

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 909 009**

51 Int. Cl.:

F25D 19/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA
TRAS OPOSICIÓN

T5

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.03.2010 E 19187223 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea modificada tras oposición: **09.10.2024 EP 3620732**

54 Título: **Método y aparato de enfriamiento libre de material criogénico**

30 Prioridad:

16.03.2009 GB 0904500

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente modificada:
10.02.2025

73 Titular/es:

**OXFORD INSTRUMENTS NANOTECHNOLOGY
TOOLS LIMITED (100.00%)
Tubney Woods
Abingdon, Oxon OX13 5QX, GB**

72 Inventor/es:

**GAR SIDE, JOHN;
KINGLEY, SIMON;
CROWTHER, GAVIN;
BUEHLER, MATTHIAS y
WERNICKE, DOREEN**

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 909 009 T5

DESCRIPCIÓN

Método y aparato de enfriamiento libre de material criogénico

- 5 La invención se refiere a un aparato de enfriamiento libre de material criogénico y a un método para usar un aparato de este tipo.

10 Cuando se hacen funcionar equipos criogénicos para temperaturas bajas (menos de 100 kelvin) o temperaturas ultrabajas (menos de 4 kelvin), a menudo se necesita cambiar una muestra u otros materiales en la parte fría del equipo. Con equipos convencionales que usan criógenos líquidos tales como helio o nitrógeno, esto se realiza habitualmente calentando el equipo y abriendo el equipo, o retirando una parte del equipo y calentándola. Después se cambia la muestra a temperatura ambiente. Como esto puede ser un procedimiento lento, algunos sistemas criogénicos convencionales que usan criógenos líquidos están equipados con mecanismos de cambio de muestra más rápidos que permiten que la mayor parte del sistema permanezca fría. Un desafío principal con estos sistemas es que la muestra se introduce en el equipo a temperatura ambiente, normalmente alrededor de 15 300 K y después se mueve a otra posición en la que se realiza el contacto térmico con un cuerpo a una temperatura mucho menor que en algunos sistemas puede ser menor de 1 K. En sistemas que usan criógenos líquidos, habitualmente la muestra y el equipo de montaje y conexión asociado se enfrían previamente o bien haciéndolo pasar a través de gas criogénico frío en su trayectoria al sistema o haciendo pasar gas o líquido 20 criogénico frío a través del mecanismo de transferencia de muestras, esto reduce el choque térmico tanto sobre la muestra como sobre el equipo.

Más recientemente, se han desarrollado sistemas criogénicos que no requieren la adición de criógenos líquidos o que sólo requieren nitrógeno líquido durante el enfriamiento inicial. Estos se conocen en general como sistemas 25 libres de material criogénico (o "libres de criógeno"). Estos sistemas usan un enfriador mecánico tal como un enfriador GM, enfriador Stirling o un tubo de impulsos para proporcionar la potencia de enfriamiento. Debido a que la potencia de enfriamiento de enfriadores disponibles comercialmente es algo menor que la potencia de enfriamiento disponible a partir de un depósito de criógeno líquido, estos sistemas pueden tardar normalmente más en calentarse, cambiar la muestra y enfriarse. Por tanto, existe una necesidad considerable de un método de cambiar muestras en sistemas libres de material criogénico sin la necesidad de calentar todo el sistema. 30

Algunos ejemplos de bloqueos de carga conocidos para cargar muestras en un criostato libre de criógeno se describen en los documentos US-A-4446702, US-A-4577465, US-A-5077523, US-A-5727392, US-A-5806319, US-A-5834938, US-A-20070234751 y US-A-20080282710. 35

Con sistemas libres de criógeno existen varios desafíos técnicos cuando se intenta cargar una muestra caliente en un criostato frío. En primer lugar, la parte interna del sistema está contenida habitualmente dentro de un recipiente de vacío sellado para reducir la carga térmica. En segundo lugar, dentro de ese recipiente de vacío sellado, el espacio de muestra está encerrado habitualmente por uno o más blindajes contra radiación para 40 reducir adicionalmente la carga térmica. En tercer lugar, no hay criógenos líquidos disponibles para enfriar previamente la muestra a medida que pasa de la temperatura ambiente al cuerpo de montaje frío. Además, se necesita realizar contactos eléctricos de manera remota a la muestra cuando se carga en el criostato. Esta invención busca proporcionar soluciones a estos problemas.

45 El documento US-A-5611207 da a conocer un aparato de enfriamiento criogénico que comprende una cámara de vacío que encierra: un enfriador mecánico que tiene estaciones de calentamiento primera y segunda, estando la segunda estación de calentamiento más fría que la primera estación de calentamiento, un blindaje contra radiación cilíndrico fijado térmicamente a la primera estación de calentamiento y dotado de un agujero de acceso circular, y un interruptor de calentamiento fijado térmicamente a la segunda estación de calentamiento. Se hace 50 rotar un obturador para acoplar térmicamente un inserto de medición al blindaje contra radiación y enfriar previamente el inserto. Después de enfriar previamente el inserto, se hace rotar el obturador de nuevo y se acopla el inserto térmicamente a la segunda estación de calentamiento. El documento US-A-5611207 da a conocer un aparato de enfriamiento libre de material criogénico según el preámbulo de la reivindicación 1.

55 Se definen aspectos de la invención mediante las reivindicaciones adjuntas.

Un aparato de enfriamiento libre de material criogénico y un método de cargar una muestra en la región de trabajo de un aparato de enfriamiento libre de material criogénico según la presente invención se definen en 60 reivindicación 1 y la reivindicación 13, respectivamente.

Normalmente, el aparato de carga de muestras incluye además un recipiente de vacío en el que el dispositivo portamuestras y la sonda alargada se montan de manera móvil, pudiendo conectarse el recipiente de vacío a la abertura de la pared de cámara de vacío.

65 Se ha ideado un nuevo tipo de aparato en el que los problemas expuestos anteriormente se superan utilizando los blindajes contra radiación de calor dentro de la cámara de vacío para enfriar previamente una muestra antes

de que la muestra alcance la región de trabajo.

Si se proporcionan tres o más blindajes, puede usarse uno o más para el enfriamiento previo.

