



(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2013 213 020.1**

(22) Anmeldetag: **03.07.2013**

(43) Offenlegungstag: **08.01.2015**

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

(71) Anmelder:
Bruker BioSpin AG, Fällanden, CH

(74) Vertreter:
**Kohler Schmid Möbus Patentanwälte, 70565
Stuttgart, DE**

(72) Erfinder:
**Kraus, Andreas, Riedikow, CH; Schauwecker,
Robert, Zürich, CH; Hinderer, Joerg, 79761
Waldshut-Tiengen, DE**

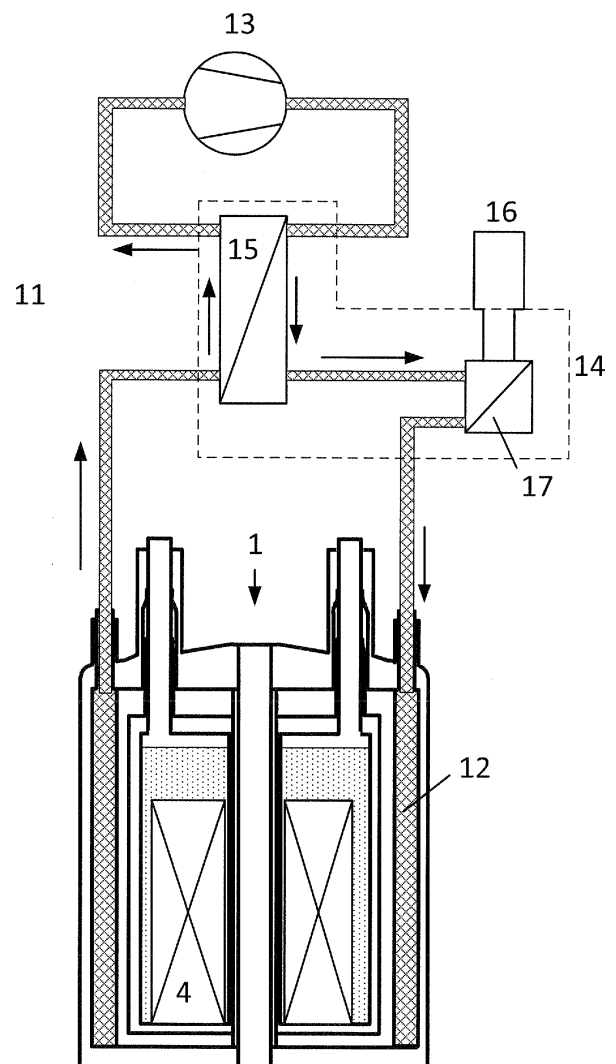
(56) Ermittelter Stand der Technik:
siehe Folgeseiten

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren zum Umrüsten einer Kryostatanordnung auf Umlaufkühlung**

(57) Zusammenfassung: Ein Verfahren zum Umrüsten einer Kryostatanordnung (1) mit Raumtemperatur-Vakuumbehälter (10), in welchem ein erster Behälter (2) mit einem Flüssig-Helium-Bad (3), dessen Betriebstemperatur durch Helium-Verdampfung unter 5 K gehalten wird, sowie ein zweiter Behälter (6) angeordnet ist, welcher zum thermischen Abschirmen des ersten Behälters mit Flüssigstickstoff (7) befüllt und durch Stickstoff-Verdampfung auf einer Betriebstemperatur von maximal 80 K gehalten wird, ist dadurch gekennzeichnet, dass ein bei einer Temperatur von 60 K und einem Druck von 1 bar fluides Kühlmedium (12) in den zweiten Behälter eingebracht wird, welches durch einen Refrigerator (16) mittels eines Kühlkreislaufes (11), dessen Kühlmittelleitungen in den zweiten Behälter hinein führen, auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt wird. Damit kann als Retrofit für bestehende Kryostatanordnungen, welche zur Kühlung einer supraleitenden Spule sowohl flüssiges Helium als auch flüssigen Stickstoff verwenden, die Verwendung von flüssigem Stickstoff mit einem nachrüstbaren System gänzlich vermieden und zusätzlich die Abdampftrate des flüssigen Heliums deutlich verringert werden, ohne die verwendeten Kryogene rückverflüssigen zu müssen.



(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	42 27 388	A1
DE	195 48 273	A1
US	2007 / 0 245 749	A1
US	4 510 771	A
US	5 267 445	A
US	5 563 566	A
US	5 613 367	A
EP	0 398 156	B1
EP	0 905 436	B1
EP	1 655 616	B1
EP	1 628 089	A3
WO	95/ 01 539	A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Umrüsten einer Kryostatanordnung, die einen Raumtemperatur-Vakuumbehälter aufweist, in welchem ein erster Behälter mit einem Flüssig-Helium-Bad angeordnet ist, dessen Betriebstemperatur durch Helium-Verdampfung unter 5 K gehalten wird, wobei in dem Raumtemperatur-Vakuumbehälter außerdem ein zweiter Behälter angeordnet ist, welcher zum thermischen Abschirmen des ersten Behälters mit Flüssigstickstoff befüllt und durch Stickstoff-Verdampfung auf einer Betriebstemperatur von 75 bis 80 K gehalten werden kann.

[0002] Der Aufbau und das Einsatzgebiet einer solchen Anordnung, bei der beide Behälter wiederum innerhalb eines Raumtemperatur-Vakuumbehälters angeordnet sind, ist beispielsweise aus US-A 5,267,445 bekannt.

Hintergrund der Erfindung

[0003] Eine derartige Kryostatanordnung wird insbesondere für die Kühlung supraleitender Magnetspulen verwendet. Solche Magnetspulen werden unter anderem für NMR(= Kernspinresonanz)-Messungen benötigt. Die NMR-Spektroskopie stellt ein leistungsfähiges Verfahren der instrumentellen Analytik dar. Dabei werden in eine Messprobe, die sich in einem starken, statischen Magnetfeld befindet, HF(= Hochfrequenz)-Pulse eingestrahlt, und die HF-Reaktion der Messprobe wird vermessen. Die relevanten Informationen werden integral über einen gewissen Bereich der Messprobe, das so genannte aktive Volumen, gewonnen.

[0004] Zur Erzeugung der dafür benötigten hohen Magnetfelder werden supraleitende Magnetspulen verwendet, welche vorzugsweise in flüssigem Helium betrieben werden. Die Magnetspule und das flüssige Helium sind in einem ersten Behälter untergebracht. Die Temperatur dieses Behälters bleibt durch fortlaufendes Verdampfen des Heliums konstant. Um diesen Behälter können zusätzlich ein oder mehrere Strahlungsschilde angeordnet sein. Zwischen diesen Strahlungsschilden und dem äußeren Raumtemperatur-Vakuumbehälter ist ein ringförmiger zweiter Behälter angeordnet, welcher mit flüssigem Stickstoff befüllt ist und dessen Temperatur durch fortlaufendes Verdampfen des Stickstoffs konstant bei ca. 77 K gehalten wird. Eine solche Anordnung ist in **Fig. 8** gezeigt. Durch diesen Aufbau wird erreicht, dass der durch Strahlungswärme verursachte Wärmeeintrag in den ersten Behälter minimiert wird und damit insbesondere die Verdampfungsrate des Heliums im ersten Behälter so klein gehalten werden kann, dass typischerweise nur alle paar Monate Helium nachgefüllt werden muss.

[0005] Die passive Kühlung durch die verdampfenden Kryogene Helium und Stickstoff führt folglich dazu, dass in gewissen Zeitabständen immer wieder flüssiges Helium und Stickstoff nachgefüllt werden müssen. Der flüssige Stickstoff muss in deutlich geringeren Zeitabständen von ein bis zwei Wochen nachgefüllt werden.

[0006] Ein wesentlicher Nachteil dieser Anordnung liegt darin, dass die Handhabung der verwendeten Kryogene nicht ganz einfach ist und daher speziell ausgebildetes Personal erfordert. Durch das Nachfüllen entsteht außerdem eine in der Regel unerwünschte Unterbrechung der Messungen in der gekühlten Apparatur. Zudem ist die Abhängigkeit von der Versorgung mit flüssigen Kryogenen vor allem dort problematisch, wo keine optimale Infrastruktur hierfür vorhanden ist, wie z. B. in Schwellenländern (etwa Indien, afrikanische Länder, etc.). Auch eine zukünftige Verteuerung oder Verknappung der Kryogene macht eine solche Art der Kühlung recht kostspielig.

[0007] Mit der Verfügbarkeit mechanischer Refrigeratoren, welche Temperaturen unterhalb 4 K erreichen können, wurden weitere Kühlmöglichkeiten entwickelt, um die Abhängigkeit von flüssigem Helium und flüssigem Stickstoff zu verringern. Neben der Kühlung ausschließlich durch das Zuführen von Kryogenen gehören auch folgende Kühlvarianten zum Stand der Technik:

- Kühlkreisläufe mit gasförmigem Helium für Vorkühlung oder Betrieb von supraleitenden Magneten (siehe zum Beispiel in US 2007245749 A1, EP 0 398 156 B1, WO 95 01 539 A1)
- Kühlkreisläufe zur Kühlung von Strahlungsschilden oder Rückverflüssigung von Stickstoffgas (beispielsweise in EP 1 655 616 B1)
- Einbauvarianten von Kryokühlern in supraleitende Magnetsysteme für die Rückverflüssigung der Kryogene oder zur Kühlung von Strahlungsschilden (beschrieben in EP 0 905 436 B1, US 5,563,566 A1 oder US 5,613,367 A1)
- Externe Rückverflüssigung der Kryogene (z. B. in EP 1 628 089 A3)

Nachteile des Standes der Technik

[0008] Die oben beschriebenen bekannten Anordnungen zur Vermeidung oder Verringerung des Verbrauchs von flüssigen Kryogenen gehen allesamt davon aus, dass der Kühlkreislauf entweder temporär für das Abkühlen besteht oder aber von Beginn an fest am System installiert ist. Anordnungen für den nachträglichen Einbau (etwa in EP 1 655 616 B1, EP 1 628 089 A3) zielen auf eine Rückverflüssigung der abdampfenden Kryogene und damit auf ein luftfreies System.

