

Kryo-Manual

7. Februar 2006

1 Abkühlen (1. Tag)

1.1 Kabel überprüfen

- Kabel aller Boxen auf Durchgang und Masseschluß überprüfen, Widerstände in Tabelle eintragen und mit einer alten Tabelle vergleichen.
- Pumpen im Keller überprüfen (Ölstand, Flangeverbindungen, Kühlwasseranschlüsse)

1.2 Eintragungen ins Kryo-Tagebuch

- Stand der Heliumuhr.
- Standardeintragungen über Experimente: Wer mißt was, Proben, verwendete Boxen, Koax-Kabel.

1.3 Alle Ventile schließen

1.4 Stickstoff-Kühlfalle auskochen

(falls nicht beim Aufwärmen geschehen)

- Vorpumpe einschalten (vorher überprüfen daß, A, X, und Z geschlossen sind).
- Ventile L (für linke Seite) oder R (für rechte Seite) öffnen.
- Kühlfalle mit dem Föhn wärmen (nicht über 100°C).
- Wenn Manometer A1 im grünen Bereich (ca. $2 \cdot 10^{-2}$ mbar): Ventile L und R schließen.

1.5 Stillpumpleitung und Kryostat reinigen

- Prüfen, ob alle Tanks geschlossen sind, d.h. Ventile I, II, III, IV, Ia, IIa, IIIa, IVa sowie 4, 6, 5 und 8.
- Überprüfe Druck A3 und C3 falls Druck $>$ einige 10^{-1} dann ist Reinigung nötig
- Vorpumpe einschalten
- Ventile PV, 1, 3, 6HK, 7HK, 8HK öffnen, um an beiden Seiten vom Kryo zu pumpen
- Ventile R, 3aHK, 2HK und 1HK öffnen und ^3He -Vorpumpe starten
- Wenn Druck C3 $<$ 1 mbar, 3 -Rotary Pumpe starten

System kann während der folgenden Schritte gepumpt werden (je länger desto besser)

- Schließe 8HK, 7HK, 6HK, 5HK, 3, 1, PV
- Rootspumpe und ^3He -Vorpumpe ausschalten.
- 1HK, 2HK, 3HK, 3aHK, R, L schließen.
- Vorpumpe ausschalten mit Z belüften.

1.6 Kalorimetertopf schließen

- Still-Strahlungsschild vorsichtig einbauen und festschrauben (mit *einer* Schraube auf der Rückseite des Kryostaten; beachte die blaue Markierung).
- 4K-Flansch auf Kryoseite und Kalorimetertopf mit Aceton reinigen.
- Indiumdichtung am Kalorimetertopf legen. Kalorimetertopf vorsichtig einbauen und Schrauben *umlaufend* kräftig zuziehen.

1.7 Kalorimetertopf abpumpen

Achtung! Falls eine flüssige Probe eingebaut ist, diesen Punkt bitte verschieben, bis die Temperatur nahe dem Erstarrungspunkt der Probe liegt

- Ventile, K, Fund B öffnen, um für Druckausgleich während des Abkühlens zu sorgen

....sonst

- Vorpumpe einschalten (vorher alle notwendigen Ventile überprüfen).
- Ventile K und A öffnen
- Ventile F langsam öffnen (großes Volumen!).
- Wenn Druck im Kalorimetertopf (C2) unter 2 mbar: Ventile F und A schließen.

1.8 Kalorimeter mit Austauschgas aus der He-Rückleitung füllen

- Bypass der Heliumuhr öffnen.
- Ventile B und F öffnen bis Druckausgleich erreicht (beim Hören) ist (langsam wegen Kabel und Meßaufbauten im Kalorimeter).
- Ventil B schließen. Ventil A öffnen (langsam!!) und Kalorimetertopf abpumpen, bis Kalorimeterdruck A2 10-20 mbar anzeigt.
- Ventile K, F und A schließen.

