RUHR-UNIVERSITÄT BOCHUM

Ein ^{4}He–Verdampfer–Kryostat zur Entwicklung polarisierter Festkörpertargets

Diplomarbeit
am Fachbereich Experimentalphysik I
der Ruhr–Universtät Bochum

vorgelegt von
Jörg Harmsen
aus Emsdetten

Bochum, im Januar 1997

Referent : Prof. Dr. W.Meyer, Inst.f. Experimentalphysik I der RUB
Korreferent : Prof. Dr. H.Koch, Inst.f. Experimentalphysik I der RUB

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung 3

2 Polarisation 5

2.1 Natürliche Polarisation 5

2.2 Dynamische Polarisation 6

3 Targetapparatur 9

3.1 Targetmaterial 9

3.2 Polarisationsmagnet 10

3.3 Mikrowellensystem 10

3.4 Polarisationsmessung 11

3.5 Vakuumsystem 11

4 Verdampferkryostat 14

4.1 Kältemittel Helium 14

4.2 Funktionsprinzip 16

4.3 Funktioneller Aufbau 18

4.3.1 Toploader 20

4.4 Thermische Belastung 21

4.4.1 Wärmestrahlung 22

4.4.2 Wärmeleitung 23

4.4.3 Wärmeinput durch Heliumzufluß 25

4.4.4 Belastung durch Mikrowellen und Meßeinrichtungen 26

4.4.5 Gesamtbelastung 26

5 Thermometrie 27

5.1 Oberer Temperaturbereich 27

5.2 Unterer Temperaturbereich 29

5.2.1 Kalibration des Cavitywiderstandes 29

5.3 Auslese der Widerstände 31

6 Funktionsmessung 32

6.1 Abkühlverhalten 32

6.1.1 Vorkühlung 32

6.1.2 Abkühlphase 33

6.2 Leistungsmessung 35

6.3 Levelmessung 38

7 Zusammenfassung 41

A Kalibrationswerte des Cavitywiderstandes 42

1 Einleitung

Polarisierte Festkörpertargets werden in Streuexperimenten eingesetzt, um die ansonsten auftretende Mittelung über alle Spinzustände zu umgehen und Aussagen über spinabhängige Observablen wie z.B. die Targetasymmetrie T zu machen.

Dabei bieten die Festkörpertargets ihrer hohen Dichte wegen den Vorteil einer hohen Luminosität. Primäre Meßgröße bei diesen Experimenten ist die Zählratenasymmetrie

$$Z = \frac{N_+ - N_-}{N_+ + N_-} ,$$

wobei $N_\pm$ die Zählraten bei entsprechender Ausrichtung der Nukleonenspins angibt.

Aussagen über die Targetasymmetrie können hieraus gemacht werden, wenn man die nicht vollständige Targetpolarisation durch einen Faktor P_T berücksichtigt.

Da für Nukleonen–Strukturuntersuchungen Wasserstoff als Protonentarget wegen der Antiparallelstellung der Nukleonenspins im Grundzustand nicht polarisierbar ist, muß auf Targetmaterialien ausgewichen werden, die einen hohen Anteil an H–Atomen aufweisen. Als Neutronentarget wählt man, da das freie Neutron zerfällt, deuterierte Substanzen mit einem hohen Anteil an D–Atomen.

Dies führt zu Streuereignissen an den nicht–polarisierten Nukleonen des H–(bzw. D–) Trägeratoms. Dieser Untergrund, sowie der, der durch Nicht–Targetmaterialien (also z.B. Strahlfenster) bedingt ist, wird durch den sogenannten Dilutionfaktor κ berücksichtigt, der das Verhältnis der polarisierten Targetteilchen zur Gesamtzahl der Targetteilchen angibt.

Die Targetasymmetrie folgt dann zu

$$T = \frac{1}{\kappa \cdot P_T} \cdot Z .$$

Deren Meßfehler ΔT ist fast immer durch den statistischen Fehler ΔZ der Zählratenasymmetrie gegeben [Rie82] und ist

$$\Delta T \approx \frac{1}{\kappa \cdot P_T} \cdot \Delta Z \approx \frac{1}{\kappa \cdot P_T} \cdot \frac{1}{\sqrt{N_+ + N_-}} \propto \frac{1}{\kappa \cdot P_T} \cdot \frac{1}{\sqrt{t}} ,$$

bzw. gilt bei vorgegebenem Fehler ΔT für die Meßzeit $t \propto \left(\frac{1}{\kappa P_T}\right)^2$

Vom targettechnologischen Standpunkt aus muß also dafür gesorgt werden, daß das Produkt $(\kappa \cdot P_T)$ (bei vorgegebenen Experimentierbedingungen) möglichst hoch wird. Wie in Abschnitt 2 gezeigt wird, läßt sich die Targetpolarisation bei hohen Magnetfeldern und tiefen Temperaturen durch mikrowelleninduzierte Übergänge erhöhen. Der Dilutionfaktor hingegen ist im wesentlichen materialabhängig und läßt sich entsprechend durch die Verwendung geeigneter Targetmaterialien optimieren.

Die systematische Untersuchung verschiedener Materialien ist mit der Bochumer Polarisationsapparatur SOPHIE[1] möglich, deren wesentliche Bestandteile ein $2.5\,T$–Magnet und ein kontinuierlich arbeitender ^{4}He–Verdampferkryostat ist. Dieser in Bonn gebaute Kryostat ist in Weiterentwicklung des von Roubeau entworfenen horizontalen Kryostaten [Rou66] als vertikaler Toploader ausgelegt (vgl. Abschnitt 4). Gerade das Konzept des Toploaders ist für die

[1] Spin Orientation PHysics Investigation Equipment

Targetmaterialforschung ein wesentlicher Punkt, da schnelle und sichere Probenwechsel sich mit einem Höchstmaß an Flexibilität kombinieren lassen.

Obgleich die erreichbaren Minimaltemperaturen von etwa $1\,K$ hinter dem stehen, was in der Kryostattechnik durch den Einsatz von ^{3}He/^{4}He–Dilutionkryostaten erreicht werden kann, bietet gerade der Experimentierrahmen $1\,K$, $2.5\,T$ nahezu optimale Bedingungen für die Untersuchung von Targetmaterialien, da bei diesen Feld–/Temperaturwerten die Polarisations––Aufbauzeiten im Minutenbereich liegen und damit kurz genug sind, um systematische Messungen bei minimalem Zeitaufwand durchführen zu können.

Darüberhinaus findet mit ^{4}He ein Kältemittel Verwendung, welches durch die Ausbildung der suprafluiden Phase ideale Kühleigenschaften bietet. Die hohe Kühlleistung des Kryostaten macht ihn außerdem bei Experimenten verwendbar, die einen hohen Leistungsinput (z.B. durch intensive Teilchenstrahlen) mit sich bringen. So werden ^{4}He–Kryostate trotz ihrer relativ hohen Endtemperatur auch heute noch bei Experimenten mit intensiven Elektronenstrahlen eingesetzt [Cra95].

Aufgabe dieser Arbeit war der Aufbau und Test der kryotechnischen Komponenten von SOPHIE und eine sich eventuell daraus ergebene Optimierung für den Einsatz als Targetforschungsanlage. Dementsprechend folgt nach einem kurzen Abriß der Polarisationsmechanismen die Beschreibung der Targetapparatur, insbesondere des Kryostaten, dessen Aufbau und Funktionsprinzip und schließlich die Ergebnisse erster Testmessungen.

2 Polarisation

2.1 Natürliche Polarisation

Die Polarisation eines mit Spin $\vec{s}$ behafteten Teilchenensembles, welches im magnetischen Feld in $2s+1$ Zeemanniveaus aufspaltet, ist definiert durch

$$P = \frac{\sum_m m N_m}{s \cdot \sum_m N_m},$$

wobei $m = -s, \ldots, s$ der Erwartungswert von $\vec{s}$ parallel zum Magnetfeld und N_m die Besetzungszahl der entsprechenden Niveaus ist.
Für Spin-$\frac{1}{2}$–Teilchen folgt damit

$$P_{\frac{1}{2}} = \frac{N_{\frac{1}{2}} - N_{-\frac{1}{2}}}{N_{\frac{1}{2}} + N_{-\frac{1}{2}}}, \tag{1}$$

entsprechend für Spin-1–Teilchen

$$P_1 = \frac{N_1 - N_{-1}}{N_1 + N_0 + N_{-1}}. \tag{2}$$

Diese sogenannte Vektorpolarisation läßt sich anschaulich interpretieren als Besetzungszahldifferenz der äußeren Zeemanniveaus, normiert auf die Gesamtzahl der Ensembleteilchen.

Die potentielle Energie der einzelnen Zeemanniveaus ergibt sich aus den Eigenwerten des Wechselwirkungsoperators $\hat{H} = -\vec{\mu} \cdot \vec{B}$ zu

$$E = -g \cdot \mu_0 \cdot m \cdot B,$$

wobei g der Landé-Faktor, $\mu_0 = \frac{e\hbar}{2m_0}$ das Magneton und m_0 die Masse des Teilchens ist.
Im thermischen Gleichgewicht sind jeweils benachbarte Energieniveaus boltzmannverteilt[2] mit den Besetzungszahlen

$$\frac{N(E+\Delta E)}{N(E)} = \exp\left(-\frac{\Delta E}{kT}\right), \tag{3}$$

darin ist k die Boltzmann–Konstante und T die Temperatur.

Für die Polarisation des Spin-$\frac{1}{2}$–Ensembles führt dies mit Gl.(1) zur sogenannten *natürlichen Polarisation* :

$$P_{\frac{1}{2}} = \tanh\left(\frac{g_i \mu_i B}{2kT}\right), \tag{4}$$

entsprechend für Spin-1–Teilchen mit Gl.(2):

$$P_1 = \frac{3\tanh\left(\frac{g_j \mu_j B}{2kT}\right)}{4 + \tanh^2\left(\frac{g_j \mu_j B}{2kT}\right)}, \tag{5}$$

[2] Die ansonsten für Spin-$\frac{1}{2}$ Systeme anzuwendene Fermi–Dirac–Verteilung gilt nicht in Festkörpern, da die einzelnen Teilchen prinzipiell unterscheidbar sind.

wobei $g_i\mu_i$ bzw. $g_j\mu_j$ die magnetischen Momente der entsprechenden Teilchen sind.

Für die Polarisation entscheidend ist also das Verhältnis der magnetischen zur thermischen Energie, d.h. durch hohe Felder und tiefe Temperaturen lassen sich entsprechend hohe Polarisationswerte erreichen. So ist für $B = 8\,T$ und $T = 10\,mK$ die Protonenpolarisation etwa 70%.

Diese sogenannte *Brute-Force*-Methode bedingt allerdings wegen der schwachen Spin-Gitter Wechselwirkung bei tiefen Temperaturen sehr lange Relaxationszeiten, so daß Polarisationsaufbauzeiten Monate betragen können.

Andererseits liegen bei $B = 2.5\,T$ und $T = 1\,K$ Protonenpolarisationen von lediglich 0.26 % vor, für Deuteronen ist die Polarisation gar nur 0.05 %, Werte, für die Polarisationsexperimente nicht sinnvoll sind.

Ungepaarte Elektronen hingegen sind wegen ihres wesentlich größeren magnetischen Momentes bei diesen Feld/Temperatur-Werten schon zu 93 % polarisiert.

Dieses macht man sich bei der DNP[3] zunutze, deren beiden wichtigsten Erklärungsmodelle im folgenden kurz dargestellt werden. Ausführlichere Betrachtungen finden sich z.B. in [Bor71] oder [AG78].

2.2 Dynamische Polarisation

Solid State Effect (SSE)

Der Übertrag der Elektronenpolarisation auf das Nukleonenspinsystem geschieht durch Einstrahlung von Mikrowellen geeigneter Frequenz, die simultane Spinflips von Elektron und Nukleon induzieren.

Da die verwendeten Targetmaterialien Diamagnetika sind, müssen ihnen polarisierbare Elektronen, paramagnetische Zentren, z.B. durch chemische Dotierung oder Implantation am Beschleuniger zugeführt werden.

Diese quasifreien Elektronen wechselwirken mit den benachbarten Nukleonen über ihre magnetischen Momente, was zu einer Kopplung ihrer Zeemanniveaus führt.

Damit sind neben den sogenannten *erlaubten* Übergängen, also reinen Elektronen- bzw. Nukleonenflips, auch *verbotene*[4] Übergänge möglich, bei denen simultan ein Elektronen- und ein Nukleonenspin ihre Orientierung ändern.

Die Elektronen können über Phononen mit dem Gitter wechselwirken und haben eine entsprechend geringe Relaxationszeit. Ein solcher direkter Kanal steht den Nukleonen nicht zur Verfügung, so daß deren Relaxationszeit gegenüber der der Elektronen groß ist (bei $T = 1K$ und $B = 2.5T$ betragen die Zeiten typischerweise $T_e \approx ms$ und $T_p \approx min$ [AG78]).

Dadurch ist es möglich durch Einstrahlung der Larmorfrequenz eines verbotenen Überganges einen Nukleonenzustand zu pumpen. Wird beispielsweise die Übergangsfrequenz $\nu_e + \nu_n$ (Übergang von I nach II in Abbildung 1 eingestrahlt, so wird der Nukleonenzustand $\Downarrow$ auf Kosten des Zustandes $\Uparrow$ angereichert, die Probe wird negativ polarisiert. Entsprechend läßt sich durch Einstrahlung von Mikrowellen mit $\nu_e - \nu_n$ positiv polarisieren.

Wegen der schnellen Relaxation der Elektronen stehen diese für weitere Umklappprozesse zur Verfügung, allerdings kann ein Elektron aufgrund der r^{-3}-Abhängigkeit der Dipol-Dipol-

[3] Dynamische Nukleonen Polarisation

[4] *Verboten* deswegen, weil sie nicht den Auswahlregeln $m = \pm 1$ für magnetische Dipolstrahlung entsprechen.

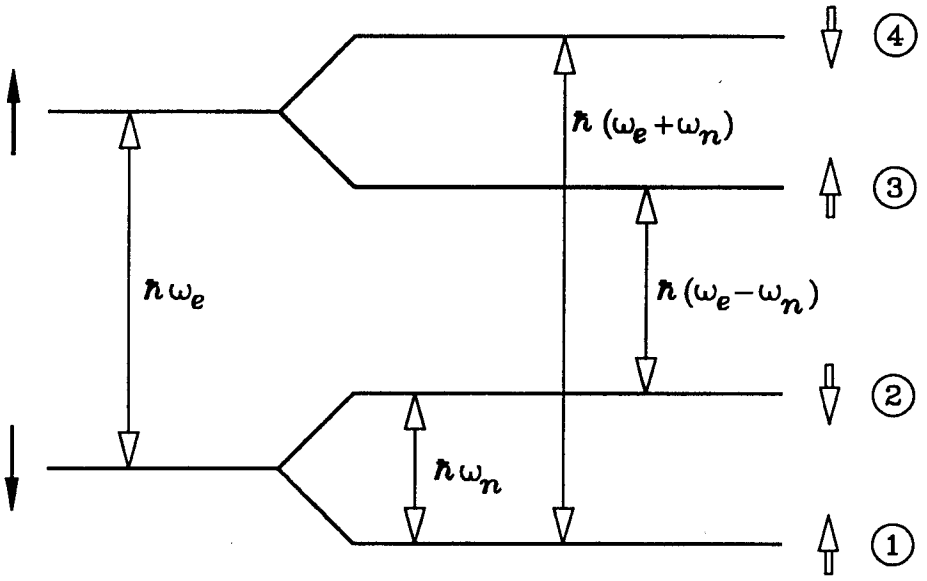

Abb. 1: Termschema des gekoppelten Elektron–Nukleon–Systems im Magnetfeld. $\uparrow$ und $\downarrow$ beziehen sich auf den Elektronenspin, $\Uparrow$ bzw. $\Downarrow$ auf den des Nukleons

Wechselwirkung nur Nukleonen der unmittelbaren Nachbarschaft polarisieren. die Ausbreitung der Polarisation über die gesamte Probe erfolgt durch Dipol–Dipol–Wechselwirkung der Nukleonen (*Spin–Diffusion*).

Eine effektive Erhöhung der Polarisation auf annähernd Elektronenpolarisation ist aber nur dann möglich, wenn die ESR[5]–Linienbreite schmal gegen die Larmorfrequenz ν_n der Nukleonen ist, wenn also ein Übergang allein gepumpt wird. Bei breiten ESR–Linien überlappen die Übergangsfrequenzen, so daß beide verbotenen Übergänge gleichzeitig induziert werden und, weil sie gegeneinander arbeiten eine geringere Maximalpolarisation zur Folge haben (sog. *Differential Solid State Effect*). Ausführlichere quantitative Betrachtungen hierzu finden sich in [Rie82].

Equal Spin Temperature (EST) Theorie

Bei Materialien mit hoher Elektronendichte ist die Spin–Spin–Wechselwirkung der Elektronen untereinander nicht mehr zu vernachlässigen. Sie führt zu einer Aufspaltung der Zeemannniveaus in ein Band quasikontinuierlicher Zustände, welches im thermischen Gleichgewicht durch die Boltzmannverteilung beschrieben wird.

Der Wechselwirkungsenergie der Elektronenspins wird eine Temperatur T_{SS} zugeordnet, ihrer Zeemann–Wechselwirkungsenergie eine Temperatur T_{ZE}. Analog läßt sich für die Nukleonen die Temperatur T_{ZN} einführen. Diese Temperaturen sind im thermischen Gleichgewicht mit der Gittertemperatur T_L identisch, können allerdings prinzipiell voneinander verschieden sein.

Während T_{ZE} und T_{ZN} mit der Polarisation über Gleichung (4) zusammenhängt, also die Verteilung auf die einzelnen Zeemanniveaus angibt, beschreibt T_{SS} die Anordnungsmöglichkeiten innerhalb eines Zeemanbandes.

Die dynamische Polarisation erfolgt in zwei Stufen:

Durch Einstrahlung von Mikrowellen, deren Frequenz um $\pm\delta$ von der Elektronen–Larmor-

[5] Elektronen Spin Resonanz

frequenz abweicht, können Elektronenspinflips induziert werden. Der von der Resonanzenergie $E = h\nu_e$ abweichende Teil $\Delta E = \pm h\delta$ muß wegen der Energieerhaltung vom Spin–-Spin–Wechselwirkungsreservoir (SSWW) der Elektronen übernommen werden. Dadurch ist es möglich dieses Reservoir zu kühlen (bei Einstrahlung von $\nu_\mu = \nu_e - \delta$) bzw. zu heizen ($\nu_\mu = \nu_e + \delta$).

In der zweiten Stufe wird durch den Wärmekontakt ein Temperaturausgleich zwischen T_{SS} und T_{ZN} vollzogen (*Thermal Mixing*) und damit die Polarisation auf die Nukleonen übertragen.