[0009] Diese externe Rückverflüssigung des abdampfenden Heliums und Stickstoffs weist den Nach-

teil auf, dass die Kühlvorrichtung räumlich oberhalb der Kryostatenanordnung platziert werden muss und höhere Anforderungen an die Raumhöhe stellt, was in vielen Laboratorien problematisch ist. Experimente zur Messung der Magnetresonanz erfordern beispielsweise eine außerordentlich vibrationsarme Umgebung. Durch die Nähe der Kühleinrichtung zur Kryostatenanordnung wird die Dämpfung von im Betrieb entstehenden Vibrationen entsprechend schwierig.

[0010] Alternativ könnte man auch die abdampfenden Kryogene außerhalb der Kryostatenanordnung sammeln und mit einem separaten Kryosystem wieder verflüssigen. Ein solches System wird beispielsweise von der Firma Cryomech angeboten („Liquid Helium Plants“), hat aber die Nachteile, dass ausschließlich Helium verflüssigt wird und dieses in relativ kurzen Abständen wieder in die Kryostatenanordnung zurücktransferiert werden muss.

Aufgabe der Erfindung

[0011] Im Sinne eines Retrofits für bestehende Kryostatenanordnungen, welche beispielsweise zur Kühlung einer supraleitenden Spule sowohl flüssiges Helium als auch flüssigen Stickstoff verwenden, wäre es demgegenüber vorteilhaft, die Verwendung von flüssigem Stickstoff mit einem nachrüstbaren System gänzlich zu vermeiden und darüber hinaus noch die Abdampfrate des flüssigen Heliums deutlich zu verringern, ohne die verwendeten Kryogene rückverflüssigen zu müssen.

[0012] Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Umrüsten einer Kryostatenanordnung mit den eingangs definierten Merkmalen mit möglichst einfachen technischen Maßnahmen so zu gestalten, dass die oben aufgezählten Nachteile des Standes der Technik weitestgehend vermieden werden, wobei zumindest kein flüssiger Stickstoff mehr eingesetzt werden muss. Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, den Heliumverbrauch der Kryostatenanordnung wesentlich herabzusetzen und außerdem auch noch einen über eine lange Zeitdauer ununterbrochenen Betrieb mit nur minimalen mechanischen Störungen zu ermöglichen.

Kurze Beschreibung der Erfindung

[0013] Diese komplexe Aufgabe wird auf ebenso überraschend einfache wie wirkungsvolle Weise dadurch gelöst, dass bei einer gattungsgemäßen Kryostatenanordnung mit den eingangs definierten Merkmalen ein fluides Kühlmedium in den zweiten Behälter eingebracht wird, welches bei einer Temperatur von 60 K und einem Druck von 1 bar gasförmig und/oder flüssig ist, und dass das Kühlmedium durch einen Refrigerator mittels eines Kühlkreislaufes, des-

sen Kühlmittleitungen in den zweiten Behälter hinein führen, auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt wird.

Vorteile gegenüber dem Stand der Technik

[0014] Erfindungsgemäß wird die ursprüngliche bestimmungsgemäße Funktion des zweiten Behälters dahingehend verändert, dass kein flüssiger Stickstoff mehr verwendet wird und der Behälter stattdessen durch ein anderes Kühlmedium mit tieferem Siedepunkt auf eine Temperatur unter 60 K gekühlt werden kann, was mit Stickstoff keinesfalls erreichbar ist, da dieser bereits bei 63 K gefriert.

[0015] Zur Aufrechterhaltung der niedrigen Temperatur des Kühlmediums wird dieses über einen geschlossenen Kühlkreislauf mittels eines externen Refrigerators gekühlt. Die Kühlmittleitungen des Kühlkreislaufs sind mit den Ausgängen des zweiten Behälters verbunden, durch welche normalerweise bei bekannten Kryostatenanordnungen nach dem Stand der Technik Stickstoffgas nach außen abströmt. Refrigeratoren, welche die erforderlichen Kühlleistungen und Temperaturen unterhalb 60 K erreichen, sind kommerziell erhältlich. Beispielsweise können als Refrigeratoren etwa Pulsrohr-, Gifford-McMahon- oder Stirling-Kühler eingesetzt werden. Allerdings ist bislang von der einschlägigen Fachwelt nie erwogen worden, derartige Refrigeratoren in einem geschlossenen Kühlkreislauf zur Kühlung des Kryogens (bisher immer Stickstoff) im zweiten Behälter zu benutzen, sondern ausschließlich nur zur Kühlung beziehungsweise zur Rückverflüssigung des Heliums im ersten Behälter.

[0016] Die Abdampfrate von flüssigem Helium im ersten Behälter wird maßgeblich bestimmt durch den Wärmeeintrag in Form von Wärmestrahlung und Wärmeleitung zwischen dem ersten Behälter und dem darum herum angeordneten zweiten Behälter. Dieser befindet sich normalerweise auf einer konstanten Temperatur, welche – bisher – durch den Siedepunkt des Stickstoffs bestimmt war, welcher bei einem Druck von 1 bar bei ca. 77 K liegt.

[0017] Eine Möglichkeit zur Verringerung der Abdampfrate von flüssigem Helium aus dem ersten Behälter ergibt sich daher sehr einfach durch die Verringerung der Temperatur des zweiten Behälters (gegenüber dem bisher üblichen Temperaturniveau von flüssigem Stickstoff). Durch die Umrüstung des zweiten Behälters auf eine Kühlung durch ein anderes Kühlfluid mit wesentlich geringerem Siedepunkt im Vergleich zu Stickstoff, kann die Abdampfrate von Helium aus dem ersten Behälter auf wesentlich tiefere Werte (beispielsweise 50% des Normalwertes) verringert werden, da das Kühlmedium auch in gasförmigem Zustand einen sehr guten thermischen

Kontakt zum zweiten Behälter hat, der zweite Behälter somit die Temperatur des Kühlmediums annimmt.

[0018] Damit können auf verblüffend einfache Weise zwei wesentliche Vorteile erzielt werden, indem erstens der Gebrauch von flüssigem Stickstoff vollständig vermieden wird und zweitens die Abdampftrate von flüssigem Helium auf tiefere Werte gebracht und damit der Heliumverbrauch ganz entscheidend verringert werden kann.

[0019] Die tiefere Abdampftrate von Helium hat zudem den großen Vorteil, dass weniger häufig und nur in zeitlich größeren Abständen Helium nachgefüllt werden muss. Auf diese Weise sind dann Haltezeiten von über einem Jahr leicht erreichbar. Dies ist vor allem in solchen Ländern von großem Vorteil, in denen die Beschaffung von flüssigem Helium nur in großen Zeitabständen möglich und der Preis desselben besonders hoch ist.

[0020] Das erfindungsgemäße System hat weiterhin den Vorteil, dass es nur durch flexible vakuumisolierte Kühlmittelleitungen mit dem zweiten Behälter der Kryostatanordnung verbunden ist. Daher kann der Refrigerator frei neben derselben platziert werden, ohne Einschränkungen bezüglich Raumhöhe und mit nur geringem Platzbedarf.

[0021] Ein weiterer Vorteil ergibt sich durch die Vibrationsentkopplung zwischen dem externen Refrigerator und der Kryostatanordnung, welche nur durch die flexiblen vakuumisolierten Kühlmittelleitungen verbunden sind. Dadurch können beispielsweise Refrigeratoren eingesetzt werden, welche ein höheres Vibrationsniveau aufweisen, aber thermodynamisch effizienter sind, das heißt mit gleicher elektrischer Leistung eine höhere Kühlleistung erzielen. Außerdem sind derartige Refrigeratoren meistens auch noch deutlich preisgünstiger und bezüglich ihrer Dauerhaltbarkeit robuster.

[0022] Da der Kühlkreislauf geschlossen ist, muss während des Betriebs kein Kühlmittel nachgefüllt bzw. ersetzt werden. Durch die weitgehend freie Wahl des Refrigerators können kundenspezifisch unterschiedliche Kühlleistungen gewählt werden. Dies erlaubt es, das Füllintervall für das Nachfüllen von flüssigem Helium in den ersten Behälter in einem weiten Bereich zu variieren und beispielsweise mit den Serviceintervallen für den Refrigerator zusammenzulegen.

Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung

[0023] Bei bevorzugten Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens wird als fluides Kühlmedium Helium oder Neon verwendet. Diese beiden leichtesten Edelgase sind schon seit vielen Jahrzehnten in der Kryotechnik zur Erzeugung besonders tie-

fer Temperaturen im Gebrauch, weil sie bis zu tiefen Temperaturen unter Normalbedingungen gasförmig bleiben, während Stickstoff bereits bei 63 K gefriert. Insbesondere Helium kondensiert erst bei 42 K und Heliumgas ist in Form von Druckgasflaschen viel einfacher erhältlich als flüssiges Helium.

