

Technische Universität München  
Lehrstuhl für Thermodynamik

**Einfluß der Schwerkraft auf das  
dynamische Verhalten von Fluiden  
in der Umgebung des kritischen Punkts**

**Christoph Bartscher**

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Maschinenwesen  
der Technischen Universität München  
zur Erlangung des akademischen Grades eines  
DOKTOR-INGENIEURS  
genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Wolfgang Polifke, Ph.D. (CCNY)

Prüfer der Dissertation: 1. Univ.-Prof. Dr.-Ing., Dr.-Ing. habil. Johannes Straub, i.R.  
2. Univ.-Prof. Dr.-Ing. Thomas Sattelmayer

Die Dissertation wurde am 18. April 2001  
bei der Technischen Universität München eingereicht  
und durch die Fakultät für Maschinenwesen am 30. Juli 2001 angenommen.



## VORWORT

Mein besonderer Dank gilt meinem verehrten Lehrer und Doktorvater, Professor Dr.-Ing. Dr.-Ing. habil. Johannes Straub. Er hat mit seiner herausragenden Persönlichkeit durch außergewöhnliches Vertrauen, Freiraum und Unterstützung ein optimales Umfeld zur Motivation und persönlichen Entfaltung geschaffen. Er hatte immer Zeit für ein Gespräch, war stets am Fortgang der Arbeit interessiert und stand mit seiner hohen fachlichen Kompetenz mit Rat und Tat zur Seite. Die vielen gemeinsamen Dienstreisen waren oft ein Höhepunkt, genauso wie das gemeinsame Bangen um den Erfolg der beiden Raumflugmissionen. Durch Ihn habe ich im Rahmen außergewöhnlicher Projekte besonders in fachlicher und vor allem menschlicher Hinsicht sehr viel gelernt.

Herrn Professor Dr.-Ing. Thomas Sattelmayer danke ich für die freundliche Übernahme des Koreferats und Herrn Professor Wolfgang Polifke Ph.D. (CCNY) für den Vorsitz bei der mündlichen Prüfung.

Großen Dank schulde ich unserer Lehrstuhlwerkstatt, unter der Leitung von Herrn Sieber, für die Fertigung vieler kritischer Werkstücke, die zum Teil ihren Weg bis zur MIR Station gefunden haben. Speziell danken möchte ich an dieser Stelle Jens Hümmer, Josef Dorrer, Sebastian Wiesemann und Claus Wimmer, die mit viel Geduld und Geschick meine Ideen umgesetzt haben. Ebenso hat die Firma MHA Zentgraf, in Vertretung durch Herrn Süsser, mit der gemeinsamen Entwicklung und Fertigung des kleinsten bis dahin hergestellten Kugelventils einen entscheidenden Beitrag geleistet.

Weiterhin danke ich den vielen Studenten, die durch ihre wertvolle Unterstützung, sei es mit Semesterarbeiten, Diplomarbeiten oder als Hiwis zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Besonders möchte ich an dieser Stelle Stefan Bäßler und Philipp Harms hervorheben, die mich durch ihr Engagement, Fleiß und selbständige Arbeitsweise besonders unterstützt haben. Ohne sie wäre es oft unmöglich gewesen, die engen Termine zu schaffen.

Ein sehr großer Dank kommt Yves Garrabos und Carole Lecoutre in Bordeaux zu, die mir sehr bei der Nutzung des Alice 2 Engineeringmodells geholfen haben. Sie

haben viel Geduld bei meiner Einarbeitung bewiesen und mich fachlich und technisch immer unterstützt, wo es ihnen nur möglich war. Auch bei Entdeckung des kritischen Punkts des fantastischen französischen Rotweins haben sie entscheidend beigetragen. Dem Van der Waals-Zeeman Laboratorium sei für die Herstellung zweier technisch ausgereifter Thermostate gedankt, besonders aber Jan Mulder und Frank Kayzel.

Der Crew von MIR'97, Reinhold Ewald, Wassili Ziblijew und Alexander Lasutkin, danke ich, daß sie trotz eines Feuers an Bord der MIR Station während der 3-wöchigen Mission unsere Experimente fortgeführt haben. Der Crew der französischen Perseus Mission von 1999, Jean-Pierre Haigneré, Victor Afanassiev und Sergei Avdejev, danke ich für 9 sehr erfolgreiche Experimente, die während des über 6 monatigen Aufenthalts an Bord der MIR mit der französischen Alice 2 Facility durchgeführt wurden. Mein Dank gilt in diesem Zusammenhang auch den Crews der Bodenstationen in Oberpfaffenhofen, Toulouse und Moskau, namentlich Sigmund Jähn und J.-F. Zwilling, die den Kontakt zum All herstellten.

Die vorliegende Arbeit entstand am Lehrstuhl für Thermodynamik der Technischen Universität München mit finanzieller Unterstützung durch das Deutsche Zentrum für Luft- und Raumfahrt (ehemals DARA) unter dem Förderkennzeichen 50WM9604 und mit tatkräftiger Unterstützung der Herren Dr. Rainer Forke und Dr. Rainer Kuhl.

Last but not least möchte ich meinem Kollegen und Freund Martin Pitschmann für die moralische und fachliche Unterstützung, noch viel mehr aber für seine Freundschaft danken. Zusammen haben wir manche schwierige Phase gemeistert und lange Wochenenden und Abende im Labor verbracht. Aber nie unseren Humor verloren !!

