

(19)



(11)

EP 2 005 447 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
28.10.2009 Patentblatt 2009/44

(51) Int Cl.:
H01F 6/04 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **07723072.0**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2007/001927

(22) Anmeldetag: **07.03.2007**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2007/107241 (27.09.2007 Gazette 2007/39)

(54) **KRYOSTAT MIT EINEM MAGNETSPULENSYSTEM, DAS EINE LTS- UND EINE BEHEIZBARE HTS-SEKTION UMFASST**

CRYOSTAT HAVING A MAGNET COIL SYSTEM, WHICH COMPRISES AN LTS SECTION AND A HEATABLE HTS SECTION

CRYOSTAT MUNI D'UN SYSTEME DE BOBINES MAGNETIQUES QUI COMPREND UNE SECTION LTS ET UNE SECTION HTS CHAUFFANTE

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE FR GB LI

• **LAUSCH, Axel**
75203 Königsbach-Stein (DE)

(30) Priorität: **18.03.2006 DE 102006012506**

(74) Vertreter: **Kohler Schmid Möbus**
Patentanwälte
Ruppmannstraße 27
70565 Stuttgart (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
24.12.2008 Patentblatt 2008/52

(73) Patentinhaber: **Bruker BioSpin GmbH**
76287 Rheinstetten (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A1- 0 416 959 DE-A1-102004 007 340

(72) Erfinder:
• **ROTH, Gerhard**
76287 Rheinstetten (DE)

EP 2 005 447 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Hintergrund der Erfindung

[0001] Die Erfindung betrifft einen Kryostaten, mit einem supraleitfähige Leiter umfassenden Magnetspulensystem zur Erzeugung eines Magnetfelds B_0 in einem Messvolumen mit mehreren, radial ineinander geschachtelt angeordneten, elektrisch in Serie geschalteten, solenoidförmigen Spulensektionen, von denen mindestens eine LTS-Sektion einen konventionellen Tieftemperatursupraleiter (LTS) und mindestens eine HTS-Sektion einen Hochtemperatursupraleiter (HTS) umfasst, wobei sich das Magnetspulensystem mit flüssigem Helium in einem Heliumtank des Kryostaten bei einer Helium-Temperatur $T_L < 4$ K befindet.

[0002] Ein solcher Kryostat ist beispielsweise bekannt geworden aus der DE 10 2004 007 340 A1.

[0003] Zum Beispiel für Kernspinresonanz-Apparaturen, insbesondere Spektrometer, werden sehr starke, homogene und stabile Magnetfelder benötigt. Je stärker das Magnetfeld, desto besser ist das Signal-zu-Rausch-Verhältnis und die spektrale Auflösung der NMR-Messung.

[0004] Zur Erzeugung starker Magnetfelder werden supraleitende Magnetspulensysteme eingesetzt. Weit verbreitet sind Magnetspulensysteme mit solenoidförmigen Spulensektionen, die ineinander geschachtelt sind und in Serie betrieben werden. Supraleiter können elektrischen Strom verlustfrei tragen. Die Supraleitung stellt sich unterhalb einer materialabhängigen Sprungtemperatur ein. Als Supraleitermaterial werden typischerweise konventionelle Tieftemperatur-Supraleiter (LTS) eingesetzt. Diese Metalllegierungen wie beispielsweise NbTi und Nb₃Sn sind verhältnismäßig leicht zu verarbeiten und zuverlässig in der Anwendung. Der Leiter einer LTS-Spulensektion besteht in der Regel aus einer gut normalleitenden metallischen Matrix (Kupfer), in der sich supraleitende Filamente befinden, die im Normalbetrieb vollständig den Strom übernehmen. Im Fall von NbTi sind das üblicherweise einige zehn bis hundert, im Fall von Nb₃Sn können es mehr als hunderttausend sein. Tatsächlich ist der innere Aufbau der Leiter noch etwas komplexer, was aber im vorliegenden Zusammenhang keine Rolle spielt.

[0005] Um die Spulensektionen unter die Sprungtemperatur abzukühlen, werden die Spulensektionen mit flüssigem Helium in einem Kryostaten gekühlt. Die supraleitenden Spulensektionen tauchen dabei zumindest teilweise in flüssiges Helium ein.

[0006] Um die erreichbare Magnetfeldstärke in einem Magnetspulensystem weiter zu steigern, ist es wünschenswert, auch Hochtemperatur-Supraleiter (HTS) einzusetzen. Bei gleicher Temperatur können Leiter, die HTS enthalten, sehr viel mehr Strom tragen und höhere Magnetfeldstärken erreichen als solche mit LTS. HTS-Material bietet sich somit vor allem als Material für die innersten Spulensektionen eines Magnetspulensystems

an.

[0007] HTS oder auch keramische Supraleiter gibt es derzeit vor allem als Wismut-Leiter mit HTS-Filamenten in einer silberhaltigen Matrix. Die Leiter haben vorwiegend die Form von Bändchen.

[0008] Spulensektionen aus HTS in unterkühltem Helium haben sich bisher allerdings als kurzlebig und unzuverlässig erwiesen. Eine Untersuchung von ausgefallenen HTS-Sektionen hat ergeben, dass das HTS-Material aufplatzt und die Stromtragfähigkeit des HTS-Leiters damit zerstört wird. Dieser an sich auch in anderen Zusammenhängen bekannte Effekt wird gelegentlich als "ballooning" bezeichnet.

Aufgabe der Erfindung

[0009] Demnach ist es die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, einen Kryostaten bereitzustellen, in dem eine HTS-Spulensektion langfristig und zuverlässig eingesetzt werden kann, und insbesondere kein "ballooning" auftritt.

Kurze Beschreibung der Erfindung

[0010] Diese Aufgabe wird gelöst durch einen Kryostaten der eingangs vorgestellten Art, der dadurch gekennzeichnet ist, dass Heizmittel vorgesehen sind, die den HTS jederzeit auf einer erhöhten Temperatur $T_H > T_L$ sowie $T_H > 2,2$ K halten.

