

# **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
Betreuender 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-Helium 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

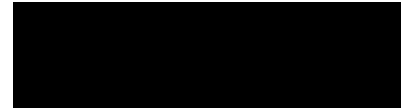
Die Arbeit wird am ITTK am KIT Campus Süd durchgeführt. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in schriftlicher Form zu dokumentieren und in einem Seminarvortrag vorzustellen. Für die Arbeit ist eine dreimonatige Bearbeitungszeit vorgesehen.

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	Stuend-t Verteilung für die Unsicherheitsberechnung
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

Größe	Beschreibung
<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 - Unsicherheit
c	am kritischen Punkt
C	kombinierte Unsicherheit
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 Sattedampfdruck  $p_{sat}$  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 Zweitere 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 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].

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

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 bestimmbar. 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 ebenfalls 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 Halbwerte  $a$ . 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 variierten 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<sup>®</sup> 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 Pulsrohrkühler, „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



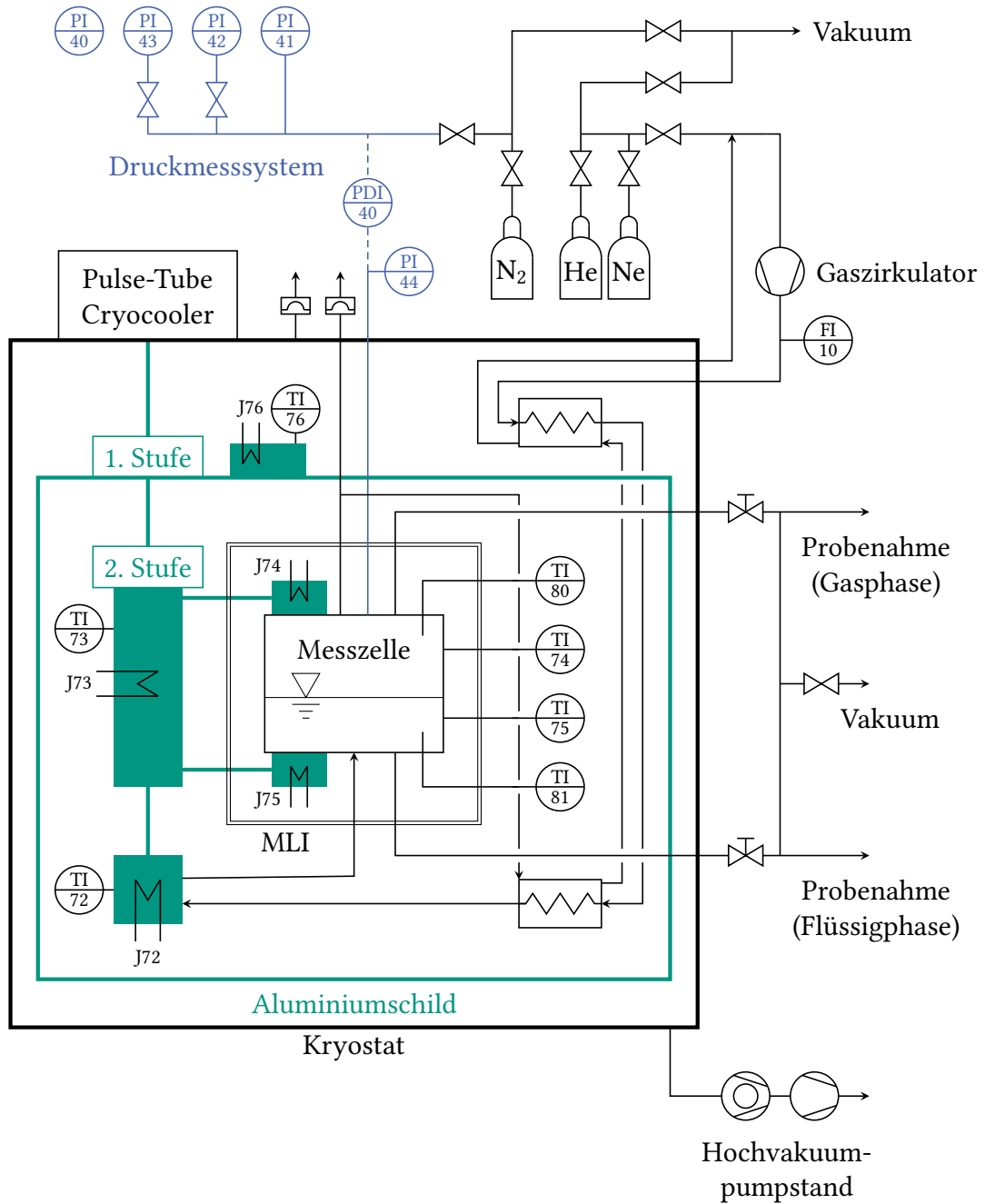


Abbildung 3.1.: Anlagenschema des Tieftemperatur-Phasengleichgewichtsprüfstands CryoPHAEQTS, verändert nach [7]

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 Hochvakuumumpumpstand 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.

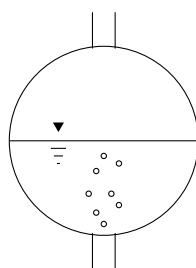


Abbildung 3.2.: Schematische Darstellung der Gaszirkulation

### 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  $T = -30\text{ }^{\circ}\text{C}$ , die des Detektors  $T = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ . 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 Kalibrier-mischungen 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 Kalibrier-mischungen A und B benutzt, die bzgl. ihrer Flächenverhältnisse der Probenmischung am nächsten liegen.

Mittels der zwei Kalibrier-mischungen 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 Kalibrier-mischungen  $i = \{A, B\}$  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

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

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

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 Kalibrier Mischung 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

$T / \text{K}$	$p / \text{bar}$	$x_1 / -$	$y_1 / -$	$u(T) / \text{K}$	$u(p) / \text{bar}$ nach GUM	$u(p) / \text{bar}$ 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  $\pm 0,05 \text{ K}$  bei den Daten von Heck und Barrick und  $\pm 0,02 \text{ K}$  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.

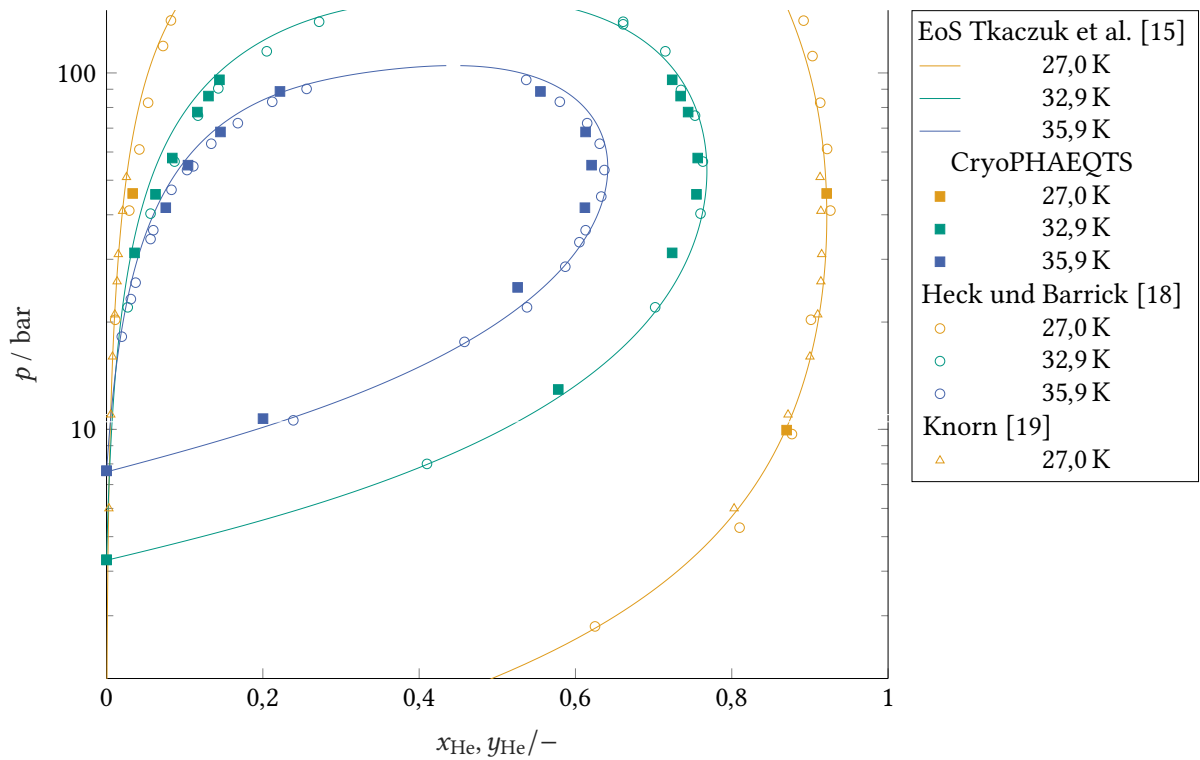


Abbildung 4.1.: Vergleich der Messdaten mit experimentellen Literaturdaten und der Zustandsgleichung von Tkaczuk et al.

