



(19) Republik
Österreich
Patentamt

(11) Nummer: AT 394 460 B

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 2117/89

(51) Int.C1.⁵ : G05D 9/00

(22) Anmeldetag: 11. 9.1989

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 9.1991

(45) Ausgabetag: 10. 4.1992

(56) Entgegenhaltungen:

US-PS 4407340 EP-A1 0331287 WO-A1 88/02458

(73) Patentinhaber:

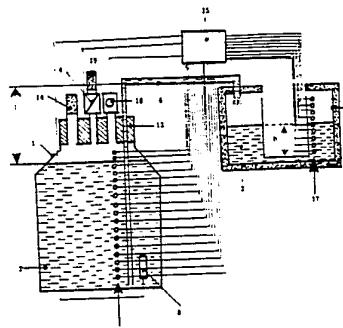
SITTE HELLMUTH DR.
A-6100 SEE FELD, TIROL (AT).

(72) Erfinder:

SITTE HELLMUTH DR.
SEE FELD, TIROL (AT).
HÄSSIG HELMUT
HOMBURG-SAAR (DE).
KUNZ ARMIN DIPL.PHYS.
HOMBURG-SAAR (DE).
NEUMANN KLAUS DR.
BEXBACH-SAAR (DE).

(54) VORRICHTUNG ZUM NACHFÜLLEN VON FLÜSSIGSTICKSTOFF

(57) Vorrichtung zum kontinuierlichen Nachfüllen von Flüssigstickstoff in eine Kühlkammer, bestehend aus einem mit Flüssigstickstoff (2) gefüllten Dewargefäß (1) mit einem Verschlußdeckel (13,14) und einem durch den Deckel (13) zum Kühlkammertank (7) verlaufenden Füllrohr (6), durch das mittels eines Überdruckes ein kontinuierlicher Strom flüssigen Stickstoffs (2) gegen den hydrostatischen Druck der Stickstoff säule im Rohr (6) gepreßt wird, wobei der Flüssigstickstoff-Durchsatz mittels einer Heizpatrone (8) über eine Elektronikeinheit (15) aufgrund der Niveauanzeigen der Sensoren (16,17) sowie der Druckanzeige des Sensors (18) so gesteuert wird, daß der Flüssigstickstoff-Spiegel im Kühlkammertank (7) auf konstanter Höhe (h) gehalten und damit im System ein Fließgleichgewicht zwischen Flüssigstickstoff-Zufuhr und -Verdampfung in der Kühlkammer (7) aufrecht erhalten wird.



AT 394 460 B

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Nachfüllen von Flüssigstickstoff aus einem Dewargefäß über ein Füllrohr in eine Kühlkammer, insbesondere eine Kühlkammer an einem Mikrotom oder Ultramikrotom, wobei ein im Dewargefäß durch abdampfenden Stickstoff hervorgerufener Überdruck den Flüssigstickstoff gegen den hydrostatischen Druck der Flüssigstickstoffsäule im Füllrohr durch dieses in die Kühlkammer preßt.