[0011] Der vorliegenden Erfindung liegt die Erkenntnis zugrunde, dass das "ballooning" durch superflüssiges Helium verursacht wird, das im Inneren des HTS-Materials expandiert oder verdampft. Bekanntermaßen verflüssigt sich Helium bei Normaldruck unterhalb von ca. 4,2 K. Helium zeigt aber weiterhin bei einer Temperatur von 2,2 K einen Phasenübergang 2. Art (λ -Punkt). Unterhalb des λ -Punkts wird flüssiges Helium superflüssig, d.h. das Helium kann reibungsfrei fließen und hat eine unendlich hohe Wärmeleitfähigkeit. Der erstere Effekt sorgt dafür, dass es auch in kleinste Spalten eindringt, insbesondere trotz der Ummantelung durch die Matrix auch in die Hohlräume im Inneren eines keramischen HTS. Dagegen hilft auch eine Verdichtung des Keramikmaterials nichts. Im Falle einer späteren Erwärmung über den λ -Punkt bleibt das Helium im HTS gefangen. Die Erwärmung sorgt aber auch für eine Expansion des gefangenen Heliums, insbesondere wenn die Erwärmung so stark ist, dass das Helium verdampft. Dadurch wird im Inneren des HTS ein erheblicher Druck aufgebaut. Da HTS ein keramisches und damit sprödes Material ist, wird der HTS schließlich lokal vom Druck gesprengt und der Leiter degradiert.

[0012] Dies kann durch den erfindungsgemäßen Kryostaten verhindert werden. Der HTS wird durch die erfindungsgemäßen Heizmittel auf einer Temperatur gehalten, bei der superflüssiges Helium nicht auftritt. Dadurch ist sichergestellt, dass auch kein superflüssiges Helium in den HTS eindringt. Damit kann es nicht zum "balloon-

ing" kommen.

[0013] Man beachte, dass die Temperatur T_L des größten Teils des flüssigen Heliums im Heliumtank des Kryostaten dabei erfindungsgemäß durchaus gleich oder niedriger als die λ -Punkt-Temperatur von 2,2 K sein kann. Der HTS braucht lediglich lokal ausreichend warm gehalten zu werden. Eine Temperatur T_L von 2,2 K oder darunter ist sogar wegen besonders stabiler Verhältnisse für die LTS-Sektionen günstig, insbesondere sind mechanische Verformungen aufgrund von Temperaturdifferenzen minimiert. Aber vor allem erhöht ein $T_L < 2,2$ K die Stromtragfähigkeit und die kritische Magnetfeldstärke bei den mitgekühlten LTS-Sektionen.

[0014] Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Kryostaten sieht vor, dass die Heizmittel den HTS jederzeit auf einer erhöhten Temperatur $T_H > 2,5$ K halten. Auch oberhalb der λ -Punkt-Temperatur von 2,2 K kann kurzzeitig superflüssige Heliumphase auftreten. Mit dieser Ausführungsform wird ein ausreichender Puffer gegen solche Fluktuationen eingerichtet und der HTS noch besser geschützt.

[0015] Besonders bevorzugt ist auch eine Ausführungsform, bei der die HTS-Sektion die radial innerste Sektion bildet. Hier treten die größten Magnetfeldstärken auf, und der teure und problematische HTS ist besonders effektiv eingesetzt. Weiterhin erleichtert diese Anordnung die lediglich lokale Kühlung der HTS-Sektion.

[0016] Weiterhin ist bevorzugt eine Ausführungsform, bei der der Kryostat eine von dem Magnetspulensystem umgebene Raumtemperaturbohrung aufweist, in der sich das Messvolumen befindet. Die Raumtemperaturbohrung gestattet eine einfache Platzierung einer Probe bei Raum- oder variabler Temperatur im Messvolumen.

[0017] Eine bevorzugte Weiterbildung dieser Ausführungsform sieht vor, dass als Heizmittel ein thermischer Kontakt zwischen der innersten Sektion und der der Raumtemperaturbohrung zugewandten Wand des Heliumtanks besteht, wobei der Kontakt auf diese Wand eingestrahlte Wärmestrahlung weiterleitet. Diese passive Beheizung der HTS-Sektion ist besonders zuverlässig, da eine für die Beheizung der HTS-Sektion ausreichende Temperatur über die Auslegung von Strahlungsschildern sowie der mechanischen Ankopplung an die Wand des Heliumtanks sowie ggf. der Unterbindung von Konvektion im Heliumtank um die HTS-Sektion herum leicht zu gewährleisten ist. Insbesondere ist durch die passive Beheizung ein Stromausfall für den HTS ungefährlich.

[0018] Eine andere vorteilhafte Ausführungsform sieht vor, dass als Heizmittel ein thermischer Kontakt zwischen der HTS-Sektion durch die Wand des Heliumtanks zu einem Strahlungsschild besteht, wobei sich der Strahlungsschild auf einer Temperatur $T_S > T_L$ befindet, insbesondere wobei T_S ungefähr 40 K beträgt. Diese Beheizung ist passiv und somit energiesparend. Auch hier ist insbesondere ein Stromausfall für den HTS ungefährlich.

[0019] Vorteilhaft ist auch eine Ausführungsform, bei der die Heizmittel eine elektrische Heizung umfassen.

Die elektrische Heizung ist leicht zu steuern und gestattet auch außerhalb des normalen Betriebszustands eine genaue Temperaturkontrolle der HTS-Sektion, insbesondere beim Befüllen oder Leeren des Heliumtanks bzw. im Quenchfall.

[0020] Besonders bevorzugt ist auch eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Kryostaten, die vorsieht, dass die HTS-Sektion und ggf. auch der thermische Kontakt eine Ummantelung zur thermischen Isolierung gegen das umgebende Helium aufweist. Diese Ausführungsform reduziert die notwendige Kühlleistung für das flüssige Helium im Kryostaten, die den Wärmeeintrag der Heizmittel ausgleicht. Weiterhin wird der HTS auch mechanisch vor superflüssigem Helium zusätzlich geschützt.

