



(12)

## Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2020 123 664.6**

(22) Anmeldetag: **10.09.2020**

(43) Offenlegungstag: **10.03.2022**

(45) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: **01.12.2022**

(51) Int Cl.: **F25D 3/10 (2006.01)**

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:

**Bundesrepublik Deutschland, vertreten durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, dieses vertreten durch den Präsidenten der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, 38116 Braunschweig, DE; Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie Gesellschaft mit beschränkter Haftung, 14109 Berlin, DE; Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V., 80539 München, DE**

(72) Erfinder:

**Lindner, Julian, 10551 Berlin, DE; Paulsen, Michael, Dr., 10781 Berlin, DE; Klemke, Bastian, Dr., 14109 Berlin, DE; Kiefer, Klaus, Dr., 14469 Potsdam, DE; Schikowski, Lars, 14959 Trebbin, DE; Petsche, Martin, 14109 Berlin, DE; Meier, Dennis, Prof. Dr., Trondheim, NO; Fechner, Michael, Dr., 21149 Hamburg, DE**

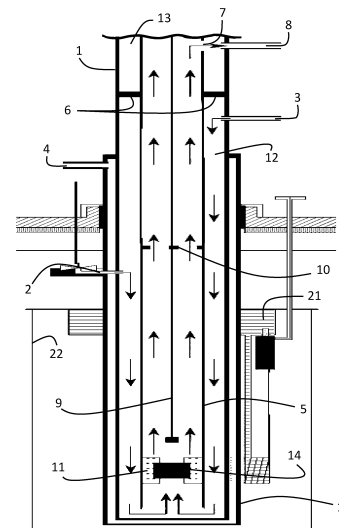
(56) Ermittelte Stand der Technik:  
**siehe Folgeseiten**

(54) Bezeichnung: **Vorrichtung zur variablen Temperatureinstellung in einem Durchflusskryostaten**

(57) Hauptanspruch: Vorrichtung zur variablen Temperatureinstellung in einem Durchflusskryostaten, mindestens aufweisend

- eine Probenkammer (1) mit einem Boden, gebildet mindestens teilweise aus einer evakuierbaren Doppelwand aus nichtmagnetischem Material, wobei die Probenkammer (1) mindestens einen ersten Gaseinlass (2), mit einem ersten Ventil zum Einlass von flüssigem Kühlgas, einen zweiten Gaseinlass (3), mit einem zweiten Ventil zum Einlass von gasförmigen Kühlgas und einen ersten Gasauslass (8) mit Gasauslassventil aufweist,
- ein Probenhalterrohr (5) aus nichtmagnetischem Material mit einem offenen und einem geschlossenen Ende, welches innerhalb der Probenkammer (1) mit dem offenen Ende in Richtung des Bodens der Probenkammer anzuordnen ist und in dem ein gasdurchlässiger Probenhalter (11) aus nichtmagnetischem Material angeordnet ist und in dem weiterhin ein inneres Rohr (9) aus nichtmagnetischem Material zur Halterung eines Thermometers anzuordnen ist und wobei das Probenhalterrohr (5) einen zweiten Gasauslass (7) aufweist, und wobei
- ein Raum zwischen der Probenkammer (1) und dem Probenhalterrohr (5) mit einer ersten gasdichten, konzentrischen Dichtung (6) in zwei Raumabschnitte (12, 13) geteilt ist, und ein erster Raumabschnitt (12) das offene Ende des Probenhalterrohres (5) umfasst und in diesem ersten Raumabschnitt (12) der erste und der zweite Gaseinlass (2, 3) angeordnet sind und in dem zweiten, durch die erste Dichtung (6) entstehenden Raumabschnitt (13) der erste und zweite Gasauslass (7, 8) angeordnet sind und

dieser zweite Raumabschnitt (13) mit einer zweiten konzentrischen, gasdichten Dichtung (15) begrenzt ist und wobei die Dichtungen aus nichtmagnetischem Material gefertigt sind.



(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	10 2017 122 028	B4
DE	43 35 486	A1
EP	0 503 108	B1
EP	0 584 866	B1
WO	2020/ 161 343	A1

**CERN EUROPEAN ORGANIZATION FOR  
NUCLEAR RESEARCH; BAILEY R. (Hrsg.):  
Proceedings of the CAS–CERN Accelerator  
School: Superconductivity for Accelerators,.  
Version 1. Geneva, CH : CERN, 2014. S. 1-592; I-  
VIII; Titelseite. - ISBN 978–92–9083–405–2. DOI: :  
10.5170/CERN–2014–005. URL: [http://cds.cern.ch/  
record/1507630/files/CERN-2014-005.pdf?  
version=1](http://cds.cern.ch/record/1507630/files/CERN-2014-005.pdf?version=1) [abgerufen am 2020-10-22]. - alle  
Proceedingsberichte aus dem Kongress**

**Beschreibung**

## Technisches Gebiet

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur variablen Temperatureinstellung für Durchflusskryostaten, welche der Art nach insbesondere in der Materialanalyse zur Bestimmung von Materialeigenschaften bei niedrigen Temperaturen zum Einsatz kommen.

## Stand der Technik

**[0002]** Die Erfindung findet Anwendung in Durchflusskryostaten. Kryostaten sind Vorrichtungen, in denen definierte, räumlich begrenzte Bereiche bzw. Bauteile auf eine vorbestimmte, relativ betrachtet niedrige Temperatur abgekühlt werden, d.h. es findet ein Wärmeaustausch dieser Bereiche/Bauteile mit der Umgebung statt, der mit ausgewählten Mitteln umgesetzt wird.