München, im Sommer 2001

Christoph Bartscher





---

## ABSTRAKT

Während zweier Missionen wurden auf der russischen MIR Station 1997 und 1999 systematische Untersuchungen zur dynamischen Temperaturlausbreitung, Relaxationsvorgängen und Ausbildung von zwei Phasen in einem weiten Dichtebereich um den kritischen Punkt von SF<sub>6</sub> bei Mikrogravitation durchgeführt. Dafür mußte eine eigene Meßzelle mit variabler Volumeneinstellungen entwickelt werden. Verschiedene isentrope Koeffizienten wurden aus den Meßdaten berechnet und zur Bestätigung der thermodynamischen Konsistenz mit der Zustandsgleichung für SF<sub>6</sub> verglichen. Der Einfluß der freien Konvektion und damit der Unterschied zwischen µg und 1g Messungen auf den dynamischen Temperaturlausgleich während der Relaxationsphase wurde deutlich sichtbar. Außerdem wurde für verschiedene mittlere unter- und überkritische Dichten die Zweiphasenbildung bei und nach Dichtequenchen und während kühlender Temperaturrampen untersucht. Das von der DLR finanzierte Projekt wurde in enger Zusammenarbeit mit französischen Kollegen der Universität Bordeaux und der CNES in Toulouse durchgeführt.

## ABSTRACT

During two missions to the Russian Space Station MIR in 1997 and 1999, systematic investigations of the dynamic temperature propagation, relaxation processes and the 2-phase forming in a wide density range around the critical point of SF<sub>6</sub> under the condition of microgravity were made. For this task a measurement cell with a variable volume had to be developed. Various isentropic coefficients were calculated from measurement data and were compared with the equation of state for SF<sub>6</sub> to prove the thermodynamic consistence. The influence of free convection and the difference between µg and 1g measurements of the dynamic temperature propagation were very noticeable. In addition the 2-phase forming during and after density quenches and during cooling temperature ramps were investigated for mean sub- and supercritical densities. The project was financed by DLR and performed in close cooperation with French colleagues from the University of Bordeaux and from CNES in Toulouse.



# INHALTSVERZEICHNIS

<b>Vorwort</b> .....	<b>iii</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>ix</b>
<b>Nomenklatur</b> .....	<b>xiii</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>17</b>
<b>2 Überblick: Kritische Phänomene</b> .....	<b>23</b>
2.1 Von der klassischen zur modernen Theorie.....	23
2.2 Die Potenzgesetze .....	25
2.3 Thermodynamische Fluideigenschaften am kritischen Punkt .....	29
2.4 Optische Bestimmung des kritischen Punkts .....	31
2.4.1 Unter 1g-Bedingungen .....	32
2.4.2 Unter $\mu$ g-Bedingungen.....	36
<b>3 Der Piston Effect</b> .....	<b>41</b>
3.1 Theorie zum Piston Effect .....	42
3.1.1 Vergleich mit Experimenten .....	46
3.1.2 Vereinfachte analytische Näherung .....	47
3.2 Der Forced Piston Effect .....	51
3.3 Isentrope Koeffizienten .....	53
<b>4 Die Experimenteinrichtungen</b> .....	<b>55</b>
4.1 Die ALICE 2 Apparatur.....	55
4.1.1 Das thermische Subsystem .....	57
4.1.1.1 Der Thermostat .....	57

4.1.1.2	Das thermische Kontrollsystem.....	60
4.1.2	Das optische Subsystem.....	62
4.1.3	Das Betriebskonzept der ALICE 2.....	64
4.1.3.1	Das Daten Handling System.....	65
4.1.3.2	Die drei Betriebsarten.....	66
4.2	Die Sample Cell Unit.....	67
4.2.1	Der Aufbau der Meßzelle.....	67
4.2.2	Verwendete Sensoren.....	70
4.2.3	Der Ventilmechanismus.....	71
4.2.4	Der Mechanismus zur Volumenverstellung.....	73
4.3	Der Versuchsaufbau im Labor.....	75
4.4	Füllen der Zelle und Einstellen der kritischen Dichte.....	76
4.5	Auflösungsgenauigkeit und Fehlerangaben.....	78
4.5.1	Defizite der ALICE 2 Apparatur.....	78
4.5.2	Vorteile und Nachteile des Laboraufbaus.....	81
4.5.3	Genauigkeit der Dichteeinstellung.....	81
4.5.4	Zusammenfassung der Genauigkeiten.....	84
<b>5</b>	<b>Versuchsprogramm und Kalibration.....</b>	<b>87</b>
5.1	Durchgeführte $\mu\text{g}$ Experimente.....	87
5.2	Die Kalibration der Thermistoren.....	91
5.2.1	Die Regelthermistoren von YSI.....	91
5.2.2	Die Meßthermistoren von Thermometrics.....	92
5.3	Die Eichung des Drucksensors.....	96
5.4	Die Reinheit des Fluids.....	96
<b>6</b>	<b>Dynamisches Temperaturverhalten.....</b>	<b>99</b>
6.1	Isentrope Koeffizienten.....	100
6.1.1	Korrektur der Rohdaten.....	103
6.1.2	Ergebnisse der $\mu\text{g}$ und $1\text{g}$ Experimente.....	108
6.1.3	Literaturvergleich und Zusammenfassung.....	114
6.2	Relaxationsverhalten unter $\mu\text{g}$ und $1\text{g}$ im Vergleich.....	116
6.2.1	Grundlagen zur Konvektion.....	116
6.2.2	Der Temperaturunterschwinger unter Schwerkraft.....	119
6.2.3	Einfluß von Sensorposition, Temperatur und Dichte.....	120
6.2.3.1	Position und Temperatur.....	120
6.2.3.2	Dichte.....	124

