

⑫

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑲ Anmeldenummer: 81110025.4

⑥① Int. Cl.<sup>3</sup>: **F 04 B 37/08**

⑳ Anmeldetag: 01.12.81

⑳ Priorität: 10.12.80 DE 3046458

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
16.06.82 Patentblatt 82/24

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:  
CH FR GB LI NL

⑦① Anmelder: **Leybold-Heraeus GmbH**  
**Bonner Strasse 504 Postfach 51 07 60**  
**D-5000 Köln 51(DE)**

⑦② Erfinder: **Forth, Hans-Joachim Dr.**  
**Zülpicher Strasse 81A**  
**D-5000 Köln 41(DE)**

⑦④ Vertreter: **Leineweber, Jürgen**  
**Leybold-Heraeus GmbH Bonner Strasse 504**  
**D-5000 Köln 51(DE)**

⑤④ **Refrigerator-Kryostat.**

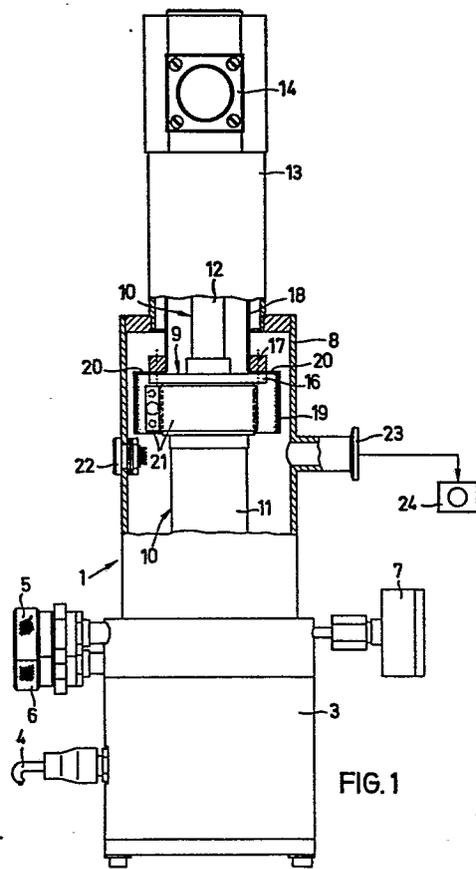
⑤⑦ Bei einem der Einstellung und Aufrechterhaltung tiefer Temperaturen dienenden Refrigerator-Kryostaten mit einem in einem Gehäuse angeordneten zweistufigen Kaltkopf (10) ist die erste Stufe (9) des Kaltkopfes (10) mit einer Pumpfläche (19) ausgerüstet, die als Kryo-Kondensations- und/oder als Kryo-Sorptionspumpe wirkt.

**EP 0 053 784 A1**

**COMPLETE DOCUMENT**



./...



## LEYBOLD-HERAEUS GMBH

5

Köln-Bayental

## Refrigerator-Kryostat

Unter einem Kryostaten wird eine Einrichtung verstanden,  
10 welche die Einstellung und Aufrechterhaltung beliebiger  
Temperaturen im Bereich von  $T < 10$  K bis etwa  $T = 350$  K  
erlaubt. Dabei setzt sich immer mehr durch, zur Kälte-  
erzeugung Refrigieratoren zu verwenden. Refrigieratoren sind  
15 Kältemaschinen mit mindestens je einem Kolben und einem  
Zylinder. Der Zylinder wird in bestimmter Weise alternierend  
mit einer Hochdruck- und einer Niederdruckgasquelle verbunden,  
so daß während der Hin- und Herbewegung des Kolbens ein  
thermodynamischer Kreisprozeß (Stirling-Prozeß,  
Gifford/McMahon-Prozeß usw.) abläuft, wobei das Arbeitsgas  
20 in einem geschlossenen Kreislauf geführt werden kann. Die  
Folge ist, daß einem bestimmten Bereich des Zylinders Wärme  
entzogen wird. Mit zweistufigen Refrigieratoren dieser Art und  
Helium als Arbeitsgas lassen sich z. B. Temperaturen bis  
unter 10 K erzeugen.

25

Bei bekannten Kryostaten mit zweistufigen Helium-Refrigeratoren  
kühlt die zweite Stufe des Refrigierator-Kaltkopfes die Probe  
und die erste Stufe einen Strahlungsschutz, der die zweite  
Stufe mit der darauf gehaltenen Probe möglichst vollständig  
30 umgibt. Die reproduzierbare Einstellung beliebiger Tempera-  
turen im Bereich von 10 K bis etwa 350 K an der Probe wird  
durch entsprechendes elektrisches Heizen der zweiten Stufe  
erreicht.

