

Supraleitende Magnete für die NMR-Spektroskopie

Prinzipielle Arbeitsweise, interner Aufbau, Produktion, Montage

Vorwort	2
1. Prinzipielle Arbeitsweise eines supraleitfähigen Magneten	3
1.1 Supraleitende Drähte	3
1.2 Kühlung	4
1.3 Erzeugung des Magnetfeldes durch mehrere Spulen	4
1.4 Kryoshims	5
2. Besonderheiten der Produktion	6
2.1 Produktionsräume	6
2.2 Herstellung der NbTi-Supraleiter	7
2.3 Das spröde Nb ₃ Sn läßt sich nicht wickeln	7
2.4 Der Stromkreis wird geschlossen - Joints	8
3. Installation	9
3.1 Transport	9
3.2 Entfernung der Transportsicherungen	10
3.3 Justage der Kryogengefäße	10
3.4 Evakuierung	12
3.5 Kühlung	13
3.6 Laden des Magneten	14
3.7 Was nicht geschehen sollte - ein Quench	17
3.7.1 Viele Ursachen führen zur gleichen Wirkung	17
3.7.2 Ein wenig Thermodynamik	18

Vorwort

Die folgende Dokumentation soll einen allgemeinen Überblick über die prinzipielle Arbeitsweise, den inneren Aufbau und die Montage sowie Inbetriebnahme eines Supraleitmagneten für die NMR-Spektroskopie vermitteln. Dabei bot die Installation des 750 MHz-Spektrometers und des zugehörigen Magneten die Möglichkeit, alle relevanten Schritte fotografisch festzuhalten und durch diese Bilder das Skelett der nackten Theorie auszufüllen und abzurunden.

Diese Dokumentation entstand unter der freundlichen Mithilfe der Firma BRUKER, die den Magneten lieferte, in Betrieb nahm und dabei Fotos auch vom Innenleben des Magneten ermöglichte, sowie der Firma MAGNEX, die zwar mangels Supraleitdrähten - die Fabrik in Kobe hatte das Erdbeben 1995 nicht überstanden - nicht liefern konnte, jedoch dennoch mit ausführlichem Material und Fotos aus ihren Produktionsräumen zur Verfügung stand.

Die meisten der folgenden Daten wurden aus Gesprächen mit den Mitarbeitern der Firma BRUKER zusammengetragen oder entstammen den Gerätedokumentationen, die MAGNEX und BRUKER zur Verfügung stellten, bzw. mitlieferten. Aus diesem Grund wird in dieser Dokumentation auch auf ein Literaturverzeichnis verzichtet, da die Dokumentationen nicht in Bibliotheken zur Verfügung stehen, die verwendeten Formeln im Gegensatz dazu jedoch in jeder physikalischen Formelsammlung nachzuschlagen sind.

1. Prinzipielle Arbeitsweise eines supraleitfähigen Magneten

1.1 Supraleitende Drähte

Konventionelle Magnetspulen, die aus Kupferdrähten gewickelt sind, haben einen zwar geringen aber vorhandenen Ohm'schen Widerstand. Dieser führt bei Stromdurchfluß zu einer Heizleistung, die abgeführt werden muß.

$$P = R \cdot I^2$$

P=Heizleistung, R=Widerstand, I=Stromstärke

Supraleitende Materialien bieten hier einen Ausweg, denn ohne elektrischen Widerstand fließt der Strom verlustfrei.

Doch die Verwendung supraleitender Materialien ist nicht ganz trivial, eine Reihe von Eigenheiten der Materialien müssen berücksichtigt werden:

- Sprungtemperatur: Supraleitung tritt nur unterhalb einer maximalen, kritischen Temperatur auf, oberhalb dieser Temperatur verhält sich das Material wie ein gewöhnlicher Leiter.

Die Sprungtemperatur ist von der Stärke eines anliegenden Magnetfeldes abhängig, sie nimmt mit zunehmender Feldstärke linear ab, irgendwann sinkt sie auf Werte, die mit vertretbarem Kühlaufwand nicht mehr zu halten sind.

- Kritische Stromstärke: Supraleitende Drähte können nicht mit beliebigen Stromstärken belastet werden. Ab einem gewissen Grenzwert verliert das

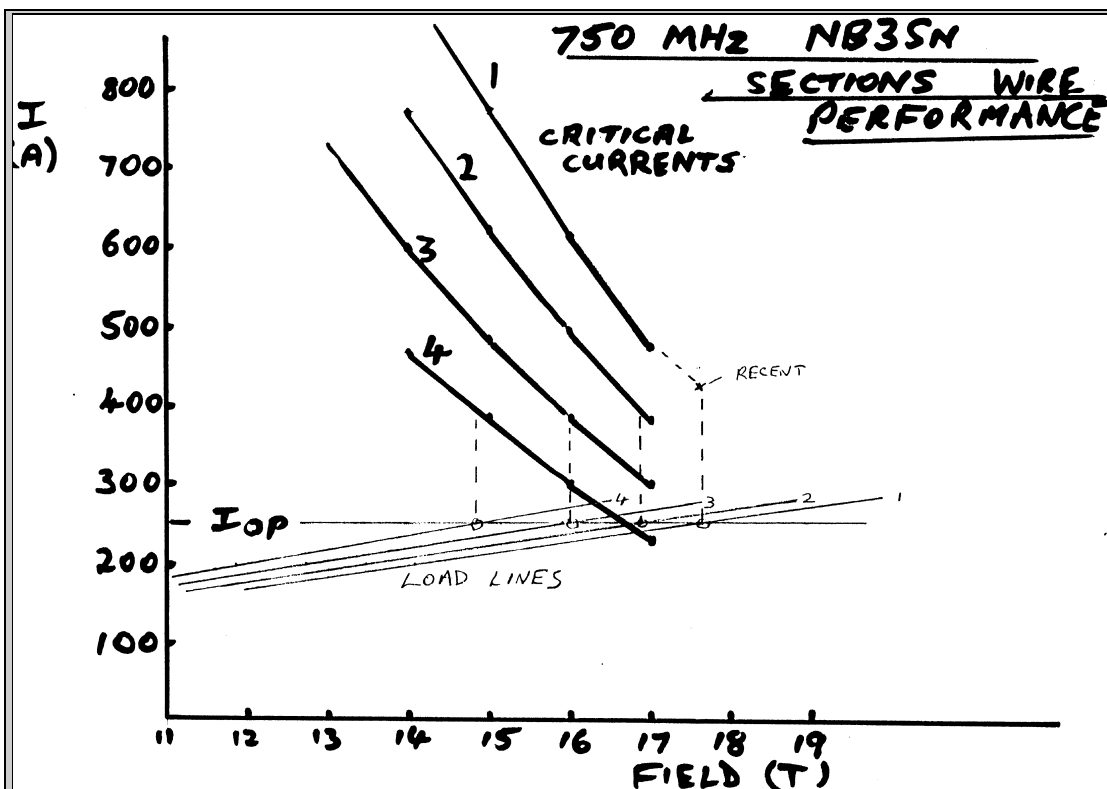


Abbildung 1: Kritische Stromstärke in den einzelnen Spulensegmenten (vgl. Abbildung 2) eines MAGNEX - Magneten in Abhängigkeit von der Feldstärke. Der Leiterquerschnitt beträgt 2 mm^2 .

Material seine supraleitenden Eigenschaften und verhält sich wieder wie ein normaler Leiter. Auch die kritische Stromstärke sinkt mit zunehmender Feldstärke, wenn auch nicht linear (Abbildung 1).

- Mechanische Probleme bei der Verarbeitung: Besonders das hochwertige Nb₃Sn ist ein äußerst sprödes Material, das sich nicht formen läßt. Die Herstellung von Spulen erfordert folglich spezielle Techniken.

Somit setzt die Fertigung einer Spule - besonders für Spulen mit großen Feldstärken - genaueste Kenntnisse der Materialeigenschaften und der zu erwartenden magnetischen und elektrischen Verhältnisse voraus.

1.2 Kühlung

Zum Betrieb eines supraleitenden Magneten sind ständig Temperaturen unter der feldstärkeabhängigen Sprungtemperatur der verwendeten Materialien notwendig. Da es nicht möglich ist, die Spulen absolut gegen die Umgebung zu isolieren, dringt ständig Wärme von außen in die Ummantelung der Spule vor. Auch die Spule selbst erzeugt durch minimale Fehlstellen in den Supraleitern eine gewisse Heizleistung (Joints !). Somit ist nach dem erstmaligem Abkühlen des Magneten auch zum Betrieb ein gewisses Mindestmaß an flüssigem Helium erforderlich, das diese Wärme durch Verdampfung ständig abführt.

Stefan - Boltzmann Gesetz...