---

6.2.4	Erklärung des Temperaturunterschwingers.....	127
6.2.4.1	Temperaturüberschwinger .....	131
6.2.4.2	Temperaturverläufe unter $\mu\text{g}$ .....	133
6.2.4.3	Vergleich mit anderen Messungen.....	136
6.2.4.4	Thermische Relaxationszeiten nach Dichtequench .....	139
6.2.5	Zusammenfassung .....	141
<b>7</b>	<b>Experimente im Zweiphasengebiet.....</b>	<b>143</b>
7.1	Bildung von Dichtestrukturen nach einem Quench unter $\mu\text{g}$ ins Zweiphasengebiet .....	143
7.1.1	Quench bei kritischer Dichte .....	144
7.1.2	Quenche bei überkritischer Dichte .....	148
7.2	Zweiphasenbildung unter $\mu\text{g}$ mit Kühlrampen .....	153
7.2.1	Überkritische Dichten.....	154
7.2.2	Unterkritische Dichte.....	157
<b>8</b>	<b>Schlussbemerkung.....</b>	<b>159</b>
<b>9</b>	<b>Anhang: Die Klebung der Zellenfenster .....</b>	<b>163</b>
	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>165</b>



## NOMENKLATUR

a	[m <sup>2</sup> /s]	Temperaturleitfähigkeit
a	[-]	Koeffizient des Thermistors
A	[m <sup>2</sup> ]	Oberfläche
A	[-]	kritische Amplitude
b	[-]	Koeffizient des Thermistors
B	[-]	kritische Amplitude
c	[-]	Koeffizient des Thermistors
c <sub>p</sub>	[J/kg K]	isobare spezifische Wärmekapazität
c <sub>v</sub>	[J/kg K]	isochore spezifische Wärmekapazität
d	[-]	Dimension
D <sub>th</sub>	[m <sup>2</sup> /s]	Temperaturleitfähigkeit (engl.)
D	[-]	kritische Amplitude
g	[m/s <sup>2</sup> ]	Erdbeschleunigung
Gr	[-]	Grashoff-Zahl
h	[m]	Höhe (Zelle)
H	[A/m]	Magnetfeld
k <sub>T</sub>	[1/Pa]	isotherme Kompressibilität
L	[m]	charakteristische Länge
M	[kg/mol]	molare Masse
n	[-]	Anzahl
p	[Pa]	Druck
p <sub>c</sub>	[Pa]	kritischer Druck
p	[-]	reduzierter Druck
Pr	[-]	Prandtl-Zahl
R	[Ohm]	Widerstand
Ra	[-]	Rayleigh-Zahl
r	[m]	Entfernung zwischen Molekülen
t	[s]	Zeit
t <sub>char</sub>	[s]	charakteristische Zeit
T	[K]	absolute Temperatur
T <sub>c</sub>	[K]	kritische Temperatur
T <sub>cx</sub>	[K]	Koexistenztemperatur
v	[m/s]	Geschwindigkeit
V	[m <sup>3</sup> ]	Volumen
w	[m/s]	Geschwindigkeit
x	[-]	unabhängige Variable
y	[-]	unabhängige Variable
z	[m]	Höhenkoordinate

### Griechische Buchstaben

α	[1/K]	Expansionskoeffizient
α	[-]	kritischer Exponent
β	[1/K]	Spannungskoeffizient

$\beta$	[-]	kritischer Exponent
$\chi$	[1/Pa]	Kompressibilität
$\delta$	[-]	kritischer Exponent
$\delta$	[m]	Stärke der Grenzschicht
$\Phi$	[-]	Volumenanteil des Gases
$\gamma$	[-]	kritischer Exponent
$\Gamma$	[-]	kritische Amplitude
$\eta$	[kg/s m]	Viskosität
$\lambda$	[W/m K]	Wärmeleitfähigkeit
$\nu$	[-]	kritischer Exponent
$\rho_*$	[kg/m <sup>3</sup> ]	Dichte
$\rho$	[-]	reduzierte Dichte
$\sigma$	[N/m]	Oberflächenspannung
$\tau$	[-]	reduzierte Temperatur
$\xi$	[m]	Korrelationslänge
$\psi$	[-]	kritischer Exponent
$\Delta h$	[kJ/kg]	Verdampfungsenthalpie
$\Delta T$	[K]	Temperaturdifferenz
$\Delta p$	[Pa]	Druckdifferenz
$\Delta \rho$	[kg/m <sup>3</sup> ]	Dichteunterschied
$\Delta \mu$	[-]	chemische Potentialdifferenz

## Index

A	Anfang
ad	adiabat
c	kritisch
char	charakteristisch
cx	koexistenz
i	Index
KP	kritischer Punkt
L	Liquid ( Flüssigkeit )
Lit.	Literatur
M	Meßthermistor
p	isobar
Q	Quench
R	Regelthermistor
S	isentrop
th	thermal
T	isotherm
TP	Tripelpunkt
v	isochor
V	Vapor ( Gas)
W	Wand

## Mathematische Zeichen

$\Delta$	Differenz zweier Werte
$\Sigma$	Summe
$\nabla$	Nablaoperator
$\partial$	partiell Differential
$d$	totales Differential
$\rightarrow$	strebt nach
$\infty$	unendlich

