

1993

# DER HOCHPRÄZISIONSTHERMOSTAT (HPT) AUF D1 UND D-2

K. Kemmerle, Kayser-Threde GmbH, München  
J. Straub, A. Haupt, Technische Universität, München

## 1. EINLEITUNG

"Am kritischen Punkt passieren die seltsamsten Dinge" hatte ein Professor der Experimentalphysik vor etlichen Jahren in seiner Vorlesung gesagt. Er hat sehr recht behalten, obwohl er damals sicherlich noch nicht an die  $\mu\text{g}$ -Experimente am kritischen Punkt denken konnte.

Nachdem die ersten Messungen kritischer Daten durch verschiedene Experimentatoren sehr unterschiedliche, teils widersprüchliche Ergebnisse geliefert hatten, konnte STRAUB [1] zeigen, daß die Höhe des Fluids und damit dessen hydrostatischer Druck im Schwerfeld der Erde einen wesentlichen Einfluß auf das Meßergebnis haben. Damit war die Notwendigkeit zur Durchführung von  $\mu\text{g}$ -Experimenten aufgezeigt.

Mittlerweile haben sich die  $\mu\text{g}$ -Experimente zur Erforschung der kritischen Phänomene zu einer ganzen Familie gemauert:

STRAUB et al auf TEXUS 8 [2], KLEIN et al auf TEXUS [3] und D1 [4], BEYSENS et al auf TEXUS 25 [5] und IML 1 (CPF) [6], FINDENEGG auf EURECA 1 (HPT-Adsorption) [7], MICHELS et al auf IML 1 (CPF) [6], WILKINSON et al ebenfalls auf IML 1 (CPF) [6], GAMMON auf IML 2 (ZENO) [8] (ohne Anspruch auf Vollständigkeit).

Weitere, zu IML 1 verwandte Experimente sind für den Wiederflug der CPF auf IML 2 geplant. Diese und weitere Experimente werden auch notwendig sein, denn immer noch birgt der kritische Punkt viele Rätsel und Überraschungen.

Als meist benutztes Testfluid hat sich  $\text{SF}_6$  herauskristallisiert. Dies hat naheliegende Gründe:  $\text{SF}_6$  hat sehr "handliche" kritische Daten:

$$\begin{aligned} T_C &= 45,55 \text{ }^\circ\text{C} \\ p_C &= \frac{73,6}{0,137} \text{ bar} \quad ; \quad 37,5 \\ p_C &= 0,137 \text{ g/cm}^3 \end{aligned}$$

Außerdem ist es nicht giftig und nicht brennbar, was die Sicherheitsanforderungen in der bemannten Raumfahrt erheblich reduziert und die Apparaturen vereinfacht.

Alle diese Punkte treffen auch auf  $\text{CO}_2$  zu. Demgegenüber hat  $\text{SF}_6$  den Vorteil, ein kugelsymmetrisches Molekül ohne Dipolmoment zu sein, was den direkten Vergleich zu theoretischen Modellrechnungen erlaubt.

## 2. WISSENSCHAFTLICHE ZIELSETZUNG

Die wissenschaftliche Zielsetzung des D1-Experimentes war die Bestimmung der isochoren spezifischen Wärmekapazität  $c_V$  von  $\text{SF}_6$  an dessen kritischem Punkt [9].

In der Nähe des kritischen Punktes läßt sich  $c_V$  als Exponentialfunktion formulieren:

$$c_V = A \cdot \tau^{-\alpha} + B, \text{ wobei}$$

$$\tau = |(T - T_C)| / T_C$$

die reduzierte Temperatur ist und

$$A = A(+, -)$$

einen "linken" und einen "rechten" Wert hat.

Verschiedene Theorien bzw. Modelle kommen zu unterschiedlichen Werten von  $\alpha$  [10, 11]. Daher liegt es nahe,  $\alpha$  unter Schwerelosigkeit präzise, ohne Störung durch die hydrostatischen Effekte, zu bestimmen. Das war der Zweck des Experimentes "Wärmekapazität" der D1-Mission.

Bei der D-2-Mission wurde die Fragestellung aus gegebenem Anlaß erweitert auf die Untersuchung von Hysterese- und Relaxationseffekten am kritischen Punkt.

## 3. MESSPRINZIP

Als Meßprinzip wurde das dynamische Verfahren gewählt. Dabei wird die Meßzelle langsam, in quasistationärem Zustand über den kritischen Punkt gefahren (erwärmt) und die hierfür erforderliche Leistung gemessen. Dies setzt voraus, daß die Meßzelle ideal isoliert ist und keine parasitären Wärmeströme vorkommen.

Daraus resultieren die folgenden thermischen Anforderungen für die Meßzelle:

- Temperaturhomogenität innerhalb der Zelle:  $\Delta T \leq 10 \text{ } \mu\text{K}$
- Temperaturmessung und -regelung der Meßzelle absolut:  $\Delta T \leq 10 \text{ mK}$   
relativ zu  $T_C$ :  $\Delta T \leq 1,2 \text{ mK}$   
Konstanz des  $c_V$  Temperaturgradienten:  $\Delta T \leq 0,1 \text{ } \%$
- Temperaturmessung differentiell zur Referenz:  $\Delta T \leq 20 \text{ } \mu\text{K}$
- Regelung hierzu:  $\Delta T \leq 110 \text{ } \mu\text{K}$ .

Diese harten Anforderungen können nur mit einem hervorragenden Kalorimeter erreicht werden, das im HPT als 4-stufiges Scanning Ratio Kalorimeter realisiert wurde, das nach dem in Bild 1 dargestellten Funktionsprinzip arbeitet.