[0021] In einer bevorzugten Weiterbildung dieser Ausführungsform erstreckt die Ummantelung sich auch auf supraleitende Zuleitungen zur HTS-Sektion, und zwar mindestens so weit die Zuleitungen HTS enthalten. Damit sind auch die Joints in den Schutz vor eindringendem superflüssigem Helium einbezogen.

[0022] Eine weitere Weiterbildung sieht vor, dass die Ummantelung aus Kunststoff ausgebildet ist, insbesondere durch ein mehrschichtiges Epoxyharz.

[0023] Eine bevorzugte Ausführungsform sieht vor, dass das im Messvolumen durch das Magnetspulensystem erzeugte Magnetfeld B_0 größer als 20 T, insbesondere größer als 23 T ist. Diese starken Magnetfelder sind mittels HTS-Sektion und dem erfindungsgemäßen Kryostaten gut erreichbar. Im Gegensatz dazu wird mit konventionellen Magnetsystemen, die nur auf LTS-Sektionen basieren, bei diesen Feldstärken schon die theoretische Grenze erreicht, und die kritische Stromdichte strebt gegen null.

[0024] Bevorzugt ist weiterhin eine Ausführungsform, bei der die Spulensektionen des Magnetspulensystems im Betrieb supraleitend kurzgeschlossen werden können. Dadurch wird die beispielsweise für NMR- und ICR (Ionenzyklotronresonanz) erforderliche Stabilität erreicht.

[0025] Ebenfalls bevorzugt ist eine Ausführungsform, die dadurch gekennzeichnet ist, dass das Magnetspulensystem bezüglich der Homogenität des Magnetfelds B_0 im Messvolumen und der zeitlichen Stabilität von B_0 die Anforderungen der hochauflösenden NMR-Spektroskopie erfüllt, was eine spezielle Gestaltung des Magnetspulensystems und des Kryostaten erfordert, die für reine LTS-Systeme an sich bekannt ist.

[0026] Schließlich ist noch eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Kryostaten bevorzugt, die vorsieht, dass im Heliumtank Mittel vorgesehen sind, die eine Konvektion von Helium um die HTS-Sektion herum minimieren. Diese Mittel sind beispielsweise mechanische Barrieren, die an der Oberfläche der HTS-Sektion oder in deren Nähe angeordnet sind und die Heliumströmungen an der Oberfläche der HTS-Sektion oder an der Oberfläche von Teilen, die thermisch an die HTS-Sektion angekoppelt sind, behindern. Durch die verringerte Konvek-

on wird ein Wärmeeintrag durch die Heizmittel in das flüssige Helium reduziert, und umgekehrt die Kühlleistung des flüssigen Heliums an der HTS-Sektion reduziert. Dadurch ist der Kryostat wirtschaftlicher und stabiler zu betreiben.

[0027] 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.

[0028] Die Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine erste Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Kryostaten mit thermischem Kontakt der HTS-Sektion zur Wand des Heliumtanks, die der Raumtemperaturbohrung zugewandt ist, in schematischer Darstellung;

Fig. 2 eine zweite Ausführungsform ähnlich Fig. 1, mit zusätzlichen wärmeleitenden Kontaktfedern zum Strahlungsschild im Bereich der Raumtemperaturbohrung;

Fig. 3 eine dritte Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Kryostaten, mit einem thermischen Kontakt der HTS-Sektion zum Strahlungsschild im Bereich des Bodens in schematischer Darstellung;

Fig. 4 eine vierte Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Kryostaten mit einer elektrischen Heizung in schematischer Darstellung.

[0029] Die Figur 1 zeigt schematisch eine erste Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Kryostaten 1. Der Kryostat 1 weist eine Raumtemperaturbohrung 2 auf, in der ein Untersuchungsvolumen 3 für eine Probe vorgesehen ist. Das Untersuchungsvolumen befindet sich im Zentrum eines Magnetspulensystems, das gebildet wird von hier drei solenoidförmigen Spulensektionen 4,5,6. Das Magnetspulensystem erzeugt im Untersuchungsvolumen 3 ein homogenes Magnetfeld B_0 . Die radial innerste Spulensektion 4 ist mit einem Draht aus Hochtemperatursupraleiter(=HTS) gewickelt. Die mittlere Spulensektion 5 ist mit Nb_3Sn -Draht gewickelt, und die äußerste Spulensektion 6 ist mit $NbTi$ -Draht gewickelt. Die Spulensektionen 5, 6 stellen somit Tieftemperatursupraleiter(=LTS)-Spulensektionen dar. Die Spulensektionen 4, 5, 6 sind in Serie elektrisch miteinander verbunden, beispielhaft ist dies mit den beiden supraleitenden Übergangsstellen (Joints) 7a und 7b dargestellt. Am Joint 7a wird das HTS-Material der HTS-Sektion 4

mit einem Übergangsstück 8 aus $NbTi$ verbunden, und am Joint 7b wird das Übergangsstück 8 mit dem Nb_3Sn -Draht der LTS-Sektion 5 verbunden.

[0030] Die Spulensektionen 4, 5, 6 befinden sich im Inneren eines Heliumtanks 9, der weitgehend mit flüssigem Helium gefüllt ist. Das flüssige Helium im Heliumtank 9 hat eine Temperatur T_L von weniger als 4 K, beispielsweise ca. 2,0 K. Das Helium im Heliumtank 9 wird durch eine nicht dargestellte Kühlvorrichtung ständig gekühlt, um Wärmeeinträge von außen auszugleichen und T_L konstant zu halten, siehe z.B. US 5,220,800. Alternativ zur Gestaltung gemäß Fig. 1 kann der Heliumtank wie in der US 5,220,800 zwei durch eine thermische Barriere getrennte Kammern aufweisen, die sich auf Temperaturen von etwa 2 K bzw. 4 K befinden, wobei das Magnetspulensystem in der 2 K-Kammer angeordnet ist.