- 5 Normalmente, el primer blindaje contra radiación de calor se mantendrá a una temperatura de entre 45 K y 90 K mientras que el segundo blindaje contra radiación (si se proporciona) se mantendrá a una temperatura de menos de 6 K o incluso menos de 4,2 K.

- 10 Las aberturas de blindaje contra radiación de calor pueden dejarse abiertas pero, con el fin de reducir la transferencia de calor, preferiblemente cada abertura puede cerrarse mediante un sistema de cierre respectivo. Un ejemplo de un sistema de cierre adecuado comprende una o más pestañas flexibles, o pestañas con bisagra y con resorte.

- 15 En una realización, el aparato de carga de muestras comprende dos sondas alargadas, acopladas cada una al dispositivo portamuestras, pero en otras realizaciones puede usarse una única sonda alargada. En ambos casos, preferiblemente la o cada sonda puede hacerse rotar alrededor de su eje con respecto al dispositivo portamuestras. Naturalmente, pueden usarse más de dos sondas.

- 20 El conector se forma convenientemente proporcionando una rosca de tornillo en un extremo de la o cada barra, actuando el primer conector conjuntamente con una rosca de tornillo en el blindaje contra radiación de calor primero o segundo para conseguir la conexión térmica entre los mismos. Alternativamente, la conexión térmica puede conseguirse usando una conexión de resorte en la que el dispositivo portamuestras está equipado con uno o una pluralidad de resortes térmicamente conductores que se enganchan sobre una superficie interior de la abertura del blindaje contra radiación. Esa superficie interior puede extenderse, por ejemplo, mediante la adición
25 de un conjunto de tubo o un conjunto de placa más gruesa para permitir el enganche. Los conectores de resorte también pueden fijarse sobre el blindaje contra calor o radiación y empujarse el dispositivo portamuestras sobre los mismos. Alternativamente, la conexión térmica puede realizarse mediante resortes en blindajes de temperatura más alta y mediante contacto de tornillo en blindajes de temperatura más baja o cualquier combinación de los mismos. En otra realización, el conector puede definirse por partes coincidentes forma de
30 cono o de cuña para amplificar la presión de contacto a partir del mecanismo de montaje. Esto mejora significativamente el rendimiento.

- 35 En el caso mencionado anteriormente en el que el conector proporciona inicialmente una conexión térmica débil, esto puede realizarse apretando parcialmente los tornillos para el enfriamiento previo y después apretándolos completamente una vez que se han enfriado previamente (cuando se proporcionan tornillos), o alternativamente empujando inicialmente hacia contactos de resorte y después una vez enfriados previamente, apretando los tornillos de sujeción.

- 40 En una realización particularmente preferida, la o cada sonda se acopla de manera liberable al dispositivo portamuestras mediante lo cual una primera operación de la(s) sonda(s) hace que el dispositivo portamuestras se conecte al soporte en la región de trabajo, y una segunda operación permite que la(s) sonda(s) se libere(n) del dispositivo portamuestras y se retraiga(n). Esto permite que la(s) sonda(s) se retire(n) de la cámara de vacío del criostato para reducir el flujo de calor en el criostato. Pueden proporcionarse accionadores para permitir esto en la sonda o el cuerpo frío.

- 45 El aparato de enfriamiento libre de material criogénico puede usarse con una variedad de propósitos tales como DNP, RMN, etc., y normalmente un imán estará ubicado dentro del criostato que rodea la región de trabajo.

- 50 Ahora se describirán algunos ejemplos de aparato y métodos según la invención con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

la figura 1 muestra una vista en sección parcial que deja ver el interior de una primera realización del aparato de carga de muestras según la presente invención;

- 55 la figura 2 muestra una vista de una primera realización del aparato de carga de muestras con el dispositivo portamuestras retraído a partir de los blindajes (por claridad no se muestran los blindajes y conectores eléctricos);

- 60 la figura 3 muestra una vista similar a la figura 2 de la primera realización pero con el dispositivo portamuestras conectado a una placa fría en el criostato (por claridad no se muestran los blindajes);

la figura 4 muestra una vista en sección detallada de la primera realización del aparato de carga de muestras;

- 65 la figura 5 muestra una vista en sección detallada de la primera realización que muestra un posible mecanismo para cerrar el orificio en el blindaje cuando se carga la muestra (por claridad no se muestran los blindajes y conectores eléctricos);

la figura 6 muestra una vista en corte que deja ver el interior de una segunda realización del aparato de carga de muestras; y

- 5 la figura 7 muestra una vista en corte que deja ver el interior del dispositivo portamuestras y la parte coincidente de una segunda realización del aparato de carga de muestras.

Descripciones detalladas de realizaciones específicas

- 10 En las figuras 1 a 5 se muestra en más detalle una primera realización de la presente invención. En la figura 1, se monta una muestra 1 sobre un portamuestras o un dispositivo 2 de carga de muestras soportado sobre barras térmicamente conductoras de dos conjuntos 3 de barra o sonda. El portamuestras 2 tiene un espacio para varios conectores eléctricos y/u ópticos (no mostrados) para permitir la conexión a conectores sobre el cuerpo frío primario en el criostato. Esto permite que se usen múltiples conectores de ajuste a presión lo que proporciona alta flexibilidad y que el cableado pase a través del criostato en vez de hacia abajo por el tubo de sonda, lo que tiene beneficios térmicos significativos. Los extremos de los dos conjuntos 3 de barra son libres de rotar dentro del portador. Un conjunto de tubo y brida forma un recipiente 6 de vacío que rodea los conjuntos 3 de barra y que está abierto en un extremo, estando este extremo sellado contra la parte inferior de una válvula 5 de compuerta cuando se ensambla a un criostato 50. En el extremo opuesto del recipiente 6 de vacío, los conjuntos de barra pasan a través de un par de sellos 7 de junta tórica. Hay un espacio 8 de vacío independiente y un orificio 8A entre estos sellos para permitir que cualquier fuga de aire a través del primer sello, cuando se mueven los conjuntos de barra, se bombee hacia fuera a través de una válvula 8.