5 An Mikrotomen, insbesondere Ultramikrotomen, verwendet man zum Schneiden gefrorener bzw. zäh-elastischer Objekte bei Temperaturen zwischen 0 °C und -190 °C Kühlkammern, in denen im Gegensatz zu Kryostatsystemen lediglich der Bereich des Objektes und Messers (Volumen etwa 1 Liter) mittels Flüssigstickstoff (hinfert N₂fl) auf die erforderliche tiefe Temperatur abgesenkt wird. Demgegenüber bleiben das Mikrotom, insbesondere Ultramikrotom, selbst einschließlich der Präzisionsmechanik für Vorschub und Antrieb auf Raumtemperatur (Vgl. hiezu u. a.: H. Sitte, Kryopräparation in der Mikroskopie, Teile I und II, Laborpraxis 7/8, 812-823 sowie 9, 960-974, 1982. - H. Sitte, Instrumentation for cryosectioning. Electron Microscopy 1982, Proceedings 10th International Congress on Electron Microscopy Hamburg 1982. Vol. 1, 9-28, Wissenschaftliche Verlags-GmbH, Stuttgart, 1982. - H. Sitte und K. Neumann, Ultramikrotome und apparative Hilfsmittel für die Ultramikrotomie. In: G. Schimmel und W. Vogell, Methodensammlung der Elektronenmikroskopie, Lieferung 11, Sn. 1-248, Wissenschaftliche Verlags-GmbH Stuttgart 1983, vgl. insbesondere Sn. 69-91). Derartige Kühlkammern weisen nach dem Stand der Technik im Kammerraum N₂fl-Behälter mit einem Volumen zwischen etwa 0,1 und 1 Liter auf und verbrauchen je nach Betriebsbedingungen etwa 1 bis 10 Liter N₂fl/h. Der N₂fl wird in der Regel aus einem Dewargefäß mittels eines in diesem Gefäß erzeugten Überdruckes oder mittels einer rotierenden oder mit Kolben arbeitenden Kryogenpumpe in die Kühlkammer überführt. Diese N₂fl-Nachfüllung geschieht im Hinblick auf den geringen N₂fl-Bedarf der Kühlkammern (17 bis 170 ml N₂fl pro Minute) diskontinuierlich und wird durch N₂fl-Niveausensoren in der Kühlkammer gesteuert. Bei Erreichen des N₂fl-Minimal-Füllstandes wird die Nachfüllung automatisch nach Erzeugen eines Überdruckes im Dewargefäß oder durch Einschalten einer Pumpe gestartet und so lange fortgesetzt, bis ein zweiter N₂fl-Niveausensor das Erreichen des N₂fl-Maximal-Füllstandes signalisiert und der Nachfüllvorgang beendet wird. Derartige Nachfüllzyklen wiederholen sich je nach dem N₂fl-Verbrauch und dem N₂fl-Tankinhalt der Kühlkammer in Abständen zwischen etwa 2 und 30 Minuten. Im zeitlichen Abstand zwischen zwei Nachfüllvorgängen erwärmt sich auch bei guter thermischer Isolation das Nachfüllrohr zwischen Dewargefäß und Kühlkammer. Beim Beginn des Nachfüllvorganges verdampft daher so lange N₂fl, bis das Rohr wieder auf die N₂fl-Temperatur von rd. -196 °C abgekühlt ist. Das Sieden des N₂fl bewirkt kurzfristige Druckschwankungen, die sich durch das Füllrohr auf die Kühlkammer und ihren N₂fl-Tank übertragen. Zusätzlich bewirkt das Nachfüllen des N₂fl-Tanks durch das Anheben des N₂fl-Niveaus eine Änderung der thermischen Verhältnisse der Kühlkammer. Sowohl die Siedeprozesse im Nachfüllrohr als auch das Anheben des N₂fl-Spiegels in der Kammer bewirken durch die damit verbundenen mechanischen und thermischen Unregelmäßigkeiten zumindest eine ungleichmäßige Schnittfolge, oftmals aber den Ausfall von Schnitten sowie unerwünschte Verschiebungen der Präparat- und Messer-temperatur um mehrere Grade.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, eine N₂fl-Nachfüllvorrichtung der eingangs genannten Gattung zu realisieren, bei der auf einfache Weise mechanische wie thermische Störeinflüsse im Zuge der N₂fl-Nachfüllung minimiert sind und die oben geschilderten Nachteile nicht auftreten.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß im bzw. am Dewargefäß - wie an sich bekannt - eine Füllstandserfassungseinrichtung zur Erfassung des Flüssigstickstoff-Spiegels im Dewargefäß angeordnet ist und eine Einrichtung vorgesehen ist, die im Normalbetrieb den Überdruck im Dewargefäß in Abhängigkeit vom erfaßten Flüssigstickstoff-Spiegel derart steuert, daß ein von der jeweiligen Höhe des Flüssigstickstoff-Spiegels im wesentlichen unabhängiger, annähernd konstanter Fluß von Flüssigstickstoff durch das Füllrohr in die Kühlkammer erfolgt.

Damit läßt sich ein kontinuierlicher, nicht pulsierender N₂fl-Durchfluß durch das Füllrohr aus dem Dewargefäß in die Kühlkammer erreichen, der den N₂fl-Füllstand in der Kühlkammer über längere Zeit praktisch konstant hält.

Füllstandssensoren sind bei Gefäßen zur Abgabe von Flüssigstickstoff bereits bekannt (beispielsweise aus der EP-A1 0331 287 oder der WO 88/02458). Allerdings dienen dort die im wesentlichen als Schwimmer ausgebildeten Füllstandssensoren dazu, den Flüssigkeitsspiegel im Gefäß konstant zu halten und nicht dazu, einen variablen Flüssigkeitsstand zu erfassen. Außerdem erfolgt bei den bekannten Gefäßen die Abgabe rein durch die auf den Flüssigstickstoff wirkende Schwerkraft und nicht durch den im Gefäß durch abdampfenden Stickstoff hervorgerufenen Überdruck. Damit müssen die bekannten Stickstoffbehälter höhenmäßig über jener Stelle angeordnet sein, an der dann der Stickstoff abgegeben wird, was in der Praxis oft nur schwer möglich bzw. mit Nachteilen verbunden ist.

Wird der im Dewargefäß durch abdampfenden Stickstoff hervorgerufene Überdruck verwendet, um der Kühlkammer den Flüssigstickstoff zuzuführen, so kann das Dewargefäß wesentlich günstiger angeordnet werden.