[0031] Die in diesem Heliumbad befindlichen LTS-Spulensektionen 5, 6 haben ebenfalls die Temperatur T_L angenommen. Anders verhält es sich mit der HTS-Spulensektion 4. Diese weist einen thermischen Kontakt 10 auf, der die HTS-Sektion 4 mit der Wand 11 des Heliumtanks 9, welche der Raumtemperaturbohrung 2 (und dem Untersuchungsvolumen 3) zugewandt ist, wärmeleitend verbindet. Wärmestrahlung, die auf die Wand 11 trifft, sorgt dann für einen Wärmeeintrag über den thermischen Kontakt 10 in die HTS-Sektion 4. Diese Wärmestrahlung kann beispielsweise von dem Strahlungsschild 12, welches den Heliumtank 9 umgibt, abgegeben werden. Das Strahlungsschild 12 erfährt insbesondere Wärmestrahlung von der Wand der Raumtemperaturbohrung 2. Das Strahlungsschild 12 hat eine Temperatur von ca. 40 K.

[0032] Im Gleichgewicht zwischen Wärmeeintrag über den thermischen Kontakt 10 und der Kühlung durch das umgebende flüssige Helium stellt sich an der HTS-Sektion 4 eine Temperatur T_H ein, die größer als T_L ist und erfindungsgemäß auch größer als die Temperatur des λ -Punkts von 4He von ca. 2,2 K ist. Beispielsweise beträgt T_H ca. 3,0 K. Dieser Wert von T_H reicht aus, um ein Eindringen von superflüssigem Helium in die HTS-Sektion und in den HTS selbst zu verhindern, d.h. Helium bleibt im Bereich der Oberfläche der HTS-Sektion 4 normalflüssig und kann nicht tiefer eindringen.

[0033] Die Figur 2 zeigt eine leicht abgewandelte Ausführungsform des Kryostaten 1. Falls der Wärmeeintrag durch Strahlungswärme auf die Wand 11 und damit in den thermischen Kontakt 10 nicht ausreichen sollte, um die HTS-Sektion 4 ausreichend zu erwärmen, können Kontaktfedern 21 vorgesehen sein. Diese Kontaktfedern 21 verbinden einen relativ warmen Teil des Kryostaten 1 (wärmer als T_L und wärmer als 2,2 K), hier nämlich den Strahlungsschild 12 (mit T_S ca. 40 K), mit der Wand 11.

[0034] Die Figur 3 zeigt eine dritte Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Kryostaten 1. Die HTS-Sektion 4 ist mit einem anderen thermischen Kontakt 31 verbunden. Dieser thermische Kontakt 31 ist durch den Boden 32 des Heliumtanks 9 geführt und mit dem Strahlungsschild 12 in dessen Bodenbereich verbunden. Das

Strahlungsschild 12 hat eine Temperatur T_S von ca. 40 K und kann damit genügend Wärme an die HTS-Sektion 4 abgeben, um ein Eindringen von superflüssigem Helium in die HTS-Sektion 4 zu verhindern. Der Wärmeeintrag kann beispielsweise über den Durchmesser des thermischen Kontakts 31 leicht eingestellt werden. Der thermische Kontakt 31 ist bevorzugt über seine gesamte Länge bis auf die Enden thermisch isoliert, beispielsweise durch eine Kunststoffummantelung.

[0035] Weiterhin sind Mittel 33 an der oberen Kante der HTS-Sektion 4 vorgesehen, die verhindern, dass Helium zwischen dem thermischen Kontakt 31 und der Wand 11 des Heliumtanks 9 strömen kann. Die Mittel 33 sind hierfür ringförmig ausgebildet. Alternativ kann die Funktion der Mittel auch durch den thermischen Kontakt 31 selbst übernommen werden, oder die HTS-Sektion 4 liegt ausreichend eng an der Wand 11 an, so dass keine Konvektion auftreten kann.

[0036] Die Figur 4 zeigt schließlich eine vierte Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Kryostaten 1. Die HTS-Sektion 4 wird nicht (nur) über thermische Kontakte, sondern über eine elektrische Heizung 41 aktiv beheizt. Dazu verlaufen Heizwendel (beispielsweise aus Kupfer) an der Oberfläche oder im Inneren der HTS-Sektion 4. Die Heizleistung wird so gewählt, dass sich die gewünschte Temperatur T_H der HTS-Sektion 4 ergibt. Erfindungsgemäß kann an oder in der HTS-Sektion 4 ein Temperatursensor vorgesehen sein, um T_H zu kontrollieren. Im Allgemeinen wird ein zeitlich konstanter Heizstrom verwendet. Zur Vereinfachung sind die elektrischen Zuleitungen und die Stromversorgung der elektrischen Heizung 41 nicht dargestellt.

[0037] Die HTS-Sektion 4 ist zusätzlich mit einer Ummantelung 42 aus dreischichtigem Epoxyharz umgeben, die die HTS-Sektion 4 thermisch vom umgebenden flüssigen Helium isoliert und auch mechanisch abtrennt. Die Ummantelung 42 schließt dabei auch den Joint 7a mit ein, so dass alles HTS-Material von der Ummantelung 42 eingeschlossen ist. Im Bereich des Joints 7a ist eine zusätzliche Heizwendel vorgesehen.

[0038] Die Kryostaten 1 der Figuren 1 bis 4 sind bevorzugt Teile einer NMR-Apparatur, wie etwa eines NMR-Spektrometers oder eines NMR-Tomographen, insbesondere eines hochauflösenden Hochfeld-NMR-Spektrometers mit einem Magnetfeld $B_0 > 20$ T, vorzugsweise > 23 T im Messvolumen, wobei das Magnetspulensystem bezüglich der Homogenität des Magnetfelds B_0 im Messvolumen und der zeitlichen Stabilität von B_0 die Anforderungen der hochauflösenden NMR-Spektroskopie erfüllt, was in der Regel voraussetzt, dass die Spulensektionen des Magnetspulensystems im Betrieb supraleitend kurzgeschlossen werden können.