1.9 Sliding Seal hochziehen

- Überprüfen, daß der O-ring am Sliding Seal und der Flansch am Kryo sauber sind.
- Sliding Seal **vorsichtig** durch das Loch in der Holzplatte absenken (keine Kratzer machen oder an den Kryo antreffen).
- Sliding Seal vorsichtig hochziehen (beachte die schwarze Markierung) und Muttern kräftig zuziehen

1.10 Dewar hochfahren

- Die Gewichte an den Enden der Stahlseile einhängen.
- Holzplatte wegnehmen und die Seile vorsichtig unterlassen.
- Stahlseile am Dewar befestigen.
- Dewar vorsichtig hochfahren bis Ende des Sliding Seal. Auf korrekte Aufwicklung der Stahlseile auf die Seiltrommel achten.
- Ventile N2 und B1, B2 öffnen. Wasserwaage auf Dewar legen, das Dewar etwa bis auf Fußbodenniveau hochfahren und ggf. ausnivellieren.
- Wasserwaage wegnehmen und Dewar langsam über Sliding Seal fahren 1 mm unterhalb vom optischen Tisch.
- Holzplatte zurücklegen und Muttern vom Dewar festziehen. Stahlseile ein bisschen locker lassern.

1.11 1-K-Topf Leitung spülen

- Nadelventil zu Ventile B, D und F zu.
- 1-K-Topf Leitung durch Ventile E und A mit Vorpumpe abpumpen bis der Druck am manometer 3 (M3) 600 torr erreicht und C1 im grünen Bereich ist
- Ventil A schließen und Helium durch Ventil B einlassen bis Druckausgleich erreicht (beim Hören Manometer M3 auf 0 Torr).
- Ventile B und E schließen.

1.12 ^3He -Kreis abpumpen

Falls nicht schon in section 1.5 geschehen hier nochmal eine leicht andere Variante den ^3He -Kreis zu reinigen.

- Prüfen, ob alle Tanks geschlossen sind, d.h. Ventile I, II, III, IV, Ia, IIa, IIIa, IVa sowie 4, 6, 5 und 8.
- Geweih mit vorpumpe abpumpen. Ventile A, G, 2, 2HK und 1HK öffnen.
- Kühlwasseranlage einschalten.
- ^3He -Vorpumpe einschalten und PV öffnen. Wenn A3 unter 1 mbar ist, Rootspumpe einschalten. Warten bis A1 weit im grünen Bereich.
- Pump the Condensing Line. Ventile 2 und G schließen, Ventile 1, 3, 6HK, 7HK und 8HK öffnen (beachten A3 nicht über 2 mbar geht).
- Warten bis A3 weit im grünen Bereich. Ventile 1, 3, 6HK, 7HK und 8HK schließen. PV schließen, Rootspumpe und ^3He -Vorpumpe ausschalten, 1HK schließen. Kühlwasseranlage ausschalten.
- Ventile 2 und G öffnen bis P1 „Null“ anzeigt. Ventile 2 und G schließen.

1.13 Stickstoff in Dewar einfüllen

- Stickstoffkanne mit dem Magnetventil am seitlichen Dewarport (Fensterseite) anschließen.
- B1, B2 und N2 öffnen.
- Wenn der Druck an A1 unter 20 mbar ist, Ventil D schließen. Automatischen Schalter in Position „AUTO“ stellen und wenn M4 „Null“ anzeigt, Ventil N2 öffnen.
- Druck in 1-K-Topf abgleichen: Ventil A schließen. Ventile B und E öffnen.
- Vorpumpe ausschalten und belüften.
- Die Stickstoffkanne wird nicht über 10 Stunden halten. Es ist besser die Kanne nach 1 oder 2 Stunden nachfüllen. (Automatischen Schalter in Position „AUS“ stellen und die Kanne entfernen.)
- Auswahl der Thermometers am Temperaturrechner überprüfen (RhFe-Thermometer, Eichdatei: OxInst geeicht, Kanal 0 an AVS-Brücke).
- Kryolog auf Marie starten (als root einloggen und 'kryologrc start' eingeben ins Verzeichnis 'mariekryolog' wechseln, genplot öffnen und nach ca. 7 min. mit 'x heute' überprüfen, ob log läuft)

2 Abkühlen (2. Tag)

2.1 Helium einfüllen, Teil 1

Diese Prozedur sollte nur begonnen werden, wenn die Temperatur der Mischkammer mindestens 97 K beträgt.