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 K und 35,9 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.

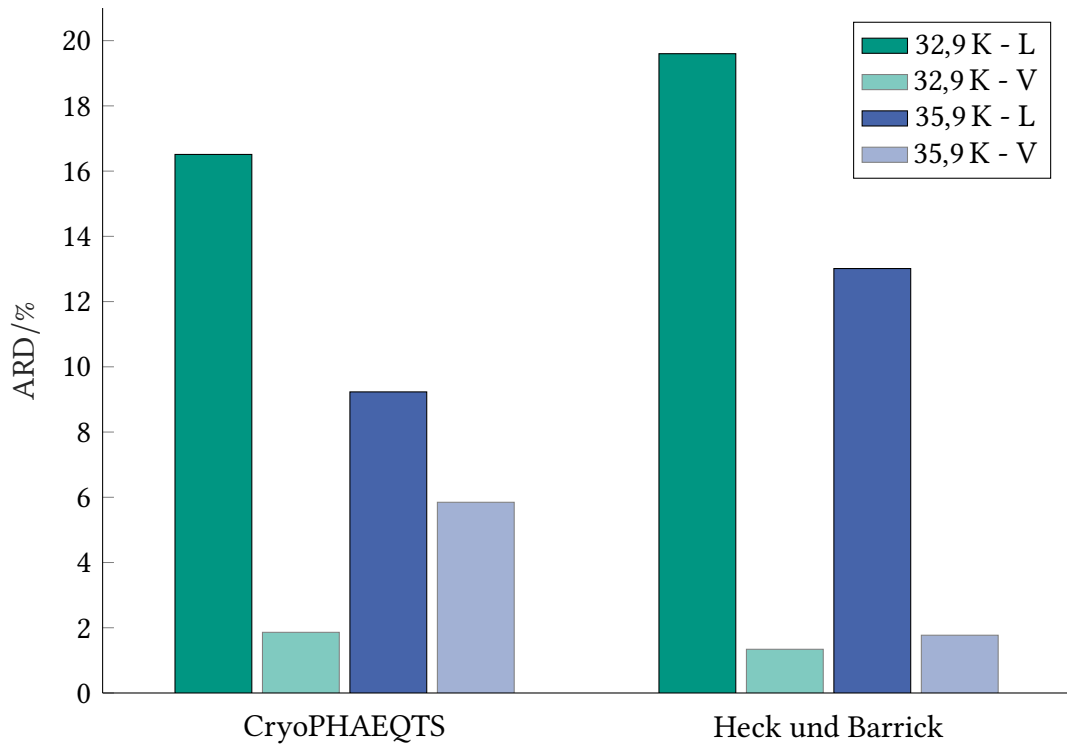


Abbildung 4.2.: Mittlere relative Zusammensetzungsabweichung der Flüssig- (L) und Dampfphase (V) der CryoPHAEQTS- und Literaturdaten zu Tkaczuk et al.

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	$T / \text{K}$	$\text{AAD}^{\text{L}} / -$	$\text{ARD}^{\text{L}} / -$	$\text{AAD}^{\text{V}} / -$	$\text{ARD}^{\text{V}} / -$
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.

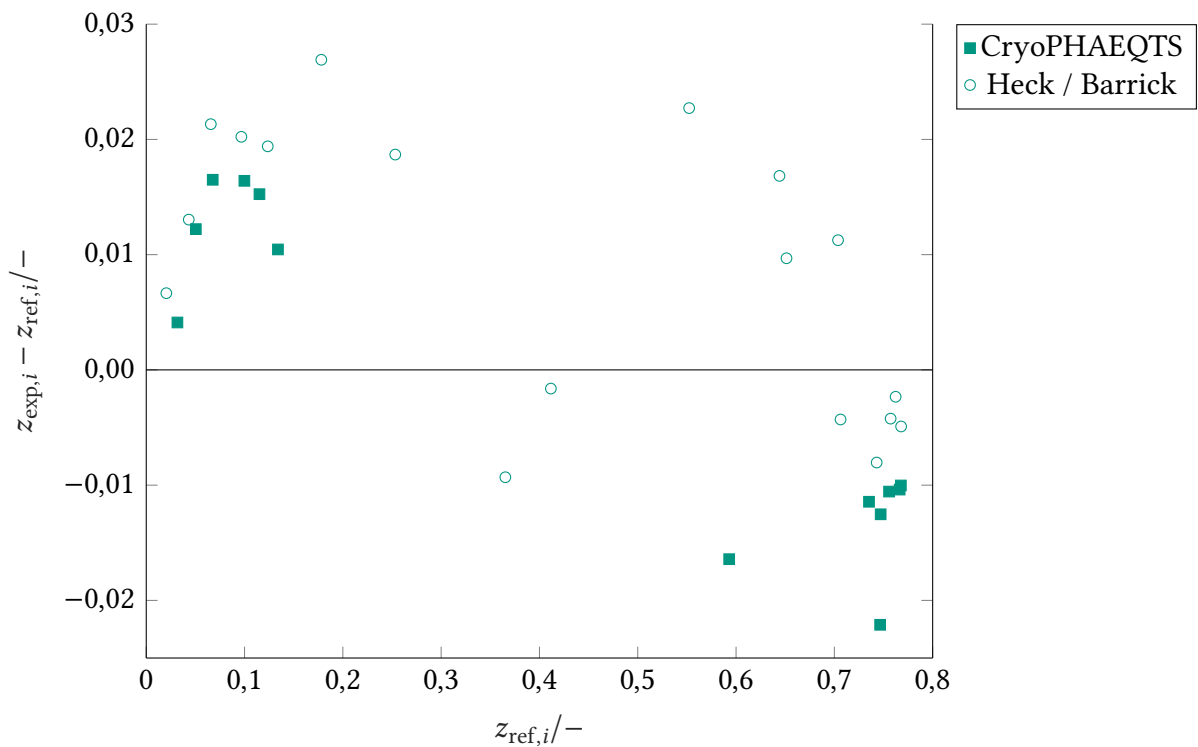


Abbildung 4.3.: Zusammensetzungsdifferenz der experimentellen Daten zu Referenzwerten von Tkaczuk et al. bei  $T = 32,9 \text{ K}$

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.

