

# **Messung des Dampf-Flüssiggleichgewichts von Neon-Helium Gemischen**

Bachelorarbeit

von

**Nicole Frank**

an der KIT-Fakultät für  
Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik  
Institut für  
Technische Thermodynamik und Kältetechnik (ITTK)

Erstgutachter: Prof. Dr.-Ing. Steffen Grohmann  
Zweitgutachterin: Prof. Dr. habil. rer.-nat. Sabine Enders  
Betreuernder Mitarbeiter: Jens Tamson M.Sc.

19. September 2022 – 24. Januar 2023

**Bachelorarbeit**  
für FRAU NICOLE FRANK  
MESSUNG DES DAMPF-FLÜSSIGGLEICHGEWICHTS VON NEON-HELIUM  
GEMISCHEN  
MEASUREMENT OF THE VAPOR-LIQUID EQUILIBRIUM OF NEON-HELIUM  
MIXTURES

Hintergrund:

Als Kältemittel für die Verflüssigung von Wasserstoff kommen entweder Helium oder Wasserstoff selbst als Reinstoffe zum Einsatz. Durch die Verwendung von Gemischen im Temperaturbereich unterhalb von 77 K sind erhebliche Effizienzsteigerungen möglich. Helium und Neon sind dabei elementarer Teil der vorgeschlagenen Kältemittelgemische. Die wenigen bisherigen experimentellen Daten bei kryogenen Temperaturen sind jedoch thermodynamisch inkonsistent. Im Rahmen dieser Arbeit sollen daher Phasengleichgewichtsdaten von Neon-Heilum Gemischen am Tieftemperatur-Phasengleichgewichtsprüfstand CryoPHAEQTS gemessen werden. Hierin können Temperaturen von 20 – 300 K und Drücke bis zu 150 bar realisiert werden.

Aufgaben / geplante Arbeiten:

Im Rahmen der Bachelorarbeit sollen die folgenden Arbeitspakete bearbeitet werden:

- Literaturrecherche zu Stoffdaten von Helium und Neon
- Entwicklung einer Kalibriermethode für die Gaschromatographie
- Messung von Phasengleichgewichtsisothermen
- Berechnung der Messunsicherheiten nach GUM
- Evaluierung der Messergebnisse anhand von Literaturdaten und Konsistenztests

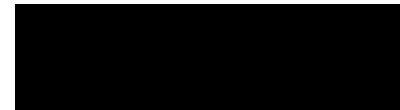
Die Arbeit wird am ITTK am KIT Campus Süd durchgeführt. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in schriftlicher Form zu dokumentieren und in einem Seminarvortrag vorzustellen. Für die Arbeit ist eine dreimonatige Bearbeitungszeit vorgesehen.

Auf die Satzung zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis am KIT wird ausdrücklich hingewiesen.

Beginn der Arbeit: 19.09.2022

Abgabe der Arbeit:

Betreuer/-in: Jens Tamson, M.Sc.



Prof. Dr.-Ing. Steffen Grohmann

---

Ich versichere wahrheitsgemäß, die Arbeit selbstständig angefertigt, alle benutzten Hilfsmittel vollständig und genau angegeben und alles kenntlich gemacht zu haben, was aus Arbeiten anderer unverändert oder mit Änderungen entnommen wurde, sowie die Satzung des Karlsruher Instituts für Technologie zu Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis in der jeweils gültigen Fassung beachtet zu haben.

Karlsruhe, den 24.01.2023

.....  
Nicole Frank

# Inhaltsverzeichnis

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Symbolverzeichnis</b>  | <b>ii</b> |
| <b>1. Einleitung</b>  | <b>1</b>  |
| <b>2. Theoretische Grundlagen</b>   | <b>2</b>  |
| 2.1. Thermodynamisches Gleichgewicht . . . . .  | 2         |
| 2.2. Zustandsgleichung . . . . .  | 3         |
| 2.3. Thermodynamische Konsistenz . . . . .  | 5         |
| 2.4. Unsicherheitsberechnung . . . . .  | 6         |
| <b>3. Experimentelle Bestimmung von Phasengleichgewichtsmessungen</b>                 | <b>8</b>  |
| 3.1. Frühere Gleichgewichtsmessungen von Neon-Helium-Gemischen . . . . .              | 8         |
| 3.2. Aufbau des Phasengleichgewichtsprüfstands CryoPHAEQTS . . . . .                  | 9         |
| 3.3. Versuchsdurchführung der Phasengleichgewichtsmessung . . . . .                   | 12        |
| 3.4. Kalibrierung des Gaschromatographens . . . . .                                   | 13        |
| <b>4. Ergebnisse und Diskussion</b>   | <b>15</b> |
| 4.1. Phasengleichgewichtsmessungen . . . . .  | 15        |
| 4.2. Vergleich des CryoPHAEQTS-Prüfstands und des von Heck und Barrick . . . . .      | 24        |
| 4.3. Modellierung der Phasengleichgewichte . . . . .                                  | 25        |
| <b>5. Zusammenfassung und Ausblick</b>  | <b>29</b> |
| <b>Literatur</b>  | <b>30</b> |
| <b>Abbildungsverzeichnis</b>  | <b>33</b> |
| <b>Tabellenverzeichnis</b>  | <b>34</b> |
| <b>A. Anhang</b>  | <b>35</b> |
| A.1. Daten für die Unsicherheitsberechnung aus den Kalibrierzertifikaten der Sensoren | 35        |
| A.2. Berechnung der Unsicherheit der Temperatur . . . . .                             | 64        |
| A.3. Daten für die GC-Kalibrierung . . . . .  | 64        |
| A.4. VLE Daten des Neon-Helium Gemisches aus der Literatur . . . . .                  | 65        |
| A.5. Diagramme der angepassten binären Wechselwirkungsparameter . . . . .             | 66        |

# Symbolverzeichnis

| Größe                         | Beschreibung  |
|-------------------------------|---|
| <b>Lateinische Buchstaben</b> |   |
| a                             | stoffspezifischer Parameter in Zustandsgleichung      |
| a                             | maximale Abweichung                                   |
| A                             | Fläche  |
| b                             | Kovolumen in Zustandsgleichung                        |
| b                             | Kalibrierparameter                                    |
| c                             | Sensitivitätskoeffizient                              |
| f                             | Fugazität   |
| F                             | Freiheitsgrad   |
| G                             | Gibbs-Enthalpie                                       |
| k                             | Erweiterungsfaktor                                    |
| K                             | Komponentenanzahl                                     |
| m                             | vom azentrischen Faktor abhängiger Parameter          |
| p                             | Druck   |
| P                             | Phasenanzahl  |
| $\dot{Q}$                     | Wärmestrom  |
| R                             | universelle Gaskonstante                              |
| s                             | empirische Standardabweichung                         |
| s                             | Länge   |
| t                             | Stuendt-t Verteilung für die Unisicherheitsberechnung |
| T                             | Temperatur  |
| u                             | Unsicherheit  |
| v                             | molares Volumen                                       |
| V                             | Volumen   |
| x                             | Messwert  |
| x                             | Molanteil in der Flüssigphase                         |
| X                             | Verhältnis der Flüssig- bzw. Dampfzusammensetzung     |
| y                             | Molanteil in der Dampfphase                           |
| Y                             | Peakflächenverhältnis                                 |
| z                             | Molanteil in der Flüssig- bzw. Dampfphase             |
| Z                             | Realgasfaktor   |

| <b>Größe</b>                  | <b>Beschreibung</b>                                   |
|-------------------------------|---|
| <b>Griechische Buchstaben</b> |   |
| $\alpha$                      | temperaturabhängige Funktion in der Zustandsgleichung |
| $\epsilon$                    | Emissionsgrad   |
| $\lambda$                     | Wärmeleitfähigkeit                                    |
| $\mu$                         | chemisches Potenzial                                  |
| $\sigma$                      | Stefan-Boltzmann-Konstante                            |
| $\omega$                      | azentrischer Faktor                                   |
| $\varphi$                     | Fugazitätskoeffizient                                 |
| <b>Indizes</b>                |   |
| A                             | Typ A - Unsicherheit                                  |
| B                             | Typ B - Unischerheit                                  |
| c                             | am kritischen Punkt                                   |
| C                             | kombinierte Unischerheit                              |
| cal                           | berechnet   |
| exp                           | experimentell   |
| L                             | Flüssigphase  |
| mix                           | Mischung  |
| R                             | Rest-   |
| V                             | Dampfphase  |

---

# 1. Einleitung

Als Reaktion auf die aktuelle Gasknappheit wird der Ausbau von Flüssigerdgas-Terminals in Deutschland stark gefördert [1]. Dies schafft neue Abhängigkeiten von fossilen Brennstoffen, wobei ein rechtzeitiger Umstieg auf regenerative Energieträger bis 2050 erfolgen sollte, um Deutschlands Klimaziele zu erreichen [2]. Eine vielversprechende Alternative zu Flüssigerdgas besteht in der Verwendung von grünem Flüssigwasserstoff  $\text{LH}_2$ . Die Verflüssigung von Wasserstoff stellt jedoch einen energieintensiver Prozess dar.

Die Verwendung eines Neon-Helium-Gemischs als Kältemittel in einer Kälteanlage bei kryogenen Temperaturen von 40 K bis 60 K erlaubt eine Energieersparnis von bis zu 44 % verglichen zu deren Reinstoffen [3]. Dies stellt eine Möglichkeit dar, die Anlagen zur Wasserstoffverflüssigung effizienter zu gestalten. Die Voraussetzung für die technische Realisierbarkeit und wirtschaftliche Auslegung von Kälteanlagen mit neuen Kältemitteln besteht in einer validierten wissenschaftlichen Datenbasis. Das zentrale Element dafür ist eine passende Zustandsgleichung, welche auf genauen Phasengleichgewichtsdaten aus experimentellen Messungen basiert.

Um diese Lücke der fehlenden Phasengleichgewichtsdaten zu schließen, wurde der Tieftemperatur-Phasengleichgewichtsprüfstand CryoPHAEQTS am Institut für Technische Thermodynamik und Kältetechnik am Karlsruher Institut für Technologie entwickelt. An diesem können Versuche in einem Temperaturbereich von 20 K bis 300 K und bei Drücken bis 150 bar durchgeführt werden. Die Inbetriebnahme und Validierung des Prüfstandes erfolgte in Vorarbeiten mittels verschiedener Reinstoffe und dem binären Stoffsystem Stickstoff-Argon [4, 5, 6, 7].

Ziel dieser Arbeit ist es, das Dampf-Flüssiggleichgewicht, „vapor liquid equilibrium“ (VLE), des Neon-Helium-Systems experimentell zu bestimmen. Dazu werden Messdaten bei 35,9 K, 32,9 K und 27,0 K erhoben. Die Unsicherheiten der Messungen von Temperatur, Druck und der Dampf- sowie Flüssigphasenzusammensetzung werden mithilfe des „Leitfadens zur Angabe der Unsicherheit beim Messen“, „Guide to the expression of uncertainty in measurement“ (GUM), ausgewertet [8]. Im Anschluss erfolgt ein Vergleich der Ergebnisse mit Literaturdaten und ein Vergleich des Prüfstands mit dem von Heck und Barrick. Die Experimentaldaten zur Ermittlung des Phasengleichgewichts werden anschließend mittels kubischer Zustandsgleichung nach Peng Robinson modelliert.

## 2. Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel werden die allgemeinen Grundlagen der Arbeit für ein Verständnis der Ergebnisse dargelegt.

### 2.1. Thermodynamisches Gleichgewicht

Der zweite Hauptsatz der Thermodynamik besagt, dass in einem isolierten System jeglicher Prozess zu einer Zunahme oder Konstanz der Entropie führt. Dies bedeutet, dass das vorliegende VLE aus Neon und Helium das thermodynamische Gleichgewicht anstrebt, in dem folgende Gleichungen erfüllt sind:

$$T^V = T^L \quad (2.1)$$

$$p^V = p^L \quad (2.2)$$

$$\mu_i^V = \mu_i^L \quad (2.3)$$

Die ersten beiden Gleichungen stellen dabei das thermische und mechanische Gleichgewicht dar, in dem die Temperatur  $T$  bzw. der Druck  $p$  der Dampf (V)- und Flüssigphase (L) identisch sind. Das stoffliche Gleichgewicht wird mit der dritten Gleichung beschrieben. Dabei müssen die chemischen Potenziale  $\mu$  eines Stoffes  $i$  in beiden Phasen übereinstimmen.

Gleichung 2.4 beschreibt das Gesetz von Raoult-Dalton, welches für ideale Gemische mit idealen Gas- sowie Flüssigphasen gilt. Die Gleichung von Raoult besagt dabei, dass der Partialdruck einer Komponente  $i$  aus dessen Sattdampfdruck  $p_{sat}$  und Flüssigphasenzusammensetzung  $x$  beschrieben werden kann (Gl. 2.4 links). Daltons Gesetz hingegen berechnet diesen über den Gesamtdruck multipliziert mit der Gasphasenzusammensetzung  $y$  (Gl. 2.4 rechts).

$$p_{sat,i} \cdot x_i = p \cdot y_i \quad (2.4)$$

Um den Zusammenhang auf reale Mischungen im Gleichgewicht anwenden zu können, wird die Fugazität  $f$  eingeführt. Dabei stellt der Fugazitätskoeffizient  $\varphi$  den Korrekturfaktor dar. Mit

den Fugazitätskoeffizienten und der Isofugazitätsbedingung  $f_i^V = f_i^L$  kann die obige Gleichung zu Gleichung 2.5 umgeschrieben werden.

$$\varphi_i^L \cdot x_i \cdot p' = \varphi_i^V \cdot y_i \cdot p \quad (2.5)$$

Im mechanischen Gleichgewicht ist der Druck in beiden Phasen identisch, weshalb die Drücke  $p$  und  $p'$  zu

$$\varphi_i^L \cdot x_i = \varphi_i^V \cdot y_i \quad (2.6)$$

gekürzt werden können. Die Fugazitätskoeffizienten können über die Zustandsgleichung berechnet werden. Diese ist in Abschnitt 2.2 genauer beschrieben.

## 2.2. Zustandsgleichung

Allgemein können Zustandsgleichungen in thermische und kalorische unterteilt werden. Während Zweitäre Modelle zur Berechnung von Enthalpie und innerer Energie beschreibt, verknüpft erstere die thermischen Zustandsgrößen Druck, Temperatur und molares Volumen  $v$ . Für die Berechnung von VLE werden thermische Zustandsgleichungen benötigt. Weitere thermodynamische Größen können aus den kalorischen Zustandsgleichungen abgeleitet werden. Die einfachste thermische Zustandsgleichung bildet die ideale Gasgleichung, die bei sehr niedrigen Drücken anwendbar ist.  $R$  stellt dabei die universelle Gaskonstante dar.

$$\frac{pv}{RT} = 1 \quad (2.7)$$

Sobald höhere Drücke im System herrschen, müssen die realen Wechselwirkungen zwischen den Gasmolekülen berücksichtigt werden. Für diese Abweichungen zum Verhalten von idealen Gasen wird der Realgasfaktor  $Z$  eingeführt.

$$\frac{pv}{RT} = Z \quad (2.8)$$

Kubische Zustandsgleichung beschreiben die intermolekularen Wechselwirkungen zwischen Molekülen über die stoffspezifischen Parameter  $a$  und  $b$ . In dieser Arbeit wird die Zustands-

gleichung von Peng-Robinson genauer betrachtet [9]. Dabei berücksichtigt der Minuend die abstoßenden und der Subtrahend die anziehenden Eigenschaften der Moleküle. Diese wird über

$$p = \frac{RT}{v - b} - \frac{a(T)}{v(v + b) + b(v - b)} \quad (2.9)$$

mit

$$a = a_c \cdot \alpha(T) \quad (2.10)$$

$$\alpha(T) = \left(1 + m \left(1 - \sqrt{T/T_c}\right)\right)^2 \quad (2.11)$$

$$m = 0,37464 + 1,54226\omega - 0,26992\omega^2 \quad (2.12)$$

$$a_c = 0,45724 \frac{R^2 T_c^2}{p_c} \quad (2.13)$$

$$b = 0,0778 \frac{RT_c}{p_c} \quad (2.14)$$

beschrieben.

Für die Berechnung der temperaturabhängigen Größe  $\alpha$  wird der stoffspezifische Parameter  $m$  benötigt, der wiederum vom azentrischen Faktor  $\omega$  abhängig ist. Dieser ist ein Maß für die die Abweichung eines Moleküls von der idealen Kugelform. Sowohl  $a$  als auch  $b$  sind zusätzlich über die kritische Temperatur  $T_c$  und den kritischen Druck  $p_c$  definiert.

Für Gemischphasengleichgewichtsberechnungen werden nach Pfennig im Zusammenhang mit der Peng-Robinson Gleichung die Van-der-Waals Mischungsregeln benutzt [10]. Die Gemischparameter werden dabei mit dem Index „mix“ gekennzeichnet. Da die Gleichungen für Flüssig- und Dampfphase gelten, werden die Zusammensetzungen mittels  $z$  zusammengefasst.

$$a_{\text{mix}} = z_1^2 a_1 + 2z_1 z_2 a_{1,2} + z_2^2 a_2 \quad (2.15)$$

$$a_{1,2} = \sqrt{a_1 a_2} (1 - k_{1,2}) \quad (2.16)$$

$$b_{\text{mix}} = z_1 b_1 + z_2 b_2 \quad (2.17)$$

Den binären Wechselwirkungsparameter stellt  $k_{1,2}$  dar. Dieser wird an die experimentellen Daten angepasst und im Verlauf der Arbeit genauer beschrieben. Über kubische Zustandsgleichungen besteht die Möglichkeit, Fugazitätskoeffizienten analytisch zu berechnen. Für das Neon-Helium-Gemisch wird Gleichung 2.18 jeweils für die Flüssig- und Dampfphase berechnet, sowie für beide Komponenten  $i$  [11].

$$\begin{aligned} \ln \varphi_i &= \frac{b_i}{b_{\text{mix}}} (Z - 1) - \ln \left( Z \left( 1 - \frac{b_{\text{mix}}}{v} \right) \right) \\ &+ \frac{1}{b_{\text{mix}} RT} \left( \frac{\sqrt{2} a_{\text{mix}} b_i}{4 b_{\text{mix}}} - \sqrt{\frac{a_{\text{mix}} a_i}{2}} \right) \ln \left( \frac{1 + \frac{b_{\text{mix}}}{v} (1 + \sqrt{2})}{1 + \frac{b_{\text{mix}}}{v} (1 - \sqrt{2})} \right) \end{aligned} \quad (2.18)$$

Ziel einer jeden Zustandsgleichung für ein System ist es, dieses möglichst genau zu beschreiben. Empirische Multiparameter-Zustandsgleichungen können experimentelle Daten sehr genau wiedergeben, indem mehrere hundert Parameter an die Fluide angepasst werden. Stoffdatenbanken wie die „Reference Fluid Thermodynamic and Transport Properties Database“ (REFPROP) implementieren wegen der hohen Genauigkeit deshalb meist Multiparameter-Zustandsgleichungen [12]. Für Helium und Neon existieren Reinstoff-Multiparameter und eine Gemisch-Multiparameter Zustandsgleichung [13, 14, 15]. Diese sind über die REFPROP Software abrufbar.

### 2.3. Thermodynamische Konsistenz

Ein System ist über Druck und Temperatur genau bestimbar. Dies kann mit der Gibbssche Phasenregel begründet werden, welche die vorliegenden Freiheitsgrade  $F$  benennt.

$$F = K + 2 - P \quad (2.19)$$

$K$  bezeichnet dabei die Anzahl der Komponenten und  $P$  die Anzahl der Phasen. In einem binären VLE gilt  $K = 2$  und  $P = 2$ , wodurch sich zwei Freiheitsgrade ergeben.

Um die Qualität der Druck-, Temperatur-, Flüssig- und Gasphasenzusammensetzungsmessungen zu validieren, kann ein Konsistenztest durchgeführt werden. Für VLE mit hohen Drücken eignet sich der Test nach Valderrama [16, 17]. Die Gibbs-Duhem-Gleichung, welche auch als Grundlage der Gibbsschen Phasenregel dient, kann bezogen auf die Resteigenschaften wie folgt beschrieben werden:

$$\sum z_i d[\bar{G}_i^R] = -\frac{H^R}{RT^2} dT + \frac{V^R}{RT} dp \quad (2.20)$$

Dabei beschreibt  $H^R$  die Restenthalpie. Zusammen mit der mittleren Rest-Gibbs-Enthalpie  $\bar{G}_i^R = RT \ln \varphi_i$  und dem Restvolumen  $V^R = RT(Z - 1)/p$  ergibt sich für binäre Gemische bei konstanten Temperaturen

$$\left( \frac{Z-1}{p} \right) dp = z_1 d(\ln \varphi_1) + z_2 d(\ln \varphi_2). \quad (2.21)$$

Die Gleichung 2.21 wird unabhängig voneinander für Flüssig- und Dampfphase benutzt. Um den Test anwenden zu können, wird Gleichung 2.21 in der Integralform wiedergegeben.

$$\int \frac{1}{pz_2} dp = \int \frac{1}{(Z-1)\varphi_2} d\varphi_2 + \int \frac{1-z_2}{z_2(Z-1)\varphi_1} d\varphi_1 \quad (2.22)$$

Zusätzlich werden die Abweichungen des experimentellen Systemdrucks und der experimentellen Gasphasenzusammensetzung gegenüber der berechneten Daten betrachtet. Liegen die Abweichungen und die Gleichung 2.22 innerhalb eines definierten Bereichs, können die Daten als thermodynamisch konsistent angesehen werden.

Ein Problem dieser Art von Konsistenztest ist, dass bei hohen Drücken bestimmte Vereinfachungen der Gibbs-Duhem-Gleichung nicht mehr gelten. So darf der Dampf nicht als ideal angesehen und das molare Volumen der Flüssigphase nicht vernachlässigt werden. Das Restvolumen kann somit nicht über die im Regelfall benutzte Clausius-Clapeyron-Gleichung berechnet werden. Ist eine Zustandsgleichung für das System bekannt oder prädiktiv, kann der Test jedoch auch für Systeme bei hohen Drücken angewendet werden. Da dies auf Neon-Helium-Gemische nicht zutrifft, müssen die Daten alternativ evaluiert werden.

Dabei wird sich vor allem auf den Vergleich mit experimentellen Literaturdaten und der Referenzzustandsgleichung von Tkaczuk et al. bezogen. Zudem gilt der Prüfstand als validiert, weshalb die Ergebnisse als sinnvoll angenommen werden können.

## 2.4. Unsicherheitsberechnung

Jeder Messwert ist zwingend mit einer Unsicherheit belegt. Dadurch ist das Ziel jeder Messung den besten Schätzwert der Messgröße zusammen mit einer beigeordneten Messunsicherheit auszudrücken. Anhand des GUM können Ergebnisse international aussagekräftig und vergleichbar berechnet und angegeben werden [8]. Dabei wird zwischen zwei Methoden der Unsicherheitsberechnung unterschieden:

Typ-A bewertet die Streuung der  $n$  Messwerte. Dazu wird zunächst die empirische Standardabweichung  $s$  der einzelnen Messwerte  $x_i$  zum Mittelwert  $\bar{x}$  bestimmt. Aus dieser kann die Typ-A-Messunsicherheit  $u_A$  berechnet werden.

$$s(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (2.23)$$

$$u_A(x_i) = s(\bar{x}) = \frac{s(x_i)}{\sqrt{n}} \quad (2.24)$$

Typ-B zeigt die Qualität der Messgeräte auf und kann aus den Kalibrierzertifikaten der Hersteller entnommen werden. Diese sind dem Abschnitt A.1 zu entnehmen. Die genaue Unsicherheitsbestimmung für die Temperatur ist ebensfalls im Anhang Abschnitt A.2 beschrieben. Für den Druck ist die maximale Abweichung  $a$  im Zertifikat enthalten. Jeder Messpunkt liegt mit gleicher Wahrscheinlichkeit in dem Intervall der Halbwelte  $a$ . So beschreibt Gleichung 2.25 die Typ-B-Messunsicherheit  $u_B$ .

$$u_B(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (2.25)$$

Die kombinierte Unsicherheit  $u_C(y)$  wird aus den Standardunsicherheiten durch die Gauß'sche Unsicherheitsfortpflanzung für die Ausgangsgröße berechnet.

$$u_C(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i^2 \cdot u^2(x_i)} \quad (2.26)$$

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad (2.27)$$

Die Stärke der Veränderung der Messunsicherheit des Ergebnisses aufgrund der varierten Eingangsgröße wird durch den Sensitivitätskoeffizienten  $c_i$  beschrieben. Der funktionale Zusammenhang zwischen abhängiger Größe und Eingangsgrößen wird mit  $f$  bezeichnet.

$$u = k \cdot u_C(y) \quad (2.28)$$

Bei Phasengleichgewichtsmessungen ist die Überdeckungswahrscheinlichkeit 95 %. Dadurch ergibt sich ein Erweiterungsfaktor von  $k = 2$ . Mit diesem und Gleichung 2.28 kann die erweiterte Unsicherheit  $u$  bestimmt werden. Im folgenden Ergebnisteil beziehen sich alle Unsicherheitsberechnungen auf die erweiterte Unsicherheit.

### 3. Experimentelle Bestimmung von Phasengleichgewichtsmessungen

Aufbau und Bedienung des Prüfstands, sowie die Berechnung der Flüssig- und Dampfzusammensetzung der Neon-Helium-Gemische mittels eines Gaschromatographens (GC) werden im folgenden Kapitel beschrieben. Als Einleitung dient ein kurzer Einblick in die bisher veröffentlichten Daten dieser Gemische.

#### 3.1. Frühere Gleichgewichtsmessungen von Neon-Helium-Gemischen

VLE-Daten von Neon-Helium-Gemische wurden in der Vergangenheit wenig erforscht. In Tabelle 3.1 sind alle Publikationen aufgelistet, die sich der Messung von Neon-Helium-Phasengleichgewichten gewidmet haben. Aus diesen und weiteren thermodynamischen Daten haben Tkaczuk et al. eine Zustandsgleichung entwickelt [15]. Diese ist über REFPROP einsehbar.

Tabelle 3.1.: Experimentelle VLE Daten des Neon-Helium-Gemisches in der Literatur

| Autor(en)             | Jahr | $T / K$ | $p / \text{bar}$ | $x_{\text{He}}$ | Anzahl Messpunkte |
|-----------------------|------|---------|------------------|-----------------|-------------------|
| Heck und Barrick [18] | 1967 | 27-42   | 3-200            | 0,01-0,36       | 76                |
| Knorn [19]            | 1967 | 25-27   | 6-51             | 0,002-0,03      | 22                |

Die Motivation der erneuten Vermessung dieses Gemisches liegt darin, dass Messwerte der zwei Publikationen ineinander inkonsistent sind. Diese dürften bei 26,95 K und 27,03 K keine großen und systematischen Abweichungen aufweisen. Jedoch überschneiden sich die Isothermen beider Publikationen zweimal. Durch Messungen am CryoPHAEQTS-Prüfstand bei 27,0 K wird sich Klarheit bzgl. des Verlaufs der Isotherme erhofft. Zudem werden Messungen bei 32,9 K und 35,9 K durchgeführt. Bei diesen Temperaturen besteht die Möglichkeit die Messergebnisse mit denen von Heck und Barrick zu vergleichen. Zudem befindet sich bei diesen Temperaturen ein Großteil des Zweiphasengebiets unterhalb eines Druckes von 100 bar. Über diesen wird der CryoPHAEQTS-Prüfstand wegen Unsicherheitsangaben der Berstscheibe und Druckschwankungen nicht befüllt. So können zahlreiche Messungen durchgeführt werden.