Patentansprüche

1. Kryostat (1),
mit einem supraleitfähige Leiter umfassenden Ma-

gnetspulensystem zur Erzeugung eines Magnetfelds B_0 in einem Messvolumen (3) mit mehreren, radial ineinander geschachtelt angeordneten, elektrisch in Serie geschalteten, solenoidförmigen Spulensektionen (4, 5, 6), von denen mindesten eine LTS-Sektion (5, 6) einen konventionellen Tieftemperatursupraleiter (LTS) und mindestens eine HTS-Sektion (4) einen Hochtemperatursupraleiter (HTS) umfasst, wobei sich das Magnetspulensystem mit flüssigem Helium in einem Heliumtank (9) des Kryostaten (1) bei einer Helium-Temperatur $T_L < 4$ K befindet, **dadurch gekennzeichnet, dass** Heizmittel vorgesehen sind, die den HTS jederzeit auf einer erhöhten Temperatur $T_H > T_L$ sowie $T_H > 2,2$ K halten.

2. Kryostat (1) nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Heizmittel den HTS jederzeit auf einer erhöhten Temperatur $T_H > 2,5$ K halten.
3. Kryostat (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die HTS-Sektion (4) die radial innerste Sektion (4) bildet.
4. Kryostat (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Kryostat (1) eine von dem Magnetspulensystem umgebene Raumtemperaturbohrung (2) aufweist, in der sich das Messvolumen (3) befindet.
5. Kryostat nach Anspruch 3 und 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** als Heizmittel ein thermischer Kontakt (10) zwischen der innersten Sektion (4) und der der Raumtemperaturbohrung (2) zugewandten Wand (11) des Heliumtanks (9) besteht, wobei der Kontakt (10) auf diese Wand (11) eingestrahlte Wärmestrahlung weiterleitet.
6. Kryostat (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** als Heizmittel ein thermischer Kontakt (31) zwischen der HTS-Sektion (4) und einem Strahlungsschild (12) besteht, wobei sich das Strahlungsschild (12) auf einer Temperatur $T_S > T_L$ befindet, insbesondere wobei T_S ungefähr 40 K beträgt.
7. Kryostat (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Heizmittel eine elektrische Heizung (41) umfassen.
8. Kryostat (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die HTS-Sektion (4) und ggf. auch der thermische Kontakt (10, 31) eine Ummantelung (42) zur thermischen Isolierung gegen das umgebende Helium aufweist.
9. Kryostat (1) nach Anspruch 8, **dadurch gekenn-**

zeichnet, dass die Ummantelung (42) sich auch auf supraleitende Zuleitungen zur HTS-Sektion (4) erstreckt, und zwar mindestens so weit die Zuleitungen HTS enthalten.

10. Kryostat (1) nach einem der Ansprüche 8 oder 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Ummantelung (42) aus Kunststoff ausgebildet ist, insbesondere durch ein mehrschichtiges Epoxyharz.
11. Kryostat (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das im Messvolumen (3) durch das Magnetspulensystem erzeugte Magnetfeld B_0 größer als 20 T, insbesondere größer als 23 T ist.
12. Kryostat (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Spulensektionen (4, 5, 6) des Magnetspulensystems im Betrieb supraleitend kurzgeschlossen werden können.
13. Kryostat (1) nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Magnetspulensystem bezüglich der Homogenität des Magnetfelds B_0 im Messvolumen und der zeitlichen Stabilität von B_0 die Anforderungen der hochauflösenden NMR-Spektroskopie erfüllt.
14. Kryostat (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** im Heliumtank (9) Mittel (33) vorgesehen sind, die eine Konvektion von Helium um die HTS-Sektion (4) herum minimieren.

Claims

1. Cryostat (1),
having a magnet coil system which comprises superconductors, for production of a magnet field B_0 in a measuring volume (3), with a plurality of radially nested solenoid-shaped coil sections (4, 5, 6) which are electrically connected in series, at least one section of which being an LTS section (5, 6) having a conventional low temperature superconductor (LTS) and with at least one section of which being a HTS section (4) having a high temperature superconductor (HTS), wherein the magnet coil system is disposed with liquid helium in a helium tank (9) of the cryostat (1) at a helium temperature $T_L < 4$ K,
characterized in that
heating means are provided which keep the HTS at an increased temperature $T_H > T_L$ and $T_H > 2.2$ K at all times.
2. Cryostat (1) according to claim 1, **characterized in that** the heating means keep the HTS at an in-

creased temperature of $T_H > 2.5$ K at all times.

3. Cryostat (1) according to any one of the preceding claims, **characterized in that** the HTS section (4) forms the radially innermost section (4).
4. Cryostat (1) according to any one of the preceding claims, **characterized in that** the cryostat (1) has a room temperature bore (2) surrounded by the magnet coil system, wherein the measuring volume (3) is located within the room temperature bore (2).
5. Cryostat according to claims 3 and 4, **characterized in that** a thermal contact (10) between the innermost section (4) and the wall (11) of the helium tank (9) facing the room temperature bore (2) functions as the heating means, wherein the contact (10) passes on radiative heat irradiated onto the wall (11).
6. Cryostat (1) according to any one of the preceding claims, **characterized in that** a thermal contact (31) between the HTS section (4) and a radiation shield (12) functions as the heating means, wherein the radiation shield (12) is at a temperature $T_S > T_L$, in particular wherein T_S is approximately 40 K.
7. Cryostat (1) according to any one of the preceding claims, **characterized in that** the heating means includes an electrical heater (41).
8. Cryostat (1) according to any one of the preceding claims, **characterized in that** the HTS section (4) and, if appropriate also the thermal contacts (10, 31), have a jacket (42) for thermal insulation with respect to the surrounding helium.
9. Cryostat (1) according to claim 8, **characterized in that** the jacket (42) also extends to the superconducting leads of the HTS section (4), at least to the extent that these leads contain HTS.
10. Cryostat (1) according to one of the claims 8 or 9, **characterized in that** the jacket (42) is made from plastic material, in particular from a multi-layer epoxy resin.
11. Cryostat (1) according to one of the preceding claims, **characterized in that** the magnet coil system produces a magnetic field (B_0) in the measuring volume (3), which is larger than 20 T, in particular larger than 23 T.
12. Cryostat (1) according to any one of the preceding claims, **characterized in that** the coil sections (4, 5, 6) of the magnet coil system may be superconductively short-circuited during operation.
13. Cryostat (1) according to claim 12, **characterized**

in that the magnet coil system fulfills the requirements of high resolution NMR spectroscopy with regard to the homogeneity of the magnetic field B_0 in the measuring volume as well as the temporal stability of B_0 .