**[0003]** Die Mittel mit denen der Wärmeaustausch in Kryostaten zur Erreichung der relativ niedrigen Temperaturen in den vorgesehenen Bereichen/Bauteilen erfolgt sind vielfältig. In dem Übersichtsartikeln von B. Baudouy (Heat Transfer and Cooling Techniques at Low Temperature, CERN Yellow Report; CERN-2014-005, S. 329-352) sind einschlägige Mittel bzw. Methoden vorgestellt. Für die vorliegende Erfindung relevant sind Durchflusskryostaten, insbesondere solche in denen flüssiges Helium als Kühlmittel Verwendung findet und in denen der Wärmeaustausch zwischen einem zu kühlenden Teil, z.B. einer Probe, direkt über das Kühlmittel erfolgt.

**[0004]** Zur Bestimmung von sehr kleinen Magnetfeldern werden u.a. SQUID-Sensoren eingesetzt. Die Ansprechschwelle kommerziell erhältlicher Messsysteme die SQUID-Sensoren nutzen und die für die Untersuchung von magnetischen Materialeigenschaften eingesetzt werden, liegt dabei bei  $\sim 10^{-10}$  T in einer Entfernung von der Probe, die weniger als 1 mm Abstand beträgt.

**[0005]** In einigen Anwendungsfällen ist es zur Materialcharakterisierung notwendig Magnetfelder zu bestimmen, die kleiner sind als die oben angesprochen  $10^{-10}$  T (kleine Magnetfelder). Dies ist z.B. zur Bestimmung der externen Nettomagnetisierung von Antiferromagneten der Fall. Materialien dieser Art sind z.B. insbesondere für Bauelemente der sogenannten Spintronik interessant.

**[0006]** Eine Schwierigkeit, die generell bei der Messung kleiner magnetischer Felder auftritt, ist der Einfluss von elektromagnetischen Störfeldern. So wird z.B. in der DE 43 35 486 A 1 vorgeschlagen einen SQUID-Sensor in einer Abschirmkammer mit Kompensationsfeldern zu betreiben. In der

EP 0 584 866 B1 wird ein SQUID-Magnetometer mit Abschirmhülle offenbart. Die EP 0 503 108 B1 offenbart ein supraleitendes Abschirmelement für einen Verbindungsleiter eines SQUID-Sensors.

**[0007]** Elektromagnetische Störfelder werden aber insbesondere auch durch die den SQUID-Sensor umgebenden Einrichtungen, wie z.B. Probenkammern, Kryostaten, elektrische Steuereinheiten und Experimentatoren, in Form von Biomagnetfeldern, hervorgerufen.

**[0008]** In der WO 2020/161343 A1 ist ein Heliumkryostat, indem flüssiges Helium als Kühlmittel zum Einsatz kommt, offenbart. In diesem Kryostaten wird in einen unteren Topfbereich in einer Primärkammer über ein Einlassmittel flüssiges Helium geleitet. Eine Dampfphase in der Primärkammer wird dabei kontinuierlich über eine Auslasseinrichtung abgepumpt, so dass ein kontinuierlicher Fluss von flüssigem Helium gewährleistet ist. Eine Temperaturregulierung erfolgt über die Einstellung des Zuflusses von flüssigem Helium und das Abpumpen der Gasphase und gegebenenfalls über eine Aufheizung. Die Primärkammer weist dabei zwischen dem Topfbereich des flüssigen Heliums und einem Hauptbereich, aus dem abgepumpt wird, eine sogenannte Prallstruktur auf, welche Strömungswege für die Strömung des gasförmigen Helium-4 definiert, und wobei diese eine Umwegverbindung für das strömende Gas zwischen der Topfregion und der Hauptregion bewirken.

**[0009]** In Kryostaten ist insbesondere die Temperatureinstellung am Probenort vielfach mit dem Eintrag von elektromagnetischen Störfeldern behaftet, da die Temperaturregelung mittels der Erwärmung des Kühlgases oder direkt am Probenhalter mit elektrischen Mitteln erfolgt.

## Aufgabenstellung

**[0010]** Die Aufgabe der Erfindung ist es von daher, eine Vorrichtung zur variablen Temperatureinstellung in einem Durchflusskryostaten anzugeben, durch die elektromagnetische Störfelder minimiert sind und die dabei kostengünstig und einfach in der Herstellung ist.

**[0011]** Die Aufgabe wird durch die Merkmale des Anspruchs eins gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind Gegenstand der Unteransprüche.

**[0012]** Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur variablen Temperatureinstellung in einem Durchflusskryostaten weist dabei mindestens eine Probenkammer mit einem Boden auf, gebildet aus einer mindestens teilweise evakuierbaren Doppelwand aus nichtmagnetischem Material. Die doppelwandige Ausführung umfasst dabei immer den Boden und in vorteilhafter Weise den Teil, welcher sich innerhalb

eines Kryostaten befindet, in dem die Probenkammer anzuordnen ist, und reicht ein Stück darüber hinaus. Zur Evakuierung des von der Doppelwand gebildeten Raumes ist in vorteilhafterweise ein Anschlussstutzen für eine Pumpe vorzusehen. Die Evakuierung dient dabei der thermischen Isolation der Probenkammer und umfasst insbesondere den Bereich, in dem eine Probe zur Kühlung angeordnet ist. Die Probenkammer und mit ihr die gesamte Vorrichtung sind zur Anordnung in einem Kryostaten, in dem flüssiges Helium zur Kühlung als Bad für die Probenkammer dient, vorgesehen und entsprechend in den Dimensionen anzupassen. Als Kryostaten sind hier demnach insbesondere Kryostaten anzuspochen, die flüssiges Helium zur Kühlung verwenden und aus glasfaserverstärktem Kunststoff als nichtmagnetisches Material gebildet sind. Als nichtmagnetische Materialien für die Probenkammer ist insbesondere Kunststoff zu nennen. Die Probenkammer weist weiterhin mindestens einen ersten Einlass, mit einem ersten Ventil zum Einlass von flüssigem Helium auf. Der erste Einlass und das erste Ventil, sind dabei so anzuordnen, dass diese in das Bad aus flüssigem Helium des Kryostaten getaucht sind, wenn der Probenhalter in dem Kryostaten angeordnet ist, so dass über das erste Ventil, welches insbesondere ein Nadelventil ist, flüssiges Helium in die Probenkammer einströmen kann. Des Weiteren weist die Probenkammer einen zweiten Einlass auf, ausgestattet mit einem zweiten Ventil, zum Einlass von gasförmigem Helium. Ein erster Gasauslass ist, von dem Boden der Probenkammer (als unteres Ende) aus betrachtet, oberhalb der beiden Einlässe angeordnet und mit einem Gasauslassventil versehen. Die Probenkammer ist über den ersten Gasauslass auch abpumpbar.