## Abkürzungen

ALICE	Analyse des Liquides Critiques dans l'Espace
ALTAIR	französischer Missionsname zur MIR Station, 1993
ANTARES	französischer Missionsname zur MIR Station, 1992
AMS	Ambient Shield
ATP	Ambient Top Plate
BMBF	Bundesministerium für Bildung, Wissenschaften, Forschung und Technologie
BPE	Base Peltier Element
CBL	Cold Boundary Layer, kalte Grenzschicht
CNES	Centre National d'Etudes Spatiales, französische Raumfahrtbehörde
CPF	Critical Point Facility
CPL	Cold Plate
DARA	Deutsche Agentur für Raumfahrtangelegenheiten
DLR	Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt
EoS	Equation of State (Zustandsgleichung)
ESA	European Space Agency
FPSep	Fast Phase Separation
FPE	Forced Piston Effect
HBL	Hot Boundary Layer, heiße/warme Grenzschicht
HPT	High Precision Thermostat
ICMCB	Institut de chimie de la matière condensée der Bordeaux
IML	International Microgravity Laboratory
ITS	Inner Thermal Shield
K	Kelvin
KP	kritischer Punkt
KT	klassische Theorie
LCD	Liquid Crystal Display
NTC	negative temperature coefficient
$\mu g$	Mikrogravitation
OTS	Outer Thermal Shield
PE	Piston Effect
PERSEUS	französischer Missionsname zur MIR Station, 1999
PWM	Pulse Width Modulated
RT	Renormierungsgruppentheorie
rms	amerikanische Bezeichnung für mittlere Fehlerquadratsumme
SCU	Sample Cell Unit

---

TUM	Technische Universität München
TP	Tripelpunkt
TPE	Top Peltier Element
TPL	Top Plate
VWZI	Van der Waals-Zeeman Instituut, Universiteit van Amsterdam
YSI	Yellow Springs Instrument Inc., Ohio
ZARM	Zentrum für angewandte Raumfahrttechnologie und Mikrogravitation

### **Eingeführte Begriffe**

Bulkfluid	Gesamtes Fluid in einer Zelle ohne heiße und/oder kalte Grenzschicht
Quench	Sehr schnelle, möglichst stufenförmige Änderung einer Zustandsgröße; z.B. Dichte: Kompression bzw. Expansion; Temperatur: Heizen bzw. Kühlen.

# 1 EINLEITUNG

Als kritischer Punkt eines reinen Fluids wird der Endpunkt des zweiphasigen Zustandsbereichs - gasförmig/flüssig - bezeichnet. Er weist extreme thermodynamische Eigenschaften auf, die entweder divergieren oder gegen Null gehen. Dies beeinflusst sehr stark sowohl das statische als auch das dynamische Verhalten der Zustände am und um den kritischen Punkt, was häufig mit dem Begriff „kritische Phänomene“ ausgedrückt wird. Beispielsweise stellt sich wegen der divergierenden Kompressibilität unter dem Einfluß der Schwerkraft der kritische Zustand nur in einer sehr dünnen Schicht in einer Meßzelle ein. Gleichzeitig bildet sich wegen des hydrostatischen Drucks ein ausgeprägtes Dichteprofil aus, da ein Fluid im kritischen Zustand durch sein Eigengewicht zusammengedrückt wird. Auch die Transporteigenschaften weisen wegen der hohen Kompressibilität Extremwerte auf. Mit der gegen Null tendierenden Temperaturleitfähigkeit divergieren die Prandtl- und Rayleighzahl, was bei geringster Temperaturstörung zu starker Konvektion und nach einer Störung der lokalen Dichte zu einer sehr langsam ablaufenden Dichterelaxation führt, bekannt unter dem Begriff „critical slowing down“. Daher dauert die Einstellung des thermodynamischen Gleichgewichts sehr lange, je nach Abstand zum kritischen Punkt können es Stunden oder Tage sein.

Bei allen erdgebundenen Experimenten in reinen Fluiden besteht das Problem, daß man mit Meßverfahren, die über alle im Fluidvolumen auftretenden Zustände integrieren, mittlere „verschmierte“ Ergebnisse erhält. Ein eklatantes Beispiel dafür sind Messungen der isochoren spezifischen Wärmekapazität auf der Erde (siehe **Nitsche** (1990), **Haupt** (1997)). Nur durch die Messungen bei Mikrogravitation konnte die von der Theorie prognostizierte Singularität nachgewiesen werden (**Haupt und Straub**, 1999). Ist der Einfluß der Gravitation eliminiert, kann sich der kritische Zustand über das gesamte Volumen der Meßzelle ausbreiten und die unverfälschte physikalische Natur des kritischen Punktes genau untersucht werden. Aus diesem Grund sind Langzeitexperimente bei Mikrogravitation notwendig, wie sie das Space Lab im Space Shuttle, die russische Station MIR oder die internationale Raumstation ISS bieten konnten bzw. können.

Das Studium des dynamischen Verhaltens eines Fluids ist, sowohl bei überkritischen als auch unterkritischen Temperaturen, von großem wissenschaftlichen Interesse. Unterhalb der kritischen Temperatur kann beim Phasenübergang das Verhalten von Tröpfchen und Bläschen und deren Koalitionsprozesse verfolgt werden. Das gilt auch für Dichtestrukturen, die sich durch Quenche vorübergehend bilden und auflösen, ohne daß sich dabei die Phasen wegen ihrer großen Dichteunterschiede wie auf der Erde sofort separieren. Die Beobachtung, daß sich unter  $\mu\text{g}$  Bedingungen (Mikrogravitation) die Temperatur trotz fehlender Konvektion und bei sehr geringer Temperaturleitfähigkeit so schnell wie auf der Erde ausbreitet, führte Ende der achtziger Jahre zu einem neuen dynamischen Mechanismus der Temperaturentbreitung, der als „Piston Effect“ bezeichnet wurde und inzwischen, sowohl bei  $\mu\text{g}$  als auch auf der Erde, als Ursache für den schnellen Temperaturentgleich angesehen wird.