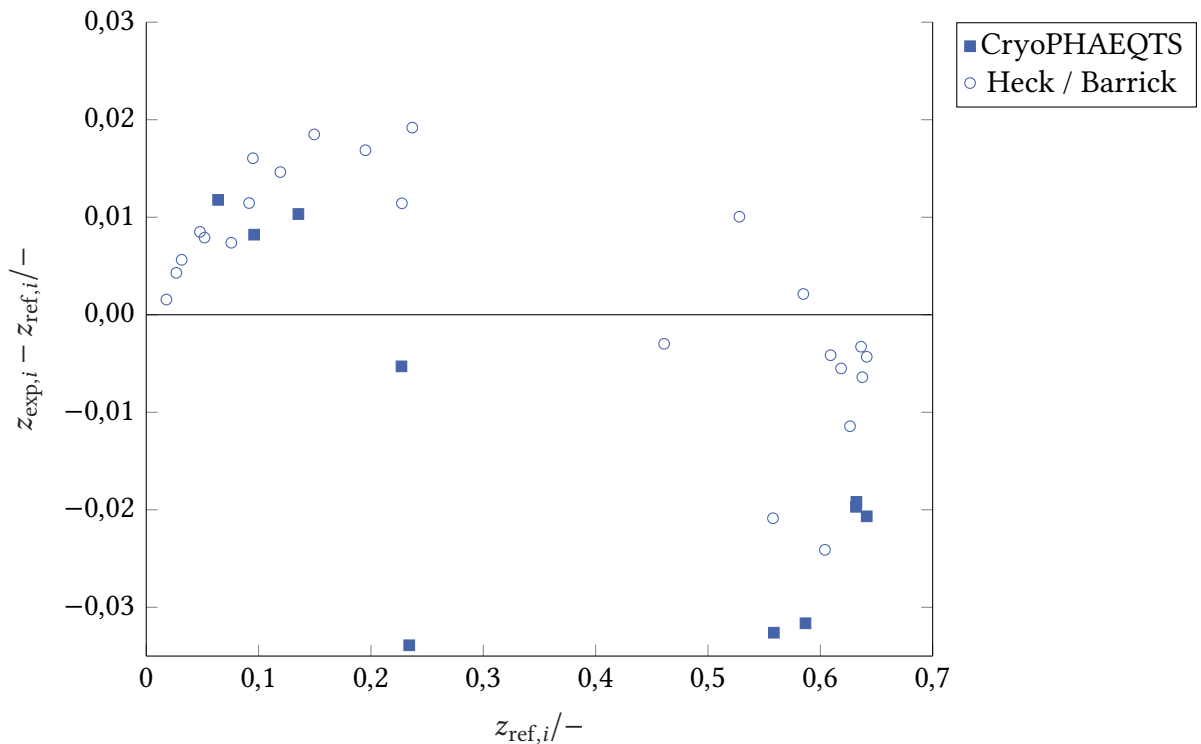


Abbildung 4.4.: Zusammensetzungsdifferenz der experimentellen Daten zu Referenzwerten von Tkaczuk et al. bei  $T = 35,9\text{ K}$

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.

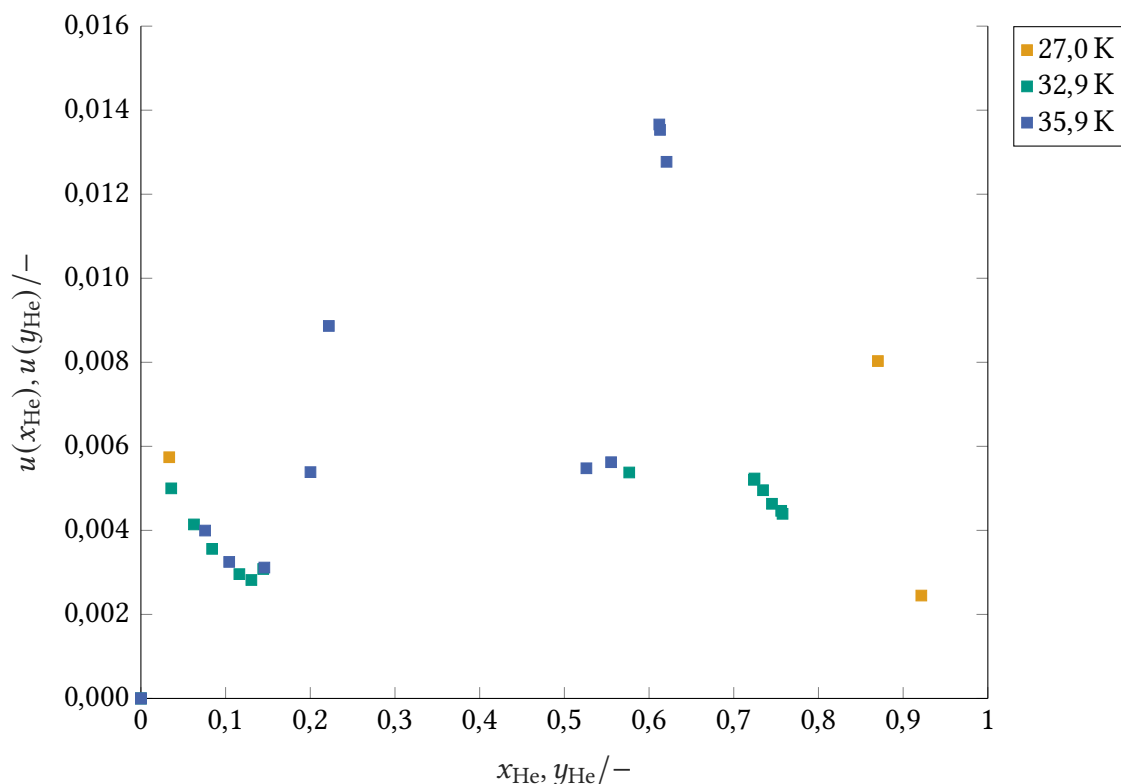


Abbildung 4.5.: Unsicherheit der Zusammensetzungsbestimmung über dem Konzentrationsbereich des Neon-Helium-Systems

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  $T = 32,9 \text{ K}$  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 Zusammensetzungsabweichung. Diese ist der wahrscheinlichste Fehler, da keine genauen Sensoren verwendet werden können. Desweiteren 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.

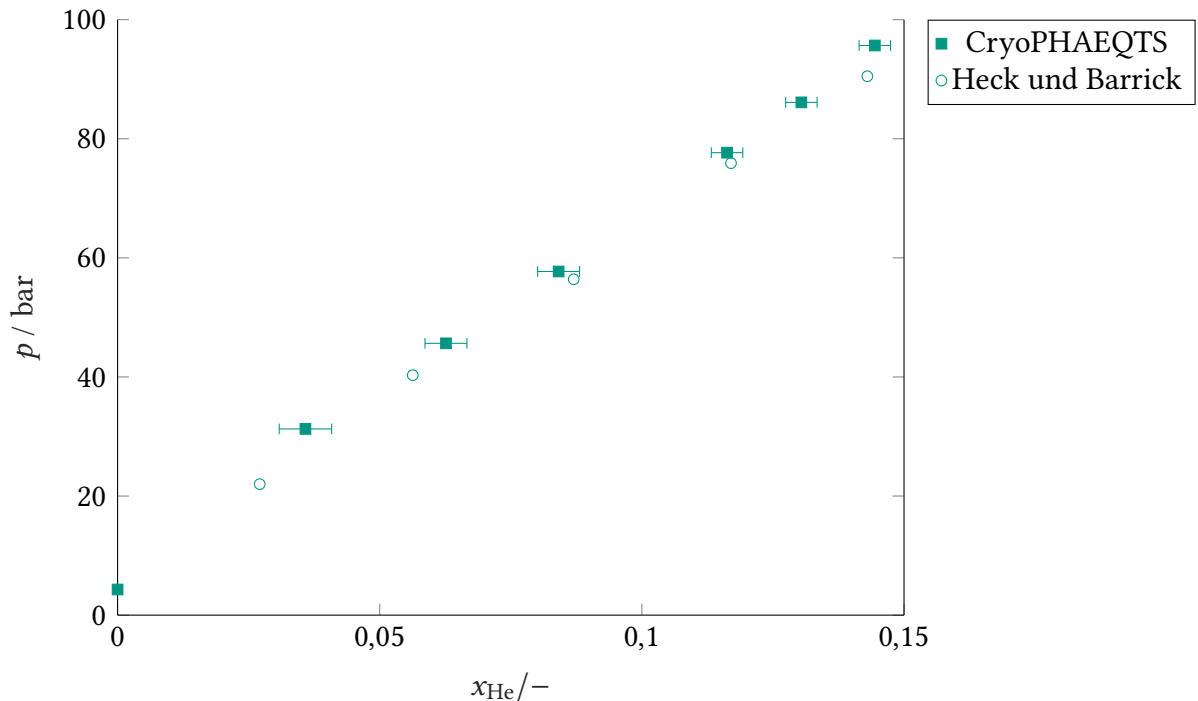


Abbildung 4.6.: Unsicherheit der Flüssigphasenzusammensetzung im Vergleich zu den experimentellen Literaturdaten von Heck und Barrick bei 32,9 K