### 3.2. Aufbau des Phasengleichgewichtsprüfstands CryoPHAEQTS

Die Messungen werden an dem Tieftemperatur-Phasengleichgewichtsprüfstand CryoPHAEQTS durchgeführt. Der Name steht für „cryogenic phase equilibria test stand“. Eine schematische Darstellung ist in Abbildung 3.1 zu sehen.

Das Herz der Anlage bildet die 100 mL große Messzelle aus Edelstahl 1.4571. Diese hält Drücken bis 150 bar stand und ist mit Berstscheiben abgesichert. Um den Füllstand zu kontrollieren, sind zwei Fenster aus Saphirglas angebracht. Die Befüllung erfolgt über Leitungen beginnend in Druckgasflaschen. Proben der Flüssig- bzw. Dampfphase werden über zwei Handventile gezogen. Eine Evakuierung von Verbindungsleitungen vor der Probeentnahme verhindert Verunreinigungen.

Eine direkte Druckmessung findet über den Sensor PI 44 statt. Da dieser einen großen Messbereich von 0 bis 150 bar abdeckt, ist die damit verbundene Unsicherheit sehr groß. Um diesem Problem zu entgegnen, ist ein sekundäres Stickstoffsystem installiert. Der Differenzdrucktransmitter PDI 40 mit einem Messbereich von  $\pm 50$  mbar misst dabei den Unterschied zwischen Messzelle und Druckmesssystem. In dem Sekundärsystem sind drei Sensoren, PI 41, PI 42 und PI 43, mit unterschiedlichen Druckbereichen angebracht. Diese haben einen Messbereich von 50 bar bis 150 bar, 10 bar bis 50 bar und  $-1$  bar bis 10 bar, relativ zur Umgebung. Der Gesamtsekundärdruck  $p_{N_2}$  addiert sich aus dem Atmosphärendruck, gemessen von PI 40 mit absoluten Werten zwischen 750 mbar bis 1150 mbar, und dem Messwert einer der drei Sensoren. So kann über die unten stehende Gleichung der Messzellendruck  $p_{MZ}$  ausgerechnet werden.

$$p_{MZ} = p_{N_2} - \Delta p_{PDI40} \quad (3.1)$$

Neben der genaueren Druckmessung bietet das Sekundärsystem weitere Vorteile. Durch die kontaktlose Verbindung von Sensor und Arbeitsstoff kommt es zu keiner Einschränkung deren Funktionsfähigkeit. Auch wird die Bildung von Totvolumina, welche durch die Anbringung verschiedener Sensoren in der Messzelle entstehen, verhindert.

Die Temperaturmessung findet über vier CERNOX® Sensoren statt. Über TI 74 und TI 75 kann die Temperatur des oberen sowie unteren Bereichs der Wand eingestellt und geregelt werden. TI 80 und TI 81 messen die Temperatur der Dampf- sowie Flüssigphase bei mittlerem Füllstand, indem sie unterschiedlich weit in die Messzelle ragen. Zur Kühlung wird ein Pulsrohrkleinkühler, „pulse-tube cryocooler“, benutzt. Die beiden Stufen sind über Kupferlitzen einmal mit dem Aluminiumschild und zweitens mit der Messzelle verbunden. Bei einer Nulllast werden 7 K in der zweiten Stufe erreicht. Für höhere Temperaturen wird über den Heizer J 73 Wärme hinzugefügt. Über TI 73 kann die dort eingestellte Temperatur gemessen werden. Damit in der Messzelle ein homogenes Temperaturprofil herrscht, wird die Messzelle sowohl von oben

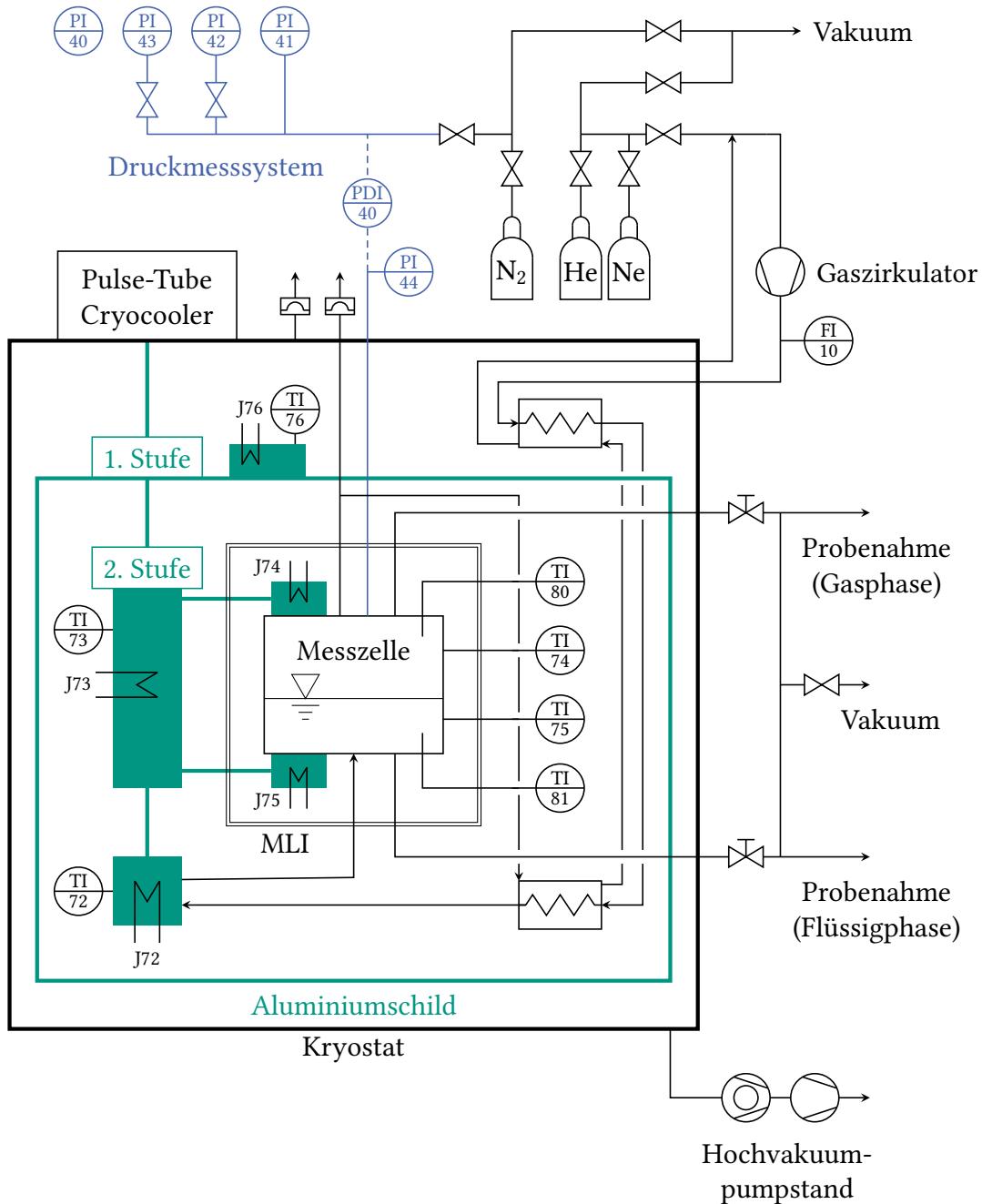


Abbildung 3.1.: Anlagenschema des Tieftemperatur-Phasengleichgewichtsprüfstands CryoPHAEQTS, verändert nach [7]

über J 74 als auch von unten über J 75 beheizt. Die Vorkühlung der Fluide findet über einen Kupferblock statt, der am unteren Ende des Cryocoolers angebracht ist. Dort ist die Temperatur verglichen zur Messzelle etwas erhöht, um eine vorzeitige Kondensation in der Leitung zu verhindern. Über TI 72 wird diese Temperatur gemessen.

Die konstant tiefen Temperaturen können nur erreicht werden, wenn Wärmeeinträge über Leitung, Strahlung sowie Konvektion vermieden werden. Durch die Aufhängung des Behälters an vier hohlen Stahlröhren wird die Querschnittsfläche  $A$  und die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  gesenkt. Daraus resultiert ein geringerer Wärmestrom  $\dot{Q}$  nach dem Gesetz von Fourier [20].

$$\dot{Q} = \lambda A \frac{\Delta T}{s} \quad (3.2)$$

Das Stefan-Boltzmann-Gesetz besagt, dass die Strahlung mit der vierten Potenz der Temperatur einhergeht [21].  $\epsilon$  beschreibt dabei den Emissionsgrad und  $\sigma$  die Stefan-Boltzmann-Konstante.

$$\dot{Q} = \epsilon \sigma A T^4 \quad (3.3)$$

Um die Strahlung des Kryostats bei Raumtemperatur zu minimieren, umgibt die Messzelle das Aluminiumschild. Dessen Temperatur wird durch die erste Stufe des Cryocoolers und den Heizer J 76 auf circa 70 K eingestellt. Somit wird die meiste Wärmestrahlung abgeschirmt. Zusätzlich dient eine mehrlagige Superisolation (MLI) an Messzelle und Teilen der Rohre zu einer weiteren Reduktion des Wärmeeintrags durch Strahlung.

Konvektion entsteht durch die makroskopische Bewegung von Teilchen in einem strömenden Fluid. Durch das Hochvakuum im Kryostat wird der konvektive Wärmeeintrag deutlich reduziert. Dabei wird der zylindrische Stahlbehälter mit einem Volumen von 200 L an einen Hochvakuumpumpstand geschlossen. Dieser erreicht mittels Vorvakuum- und Turbomolekularpumpe einen minimalen Druck bei Raumtemperatur von  $10^{-6}$  bar. Durch den Cryocooler und den daraus entstehenden Kryopumpeneffekt können sogar  $10^{-7}$  mbar im Messbetrieb erzielt werden. Als Sicherheit für den Kryostat dient auch hier eine Berstscheibe, die ab 1,5 bar auslöst.

Eine schnellere Einstellung des Gleichgewichts kann über die Gaszirkulation erreicht werden. Sie beruht auf dem höheren Stoffübergang zwischen den zwei Phasen. Dabei wird die Gasphase durch die Flüssigphase geleitet. In Abbildung 3.2 ist eine schematische Darstellung sichtbar. Der rückgeführte Dampf wird dabei über einen Gegenstromwärmeübertrager von dem austretenden Dampf gekühlt. Über FI 10 kann dieser Massenstrom gemessen werden.

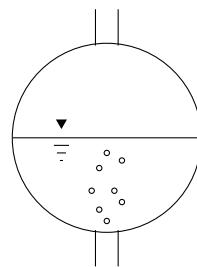


Abbildung 3.2.: Schematische Darstellung der Gaszirkulation

### 3.3. Versuchsdurchführung der Phasengleichgewichtsmessung

Für die Versuchsdurchführung der Phasengleichgewichtsmessung werden Stoffe der Firma Air Liquide mit einer Reinheit von 99,999 Vol-% benutzt. Zunächst wird der Schwersieder in die Messzelle gefüllt und auf die entsprechende Temperatur von 27,0 K, 32,9 K oder 35,9 K abgekühlt. Dabei liegt der Flüssigkeitsstand bei circa einem Viertel der Zelle. Für weitere Messungen wird nach und nach der Leichtsieder hinzugegeben. So wird zuerst der Reinstoffdampfdruck von Neon und anschließend Daten für das jeweilige Neon-Helium-Gemisch gemessen. Da über dem kritischen Punkt von Helium gearbeitet wird, kann eine hundertprozentige Heliumzusammensetzung nicht erreicht werden. In diesem Fall wird die Messzelle bis zu einem maximalen Druck von 100 bar befüllt. Druck und Flüssig- sowie Dampfphasenzusammensetzung stellen sich im Gleichgewicht selbstständig ein. Liegt die Druckschwankung unterhalb von 0,1 % kann von einem Gleichgewicht ausgegangen und die Messdaten aufgenommen werden. Die Gleichgewichtseinstellung kann bis zu vier Tage in Anspruch nehmen. Anschließend werden 200 Messpunkte für Druck- und Temperaturwerte im Abstand von 4 s genommen. Danach wird eine Probe der Flüssigphase über das Handventil gezogen. Die Probenflasche mit einem Volumen von 150 mL wird auf 1 bar befüllt. Vor der Aufgabe in den GC wird durch reinen Wasserstoff ein Fülldruck von 7,5 bar erzielt und die Flasche für 20 min rotiert, um eine gute Durchmischung zu erreichen. Nach fünf Durchläufen im GC wird die Zusammensetzung der Probe berechnet. Eine genauere Beschreibung folgt in Abschnitt 3.4. Nach der Flüssigphasenmessung und der erneuten Einstellung des Gleichgewichts wird die Dampfphase nach dem gleichen Prinzip gemessen. Die Probenflasche wird jedoch nur bis 500 mbar befüllt. Der Unterschied liegt an der benötigten Mindestheliummenge, welcher in der Flüssigphase deutlich niedriger liegt. Wird diese unterschritten kann der GC den Heliumanteil nicht quantitativ detektieren.

Für eine schnellere Gleichgewichtseinstellung wird das Gas vor der Messung zirkuliert. Die Zirkulation wurde für die Hälfte der Messdaten verwendet. Anschließend ist diese ausgefallen, weshalb die Nutzung nicht mehr möglich war.

Während der Messungen hat sich bewährt, zunächst die Flüssig- und im Anschluss die Dampfphasenzusammensetzung zu messen. Grund dafür ist der Druckabfall durch die Probenahme,

welcher bei der Flüssigphase geringer ausfällt.

Um Verunreinigungen während den Messungen zu verhindern, wird die Flasche vor jeder Messung ausgeheizt und in den Kapillaren der Probeentnahme ein Vakuum gezogen. Dieser Vorgang wird „spülen“ genannt und dauert 10 s an.

### 3.4. Kalibrierung des Gaschromatographens

Mittels eines GCs können Zusammensetzungen für unbekannte Gemische ermittelt werden. Dazu muss dieser jedoch kalibriert werden. In der Arbeit wird das Modell 7890B der Firma Agilent benutzt. Als Säule dient die RT®-Msieve 5Å der Firma RESTEK mit einer Länge von 30 m und einem Durchmesser von 0,53 mm. Durch diese strömt die Probe mittels Trägergas, wofür Wasserstoff mit einer Reinheit von 99,999 Vol-% benutzt wird. Über die Messung des Wärmeleitfähigkeitsdetektors, „thermal conductivity detector“ (TCD), kann die Zusammensetzung errechnet werden. Hier wird ein TCD Front benutzt. Die Temperatur der Säule beträgt  $T = -30^{\circ}\text{C}$ , die des Detektors  $T = 150^{\circ}\text{C}$ . Um Verunreinigungen zu entfernen wird die Säule vor den Messungen mit dem Trägergas gespült und ausgeheizt. Die zugehörige Software des GC Agilent OpenLAB misst den Flächeninhalt der jeweiligen Peaks. Für die Umrechnung in Molanteile müssen zunächst fünf Kalibriergeraden erstellt werden. Dazu werden sechs Kalibriermischungen von Air Liquide mit unterschiedlichen Helium- und Neonanteilen vermessen. Die genauen Anteile sind im Anhang Tabelle A.2 gelistet. Zusätzlich wird eine Unsicherheitsberechnung nach GUM durchgeführt. Typ-A-Messunsicherheit fügt sich aus den fünf GC Durchläufen zusammen, die Typ-B-Unsicherheit kann aus dem Zertifikat des Herstellers entnommen werden. Dieses ist im Anhang Tabelle A.3 gelistet.

Für die Bestimmung einer Probenkonzentration werden die zwei Kalibermischungen *A* und *B* benutzt, die bzgl. ihrer Flächenverhältnisse der Probenmischung am nächsten liegen.

Mittels der zwei Kalibermischungen wird eine Kalibriergerade

$$Y_i = b_0 + b_1 X_i, \quad (3.4)$$

mit dem Peakflächenverhältnis  $Y_i = (A_{\text{He}}/A_{\text{Ne}})_i$  der Komponenten Helium und Neon der Kalibermischungen  $i = \{\text{A}, \text{B}\}$  und dem Molverhältnis  $X_i = (z_{\text{He}}/z_{\text{Ne}})_i$  erstellt. Die Kalibrierparameter  $b_0$  und  $b_1$  werden wie folgt berechnet:

$$b_1 = \frac{\bar{Y}_A - \bar{Y}_B}{X_A - X_B} \quad (3.5)$$

$$b_0 = \frac{\bar{Y}_A + \bar{Y}_B}{2} - b_1 \frac{X_A + X_B}{2}. \quad (3.6)$$

$\bar{Y}_i$  stellt den Mittelwert des Flächenverhältnisses dar. Die molare Zusammensetzung der Probe wird über

$$x_{1,\text{exp}} = \frac{\bar{Y}_{\text{exp}} - b_0}{b_1 + \bar{Y}_{\text{exp}} - b_0} \quad (3.7)$$

mit einer Unsicherheit von

$$u(x_{1,\text{exp}}) = k \cdot \left( \frac{b_1}{\bar{Y}_{\text{exp}} - b_0} \right)^2 \left[ \left( \frac{u(b_0)}{b_1} \right)^2 + \left( \frac{\bar{Y}_{\text{exp}} - b_0}{b_1^2} u(b_1) \right)^2 + \left( \frac{u(\bar{Y}_{\text{exp}})}{b_1} \right)^2 \right] \quad (3.8)$$

$$+ 2 \frac{\bar{Y}_{\text{exp}} - b_0}{b_1^3} u(b_0) u(b_1) r(b_0, b_1) \left]^{1/2} \right. \quad (3.9)$$

berechnet. Die Variable  $r$  stellt den Korrelationskoeffizient und  $u(\bar{Y}_{\text{exp}})$  die Typ-A-Unsicherheit der fünf GC-Läufe dar.

Die Reproduzierbarkeit der Kalibriergeraden wird durch die erneute Messung einer Kalibriermischung nach jeder Probenbestimmung geprüft. Die Kalibriergeraden werden neu bestimmt, wenn die neu gemessenen Flächenverhältnisse um mehr als 1 % zu den alten abweichen. In dieser Arbeit waren keine Neubestimmungen nötig.

## 4. Ergebnisse und Diskussion

Die Ergebnisse der Phasengleichgewichtsmessung von Neon-Helium-Gemischen mit anschließender Diskussion hinsichtlich der Genauigkeit der Ergebnisse folgt in Kapitel 4. Eine genauere Betrachtung des Tieftemperatur-Phasengleichgewichtsprüfstands von Heck und Barrick ermöglicht die Unterschiede und Gemeinsamkeiten der Anlage und der daraus resultierenden Messergebnissen zu erkennen. Die kubische Zustandsgleichung von Peng Robinson wird an das Phasengleichgewicht angepasst, um mögliche Konsistenztests durchzuführen.

### 4.1. Phasengleichgewichtsmessungen

Innerhalb der vorliegenden Arbeit werden zwei Isothermen mittels sieben und acht Messpunkten und zwei einzelne Punkte des Dampf-Flüssiggleichgewichts von Neon-Helium-Gemischen experimentell untersucht. Es werden Messdaten für die Isotherme bei 35,9 K aufgenommen. Mit einer Abkühlung und erneuten Einstellung des Gleichgewichts werden Messungen bei 32,9 K und 27,0 K durchgeführt. Die Ergebnisse sind Tabelle 4.1 zu entnehmen. Dort sind die Messwerte für Temperatur, Druck und Zusammensetzung der Flüssig- und Dampfphase sowie deren jeweilige Messunsicherheiten gelistet.

Durch die Messung der Temperatur im Fluid ist eine Einstellung der exakt selben Temperatur für eine Isotherme erschwert, jedoch werden genauere und vom Füllstand unabhängige Temperaturmessergebnisse erzielt. Dadurch ist die Typ-A-Messunsicherheit der Messpunkte deutlich geringer als deren Typ-B-Unsicherheit. Aufgrund der erweiterten Unsicherheit kann der Temperaturunterschied innerhalb einer Isothermen vernachlässigt werden.

Tabelle 4.1.: Experimentelle VLE-Daten von Neon(2)-Helium(1)-Gemischen mit zugehöriger Unsicherheiten

| $T$ / K | $p$ / bar | $x_1$ / - | $y_1$ / - | $u(T)$ / K | $u(p)$ / bar<br>nach GUM | $u(p)$ / bar<br>systematisch | $u(x_1)$ / - | $u(y_1)$ / - |
|---------|-----------|-----------|-----------|------------|--------------------------|------------------------------|--------------|--------------|
| 35,915  | 7,652     | 0,000     | 0,000     | 0,016      | 0,000                    | 0,008                        | 0,000        | 0,000        |
| 35,924  | 10,718    | -         | 0,200     | 0,016      | 0,001                    | 0,011                        | -            | 0,005        |
| 35,911  | 25,021    | -         | 0,526     | 0,016      | 0,001                    | 0,025                        | -            | 0,005        |
| 35,886  | 41,871    | 0,076     | 0,612     | 0,016      | 0,003                    | 0,042                        | 0,004        | 0,014        |
| 35,892  | 55,114    | 0,104     | 0,621     | 0,016      | 0,003                    | 0,055                        | 0,003        | 0,013        |
| 35,882  | 68,305    | 0,146     | 0,613     | 0,016      | 0,005                    | 0,068                        | 0,003        | 0,014        |
| 35,879  | 88,728    | 0,222     | 0,555     | 0,016      | 0,008                    | 0,089                        | 0,009        | 0,006        |
| 32,902  | 4,304     | 0,000     | 0,000     | 0,015      | 0,001                    | 0,004                        | 0,000        | 0,000        |
| 32,895  | 12,939    | -         | 0,577     | 0,015      | 0,001                    | 0,013                        | -            | 0,005        |
| 32,896  | 31,275    | 0,036     | 0,724     | 0,015      | 0,003                    | 0,031                        | 0,005        | 0,005        |
| 32,881  | 45,646    | 0,063     | 0,756     | 0,015      | 0,004                    | 0,046                        | 0,004        | 0,004        |
| 32,886  | 57,713    | 0,084     | 0,758     | 0,015      | 0,007                    | 0,058                        | 0,004        | 0,004        |
| 32,876  | 77,667    | 0,116     | 0,745     | 0,015      | 0,015                    | 0,078                        | 0,003        | 0,005        |
| 32,871  | 86,113    | 0,130     | 0,735     | 0,015      | 0,011                    | 0,086                        | 0,003        | 0,005        |
| 32,855  | 95,669    | 0,144     | 0,724     | 0,015      | 0,009                    | 0,096                        | 0,003        | 0,005        |
| 27,018  | 9,950     | -         | 0,870     | 0,013      | 0,001                    | 0,010                        | -            | 0,008        |
| 26,985  | 45,903    | 0,033     | 0,921     | 0,012      | 0,002                    | 0,046                        | 0,006        | 0,002        |

Die Messwerte aus Tabelle 4.1 sind in Abbildung 4.1 logarithmisch aufgetragen. Die Zustandsgleichung von Tkaczuk et al. ist für drei Temperaturen als Isotherme eingezeichnet [15]. Die einzelnen Punkte stellen experimentelle Daten von Heck und Barrick ( $\circ$ ), Knorn ( $\Delta$ ) und der in dieser Arbeit vermessenen Werte ( $\square$ ) dar. Die verwendeten Literaturdaten sind im Anhang dem Abschnitt A.4 zu entnehmen. Die unterschiedlichen Farben stehen für unterschiedliche Isothermen. Blau stellt die Temperatur von 35,9 K, grün von 32,9 K und orange von 27,0 K dar.

Die Temperaturen der Vergleichsversuche unterscheiden sich um wenige Millikelvin voneinander und zu den in der Arbeit gemessenen Daten. Aufgrund der angegebenen Messunsicherheiten von  $\pm 0,05$  K bei den Daten von Heck und Barrick und  $\pm 0,02$  K sowohl bei den Daten von Knorn als auch des CryoPHAEQTS-Prüfstands sind die Temperaturunterschiede vernachlässigbar klein. Die gemittelten Temperaturen liegen bei 27,0 K, 32,9 K und 35,9 K.

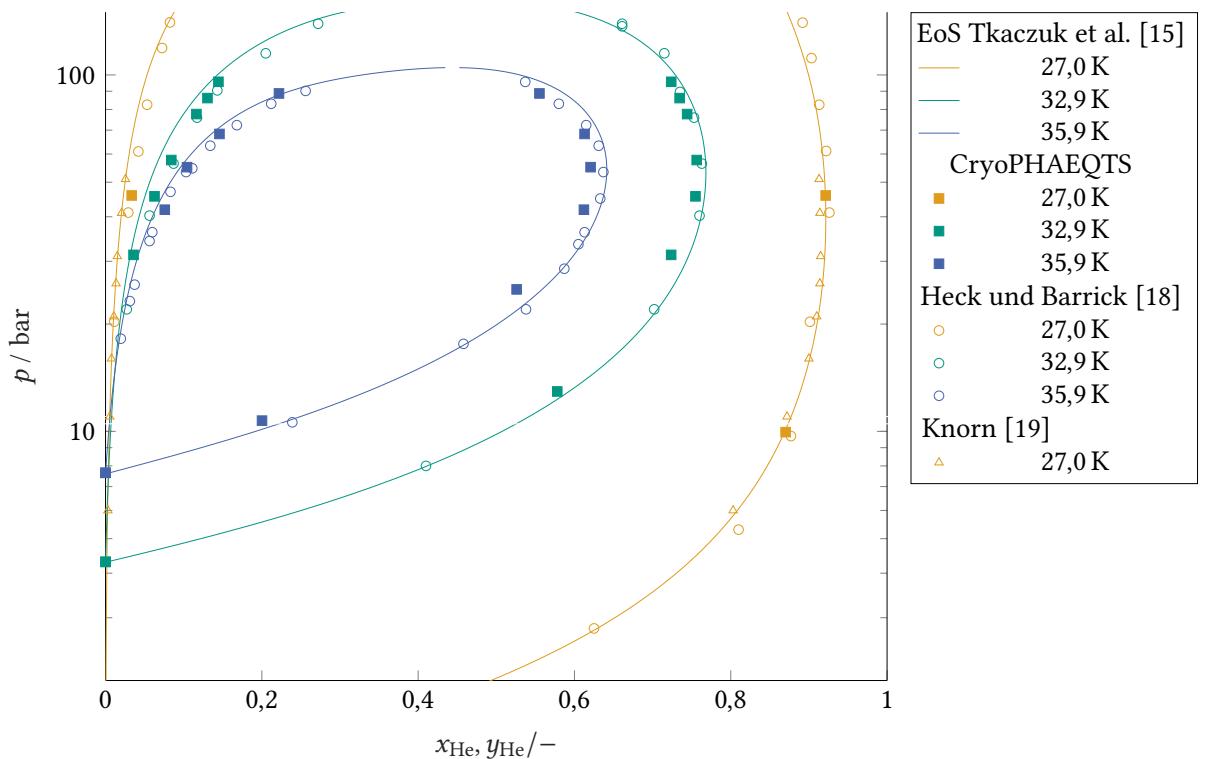


Abbildung 4.1.: Vergleich der Messdaten mit experimentellen Literaturdaten und der Zustandsgleichung von Tkaczuk et al.

Die Unsicherheiten der Druckmessungen am CryoPHAEQTS-Prüfstand berechnet nach GUM liegen bei  $\pm 0,02\%$  des Messwerts. Diese können vor allem durch den Druckunterschied zwischen Probenahme der Flüssig- und Dampfphase begründet werden. Der exakt selbe Druck stellt sich nach der Entnahme der Flüssigphase nicht mehr ein, weshalb die Dampfphase meist bei einem etwas niedrigeren Druck genommen wird. Die akzeptierte Druckschwankung liegt bei unter  $0,1\%$  des vorher gemessenen Drucks. Dieser systematische Fehler ist deutlich höher als die Unsicherheit berechnet nach GUM. Dadurch wird die korrigierte Druckunsicherheit mit  $\pm 0,1\%$  des Messwertes angegeben.