Dieser Wärmeaustausch geschieht durch einen Flip–Flop[6] zweier Elektronenspins, gekoppelt mit einem Nukleonenspinflip. Dabei ändert sich die Elektronenpolarisation (und damit T_{ZE}) nicht, dem Nukleonen–Zeemannreservoir wird aber mit jedem Flip die Energie $h\nu_n$ zugeführt bzw. entzogen, die —da das Gitter an dieser Relaxation nicht beteiligt ist— aus dem SSWW–-Reservoir kommt.

Wichtiges Ergebnis dieser Theorie ist, daß die erreichbare Maximalpolarisation nur durch die Kühlung des Elektronen SSWW–Reservoirs bestimmt wird, also unabhängig von der Nukleonen–Larmorfrequenz ist.

[6]Das ist ein simultanes Umklappen zweier antiparallel gerichteter Spins

3 Targetapparatur

Polarisierte Targets sind nur unter tiefen Temperaturen und hohen Magnetfeldern realisierbar. Daneben ist für die dynamische Polarisation ein geeignetes Mikrowellensystem und eine Polarisationsmeßeinrichtung erforderlich.

Das Kryosystem und die Thermometrie sind in den nächsten Kapiteln eingehend dargestellt. Auf die anderen Komponenten wird nachfolgend der Übersicht halber eingegangen.

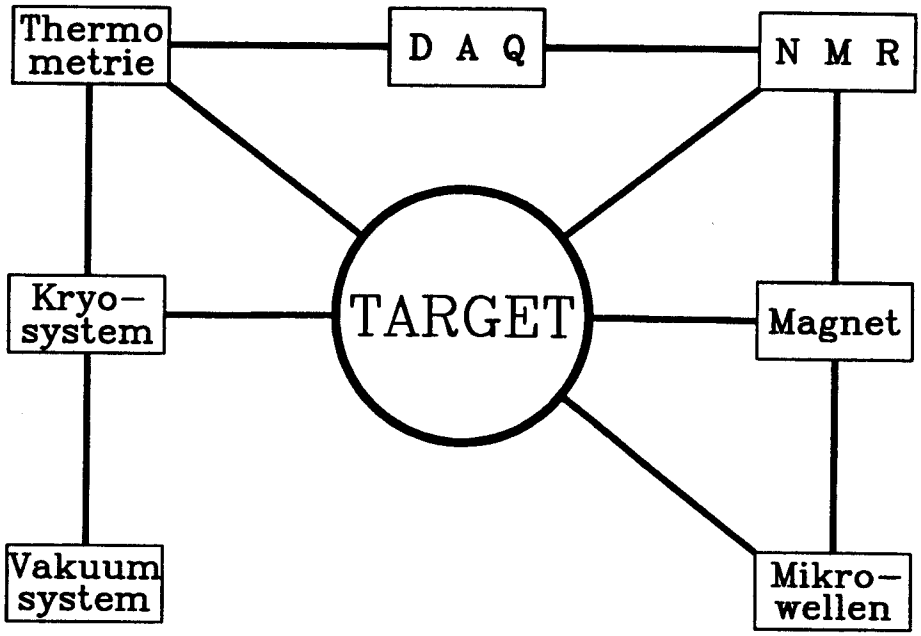

Abb. 2: Aufbau des Polarisierten Targets

3.1 Targetmaterial

Das eigentlich ideale Protonentarget H_2 ist wegen der Parastellung der Nukleonenspins bei tiefen Temperaturen nicht polarisierbar, so daß man auf Materialien mit hohem κ–Faktor angewiesen ist.

Neben der hohen Polarisierbarkeit sollten die Polarisationsaufbauzeiten möglichst gering, die Relaxationszeiten hingegen groß genug sein, um einerseits einen schnellen Wechsel der Polarisationsrichtung durchführen zu können, andererseits aber genügend Zeit (bei annähernd konstanter Polarisation) für Streuexperimente zur Verfügung zu haben.

Als klassische Materialien bieten sich daher chemisch dotierte Alkohole, denen die polarisationsübertragenden Elektronen durch chemische Radikale (z.B. Porphyrexid, EHBA oder TEMPO) zugeführt werden, wie z.B. Butanol mit einem Protonen–κ–Faktor von $\kappa_p = \frac{10}{42} \approx 0.24$ an.

Seit einiger Zeit wird unter Elektronenstrahlen dotiertes Ammoniak ($\kappa = \frac{3}{10} = 0.3$) [Mey88] oder seit kurzem auch strahlendotiertes Lithiumhydrid bzw. –deuterid mit $\kappa_p = \frac{1}{4} = 0.25$ als Target benutzt. Beide Materialien haben gegenüber den Alkoholen den Vorteil, daß sie

auch in intensiven Teilchenstrahlen ohne nennenswerte Polarisationsverluste eingesetzt werden können. LiD ist überdies wegen seiner $^4He^2D$ Kernstruktur mit einem Deuteronen–κ–Faktor von $\kappa_d = 0.5$ als Neutronentarget besonders effektiv [Goe94].

Neben diesen ausführlich getesteten Materialien wird derzeit in Bochum nach Möglichkeiten gesucht, deuterierten Wasserstoff, der als Target vielversprechend ist, unmittelbar vor dem Polarisationsexperiment zu verfestigen [Sol73].

3.2 Polarisationsmagnet

Das äußere Polarisationsfeld wird durch einen konventionellen C–Magneten, der ein B–Feld von $2.5\,T$ erzeugt, bereitgestellt. Dieser Feldwert ist die Obergrenze dessen, was mit nicht supraleitenden Magneten noch erzeugt werden kann, da mit diesen Werten die Sättigungsgrenze des verwendeten Kobalteisens erreicht ist.

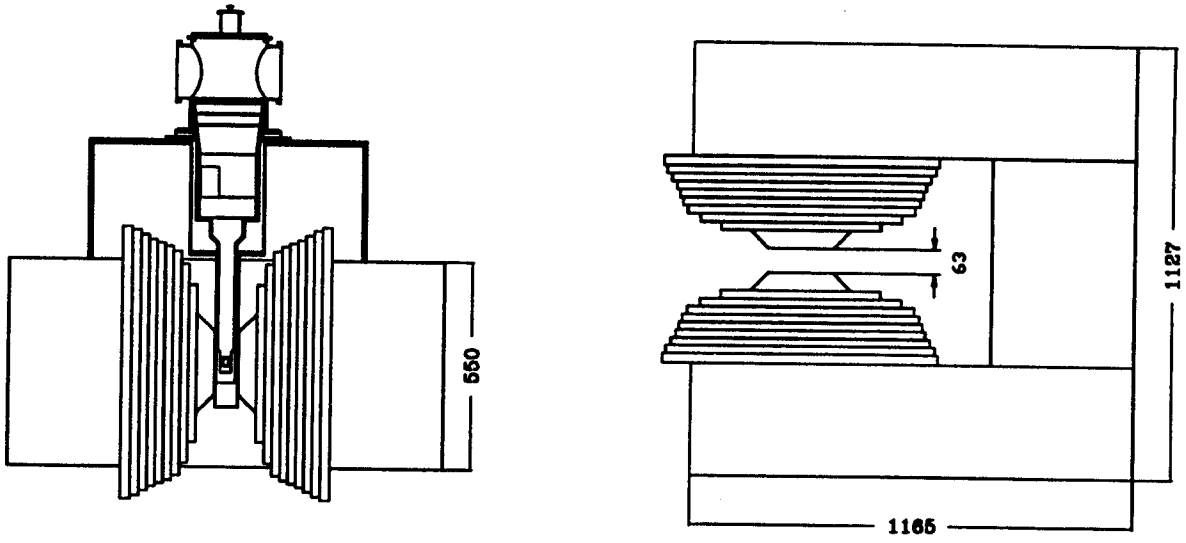

Abb. 3: Polarisationsmagnet, links von vorn gesehen mit eingesetztem Kryostaten, rechts von oben.

Die Homogenität im Targetbereich liegt bei $\Delta B/B = 2 \cdot 10^{-4}$, was für die Elektronen in diesem Bereich eine annähernd gleiche Larmorfrequenz und damit auch annähernd gleiche Polarisation bedeutet. Die Feldhomogenität wird außerdem für die Polarisationsmessung über die NMR (Abschnitt 3.4) benötigt.

3.3 Mikrowellensystem

Zur dynamischen Polarisation bei einem Magnetfeld von $2.5\,T$ wird ein Mikrowellensystem mit einer Centerfrequenz von $70\,GHz$ benötigt.

Um sowohl negative als auch positive Protonenpolarisation zu ermöglichen, muß der Mikrowellengenerator mindestens um den Betrag der Protonenlarmorfrequenz (bei $B = 2.5\,T$ $\nu_p = 106\,MHz$) um diese Centerfrequenz variierbar sein.

Dieses System mit einer temperaturstabilisierten IMPATT[7] Diode als Mikrowellengenerator befindet sich derzeit im Aufbau [Web90,Sch].

3.4 Polarisationsmessung

Die Polarisation der Nukleonen wird über die kernmagnetische Resonanz (NMR=Nuclear Magnetic Resonance) gemessen.

Dazu wird senkrecht zum Polarisationsfeld eine Spule um das Targetmaterial gebracht, die zusammen mit einem Kondensator einen Schwingkreis bildet. Strahlt man ein schwaches Wechselfeld mit der Protonenlarmorfrequenz über diese Spule ein, so werden Spinübergänge induziert, die zur Güteänderung des Schwingkreises führen und selbigem abhängig von den Besetzungszahlen der Spinniveaus (und damit der Polarisation) Energie entziehen oder zuführen, je nachdem ob positive oder negative Polarisation vorliegt[8].

Diese Energie ist proportional zur Fläche des NMR–Signals und man kann mit Hilfe der sogenannten TE[9]–Eichung, die die Polarisation im thermischen Gleichgewicht nach

$$P_{\mathrm{TE}} = \tanh\left(\frac{\mu \cdot B}{2k \cdot T}\right)$$

liefert, über das Verhältnis der gemessenen und der im thermischen Gleichgewicht ermittelten Fläche die PolarisationP_{dyn} durch

$$P_{\mathrm{dyn}} = \frac{A_{\mathrm{dyn}}}{A_{\mathrm{TE}}} \cdot P_{\mathrm{TE}}$$

bestimmen.

Eine ausführliche Beschreibung der technischen Realisierung einer PT–NMR Apparatur findet sich in [Rei94].

3.5 Vakuumsystem

Das Vakuumsystem besteht aus zwei voneinander unabhängigen He–fördernden Pumpsystemen und einem Turbopumpstand, der das Isoliervakuum zwischen äußerer und innerer Kryostathülle erzeugt.

Abb.4 zeigt eine schematische Übersicht zum verwendeten Vakuumsystem.

Der Hauptpumpstand, der den Dampfdruck über dem Helium in der Cavity weitestgehend erniedrigen und das verdampfte Helium abtransportieren soll, hat eine Gesamtsaugleistung vom 3000 m^3/h und ist dreistufig aus in Serie geschalteten Wälzkolben–(*Roots*–) Pumpen mit Einzelsaugleistungen von 3000 m^3/h, 1000 m^3/h und 350 m^3/h (Alcatel, MIV Serie) aufgebaut.

Da diese Pumpen nicht gegen Atmosphärendruck verdichten können, ist ihnen eine ölgedichtete Drehschieberpumpe (Alcatel 1200) mit einem Saugvermögen von 200 m^3/h vorgeschaltet, die das Helium zur Rückgewinnung fördert.

[7] IMPact Avalance Transit Time

[8] Die durch die NMR verursachten Spinflips führen natürlich zu einer Verringerung der Targetpolarisation, die allerdings mit etwa 10^{-2} % vernachlässigbar ist.

[9] Thermal Equilibrium

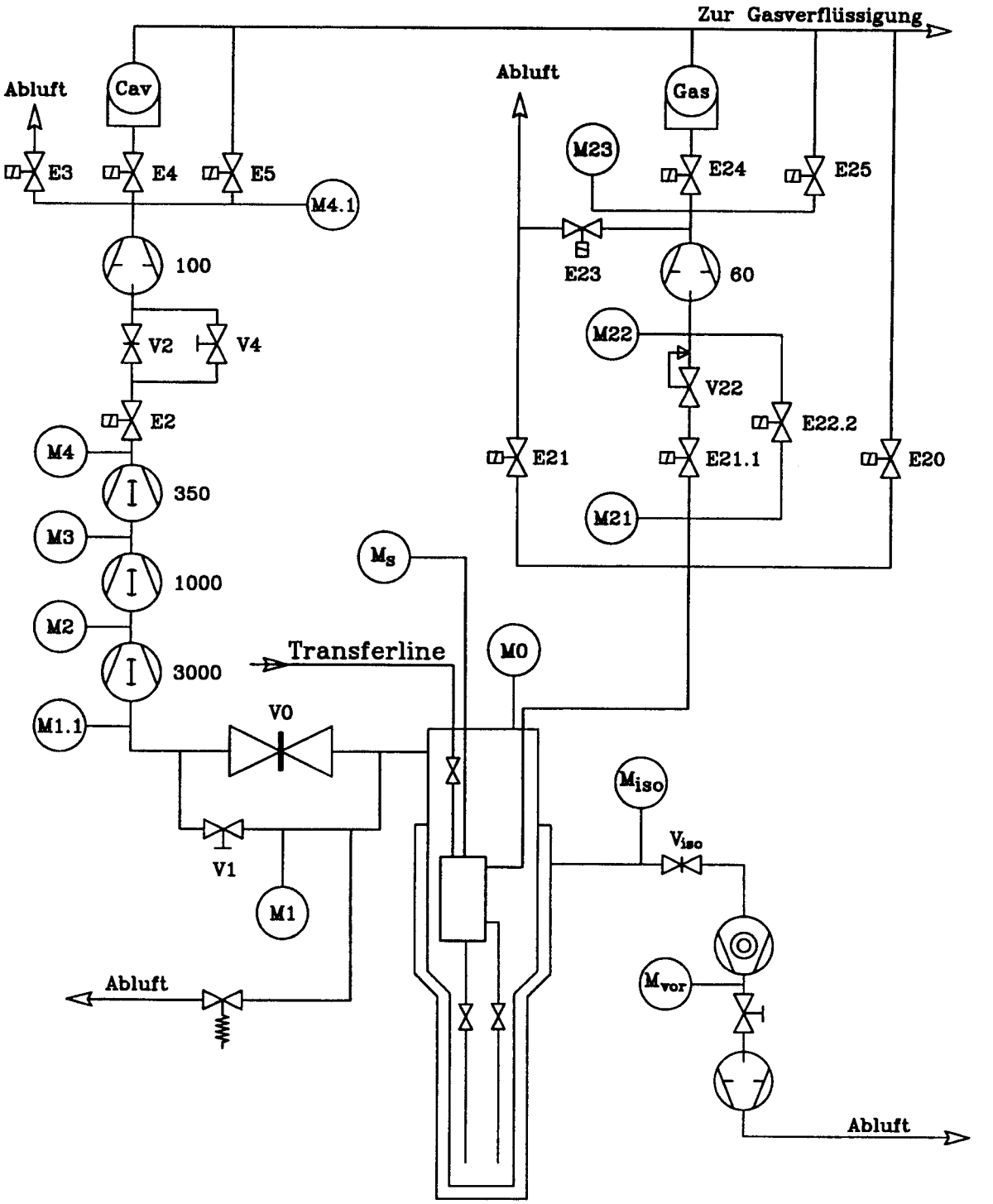

Abb. 4: Vakuumsystem

Die Dimensionierung des Rootspumpstandes ist entscheidend für den Arbeitspunkt des Kryostaten, der durch höhere Gesamtsaugleistung in Richtung tieferer Temperaturen bzw. höherer Kühlleistungen verschoben werden kann. Näheres hierzu in Kapitel 4.2.

Zur Dampfdruckerniedrigung des Heliums im Separator dient eine $60\,m^3/h$ Drehschieberpumpe (Busch R05), deren Saugleistung im Separator durch ein Feindosierventil (V22 in Abb.4) gedrosselt und somit die Separatortemperatur im Betrieb auf definierte Werte eingestellt werden kann. Weitere wichtige Aufgabe dieses Teils des Vakuumsystems ist die aktive Kühlung des Wärmeschildes durch das Separatorabgas (vgl. Abschnitt 4.3).

Zur Bestimmung der Helium–Verbrauchswerte wird das gepumpte Abgas, sowohl aus Cavity als auch aus Separator über Gasuhren an die Gasverflüssigungsanlage zurückgeleitet.

Die beiden $160\,mm$ Pumpstutzen des Kryostaten sind mit dem Roots–Pumpstand über ein $250\,mm$–Rohr verbunden, welches durch einen flexiblen Edelstahl–Membranbalg an die 3000er Roots angeschlossen ist.

Jeweils ein Membranbalg dieser Art ist noch an jeden Pumpstutzen des Kryostaten angebracht. Dadurch werden Vibrationen des Pumpstandes auf den Kryostaten, die zu Schwingungen im Helium und einer damit verbundenen Energiezufuhr führen, weitgehends vermieden. Desweiteren bieten sie die Möglichkeit der exakten Justierung der gesamten Anordnung.

Durch das Schieberventil V0 (Abb.4) kann der Pumpstand vom Kryostaten getrennt werden, so daß ein Herausnehmen des Kryostaten oder —im Hinblick auf das Toploader Prinzip— ein schnelles Wechseln der Probe möglich ist, ohne den Pumpstand belüften zu müssen.

Das gesamte Vakuumsystem ist durch ein Interlock–System, welches die Pumpen bei Überschreitung des maximal zulässigen Eingangsdruckes, Ausfall der Wasserkühlung oder ein Zusammenbrechen des Isoliervakuums abschaltet, geschützt. Die Kopplung an das Isoliervakuum soll verhindern, daß bei nicht eingesetztem Kryostaten die Innenhülle ausgepumpt wird, was unter Umständen wegen der teilweise geringen Wandstärke von $0.2\,mm$ zu einer Beschädigung führen kann.

4 Verdampferkryostat

Bevor näher auf den Aufbau und das Funktionsprinzip des Kryostaten eingegangen wird, sollen im folgenden kurz die wichtigsten kryotechnischen Eigenschaften des verwendeten Kältemittels Helium dargestellt werden.

4.1 Kältemittel Helium

Die zur Tieftemperaturerzeugung ausgenutzte Eigenart des Heliums ist das Fehlen eines Tripelpunktes. Das Gas verflüssigt unter Normaldruck bei $4.2\,K$, geht aber bei Erniedrigung des Dampfdruckes nicht in die feste Phase über, sondern kühlt sich *als Flüssigkeit* weiter ab. Der Grund hierfür liegt in der schwachen interatomaren Wechselwirkung, die selbst für $T \rightarrow 0\,K$ und Drücken unter $2.5 \cdot 10^6\,Pa$ die Relativbewegung der Atome nicht im Bereich des attraktiven Potentials halten kann.

Bei $T = 2.19\,K$ tritt der λ–Übergang[10] auf, bei dem das Helium in eine neue flüssige Phase übergeht, die als Helium II bezeichnet wird. Die spezifische Wärmekapazität (Abb.5) ändert sich sprunghaft im Bereich von $10^{-5}\,K$ um den λ–Punkt. Im HeII–Gebiet fällt sie nahezu proportional mit T^6, unterhalb von $0.6\,K$ dann mit T^3 [Atk59].