D 6 L Fortsetzung

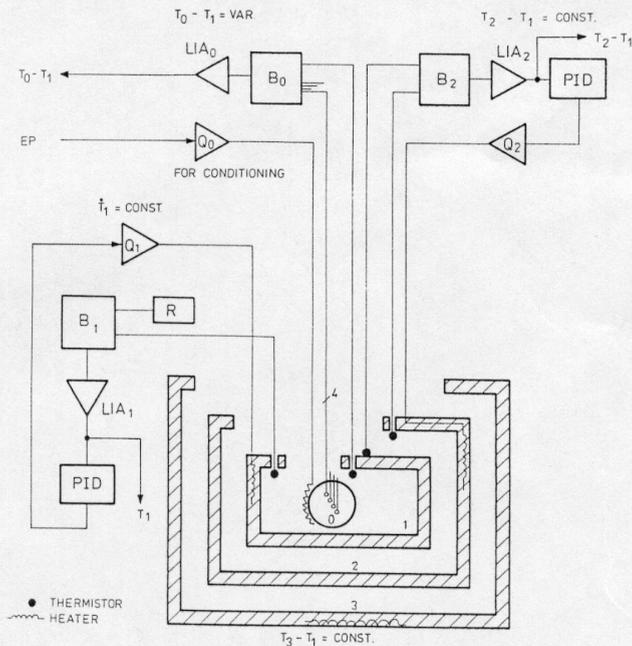


BILD 1:  
Funktionsprinzip des Kalorimeters  
(D-2-Konfiguration)

Stufen: 0 = Meßzelle, 1 = Referenz, 2 =  
Schutzheizung, 3 = Vorthermostat

B = Wheatstone'sche Meßbrücke  
LIA = Lock-in Verstärker [12]  
PID = numerischer PID-Algorithmus  
Q = spannungsgesteuerte Stromquelle  
R = Referenzthermistor  
I = geregelter Strom  
T = Temperatur

Stufe 1 (Referenz) besteht aus Kupfer und besitzt eine konstante Wärmekapazität. Sie wird mit konstantem Strom beheizt und erreicht dadurch einen konstanten Temperaturanstieg. Die Leistung wird gemessen.

Stufe 0 (Meßzelle) befindet sich innerhalb von Stufe 1 und wird über einen Regelkreis so nachgeführt, daß stets  $T_1 - T_0 = 0$  gilt.

Die Leistung wird gemessen. Sie hängt nur noch von der Wärmekapazität der Stufe 0 ab, da bei gleicher Temperatur, wie sie die Umgebung hat, kein Wärmeaustausch mehr stattfindet ("idealer Isolator").

Stufe 2 (Schutzheizung) wird über einen ebensolchen Regelkreis stets der Temperatur  $T_1$  nachgeführt, damit kein Wärmeaustausch den Gradienten von  $T_1$  verfälscht.

Stufe 3 (Vorthermostat) wird unabhängig von den inneren Stufen auf  $\pm 0,1$  K geregelt, um äußere Störungen abzubauen, damit die feinen inneren Regelungen nicht überlastet werden.

Unter Anwendung dieses kalorimetrischen Prinzips läßt sich die Wärmekapazität  $C_0$  der Meßzelle ermitteln aus:

$$C_0(T) = C_1 \cdot P_0(T) / P_1 \quad [13], \text{ wobei}$$

$C_1$  die konstante Wärmekapazität der Stufe 1 (Referenz),  
 $P_1$  deren konstante Leistung und  
 $P_0$  die temperaturabhängige Leistung für die Meßzelle ist.

Deren Gesamtwärmekapazität setzt sich zusammen aus der konstanten Wärmekapazität der Zelle  $C_2$  und der temperaturabhängigen Wärmekapazität des Fluids mit der Masse  $m$ :

$$C_0(T) = C_2 + m \cdot c_V(T).$$

Während der D1-Mission wurden Temperaturrampen von 3,6, 10, 20 und 100 mK/h gefahren. Diese langsamen Temperaturanstiege garantierten die geforderte Quasistationarität der Zustandsparameter.

#### 4. AUFBAU DES HPT

Der HPT ist modular aufgebaut und besteht aus den folgenden Subsystemen (Gesamtansicht s. Bild 2) [15]:

- Struktur
- Elektronikeinschub
- Thermostatisierte Kammer
- Thermostatisierte Elektronik
- Kalorimeter.

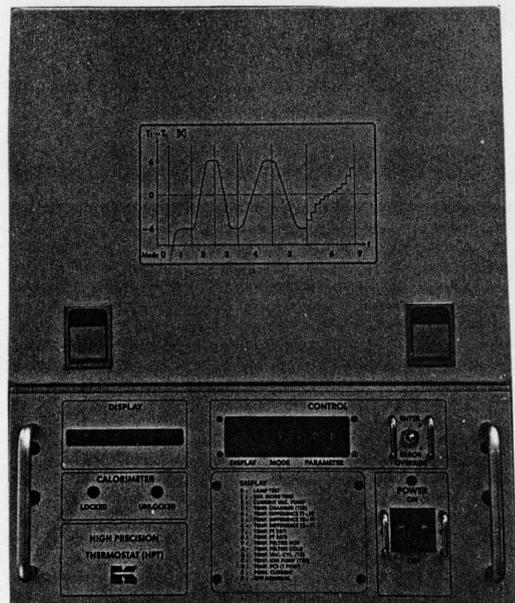


BILD 2:  
Frontansicht des HPT mit thermostatisierter Kammer (der Deckel kann von der Crew leicht geöffnet werden) sowie der darunter liegenden Elektronikbox mit dem Frontpanel, das die Kontroll- und Bedienelemente für die Crew enthält.

Einige wichtige Interface-Daten sind:

- B x T x H : 19" x 587 mm x 12 PUS  
Masse : 62,5 kg  
Leistung : 160 W max.,  
ca. 100 W kontinuierlich  
Luftkühlung : ca. 70 W kont.

Wasserkühlung: 70 W max. über Kaltplatte

Dateninter-  
face : 1) Interface zum Data Hand-  
ling Modul des MEDEA-  
Racks  
2) RS 422, 9600 baud

Ventline : Vorvakuum  $\leq 10^{-2}$  mbar am An-  
fang des Betriebs erforder-  
lich. Nach Start der Ionen-  
getterpumpe keine Verbindung  
zur Ventline mehr

Akkommodation: Oberer, schräger Teil eines  
Standard Spacelab-Racks. Bei  
D1 und D-2: MEDEA-Rack.

Die Struktur besteht im wesentlichen aus  
einer tragenden Grundplatte, den Elementen  
zur Rackmontage und Gehäuseteilen. Sie ist  
als Einschubrahmen ausgebildet, so daß der  
HPT von vorne integriert werden kann. Das  
Interface zur Wasserkühlung ist als Kalt-  
platte ausgebildet, so daß der HPT deinte-  
griert werden kann, ohne daß der Wasser-  
kreislauf geöffnet werden muß.

