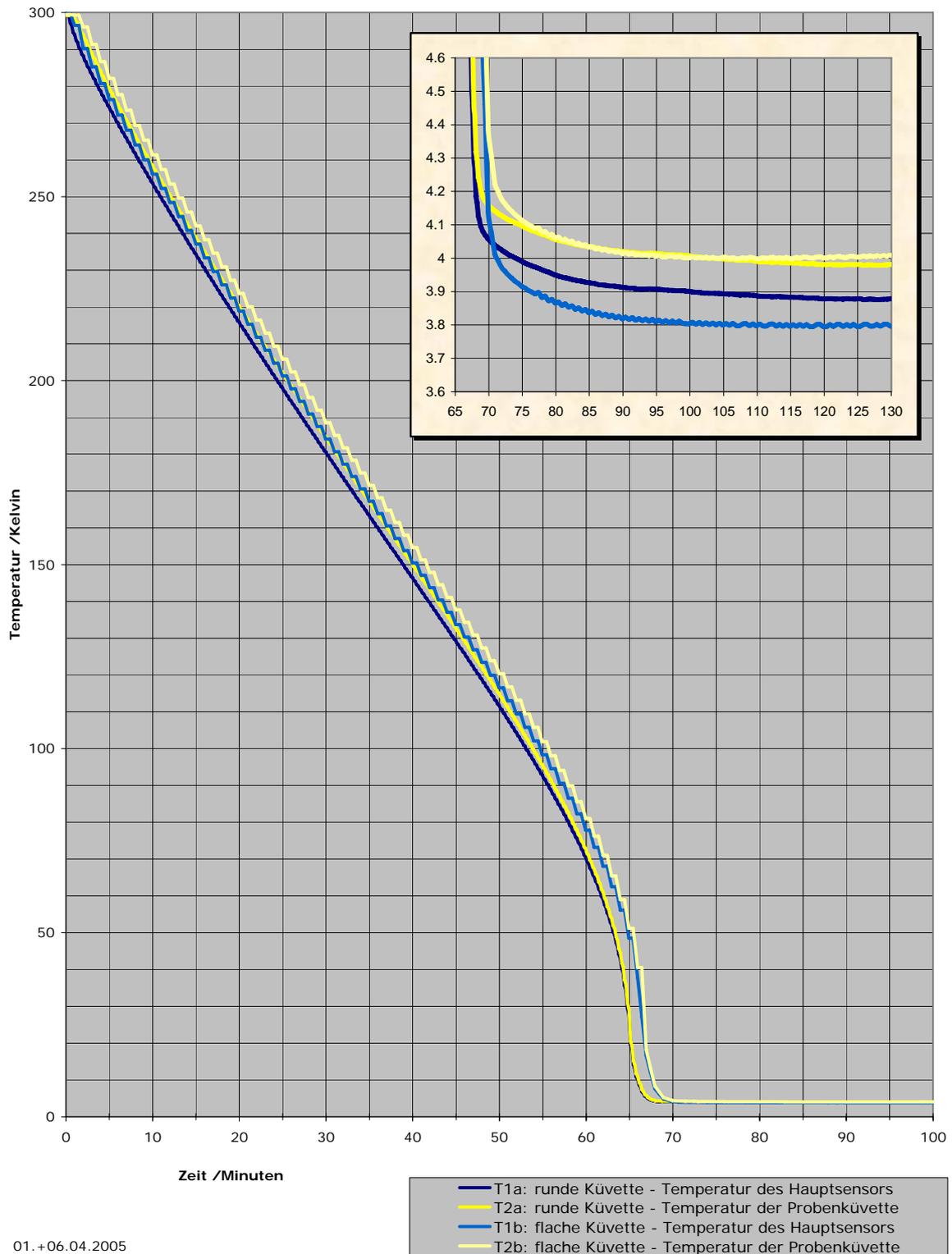
T2a<sub>min</sub> = 3,98 Kelvin nach 121 Minuten

tiefste Temperatur ohne Strahlungsschirm :

T2b<sub>min</sub> = 10,20 Kelvin nach 72 Minuten, steigend mit 0,16 Kelvin/h

**Bild 9**

**Abkühlen von 300 Kelvin auf tiefste Temperatur  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
Einfluss der Küvettenform**



Hauptsensor (T1) :

in Kaltkopfheizung montiert

Ohne Temperaturregelung

tiefste Temperatur der runden Küvette :

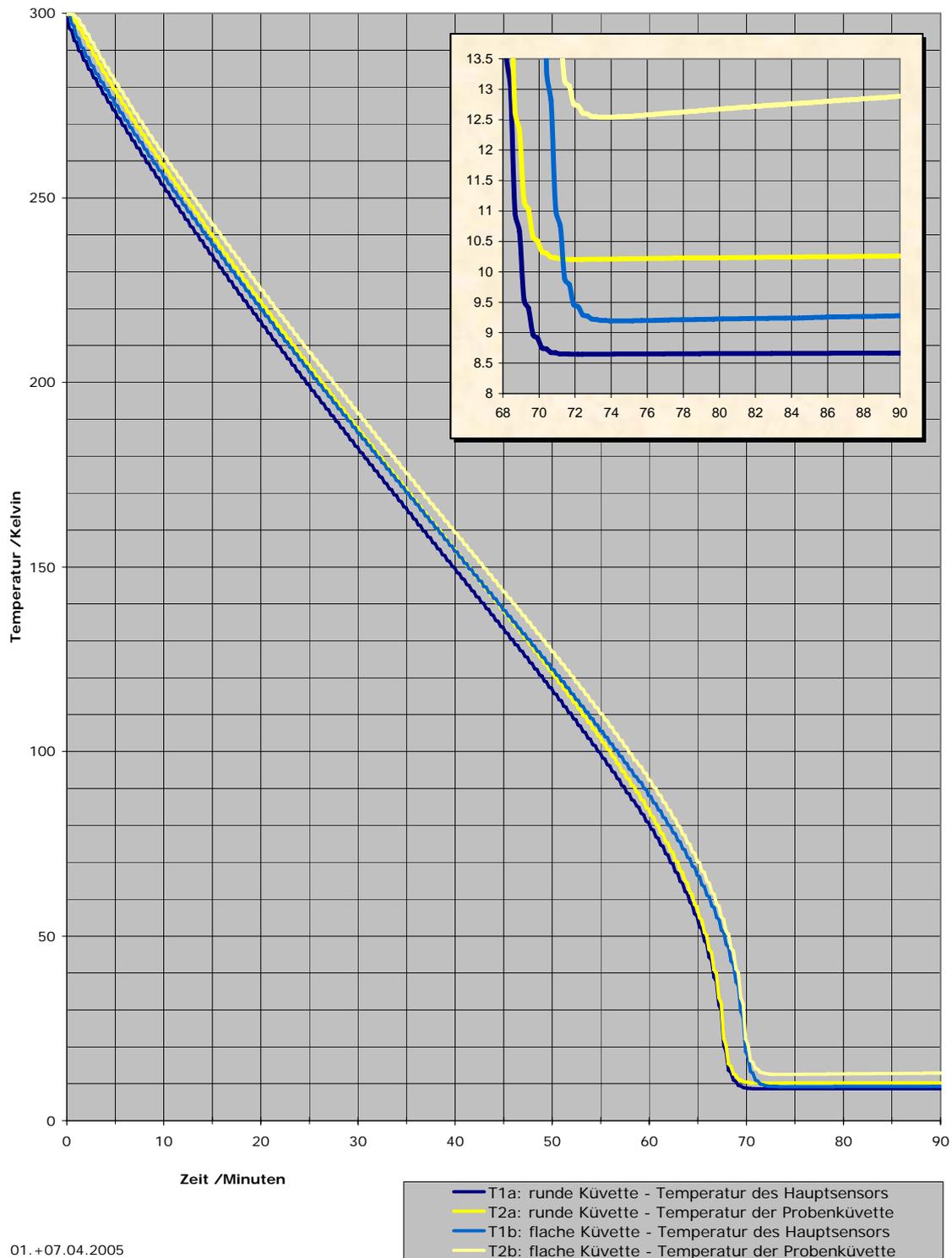
$T2_{a_{\min}} = 3,98$  Kelvin nach 121 Minuten

tiefste Temperatur der flachen Küvette :

$T2_{b_{\min}} = 4,00$  Kelvin nach 96 Minuten

**Bild 10**

**Abkühlen von 300 Kelvin auf tiefste Temperatur  
ohne Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
Einfluss der Küvettenform**



Hauptsensor (T1) :

Ohne Temperaturregelung

tiefste Temperatur der runden Küvette :

tiefste Temperatur der flachen Küvette :

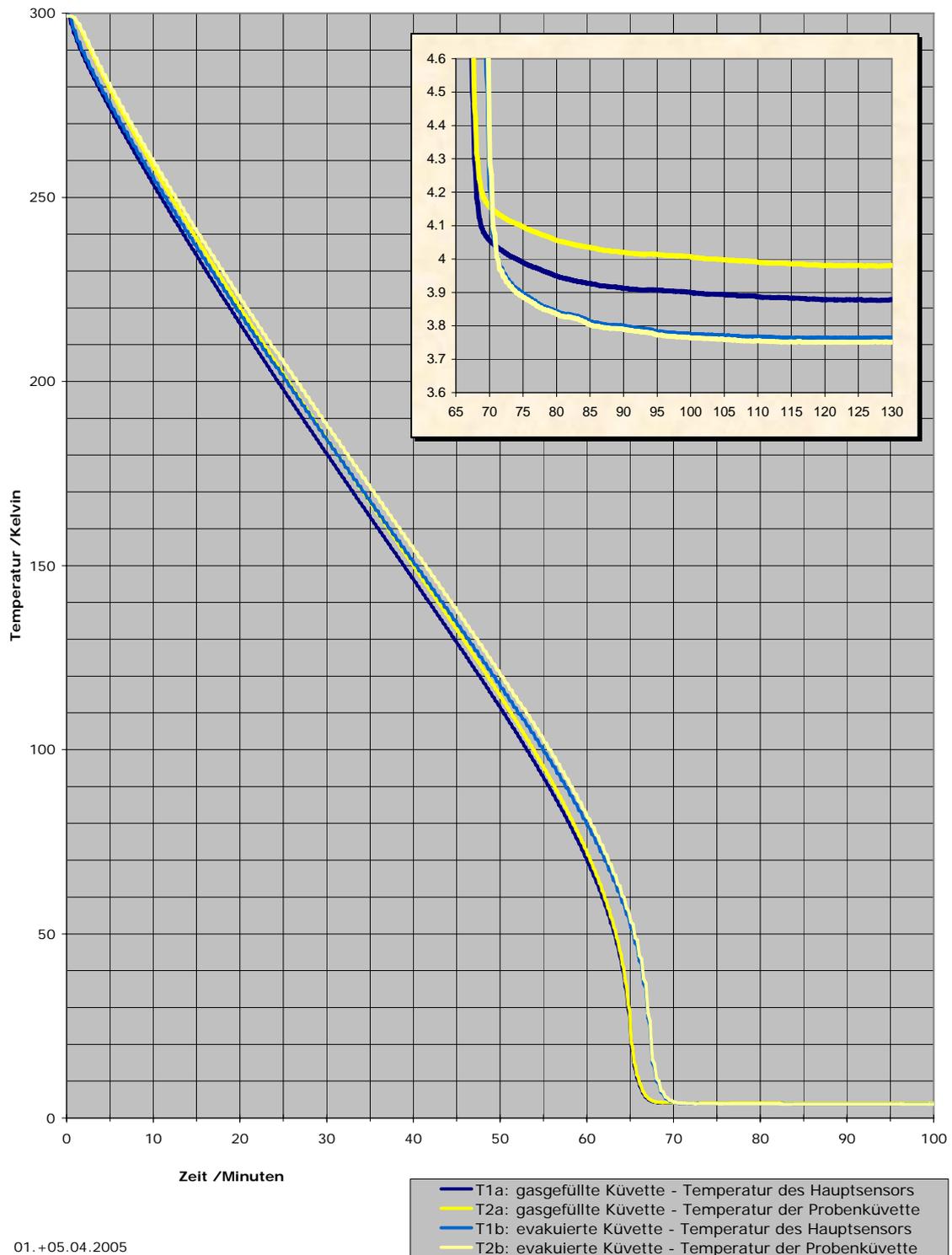
in Kaltkopfheizung montiert

$T2a_{\min} = 10,20$  Kelvin nach 72 Minuten, steigend mit 0,16 Kelvin/h

$T2b_{\min} = 12,54$  Kelvin nach 73 Minuten, steigend mit 1,3 Kelvin/h

**Bild 11**

**Abkühlen von 300 Kelvin auf tiefste Temperatur  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
Einfluss der Küvettenfüllung**



Hauptsensor (T1) :

Ohne Temperaturregelung

Form der Küvette :

tiefste Temperatur der gasgefüllten Küvette :

tiefste Temperatur der evakuierten Küvette :