Mit diesen Erkenntnissen wurden zur Untersuchung kritischer Phänomene in den letzten Jahren die zunehmenden Möglichkeiten genutzt, Experimente bei Mikrogravitation durchführen zu können. Je nach Länge der benötigten Versuchszeit stehen heute dafür verschiedene Trägersysteme der bemannten und unbemannten Raumfahrt zur Verfügung. Für kurze Zeiten im Bereich von 2 bis 10 Sekunden können Falltürme z.B. in Bremen (ZARM) und Cleveland, USA (NASA) bzw. Fallschächte auf Hokkaido, Japan eingesetzt werden.  $\mu\text{g}$ -Zeiten zwischen 18 und 25 Sekunden - allerdings schlechterer Qualität - erreicht man mit Flugzeugen (z.B. NASA: KC-135 und DC-9, CNES: Caravelle und A300, RSA: Antonov), die zu diesem Zweck parabelförmige Bahnen fliegen. Während kleine Forschungsraketen, z.B. TEXUS, die auf einer ballistischen Bahn Höhen von einigen hundert Kilometern erreichen, schon  $\mu\text{g}$ -Zeiten von einigen Minuten bieten können, hat man mit den in der Erdumlaufbahn fliegenden Orbitalsystemen Space Shuttle, russische MIR Station und neuerdings mit der Internationalen Space Station (ISS) prinzipiell unbegrenzte  $\mu\text{g}$ -Zeiten für Forschungszwecke zur Verfügung.

Schon Ende der siebziger Jahre wurden am Lehrstuhl A für Thermodynamik der TU München die Möglichkeiten erkannt, welche die Mikrogravitation zur Erforschung kritischer Phänomene und des zweiphasigen Wärmeübergangs bietet. Es wurde davon systematisch Gebrauch gemacht, wobei alle oben genannten Trägersysteme genutzt werden konnten. Die Fallturmbwürfe dienten dabei oft der Vorbereitung größerer Experimente, dem Test der wissenschaftlichen Idee und der technischen

Verwirklichung. Mit den TEXUS-Flügen und der Messung der isochoren Wärmekapazität während der D1 Mission (1985) wurden die experimentellen Grundlagen zur Entdeckung des Piston Effects gelegt. Während der D2 Mission (1993) konnte mit dem Hochpräzisionsthermostat (HPT) erstmals die Singularität der Wärmekapazität am kritischen Punkt gemessen und quantitative Messungen zum Piston Effect gemacht werden. Mit der Critical Point Facility (CPF) der ESA wurden während der IML-1 Mission (1992) Untersuchungen zur Dichterelaxationen durchgeführt. Dazu kamen während der IML-2 und LMS Missionen (1994 und 1996) noch Experimente zum Wärmeübergang beim gesättigten und unterkühlten Sieden und die Untersuchung von Nicht-Gleichgewichts-Effekten und der Kinetik des Phasenübergangs beim Verdampfen und Kondensieren.

Während diese Missionen ausschließlich auf dem amerikanischen Space Shuttle bzw. dem Spacelab stattfanden, bot sich ab 1997 erstmals die Gelegenheit die russische Raumstation MIR für Langzeitexperimente zu nutzen, deren Ergebnisse die Grundlage der vorliegenden Dissertation sind. Die MIR Station wurde 1986 erstmals in Betrieb genommen und bis 1996 um mehrere Module erweitert. Frankreich transportierte 1992 die sogenannte „ALICE 1 Apparatur“ – ein Nachbau der Critical Point Facility (CPF) der ESA - zur Station, um dort mit diesem Gerät während der französischen Missionen Antares (1992) und Altair (1993) eigene Untersuchungen des Phasenübergangs und des Massen- und Wärmetransports in Fluiden nahe des kritischen Punkts unter  $\mu\text{g}$  durchzuführen. Die Apparatur wurde in Frankreich weiterentwickelt und das Nachfolgemodell im Jahr 1996 als „ALICE 2“ für die Cassiopeia Mission ins All transportiert.

Zur selben Zeit wurde ein Kooperationsabkommen zwischen der französischen Raumfahrtagentur CNES und der deutschen Agentur DARA (heute DLR) geschlossen. Dieses Abkommen ermöglichte die Nutzung der ALICE 2 auf der MIR und des Ersatzmodelle in Bordeaux für Referenzmessungen auf der Erde durch die TU München. Im TU Labor wurde eine Anlage mit allen Funktionen der ALICE 2 aufgebaut, damit der Flugthermostat erprobt werden konnte. Mit dieser Anlage und einem Ersatzthermostaten wurden zusätzliche Experimente durchgeführt. Während bisher Experimente nur bei einer einzigen, im wesentlichen kritischen Dichte möglich waren, sollten nun zum ersten Mal die Untersuchungen systematisch auf ein erweitertes Dichtefeld um den kritischen Punkt ausgedehnt werden, wobei bei verschiedenen