**[0013]** Die Vorrichtung umfasst weiterhin ein Probenhalterrohr aus nichtmagnetischem Material mit einem offenen und einem geschlossenen (im Sinne von gasdicht) Ende, welches innerhalb der Probenkammer mit dem offenen Ende in Richtung des Bodens der Probenkammer kontaktfrei anzuordnen ist. Das Probenhalterrohr ist in seinen Dimensionen derart ausgelegt, dass es kontaktfrei in der Probenkammer anzuordnen ist. Am oberen Ende der Probenkammer ist das Probenhalterrohr mit einer Dichtung (die zweite Dichtung, siehe unten) in die Probenkammer drehbar eingepasst. Die Einpassung des Probenhalterrohrs mit einer Dichtung, ist dabei auch so ausführbar, dass das Probenhalterrohr senkrecht zu seiner Achse verschiebbar ist, wobei die Kontaktfreiheit zur Probenkammer zu erhalten ist. Das Probenhalterrohr berührt nicht den Boden der Probenkammer, so dass von der Probenkammer Gas in das Probenhalterrohr über dessen offenes Ende strömen kann, es ist mithin kontaktfrei in der Probenkammer angeordnet. In dem Probenhalterrohr ist ein gasdurchlässiger Probenhalter aus nichtmagnetischem Material, insbesondere aus Kunst-

stoff, angeordnet. Der Probenhalter muss genügen eine Probe zu halten und dabei gewährleisten, dass Gas an der Probe vorbei strömen kann. Mögliche Ausführungen des Probenhalters sind z.B. Gummiklemmen oder eine konzentrisch angeordnete perforierte Scheibe. In dem Probenhalterrohr ist wiederum ein inneres Rohr aus nichtmagnetischem Material zur Einbringung eines Thermometers anzuordnen. Die Dimensionen des inneren Rohrs sind derart ausulegen, dass mindestens eine kontaktfreie Anordnung des inneren Rohrs in dem Probenhalterrohr gewährleistet ist. Insbesondere weist das innere Rohr einen gegenüber dem Probenhalterrohr deutlich geringeren Durchmesser auf. Das Ende des inneren Rohres, welches in das Probenhalterrohr hineinragt, ist dabei von dem offenen Ende des Probenhalterrohres als unteres Ende aus betrachtet, oberhalb des Probenhalters kontaktfrei anzuordnen. Das Probenhalterrohr weist zudem einen zweiten Gasauslass auf, welcher wiederum oberhalb der beiden Einlässe angeordnet ist und aus Öffnungen in dem Probenhalterrohr gebildet ist. In einer ersten Ausführungsform weist das Probenhalterrohr zudem eine gasdurchlässige Zentrierung für das innere Rohr aus nichtmagnetischem Material, insbesondere aus Kunststoff, auf.

**[0014]** Der zwischen der Probenkammer und dem Probenhalterrohr entstehende Raum ist mit einer ersten gasdichten, konzentrischen Dichtung in zwei Raumabschnitte geteilt. Ein erster Raumabschnitt umfasst das offene Ende des Probenhalterrohres und den ersten und zweiten Einlass. Der zweite Raumabschnitt, welcher durch die erste Dichtung gebildet ist, umfasst den ersten und zweiten Gasauslass. Dieser zweite Raumabschnitt ist zusätzlich mit einer zweiten konzentrischen, gasdichten Dichtung begrenzt, die von dem unteren Ende der Probenkammer (dem Boden) aus betrachtet oberhalb der ersten gasdichten, konzentrischen Dichtung angeordnet ist und in der das Probenhalterrohr drehbar oder/und verschiebbar in der Probenkammer eingepasst ist. Der zweite Raumabschnitt umfasst dabei den ersten und zweiten Gasauslass.

**[0015]** Die Temperatur, die an dem Ort einer Probe im Probenhalter vorliegt, wird variabel durch eine Mischung aus flüssigem Helium, zugeführt durch den ersten Einlass und gasförmigem Helium, zugeführt durch den zweiten Einlass eingestellt. Das gasförmige Helium ist dabei insbesondere bei Raumtemperatur (15 °C bis 20 °C) temperiert, andere Temperaturen sind je nach Anwendungsfall möglich sowie auch die Nutzung von flüssigem Helium allein. Ein Temperaturbereich der mindestens 1,5 K bis 160 K umfasst ist durch die Mischung bzw. dem flüssigen Helium allein einstellbar. Das Gemisch aus flüssigem und gasförmigem Helium, gemischt in dem ersten Raumabschnitt, strömt durch das offene Ende des Probenhalterrohrs an der Probe vorbei und tempe-

riert diese. Die Temperatur des Gemisches wird über das Thermometer, eingebracht über das innere Rohr, oberhalb einer möglicherweise angeordneten Probe bestimmt. Eine Beeinflussung der Probe durch die Temperaturbestimmung ist damit minimiert. Das von unten (offenes Ende) in das Probenhalterrohr einströmende Gemisch verlässt das Probenhalterrohr über den zweiten Gasauslass und strömt in den zweiten Raumabschnitt ein, von wo aus es über den ersten Gasauslass, bei geöffnetem Gasauslassventil, entweicht oder abgepumpt wird. Die Vorrichtung ist in vorteilhafter Weise bei Unterdruck in einem Bereich zwischen  $>0$  Pascal bis 5000 Pascal, insbesondere in einem Bereich  $>0$  Pascal bis 2500 Pascal über das Abpumpen mit einer Pumpe, die an den ersten Gasauslass angeschlossen ist, zu betreiben. Durch das Abpumpen ist auch die Flussrichtung des Gases bzw. des Gemisches von flüssigem mit gasförmigem Stickstoff forciert und das Aufbauen eines möglichen Überdruckes in der Probenkammer wird verhindert.