- Bypass an der He-Uhr schließen und das Ablesen eintragen.
- Vorpumpe einschalten.
- He-Kanne anhängen (Nadelventil geschlossen).
- Helium-Standsanzeige anschalten.
- Automatischen Schalter für Stickstoffmagnetventil in Position „HAND‘ stellen, 20 Sekunde warten, dann in Position „AUS“ stellen. Ventil N2 schließen.
- Stickstoffkanne entfernen und dort die Heliumrückleitung an den Dewar anschließen.
- Ventile B und E schließen. Dewar abpumpen: Ventile A, D, B1 und B2 öffnen (großes Volumen!).
- Wenn der Druck am M4 700 torr erreicht, Ventil D schließen; ist dies nicht möglich, so befindet sich flüßiger Stickstoff im Dewar - Dewar mit warmem Gas füllen (He oder besser Stickstoff) und nochmal pumpen, aber letztlich sind die Chancen klein.
- Teste 1K-Topffülleitung; (1K-Topf hat 1atm Helium (M3 ist „0“) und Heliumbad ist noch evakuiert (M4 < 600 torr; öffne nun das 1K-Topf Nadelventil (Achtung meist klemmt es ein wenig, dann von Hand nachhelfen) und beobachte ob Druck an M3 sinkt (ca.30torr/min))
- Nadelventil an Heliumheber ein bisschen öffnen; wenn M4 „0“ zeigt, Ventil C öffnen. Durchflussmesser sollte nicht über 20 % steigen.
- Ventil B1 (Schwarz) schließen und B2 öffnen.
- für kontinuierlichen ^4He -gasstrom sorgen.
- falls 1K-Topf druck sinkt, Nadelventil (NV) öffnen.
- wenn Mischkammertemperatur auf 70 K Vakuumtopf überprüfen und gegebenenfalls auf 1 mbar abpumpen.

2.2 Diffusionspumpe starten

- Kühlwasser anschalten.
- Ventile A und V öffnen (Ventile B, D, und E geschlossen)
- Wenn $A1 < 5 \times 10^{-2}$ mbar ist, Diffusionspumpe einschalten.
- Wenn die Diffusionspumpe warm ist (d.h. wenn sie knistert), Stickstoff auffüllen.
- Nach ca. 15 Minuten, Ventil Q öffnen (Ventil K geschlossen!). Bitte immer mit der Vorpumpe an der Diffusionspumpe pumpen.
- Stickstoff-Kühlfalle am Geweih mit Stickstoff füllen.
- Ia und IIIa öffnen
- überprüfe ob 4HK, 4aHK, 3HK, 3aHK, R und L desgeschlossen sind.
- öffne 10 und 3aHK oder 3HK, jenachdem welche Falle gekühlt wird

2.3 Helium einfüllen, Teil 2

- wenn Druck im Vakuumtopf unter 10^{-2} mbar fällt (in den grünen Bereich schaltet) Kohlepumpe heizen (11 mA, 27 V)
- Bei ca. 50 K Ventil B1 öffnen.
- Nach Auffüllen auf 92% He-Standsanzeige ausschalten.