Allerdings hängt dann der $N_2\text{fl}$ -Durchfluß durch das Füllrohr einerseits vom hydrostatischen Druck der wirksamen $N_2\text{fl}$ -Säule im Füllrohr (und damit vom $N_2\text{fl}$ -Spiegel im Dewargefäß) und andererseits vom Überdruck im Dewargefäß ab. Im Normalbetrieb (d. h. während der Schneidearbeit in der Kühlkammer) nimmt der $N_2\text{fl}$ -Spiegel im Dewargefäß laufend ab und damit der hydrostatische Druck der $N_2\text{fl}$ -Säule laufend zu. Gemäß der Erfindung wird nun der $N_2\text{fl}$ -Spiegel im Dewargefäß erfaßt und in Abhängigkeit davon der Überdruck so gesteigert, daß der $N_2\text{fl}$ -Durchfluß trotz des laufend wachsenden hydrostatischen Druckes der $N_2\text{fl}$ -Säule im Füllrohr annähernd konstant gehalten wird. Es wird also im Dewargefäß durch das Verdampfen von $N_2\text{fl}$ jeweils jener Überdruck erzeugt, der einen $N_2\text{fl}$ -Transfer aus dem Dewargefäß über das Füllrohr in die Kühlkammer in jenem Ausmaß bewirkt, daß der $N_2\text{fl}$ -Spiegel im Tank der Kühlkammer stets annähernd das gleiche gewünschte Niveau beibehält. Es kann hierdurch ein Fließgleichgewicht ("steady state") aufrecht erhalten werden, bei dem der aus der Kühlkammer durch Verdampfung abgehende Stickstoff laufend durch $N_2\text{fl}$ aus dem Dewargefäß ersetzt wird, so daß alle Teile des Systems über längere Zeit sowohl thermisch als auch mechanisch im gleichen Zustand verbleiben.

Um den Überdruck im Dewargefäß zu erhöhen ist gemäß einer bevorzugten Ausführungsform vorgesehen, daß die Einrichtung zur Steuerung des Überdruckes im Dewargefäß mindestens ein an sich bekanntes, im Flüssigstickstoff eingetauchtes Heizelement aufweist, dessen Heizleistung in Abhängigkeit vom erfaßten Flüssigstickstoff-Spiegel im Dewargefäß vorzugsweise über eine elektronische Steuereinheit gesteuert wird. Mit einem Heizelement läßt sich die Menge an abdampfendem Stickstoff und damit der Überdruck auf einfache Weise erhöhen. Die Heizleistung kann durch kontinuierliche Variation von Strom und/oder Spannung erfolgen. Es ist aber auch möglich, das Heizelement intermittierend zu betreiben und über die Länge der Einschaltperioden die effektive Heizleistung festzulegen.

In der Praxis wird es durch eine statische Abdampfrate (d. h. ohne zusätzliche Heizung) bereits zu einem Überdruck im Dewargefäß kommen, der zu einer unerwünschten Füllung der Kühlkammer Anlaß geben könnte. Um dies zu vermeiden, gleichzeitig aber plötzliche Druckschwankungen zu vermeiden, ist bevorzugt vorgesehen, daß im oberen Bereich des Dewargefäßes bzw. im Bereich des Verschlußdeckels des Dewargefäßes ein poröses Element angeordnet ist, das abdampfenden, gasförmigen Stickstoff aus dem Dewargefäß entweichen läßt. Ein solches poröses Element ist kostengünstig und erlaubt, da es nicht gesteuert werden muß, einen einfachen Betrieb. Über die Größe und Porösität des Elementes kann man erreichen, daß der ohne zusätzliche Wärmezufuhr gemäß der statischen Abdampfrate des Dewargefäßes verdampfende Stickstoff bzw. der damit verbundene Überdruck im Dewargefäß höchstens zu einem geringen Fluß durch das Füllrohr führt, sodaß es zu keiner Füllung der Kühlkammer kommt.

Um auch bei einer Änderung der Umweltbedingungen und der Betriebsbedingungen in der Kühlkammer ein Fließgleichgewicht aufrecht zu erhalten, bei dem der Stickstoff-Füllstand in der Kühlkammer auf der gewünschten Höhe bleibt, ist es günstig, wenn zusätzlich zur erfindungsgemäßen Steuerung des $N_2\text{fl}$ -Flusses in Abhängigkeit vom $N_2\text{fl}$ -Spiegel im Dewargefäß in bzw. an der Kühlkammer eine vorzugsweise durch eine Reihe von Niveausensoren gebildete Füllstandserfassungseinrichtung angeordnet ist, die den Flüssigstickstoff-Füllstand in der Kühlkammer registriert und über eine Regeleinrichtung den Überdruck im Dewargefäß zur Konstanthaltung des Füllstandes in der Kühlkammer nachregelt. Eine solche Nachregelung kann günstigerweise dadurch erfolgen, daß bei Abfall des Flüssigstickstoff-Füllstandes in der Kühlkammer unter den Sollwert eine Erhöhung und bei einem Übersteigen des Sollwertes eine Erniedrigung der Heizleistung des Heizelementes erfolgt.

Weitere Vorteile und Merkmale der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung von bevorzugten Ausführungsbeispielen des erfindungsgemäßen Systems anhand der beiliegenden Zeichnungen. In diesen Zeichnungen zeigen: Die Fig. 1: einen schematischen Schnitt durch ein $N_2\text{fl}$ -Nachfüllsystem nach dem Stand der Technik; die Fig. 2: eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen $N_2\text{fl}$ -Nachfüllsystems mit einem normalen Nachfüllrohr, sowie die Fig. 3: eine spezielle Ausführungsform des erfindungsgemäßen $N_2\text{fl}$ -Nachfüllsystems mit einem Vakuum-Mantel-Verbindungsrohr zwischen Dewargefäß und Kühlkammer.