**[0016]** In einer zweiten Ausführungsform sind die erste und die zweite Dichtung als Quetschdichtungen ausgeführt. Durch eine auf das Probenhalterrohr aufzubringende Überwurfmutter und eine vermittelndes Rohrstück mit Endungen ist ein Anpressdruck auf die Dichtungen aufbringbar. Das Rohrstück ist außerhalb des Probenhalterrohrs konzentrisch angeordnet und verfügt wie das Probenhalterrohr ebenfalls über einen Gasauslass, so dass ein Strömungsweg für das Gasgemisch von dem Probenhalterrohr über den zweiten Gasauslass und den Gasauslass in dem Rohrstück in den zweiten Raumabschnitt und von dort über den ersten Gasauslass gegeben ist.

**[0017]** Alle nichtmagnetischen Materialien liegen insbesondere als Kunststoff vor.

**[0018]** Die Temperatureinstellung ist in der erfindungsgemäßen Vorrichtung ohne Erzeugung von elektromagnetischen Feldern in vorteilhafter Weise ermöglicht und die Temperaturmessung in dem Einfluss durch elektromagnetische Felder auf die Probe reduziert. Die Vorrichtung ist zudem einfach in der Herstellung und dadurch auch, gegenüber herkömmlichen Vorrichtungen zur variablen Temperatureinstellung, kostenreduziert herstellbar. Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist, insbesondere durch Kombination mit einer Vorrichtung zur Bestimmung kleiner Magnetfelder mit mindestens einem SQUID (engl. Superconducting Quantum Interference Device, dt. supraleitende Quanteninterferenzeinheit)-Sensor, für die Bestimmung kleiner Magnetfelder, wie eine solche in der DE 10 2017 122 028 B4 offenbart ist, in besonderem Maße geeignet.

## Ausführungsbeispiel

**[0019]** Die Erfindung soll in einem Ausführungsbeispiel und anhand von drei Figuren näher erläutert werden.

**[0020]** Die Figuren zeigen:

**Fig. 1:** Schematische Übersicht über eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur variablen Temperatureinstellung in einem Durchflusskryostaten.

**Fig. 2:** Ausführungsbeispiel für einen Probenhalter: a) Querschnitt entlang der Achse des Probenhalterrohres; b) Draufsicht parallel zur Achse des Probenhalterrohres.

**Fig. 3:** Ausführungsbeispiel für eine erste und zweite Dichtung zwischen Probenkammer und Probenhalterrohr.

**[0021]** In der **Fig. 1** ist eine Übersicht über den Aufbau einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zur variablen Temperatureinstellung in einem Durchflusskryostaten gegeben. Die Vorrichtung ist zunächst gebildet aus der Probenkammer 1, die einen Boden aufweist und doppelwandig ausgeführt ist und wobei der Raum in der Doppelwand über einen Anschlussstutzen 4 evakuierbar ist. In dem Ausführungsbeispiel ist die Probenkammer 1 teilweise, im unteren Bereich, doppelwandig ausgeführt, wie der **Fig. 1** zu entnehmen. Die Probenkammer weist zwei Gaseinlässe 2, 3 auf, welche jeweils über ein Ventil zur Regelung des Flusses verfügen. Über den ersten Gaseinlass 2 wird flüssiges Helium eingelassen und über den zweiten Gaseinlass 3 gasförmiges Helium. Die Probenkammer weist des Weiteren einen ersten Gasauslass 8 auf, an dem eine Pumpe zum Abpumpen der Probenkammer anordenbar ist. Der erste Gasauslass ist vom Boden der Probenkammer 1 aus gesehen oberhalb der Gaseinlässe 2, 3 angeordnet. In der Probenkammer 1 ist ein Probenhalterrohr 5 angeordnet, das ein offenes und ein geschlossenes Ende aufweist. Das Probenhalterrohr 5 weist einen zweiten Gasauslass 7 auf, welcher ebenfalls oberhalb der Gaseinlässe 2, 3 angeordnet ist und im Ausführungsbeispiel in vorteilhafter Weise gegenüberliegend zu dem ersten Gasauslass 8. Das Probenhalterrohr 5 ragt nur soweit in die Probenkammer 1 hinein, dass es nicht den Boden der Probenkammer berührt, so dass Gas von der Probenkammer 1 in das untere, offene Ende des Probenhalterrohres strömen kann. In dem Probenhalterrohr 5 ist ein gasdurchlässiger Probenhalter 11 zur Aufnahme einer in der Vorrichtung anzuordnenden Probe 14, in der Figur zur Veranschaulichung mit gezeigt, angeordnet. In dem Ausführungsbeispiel ist der Probenhalter 11 aus zwei Stücken von Gummischläuchen 11 gebildet, welche symmetrische Aussparungen zur Einpassung der Probe 14 aufweisen und die in das Probenhalterrohr 5 eingepresst

sind, wie es in der **Fig. 2** in zwei Ansichten (a) Schnitt entlang der Probenhalterrohrachse und b) als Aufsicht) gezeigt ist. In dem Probenhalterrohr 5 wiederum ist ein inneres Rohr 9 zur Anordnung eines Thermometers angeordnet. Das innere Rohr 9 ist dabei nur soweit in das Probenhalterrohr 5 eingeführt, dass dieses oberhalb einer möglichen Probe 14 endet und somit kein Kontakt eines Thermometers mit der Probe 14 gegeben ist. Das innere Rohr 9 ist durch eine Dichtung, mit dem das Probenhalterrohr an einem Ende geschlossen ist, geführt (nicht gezeigt). Zudem ist das innere Rohr 9 im Ausführungsbeispiel mit einer gasdurchlässigen Zentrierung 10 in dem Probenhalterrohr zentriert. Der Raum, der zwischen dem Probenhalterrohr 5 und der Probenkammer 1 gebildet ist, ist durch eine erste konzentrische, gasdichte Dichtung 6 unterteilt in einen ersten, unteren Raumabschnitt 12, welcher die beiden Gaseinlässe 2, 3 und das untere, offene Ende des Probenhalterrohres 5 umfasst und in einen zweiten, oberen Raumabschnitt 13, welcher beide Gasauslässe 7, 8 umfasst und welcher nach oben hin durch eine zweite konzentrische, gasdichte Dichtung 15 (hier nicht gezeigt, siehe **Fig. 3**) abgeschlossen ist, wobei diese zweite Dichtung 15 das Probenhalterrohr 5 drehbar einpasst.