Nach Stefan - Boltzmann ist die von einer Fläche abgestrahlte Leistung

$$P = \sigma \varepsilon A T^4$$

σ = Stefan-Boltzmann-Konstante, ε = Emissionsgrad der Oberfläche, A = Fläche, T = Temperatur in Kelvin

Stehen sich zwei Flächen mit gleicher Größe und gleicher Oberfläche - und jeweils konstanter Temperatur - gegenüber, so ist die Leistung, die von der heißeren auf die kühlere abgestrahlt wird

$$P = \sigma \varepsilon A (T_h^4 - T_k^4)$$

1.3 Erzeugung des Magnetfeldes durch mehrere Spulen

Moderne Hochleistungsmagnete bestehen nicht aus einer einzelnen Spule. Die in den verschiedenen Bereichen herrschenden unterschiedlichen Feldstärken erfordern eine Anpassung der verwendeten Supraleiter an die herrschenden Bedingungen. In den Bereichen geringer Feldstärken können Spulen aus normalem NbTi-Draht verwendet werden. Die inneren Spulen jedoch, die dem maximalen Magnetfeld ausgesetzt sind, müssen aus dem hochwertigen NbSn-Material gefertigt werden, das auch unter diesen widrigen Bedingungen noch seine supraleitenden Eigenschaften behält. Der Magnet der Firma MAGNEX besteht aus insgesamt fünf konzentrisch angeordneten Zylinderspulen, davon sind die beiden äußeren aus NbTi gefertigt, die inneren drei Spulen bestehen aus NbSn-Supraleitern (Abbildung 2).

1.4 Kryoshims

In einer endlich langen - sprich realen - Zylinder- spule sind die magnetischen Feldlinien niemals absolut parallel. Diese bekannten Inhomogenitäten werden durch eine Reihe von fest eingestellten Shims pulen bestmöglich vorkompensiert. Diese ebenfalls supraleitenden Zusatzspulen, die außerhalb der Hauptspule angeordnet sind, werden Kryoshimspulen genannt (Abbildung 2). Beim Laden des Magneten werden diese Kryoshims ebenfalls auf Feld gebracht. Die dabei eingestellten Ströme beruhen teils auf vorab durchgeführten Messungen, teils auf den Gegebenheiten in der Umgebung der Spule. So beeinflussen etwa Stahlträger im Gebäude oder ein 600 MHz-Magnet in direkter Nachbarschaft das Feld und diese Felddeformationen müssen über die Kryoshims wieder kompensiert werden.

Die Kryoshims dienen zur groben Kompensation von Inhomogenitäten. Die endgültige Feinjustierung erfolgt durch die Raumtemperaturshims. Diese normalleitenden Spulen befinden sich am Probenkopf, also innerhalb der Raumtemperaturbohrung.

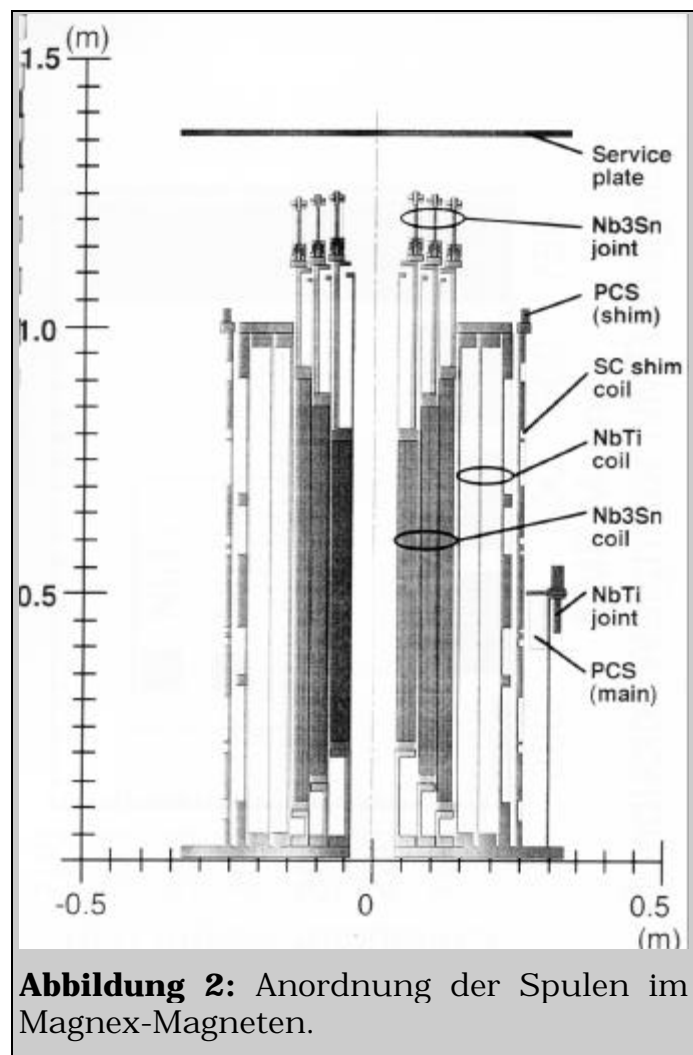


Abbildung 2: Anordnung der Spulen im Magnex-Magneten.

2. Besonderheiten der Produktion

2.1 Produktionsräume

Beide Firmen stellen nicht nur NMR-Magnete her, sie produzieren auch die artverwandte Technologie die Kernspintomographen.

Zur Produktion dieser Geräte sind Maschinen zum Wickeln der Spulen erforderlich und im Fall des Nb₃Sn Temperöfen. Die Fertigung der Kryostaten benötigt Möglichkeiten der Metallverarbeitung.

Der Zusammenbau ist nahezu reine Handarbeit.

Insgesamt präsentieren sich die Produktionsräume als 'klassische' Industriehallen mit z.T. schweren Maschinen; Reinsträume, Schutzmasken und andere 'HiTec - Indizien' sucht man vergebens. Jedenfalls auf den ersten Blick, denn die wirklich wichtigen Vorgänge sind eher subtiler Art. Es kommt eben weniger die Geräte, sondern das, was man damit anfängt.

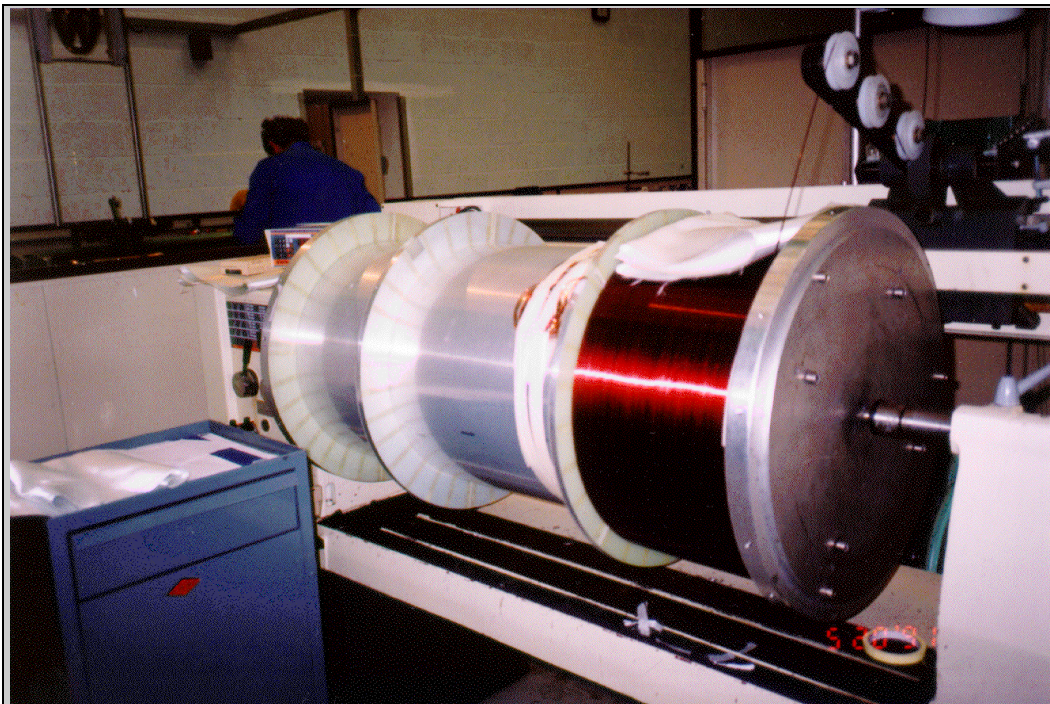


Abbildung 3: Ein Blick in die Produktionsräume von MAGNEX: Maschine zum Wickeln von Spulen.

2.2 Herstellung der NbTi-Supraleiter

Die Niob-Titan-Supraleiter sind leicht zu fertigen und einfach in der Handhabung. Die Sprungtemperatur ist jedoch niedriger als die von Nb_3Sn . Daher wird dieses Material i.a. für die äußeren Einzelspulen verwendet.

Bei der Herstellung geht man von einem Kupferblock aus, der von parallelen Bohrungen durchzogen ist. Der Kupferblock wird erwärmt und dehnt sich aus. In diesem Zustand werden in die Bohrungen kalte Stäbe aus Niob-Titan eingeführt, die nach dem Abkühlen des Kupferblocks fest mit diesem verbunden sind. Aus jedem Stab wird später eine Ader des Leiters:

Der Block wird in einem mehrstufigen Prozeß ausgewalzt, bis ein Leiter von etwa 2 mm^2 entstanden ist, der nach wie vor 10000 einzelne NbTi-Leiter enthält und sich wie gewöhnlicher Kupferdraht wickeln und verarbeiten läßt.

2.3 Das spröde Nb_3Sn läßt sich nicht wickeln

Dieser Niob-Zinn Supraleiter hat mit einer Sprungtemperatur von 18.05 K deutlich bessere elektrische Eigenschaften als Niob-Titan, ist jedoch so spröde, das es bei jedem Biegeversuch bricht. Spulen aus Nb_3Sn kann man folglich nicht wickeln, deren Herstellung ist wesentlich komplizierter als die der NbTi-Spulen.