Der Aufbau des in Fig. 1 schematisch dargestellten Systems ist herkömmlicher Art. Im Dewargefäß (1) befindet sich $N_2\text{fl}$ (2). Das Gefäß ist durch den Deckel (3) gasdicht verschlossen. Beim Schließen des Ventiles (4) baut sich im Inneren des Dewargefäßes (1) durch das laufend aus dem $N_2\text{fl}$ gebildete Stickstoffgas (5) (hinfert $N_2\text{g}$) ein Überdruck auf, der schließlich einen $N_2\text{fl}$ -Transfer durch das Füllrohr (6) in den Tank (7) der Kühlkammer bewirkt. Um den Nachfüllvorgang zu beschleunigen, wird beim Beginn der Nachfüllung durch die Heizpatrone (8) zusätzliches $N_2\text{g}$ erzeugt und auf diese Weise der erforderliche Druck in kurzer Zeit aufgebaut. Ein Druckschalter (9) begrenzt hierbei durch Ausschalten des Heizstromes in der Heizpatrone (8) den Überdruck im Gefäß (1) auf einen für die Nachfüllung ausreichenden Wert und verhindert damit eine zu rasche $N_2\text{fl}$ -Nachfüllung oder den Aufbau eines zu hohen Druckes, dem das Gefäß (1) nicht standhalten würde. Die gesamte $N_2\text{fl}$ -Nachfüllung wird durch eine Elektronikeinheit (10) in technisch bekannter Weise wie folgt gesteuert:

Sowie der N_2 fl-Spiegel im Tank (7) der Kühlkammer unter den Niveausensor (11) absinkt, wird das Ventil (4) geschlossen und mittels der Heizpatrone (8) der für die N_2 fl-Nachfüllung erforderliche Druck erzeugt. Die Heizpatrone (8) wird vom Druckschalter (9) beim Erreichen dieses Druckes ausgeschaltet bzw. bei Unterschreiten dieses Druckes wieder eingeschaltet. Durch die N_2 fl-Nachfüllung hebt sich der N_2 fl-Spiegel im Tank (7) der Kühlkammer so lange an, bis er den oberen Niveausensor (12) erreicht. In diesem Moment öffnet die Elektronikeinheit (10) das Ventil (4) und schaltet die Heizpatrone (8) aus. Da aus dem Kammertank (7) laufend N_2 fl verdampft, sinkt der N_2 fl-Spiegel wieder ab. Beim Absinken unter den Niveausensor (11) wiederholt sich der oben geschilderte Nachfüllvorgang. Wie oben bereits dargelegt, treten durch die periodisch wiederholten Nachfüllzyklen jene mechanischen und thermischen Störungen auf, die durch das im folgenden beschriebene erfindungsgemäße System vermieden oder zumindest auf ein nicht mehr störendes Ausmaß reduziert werden können.

Fig. 2 zeigt eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Systems zur kontinuierlichen N_2 fl-Nachfüllung aus einem Dewargefäß (1) in den Tank (7) einer Kühlkammer. Im Gegensatz zum Stand der Technik weist der Deckel (13) ein Element (14) auf, welches auf Grund seiner Porösität im begrenzten Umfang gasdurchlässig ist. Die Porösität des Elementes (14), das günstigerweise aus einem Sinterwerkstoff oder einem anderen mineralischen oder metallischen Filtermaterial bestehen kann, ist so gewählt, daß sich bei geschlossenem Ventil (4) durch den laufend verdampfenden Stickstoff zwar ein Überdruck aufbaut, der im Grenzfall bereits zu einem geringen N_2 fl-Transfer aus dem Dewargefäß (1) durch das Füllrohr (6) in den Kühlkammertank (7) führt, wobei es jedoch zu keiner unerwünschten Füllung der Kühlkammer kommt. Der N_2 fl-Durchfluß durch das Füllrohr (6) kann durch den Aufbau eines höheren Druckes im Dewargefäß (1) mittels der Heizpatrone (8) gesteigert werden. An die zum Einstellen des Fließgleichgewichtes vorgesehene Elektronikeinheit (15) sind zusätzlich eine Reihe von Sensoren (16) im Dewargefäß (1) sowie eine Reihe von Sensoren (17) im Kühlkammertank sowie ein Drucksensor (18) angeschlossen. Die einzelnen Sensoren der Reihen (16) sowie (17) sind im Dewargefäß (1) bzw. im Kühlkammertank (7) in verschiedenen Höhenlagen angeordnet, wobei die Genauigkeit des Systems durch eine Reduktion der Höhenabstände der Sensorelemente voneinander gesteigert werden kann. Da der N_2 fl-Durchfluß durch das Füllrohr (6) durch die Höhendifferenz (H) zwischen dem N_2 fl-Spiegel im Dewargefäß (1) und dem höchsten Teil des Füllrohres (6) bzw. den hierdurch gegebenen hydrostatischen Druck der N_2 fl-Säule einerseits und dem Überdruck im Dewargefäß andererseits gegeben ist, wird angesichts der im Betrieb laufend zunehmenden Höhe (H) der Überdruck aufgrund der Signale der Sensoren (16) über die Heizpatrone (8) laufend so gesteigert, daß der N_2 fl-Durchfluß trotz des laufend ansteigenden hydrostatischen Druckes der N_2 fl-Säule im Füllrohr (6) annähernd konstant gehalten wird. Da dies mit einem vertretbaren technischen Aufwand nur näherungsweise möglich ist, wird der Druck vorzugsweise aufgrund der Signale der Sensoren (17) im Kühlkammertank (7) in technisch bekannter Weise durch eine Änderung der Heizleistung der Heizpatrone (8) laufend nachgeregelt, und zwar bei Überschreiten der Sollhöhe (h) im Kühlkammertank (7) gemindert, bei Unterschreiten der Sollhöhe (h) erhöht. Diese Korrektur gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung berücksichtigt ohne zusätzliche Maßnahmen auch den unterschiedlichen N_2 fl-Verbrauch der Kühlkammer bei unterschiedlichen Betriebsbedingungen.