Der Elektronikeinschub hängt an der Unter-  
seite der Grundplatte. Er enthält Stromver-  
sorgung, Rechner mit Interfaces und Meßver-  
stärker. Er ist nach vorne mit dem Front-  
Panel abgeschlossen, das die Bedienelemente  
für die Crew enthält:

- Ein-/Aus-Schalter, Ein-/Aus-LED
- Enter/Error Override Schalter
- Display
- Calorimeter locked/unlocked LED
- 4 Daumenradschalter zur Eingabe  
verschiedener Parameter.

Da der HPT seine Daten über den DHM sendet  
und kein Interface zur RAU besitzt, sind  
Modifikationen des ansonsten automatisch  
ablaufenden Meßprogramms nur über Front-  
Panel-Eingaben möglich.

Der Elektronikeinschub ist luftgekühlt; die  
Stromversorgungsmodule haben zusätzlich ein  
Kaltplattenanschluß an die Wasserküh-  
lung.

Die thermostatisierte Kammer ist auf die  
Grundplatte aufgesetzt. Sie enthält das  
Kalorimeter und die thermostatisierte Elek-  
tronik (s. Bild 3).

Die thermostatisierte Elektronik umfaßt die  
hochpräzisen Elektronikmodule wie die Lock-  
in Verstärker und die Stromquellen für Stu-  
fe 0 und 1. Dadurch daß diese Module in  
einer eigenen Box innerhalb der thermosta-  
tisierten Kammer untergebracht sind, sind  
sie sowohl elektro-magnetisch als auch  
thermisch von der Umgebung abgeschirmt.

Die Kammer selbst bildet zusammen mit dem  
Vakuummantel des Kalorimeters die Stufe 3,  
den Vorthermostaten, des Kalorimeters. Die  
Luft in der Kammer wird auf  $\pm 0,1$  K thermo-  
statisiert und umgewälzt. Die Thermostati-  
sierung erfolgt über einen Peltierblock in  
der Rückwand der Kammer und einen Luftwär-  
metauscher innerhalb der Kammer. Die Rück-  
seite des Peltierblocks ist als Kaltplatte  
ausgebildet. Diese stellt den thermischen

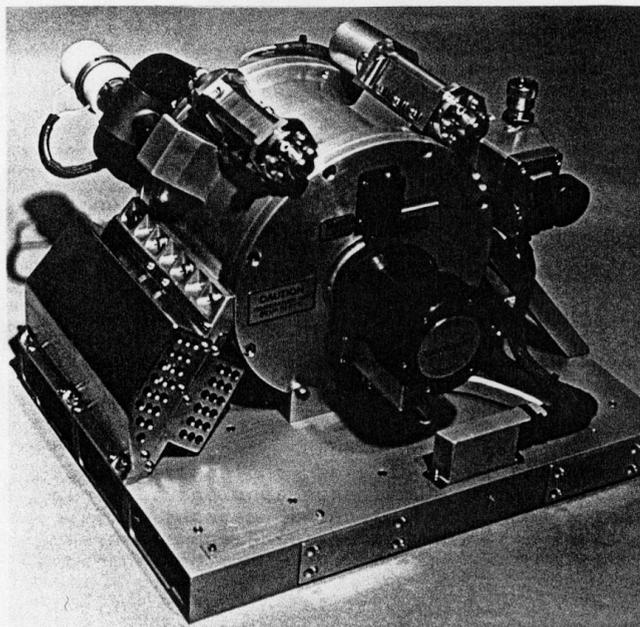


BILD 3:  
Thermostatisierte Elektronik und das darauf  
montierte Kalorimeter, so wie diese Einheit  
in die thermostatisierte Kammer eingesetzt  
wird (D-2-Konfiguration). Am Kalorimeter  
sind nach vorne der Verriegelungsmechani-  
smus mit Sicherungshebel sowie von links  
nach rechts die Abdeckung der Hochspan-  
nungsversorgung für die Ionengetterpumpe,  
die Pumpe selbst, die beiden Sorptionspum-  
pen sowie das Ventline-Interface mit Ventil  
gut zu erkennen.

Kontakt zum Gegenstück der Wasserkühlung  
des MEDEA-Racks her.

Auf die Box der thermostatisierten Elektro-  
nik ist das Kalorimeter montiert (Bild 4).

Einige wesentliche konstruktive Merkmale  
des Kalorimeters sind:

- hoher thermischer Widerstand zwischen  
den Kalorimeterstufen
- große Wärmekapazität der einzelnen  
Stufen
- hohe Wärmeleitfähigkeit der einzelnen  
Stufen (Stufe 1 = Kupfer, sonst Al)  
zum Temperaturengleichung.

Um die mechanischen und thermischen Kontak-  
te im Meßzustand möglichst gering zu hal-  
ten, hängen die Kalorimeterstufen durch ein  
System von Federn und Kevlar-Fäden ineinan-  
der. Die elektrischen Signale laufen über  
bedampfte Kaptonfolien.

Da diese leichte Aufhängung die Start- und  
Landelasten nicht überstehen würde, wurde  
ein Verriegelungsmechanismus installiert,  
der die inneren Stufen fest ineinanderpreßt  
und damit das Kalorimeter versteift (Trans-  
portzustand).