Bei der Fertigung der Nb_3Sn -Spulen geht man ähnlich den NbTi-Leitern von einer Stange aus, die zu einem Draht gezogen wird. Diese Stange besteht aus Bronze. Die Bronze ist von Bohrungen durchzogen, in die diesmal Stäbe aus speziell dotiertem Niob eingeführt werden. Die äußere Oberfläche des Bronzestabes ist dünn mit Tantal beschichtet und zur Verbesserung der Zieheigenschaften mit einer Kupfermatrix ummantelt (vgl

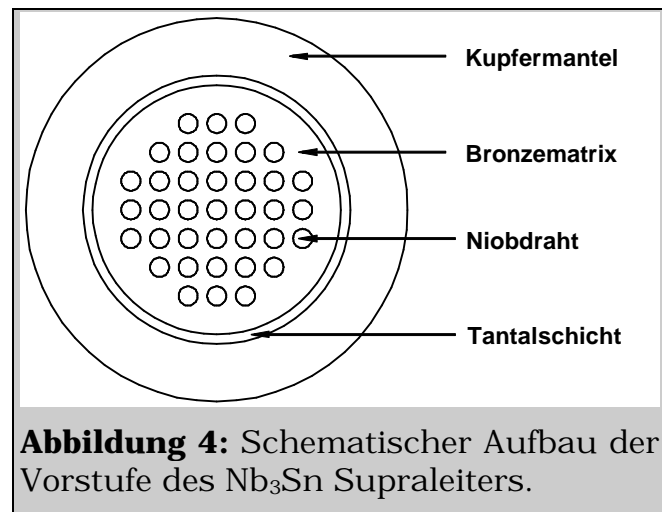


Abbildung 4). Der aus diesem Stab gezogene Draht kann nun in beliebige Formen gewickelt werden, ist jedoch nicht supraleitend. Diese Eigenschaft erhält er erst durch Tempern bei ca. $700 \text{ }^\circ\text{C}$. Dabei diffundiert Zinn aus der Bronze in die Niobdrähte. Der Tempervorgang wird abgebrochen, wenn in diesen die Zusammensetzung Nb_3Sn erreicht ist. Das richtige Timing ist hierbei essentiell und folglich streng geheim. Die Tantalbarriere verhindert während des Temperns, daß Zinn nach außen in den Kupfermantel diffundiert.

Nach dieser Behandlung sind die Drähte supraleitend, aber auch mechanisch sehr empfindlich, d.h. das eigentliche, supraleitende Nb_3Sn bricht bei der geringsten Biegung der Drähte.

2.4 Joints

Zwischen den NbTi-Supraleitern und denen aus Nb₃Sn müssen elektrische Verbindungen hergestellt werden, und auch die jeweiligen Spulensegmente bestehen nicht nur aus einem einzigen Stück Draht. Diese Lötstellen werden Joints genannt.

Bei NbTi-Joints wird die Kupfermatrix der zu lötfenden Drähte mit Salpetersäure weggeätzt und die freiliegenden Supraleitdrähte verdreht und mit einem speziellen Lot vergossen. Das Lot ist bei den Temperaturen des flüssigen Heliums ebenfalls supraleitend, muß jedoch wegen seiner schlechteren Eigenschaften aus Bereichen hoher Feldstärken herausgehalten werden. Daher sind die Joints i.a. nach oben aus der Spule herausgeführt.

Die Fertigung von Nb₃Sn-Joints ist - wie vieles in Zusammenhang mit diesem Material - ein Betriebsinterna der Hersteller, dürfte jedoch prinzipiell der der NbTi-Joints ähneln.

Die äußere Erscheinung dieser Joints ist die einer zylindrischen Hülse, die NbTi-joints sind eher kugelig (Abbildung 5).

Doch trotz sorgfältiger Verarbeitung können nicht immer alle Supraleitdrähte kontaktiert werden. Die Fehlerquote liegt über alle 16 Joints (Magnex 750 MHz Magnet) summiert bei unter 0.1 %; 10 von 10000 Drähten sind also unterbrochen. Im Betrieb fließt der Teilstrom dieser blind endenden Drähte durch die Kupfermatrix, bis er sich nach dem Joint wieder auf die Supraleitdrähte verteilt. Der elektrische Widerstand des Kupfers verursacht jedoch eine gewisse Verlustleistung und somit eine Felddrift. Diese liegt typischerweise um 10 Hz/h.

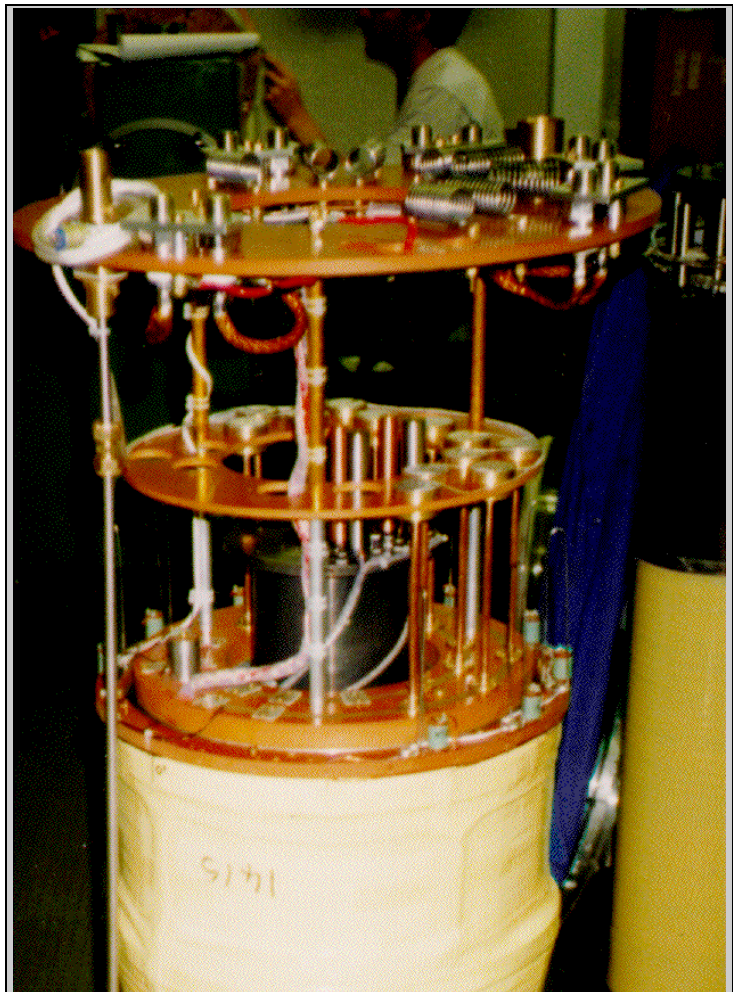


Abbildung 5: Joints. Die 'Zigarren' in der Bildmitte sind die geheimnisvollen Nb₃Sn-Joints, die Töpfe rechts daneben NbTi-Joints.

3. Installation

3.1 Lieferung

Zum Transport ist der Kryostat in eine speziell angepasste Transportkiste verpackt. (Abbildung 6) Diese schützt das 3.2 t schwere Stück vor direkten Schäden und dämpft auch Stöße und Erschütterungen.

Neben dieser Kiste gehören zum Lieferumfang auch die Einzelteile der Arbeitsbühne und zwei Sockel, der endgültige mit 700 kg und ein Montagesockel aus ca. 150 kg Aluminium. Dieser stützt den Kryostaten während der Montage des Innenlebens, da diese Arbeiten nicht unter hängender Last ausgeführt werden dürfen, und bietet den Monteuren etwas mehr Freiraum.

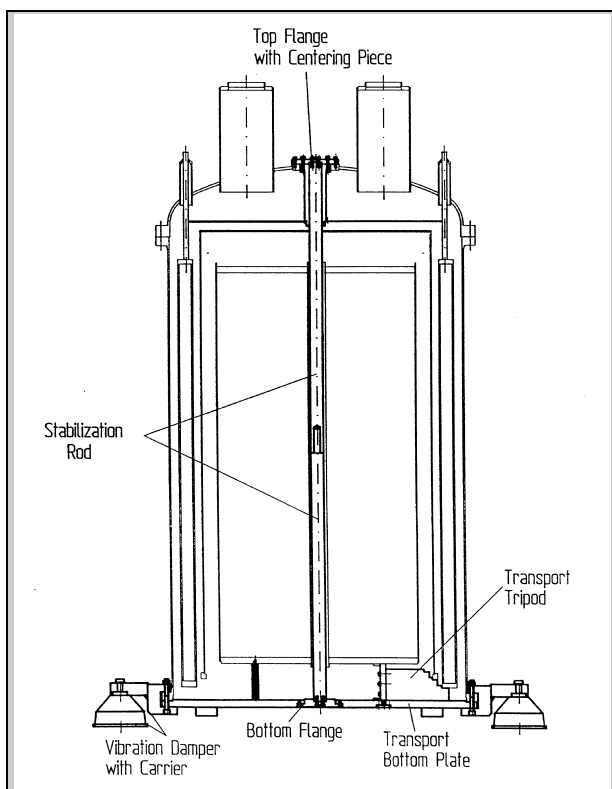


Abbildung 7: Die Transportsicherungen des Kryostaten.