2.4 Abpumpen des Austauschgases aus dem Kalorimeter

- wenn Temperatur ca. 30 K Gemisch über Ia, IIa, 10, 3HK oder 3aHK (kalte Kühlfalle benutzen), 5HK, 3 und 1 gedrosselt (mit 5HK DF auf ca. 3.0 halten) in Still leiten. 6HK bitte geschlossen halten.
- Bei ca. 5 K mit Diffusionspumpe das Austauschgas abpumpen; hierzu Ventil K öffnen.
- nach ein paar Minuten Kohlepumpe ausschalten.
- Manometer B1 einschalten; falls Druck $> 10^{-4}$ torr wieder ausschalten (Penning-Manometer!).
- Mit der Diffusionspumpe über Nacht am Kalorimeter pumpen. Wenn der Druck am nächsten Tag $< 10^{-5}$ torr Diffusionspumpe abhängen. Hierzu Ventile K und Q schließen, Diffusionspumpe ausschalten. Mit Vorpumpe bis zum Warmzustand der Diffusionspumpenkühlfalle pumpen, Ventile V und A schließen und Vorpumpe ausschalten und belüften durch Ventil Z.

2.5 1-K-Topf einschalten

- Wenn das Vakuum im Kalorimeter (B1) $< 2.0 \times 10^{-5}$ torr und der He-Stand schon über 5 % ist, Nadel Ventil vom 1-K-Topf öffnen. Den Feder-Teil vom Nadelventil mit Finger nach oben drücken um zu überprüfen, daß das Ventil wirklich offen ist.
- Bitte Ventil neben "Ypsilon" öffnen und 1-K-Topf-Pumpe einschalten und J öffnen.
- überprüfe ob E geschlossen. öffne langsam J und achte auf Druck an M3.
- wenn M3 unter 600 torr, J vollständig öffnen.
- Manometer C1 und 1-K-Topf-Regelung einschalten prüfe ob 1K-NV wirklich offen ist C1;1mbar.

2.6 Dreck im Bereich der Rootspumpe abpumpen

Achtung!! bitte diesen Schritt nur ausführen, wenn sich Dreck vor der Roots gesammelt haben sollte ($C3 > 1$ mbar) und sichergestellt ist, dass sich kein Gemisch im grünen Kreuz (zw. 1,2,3,4) befindet. Sollte der Druck vor der Roots trotz des Pumpens am Vortag viel größer als 1 mbar sein sollte man überdenken, ob nicht irgendwo ein Leck ist.

- Ventil V schließen. A, G, 2, 1HK und 2HK öffnen.
- ^3He -Vorpumpe einschalten. Wenn C3 (Still-PV) < 1 mbar, Rootspumpe einschalten.
- Wenn der Druck am P1 fast Null anzeigt, Ventil 2 Schließen. Ventile 3 und 5HK öffnen bis P2 „-3“ anzeigt, dann 5HK, 3 und G Schließen und V wieder öffnen.
- Man beachte, dass hierbei der Druck am „Auspuff“ der Diffusionspumpe nicht mit der Vorpumpe, sondern ausschließlich mit dem Vakuumbehälter gering gehalten wird. Dies geht nur gut, falls die Diffusionspumpe an „nichts“ pumpt.

2.7 Gemisch Einkondensieren, rückwärts

- 6HK und G unbedingt geschlossen halten.
- wenn nicht bereits geschehen. Gemisch über Ia, IIIa, 10, 3HK oder 3aHK, 4HK, 5HK, 3 und 1 an Still anbieten. Dabei den Durchfluss DF mit 5HK auf ca. 3 halten.
- wenn $P1 < 250$ mbar schliesse Ia, IIIa, 3, 4, 5, 6 und 7; öffne 5HK und 8.
- starte die Babypumpe BP.
- schliesse 7HK; öffne 6HK; warte 5 min öffne 8HK.
- öffne 1 und 4; öffne vorsichtig 7NV dabei darauf achten, dass $DF < 3$; falls DF zu klein ist nutze 7 zum Dosieren.
- sobald Stilldruck $A3 < 10$ mbar und $P1 < 100$ mbar, öffne 1HK, 2HK und PV und starte ^3He -Vorpumpe.
- schliesse 1 und 4.
- wenn Stilldruck $A3 < 1$ mbar und stabil, dann starte rootspump.
- Ventile I, II und III öffnen und mit BP dem Kreislauf zuführen.
- wemm M1 auf 0 mbar, I, II, III, 7NV, 7 und 8 schliessen; BP ausschalten und mit 7B Druck ausgleichen.