- 25 El criostato 50 comprende un recipiente 4 de vacío exterior que está cerrado excepto por un orificio 52 cubierto por una válvula 5 de compuerta de gran diámetro. Dentro de la cámara 4 de vacío está ubicado un primer blindaje 54 contra radiación que tiene una abertura 56 alineada con la abertura 52 de la cámara de vacío, y dentro del primer blindaje 54 contra radiación está ubicado un segundo blindaje 10 contra radiación que tiene una abertura 58 alineada con las aberturas 52, 56. Los blindajes 10, 54 contra radiación rodean una región 20 de trabajo en la que está ubicado un cuerpo 15 de montaje frío.

- 30 Los blindajes 10, 54 se enfrían mediante un enfriador mecánico convencional tal como un enfriador GM, enfriador Stirling o un dispositivo de tubo de impulsos. Esto no se muestra en los dibujos por motivos de claridad. Una primera etapa del enfriador mecánico se acopla térmicamente al blindaje 54 y una segunda etapa más fría al blindaje 10. Normalmente, el primer blindaje 54 se enfría a una temperatura de aproximadamente 77 K y el segundo blindaje 10 a una temperatura de 6 K o menos, por ejemplo, aproximadamente de 4,2 K. En algunos casos, el segundo blindaje se mantiene a una temperatura mayor de 6 K. Por tanto, cada uno de los blindajes así como el cuerpo 15 de montaje frío mantenido a la temperatura más baja pueden considerarse como "cuerpos fríos".

- 40 Tal como puede observarse en la figura 2, la abertura 56 del blindaje 54 está definida por una placa 12 con un recorte 17. De manera similar, la abertura 58 del blindaje 10 está definida por otra placa 12 y el recorte 17.

- Opcionalmente, las aberturas 56, 58 pueden cerrarse mediante un mecanismo de cierre adecuado. La figura 5 muestra una vista en sección transversal de cerca de una posible realización de un mecanismo de este tipo. Una o una pluralidad de pestañas 25 están conectadas al blindaje 10 contra radiación a través de una disposición 26 de bisagra con resorte. Cuando el conjunto 3 de barra pasa a través del conjunto de pestaña, la pestaña o la pluralidad de las mismas 25 se abren. La pestaña o pluralidad de las mismas 25 pueden estar opcionalmente conformadas o equipadas con mecanismos de guiado para impedir que el portamuestras, deflectores o conjuntos de barra se enganchen en las pestañas a medida que se retrae el conjunto de barra y/o el portador.

- 50 En funcionamiento, se carga una muestra 1 sobre el portamuestras 2 y se realizan conexiones eléctricas u ópticas. Después se monta el portamuestras 2 en el extremo de los conjuntos 3 de barra. Después se retraen los conjuntos 3 de barra a través de los sellos 7 de junta tórica de deslizamiento hasta que el portamuestras está completamente dentro del recipiente 6 de vacío. Después se une el recipiente 6 de vacío a la válvula 5 de compuerta y se bombea aire fuera del recipiente 6 de vacío a través de los orificios 8A, 8B y las válvulas 8. Cuando se establece un vacío en ambos lados de la válvula 5 de compuerta, se abre la válvula de compuerta. Después se empujan los conjuntos 3 de barra para mover el portamuestras a través de la válvula de compuerta y a la primera posición de enfriamiento previo.

- 60 La figura 2 muestra el portamuestras 2 que se acerca a la placa 12 del blindaje 54 para conectar térmicamente el portamuestras a una posición de enfriamiento previo de blindaje contra radiación que define un primer cuerpo frío. Los conjuntos 3 de barra tienen una llave 22 (figura 4) en el extremo que, cuando se engancha, gira una rosca 18 de tornillo. Las roscas 18 de tornillo se alinean con roscas 19 de tornillo coincidentes sobre la placa 12 lo que permite enroscar el portamuestras 2 a la placa 12 sobre el blindaje 54 contra radiación, realizando de ese modo el contacto térmico. Se proporciona un termómetro opcional (no mostrado) sobre el portamuestras o conjunto de barra para permitir monitorizar la temperatura del portamuestras durante el enfriamiento. Cuando el

portamuestras 2 está suficientemente frío, los conjuntos 3 de barra se hacen rotar de nuevo para separar las dos roscas de tornillo. Todo el conjunto de barra y portador se hace rotar entonces por medio de un sello de rotación sobre el recipiente 6 de vacío o la válvula 5 de compuerta, para permitir que el portador 2 pase a través del recorte 17. Entonces, se conecta opcionalmente el portador de manera similar a un o una pluralidad de blindajes contra radiación adicionales opcionales, tales como el blindaje 10 (formando cuerpos fríos adicionales).

Una vez que el portamuestras está enfriado previamente de manera adecuada, los conjuntos 3 de barra se empujan a su posición final para permitir la conexión del portamuestras 2 al cuerpo 15 frío que puede conectarse a modo de ejemplo a la cámara de mezclado de un refrigerador de dilución o una placa de muestras de un criostato. La figura 3 muestra el portamuestras 2 que está en contacto con la placa 15 fría. Las roscas 18 de tornillo se enganchan en roscas de tornillo coincidentes (no mostradas) en la placa 15 fría. Durante la conexión térmica entre el portamuestras 2 y el cuerpo 5 frío, pueden realizarse varias conexiones eléctricas de ajuste a presión opcionales y ópticas opcionales entre el portamuestras 2 y el cuerpo 15 frío. Estos conectores no se muestran en este diagrama. En esta vista, también son visibles dos conjuntos 14 de deflector. Estos conjuntos de deflector son libres de deslizarse sobre los conjuntos 3 de barra y se empujan o se tira de los mismos hacia el portamuestras mediante conjuntos 21 de resorte. Por claridad, los conjuntos 14 de deflector se muestran en este caso en una posición retraída, en realidad se forzarán mediante los conjuntos de resorte para entrar en contacto con las placas sobre el blindaje contra radiación, cerrando de ese modo los recortes 17 y provocando el contacto térmico. Los conjuntos de deflector también se conectan opcionalmente a los conjuntos de barra usando conexiones térmicas de deslizamiento tales como conjuntos de resorte térmicamente conductores permitiendo, por tanto, que se intercepte el calor que pasa por las barras a partir de la temperatura ambiente.