[0024] Vorteilhaft ist eine Klasse von Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei der ein Wärmeaustauscher in dem zweiten Behälter angeordnet und an die Kühlmittelleitungen des Kühlkreislaufs angeschlossen und das Kühlmedium mittels des Wärmeaustauschers auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt wird. Vorteile und Wirkungsweise sind im Detail der Beschreibung zur **Fig. 2** zu entnehmen.

[0025] Besonders bevorzugt ist eine Klasse von dazu alternativen Ausführungsformen, bei welchen die Kühlmittelleitungen des Kühlkreislaufs innerhalb des zweiten Behälters offen sind, wobei das Kühlmedium aus dem zweiten Behälter in die Kühlmittelleitungen des Kühlkreislaufs geleitet und auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt wird. Vorteile und Wirkungsweise sind im Detail der Beschreibung zur **Fig. 1** zu entnehmen.

[0026] Bei einer weiteren bevorzugten Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens ist der zweite Behälter, der beim Umrüsten der Kryostatanordnung durch das eingebrachte Kühlmedium ergänzt oder ausgetauscht wird, vor dem Umrüsten mit Flüssigstickstoff befüllt. In diesem Falle geschieht die Umrüstung bei einem System, welches schon in seiner ursprünglichen Konfiguration, d. h. mit verdampfendem Stickstoff im zweiten Behälter, in Betrieb ist und nun nach dem erfindungsgemäßen Verfahren umgerüstet wird. Dieses Verfahren ist deshalb vorteilhaft, weil auch alle bereits an Kunden ausgelieferte und in Betrieb befindliche Kryostatanordnungen auf sehr unkomplizierte Weise umgerüstet werden können.

[0027] Vorteilhaft ist auch eine Verfahrensvariante, bei welcher im zweiten Behälter zusätzlich zum fluiden Kühlmedium eine Stickstoffmenge belassen und/oder eingebracht wird, welche bei einer Betriebstemperatur von ≤ 60 K ein Volumen von mindestens 5 l einnimmt. Vorteile und Wirkungsweise sind im Detail der Beschreibung zur **Fig. 5** zu entnehmen.

[0028] In den Rahmen der vorliegenden Erfindung fällt auch eine Kryostatanordnung zur Durchführung des oben beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahrens mit einem Raumtemperatur-Vakuumbehälter, in welchem ein erster Behälter mit einem Flüssig-Helium-Bad angeordnet ist, dessen Betriebstemperatur durch Helium-Verdampfung unter 5 K gehalten wird, wobei in dem Raumtemperatur-Vakuumbehälter außerdem ein zweiter Behälter angeordnet ist, welcher zum thermischen Abschirmen des ersten Be-

hälters mit Flüssigstickstoff befüllt und durch Stickstoff-Verdampfung auf einer Betriebstemperatur von 75 bis 80 K gehalten werden kann. Diese Kryostatanordnung ist dadurch gekennzeichnet, dass ein fluides Kühlmedium im zweiten Behälter vorgesehen ist, welches bei einer Temperatur von 60 K und einem Druck von 1 bar gasförmig und/oder flüssig ist, dass Kühlmittelleitungen in den zweiten Behälter hineingeführt sind, und dass das Kühlmedium durch einen Refrigerator mittels eines Kühlkreislaufes auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt ist.

[0029] Die Vorteile dieser Kryostatanordnung ergeben sich daraus, dass der zweite Behälter schon bei der erstmaligen Inbetriebnahme mit dem im Kühlkreislauf zirkulierenden Kühlmedium gekühlt wird und der Betreiber des Gerätes von Beginn weg von den Vorteilen profitiert. Die Anordnung hat im weiteren den großen Vorteil, dass sie jederzeit wieder zurückgenommen werden kann, d. h. der zweite Behälter kann vom Kühlkreislauf abgekoppelt und mit flüssigem Stickstoff gefüllt werden, ohne den bestimmungsgemäßen Gebrauch der Kryostatanordnung zu beeinträchtigen.

[0030] Bevorzugt ist eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Kryostatanordnung, die sich dadurch auszeichnet, dass sie Teil einer Kernspinresonanz-Apparatur ist und zur Kühlung einer supraleitenden Magnetanordnung dient. Solche Apparaturen werden in aller Regel für Analysezwecke verwendet und sind zeitlich so ausgelastet, dass ein störungsfreier und besonders wartungsarmer Betrieb von Vorteil ist, was sich durch die vorliegende Erfindung dadurch erreichen lässt, dass kein flüssiger Stickstoff mehr nachgefüllt werden muss und sich auch die Nachfüllintervalle für flüssiges Helium erheblich verlängern.

[0031] Eine Weiterbildung dieser und/oder der vorher beschriebenen Kryostatanordnung sieht vor, dass in den Kühlmittelleitungen des Kühlkreislaufs ein Element zur Isolation von mechanischen Schwingungen integriert ist. Vorteile und Wirkungsweise sind im Detail der Beschreibung zur **Fig. 3** zu entnehmen.

[0032] Weitere vorteilhafte Varianten sehen vor, dass die Kryostatanordnung einen außerhalb des Raumtemperatur-Vakuumbehälters angeordneten Kühlmedium-Tank aufweist, mittels dessen der zweite Behälter und/oder der Kühlkreislauf mit Kühlmedium gespeist werden kann, um Druckschwankungen entgegenzuwirken. Vorteile und Wirkungsweise sind im Detail der Beschreibung zur **Fig. 4** zu entnehmen.

[0033] Eine weitere bevorzugte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Kryostatanordnung ist dadurch gekennzeichnet, dass der zweite Behälter ein Volumen von mindestens 50 l aufweist. Die Vortei-

le dieser Anordnung ergeben sich daraus, dass der zweite Behälter ein genügend großes Volumen aufweist, um sowohl den Betrieb mit flüssigem Stickstoff als auch den Betrieb mit Kühlkreislauf zu erlauben.

[0034] Weitere bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung zeichnen sich dadurch aus, dass der Kühlkreislauf einen Verdichter aufweist, der als ein Kompressor des Refrigerators, als ein Kaltgasverdichter oder als eine bei Umgebungstemperatur betriebene Pumpe ausgestaltet ist, welche durch einen Gegenstrom-Wärmetauscher in den Kühlkreislauf integriert ist. Zur Kühlung des zweiten Behälters durch eine wärmeleitende Verbindung zum Kühlmedium und dem Kühlmittel muss dieses im Kühlkreislauf zirkulieren, da es sich innerhalb des zweiten Behälters erwärmt und am Refrigerator wieder abgekühlt werden muss. Um das Kühlmittel bei Raumtemperatur verdichten zu können, wird typischerweise ein Gegenstromwärmetauscher verwendet, wie er in der Wärme- und Kältetechnik vielfach Verwendung findet. Weitere Vorteile und Wirkungsweise bezüglich der Verwendung eines Kaltgasverdichters sind im Detail der Beschreibung zur **Fig. 6** zu entnehmen.

[0035] Besonders vorteilhaft ist auch eine Klasse von Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Kryostatanordnung, die sich dadurch auszeichnen, dass der Kühlkreislauf eine Joule-Thomson-Expansionsstufe aufweist. Vorteile und Wirkungsweise sind im Detail der Beschreibung zur **Fig. 7** zu entnehmen.

[0036] Weitere Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der Beschreibung und der Zeichnung. Ebenso können die vorstehend genannten und die noch weiter ausgeführten Merkmale erfindungsgemäß jeweils einzeln für sich oder zu mehreren in beliebigen Kombinationen Verwendung finden. Die gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen sind nicht als abschließende Aufzählung zu verstehen, sondern haben vielmehr beispielhaften Charakter für die Schilderung der Erfindung.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung und Zeichnung

[0037] Die Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigen:

[0038] **Fig. 1** eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Kryostatanordnung in schematischem Vertikalschnitt, bei welcher das im Kühlkreislauf zirkulierende Kühlmittel identisch ist mit demjenigen im zweiten Behälter;

[0039] **Fig. 2** eine Ausführungsform wie in **Fig. 1**, jedoch mit anderem Kühlmedium im zweiten Behälter als im Kühlkreislauf;

[0040] Fig. 3 eine Ausführungsform wie in Fig. 1, jedoch mit Elementen zur Dämpfung von Vibrationen an den Kühlmittelleitungen;

[0041] Fig. 4 eine Ausführungsform wie in Fig. 3, jedoch zusätzlich mit einem Vorratsvolumen an Kühlmedium in einem an den Kühlmittelkreislauf angeschlossenen Kühlmediumtank;

[0042] Fig. 5 eine Ausführungsform wie in Fig. 2, jedoch zusätzlich mit einem Restvolumen von bei der Umrüstung nicht vollständig entferntem flüssigem Stickstoff;

[0043] Fig. 6 eine Ausführungsform wie in Fig. 1, jedoch mit einem in die Coldbox integrierten Verdichter, welcher das Kühlmittel bei tiefer Temperatur verdichtet und die Verwendung eines Gegenstromwärmetauschers obsolet macht;

[0044] Fig. 7 eine Ausführungsform wie in Fig. 6, jedoch zusätzlich mit einem Joule-Thomson-Ventil in der Kühlmittelleitung vor den Eintritt in den zweiten Behälter; und

[0045] Fig. 8 eine Kryostatanordnung nach dem Stand der Technik.