Die äußere Hülle ist vakuumdicht. Das Kalo-  
rimeter wird mit einem Isolationsvakuum von  
 $\leq 10^{-4}$  mbar betrieben. Das Vakuum wird

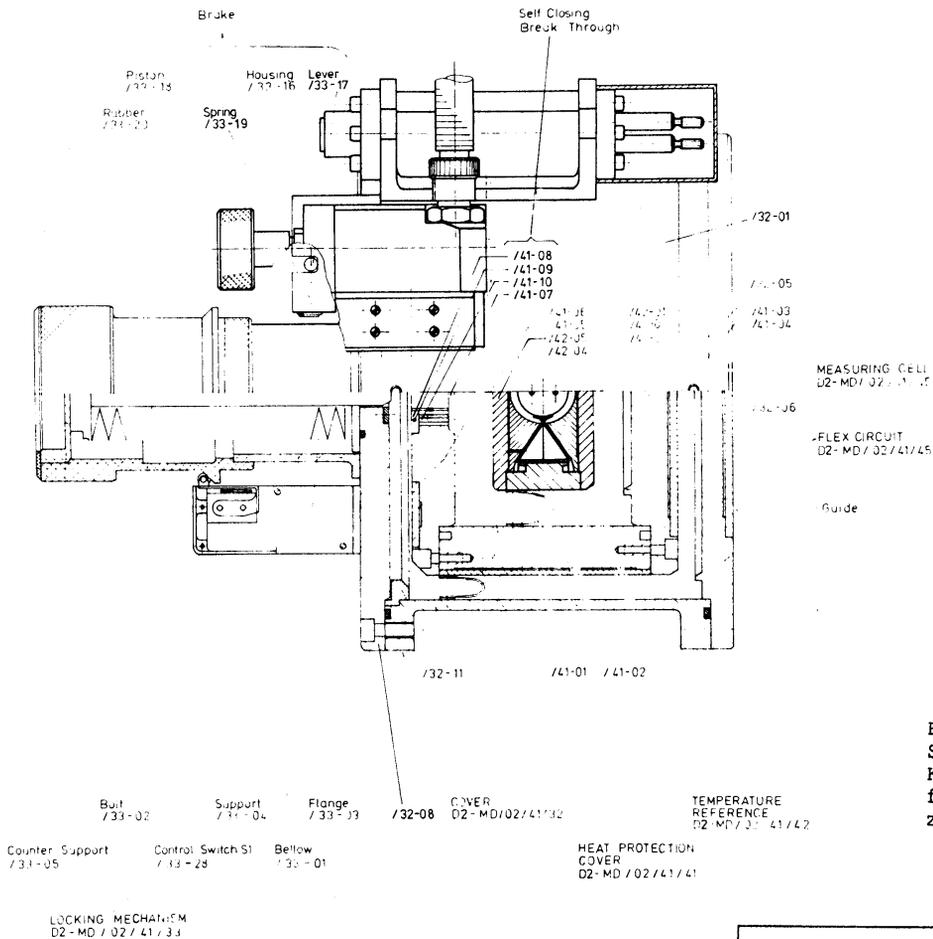


BILD 4:  
Schnitt durch das  
Kalorimeter (D-2-Kon-  
figuration) im Meß-  
zustand

durch eine kleine Ionengetterpumpe, die am Kalorimeter angeflanscht ist, erzeugt. Diese benutzt das Ventline-Vakuum als Vorvakuum. Da dessen Qualität mit  $p > 10^{-2}$  mbar an der Grenze des Pumpbereichs der Ionengetterpumpe liegt, wird diese beim Abpumpen durch eine Sorptionspumpe unterstützt, die ebenfalls am Kalorimeter angeflanscht ist. Diese ist zur Erhöhung der Betriebssicherheit redundant.

Der Start der Ionengetterpumpe hat sowohl bei D1 als auch bei D-2 (hier aus noch ungeklärten Gründen) etwas Probleme bereitet. Nachdem der Start geschafft war, lief die Pumpe jeweils ohne Probleme bis zum Missionsende durch.

##### 5. DIE D1-ÜBERRASCHUNG

Die Bodenmessungen mit Ingenieurmodell und Flugeinheit des HPT zur Vorbereitung der Mission waren sehr gut verlaufen. Vielfach war der Verlauf von  $c_V$  ausgemessen worden.

Dabei war die Apparatur häufig so gekippt worden, daß die flache, münzenförmige Meßzelle in unterschiedlichen Winkeln zum Schwerfeld der Erde stand. Die Fluidhöhe variierte dabei von 1 mm bis 30 mm. Die Abhängigkeit vom Kippwinkel, der hydrostatische Effekt also, ist klar zu sehen (Bild 5). Was also lag näher als unter Schwerelosigkeit auf die hydrostatische Höhe 0 zu extrapolieren und die experimentelle Annä-

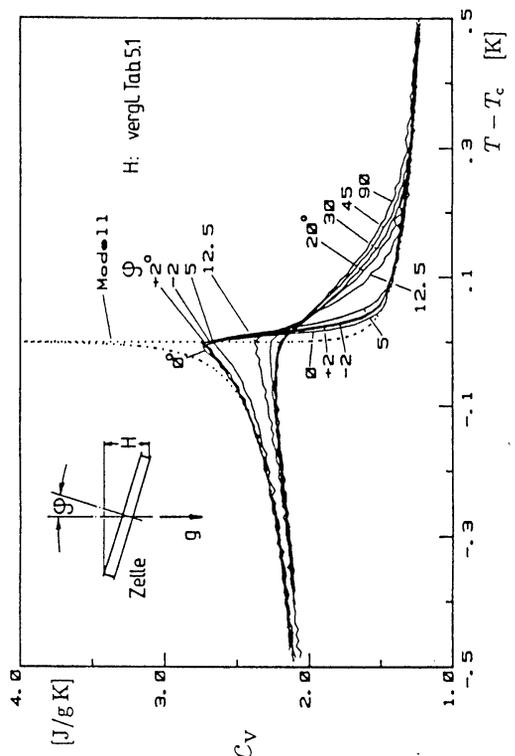


BILD 5:  
Bodenmessungen mit unterschiedlicher Kippung der Meßzelle im Schwerfeld der Erde (aus [14]).  $\rho = 0$  entspricht einer Fluidhöhe von 1 mm,  $\rho = 90^\circ$  von ca. 30 mm

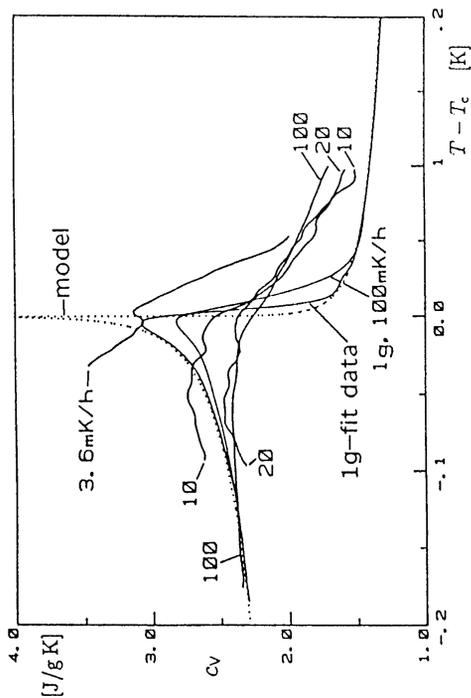


BILD 6:  
Die bei der D1-Mission gemessenen  $c_V$ -Funktionen im Vergleich mit lg-Messungen (aus [14])

herung an den theoretisch vorhergesagten  $c_V$ -Peak zu erwarten?