La figura 4 muestra una vista en sección transversal de cerca del portamuestras y conjuntos de barra. En el extremo de cada conjunto 3 de barra hay una llave 22 que se inserta en una conexión coincidente en la rosca 18 de tornillo. En la llave y el conjunto de barra, hay una rosca 23 de tornillo y en el portamuestras hay una rosca 24 de tornillo coincidente. Esta disposición significa que si los conjuntos de barra se retraen, las roscas 23, 24 de tornillo chocarán y, por tanto, también se retraerá el portamuestras. Una vez conectado el portamuestras al cuerpo 15 frío por medio de las roscas 18 de tornillo, los conjuntos de barra pueden retraerse entonces parcialmente para retirar la llave de la parte trasera de la rosca 18 de tornillo y reducir el flujo de calor a la muestra. Sin embargo, esto no es esencial y la muestra puede permanecer conectada a la sonda. Cuando las roscas 23, 24 chocan, el conjunto de barra puede hacerse rotar entonces para permitir que las roscas de tornillo pasen una a través de otra y después o bien se retraigan parcialmente desde el criostato, dejando los deflectores en contacto con los blindajes contra radiación, o bien se retraigan completamente desde el criostato con el fin de reducir adicionalmente la carga térmica.

Si los conjuntos de barra se retraen completamente desde el criostato, el mecanismo 11 opcional puede ajustarse para cerrar los recortes en los blindajes contra radiación.

En la figura 6 se muestra una segunda realización de la presente invención. En esta realización, se usa un único conjunto 3 de barra con una única rosca 18 de tornillo de gran diámetro. En el extremo del conjunto 3 de barra hay un adaptador 27 que conecta el conjunto de barra al conjunto 2 de portamuestras. En el adaptador hay un o una pluralidad de salientes 28 que se enganchan en ranuras o rebajes 29 formados en los medios 12 para permitir que el portador se conecte térmicamente a los blindajes contra radiación. La muestra se carga en el portador y se introduce a través de la válvula 5 de compuerta como en la primera realización. El conjunto de barra se hace rotar para enganchar los salientes 28 en las ranuras o los rebajes 28 y el conjunto de barra se empuja entonces hacia el criostato hasta que los salientes 28 coinciden con una obstrucción 30. Después se realiza opcionalmente la conexión térmica a través de los salientes o a través de contactos 31 de resorte opcionales. La ranura y la obstrucción son opcionales y sirven para impedir que el portamuestras se empuje accidentalmente más allá del blindaje contra radiación antes del enfriamiento previo.

Cuando la muestra se enfría adecuadamente, la barra de muestra se retrae ligeramente de manera opcional y se hace rotar para permitir que los salientes 28 se muevan más allá de la obstrucción 30. El conjunto de barra puede insertarse entonces adicionalmente para permitir que se conecte térmicamente al siguiente blindaje contra radiación si así se requiere. Cuando la barra de muestra se inserta a través del blindaje, los deflectores 13 opcionales equipados con contactos 4 térmicos de resorte opcionales se enganchan en el conjunto 12 tanto para cerrar el orificio en el blindaje contra radiación como para realizar opcionalmente el contacto térmico entre el blindaje contra radiación y el conjunto de barra para interceptar calor. Un procedimiento opcional similar para enfriamiento previo en blindaje(s) contra radiación posterior(es) puede incluirse entonces antes de mover la muestra al cuerpo frío.

La figura 7 muestra una vista en sección transversal del conjunto de portamuestras de la segunda realización enganchado en el cuerpo frío. El portamuestras 2 está encerrado en un tubo 32 con una rosca 18 de tornillo en un extremo. En el extremo opuesto del tubo, se proporcionan unos medios 33 de conexión del tubo al adaptador en el extremo del conjunto de barra. Esto permite que el tubo se inserte y retraiga y se haga rotar mediante el conjunto de barra. El portamuestras es libre de rotar dentro del tubo y se conecta térmicamente al adaptador en el extremo del conjunto de barra usando un contacto 34 térmico de resorte. A medida que el tubo y el conjunto de

portador se empujan en la parte coincidente unida al cuerpo frío, un chavetero alinea rotacionalmente el portamuestras con la parte coincidente, lo que garantiza que los conectores 35 opcionales se alineen. Después se hace rotar el conjunto de barra para tirar del portamuestras en la parte coincidente, realizando el contacto térmico y conexiones eléctricas y ópticas opcionales. El conjunto de barra puede retraerse entonces desde el criostato, desconectando en los medios de conexión el tubo al adaptador en el extremo del conjunto de barra. Pueden ajustarse deflectores opcionales para cerrar los orificios en los blindajes contra radiación si el conjunto de barra va a retirarse completamente. La retirada de la muestra es esencialmente el inverso del procedimiento de inserción, con la excepción de que habitualmente no es necesario dejar que el portamuestras en los blindajes contra radiación se caliente cuando se retrae la muestra.

Realizaciones alternativas:

En la primera realización alternativa, es posible cambiar el mecanismo para la conexión a los blindajes contra radiación de ser una conexión de tornillo a ser una conexión de resorte en la que el portamuestras está equipado con uno o una pluralidad de resortes térmicamente conductores que se enganchan en una superficie interior del recorte en el blindaje contra radiación. Esa superficie interior puede extenderse, por ejemplo, mediante la adición de un conjunto de tubo o un conjunto de placa más gruesa para permitir el enganche. Alternativamente, la conexión térmica puede ser a través de resortes en los blindajes de temperatura más alta y a través de contacto de tornillo en los blindajes de temperatura más baja o cualquier combinación de los mismos. Pueden usarse partes coincidentes en forma de cono o cuña en cada lado del acoplamiento liberable para amplificar la presión de contacto a partir del mecanismo de montaje. También pueden usarse un contacto liberable neumático o piezoeléctrico u de otras formas.

En todas las realizaciones, la conexión al o a cada cuerpo frío puede ser opcionalmente a través de contactos de resorte térmicamente conductores en vez de una conexión de tornillo.

En todas las realizaciones, la conexión a los blindajes contra radiación puede ser opcionalmente a través de contactos de resorte térmicamente conductores o contactos de tornillo.

En todas las realizaciones, en las que se especifica que una conexión térmica se realiza o puede realizarse con un blindaje contra radiación o blindaje, esta conexión térmica puede realizarse alternativamente con cualquier otra superficie fría adecuada.