Dichten die Dynamik der Phasenseparation, das dynamische Temperaturverhalten beim thermischen wie beim mechanischen Piston Effect und die anschließende Relaxation untersucht werden sollten. Während die nach unseren Vorgaben modifizierten Thermostaten vom Hersteller, der Universität van Amsterdam, erworben wurden, mußte die darin integrierte Meßzelle mit der Möglichkeit einer variablen DichteEinstellung von uns neu entwickelt und gefertigt werden. Dabei waren folgende Funktionen zu berücksichtigen:

- Dichtevariation und genaue Bestimmung der Dichte im Bereich von etwa  $\pm 35\%$  um die kritische Dichte  $\rho_c$  von Schwefelhexafluorid ( $\text{SF}_6$ ), das mit seinen günstigen kritischen Parametern (kritischer Druck  $p_c = 37.545$  bar, kritische Temperatur  $T_c = 45.567$  °C), und wegen seiner chemischen Beständigkeit und Ungiftigkeit schon zu Beginn der Untersuchungen kritischer Phänomene unter Mikrogravitation von **Lange** (1983) und **Nitsche** (1990) als Modellsubstanz eingeführt worden war.
- Das beobachtbare Meßvolumen mußte vom Ausgleichsvolumen entkoppelbar sein, um die Größe des Volumens und der Oberfläche für alle Dichtebereiche und Messungen zum direkten Vergleich konstant zu halten. Dies machte die Entwicklung eines Mikrokugelventils erforderlich.
- Es mußten schnelle, meßbare, aber kleine Dichtestöße für die Messung der dynamischen Temperaturausbreitung und des Relaxationsverhaltens ausgeführt werden können.
- Das Fluid in der Zelle mußte optisch beobachtbar sein. Aus Gründen der besseren Wärmeleitung und der Festigkeit sollte die Zelle mit Fenstern aus Saphir ausgestattet werden.
- Druck- und Temperatursensoren mußten direkten Kontakt mit dem Fluid haben.
- Es mußte ein geeigneter Mechanismus zur Einstellung der Dichte konstruiert werden, der einfach, fehlerfrei, reproduzierbar und meßbar vom Kosmonauten bedient werden konnte. Da die ALICE 2 sich bereits auf der MIR Station befand, konnte nachträglich kein automatischer Ablauf mit elektronischer

Steuerung eingebaut werden. Es war leider auch kein Stromanschluß zum Betreiben der Dichteeinstellung bei der Entwicklung von ALICE 2 vorgesehen.

Die Hauptaufgabe des Projekts bestand in der Vorbereitung und Durchführung des Raumfahrtexperiments mit Versuchen unter Schwerelosigkeit und begleitender Laborexperimente. Während der deutschen MIR 97 Mission mit dem deutschen Kosmonauten Reinhold Ewald, die vom 10.2. bis 2.3.1997 stattfand, hatten wir zum ersten Mal die Gelegenheit, unser Meßkonzept und die Funktionalität der neuen Zellenkonstruktion zu testen. Leider konnte bis zu diesem Zeitpunkt die Funktion der Meßzelle nicht fertig entwickelt und vollständig getestet werden, da vom Beginn des Vorhabens bis zum Transport der Meßzelle zur Station im November 1996 weniger als 9 Monate zur Verfügung standen.

Mit den Erfahrungen aus dieser Mission wurde eine zuverlässige und sehr gut funktionierende Zelle entwickelt und gebaut, die alle wissenschaftlichen Ziele, unter den einschränkenden und unveränderbaren Randbedingungen der ALICE 2 und den Möglichkeiten der MIR Station selbst, während der Perseus Mission vom 20.2. bis 28.8.1999 erfüllte. Verteilt über die 189 Tage dieser Mission führten wir 8 Experimente und 1 Zusatzexperiment mit einer Gesamtdauer von 18 Tagen durch. Trotz eines Ausfalls der ALICE 2 während eines Laufs, bei dem sich die Apparatur aus bis heute unbekanntem Grund einfach ausschaltete, konnten mehr als 100 Prozent der geplanten Versuche erfolgreich durchgeführt werden, die sich in die zwei Gruppen Phasentrennung und dynamische Temperatúrausbreitung aufteilten. Da eine online Datenübertragung von der MIR und eine wissenschaftliche Kommunikation nicht möglich war, wurden alle Daten auf PCMCIA Karten und DAT Videobändern gespeichert, nach dem Ende der Mission von den Kosmonauten zur Erde zurückgebracht und an uns übergeben.

Aus diesen Daten wurden die isentropen Koeffizienten bestimmt und mit der Zustandsgleichung verglichen, das Relaxationsverhalten nach Dichtequenchen und die Zweiphasenbildung bei Kühlrampen aus dem überkritischen Gebiet betrachtet. Die Arbeit gliedert sich demnach in folgende Abschnitte:

- Kapitel 2 und Kapitel 3 geben einen zusammenfassenden Überblick zum wissenschaftlichen Stand, zu den Eigenschaften der kritischen Phänomene und zur Theorie des Piston Effects.
- Kapitel 4 beschreibt den Aufbau der Meßzelle, des Thermostats, der ALICE 2 Apparatur und die Genauigkeit der Meßmethoden.
- In Kapitel 5 werden die durchgeführten Experimente beschrieben und zusammengefaßt.
- Kapitel 6 vergleicht das dynamische Temperaturverhalten unter  $\mu\text{g}$  und  $1\text{g}$ .
- In Kapitel 7 ist die Phasenbildung bei unterschiedlichen Dichten beschrieben.