Doch anstatt das erwartete  $\alpha$  zu liefern, zeigte das D1-Experiment in erster Linie: So einfach geht es am kritischen Punkt nicht, denn die  $\mu g$ -Messungen zeigten absolut flache Kurven (s. Bild 6) [16, 17]. Dieses Ergebnis war zunächst völlig unverständlich. Sollte es etwa ein apparativ bedingter Effekt sein?

In einem ausführlichen Bodenprogramm, das nach der Mission sowohl mit EM als auch FU des HPT am Lehrstuhl durchgeführt wurde, konnte gezeigt werden, daß ein apparativer Effekt mit Sicherheit auszuschließen ist. Es mußte also nach einer physikalischen Ursache gesucht werden. Konnte diese in Oberflächen-, Relaxations- oder Hystereseeffekten liegen?

## 6. DAS D-2-EXPERIMENT HYDRA

Zur Beantwortung dieser Fragen wurde das Experiment HYDRA (Hysterese der spezifischen Wärmekapazität beim Heizen und Kühlen durch den kritischen Punkt) definiert und bei D-2 durchgeführt.

Im Gegensatz zu D1 wurde nun also nicht mehr der Betrag von  $c_V$  im Aufheizmodus, sondern  $c_V$  während des Aufheizens und Abkühlens gemessen [18, 19]. Besondere Aufmerksamkeit galt dabei der Hysterese zwischen diesen  $c_V$ -Werten.

Die Abkühlung und zur Wahrung der Symmetrie auch die Aufheizung wurden bei D-2 über Strahlung durchgeführt. Dazu wurde das Kalorimeter in verstimmtem Zustand betrieben.

Durch eine gezielte Temperaturdifferenz zwischen Stufe 2 und Stufe 1 wird der Temperaturgradient erzeugt. Die Meßzelle wiederum folgt diesem mit einer gewissen Temperaturdifferenz  $T_0 - T_1$ , die von der Wärmekapazität der Zelle abhängt. Die optischen Eigenschaften ( $\epsilon$ ) der Meßzelle und der Kalorimeterstufen wurden durch Thermalfarbe bzw. Kapton so eingestellt, daß die Temperaturdifferenzen nicht zu klein waren, um den relativen Meßfehler möglichst gering zu halten, aber auch nicht zu groß, um keinen unnötigen Zeitverlust durch lange Einstellzeiten hinnehmen zu müssen. Das funktionelle Blockschaltbild dieses Meßprinzips zeigt Bild 1.

Dem Strahlungsprinzip wurde gegenüber anderen Lösungen, wie z.B. Peltierelementen, der Vorzug gegeben, da es bezüglich Aufheizung und Abkühlung hundert-prozentig reversibel ist, da die Wärmeankoppelung der Meßzelle an die Referenz sehr gleichmäßig über die gesamte Oberfläche erfolgt und für gute Isothermie sorgt, und da die erforderlichen Eingriffe in das Kalorimeter so am geringsten waren.

Die Berechnung der Wärmekapazität der Zelle  $C_0(T)$  kann bei Anwendung des Strahlungsprinzips sehr einfach aus der Temperaturdifferenz  $T_0 - T_1$  und dem Temperaturgradienten erfolgen:

$$C_0(T) = (T_0 - T_1) / R \cdot T_0$$

$R$  ist ein thermischer Widerstand zwischen der Meßzelle (Stufe 0) und Referenz (Stufe 1). Er wird experimentell aus der Temperaturdifferenz bei konstanter Beheizung der Meßzelle im stationären Zustand ermittelt. Physikalisch beinhaltet er sowohl die Wärmeübertragung durch die Strahlung als auch die Wärmeleitung durch die elektrischen Leitungen, die Aufhängungen und das Restgas im Vakuum. Die experimentelle Bestimmung ist genauer als eine Berechnung, da mancher der Ausgangsparameter, wie z.B. die Emissivität  $\epsilon$ , nur unzulänglich bekannt sind.

Ein weiterer Unterschied zu D1 bestand darin, daß eine kugelförmige Meßzelle anstatt der flachen gewählt wurde, um Oberflächeneffekte zu minimieren. Die Kugel wurde mit insgesamt 4 Thermistoren bestückt, einer auf der Oberfläche, die anderen im Inneren der Kugel im Fluid. Diese konnten wahlweise einzeln oder zeitlich gestaffelt betrieben werden.

Damit konnte die Temperaturausbreitung in der Zelle verfolgt und Abschätzungen der Temperaturleitfähigkeit gemacht werden. Außerdem konnten Relaxationseffekte erkannt werden, deren detaillierte Untersuchung jedoch noch dauern wird, da die Daten hierfür noch aufbereitet werden müssen.

Ein dritter wesentlicher Unterschied zu D1 war die Ausdehnung des Meßbereichs von  $T_c - 0,1$  K bis  $T_c + 0,1$  K bei D1 auf  $T_c - 6$  K bis  $T_c + 6$  K bei D-2. Hiermit sollte erreicht werden, daß sich das Fluid zu Beginn einer jeden Temperaturrampe in einem eindeutig definierten Zustand: homogen im Einphasengebiet, entmischt im Zweiphasengebiet, befindet, denn es gibt Hinweise darauf, daß die Homogenisierung im Einphasengebiet bei D1 nicht stattgefunden hat.

Diese Erweiterung des Meßbereichs sowie die zusätzlichen drei Thermistoren in der Meßzelle haben erhebliche meßtechnische Probleme aufgeworfen. Da zum einen die hohe Auflösung der Temperaturmessungen beibehalten werden mußte, konnte die Verfielfachung des Meßbereichs nur über Meßbereichsumschaltungen realisiert werden. Da zum anderen die Anzahl der Lock-In-Verstärker aus Platzmangel nicht erhöht werden konnte, mußte eine Meßstellenumschaltung für die Thermistoren der Meßzelle eingeführt werden.