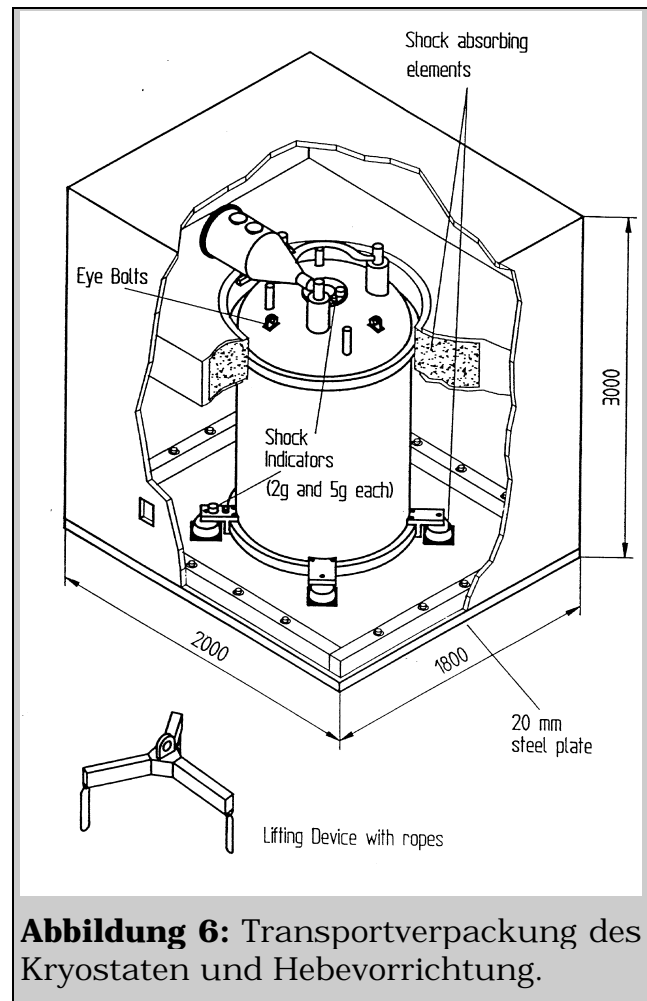


Abbildung 6: Transportverpackung des Kryostaten und Hebevorrichtung.

Hinzu kommen noch eine Reihe von 'Kleinteilen', etwa die drei Vakuumpumpen für den Betrieb der Joule-Thomson-Kühlung (zweifach redundant) und eine Spezialpumpe ausgelegt für große Fördermengen, die bei der Evakuierung des Kryostaten zum Einsatz kommt, sowie einige Kisten mit diversem Montage-material (Supraisolation, Klebeband, Werkzeuge, etc.).

Zum Abladen bzw. Bewegen all dieser Paletten sind neben einem Kranwagen ein Gabelstapler und ein hydraulischer Palettenwagen nötig, der Transport umfaßt zwei Sattelschlepper.

3.2 Entfernung der Transportsicherungen

Um die einzelnen Bestandteile des Magneten, Behälter für Helium und Stickstoff, sowie die Strahlungsschilde, vor Beschädigungen zu bewahren,

wie sie etwa durch Aneinanderschlagen beim Bewegen entsehen könnten, sind während des Transportes alle Teile durch Transportsicherungen fixiert. Nachdem der Magnet sich in seiner endgültigen Montageposition befindet, wird er angehoben und als erster Schritt der Inbetriebnahme diese Transportsicherungen (Abbildung 7) entfernt.

Dies sind eine massive Stange aus Eisen, die durch die Raumtemperaturbohrung geführt ist, und die den Heliumbehälter stützt, sowie eine 'Stufenpyramide', die die einzelnen Stahlschilde und den Stickstofftank gegeneinander verstrebt. Beide Sicherungen werden von einer ca. 250 kg schweren Stahlplatte mit der Außenhülle des Kryostaten verbunden.

... und Strahlungsschilde

Befindet sich zwischen zwei Oberflächen verschiedener Temperatur eine weitere Platte, die nur über Strahlung mit den beiden anderen im Energieaustausch steht, so stellt sich folgendes Gleichgewicht ein

$$P_{(H, S)} = P_{(S, K)} = P_1$$

(Heiß, Schild, Kalt)

bzw.

$$\sigma \varepsilon A (T_h^4 - T_s^4) = \sigma \varepsilon A (T_s^4 - T_k^4)$$

$$T_s = \sqrt[4]{\frac{T_h^4 + T_k^4}{2}}$$

Vergleicht man nun P_0 und P_1 , so erhält man

$$P_0 = \sigma \varepsilon A (T_h^4 - T_k^4)$$

$$P_1 = \sigma \varepsilon A (T_h^4 - \frac{T_h^4 + T_k^4}{2}) = \sigma \varepsilon A \frac{T_h^4 - T_k^4}{2}$$

$$\frac{P_1}{P_0} = \frac{T_h^4 - T_k^4}{2(T_h^4 - T_k^4)} = \frac{1}{2}$$

Mit einer Platte zwischen den beiden Flächen halbiert sich also der Wärmefluß, die Platte wirkt als Strahlungsschild. Fügt man weitere Platten ein, so gilt

$$P_n = P_0 / (1+n)$$

n = Anzahl der Schilde.

3.3 Justage der Kryogengefäße

Nach dem Entfernen der Transportsicherungen hängen alle 'Innereien' des Magneten relativ frei beweglich nur von drei dünnwandigen Rohren gehalten. Von unten ist dem Kryostst also bis zum Heliumbehälter hinein offen.

Von innen beginnend wird zuerst der Behälter für das flüssige Helium gegen den innersten Strahlenschild verstrebt. Die Streben bestehen aus glasfaserverstärktem Kunststoff (GFK), und sind mit Spiralfedern aus Kupfer gelagert. Durch Spannen der Federn kann der Tank exakt zentriert werden.

Nun wird auch der Boden des innersten Strahlenschildes angeschraubt. Um einen möglichst guten thermischen Kontakt zu erhalten, werden dazu 32 Schrauben verwendet.

Auf diesen stabilen Schild folgt eine Lage Supraisolation (Abbildung 8). Diese Bodeninsulation wird sorgfältig mit der bereits vorhandenen Isolation verklebt, die den Schild umgibt. Nach dem Anbringen dieser Isolation wird der innere Strahlungsschild gegen den äußeren verspannt - dies geschieht mit derselben GFK-Konstruktion wie vorher beim Heliumtank - und der Boden des äußeren Schildes mit seinen 32 Schrauben befestigt. Eine weitere Lage Supraisolation wird auf diesem Schild befestigt, bevor dieser gegen den Stickstofftank verstrebt wird. Der Stickstofftank präsentiert sich als erstaunlich dünner Zylinder mit nur ca 6 cm Dicke. Der Boden dieses Tanks, der als nächstes aufgesetzt wird, ist nur eine Metallplatte, die durch Wärmeleitung die Temperatur des Stickstoffs annimmt. Würde man also von unten Bohren, fände man keinen flüssigen Stickstoff.

Supraisolation

Die Supraisolation besteht aus dünnen Polypropylenfolien, die mit Aluminium bedampft sind, und somit über ein sehr hohes Reflexionsvermögen verfügen ($\epsilon \approx 0.05$). Jede dieser Folien wirkt als Strahlungsschild. Zwischen diesen Folien befindet sich ein grobes Gewebe aus Polypropylen, das einen direkten Kontakt zwischen den Folien verhindert. Bei nicht zu starker oder punktförmiger mechanischer Belastung liefert die Wärmeleitung nur einen verschwindend geringen Beitrag, da die Wärmewege in der Regel sehr lang sind.

Je zwölf Lagen Reflexionsfolie und Gaze bilden eine Schicht der Supraisolation.

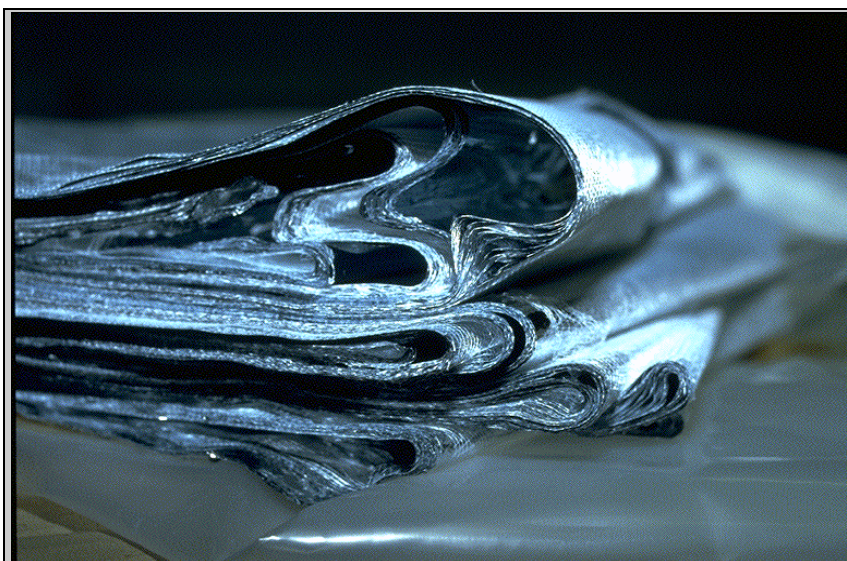


Abbildung 8: Supraisolation. Die einzelnen Lagen verspiegelter PP-Folie sind durch grobe Gaze getrennt.