Siempre que se usan contactos de resorte térmicamente conductores, estos pueden realizarse a partir de un único material, tal como cobre al berilio, o pueden realizarse a partir de un material laminado o material compuesto de diferentes materiales para proporcionar tanto una buena fuerza de resorte como una alta conductividad térmica. Esto puede incluir, por ejemplo, cobre al berilio o acero para proporcionar la fuerza de resorte con cobre, plata y/u oro para mejorar la conductividad térmica. Se prefieren materiales diferentes para reducir las corrientes parásitas y extinguir fuerzas cuando se usan con un imán. Ejemplos de materiales diferentes pueden ser cobre para alta conductividad térmica y acero inoxidable para alta resistencia mecánica y menor conductividad eléctrica para reducir corrientes parásitas inducidas. Otras posibilidades pueden incluir titanio y cobre o latón y cobre o aleación de aluminio y cobre. En general, es un material de alta conductividad térmica y uno de alta resistencia mecánica y mayor resistencia. El segundo material también puede ser un material de plástico o un material compuesto.

En todas las realizaciones, puede añadirse un orificio adicional o una pluralidad de los mismos al segundo recipiente de vacío para permitir que la muestra y opcionalmente el portamuestras se retiren sin la retirada del segundo recipiente de vacío a partir del recipiente de vacío principal.

En la segunda realización, es posible cambiar la conexión de los blindajes contra radiación a una rosca de tornillo en el exterior del conjunto de tubo rotatorio. También es posible cambiar la conexión de rosca de tornillo del cuerpo frío para que sea una rosca externa, lo que significa que puede usarse la misma rosca para conectarse a los blindajes contra radiación para el enfriamiento previo y después al cuerpo frío. El conjunto de tubo con la rosca puede tener opcionalmente una división en el mismo para permitir que el diámetro cambie para compensarse la expansión y contracción térmicas.

Aunque no se muestra, un imán superconductor puede estar ubicado en el criostato 50 tal como se conoce convencionalmente para polarización nuclear dinámica y resonancia magnética nuclear y otras aplicaciones de campo magnético criogénicas.

En los ejemplos descritos anteriormente, las barras forman accionadores para conectarse a y desconectarse de los cuerpos fríos y pueden desmontarse del criostato. En ejemplos alternativos, las barras (u otros accionadores) pueden formar parte del criostato y el portamuestras puede portarse sobre una sonda independiente de las barras (u otros accionadores), manipulándose las barras (u otros accionadores) para enganchar las roscas de tornillo (u otro mecanismo de conexión) tal como anteriormente.

REIVINDICACIONES

1. Aparato de enfriamiento libre de material criogénico que comprende:

5 una cámara (4) de vacío;

un primer blindaje (54) contra radiación de calor que rodea una región (20) de trabajo y ubicado en la cámara de vacío;

10 un sistema de enfriamiento libre de criógeno que tiene una primera etapa de enfriamiento acoplada al primer blindaje (54) contra radiación de calor y una segunda etapa de enfriamiento, más fría que la primera etapa de enfriamiento;

15 aberturas (52, 56) alineadas en el primer blindaje (54) contra radiación de calor y la pared de cámara de vacío;

aparato de carga de muestras que tiene una o más sondas (3) alargadas y un dispositivo (2) portamuestras unido a la una o más sondas (3) alargadas, siendo la una o más sondas alargadas para insertar el dispositivo portamuestras a través de las aberturas (52, 56) alineadas en la región (20) de trabajo; y

20 uno o más conectores (18) térmicos, mediante lo cual el dispositivo portamuestras se acopla de manera liberable para conducción de calor mediante dicho(s) conector(es) térmico(s) al primer blindaje (54) contra radiación de calor para enfriar previamente una muestra (1) sobre o en el dispositivo portamuestras antes de que el dispositivo portamuestras se inserte en la región (20) de trabajo;

25 caracterizado por un segundo blindaje (10) contra radiación de calor ubicado en el interior del primer blindaje (54) contra radiación y que rodea la región (20) de trabajo, estando el segundo blindaje contra radiación de calor acoplado a la segunda etapa de enfriamiento y teniendo una abertura (58) alineada con las aberturas (52, 56) del primer blindaje contra radiación de calor y la pared de cámara de vacío para permitir que el dispositivo (2) portamuestras pase a su través, mediante lo cual el dispositivo portamuestras se acopla de manera liberable
30 para conducción de calor mediante dicho(s) conector(es) (18) térmico(s) al segundo blindaje contra radiación de calor para enfriar previamente de manera adicional una muestra (1) sobre o en el dispositivo portamuestras antes de que el dispositivo portamuestras se inserte en la región (20) de trabajo; y

un soporte (15) localizado en la región (20) de trabajo y mantenido a una temperatura inferior a la del segundo blindaje contra radiación de calor, en donde el dispositivo (2) portamuestras está configurado para conectar con el soporte por operación de la(s) sonda(s) (3).

2. Aparato según la reivindicación 1, en el que la abertura (52) alineada en la pared de cámara de vacío incluye un sistema (5) de cierre, tal como una válvula de vacío.

40 3. Aparato según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que las aberturas (56, 58) alineadas en los blindajes (54, 10) contra radiación de calor primero y segundo incluyen sistemas (25) de cierre respectivos.

45 4. Aparato según la reivindicación 3, en el que los sistemas de cierre respectivos para los blindajes (54, 10) contra radiación de calor primero y segundo comprenden una o más pestañas flexibles o pestañas con bisagra y con resorte.

50 5. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aparato de carga de muestras comprende dos o más sondas (3) alargadas, acopladas cada una al dispositivo (2) portamuestras.

6. Aparato según la reivindicación 5, en el que la o cada sonda (3) puede rotar alrededor de su eje con respecto al dispositivo (2) portamuestras.

75 7. Aparato según la reivindicación 5 o la reivindicación 6, en el que la o cada sonda (3) presenta una rosca de tornillo en un extremo para definir un dicho conector (18) térmico, actuando el conector conjuntamente con una rosca de tornillo en el primer blindaje (54) contra radiación de calor para conseguir una conexión térmica entre los mismos.

80 8. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que uno o más del/de los conector(es) térmico(s) comprenden uno o más resortes (31) térmicamente conductores ajustados para realizar contacto térmico entre el primer blindaje (54) contra radiación de calor y el dispositivo (2) portamuestras.