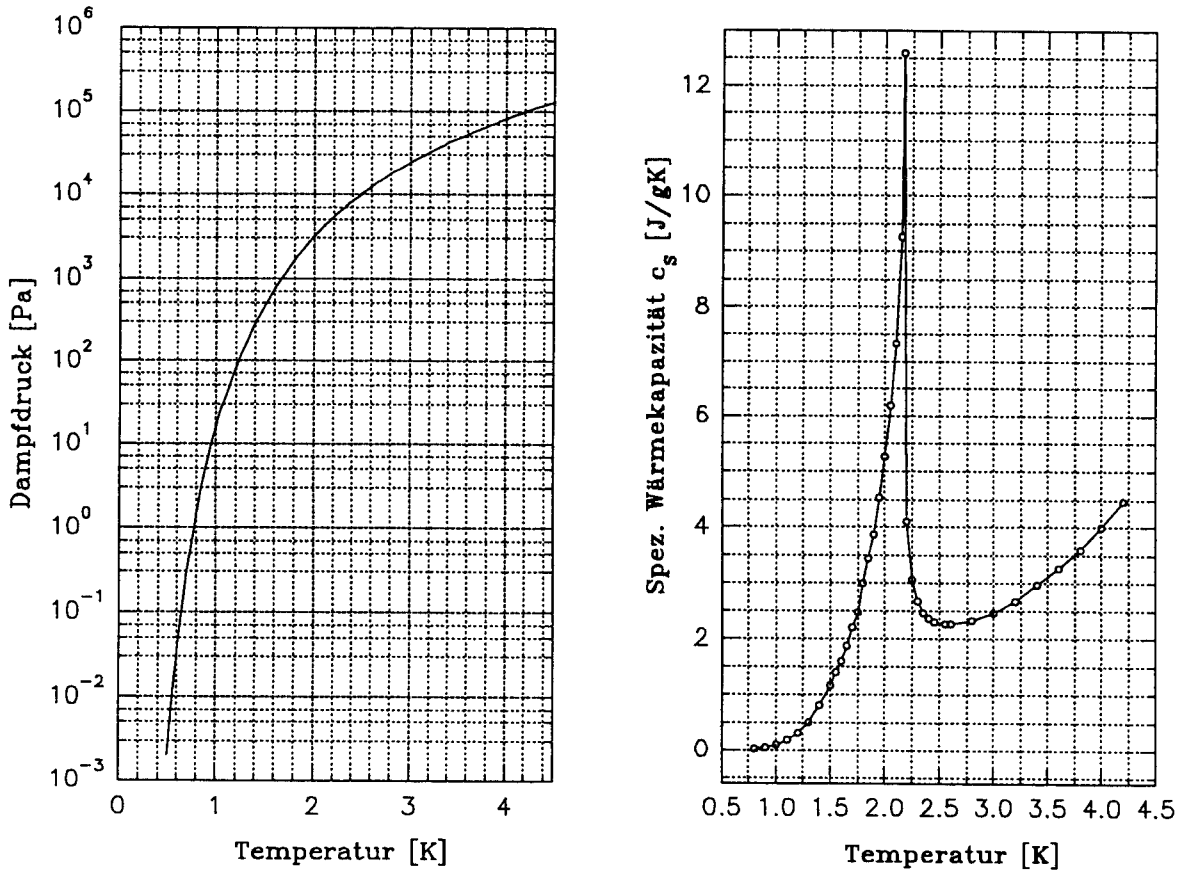

Abb. 5: Dampfdruck und spezifische Wärmekapazität von Helium

[10]So genannt wegen der lambdaförmigen Kurve der spezifischen Wärmekapazität.

In dieser Phase nimmt die Viskosität schnell mit der Temperatur ab, das HeII wird suprafluid. Mit dieser Eigenschaft verbunden ist die Ausbildung eines Oberflächenfilmes (*Rollin-Film*), der mit Dicken von einigen $10^{-6}\,cm$ und Geschwindigkeiten zwischen $20\,cm/s$ und $40\,cm/s$ sich in Richtung auf Wärmequellen zubewegt[11] [WAW82].

Die Wärmeleitfähigkeit von HeII übersteigt die von HeI um das 10^8–fache und liegt noch um einen Faktor 100 über der von Metallen. Das führt dazu, daß HeII nicht im herkömmlichen Sinne siedet, sondern lediglich an freien Oberflächen abdampft. Es kann zu keiner Blasenbildung kommen, weil die dazu notwendige Temperaturdifferenz sich zwischen Flüssigkeit und ausbildener Blase nicht einstellen kann.

Diese Eigenheiten lassen sich erklären durch das Zwei–Flüssigkeitsmodell, nach dem HeII sich zusammensetzt aus einer normalen und einer suprafluiden Komponente, die sich vollkommen und räumlich nicht trennbar mischen. Die Supraflüssigkeit nimmt anteilmäßig mit sinkender Temperatur zu, im gleichen Maße verringert sich der Anteil der Normalkomponente, qualitativ dargestellt in der folgenden Abbildung.

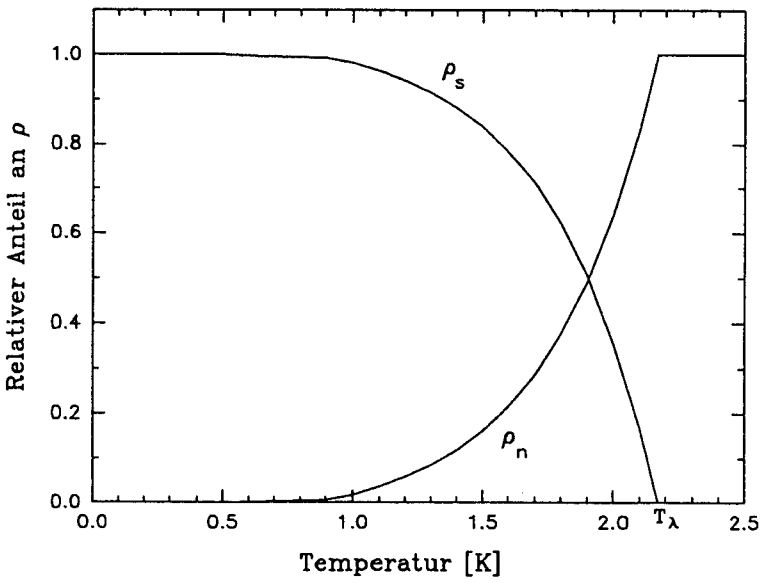

Abb. 6: Dichtezusammensetzung von HeII aus der Normaldichte ρ_n und der suprafluiden ρ_s

Innerhalb des HeII kommt es zu zwei verschiedenen Strömungen der Bestandteile. Die Normalkomponente fließt von der Wärmequelle weg und verursacht dadurch einen Wärmetransport, während die suprafluide Komponente auf die Wärmequelle zufließt. Damit verbunden sind starke Konvektionsströme, die das HeII gleichmäßig erwärmen und somit die hohe Wärmeleitfähigkeit bedingen.

Der suprafluide Bestandteil verhält sich wie ein Bose–Einstein–Kondensat und besitzt die Entropie Null; er ist frei von Viskosität. Diese makroskopischen Eigenschaften werden (falls vorhanden) vom verbleibenden Normalanteil getragen. Ausführlichere Darstellungen hierzu finden sich z.B. in [Atk59].

[11] Kryotechnisch gesehen macht gerade dieses Filmkriechen große Schwierigkeiten, da es zu zusätzlichen Wärmelecks führt und die Abdampfrate erhöht.

4.2 Funktionsprinzip

Die Temperaturerniedrigung im Kryostaten wird durch die Senkung des Druckes über der flüssigen Phase des Kühlmittels erreicht, das seine Temperatur entsprechend der Dampfdruckkurve ändert. Temperaturen im $1\,K$ Bereich können nach diesem Prinzip nur mit Helium als Kältemittel erreicht werden, da es im Gegensatz zu anderen Flüssigkeiten nicht fest wird.

Welche Minimaltemperaturen sich erreichen lassen hängt dabei ganz entscheidend vom benutzten Pumpsystem ab, welches den Druck erniedrigen muß. Die Abhängigkeit der Temperatur vom Druck ist aus der Dampfdruckkurve in Abb.5 ersichtlich. Ihr Anstieg wird beschrieben durch die Gleichung von Clausius–Clapeyron:

$$\frac{dp}{dT_{\mathrm{Gas}}} = \frac{S_{\mathrm{Gas}} - S_{\mathrm{Fl}}}{V_{\mathrm{Gas}} - V_{\mathrm{Fl}}}\,, \tag{6}$$

wobei V_{Gas} bzw. V_{Fl} die Volumina der gasförmigen bzw. flüssigen Phase sind und $S_{\mathrm{Gas}} - S_{\mathrm{Fl}}$ die Entropieänderung beim Phasenübergang bedeutet, die nach dem II.Hauptsatz mit der Verdampfungsenthalpie über $T(S_{\mathrm{Gas}} - S_{\mathrm{Fl}}) = L(T)$ zusammenhängt.

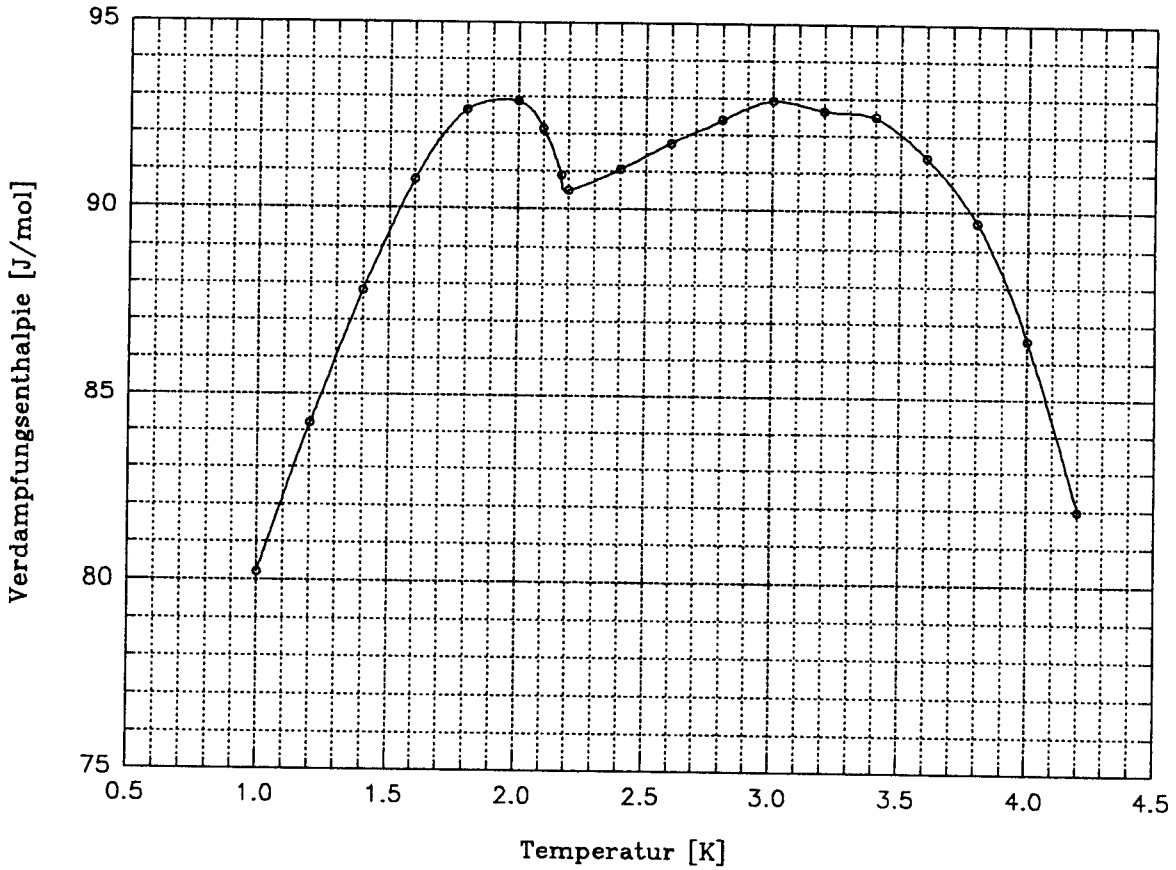

Abb. 7: Verdampfungsenthalpie von Helium, Datenpunkte aus [ER54]

Das molare Flüssigkeitsvolumen V_{Fl} kann gegen das des Gases V_{Gas} vernachlässigt werden ($V_{\mathrm{Gas}} \approx 700\,V_{\mathrm{Fl}}$) und mit der Gleichung des idealen Gases $pV_{\mathrm{Gas}} = \nu kT$ schreibt sich Gl.(6) als

$$\frac{dp}{dT_{\mathrm{Gas}}} = \frac{L(T)}{T} \cdot \frac{p}{\nu kT}$$

bzw. integriert

$$p(T) \propto \exp\left(\frac{L(T)}{\nu k T}\right) . \tag{7}$$

Prinzipiell könnte der Druck und damit die Temperatur beliebig gesenkt werden, wenn es wegen der endlichen Güte der thermischen Isolation nicht zu einer gewissen Grundbelastung $\dot{Q}_0$ käme, die zur ständigen Abdampfung des Heliums führt. Der Enddruck über der Flüssigkeit wird damit abhängig von der Saugleistung des Pumpstandes.

Der Wärmeinput $\dot{Q}_0$ bedingt die Abdampfung von $\dot{n} = \dot{Q}_0/L(T)$ Molen Helium, die vom Pumpsystem abgeführt werden müssen. Aus dem idealen Gasgesetz ergibt sich für das molare Volumen des bei Sättigungsdampfdruck p_s abgedampften Heliums (Index 0 für Normalbedingungen):

$$V_s = \frac{p_0 V_0}{p_s} \cdot \frac{T_s}{T_0} \quad \text{bzw.} \quad V_{\text{mol}} = \frac{p_0 V_0}{p_s}$$

eingangsseitig der Pumpe bei Normaltemperatur[12].

Das heißt, vom Pumpsystem mit Saugleistung S können maximal

$$\dot{n} = \frac{S}{V_{\text{mol}}} = \frac{\dot{Q}}{L(T)}$$

Mole Helium pro Zeiteinheit abgepumpt werden.

Der niedrigste Druck und damit die tiefste Temperatur, die erreicht werden kann, ist somit gegeben durch

$$p_s = \dot{Q}\,\frac{p_0 V_0}{L(T)} \cdot \frac{1}{S} .$$

Hierüber ist auch die Kühlleistung $\dot{Q}$ des Kryostaten bestimmt, also die Wärmemenge, die bei gegebener Temperatur T (bzw. Druck p_s) und Pumpstanddimensionierung noch verarbeitet werden kann.

$$\dot{Q} = \frac{L(T)}{p_0 V_0} \cdot p_s \cdot S . \tag{8}$$

Nachstehende Tabelle zeigt die tiefsten Temperaturen und maximalen Kühlleistungen bei 1 K, die mit der in Bochum vorhandenen Anlage theoretisch zu erreichen sind. Die tatsächlich erreichbaren Werte werden allerdings abhängig sein vom effektiven Saugvermögen der Pumpen an der Flüssigkeitsoberfläche. Dieses ist bestimmt durch den Strömungswiderstand innerhalb der Kryostathülle und des Rohrleitungssystems und läßt sich experimentell ermitteln (vgl. Abschnitt 6.2).

Im Hinblick auf die tiefste erreichbare Temperatur stellt der letzte Wert das dar, was mit akzeptablen technischen Aufwand noch zu realisieren ist, da zur weiteren Temperaturverringerung ein exponentiell wachsendes Saugvermögen notwendig ist.

Für die Temperaturbereiche bis hinab zu 300 mK wird daher als Kältemittel ^{3}He benutzt, dessen Dampfdruckkurve gegenüber der von ^{4}He zu kleineren Temperaturen verschoben ist.

[12] Der Druckabfall zwischen Eingangsseite der Pumpe und Dampfraum bleibt zunächst unberücksichtigt

Saugleistung m^3/h	Minimaltemperatur bei $\dot{Q}_0 = 100\,mW$	$\dot{Q}_0 = 50\,mW$	$\dot{Q}_0 = 20\,mW$	Kühlleistung bei $1\,K$	Bemerkung
3000	$860\,mK$	$810\,mK$	$790\,mK$	$471\,mW$	in Betrieb
8000	$790\,mK$	$740\,mK$	$700\,mK$	$1257\,mW$	im Aufbau
11000	$775\,mK$	$730\,mK$	$690\,mK$	$1728\,mW$	1&2 parallel

Tabelle 1: Erreichbare Temperaturen und Kühlleistungen

Für gleiche Temperatureinstellungen ist also ein höherer Druck erlaubt, so daß das verwendete Pumpsystem kleiner dimensioniert werden kann[13] [Shv66].

Nur der Vollständigkeit halber sei erwähnt, daß für Temperaturen von einigen $10\,mK$ Dilutionkryostate eingesetzt werden, die als Kältemittel ein $^3He/^4He$–Gemisch benutzen, und der Kühleffekt auf die Verdampfung von ^3He in superfluides ^4He beruht [Lou74].

Der Vorteil der ^4He–Kryostate gegenüber den anderen Typen ist allerdings die hohe Kühlleistung, die sowohl einen Einsatz am intensiven Elektronenstrahl als auch die Verwendung größerer Mengen Targetmaterial, bei der für die DNP entsprechend hohe Mikrowellenleistung erforderlich ist, ermöglicht.

4.3 Funktioneller Aufbau

Der Kryostat (Abb.8) arbeitet zweistufig, wobei die erste Stufe durch den Separator mit seinem Pumpsystem, die zweite durch die innere Hülle ("Futteral") mit dem angeschlossenen Roots–Pumpstand (vgl. Abschnitt 3.5) gegeben ist.

Das flüssige Helium gelangt über einen vakuumisolierten Heber ("Transferline") in den Separator , wo eine Phasentrennung zwischen flüssigem und während des Überfüllens verdampften Helium stattfindet. Um Verwirblungen in der flüssigen Phase zu vermeiden, ist der Separator auf halber Höhe mit einem Bronze–Sinterfilter ausgerüstet. Das gasförmige Helium wird abgepumpt und der Druck im Separator zur Vorkühlung der Flüssigkeit erniedrigt.

Der Zufluß in den untersten Teil des Kryostaten, der für die DNP als Mikrowellen–Cavity ausgebildet ist, kann je nach Betriebszustand auf zwei verschiedene Wege erfolgen. Im stationären Betrieb, d.i. der Betriebszustand, bei dem der Kryostat abgekühlt und der Heliumzulauf in die Cavity so eingestellt ist, daß das verdampfte Helium gerade durch das zulaufende ersetzt wird[14], wird das Helium über die beiden Wärmetauscherpakete unterhalb des Separators in die Cavity geleitet.