Der Stickstofftank seinerseits ist von sechs Lagen Supraisolation umgeben, in die zur Vermeidung von punktförmigen Druckstellen zwei etwas dickere - und somit steifere - verspiegelte PP-Folien eingebracht sind. Sind diese Isolierungen angebracht, so wird der Stickstofftank seinerseits gegen die Außenwandung des Kryostaten verspannt. Den Abschluß bildet die Montage der endgültigen Bodenplatte aus anti-

magnetischem Stahl und des Sockels. Diese Arbeiten, die hauptsächlich aus dem Verkleben der Isolationslagen bestehen, dauern etwa zwei Tage.

Im Anschluß daran wird die Raumtemperaturbohrung installiert. Dazu wird ein Rohr aus poliertem Kupfer innen in den Durchlaß des Heliumtanks eingeführt und mit dem Stickstofftank verschraubt. Während der Montage wird das Rohr zunächst an den Berührungspunkten mit dem Stickstofftank elektrisch isoliert. So kann durch einfache Leitfähigkeitsmessung festgestellt werden, ob - etwa durch schlechtes Zentrieren der Verstreibungen - ein direkter Kontakt mit dem Heliumtank vorliegt. Pfeift das Meßgerät, so dürfen

die Monteure alles wieder auspacken... Ist kein direkter Kontakt vorhanden, so werden die Plastikisolatoren wieder ausgebaut und der Strahlungsschild in der Bohrung endgültig verschraubt.

Zuletzt wird die eigentliche 'Bohrung' installiert. Dieses Rohr, in das der Probenkopf mit den Shimspulen eingeführt werden, trennt den äußeren Luftdruck vom Vakuum im innern des Kryostaten. Wie bei dem Kupferschild wird auch hier elektrisch auf eventuelle Kontaktstellen getestet, bevor das Rohr endgültig festgeflanscht wird.

Zwischen der RT-Bohrung und dem flüssigen Helium befindet sich bei diesem Kryostaten nur ein einziges, auf 77 K (Stickstoff) temperiertes Rohr.

3.4 Evakuierung

Um jegliche Art von Wärmeleitung durch Konvektion zu minimieren wird der gesamte Kryostat evakuiert.

Zuvor jedoch wird der Behälter evakuiert und wieder mit reinem Stickstoff geflutet. Nach ca. 30 Minuten Wartezeit, um die Einstellung von Adsorptions-Desorptionsgleichgewichten zu ermöglichen, wird erneut evakuiert. Dieser Zyklus wird insgesamt acht mal wiederholt und entfernt vor allem Heliumreste, die in den Isolationslagen adsorbiert sind. Reste anderer Gase frieren beim Kühlen am Heliumtank aus, ihr Dampfdruck bei 4.2 K ist minimal. Helium selbst liegt jedoch noch mit genügendem Druck gasförmig vor, um durch Konvektion eine signifikante Verschlechterung der Isolationsqualität zu verursachen. Helium ist - im Gegensatz zu Wasserstoff, der ebenfalls störend wirken könnte - in dieser Beziehung hohem Maße in der Atmosphäre bzw. herstellungsbedingt noch in der Isolation vorhanden (vgl. Test auf Dichtigkeit).

Insgesamt werden dabei zwei Bomben Reinstickstoff verbraucht.

Nach dem letzten Fluten wird der Kryostat auf 10^{-5} mbar evakuiert, wozu etwa zehn Tage Pumpen notwendig sind. Unter diesen Bedingungen findet die Wärmeübertragung fast ausschließlich durch Strahlung statt. Der größte Wärmestrom dürfte dabei über die Wandungen der RT-Bohrung fließen, wo sich keine Strahlungsschild befinden.

Bei letzten Evakuieren des Kryostaten wird an den Auslaß der Vakuumpumpe ein Heliumdetektor angeschlossen. Um nun den Kryostaten auf seine Dichtigkeit zu untersuchen, werden zuerst sämtliche äußeren Nähte und Flansche mit Helium aus einer Gasflasche umspült. Sind diese Verbindungen nicht dicht, so dringt durch sie Helium in den Innenraum und wird vom Detektor erfasst. Nach dem Test aller äußeren Dichtungen werden der Stickstoff- und dann der Heliumtank mit gasförmigem Helium gefüllt und so ebenfalls auf absolute Dichtigkeit kontrolliert. Dabei werden der Stickstoff- und besonders der Heliumtank gleichzeitig von Resten anderer Gase und von Luftfeuchtigkeit befreit.

3.5 Kühlung

Nach dem Evakuieren wird zuerst der Stickstofftank mit flüssigem Stickstoff befüllt. Bei diesem erstmaligen Befüllen fließt der flüssige Stickstoff, im Gegensatz zum spätern Nachfüllen, durch die sog. Vorkühleinheit. Diese ist ein Wärmetauscher, der sich im zu diesem Zeitpunkt mit Heliumgas gefüllten Heliumtank befindet (Abbildung 9). In Laufe von dreieinhalb Tagen kühlt sich der gesamte Raum innerhalb des Stickstofftanks durch Wärmeabstrahlung auf 77 K ab. Dies wird als Vorkühlung bezeichnet und benötigt etwa 3000 l flüssigen Stickstoff, der Stickstofftank selbst faßt 260 l.

Nach dieser Vorkühlung wird der Heliumtank mit flüssigem Helium gefüllt. Ähnlich wie beim Stickstoff wird das flüssige Helium zur besseren Einkühlung durch einen Siphon auf den Boden des Tanks geleitet, beim Nachfüllen während des Betriebs wird hingegen wieder nur von oben nachgefüllt. Da das Helium mit der Hauptspule in direktem Kontakt steht, erreicht diese in zehn Stunden die Temperatur von 4.2 K. Für diesen Vorgang werden ca. 3000 Liter flüssiges Helium verbraucht, etwa 2000 Liter verdampfen dabei, der Rest füllt den Heliumtank. Der Heliumtank ist in zwei Bereiche unterteilt, die durch die 'thermal barrier' getrennt sind. Der obere Bereich enthält einen Vorrat an flüssigen Helium von 4.2 K. In diesem Bereich befindet sich der Füllstandsmesser für den Heliumlevel. Bei 0% steht der Pegel knapp über der thermal barrier, 100% erreicht man durch Nachfüllen von 230 l Helium, bis zum Überlaufen passen nochmals 30 l flüssigen Helium in den Tank. Der untere Bereich enthält die Joule-Thomson Kühleinheit und ist im Normalbetrieb mit einem großem Volumen Helium von knapp über 2 K

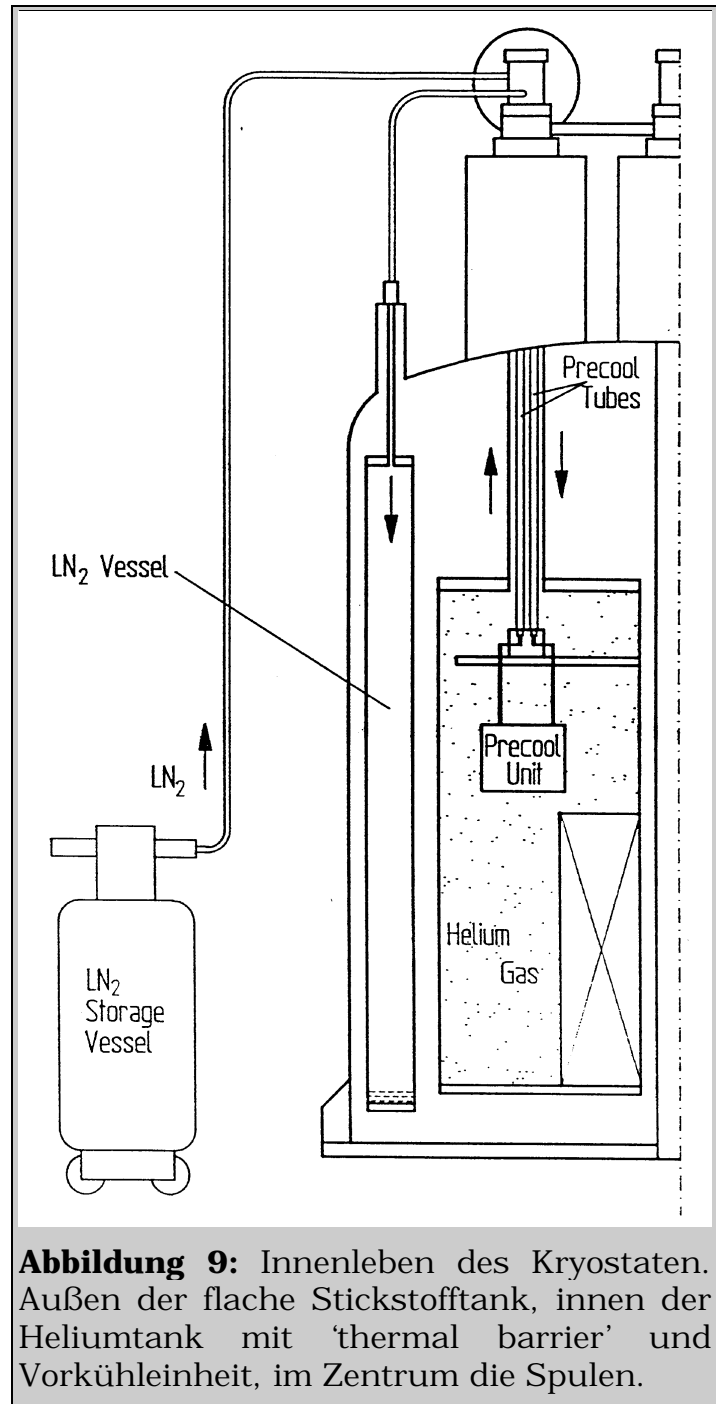


Abbildung 9: Innenleben des Kryostaten. Außen der flache Stickstofftank, innen der Heliumtank mit 'thermal barrier' und Vorkühleinheit, im Zentrum die Spulen.

gefüllt. Daher darf auch im Betrieb nicht über den Syphon nachgefüllt werden, denn durch 4.2 K 'heiBes' Helium würde die Sprungtemperatur der Spule überschritten werden.