[0046] Allgemein betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zum Umrüsten einer Kryostatanordnung, wie sie prinzipiell bereits aus dem Stand der Technik bekannt ist, der schematisch in Fig. 8 illustriert und oben ausführlich diskutiert wurde.

[0047] Die Kryostatanordnung 1 weist einen Raumtemperatur-Vakuumbehälter 10 auf, in welchem ein erster Behälter 2 mit einem Flüssig-Helium-Bad 3 angeordnet ist, dessen Betriebstemperatur durch Helium-Verdampfung bei unter 5 K gehalten wird, wobei in dem Raumtemperatur-Vakuumbehälter 10 außerdem ein zweiter Behälter 6, angeordnet ist, welcher zum thermischen Abschirmen des ersten Behälters 2 mit einem Flüssig-Stickstoff-Bad 7 befüllt und durch Stickstoff-Verdampfung auf einer Betriebstemperatur von 75 bis 80 K gehalten werden kann.

[0048] Die in Fig. 8 gezeigte Kryostatanordnung 1 nach dem Stand der Technik – und ebenso auch die erfindungsgemäße Anordnung – werden typischerweise für NMR-Geräte verwendet. Der erste, mit flüssigem Helium 3 befüllte Behälter 2 der Anordnung 1 enthält eine in der Regel supraleitende Magnetanordnung 4 und ist von einem Strahlungsschild 5 umgeben, welches wiederum vom zweiten Behälter 6 umgeben ist, der flüssigen Stickstoff 7 enthält. Der Raumtemperatur-Vakuumbehälter 10 umschließt die beiden Behälter 2, 6 und den Strahlungsschild 5. Der erste Behälter 2 weist eine Füllöffnung 9 und der zweite Behälter 6 weist eine Füllöffnung 8 auf, durch welche jeweils einerseits die verdampfenden Kryoge-

ne entweichen können und welche andererseits für das Nachfüllen verwendet werden.

[0049] Die Helium Abdampftrate aus dem ersten Behälter 2 wird bestimmt durch den Wärmeeintrag von außen aufgrund von Strahlung und Wärmeleitung durch die Füllöffnungen 8, 9. Durch ein im äußeren Raumtemperatur-Behälter 10 herrschendes Vakuum und den beschriebenen zwiebelschalenartigen Aufbau der Anordnung 1 kann die Helium-Abdampftrate typischerweise in einem Bereich von ungefähr 100 ml/h gehalten werden.

[0050] Demgegenüber ist die vorliegende Erfindung dadurch gekennzeichnet, dass – im Zuge einer Umbeziehungsweise Nach-Rüstung einer Kryostatanordnung 1 gemäß dem Stand der Technik – ein flüdes Kühlmedium 12 in den zweiten Behälter 6 eingebracht wird, welches bei einer Temperatur von 60 K und einem Druck von 1 bar gasförmig und/oder flüssig ist, und dass das Kühlmedium 12 durch einen Refrigerator 16 mittels eines Kühlkreislaufes 11, dessen Kühlmittelleitungen in den zweiten Behälter 6 hinein führen, auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt wird.

[0051] Fig. 1 veranschaulicht schematisch eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Kryostatanordnung 1 mit dem Kühlkreislauf 11, welcher mit den Füllöffnungen des zweiten Behälters 6 verbunden ist. Im gezeigten Ausführungsbeispiel ist das Kühlmedium im zweiten Behälter 6 identisch mit dem Kühlmittel, welches im Kühlkreislauf 11 zirkuliert. Das Kühlmedium 12 wird von einem Verdichter 13 über einen Gegenstrom-Wärmetauscher 15 zu einem zweiten Wärmetauscher 17 geleitet, welcher vom Refrigerator 16 gekühlt wird. Das Kühlmedium 12 fließt dann durch den zweiten Behälter 6 und kühlt diesen auf eine Temperatur von unter 60 K. Das aus dem zweiten Behälter 6 austretende Kühlmedium 12 fließt anschließend durch den Gegenstrom-Wärmetauscher 15 zurück zum Verdichter 13. Die Wärmetauscher 15, 17 und der Refrigerator 16 sind in eine geschlossene Coldbox 14 eingebaut, welche unter Vakuum gehalten wird.

[0052] Fig. 2 zeigt eine ähnliche Ausführungsform wie Fig. 1, bei der jedoch das Kühlmedium 12 im zweiten Behälter 6 nicht dem im Kühlkreislauf 11 zirkulierenden Kühlmittel 18 entspricht. Der Wärmeaustausch im zweiten Behälter 6 geschieht über die Oberfläche eines Wärmeaustauschelementes 19. Dieses Element kann beispielsweise in Form eines langen Schlauchs in den zweiten Behälter 6 eingeführt werden.

[0053] Dies hat den Vorteil, dass der Kühlkreislauf 11 vollständig dicht gegen die Kryostatanordnung 1 ausgestaltet ist. Dadurch kann im Kühlkreislauf 11 ein anderes Kühlmittel 18 verwendet werden und der

Arbeitsdruck des Kühlmittels **18** ist unabhängig vom Arbeitsdruck im zweiten Behälter **6**. Da infolge einer entsprechenden mechanischen Auslegung des zweiten Behälters **6** nur ein geringer Überdruck gegen die Atmosphäre möglich ist, kann im Kühlkreislauf **11** ein viel höherer Druck gewählt werden, wodurch die Dichte des Kühlmittels **18** höher ist und die thermodynamische Effizienz des Kühlloops gesteigert werden kann.

[0054] Die Kühlmittleitungen können Vibrationen vom Verdichter **13** und Refrigerator **16** zur Kryostatanordnung **1** leiten. Bei sehr sensitiven, insbesondere hochauflösenden spektroskopischen Messungen können diese Vibrationen zu nicht-akzeptablen Störungen im Messsignal führen. Gegenüber der Ausführungsform von **Fig. 1** sind daher bei der in **Fig. 3** gezeigten Anordnung die Kühlmittleitungen mit Dämpfungselementen **20** zur Dämpfung der Vibrationen mechanisch verbunden. Solche Dämpfungselemente können aktiver oder passiver Natur sein und beispielsweise aus einem massiven Metallfuß bestehen, mit dem die Kühlmittleitung kraftschlüssig verbunden ist, um Vibrationen zu dämpfen.

[0055] Zusätzlich zur Anordnung gemäß **Fig. 3** ist bei der in **Fig. 4** gezeigten Kryostatanordnung **1** ein Kühlmedium-Tank **21** mit dem Kühlmittelkreislauf **11** verbunden. Der Kühlmediumtank **21** hat die Aufgabe, einen Vorrat an Kühlmedium **12** beziehungsweise **18** zu beherbergen und den Druck im Kühlkreislauf **11** möglichst konstant zu halten. Der Kühlmediumtank **21** kann beispielweise eine Druckflasche umfassen, welche über ein Druckreduzierventil mit dem Kühlmittelkreislauf **11** verbunden wird.

[0056] Im Vergleich zur Anordnung gemäß **Fig. 2** wurde bei der Anordnung nach **Fig. 5** der für den bestimmungsgemäßen Gebrauch der Kryostatanordnung **1** im zweiten Behälter **6** enthaltene flüssige Stickstoff **7** nicht vollständig entfernt, bevor der Kühlkreislauf **11** angeschlossen wurde. Da die Fluidräume von Kühlmittel **18** und Kühlmedium **12** nicht verbunden sind, wird dieser Stickstoff bei Temperaturen unterhalb ca. 63 K ausfrieren. Der Vorteil dieses Stickstoffreservoirs **22** für eine Restmenge N₂ zeigt sich in Fällen, wo der Kühlmittelkreislauf **11** – etwa auf Grund eines Stromausfalls oder Defektes am Refrigerator **16** oder am Verdichter **13** – nicht mehr voll funktionsfähig ist. In diesen Fällen wird sich der zweite Behälter **6** aufwärmen, durch den darin enthaltenen Stickstoff aber dennoch immerhin auf einer Temperatur von ca. 77 K gehalten werden, was den Betrieb der Kryostatanordnung **1** über längere Zeit sichert.

[0057] Im Vergleich zur Anordnung nach **Fig. 1** ist bei der in **Fig. 6** gezeigten Kryostatanordnung **1** ein Kaltgas-Verdichter **23** in die Coldbox **14** integriert und arbeitet bei der Temperatur des kalten Kühlmittels **12**. Dies hat den Vorteil, dass das Kühlmittel **12** nicht

in einem Gegenstromwärmetauscher erwärmt werden muss, bevor es zum Verdichter **23** gelangt. Solche Verdichter, die bei tiefen Temperaturen arbeiten, werden beispielsweise von der Firma Cryozone BV vertrieben. Durch diese Anordnung lässt sich der Wirkungsgrad des Kühlmittelkreislaufs **11** nochmals deutlich steigern und die Kosten dennoch senken, da ein Gegenstrom-Wärmetauscher entfällt.

[0058] Im Vergleich zu Anordnung gemäß **Fig. 6** wird bei der in **Fig. 7** dargestellten Kryostatanordnung **1** das Kühlmittel **12** beim Eintritt in den zweiten Behälter **6** über ein Joule-Thomson-Expansions-Ventil **24** entspannt. Je nach Temperatur und Druck kann durch das Entspannen eines Gases die Temperatur sinken und somit ein zusätzlicher Kühleffekt erzielt werden. Dieser Effekt wird beispielsweise im altbekannten Linde-Verfahren zur Verflüssigung von Luft eingesetzt.