in Kaltkopfheizung montiert

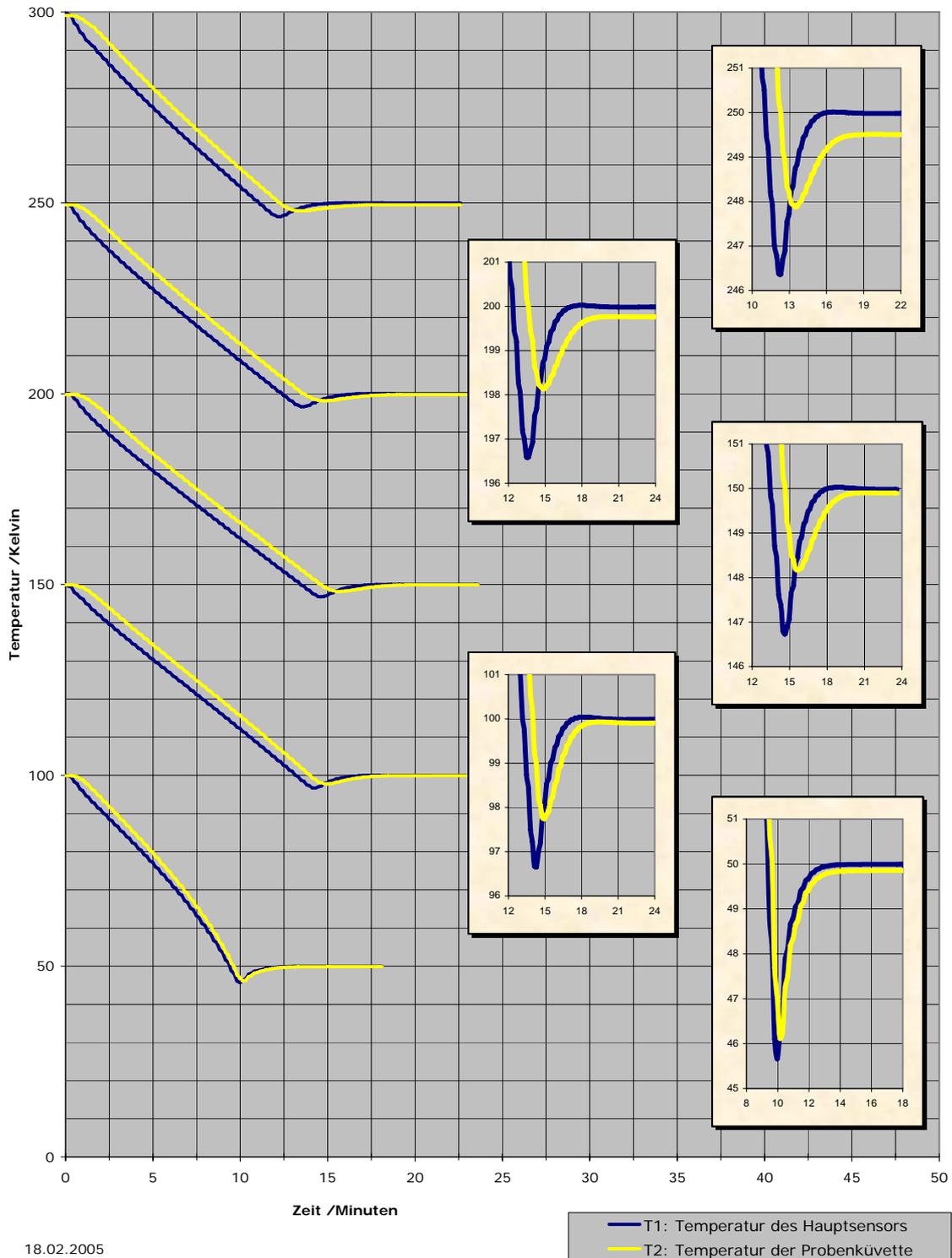
rund

T2<sub>a,min</sub> = 3,98 Kelvin nach 121 Minuten

T2<sub>b,min</sub> = 3,75 Kelvin nach 126 Minuten

**Bild 12**

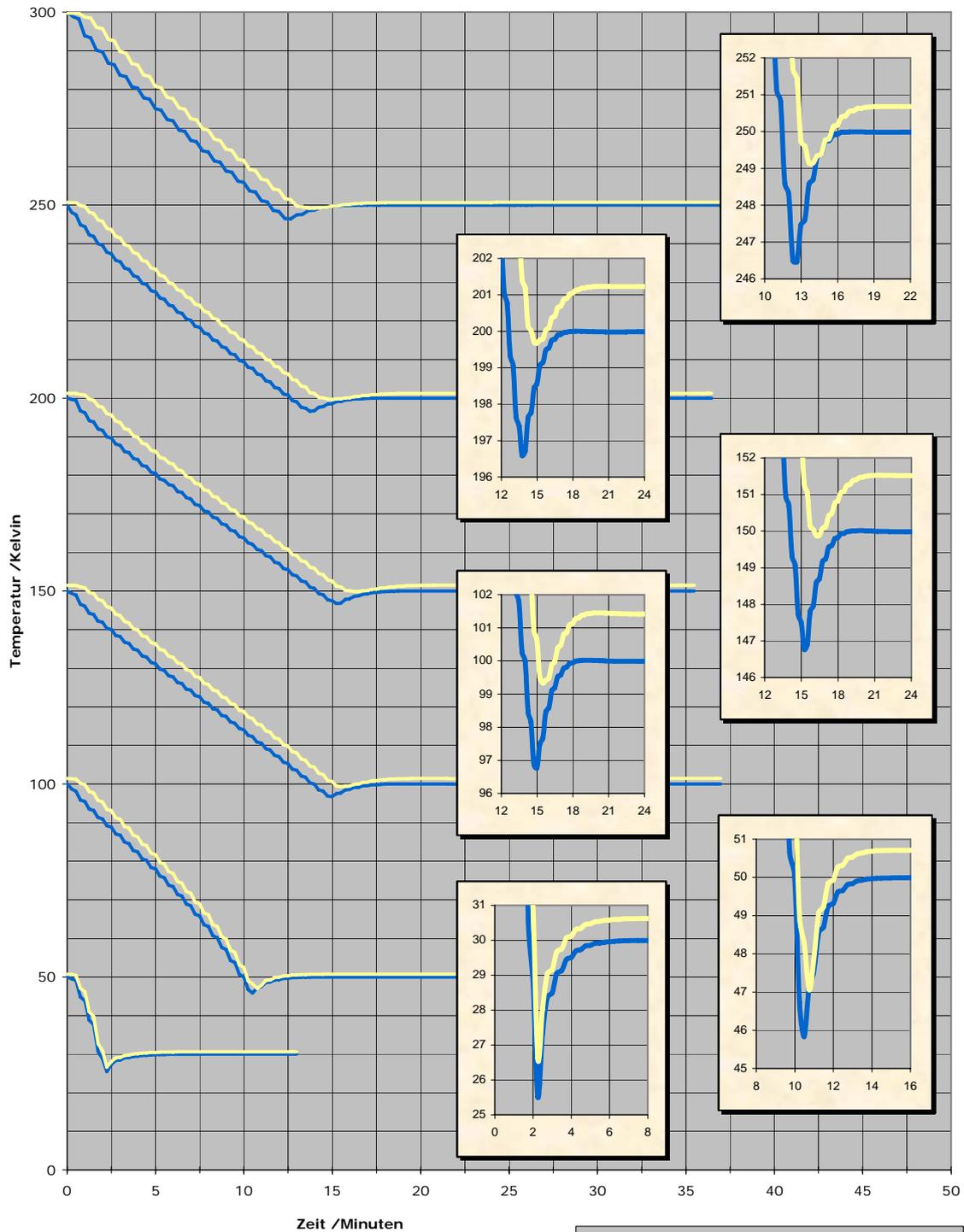
**Stufenweises Abkühlen von 300 auf 50 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
runde Küvette**



Hauptsensor (T1) :	in Kaltkopfheizung montiert
Endtemperatur bei 250 Kelvin :	T2a <sub>end</sub> = 249,51 Kelvin nach 19 Minuten
Endtemperatur bei 200 Kelvin :	T2b <sub>end</sub> = 199,76 Kelvin nach 22 Minuten
Endtemperatur bei 150 Kelvin :	T2c <sub>end</sub> = 149,90 Kelvin nach 22 Minuten
Endtemperatur bei 100 Kelvin :	T2d <sub>end</sub> = 99,91 Kelvin nach 22 Minuten
Endtemperatur bei 50 Kelvin :	T2e <sub>end</sub> = 49,86 Kelvin nach 18 Minuten

**Bild 13**

**Stufenweises Abkühlen von 300 auf 30 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
runde Küvette**

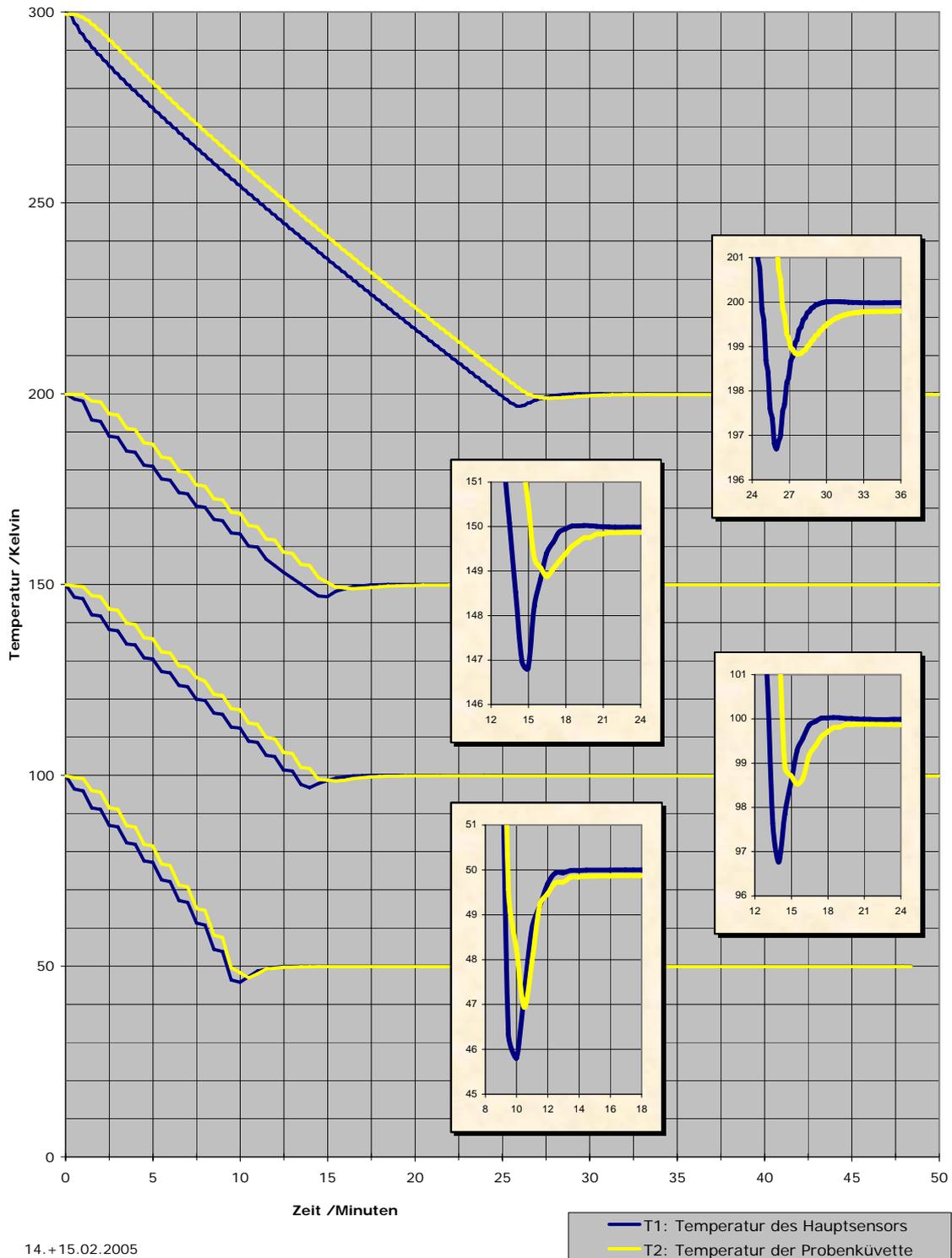


03.+04.04.2005

Hauptsensor (T1) :	in Kaltkopfheizung montiert
Endtemperatur bei 250 Kelvin :	T2 <sub>a_end</sub> = 250,69 Kelvin nach 28 Minuten
Endtemperatur bei 200 Kelvin :	T2 <sub>b_end</sub> = 201,23 Kelvin nach 25 Minuten
Endtemperatur bei 150 Kelvin :	T2 <sub>c_end</sub> = 151,52 Kelvin nach 32 Minuten
Endtemperatur bei 100 Kelvin :	T2 <sub>d_end</sub> = 101,43 Kelvin nach 31 Minuten
Endtemperatur bei 50 Kelvin :	T2 <sub>e_end</sub> = 50,72 Kelvin nach 19 Minuten
Endtemperatur bei 30 Kelvin :	T2 <sub>f_end</sub> = 30,63 Kelvin nach 10 Minuten

**Bild 14**

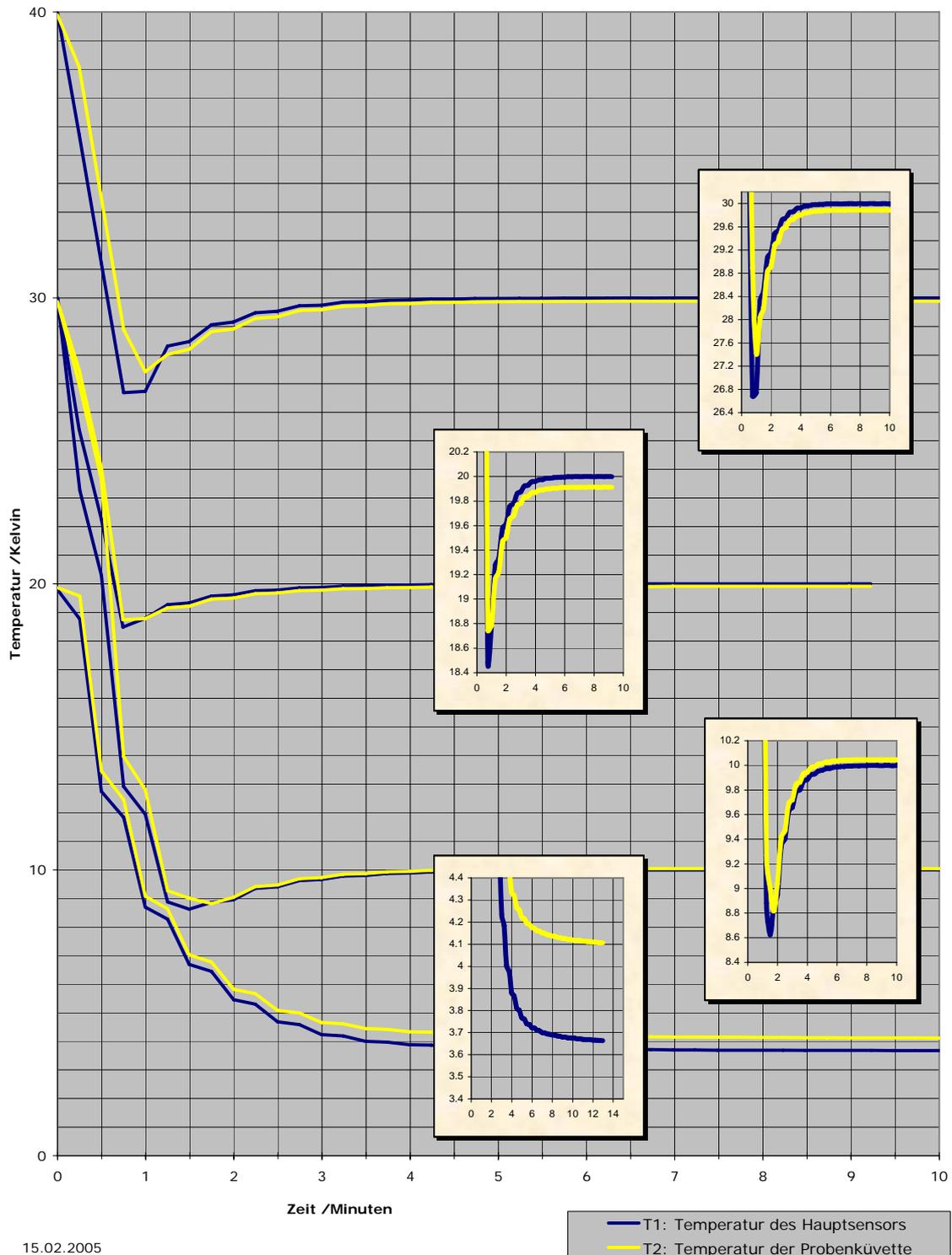
**Stufenweises Abkühlen von 300 auf 50 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
flache Küvette**



Hauptsensor (T1) :	in Kaltkopfheizung montiert
Endtemperatur bei 200 Kelvin :	T2 <sub>b<sub>end</sub></sub> = 199,80 Kelvin nach 42 Minuten
Endtemperatur bei 150 Kelvin :	T2 <sub>c<sub>end</sub></sub> = 149,88 Kelvin nach 29 Minuten
Endtemperatur bei 100 Kelvin :	T2 <sub>d<sub>end</sub></sub> = 99,88 Kelvin nach 26 Minuten
Endtemperatur bei 50 Kelvin :	T2 <sub>e<sub>end</sub></sub> = 49,87 Kelvin nach 18 Minuten

Bild 15

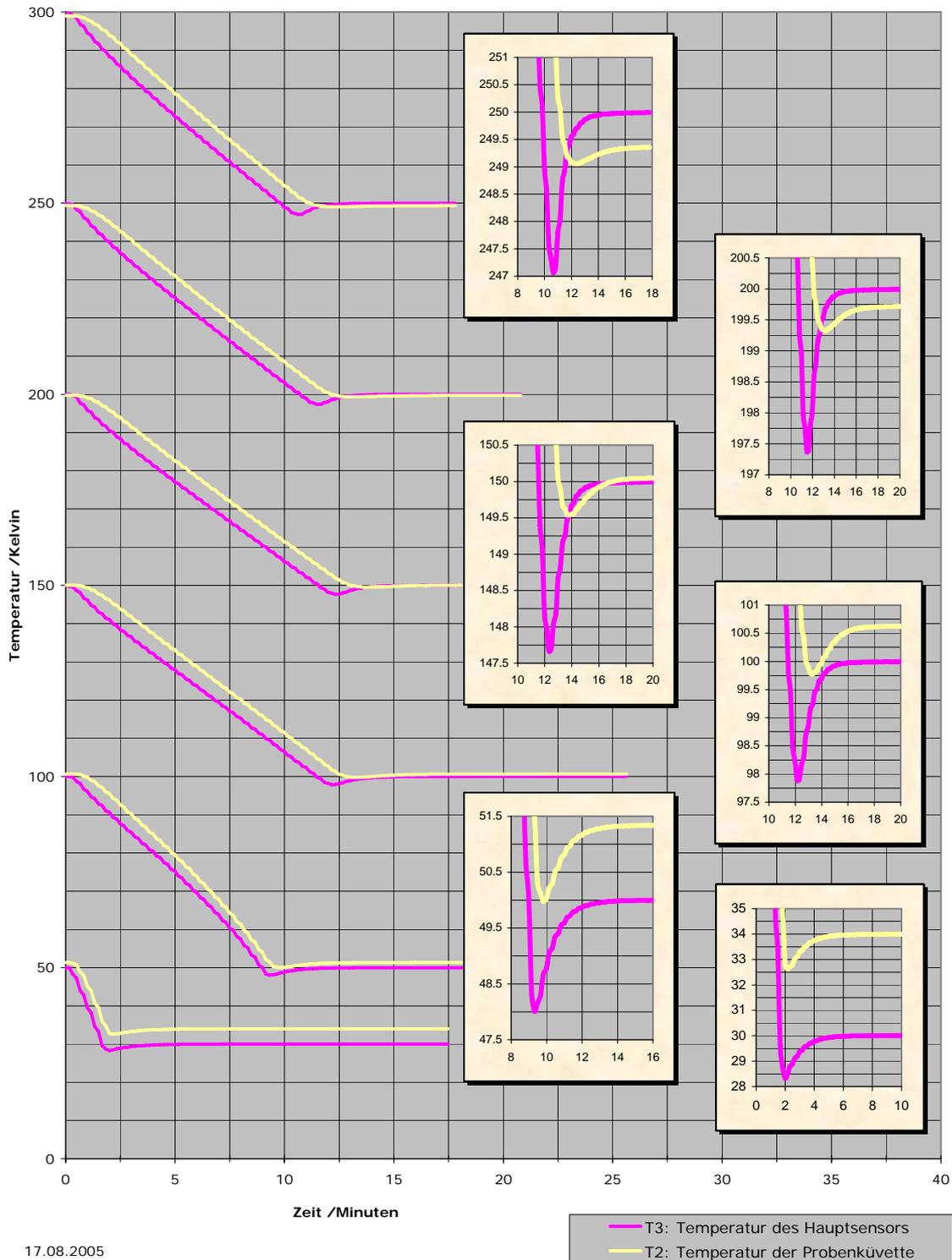
Stufenweises Abkühlen unterhalb von 40 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
flache Küvette



Hauptsensor (T1) :	in Kaltkopfheizung montiert
Endtemperatur bei 30 Kelvin :	T2a <sub>end</sub> = 29,89 Kelvin nach 8 Minuten
Endtemperatur bei 20 Kelvin :	T2b <sub>end</sub> = 19,91 Kelvin nach 6 Minuten
Endtemperatur bei 10 Kelvin :	T2c <sub>end</sub> = 10,04 Kelvin nach 8 Minuten
Endtemperatur bei 4 Kelvin :	T2d <sub>end</sub> = 4,11 Kelvin nach 11 Minuten, sinkend mit 0,7 K/h

**Bild 16**

**Stufenweises Abkühlen von 300 auf 30 Kelvin  
mit Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
flache Küvette**



Hauptsensor (T3) :

Endtemperatur bei 250 Kelvin :

Endtemperatur bei 200 Kelvin :

Endtemperatur bei 150 Kelvin :

Endtemperatur bei 100 Kelvin :

Endtemperatur bei 50 Kelvin :