Eine vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung zum raschen Füllen des Kühlkammertanks (7) beim ersten Abkühlen der Kammer besteht nach Fig. 2 darin, daß das Heizelement zum raschen Füllen der Kühlkammer (7) unabhängig vom Flüssigstickstoff-Spiegel im Dewargefäß einschaltbar ist und daß der Verschlußdeckel des Dewargefäßes ein zusätzliches Ablaßventil (4) aufweist, um bei Erreichen des erwünschten Füllstandes in der Kühlkammer den Überdruck im Dewargefäß zu reduzieren. Damit kann der Druck im Vergleich zu dem für den laufenden Betrieb (Normalbetrieb) angestrebten Gleichgewichtszustand durch ein stärkeres Heizen der Heizpatrone (8) erheblich höher eingestellt werden, so daß die Füllung rasch erfolgt. Gleicher gilt für den raschen Übergang auf einen höheren Füllstand (h). Zum Übergang auf das normale Fließgleichgewicht wird der Überdruck im Dewargefäß (1) durch kurzfristiges Öffnen des Ablaßventiles (4) bei gleichzeitiger Reduktion der Heizleistung der Heizpatrone (8) reduziert, wobei das rechtzeitige Schließen des Ventiles (4) durch den Drucksensor (18) gesteuert wird. Während des laufenden Betriebes ist dieses Ablaßventil (4) ansonsten immer geschlossen. Eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung, mit der sich Druckstöße auch beim ersten Abkühlen der Kammer bzw. bei einem Übergang auf einen anderen Füllstand vermeiden lassen, besteht darin, daß der Druckabfall beim Öffnen des Ablaßventiles durch ein poröses Element (19) verzögert wird, das die Ventilöffnung abdeckt und prinzipiell dem bereits erwähnten Element (14) entspricht, aber eine höhere Gasdurchlässigkeit aufweist. Eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung des Systems nach Fig. 2 kann schließlich darin bestehen, daß zur Reduktion des N_2 fl-Verbrauchs beim Durchfluß durch das Füllrohr (6) dieses Füllrohr in bekannter Weise als Vakuum-Mantel-Leitung ausgebildet ist. Nach Fig. 3 kann diese Vakuum-Mantel-Leitung in technisch ebenfalls bekannter Weise dadurch realisiert werden, daß der in jedem Fall unter normalen Betriebsbedingungen durch N_2 fl umspülte untere Abschnitt (20) des Vakuum-Mantel-Systems (6a) als Behälter zur Aufnahme eines Molekularsiebs (21) (z. B. LINDE-ZEOLITH 13 X) ausgebildet und außerhalb des

Dewargefäßes (1) mit einem Überdruckventil (22) versehen ist. In diesem Fall entsteht beim Abkühlen des Behälters (20) mit dem Molekularsieb (21) auf N₂fl-Temperatur durch die Adsorption des im Mantelrohr (6a) befindlichen Gases selbsttätig ein Vakuum, das beim Betrieb eine hinreichende thermische Isolation bewirkt.

Über einen elektronisch gesteuerten Programmablauf kann die optimale Abfolge unterschiedlicher Druckwerte und Füllungszustände der Kammer vorgegeben werden, so daß das jeweils angestrebte Fließgleichgewicht auch bei Vorwahl unterschiedlicher Betriebstemperaturen jeweils binnen kürzester Zeit auf rationellste Weise erreicht wird. Die Erfindung kann in unterschiedlichen Ausführungsformen verwirklicht werden. Es können grundsätzlich auch andere Elemente als Niveausensoren (16) bzw. (17) (z. B. thermosensible Dioden oder Widerstandsthermometer), andere Drucksensoren (18) sowie andere poröse Materialien für die Elemente (14) und (19) verwendet werden. Es ist weiters unerheblich, ob als Ventil (4) ein rasch schaltendes Magnetventil oder ein über einen Servomotor gesteuertes Ventil anderer Art verwendet wird, so lange der Überdruck im Dewargefäß (1) mittels der Niveausensoren (16) auf den jeweils erforderlichen Wert eingestellt und gegebenenfalls aufgrund der Niveauänderungen im Kamertank (7) mittels der Niveausensoren (17) nachgeregelt wird. Ebenso ist es unerheblich, ob die Füllung des Kamertanks (7) nach Fig. 1 oder 2 von oben oder nach Fig. 3 von unten über das abgewinkelte Füllrohr erfolgt. Anstelle der porösen Elemente (14) und/oder (19) können auch definierte Bohrungen geringen Durchmessers (kleiner als 0,5 mm) verwendet werden. Grundsätzlich sind auch andere (gesteuerte) Einrichtungen (beispielsweise proportionale Servoventile) als in den gezeigten Ausführungsbeispielen möglich, um den Überdruck im Dewargefäß insbesondere auch in Abhängigkeit vom N₂fl-Spiegel stetig zu beeinflussen bzw. zu steuern. Schließlich ist die Art und Anordnung der verschiedenen Anzeige- und Schaltelemente ohne Einfluß auf den Charakter der dargelegten Erfindung.