Diese Wärmetauscher bestehen aus je fünf engmaschig gelochten Kupferscheiben, auf denen die Cavityzuleitung zur thermischen Kontaktierung aufgelötet ist. Gekühlt wird diese Anordnung im Gegenstromverfahren durch das aus der Cavity verdampfende Helium. Das Helium, in diesem Temperatur/Druck–Bereich ein nahezu ideales Gas, hat mit $c_p = \frac{5}{2}R = 5.19\,\frac{J}{gK}$ eine wesentlich höhere spezifische Wärmekapazität als die Flüssigkeit im unteren Wärmetauscher (vgl. Abb.5), so daß die Temperaturdifferenz zwischen in die Cavity strömendem und darin befindlichem Helium sehr gering ist. In den oberen, wärmeren Regionen des Wärmetauschers allerdings übersteigt die Wärmekapazität der Flüssigkeit die des Gases, zudem hat das gasförmige Helium eine geringe Wärmeleitfähigkeit, so daß durch die geometrische Anordnung ein guter Kontakt zwischen Gas und Wärmetauscheroberfläche gewährleistet werden

[13] Allerdings schränkt der hohe Preis von etwa $220\,TM$ pro l Flüssigkeit die Verwendung stark ein.

[14] Also der Betriebszustand, bei dem die Polarisationsexperimente stattfinden

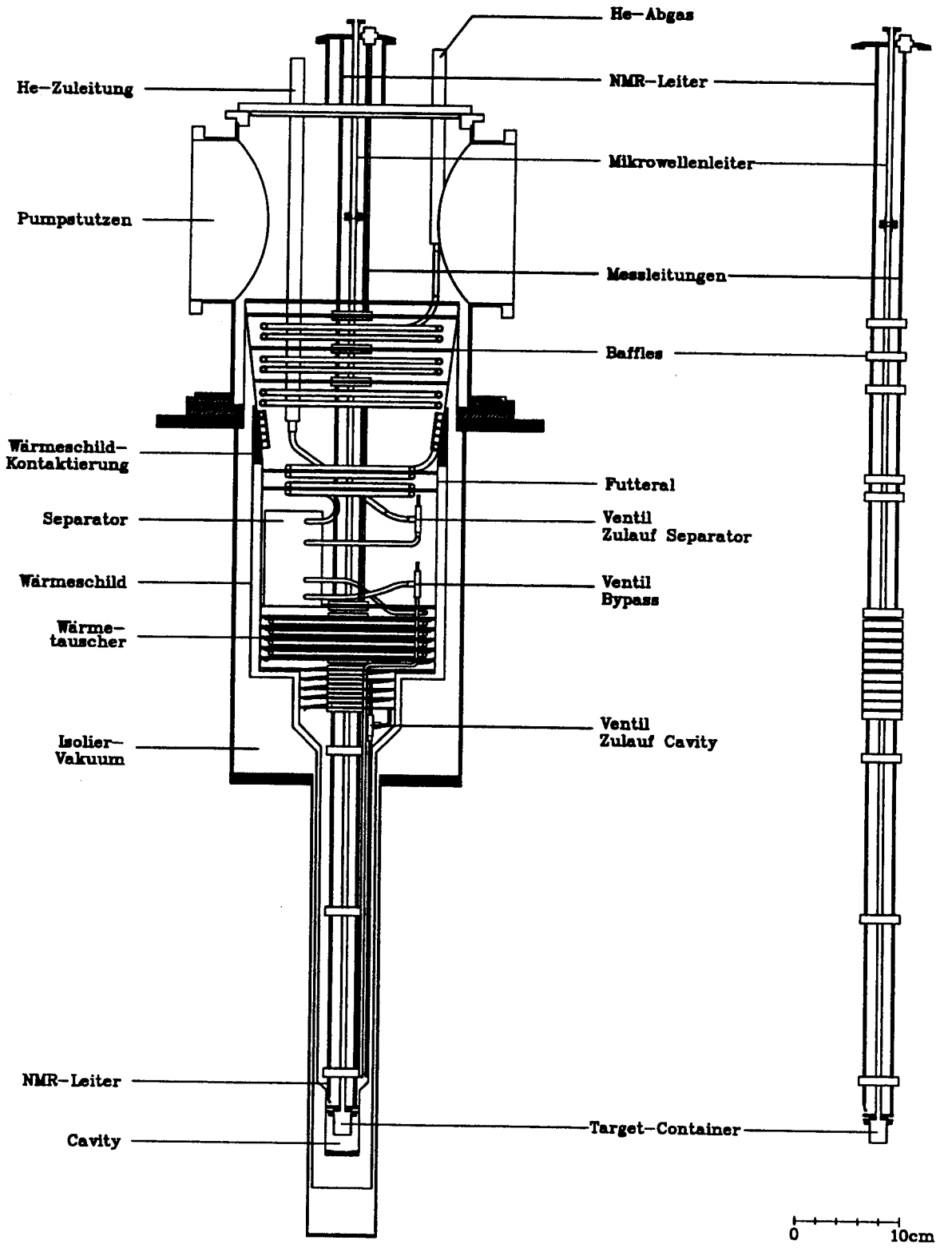

Abb. 8: Kryostat und Einsatz

muß. Dies wurde durch den Einsatz einer relativ hohen Anzahl von Scheiben mit Löchern geringen Durchmessers, die scheibenweise gegeneinander versetzt sind, realisiert.

Für die Abkühlphase des Kryostaten können die Wärmetauscher über den Bypass umgangen werden, wodurch ein schnelleres Abkühlen erreicht wird, da die Cavity–Zuleitung wegen des sehr geringen Durchmessers von 1.4 mm einen nicht unerheblichen Strömungswiderstand für das Helium darstellt[15].

Um den Separator vor Wärmestrahlung von oben zu schützen, sind zwischen Deckelflansch und Separatorebene insgesamt fünf Baffles, gelochte Kupferscheiben, eingebracht, von denen die beiden untersten mit der Separatorabgasleitung kontaktiert sind und darüber aktiv gekühlt werden. Die Kühlung der oberen erfolgt durch das abgepumpte Helium aus der Cavity .

Der gesamte Kryostat befindet sich in einer dreischaligen Hülle, die im unteren Teil der Geometrie des Magneten angepaßt ist und sich nach oben des günstigeren Pumpquerschnittes wegen aufweitet.

Zwischen Außen– und Innenhülle ist ein kupferner Strahlungsschild angebracht, der im oberen Bereich durch das Separatorabgas gekühlt wird. Die Wärmschildkontaktierung ist konisch geformt und so gearbeitet, daß sie mit der Separatorabgasleitung auf Passung sitzt. Zur Optimierung des Wärmeübertrages besteht die Abgasleitung in diesem Bereich aus Rechteckrohren, die eine gute Flächenkontaktierung gewährleisten.

Um den Wärmeübertrag durch Konvektionsströme zu minimieren befindet sich zwischen Außen– und Innenhülle ein Isoliervakuum mit $p_{iso} < 10^{-6}\, mbar$ [16].

Im oberen Teil geht die Hülle in einen einwandigen Kopf über, an dem symmetrisch zwei Pumpstutzen, die zum Roots–Pumpstand führen, angebracht sind. Nach oben abgeschlossen wird die Hülle durch den Deckelflansch, der sämtliche Versorgungs– und Meßanschlüsse sowie die Führung für den Einsatz enthält.

4.3.1 Toploader

Die Besonderheit dieses Kryostaten ist seine Ausführung als Toploader. Das heißt, daß das Target von oben in den Kryostaten eingebracht werden kann, ohne daß dieser aufgewärmt bzw. aus seiner Hülle geholt werden muß.

Der dazu notwendige Einsatz ist in Abb.8 dargestellt. Er ist im wesentlichen ein Probenhalter, der noch den NMR– und Mikrowellenleiter sowie das Cavitythermometer enthält. Zur Abschirmung der Wärmestrahlung ist der Einsatz mit einer Reihe von Baffles versehen, die so angeordnet sind, daß sie mit den Baffles des Kryostaten kontaktieren.

Die Vorteile des Einsatzes ergeben sich dabei aus den vergleichsweise geringen geometrischen Abmessungen und aus der sehr viel geringeren Masse. Dieses erleichtert insbesondere die Handhabung, vor allem bei temperaturempfindlichen Targetmaterialien, da erst der Kryostat auf entsprechende Temperaturen abgekühlt werden kann. Auf die ansonsten übliche (und bei temperaturempfindlichen Proben notwendige) Stickstoffvorkühlung kann damit auch verzichtet werden.

[15] Während des Abkühlens arbeiten die Wärmetauscher noch nicht so effektiv, so daß das Helium nicht suprafluid wird.

[16] In der Vakuumtechnik ist die Einheit *mbar* nach wie vor der abgeleiteten SI–Einheit *Pa* vorgezogen, daher soll sie auch im folgenden benutzt werden. Für die Umrechnung gilt: $1\, mbar = 100\, Pa$

Die geringe Masse des Einsatzes macht es möglich bei Polarisationsmessungen einen schnellen und sicheren Probenwechsel durchzuführen, der es erlaubt innerhalb eines Meßzyklus viele verschiedene Targetmaterialien zu untersuchen. Die Effektivität der Anlage wird diesbezüglich gegenüber einer konventionellen Auslegung um ein Vielfaches gesteigert.

Zudem ist die Möglichkeit gegeben, experimentabhängig verschiedenste Einsätze zu benutzen bzw. den vorhandenen Einsatz optimal an das jeweilige Experiment anzupassen. So befindet sich derzeit ein Einsatz im Bau, mit dem deuterierter Wasserstoff unmittelbar vor dem Polarisieren verfestigt werden soll [Rad].

4.4 Thermische Belastung

Wie in Abschnitt 4.2 ausgeführt, ist die tiefste im stationären Betrieb erreichbare Temperatur abhängig von der in den Kryostaten eingebrachten Leistung, die sich aus einen experimentabhängigen Anteil und einen konstruktionsbedingten zusammensetzt.

Während der Wärmeinput durch das Polarisationsexperiment vom jeweiligen Aufbau selbst abhängig ist, läßt sich der kryostatabhängige Anteil, der die Grundbelastung $\dot{Q}_0$ verursacht, durch geeignete konstruktive Maßnahmen (Strahlungsschilde, Abgaskühlung, Verwendung thermischer Isolatoren) minimieren.

In den folgenden Abschnitte wird näher auf die einzelnen Wärmequellen eingegangen, die zur Belastung von Cavity und Separator beitragen.

Der besseren Übersicht wegen ist in Abbildung 9 ein Temperaturprofil, das durch Messungen an ausgezeichneten Stellen im Kryostaten aufgenommen wurde, dargestellt.

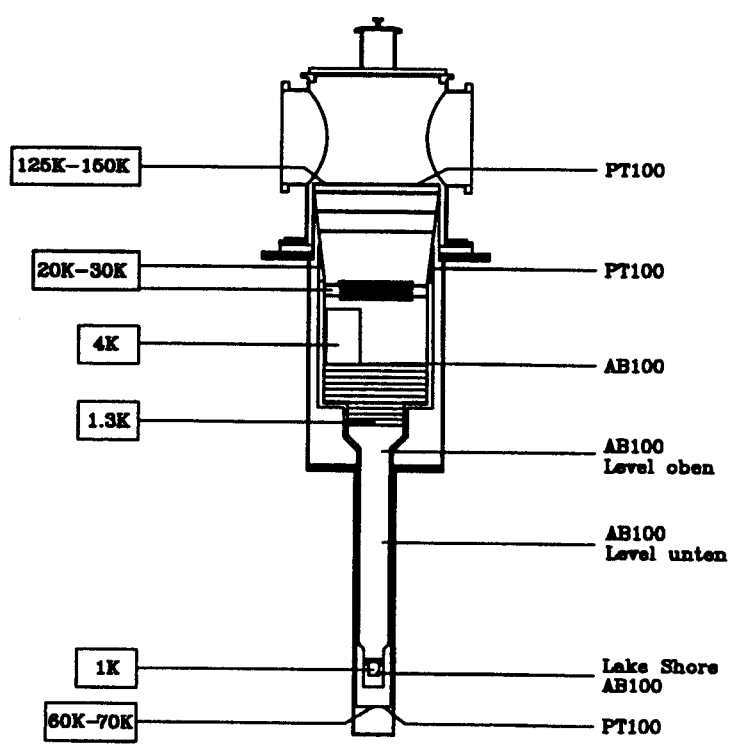

Abb. 9: Temperaturprofil im Kryostaten, rechts sind die verwendeten Thermometer bezeichnet.

4.4.1 Wärmestrahlung

Mit dem Stefan–Boltzmann Gesetz folgt für die Strahlungsleistung, die einer Fläche A_2 (Temperatur T_2) von einer ihr umschliessenden Fläche A_1 (Temperatur T_1) zugeführt wird [FH81]:

$$\dot{Q}_{\text{rad}} = \varepsilon_r A_1 \sigma \left(T_2^4 - T_1^4\right) \quad \text{mit} \quad \varepsilon_r = \left(\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{A_1}{A_2}\left(\frac{1}{\varepsilon_2} - 1\right)\right)^{-1}, \tag{9}$$

wobei ε_i die Emissionsgrade der Flächen und σ die Stefan–Boltzmann–Konstante ist.
Zur Minimierung von $\dot{Q}_{\text{rad}}$ müssen bei vorgegebener Geometrie T_2 und ε_i möglichst gering gehalten werden. Letzteres kann, da ε eine Materialkonstante ist, nur durch die Verwendung geeigneter Werkstoffe (siehe Tabelle 2) erreicht werden.

Werkstoff	Oberflächentemperatur		
	$300\,K$	$70\,K$	$4\,K$
Aluminium			
elektrolytisch poliert	0.03	0.018	0.011
Kupfer			
mechanisch poliert	0.03	0.019	0.015
elektrolytisch poliert		0.015	0.006
oxidiert	0.60		
Edelstahl	0.08	0.048	
Al–Mylarfolie		0.023	

Tabelle 2: Emissionskoeffizienten nach [FH81]

T_2 läßt sich praktisch dadurch reduzieren, daß zwischen den beiden Flächen weitere (sogenannte Strahlungsschilde)eingebracht werden, die die Möglichkeit haben unabhängig voneinander eine durch die jeweilige Einstrahlung festgelegte Zwischentemperatur anzunehmen und zudem die eingestrahlte Wärme auch abführen können. Für solche Anordnungen gilt in Modifikation von Gl.9 für n eingebrachte Schilde [FH81]:

$$\dot{Q}_{\text{rad}} = \varepsilon_r A_1 \sigma \left(T_{n+2}^4 - T_1^4\right) \quad \text{mit} \quad \varepsilon_r = \left(\sum_{i=1}^{n+1} A_1 \left(\frac{1}{A_i \varepsilon_i} + \frac{1}{A_{i+1}}\left(\frac{1}{\varepsilon_{i+1}} - 1\right)\right)\right)^{-1} \tag{10}$$

Der verwendete Kryostat besitzt ein Wärmeschild aus Kupfer, was vom Emissionsgrad her nicht das beste Material ist. Allerdings hat man einen Kompromiß zu schließen, da eine gute thermische Leitfähigkeit benötigt wird, um die auf den unteren Teil des Schildes eingestrahlte Leistung schnell genug abführen zu können. Der relativ schlechte Wert für ε wird dadurch kompensiert, daß der Schild mit mehreren Lagen Aluminium–bedampfter Mylarfolie (Superisolationsfolie) umwickelt ist. Zudem wirkt das Folienpaket ähnlich einem weiteren Strahlungsschild, allerdings mit geringerer Effektivität, da die Superisolation direkt auf den Schild angebracht ist und —obwohl einseitig nicht bedampft— über Wärmeleitung ankoppelt.

Diese Maßnahmen bewirken, daß im Betrieb der Schild auf eine Temperatur von etwa $60\,K$ gehalten werden kann. Zwar stellt sich an der Kontaktierung abhängig von der Abdampfrate eine Temperatur von $20\,K$ bis $30\,K$ ein, die endliche Wärmeleitfähigkeit bedingt jedoch einen Temperaturgradienten, der im unteren Teil bei ca. $60\,K$ endet.

Mit den Werten $T_1 = 1\,K$ (Cavitytemperatur), $T_2 = 60\,K$, $A_1 \approx 570\,cm^2$ (Fläche der Nase) und $A_2 \approx 715\,cm^2$ (entsprechende Fläche auf dem Kupferschild), sowie den Emissionsgraden $\varepsilon_1 = 0.03$ und $\varepsilon_2 = 0.6$ ergibt Gleichung 10 eine auf die Kryostatnase eingestrahlte Leistung von $\dot{Q}_{\text{rad}}^{\text{Nase}} = 1.3\,mW$.

Eine entsprechende Rechnung nur für den Cavitybereich führt zu $\dot{Q}_{\text{rad}}^{\text{cav}} = 0.17\,mW$, wobei $A_1 = 70\,cm^2$ und $A_2 = 195\,cm^2$ benutzt wurden.

Gegen Wärmestrahlung vom Deckelflansch ist die Cavity genügend durch die beiden Wärmetauscher abgeschirmt. Mit einem Temperatur–Offset von $300\,mK$ zwischen Cavity und unterem Wärmetauscher ergibt sich ein Wärmeinput von $\dot{Q}_{\text{rad}}^{\text{cav}} = 2.5 \cdot 10^{-9}\,mW$, der vernachlässigbar ist.

Die vom Deckelflansch auf den Separator eingestrahlte Leistung läßt sich mit Gleichung 10 abschätzen[17]. Messungen haben ergeben, daß sich, je nach Abdampfrate, auf dem obersten Baffle eine Temperatur zwischen $125\,K$ und $150\,K$ einstellt. Die vier zwischen diesem und der Separatorebene liegenden Baffles weisen eine grobe Lochstruktur auf und sind gegeneinander so versetzt, daß jeweils zwei von oben gesehen eine geschlossene Fläche bilden. Diese Baffles schützen die nachfolgende Wärmeschildkontaktierung und die darunterliegenden Wärmetauscher vor zu hoher Wärmeeinstrahlung.

Die beiden separatornächsten Baffles sind aktiv durch das Separatorabgas gekühlt. Temperaturmessungen für die weiter unten liegende Wärmeschildkontaktierung ergaben Werte zwischen $20\,K$ und $30\,K$, so daß mit Temperaturen in dieser Größe auch auf diesen Baffles gerechnet werden kann. Der Wärmeinput in die Separatorebene ist somit: $\dot{Q}_{\text{rad}}^{\text{sep}} = 0.3\,mW$.

Die Einstrahlung von der Kryostathülle auf den Separator ist durch den Wärmeschild auf $\dot{Q}_{\text{rad}} = 6\,mW$ reduziert.

Insgesamt ist die thermische Belastung der relevanten Teile des Kryostaten im unteren mW–Bereich und somit als sehr gering anzusehen.