Eine Bewertung der Flüssig- und Dampfphasenzusammensetzung bietet die Berechnung der mittleren absoluten Abweichung, „average absolute deviation“ (AAD), und der mittleren relativen Abweichung, „average relative deviation“ (ARD), in Bezug auf die Referenzdaten von Tkaczuk et al.  $z_{\text{ref}}$ . Hierfür eignen sich jedoch nur die Messergebnisse der zwei Isothermen bei  $32,9\text{ K}$  und  $35,9\text{ K}$ ,  $z_{\text{exp}}$ , da eine Vielzahl an Messwerten benötigt wird.

Zudem können nur Werte für die Berechnungen herangezogen werden, bei denen sowohl bei der Flüssig- als auch der Dampfzusammensetzung eine quantitative Detektion im GC möglich war. In den Gleichungen 4.1 und 4.2 sind die Formeln für die Berechnung der AAD und ARD angegeben.

$$AAD = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |z_{\text{exp},i} - z_{\text{ref},i}| \quad (4.1)$$

$$ARD = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{|z_{\text{exp},i} - z_{\text{ref},i}|}{z_{\text{ref},i}} \quad (4.2)$$

Die Referenzzusammensetzungen werden mittels der Referenzzustandsgleichung von Tkaczuk et al. berechnet. Diese ist über Temperatur und Druck nach der Gibbsschen Phasenregel eindeutig bestimmt. Um einen Vergleich mit den experimentellen Daten durchführen zu können, werden Temperatur und Druck für ein Wertepaar  $i$  konstant gehalten.

Die Ergebnisse der ARD der Messreihen des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K (grün) und 35,9 K (blau), sowie von Heck und Barrick bei den selben Temperaturen, sind in der folgenden Abbildung 4.2 dargestellt. Der Unterschied zwischen Flüssig- und Dampfphase ist durch die Transparenz der Farben zu erkennen.

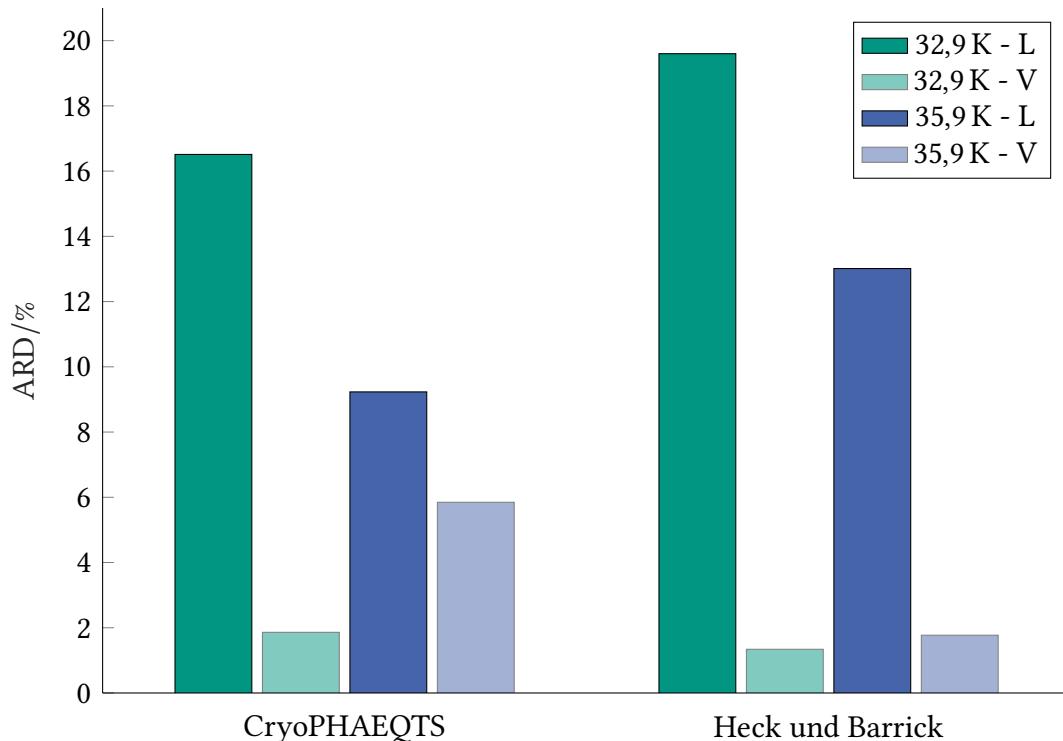


Abbildung 4.2.: Mittlere relative Zusammensetzungsabweichung der Flüssig- (L) und Dampfphase (V) der CryoPHAEQTS- und Literaturdaten zu Tkaczuk et al.

Alle berechneten AAD und ARD Werte sind Tabelle 4.3 zu entnehmen. Zusätzlich sind die Abweichungen der Literaturdaten zu denen von Tkaczuk et al. bei einer Temperatur von 27,0 K gelistet. So ist ein Vergleich der Literaturdaten von Knorn und Heck und Barrick möglich. Eindeutig zu erkennen ist, dass die ARD aller Flüssigdaten stets höher liegen als die der

Dampfdaten. Die AAD der Daten pendelt bis auf zwei Ausnahmen um den Wert 0,010. Dies bedeutet, dass die absolute Abweichung quasi konstant bleibt, der erhöhte Heliumanteil in der Dampfphase aber zu einer geringeren relativen Abweichung führt.

Tabelle 4.3.: AAD und ARD der CryoPHAEQTS- und Literaturwerte zu Tkaczuk et al.-Daten

| Datensatz        | $T / K$ | $AAD^L / -$ | $ARD^L / -$ | $AAD^V / -$ | $ARD^V / -$ |
|------------------|---------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Knorn            | 27,0    | 0,000       | 0,034       | 0,005       | 0,005       |
| Heck und Barrick | 27,0    | 0,009       | 0,196       | 0,013       | 0,015       |
| CryoPHAEQTS      | 32,9    | 0,012       | 0,165       | 0,013       | 0,019       |
| Heck und Barrick | 32,9    | 0,017       | 0,196       | 0,009       | 0,013       |
| CryoPHAEQTS      | 35,9    | 0,009       | 0,092       | 0,026       | 0,058       |
| Heck und Barrick | 35,9    | 0,011       | 0,130       | 0,009       | 0,018       |

Im direkten Vergleich der ARD der vorliegenden Daten haben die Ergebnisse von Knorn die geringsten Abweichungen zu den Daten von Tkaczuk et al. Dies lässt sich damit erklären, dass die Referenzgleichung von Tkaczuk et al. an die Daten von Knorn zu Hundertprozent und von Heck und Barrick nur zur Hälfte angepasst wurde. Die ARD-Werte der Flüssigphase des CryoPHAEQTS-Prüfstands, obwohl diese nicht an die Referenzgleichung angepasst sind, liegen niedriger als die von Heck und Barrick.

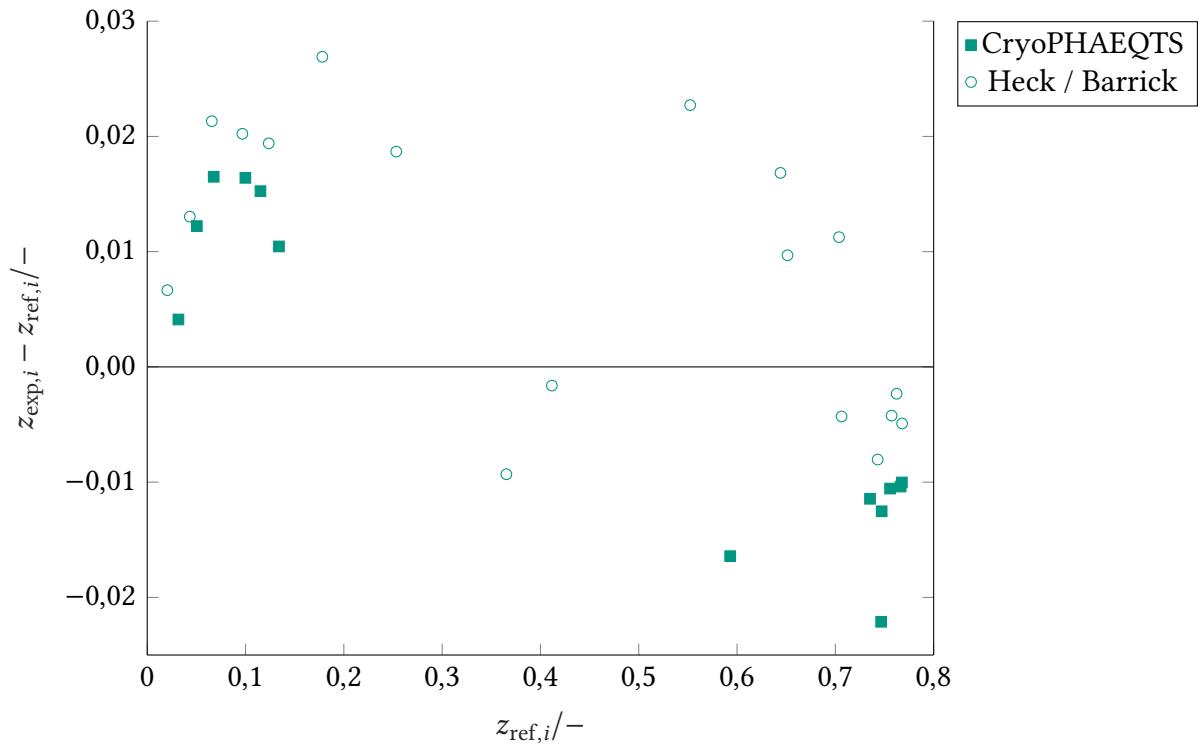


Abbildung 4.3.: Zusammensetzungsdifferenz der experimentellen Daten zu Referenzwerten von Tkaczuk et al. bei  $T = 32,9 \text{ K}$

Abbildung 4.3 und Abbildung 4.4 zeigen die Differenz der experimentellen Flüssig- und Dampfphasenzusammensetzung im Vergleich zu den Werten der Referenzzustandsgleichung von Tkaczuk et al. aufgetragen über der Referenzzusammensetzung bei den Temperaturen  $T = 32,9\text{ K}$  und  $T = 35,9\text{ K}$ . Bei beiden Temperaturen ist zu erkennen, dass die Differenz der Flüssigphase gemessen am CryoPHAEQTS-Prüfstand geringer ist als bei den Messdaten von Heck und Barrick. Die Werte der Dampfphase zeigen gegenteiliges auf. Damit bestätigen die Differenzwerte die berechneten ARD-Daten und sind ein erstes Indiz für thermodynamisch konsistente Daten.

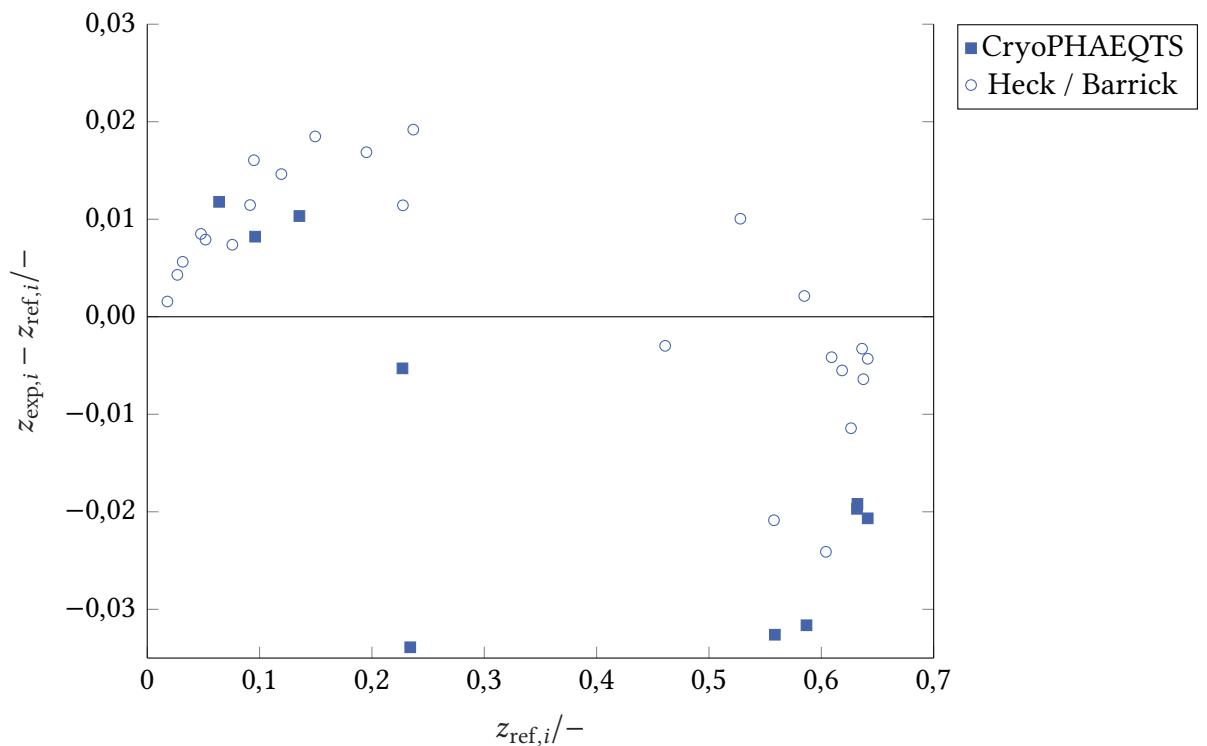


Abbildung 4.4.: Zusammensetzungsdifferenz der experimentellen Daten zu Referenzwerten von Tkaczuk et al. bei  $T = 35,9\text{ K}$

Für die Zusammensetzungsbestimmung werden zunächst die Kalibrierflaschen vermessen. Diese haben laut Hersteller eine relative Unsicherheit der Zusammensetzung von  $\pm 2\%$  und bilden die Grundlage für die Unsicherheitsberechnung der Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands. Wie in Abschnitt 3.4 beschrieben, werden anhand dieser Unsicherheiten (Typ-B-UNSicherheit) und der Typ-A-UNSicherheit aus fünf Messungen die kombinierte Unsicherheit berechnet. Dabei entstehen Unsicherheiten der Zusammensetzung von 0 bis 0,014. In Abbildung 4.5 sind die absoluten Unsicherheiten bei allen Temperaturen über der Zusammensetzung des Neon-Helium-Systems aufgetragen. Durch die Verwendung fünf verschiedener Kalibriergeraden kommt es zu unterschiedlich hohen Unsicherheiten bei teils ähnlichen Zusammensetzungswerten.

Die maximale relative Unsicherheit der Daten beträgt 4 %. Daraus ist zu schließen, dass die GC-Analyse eine hinzukommende Fehlerquelle darstellt.

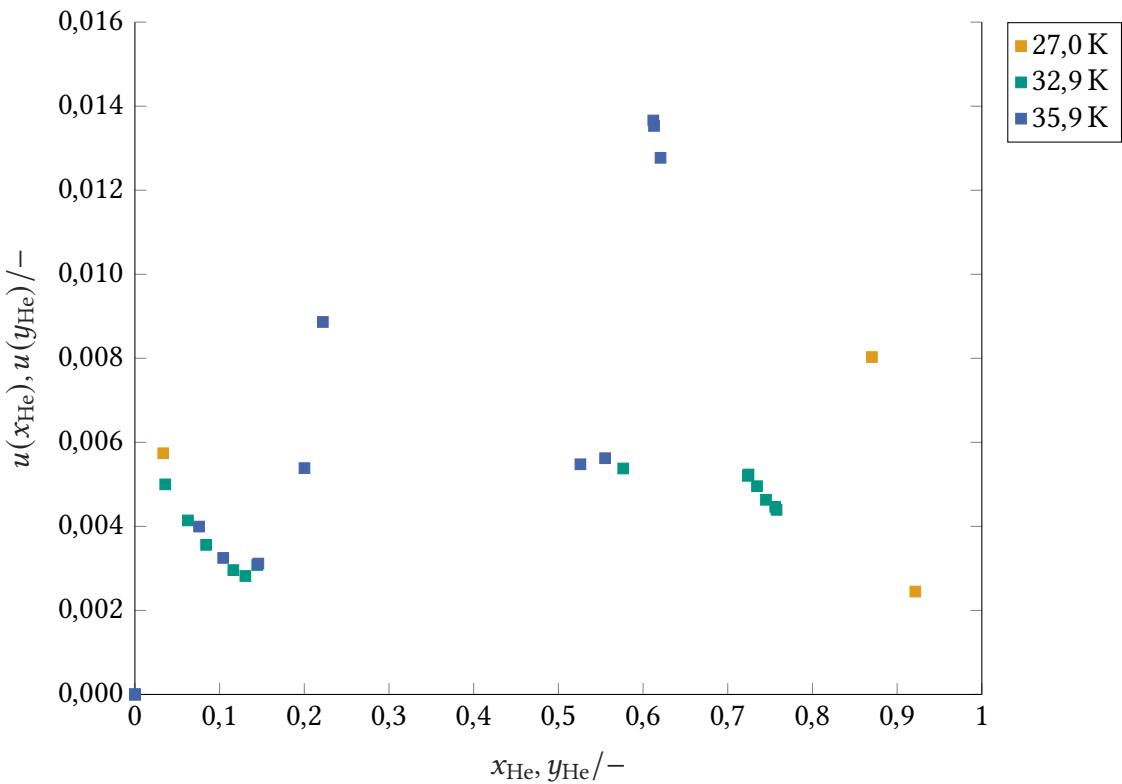


Abbildung 4.5.: Unsicherheit der Zusammensetzungsbestimmung über dem Konzentrationsbereich des Neon-Helium-Systems

In Abbildung 4.6 und Abbildung 4.7 sind die Unsicherheiten der Flüssig- und Dampfphasenzusammensetzung des CryoPHAEQTS-Prüfstands im Vergleich zu den experimentellen Literaturdaten von Heck und Barrick bei  $T = 32,9$  K dargestellt. Bei dieser Temperatur liegen die meisten Messergebnisse vor, womit eine bessere Tendenz sichtbar ist. Für die Zusammensetzungsdaten von Heck und Barrick liegen keine vernünftigen Unsicherheitsangaben vor. Wird für deren Messdaten von ähnlichen Unsicherheiten wie die des CryoPHAEQTS-Prüfstands ausgegangen, weisen die Messergebnisse der beiden Anlagen sehr ähnliche Zusammensetzungen bei gleichem Druck und gleicher Temperatur auf. Jedoch enthalten die experimentellen Daten von Heck und Barrick in beiden Phasen einen etwas höheren Heliumanteil.

Dieser Unterschied ist auf drei mögliche Ursachen zurück zu führen: die Druck-, die Temperatur- oder die Zusammensetzungsmessung.

Die Druckmessung findet in beiden Anlagen über genaue Sensoren statt, wodurch dieser Fehler als sehr unwahrscheinlich gilt. Eine Abweichung aufgrund der Temperaturmessung ist nicht auszuschließen, da unterschiedliche Messmethoden benutzt werden. Durch die Messung der

Wandtemperatur, wie bei Heck und Barrick praktiziert, können abweichende Temperaturen im Fluid entstehen und zunächst unentdeckt bleiben. So ist eine mögliche Fehlerquelle das Messen bei einer anderen Fluidtemperatur als der Wandsensor angibt. Als letzter Grund gilt die Zusammensetzungabweichung. Diese ist der wahrscheinlichste Fehler, da keine genauen Sensoren verwendet werden können. Des Weiteren kann es durch kürzere Wartezeiten für eine Gleichgewichtseinstellung zu einer höheren Heliumkonzentration in der Dampfphase kommen. Ist das Gleichgewicht nicht vollständig erreicht, ist möglicherweise noch zu viel Helium in der Dampfphase enthalten und nicht in die Flüssigphase kondensiert. Dadurch kommt es zu einer Verschiebung der Isothermen. Die Erklärungen durch die verkürzte Wartezeit oder die verschobene Temperaturmessung werden durch Abbildung 4.7 bekräftigt. Abbildung 4.6 widerlegt diese, da auch dort die Messdaten von Heck und Barrick einen höheren Heliumanteil aufweisen, jedoch mit einem deutlich kleineren Unterschied in den Zusammensetzungswerten.

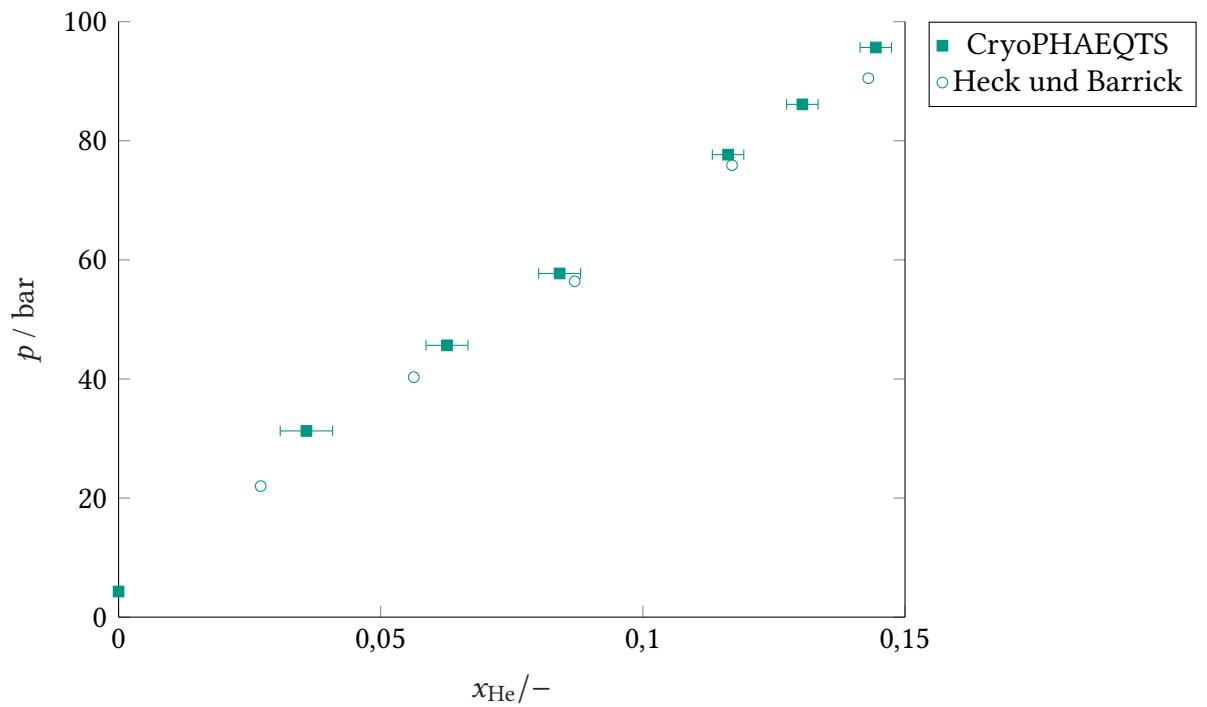


Abbildung 4.6.: Unsicherheit der Flüssigphasenzusammensetzung im Vergleich zu den experimentellen Literaturdaten von Heck und Barrick bei 32,9 K

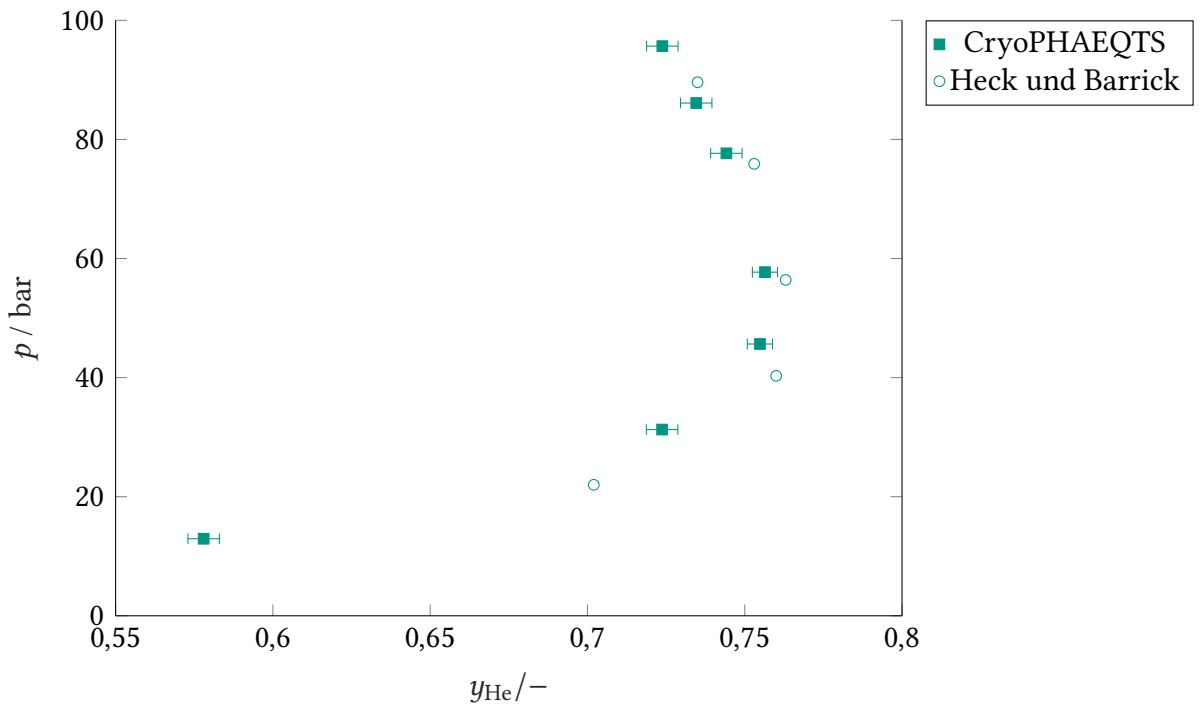


Abbildung 4.7.: Unsicherheit der Dampfphasenzusammensetzung im Vergleich zu den experimentellen Literaturdaten von Heck und Barrick bei 32,9 K

Alle Vergleiche mit Referenzwerten wurden stets mit der Zustandsgleichung von Tkaczuk et al. durchgeführt. Diese zeigt nicht die Realität auf, sondern ist aktuell der beste Vergleich. Die aktuell genauesten Daten weisen die Messungen von Heck und Barrick, sowie Knorn auf. Aus diesem Grund kann die Zustandsgleichung für keinen Konsistenztest verwendet werden.

Durch die Erkenntnis von Preetzmann und Span kann die Zustandsgleichung nicht für die Berechnung weiterer thermodynamischer Größen herangezogen werden. Diese haben Dichtemessungen des Neon-Helium-Gemisch bei Temperaturen von 100 K bis 233 K und Drücken bis 100 bar durchgeführt [22]. Dabei kam es zu Abweichungen der Dichten von bis zu 2,35 % zu den Dichten berechnet durch die Zustandsgleichung von Tkaczuk et al. Aufgrund von mangelnden Dichtevorhersagen kann dies ein Indiz für eine schlechte Abbildung von weiteren thermodynamischen Größen sein.