Durch Anpassungen und Eichungen konnten diese Probleme so weit gelöst werden, daß der Versuchsablauf und die Regelungen ungestört arbeiten können. Dennoch bleiben die Umschaltungen in den Meßdaten wegen verschiedener nicht-linearer Effekte sichtbar, und es ist ein erster wichtiger Schritt der Datenauswertung, diese Effekte, die bekannt und eindeutig beschreibbar sind, zu eliminieren.

Zur Absicherung wurden zusätzlich zu den Thermistoren zwei Pt25-Temperaturnormale in die Referenz integriert und über separate Meßverstärker erfaßt. Deren Meßbereich ist zum einen  $-0,5$  bis  $0,5$ , zum anderen  $-5$  bis  $5$  K um den kritischen Punkt. Der hochauflöste Meßbereich ist also Teilmenge des zweiten. Da nicht sicher war, daß die Pt25-Sensoren die Startlasten überleben würden, wirken diese als reine Meßkreise ohne davon abhängige Regelung. Ihr Hauptzweck war die Eichung der Thermistoren und der Umschaltungen vor der Mission. Eine erste Analyse der Flugdaten läßt aber vermuten, daß die Pt25-Sensoren die Startlasten - entgegen den Erwartungen - unbeschadet überstanden haben. Auch die Entwicklung dieser hochpräzisen Meßverstärker inkl. Sensorspeisung im Miniaturformat war eine technologische Herausforderung.

Nach dem Abschluß der Entwicklungsarbeiten konnten wiederum mit EM und FU zahlreiche  $1\mu$ -Messungen durchgeführt werden. Die Ergebnisse der beiden HPT-Modelle zeigten gute Übereinstimmungen. Die  $c_V$ -Werte selbst zeigten eine beachtliche Hysterese zwischen Aufheizen und Abkühlen. Wird es diese Hysterese auch bei den  $\mu$ g-Messungen geben?

#### 7. ERSTE ERGEBNISSE VON D-2

Zunächst zeigen wir das bei der D-2 Mission gefahrene Temperaturprofil (Bild 7).

Es folgt als Meßbeispiel ein Durchgang durch den kritischen Punkt im Abkühlmodus (Bild 8). Sehr deutlich ist das Minimum der Temperaturdifferenz  $T_0 - T_1$  zu sehen. Aus dieser Funktion wurde entsprechend den früher definierten Formeln die Wärmekapazität berechnet (noch nicht skalierte Rohwerte). Hierin tritt klar der Peak von  $c_V$  am kritischen Punkt zutage.

Bild 9 zeigt den Vergleich der theoretisch erwarteten  $c_V$ -Kurve, des  $1\mu$ -Verlaufs und des  $\mu$ g-Verlaufs im Abkühlmodus. Die Messungen wurden hierbei durch einen Spline geglättet (Datenmenge: 12000 Meßpunkte; Anstieg zum Peak: ca. 100 Punkte). Zur Berechnung von  $c_V$  wurde für die Leerkapazität  $C_0$  der Meßzelle ein Schätzwert verwendet.

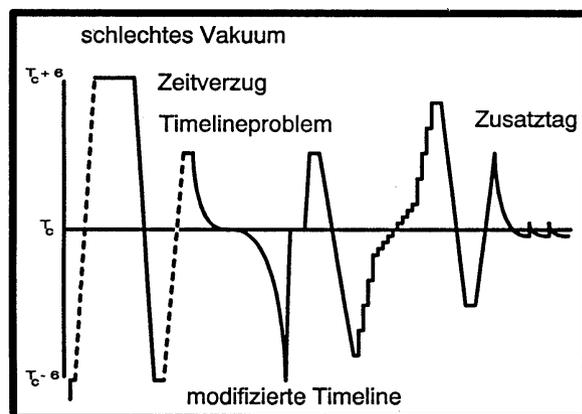
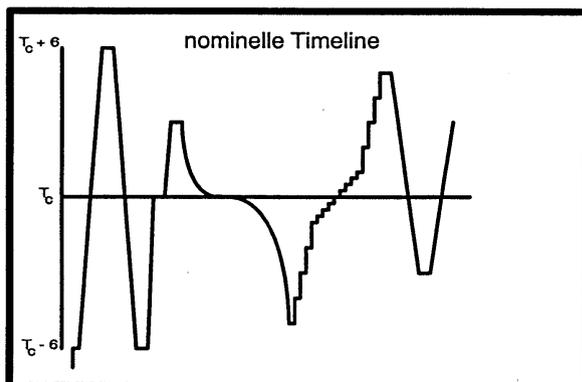


BILD 7:  
Temperaturprofil der D-2 Mission

Alle Messungen bestätigen die hervorragende Funktionalität des neuen Meßprinzips des Strahlungskalorimeters: Abkühlung der Testsubstanz nach Homogenisierung im überkritischen Bereich (hier: bei  $+3$  K) durch den kritischen Punkt und Messung der zwischen Meßzelle und Referenz größtenteils durch Strahlung übertragenen Wärmemenge über die Temperaturdifferenz.

Der unter  $\mu$ g gemessene Verlauf von  $c_V$  liegt bis etwa  $1$  mK vor dem kritischen Punkt auf der theoretischen Kurve. Die vorhergesagte Singularität von  $c_V$  am kritischen Punkt ist damit bestätigt.

Bei dieser Versuchsführung entsteht also keine Ausbildung von Dichtegradienten, die die integrale Messung von  $c_V$  verfälschen, sondern die Zellenfüllung weist bis zum kritischen Punkt an allen Orten die kritische Dichte auf und erlaubt so die Messung des wahren Verlaufs von  $c_V$  am kritischen Punkt. Die Meßtechnik ist in der Lage, die zu messenden Größen mit der notwendigen Auflösung und Genauigkeit (Rauscharmut) zu bestimmen.

Das verstärkte Rauschen im 2-phasigen Bereich wird vermutlich durch den folgenden Effekt erzeugt: Am kritischen Punkt beginnen sich die beiden Phasen (flüssig und gasförmig) auszubilden, die Flüssigkeit kondensiert.