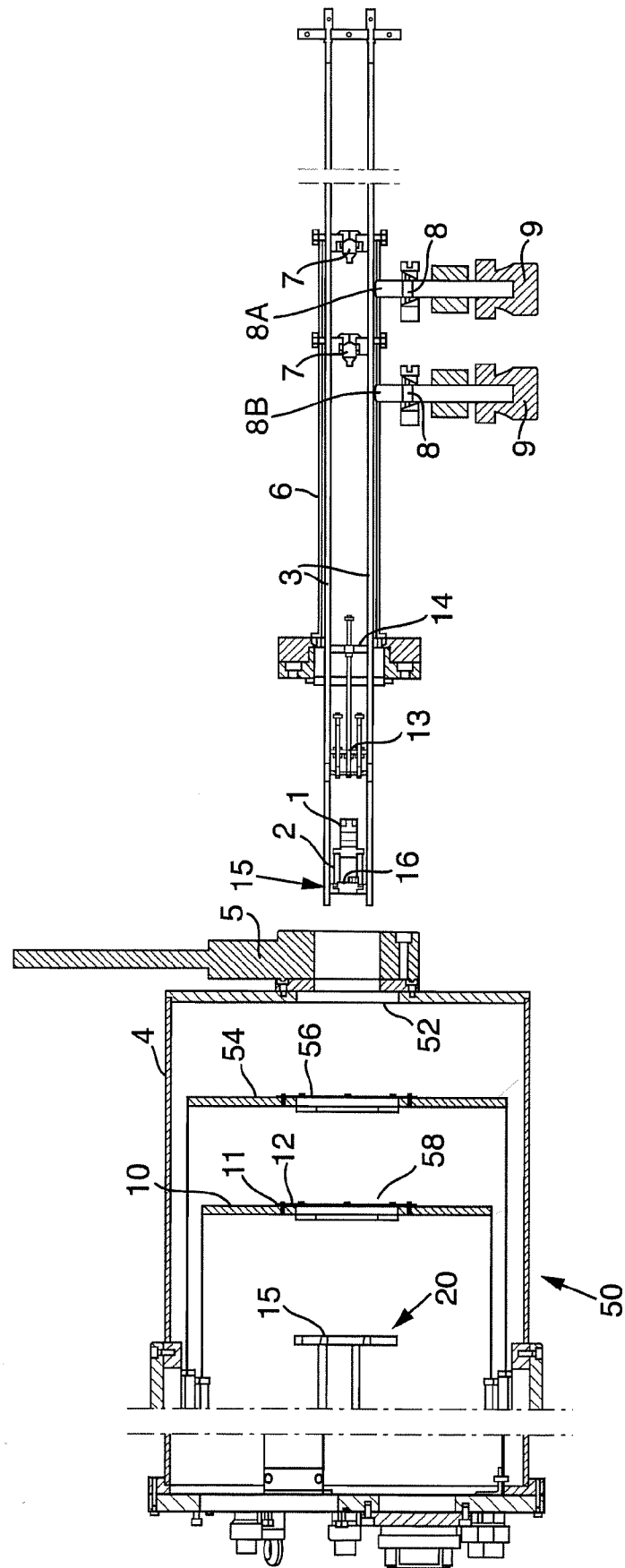
85 9. Aparato según la reivindicación 8, en el que los resortes (31) conductores comprenden material compuesto con alta conductividad térmica y alta fuerza de resorte.

90 10. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aparato de carga de muestras

puede rotar con respecto a la cámara (4) de vacío y los blindajes (54, 10) contra calor para alinearse de manera selectiva con el o cada conector térmico o con la abertura respectiva para permitir que el dispositivo (2) portamuestras pase a su través.

- 5 11. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aparato está configurado de tal manera que la o cada sonda (3) se acopla de manera liberable al dispositivo (2) portamuestras mediante lo cual una primera operación de la(s) sonda(s) hace que el dispositivo portamuestras se conecte al soporte (15) en la región (20) de trabajo, y una segunda operación posterior permite que la(s) sonda(s) se libere(n) del dispositivo portamuestras y se retraiga(n).
- 10 12. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aparato de carga de muestras incluye además un recipiente (6) de vacío en el que el dispositivo (2) portamuestras y la sonda o sondas (3) alargadas se montan de manera móvil, pudiendo conectarse el recipiente de vacío a la abertura (52) de la pared de cámara de vacío.
- 15 13. Método de cargar una muestra (1) en la región (20) de trabajo de un aparato de enfriamiento libre de material criogénico según la reivindicación 12, comprendiendo el método
- 20 colocar una muestra (1) en o sobre el dispositivo (2) portamuestras;
- 25 fijar el recipiente (6) de vacío del aparato de carga de muestras a la cámara (4) de vacío y alinearlo con la abertura (52) de la cámara de vacío;
- evacuar el recipiente (6) de vacío;
- abrir la abertura (52) de la cámara (4) de vacío y hacer funcionar la o cada sonda (3) alargada para insertar el dispositivo (2) portamuestras a través de la abertura abierta de modo que el dispositivo portamuestras se acopla térmicamente al primer blindaje (54) contra radiación de calor;
- 30 permitir que la muestra (1) en o sobre el dispositivo portamuestras se enfríe como resultado de conducción de calor al primer blindaje (54) contra radiación de calor;
- desconectar el dispositivo (2) portamuestras del primer blindaje (54) contra radiación de calor; y
- 35 hacer funcionar la o cada sonda (3) alargada para insertar el dispositivo portamuestras en la región (20) de trabajo.
- 40 14. Método según la reivindicación 13, en el que antes de alcanzar la región (20) de trabajo, el dispositivo (2) portamuestras se acopla térmicamente al segundo blindaje (10) contra radiación de calor, se enfría al permitir que fluya calor al segundo blindaje contra radiación, se desconecta del segundo blindaje contra radiación, y después se inserta el dispositivo portamuestras en la región (20) de trabajo.

Fig.1.