Weitere Zustandsgleichungen haben Aasen et al. entwickelt [23]. Diese basieren auf den Zustandsgleichungen von Peng Robinson und Soave Redlich Kwong, jedoch mit ergänzenden Faktoren. Das klassische Covolumen  $b$  wird dabei um einen quantenkorrigierten und temperaturabhängigen Faktor  $\beta(T)$  zu  $b_q(T)$  erweitert. Dieser ist abhängig von zwei komponentenspezifischen Parametern  $A$  und  $B$ . Damit wird die Quantenschwelle des Teilchenvolumens im Vergleich zum Volumen am kritischen Punkt berücksichtigt. Zusätzlich wird die  $\alpha$ -Funktion durch die Twu-Funktion mit den drei Parametern  $L$ ,  $M$  und  $N$  ersetzt. Dadurch werden die

Quanteneffekte im anziehenden Term berücksichtigt. Gleichung 4.3 und Gleichung 4.4 zeigen die Berechnung beider Parameter.

$$b_q(T) = b\beta(T) = b \cdot \left(1 + \frac{A}{T + B}\right)^3 / \left(1 + \frac{A}{T_c + B}\right)^3 \quad (4.3)$$

$$\alpha(T) = (T/T_c)^{N(M-1)} \exp\left(L(1 - (T/T_c)^{MN})\right) \quad (4.4)$$

Die Mischungsregeln sind sowohl für  $a$  und  $b$  quadratisch. Als letzte Modifikation wird die Péneloux Volumentranslation  $c$  betrachtet. Diese wird mit einer linearen Mischungsregel benutzt. Aufgrund dieser Anpassungen können genauere thermodynamischen Eigenschaften vorhergesagt werden. Bei sehr niedrigen Temperaturen ergeben die Zustandsgleichungen für Helium jedoch keine aussagekräftigen Ergebnisse. Die Entwicklung kubischer Zustandsgleichungen für Quantenfluide von Aasen et al. zeigt eine Möglichkeit thermodynamische Eigenschaften in vielen Bereichen für diese Stoffe vorherzusagen. Neon-Helium-Gemische bei niedrigen Temperaturen und hohen Drücken werden jedoch schlecht abgebildet. Deshalb können diese Zustandsgleichungen in der Arbeit nicht weiter verwendet werden.

## 4.2. Vergleich des CryoPHAEQTS-Prüfstands und des von Heck und Barrick

Eine Anaylse der Anlage und Vorgehensweise der Messungen von Heck und Barrick anhand der Dissertation von Heck zeigt die Unterschiede zu dem CryoPHAEQTS-Prüfstand auf [24]. Der Aufbau der Anlage ist ähnlich, jedoch enthält die Anlage von Heck und Barrick einen Tank für Ballastvolumen, welcher Druckschwankungen durch eine Probeentnahme verhindert. Zusätzlich wird die Messzelle nicht über einen Cryocooler gekühlt. Anstelle dessen wird diese über kalten aufsteigenden Dampf aus einem Becken mit siedend flüssigen Wasserstoff bei einer Temperatur von 20 K kalt gehalten. Zusätzliche Heizer dienen der genauen Temperatureinstellung. Die Temperaturmessung erfolgt über einen Platin-Widerstandsthermometer in der oberen Messzellenwand, jedoch wird über ein differentielles Thermoelement die Temperatur im Inneren der Messzelle überprüft. Die Unterschiede betragen höchstens  $\pm 0,15$  K. Die Unsicherheit des Sensors wird mit  $\pm 0,05$  K angegeben. Zur Druckmessung dienen zwei Heise Sensoren, welche zwischen 0 und 100 bar, sowie 100 und 300 bar ihren Messbereich haben. Die Unsicherheit dieser liegen bei  $\pm 0,1$  bar für den ersten Sensor und bei  $\pm 0,3$  bar für den zweiten Sensor. Die Probe des Dampfes und der Flüssigkeit wird direkt aus der entsprechenden Phase entnommen. Die Unsicherheit hierfür wird mit  $\pm 3\%$  bezogen auf eine von ihnen modellierte Isotherme angegeben. Unisicherheiten nach GUM oder anderen internationalen Vergleichs-

werten werden nicht genannt. Eine Gaszirkulation beschleunigt auch in dieser Anlage die Phasengleichgewichtseinstellung. Diese wird erst kurz vor der Probeentnahme ausgeschalten. Die Einstellung des Phasengleichgewichts dauert 15 min bis 60 min. Dies beruht auf den Angaben der Messungen des Helium-Ethan-Systems, für welche laut Heck das gleiche Equipment und Verfahren benutzt wird. Die Reinheit der Gase wird mit 99,992 % für Neon und 99,998 % für Helium angegeben. Dabei ist der jeweils andere Stoff die hauptsächliche Verunreinigung.

Die Druckmessung des CryoPHAQTS-Prüfstands findet über ein sekundäres Stickstoffsystem statt. Die akzeptierte Druckschwankung nach der Probeentnahme der Flüssigphase liegt bei unter  $\pm 0,1\%$ . Die Unsicherheit nach GUM bei  $\pm 0,02\%$  des Messwerts. Durch die Kühlung mittels eines Cryocoolers können die tiefen Temperaturen konstant gehalten werden. Dies bietet einen Vorteil gegenüber des endlichen flüssigen Wasserstoffs. Während die primäre Temperaturmessung bei Heck und Barrick an der oberen Messzellenwand stattfindet, wird in dieser Arbeit die Temperatur im Fluid selber gemessen. Dies beruht auf den Erkenntnissen der Arbeit von Mair [7]. Dort wurde eine füllstandsabhängige Temperaturmessung beobachtet, falls diese über die Zellwand erfolgt. Unabhängige Ergebnisse können durch die Messung der Temperatur im Fluid selbst erzielt werden. Die Unsicherheit der Temperaturmessungen liegt dabei bei  $\pm 0,02\text{ K}$  und ist damit etwas kleiner als bei der Anlage von Heck und Barrick. Die Temperaturen einer Isotherme schwanken zusätzlich um  $\pm 0,02\text{ K}$ . Durch die Messung der Temperatur im Fluid ist eine Einstellung der exakt selben Temperatur für eine Isotherme erschwert, jedoch werden genauere Ergebnisse erzielt. Einen weiteren Unterschied stellt die Verwendung der Gaszirkulation dar. Heck und Barrick schalten diese kurz vor der Probenahme aus, während in dieser Arbeit ein Phasengleichgewicht des ruhenden Gemisches erreicht wird. Die getrennte Probenahme von Dampf- und Flüssigphase sowie die Verwendung eines GCs vereinen beide Anlagen. Die relative Zusammensetzungunsicherheit des CryoPHAEQTS-Prüfstandes liegt bei  $\pm 4\%$ . Die absolute bei maximal 0,014.

### 4.3. Modellierung der Phasengleichgewichte

Für eine Modellierung der Phasengleichgewichte wird die kubische Zustandsgleichung von Peng Robinson an die experimentellen Daten bei den Isothermen von 32,9 K und 35,9 K angepasst [25]. Hierfür wird der binäre Wechselwirkungsparameter  $k_{i,j}$  angepasst. Zudem wird untersucht, welche Auswirkung die Erhöhung des kritischen Punktes von Helium nach Rowland hat [26]. Die hier untersuchte Zustandsgleichung basiert auf den kritischen Punkten der Reinstoffe [23]. Dieser liegt für Helium bei einem Druck von 2,275 bar und einer Temperatur von 5,195 K und damit deutlich unter der Temperatur der Messungen dieser Arbeit. Bei sehr geringen Temperaturen beeinflussen Quanteneffekte die Eigenschaften der Stoffe [26]. Bei höheren Temperaturen werden deren Auswirkungen verschwindend klein und haben kaum mehr

einen Einfluss. Um diesen Wegfall der Quanteneffekte zu berücksichtigen, hat Rowland einen angepassten kritischen Punkt von Helium errechnet. Dieser liegt bei einer Temperatur von 11,73 K und einem Druck von 5,68 bar [26]. Zudem passt er den azentrischen Faktor von Helium von  $\omega = -0,3836$  [12] auf  $\omega = -0,365$  an. Rein physikalisch kann der azentrische Faktor nicht kleiner null sein, da er die Abweichungen eines Stoffes zu einer idealen Kugel angibt [27]. Diesbezüglich wird neben den oben genannten Veränderungen auch  $\omega = 0$  untersucht. Mittels der Methode der kleinsten Fehlerquadrate werden die Abweichungen der experimentellen Daten zu den modellierten Zustandsgleichungen berechnet und ausgewertet. Die Abbildungen 4.8 und 4.9 zeigen die optimalen Anpassungen. So liegt bei 32,9 K das kleinste Fehlerquadrat bei einem angepassten kritischen Punkt und einem azentrischen Faktor von  $\omega = 0$  vor. Aus den Parametern resultiert ein binäre Wechselwirkungsparameter von  $k_{i,j} = -0,0217$ . Bei 35,9 K zeigt der originale kritische Punkt und dessen azentrischer Faktor, sowie  $k_{i,j} = 0,1746$  die besten Ergebnisse. Im Abschnitt A.5 sind alle weiteren Anpassungen mit ihren Graphen gelistet.

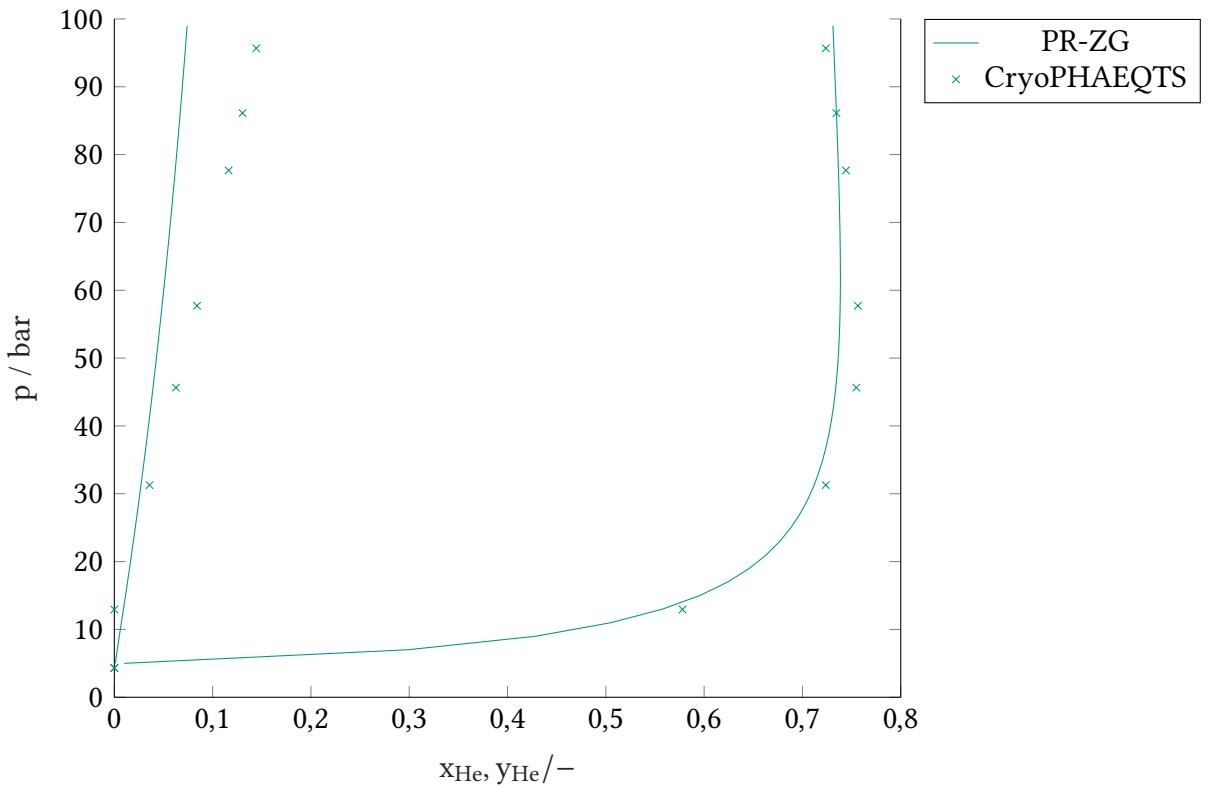


Abbildung 4.8.: Optimale angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K

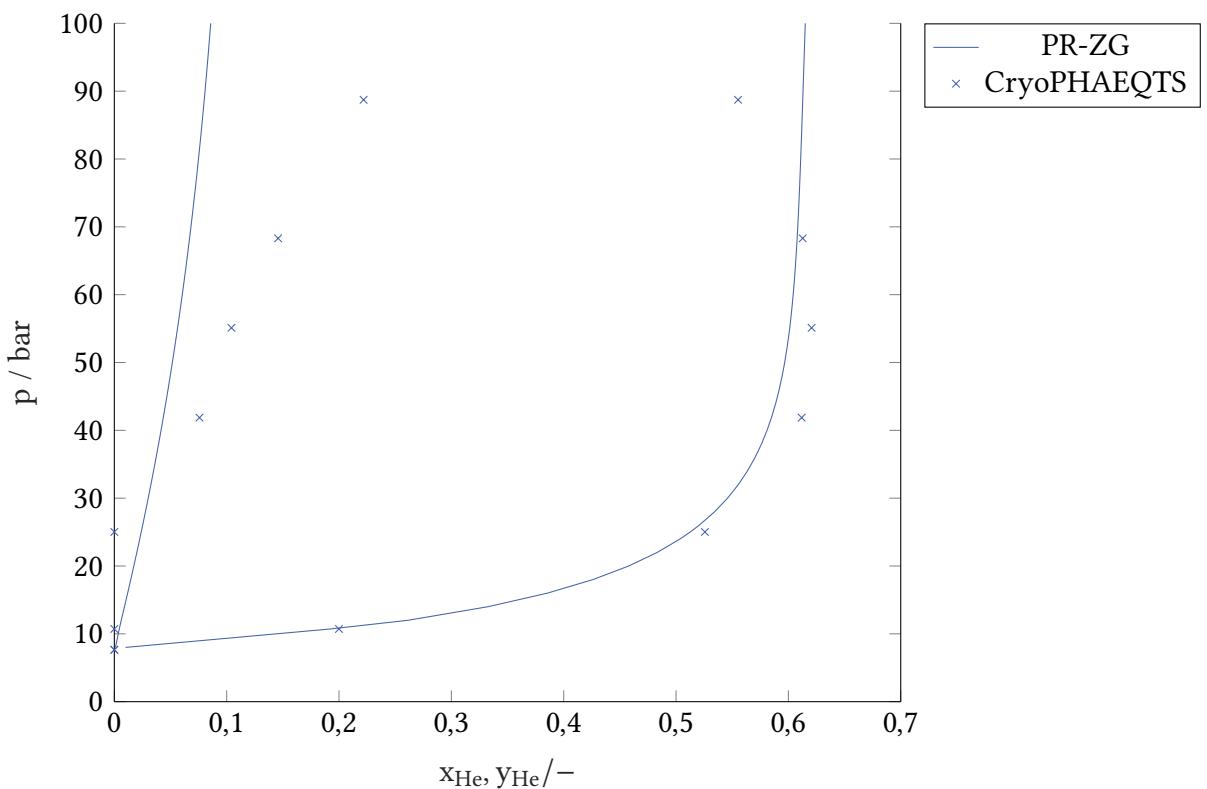


Abbildung 4.9.: Optimale angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K

Abbildung 4.10 und Abbildung 4.11 zeigen die Fehlerquadrate der vier Anpassungen für die jeweilige Temperatur. Daraus ist zu erkennen, dass die Anpassungen einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Fehlerquadrate zeigen. Die Zustandsgleichung von Peng Robinson bildet die experimentellen Daten schlecht ab. Dies ist ein strukturelles Problem bei Peng Robinson Zustandsgleichungen für dieses Systems. Vor allem Werte nahe der kritischen Punkte werden schlecht abgebildet. Damit eignet sich die Zustandsgleichung weder zur Berechnung weiterer thermodynamischer Größen, noch zu einem Konsistenztest.

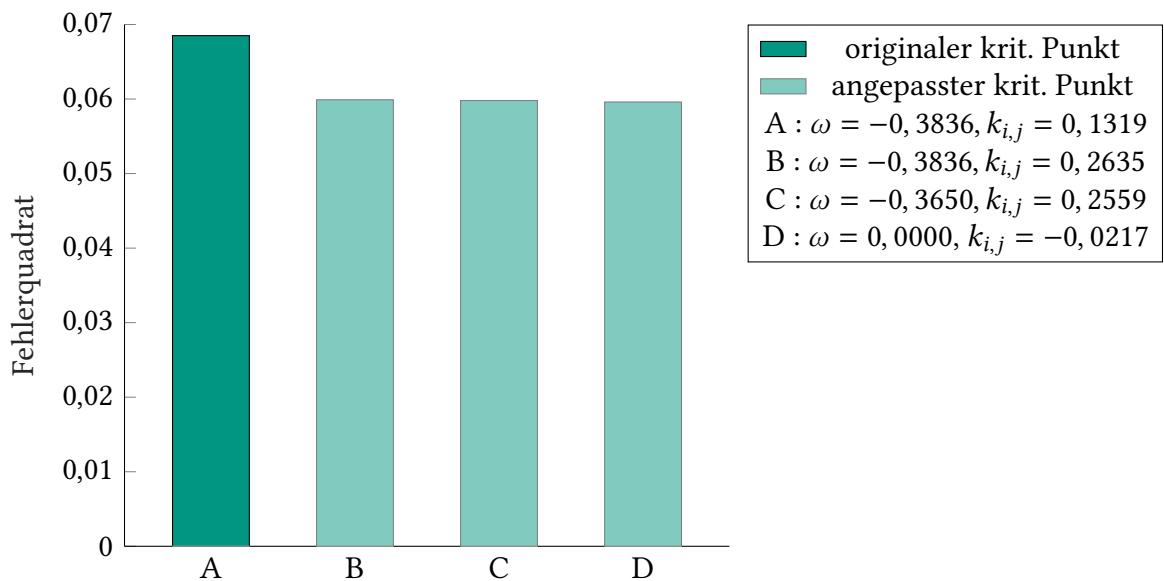


Abbildung 4.10.: Vergleich der unterschiedlichen Modellierungen aufgetragen in deren Fehlerquadrate

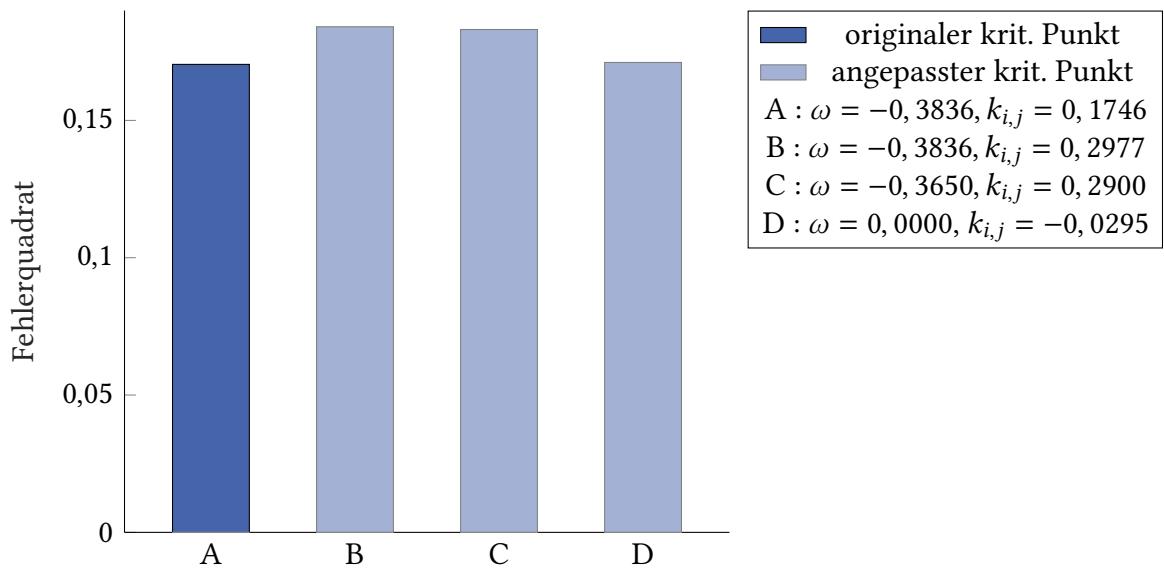


Abbildung 4.11.: Vergleich der unterschiedlichen Modellierungen aufgetragen in deren Fehlerquadrate

## 5. Zusammenfassung und Ausblick

Für die Verflüssigung von Wasserstoff werden Kälteanlagen mit technisch passenden Kältemitteln benötigt. Ein hierfür verwendbares Kältemittel stellt das Neon-Helium-Gemisch dar. Im Rahmen der Arbeit wurde das Neon-Helium-Gemisch durch Messungen des Dampf-Flüssiggleichgewichts an dem Tieftemperatur-Phasengleichgewichtsprüfstand CryoPHAEQTS experimentell untersucht. Dazu wurden zwei Isothermen bei einer Temperatur von 35,9 K und 32,9 K und zwei einzelne Punkten bei 27,0 K aufgenommen. Für die Zusammensetzungsbestimmung der Flüssig- und Dampfphase wurde der GC kalibriert. Die Unsicherheitsbestimmung der Messwerte erfolgte nach GUM. Dabei können die Unsicherheiten mit  $\pm 0,02$  K für die Temperatur, maximal 0,1 bar für den Druck und maximal 0,014 für die Flüssig- und Dampfphase angegeben werden. Ein Vergleich mit Literaturdaten zeigte, dass der CryoPHAEQTS-Prüfstands genaue VLE-Daten bei tiefen Temperaturen und hohen Drücken liefert. Obwohl die Zustandsgleichung von Tkaczuk et al. an die Daten von Heck und Barrick angepasst wurde, lag die mittlere relative Zusammensetzungsbereichung teils höher als bei den Messergebnissen des CryoPHAEQTS-Prüfstands. Dort beliefen sie sich maximal auf 16,5 % im Vergleich zu den Werten von Tkaczuk et al. Da keine hinreichend genaue Zustandsgleichung des Neon-Helium-Systems existiert, konnte kein Konsistenztest durchgeführt werden.

Für die Entwicklung einer Multiparameter-Zustandsgleichung für Neon-Helium-Gemische sind weitere Phasengleichgewichtsdaten notwendig. Diese können am CryoPHAEQTS-Prüfstand gemessen werden. Zudem können dort die spezifische Wärmekapazitäten bestimmt werden. Bei weiteren Messungen könnte der Einsatz eines Ballastvolumens Vorteile erzielen. Dieser minimiert die Druckschwankungen nach der Probenahme und verringert damit die strukturelle Druckunsicherheit. Dabei wären verlängerte Wartezeiten durch das größere Gesamtvolume zu erwarten.

# Literatur

- [1] B. Deutschland. *Nationale Energieversorgung sichern*. 2022. URL: <https://www.bundesregierung.de/breg-de/themen/klimaschutz/sichere-gasversorgung-2037912>.
- [2] Umweltbundesamt. *Europäische Energie- und Klimaziele*. 2022. URL: <https://www.umweltbundesamt.de/daten/klima/europaeische-energie-klimaziele>.
- [3] H. Quack u. a. „Nelium, a Refrigerant with High Potential for the Temperature Range between 27 and 70 K“. In: *Physics Procedia* 67 (2015), S. 176–182.
- [4] P. Blanck. „Inbetriebnahme des Tieftemperatur-Phasengleichgewichts-Prüfstands CryoPHAEQTS“. Bachelorarbeit. Karlsruher Institut für Technologie, 2019.
- [5] R. Dannhauser. „Validierung und Optimierung des kryogenen Phasengleichgewichtsprüfstands CryoPHAEQTS“. Bachelorarbeit. Karlsruher Institut für Technologie, 2020.
- [6] J. Reichert. „Messung der Dampfdruckkurven kryogener Reinstoffe am kryogenen Phasengleichgewichtsprüfstand CryoPHAEQTS“. Bachelorarbeit. Karlsruher Institut für Technologie, 2021.
- [7] M. Mair. „Messung des Dampf-Flüssig-Gleichgewichts des Stickstoff-Argon-Systems“. Bachelorarbeit. Karlsruher Institut für Technologie, 2021.
- [8] B. I. des Poids et Mesures. *Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement*. 2008.
- [9] D.-Y. Peng und D. B. Robinson. „A New Two-Constant Equation of State“. In: *Industrial Engineering Chemistry Fundamentals* 15.1 (1976), S. 59–64.
- [10] A. Pfennig. *Thermodynamik der Gemische*. 2004.
- [11] S. M. Walas. „3 - Fugacity and Fugacity Coefficient“. In: *Phase Equilibria in Chemical Engineering*. Hrsg. von S. M. Walas. Butterworth-Heinemann, 1985, S. 139–163.
- [12] E. Lemmon u. a. „NIST Standard Reference Database 23: Reference Fluid Thermodynamic and Transport Properties-REFPROP“. In: *National Institute of Standards and Technology* 10.0 (2018).
- [13] D. O. Ortiz-Vega u. a. „Interim equation (final version) for the properties of helium“. In: *J. Phys. Chem. Ref. Data* (2013).
- [14] M. Thol u. a. „Thermodynamic properties for neon for temperatures from the triple point to 700 k at pressures to 700 mpa“. In: *J. Phys. Chem. Ref. Data* (2019).
- [15] J. Tkaczuk u. a. „Equations of State for the Thermodynamic Properties of Binary Mixtures for Helium-4, Neon, and Argon“. In: *Journal of Physical and Chemical Reference Data* 49.2 (2020), S. 023101.

- [16] J. O. Valderrama und V. H. Alvarez. „A versatile thermodynamic consistency test for incomplete phase equilibrium data of high-pressure gas–liquid mixtures“. In: *Fluid Phase Equilibria* 226 (2004), S. 149–159.
- [17] J. O. Valderrama und C. A. Faúndez. „Thermodynamic consistency test of high pressure gas–liquid equilibrium data including both phases“. In: *Thermochimica Acta* 499.1 (2010), S. 85–90.
- [18] C. K. Heck und P. L. Barrick. „Liquid-Vapor Equilibria of the Neon-Helium System“. In: *Advances in Cryogenic Engineering*. Hrsg. von K. D. Timmerhaus. Springer US, 1967, S. 714–718.
- [19] M. Knorn. „Vapour-liquid equilibria of the neon-helium system“. In: *Cryogenics* (1967).
- [20] J. B. J. Fourier. *Théorie Analytique de la Chaleur*. Cambridge Library Collection - Mathematics. Cambridge: Cambridge University Press, 2009.
- [21] L. Boltzmann. „Ableitung des Stefan’schen Gesetzes, betreffend die Abhängigkeit der Wärmestrahlung von der Temperatur aus der electromagnetischen Lichttheorie“. In: *Annalen der Physik* 258 (1884), S. 291–294.
- [22] N. von Preetzmann und R. Span. „Density Measurements on Binary Helium + Neon Mixtures over the Temperature Range from (100 to 233) K at Pressures up to 10 MPa“. In: *Energy Proceedings* 29 (2022).
- [23] A. Aasen u. a. „Accurate quantum-corrected cubic equations of state for helium, neon, hydrogen, deuterium and their mixtures“. In: *Fluid Phase Equilibria* 524 (2020), S. 112790.
- [24] C. K. Heck. „Experimental and Theoretical Liquid-Vapor Equilibria in Some Binary Systems“. Doktorarbeit. University of Colorado, 1967.
- [25] R. Privat, J.-N. Jaubert und Y. Privat. „A simple and unified algorithm to solve fluid phase equilibria using either the gamma–phi or the phi–phi approach for binary and ternary mixtures“. In: *Computers Chemical Engineering* 50 (2013), S. 139–151.
- [26] D. Rowland, T. J. Hughes und E. F. May. „Effective Critical Constants for Helium for Use in Equations of State for Natural Gas Mixtures“. In: *Journal of Chemical Engineering Data* 62.9 (2017), S. 2799–2811.
- [27] S. M. Walas. „1 - Equations of State“. In: *Phase Equilibria in Chemical Engineering*. Hrsg. von S. M. Walas. Butterworth-Heinemann, 1985, S. 1–107.