[0059] Diese zusätzliche Kühlung kann genutzt werden, wenn der Verdichter **23** eine hohe Kompression des Kühlmittels **12** erzielt und für das Kühlmittel **12** ein geeignetes Gas wie beispielsweise Neon, verwendet wird. Damit können im zweiten Behälter **6** noch tiefere Temperaturen erreicht werden, was wiederum die Abdampftrate des Heliums aus dem ersten Behälter **2** weiter senkt.

[0060] **Fig. 8** schließlich zeigt den oben bereits ausführlich beschriebenen Stand der Technik.

Bezugszeichenliste

1	Kryostatanordnung
2	Erster Behälter
3	Flüssig-Helium-Bad
4	Magnetanordnung
5	Strahlungsschild
6	Zweiter Behälter
7	Flüssig-Stickstoff-Bad
8	Füllöffnung zweiter Behälter
9	Füllöffnung erster Behälter
10	Raumtemperatur Vakuum Behälter
11	Kühlkreislauf
12	Kühlmedium
13	Verdichter
14	Coldbox
15	Gegenstrom Wärmetauscher
16	Refrigerator
17	Wärmetauscher
18	Kühlmittel im Kühlkreislauf
19	Wärmeaustauschelement
20	Dämpfungselement
21	Kühlmedium-Tank
22	Restmenge N ₂
23	Kaltgas-Verdichter für kaltes Kühlmittel
24	Joule-Thomson Expansionsventil

Referenzliste

- [1] US-A 5,267,445
- [2] US 2007245749 A1
- [3] EP0398156 B1
- [4] WO 95 01 539 A1
- [5] EP 1 655 616 B1
- [6] EP 0 905 436 B1
- [7] US 5,563,566 A1
- [8] US 5,613,367 A1
- [9] EP 1 628 089 A3

ZITATE ENHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 5267445 A [0002]
- US 2007245749 A1 [0007]
- EP 0398156 B1 [0007]
- WO 9501539 A1 [0007]
- EP 1655616 B1 [0007, 0008]
- EP 0905436 B1 [0007]
- US 5563566 A1 [0007]
- US 5613367 A1 [0007]
- EP 1628089 A3 [0007, 0008]

Patentansprüche

1. Verfahren zum Umrüsten einer Kryostatanordnung (1), die einen Raumtemperatur-Vakuumbehälter (10) aufweist, in welchem ein erster Behälter (2) mit einem Flüssig-Helium-Bad (3) angeordnet ist, dessen Betriebstemperatur durch Helium-Verdampfung unter 5 K gehalten wird, wobei in dem Raumtemperatur-Vakuumbehälter (10) außerdem ein zweiter Behälter (6) angeordnet ist, welcher zum thermischen Abschirmen des ersten Behälters (2) mit Flüssigstickstoff (7) befüllt und durch Stickstoff-Verdampfung auf einer Betriebstemperatur von 75 bis 80 K gehalten werden kann, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein fluides Kühlmedium (12) in den zweiten Behälter (6) eingebracht wird, welches bei einer Temperatur von 60 K und einem Druck von 1 bar gasförmig und/oder flüssig ist, und dass das Kühlmedium (12) durch einen Refrigerator (16) mittels eines Kühlkreislaufes (11), dessen Kühlmittelleitungen in den zweiten Behälter (6) hinein führen, auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass als fluides Kühlmedium (12) Helium oder Neon verwendet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Wärmeaustauscher (19) in dem zweiten Behälter (6) angeordnet und an die Kühlmittelleitungen des Kühlkreislaufes angeschlossen wird, und dass das Kühlmedium (12) mittels des Wärmeaustauschers (19) auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt wird.

4. Verfahren zum Umrüsten einer Kryostatanordnung (1) nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kühlmittelleitungen des Kühlkreislaufes (11) innerhalb des zweiten Behälters (6) offen sind, so dass das Kühlmedium (12) aus dem zweiten Behälter (6) in die Kühlmittelleitungen des Kühlkreislaufes (11) geleitet und auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der zweite Behälter (6) vor dem Umrüsten mit Flüssigstickstoff (7) befüllt ist, der beim Umrüsten der Kryostatanordnung (1) durch das eingebrachte Kühlmedium (12) ergänzt oder ausgetauscht wird.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass im zweiten Behälter (6) zusätzlich zum fluiden Kühlmedium (12) eine Stickstoffmenge (22) belassen und/oder eingebracht wird, welche bei einer Betriebstemperatur von ≤ 60 K ein Volumen von mindestens 5 l einnimmt.

7. Kryostatanordnung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorhergehenden Ansprüche

mit einem Raumtemperatur-Vakuumbehälter (10), in welchem ein erster Behälter (2) mit einem Flüssig-Helium-Bad (3) angeordnet ist, dessen Betriebstemperatur durch Helium-Verdampfung unter 5 K gehalten wird, wobei in dem Raumtemperatur-Vakuumbehälter (10) außerdem ein zweiter Behälter (6) angeordnet ist, welcher zum thermischen Abschirmen des ersten Behälters (2) mit Flüssigstickstoff (7) befüllt und durch Stickstoff-Verdampfung auf einer Betriebstemperatur von 75 bis 80 K gehalten werden kann, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein fluides Kühlmedium (12) im zweiten Behälter (6) vorgesehen ist, welches bei einer Temperatur von 60 K und einem Druck von 1 bar gasförmig und/oder flüssig ist, dass Kühlmittelleitungen in den zweiten Behälter (6) hineingeführt sind, und dass das Kühlmedium (12) durch einen Refrigerator (16) mittels eines Kühlkreislaufes (11) auf eine Betriebstemperatur von ≤ 60 K gekühlt ist.

8. Kryostatanordnung nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kryostatanordnung Teil einer Kernspinresonanz-Apparatur ist und zur Kühlung einer supraleitenden Magnetanordnung (4) dient.

9. Kryostatanordnung nach Anspruch 7 oder 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass in den Kühlmittelleitungen des Kühlkreislaufes (11) ein Dämpfungselement (20) zur Isolation von mechanischen Schwingungen integriert ist.

10. Kryostatanordnung nach einem der Ansprüche 7 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kryostatanordnung einen außerhalb des Raumtemperatur-Vakuumbehälters (10) angeordneten Kühlmedium-Tank (21) aufweist, mittels dessen der zweite Behälter (6) und/oder der Kühlkreislauf (11) mit Kühlmedium (12) gespeist werden kann, um Druckschwankungen entgegenzuwirken.

11. Kryostatanordnung nach einem der Ansprüche 7 bis 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Stickstoffreservoir (22) für eine Restmenge an flüssigem und/oder festem Stickstoff vorgesehen ist.

12. Kryostatanordnung nach einem der Ansprüche 7 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass der zweite Behälter (6) ein Volumen von mindestens 50 l aufweist.

13. Kryostatanordnung nach einem der Ansprüche 7 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Refrigerator (16) ein Pulsrohrkühler, ein Gifford-McMahon-Kühler oder ein Stirling-Kühler ist.

14. Kryostatanordnung nach einem der Ansprüche 7 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Kühlkreislauf (11) einen Verdichter (13) aufweist, der als ein Kompressor des Refrigerators (16), als ein Kalt-

gas-Verdichter (23) oder als eine bei Umgebungstemperatur betriebene Pumpe ausgestaltet ist, welche durch einen Gegenstrom-Wärmetauscher (15) in den Kühlkreislauf (11) integriert ist.

15. Kryostatanordnung nach einem der Ansprüche 7 bis 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Kühlkreislauf (11) eine Joule-Thomson-Expansionsstufe (24) aufweist.