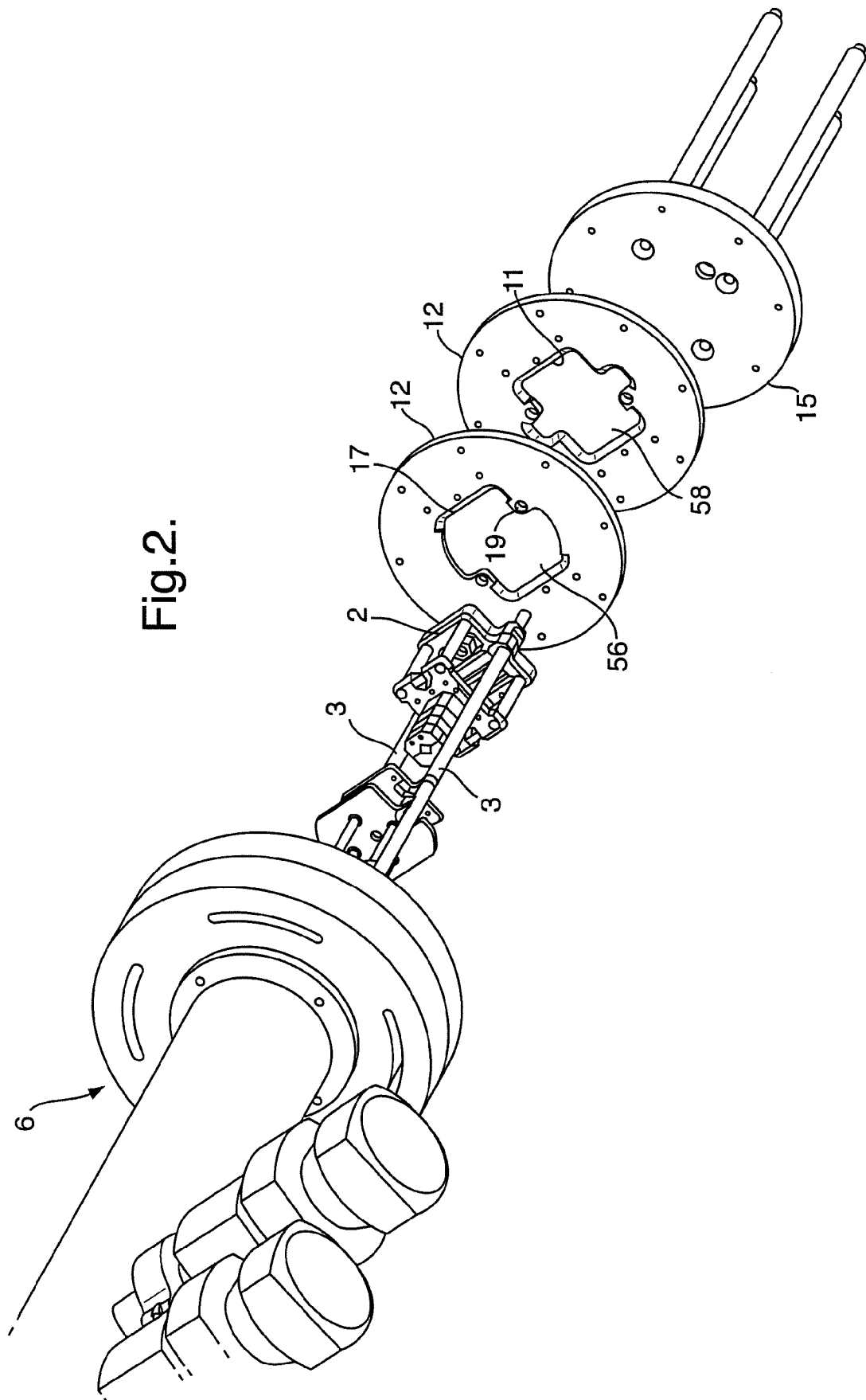


Fig.3.