25

PATENTANSPRÜCHE

- 30 1. Vorrichtung zum Nachfüllen von Flüssigstickstoff aus einem Dewargefäß über ein Füllrohr in eine Kühlkammer, insbesondere eine Kühlkammer an einem Mikrotom oder Ultramikrotom, wobei ein im Dewargefäß durch abdampfenden Stickstoff hervorgerufener Überdruck den Flüssigstickstoff gegen den hydrostatischen Druck der Flüssigstickstoffsäule im Füllrohr durch dieses in die Kühlkammer preßt, **dadurch gekennzeichnet**, daß im bzw. am Dewargefäß (1) - wie an sich bekannt - eine Füllstandserfassungseinrichtung (16) zur Erfassung des Flüssigstickstoff-Spiegels im Dewargefäß (1) angeordnet ist und eine Einrichtung (8, 15) vorgesehen ist, die im Normalbetrieb den Überdruck im Dewargefäß (1) in Abhängigkeit vom erfaßten Flüssigstickstoff-Spiegel derart steuert, daß ein von der jeweiligen Höhe des Flüssigstickstoff-Spiegels im wesentlichen unabhängiger, annähernd konstanter Fluß von Flüssigstickstoff durch das Füllrohr (6) in die Kühlkammer (7) erfolgt.
- 40 2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Einrichtung zur Steuerung des Überdruckes im Dewargefäß (1) mindestens ein an sich bekanntes, im Flüssigstickstoff eingetauchtes Heizelement (8) aufweist, dessen Heizleistung in Abhängigkeit vom erfaßten Flüssigstickstoff-Spiegel im Dewargefäß (1) vorzugsweise über eine elektronische Steuereinheit (15) gesteuert wird.
- 45 3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß im oberen Bereich des Dewargefäßes (1) bzw. im Bereich des Verschlußdeckels (13) des Dewargefäßes (1) ein poröses Element (14) angeordnet ist, das abdampfenden, gasförmigen Stickstoff aus dem Dewargefäß (1) entweichen läßt.
- 50 4. Vorrichtung nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Porosität und die Größe des porösen Elementes (14) derart gewählt sind, daß der ohne zusätzliche Wärmezufuhr gemäß der statischen Abdampfrate des Dewargefäßes (1) verdampfende Stickstoff bzw. der damit verbundene Überdruck im Dewargefäß (1) lediglich zu einem geringen Fluß durch das Füllrohr führt, sodaß es zu keiner Füllung der Kühlkammer kommt.
- 55 5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß in bzw. an der Kühlkammer (7) eine vorzugsweise durch eine Reihe von Niveausensoren (17) gebildete, an sich bekannte Füllstandserfassungseinrichtung angeordnet ist, die den Flüssigstickstoff-Füllstand in der Kühlkammer (7) registriert und über eine Regeleinrichtung (15) den Überdruck im Dewargefäß zur Konstanthaltung des Füllstandes in der Kühlkammer (7) nachregelt.

60

6. Vorrichtung nach Anspruch 2 und Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei Abfall des Flüssigstickstoff-Füllstandes in der Kühlkammer (7) unter den Sollwert (h) eine Erhöhung und bei einem Übersteigen des Sollwertes (h) eine Erniedrigung der Heizleistung des Heizelementes (8) erfolgt.
- 5 7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Verbindungsrohr zwischen Dewargefäß (1) und Kühlkammertank (7) - wie an sich bekannt - als Vakuum-Mantelrohr ausgebildet, und daß das Mantelrohr (6a) in seinem unteren Abschnitt als Behälter (20) zur Aufnahme eines Molekularsiebes (21) ausgebildet und mit einem Überdruckventil (22) versehen ist.
- 10 8. Vorrichtung nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Heizelement zum raschen Füllen der Kühlkammer (7) unabhängig vom Flüssigstickstoff-Spiegel im Dewargefäß einschaltbar ist, und daß der Verschlußdeckel des Dewargefäßes ein zusätzliches Ablaßventil (4) aufweist, um bei Erreichen des erwünschten Füllstandes in der Kühlkammer (7) den Überdruck im Dewargefäß zu reduzieren.
- 15 9. Vorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß dem Ablaßventil (4) ein poröses Element (19) vor- oder nachgeschaltet ist.