Die Durchführung dieses Forschungsprojekts wurde über das DLR<sup>1</sup> (früher DARA<sup>2</sup>) vom BMBF<sup>3</sup> unter dem Förderkennzeichen 50WM9604 gefördert. Der Titel dieses Vorhabens lautet:

*„Untersuchung von Relaxationsphänomenen und Messung der isentropen Temperatureausbreitung (Piston Effect) im weiten Zustandsbereich um den kritischen Punkt von SF<sub>6</sub>.“*

Die Kosten für die Durchführung der MIR Missionen wurden vom DLR und der CNES<sup>4</sup> getragen. An dieser Stelle sei allen Institutionen herzlichst für die Förderung gedankt.

---

<sup>1</sup> Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt

<sup>2</sup> Deutsche Agentur für Raumfahrtangelegenheiten

<sup>3</sup> Bundesministerium für Bildung, Wissenschaften, Forschung und Technologie

<sup>4</sup> Centre National d'Etudes Spatiales

## 2 ÜBERBLICK: KRITISCHE PHÄNOMENE

Dieses Kapitel soll dem Leser einen kurzen Überblick zum gegenwärtigen Stand der Wissenschaft bezüglich des kritischen Punkts und der damit verbundenen kritischen Phänomene und Theorien geben. Außerdem wird im letzten Teil erläutert, wie man mit optischen Methoden den kritischen Punkt bzw. die kritische Dichte unter  $1\text{ g}$  und  $\mu\text{g}$  in einer Meßzelle bestimmen kann.

Auf die Frage nach dem kritischen Punkt wird dieser oft mit dem Tripelpunkt verwechselt. Während der Tripelpunkt den Gleichgewichtszustand zwischen den 3 Phasen *fest*, *flüssig* und *gasförmig* repräsentiert und durch die Temperatur und den Druck für jeden Stoff eindeutig bestimmt ist (z.B. flüssiges Wasser, Eis und Dampf bei  $T_{\text{TP}} = 273.16\text{ K}$  und  $p_{\text{TP}} = 611.2\text{ Pa}$ , **Schmidt** 1975), liegt der kritische Punkt am Ende der Dampfdruckkurve, also der Koexistenzkurve von Flüssigkeit und Gas eines Fluids. Er ist definiert durch die kritische Dichte  $\rho_c$ , den kritischen Druck  $p_c$  und die kritische Temperatur  $T_c$ .

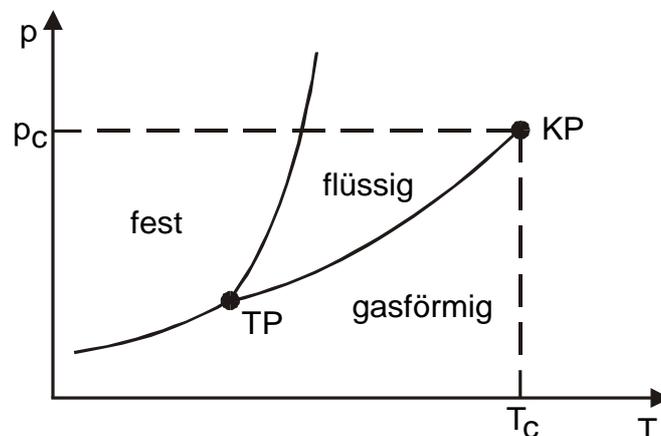


Bild 2-1: Lage von Tripelpunkt (TP) und kritischem Punkt (KP) im p-T Phasendiagramm.

### 2.1 Von der klassischen zur modernen Theorie

**Andrews** (1869) gab dem kritischen Punkt seinen Namen, als er ihn systematisch in einer Kammer mit veränderlichem Volumen untersuchte. Der erste jedoch, der den kritischen Punkt nachweislich beobachtete, war **Cagniard de la Tour** im

Jahr 1822, als er das Auflösen der Phasengrenze zwischen Gas und Flüssigkeit beschrieb. Seither ist der kritische Punkt vielfach untersucht worden. **Van der Waals** (1873) erweiterte das Modell des idealen Gases für reale Fluide. Die ideale Gasgleichung geht von der Annahme aus, daß die Partikel eines Gases so schwach miteinander interagieren, daß die intermolekularen Kräfte vernachlässigt werden können. Diese Annahme ist zutreffend für hohe Temperaturen und niedrige Dichte. Van der Waals erweiterte die Gleichung um zwei weitere Anteile. Die Konstante  $b$  repräsentiert die Verringerung des zur Verfügung stehenden freien Volumens durch die endliche Ausdehnung der Moleküle und in  $(ap^2)$  sind deren Wechselwirkungskräfte enthalten. Dabei sind  $a$  und  $b$  fluidspezifische phänomenologische Parameter.

$$(p + ap^2) \cdot \left( \frac{1}{\rho} - b \right) = RT \quad (2.1)$$

Die Gleichung (2.1) kann quantitativ die flüssige wie gasförmige Phase beschreiben und mit dem Maxwell-Kriterium auch das Zweiphasengebiet abgrenzen. Mit der Feststellung, daß sich die Dichten der koexistierenden Phasen nach einem Potenzgesetz mit dem Exponenten  $1/3$  verhalten, legte der Experimentalist **Verschaeffelt** (1900) die Grundlagen für die heute anerkannten Potenzgesetze (siehe Kap. 2.2). Dieses experimentelle Resultat stand im Widerspruch zur van der Waals Gleichung, die einen Exponenten von  $1/2$  ergibt. Diese Diskrepanz wurde viele Jahre konträr diskutiert, bis **Widom** (1965) erkannte, daß alle Potenzgesetze von einer Annahme abgeleitet werden können und damit eine thermodynamisch konsistente Zustandsgleichung unter Verwendung der sogenannten Skalengesetze (vgl. Gl. 2.2 und 2.3) formuliert werden kann.