Endtemperatur bei 30 Kelvin :

in Hochtemperaturstufe montiert

T2<sub>a</sub><sub>end</sub> = 249,35 Kelvin nach 17 Minuten

T2<sub>b</sub><sub>end</sub> = 199,72 Kelvin nach 20 Minuten

T2<sub>c</sub><sub>end</sub> = 150,05 Kelvin nach 20 Minuten

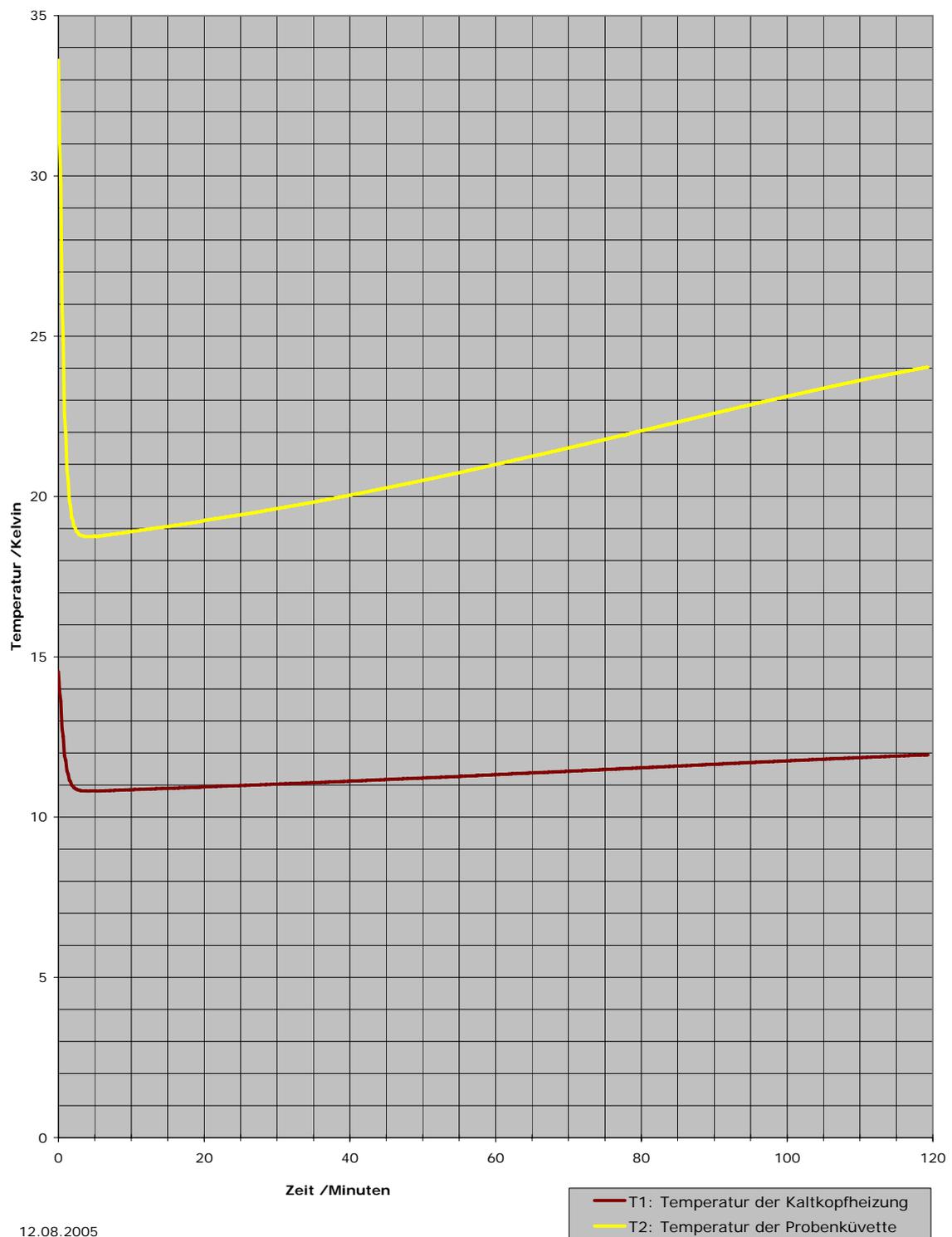
T2<sub>d</sub><sub>end</sub> = 100,64 Kelvin nach 24 Minuten

T2<sub>e</sub><sub>end</sub> = 51,36 Kelvin nach 21 Minuten

T2<sub>f</sub><sub>end</sub> = 33,99 Kelvin nach 8 Minuten, dann leicht steigend mit 0,2 K/h

**Bild 17**

Abkühlen von 30 Kelvin auf tiefste Temperatur  
mit Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
flache Küvette



Hauptsensor (T3) :  
Ohne Temperrückmeldung  
tiefste Temperatur :

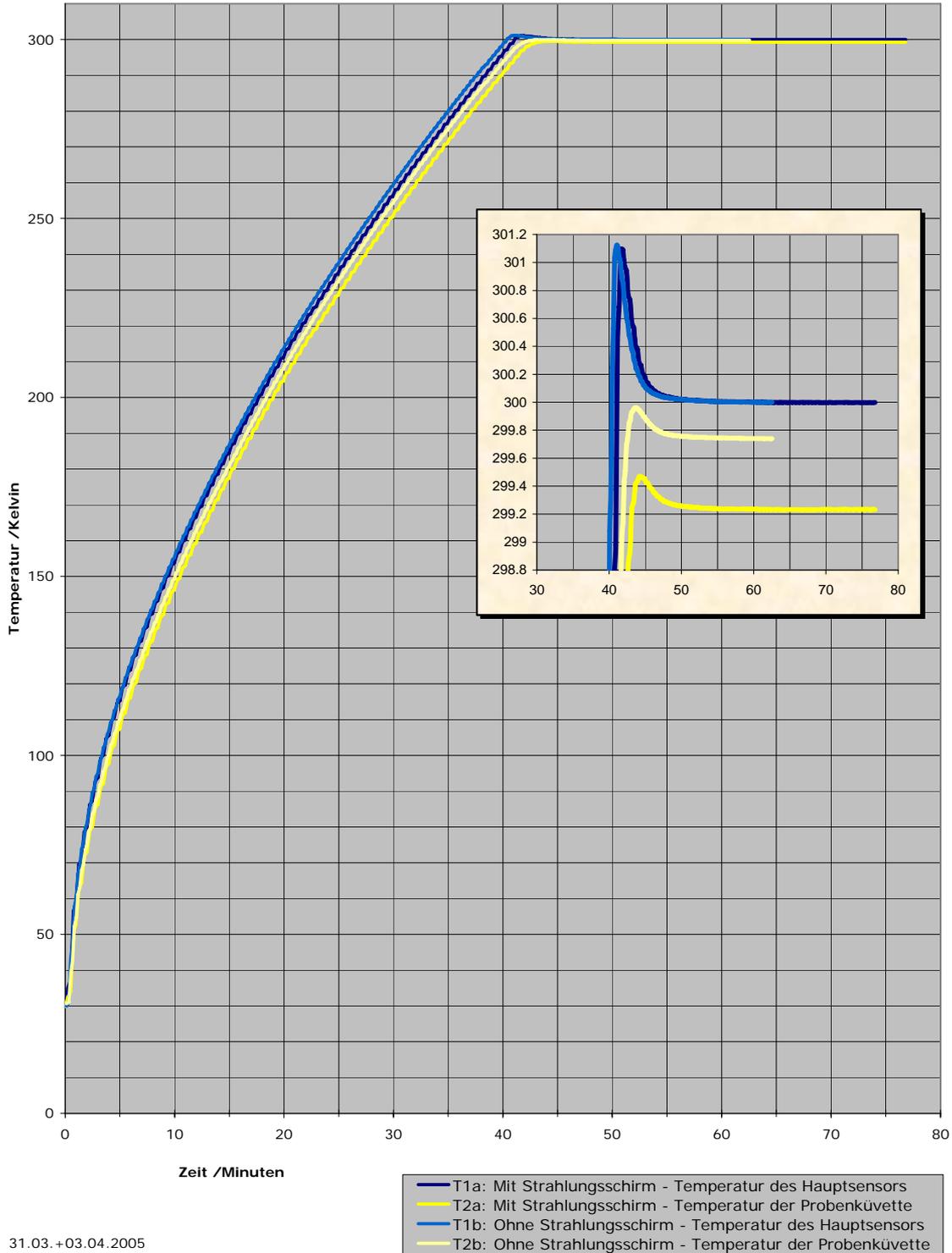
in Hochtemperaturstufe montiert

$T_{2\min} = 18,75$  Kelvin nach 4 Minuten, steigend mit 2,8 K/h

# Temperaturverlauf beim Aufwärmen

**Bild 18**

Geregeltes Aufwärmen von 30 auf 300 Kelvin  
 ohne Hochtemperaturstufe  
 mit oder ohne Strahlungsschirm

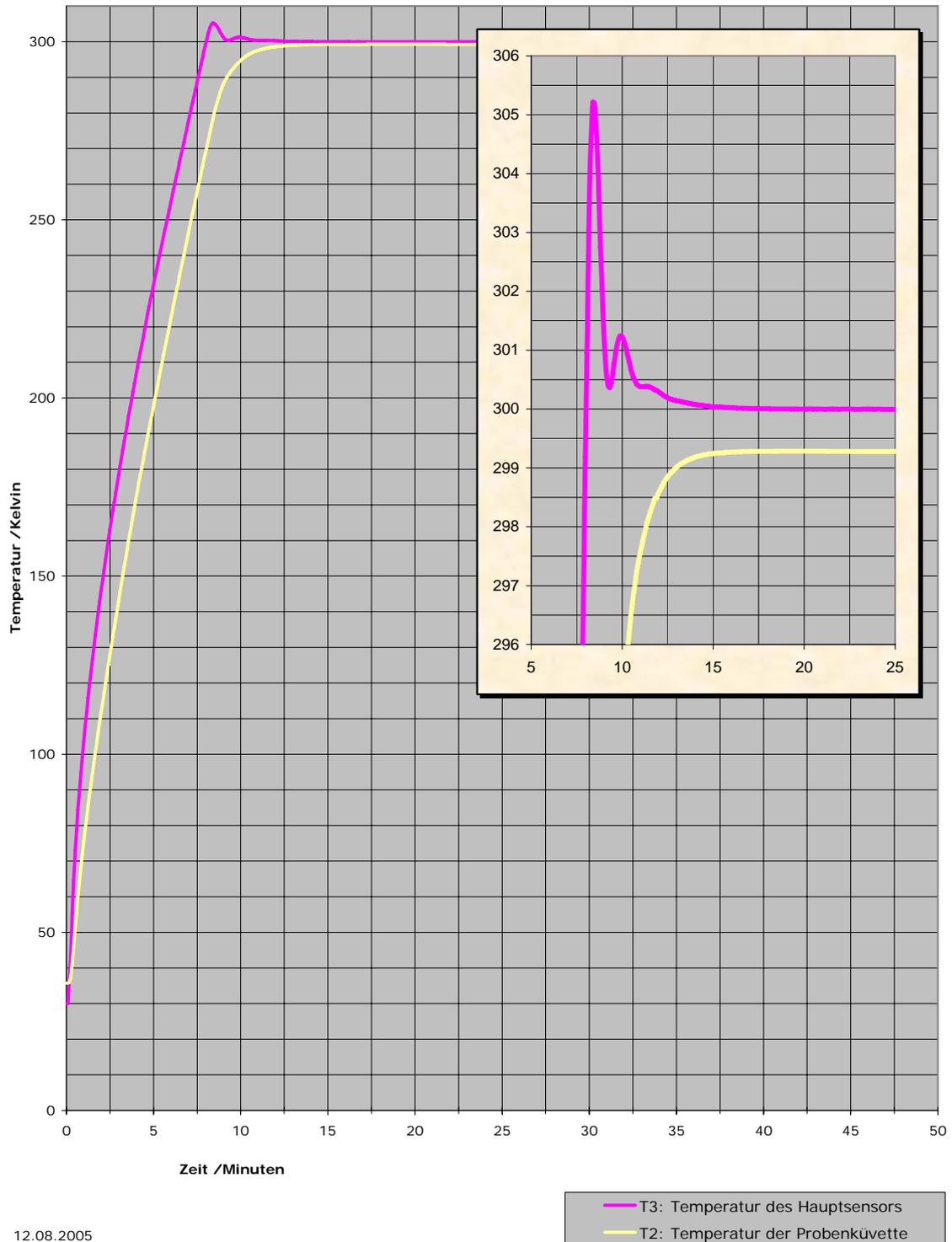


31.03.+03.04.2005

Hauptsensor (T1) : in Kaltkopfheizung montiert  
 Form der Küvette : rund  
 Endtemperatur mit Strahlungsschirm : T2a<sub>end</sub> = 299,23 Kelvin nach 60 Minuten  
 Endtemperatur ohne Strahlungsschirm : T2b<sub>end</sub> = 299,74 Kelvin nach 56 Minuten

**Bild 19**

**Geregeltes Aufwärmen von 30 auf 300 Kelvin  
mit Hochtemperaturstufe  
ohne Strahlungsschirm**

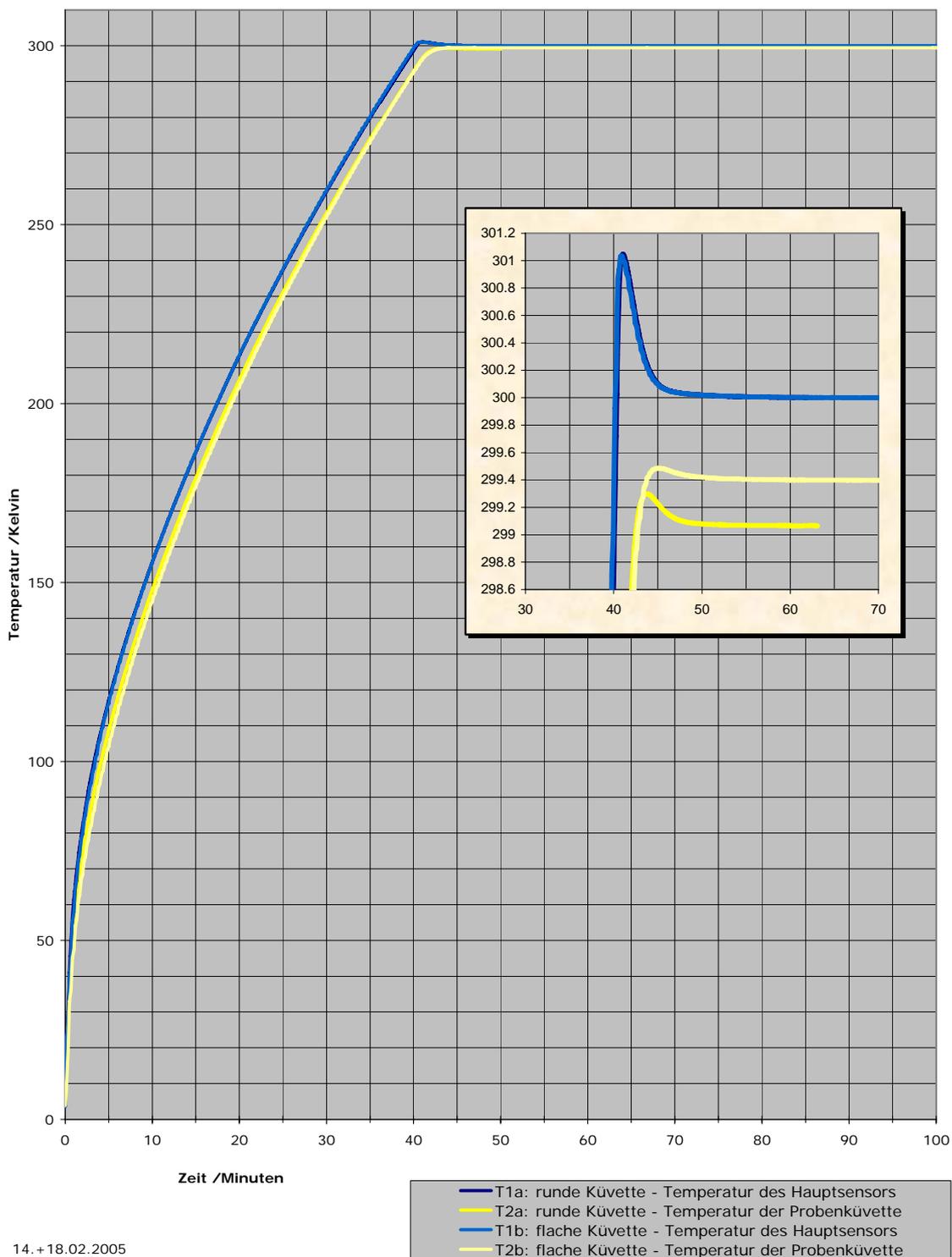


12.08.2005

Hauptsensor (T3) : in Hochtemperaturstufe montiert  
 Form der Küvette : flach  
 Endtemperatur der Probenküvette :  $T_{\text{end}} = 299,28$  Kelvin nach 17 Minuten

**Bild 20**

**Aufwärmen von tiefster Temperatur auf 300 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
Einfluss der Küvettenform**