35

Um die mit einem Refrigierator erzielbare tiefste Temperatur  
von weniger 10 K zu erreichen, muß der Druck im Gehäuse des  
Kryostaten kleiner  $10^{-3}$  mbar betragen. Zur Erzeugung und  
Aufrechterhaltung dieses Isoliervakuum wird im allgemeinen

eine Hochvakuumpumpe (Diffusionspumpe, Turbomolekularpumpe  
5 oder Ionenzerstäuberpumpe) verwendet. Zum Betrieb dieser  
Pumpen sind zusätzlich Vorpumpen unerlässlich. Dieser  
relativ hohe Aufwand für die Vakuumerzeugung im Kryostat-  
gehäuse ist u. a. auch deshalb erforderlich, damit von der  
Probe und/oder von der zweiten Stufe des Refrigerators bei  
10 höheren Temperaturen abdampfende Gase sich nicht wieder auf  
der Probe anlagern und diese verschmutzen, wenn die Tempera-  
tur der Probe wieder erniedrigt wird.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen  
15 Refrigerator-Kryostaten mit einem zweistufigen Kaltkopf zu  
schaffen, bei dem auf ein aufwendiges System zur Erzeugung  
des Isoliervakuums verzichtet werden kann, ohne daß die  
Gefahr der Verschmutzung der gekühlten Probe besteht.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß die  
20 erste Stufe des Kaltkopfes des Refrigerators mit einer  
Pumpfläche ausgerüstet ist. Diese Pumpfläche wirkt als  
Kryo-Kondensations- und/oder als Kryo-Sorptionspumpe, so daß  
die externe Hochvakuumpumpe entfallen kann. Es genügt, wenn  
zur Vorevakuierung eine mechanische Vakuumpumpe vorhanden ist.  
25 Zweckmäßigerweise dient die zweite Kaltstufe der Halterung  
der Probe und der Einstellung variabler tiefer Temperaturen,  
während die erste Kaltstufe mit der Pumpfläche ausgerüstet  
ist. Die erste Stufe eines Refrigerators nimmt während des  
Betriebs in der Regel eine im wesentlichen konstant bleibende  
30 Temperatur von 40 bis 60 K an, und zwar unabhängig von der  
Temperatur der zweiten Stufe. Bei dieser Temperatur können  
Gase wie  $\text{CH}_4$ ,  $\text{N}_2$  usw. an der Pumpfläche durch Sorption  
gebunden werden. Drücke im  $10^{-5}$  mbar-Bereich können  
dadurch aufrechterhalten werden.

35 Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung sollen  
anhand eines in der Figur dargestellten Ausführungsbeispiels  
erläutert werden. Als Ausführungsbeispiel wurde ein

Refrigerator-Kryostat 1 mit einem zweistufigen Refrigerator  
5 gewählt, der in einem Gehäuse untergebracht ist. Im unteren  
Teil 3 des Gehäuses sind in nicht näher dargestellter Weise  
an sich bekannte Antriebsvorrichtungen für den Refrigerator-  
Kaltkopf untergebracht. Ihre Stromversorgung erfolgt über  
das Anschlußkabel 4. Am unteren Gehäuseteil 3 sind außerdem  
10 die Anschlußstutzen 5 und 6 für die Zu- und Abfuhr des  
Arbeitsgases vorgesehen. Schließlich trägt der untere  
Gehäuseteil eine Temperaturanzeige 7 für die Temperatur der  
zweiten Stufe. Der eigentliche zweistufige Kaltkopf 10 des  
Refrigerators befindet sich in den Gehäuseteilen 8 und 13.

15 Im mittleren, mit 8 bezeichneten Gehäuseteil befindet sich  
die erste Stufe 9 des Kaltkopfes 10 des Refrigerators.  
In diesem Bereich ist das Ausführungsbeispiel als Schnitt  
dargestellt. Dadurch sind die zylindrischen Abschnitte 11  
und 12 des Kaltkopfes 10 des Refrigerators sichtbar, in  
20 denen sich die Verdränger der ersten bzw. zweiten Stufe des  
zweistufigen Refrigerators befinden. Der obere Teil 13 des  
Kryostaten-Gehäuses ist wieder geschlossen dargestellt.  
In diesem Bereich befindet sich die zweite Stufe des Refrige-  
rators, auf der die Probe in nicht näher dargestellter,  
25 an sich bekannter Weise gehalten ist. In Höhe der Probe ist  
der Gehäuseteil 13 mit demontierbaren Fenstern 14 versehen,  
so daß die Probe einerseits beobachtbar ist.