2.8 ^3He Einkondensieren, vorwärts

- Kontrolle, daß Ventil 9 offen und ventile 2, G, 7HK und 8HK geschlossen.
- es wird angenommen, dass bereits Gemisch an einer N_2 -Kühlfalle ansteht (über Ia, IIa, und 10
- Wenn der He-Stand schon über ca. 15% ist, Ventil 4HK, 5HK öffnen und 6HK ein wenig öffnen um die Mischung in die He-Kühlfalle lassen (DF nicht über 3).
- Nach eine Viertelstunde, Ventil 8HK öffnen.
- Wenn der Druck am A3 aufsteigt, 6HK ganz öffnen.
- Babypumpe (BP) einschalten, Wenn P3 ca. 400 mbar anzeigt. Dazu Ia und IIIa schliessen, darauf achten, dass 4, 5, 6 7, 7B und 7NV geschlossen sind. 8, I und III öffnen.
- 7NV langsam öffnen P1 auf etwa 850 mbar halten.
- Bei Druck $M1 < 250$ mbar I und III schließen und Zirkulation starten.
 - 1 und 4 öffnen
 - Zirkulation über 7NV und 7 regeln, dabei $DF < 3$ und $P1 < 1000$ mbar.
- wenn 7 voll geöffnet, $A3 < 10$ mbar, $DF < 1$ und $P1 < 500$ mbar öffne PV, 1HK und 2HK und starte ^3He -Vorpumpe.

(nach ca. ? Minuten), I, III und 5 schließen (2 geschlossen!). Ventile 4, 7 und 7B öffnen. Ventil 1 langsam öffnen (Kontrolle, daß A3 nicht über 1 mbar). Wenn $M1 < 50$ mbar, Ventile 1, 4, 7 und 7B Schließen und Ventil 8 öffnen. BP einschalten.
- Ventil I und III öffnen. Vorsichtig öffnen 7. Hierbei beachten, daß $P1 < 850$ mbar, $A3 < 8 \cdot 10^{-2}$ mbar und BP ruhig bleibt.
- Eintragen bei welchem Druck der He-Flüssigkeitsspiegel die Still erreicht.

- Wenn Manometer 1 (M1) fast Null anzeigt, den letzten Rest über 1 und 4 einkondensieren. Hierzu, Ventile I, III, und 8 Schließen und BP ausschalten und 4, 7, 7B öffnen; Ventil 1 langsam öffnen. Wenn Wenn Manometer 1 (M1) wieder fast Null anzeigt, I und III öffnen. Wenn M1 ändert sich nicht (d.h. beim Schließen des 1, M1 bewegt sich nicht), Ventil I, III, 7B, 7, 4, 1 wieder schließen.

2.9 Stillheizung einschalten

- Wenn Mischkammertemperatur < 300 mK bzw. Hastings < 400 mbar film burner einschalten.

2.10 1-K-Topf überprüfen

- Öffnen des 1-K-Topfs mittels 1-K-Topf-Steuerung überprüfen.

3 Aufwärmen

3.1 Gemisch in die Tanks füllen

- Ventil 6HK schließen.
- Ventil 6 öffnen, Tanks I, III öffnen.
- Still-Heizung aufdrehen, Mischkammerheizung langsam auf 0,1 W stellen (nicht höher).
- Roots-pumpe ausschalten.