**[0022]** Die Strömungsrichtungen des flüssigen und gasförmigen Heliums sowie des Gasgemisches sind durch die Pfeile in den **Fig. 1** und **Fig. 2** dargestellt. Das Gas bzw. das flüssige Helium strömen durch die Gaseinlässe 2, 3 in die Probenkammer und dort in den ersten Raumabschnitt 12 ein, vermischen sich und strömen von unten durch das offene Ende in das Probenhalterrohr 5 ein und zunächst an der Probe 14 vorbei, wodurch diese entsprechend der Mischung von gasförmigem und flüssigem Helium temperiert wird. Das Thermometer oberhalb der Probe 14 misst die Temperatur des Gasgemisches, wodurch auf die, durch das Gasgemisch eingestellte Probenkammer geschlossen werden kann. Das Gasgemisch strömt im weiteren Verlauf durch das Probenhalterrohr 5 und durch den zweiten Gasauslass 7 in den zweiten Raumabschnitt 13 ein und von dort über den ersten Gasauslass 8 aus der Vorrichtung heraus.

**[0023]** In dem Ausführungsbeispiel ist die Probenkammer 1 im Bereich des Probenhalters 11 aus PEEK (Polyetheretherketon) doppelwandig mit einer Wandstärke von 1 mm gebildet. Das Probenhalterrohr 5 und das innere Rohr 9 sind aus CFK (Kohlenfaser-verstärkter Kunststoff) gebildet. Zur Bildung von Gleitlagern wird PTFE (Polyetherfluorethylen) verwendet. Alle Zusammenfügungen von Kunststoffteilen sind mit einem Zweikomponentenharz ausgeführt. Weitere Bauteile der Vorrichtung, die sich nicht in Probennähe befinden sind aus den im Kryostatenbau bekannten Materialien gefertigt und

nicht notwendigerweise aus nichtmagnetischem Material.

**[0024]** In dem Ausführungsbeispiel ist die Länge der erfindungsgemäßen Vorrichtung für eine möglichst lange Nutzung des flüssigen Heliums an die Innenmaße des Kryostaten, in dem sie angeordnet wird, angepasst, so dass die Probenkammer 1 möglichst tief in den Kryostaten hineinragt. Die Länge der Probenkammer in diese Richtung, welche aus PEEK gefertigt ist, muss dabei für einen möglichst großen Abstand metallener Objekte zur Probenposition, wie unter anderem dem Nadelventil am ersten Gaseinlass, möglichst groß sein, während sie für eine möglichst lange Nutzung des flüssigen Heliums und fertigungsbedingt möglichst klein zu wählen ist.

**[0025]** Der erste Gaseinlass 2 ist zusammen mit dem Rohr, durch welches das flüssige Helium durch den von der Doppelwand der Probenkammer 1 gebildeten Raum hindurchgeführt wird sowie die innen und außen über die Doppelwand hinausreichenden Teile des Rohres als ein Bauteil aus einem Block des Materials PEEK gefertigt. Die mechanische Anbindung des nach innen ragenden Teils des Rohres der Doppelwand an das äußere in diesem Bauteil erfolgt, abgesehen von dem Rohr des ersten Gaseinlasses, durch welches das flüssige Helium geführt wird, durch zwei dünne Stege. Die Fortsetzung der Rohre, die die Doppelwand bilden, erfolgt über Einkleben von Rohren in dieses Bauteil. Zur Zentrierung der Rohre, die die Doppelwand bilden, sind aus PEEK gefräste, gezackte Ringe eingesetzt.

**[0026]** Ein anordenbarer SQUID ist in seiner Schirmung aus Niob über ein Gestell 21 aus PVC an der Doppelwand außen zu befestigen, wobei sich in dem Gestell auch die Aufnahme für eine Pickup-Spule befindet, die von der zu messenden magnetischen Flussdichte durchsetzt wird. Diese Elemente sind zur Abschirmung wiederum umgeben von einem bei tiefen Temperaturen supraleitenden Bleischirm 22, der über Halbschalen ebenfalls an der Doppelwand zu befestigen ist und den Raumbereich bis an jenes Bauteil heran, welches auch den ersten Gaseinlass 2 beinhaltet, umschließt.

**[0027]** Der obere Teil der Probenkammer ist in Fortführung der Doppelwand aus Edelstahlrohren mit einer Wanddicke von 0,5 mm in jenes Bauteil eingeklebt, in welchem sich der erste Gaseinlass 2 (siehe oben) befindet.

**[0028]** Der Abschluss des durch die Doppelwand der Probenkammer 1 gebildeten Raumes erfolgt außerhalb des Kryostaten durch eine Quetschdurchführung. Zum Abfangen etwaiger Kräfte und Drehmomente ist eine Verdrehsicherung, bestehend aus zwei Halbschalen aus Aluminium, an die zwei seitlichen Stützen des zweiten Gaseinlasses 3 und dem

Anschlussstutzen 4 angebracht. Das Nadelventil des ersten Gaseinlasses 2, wird über einen Edelstahlstab betätigt, welcher durch eine Quetschdurchführung in einem Flansch (nicht gezeigt), über den die Vorrichtung am Kryostaten befestigt und abgedichtet ist, aus dem Kryostaten herausgeführt wird. Eine weitere Quetschdurchführung in diesem Flansch dient dem Nachfüllen des Kryostaten mit flüssigem Helium, wenn die Vorrichtung in Betrieb ist. In dem Flansch sind auch Anschlüsse für eine SQUID-Elektronik und ein Helium-Levelmeter, welches auf einem supraleitenden Draht basiert, zur Verfügung zu stellen.