4.4.2 Wärmeleitung

Der Wärmeleitungsstrom $\dot{Q}_L$ durch einen Festkörper konstanten Querschnitts A und Länge l ist gegeben durch

$$\dot{Q}_L = \frac{A}{l} \int_{T_1}^{T_2} \lambda(T)\, dT\,, \tag{11}$$

wobei $\lambda(T)$ die Wärmeleitfähigkeit des Materials und $T_2 - T_1$ die Temperaturdifferenz zwischen den Enden ist. Ändert sich der Querschnitt stufenweise, so ist

$$\dot{Q}_L = \left(\sum_{i=1}^{n} \frac{l_i}{A_i} \right)^{-1} \cdot \int_{T_1}^{T_2} \lambda(T)\, dT\,, \tag{12}$$

wobei n die Anzahl der Abschnitte mit konstantem A_i ist.

Das Wärmeleitungsintegral $\int \lambda(T)\, dT$ findet sich in der Literatur (z.B. [TP70] oder [FH81]) tabelliert für verschiedene Werkstoffe. Tabelle 3 gibt hieraus einen Auszug für die im Kryostaten verwendeten Materialien.

[17] Die Forderung nach den vollkommen umschliessenden Flächen ist zwar nicht erfüllt, allerdings wird die Benutzung von Gl.10 dadurch gerechtfertigt, daß die emittierte Strahlung, wenn nicht auf das Baffle, dann doch auf die Innenseite der inneren Hülle und von dort überwiegend reflektiert auf die anderen Baffles trifft.

Die Wahl der verarbeiteten Werkstoffe richtete sich nach ihrer Funktion im Kryostaten. So finden für Teile, die von oben nach unten (in die Cavity) führen, gundsätzlich Materialien Verwendung, die schlecht wärmeleitend sind, während für die horizontalen Kryostatebenen zur gleichmäßigen Temperaturverteilung und besseren Wärmeabführung gute thermische Leiter eingesetzt werden.

Werkstoff	$\int \lambda(T)\,dT$ in [W/cm] von–bis		
	$2\,K$–$4\,K$	$4\,K$–$76\,K$	$76\,K$–$300\,K$
Kupfer	4.4	686	936
Aluminium	0.7	220	508
Edelstahl (V2A)	0.0034	3.17	27.4
Messing	0.3	16.2	156
Teflon	–	0.13	0.79

Tabelle 3: Wärmeleitungsintegrale

Der Wärmeleitungsstrom $\dot{Q}_L^{\text{cav}}$ in die Cavity erfolgt über direkt in sie führende Bauteile, im einzelnen:

- die Kryostatinnenhülle
- der Einsatz
- die Stablisierungs– und Versorgungsröhrchen
- die Meßleitungen

Eine Worst–Case Rechnung[18] mit Gleichung (12) ergibt für $\dot{Q}_{L,F}^{\text{cav}}$ über die Innenhülle als obere Grenze $20\,mW$. Eine analoge Rechnung führt für den Einsatz mit Mikrowellenleiter ($T_2 = 300\,K$) und den zwischen den Baffles angebrachten Stabilisierungsröhrchen auf $\dot{Q}_{L,E}^{\text{cav}} = 12\,mW$.

Die Meßkabel des Cavitythermometers bestehen aus einer speziellen Phosphor–Bronze–Legierung, deren thermische Leitfähigkeit sehr gering ist. Das NMR–Kabel ist mit den Baffles des Einsatzes thermisch kontaktiert und besteht überdies im metallischen Teil aus einer schlecht wärmeleitenden Kupfer–Beryllium–Legierung. Beide Anteile tragen zum Wärmeinput in die Cavity weniger als $10^{-2}\,mW$ bei.

Die Belastung über das Bypass– und Cavityzulaufröhrchen liegt wegen der geringen Temperaturdifferenz zwischen Separator ($T_2 = 4\,K$) und Cavity ($T_1 = 1\,K$) im unteren μW–Bereich.

Man erhält also als obere Grenze für die durch Wärmeleitung verursachte Belastung der Cavity einen Wert von

$$\dot{Q}_L^{\text{cav}} \approx 33\,mW$$

Die Belastung des Separators rührt von der Wärmeleitung entlang der Heliumzuleitung und des Druckmeßanschlusses her. Beide sind aus V2A–Edelstahl gearbeitet und führen nach Gl.(11) zu einem Wärmeinput von

$$\dot{Q}_L^{\text{sep}} \approx 20\,mW$$

[18] Für die Länge l wurde dabei nicht der Wert bis in die Cavity benutzt, sondern bis zum Anfang der Nase, da im Betrieb das Helium bis hierher stehen kann und der Wärmeinput entsprechend Gl.(11) durch die das kleinere l größer wird.

4.4.3 Wärmeinput durch Heliumzufluß

Den Hauptteil an der thermischen Belastung der Cavity stellt das aus dem Separator zufließende Helium dar. Im Betrieb wird der Separator bei etwa $4\,K$ gefahren (Separatordruck etwa $800\,mbar$), so daß der Temperatur–Offset zu einer massenflußabhängigen Belastung von

$$\dot{Q}_{\text{offset}} = \dot{m} \cdot \int_{T_{\text{cav}}}^{T_{\text{sep}}} c_s(T)\, dT \;, \tag{13}$$

mit $c_s(t)$ der spezifischen Wärmekapazität von Helium (vgl. Abb.5), führt.

Im stationären Betrieb wird Helium ausschließlich über die Wärmetauscher zugeführt, da eine Einleitung über den Bypass zu hohe Eintrittstemperaturen zur Folge hätte, die einen entsprechenden Wärmeinput mit sich bringen würden. Für die obere Temperaturgrenze ist somit die Temperatur des Heliums hinter dem letzten Wärmetauscher einzusetzen, die mit $1.3\,K$ abgeschätzt werden kann[19].

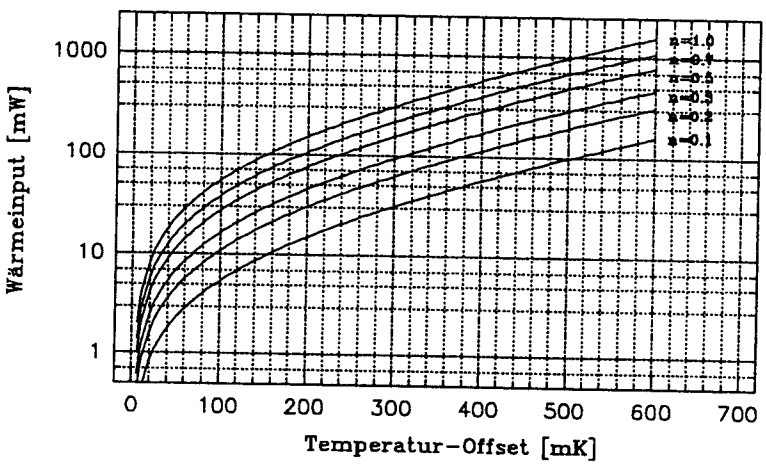

Abb. 10: Cavitybelastung durch Heliumzufluß

Nach [Atk59] kann die spezifische Wärmekapazität im Intervall von $0.6\,K$ bis $1.4\,K$ beschrieben werden durch

$$c_s(T) = 0.1004 \cdot T^{6.2} \cdot \frac{J}{gK} \;,$$

wobei T als dimensionslose Größe einzusetzen ist. Mit Gl.(13) und $\dot{m} = \dot{n} \cdot m_{\text{mol}}$, n der Molzahl, folgt für den Wärmeinput

$$\dot{Q}_{\text{offset}} = 0.313 \frac{J}{mol} \cdot \dot{n} \;,$$

d.h. bei einem Fluß von $1\,mol/s$ wird die Cavity mit $313\,mW$ belastet. Dieser Wert ist empfindlich abhängig vom Temperaturunterschied zwischen Cavity und Wärmetauscher und damit von der Güte der Wärmetauscher . Abbildung 10 zeigt den Wärmeinput bei verschiedenen Massenflüssen.

[19] Diese Abschätzung beruht auf Messungen, die von Roubeau an einem horizontalen Kryostaten, dessen Wärmetauscher analog aufgebaut waren, mit einem 1000er Pumpstand durchgeführt wurden [Rou66].

4.4.4 Belastung durch Mikrowellen und Meßeinrichtungen

Für die DNP wird bei einem Magnetfeld von $2.5\,T$ und einer Temperatur von $1\,K$ pro cm^3 Targetmaterial eine Mikrowellenleistung von $50\,mW$–$100\,mW$ benötigt [Ma+69].

Demgegenüber ist der Beitrag, der durch die Thermometrie verursacht wird verschwindend, da die Auslese des Cavity– und der Levelwiderstände durch die Meßbrücke mit einer Spannung von $3\,mV$ erfolgt, was zu einem Leistungsinput pro Widerstand ($R \approx 30\,k\Omega$ bei $1\,K$) von $P_R = U^2/R = 3 \cdot 10^{-7}\,mW$ führt. Die Zuleitungen tragen bei einem spezifischen Widerstand von $3.3\,\Omega/m$ im unteren μW–Bereich zur thermischen Belastung bei.
Analoges gilt für den Beitrag der NMR.

4.4.5 Gesamtbelastung

Zu der theoretischen Grundbelastung $\dot{Q}_0 = \dot{Q}_{\text{rad}} + \dot{Q}_L$ der Cavity von etwa $36\,mW$ kommt noch der Wärmeinput, der durch den suprafluiden Heliumfilm verursacht wird.
Abdampfratenmessungen (siehe Abschnitt 6.2) haben ergeben, daß die gesamte Grundbelastung bei

$$\dot{Q}_0 \approx 55\,mW$$

liegt. Das heißt, der suprafluide Film macht mindestens 33 % der Grundbelastung aus.

Im stationären Betrieb eines Polarisationsexperimentes ist der Wärmeinput im wesentlichen durch Mikrowelleneinstrahlung bei der DNP gegeben, die auch den Massenfluß des Heliums in die Cavity bestimmt, da der abgedampfte Teil zum stabilen Lauf des Kryostaten ersetzt werden muß.

5 Thermometrie

Die Temperaturüberwachung im Kryostaten geschieht je nach Temperaturbereich durch verschiedene Widerstände, die als Thermometer kalibriert sind. Tabelle 4 zeigt die im Kryostaten verwendeten Widerstände, ihren sensitivsten Bereich sowie ihre Magnetfeldabhängigkeit.

Thermometer	Widerstandstyp	Meßbereich	Fehler bei $B = 2.5T$
PT 100	Platin	$\sim 50\,K - 300\,K$	0.5 %
AB 100	Kohle	$0.5\,K - 5\,K$	0.5 %
Lake Shore	Ge–Halbleiter	$0.3\,K - 8\,K$	5 % – 20 %

Tabelle 4: Temperaturmeßwiderstände

5.1 Oberer Temperaturbereich

Für den Temperaturbereich oberhalb von $50\,K$ werden Metallwiderstände vom Typ PT100 eingesetzt, die aus einen in Keramik vergossenen Platindraht bestehen. Diese Widerstände haben zwischen etwa $50\,K$ und $300\,K$ eine lineare R/T–Charakteristik[20], die durch eine einfache Zwei–Punkt–Eichung bestimmt werden kann.

Gefertigt sind die PTs so, daß sie am Eispunkt ($T = 273.15\,K$) einen Widerstand von $100\,\Omega$ haben. Als zweiter Kalibrationspunkt diente der Siedepunkt von flüssigem Stickstoff ($T = 77.35\,K$), der einem Widerstand von $20.58\,\Omega$ entsprach.
Damit bestimmt sich der R/T–Zusammenhang zu:

$$T[K] = 2.47 \cdot R_{\mathrm{PT100}}[\Omega] + 26.6 \tag{14}$$

Diese Thermometer haben am Eispunkt eine Genauigkeit von ± 0.12 % und weisen auch nach vielen Kalt/Warm–Zyklen nur eine typische Drift kleiner als $0.05\,K$ (bei $0°C$) auf [Tel].

Die Platinwiderstände werden im Kryostaten zur Überwachung der Kupferschildtemperatur vor allem während der Abkühlphase, sowie zur Kontrolle des Bereiches unterhalb des Deckelflansches eingesetzt.

Um den Temperaturverlauf in der Cavity während der Abkühlphase beobachten zu können, wurde eine Hochtemperatur–Eichung des Cavitywiderstandes gegen einen PT100 im Bereich von $50\,K$–$80\,K$ durchgeführt[21].
In Abbildung 11 ist die Temperatur, berechnet nach Gl.(14), gegen den Widerstand des AB100 aufgetragen.
Man erkennt einen annähernd linearen R/T–Zusammenhang, der mit einem Regressionskoeffizienten von 0.9989 beschrieben werden kann durch:

$$T[K] = -1.63 \cdot R_{\mathrm{AB}}[\Omega] + 283.8 \tag{15}$$

In einer Vergleichsmessung wurde der Stickstoffpunkt des AB mit $129.0\,\Omega$ bestimmt. Gleichung (15) liefert hingegen $126.6\,\Omega$ und damit eine Temperaturabweichung von $2.4\,K$ absolut

[20] Widerstands–Temperatur Charakteristik

[21] Da der Kryostat i.a. mit flüssigem Stickstoff vorgekühlt wird, reicht eine Kalibrierung in diesem Temperaturbereich.

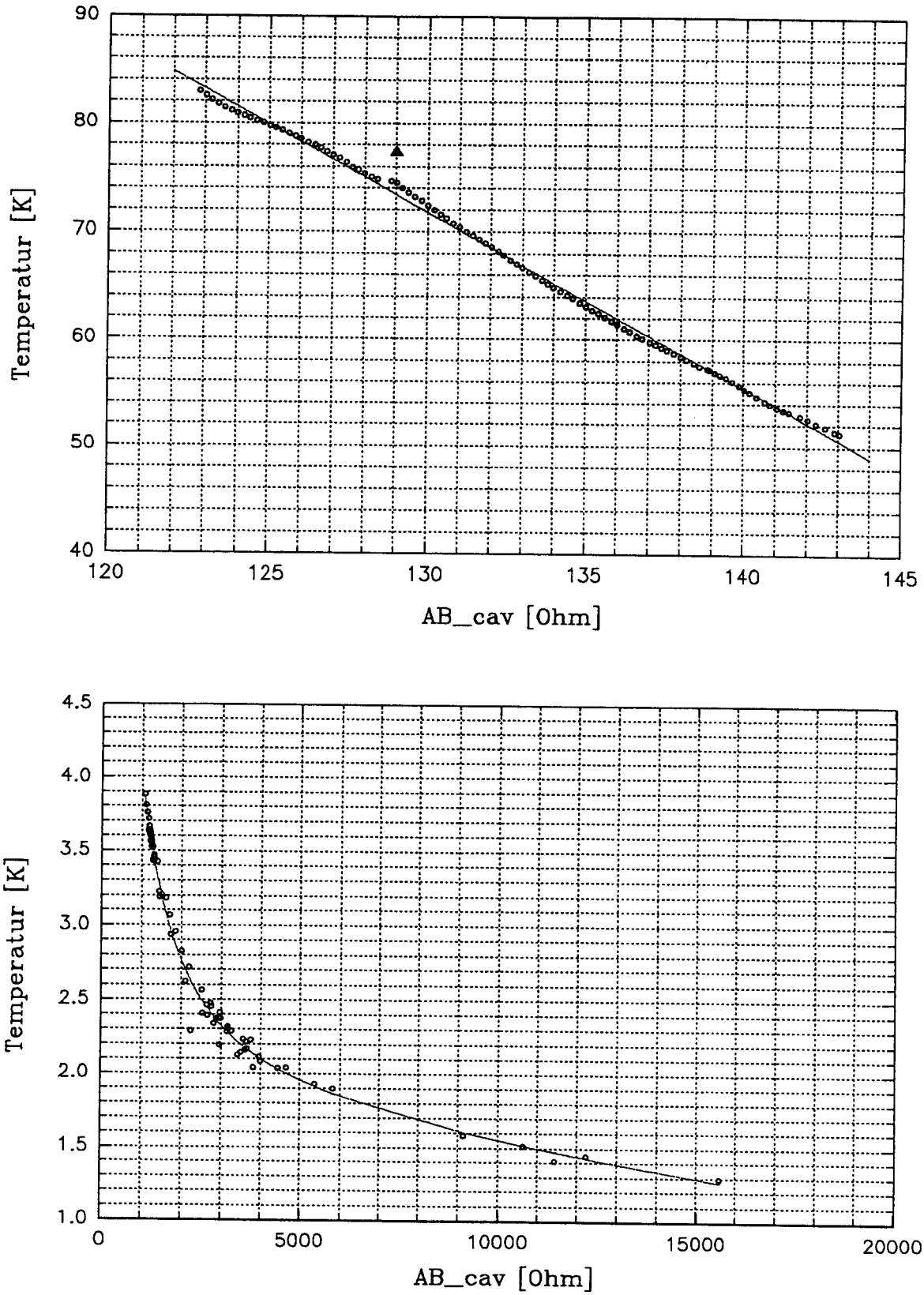

Abb. 11: Kalibrationskurven für den Cavitywiderstand. Der ausgezeichnete Punkt in der oberen Kurve ist der Vergleichswert für die Hochtemperaturkalibration.

bei Stickstofftemperatur, was allerdings in diesem Temperaturbereich unproblematisch ist, da lediglich der Verlauf der Abkühlung beobachtet werden soll und es dabei nicht auf die exakte Temperaturbestimmung ankommt.

5.2 Unterer Temperaturbereich

Im Temperaturbereich unterhalb von $5\,K$ werden zur Thermometrie Halbleiter– bzw. Kohlewiderstände benutzt, die eine ausgeprägte negative R/T–Charakteristik aufweisen, d.h. der Widerstandswert steigt mit sinkender Temperatur stark an.

Der Lake Shore[22] Germaniumwiderstand wird wegen seiner starken Magnetfeldabhängigkeit nicht zur langfristigen Temperaturmessung in der Cavity eingesetzt, da dies zu nicht akzeptablen Fehlern in der TE–Polarisationsbestimmung führen würde (vgl. Gl.(4)), sondern dient zur Kalibrierung anderer Widerstände.

Die R/T–Charakteristik des Ge–Widerstandes wird beschrieben durch ein Tschebyscheffpolynom, dessen Koeffizienten werksseitig so bestimmt sind, daß die Temperatur mit einer Genauigkeit von 0.1 % bestimmt werden kann [LS].

Für den Temperaturbereich bis etwa $1.5\,K$ hat sich die Charakteristik von Kohlewiderständen der Fa. Allen&Bradley (Typ AB100) wegen des steilen Anstiegs in der R/T–Kurve als günstig erwiesen.

Die Stabilität der ABs bleibt auch nach vielen Kalt/Warm Zyklen erhalten, so daß eine Rekalibration i.a. nicht erforderlich ist. Die schwache Magnetfeldabhängigkeit macht sie zudem für den Einsatz in der Cavity benutzbar.

5.2.1 Kalibration des Cavitywiderstandes

Die Eichung des AB100 in der Cavity erfolgte über den Lake Shore, für den eine Eichkurve mit entsprechenden Koeffizienten vorliegt.

In Abbildung 12 sind die gemessenen Widerstandswerte des AB gegen die Temperatur (berechnet aus den gemessenen Lake Shore Werten) aufgetragen. Die durchgezogene Linie ist der Fit an die Meßdaten, der nach [Ken93] dem Polynom

$$T = a_1 x^{-1} + a_2 + a_3 x + a_4 x^2 \tag{16}$$

mit $x = \ln(R_{AB})$ folgt.