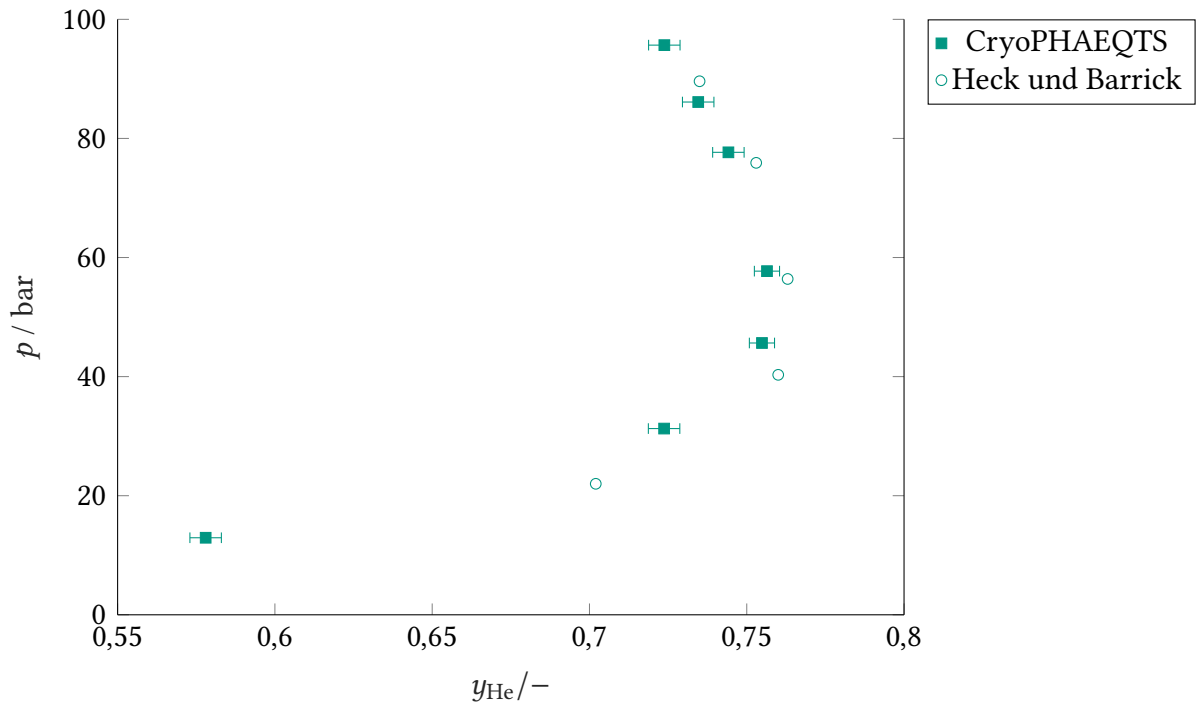


Abbildung 4.7.: Unsicherheit der Dampfphasenzusammensetzung im Vergleich zu den experimentellen Literaturdaten von Heck und Barrick bei 32,9 K

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 Quantenschwellung 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 Analyse 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. Unsicherheiten 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 ausgeschaltet. 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  $\pm 0,02$  K und ist damit etwas kleiner als bei der Anlage von Heck und Barrick. Die Temperaturen einer Isotherme schwanken zusätzlich um  $\pm 0,02$  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 Zusammensetzungsunsicherheit 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.

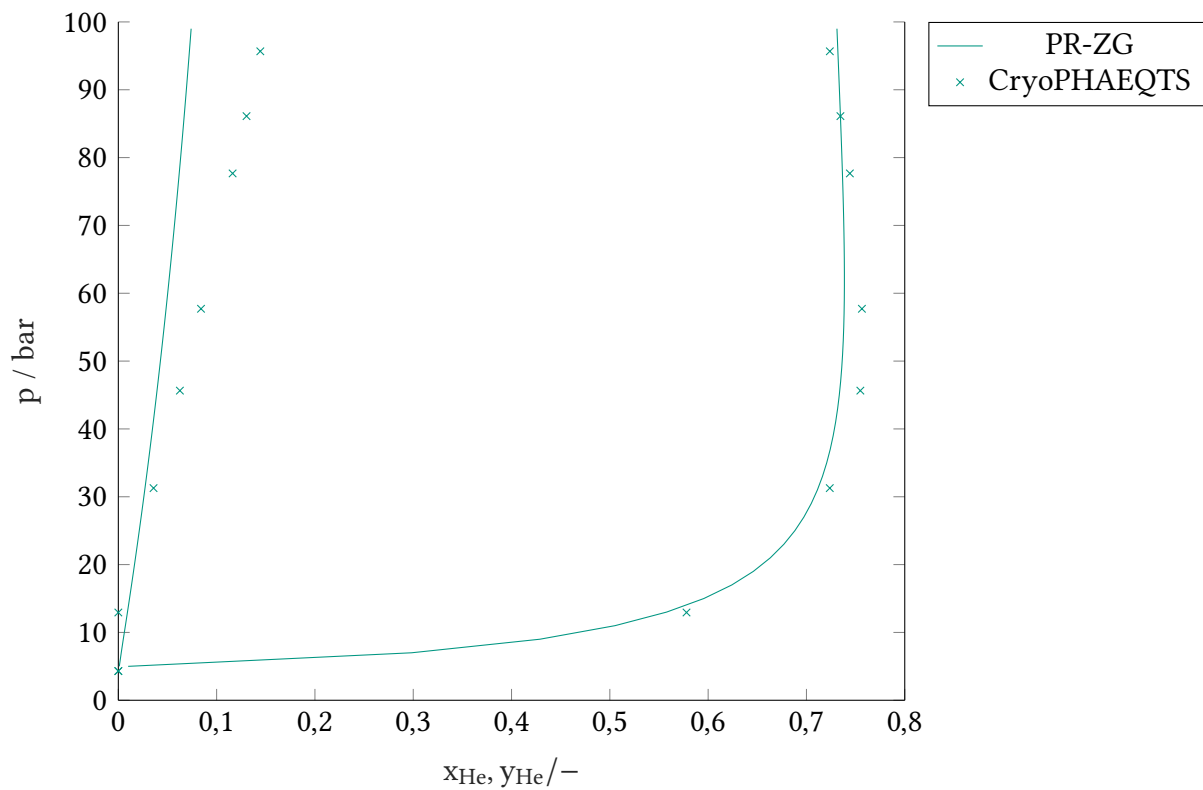


Abbildung 4.8.: Optimale angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K