**[0029]** In Fig. 3 ist die Ausführung der Dichtungen 6, 15 en Detail gezeigt. Die erste Dichtung 6 und die zweite Dichtung 15, die den zweiten Raumabschnitt 13 abschließt, entfalten ihre abdichtende Funktion durch Verformung unter mechanischem Druck. Dieser wird oberhalb der zweiten Dichtung 15 durch eine Überwurfmutter 16 aufgebaut und über einen Konus 18 auf die zweite Dichtung 15 übertragen. Zwischen den Dichtungsringen 6, 15 die die erste und die zweite Dichtung darstellen, ist ein druckübertragendes Rohrstück 19' mit flachen Auflageflächen 19 für die Dichtungsringe 6, 15 eingebaut, welches den Druck von der zweiten 15 auf die erste Dichtung 6 überträgt. Zur Aufnahme der Druckspannung dient direkt unterhalb der ersten Dichtung 6 ein durchbohrter Kleinflansch 20. Das druckübertragende Rohrstück 19' muss entsprechend dem Probenhalterrohr 5 ebenfalls einen Gasauslass aufweisen, welcher durch Unterbrechungen 23 (Löcher) in dem Rohrstück 19' realisiert ist. Die Überwurfmutter 16 enthält zusätzlich oberhalb des Gewindes einen axialsymmetrischen Hohlraum, der eine an dem Probenhalterrohr befestigte Scheibe 17 aus PTFE einbettet und so ein Gleitlager bildet. Dies hat den Zweck, für Rotationsmessungen eine Rotation des Probenhalterrohrs 5 zu erlauben und gleichzeitig die vertikale Bewegung zu unterbinden. Die Scheibe 17 aus PTFE besteht aus zwei Halbschalen und lässt sich auch abnehmen. An dem Probenhalterrohr 5, welches durch die zweite Dichtung 15 hindurch aus der Probenkammer 1 hinaus geführt ist, ist des Weiteren ein Zahnrad über zwei Halbschalen zu befestigen sowie zusätzlich ein drehbar gelagertes Gestell, welches über eine Schnecke und eine damit zusammenhängende Welle den Anschluss an einen pneumatischen Motor ermöglicht. Oberhalb dieser Konstruktion ist überdies, ebenfalls über zwei Halbschalen, eine Encoderscheibe zur optischen Rotationswinkelauslese am Probenhalterrohr 5 anbringbar. Abgeschlossen wird der Innenraum des Probenhalterrohres 5 schließlich mit einer weiteren Quetschdurchführung, durch die das innere Rohr 9 geführt ist, wodurch die Drähte des Thermometers verlegt sind.

**[0030]** Im Weiteren folgt ein Beispiel einer Temperatureinstellung und Bestimmung derselben mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

**[0031]** Noch außerhalb des Kryostaten wird das Probenhalterrohr 5 mit dem darin befindlichen inneren Rohr 9 der erfindungsgemäßen Vorrichtung entnommen und die nun offene Probenkammer 1 mit einer Überwurfmutter ohne Durchgangsloch verschlossen. Der von der Doppelwand gebildete Raum wird mit einer Turbopumpe über den dafür vorgesehenen Anschlussstutzen 4 evakuiert. Die Probenkammer 1 wird bei geschlossenem ersten und zweiten Gaseinlass 2, 3 über den ersten Gasauslass 8 abgepumpt und anschließend über den zweiten Gaseinlass 3 mit gasförmigem Helium geflutet, wobei ein Überdruck von wenigen hundert Pascal aufgebaut wird. Dann wird das Nadelventil am ersten Gaseinlass 2 leicht geöffnet, sodass ein leichter Helium-Gasstrom der Probenkammer 1 entweichen kann. Diese Prozedur des Spülens mit Helium-Gas hat den Zweck, den ersten Gaseinlass 2 beim Abkühlen vor dem Zufrieren zu bewahren. Anschließend kann die Probenkammer 1 in den Kryostaten eingeführt werden. Zur schonenden Thermalisierung dauert dieser Prozess etwa 10 min. Dabei ist es wichtig das potenzielle Einfrieren externer Magnetfelder in den supraleitenden Schirmungen des Kryostaten zu verhindern. Ist der Prozess des Einsetzens der Probenkammer 1 vollendet, kann das Probenhalterrohr 5 mit dem inneren Rohr 9 und einer eingesetzten Probe 15 in die Probenkammer 1 eingeführt werden und der erste Gaseinlass 2 geschlossen werden. Anschließend wird der Kryostat nach Bedarf noch weiter mit flüssigem Helium aufgefüllt. Die Temperatur am Ort der Probe 14 lässt sich über das Nadelventil, welches den Strom an flüssigem Helium über den ersten Gaseinlass 2 steuert und ein Ventil, welches den Strom an gasförmigem Helium über den zweiten Gaseinlass 3 steuert, einstellen. Für einen möglichst geringen Verbrauch an Helium und möglichst wenig Turbulenzen, die zu störendem Wackeln der Probe 14 führen könnten, wird der Aufbau mit möglichst kleinen Strömen an Helium betrieben. Für Temperaturen oberhalb des Siedepunktes flüssigen Heliums bei Normaldruck sind Ströme zu verwenden, die einem Druck von etwa 1000 bis 2500 Pascal entsprechen. In diesem Bereich wurde die Temperaturdifferenz zwischen einem auf einem Proben-Dummy angebrachten Thermometer und dem darüber befindlichen am inneren Rohr 9 befestigten Thermometer untersucht und mit einer Temperaturdifferenz von  $< 1$  K als ausreichend präzise befunden. Das Einstellen der Temperatur erfolgt im Messbetrieb manuell durch Öffnen und Schließen der beiden Ventile an dem ersten und zweiten Gaseinlass 2,3, während die Temperaturmessung wenige Zentimeter oberhalb der Probenposition mit einem am inneren Rohr 9 befestigten Thermometer vorgenommen wird. Soll die Temperatur am Ort der Probe 14 sin-