14. Cryostat (1) according to any one of the preceding claims, **characterized in that** means (33) are provided in the helium tank (9) which minimize convection of helium about the HTS section (4).

Revendications

1. Cryostat (1),
muni d'un système de bobines magnétiques comprenant des conducteurs supraconducteurs en vue de générer un champ magnétique B_0 dans un volume de mesure (3),
de plusieurs sections de bobines (4, 5, 6) en forme de solénoïdes emboîtées radialement les unes dans les autres, connectées électriquement en série, parmi lesquelles au moins une section LTS (5, 6) comprend un supraconducteur à basse température conventionnel (LTS) et au moins une section HTS (4) un supraconducteur à haute température (HTS),
le système de bobines magnétiques se trouvant avec de l'hélium liquide dans un réservoir d'hélium (9) du cryostat (1) à une température d'hélium $T_L < 4$ K,
caractérisé en ce
qu'il est prévu des moyens de chauffage qui maintiennent le HTS à tout moment à une température augmentée $T_H > T_L$ ainsi que $T_H > 2,2$ K.
2. Cryostat (1) selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** les moyens de chauffage maintiennent le HTS à tout moment à une température augmentée $T_H > 2,5$ K.
3. Cryostat (1) selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la section HTS (4) forme la section (4) la plus intérieure radialement.
4. Cryostat (1) selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le cryostat (1) présente un alésage à température ambiante (2) entouré par le système de bobines magnétiques, dans lequel se trouve le volume de mesure (3).
5. Cryostat selon la revendication 3 et 4, **caractérisé en ce qu'il** existe en tant que moyen de chauffage un contact thermique (10) entre la section (4) la plus intérieure et la paroi (11) du réservoir d'hélium (9) tournée vers l'alésage à température ambiante (2), le contact (10) transmettant le rayonnement thermique irradié sur cette paroi (11).

6. Cryostat (1) selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** existe en tant que moyen de chauffage un contact thermique (31) entre la section HTS (4) et un écran anti-rayonnement (12), l'écran anti-rayonnement (12) se trouvant à une température $T_S > T_L$, T_S étant en particulier approximativement égale à 40 K.
7. Cryostat (1) selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** les moyens de chauffage comprennent un chauffage électrique (41).
8. Cryostat (1) selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la section HTS (4) et le cas échéant aussi le contact thermique (10, 31) présentent une enveloppe (42) pour l'isolation thermique par rapport à l'hélium environnant.
9. Cryostat (1) selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** l'enveloppe (42) s'étend aussi sur des conduites d'amenée supraconductrices à la section HTS (4), et cela au moins aussi loin que les conduites d'amenée contiennent du HTS.
10. Cryostat (1) selon l'une des revendications 8 ou 9, **caractérisé en ce que** l'enveloppe (42) est constituée en matière plastique, en particulier par une résine époxy multicouche.
11. Cryostat (1) selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le champ magnétique B_0 généré par le système de bobines magnétiques dans le volume de mesure (3) est supérieur à 20 T, en particulier supérieur à 23 T.
12. Cryostat (1) selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** les sections de bobines (4, 5, 6) du système de bobines magnétiques peuvent être court-circuitées de manière supraconductrice en fonctionnement.
13. Cryostat (1) selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** le système de bobines magnétiques satisfait aux exigences de la spectroscopie RMN à haute résolution en ce qui concerne l'homogénéité du champ magnétique B_0 dans le volume de mesure et la stabilité dans le temps de B_0 .
14. Cryostat (1) selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** est prévu dans le réservoir d'hélium (9) des moyens (33) qui minimisent une convection d'hélium autour de la section HTS (4).