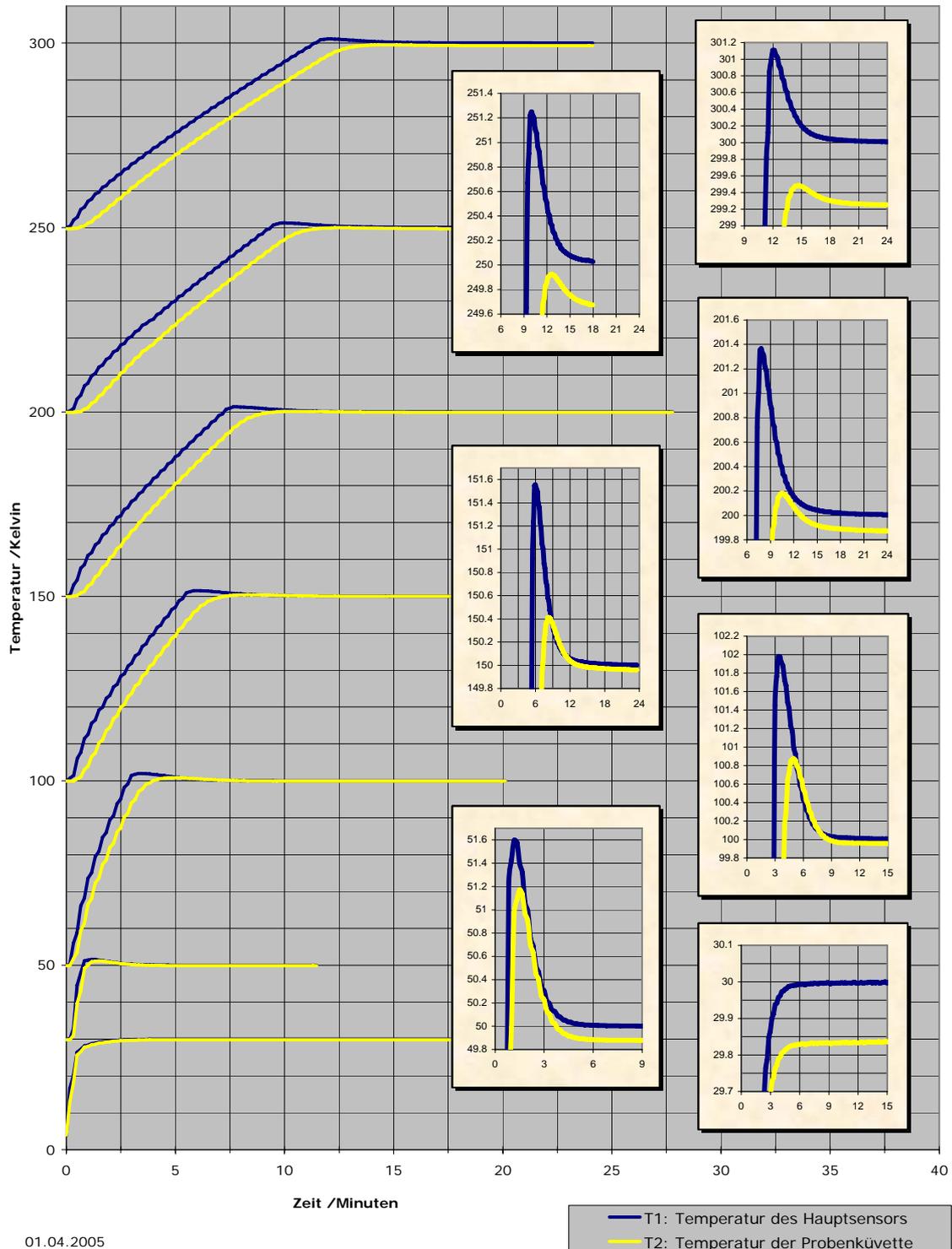


14. + 18.02.2005

Hauptsensor (T1) : in Kaltkopfheizung montiert  
 Form der Küvette : rund  
 Endtemperatur mit der runden Küvette : T2a<sub>end</sub> = 299,07 Kelvin nach 52 Minuten  
 Endtemperatur mit der flachen Küvette : T2b<sub>end</sub> = 299,40 Kelvin nach 57 Minuten

**Bild 21**

**Stufenweises Aufwärmen von tiefster Temperatur auf 300 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
runde Küvette**



Hauptsensor (T1) :

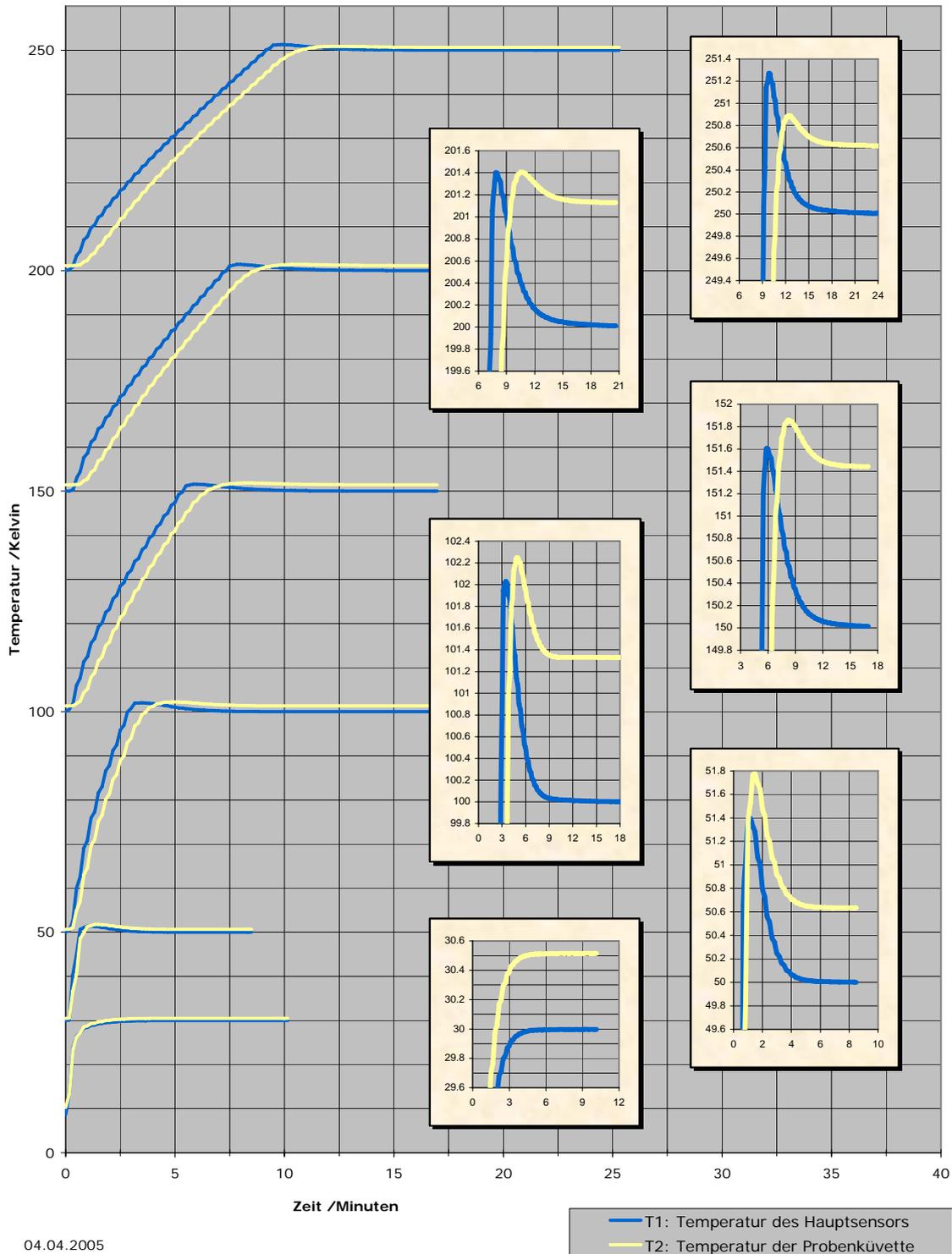
Endtemperatur bei 30 Kelvin :  
 Endtemperatur bei 50 Kelvin :  
 Endtemperatur bei 100 Kelvin :  
 Endtemperatur bei 150 Kelvin :  
 Endtemperatur bei 200 Kelvin :  
 Endtemperatur bei 300 Kelvin :

in Kaltkopfheizung montiert

T2<sub>end</sub> = 29,84 Kelvin nach 18 Minuten  
 T2<sub>end</sub> = 49,88 Kelvin nach 6 Minuten  
 T2<sub>end</sub> = 99,95 Kelvin nach 16 Minuten  
 T2<sub>end</sub> = 149,96 Kelvin nach 22 Minuten  
 T2<sub>end</sub> = 199,87 Kelvin nach 23 Minuten  
 T2<sub>end</sub> = 299,25 Kelvin nach 24 Minuten

**Bild 22**

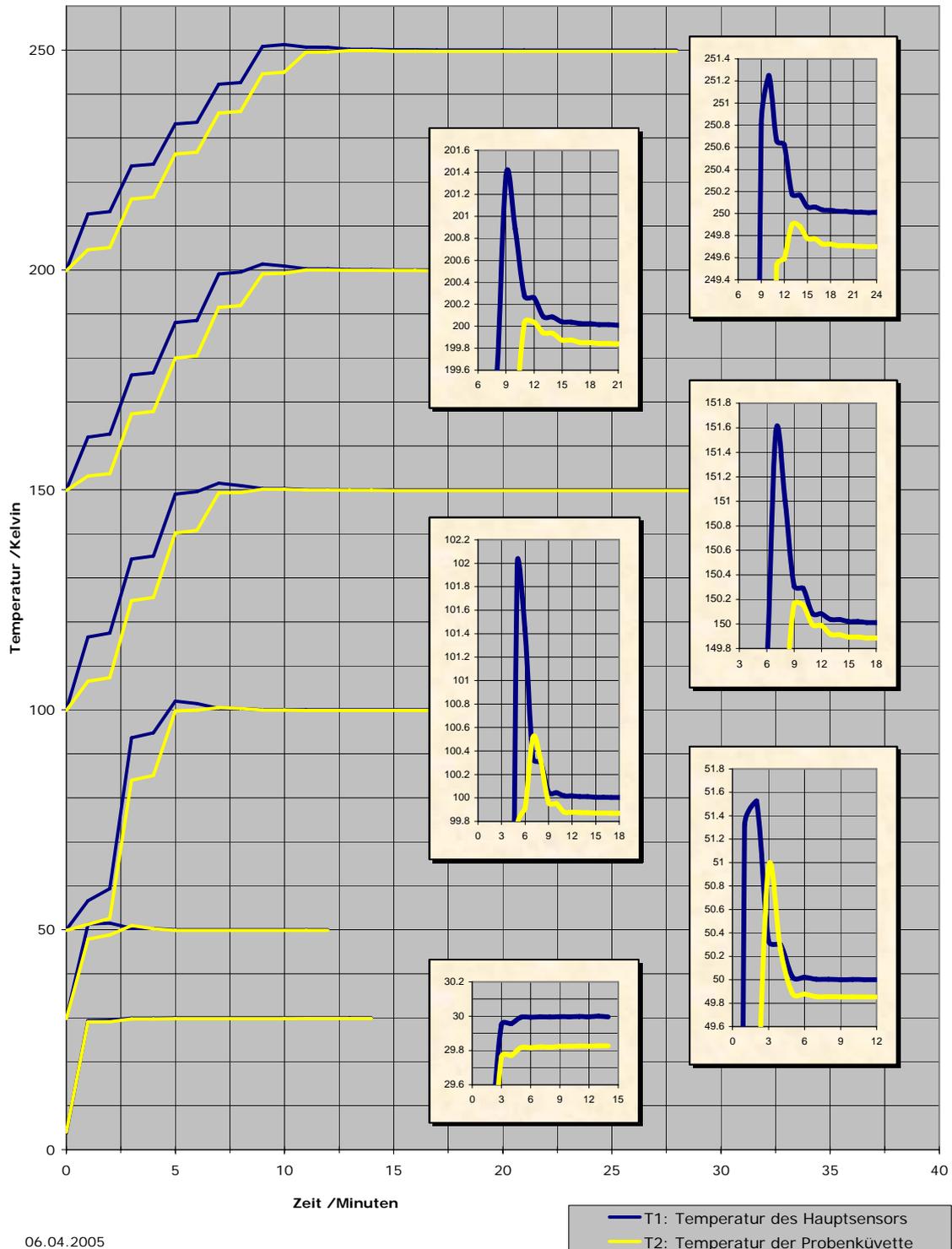
**Stufenweises Aufwärmen von tiefster Temperatur auf 250 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
runde Küvette**



Hauptsensor (T1) :	in Kaltkopfheizung montiert
Endtemperatur bei 30 Kelvin :	T2a <sub>end</sub> = 30,51 Kelvin nach 7 Minuten
Endtemperatur bei 50 Kelvin :	T2b <sub>end</sub> = 50,63 Kelvin nach 8 Minuten
Endtemperatur bei 100 Kelvin :	T2c <sub>end</sub> = 101,33 Kelvin nach 10 Minuten
Endtemperatur bei 150 Kelvin :	T2d <sub>end</sub> = 151,44 Kelvin nach 16 Minuten
Endtemperatur bei 200 Kelvin :	T2e <sub>end</sub> = 201,13 Kelvin nach 18 Minuten
Endtemperatur bei 250 Kelvin :	T2f <sub>end</sub> = 250,62 Kelvin nach 20 Minuten

Bild 23

Stufenweises Aufwärmen von tiefster Temperatur auf 250 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
flache Küvette



Hauptsensor (T1) :

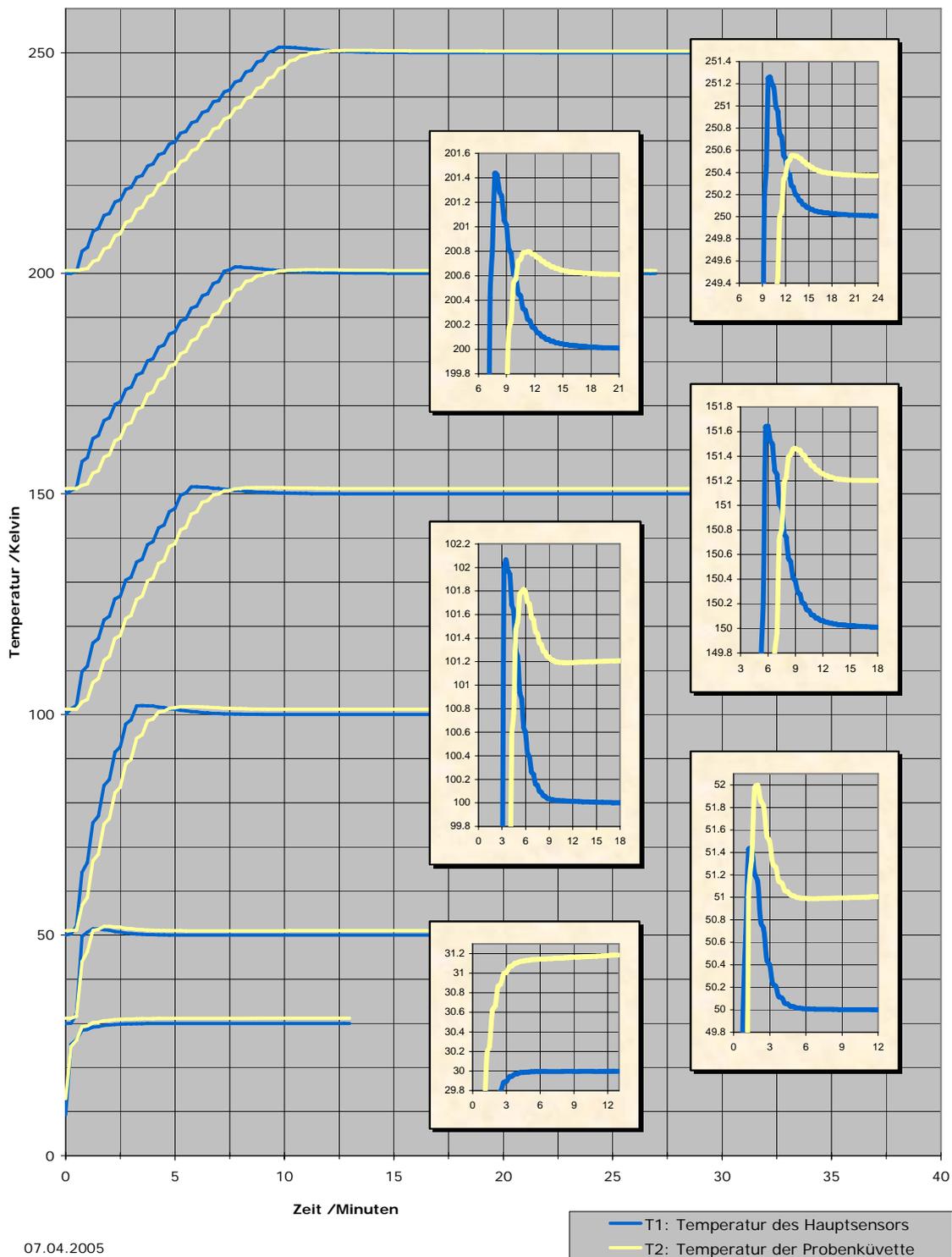
Endtemperatur bei 30 Kelvin :  
Endtemperatur bei 50 Kelvin :  
Endtemperatur bei 100 Kelvin :  
Endtemperatur bei 150 Kelvin :  
Endtemperatur bei 200 Kelvin :  
Endtemperatur bei 250 Kelvin :

in Kaltkopfheizung montiert

T2<sub>a</sub><sub>end</sub> = 29,83 Kelvin nach 13 Minuten  
T2<sub>b</sub><sub>end</sub> = 49,85 Kelvin nach 9 Minuten  
T2<sub>c</sub><sub>end</sub> = 99,87 Kelvin nach 13 Minuten  
T2<sub>d</sub><sub>end</sub> = 149,87 Kelvin nach 29 Minuten  
T2<sub>e</sub><sub>end</sub> = 199,83 Kelvin nach 23 Minuten  
T2<sub>f</sub><sub>end</sub> = 249,69 Kelvin nach 29 Minuten