Zu diesem Zeitpunkt kann bereits die Joule-Thomson-Kühlung aktiviert werden. Dieses Kühlelement besteht aus einer Verdampferkammer, die mittels einer Vakuumpumpe evakuiert wird. In diese Kammer wird über ein Nadelventil regelbar flüssiges Helium eingesaugt. Durch die Verdampfungsenthalpie des Heliums

- und durch gute Einstellung des Ventils - wird das die Spule umgebende Helium auf 2.16 K abgekühlt. Dies ist die Temperatur bei der die Spule, die bis 800 MHz (17.8T) ausgelegt ist, betrieben werden muß, um auch in den Bereichen höchster Flußdichte supraleitend zu bleiben.

Etwa zwölf Stunden nach Inbetriebnahme dieser Kühlung kann mit dem Laden des Magneten begonnen werden.

Flüssiges Helium

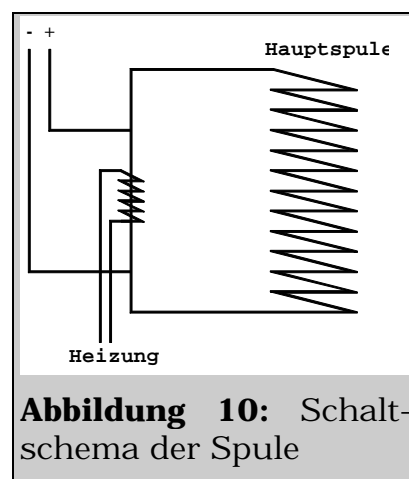
Flüssiges Helium ist ein merkwürdiges Zeug: Die spezifische Dichte am Siedepunkt (4.2 K) liegt bei 0.126 kg/l, damit ist flüssiges Helium nach Wasserstoff (0.07 kg/l) die leichteste Flüssigkeit. Die Verdampfungsenthalpie ist mit 20.6 kJ/kg zehnmal kleiner als die von flüssigem Stickstoff und beträgt somit nur ein hundertstel der des Wassers. Der Literpreis beträgt - auch nach längeren Verhandlungen und 3000 l Abnahmemenge - 9 DM/Liter, Stickstoff zum Vergleich kostet die TUM nur 0.20 DM/Liter.

3.6 Laden des Magneten

Zum Laden des Magneten müssen alle Spulen an eine externe Stromquelle angeschlossen werden. Dieser Kontakt wird mit den sog. Stromstäben hergestellt. Einer dieser Stromstäbe besteht aus nur zwei dicken Leitungen, über ihn wird die Hauptspule geladen, der zweite enthält eine ganze Reihe dünner Drähte, über die die Heizspannungen geschaltet und die Kryoshims geladen werden. Dabei ist jedes Segment der Spule mit einer heizbaren Supraleitbrücke parallel geschaltet (Abbildung 10). Im supraleitenden Zustand haben weder der Spulenabschnitt noch die Brücke ohm'schen Widerstand, doch besitzt die Spule einen induktiven Widerstand. Solange die Drahtbrücke des jeweiligen Abschnitts supraleitend ist, wird ein von außen kommender Strom über diese Brücke fließen. Wenn man aber die Heizung des Drahtes aktiviert, dann wird dieser über seine Sprungtemperatur hinaus erwärmt und entwickelt nun ohm'schen Widerstand. Der Strom wird somit durch die Spule gezwungen (Abbildung 11). Die Stromänderung in der Spule induziert jedoch eine Gegenspannung

$$U = L * \frac{dI}{dt}$$

L = Induktivität, dI = Stromänderung, dt = Zeitänderung



Das bedeutet, je größer man die Ladespannung wählt, desto schneller kann man - bei eingeschalteter Heizung - den Strom durch die Spule erhöhen, deren Induktivität nebenbei 140 H (MAGNEX), bzw 230 H (BRUKER) beträgt. Dabei fließt aber auch ein der Spannung entsprechender Teil des Stroms durch den Widerstandsdraht ($I = U/R$) und heizt diesen. Daher kann man die Ladespannung nicht beliebig groß wählen: Ab einer gewissen Ladespannung könnte man die Heizung abschalten, da die eigene Heizleistung ausreicht, irgendwann jedoch würde der Widerstandsdraht mehr Wärme entwickeln, als vor den Kontaktpunkten des Stromstabes abgeführt werden kann, und diese ebenfalls über die Sprungtemperatur erwärmen. Die Folge wäre ein Quench.

Wenn in der Spule der gewünschte Strom erreicht ist, dann wird die Ladespannung auf Null gestellt (keine weitere Stromerhöhung mehr) und die Heizung des Widerstandsdrahtes abgestellt. Der Spulenstromkreis wird dadurch über diese nun supraleitende Brücke geschlossen, so daß der Stromstab entfernt werden kann, oder Ladevorgänge in anderen Segmenten eingeleitet werden können.

Im allgemeinen wird erst die Hauptspule geladen, dann folgen die Kroyshimspulen. Während dem Laden der Hauptspule werden in den Kryoshimspulen Ströme induziert, dieser Effekt ist bei der z^0 -Spule besonders ausgeprägt, da sie parallel zur Hauptspule steht. Aus diesem Grund wird während dem Laden der Hauptspule die Überbrückung der z^0 -Spule ständig beheizt, um diese induzierten Überströme abzubauen. Diese werden dabei im Widerstand in Wärme umgewandelt und so abgeführt. Die anderen Shimspulen werden in regelmäßigen Abständen, etwa einmal pro Minute, aus demselben Grund ebenfalls beheizt. Da diese Spulen nicht mit dem Hauptfeld parallel liegen, sind die Induktionen geringer und es muß weniger Strom abgeführt werden.

Das Entladen der Spule läuft sinngemäß ebenso ab, nur das eben die Stromstärke bis auf Null verringert wird. Beim Beginn des Entladens lauert jedoch eine subtile kleine Teufelei: Vor dem Einschalten der Heizung muß der Strom des (Ent-)Ladegerätes dem Strom in der Spule angepaßt werden, denn wenn die Differenz zu groß ist, gibt es einen Spannungsstoß an der Brücke ($dI \neq 0, dt \neq 0$), die infolgedessen überhitzt und den Rest der Spule quencht.

In der Praxis umgeht man diese Schwierigkeit durch den Einsatz von Freilaufdioden. Eine Diode ist ein elektronisches Bauteil, das den Strom in einer Richtung (theoretisch) ungehindert passieren läßt und ihn in der anderen Richtung sperrt (Abbildung 12).

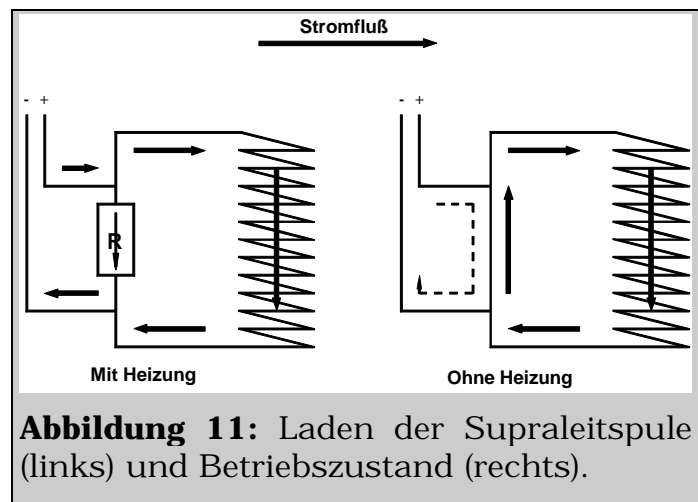


Abbildung 11: Laden der Supraleitspule (links) und Betriebszustand (rechts).

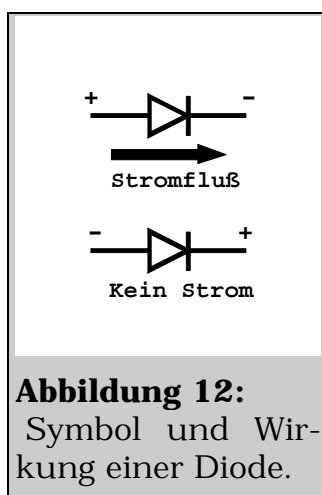


Abbildung 12: Symbol und Wirkung einer Diode.