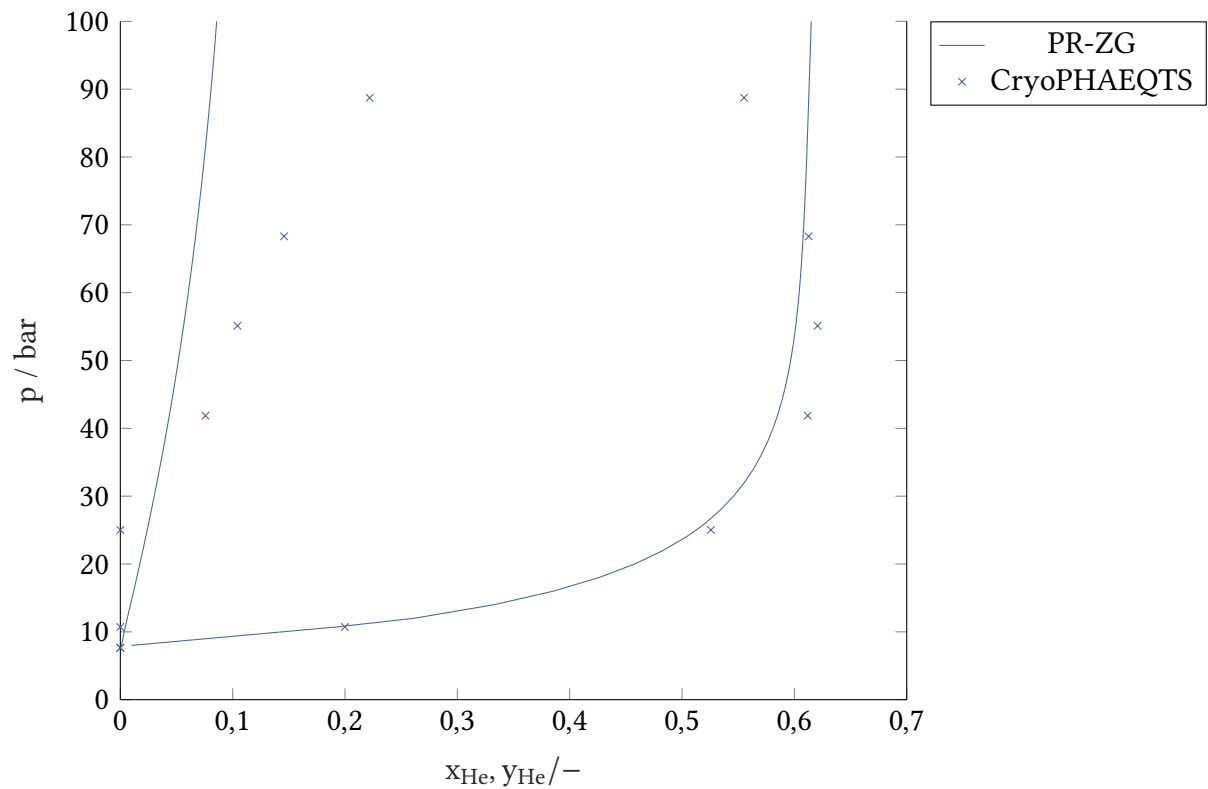


Abbildung 4.9.: Optimale angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K

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.

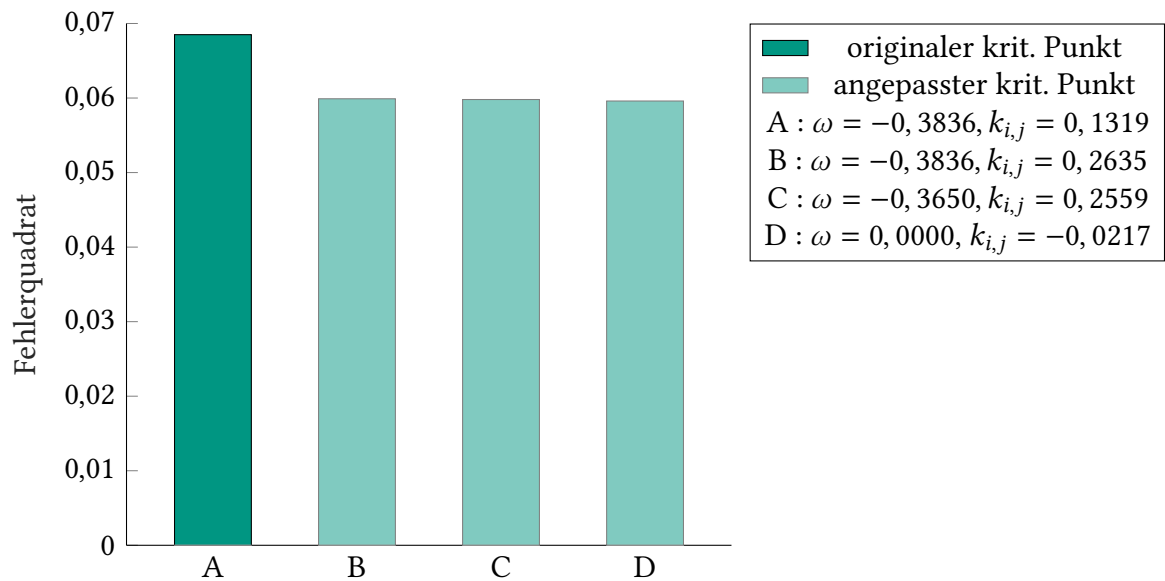


Abbildung 4.10.: Vergleich der unterschiedlichen Modellierungen aufgetragen in deren Fehlerquadrate

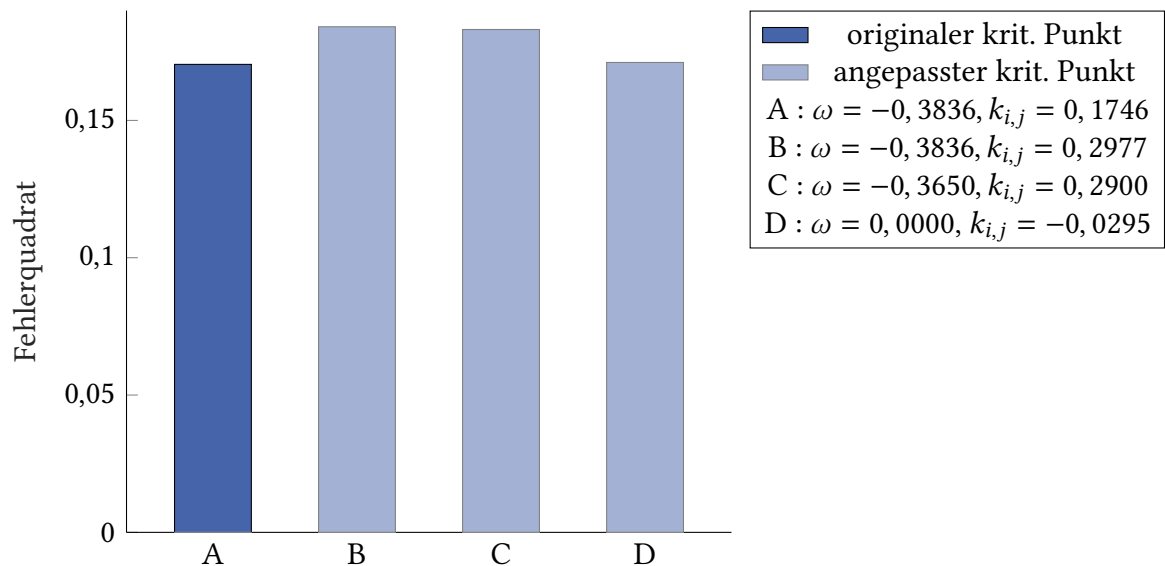


Abbildung 4.11.: Vergleich der unterschiedlichen Modellierungen aufgetragen in deren Fehlerquadrate

## 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 Zusammensetzungsabweichung 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 Gesamtvolumen 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. „Helium, 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 CryoPHAEQTS, 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 Zusammensetzungsabweichung 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 Zusammensetzungsbestimmung 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 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- 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 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
Drucksensorkpaket: 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	0,00000	0,00010
Drucksensorkpaket: 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
Drucksensorkpaket: 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<sup>®</sup>-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  $330$  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