**Bild 24**

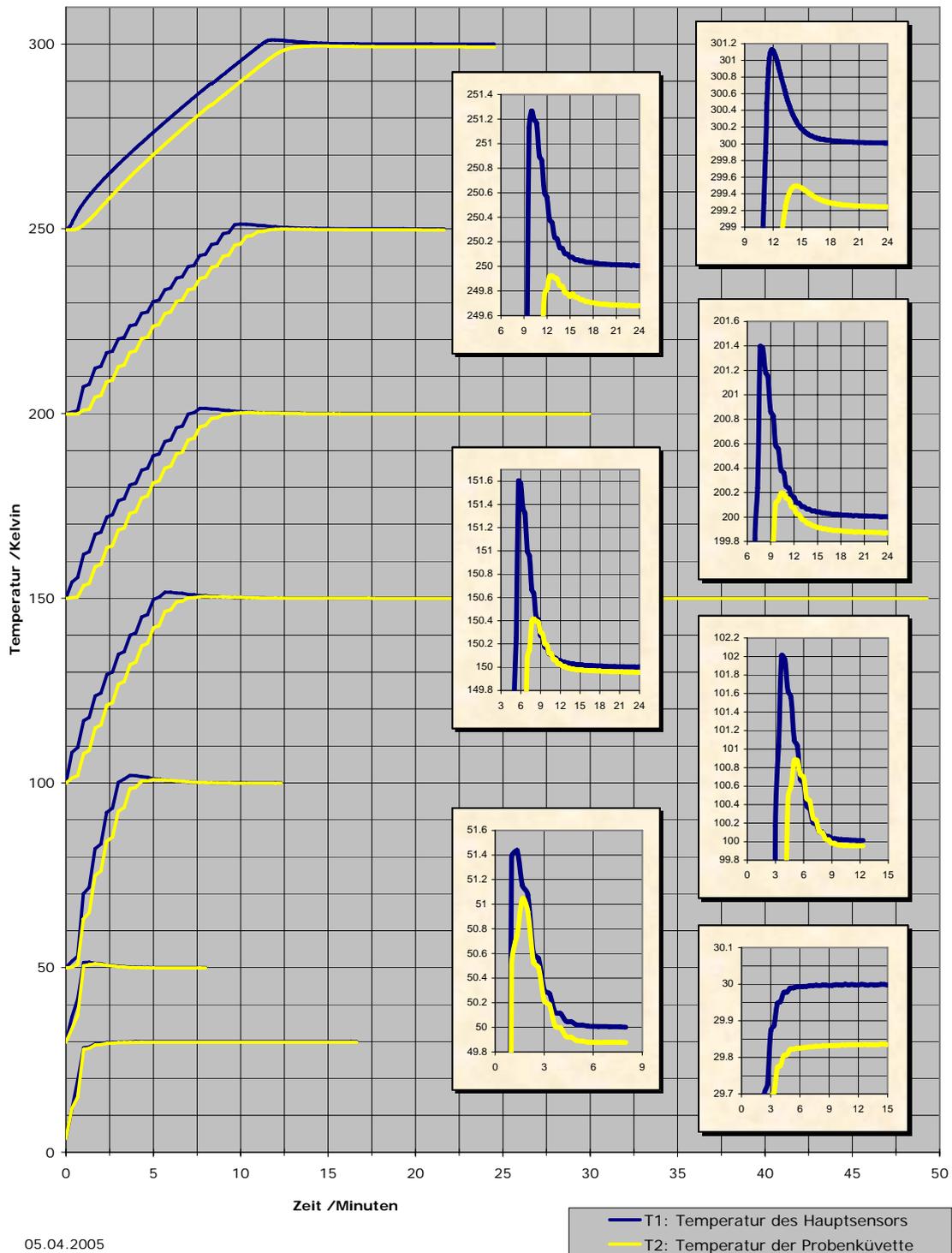
**Stufenweises Aufwärmen von tiefster Temperatur auf 250 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
flache Küvette**



Hauptsensor (T1) :	in Kaltkopfheizung montiert
Endtemperatur bei 30 Kelvin :	T2a <sub>end</sub> = 31,18 Kelvin nach 12 Minuten
Endtemperatur bei 50 Kelvin :	T2b <sub>end</sub> = 51,03 Kelvin nach 18 Minuten
Endtemperatur bei 100 Kelvin :	T2c <sub>end</sub> = 101,23 Kelvin nach 24 Minuten
Endtemperatur bei 150 Kelvin :	T2d <sub>end</sub> = 151,22 Kelvin nach 29 Minuten
Endtemperatur bei 200 Kelvin :	T2e <sub>end</sub> = 200,61 Kelvin nach 20 Minuten
Endtemperatur bei 250 Kelvin :	T2f <sub>end</sub> = 250,37 Kelvin nach 22 Minuten

Bild 25

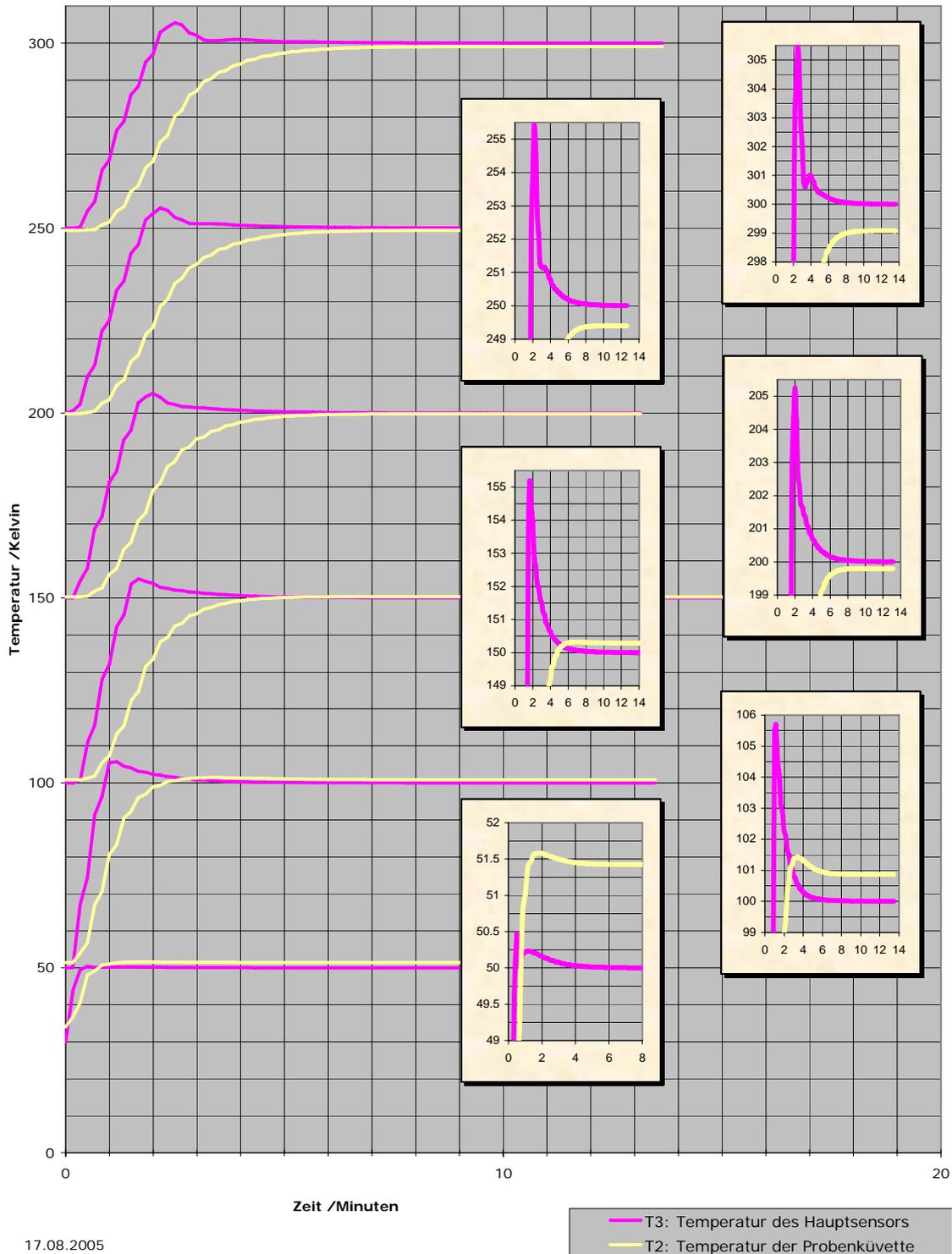
Stufenweises Aufwärmen von tiefster Temperatur auf 300 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
evakuierte runde Küvette



Hauptsensor (T1) :	in Kaltkopfheizung montiert
Endtemperatur bei 30 Kelvin :	T2a <sub>end</sub> = 29,84 Kelvin nach 16 Minuten
Endtemperatur bei 50 Kelvin :	T2b <sub>end</sub> = 49,88 Kelvin nach 6 Minuten
Endtemperatur bei 100 Kelvin :	T2c <sub>end</sub> = 99,95 Kelvin nach 12 Minuten
Endtemperatur bei 150 Kelvin :	T2d <sub>end</sub> = 149,95 Kelvin nach 30 Minuten
Endtemperatur bei 200 Kelvin :	T2e <sub>end</sub> = 199,87 Kelvin nach 22 Minuten
Endtemperatur bei 250 Kelvin :	T2f <sub>end</sub> = 249,68 Kelvin nach 22 Minuten
Endtemperatur bei 300 Kelvin :	T2g <sub>end</sub> = 299,24 Kelvin nach 24 Minuten

**Bild 26**

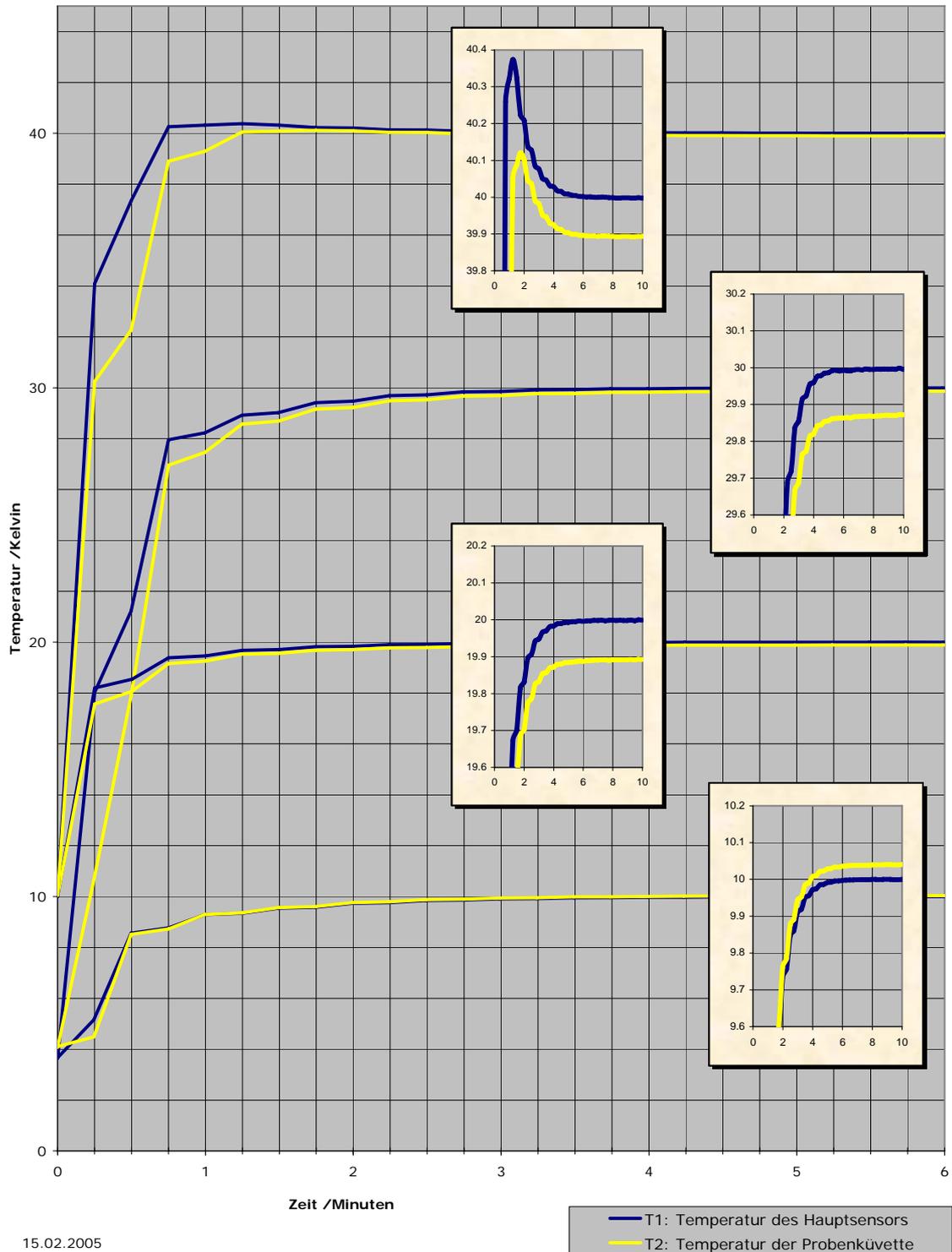
**Stufenweises Aufwärmen von 30 auf 300 Kelvin  
mit Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
flache Küvette**



Hauptsensor (T3) :	in Hochtemperaturstufe montiert
Endtemperatur bei 50 Kelvin :	T2 <sub>a_end</sub> = 51,43 Kelvin nach 8 Minuten
Endtemperatur bei 100 Kelvin :	T2 <sub>b_end</sub> = 100,87 Kelvin nach 9 Minuten
Endtemperatur bei 150 Kelvin :	T2 <sub>c_end</sub> = 150,29 Kelvin nach 11 Minuten
Endtemperatur bei 200 Kelvin :	T2 <sub>d_end</sub> = 199,79 Kelvin nach 11 Minuten
Endtemperatur bei 250 Kelvin :	T2 <sub>e_end</sub> = 249,40 Kelvin nach 10 Minuten
Endtemperatur bei 300 Kelvin :	T2 <sub>f_end</sub> = 299,08 Kelvin nach 12 Minuten

**Bild 27**

**Stufenweises Aufwärmen unterhalb von 40 Kelvin  
ohne Hochtemperaturstufe, mit Strahlungsschirm  
flache Küvette**

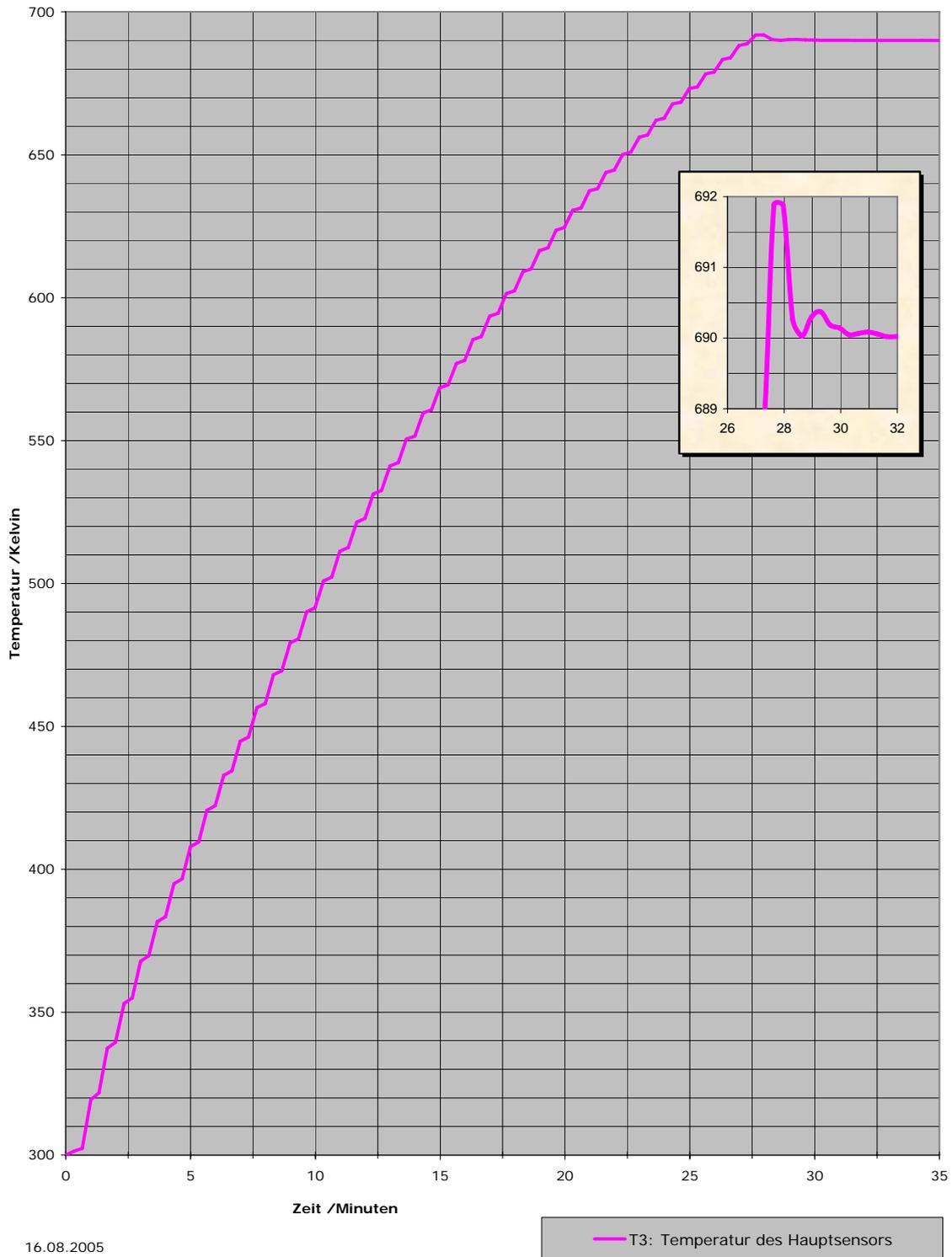


Hauptsensor (T1) :	in Kaltkopfheizung montiert
Endtemperatur bei 10 Kelvin :	T2 <sub>a_end</sub> = 10,04 Kelvin nach 9 Minuten
Endtemperatur bei 20 Kelvin :	T2 <sub>b_end</sub> = 19,89 Kelvin nach 7 Minuten
Endtemperatur bei 30 Kelvin :	T2 <sub>c_end</sub> = 29,87 Kelvin nach 9 Minuten
Endtemperatur bei 40 Kelvin :	T2 <sub>d_end</sub> = 39,89 Kelvin nach 7 Minuten