In der Praxis haben Dioden auch in der Durchlaßrichtung eine gewisse Gegenspannung. (Macht man diese Not zur Tugend, so erhält man Zenerdioden.) Die von der Firma BRUKER verwendeten Dioden haben eine Gegenspannung von 0.7 V, durch zwei Dioden in Serie kann die maximale Spannungsdifferenz an der Brücke 1.4 V betragen, höhere Spannungen

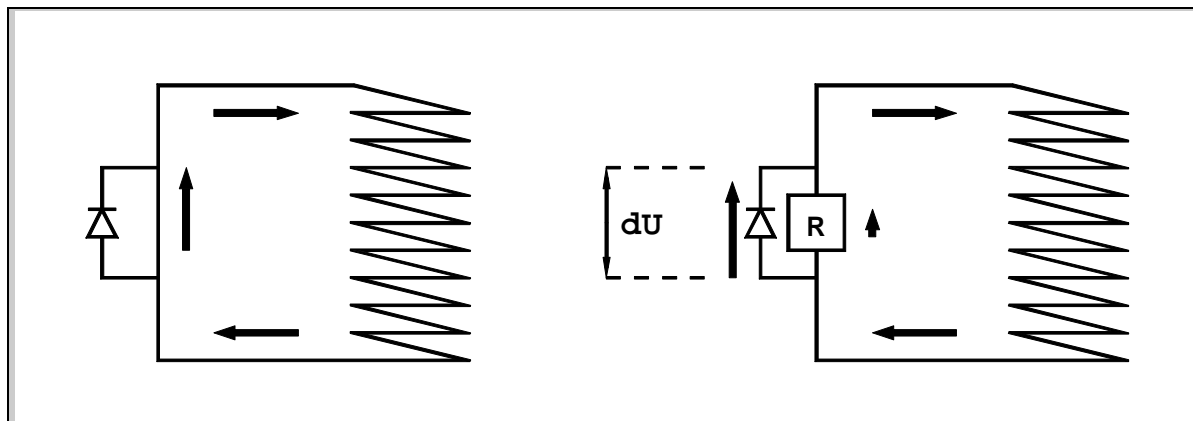


Abbildung 13: Links: Spule im Normalbetrieb. Rechts: Spule bei aktivierter Heizung, der größte Teil des Stromes fließt über die Freilaufdiode.

fließen über die Freilaufdioden (Abbildung 13). Die Magnete von MAGNEX sind mit zwei antiparallelen Dioden versehen, was auch die maximale Ladespannung limitiert. Die Freilaufdioden ermöglichen auch eine Notabschaltung des Magneten: Wenn unbedingt nötig kann man den Magneten durch Einschalten der Heizspannung ohne Entladegerät nur über die Diode herunterfahren.

Diese Methode ist zwar besser als ein Quench, aber immer noch recht hart. Im Normalfall wird der Magnet im Verlauf eines halben Tages geladen, bzw. entladen, wobei besonders im oberen Strombereich äußerst vorsichtig vorgegangen wird. Der Maximalstrom im BRUKER-Magnet beträgt 194 A, bei MAGNEX sind es sogar 250 A, also beides Werte, mit denen man problemlos gleich mehrere elektrische Schweißgeräte betreiben könnte.

Zum Laden gibt es eigene Wertetabellen:

U / mV	I / A	t / min
2000	0 - 80	153
1500	80 - 140	153
125	0.25% überladen	12
Ab diesem Zeitpunkt muß die Temperatur der Spule bei 2.16 K liegen, die Temperatur wird mit zwei Sensoren elektrisch ermittelt (NTC-Widerstände, deren Widerstand über einem Minimum liegen muß)		
1000	140 - 151	42
950	151 - 180	117
600	180 - 185	32
400	185 - 186	9
250	186 - 191	76
200	191 - 193	38
150	193 - Feld (194)	25
150	0.25% überladen	12

Bei diesem Ladevorgang wird die Stromstärke gegen Ende nurmehr ganz vorsichtig erhöht, da kurz oberhalb von 194 A die kritische Stromstärke erreicht ist. Auch beim Entladen wird anfangs die Stromstärke nur ganz allmählich reduziert, erst unterhalb von 160 A wird dann zügig reduziert.

3.7 Was nicht geschehen sollte - ein Quench

3.7.1 Viele Ursachen führen zur gleichen Wirkung

Verliert das Material der Spule an einer Stelle seine supraleitenden Eigenschaften, so tritt an dieser Stelle eine Wärmeentwicklung auf. Solange die Kühlung durch das flüssige Helium diese Wärme abführen kann, ist die einzige Wirkung dieses Defektes ein langsames Driften des

Feldes, hervorgerufen durch die Umwandlung der Energie des Magnetfeldes in Wärme. Solche kleinen Fehlstellen sind z.B. Joints. Diese führen zu einer Felddrift von ca. 10 Hz/h, d.h. $1.25 \cdot 10^{-6}\%$ der anfänglichen Feldenergie werden pro Stunde verheizt, bei 4.75 MJ entspricht das einer Heizleistung von $1.65 \cdot 10^{-5}$ W, die pro Tag etwa 0.55 ml flüssiges Helium verdampft. Im Vergleich zu den Verlusten durch Wärmeleitung von außen, ca 180 ml, ist dies vernachlässigbar wenig.

Übersteigt die Heizleistung jedoch die Kühlleistung des Heliums, d.h. wird die Wärme schneller produziert als Helium durch die Spule 'nachsickern' kann, so erwärmt sich das Material lokal und diese Wärme wird über die Wärmeleitung des Materials an benachbarte Bereiche des Supraleiters weitergegeben. Diese übersteigen nun ebenfalls die Sprungtemperatur und heizen nach dem Wiedereinsetzen des elektrischen Widerstandes mit. Innerhalb weniger Sekunden erfasst diese Kettenreaktion, die sich (in Nb₃Sn) mit 181 cm/s ausbreitet, die gesamte Spule, deren magnetische Feldenergie dabei in Wärme umgesetzt wird. Das flüssige Helium in der Spule verdampft und bildet einen wärmeisolierenden Gasfilm um diese. Erst nachdem das eigentliche Geschehen des Quenches bereits vorüber ist, beginnt das umgebende flüssige Helium zu sieden, bis der Spulenkörper wieder auf 4.2 K abgekühlt ist.

Die Gefahren eines Quenches sind zum einen die mechanischen Belastungen der Spule - schnelle Kontraktion durch den Verlust des Magnetfeldes sowie schnelle und vor allem ungleichmäßige Wärmeausdehnung - die zum Reißen von Drähten, besonders derer aus Nb₃Sn, führen kann, und zum anderen eine mögliche Erstickungsgefahr durch das in großen Mengen entweichende Helium.

Die Supraleitfähigkeit geht i.a. durch eine magnetische Überladung einer Spule verloren, d.h. wenn durch das zunehmende Magnetfeld die kritische

Die Energie des Magnetfeldes

kann aus der Induktivität und dem fließenden Strom errechnet werden

$$E = \frac{1}{2} L \cdot I^2$$

L = Induktivität, I = Strom.

Setzt man die Daten der MAGNEX-Spule ein, so erhält man 4.375 MJ, für die BRUKER-Spule ergibt sich eine Energie von 4.328 MJ.

In den Dokumentationen ist die Feldenergie mit 4.75 bzw. 4.5 MJ angegeben. Die Firmen wahren sich einige Geheimnisse....

Temperatur unter die tatsächliche Temperatur der Spule sinkt. Dies kann einfach durch Überladen des Magneten beim Hochfahren geschehen, oder, etwas subtiler, durch Induktion von zusätzlichen Strömen in den Kryoshimspulen beim Laden oder Entladen der Hauptspule. Nach dem Prinzip eines Transformators werden in den kleinen Kryoshimspulen große Ströme induziert, wenn sich in der Hauptspule das Feld ändert. Der Quench beginnt dann in der betroffenen Shimspule, erfasst jedoch durch die Wärmeleitfähigkeit rasch auch die Hauptspule.

Derartige Induktionen können auch durch mechanische Bewegungen herbeigeführt werden. Beim Laden der Hauptspule dehnt sich diese durch das sich aufbauende Magnetfeld aus. Diese theoretisch kontinuierliche Ausdehnung kann sich auch in kleinen 'Spulenbeben' plötzlich entladen. Dabei werden dann Leiter schnell durch das Magnetfeld bewegt, was zu Induktionen führt. Beim Entladen gilt sinngemäß dasselbe. Kleinere Quenches zu Beginn des Ladens kommen öfter vor, sind jedoch wegen der geringen Energie harmlos.

Aber auch mechanische Ursachen, wie etwa das Reißen einer Leiterwindung, lösen diesen Effekt aus (Der Riß wirkt als Widerstand, der durch einen Funken überbrückt wird: Wärmeentwicklung, Überschreiten der Sprungtemperatur, usw.).

3.7.2 Zur Thermodynamik eines Quenches

Beim Quenchen wird die gesamte Energie des Magnetfeldes, 4.75 MJ, in Wärme umgewandelt, die den Spulenkörper erwärmt, bevor sie durch Verdampfen von flüssigem Helium abgeführt wird.

