

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer: **0 053 784  
B1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45)

Veröffentlichungstag der Patentschrift:  
**08.08.84**

(51)

Int. Cl.<sup>3</sup>: **F 04 B 37/08, F 25 J 1/00**

(21)

Anmeldenummer: **81110025.4**

(22)

Anmeldetag: **01.12.81**

(54)

**Refrigerator-Kryostat.**

(30)

Priorität: **10.12.80 DE 3046458**

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**16.06.82 Patentblatt 82/24**

(45)

Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**08.08.84 Patentblatt 84/32**

(84)

Benannte Vertragsstaaten:  
**CH FR GB LI NL**

(56)

Entgegenhaltungen:  
**DE - A - 1 963 969  
DE - A - 2 455 712  
DE - A - 2 536 005  
DE - A - 2 830 943  
DE - A - 2 912 856  
FR - A - 2 391 376  
FR - A - 2 396 879  
US - A - 3 390 536**

(73)

Patentinhaber: **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 Postfach 51 07 60,  
D-5000 Köln 51 (DE)**

**EP 0 053 784 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Unter einem Kryostaten wird eine Einrichtung verstanden, welche die Einstellung und Aufrechterhaltung beliebiger Temperaturen im Bereich von  $T < 10\text{ K}$  bis etwa  $T = 350\text{ K}$  erlaubt. Dabei setzt sich immer mehr durch, zur Kälteerzeugung Refrigeratoren zu verwenden. Refrigeratoren sind 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 Arbeitgas in einem geschlossenen Kreislauf geführt werden kann. Die Folge ist, daß einem bestimmten Bereich des Zylinders Wärme entzogen wird. Mit zweistufigen Refrigeratoren dieser Art und Helium als Arbeitgas lassen sich z. B. Temperaturen bis unter  $10\text{ K}$  erzeugen.

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

Um die mit einem Refrigerator erzielbare tiefste Temperatur von weniger  $10\text{ K}$  zu erreichen, muß der Druck im Gehäuse des Kryostaten kleiner  $10^{-3}\text{ mbar}$  betragen. Zur Erzeugung und Aufrechterhaltung dieses Isoliervakuum wird im allgemeinen eine Hochvakuumpumpe (Diffusionspumpe, Turbomolekularpumpe oder Ionenzerstäuberpumpe) verwendet. Zum Betrieb dieser Pumpen sind zusätzlich Vorpumpen unerlässlich. Dieser relativ hohe Aufwand für die Vakuumherstellung im Kryostatgehäuse ist u. a. auch deshalb erforderlich, damit von der Probe und/oder von der zweiten Stufe des Refrigerators bei höheren Temperaturen abdampfende Gase sich nicht wieder auf der Probe anlagern und diese verschmutzen, wenn die Temperatur der Probe wieder erniedrigt wird.

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

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß die 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. 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 Temperatur von  $40$  bis  $60\text{ K}$  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.

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 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 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.

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 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 Refrigerators, auf der die Probe in nicht näher dargestellter, an sich bekannter Weise gehalten ist. In Höhe der Probe ist der Gehäuseteil 13 mit demontierbaren Ferstern 14 versehen, so daß die Probe einerseits beobachtbar ist.

Die sichtbare erste Stufe 9 des Refrigerators weist einen 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 vier abgeknickte Laschen 20 ebenfalls am Flansch 16 befestigt ist, so daß ein guter Wärmekontakt zur ersten Stufe besteht. Die Pumpfläche 19 ist auf ihrer Außenseite hochglanzvernickelt und innen, zur ersten Stufe hin, mit mehreren Gramm Aktivkohle belegt. Bei gekühlter erster Stufe dient die Außenseite des Blechs als Kryo-Kondensationspumpe und die Innenseite als Kryosorptionspumpe.

In Fig. 2 ist die Pumpfläche 19 nochmals abge-

wickelt 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.

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

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 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 Vorevakuumpumpe 24 verbunden ist. Diese dient nur zur Vorevakuumierung 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 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 einer Regeneration unterzogen werden.

### Patentansprüche

1. Refrigerator-Kryostat (1) mit einem in einem Gehäuse (8, 13) angeordneten, zweistufigen Kaltkopf (10), dessen zweite Stufe der Halterung und Temperierung einer Probe dient und durch entsprechendes elektrisches Heizen auf variable Temperaturen einstellbar ist, dadurch gekennzeichnet, daß die erste Stufe (9) des Kaltkopfes (10) mit einer Pumpfläche (19) ausgerüstet ist.

2. Refrigerator-Kryostat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Pumpfläche (19) von einem zylindrisch geformten Blechabschnitt gebildet wird.

3. Refrigerator-Kryostat nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Pumpfläche (19) über abgelenkte Laschen (20) mit der ersten Stufe des Kaltkopfes (10) verbunden ist.

4. Refrigerator-Kryostat nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Pumpfläche (19) aus einem Kupferblech besteht, das außen hochglanzvernickelt und innen mit Aktivkohle

belegt ist.

5. Refrigerator-Kryostat nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß im Bereich der Pumpfläche (19) eine Heizvorrichtung (21) angeordnet ist.

### Claims

1. A refrigerator cryostat (1) with a two-stage cold head (10), which is arranged in a housing (8, 13) and the second stage of which serves to hold and temper a specimen and can be adjusted by appropriate electrical heating to variable temperatures, characterized in that the first stage (9) of the cold head (10) is provided with a pump face (19).

2. A refrigerator cryostat according to claim 1, characterized in that the pump face (19) is formed by a cylindrical length of sheet metal.

3. A refrigerator cryostat according to claim 2, characterized in that the pump face (19) is connected to the first stage of the cold head (10) by way of angled straps (20).

4. A refrigerator cryostat according to claim 2 or 3, characterized in that the pump face (19) consists of a copper sheet, which is coated with mirror-finish nickel on the outside and active carbon on the inside.

5. A refrigerator cryostat according to any one of the preceding claims, characterized in that a heating device (21) is arranged in the zone of the pump face (19).

### Revendications

1. Cryostat à machine frigorifique (1) comprenant une tête froide (10) à deux étages agencée dans une enveloppe (8, 13) et dont le deuxième sert à fixer une sonde et à la mettre à bonne température, et peut être réglé à des températures variables par un chauffage électrique approprié, caractérisé en ce que le premier étage (9) de la tête froide (10) est équipé d'une surface de pompage (19).

2. Cryostat à machine frigorifique selon la revendication 1, caractérisée en ce que la surface de pompage (19) est formée d'un segment de tôle façonné à une forme cylindrique.

3. Cryostat à machine frigorifique selon la revendication 2, caractérisé en ce que la surface de pompage (19) est reliée au premier étage de la tête froide (10) par l'intermédiaire de pattes coudées (20).

4. Cryostat à machine frigorifique selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce que la surface de pompage (19) est constituée par une tôle de cuivre qui est extérieurement nickelée à nickelage très brillant et revêtue intérieurement de charbon actif.

5. Cryostat à machine frigorifique selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'un dispositif de chauffage (21) est agencé dans la région de la surface de pompage (19).