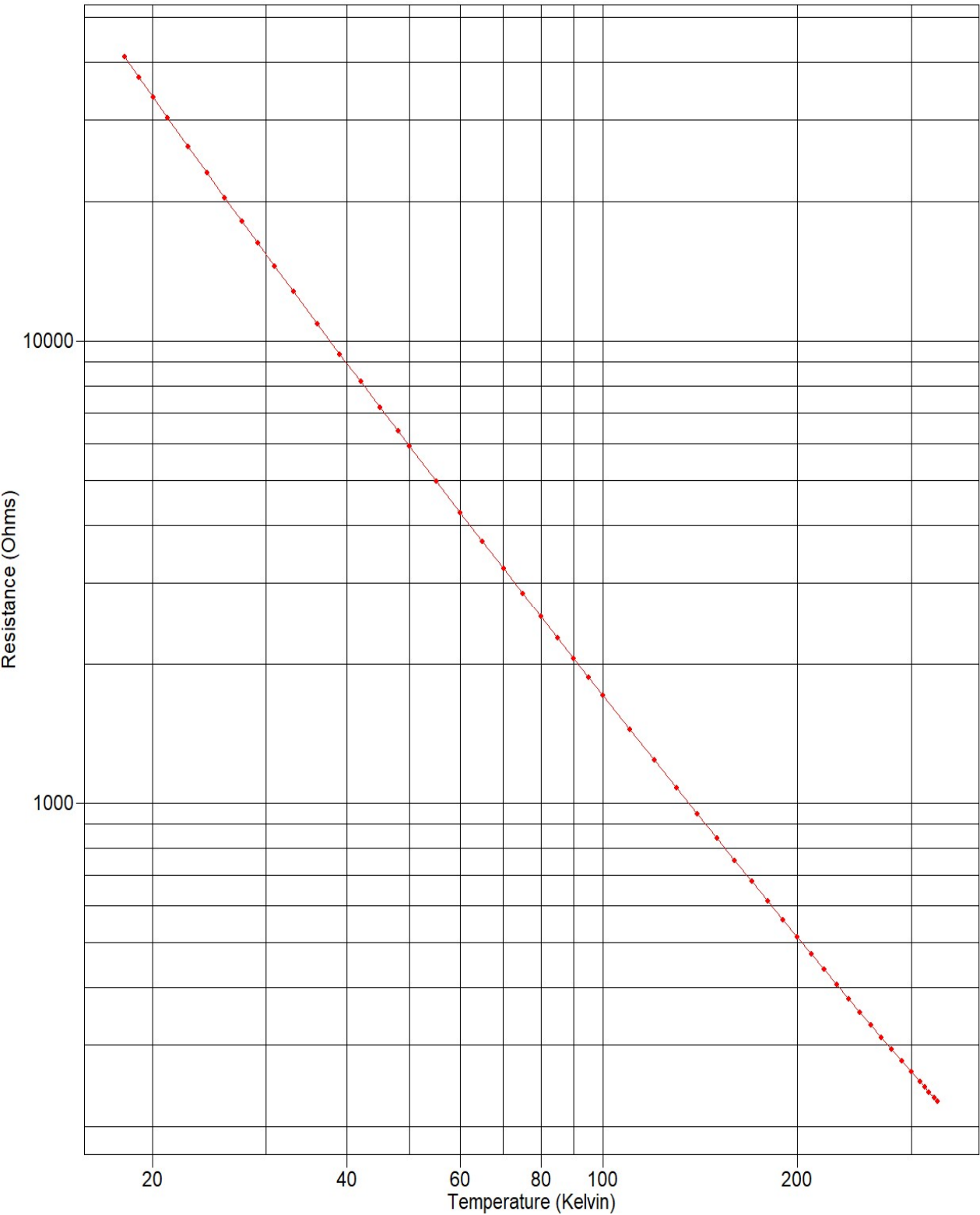
Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

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



## TEST DATA

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

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

# UNCERTAINTY ANALYSIS

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

## 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/NC SL 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)	Uncertainty ( $\pm$ mK)												
	GR	Cernox (CX)					RX			Platinum		RF-800	Diode
		1010	1030	1050	1070	1080	102A	103A	202A	100 $\Omega$	25 $\Omega$	27 $\Omega$	
1.4	4	4	4	4			4	4	4			5	7
4.2	4	4	4	4	4		4	6	5			5	5
10	4	5	5	4	4		10	15	12			7	6
20	8	10	9	8	8	8	35	35	28	9	10	13	9
30	9	13	11	9	9	9	76	61	46	9	9	14	31
50	11	18	14	12	12	11				10	10	13	37
100	20	29	22	17	16	14				11	12	12	32
300		78	60	46	45	36				24	24	25	35
400		124	94	74	72	60				45	45	45	49
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

## POLYNOMIAL EQUATION

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

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

$Z = \text{Log}(\text{Resistance})$

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

Temp. (K) =  $\sum A_i \cdot \text{COS}(i \cdot \text{ARCCOS}(k))$ , 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

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166591

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



## POLYNOMIAL EQUATION

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

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

$Z = \text{Log}(\text{Resistance})$

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

Temp. (K) =  $\sum A_i * \text{COS}(i * \text{ARCCOS}(k))$ , 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

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166591

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



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

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

# 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. ( $\Omega$ )	dR/dT ( $\Omega/K$ )	dlogR/dlogT	Temp (K)	Res. ( $\Omega$ )	dR/dT ( $\Omega/K$ )	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

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166591

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



## 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	



## BREAKPOINTS 91C/93C/330 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

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



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 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  $330 \text{ K} < T < 800 \text{ K}$ . 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



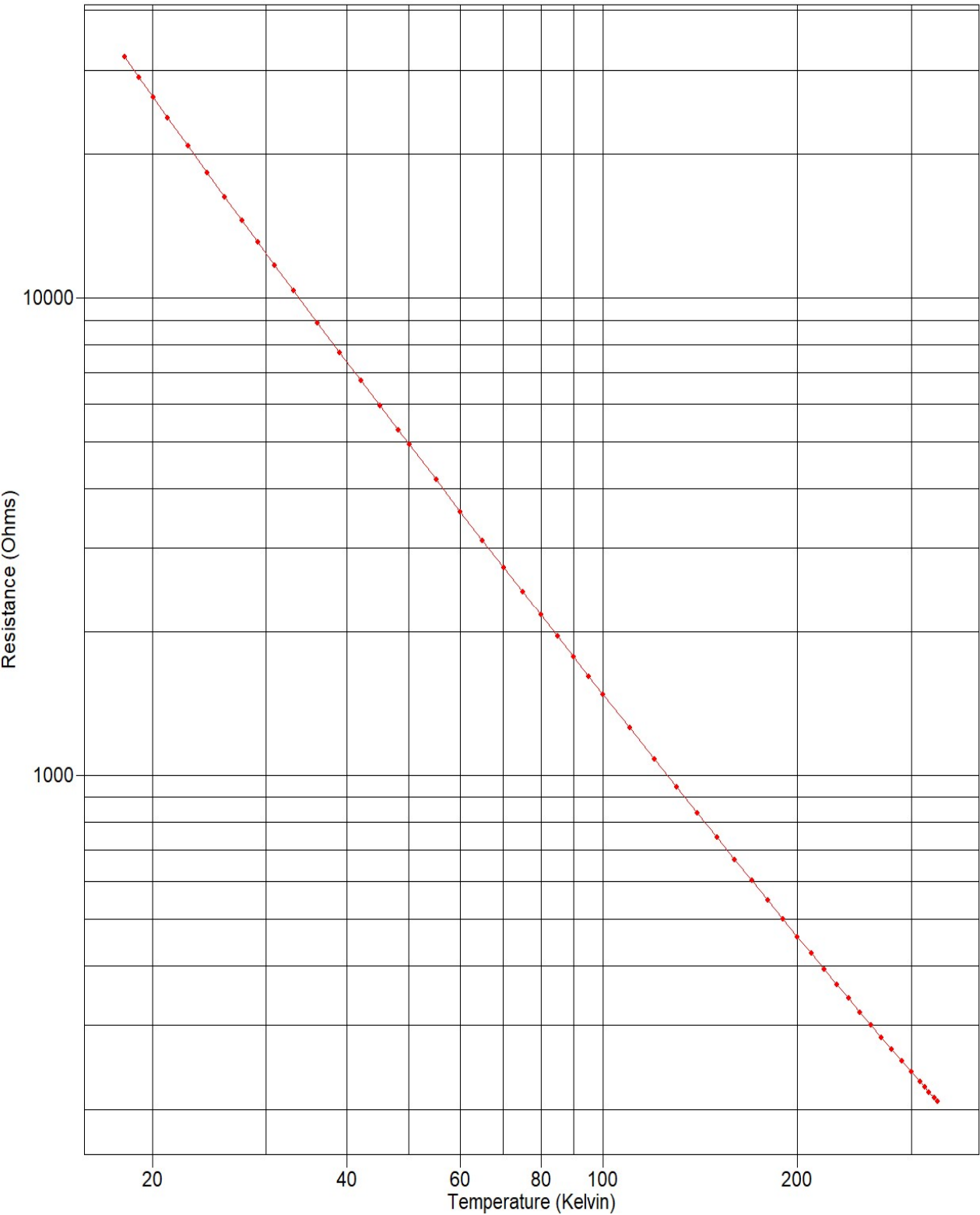
Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