Es gilt

$$\Delta E = \Delta T \cdot C_p$$

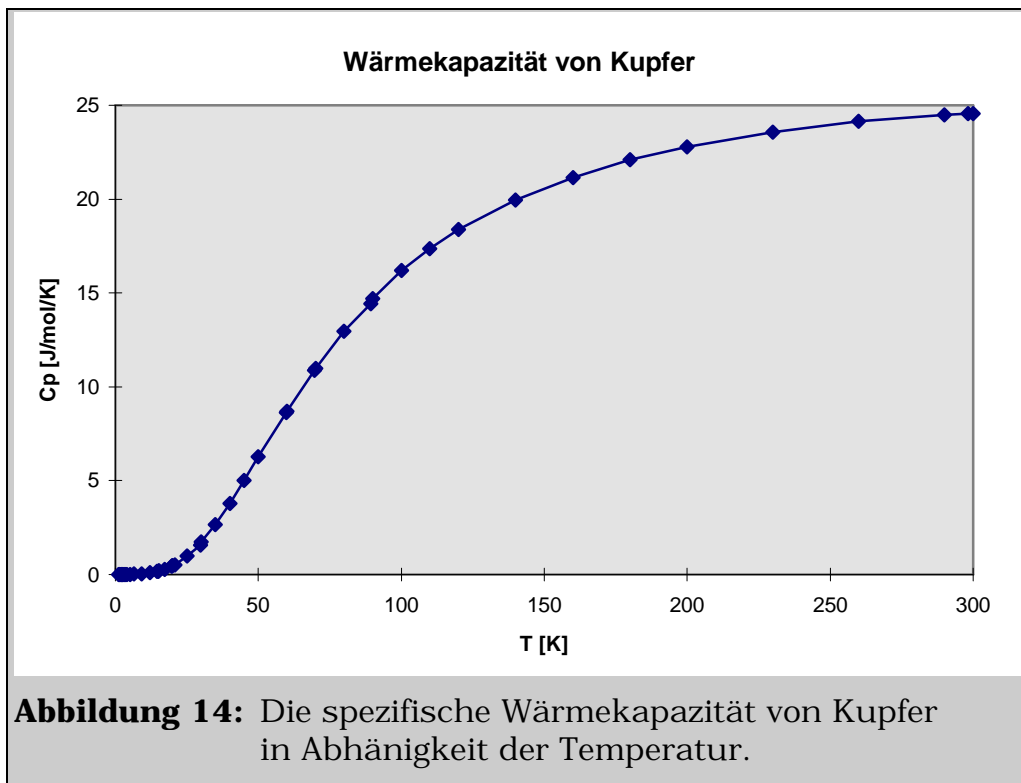
C_p = Wärmekapazität, ΔE = zugeführte Energie, ΔT = Temperaturdifferenz

Bei tiefen Temperaturen ist C_p jedoch nicht konstant, sondern eine Funktion der Temperatur ($\propto T^3$, vgl. PC IV - Vorlesung). Dies macht die Berechnung der Temperaturzunahme des Spulenkörpers etwas komplizierter

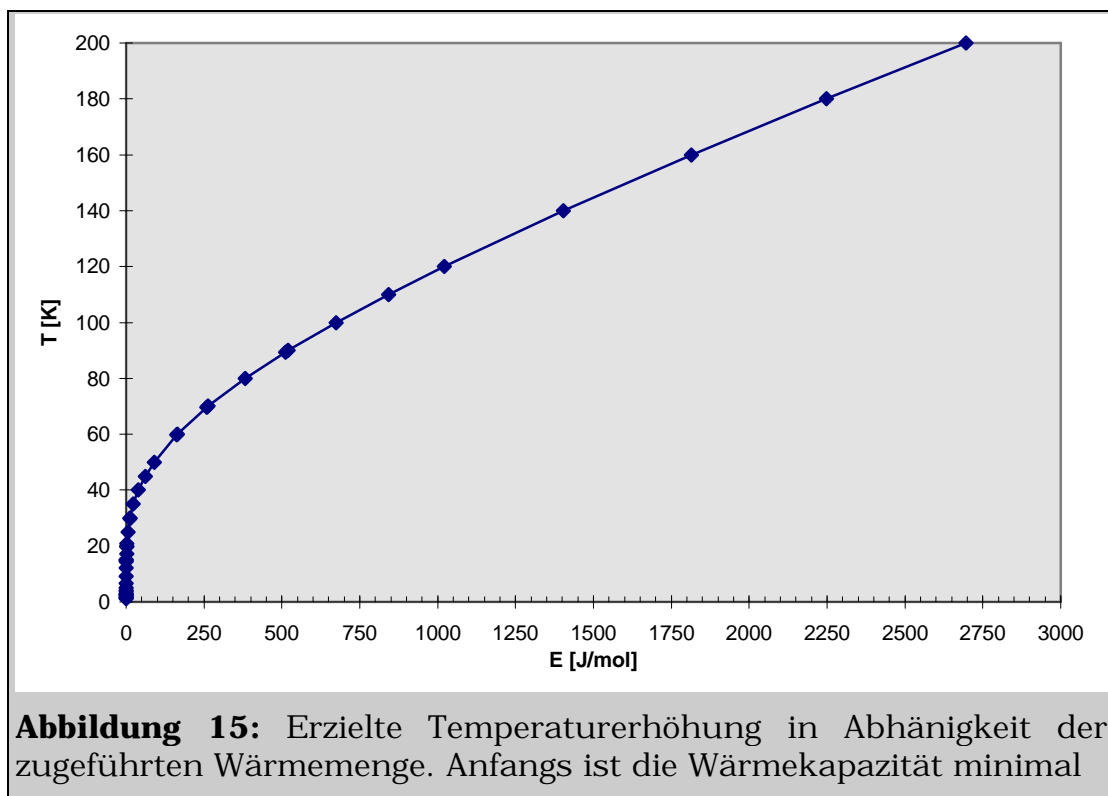
$$\Delta E = \int_{T_k}^{T_h} C_p dT$$

T_k = Anfangstemperatur, T_h = Endtemperatur

Das Gesamtgewicht der Spule beträgt ziemlich genau 1 t. Sie besteht aus den Supraleitern in einer Kupfermatrix. Für eine exakte Berechnung von C_p müsste man die genauen Anteile von Kupfer, Bronze, Niob/Zinn, Niob/Titan und Tantal kennen. Diese sind aber Betriebsinterna von BRUKER. Da sich jedoch die Wärmekapazitäten der Metalle nicht allzusehr unterscheiden und auch diese Rechnung nur einen Richtwert für die Temperaturerhöhung liefern soll, wird im folgenden reines Kupfer als Grundlage verwendet (Abbildung 14).



Zu Beginn läßt sich diese Kurve sehr gut mit einer kubischen Parabel fitten (Ausrechnen ist eine Sache - Sehen eine ganz andere), bei höheren Temperaturen treten jedoch auch bei Polynomen höheren Grades Abweichungen auf. Daher wurde die Integration nach der Trapezmethode ausgeführt. Im folgenden Diagramm (Abbildung 15) ist das Integral



(= zugeführte Energie) gegen die erzielte Temperaturänderung aufgetragen. Der Nullpunkt bezieht sich auf 2 K, obwohl diese Genauigkeit wegen der hier extrem geringen c_p -Werte keine allzugroße Bedeutung hat.

1000 kg Kupfer entsprechen 15750 mol. Wird die Energie von 4.75 MJ gleichmäßig über die gesamte Spule verteilt, so entspricht dies einer Energiemenge von 300 J/mol. Daraus resultiert nach obigem Diagramm eine Erwärmung um ca. 75 K.

Die Stellen der Spule jedoch, an denen der Quench begann, die sog. hot spots, können noch um ein Vielfaches heißer werden. Diese plötzliche Wärmeausdehnung ist pures Gift für die Spulen, besonders für das empfindliche Nb₃Sn. Laut Firma Bruker übersteht der vorliegende Magnet zwei Queches, danach gibt es keine Garantien mehr.

Zuletzt noch einige Berechnungen zur Menge des bei Quench verheizten Heliums:

Die Verdampfungsenthalpie von flüssigem Helium beträgt 20.6 kJ/kg, die Dichte am Siedepunkt beträgt 0.126 kg/l.

Nach einem Quench müssen aus der Spule 4.75 MJ abgeführt werden, bis diese wieder auf die Temperatur des flüssigen Helium abgekühlt ist, und das Brodeln im Kryostaten wieder von der Ruhe des Normalzustandes abgelöst wird (oder von der ewigen Ruhe, sollte die Spule gegrillt worden sein...).

$$\begin{aligned} 4.75 \cdot 10^3 \text{ kJ} / 20.6 \text{ (kJ/kg)} &= 230 \text{ kg} \\ 230 \text{ kg} / 0.126 \text{ (kg/l)} &= 1830 \text{ l} \end{aligned}$$

Bei einem Quench werden also etwa 2000 Liter flüssiges Helium (à 10.-- DM) verdampft, das ergibt ca. 1200 m³ Heliumgas - was auch die 'großzügige' Lüftungsanlage im Neubau erklären dürfte.

Zufällig liegt die Endtemperatur einer frisch gequenchten Spule bei etwa 77 K, der Temperatur des flüssigen Stickstoffs. Das bedeutet, das auch die Heliummenge, die beim Einkühlen des Magneten verdampft wird, mit der beim Quench verbrauchten in etwa identisch ist.