## Temperaturverlauf beim Heizen mit Hochtemperaturstufe

**Bild 28**

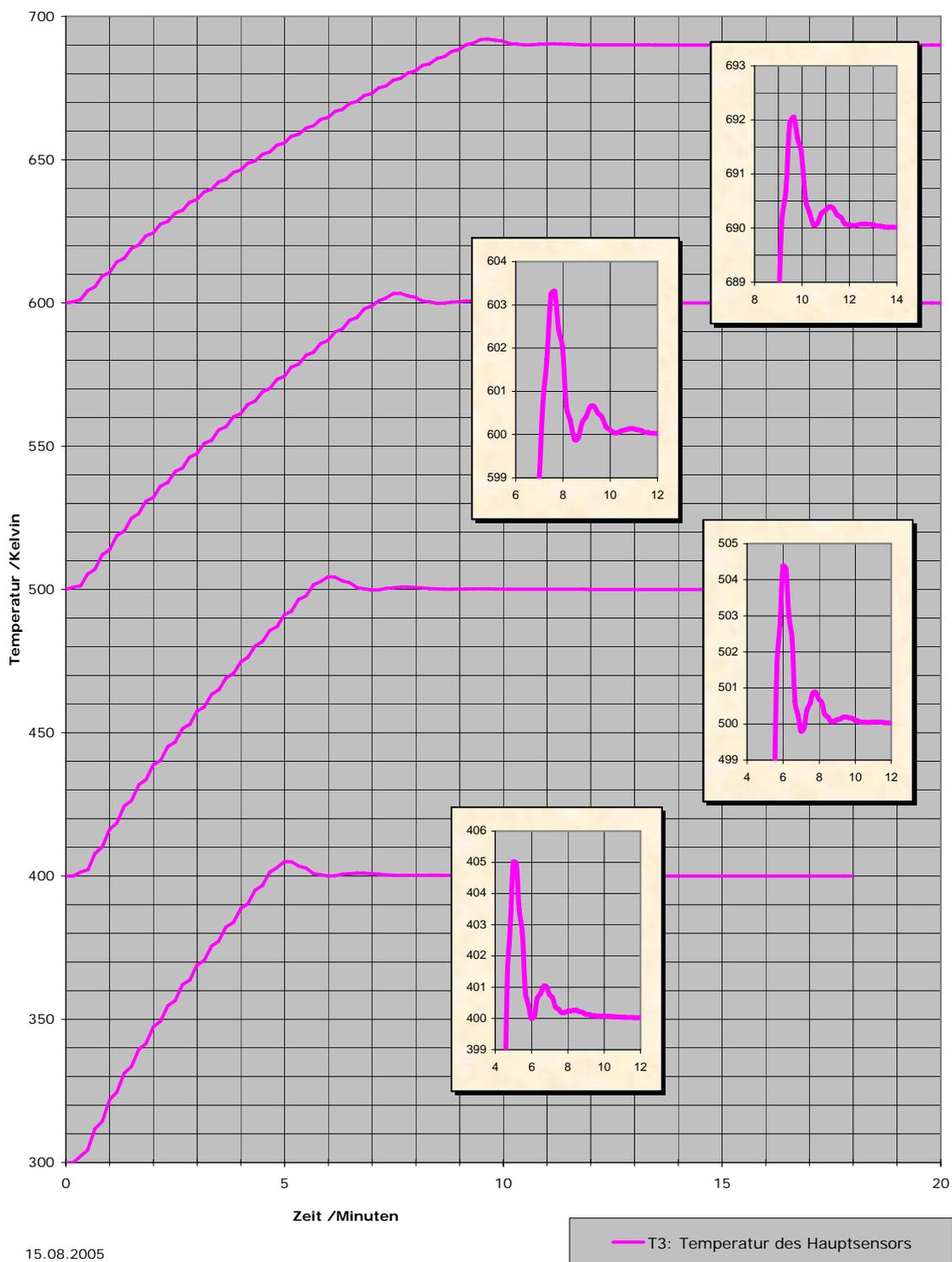
Geregeltes Aufheizen von 300 auf 690 Kelvin  
mit Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
flache Küvette



Hauptsensor (T3) : in Hochtemperaturstufe montiert

**Bild 29**

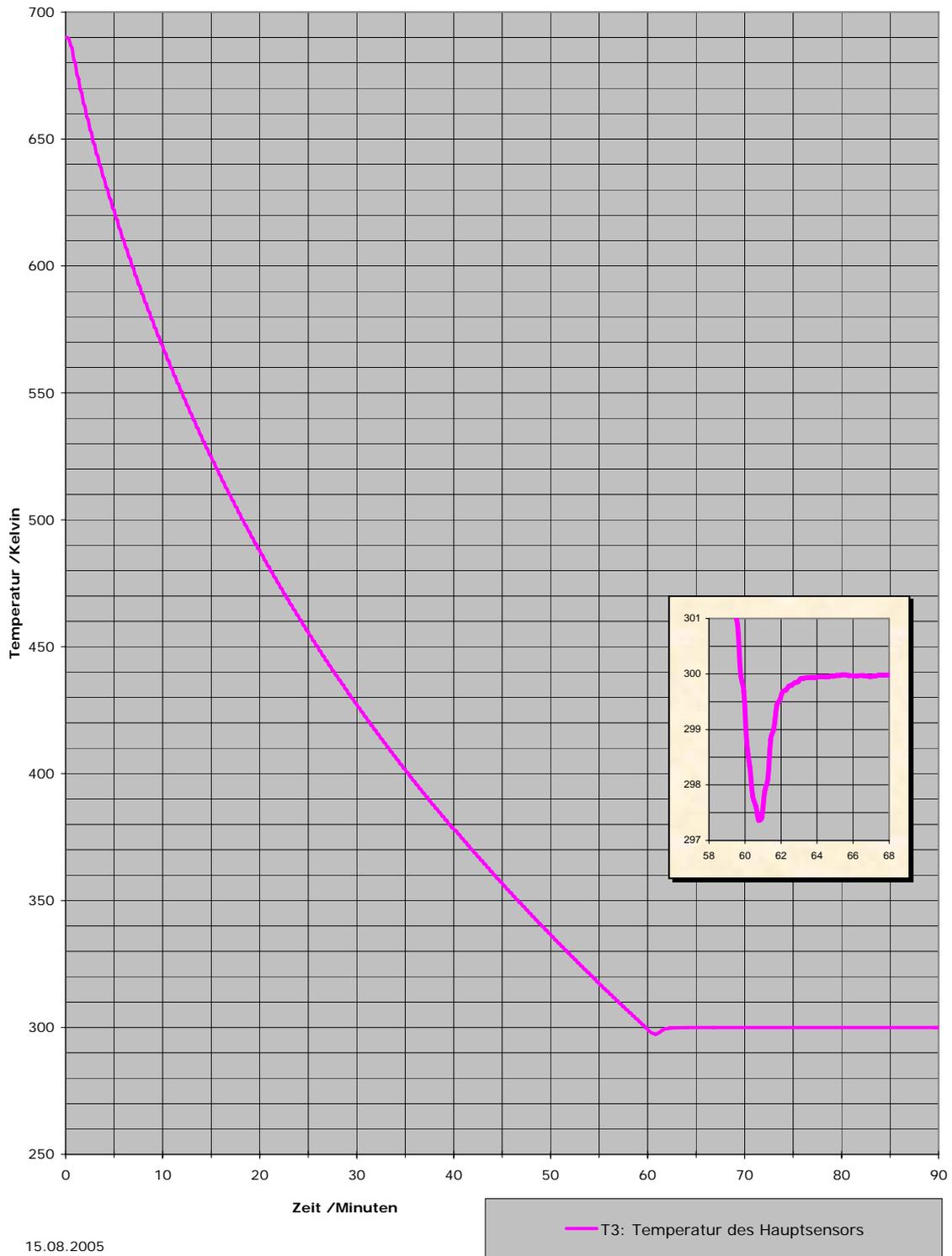
**Stufenweises Aufheizen von 300 auf 690 Kelvin  
mit Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
flache Küvette**



Hauptsensor (T3) : in Hochtemperaturstufe montiert

**Bild 30**

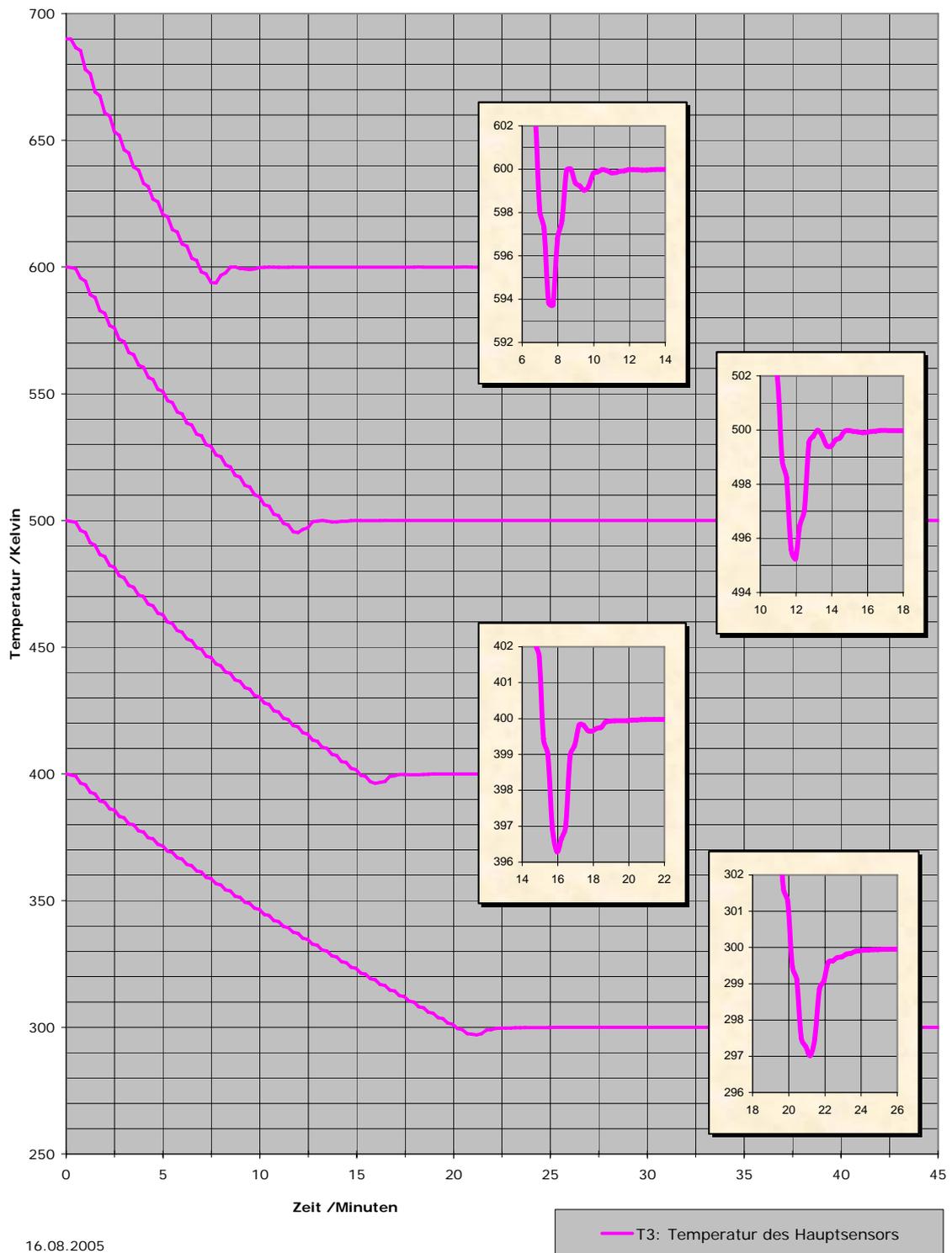
**Geregeltes Abkühlen von 690 auf 300 Kelvin  
mit Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
flache Küvette**



Hauptsensor (T3) : in Hochtemperaturstufe montiert

**Bild 31**

**Stufenweises Abkühlen von 690 auf 300 Kelvin  
mit Hochtemperaturstufe, ohne Strahlungsschirm  
flache Küvette**

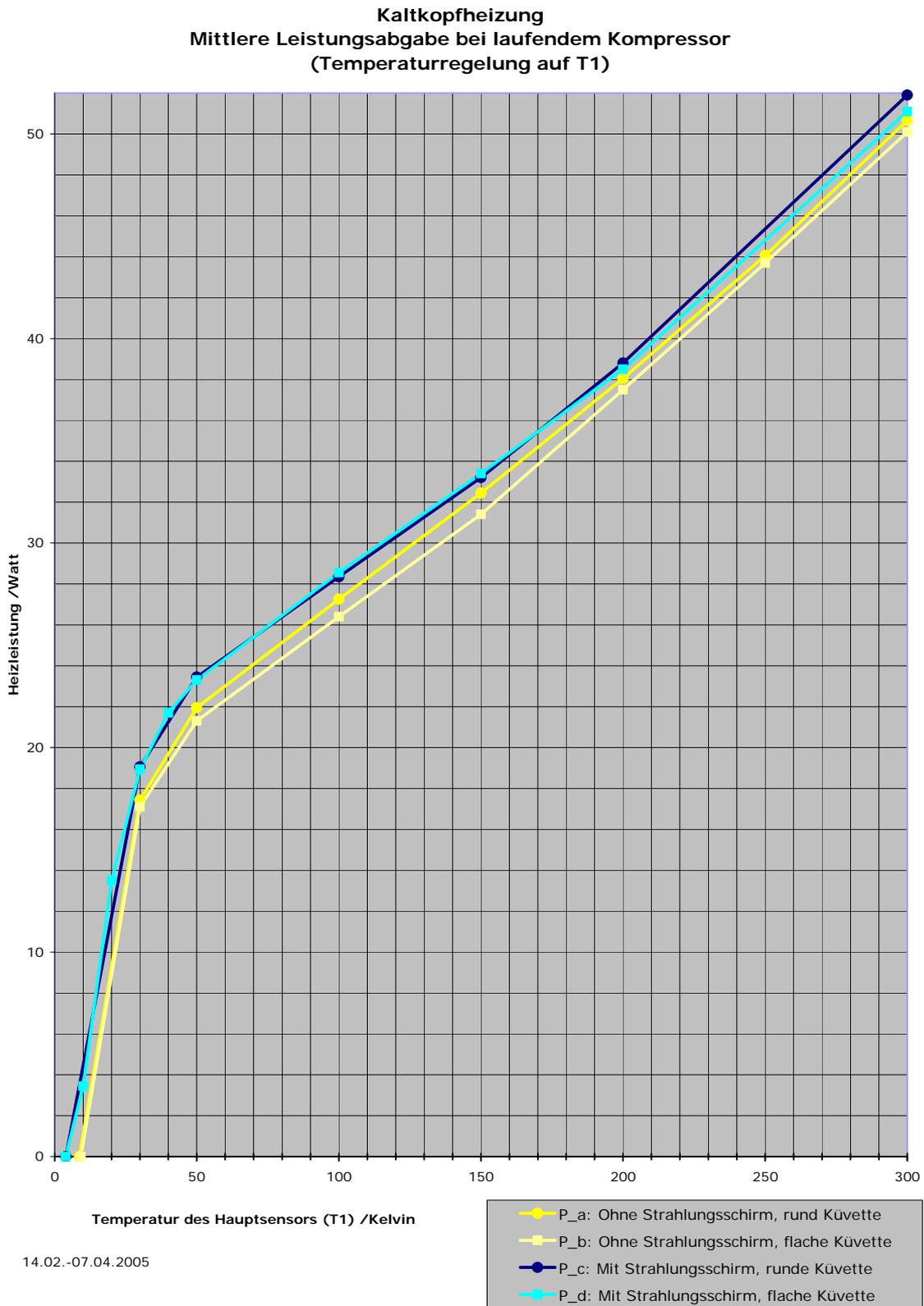


Hauptsensor (T3) : in Hochtemperaturstufe montiert

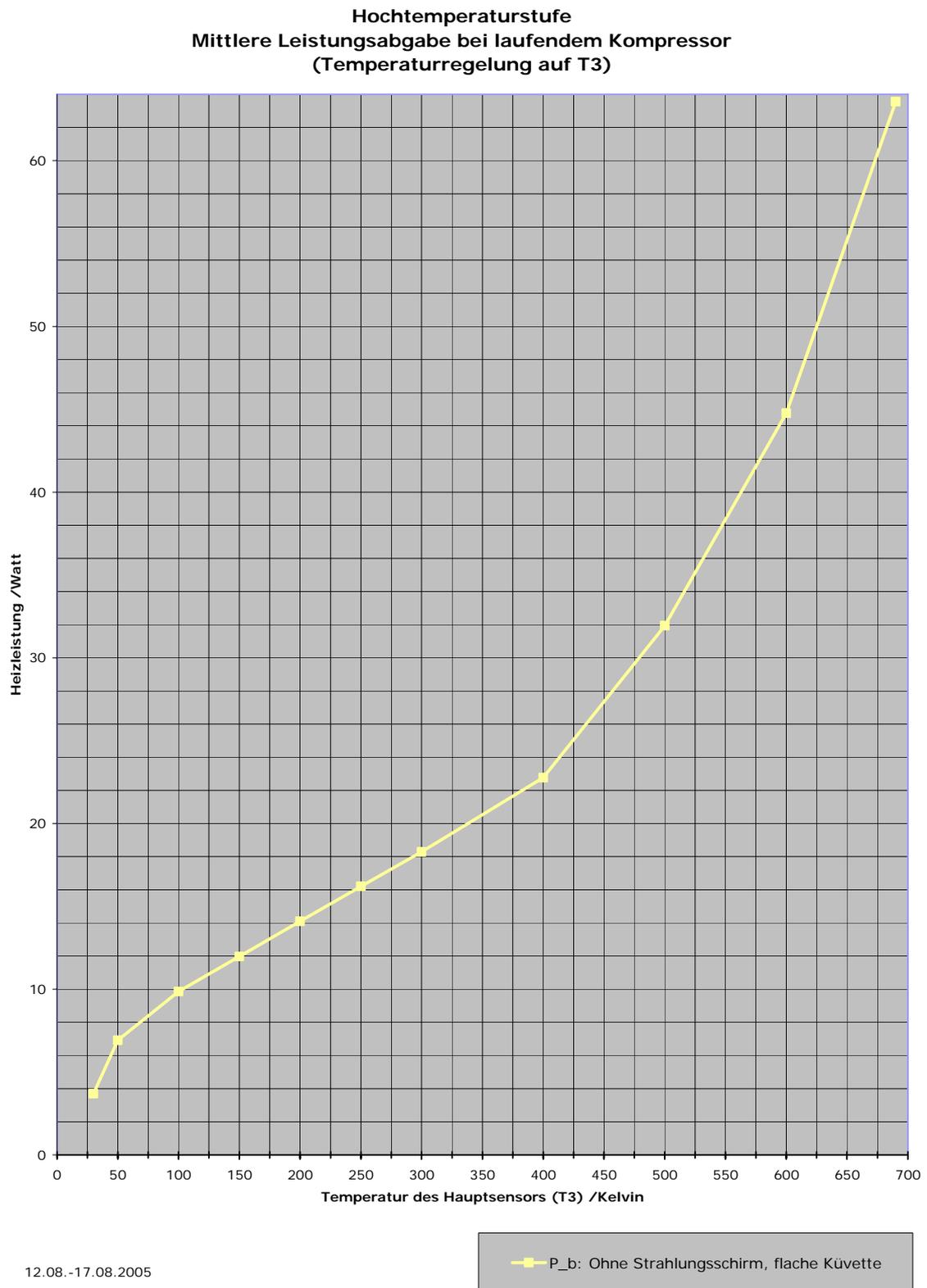
## Heizleistung an Kaltkopf und Hochtemperaturstufe