Für die Koeffizienten $a_1 \ldots a_4$ erhält man, je nachdem welcher Meßdatenbereich dem Fit zugrunde liegt, verschiedene Werte. Für Abb.12 erfolgte die Anpassung von Gl.(16) an die Meßdaten im Temperaturbereich bis hinauf zu $1.2\,K$.

Die errechneten Koeffizienten sind:

$$\begin{aligned} a_1 &= 25.344 & \qquad a_3 &= -0.507 \\ a_2 &= 1.479 & \qquad a_4 &= 0.023 \end{aligned}$$

Mit diesen Werten erhält man im Bereich bis $1.2\,K$ eine mittlere Abweichung (Standardabweichung) von $3.8\,mK$ gegenüber den mittels Lake Shore bestimmten Temperaturen, insgesamt also einen Fehler von ca. $5\,mK$ absolut zur tatsächlichen Temperatur.

[22] Lake Shore Cryotronics, Typ GR 200A-100

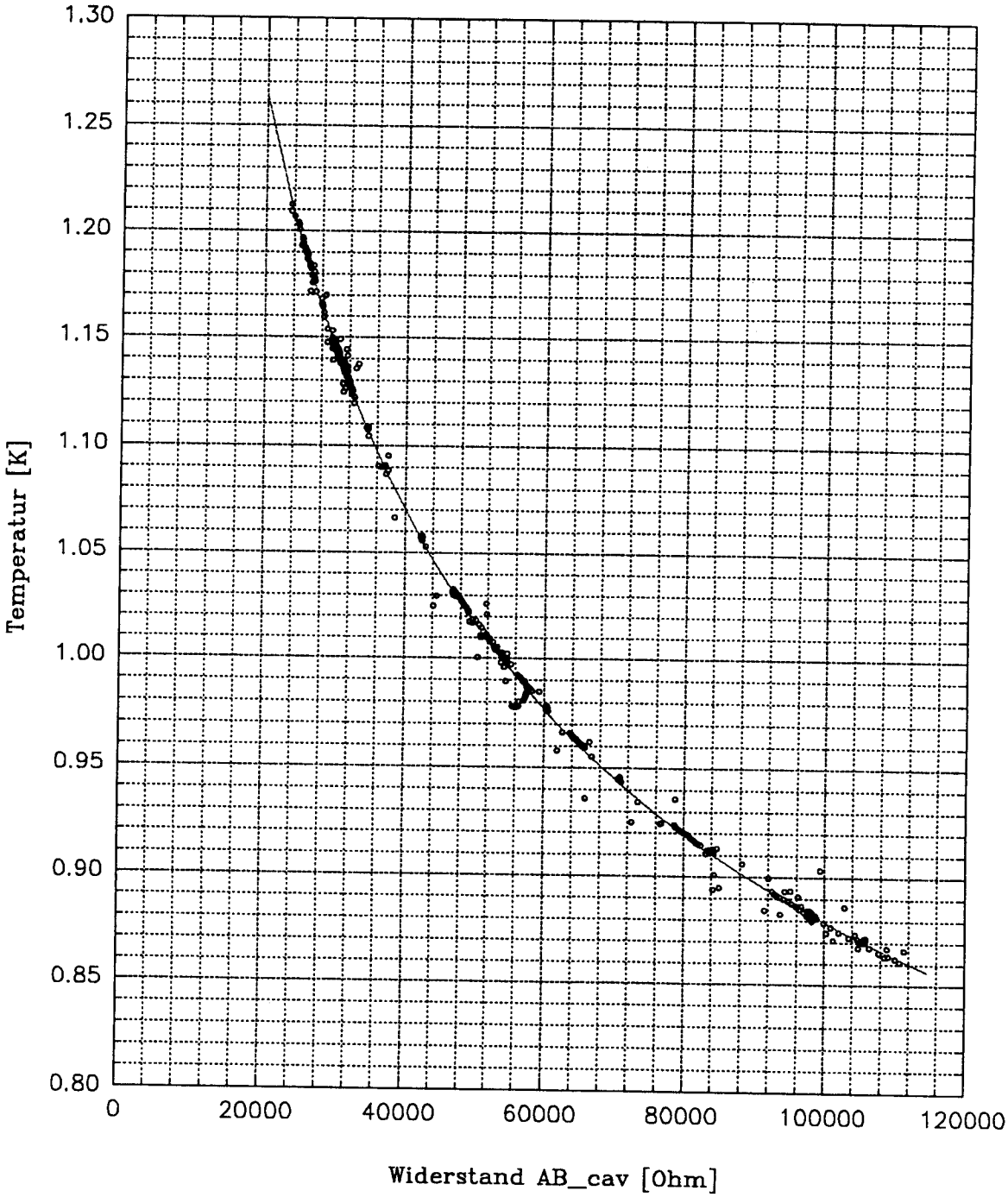

Abb. 12: Temperatur–Eichkurve des Cavitywiderstandes

Der Bereich über $1.2\,K$ ist bei diesen Fitkoeffizienten mit einem größeren Fehler (Standardabweichung $65\,mK$) behaftet, was aber unproblematisch ist, da der Kryostat seinen stabilen Arbeitsbereich bis $1.2\,K$ hat. Höhere Temperaturen tauchen nur während der Abkühlphase auf, in der man eine größere Abweichung in Kauf nehmen kann, da nur das prinzipielle Verhalten von Interesse ist.

Der Fit mit den obigen Koeffizienten wird umso schlechter, je höher die Temperatur wird. Für den Temperaturbereich bis $4\,K$ treten Fehler bis zu $1.1\,K$ absolut auf. Für diesen Bereich ist daher Gleichung (16) mit den Koeffizienten

$$\begin{aligned} a_1 &= 707.331 & a_3 &= 26.126 \\ a_2 &= -231.247 & a_4 &= -0.998 \end{aligned}$$

zu versehen (Abb.11), bei der die Standardabweichung mit $63mK$ deutlich niedriger ist.

5.3 Auslese der Widerstände

Die eingesetzten Widerstände werden durch eine Wechselstrommeßbrücke (AVS) ausgelesen. Um die Fehler bei der Auslese möglichst gering zu halten, erfolgt die Widerstandsbestimmung in der Cavity über eine Vierpolmessung, bei der der Widerstand mit einem konstanten Strom belastet und der sich einstellende Spannungsabfall direkt am Widerstand abgegriffen wird. Diese Art der Messung ist wegen des hohen Eingangswiderstandes des Meßgerätes (nahezu) unabhängig von den Zuleitungswiderständen und damit nicht sensitiv auf temperaturinduzierte Widerstandsänderungen in den Zuleitungen. Besonders die möglichst exakte Bestimmung des Cavitywiderstandes (und damit der Temperatur) ist sehr wichtig, da durch die Fehler in der Temperaturmessung wesentlich die Fehler der Polarisationsmessung verursacht werden [Rei94].

Da die begrenzte Anzahl der elektrischen Durchführungen aus dem Kryostaten die Auslese aller Widerstände in Vierpol–Technik nicht gestattet, sind die kryostatinternen Zuleitungen aus einer speziellen Phosphor–Bronze Legierung, deren spezifischer Widerstand mit $\rho = 3.3\,\Omega/m$ über den gesamten Temperaturbereich nahezu konstant bleibt, so daß eine Korrektur der gemessenen Werte —wo nötig— möglich ist.

Der Meßfehler, der durch Eigenerwärmung und damit Änderung des Widerstandes verursacht wird, ist vernachläsigbar, da die AVS mit Meßspannungen von maximal $3\,mV$ arbeitet, was zu keiner nennenswerten Aufheizung der Widerstände führt[23].

[23] Die Verlustleistung in den Widerständen ist wegen $P = U^2/R$ auf jeden Fall kleiner als $10^{-5}W$, was aufgrund der grossen Wärmekapazität des Heliums gut weggekühlt werden kann.

6 Funktionsmessung

Um die Einsatzfähigkeit des Kryostaten zu testen wurden verschiedene Funktions– und Testmessungen durchgeführt. Dabei wurde insbesondere untersucht:

- Das Abkühlverhalten mit und ohne LN_2–Vorkühlung[24]
- Die Kühlleistung, sowie die erreichbare Minimaltemperatur
- Die LHe–Niveaumessung[25] in der Kryostatnase

6.1 Abkühlverhalten

6.1.1 Vorkühlung

Zur Vorkühlung von Kryostat, innerer Hülle und Wärmeschild werden bis zu $4\,l$ LN_2 in die Kryostathülle gefüllt, die innerhalb von 2–3 Stunden verdampfen und Kryostat und Innenhülle auf annähernd LN_2 –Temperatur bringen.

Die Abkühlung des Wärmeschildes ist in Abbildung 13 dargestellt. Sie bestimmt die Dauer der Vorkühlung, da der Schild am langsamsten auf die Temperaturänderung reagiert. Die optimale Vorkühlzeit ist dann erreicht, wenn der Schild im Cavitybereich seine Minimaltemperatur erreicht hat (bei etwa $3\,l$ LN_2 nach ca. $3\,h$).

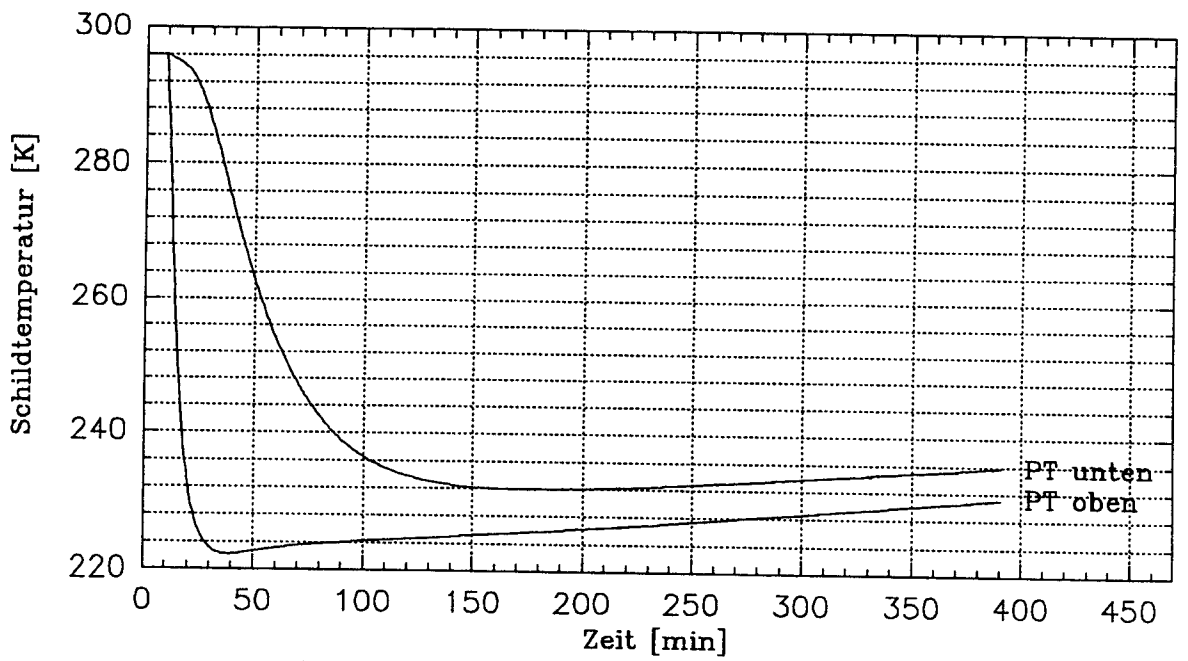

Abb. 13: Temperaturverlauf auf dem Wärmeschild bei LN_2 –Vorkühlung. PT oben bzw. PT unten sind die Widerstände an der Wärmeschildkontaktierung bzw. im Cavitybereich.

Bei der Vorkühlung wird neben der Verdampfungsenthalpie des Stickstoffs auch noch der Kälteinhalt des Gases ausgenutzt, der unter anderem für die Abkühlung des Wärmeschildes verantwortlich ist. Bei Erhöhung der LN_2 Menge und entsprechender Ausdehnung der

[24] Liquid Nitrogen
[25] Liquid Helium

Abkühlphase können dadurch auch tiefere Temperaturen als die dargestellten 220 K erreicht werden, da mit Erreichen der Stickstofftemperatur des Kryostaten der Kälteinhalt des Gases im wesentlichen für die Abkühlung des Wärmeschildes zur Verfügung steht.

Das Vorkühlen verkürzt nicht nur die Kaltfahrzeit und den LHe–Verbrauch (vgl. Tabelle 5), sondern bewirkt auch, daß der Wärmeschild möglichst schnell auf seine Arbeitstemperatur von ca. 60 K – 70 K im Cavitybereich gelangt. Dadurch ist die thermische Belastung durch Wärmestrahlung schon bei Erreichen des Arbeitspunktes des Kryostaten auf ein Minimum reduziert.

Kältemittel	LHe		LN_2
Endtemperatur des Metalls	4.2 K		77.3 K
Anfangstemperatur des Metalls	300 K	77.3 K	300 K
Metall			
Aluminium	1.60	0.22	0.63
Edelstahl	0.80	0.10	0.33
Kupfer	0.80	0.16	0.28

Tabelle 5: Kältemittelverbrauch in l zur Kühlung von 1 kg Metall (nach [FH81])

Probleme mit der LN_2–Vorkühlung tauchen dann auf, wenn der Stickstoff nicht vollständig abgedampft ist und sich Flüssigkeit in den Helium–Versorgungsröhrchen zur Cavity sammelt. Diese Flüssigkeit friert in der folgenden Abkühlphase aus und verstopft die Cavityzuleitungen, so daß ein Aufwärmen des Kryostaten auf über Stickstofftemperatur notwendig wird. Es ist daher absolut notwendig, den flüssigen Stickstoff notfalls mit Hilfe von warmen Heliumgas vollständig zu verdampfen, bevor das eigentliche Kaltfahren des Kryostaten beginnt.

Der einfacheren Handhabbarkeit wegen kann allerdings auf eine Vorkühlung verzichtet werden, da auch auf die Temperaturempfindlichkeit von Targetmaterialien wegen der Toploader-ausführung des Kryostaten keine Rücksicht genommen werden muß.

6.1.2 Abkühlphase

Die Abkühlphase (mit oder ohne Vorkühlung) ist dadurch charakterisiert, daß das in den Separator überfüllte Helium durch Bypass– und Cavityzulauf–Leitung in die Cavity strömt, wo es verdampft und die darüberliegenden Teile des Kryostaten, sowie die Innenhülle abkühlt. Im linken Teil der Abbildung 14 ist der typische Verlauf einer Abkühlphase anhand des Cavitywiderstandes gezeigt.

Der linke Teil der Kurve stellt sie Abkühlung der Cavity auf annähernd LHe–Temperatur dar. Die Schwankungen im mittleren Teil weisen darauf hin, daß die Temperatur nahe der des Siedepunktes vom Helium ist. Flüssigkeit tropft in die Cavity , kann sich allerdings nicht halten und verdampft wieder, da der Leistungsinput über Wärmeleitung und dem Heliumzufluß noch zu groß ist. Ist der Punkt erreicht, wo die Wärmetauscher soweit durch das verdampfende Helium abgekühlt sind, daß die Kühlleistung ausreicht, um diesen Wärmeinput zu bewältigen, füllt sich der Kryostat mit flüssigem Helium und erreicht seinen stabilen Arbeitspunkt.

Die Schwankungen im rechten Teil der Kurve rühren von der Einstellung des Arbeitspunktes her, die durch Änderungen des Heliumzulaufes in die Cavity und Einstellung des Flüssigkeitsspiegels in der Nase bestimmt ist.

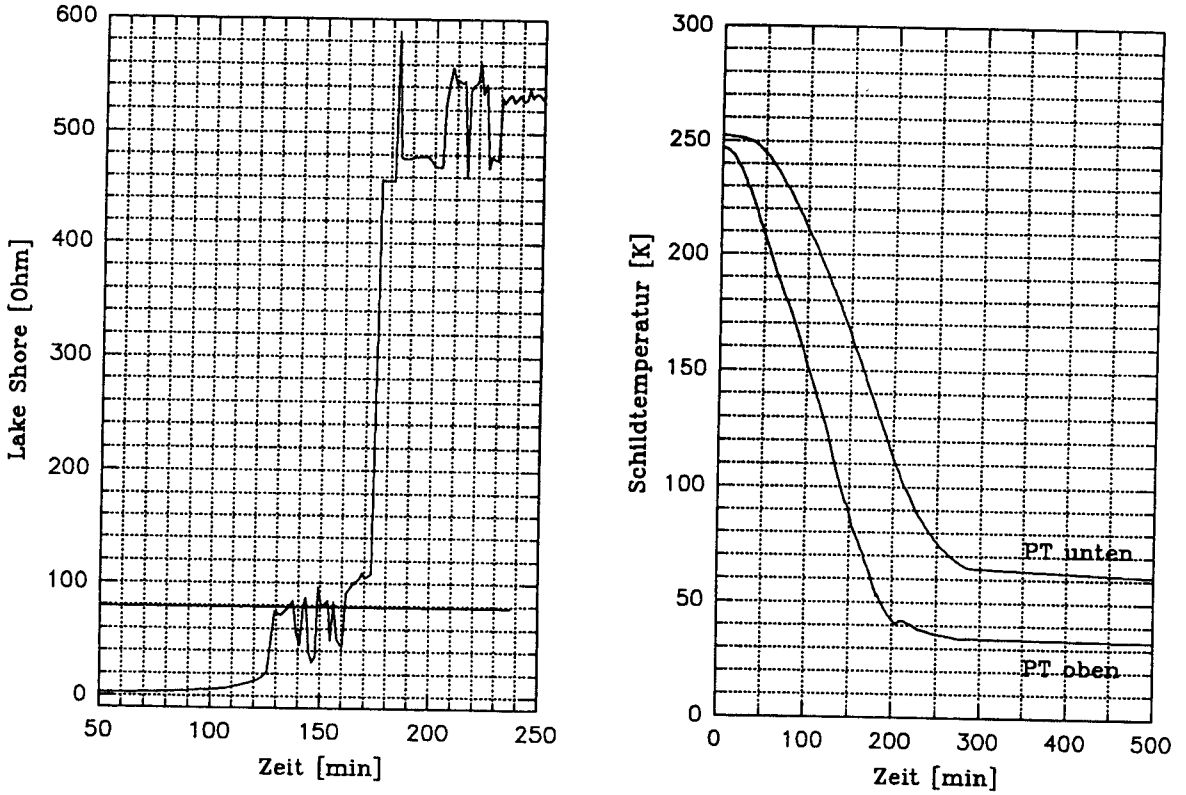

Abb. 14: Temperaturverlauf in der Cavity und auf dem Wärmeschild während der Abkühlphase. Die waagerechte Linie in der linken Abbildung markiert den LHe–Punkt des Lake Shore. Erinnert sei daran, daß der Lake Shore Widerstand eine negative R/T–Charakteristik hat. Hohe Widerstandswerte entsprechen also niedrigen Temperaturen.