# Abbildungsverzeichnis

|  |    |
|--|----|
| 3.1. Anlagenschema des Tieftemperatur-Phasengleichgewichtsprüfstands CryoPHAE-QTS, verändert nach [7] . . . . .  | 10 |
| 3.2. Schematische Darstellung der Gaszirkulation . . . . .   | 12 |
| 4.1. Vergleich der Messdaten mit experimentellen Literaturdaten und der Zustandsgleichung von Tkaczuk et al. . . . .   | 17 |
| 4.2. Mittlere relative Zusammensetzungsdifferenz der Flüssig- (L) und Dampfphase (V) der CryoPHAEQTS- und Literaturdaten zu Tkaczuk et al. . . . .   | 18 |
| 4.3. Zusammensetzungsdifferenz der experimentellen Daten zu Referenzwerten von Tkaczuk et al. bei $T = 32,9\text{ K}$ . . . . .  | 19 |
| 4.4. Zusammensetzungsdifferenz der experimentellen Daten zu Referenzwerten von Tkaczuk et al. bei $T = 35,9\text{ K}$ . . . . .  | 20 |
| 4.5. Unsicherheit der Zusammensetzungsberechnung über dem Konzentrationsbereich des Neon-Helium-Systems . . . . .  | 21 |
| 4.6. Unsicherheit der Flüssigphasenzusammensetzung im Vergleich zu den experimentellen Literaturdaten von Heck und Barrick bei $32,9\text{ K}$ . . . . .   | 22 |
| 4.7. Unsicherheit der Dampfphasenzusammensetzung im Vergleich zu den experimentellen Literaturdaten von Heck und Barrick bei $32,9\text{ K}$ . . . . .   | 23 |
| 4.8. Optimale angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei $32,9\text{ K}$ . . . . .  | 26 |
| 4.9. Optimale angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei $35,9\text{ K}$ . . . . .  | 27 |
| 4.10. Vergleich der unterschiedlichen Modellierungen aufgetragen in deren Fehlerquadrate . . . . .   | 28 |
| 4.11. Vergleich der unterschiedlichen Modellierungen aufgetragen in deren Fehlerquadrate . . . . .   | 28 |
| A.1. Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei $32,9\text{ K}$ , einem originalen kritischen Punkt, $\omega = -0,3836$ und $k_{i,j} = 0,1319$ . . . . .  | 66 |
| A.2. Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei $32,9\text{ K}$ , einem angepassten kritischen Punkt, $\omega = -0,3836$ und $k_{i,j} = 0,2635$ . . . . . | 67 |
| A.3. Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei $32,9\text{ K}$ , einem angepassten kritischen Punkt, $\omega = -0,365$ und $k_{i,j} = 0,2559$ . . . . .  | 67 |

|  |    |
|--|----|
| A.4. Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt, $\omega = -0,3836$ und $k_{i,j} = 0,2977$ . . . . . | 68 |
| A.5. Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt, $\omega = -0,365$ und $k_{i,j} = 0,2900$ . . . . .  | 68 |
| A.6. Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt, $\omega = 0$ und $k_{i,j} = -0,0295$ . . . . .      | 69 |

# Tabellenverzeichnis

|   |    |
|---|----|
| 3.1. Experimentelle VLE Daten des Neon-Helium-Gemisches in der Literatur . . . . .                        | 8  |
| 4.1. Experimentelle VLE-Daten von Neon(2)-Helium(1)-Gemischen mit zugehöriger<br>Unsicherheiten . . . . . | 16 |
| 4.3. AAD und ARD der CryoPHAEQTS- und Literaturwerte zu Tkaczuk et al.-Daten                              | 19 |
| A.1. Maximale Abweichung der verwendeten Drucksensoren in den einzelnen Mess-<br>bereichen . . . . .      | 35 |
| A.2. Kalibrierzusammensetzung von Helium-Neon mit jeweiliger Unsicherheit . .                             | 64 |
| A.3. Unsicherheiten der Widerstandsmessung des TCD . . . . .  | 64 |
| A.4. VLE-Daten von Neon-Helium-Gemischen mit zugehöriger Unsicherheiten aus<br>der Literatur . . . . .    | 65 |

# A. Anhang

## A.1. Daten für die Unsicherheitsberechnung aus den Kalibrierzertifikaten der Sensoren

Tabelle A.1.: Maximale Abweichung der verwendeten Drucksensoren in den einzelnen Messbereichen

| Sensor                       | p / bar  | max. Abweichung / bar |
|------------------------------|----------|-----------------------|
| PI 40                        | 0,754429 | 0,000035              |
| Drucksensorpaket: 10429192   | 0,895080 | 0,000041              |
| abs. Druck 750 bis 1150 mbar | 0,945478 | 0,000043              |
|                              | 0,995966 | 0,000046              |
|                              | 1,045116 | 0,000048              |
|                              | 1,145926 | 0,000052              |
| PI 41                        | 40,0223  | 0,0019                |
| 10349457                     | 80,0446  | 0,0033                |
| rel. Druck -1 bis 200 bar    | 120,0672 | 0,00448               |
|                              | 160,0898 | 0,0063                |
|                              | 200,1126 | 0,0079                |
| PI 42                        | 0,000000 | 0,00010               |
| Drucksensorpaket: 10429192   | 14,00832 | 0,00058               |
| rel. Druck -1 bis 70 bar     | 28,01672 | 0,00111               |
|                              | 42,02458 | 0,00165               |
|                              | 56,03306 | 0,00219               |
| PI 43                        | -0,90072 | 0,0001                |
| Drucksensorpaket: 10429192   | 0,0000   | 0,00005               |
| rel. Druck -1 bis 10 bar     | 2,00128  | 0,00008               |
|                              | 4,00255  | 0,00014               |
|                              | 6,00383  | 0,00022               |
|                              | 8,00512  | 0,00027               |
|                              | 10,00638 | 0,00032               |
| PDI 40, N404340109D          | ±0,05000 | 0,00005               |
| rel. Druck -50 bis 50 mbar   |          |                       |

Die Kalibrierscheine der verwendeten CERNOX®-Temperatursensoren sind folgend beigelegt.

**Certificate of Calibration**  
Report Number: 1244209

|  |                                |
|--|--------------------------------|
| Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L                        | Serial Number: X166591         |
| Sensor Type: Cernox Resistor                           | Calibration Date: May 12, 2021 |
| Sensor Excitation: see <i>Test Data</i> page of report | Calibration Due:               |
| Temperature Range: 20.0 K to 325 K                     |                                |

**Traceability and Calibration Method**

This temperature sensor has been calibrated to the International Temperature Scale of 1990 (ITS-90) or the Provisional Low Temperature Scale (PLTS-2000) as appropriate. The calibrations are traceable to the National Institute of Standards and Technology (NIST, United States), the National Physical Laboratory (NPL, United Kingdom), the Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB, Germany), or natural physical constants.

Lake Shore Cryotronics maintains ITS-90 and PLTS-2000 on standard platinum (PRT), rhodium-iron (RIRT), and germanium (GRT) resistance thermometers that have been calibrated directly by an internationally recognized national metrology institute (NIST, NPL, PTB) for  $T < 330$  K or an ISO 17025 accredited metrology laboratory for  $330\text{ K} < T < 800$  K. A nuclear orientation thermometer is also used for temperatures less than 50 mK. These standards are routinely intercompared to verify consistency and accuracy of the temperature scale.

The sensor calibrations are performed by comparison to laboratory standard resistance thermometers and tested in accordance with Lake Shore Cryotronics, Inc. Quality Assurance Manual (QP-4220). The quality system of Lake Shore Cryotronics is registered to ISO 9001.

Procedures used: 021-97-02, 099-00-00, 121-96-02, 029-95-02

**Notes**

The calibration results in this report apply only to the specific sensor specified above.

This report shall not be reproduced, except in full, without written approval from Lake Shore Cryotronics, Inc.

Unless stated otherwise, the uncertainties in this report are based on an approximate 95% confidence level with a coverage factor  $k=2$ .

Reported by: Matt Vance  
Calibration  
Engineer/Technician

Approved by: Kristine Shiffman  
Metrology



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

F010-04-00\_C

## DATA PLOT

Calibration Report: 1244209

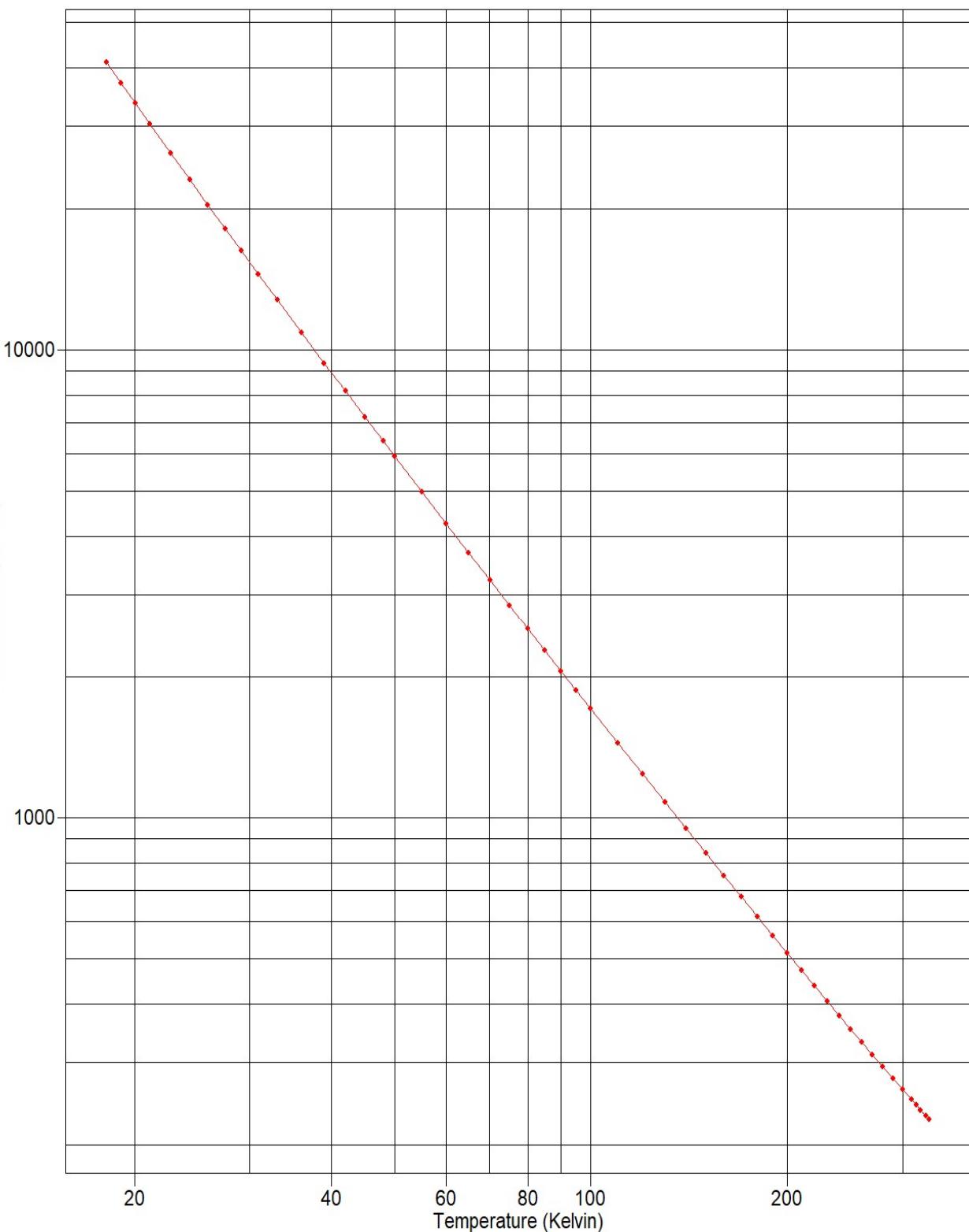
Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166591

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Resistance (Ohms)



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Page 2 of 14

F010-04-00\_C

## TEST DATA

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

| Index | Temp. (K) | Resistance ( $\Omega$ ) | Excitation    | Index | Temp. (K) | Resistance ( $\Omega$ ) | Excitation    |
|-------|-----------|-------------------------|---------------|-------|-----------|-------------------------|---------------|
| 1     | 18.1127   | 41115.9                 | 2mV $\pm$ 25% | 31    | 140.012   | 946.014                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 2     | 19.0883   | 37009.6                 | 2mV $\pm$ 25% | 32    | 150.002   | 839.219                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 3     | 20.0615   | 33527.5                 | 2mV $\pm$ 25% | 33    | 160.000   | 750.520                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 4     | 21.1389   | 30238.1                 | 2mV $\pm$ 25% | 34    | 169.994   | 676.059                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 5     | 22.7145   | 26263.8                 | 2mV $\pm$ 25% | 35    | 179.988   | 612.913                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 6     | 24.3096   | 23019.7                 | 2mV $\pm$ 25% | 36    | 189.993   | 558.754                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 7     | 25.9191   | 20344.0                 | 2mV $\pm$ 25% | 37    | 200.000   | 512.036                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 8     | 27.5330   | 18118.8                 | 2mV $\pm$ 25% | 38    | 209.997   | 471.485                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 9     | 29.1551   | 16242.9                 | 2mV $\pm$ 25% | 39    | 219.990   | 436.020                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 10    | 30.9675   | 14486.0                 | 2mV $\pm$ 25% | 40    | 229.995   | 404.780                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 11    | 33.0776   | 12792.4                 | 2mV $\pm$ 25% | 41    | 240.003   | 377.105                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 12    | 36.0728   | 10871.1                 | 2mV $\pm$ 25% | 42    | 249.993   | 352.521                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 13    | 39.0700   | 9366.13                 | 2mV $\pm$ 25% | 43    | 260.006   | 330.587                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 14    | 42.0713   | 8163.85                 | 2mV $\pm$ 25% | 44    | 270.004   | 310.913                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 15    | 45.0636   | 7189.56                 | 2mV $\pm$ 25% | 45    | 280.012   | 293.118                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 16    | 48.0596   | 6386.54                 | 2mV $\pm$ 25% | 46    | 290.004   | 277.094                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 17    | 50.0571   | 5926.42                 | 2mV $\pm$ 25% | 47    | 300.016   | 262.508                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 18    | 55.0511   | 4980.86                 | 2mV $\pm$ 25% | 48    | 309.999   | 249.286                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 19    | 60.0438   | 4253.58                 | 2mV $\pm$ 25% | 49    | 315.010   | 243.083                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 20    | 65.0343   | 3681.20                 | 2mV $\pm$ 25% | 50    | 320.013   | 237.167                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 21    | 70.0305   | 3221.66                 | 2mV $\pm$ 25% | 51    | 326.013   | 230.400                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 22    | 75.0276   | 2846.76                 | 2mV $\pm$ 25% | 52    | 330.024   | 226.073                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 23    | 80.0160   | 2537.10                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 24    | 85.0209   | 2276.89                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 25    | 90.0225   | 2056.80                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 26    | 95.0203   | 1868.82                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 27    | 100.016   | 1706.89                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 28    | 110.011   | 1442.99                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 29    | 120.008   | 1238.54                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 30    | 130.012   | 1076.56                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Page 3 of 14

F010-04-00\_C

## UNCERTAINTY ANALYSIS

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

### Calibration Data Uncertainty

The uncertainties of the measured calibration data for Lake Shore's sensors are summarized in the table below. The values given are the combined uncertainty of the temperature measurement and the resistance or voltage measurement expressed as an equivalent temperature uncertainty in millikelvin (mK). Note that the values are the calibration uncertainty only and do not include the stability of the temperature sensor. The uncertainty analysis has followed the guidelines for determining measurement uncertainty as outlined in the ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, NIST Technical Note 1297, and ANSI/NCSL Z540-2-1997. Since the uncertainty varies with temperature due to the variation of the sensor sensitivity and excitation, the table gives typical values at several different temperatures throughout the range of the calibration. The uncertainty is based on an approximate 95% confidence level with a coverage factor  $k = 2$ .

| T (K) | GR | Uncertainty ( $\pm$ mK) |      |      |      |      |      |      |      |              |             |             |
|-------|----|-------------------------|------|------|------|------|------|------|------|--------------|-------------|-------------|
|       |    | Cernox (CX)             |      |      |      |      | RX   |      |      | Platinum     |             | RF-800      |
|       |    | 1010                    | 1030 | 1050 | 1070 | 1080 | 102A | 103A | 202A | 100 $\Omega$ | 25 $\Omega$ | 27 $\Omega$ |
| 1.4   | 4  | 4                       | 4    | 4    |      |      | 4    | 4    | 4    |              |             | 5           |
| 4.2   | 4  | 4                       | 4    | 4    | 4    |      | 4    | 6    | 5    |              |             | 5           |
| 10    | 4  | 5                       | 5    | 4    | 4    |      | 10   | 15   | 12   |              |             | 7           |
| 20    | 8  | 10                      | 9    | 8    | 8    | 8    | 35   | 35   | 28   | 9            | 10          | 13          |
| 30    | 9  | 13                      | 11   | 9    | 9    | 9    | 76   | 61   | 46   | 9            | 9           | 14          |
| 50    | 11 | 18                      | 14   | 12   | 12   | 11   |      |      |      | 10           | 10          | 13          |
| 100   | 20 | 29                      | 22   | 17   | 16   | 14   |      |      |      | 11           | 12          | 12          |
| 300   |    | 78                      | 60   | 46   | 45   | 36   |      |      |      | 24           | 24          | 25          |
| 400   |    | 124                     | 94   | 74   | 72   | 60   |      |      |      | 45           | 45          | 45          |
| 500   |    |                         |      |      |      |      |      |      |      | 51           | 51          | 54          |

### Polynomial Fit Uncertainty

When a sensor is used to measure temperature, a polynomial fit to the measured calibration data is often used to convert the sensor resistance (R) or voltage (V) to a temperature (T). How well the polynomial represents the sensor calibration data is another source of uncertainty when using the sensor. In the polynomials provided with this set of calibration data, the standard deviation of the fit can be used as an estimate of this additional temperature uncertainty. The standard deviation of fit is determined from the following equation:

$$\sigma_{fit}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (T_i - T_{i,calc})^2}{N - n} = \frac{N}{N - n} (\Delta T_{RMS})^2$$

where

$\sigma_{fit}$  = standard deviation of the fit

$T_i$  = measured temperature for point i

$T_{i,calc}$  = the temperature calculated from the polynomial equation for point i

N = number of data points in fit range

n = number of fit coefficients

$\Delta T_{RMS}$  = root mean square deviation of fit

A value of  $\Delta T_{RMS}$  is given for each range of fit.

F008-04-00\_C



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Page 4 of 14

F010-04-00\_C

## POLYNOMIAL EQUATION

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Polynomial Type: Chebychev

Useful Range of Fit:

|               |    |           |
|---------------|----|-----------|
| 20.0 K        | to | 95.0 K    |
| 3.373e+4 ohms | to | 1869 ohms |

Lower and Upper limits of Log(Resistance) used in computing Chebychev coefficients:

ZL = 3.15926393235      ZU = 4.61400942615

| Order | Coefficient | Std. Deviation of Coefficient | Ratio (Coeff./Std Dev.) |
|-------|-------------|-------------------------------|-------------------------|
| 0     | 53.520229   | 1.7921E-04                    | 298646.88               |
| 1     | -44.250390  | 2.8980E-04                    | -152690.44              |
| 2     | 10.322880   | 2.6958E-04                    | 38292.23                |
| 3     | -1.676987   | 2.5396E-04                    | -6603.30                |
| 4     | 0.217222    | 2.3964E-04                    | 906.46                  |
| 5     | -0.021577   | 2.3216E-04                    | -92.94                  |
| 6     | 0.001216    | 2.2008E-04                    | 5.53                    |
| 7     | -0.000305   | 2.2417E-04                    | -1.36                   |

Z = Log(Resistance)

k = ((Z-ZL)-(ZU-Z))/(ZU-ZL)

Temp. (K) =  $\sum A_i * \cos(i * \arccos(k))$ , where  $0 \leq i \leq 7$   
and the  $A_i$ 's are the coefficients in the table above.

## POLYNOMIAL EQUATION

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Polynomial Type: Chebychev

Temp. (K) vs. Log(Resistance)

|    | R Meas. ( $\Omega$ ) | T Meas. (K) | T Eq. (K) | T diff. (mK) |
|----|----------------------|-------------|-----------|--------------|
| 1  | 41115.86             | 18.11271    | 18.11229  | 0.42         |
| 2  | 37009.61             | 19.08831    | 19.08908  | -0.77        |
| 3  | 33527.54             | 20.06152    | 20.06153  | -0.01        |
| 4  | 30238.06             | 21.13893    | 21.13849  | 0.44         |
| 5  | 26263.79             | 22.71455    | 22.71492  | -0.38        |
| 6  | 23019.65             | 24.30958    | 24.30983  | -0.26        |
| 7  | 20344.04             | 25.91910    | 25.91785  | 1.25         |
| 8  | 18118.83             | 27.53304    | 27.53203  | 1.01         |
| 9  | 16242.93             | 29.15505    | 29.15607  | -1.02        |
| 10 | 14486.03             | 30.96746    | 30.96916  | -1.70        |
| 11 | 12792.39             | 33.07763    | 33.07726  | 0.37         |
| 12 | 10871.12             | 36.07283    | 36.07249  | 0.34         |
| 13 | 9366.128             | 39.07003    | 39.07033  | -0.29        |
| 14 | 8163.850             | 42.07134    | 42.07034  | 1.01         |
| 15 | 7189.557             | 45.06364    | 45.06426  | -0.63        |
| 16 | 6386.536             | 48.05957    | 48.05865  | 0.91         |
| 17 | 5926.423             | 50.05714    | 50.05718  | -0.05        |
| 18 | 4980.857             | 55.05110    | 55.05123  | -0.12        |
| 19 | 4253.584             | 60.04382    | 60.04392  | -0.10        |
| 20 | 3681.196             | 65.03434    | 65.03583  | -1.49        |
| 21 | 3221.658             | 70.03050    | 70.03057  | -0.07        |
| 22 | 2846.757             | 75.02757    | 75.02684  | 0.73         |
| 23 | 2537.098             | 80.01597    | 80.01511  | 0.86         |
| 24 | 2276.886             | 85.02086    | 85.02056  | 0.31         |
| 25 | 2056.800             | 90.02254    | 90.02255  | -0.01        |
| 26 | 1868.822             | 95.02028    | 95.02129  | -1.01        |
| 27 | 1706.888             | 100.01622   | 100.01615 | 0.07         |
| 28 | 1442.992             | 110.01101   | 110.01081 | 0.20         |

Order of Fit = 7

RMS error of fit = 0.73 mK

Largest absolute error = -1.70 mK at data point no. 10



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Page 6 of 14

F010-04-00\_C

## POLYNOMIAL EQUATION

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Polynomial Type: Chebychev

Useful Range of Fit:

|           |    |            |
|-----------|----|------------|
| 95.0 K    | to | 325 K      |
| 1869 ohms | to | 231.5 ohms |

Lower and Upper limits of Log(Resistance) used in computing Chebychev coefficients:

ZL = 2.35424904038      ZU = 3.35734122201

| Order | Coefficient | Std. Deviation of Coefficient | Ratio (Coeff./Std Dev.) |
|-------|-------------|-------------------------------|-------------------------|
| 0     | 185.348911  | 1.1867E-03                    | 156189.59               |
| 1     | -119.180249 | 1.8108E-03                    | -65815.43               |
| 2     | 21.632147   | 1.7100E-03                    | 12650.40                |
| 3     | -3.228326   | 1.7021E-03                    | -1896.71                |
| 4     | 0.526578    | 1.6316E-03                    | 322.73                  |
| 5     | -0.090779   | 1.5661E-03                    | -57.97                  |
| 6     | 0.013080    | 1.5317E-03                    | 8.54                    |

Z = Log(Resistance)

k = ((Z-ZL)-(ZU-Z))/(ZU-ZL)

Temp. (K) =  $\sum A_i * \cos(i * \arccos(k))$ , where  $0 \leq i \leq 6$   
and the  $A_i$ 's are the coefficients in the table above.