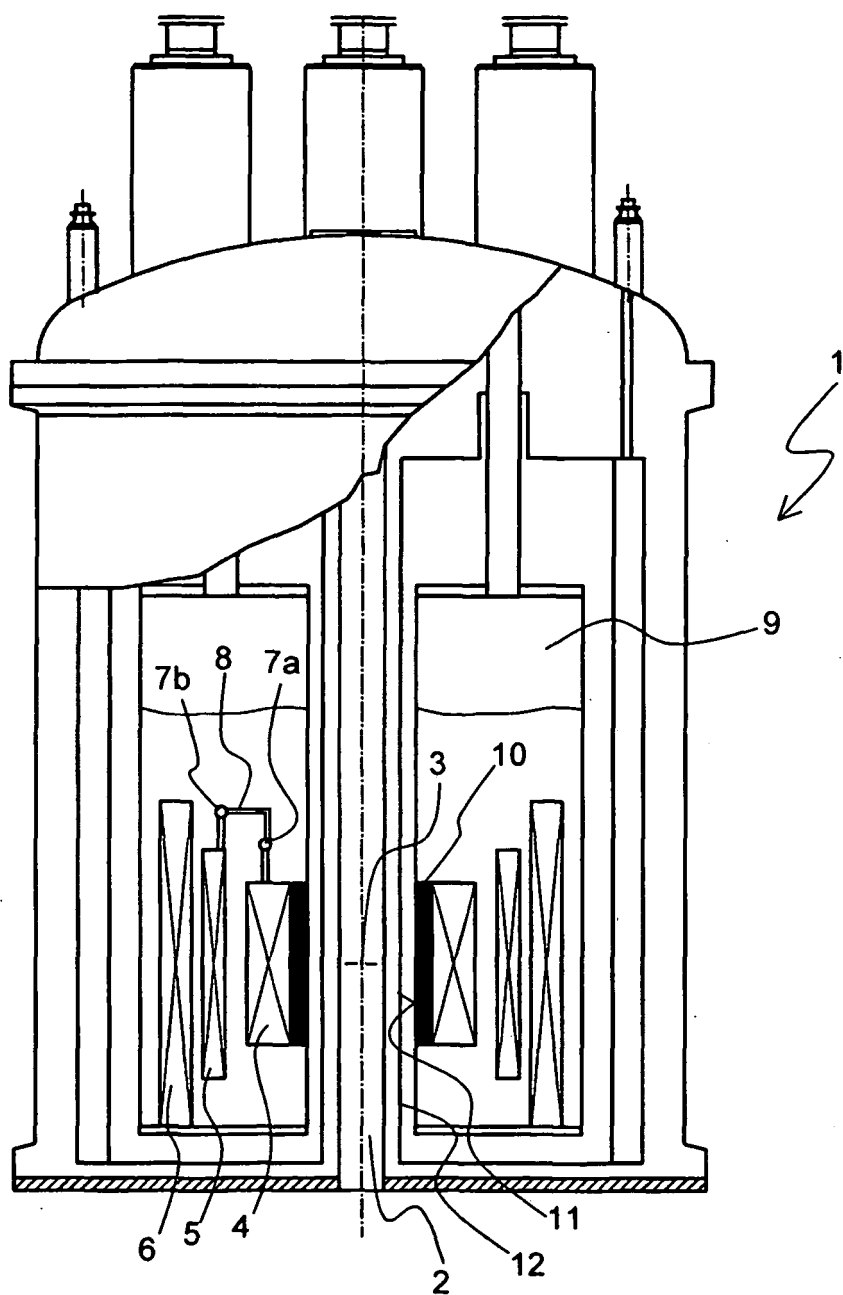


Fig. 1

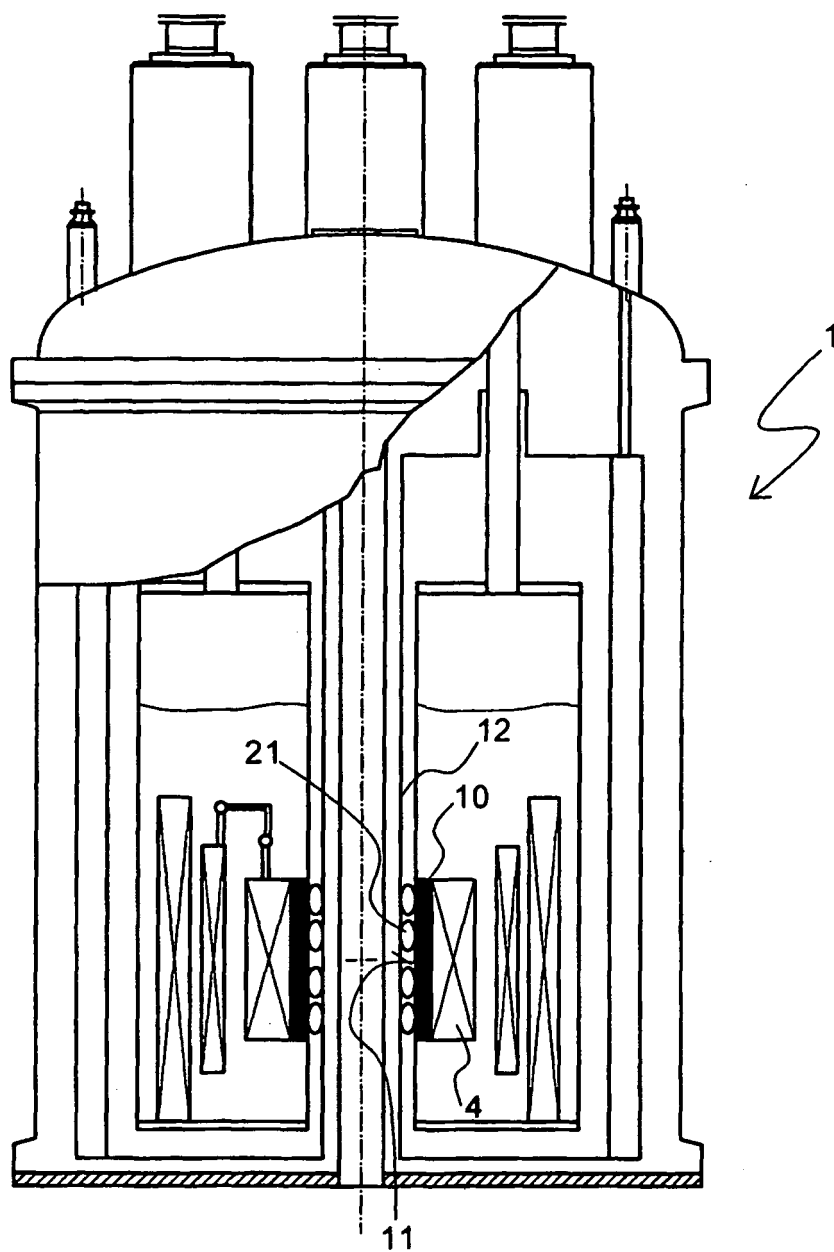


Fig. 2

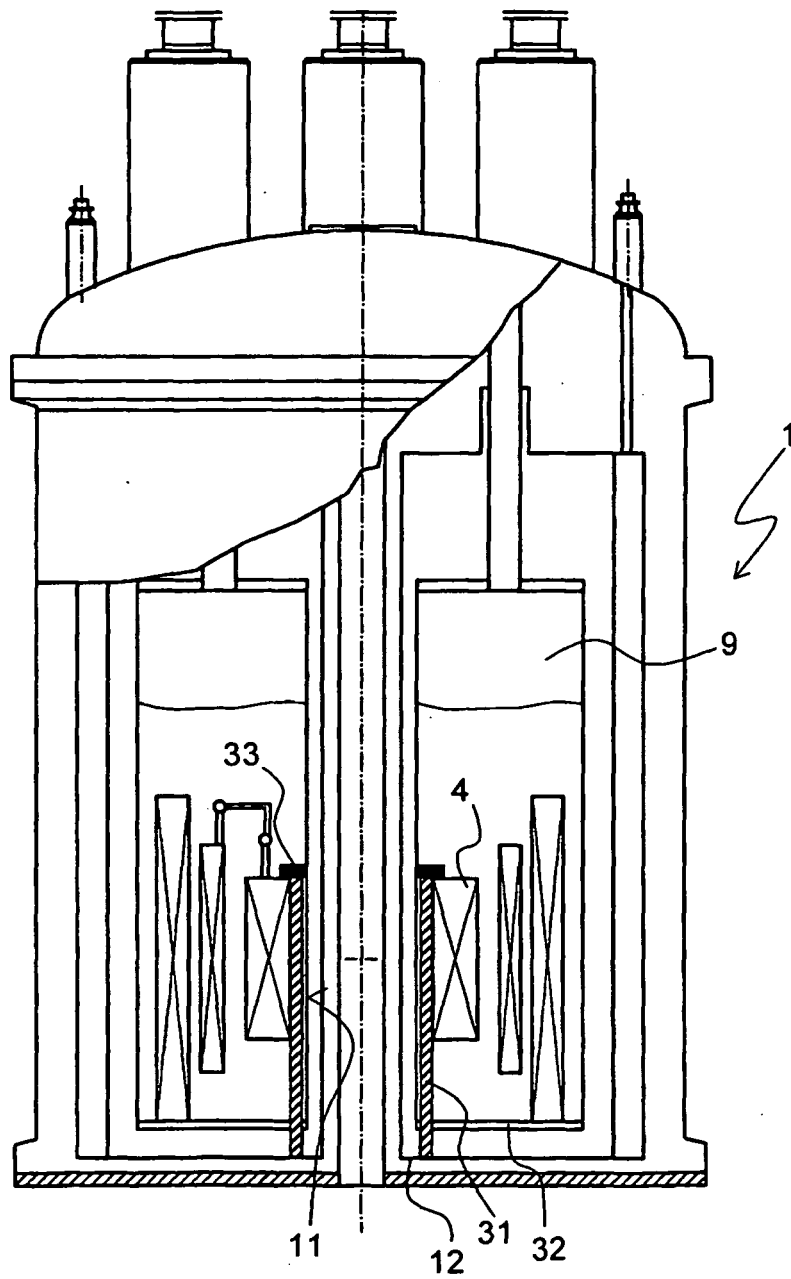


Fig. 3