Der Temperaturverlauf auf dem Wärmeschild ist im rechten Teil der Abbildung 14 dargestellt. Der Datennahme ging eine etwa einstündige Vorkühlung mit LN_2 voraus. Man erkennt, daß der Schild erst nach etwa 4h soweit abgekühlt war, daß die thermische Belastung der Cavity auf annähernd Grundbelastung zurückging.

Der Zeitbedarf und der LHe Verbrauch zum Abkühlen des Kryostaten auf Betriebstemperatur richtet sich nach der Vorkühlung und der Art des Kaltfahrens (vgl. nachfolgende Tabelle).

Vorkühlzeit	Abkühlzeit	LHe Verbrauch	Bemerkungen
ca. $2\,h$	180min	ca. $4\,l$	
ca. $2\,h$	120min	ca. $6\,l$	mit Kannenüberdruck
keine	240min	ca. $6l - 7.5l$	
keine	150min	ca. $7l - 8l$	mit Kannenüberdruck

Tabelle 6: Abkühlparameter

"Mit Kannenüberdruck" bedeutet, daß während der Abkühlphase der Vorratsdewar unter $200\,mbar$–$300\,mbar$ Überdruck stand, so daß das Helium schneller in den Separator gelangte. Dieser wurde dann mehr als üblich gepumpt, um das Helium stärker vorzukühlen.

6.2 Leistungsmessung

Der wichtigste Betriebsparameter des Kryostaten ist neben seiner tiefsten erreichbaren Temperatur seine Kühlleistung. Sie gibt Auskunft darüber, mit welchem Wärmeinput ein kontinuierlicher Betrieb möglich ist, bzw. welche Temperaturen sich unter Belastung einstellen.

Zur Leistungsmessung wurde über einen ohmschen Widerstand eine definierte Heizleistung in die Cavity eingebracht und die sich einstellende Temperatur und Abdampfrate bestimmt. Hierbei wurde der Heliumzulauf in die Cavity geschlossen, so daß außer der eingebrachten Leistung nur noch die Grundbelastung $\dot{Q}_0$ zum Wärmeinput beitrug.

Ein kontinuierlicher Zulauf, wie es im Betrieb notwendig ist, um das verdampfte Helium zu ersetzen, war wegen Problemen mit der Levelmessung nicht sinnvoll, da nicht entschieden werden konnte, ob durch den Zulauf der Flüssigkeitsspiegel effektiv erhöht wurde oder nicht (näheres hierzu im Abschnitt 6.3).

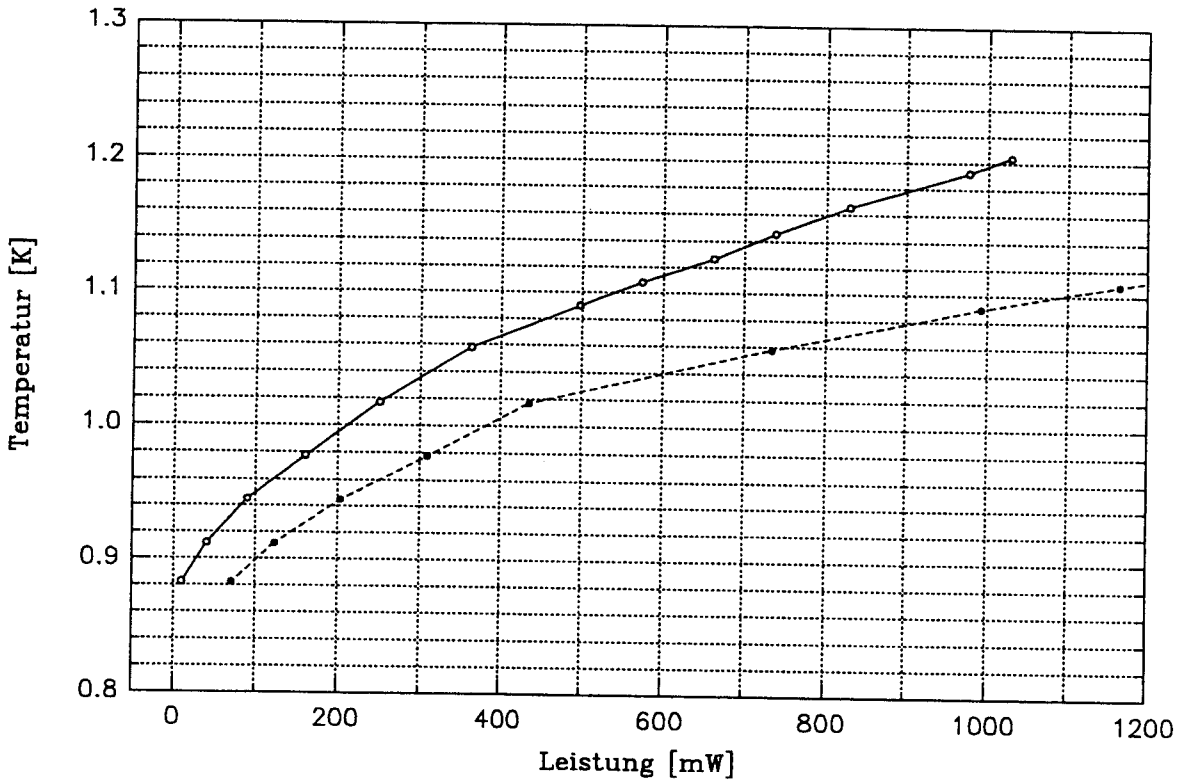

Abb. 15: Temperaturabhängige Gesamtkühlleistung des Kryostaten (siehe Text)

In Abbildung 15 ist das Ergebnis der Leistungsmessung dargestellt. Die gestrichelt eingezeichnete Kurve gibt den theoretisch zu erwartenden Verlauf an, zeigt allerdings eine zunehmende Abweichung zu den experimentell ermittelten Werten bei steigendem Leistungsinput.

Diese Abweichungen können dadurch erklärt werden, daß zur Berechnung der theoretischen Werte nach Gl.(8) ein konstantes Saugvermögen des Pumpsystems von $3000\,m^3/h$ zugrunde gelegt wurde. Durch den nicht unerheblichen Strömungswiderstand, der durch die Rohrverbindung Pumpstand – Kryostat, den sich ändernden Pumpquerschnitten und vornehmlich der starken Restriktion durch die Wärmetauscherpakete verursacht wird, ist das effektive Saugvermögen der Pumpen in der Kryostatnase allerdings reduziert.

Aus den gemessenen Werten für Temperatur und Leistungsinput läßt sich das tatsächliche

Saugvermögen an der Flüssigkeitsoberfläche bestimmen (vgl. Abschnitt 4.2). Das Ergebnis ist in Abbildung 16 dargestellt. Der Verlauf dieser Kurve steht im Einklang mit dem, was für das Roots–Pumpsystem erwartet wird, nämlich ein Maximum bei etwa 0.1 *mbar* [Tho94].

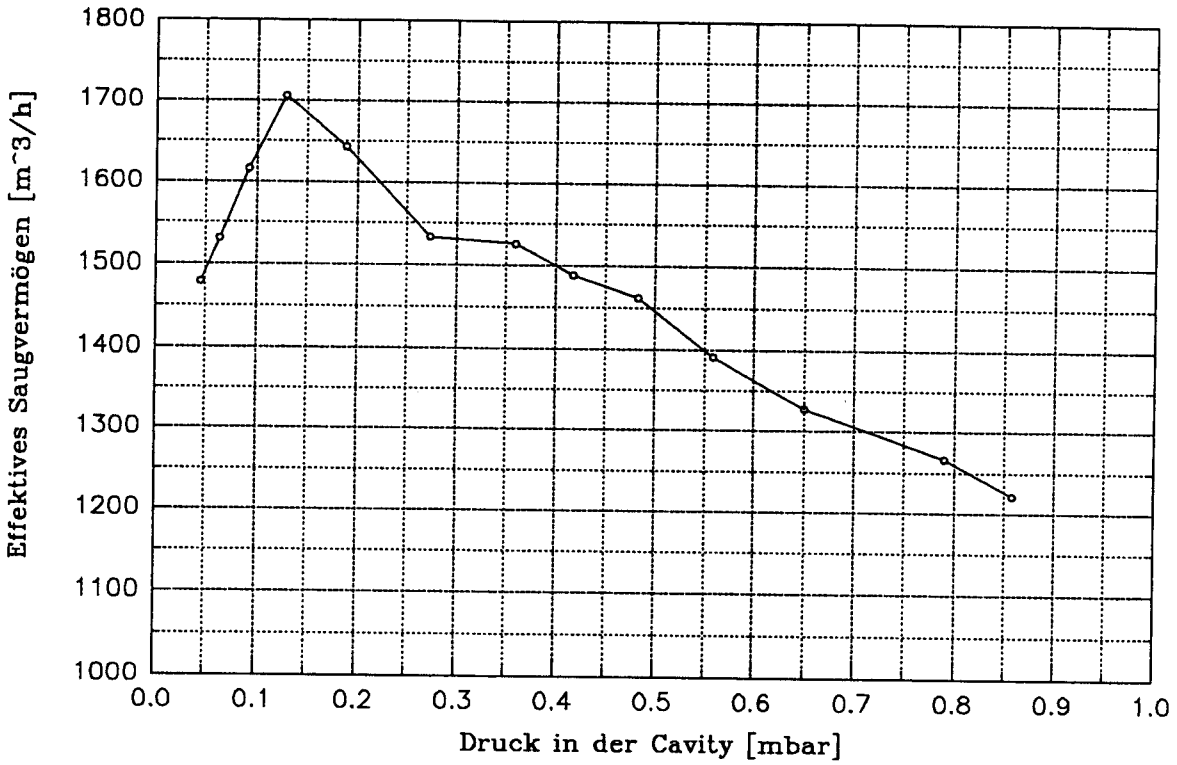

Abb. 16: Effektives Saugvermögen des Pumpsystems an der Flüssigkeitsoberfläche

Die gemessene Abdampfrate zeigt in guter Näherung eine lineare Abhängigkeit von der eingebrachten Leistung (Abb.17), jedoch ist auch hier eine zunehmende Abweichung zu den theoretisch ermittelten Werten im Bereich höheren Wärmeinputs zu erkennen. Der Grund hierfür liegt aber nicht in dem verminderten Saugvermögen der Pumpen[26], sondern ist der Abdampfung des suprafluiden Heliumfilmes zuzurechnen. Da die hierdurch bedingte Abdampfrate von der Größe der freien (der Verdampfung zu Verfügung stehenden) Oberfläche abhängt, ist der größer werdende Unterschied zwischen experimentellen und theoretischen Werten dadurch erklärbar, daß im Laufe der Leistungsmessung durch die Verdampfung des Heliums in der Nase der He–Level sank und damit mehr freie Oberfläche zur Verfügung gestellt wurde. Zusätzlich kann auch eine Abkühlung der oberen Wärmetauscherregionen auf Temperaturen unter dem λ–Punkt durch die stärkere Gegenstromkühlung bei höherem Leistungsinput bewirken, daß das HeII bis in diese Bereiche kriecht und damit sich zusätzliche Abdampfoberflächen ergeben.

Die Ausgleichsgerade in Abbildung 17 wird beschrieben durch

$$A[l/h] = 1.186 \cdot P[mW] + 63.763$$

mit einem Korrelationskoeffizienten von 0.99703.

[26] Die Abdampfrate ist nur vom Leistungsinput und von der Verdampfungsenthalpie bestimmt, siehe Abschnitt 4.2.

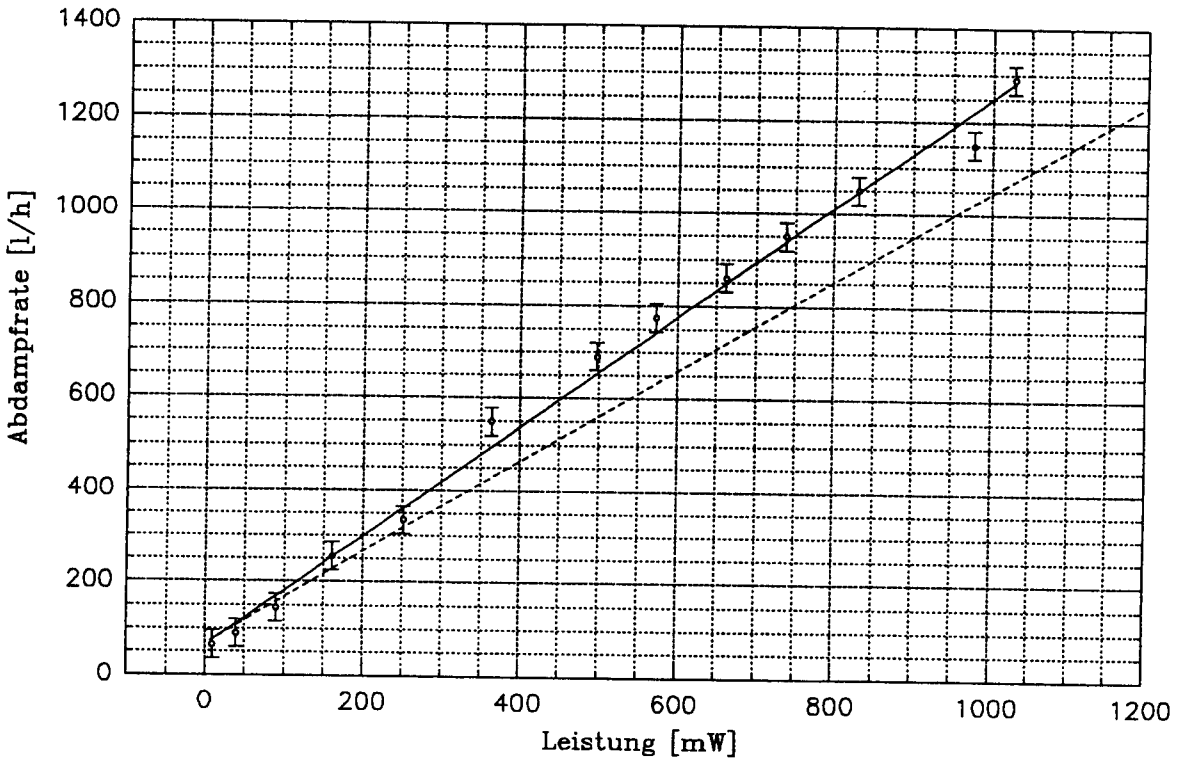

Abb. 17: Gemessene und theoretische Abdampfrate. Die Fehlerbalken berücksichtigen die Ableseungenauigkeit der Gasuhr.

Das bedeutet, daß pro mW eingebrachter Leistung etwa $1.2\,l$ Gas (bei Normalbedingungen), entsprechend etwa $1.5ml$ Flüssigkeit pro Stunde verdampfen. Extrapoliert man auf $P = 0$, so ergibt sich für die Grundbelastung ein Wert von

$$\dot{Q}_0 = 53.76\,mW\ .$$

Die maximal eingebrachte Leistung betrug $1050\,mW$. Mit der Grundbelastung erhält man also eine maximale Kühlleistung von

$$\dot{Q}_{\mathbf{max}} = 1100\,mW$$

bei einer Temperatur von etwa $1.2\,K$.

Die tiefste Temperatur, die während dieser Meßreihe aufgenommen wurde, betrug $830\,mK$. Von der Grundbelastung abgesehen, war der Kryostat dabei allerdings unbelastet. In diesem sogenannten *Single-Shot* Modus ist die erreichbare Endtemperatur sehr stark abhängig von der Grundbelastung, die ihrerseits im wesentlichem durch die Temperatur des Wärmeschildes vorgegeben ist (vgl. Abschnitt 4.4).

Bei den gemessenen $830\,mK$ lag die Schildtemperatur im Cavitybereich bei etwa $70\,K$. Nach einer Meßzeit von 12h war der Schild bis auf unter $60\,K$ abgekühlt, so daß eine Minimaltemperatur von

$$T_{\mathbf{min}} = 800\,mK$$

erreicht wurde.

6.3 Levelmessung

Um den Kryostaten effektiv fahren, seinen Arbeitspunkt exakt einstellen zu können, ist es unerläßlich, eine genaue Niveaumessung des Heliums in der Cavity bzw. Nase durchzuführen.

Die verwendete Zwei–Punkt Messung, bei der zwei Widerstände vom Typ AB100 bei Erreichen der LHe–Temperatur den Level definieren und die Einstellung der Füllhöhe in der Nase zwischen diesen beiden Marken erfolgt, hat sich als überaus unvorteilhaft erwiesen. Der Grund hierfür liegt in der Kriecheigenschaft des suprafluiden Heliumfilmes, der eine Abkühlung der Levelwiderstände bewirkte, ohne daß sich der Flüssigkeitsspiegel an den Meßpunkten befand. In Abb.18 ist ein typisches Verhalten der Levelwiderstände dargestellt.

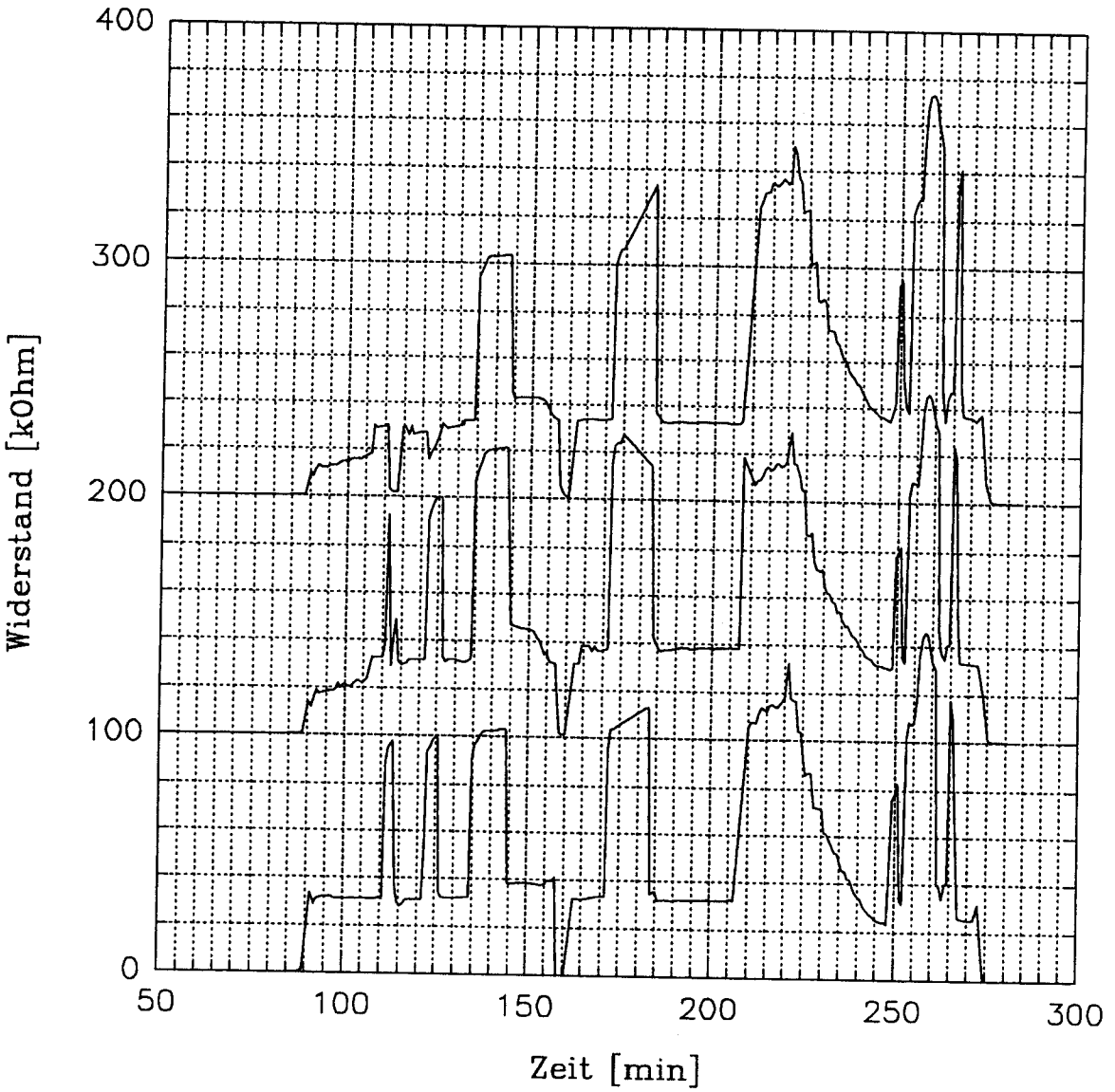

Abb. 18: Einfluß des suprafluiden Heliumfilmes auf die Levelmessung. Oben: Level oben; mitte: Level unten; unten: Cavitywiderstand. Die Levelwiderstände sind der Übersicht wegen um 100 $k\Omega$ bzw. 200 $k\Omega$ geshiftet.