ken, kann das Nadelventil am ersten Gaseinlass 2 weiter geöffnet oder jenes Ventil am zweiten Gaseinlass 3 weiter geschlossen werden. Entsprechend umgekehrt muss verfahren werden, um die Proben-temperatur zu erhöhen. Die anzustrebende Einstellung dieser Ventile sollte einen Druck im verifizierten Bereich zwischen 1000 und 2500 Pascal haben. Bei Anstreben besonders hoher Temperaturen kann es notwendig sein, das Nadelventil am ersten Gaseinlass 2 vollständig zu schließen. Für Temperaturen unter dem Siedepunkt flüssigen Heliums bei Normaldruck, das heißt etwa  $< 4$  K, bedient sich der Aufbau des Absinkens der Siedetemperatur von Helium bei verringertem Druck. Dafür muss der Innenraum mit etwas flüssigem Helium befüllt werden und anschließend das Nadelventil weiter zuge dreht oder geschlossen werden. So lassen sich Temperaturen bis etwa 1,5 K erreichen.

**[0032]** Wie in dem Ausführungsbeispiel gezeigt ist in der erfindungsgemäßen Vorrichtung ohne Erzeugung von elektromagnetischen Feldern in vorteilhafter Weise die Temperatur einstellbar. Der Einfluss durch elektromagnetische Felder auf die Probe 14, welche durch die Temperaturmessung erzeugt werden, ist reduziert. Die Vorrichtung ist zudem einfach in der Herstellung und dadurch auch, gegenüber herkömmlichen Vorrichtungen zur variablen Temperatureinstellung, kostenreduziert herstellbar.

### Patentansprüche

1. Vorrichtung zur variablen Temperatureinstellung in einem Durchflusskryostaten, mindestens aufweisend

- eine Probenkammer (1) mit einem Boden, gebildet mindestens teilweise aus einer evakuierbaren Doppelwand aus nichtmagnetischem Material, wobei die Probenkammer (1) mindestens einen ersten Gaseinlass (2), mit einem ersten Ventil zum Einlass von flüssigem Kühlgas, einen zweiten Gaseinlass (3), mit einem zweiten Ventil zum Einlass von gasförmigen Kühlgas und einen ersten Gasauslass (8) mit Gasauslassventil aufweist,
- ein Probenhalterrohr (5) aus nichtmagnetischem Material mit einem offenen und einem geschlossenen Ende, welches innerhalb der Probenkammer (1) mit dem offenen Ende in Richtung des Bodens der Probenkammer anzuordnen ist und in dem ein gasdurchlässiger Probenhalter (11) aus nichtmagnetischem Material angeordnet ist und in dem weiterhin ein inneres Rohr (9) aus nichtmagnetischem Material zur Halterung eines Thermometers anzuordnen ist und wobei das Probenhalterrohr (5) einen zweiten Gasauslass (7) aufweist, und wobei
- ein Raum zwischen der Probenkammer (1) und dem Probenhalterrohr (5) mit einer ersten gasdichten, konzentrischen Dichtung (6) in zwei Raumabschnitte (12, 13) geteilt ist, und ein erster Raumabschnitt (12) das offene Ende des Probenhalterrohres

(5) umfasst und in diesem ersten Raumabschnitt (12) der erste und der zweite Gaseinlass (2, 3) angeordnet sind und in dem zweiten, durch die erste Dichtung (6) entstehenden Raumabschnitt (13) der erste und zweite Gasauslass (7, 8) angeordnet sind und dieser zweite Raumabschnitt (13) mit einer zweiten konzentrischen, gasdichten Dichtung (15) begrenzt ist und wobei die Dichtungen aus nichtmagnetischem Material gefertigt sind.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in dem Probenhalterrohr (5) eine gasdurchlässige Zentrierung (10) aus nichtmagnetischem Material für das innere Rohr (9) angeordnet ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die erste und die zweite Dichtung (6, 15) als Quetschdichtungen ausgeführt sind, auf welche durch eine auf das Probenhalterrohr (5) aufzubringende Überwurfmutter (16) und ein vermittelndes Rohrstück (19') mit Endungen (19) ein Anpressdruck aufbringbar ist.