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



## TEST DATA

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

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

# UNCERTAINTY ANALYSIS

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

## 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)	Uncertainty ( $\pm$ mK)												
	GR	Cernox (CX)					RX			Platinum		RF-800	Diode
		1010	1030	1050	1070	1080	102A	103A	202A	100 $\Omega$	25 $\Omega$	27 $\Omega$	
1.4	4	4	4	4			4	4	4			5	7
4.2	4	4	4	4	4		4	6	5			5	5
10	4	5	5	4	4		10	15	12			7	6
20	8	10	9	8	8	8	35	35	28	9	10	13	9
30	9	13	11	9	9	9	76	61	46	9	9	14	31
50	11	18	14	12	12	11				10	10	13	37
100	20	29	22	17	16	14				11	12	12	32
300		78	60	46	45	36				24	24	25	35
400		124	94	74	72	60				45	45	45	49
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

## POLYNOMIAL EQUATION

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

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

$Z = \text{Log}(\text{Resistance})$

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

Temp. (K) =  $\sum A_i \cdot \text{COS}(i \cdot \text{ARCCOS}(k))$ , 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

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166592

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

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166592

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

$Z = \text{Log}(\text{Resistance})$

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

Temp. (K) =  $\sum A_i \cdot \text{COS}(i \cdot \text{ARCCOS}(k))$ , 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

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166592

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



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

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



# 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. ( $\Omega$ )	dR/dT ( $\Omega$ /K)	dlogR/dlogT	Temp (K)	Res. ( $\Omega$ )	dR/dT ( $\Omega$ /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.



## BREAKPOINTS CUBIC SPLINE 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

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
5.0063E+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



## 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

Sensor Type: Cernox Resistor

Serial Number: X166592

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



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 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 / $\mu A$	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)	$T / \text{K}$	$p / \text{bar}$	$x_1 / -$	$y_1 / -$	$u(T) / \text{K}$	$u(p) / \text{bar}$	$u(x_1) / -$	$u(y_1) / -$
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

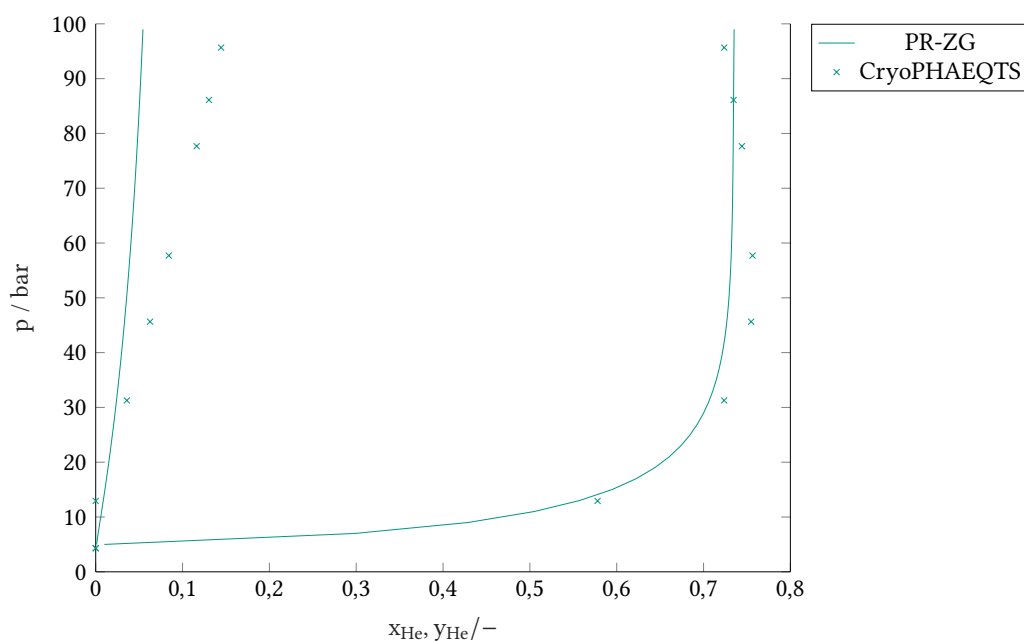


Abbildung A.1.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K, einem originalen kritischen Punkt,  $\omega = -0,3836$  und  $k_{i,j} = 0,1319$

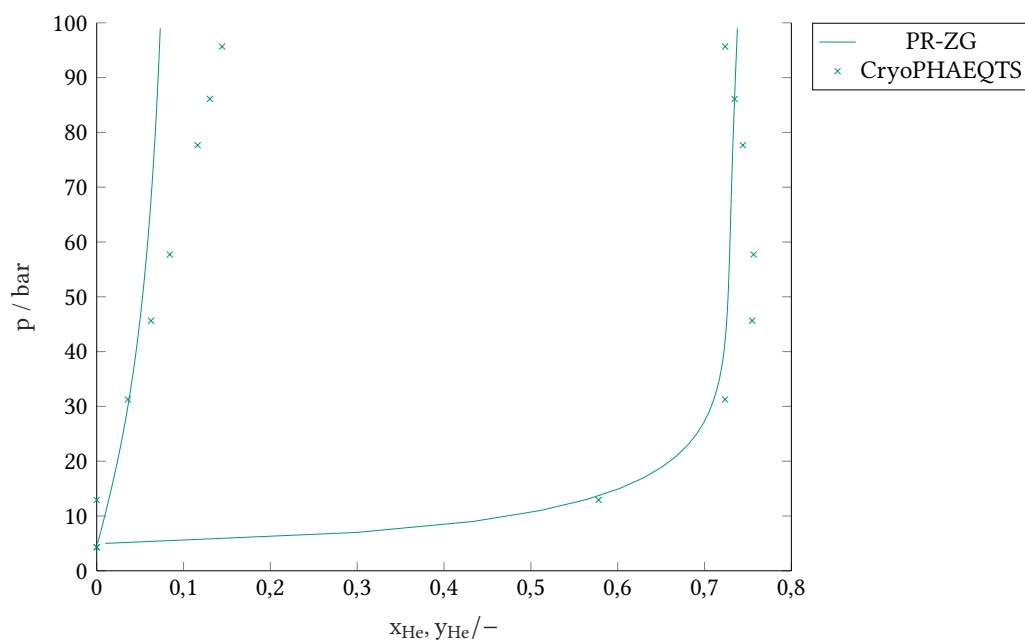


Abbildung A.2.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = -0,3836$  und  $k_{i,j} = 0,2635$