Man erkennt, daß die beiden Widerstände fast gleichzeitig reagieren und sehr stark mit dem Cavitywiderstand dahingehend korreliert sind, daß sie annähernd instantan mit ihm die Änderung des Flüssigkeitsspiegels anzeigen. Die räumliche Entfernung zwischen Cavity und Levelwiderständen ist jedoch so groß, daß in diesen kurzen zeitlichen Abständen mindestens $300\,cm^3$ LHe verdampft sein müßten[27]. Abdampfmessungen haben allerdings ergeben, daß sich tatsächlich nur etwa $50\,cm^3$ Flüssigkeit in der Cavity befanden, diese also gerade gefüllt war. Der Abstand zum unteren Levelmesspunkt betrug dabei noch ca.$15cm$, zum oberen etwa $30cm$.

Ebenfalls als unbrauchbar hat sich die Verwendung eines supraleitenden Drahtes erwiesen, der eine (kontinuierliche) Levelmessung dadurch ermöglichen sollte, daß bei Eintauchen des Drahtes in das LHe die Temperatur unter die Sprungtemperatur fällt und sich der Widerstand nur durch den Anteil des nichteingetauchten Stückes ergibt.
Diese Art der Levelmessung, die bei den kommerziellen Kannenlevelmetern sehr gut arbeitet, hat sich als zu stark abhängig von der Abdampfrate im Kryostaten gezeigt. Das verdampfte Helium kühlte im interessierenden Bereich, der Nase, selbst den nicht eingetauchten Teil soweit, daß dieser supraleitend wurde und damit keine sinnvolle Aussage über den tatsächliches Füllstand zuließ.
Darüberhinaus ist die Verwendung eines supraleitenden Drahtes auch schon deswegen nicht als ideal anzusehen, weil zum Betrieb ein relativ hoher Strom benötigt wird, der einen entsprechenden Wärmeinput mit sich bringt.

Um einerseits die Probleme mit dem Filmkriechen zu umgehen, andererseits eine kontinuierliche Levelmessung durchführen zu können, ist geplant, den Kryostaten mit einem kapazitiven Levelmeter auszurüsten.
Dazu wird in die Nase elektrisch isoliert ein Metallzylinder eingebracht, der mit dem Innenbehälter ein Zylinderkondensator bildet. Je nach Höhe des LHe–Spiegels ändert dieser seine Kapazität aufgrund der unterschiedlichen Dielektrizitätskonstanten von flüssigen Helium $\varepsilon_{\mathrm{LHe}}$ und Heliumdampf $\varepsilon_{\mathrm{Dampf}}$.
Für die Kapazitätsänderung ΔC bezogen auf die Füllhöhe ΔL gilt:

$$\frac{\Delta C}{\Delta L} = 2\pi\epsilon_0 \cdot \frac{\varepsilon_{\mathrm{LHe}} - \varepsilon_{\mathrm{Dampf}}}{\ln\left(r_a/r_i\right)}$$

Bei einem Abstand $r_a - r_i$ von $2\,mm$ zwischen Außen– und Innenzylinder des Kondensators erhält man

$$\Delta C[pF] = 0.67 \cdot \Delta L[mm]\ .$$

D.h. für die gesamte Länge des Kondensators von etwa $300\,mm$ (entspricht der Länge der Kryostatnase) errechnet sich eine Kapazität von $200\,pF$, die gerade den Meßbereich des vorhandenen Kapazitätsmeßgerätes vollständig ausnutzt. Die Auslese des Kondensators wird ähnlich wie bei der Widerstandsauslese durch Vierpoltechnik erfolgen, so daß Kapazitäten in den Zuleitungen die Levelmessung nicht verfälschen.

Der suprafluide Heliumfilm hat keinen meßbaren Einfluß auf die Levelbestimmung, da er mit einer Dicke von $10^{-5}mm$ klein gegenüber dem Abstand der Kondensatorflächen ist.

[27] Das entspräche einem Leistungsinput von ca.$870\,W$!

Da der Innenzylinder noch unterhalb der Wärmetauscher endet, ist die zusätzliche thermische Belastung der Cavity durch Wärmeleitung entlang des Zylinders sehr gering. Bei einem angenommenen Temperatur–Offset von $0.3\,K$ ergibt sich nach Gl.(11) eine zusätzliche Belastung von weniger als $1\,mW$.

Ob und inwieweit die zusätzlich eingebrachte Fläche eine erhöhte Heliumabdampfrate und damit eine Verringerung der Kühlleistung mit sich bringt, bleibt noch zu messen.

Mit der kontrollierten Einstellung des Heliumlevels in der Nase ist es auch möglich, den Kryostaten hinsichtlich des Heliumverbrauches effektiver zu betreiben. Desweiteren wird die Möglichkeit geboten, die Güte der Wärmetauscher qualitativ zu bestimmen, indem bei konstant gehaltenem Level das Helium vom Separator eingelassen wird und der durch den Temperatur–Offset verursachte Wärmeinput über die Abdampfrate bestimmt wird. Dies ist deshalb von besonderem Interesse, da ein Großteil der thermischen Belastung des Kryostaten durch das in die Cavity fliessende Helium verursacht wird.

Die Änderung des Kryostaten wird zur Zeit durchgeführt, Testmessungen stehen daher noch aus. Jedoch zeigen ähnliche Systeme am SMC–Target (CERN, NA 47), daß diese Methode der Levelbestimmung sehr zuverlässig arbeitet.

7 Zusammenfassung

Die für Polarisationsexperimente erforderlichen Tieftemperaturen werden in der Bochumer Anlage durch einen ^{4}He-Verdampferkryostaten, zur Zeit kombiniert mit einem 3000er Roots–Pumpstand, bereitgestellt.
Diese Kombination zeigt folgende wesentliche Charakteristika:

- Die maximale Kühlleistung beträgt $1100mW$ bei einer Temperatur von $1.2K$.
- Als tiefste erreichte Temperatur werden $0.8K$ gemessen.
- Im stationären Betrieb liegt der LHe–Verbrauch bei etwa $3.0\frac{l}{h}$ - $3.5\frac{l}{h}$.
- Der Betriebsmodus wird nach ca. $2h$ Abkühlzeit erreicht.

Die Ausführung des Kryostaten als Toploader macht SOPHIE zu einer sehr effektiven Materialforschungsapparatur. Probenwechsel sind schnell und —gerade bei temperaturempfindlichen Materialien wichtig— wesentlich sicherer durchzuführen. Durch die Möglichkeit verschiedene, dem Experiment oder Material angepaßte Einsätze zu verwenden, bleibt man diesbezüglich weitestgehend flexibel.

Die thermische Isolation des Kryostaten hat sich als sehr gut herausgestellt. Die Grundbelastung macht mit ca. $55mW$ nur 5% der Gesamtkühlleistung aus.

Als sehr ungünstig hat sich die bis dato übliche Zweipunkt–Levelmessung des LHe in der Kryostatnase erwiesen, die wegen der ausgeprägten Kriecheigenschaft des suprafluiden HeII keine sinnvolle Aussage über den Füllstand zuließ.
Mit der Konzeption eines kapazitiven Levelmeters wird diesem Problem begegnet. Die kontinuierliche Arbeitsweise macht es überdies möglich, den Arbeitspunkt des Kryostaten einfach einzustellen und ferner die Güte und Effektivität der Wärmetauscher zu bestimmen und eventuell zu optimieren.

Der geplante Ausbau der Vakuumanlage auf ein 8000er Roots–Pumpsystem wird eine wesentliche Verbesserung der Kühlleistung mit sich bringen und damit die Kryoanlage nochmals für die Targetmaterialforschung optimieren.

A Kalibrationswerte des Cavitywiderstandes

AB [Ω]	T [mK]	AB [Ω]	T [K]	AB [Ω]	T [K]	AB [Ω]	T [mK]	AB [Ω]	T [mK]
20000	1264	55000	996.2	90000	898.1	125000	843.5	160000	807.9
21000	1249	56000	992.3	91000	896.1	126000	842.2	161000	807.1
22000	1235	57000	988.4	92000	894.1	127000	841.0	162000	806.2
23000	1222	58000	984.7	93000	892.2	128000	839.8	163000	805.4
24000	1209	59000	981.0	94000	890.3	129000	838.7	164000	804.6
25000	1197	60000	977.4	95000	888.5	130000	837.5	165000	803.8
26000	1185	61000	973.9	96000	886.7	131000	836.3	166000	803.0
27000	1174	62000	970.5	97000	884.9	132000	835.2	167000	802.2
28000	1164	63000	967.1	98000	883.1	133000	834.1	168000	801.4
29000	1155	64000	963.9	99000	881.3	134000	833.0	169000	800.6
30000	1145	65000	960.7	100000	879.6	135000	831.9	170000	799.9
31000	1136	66000	957.5	101000	877.9	136000	830.8	171000	799.1
32000	1128	67000	954.5	102000	876.3	137000	829.7	172000	798.4
33000	1120	68000	951.5	103000	874.6	138000	828.7	173000	797.6
34000	1112	69000	948.5	104000	873.0	139000	827.6	174000	796.9
35000	1104	70000	945.7	105000	871.4	140000	826.6	175000	796.2
36000	1097	71000	942.8	106000	869.8	141000	825.5	176000	795.4
37000	1090	72000	940.1	107000	868.2	142000	824.5	177000	794.7
38000	1083	73000	937.3	108000	866.7	143000	823.5	178000	794.0
39000	1077	74000	934.7	109000	865.2	144000	822.5	179000	793.3
40000	1071	75000	932.1	110000	863.7	145000	821.5	180000	792.6
41000	1064	76000	929.5	111000	862.2	146000	820.5	181000	791.9
42000	1059	77000	927.0	112000	860.8	147000	819.6	182000	791.2
43000	1053	78000	924.5	113000	859.3	148000	818.6	183000	790.5
44000	1047	79000	922.1	114000	857.9	149000	817.7	184000	789.8
45000	1042	80000	929.7	115000	856.5	150000	816.8	185000	789.2
46000	1037	81000	917.4	116000	855.1	151000	815.8	186000	788.5
47000	1032	82000	915.1	117000	853.8	152000	814.9	187000	787.8
48000	1027	83000	912.8	118000	852.4	153000	814.0	188000	787.2
49000	1022	84000	910.6	119000	851.1	154000	813.1	189000	786.5
50000	1018	85000	908.4	120000	849.8	155000	812.2	190000	785.9
51000	1013	86000	906.3	121000	848.5	156000	811.3	191000	785.3
52000	1009	87000	904.2	122000	847.2	157000	810.5	192000	784.6
53000	1004	88000	902.1	123000	845.9	158000	809.6	193000	784.0
54000	1000	89000	900.1	124000	844.7	159000	808.8	194000	783.4

Literaturverzeichnis

[AG78] A.Abragam, M.Goldman, *Principles of Dynamic Nuclear Polarization*; Reports on Progress in Physics Vol 41, 1978

[Atk59] K.R.Atkins, *Liquid Helium*; Cambridge University Press, 1959

[Bor71] M.Borghini, *Mechanism of Nuclear Dynamic Polarization by Electron–Nucleus Dipolar Coupling in Solids*; Proc. 2nd Int. Conf.on Polarized Targets, Berkeley 1971

[Cra95] D.G.Crabb, D.B.Day, *The Virginia/Basel/SLAC Polarized Target*; Nuclear Instruments and Methods A 356, 1995

[ER54] R.A.Erickson, L.D.Roberts, *Liquid Vapour Pressure–Temperature Scale*; Physical Review 93, 1954

[FH81] H.Frey, R.A.Haefer, *Tieftemperaturtechnologie*; VDI Verlag, 1981

[Goe94] S.Goertz, *Dynamische Kernspin–Polarisation strahlendotierter Lithiumwasserstoffe und deren Verhalten im intensiven Elektronenstrahl*; Dissertation Universität Bonn, Bonn–IR–95–08, 1994

[Ken93] A.Kent, *Experimental Low–Temperature Physics*; Mac Millian Press Ltd., 1993

[Lou74] O.V.Lounasmaa, *Experimental Principles and Methods below 1 K*; Academic Press London, 1974

[LS] Lake Shore Cryotronics Inc.; Kalibrationsbericht für den Germanium–Halbleiterwiderstand GR 200A-100

[Ma+69] S.Mango et.al. *A Butanol Polarized Proton Target*; Nuclear Instruments and Methods A 72, 1970

[Mey88] W.Meyer, *Polarized Target Physics at the Bonn Electron Accelerator*; Habilitationsschrift Universität Bonn, Bonn–IR–88–60, 1988

[Rad] E.Radtke, Diplomarbeit in Vorbereitung

[Rei94] G.Reicherz, *Kontroll– und NMR–System eines polarisierten Festkörpertargets*; Dissertation Universität Bonn, Bonn–IR–94–16, 1994

[Rie82] H.Riechert, *Ammoniak — Ein Targetmaterial für polarisierte Nukleonentargets an hochenergetischen γ– und Elektronenstrahlen*; Diplomarbeit Universität Bonn, Bonn–IR–82–33, 1982

[Rou66] P.Roubeau, *Horizontal Cryostat for Polarized Proton Targets*; Cryogenics 6, August 1966

[Sch] G.Schulemann, Diplomarbeit in Vorbereitung

[Shv66] A.Shvels, *The Use of He-3 to Obtain Temperatures Down to 0.3 K*; Cryogenics 6, December 1966

[Sol73] J.C.Solem, *Dynamic Polarization of Protons and Deuterons in Solid Deuterium Hydride*; Nuclear Instruments and Methods A 117, 1974

[Tel] Telemeter Electronics, Datenblätter zu Minco–Widerstandsthermometer

[Tho94] A.Thomas, *Polarisierte Festkörpertargets im Elektronenstrahl*; Dissertation Universität Bonn, Bonn–IR–94–15, 1994

[TP70] Thermophysical Properties of Matter Vol.VIII, 1970

[WAW82] M.Wutz, H.Adam, W.Walcher, *Theorie und Praxis der Vakuumtechnik*; Vieweg&Sohn Verlag, 1982

[Web90] J.Weber, *Mikrowellensysteme zur dynamischen Nukleonenpolarisation bei 3.5 und 5 Tesla*; Diplomarbeit Universität Bonn, Bonn–IR–90–19, 1990

Verzeichnis der Abbildungen

1 Termschema des gekoppelten Elektron–Nukleon–Systems 7
2 Aufbau des Polarisierten Targets 9
3 Polarisationsmagnet 10
4 Vakuumsystem 12
5 Dampfdruck und spezifische Wärmekapazität von Helium 14
6 Dichtezusammensetzung von HeII 15
7 Verdampfungsenthalpie von Helium 16
8 Aufbau des ^{4}He–Verdampferkryostaten 19
9 Temperaturprofil im Kryostaten 21
10 Cavitybelastung durch Heliumzufluß 25
11 Hochtemperaturkalibration des Cavitywiderstandes 28
12 Temperatur–Eichkurve des Cavitywiderstandes 30
13 Wärmeschildtemperatur bei LN_2 –Vorkühlung 32
14 Temperaturverlauf während der Abkühlphase 34
15 Temperaturabhängige Gesamtkühlleistung des Kryostaten 35
16 Effektives Saugvermögen des Pumpsystems 36
17 Abdampfrate gegen Leistungsinput 37
18 Einfluß des suprafluiden Heliumfilmes auf die Levelmessung 38

Verzeichnis der Tabellen

1 Erreichbare Temperaturen und Kühlleistungen 18
2 Emissionskoeffizienten 22
3 Wärmeleitungsintegrale 24
4 Temperaturmeßwiderstände 27
5 Kältemittelverbrauch zur Kühlung von Metallen 33
6 Abkühlparameter 34

Danksagung

An dieser Stelle sei all jenen Dank gesagt, ohne deren Hilfe ein Gelingen dieser Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. W.Meyer für die Themenstellung ebenso wie für die hilfreiche Unterstützung, die er mir durch sein stetes Interesse an der Arbeit hat zukommen lassen.

Meinen Betreuern Herrn Dipl.-Phys. Dr. Stefan Goertz und Herrn Dipl.-Phys. Rainer Gehring sei herzlichst für die vielfältigen und fruchtbaren Gespräche, Diskussionen und der überaus tatkräftigen Hilfe bei allen Messungen gedankt.

Die freundschaftliche Zusammenarbeit mit ihnen und mit den übrigen Mitgliedern unserer PT–Gruppe, Arne Meier, Eric Radtke und Gaby Schulemann, hat wesentlich zum guten Arbeitsklima in der Gruppe und zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Ohne die Hilfe der Instituts–Werkstätten wäre der Aufbau von SOPHIE nicht möglich gewesen. Bedanken möchte ich mich daher bei allen Mitarbeitern, unter diesen besonders bei den Herren W.Müller und L.Brockmann von der Feinmechanischen Werkstatt und bei Herrn J.Kliese von der Schlosserei.

Ein herzliches Dankeschön sei auch den Herren H.Peschel und W.Synal von der Synchrotron–Werkstatt der Universität Bonn gesagt, die den Kryostaten gebaut haben und ihnbezüglichen Fragen und Problemen nach wie vor offen gegenüberstehen.

Bedanken möchte ich mich auch bei der Bonner PT–Gruppe, die mir die ersten Einblicke in die PT–Technik ermöglicht hat.