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen



Anhängende Zeichnungen

Fig. 1

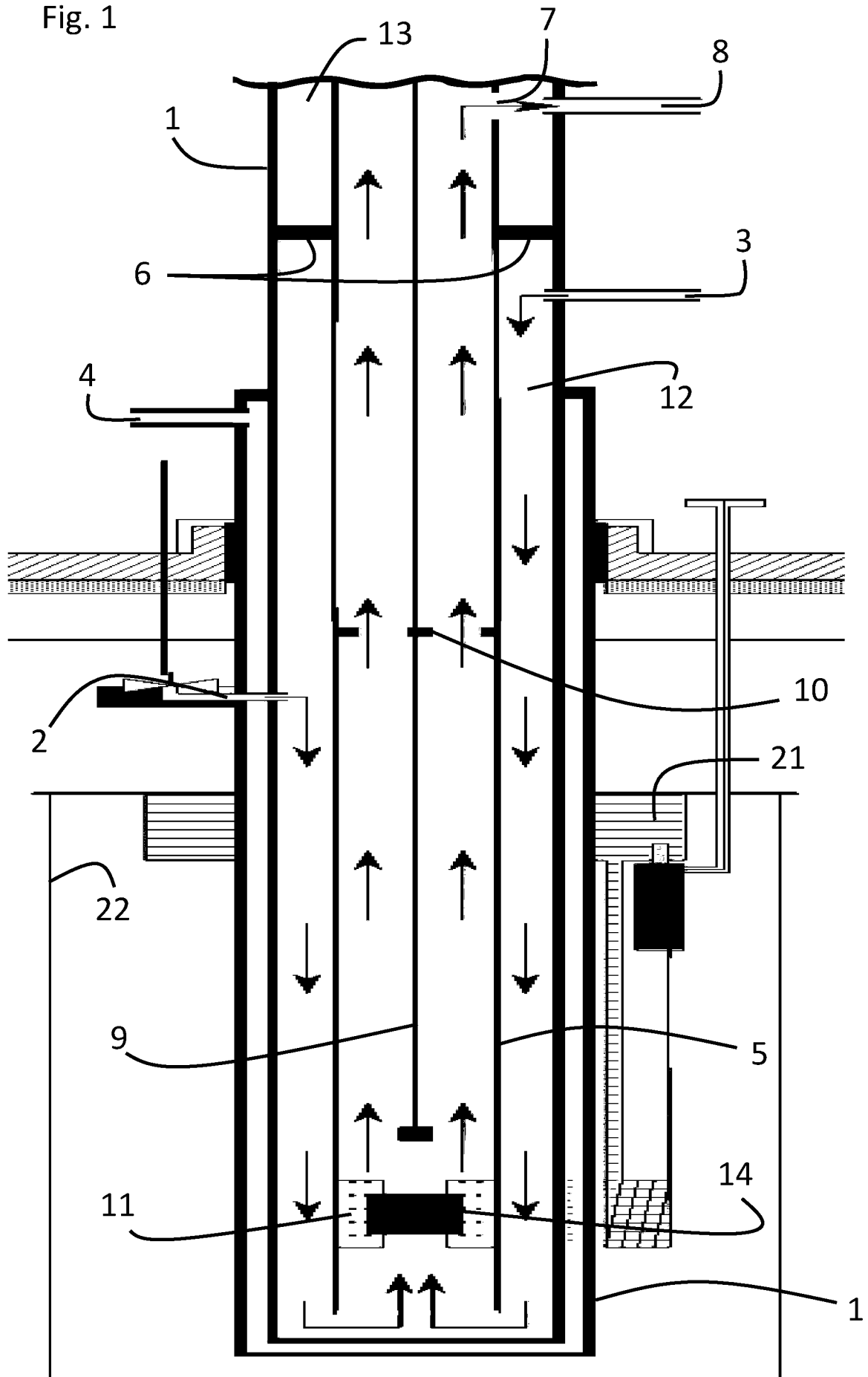


Fig. 2

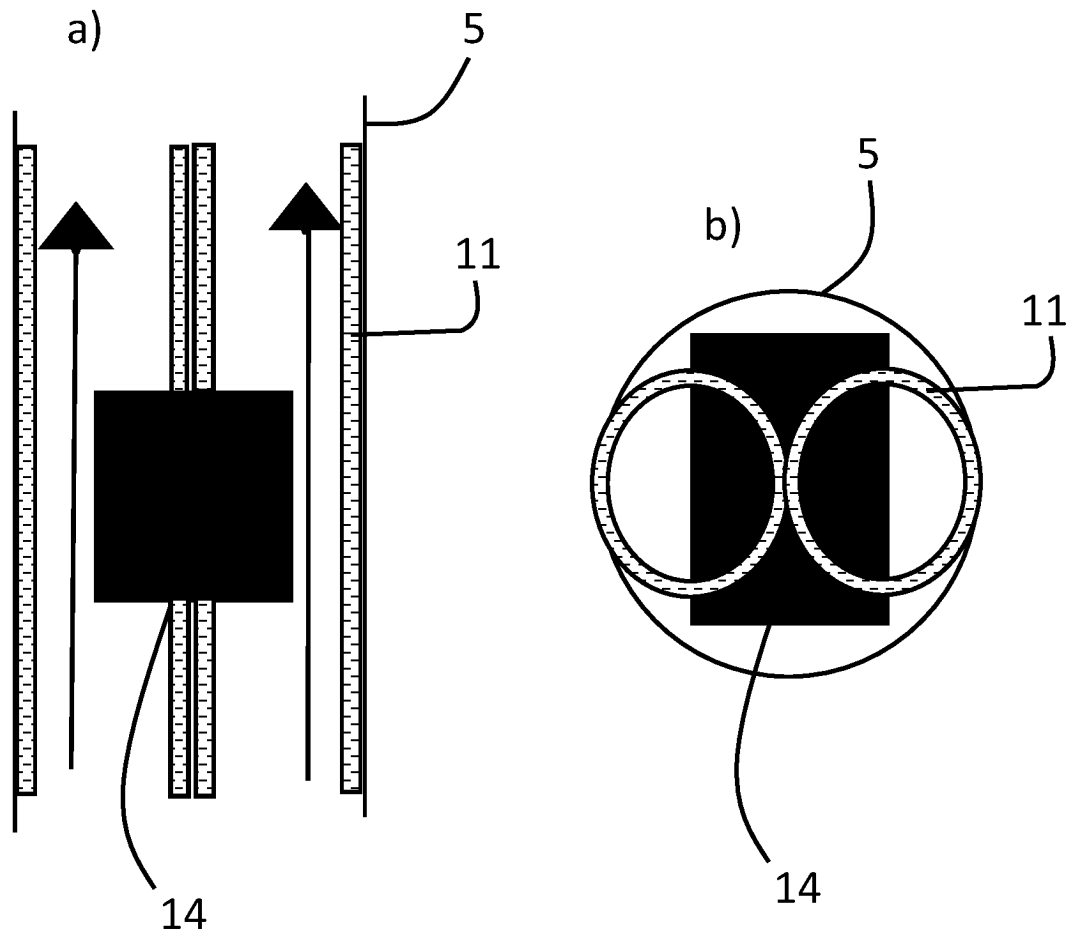


Fig. 3