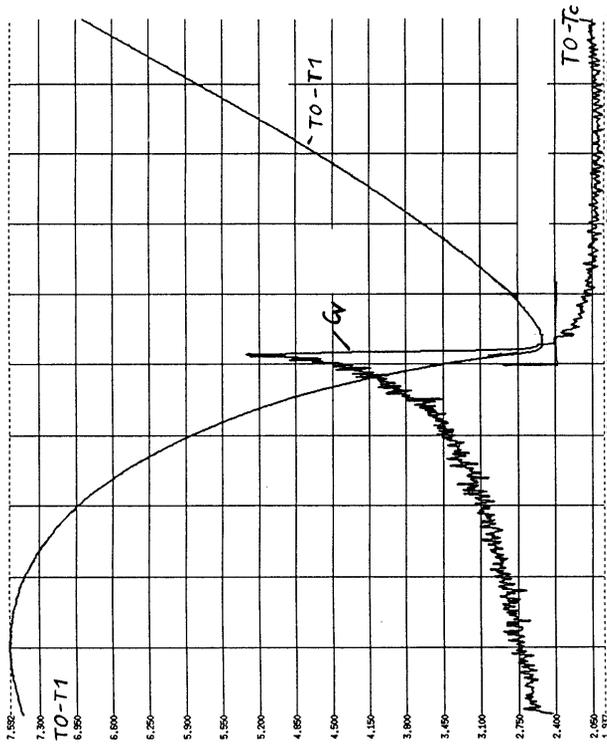


BILD 8:  
Beispiel der Meßdaten  $T_0 - T_1$  am kritischen Punkt und das daraus errechnete  $c_v$  im Abkühlmodus

siert am kälteren Rand und bildet eine kugelförmige Gasblase. Allerdings herrscht lediglich an der Phasengrenze thermodynamisches Gleichgewicht, d.h. die Dichten der beiden Phasen liegen auf der Koexistenzkurve entsprechend der aktuellen Temperatur. Entfernt der Phasengrenze kann sich das Dichtefeld nicht so schnell entwickeln und es kommt so zur lokalen Unterkühlung ins metastabile Gebiet. Nach erfolgter Keimbildung kondensiert bzw. verdampft eine gewisse Masse und die dabei freiwerdende Energie führt zur spontanen Erhöhung der Zelltemperatur. Diese Schwankung wird durch die Ableitung des Temperaturverlaufs überhöht und äußert sich als Schwingung um den integralen Mittelwert. Diese lokale Bildung von Dampf und Tröpfchen in der jeweils anderen Phase wurde schon zuvor in einer Durchlichtzelle in der CPF ebenfalls beim Abkühlen unter  $\mu g$  während der IML-1 beobachtet.

Erste Analysen der Heizläufe zeigen, daß  $c_v$  im Aufheizmodus den bei D1 gemessenen Kurven entspricht und klar von den Abkühlfläufen abweicht. Es besteht also auch unter  $\mu g$  eine starke Hysterese. Eine schlüssige Interpretation dieses Phänomens kann noch nicht gegeben werden. Es kann aber bedeuten, daß die thermodynamische Zustandsgleichung am kritischen Punkt nicht eindeutig ist.

Die weitere Datenauswertung sieht eine umfangreiche Kalibrierung der FU-Sensoren vor. Anschließend erfolgt die quantitative Bestimmung aller maßgeblichen Systemparameter (Thermische Ankopplung, Bestimmung

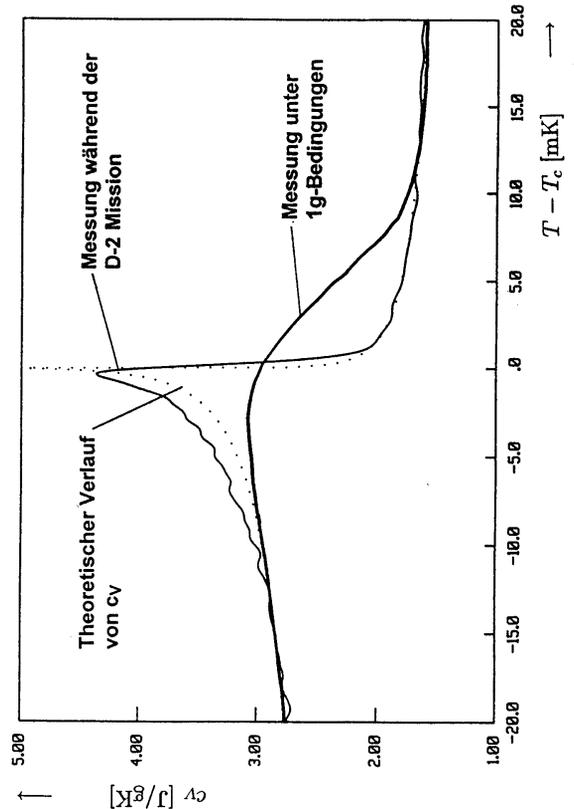


BILD 9:  
Vergleich des theoretischen Verlaufs von  $c_v$  mit  $1g$  und  $\mu g$ -Messungen

der kritischen Temperatur). Nach Abschluß der  $1g$ -Referenzmessungen mit der Flugeinheit wird schließlich die Leerkapazität der Meßzelle bestimmt. Dann erfolgt die Bestimmung des Stoffwertes  $c_v$  von  $SF_6$  über den gesamten Temperaturbereich von  $\pm 6$  K um den kritischen Punkt.

## 8. ZUSAMMENFASSUNG

Der theoretische Verlauf der spezifischen Wärmekapazität am kritischen Punkt folgt einem Exponentialgesetz. Verschiedene Theorien machen unterschiedliche Aussagen über den Exponentialkoeffizienten. Messungen auf der Erde führen nicht zu der gewünschten Präzision, da die schwerkraftbedingte Dichteschichtung im Fluid stets zu einer Mittelung über verschiedene thermodynamische Zustände führt.

Messungen bei der D1-Mission im Aufheizmodus zeigten nicht das erwartete exponentielle Verhalten, sondern einen sehr flachen Verlauf. Dies wird möglicherweise dadurch erklärt, daß durch die Versuchsanordnung bei D1 zwar thermisches Gleichgewicht, nicht aber Dichtegleichverteilung im Fluid erreicht wurde.