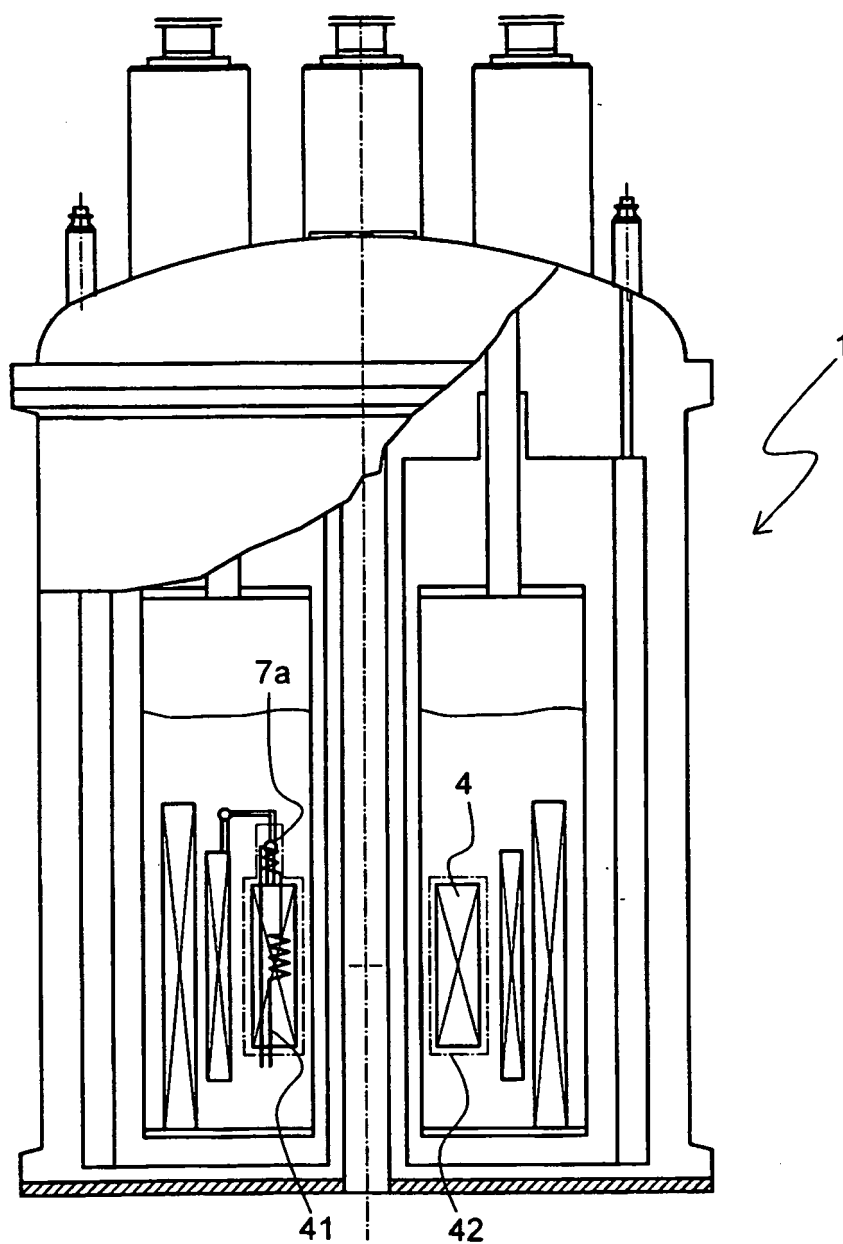


Fig. 4

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 102004007340 A1 [0002]
- US 5220800 A [0030]