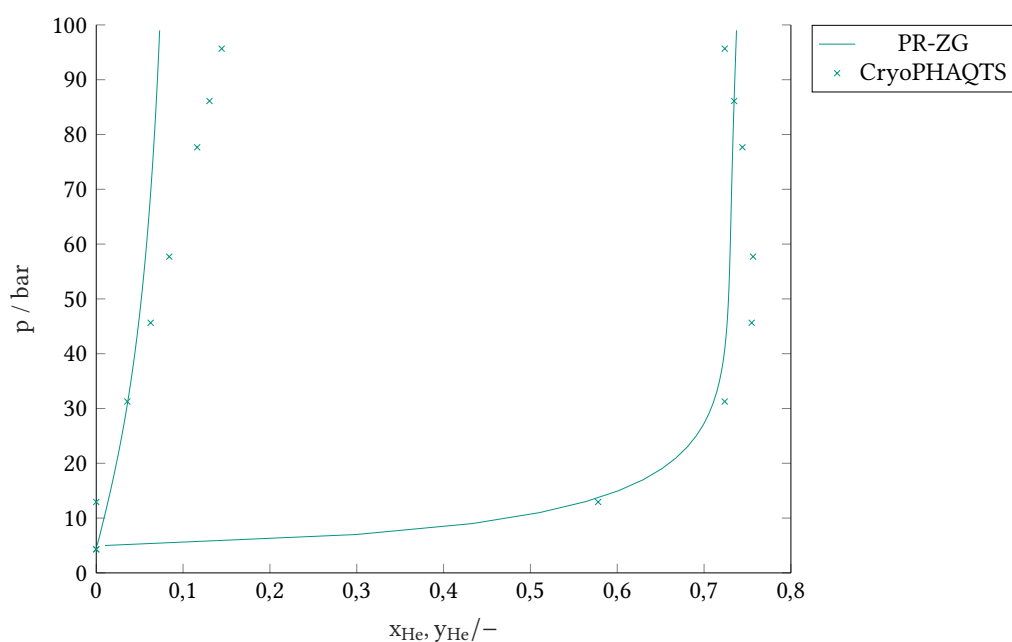


Abbildung A.3.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 32,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = -0,365$  und  $k_{i,j} = 0,2559$

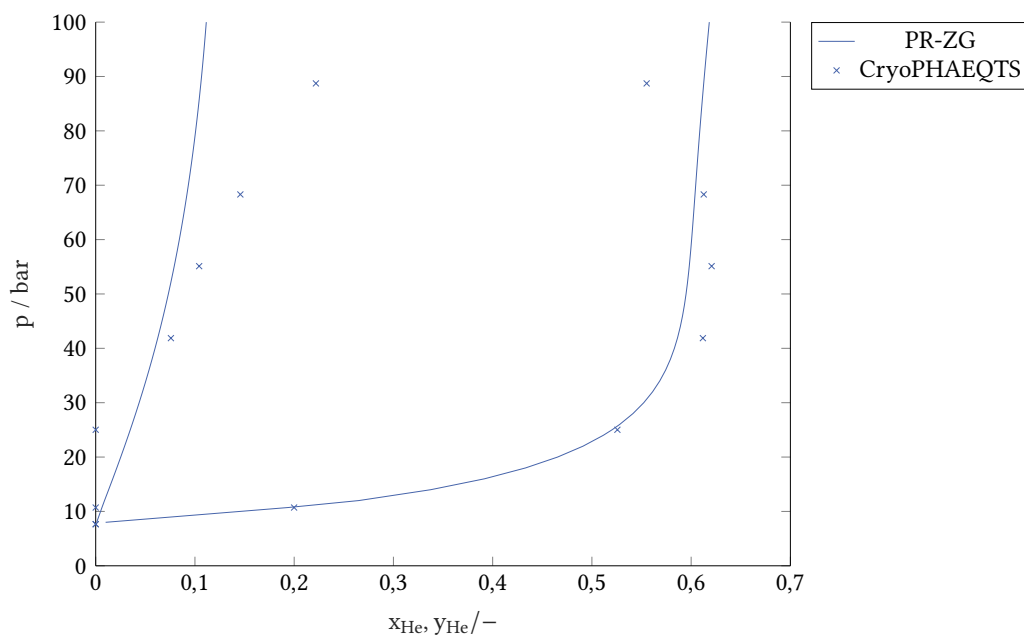


Abbildung A.4.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = -0,3836$  und  $k_{i,j} = 0,2977$

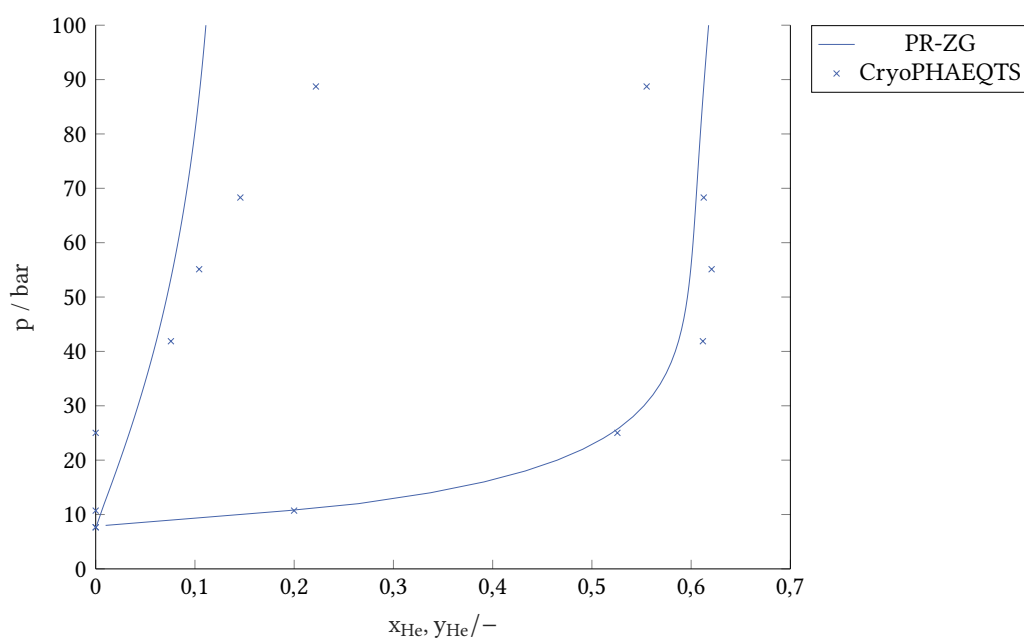


Abbildung A.5.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = -0,365$  und  $k_{i,j} = 0,2900$

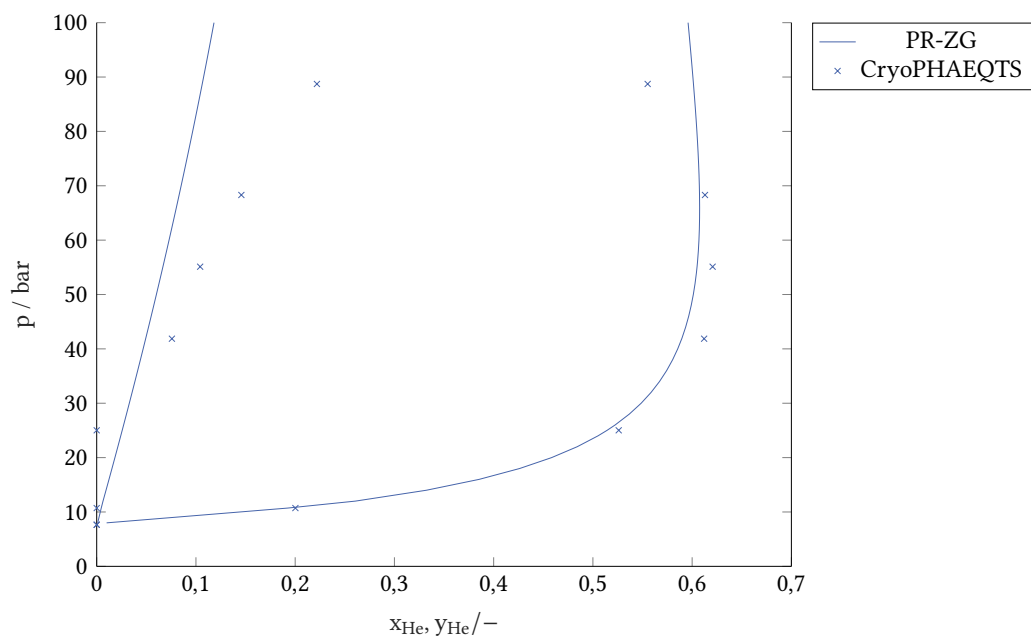


Abbildung A.6.: Angepasste Peng-Robinson Zustandsgleichung (PR-ZG) im Vergleich zu den Daten des CryoPHAEQTS-Prüfstands bei 35,9 K, einem angepassten kritischen Punkt,  $\omega = 0$  und  $k_{i,j} = -0,0295$