## POLYNOMIAL EQUATION

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Polynomial Type: Chebychev

Temp. (K) vs. Log(Resistance)

|    | R Meas. ( $\Omega$ ) | T Meas. (K) | T Eq. (K) | T diff. (mK) |
|----|----------------------|-------------|-----------|--------------|
| 24 | 2276.886             | 85.02056    | 85.02136  | -0.81        |
| 25 | 2056.800             | 90.02255    | 90.02119  | 1.36         |
| 26 | 1868.822             | 95.02129    | 95.02085  | 0.45         |
| 27 | 1706.888             | 100.01622   | 100.01695 | -0.74        |
| 28 | 1442.992             | 110.01101   | 110.01180 | -0.79        |
| 29 | 1238.544             | 120.00752   | 120.00740 | 0.12         |
| 30 | 1076.556             | 130.01229   | 130.01177 | 0.53         |
| 31 | 946.0140             | 140.01237   | 140.01253 | -0.16        |
| 32 | 839.2192             | 150.00217   | 150.00296 | -0.78        |
| 33 | 750.5200             | 159.99994   | 159.99989 | 0.04         |
| 34 | 676.0587             | 169.99448   | 169.99408 | 0.40         |
| 35 | 612.9129             | 179.98844   | 179.98423 | 4.20         |
| 36 | 558.7535             | 189.99308   | 189.99443 | -1.35        |
| 37 | 512.0357             | 199.99966   | 200.00270 | -3.03        |
| 38 | 471.4853             | 209.99713   | 209.99796 | -0.83        |
| 39 | 436.0204             | 219.99016   | 219.98970 | 0.46         |
| 40 | 404.7805             | 229.99507   | 229.99052 | 4.55         |
| 41 | 377.1049             | 240.00261   | 240.00454 | -1.93        |
| 42 | 352.5205             | 249.99292   | 250.00899 | -16.07       |
| 43 | 330.5868             | 260.00568   | 259.99983 | 5.85         |
| 44 | 310.9132             | 270.00431   | 269.98662 | 17.69        |
| 45 | 293.1179             | 280.01236   | 280.01533 | -2.98        |
| 46 | 277.0945             | 290.00433   | 290.00307 | 1.26         |
| 47 | 262.5080             | 300.01614   | 300.02339 | -7.25        |
| 48 | 249.2861             | 309.99901   | 310.00010 | -1.09        |
| 49 | 243.0831             | 315.00997   | 315.01310 | -3.14        |
| 50 | 237.1667             | 320.01310   | 320.01297 | 0.14         |
| 51 | 230.4003             | 326.01347   | 326.01336 | 0.11         |
| 52 | 226.0732             | 330.02387   | 330.02007 | 3.80         |

Order of Fit = 6

RMS error of fit = 5.09 mK

Largest absolute error = 17.69 mK at data point no. 44

## INTERPOLATION TABLE

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166591

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

| Temp (K) | Res. (Ω) | dR/dT (Ω/K) | dlogR/dlogT | Temp (K) | Res. (Ω) | dR/dT (Ω/K) | dlogR/dlogT |
|----------|----------|-------------|-------------|----------|----------|-------------|-------------|
| 20.00    | 33732.3  | -3343.8     | -1.9826     | 130.0    | 1076.73  | -14.473     | -1.7474     |
| 21.00    | 30631.9  | -2873.1     | -1.9697     | 135.0    | 1008.07  | -13.025     | -1.7443     |
| 22.00    | 27957.5  | -2488.2     | -1.9580     | 140.0    | 946.161  | -11.767     | -1.7411     |
| 23.00    | 25633.0  | -2170.6     | -1.9477     | 145.0    | 890.132  | -10.669     | -1.7379     |
| 24.00    | 23598.7  | -1905.8     | -1.9382     | 150.0    | 839.248  | -9.7055     | -1.7347     |
| 25.00    | 21807.2  | -1683.4     | -1.9299     | 155.0    | 792.886  | -8.8566     | -1.7314     |
| 26.00    | 20220.7  | -1494.9     | -1.9222     | 160.0    | 750.519  | -8.1054     | -1.7280     |
| 27.00    | 18808.2  | -1334.2     | -1.9153     | 165.0    | 711.693  | -7.4380     | -1.7244     |
| 28.00    | 17544.7  | -1196.1     | -1.9090     | 170.0    | 676.018  | -6.8430     | -1.7208     |
| 29.00    | 16409.7  | -1076.9     | -1.9031     | 175.0    | 643.158  | -6.3107     | -1.7171     |
| 30.00    | 15385.8  | -973.26     | -1.8977     | 180.0    | 612.821  | -5.8328     | -1.7132     |
| 31.00    | 14458.8  | -882.78     | -1.8927     | 185.0    | 584.751  | -5.4026     | -1.7092     |
| 32.00    | 13616.5  | -803.38     | -1.8880     | 190.0    | 558.726  | -5.0141     | -1.7051     |
| 33.00    | 12848.9  | -733.42     | -1.8837     | 195.0    | 534.549  | -4.6624     | -1.7008     |
| 34.00    | 12147.0  | -671.50     | -1.8796     | 200.0    | 512.047  | -4.3432     | -1.6964     |
| 35.00    | 11503.6  | -616.44     | -1.8755     | 205.0    | 491.069  | -4.0527     | -1.6918     |
| 36.00    | 10912.1  | -567.38     | -1.8718     | 210.0    | 471.478  | -3.7878     | -1.6871     |
| 37.00    | 10367.1  | -523.51     | -1.8684     | 215.0    | 453.153  | -3.5457     | -1.6823     |
| 38.00    | 9863.63  | -484.09     | -1.8650     | 220.0    | 435.986  | -3.3240     | -1.6773     |
| 39.00    | 9397.59  | -448.61     | -1.8617     | 225.0    | 419.882  | -3.1206     | -1.6722     |
| 40.00    | 8965.26  | -416.59     | -1.8587     | 230.0    | 404.753  | -2.9336     | -1.6670     |
| 42.00    | 8189.20  | -361.26     | -1.8528     | 235.0    | 390.521  | -2.7614     | -1.6617     |
| 44.00    | 7513.86  | -315.48     | -1.8474     | 240.0    | 377.117  | -2.6025     | -1.6563     |
| 46.00    | 6922.26  | -277.24     | -1.8424     | 245.0    | 364.476  | -2.4557     | -1.6507     |
| 48.00    | 6400.88  | -245.03     | -1.8375     | 250.0    | 352.541  | -2.3199     | -1.6451     |
| 50.00    | 5938.85  | -217.73     | -1.8331     | 255.0    | 341.261  | -2.1940     | -1.6394     |
| 52.00    | 5527.32  | -194.40     | -1.8288     | 260.0    | 330.586  | -2.0771     | -1.6336     |
| 54.00    | 5159.10  | -174.32     | -1.8246     | 265.0    | 320.475  | -1.9686     | -1.6278     |
| 56.00    | 4828.19  | -157.00     | -1.8210     | 270.0    | 310.888  | -1.8675     | -1.6219     |
| 58.00    | 4529.61  | -141.92     | -1.8172     | 273.15   | 305.101  | -1.8075     | -1.6182     |
| 60.00    | 4259.23  | -128.75     | -1.8138     | 275.0    | 301.789  | -1.7734     | -1.6160     |
| 65.00    | 3684.86  | -102.37     | -1.8057     | 280.0    | 293.144  | -1.6856     | -1.6100     |
| 70.00    | 3224.19  | -82.840     | -1.7985     | 285.0    | 284.923  | -1.6036     | -1.6040     |
| 75.00    | 2848.58  | -68.063     | -1.7920     | 290.0    | 277.099  | -1.5269     | -1.5980     |
| 77.35    | 2695.48  | -62.349     | -1.7892     | 295.0    | 269.646  | -1.4551     | -1.5919     |
| 80.00    | 2537.95  | -56.664     | -1.7861     | 300.0    | 262.540  | -1.3879     | -1.5859     |
| 85.00    | 2277.87  | -47.720     | -1.7807     | 305.0    | 255.761  | -1.3248     | -1.5798     |
| 90.00    | 2057.71  | -40.605     | -1.7760     | 310.0    | 249.286  | -1.2656     | -1.5738     |
| 95.00    | 1869.55  | -34.855     | -1.7711     | 315.0    | 243.099  | -1.2099     | -1.5678     |
| 100.0    | 1707.40  | -30.165     | -1.7667     | 320.0    | 237.182  | -1.1575     | -1.5617     |
| 105.0    | 1566.52  | -26.306     | -1.7633     | 325.0    | 231.518  | -1.1082     | -1.5557     |
| 110.0    | 1443.26  | -23.091     | -1.7599     |          |          |             |             |
| 115.0    | 1334.75  | -20.390     | -1.7568     |          |          |             |             |
| 120.0    | 1238.68  | -18.101     | -1.7536     |          |          |             |             |
| 125.0    | 1153.18  | -16.149     | -1.7505     |          |          |             |             |



## THERMAL CYCLE TESTING

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

This sensor was tested for repeatability through rapid thermal cycles from room temperature into liquid helium. During this test, the following four lead resistance values were recorded:

|                      |                  |
|----------------------|------------------|
| Approximately 305 K: | 256 $\Omega$     |
| Liquid Nitrogen:     | 2705 $\Omega$    |
| Liquid Helium:       | 1874046 $\Omega$ |

The nitrogen and helium values were recorded in OPEN dewars, so precision comparisons with calibration values or other thermal cycle test values should not be made.

### Recommended Operating Parameters:

For sensors calibrated by Lake Shore, the current to the sensor is adjusted to maintain the sensor output voltage or power at the values listed on the Test Data page.

# BREAKPOINTS CUBIC SPLINE FORMAT

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Data Format: 7 (Ohms/Kelvin)

Setpoint Limit: 325

| Measurement (ohms) | Temp (K)    | Curvature   |
|--------------------|-------------|-------------|
| 2.26073E+02        | 3.30020E+02 | 7.50748E-03 |
| 2.30400E+02        | 3.26013E+02 | 7.13132E-03 |
| 2.37167E+02        | 3.20013E+02 | 6.54313E-03 |
| 2.43083E+02        | 3.15013E+02 | 6.09422E-03 |
| 2.49286E+02        | 3.10000E+02 | 5.65246E-03 |
| 2.62508E+02        | 3.00023E+02 | 4.85901E-03 |
| 2.77094E+02        | 2.90003E+02 | 4.15484E-03 |
| 2.93118E+02        | 2.80015E+02 | 3.53239E-03 |
| 3.10913E+02        | 2.69987E+02 | 2.98250E-03 |
| 3.30587E+02        | 2.60000E+02 | 2.50319E-03 |
| 3.52521E+02        | 2.50009E+02 | 2.08581E-03 |
| 3.77105E+02        | 2.40005E+02 | 1.72445E-03 |
| 4.04780E+02        | 2.29991E+02 | 1.41389E-03 |
| 4.36020E+02        | 2.19990E+02 | 1.14950E-03 |
| 4.71485E+02        | 2.09998E+02 | 9.25947E-04 |
| 5.12036E+02        | 2.00003E+02 | 7.38213E-04 |
| 5.58754E+02        | 1.89994E+02 | 5.81801E-04 |
| 6.12913E+02        | 1.79984E+02 | 4.52877E-04 |
| 6.76059E+02        | 1.69994E+02 | 3.47873E-04 |
| 7.50520E+02        | 1.60000E+02 | 2.63068E-04 |
| 8.39219E+02        | 1.50003E+02 | 1.95446E-04 |
| 9.46014E+02        | 1.40013E+02 | 1.42315E-04 |
| 1.07656E+03        | 1.30012E+02 | 1.01161E-04 |
| 1.23854E+03        | 1.20007E+02 | 6.99601E-05 |
| 1.44299E+03        | 1.10012E+02 | 4.67441E-05 |
| 1.70689E+03        | 1.00017E+02 | 3.03599E-05 |
| 1.86882E+03        | 9.50213E+01 | 2.44093E-05 |
| 2.05680E+03        | 9.00225E+01 | 1.88758E-05 |
| 2.27689E+03        | 8.50206E+01 | 1.45188E-05 |
| 2.53710E+03        | 8.00151E+01 | 1.09440E-05 |
| 2.84676E+03        | 7.50268E+01 | 8.10878E-06 |
| 3.22166E+03        | 7.00306E+01 | 5.87271E-06 |
| 3.68120E+03        | 6.50358E+01 | 4.14752E-06 |
| 4.25358E+03        | 6.00439E+01 | 2.84527E-06 |
| 4.98086E+03        | 5.50512E+01 | 1.88068E-06 |
| 5.92642E+03        | 5.00572E+01 | 1.20452E-06 |
| 6.38654E+03        | 4.80587E+01 | 1.00690E-06 |
| 7.18956E+03        | 4.50643E+01 | 7.34684E-07 |
| 8.16385E+03        | 4.20703E+01 | 5.29464E-07 |
| 9.36613E+03        | 3.90703E+01 | 3.70356E-07 |
| 1.08711E+04        | 3.60725E+01 | 2.51303E-07 |
| 1.27924E+04        | 3.30773E+01 | 1.65609E-07 |
| 1.44860E+04        | 3.09692E+01 | 1.21317E-07 |
| 1.62429E+04        | 2.91561E+01 | 9.03288E-08 |
| 1.81188E+04        | 2.75320E+01 | 6.82633E-08 |
| 2.03440E+04        | 2.59179E+01 | 5.06115E-08 |
| 2.30197E+04        | 2.43098E+01 | 3.68148E-08 |
| 2.62638E+04        | 2.27149E+01 | 2.61673E-08 |
| 3.02381E+04        | 2.11385E+01 | 1.82711E-08 |
| 3.35275E+04        | 2.00615E+01 | 1.40318E-08 |
| 3.70096E+04        | 1.90891E+01 | 1.10856E-08 |
| 4.11159E+04        | 1.81123E+01 | 7.61129E-09 |



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

## BREAKPOINTS 340 FORMAT

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166591

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Name: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Format: 4 ;Log Ohms/Kelvin

Limit: 325.0

Coefficient: 1 ;Negative

Point 1: 2.36456,325.000      Point 51: 3.24780, 98.000  
Point 2: 2.37719,319.000      Point 52: 3.26766, 95.500  
Point 3: 2.38902,313.500      Point 53: 3.28807, 93.000  
Point 4: 2.40111,308.000      Point 54: 3.30907, 90.500  
Point 5: 2.41346,302.500      Point 55: 3.33068, 88.000

Point 6: 2.42610,297.000      Point 56: 3.34846, 86.000  
Point 7: 2.43903,291.500      Point 57: 3.36665, 84.000  
Point 8: 2.45227,286.000      Point 58: 3.38531, 82.000  
Point 9: 2.46581,280.500      Point 59: 3.40445, 80.000  
Point 10: 2.47968,275.000      Point 60: 3.42410, 78.000

Point 11: 2.49258,270.000      Point 61: 3.44429, 76.000  
Point 12: 2.50577,265.000      Point 62: 3.46504, 74.000  
Point 13: 2.51926,260.000      Point 63: 3.48639, 72.000  
Point 14: 2.53306,255.000      Point 64: 3.50838, 70.000  
Point 15: 2.54719,250.000      Point 65: 3.53104, 68.000

Point 16: 2.56164,245.000      Point 66: 3.55441, 66.000  
Point 17: 2.57645,240.000      Point 67: 3.57854, 64.000  
Point 18: 2.59162,235.000      Point 68: 3.60347, 62.000  
Point 19: 2.60716,230.000      Point 69: 3.62927, 60.000  
Point 20: 2.62310,225.000      Point 70: 3.65329, 58.200

Point 21: 2.63944,220.000      Point 71: 3.67809, 56.400  
Point 22: 2.65621,215.000      Point 72: 3.70375, 54.600  
Point 23: 2.67343,210.000      Point 73: 3.73032, 52.800  
Point 24: 2.68933,205.500      Point 74: 3.75787, 51.000  
Point 25: 2.70561,201.000      Point 75: 3.78326, 49.400

Point 26: 2.72230,196.500      Point 76: 3.80950, 47.800  
Point 27: 2.73942,192.000      Point 77: 3.83670, 46.200  
Point 28: 2.75698,187.500      Point 78: 3.86492, 44.600  
Point 29: 2.77501,183.000      Point 79: 3.89424, 43.000  
Point 30: 2.79352,178.500      Point 80: 3.92473, 41.400

Point 31: 2.81255,174.000      Point 81: 3.95652, 39.800  
Point 32: 2.83212,169.500      Point 82: 3.98757, 38.300  
Point 33: 2.85225,165.000      Point 83: 4.01995, 36.800  
Point 34: 2.87297,160.500      Point 84: 4.05148, 35.400  
Point 35: 2.89194,156.500      Point 85: 4.08435, 34.000

Point 36: 2.91140,152.500      Point 86: 4.11872, 32.600  
Point 37: 2.93142,148.500      Point 87: 4.15211, 31.300  
Point 38: 2.95202,144.500      Point 88: 4.18699, 30.000  
Point 39: 2.97322,140.500      Point 89: 4.22356, 28.700  
Point 40: 2.99507,136.500      Point 90: 4.25898, 27.500

Point 41: 3.01760,132.500      Point 91: 4.29608, 26.300  
Point 42: 3.04086,128.500      Point 92: 4.33510, 25.100  
Point 43: 3.06488,124.500      Point 93: 4.37275, 24.000  
Point 44: 3.08973,120.500      Point 94: 4.41232, 22.900  
Point 45: 3.11221,117.000      Point 95: 4.45409, 21.800

Point 46: 3.13536,113.500      Point 96: 4.49829, 20.700  
Point 47: 3.15929,110.000      Point 97: 4.52801, 20.000  
Point 48: 3.18402,106.500  
Point 49: 3.20960,103.000  
Point 50: 3.22849,100.500



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

# BREAKPOINTS 91C/93C/330 FORMAT

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166591

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Interpolation Method: Lagrangian

Limit: 325.0 (Kelvin)

Format: 4 (Log Ohms/Kelvin)

Number of Breakpoints: 36

| No. | Units   | Temperature (K) | No. | Units   | Temperature (K) |
|-----|---------|-----------------|-----|---------|-----------------|
| 1   | 2.36459 | 325.0           | 21  | 3.70527 | 54.5            |
| 2   | 2.36667 | 324.0           | 22  | 3.78171 | 49.5            |
| 3   | 2.39891 | 309.0           | 23  | 3.82817 | 46.7            |
| 4   | 2.43314 | 294.0           | 24  | 3.88874 | 43.3            |
| 5   | 2.46958 | 279.0           | 25  | 3.94254 | 40.5            |
| 6   | 2.50847 | 264.0           | 26  | 3.99831 | 37.8            |
| 7   | 2.55007 | 249.0           | 27  | 4.05388 | 35.3            |
| 8   | 2.59472 | 234.0           | 28  | 4.10886 | 33.0            |
| 9   | 2.64279 | 219.0           | 29  | 4.16545 | 30.8            |
| 10  | 2.69474 | 204.0           | 30  | 4.22082 | 28.8            |
| 11  | 2.75111 | 189.0           | 31  | 4.27743 | 26.9            |
| 12  | 2.81259 | 174.0           | 32  | 4.33193 | 25.2            |
| 13  | 2.88007 | 159.0           | 33  | 4.38705 | 23.6            |
| 14  | 2.95468 | 144.0           | 34  | 4.44264 | 22.1            |
| 15  | 3.03797 | 129.0           | 35  | 4.48617 | 21.0            |
| 16  | 3.13206 | 114.0           | 36  | 4.52805 | 20.0            |
| 17  | 3.24005 | 99.0            |     |         |                 |
| 18  | 3.36668 | 84.0            |     |         |                 |
| 19  | 3.51966 | 69.0            |     |         |                 |
| 20  | 3.63592 | 59.5            |     |         |                 |

Temperature for Resistance Decades:

| Res. (Ohms) | Temp. (K) |
|-------------|-----------|
| 1000        | 135.621   |
| 10000       | 37.721    |



## BREAKPOINTS 234 FORMAT

Calibration Report: 1244209

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166591

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

### Maximum Temperature Error:

|             |         |
|-------------|---------|
| 1.4 - 10 K: | -       |
| 10 - 20 K:  | 0.022 K |
| 20 - 40 K:  | 0.058 K |
| 40 - 100 K: | 0.021 K |
| > 100 K:    | 0.038 K |

| BP # | Temp. (K) | Res. (W) | Log10 Res. | BP # | Temp. (K) | Res. (W) | Log10 Res. |
|------|-----------|----------|------------|------|-----------|----------|------------|
| 1    | 317.690   | 239.8833 | 2.380      | 36   | 109.906   | 1445.440 | 3.160      |
| 2    | 308.507   | 251.1886 | 2.400      | 37   | 104.308   | 1584.893 | 3.200      |
| 3    | 299.650   | 263.0268 | 2.420      | 38   | 99.006    | 1737.801 | 3.240      |
| 4    | 291.104   | 275.4229 | 2.440      | 39   | 93.985    | 1905.461 | 3.280      |
| 5    | 282.853   | 288.4032 | 2.460      | 40   | 89.232    | 2089.296 | 3.320      |
| 6    | 274.884   | 301.9952 | 2.480      | 41   | 84.729    | 2290.868 | 3.360      |
| 7    | 267.183   | 316.2278 | 2.500      | 42   | 80.464    | 2511.886 | 3.400      |
| 8    | 259.738   | 331.1311 | 2.520      | 43   | 76.424    | 2754.229 | 3.440      |
| 9    | 252.538   | 346.7369 | 2.540      | 44   | 72.596    | 3019.952 | 3.480      |
| 10   | 245.571   | 363.0781 | 2.560      | 45   | 68.970    | 3311.311 | 3.520      |
| 11   | 238.827   | 380.1894 | 2.580      | 46   | 65.535    | 3630.781 | 3.560      |
| 12   | 232.297   | 398.1072 | 2.600      | 47   | 62.279    | 3981.072 | 3.600      |
| 13   | 225.971   | 416.8694 | 2.620      | 48   | 59.193    | 4365.158 | 3.640      |
| 14   | 219.841   | 436.5158 | 2.640      | 49   | 56.269    | 4786.301 | 3.680      |
| 15   | 213.898   | 457.0882 | 2.660      | 50   | 53.497    | 5248.075 | 3.720      |
| 16   | 208.135   | 478.6301 | 2.680      | 51   | 50.869    | 5754.399 | 3.760      |
| 17   | 202.545   | 501.1872 | 2.700      | 52   | 48.377    | 6309.573 | 3.800      |
| 18   | 197.121   | 524.8075 | 2.720      | 53   | 46.014    | 6918.310 | 3.840      |
| 19   | 191.857   | 549.5409 | 2.740      | 54   | 43.774    | 7585.776 | 3.880      |
| 20   | 186.746   | 575.4399 | 2.760      | 55   | 41.649    | 8317.638 | 3.920      |
| 21   | 181.784   | 602.5596 | 2.780      | 56   | 39.633    | 9120.108 | 3.960      |
| 22   | 176.964   | 630.9573 | 2.800      | 57   | 37.721    | 10000.00 | 4.000      |
| 23   | 172.282   | 660.6934 | 2.820      | 58   | 33.360    | 12589.25 | 4.100      |
| 24   | 167.732   | 691.8310 | 2.840      | 59   | 29.535    | 15848.93 | 4.200      |
| 25   | 163.311   | 724.4360 | 2.860      | 60   | 26.181    | 19952.62 | 4.300      |
| 26   | 159.014   | 758.5776 | 2.880      | 61   | 23.241    | 25118.86 | 4.400      |
| 27   | 154.837   | 794.3282 | 2.900      | 62   | 20.664    | 31622.78 | 4.500      |
| 28   | 150.777   | 831.7638 | 2.920      | 63   | 18.406    | 39810.72 | 4.600      |
| 29   | 146.828   | 870.9636 | 2.940      |      |           |          |            |
| 30   | 142.989   | 912.0108 | 2.960      |      |           |          |            |
| 31   | 139.255   | 954.9926 | 2.980      |      |           |          |            |
| 32   | 135.623   | 1000.000 | 3.000      |      |           |          |            |
| 33   | 128.655   | 1096.478 | 3.040      |      |           |          |            |
| 34   | 122.060   | 1202.264 | 3.080      |      |           |          |            |
| 35   | 115.817   | 1318.257 | 3.120      |      |           |          |            |



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

**Certificate of Calibration**  
Report Number: 1244210

|  |                                |
|--|--------------------------------|
| Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L                        | Serial Number: X166592         |
| Sensor Type: Cernox Resistor                           | Calibration Date: May 12, 2021 |
| Sensor Excitation: see <i>Test Data</i> page of report | Calibration Due:               |
| Temperature Range: 20.0 K to 325 K                     |                                |

**Traceability and Calibration Method**

This temperature sensor has been calibrated to the International Temperature Scale of 1990 (ITS-90) or the Provisional Low Temperature Scale (PLTS-2000) as appropriate. The calibrations are traceable to the National Institute of Standards and Technology (NIST, United States), the National Physical Laboratory (NPL, United Kingdom), the Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB, Germany), or natural physical constants.

Lake Shore Cryotronics maintains ITS-90 and PLTS-2000 on standard platinum (PRT), rhodium-iron (RIRT), and germanium (GRT) resistance thermometers that have been calibrated directly by an internationally recognized national metrology institute (NIST, NPL, PTB) for  $T < 330$  K or an ISO 17025 accredited metrology laboratory for  $330\text{ K} < T < 800$  K. A nuclear orientation thermometer is also used for temperatures less than 50 mK. These standards are routinely intercompared to verify consistency and accuracy of the temperature scale.

The sensor calibrations are performed by comparison to laboratory standard resistance thermometers and tested in accordance with Lake Shore Cryotronics, Inc. Quality Assurance Manual (QP-4220). The quality system of Lake Shore Cryotronics is registered to ISO 9001.

Procedures used: 021-97-02, 099-00-00, 121-96-02, 029-95-02

**Notes**

The calibration results in this report apply only to the specific sensor specified above.

This report shall not be reproduced, except in full, without written approval from Lake Shore Cryotronics, Inc.

Unless stated otherwise, the uncertainties in this report are based on an approximate 95% confidence level with a coverage factor  $k=2$ .

Reported by: Matt Vance  
Calibration  
Engineer/Technician

Approved by: Kristine Shiffman  
Metrology



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

F010-04-00\_C

## DATA PLOT

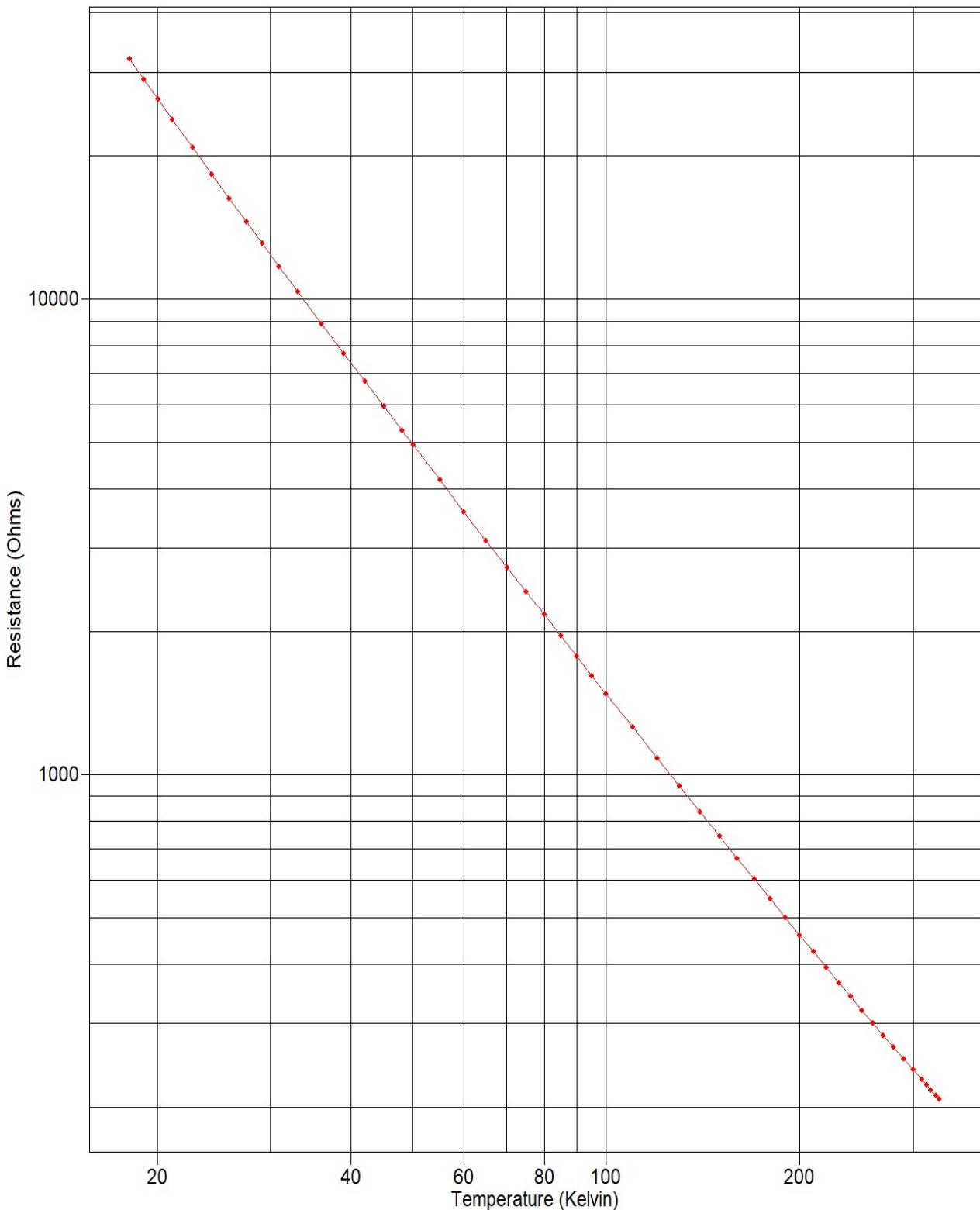
Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166592