Die sichtbare erste Stufe 9 des Refrigerators weist einen  
30 Flansch 16 auf, auf dem ein weiterer Flansch 17 befestigt  
ist, der eine zylindrische Abschirmung 18 für die Probe  
trägt. Zusätzlich ist die erste Stufe 9 des Refrigerators  
mit einer Pumpfläche 19 ausgerüstet, die im wesentlichen  
aus einem zylindrisch geformten Kupferblech besteht, das über  
35 vier abgelenkte Laschen 20 ebenfalls am Flansch 16  
befestigt ist, so daß ein guter Wärmekontakt zur ersten Stufe  
besteht. Die Pumpfläche 19 ist auf ihrer Außenseite

5 hochglanzvernickelt und innen, zur ersten Stufe hin, mit mehreren Gramm Aktivkohle belegt. Bei gekühlter erster Stufe dient die Außenseite des Blechs als Kryokondensationspumpe und die Innenseite als Kryosorptionspumpe.

10 In Figur 2 ist die Pumpfläche 19 nochmals abgewickelt dargestellt. Das Blech ist einseitig mit Aktivkohle belegt. Die Länge der Laschen 20 ist so gewählt, daß zwischen dem Außenrand des Flansches 16 und dem zylindrischen Abschnitt Öffnungen für den Durchtritt der Gase vorhanden sind.

15 Die erste Stufe 9 des Refrigerators ist zusätzlich noch mit einer Heizungsmanchette 21 ausgerüstet. Diese Heizung wird nur dann eingeschaltet, wenn ein Regenerieren der Sorptionsflächen erforderlich ist.

20 Die Zufuhr der Heizenergie erfolgt in nicht näher dargestellter Weise über eine mit 22 bezeichnete, vakuumdichte elektrische Durchführung. Über diese Durchführung wird auch die nicht sichtbare zweite Stufe in an sich bekannter Weise mit Heizstrom versorgt, um die Temperatur der Probe auf die  
25 gewünschten Werte einstellen zu können.

Wegen des Vorhandenseins der Sorptionsflächen 19 im Bereich der ersten Stufe 9 des Refrigerators genügt es, wenn der Anschlußstutzen 23 am mittleren Gehäuseteil 8 lediglich mit einer Vorvakuumpumpe 24 verbunden ist. Diese dient nur zur  
30 Vorevakuierung des Gehäuses vor und während des Abkühlens des Refrigerators. Sie kann vom Gehäuse getrennt werden, wenn nach Abkühlung des Refrigerator-Kaltkopfes der Druck etwa  $10^{-2}$  mbar unterschreitet. Die Sorptionsfläche 19 bewirkt danach, daß Drücke im  $10^{-5}$  mbar-Bereich erzeugt und  
35 aufrechterhalten werden können. Selbst bei Einstellung höherer Temperaturen an der zweiten Stufe von bis zu 350 K bleibt der Druck im Gehäuse immer bei hinreichend niedrigen Werten. Wie lange dieser niedrige Druck aufrechterhalten werden kann, hängt ab von der Kapazität der Aktivkohle.

Die Kapazität von etwa 5 bis 10 g Aktivkohle reicht für  
einen mehrtägigen Experimentierbetrieb aus und muß erst dann  
5 einer Regeneration unterzogen werden.

10

15

20

25

30

35

LEYBOLD-HERAEUS GMBH  
Köln-Bayental

5

## Refrigerator-Kryostat

## ANSPRÜCHE

10

1. Refrigerator-Kryostat mit einem in einem Gehäuse angeordneten, auf tiefe Temperaturen einstellbaren zweistufigen Kaltkopf, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die erste Stufe (9) des Kaltkopfes (10) mit einer Pumpfläche (19) ausgerüstet ist.

15

2. Refrigerator-Kryostat nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die zweite Stufe auf variable Temperaturen einstellbar ist und daß die erste Stufe (9) mit der Pumpfläche (19) auf eine während des Betriebs im wesentlichen konstant bleibende Temperatur einstellbar ist.

20

3. Refrigerator-Kryostat nach Anspruch 1 oder 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Pumpfläche (19) von einem zylindrisch geformten Blechabschnitt gebildet wird.