Es folgen 8 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

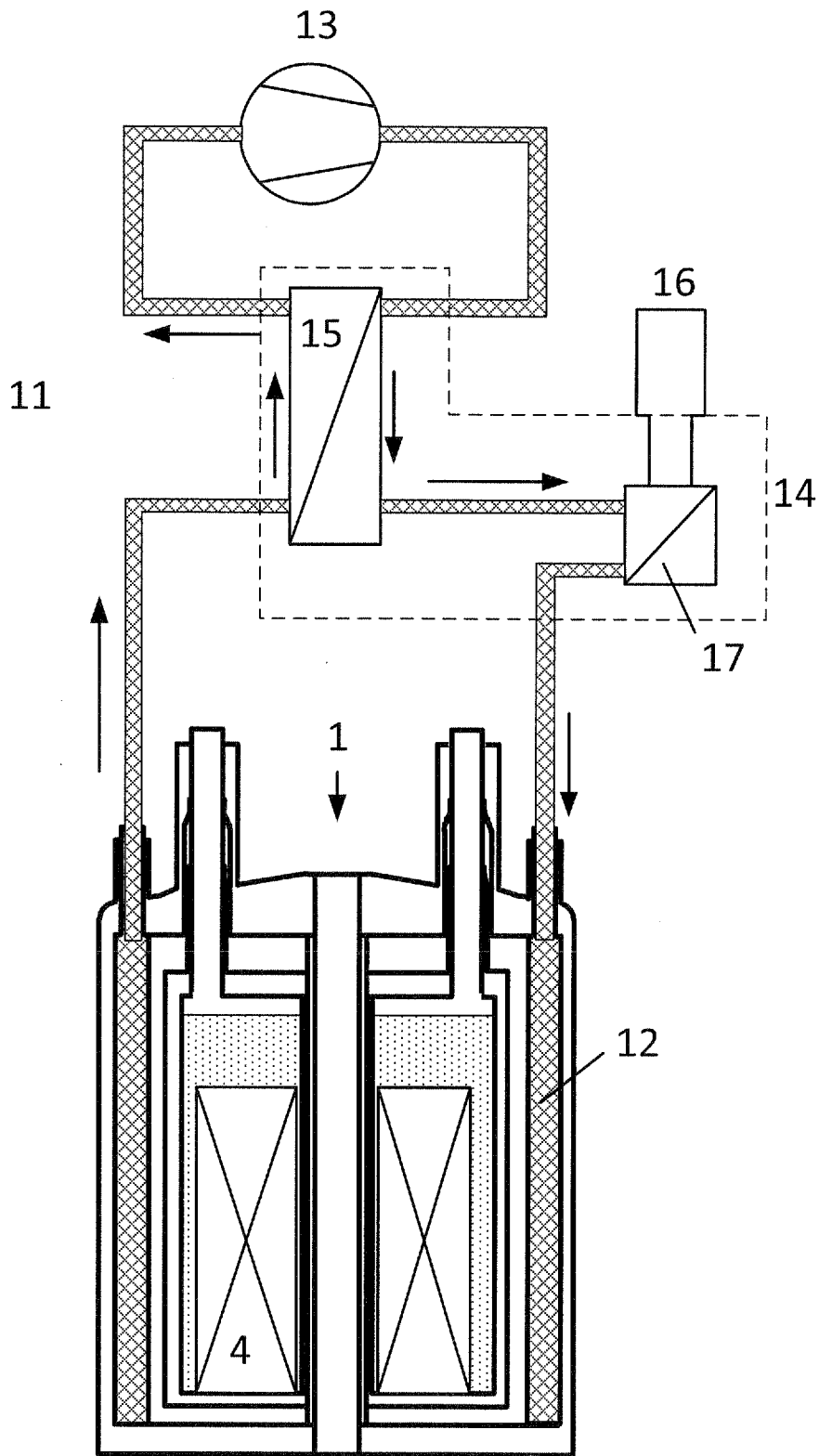


Fig. 1

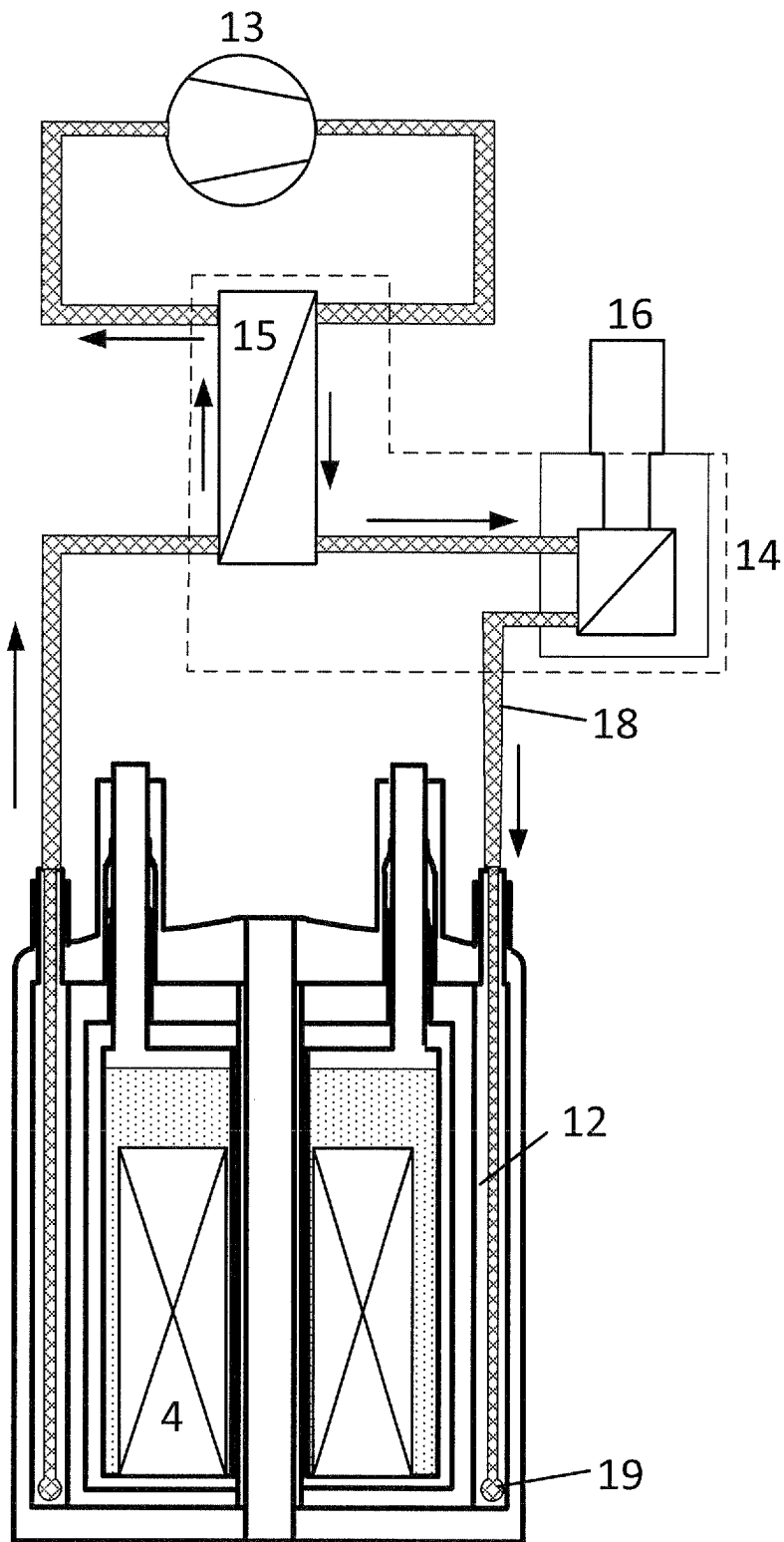