Daher wurde die Apparatur so modifiziert, daß sie nun Messungen sowohl im Aufheiz- als auch im Abkühlmodus erlaubt. Außerdem wurde eine kugelförmige Meßzelle gewählt und der Meßbereich erheblich ausgedehnt. Die modifizierte Apparatur wurde auf D-2 geflogen.

Die Ergebnisse zeigten nun einen ähnlichen Verlauf wie bei D1 oder wie am Boden im Aufheizmodus, jedoch den erwarteten Peak von  $c_v$  am kritischen Punkt im Abkühlmodus. Es besteht also eine erhebliche Hysterese von  $c_v$  zwischen Aufheiz- und Abkühlmodus.

An der verfeinerten Datenauswertung wird zur Zeit gearbeitet. Eine abschließende Erklärung für die starke Hysterese der spezifischen Wärmekapazität am kritischen Punkt kann noch nicht gegeben werden.

## 9. SCHRIFTTUM

[1] J. STRAUB:

Dichtemessungen am kritischen Punkt mit einer optischen Methode bei reinen Stoffen und Gemischen; Dissertation, Technische Universität München, 1965

[2] K. NITSCHKE, J. STRAUB, R. LANGE:

Ergebnisse des TEXUS-8-Experiments "Phasenumwandlung", Forschungsbericht Luft- und Raumfahrt, BMFT, 1984

[3] H. KLEIN, G. SCHMITZ, D. WOERMANN:

Early Stages of Phase Separation of a Single-Component Fluid at the Critical Point; Proc. VIIth Europ. Symp. on Materials and Fluid Sciences in Microgravity, Oxford, 1989 (ESA SP-295, 1990)

[4] H. KLEIN, K. WANDERS:

Density Distribution and Phase Transition near GAS/LIQUID Critical Points under Reduced Gravity; Norderney Symposium on Scientific Results of the German Space-lab Mission D1, DLR-WPF, 1987

[5] Y. GARRABOS, B. LE NEINDRE, P. GUENOUN, F. PERROT, D. BEYSENS:

Transport of Heat and Mass in Near-Critical Fluids; Proc. VIIIth Europ. Symp. on Materials and Fluid Sciences in Microgravity, Brussels, April 1992 (ESA SP-333)

[6] N.N.:

Thermal Equilibration Dynamics near the Critical Point of  $SF_6$  (TEQ); in Microgravity News from ESA, Vol. 4, No. 2, 1991

[7] G.H. FINDENEGG, M. THOMMES,

K. KEMMERLE:  
HPT on EURECA: Measurement Principle and First Results; 44th Congress of the International Astronautical Federation, Graz, Austria, October 1993 (IAF-93-J.1.260)

[8] R. GAMMON, J. SHAUMEYER:

Science Requirements Document for ZENO Critical Fluid Light Scattering; URF Document 87-25500100, 1987

[9] J. STRAUB, R. LANGE, K. NITSCHKE, K. KEMMERLE:

Isochoric Specific Heat of Sulfur Hexafluoride at the Critical Point: Laboratory Results and Outline of a Spacelab Experiment for the D1-Mission in 1985; Int. J. of Thermophysics, Vol. 7, No. 2, p. 343-356, 1986

[10] D.Z. ALBERT:

Behaviour of the Borel Resummation for the Critical Exponents of the n-Vector Model; Phys. Rev. B 25, S. 4810-4814, 1982

[11] J.C. LE GUILLOU, J. ZINN-JUSTIN:  
Critical Exponents from Field Theory; Phys. Rev. B 21, S. 3976-3998, 1980

[12] M. GRUBIC, K. KEMMERLE:

A Precision Lock-in Amplifier for Temperature Control in a Spacelab Calorimetric Experiment; J. Phys. E: Sci. Instrum., Vol. 18, p. 572-574, 1985

[13] R. LANGE:

Die Anomalie der isochoren Wärmekapazität im kritischen Gebiet von Schwefelhexafluorid; Dissertation am Lehrstuhl A für Thermodynamik der Technischen Universität München, 1983

[14] K. NITSCHKE:

Die isochore Wärmekapazität im kritischen Gebiet von  $SF_6$  unter Erdschwere und reduzierter Schwere; Dissertation am Lehrstuhl A für Thermodynamik der Technischen Universität München, 1990

[15] K. KEMMERLE:

Basic Design of the High Precision Thermostat (HPT) of the D1-Mission; Proc. 6th European Symposium on Material Sciences under microgravity conditions, Bordeaux, France, 1986 (ESA SP-256), p. 397-403, 1987

[16] J. STRAUB, K. NITSCHKE:

The Isochoric Specific Heat of Sulphur Hexafluoride  $SF_6$  at the Critical Point under  $\mu g$ -Conditions; Norderney Symposium on Scientific Results of the German Spacelab Mission D1, DLR-WPF, 1987

[17] J. STRAUB, K. NITSCHKE:

Isochoric Heat Capacity  $c_v$  at the Critical Point of  $SF_6$  under Micro and Earth Gravity. - Results of the German Spacelab Mission D1 -; Paper presented at the 11th Symposium of Thermophysical Properties, Boulder, Co., June 1991

[18] K. KEMMERLE:

High Precision Thermostat: A Set of Experiment Facilities for Caloric Research in Space; 27th Aerospace Sciences Meeting, Reno, Nev., Jan. 1989 (AIAA 89-0401)

[19] J. STRAUB, A. HAUPT, K. NITSCHKE:

Radiation Calorimeter for Heating and Cooling Ramps used for Hysteresis Measurements at Phase Transition; Paper presented at the 11th Symposium of Thermophysical Properties, Boulder, Co., June 1991

## 10. DANKSAGUNG

Die Umrüstung des HPT von D1 auf D-2 sowie der Wiederflug auf D-2 wurde vom BMFT gefördert unter den FKZ: 01QV8873 (technische Umrüstung), 51QV9016 (MEDEA-Missionsunterstützung) und QV8948 (wissenschaftliches Begleitprogramm). Wir danken hierfür.

Vielen Dank auch an die D-2-Crew für ihren großartigen Einsatz.