25

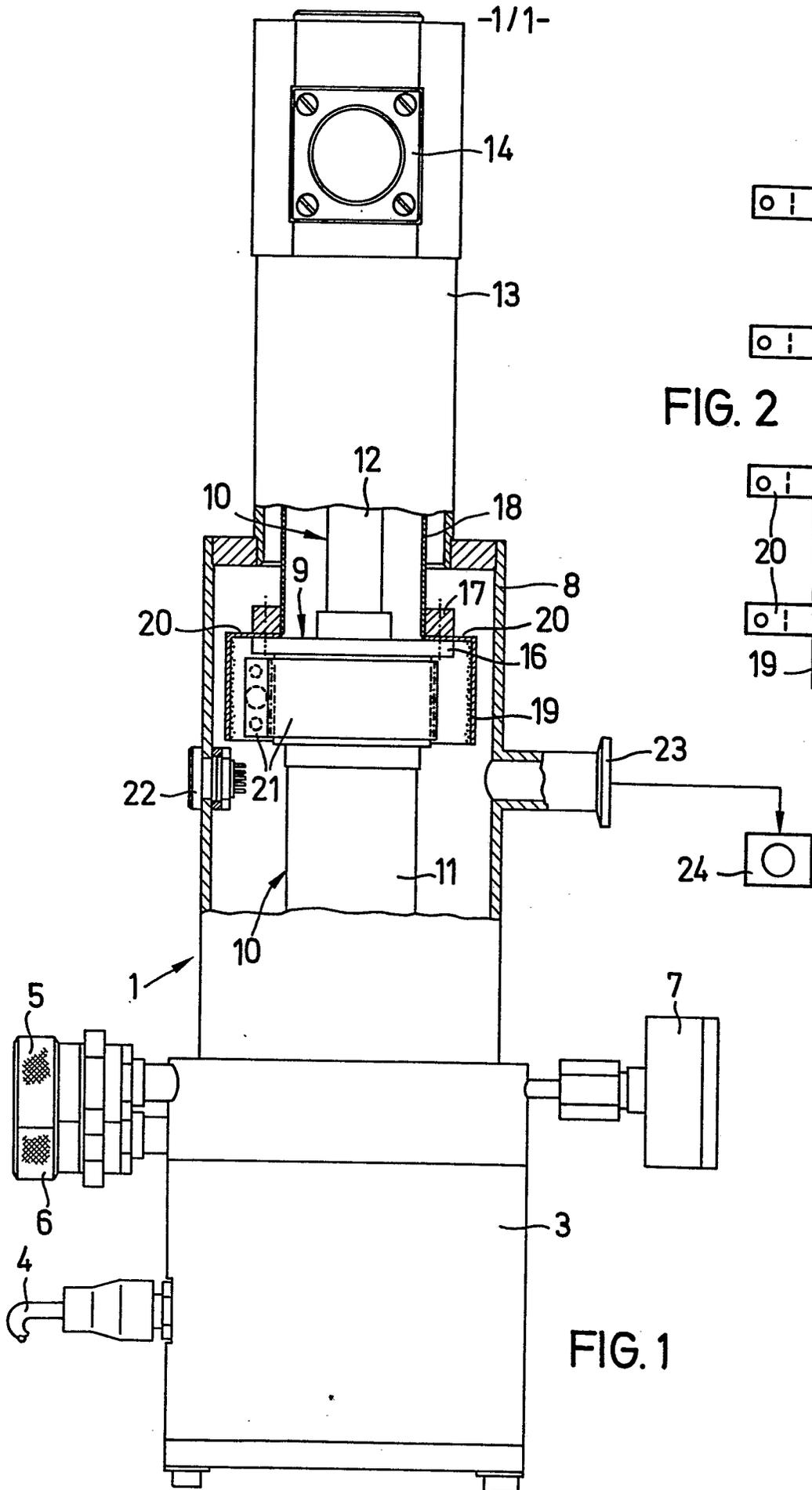
4. Refrigerator-Kryostat nach Anspruch 3, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Pumpfläche (19) über abgeknickte Laschen (20) mit der ersten Stufe des Kaltkopfes (10) verbunden ist.

30

5. Refrigerator-Kryostat nach Anspruch 3 oder 4, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Pumpfläche (19) aus einem Kupferblech besteht, das außen hochglanzvernickelt und innen mit Aktivkohle belegt ist.

35

6. Refrigerator-Kryostat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß im Bereich der Pumpfläche (19) eine Heizvorrichtung (21) angeordnet ist.





Europäisches  
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0053784

Nummer der Anmeldung

EP 81 11 0025

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
X	DE - A - 2 830 943 (LEYBOLD-HERAEUS) * Insgesamt *	1,2,3,5,6	F 04 B 37/08
X	DE - A - 2 536 005 (KELLNER) * Seiten 1-5 *	1,2,4,6	
X	DE - A - 2 455 712 (KELLNER) * Seiten 1-3 *	1,2,3,5	RECHERCHIERTESACHGEBIETE (Int. Cl.)
X	FR - A - 2 391 376 (AIR PRODUCTS) * Seite 3, Zeile 18 bis Seite 4, Zeile 12 *	1,2,3,5	F 04 B F 25 J
A	DE - A - 2 912 856 (BALZERS) * Seite 7, Zeilen 1-5 *	5	
A	US - A - 3 390 536 (KREISMAN) * Spalte 3, Zeilen 61-63 *	5	KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
A	DE - A - 1 963 969 (L'AIR LIQUIDE) * Seite 9, Zeilen 3-9 *	6	X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument
A	FR - A - 2 396 879 (L'AIR LIQUIDE) * Seite 3, Zeilen 11-34 *		&: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
<input checked="" type="checkbox"/> Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	01-03-1982	BAATH	