20

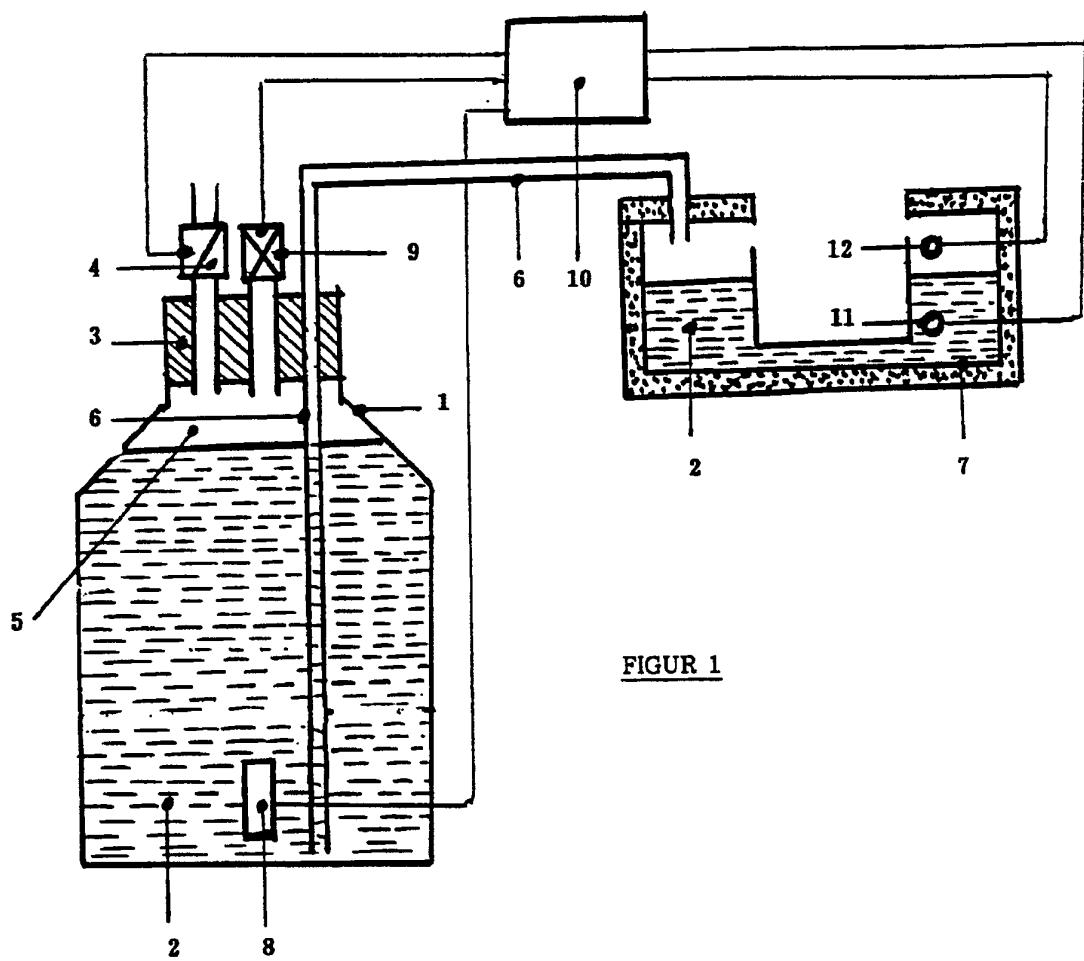
Hiezu 3 Blatt Zeichnungen

Ausgegeben

10.4.1992

Int. Cl.⁵: G05D 9/12

Blatt 1



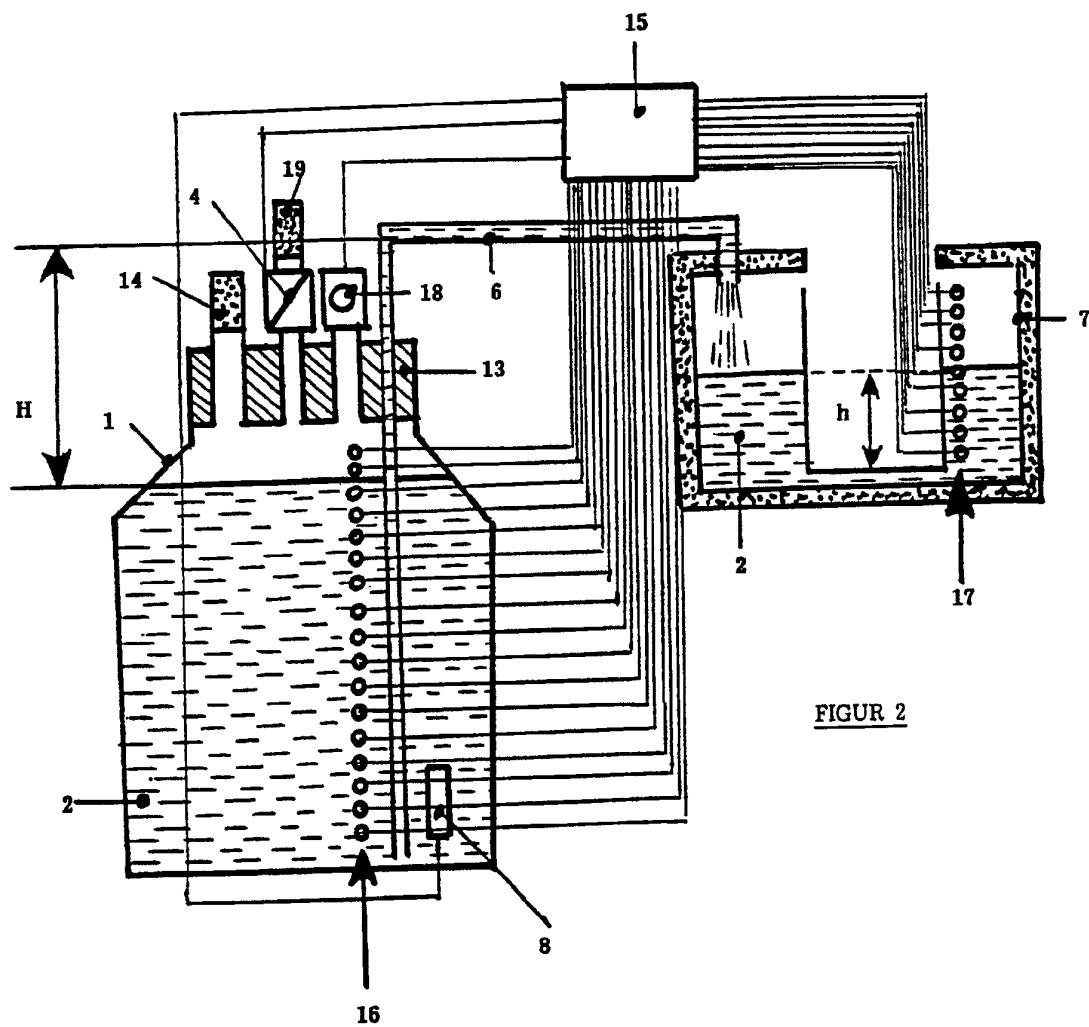
FIGUR 1