Währenddessen:

3.2 Diffusionspumpe (falls noch an) und 1-K-Topf abhängen

- Manometer B ausschalten.
- Ventile K und Q schließen. Wenn kein LN₂ in der Kühlfalle ist, Diffusionspumpe ausschalten.
- Wenn Diffusionspumpe kalt ist, Ventile V und A schließen. Vorpumpe ausschalten und belüften.
- 1-K-Topf Nadelventil zu. Die Summer von der Regelung aus.
- 1-K-Topf-Pumpe ausschalten.
- Ventil J schließen. Ventil D und E öffnen um den Druck auszugleichen. Wenn die Gasströmung wieder ruhig ist, Ventil J öffnen.

3.3 ³He-Rest im Geweih sammeln

Stand notieren beim jeder Schritt (Werte an alle Manometern).

- Wenn die Gemischsammlung fast zu Ende ist, Roots-pumpe wieder anschalten.
- Gemisch in Condensing-line sammeln. Wenn gesamtes Gemisch im Tank (Druck an A3 < $5 \cdot 10^{-3}$ mbar), Ventile I, III, 6 und 5HK schließen. Ventile 11, Ia, IIIa, 1, 3, 6HK und 7HK öffnen (Ventil 2 geschlossen?).
- Wenn Druck an A3 < $5 \cdot 10^{-3}$ mbar und ändert sich nicht mehr, Ventile 8HK, 7HK, 6HK, und 3 schließen.
- Gemisch hinter 3He-Vorpumpe sammeln. Ventile 7 und 7B öffnen. Ventil 4 langsam öffnen (Kontrolle, daß A3 nicht über 1 mbar). Wenn M1 < 50 mbar, Ventile 4, 7 und 7B Schließen und Ventil 8 öffnen. BP einschalten. Ventil 2HK schließen und Ventil 5 langsam öffnen; später Ventil 7 auch langsam öffnen.
- Wenn Druck an A3 wieder klein ist, Ventile 1 und PV schließen. Roots-pumpe und 3He-Vorpumpe ausschalten.
- Gemisch um Kühlfalle sammeln. Wenn M1 „Null“ anzeigt, Ventile 1HK, 3HK und 11 schließen. Ventile 10, 6 und 5HK (in dieser Reihenfolge) öffnen.
- Rest um BP hinlassen. Wenn P2 „-2“ anzeigt, Ventile 4HK, 5HK, 6, Ia, IIIa und 8 schließen. Ventil 2HK langsam öffnen. Wenn P1 „-3“ anzeigt, Ventile 10, 9, 2HK und 5 schließen und BP ausschalten. Ventil 7B öffnen zum Druckausgleich, und zusammen mit Ventil 7 wieder schließen.

3.4 Kühlwasseranlage, Still-Heizung abschalten

3.5 Kühlfallen auspumpen

- Vorpumpe anschalten.
- Ventil L (oder R) öffnen.
- Kühlfalle von Dewar ausnehmen und pumpen bis die Kühlfallen aufgetaut sind.
- Wenn Druck an A1 $< 5 \cdot 10^{-2}$ mbar Kühlfallen mittels Föhn auskochen (nicht über 100°) und abpumpen bis A1 $< 2 \cdot 10^{-2}$ mbar.
- Ventil L (oder R) schließen.
- Vorpumpe ausschalten und belüften.

3.6 Dewar ablassen

- Dewar ablassen mit höchstens 122 cm Abstand und warten bis das Mischkammerthermometer wieder Zimmertemperatur anzeigt. Das dauert mindestens einen Tag.
- Ventil C schließen und Ventil N2 öffnen. Dewar ganz ablassen. Die Gewichten auf ende der Stahlseile hängen und die Seile aufziehen. Gewichten wieder wegnehmen und Holzplatte einstellen. Ventil N2 zumachen.

3.7 Kryostat öffnen

- Kalorimeter aufschrauben (bis auf 2 Schrauben). Über Ventile K, F und W (in dieser Reihenfolge öffnen) Kalorimeter *langsam* belüften.
- Die letzten beiden Schrauben des Kalorimeters lösen und Kalorimeter abnehmen. Ventile K, F und W wieder schließen.