Fig. 2

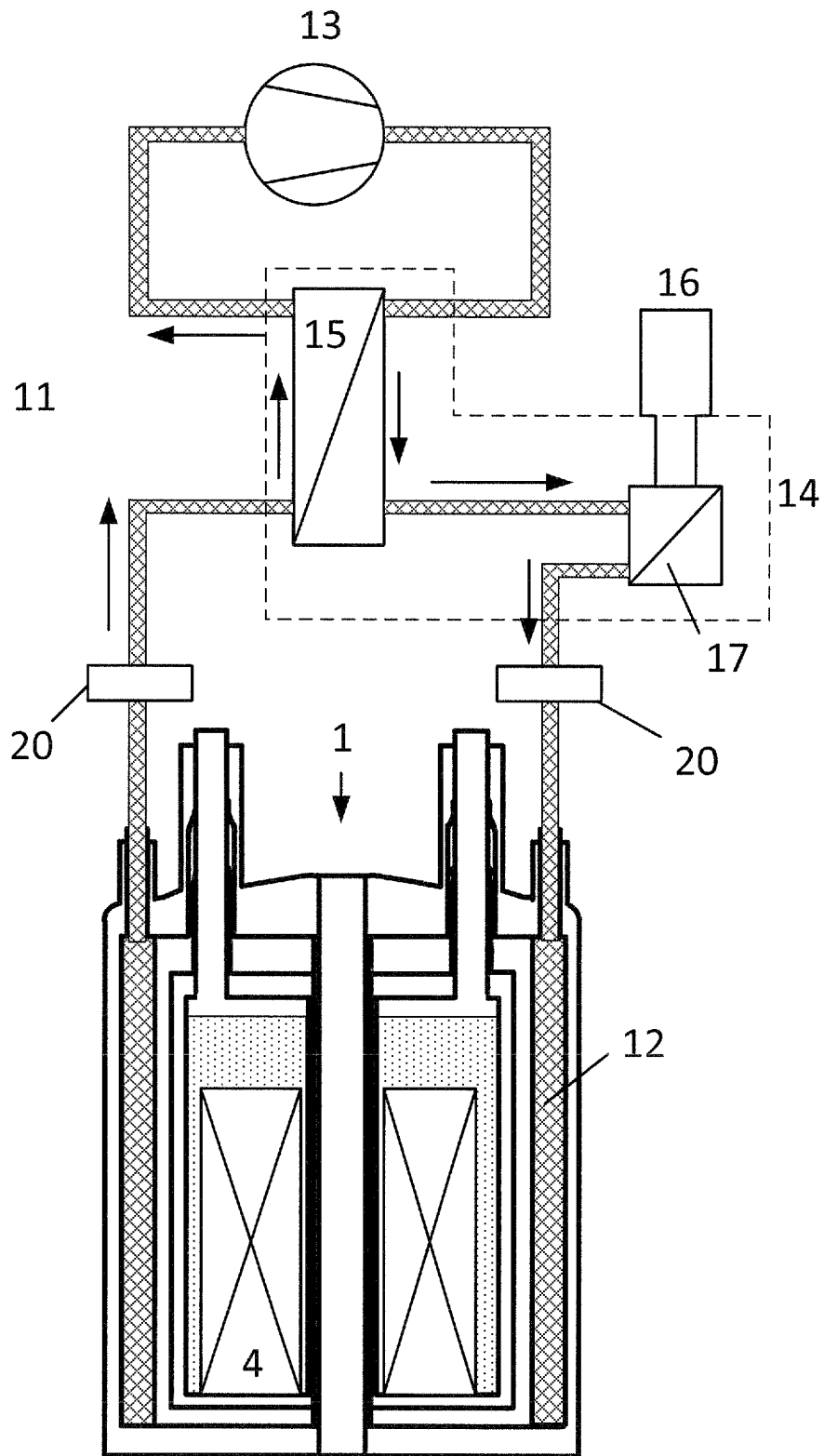


Fig. 3

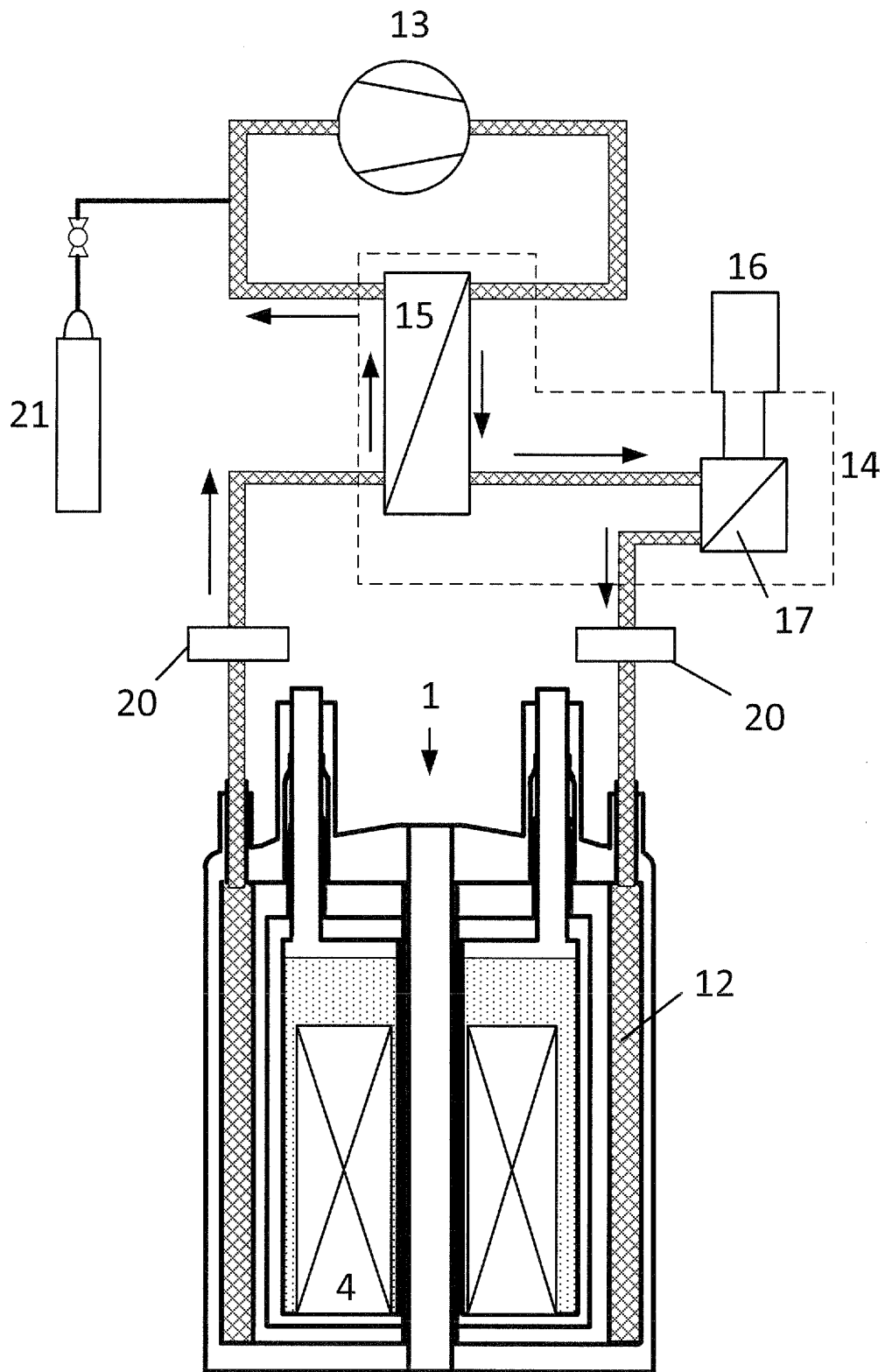


Fig. 4

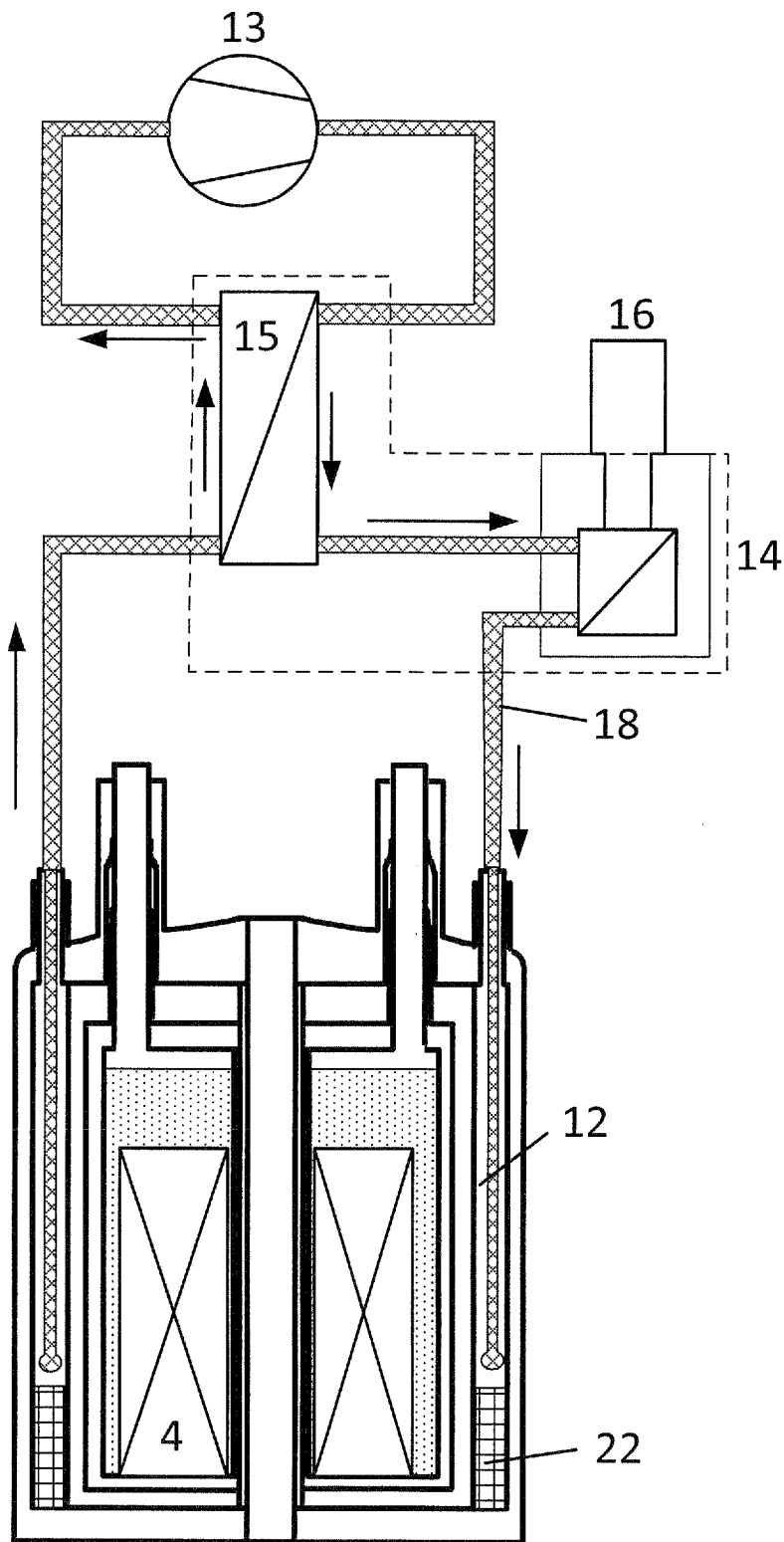


Fig. 5