Die Leistung der jeweiligen Heizstufe ist ein Kriterium, um die korrekte Funktion der Maschine beurteilen zu können.

**Bild 32**



Hauptsensor (T1) : in Kaltkopfheizung montiert

**Bild 33**

Hauptsensor (T3) :            in Hochtemperaturstufe montiert

## Datenübersicht

Tabelle 6

Temperatur des Hauptsensors T1 bzw. T3 [Kelvin]  aktive Heizung  Strahlungsschirm  Küvette	Leistungsabgabe von Kaltkopfheizung, bzw. Hochtemperaturstufe bei laufendem Kompressor [Watt]									
	Kaltkopfheizung					Hochtemperaturstufe				
	ohne		mit		ohne		mit			
	rund	flach	rund	flach	rund	flach	rund	flach		
tiefste Temperatur (ungeregelt)	0	0	0	0			0			
10				3,3 3,6						
20				13,5 13,6						
30	17,1 17,4 17,8	17,1	19,0 19,1 18,8*	18,8 18,9 19,1			3,725 4,54 2,82			
40				21,7						
50	21,8 22,1	21,3	23,4 23,5 22,8*	23,2 23,4			6,92 6,92			
100	27,1 27,4	26,4	28,1 28,6 28,2*	28,4 28,7			9,92 9,80			
150	32,3 32,6	31,4	32,7 33,7 32,8*	33,3 33,5			12,04 11,90			
200	37,9 38,2	37,5	38,3 39,2 38,2*	38,5			14,14 14,06			
250	43,7 44,4	43,7	44,6*				16,24 16,16			
300	50,2 50,8 51,0	50,1	51,5 51,7 52,0 52,0 52,3 51,5*	51,1			18,15 18,49 17,81 18,40 18,58			
400							24,01 21,53			
500							33,29 30,58			
600							46,10 43,43			
690							63,94 63,28			

\* - evakuierte Küvette

*Wie reagiert die Kaltkopfheizung, wenn die Kühlung ausfällt?*

(.. oder manuell abgeschaltet wird)

**Ergebnis :** Die Störung (Ausfall der Kühlung) wird korrekt ausgeregelt.

## Übersicht der gemessenen Temperaturwerte

**Tabelle 7**

Temperatur des Hauptsensors T1 bzw. T3 [Kelvin]  HT-Stufe  Strahlungsschirm  Küvette	Endtemperatur der Probenküvette T <sub>2</sub> end [Kelvin]									
	ohne		ohne		mit		ohne		mit	
	rund	flach	rund	flach	rund	flach	rund	flach	rund	flach
tiefste Temperatur (ungeregelt)	10,20 ↑	12,54 ↑	3,98 3,75*	4,00... 4,11 ↓						
10				10,04 10,04						
20				19,89 19,91						
30	30,51... 30,64 ↑	31,18	29,80... 29,84 29,84*	29,83... 29,89			33,72 33,99			
40				39,89						
50	50,63... 50,72	51,03	49,96... 49,88 49,88*	49,85... 49,87			51,36 51,44			
100	101,33... 101,43	101,23	99,91... 99,95 99,95*	99,87... 99,88			100,64 100,87			
150	151,44... 151,52	151,22	149,90... 149,96 149,95*	149,87... 149,88			150,05 150,29			
200	201,13... 201,23	200,61	199,76... 199,87 199,87*	199,80... 199,83			199,72 199,80			
250	250,62... 250,69	250,37	249,51 249,68*	249,69			249,35 249,40			
300	299,74		299,07... 299,25	299,40			299,28 299,19 299,01			
400										
500										
600										
690										

↑ - steigend

↓ - sinkend

\* - evakuierte Küvette

Tabelle 8

Temperatur des Hauptsensors T1 bzw. T3 [Kelvin]  HT-Stufe  Strahlungsschirm  Küvette	Temperaturdifferenz zwischen Probenküvette und Hauptsensor $\Delta T_{\text{end}}$ [Kelvin]									
	ohne		ohne		mit		ohne		mit	
	rund	flach	rund	flach	rund	flach	rund	flach	rund	flach
tiefste Temperatur (ungeregelt)	+1,54	+3,33	+0,10 +0,01*	+0,19 +0,44						
10				+0,04 +0,05						
20				-0,09 -0,11						
30	+0,64 +0,63 +0,52	+1,19	-0,20 -0,16 -0,16*	-0,11 -0,13 -0,17			+3,72 +3,99			
40				-0,11						
50	+0,72 +0,63	+1,03	-0,10 -0,12 -0,13*	-0,13 -0,15			1,36 1,44			
100	+1,43 +1,31	+1,23	-0,18 -0,05 -0,06*	-0,12 -0,14			0,64 0,87			
150	+1,52 +1,43	+1,22	-0,09 -0,04 -0,05*	-0,12 -0,13			0,05 0,29			
200	+1,24 +1,11	+0,60	-0,22 -0,13 -0,13*	-0,17			-0,28 -0,20			
250	+0,69 +0,61	+0,36	-0,47 -0,33*	-0,20 -0,31			-0,65 -0,60			
300	-0,26		-0,77 -0,94 -0,76 -0,76*	-0,60			-0,72 -0,81 -0,99			
400										
500										
600										
690										

\* - evakuierte Küvette

---

## Anhang

**Dimensionierung : Optimierung der Wärmeleitung im Distanzteil an der FOCUS-Hochtemperaturstufe**

**Werkstattzeichnung Zusammenstellung der 4K-Kryo-Maschine 0-10009.27.3970**

**Werkstattzeichnung Zusammenstellung der Probenlinie 0-10009.27.1796**

**Werkstattzeichnung Testküvette rund Ø10/24.5x71 3-10009.27.6378**

**Werkstattzeichnung Testküvette flach 50x15x2 3-10009.27.6379**

**Werkstattzeichnung Wärmeleiter Hochtemperaturstufe 4-10009.27.6401**

**Datenblätter zu Temperatursensoren, Heizpatronen von Lake Shore**

**Datenblätter zum “4K Closed Cycle Refrigerator System” von Sumitomo Heavy Industries. Ltd.**

**Datenblätter zum Linear Translator und Conflat Flange von Thermo Vacuum Generators**

**Datenblätter zu Vakuumdurchführungen von Ceramaseal**



Anhang :

## Dimensionierung

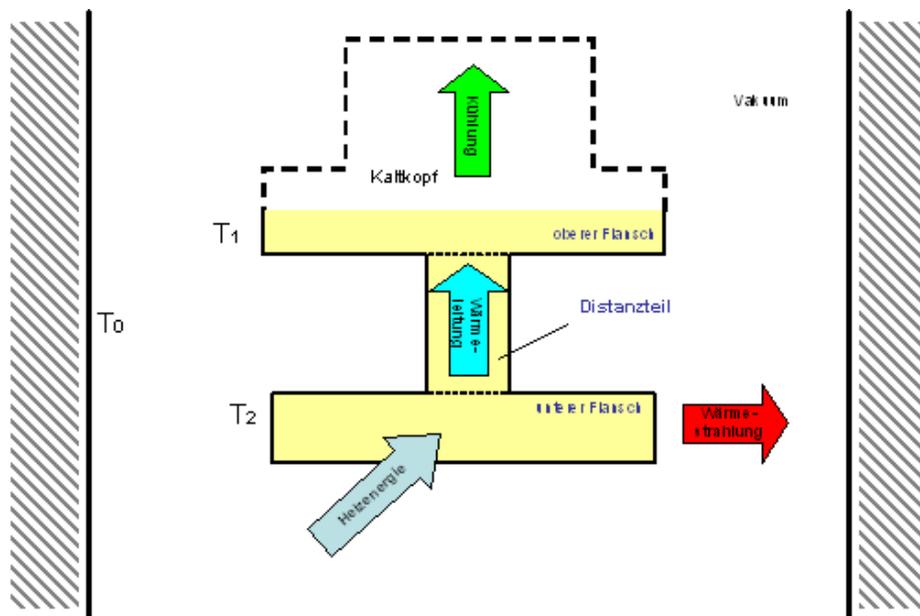
### Optimierung der Wärmeleitung im Distanzteil an der FOCUS-Hochtemperaturstufe

#### Zielsetzung

Das Ziel der Optimierung ist es, dafür zu sorgen, dass die Hochtemperaturstufe sowohl im Kryo- als auch im Hochtemperaturbereich gleichmässig gut funktioniert. Die Funktion der Hochtemperaturstufe wird entscheidend durch die korrekte Auslegung des wärmeleitenden Distanzteiles bestimmt.

- Beim Abkühlen in den Kryotemperaturbereich soll die Temperatur des unteren Flansches T<sub>2</sub> möglichst rasch und nahe an die Temperatur des oberen Flansches T<sub>1</sub> gebracht werden, wobei T<sub>1</sub> anfangs auf dem tiefstmöglichen Temperaturniveau (hier ca. 10 K) liegt. Die Wärmeleitfähigkeit im Distanzteil sollte bei tiefen Temperaturen also möglichst groß sein.
- Beim Aufheizen des unteren Flansches in den Hochtemperaturbereich (T<sub>2</sub> gegen 700K) darf die Temperatur T<sub>1</sub> des oberen Flansches nicht allzu stark ansteigen (max. auf ca. 250 K). Die Wärmeleitung im Distanzteil sollte bei hohen Temperaturen deswegen nicht allzu groß sein, aber trotzdem ein ausreichend schnelles Abkühlen auf Raumtemperatur ermöglichen.

Als Distanzteil wird also ein Kaltleiter benötigt. Das Stück könnte aus ETP-Kupfer hergestellt werden.



#### Energiebilanz, Leistungsbilanz

$$Q_{\text{Heizung}} = Q_{\text{Leitung}} + Q_{\text{Strahlung}}$$

Im stationären Zustand entspricht die Energie, die durch die HT-Stufe durchgeleitet wird, in etwa der Energie, die durch die Kühlung nach oben abgeführt wird. Die Bilanz der übertragenen Wärmeleistung ist dann

$$P_{\text{Leitung}} = P_{\text{Kühlung}}$$

## Der Kryotemperaturbereich

### Die Kühlleistung der Kältemaschine

Die Kühlleistung der Kältemaschine ist temperaturabhängig. Folgende Messdaten zeigen die Leistungsabgabe des Kaltkopfes, wenn an ihm lediglich die Kaltkopfheizung (ohne Hochtemperaturstufe) angeschlossen ist. Die Wärmestrahlung ist darin bereits enthalten, sofern eine Standard-Probenküvette (ohne Strahlungsschirm) montiert ist (vgl. die Spezifikation der FOCUS 4K-Kryo-Maschine, Bild 31, hier im Anhang).

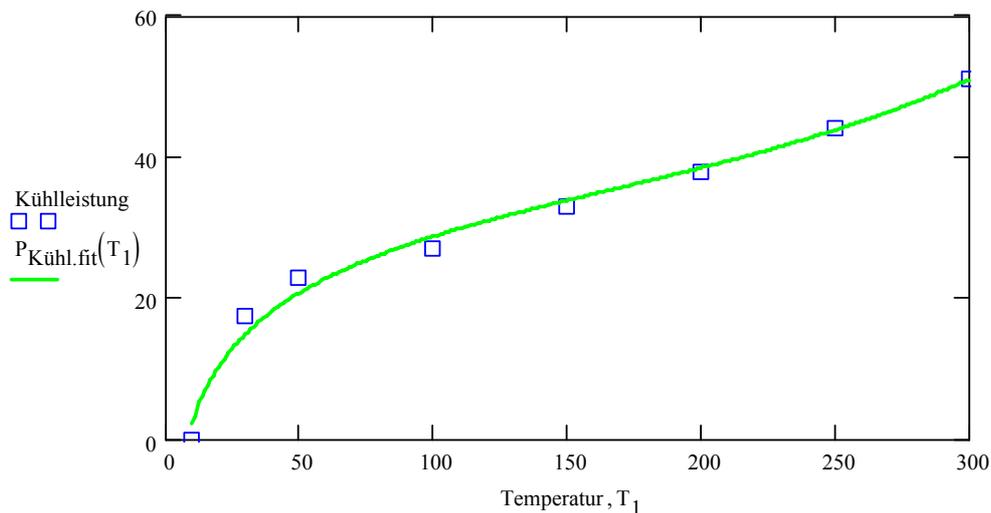
Temperatur :=	(	10	)		Kühlleistung :=	(	0	)
		30					17.5	
		50					23	
		100					27	
		150					33	
		200					38	
		250					44	
		300					51	

Kurvenanpassung :

$$\text{Funktion}(x) := \begin{pmatrix} \ln(x) \\ x^4 \\ 1 \end{pmatrix} \quad k_0 := \text{linanp}(\text{Temperatur}, \text{Kühlleistung}, \text{Funktion})$$

$$T_1 := \min(\text{Temperatur}) .. \max(\text{Temperatur})$$

$$P_{\text{Kühl.fit}}(x) := \text{Funktion}(x) \cdot k_0$$



Qualität der Anpassung :  $\text{kor}(\overrightarrow{P_{\text{Kühl.fit}}(\text{Temperatur})}, \text{Kühlleistung}) = 0.994$

$$P_{\text{Kühlung}}(T_1) := P_{\text{Kühl.fit}}\left(\frac{T_1}{\text{K}}\right) \cdot \text{W}$$

## Die Wärmeleitung im Kryotemperaturbereich

Leider ist die Kurvenanpassung im unteren Temperaturbereich (noch) nicht sehr gut gelungen. Bessere Werte liefert folgende Interpolation :

Wenn die Temperatur des Kaltkopfes bei

$$T_{1.kryo} := 14K$$

liegt und die Kühlleistungskurve zwischen 10 K und 30 K lineare verläuft, beträgt die Kühlleistung des Kaltkopfes etwa

$$P_{K\u00fchlung.T1} := \frac{17.5W}{30K - 10K} \cdot (T_{1.kryo} - 10K)$$

$$P_{K\u00fchlung.T1} = 3.5 W$$

Gemäss o.g. Bilanz überträgt das Distanzteil im stationären Zustand eine Wärmeleistung von :

$$P_{Leitung.T1.kryo} := P_{K\u00fchlung.T1}$$

$$P_{Leitung.T1.kryo} = 3.5 W$$

Bei 20 Kelvin liegt der Wärmeleitkoeffizient für ETP-Kupfer gem. Literatur [1] bei etwa :

$$\lambda_{ETPCu.20K} := 1298 \frac{W}{m \cdot K}$$

Der freie Abstand zwischen dem oberen und dem unteren Flansch der Hochtemperaturstufe beträgt 38 mm. Um die Wärmeausdehnung der Distanzteile konstruktiv ausgleichen zu können, wird ein etwas längerer Wärmeleiter benötigt.