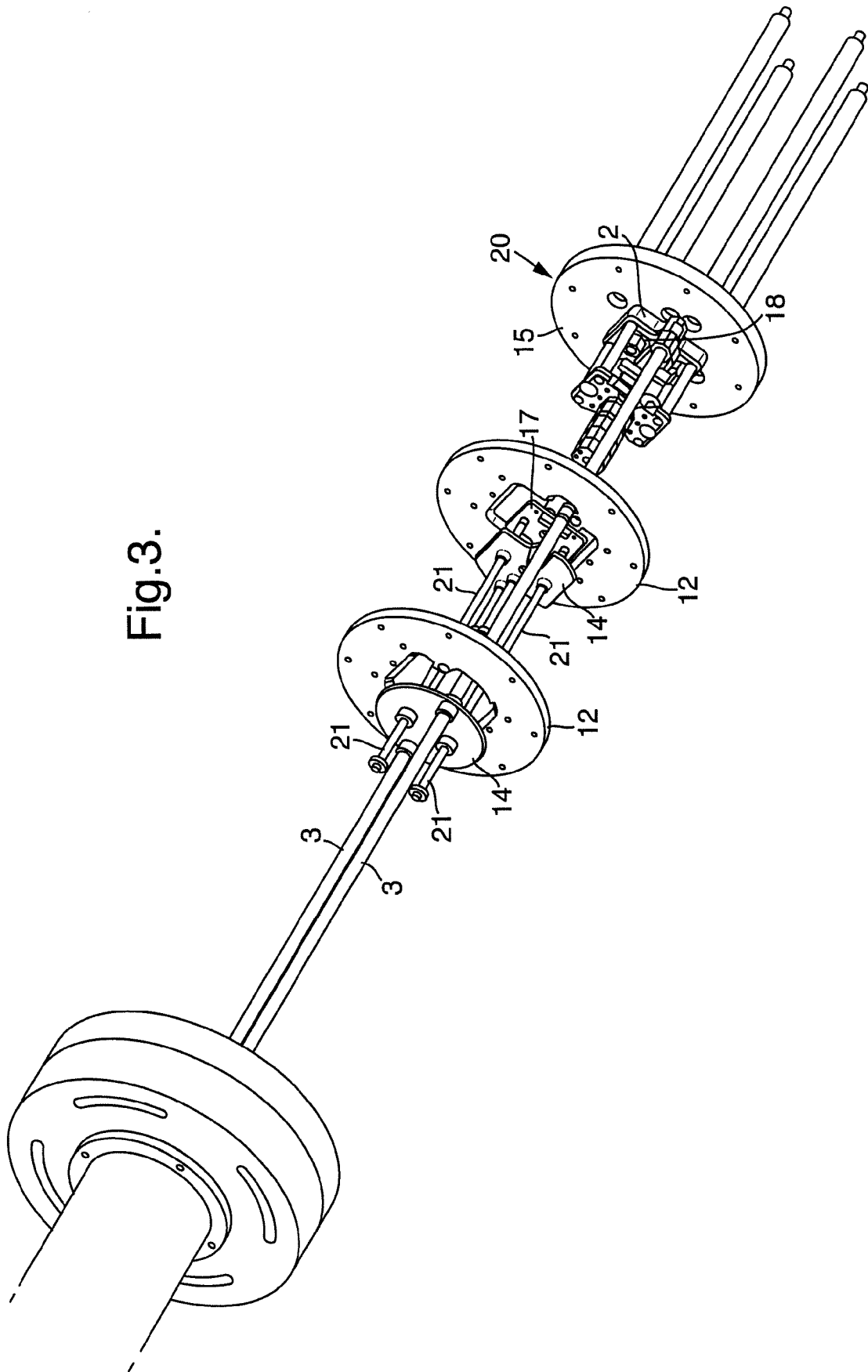


Fig.5.

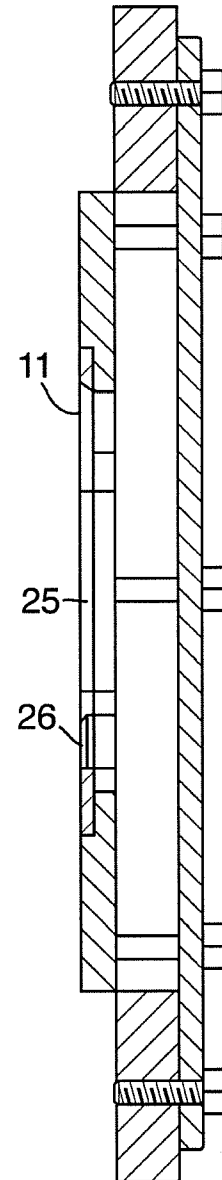


Fig.4.

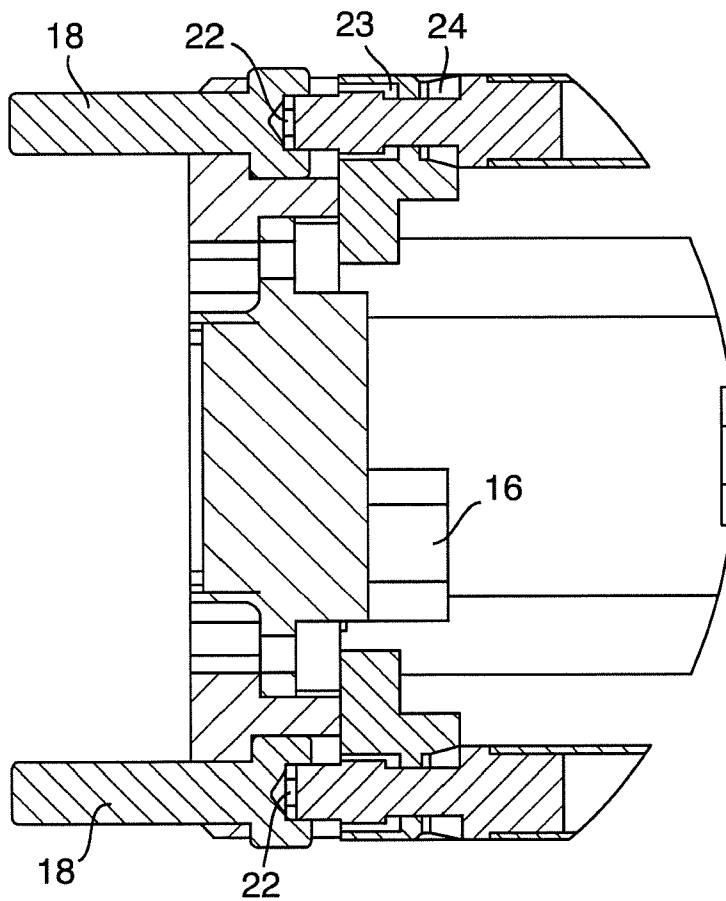


Fig.6.

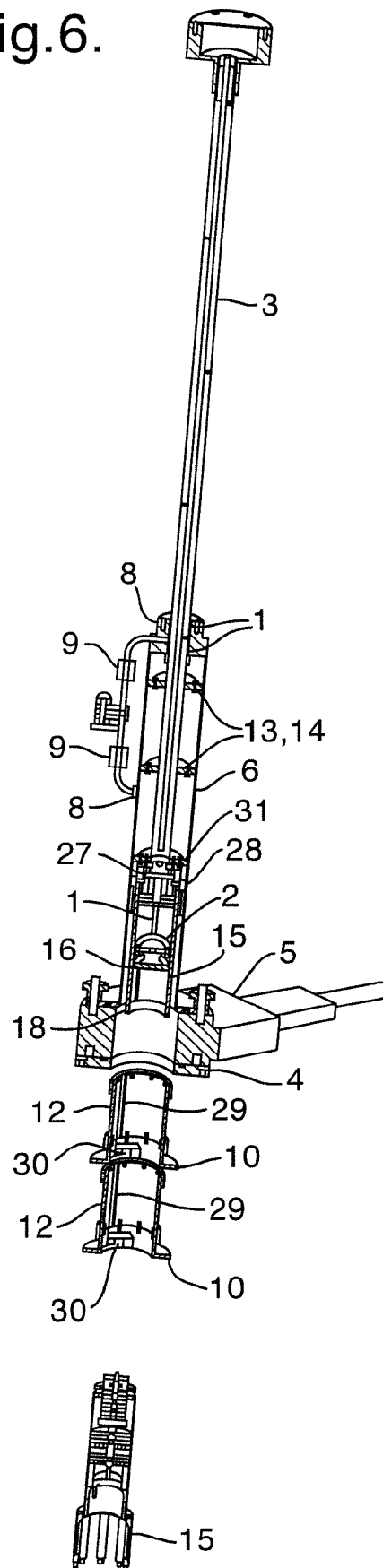


Fig.7.