Temperature Range: 20.0 K to 325 K



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Page 2 of 14

F010-04-00\_C

## TEST DATA

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

| Index | Temp. (K) | Resistance ( $\Omega$ ) | Excitation    | Index | Temp. (K) | Resistance ( $\Omega$ ) | Excitation    |
|-------|-----------|-------------------------|---------------|-------|-----------|-------------------------|---------------|
| 1     | 18.1136   | 32016.2                 | 2mV $\pm$ 25% | 31    | 140.012   | 833.968                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 2     | 19.0876   | 28938.8                 | 2mV $\pm$ 25% | 32    | 150.003   | 742.425                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 3     | 20.0602   | 26310.0                 | 2mV $\pm$ 25% | 33    | 160.001   | 666.083                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 4     | 21.1374   | 23819.5                 | 2mV $\pm$ 25% | 34    | 169.994   | 601.783                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 5     | 22.7141   | 20792.9                 | 2mV $\pm$ 25% | 35    | 179.988   | 547.067                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 6     | 24.3096   | 18309.6                 | 2mV $\pm$ 25% | 36    | 189.994   | 500.063                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 7     | 25.9182   | 16254.6                 | 2mV $\pm$ 25% | 37    | 200.000   | 459.380                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 8     | 27.5325   | 14535.5                 | 2mV $\pm$ 25% | 38    | 209.997   | 423.983                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 9     | 29.1547   | 13080.3                 | 2mV $\pm$ 25% | 39    | 219.990   | 392.957                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 10    | 30.9678   | 11711.0                 | 2mV $\pm$ 25% | 40    | 229.995   | 365.540                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 11    | 33.0783   | 10386.3                 | 2mV $\pm$ 25% | 41    | 240.003   | 341.243                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 12    | 36.0715   | 8876.29                 | 2mV $\pm$ 25% | 42    | 249.992   | 319.617                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 13    | 39.0691   | 7685.29                 | 2mV $\pm$ 25% | 43    | 260.007   | 300.229                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 14    | 42.0721   | 6729.38                 | 2mV $\pm$ 25% | 44    | 270.005   | 282.831                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 15    | 45.0634   | 5951.59                 | 2mV $\pm$ 25% | 45    | 280.012   | 267.108                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 16    | 48.0592   | 5307.47                 | 2mV $\pm$ 25% | 46    | 290.004   | 252.880                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 17    | 50.0570   | 4936.80                 | 2mV $\pm$ 25% | 47    | 300.017   | 239.937                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 18    | 55.0513   | 4172.69                 | 2mV $\pm$ 25% | 48    | 310.000   | 228.165                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 19    | 60.0438   | 3581.61                 | 2mV $\pm$ 25% | 49    | 315.011   | 222.673                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 20    | 65.0337   | 3113.89                 | 2mV $\pm$ 25% | 50    | 320.014   | 217.391                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 21    | 70.0301   | 2736.61                 | 2mV $\pm$ 25% | 51    | 326.013   | 211.364                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 22    | 75.0273   | 2427.49                 | 2mV $\pm$ 25% | 52    | 330.025   | 207.495                 | 2mV $\pm$ 25% |
| 23    | 80.0157   | 2171.32                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 24    | 85.0212   | 1955.05                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 25    | 90.0226   | 1771.58                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 26    | 95.0201   | 1614.46                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 27    | 100.016   | 1478.59                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 28    | 110.011   | 1256.33                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 29    | 120.008   | 1083.24                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |
| 30    | 130.013   | 945.453                 | 2mV $\pm$ 25% |       |           |                         |               |



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Page 3 of 14

F010-04-00\_C

## UNCERTAINTY ANALYSIS

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

### Calibration Data Uncertainty

The uncertainties of the measured calibration data for Lake Shore's sensors are summarized in the table below. The values given are the combined uncertainty of the temperature measurement and the resistance or voltage measurement expressed as an equivalent temperature uncertainty in millikelvin (mK). Note that the values are the calibration uncertainty only and do not include the stability of the temperature sensor. The uncertainty analysis has followed the guidelines for determining measurement uncertainty as outlined in the ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, NIST Technical Note 1297, and ANSI/NCSL Z540-2-1997. Since the uncertainty varies with temperature due to the variation of the sensor sensitivity and excitation, the table gives typical values at several different temperatures throughout the range of the calibration. The uncertainty is based on an approximate 95% confidence level with a coverage factor  $k = 2$ .

| T (K) | GR | Uncertainty ( $\pm$ mK) |      |      |      |      |      |      |      |              |             |             |
|-------|----|-------------------------|------|------|------|------|------|------|------|--------------|-------------|-------------|
|       |    | Cernox (CX)             |      |      |      |      | RX   |      |      | Platinum     |             | RF-800      |
|       |    | 1010                    | 1030 | 1050 | 1070 | 1080 | 102A | 103A | 202A | 100 $\Omega$ | 25 $\Omega$ | 27 $\Omega$ |
| 1.4   | 4  | 4                       | 4    | 4    |      |      | 4    | 4    | 4    |              |             | 5           |
| 4.2   | 4  | 4                       | 4    | 4    | 4    |      | 4    | 6    | 5    |              |             | 5           |
| 10    | 4  | 5                       | 5    | 4    | 4    |      | 10   | 15   | 12   |              |             | 7           |
| 20    | 8  | 10                      | 9    | 8    | 8    | 8    | 35   | 35   | 28   | 9            | 10          | 13          |
| 30    | 9  | 13                      | 11   | 9    | 9    | 9    | 76   | 61   | 46   | 9            | 9           | 14          |
| 50    | 11 | 18                      | 14   | 12   | 12   | 11   |      |      |      | 10           | 10          | 13          |
| 100   | 20 | 29                      | 22   | 17   | 16   | 14   |      |      |      | 11           | 12          | 12          |
| 300   |    | 78                      | 60   | 46   | 45   | 36   |      |      |      | 24           | 24          | 25          |
| 400   |    | 124                     | 94   | 74   | 72   | 60   |      |      |      | 45           | 45          | 45          |
| 500   |    |                         |      |      |      |      |      |      |      | 51           | 51          | 54          |

### Polynomial Fit Uncertainty

When a sensor is used to measure temperature, a polynomial fit to the measured calibration data is often used to convert the sensor resistance (R) or voltage (V) to a temperature (T). How well the polynomial represents the sensor calibration data is another source of uncertainty when using the sensor. In the polynomials provided with this set of calibration data, the standard deviation of the fit can be used as an estimate of this additional temperature uncertainty. The standard deviation of fit is determined from the following equation:

$$\sigma_{fit}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (T_i - T_{i,calc})^2}{N - n} = \frac{N}{N - n} (\Delta T_{RMS})^2$$

where

$\sigma_{fit}$  = standard deviation of the fit

$T_i$  = measured temperature for point i

$T_{i,calc}$  = the temperature calculated from the polynomial equation for point i

N = number of data points in fit range

n = number of fit coefficients

$\Delta T_{RMS}$  = root mean square deviation of fit

A value of  $\Delta T_{RMS}$  is given for each range of fit.

F008-04-00\_C



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Page 4 of 14

F010-04-00\_C

## POLYNOMIAL EQUATION

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Polynomial Type: Chebychev

Useful Range of Fit:

|               |    |           |
|---------------|----|-----------|
| 20.0 K        | to | 95.0 K    |
| 2.646e+4 ohms | to | 1614 ohms |

Lower and Upper limits of Log(Resistance) used in computing Chebychev coefficients:

ZL = 3.0991045601      ZU = 4.50537017428

| Order | Coefficient | Std. Deviation of Coefficient | Ratio (Coeff./Std Dev.) |
|-------|-------------|-------------------------------|-------------------------|
| 0     | 53.561482   | 2.3565E-04                    | 227295.15               |
| 1     | -44.266985  | 3.8106E-04                    | -116167.78              |
| 2     | 10.286012   | 3.5448E-04                    | 29017.11                |
| 3     | -1.660558   | 3.3388E-04                    | -4973.53                |
| 4     | 0.213431    | 3.1502E-04                    | 677.52                  |
| 5     | -0.020761   | 3.0534E-04                    | -67.99                  |
| 6     | 0.001145    | 2.8938E-04                    | 3.96                    |
| 7     | -0.000239   | 2.9489E-04                    | -0.81                   |

Z = Log(Resistance)

k = ((Z-ZL)-(ZU-Z))/(ZU-ZL)

Temp. (K) =  $\sum A_i * \cos(i * \arccos(k))$ , where  $0 \leq i \leq 7$   
and the  $A_i$ 's are the coefficients in the table above.

## POLYNOMIAL EQUATION

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Polynomial Type: Chebychev

Temp. (K) vs. Log(Resistance)

|    | R Meas. ( $\Omega$ ) | T Meas. (K) | T Eq. (K) | T diff. (mK) |
|----|----------------------|-------------|-----------|--------------|
| 1  | 32016.23             | 18.11364    | 18.11353  | 0.11         |
| 2  | 28938.77             | 19.08759    | 19.08761  | -0.02        |
| 3  | 26309.96             | 20.06018    | 20.06056  | -0.38        |
| 4  | 23819.47             | 21.13737    | 21.13696  | 0.41         |
| 5  | 20792.86             | 22.71409    | 22.71444  | -0.36        |
| 6  | 18309.63             | 24.30960    | 24.31031  | -0.71        |
| 7  | 16254.56             | 25.91821    | 25.91681  | 1.40         |
| 8  | 14535.51             | 27.53255    | 27.53129  | 1.25         |
| 9  | 13080.25             | 29.15467    | 29.15553  | -0.87        |
| 10 | 11711.03             | 30.96777    | 30.96974  | -1.97        |
| 11 | 10386.29             | 33.07829    | 33.07757  | 0.71         |
| 12 | 8876.287             | 36.07153    | 36.07087  | 0.66         |
| 13 | 7685.292             | 39.06909    | 39.07038  | -1.29        |
| 14 | 6729.376             | 42.07214    | 42.07102  | 1.12         |
| 15 | 5951.590             | 45.06342    | 45.06356  | -0.14        |
| 16 | 5307.468             | 48.05918    | 48.05777  | 1.41         |
| 17 | 4936.795             | 50.05699    | 50.05818  | -1.19        |
| 18 | 4172.688             | 55.05130    | 55.05133  | -0.03        |
| 19 | 3581.615             | 60.04382    | 60.04297  | 0.85         |
| 20 | 3113.890             | 65.03365    | 65.03521  | -1.55        |
| 21 | 2736.612             | 70.03009    | 70.03053  | -0.44        |
| 22 | 2427.491             | 75.02732    | 75.02762  | -0.30        |
| 23 | 2171.316             | 80.01568    | 80.01345  | 2.23         |
| 24 | 1955.053             | 85.02119    | 85.02109  | 0.10         |
| 25 | 1771.583             | 90.02255    | 90.02353  | -0.98        |
| 26 | 1614.456             | 95.02010    | 95.02003  | 0.06         |
| 27 | 1478.586             | 100.01611   | 100.01639 | -0.28        |
| 28 | 1256.332             | 110.01080   | 110.01061 | 0.19         |

Order of Fit = 7

RMS error of fit = 0.96 mK

Largest absolute error = 2.23 mK at data point no. 23



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

## POLYNOMIAL EQUATION

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Polynomial Type: Chebychev

Useful Range of Fit:

|           |    |            |
|-----------|----|------------|
| 95.0 K    | to | 325 K      |
| 1614 ohms | to | 212.4 ohms |

Lower and Upper limits of Log(Resistance) used in computing Chebychev coefficients:

ZL = 2.31700766855      ZU = 3.2911585644

| Order | Coefficient | Std. Deviation of Coefficient | Ratio (Coeff./Std Dev.) |
|-------|-------------|-------------------------------|-------------------------|
| 0     | 185.397969  | 9.3704E-04                    | 197854.49               |
| 1     | -119.191207 | 1.4292E-03                    | -83395.70               |
| 2     | 21.584729   | 1.3555E-03                    | 15923.49                |
| 3     | -3.218514   | 1.3469E-03                    | -2389.52                |
| 4     | 0.528022    | 1.3014E-03                    | 405.73                  |
| 5     | -0.091985   | 1.2386E-03                    | -74.27                  |
| 6     | 0.014176    | 1.2280E-03                    | 11.54                   |
| 7     | -0.002575   | 1.2191E-03                    | -2.11                   |

Z = Log(Resistance)

k = ((Z-ZL)-(ZU-Z))/(ZU-ZL)

Temp. (K) =  $\sum A_i * \cos(i * \arccos(k))$ , where  $0 \leq i \leq 7$   
and the  $A_i$ 's are the coefficients in the table above.

## POLYNOMIAL EQUATION

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Polynomial Type: Chebychev

Temp. (K) vs. Log(Resistance)

|    | R Meas. ( $\Omega$ ) | T Meas. (K) | T Eq. (K) | T diff. (mK) |
|----|----------------------|-------------|-----------|--------------|
| 24 | 1955.053             | 85.02109    | 85.02062  | 0.48         |
| 25 | 1771.583             | 90.02353    | 90.02436  | -0.83        |
| 26 | 1614.456             | 95.02003    | 95.02036  | -0.32        |
| 27 | 1478.586             | 100.01611   | 100.01598 | 0.13         |
| 28 | 1256.332             | 110.01080   | 110.00919 | 1.61         |
| 29 | 1083.241             | 120.00766   | 120.00711 | 0.55         |
| 30 | 945.4526             | 130.01259   | 130.01456 | -1.97        |
| 31 | 833.9685             | 140.01220   | 140.01465 | -2.46        |
| 32 | 742.4250             | 150.00252   | 150.00113 | 1.39         |
| 33 | 666.0830             | 160.00069   | 159.99828 | 2.40         |
| 34 | 601.7833             | 169.99369   | 169.99308 | 0.61         |
| 35 | 547.0672             | 179.98761   | 179.98873 | -1.12        |
| 36 | 500.0633             | 189.99353   | 189.99250 | 1.03         |
| 37 | 459.3800             | 200.00001   | 200.00180 | -1.79        |
| 38 | 423.9834             | 209.99727   | 209.99733 | -0.06        |
| 39 | 392.9566             | 219.98999   | 219.98821 | 1.78         |
| 40 | 365.5395             | 229.99538   | 229.99786 | -2.48        |
| 41 | 341.2429             | 240.00262   | 240.00242 | 0.20         |
| 42 | 319.6166             | 249.99229   | 249.99604 | -3.75        |
| 43 | 300.2286             | 260.00670   | 260.00557 | 1.14         |
| 44 | 282.8311             | 270.00457   | 269.99852 | 6.05         |
| 45 | 267.1082             | 280.01196   | 280.00707 | 4.89         |
| 46 | 252.8799             | 290.00431   | 290.00866 | -4.35        |
| 47 | 239.9369             | 300.01719   | 300.02164 | -4.45        |
| 48 | 228.1654             | 310.00002   | 310.01154 | -11.52       |
| 49 | 222.6730             | 315.01063   | 314.99907 | 11.56        |
| 50 | 217.3908             | 320.01433   | 320.01175 | 2.58         |
| 51 | 211.3636             | 326.01325   | 326.01055 | 2.70         |
| 52 | 207.4950             | 330.02517   | 330.02918 | -4.01        |

Order of Fit = 7

RMS error of fit = 3.93 mK

Largest absolute error = 11.56 mK at data point no. 49

## INTERPOLATION TABLE

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166592

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

| Temp (K) | Res. (Ω) | dR/dT (Ω/K) | dlogR/dlogT | Temp (K) | Res. (Ω) | dR/dT (Ω/K) | dlogR/dlogT |
|----------|----------|-------------|-------------|----------|----------|-------------|-------------|
| 20.00    | 26462.3  | -2526.9     | -1.9098     | 130.0    | 945.632  | -12.336     | -1.6959     |
| 21.00    | 24115.0  | -2179.3     | -1.8978     | 135.0    | 887.049  | -11.126     | -1.6932     |
| 22.00    | 22082.9  | -1894.1     | -1.8870     | 140.0    | 834.116  | -10.072     | -1.6905     |
| 23.00    | 20310.5  | -1657.9     | -1.8775     | 145.0    | 786.112  | -9.1496     | -1.6877     |
| 24.00    | 18754.2  | -1460.3     | -1.8688     | 150.0    | 742.434  | -8.3388     | -1.6848     |
| 25.00    | 17379.4  | -1293.8     | -1.8612     | 155.0    | 702.566  | -7.6228     | -1.6817     |
| 26.00    | 16158.2  | -1152.3     | -1.8542     | 160.0    | 666.071  | -6.9879     | -1.6786     |
| 27.00    | 15068.0  | -1031.2     | -1.8479     | 165.0    | 632.571  | -6.4228     | -1.6753     |
| 28.00    | 14090.1  | -927.00     | -1.8421     | 170.0    | 601.742  | -5.9180     | -1.6719     |
| 29.00    | 13209.4  | -836.66     | -1.8368     | 175.0    | 573.303  | -5.4656     | -1.6684     |
| 30.00    | 12412.9  | -757.99     | -1.8319     | 180.0    | 547.010  | -5.0589     | -1.6647     |
| 31.00    | 11690.1  | -689.10     | -1.8274     | 185.0    | 522.648  | -4.6921     | -1.6608     |
| 32.00    | 11032.0  | -628.52     | -1.8231     | 190.0    | 500.031  | -4.3605     | -1.6569     |
| 33.00    | 10430.7  | -575.01     | -1.8192     | 195.0    | 478.992  | -4.0598     | -1.6528     |
| 34.00    | 9879.92  | -527.55     | -1.8155     | 200.0    | 459.387  | -3.7866     | -1.6485     |
| 35.00    | 9373.93  | -485.25     | -1.8118     | 205.0    | 441.086  | -3.5376     | -1.6442     |
| 36.00    | 8907.91  | -447.49     | -1.8085     | 210.0    | 423.975  | -3.3103     | -1.6396     |
| 37.00    | 8477.64  | -413.65     | -1.8054     | 215.0    | 407.950  | -3.1024     | -1.6350     |
| 38.00    | 8079.48  | -383.19     | -1.8022     | 220.0    | 392.922  | -2.9117     | -1.6303     |
| 39.00    | 7710.26  | -355.72     | -1.7993     | 225.0    | 378.808  | -2.7365     | -1.6254     |
| 40.00    | 7367.16  | -330.89     | -1.7966     | 230.0    | 365.534  | -2.5753     | -1.6204     |
| 42.00    | 6749.77  | -287.87     | -1.7912     | 235.0    | 353.034  | -2.4267     | -1.6153     |
| 44.00    | 6210.83  | -252.15     | -1.7863     | 240.0    | 341.248  | -2.2894     | -1.6101     |
| 46.00    | 5737.31  | -222.23     | -1.7818     | 245.0    | 330.123  | -2.1624     | -1.6048     |
| 48.00    | 5318.83  | -196.95     | -1.7774     | 250.0    | 319.609  | -2.0448     | -1.5995     |
| 50.00    | 4946.99  | -175.46     | -1.7734     | 255.0    | 309.661  | -1.9357     | -1.5940     |
| 52.00    | 4614.94  | -157.04     | -1.7695     | 260.0    | 300.239  | -1.8343     | -1.5884     |
| 54.00    | 4317.12  | -141.16     | -1.7657     | 265.0    | 291.306  | -1.7399     | -1.5828     |
| 56.00    | 4048.86  | -127.42     | -1.7624     | 270.0    | 282.829  | -1.6521     | -1.5771     |
| 58.00    | 3806.27  | -115.44     | -1.7590     | 273.15   | 277.708  | -1.5998     | -1.5735     |
| 60.00    | 3586.12  | -104.95     | -1.7559     | 275.0    | 274.776  | -1.5701     | -1.5714     |
| 65.00    | 3116.84  | -83.846     | -1.7486     | 280.0    | 267.119  | -1.4935     | -1.5656     |
| 70.00    | 2738.69  | -68.155     | -1.7420     | 285.0    | 259.832  | -1.4219     | -1.5597     |
| 75.00    | 2429.04  | -56.228     | -1.7361     | 290.0    | 252.892  | -1.3549     | -1.5538     |
| 77.35    | 2302.45  | -51.602     | -1.7335     | 295.0    | 246.276  | -1.2922     | -1.5478     |
| 80.00    | 2171.95  | -46.989     | -1.7308     | 300.0    | 239.964  | -1.2333     | -1.5418     |
| 85.00    | 1955.89  | -39.714     | -1.7259     | 305.0    | 233.937  | -1.1780     | -1.5358     |
| 90.00    | 1772.38  | -33.899     | -1.7214     | 310.0    | 228.178  | -1.1260     | -1.5297     |
| 95.00    | 1615.05  | -29.197     | -1.7174     | 315.0    | 222.672  | -1.0771     | -1.5237     |
| 100.0    | 1478.99  | -25.350     | -1.7140     | 320.0    | 217.403  | -1.0310     | -1.5176     |
| 105.0    | 1360.46  | -22.160     | -1.7103     | 325.0    | 212.357  | -0.98762    | -1.5115     |
| 110.0    | 1256.51  | -19.499     | -1.7070     |          |          |             |             |
| 115.0    | 1164.77  | -17.260     | -1.7041     |          |          |             |             |
| 120.0    | 1083.35  | -15.359     | -1.7013     |          |          |             |             |
| 125.0    | 1010.72  | -13.734     | -1.6986     |          |          |             |             |



## THERMAL CYCLE TESTING

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

This sensor was tested for repeatability through rapid thermal cycles from room temperature into liquid helium. During this test, the following four lead resistance values were recorded:

Approximately 305 K: 234  $\Omega$

Liquid Nitrogen: 2310  $\Omega$

Liquid Helium: 1275559  $\Omega$

The nitrogen and helium values were recorded in OPEN dewars, so precision comparisons with calibration values or other thermal cycle test values should not be made.

### Recommended Operating Parameters:

For sensors calibrated by Lake Shore, the current to the sensor is adjusted to maintain the sensor output voltage or power at the values listed on the Test Data page.



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Page 10 of 14

F010-04-00\_C

# BREAKPOINTS CUBIC SPLINE FORMAT

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Data Format: 7 (Ohms/Kelvin)

Setpoint Limit: 325

| Measurement (ohms) | Temp (K)    | Curvature   |
|--------------------|-------------|-------------|
| 2.07495E+02        | 3.30029E+02 | 9.34225E-03 |
| 2.11364E+02        | 3.26011E+02 | 8.87560E-03 |
| 2.17391E+02        | 3.20012E+02 | 8.14857E-03 |
| 2.22673E+02        | 3.14999E+02 | 7.59246E-03 |
| 2.28165E+02        | 3.10012E+02 | 7.04939E-03 |
| 2.39937E+02        | 3.00022E+02 | 6.06816E-03 |
| 2.52880E+02        | 2.90009E+02 | 5.19915E-03 |
| 2.67108E+02        | 2.80007E+02 | 4.42922E-03 |
| 2.82831E+02        | 2.69999E+02 | 3.75083E-03 |
| 3.00229E+02        | 2.60006E+02 | 3.15705E-03 |
| 3.19617E+02        | 2.49996E+02 | 2.63863E-03 |
| 3.41243E+02        | 2.40002E+02 | 2.19008E-03 |
| 3.65540E+02        | 2.29998E+02 | 1.80325E-03 |
| 3.92957E+02        | 2.19988E+02 | 1.47215E-03 |
| 4.23983E+02        | 2.09997E+02 | 1.19135E-03 |
| 4.59380E+02        | 2.00002E+02 | 9.54383E-04 |
| 5.00063E+02        | 1.89992E+02 | 7.55942E-04 |
| 5.47067E+02        | 1.79989E+02 | 5.91589E-04 |
| 6.01783E+02        | 1.69993E+02 | 4.56821E-04 |
| 6.66083E+02        | 1.59998E+02 | 3.47437E-04 |
| 7.42425E+02        | 1.50001E+02 | 2.59737E-04 |
| 8.33968E+02        | 1.40015E+02 | 1.90481E-04 |
| 9.45453E+02        | 1.30015E+02 | 1.36510E-04 |
| 1.08324E+03        | 1.20007E+02 | 9.53014E-05 |
| 1.25633E+03        | 1.10009E+02 | 6.43874E-05 |
| 1.47859E+03        | 1.00016E+02 | 4.22067E-05 |
| 1.61446E+03        | 9.50200E+01 | 3.39889E-05 |
| 1.77158E+03        | 9.00235E+01 | 2.65596E-05 |
| 1.95505E+03        | 8.50211E+01 | 2.05353E-05 |
| 2.17132E+03        | 8.00134E+01 | 1.55930E-05 |
| 2.42749E+03        | 7.50276E+01 | 1.16405E-05 |
| 2.73661E+03        | 7.00305E+01 | 8.49916E-06 |
| 3.11389E+03        | 6.50352E+01 | 6.05530E-06 |
| 3.58161E+03        | 6.00430E+01 | 4.19425E-06 |
| 4.17269E+03        | 5.50513E+01 | 2.80257E-06 |
| 4.93680E+03        | 5.00582E+01 | 1.81584E-06 |
| 5.30747E+03        | 4.80578E+01 | 1.52415E-06 |
| 5.95159E+03        | 4.50636E+01 | 1.12172E-06 |
| 6.72938E+03        | 4.20710E+01 | 8.15560E-07 |
| 7.68529E+03        | 3.90704E+01 | 5.75990E-07 |
| 8.87629E+03        | 3.60709E+01 | 3.94938E-07 |
| 1.03863E+04        | 3.30776E+01 | 2.63334E-07 |
| 1.17110E+04        | 3.09697E+01 | 1.94534E-07 |
| 1.30803E+04        | 2.91555E+01 | 1.46033E-07 |
| 1.45355E+04        | 2.75313E+01 | 1.11235E-07 |
| 1.62546E+04        | 2.59168E+01 | 8.31859E-08 |
| 1.83096E+04        | 2.43103E+01 | 6.10943E-08 |
| 2.07929E+04        | 2.27144E+01 | 4.38612E-08 |
| 2.38195E+04        | 2.11370E+01 | 3.09522E-08 |
| 2.63100E+04        | 2.00606E+01 | 2.39676E-08 |
| 2.89388E+04        | 1.90876E+01 | 1.90614E-08 |
| 3.20162E+04        | 1.81135E+01 | 1.33180E-08 |



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

## BREAKPOINTS 340 FORMAT

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166592

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Name: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Format: 4 ;Log Ohms/Kelvin

Limit: 325.0

Coefficient: 1 ;Negative

Point 1: 2.32704,325.000      Point 51: 3.18497, 98.000  
Point 2: 2.33931,319.000      Point 52: 3.20424, 95.500  
Point 3: 2.35081,313.500      Point 53: 3.22403, 93.000  
Point 4: 2.36256,308.000      Point 54: 3.24438, 90.500  
Point 5: 2.37457,302.500      Point 55: 3.26532, 88.000

Point 6: 2.38686,297.000      Point 56: 3.28256, 86.000  
Point 7: 2.39943,291.500      Point 57: 3.30019, 84.000  
Point 8: 2.41230,286.000      Point 58: 3.31827, 82.000  
Point 9: 2.42547,280.500      Point 59: 3.33682, 80.000  
Point 10: 2.43895,275.000      Point 60: 3.35586, 78.000

Point 11: 2.45150,270.000      Point 61: 3.37542, 76.000  
Point 12: 2.46433,265.000      Point 62: 3.39552, 74.000  
Point 13: 2.47744,260.000      Point 63: 3.41621, 72.000  
Point 14: 2.49086,255.000      Point 64: 3.43750, 70.000  
Point 15: 2.50459,250.000      Point 65: 3.45945, 68.000

Point 16: 2.51865,245.000      Point 66: 3.48208, 66.000  
Point 17: 2.53304,240.000      Point 67: 3.50544, 64.000  
Point 18: 2.54779,235.000      Point 68: 3.52959, 62.000  
Point 19: 2.56290,230.000      Point 69: 3.55457, 60.000  
Point 20: 2.57839,225.000      Point 70: 3.57781, 58.200

Point 21: 2.59428,220.000      Point 71: 3.60183, 56.400  
Point 22: 2.61058,215.000      Point 72: 3.62666, 54.600  
Point 23: 2.62731,210.000      Point 73: 3.65237, 52.800  
Point 24: 2.64276,205.500      Point 74: 3.67902, 51.000  
Point 25: 2.65858,201.000      Point 75: 3.70359, 49.400

Point 26: 2.67480,196.500      Point 76: 3.72897, 47.800  
Point 27: 2.69143,192.000      Point 77: 3.75528, 46.200  
Point 28: 2.70850,187.500      Point 78: 3.78257, 44.600  
Point 29: 2.72602,183.000      Point 79: 3.81091, 43.000  
Point 30: 2.74401,178.500      Point 80: 3.84040, 41.400

Point 31: 2.76250,174.000      Point 81: 3.87308, 39.700  
Point 32: 2.78151,169.500      Point 82: 3.90318, 38.200  
Point 33: 2.80107,165.000      Point 83: 3.93244, 36.800  
Point 34: 2.82120,160.500      Point 84: 3.96288, 35.400  
Point 35: 2.83962,156.500      Point 85: 3.99465, 34.000