Ausgegeben

10. 4.1992

Int. Cl. 5: G05D 9/12

Blatt 2



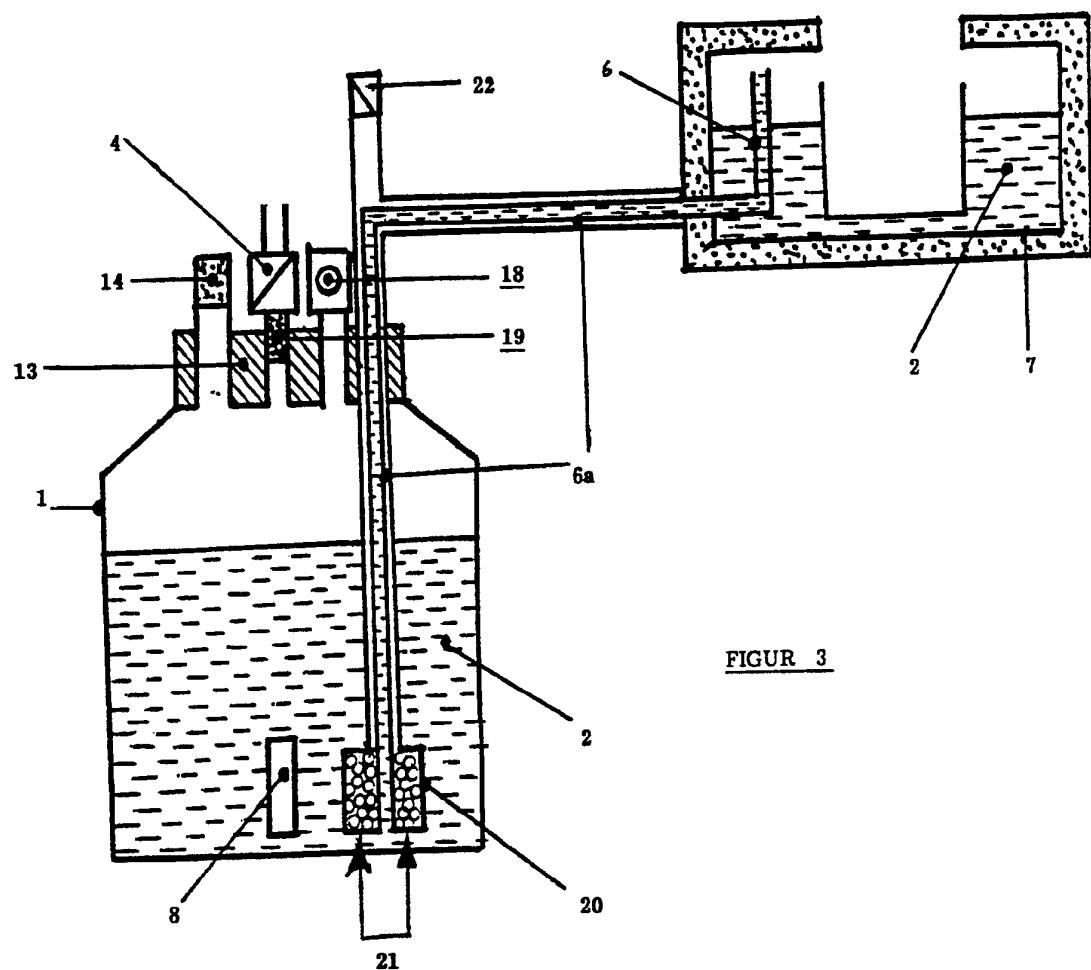
FIGUR 2

Ausgegeben

10.4.1992

Int. Cl.⁵: G05D 9/12

Blatt 3



FIGUR 3