Als Leiterlänge des Distanzteiles wird gewählt :

$$l_{Leiter} := 50mm$$

Als Leiterquerschnitt des Distanzteiles wird gewählt :

$$A_{Leiter} := 10mm^2$$

Damit errechnet sich die Temperatur des unteren Flansches aus :

$$T_{2.kryo} := T_{1.kryo} + \frac{P_{Leitung.T1.kryo} \cdot l_{Leiter}}{\lambda_{ETPCu.20K} \cdot A_{Leiter}}$$

$$T_{2.kryo} = 27.482K$$

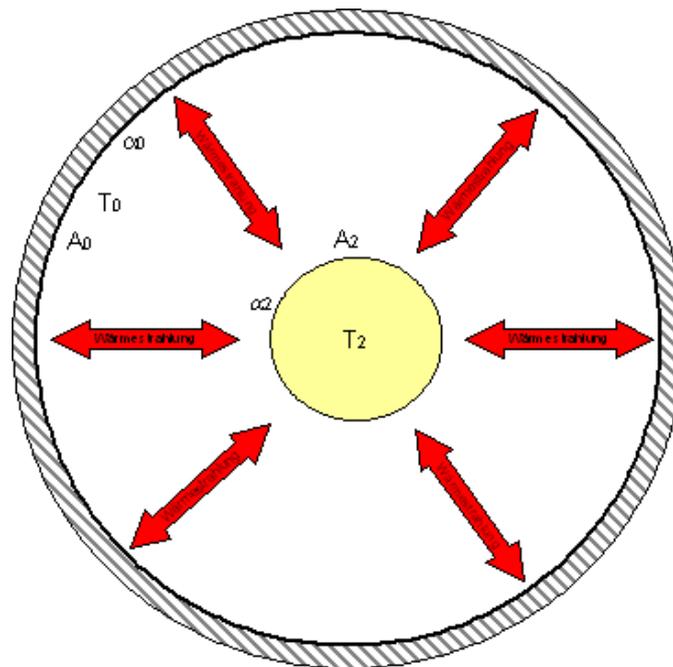
## Ergebnis

Wenn man im Kryobereich als Distanzteil zwischen den beiden Flanschen der Hochtemperaturstufe einen **50 mm** langen (ETP-)Kupferleiter mit **10 mm<sup>2</sup>** Querschnitt verwendet und dem unteren Flansch eine Wärmeleistung von **3.5 Watt** zuführt (Heizung + Strahlung), würde sich der obere Flansch der Hochtemperaturstufe auf **14 Kelvin** und der untere Flansch auf ca. **27.5 Kelvin** aufwärmen. Dies sollte einen ausreichend großen Spielraum im Hinblick auf Temperaturregelbarkeit (Heizleistung) und Probenküvettengröße (aufgenommene Wärmestrahlung) ermöglichen.

## Der Hochtemperaturbereich

### Wärmestrahlungsaustausch zwischen Probenküvette und Umgebung

Am unteren Flansch der Hochtemperaturstufe wird normalerweise eine Probenküvette montiert. Für die folgende Betrachtung wird der untere Flansch und die Probenküvette als gemeinsames, vereinfachtes Bauteil betrachtet, welches auf der selben Temperatur  $T_2$  liegt und eine gemeinsame Oberfläche besitzt.



#### Umgebung :

Durchmesser	$d_0 := 600\text{mm}$
Höhe (vereinfacht)	$h_0 := 60\text{mm}$
Oberfläche (vereinfacht)	$A_0 := d_0 \cdot \pi \cdot h_0$
Emissionskoeff. (geschätzt)	$\alpha_0 := 0.8$
Temperatur	$T_0 := 290\text{K}$

$$A_0 = 0.113 \text{ m}^2$$

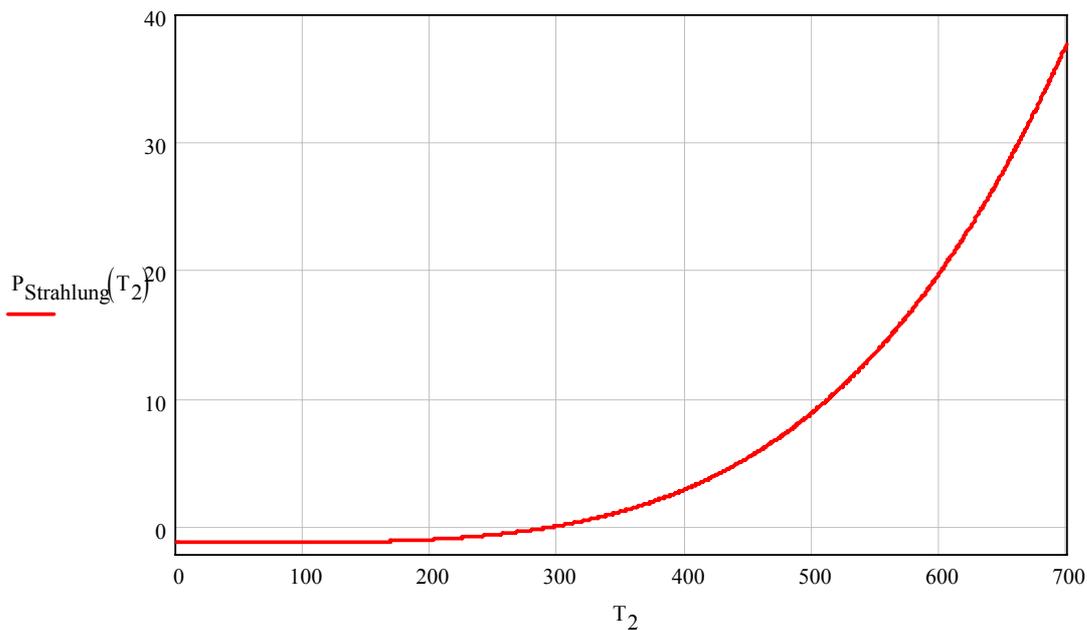
#### Probenküvette :

Durchmesser (vereinfacht)	$d_2 := 30\text{mm}$
Höhe (vereinfacht)	$h_2 := 60\text{mm}$
Oberfläche (vereinfacht)	$A_2 := d_2 \cdot \pi \cdot h_2$
Emissionskoeffizient (geschätzt)	$\alpha_2 := 0.5$
max. zulässige Temperatur	$T_{2,\text{max}} := 700\text{K}$

$$A_2 = 5.655 \times 10^3 \text{ mm}^2$$

Stefan-Boltzmann Konstante  $\sigma := 5.67040010^{-8} \cdot \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \cdot \text{K}^4}$

Wärmestrahlungsleistung  $P_{\text{Strahlung}}(T) := \frac{A_2 \cdot \sigma \cdot (T^4 - T_0^4)}{\frac{1}{\alpha_2} - \frac{A_2}{A_0} \cdot \left(\frac{1}{\alpha_0} - 1\right)}$



Die abgegebene Strahlungsleistung beträgt z.B. bei 100 Kelvin :

$$P_{\text{Strahlung}}(100\text{K}) = -1.125 \text{ W}$$

und bei 700 Kelvin :

$$P_{\text{Strahlung}}(700\text{K}) = 37.595 \text{ W}$$

Wie man sieht, ist die Wärmestrahlung im unteren Temperaturbereich (0 K ... Raumtemperatur) fast gleichbleibend und (mit etwa 1 Watt) deutlich kleiner als die o.g. Wärmeleitung (3.5 Watt bei 27.5 Kelvin).

Oberhalb der Raumtemperatur steigt Wärmestrahlung jedoch deutlich an und erreicht bei 700 K etwa 38 % der Maximalleistung der Heizpatrone. (s.u.)

## Der Einfluss von elektrischer Leistung der Heizpatrone und Wärmestrahlung

$$R_{\text{Heizpatrone}} := 25\Omega$$

$$P_{\text{Heizung.max}} := 100\text{W}$$

$$P_{\text{Heizung.allg}(I)} := I^2 \cdot R_{\text{Heizpatrone}}$$

Die vom Distanzteil maximal zu übertragende Wärme wird nicht nur durch die maximale Heizleistung der Heizpatrone bestimmt, sondern auch durch die abgestrahlte Wärmeleistung begrenzt.

$$P_{\text{Leitung.max}} := P_{\text{Heizung.max}} - P_{\text{Strahlung}}(T_{2.\text{max}})$$

$$P_{\text{Leitung.max}} = 62.405\text{W}$$

## Wärmeleitung im Hochtemperaturbereich

Die Hochtemperaturstufe soll in einem weiten Temperaturbereich eingesetzt werden. Das Material, aus dem das Distanzteil gefertigt wird (z.B. Kupfer), hat i.A. eine spez. Wärmeleitfähigkeit, die über der Temperatur nichtlinear verläuft. Gemäß Literatur /2/ nimmt die Wärmeleitfähigkeit von Kupfer mit zunehmender Temperatur folgendermaßen ab :

Temp :=	$\begin{pmatrix} 100 \\ 150 \\ 200 \\ 250 \\ 300 \\ 400 \\ 600 \\ 800 \\ 1000 \\ 1200 \end{pmatrix}$	Leitfähigkeit :=	$\begin{pmatrix} 480 \\ 429 \\ 413 \\ 406 \\ 401 \\ 393 \\ 379 \\ 366 \\ 352 \\ 339 \end{pmatrix}$
---------	--	------------------	--

$$T_{\text{Kupfer}} := \text{Temp} \cdot \text{K}$$

$$\lambda_{\text{Kupfer}} := \text{Leitfähigkeit} \cdot \frac{\text{W}}{\text{m} \cdot \text{K}}$$

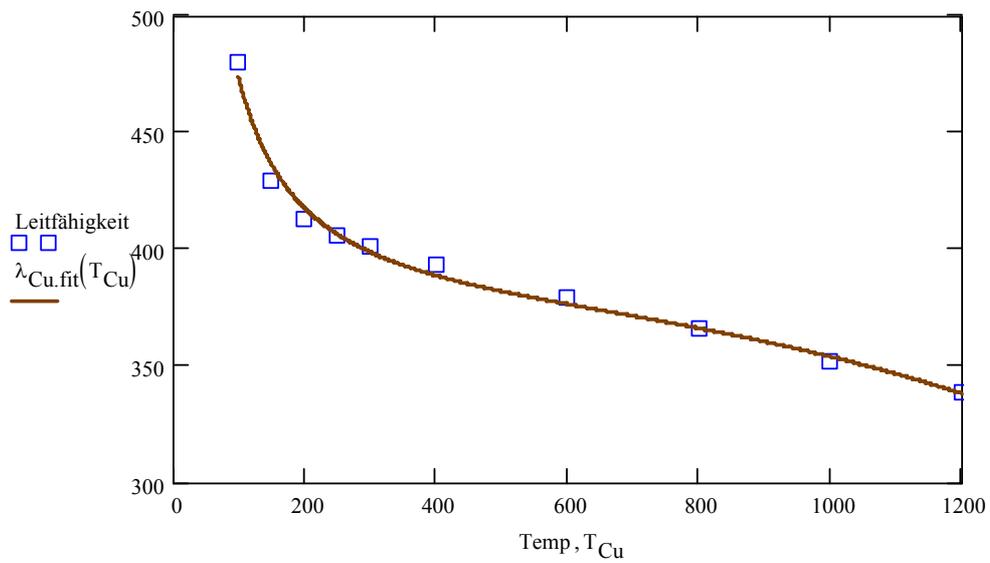
Kurvenanpassung :

$$\text{Fkt}(x) := \begin{pmatrix} \frac{1}{x} \\ x^3 \\ 1 \end{pmatrix}$$

$$k_1 := \text{linanp}(\text{Temp}, \text{Leitfähigkeit}, \text{Fkt})$$

$$T_{\text{Cu}} := \text{min}(\text{Temp}) .. \text{max}(\text{Temp})$$

$$\lambda_{\text{Cu.fit}}(x) := \text{Fkt}(x) \cdot k_1$$



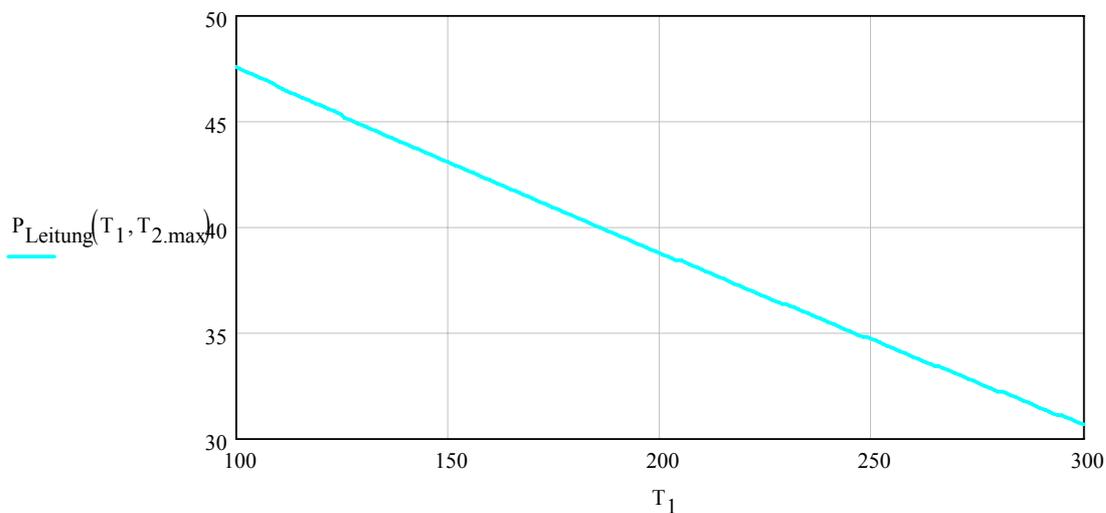
Qualität der Anpassung :  $\text{korr}\left(\overrightarrow{\lambda_{\text{Cu.fit}}(\text{Temp})}, \text{Leitfähigkeit}\right) = 0.995$

$$\lambda_{\text{Cu}}(T_{\text{Cu}}) := \lambda_{\text{Cu.fit}}\left(\frac{T_{\text{Cu}}}{\text{K}}\right) \cdot \frac{\text{W}}{\text{m}\cdot\text{K}}$$

Die übertragene Wärmeleistung ist errechenbar durch

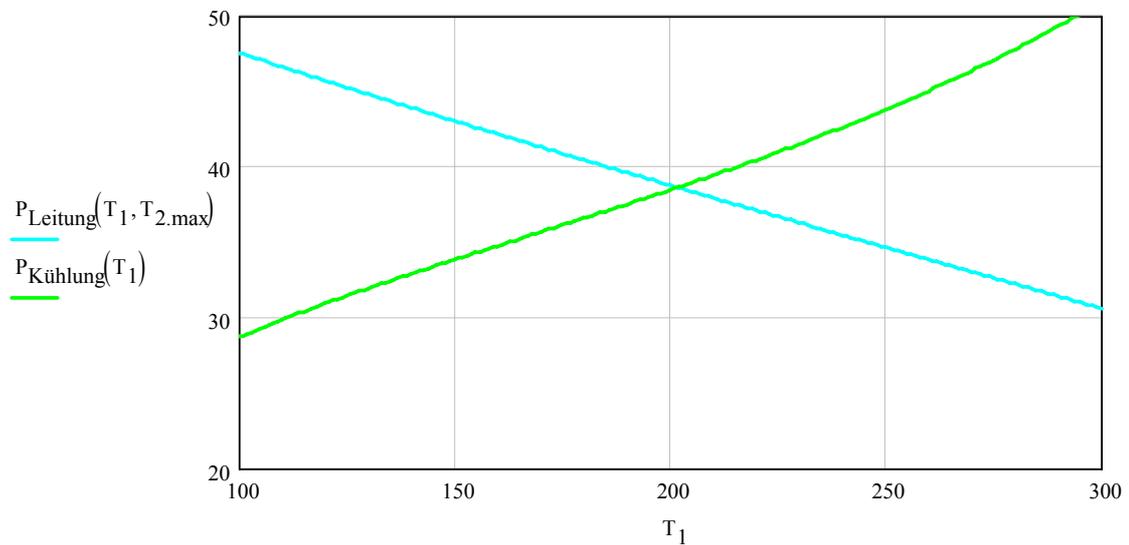
$$P_{\text{Leitung}}(T_1, T_2) := \frac{A_{\text{Leiter}}}{l_{\text{Leiter}}} \cdot \int_{T_1}^{T_2} \lambda_{\text{Cu}}(T) \, dT$$

Wenn die Hochtemperaturstufe auf die max. zulässige Temperatur heizt, überträgt ein Distanzteil aus Kupfer mit den o.g. Leiterdimensionen zwischen den beiden Flanschen der Hochtemperaturstufe eine Wärmeleistung [W] nach folgendem Verlauf :



## Die Erwärmung des Kaltkopfes

Die Energie, die das Distanzteil nach oben durchleitet, erwärmt den Kaltkopf. Gemäss der temperaturabhängigen Kühlleistung des Kaltkopfes stellt sich am oberen Flansch der Hochtemperaturstufe eine Ausgleichstemperatur ein.



Wenn sich der obere HT-Flansch und damit der Kaltkopf auf erwärmt, erbringt die Kühlmaschine eine Kühlleistung von und das Distanzteil überträgt eine Leistung von

$$T_{\text{Kaltkopf}} := 202\text{K}$$

$$P_{\text{Kuehlung}}(T_{\text{Kaltkopf}}) = 38.6\text{ W}$$

$$P_{\text{Leitung}}(T_{\text{Kaltkopf}}, T_{2,\text{max}}) = 38.6\text{ W}$$

## Auslastung der Heizpatrone

Wenn die Hochtemperaturstufe auf die maximal zulässige Temperatur (700K, s.o.) heizt, wäre die Heizpatrone in der Hochtemperaturstufe zu

$$\frac{P_{\text{Leitung}}(T_{\text{Kaltkopf}}, T_{2,\text{max}}) + P_{\text{Strahlung}}(T_{2,\text{max}})}{P_{\text{Heizung,max}}} = 76.2\% \quad \text{ausgelastet.}$$

Dies sollte einen ausreichend großen Dynamikbereich für die Temperaturregelung ermöglichen.

**Literatur**

- /1/ Deutsches Kupferinstitut, Werkstoff-Datenblätter Cu-ETP
- /2/ Amir Faghri, Heat Pipe Science and Technologie, Taylor & Francis, London, 1995