Point 36: 2.85853,152.500      Point 86: 4.02784, 32.600  
Point 37: 2.87797,148.500      Point 87: 4.06008, 31.300  
Point 38: 2.89797,144.500      Point 88: 4.09375, 30.000  
Point 39: 2.91856,140.500      Point 89: 4.12905, 28.700  
Point 40: 2.93978,136.500      Point 90: 4.16323, 27.500

Point 41: 2.96165,132.500      Point 91: 4.19902, 26.300  
Point 42: 2.98422,128.500      Point 92: 4.23666, 25.100  
Point 43: 3.00753,124.500      Point 93: 4.27632, 23.900  
Point 44: 3.03164,120.500      Point 94: 4.31470, 22.800  
Point 45: 3.05344,117.000      Point 95: 4.35514, 21.700

Point 46: 3.07591,113.500      Point 96: 4.39796, 20.600  
Point 47: 3.09911,110.000      Point 97: 4.42262, 20.000  
Point 48: 3.12309,106.500  
Point 49: 3.14791,103.000  
Point 50: 3.16623,100.500



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

# BREAKPOINTS 91C/93C/330 FORMAT

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Serial Number: X166592

Sensor Type: Cernox Resistor

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

Interpolation Method: Lagrangian

Limit: 325.0 (Kelvin)

Format: 4 (Log Ohms/Kelvin)

Number of Breakpoints: 36

| No. | Units   | Temperature (K) | No. | Units   | Temperature (K) |
|-----|---------|-----------------|-----|---------|-----------------|
| 1   | 2.32707 | 325.0           | 21  | 3.62813 | 54.5            |
| 2   | 2.32909 | 324.0           | 22  | 3.70208 | 49.5            |
| 3   | 2.36042 | 309.0           | 23  | 3.74703 | 46.7            |
| 4   | 2.39370 | 294.0           | 24  | 3.80560 | 43.3            |
| 5   | 2.42914 | 279.0           | 25  | 3.85761 | 40.5            |
| 6   | 2.46695 | 264.0           | 26  | 3.91151 | 37.8            |
| 7   | 2.50740 | 249.0           | 27  | 3.96521 | 35.3            |
| 8   | 2.55081 | 234.0           | 28  | 4.01832 | 33.0            |
| 9   | 2.59753 | 219.0           | 29  | 4.07296 | 30.8            |
| 10  | 2.64802 | 204.0           | 30  | 4.12640 | 28.8            |
| 11  | 2.70279 | 189.0           | 31  | 4.18103 | 26.9            |
| 12  | 2.76254 | 174.0           | 32  | 4.23360 | 25.2            |
| 13  | 2.82809 | 159.0           | 33  | 4.28675 | 23.6            |
| 14  | 2.90056 | 144.0           | 34  | 4.34034 | 22.1            |
| 15  | 2.98141 | 129.0           | 35  | 4.38229 | 21.0            |
| 16  | 3.07270 | 114.0           | 36  | 4.42263 | 20.0            |
| 17  | 3.17745 | 99.0            |     |         |                 |
| 18  | 3.30022 | 84.0            |     |         |                 |
| 19  | 3.44843 | 69.0            |     |         |                 |
| 20  | 3.56101 | 59.5            |     |         |                 |

Temperature for Resistance Decades:

| Res. (Ohms) | Temp. (K) |
|-------------|-----------|
| 1000        | 125.784   |
| 10000       | 33.775    |



## BREAKPOINTS 234 FORMAT

Calibration Report: 1244210

Sensor Model: CX-1080-SD-HT-20L

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166592

Temperature Range: 20.0 K to 325 K

### Maximum Temperature Error:

|             |         |
|-------------|---------|
| 1.4 - 10 K: | -       |
| 10 - 20 K:  | 0.024 K |
| 20 - 40 K:  | 0.055 K |
| 40 - 100 K: | 0.022 K |
| > 100 K:    | 0.037 K |

| BP # | Temp. (K) | Res. (W) | Log10 Res. | BP # | Temp. (K) | Res. (W) | Log10 Res. |
|------|-----------|----------|------------|------|-----------|----------|------------|
| 1    | 318.676   | 218.7762 | 2.340      | 36   | 112.882   | 1202.264 | 3.080      |
| 2    | 309.196   | 229.0868 | 2.360      | 37   | 106.954   | 1318.257 | 3.120      |
| 3    | 300.065   | 239.8833 | 2.380      | 38   | 101.348   | 1445.440 | 3.160      |
| 4    | 291.264   | 251.1886 | 2.400      | 39   | 96.049    | 1584.893 | 3.200      |
| 5    | 282.778   | 263.0268 | 2.420      | 40   | 91.036    | 1737.801 | 3.240      |
| 6    | 274.589   | 275.4229 | 2.440      | 41   | 86.297    | 1905.461 | 3.280      |
| 7    | 266.683   | 288.4032 | 2.460      | 42   | 81.815    | 2089.296 | 3.320      |
| 8    | 259.047   | 301.9952 | 2.480      | 43   | 77.575    | 2290.868 | 3.360      |
| 9    | 251.669   | 316.2278 | 2.500      | 44   | 73.566    | 2511.886 | 3.400      |
| 10   | 244.535   | 331.1311 | 2.520      | 45   | 69.773    | 2754.229 | 3.440      |
| 11   | 237.635   | 346.7369 | 2.540      | 46   | 66.185    | 3019.952 | 3.480      |
| 12   | 230.959   | 363.0781 | 2.560      | 47   | 62.791    | 3311.311 | 3.520      |
| 13   | 224.497   | 380.1894 | 2.580      | 48   | 59.579    | 3630.781 | 3.560      |
| 14   | 218.239   | 398.1072 | 2.600      | 49   | 56.539    | 3981.072 | 3.600      |
| 15   | 212.177   | 416.8694 | 2.620      | 50   | 53.663    | 4365.158 | 3.640      |
| 16   | 206.303   | 436.5158 | 2.640      | 51   | 50.940    | 4786.301 | 3.680      |
| 17   | 200.610   | 457.0882 | 2.660      | 52   | 48.363    | 5248.075 | 3.720      |
| 18   | 195.089   | 478.6301 | 2.680      | 53   | 45.923    | 5754.399 | 3.760      |
| 19   | 189.735   | 501.1872 | 2.700      | 54   | 43.613    | 6309.573 | 3.800      |
| 20   | 184.541   | 524.8075 | 2.720      | 55   | 41.426    | 6918.310 | 3.840      |
| 21   | 179.502   | 549.5409 | 2.740      | 56   | 39.355    | 7585.776 | 3.880      |
| 22   | 174.610   | 575.4399 | 2.760      | 57   | 37.393    | 8317.638 | 3.920      |
| 23   | 169.862   | 602.5596 | 2.780      | 58   | 35.535    | 9120.108 | 3.960      |
| 24   | 165.252   | 630.9573 | 2.800      | 59   | 33.775    | 10000.00 | 4.000      |
| 25   | 160.775   | 660.6934 | 2.820      | 60   | 29.770    | 12589.25 | 4.100      |
| 26   | 156.426   | 691.8310 | 2.840      | 61   | 26.273    | 15848.93 | 4.200      |
| 27   | 152.202   | 724.4360 | 2.860      | 62   | 23.219    | 19952.62 | 4.300      |
| 28   | 148.098   | 758.5776 | 2.880      | 63   | 20.554    | 25118.86 | 4.400      |
| 29   | 144.110   | 794.3282 | 2.900      | 64   | 18.230    | 31622.78 | 4.500      |
| 30   | 140.234   | 831.7638 | 2.920      |      |           |          |            |
| 31   | 136.467   | 870.9636 | 2.940      |      |           |          |            |
| 32   | 132.806   | 912.0108 | 2.960      |      |           |          |            |
| 33   | 129.247   | 954.9926 | 2.980      |      |           |          |            |
| 34   | 125.787   | 1000.000 | 3.000      |      |           |          |            |
| 35   | 119.154   | 1096.478 | 3.040      |      |           |          |            |



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082

Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

## A.2. Berechnung der Unsicherheit der Temperatur

Die Typ-B-UNSicherheitsbestimmung der Temperatur setzt sich aus drei einzelnen Unsicherheiten zusammen.

Zum einer der Unsicherheit der Messung selbst. Dabei wird der Widerstand in der Messzelle gemessen. Der Fehler der Auswerteinheit wird mit  $\pm 1,0 \Omega \pm 0,04\%$  des Messwertes im Bereich von  $0 \text{ k}\Omega$  bis  $10 \text{ k}\Omega$  und mit  $\pm 2,0 \Omega \pm 0,04\%$  des Messwertes im Bereich von  $0 \text{ k}\Omega$  bis  $30 \text{ k}\Omega$  angegeben. Diese gelten als gleichverteilt. Der Sensitivitätskoeffizient  $c$  wird über das Chebychev-Polynom berechnet.

Die Unsicherheit bei der Umrechnung des Widerstands in eine Temperatur beträgt maximal  $1,70 \text{ mK}$  für den Sensor X166591 und  $0,96 \text{ mK}$  für den Sensor X166592. Diese Unsicherheiten können als rechteckverteilt angenommen werden.

Die letzte Unsicherheit beruht auf dem Sensor CX 1080. Diese kann aus der Tabelle auf Seite 4 des Herstellerzertifikats abgelesen werden.

Über die Gauß'sche Unsicherheitsfortpflanzung kann die jeweilige Typ-B-UNSicherheit eines Sensors berechnet werden.

## A.3. Daten für die GC-Kalibrierung

Tabelle A.2.: Kalibrierzusammensetzung von Helium-Neon mit jeweiliger Unsicherheit

| Soll-Zusammensetzung / Mol-% | Ist-Zusammensetzung / Mol-%            |
|------------------------------|--|
| 0,5 - 12                     | $0,4947 \pm 0,0099$ - $11,91 \pm 0,24$ |
| 2,5 - 10                     | $2,504 \pm 0,050$ - $9,83 \pm 0,20$    |
| 5 - 7,5                      | $4,75 \pm 0,095$ - $7,56 \pm 0,15$     |
| 7,5 - 5                      | $7,23 \pm 0,14$ - $5,02 \pm 0,1$       |
| 10 - 2,5                     | $9,96 \pm 0,201$ - $2,639 \pm 0,053$   |
| 12 - 0,5                     | $12,19 \pm 0,24$ - $0,4799 \pm 0,0096$ |

Tabelle A.3.: Unsicherheiten der Widerstandsmessung des TCD

| Eingangsbereich / $\Omega$ | Erregerstrom / $\mu\text{A}$ | elektronische Genauigkeit                  |
|----------------------------|------------------------------|--|
| 0 - 100                    | 100                          | $\pm 0,01 \Omega \pm 0,04\%$ des Messwerts |
| 0 - 300                    | 30                           | $\pm 0,01 \Omega \pm 0,04\%$ des Messwerts |
| 0 - 1.000                  | 10                           | $\pm 0,01 \Omega \pm 0,04\%$ des Messwerts |
| 0 - 3.000                  | 3                            | $\pm 0,01 \Omega \pm 0,04\%$ des Messwerts |
| 0 - 10.000                 | 1                            | $\pm 0,01 \Omega \pm 0,04\%$ des Messwerts |
| 0 - 30.000                 | 0,3                          | $\pm 0,01 \Omega \pm 0,04\%$ des Messwerts |

## A.4. VLE Daten des Neon-Helium Gemisches aus der Literatur

Tabelle A.4.: VLE-Daten von Neon-Helium-Gemischen mit zugehöriger Unsicherheiten aus der Literatur

| Autor(en)        | T / K  | p / bar | x <sub>1</sub> / - | y <sub>1</sub> / - | u(T) / K | u(p) / bar | u(x <sub>1</sub> ) / - | u(y <sub>1</sub> ) / - |
|------------------|--------|---------|--------------------|--------------------|----------|------------|------------------------|------------------------|
| Knorn            | 27,026 | 6,000   | 0,003              | 0,803              | 0,02     | -          | 0,000                  | 0,001                  |
| Knorn            | 27,026 | 11,000  | 0,005              | 0,872              | 0,02     | -          | 0,000                  | 0,001                  |
| Knorn            | 27,026 | 16,000  | 0,008              | 0,900              | 0,02     | -          | 0,000                  | 0,001                  |
| Knorn            | 27,026 | 21,000  | 0,011              | 0,910              | 0,02     | -          | 0,000                  | 0,001                  |
| Knorn            | 27,026 | 26,000  | 0,014              | 0,914              | 0,02     | -          | 0,000                  | 0,001                  |
| Knorn            | 27,026 | 31,000  | 0,015              | 0,915              | 0,02     | -          | 0,000                  | 0,001                  |
| Knorn            | 27,026 | 41,000  | 0,021              | 0,914              | 0,02     | -          | 0,000                  | 0,001                  |
| Knorn            | 27,026 | 51,000  | 0,026              | 0,913              | 0,02     | -          | 0,000                  | 0,001                  |
| Heck und Barrick | 26,953 | 2,800   | -                  | 0,625              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 5,300   | -                  | 0,810              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 9,700   | -                  | 0,877              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 20,300  | 0,011              | 0,901              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 41,100  | 0,029              | 0,926              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 61,000  | 0,042              | -                  | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 61,200  | -                  | 0,922              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 82,500  | 0,053              | 0,913              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 111,500 | -                  | 0,903              | 0,050    | 0,300      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 26,953 | 119,000 | 0,072              | -                  | 0,050    | 0,300      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 8,000   | -                  | 0,410              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 22,000  | 0,027              | 0,702              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 40,300  | 0,056              | 0,760              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 56,400  | 0,087              | 0,763              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 75,900  | 0,117              | 0,753              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 89,600  | -                  | 0,735              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 90,500  | 0,143              | -                  | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 115,000 | 0,205              | 0,715              | 0,050    | 0,300      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 136,900 | -                  | 0,661              | 0,050    | 0,300      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 32,891 | 139,200 | 0,272              | 0,661              | 0,050    | 0,300      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 35,905 | 10,600  | -                  | 0,239              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 35,905 | 17,600  | -                  | 0,458              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 35,905 | 18,200  | 0,020              | -                  | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 35,905 | 22,000  | -                  | 0,538              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 35,905 | 23,200  | 0,031              | -                  | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 35,905 | 25,800  | 0,037              | -                  | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 35,905 | 28,600  | -                  | 0,587              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |
| Heck und Barrick | 35,905 | 33,500  | -                  | 0,605              | 0,050    | 0,100      | -                      | -                      |

|                  |        |        |       |       |       |       |   |   |
|------------------|--------|--------|-------|-------|-------|-------|---|---|
| Heck und Barrick | 35,905 | 34,200 | 0,056 | -     | 0,050 | 0,100 | - | - |
| Heck und Barrick | 35,905 | 36,200 | 0,060 | 0,613 | 0,050 | 0,100 | - | - |

## A.5. Diagramme der angepassten binären Wechselwirkungsparameter

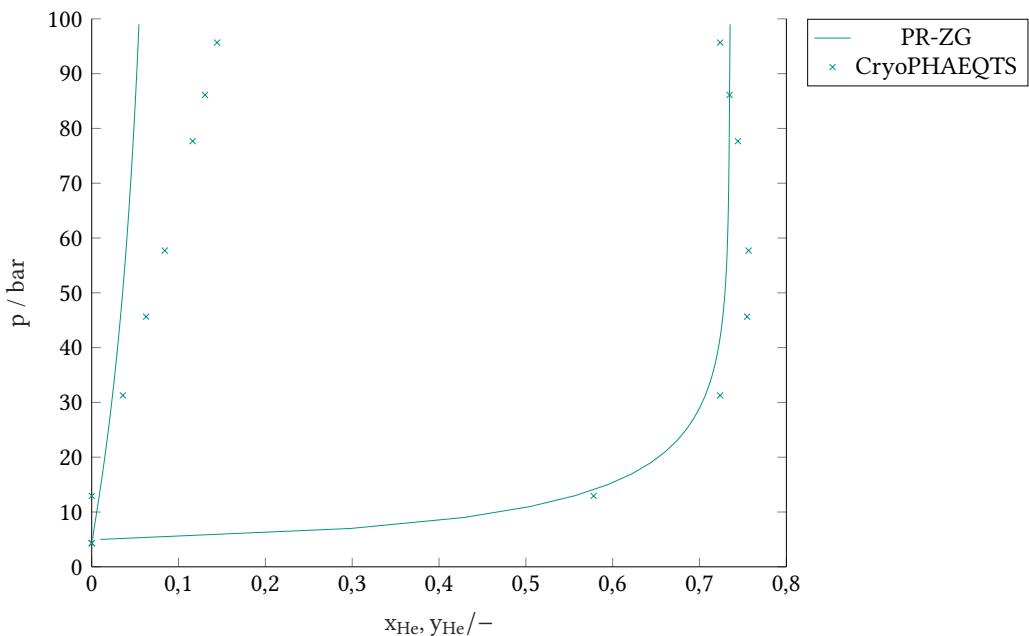


Abbildung A.1.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K, einem originalen kritischen Punkt,  $\omega = -0,3836$  und  $k_{i,j} = 0,1319$

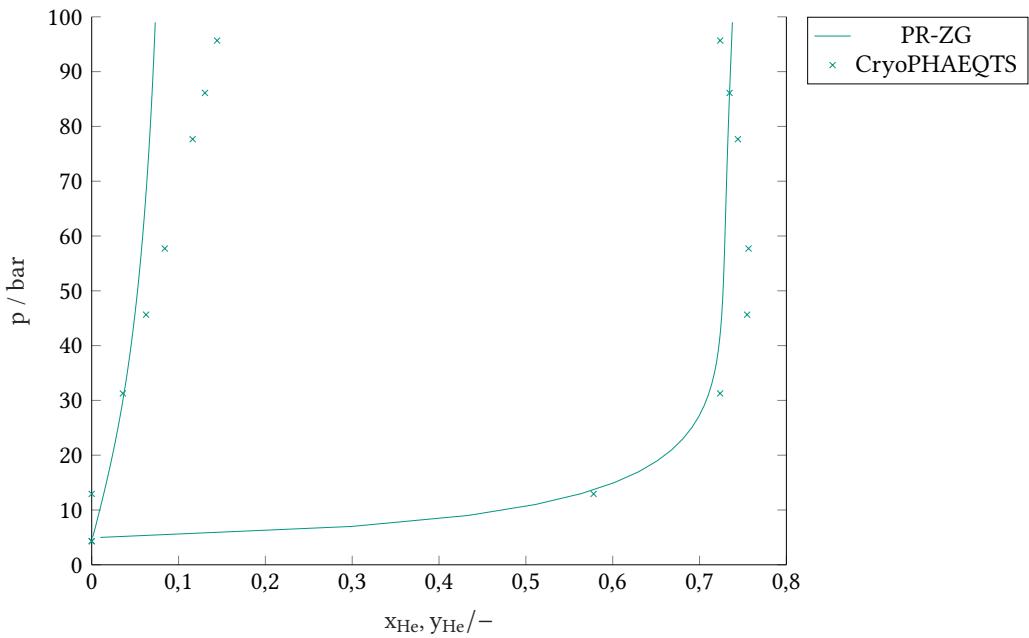


Abbildung A.2.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = -0,3836$  und  $k_{i,j} = 0,2635$

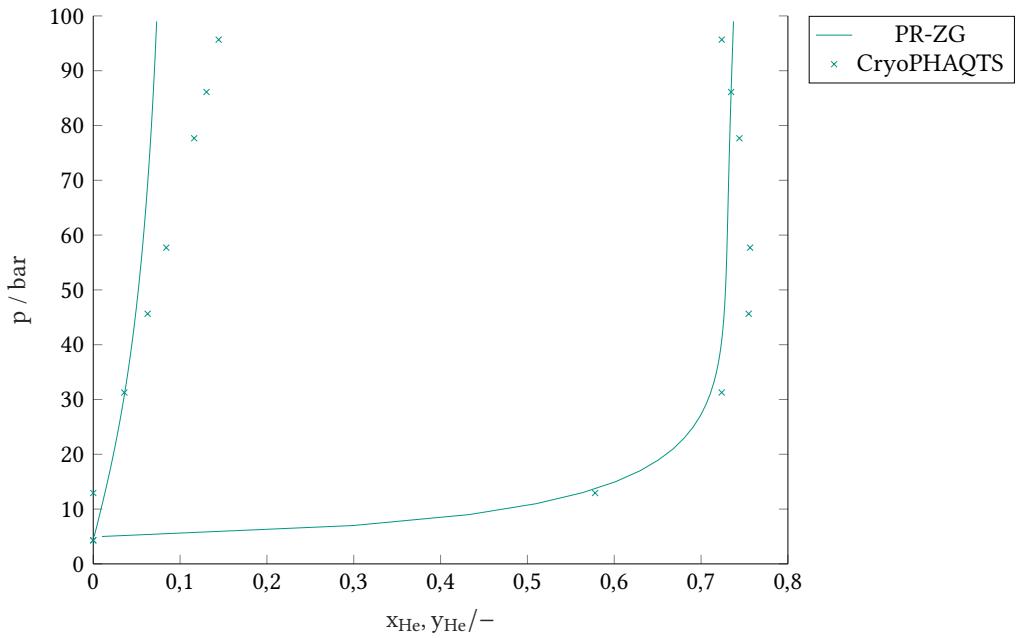


Abbildung A.3.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = -0,365$  und  $k_{i,j} = 0,2559$

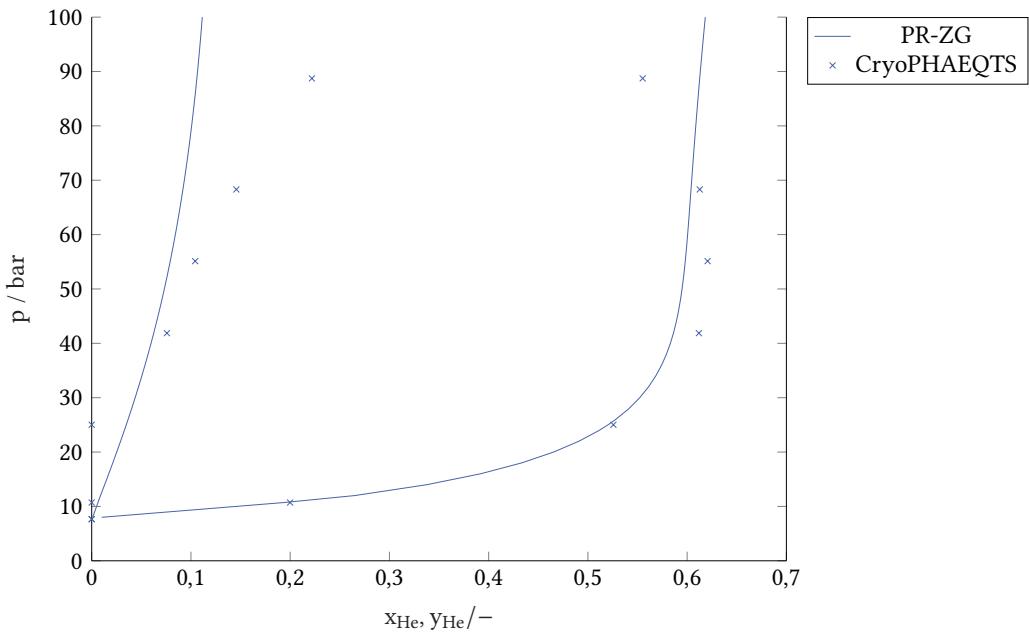


Abbildung A.4.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = -0,3836$  und  $k_{i,j} = 0,2977$

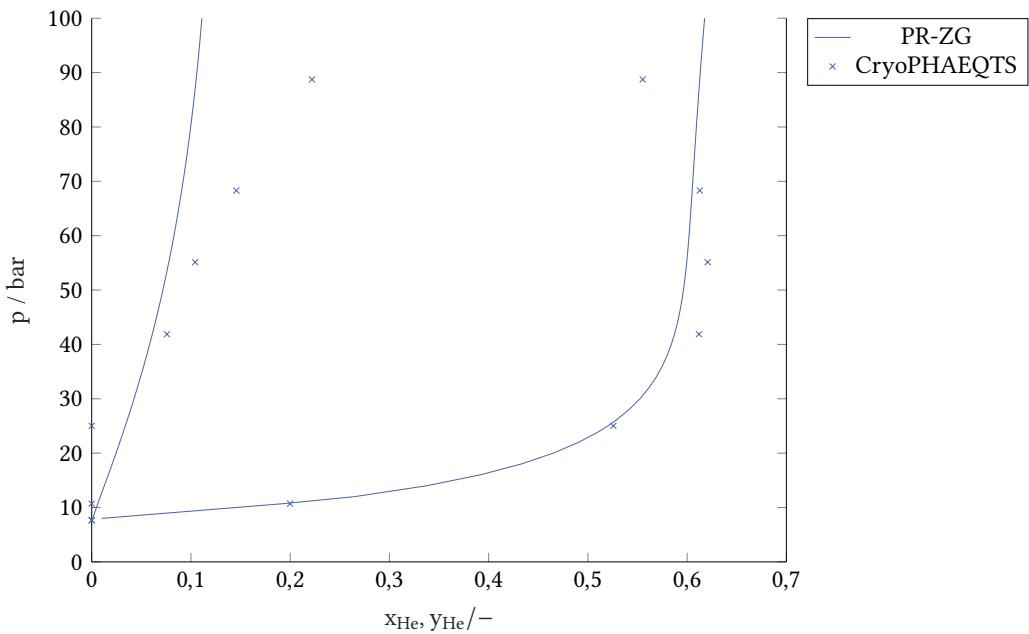


Abbildung A.5.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = -0,365$  und  $k_{i,j} = 0,2900$

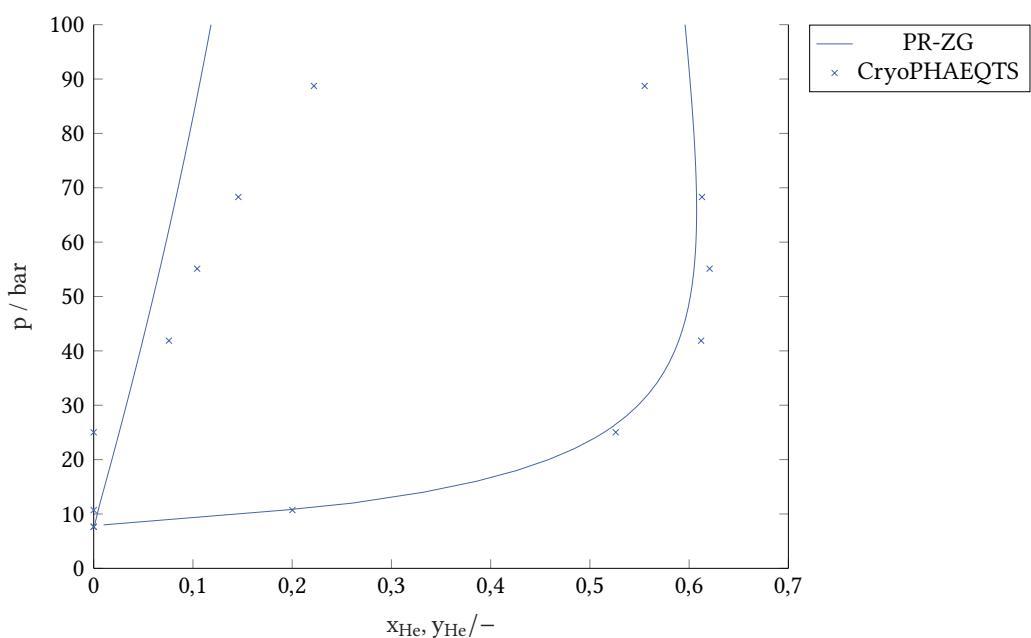


Abbildung A.6.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = 0$  und  $k_{i,j} = -0,0295$