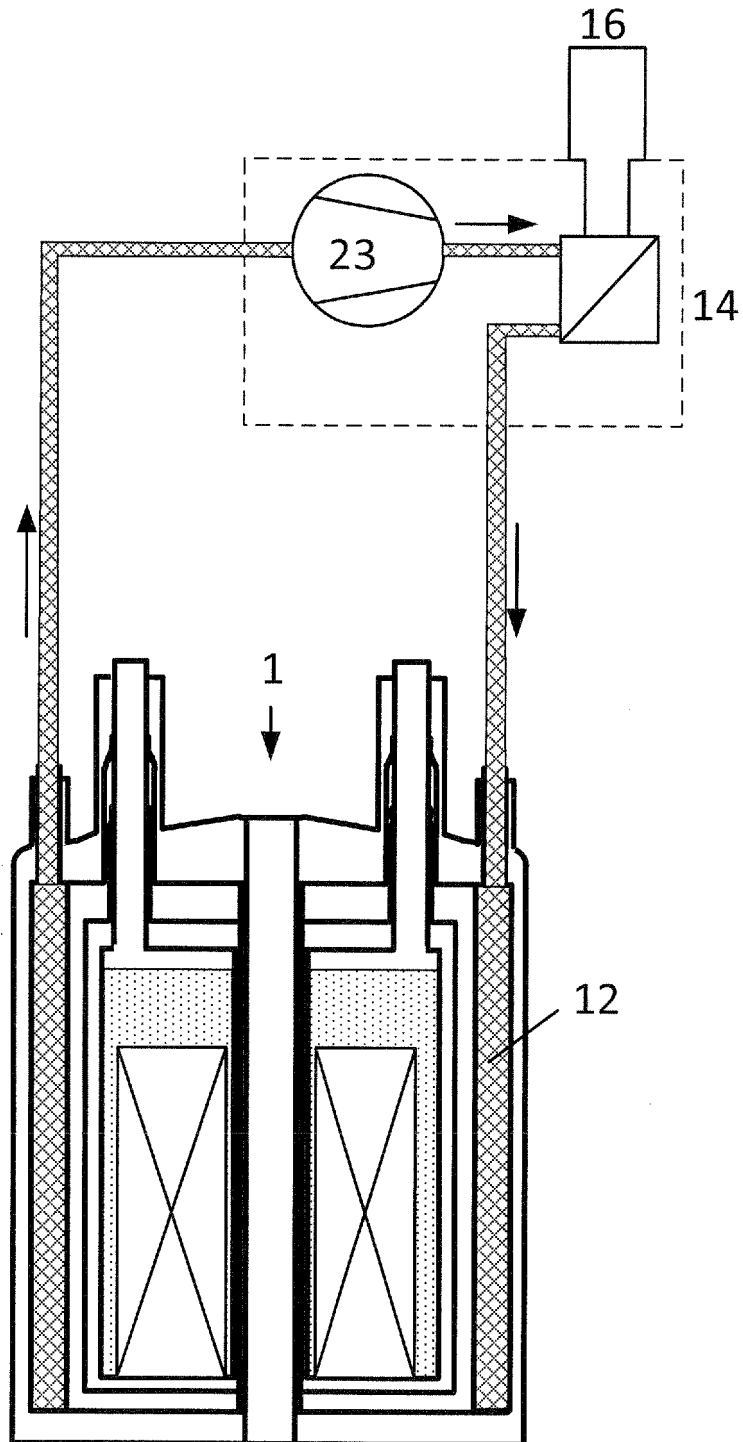


Fig. 6

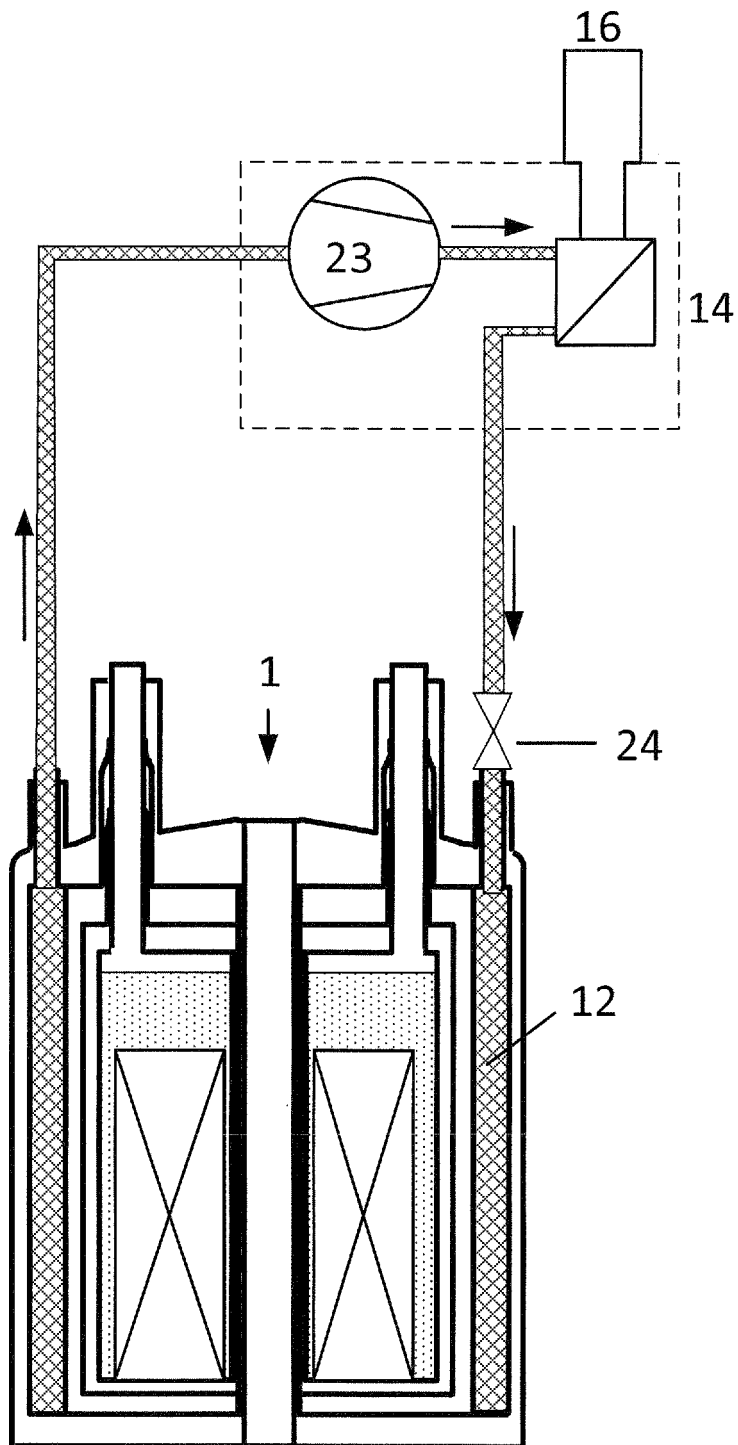
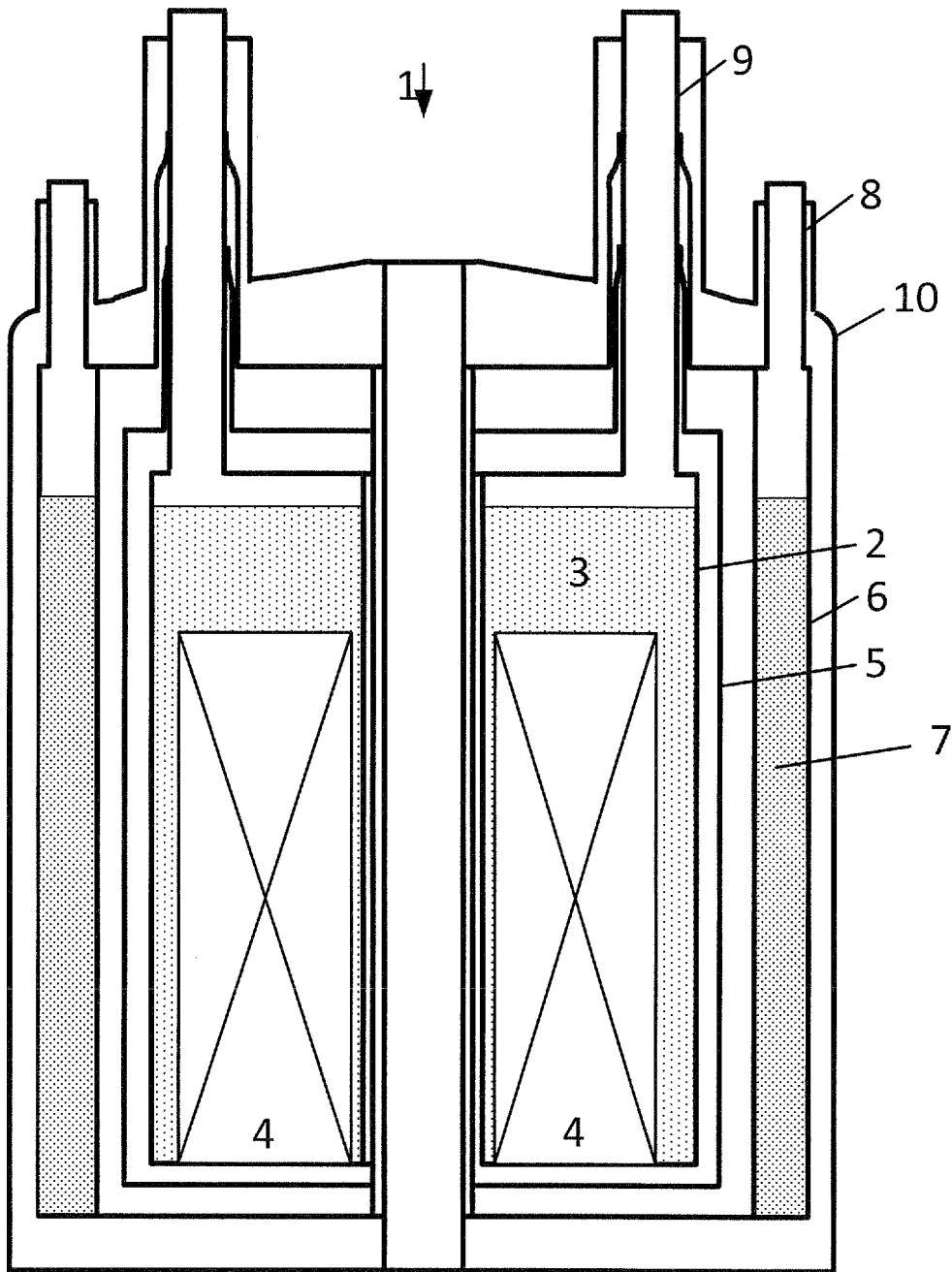


Fig. 7



Stand der Technik

Fig. 8