In Fluidsystemen ist bei der Annäherung an den kritischen Zustand eine starke Zunahme der lokalen, sich gegenseitig beeinflussenden Dichteschwankungen (Fluktuationen) zu beobachten. Diese weitreichenden Ordnungskräfte übersteigen die intermolekularen Wechselwirkungskräfte und bestimmen in der Nähe des kritischen Punkts das Systemverhalten, was als Universalität kritischer Phänomene bezeichnet wird. Eine Beschreibung dieser Vorgänge gelang **Wilson** (1971) durch die Anwendung der aus der Quantenphysik stammenden Renormierungsgruppentheorie auf kritische Phänomene. Dieses Modell, für das 1982 der Nobelpreis verliehen wur-

de und damit die Bedeutung der Erforschung kritischer Phänomene für die moderne Physik verdeutlichte, lieferte erstmals eine theoretische Bestätigung der bis dahin empirisch gestützten Thesen, wie der Universalität und den Beziehungen zwischen kritischen Exponenten. Bis zu diesem Zeitpunkt konnten die kritischen Exponenten dieser Potenzgesetze nur durch Experimente bestimmt werden.

In der folgenden Zeit wurden viele wesentliche Erkenntnisse für das theoretische Verständnis thermodynamischer Besonderheiten am kritischen Punkt durch die Entwicklung und den Einsatz verfeinerter und neuer Meßtechniken ermöglicht. Einige seien hier genannt: Optische Untersuchungen, wie die Anwendung der Refraktometrie, der Interferometrie und Streulichtmessungen durch die Entwicklung des Lasers, die hoch auflösenden Druck- und Temperaturmessungen durch verbesserte Regelungsmöglichkeiten (z.B. bei der Vermessung von  $c_v$  am kritischen Punkt von  $\text{SF}_6$ ; **Haupt and Straub**, 1999) und die Forschung unter  $\mu\text{g}$ -Bedingungen. Theoretische Vorhersagen konnten bestätigt und die Zustandsgleichungen von verschiedenen reinen Fluiden präzisiert werden (**Wyczalkowska and Sengers**, 1999). Sich scheinbar widersprechende Ergebnisse führten zu neuen Theorien, wie zum Beispiel der Beschreibung des Piston Effects (**Onuki et al.**, 1990) mit der dynamischen Temperaturentbreitung in einem kritischen Fluid (vgl. dazu auch Kapitel 3).<sup>5</sup>

## 2.2 Die Potenzgesetze

In der Mitte der sechziger Jahre wurde festgestellt, daß die Ergebnisse experimentell bestimmter kritischer Exponenten nicht mit der klassischen Theorie übereinstimmen. 1962 entdeckte man, daß die isochore Wärmekapazität gemäß einer dem Logarithmus ähnlichen Gesetzmäßigkeit gegen unendlich strebt. Dieses Ergebnis erzeugte damals großes Interesse, da zur selben Zeit eine logarithmische Divergenz in zwei weiteren Fällen gefunden wurde. Zum einen in dem 2-dimensionalen Ising-Modell von Onsager und in einem Experiment von Buckingham nahe dem  $\lambda$ -Übergang in  $^4\text{He}$  (**Anisimov**, 1991). In einer ersten Näherung, ähnlich der klassischen Theorie, wurden thermodynamische Größen mit einfachen Potenzgesetzen,

---

<sup>5</sup> Eine detailliertere Beschreibung der historischen Entwicklung der Theorien zum kritischen Punkt können in den Arbeiten von **Levelt Sengers** (1974), **Eicher** (1996), **Haupt** (1997) und **de Bruijn** (1999) nachgelesen werden.

jedoch mit nicht ganzzahligen Exponenten beschrieben. Im Gegensatz zur klassischen Theorie ist das asymptotische Verhalten physikalischer Größen am kritischen Punkt nicht-analytisch, also singulär (vgl. Tabelle 2-2). Der Grad der Singularität wird durch die Exponenten der Potenzgesetze beschrieben. Sie werden als „kritische Exponenten“ bezeichnet und sind zusammenfassend in Tabelle 2-1 den klassischen Werten gegenüber gestellt.

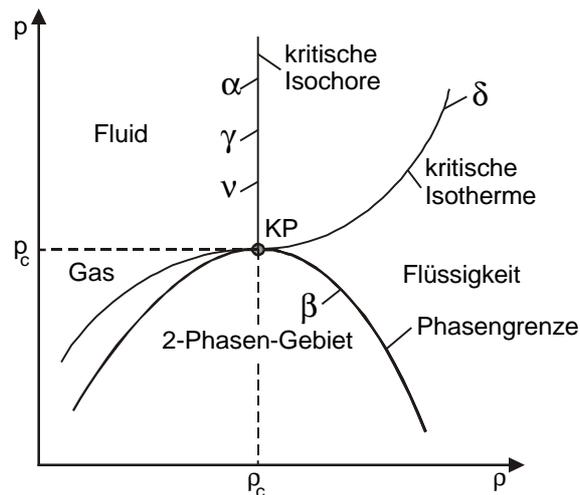


Bild 2-2: Thermodynamische Zustandspfade im  $p$ - $\rho$  Diagramm am kritischen Punkt, längs derer die Stoffgrößen mit Potenzgesetzen beschrieben werden.

Auf Basis der Analogie zwischen der Quantenfeldtheorie und der statistischen Mechanik der Phasenübergänge entwickelte **Wilson** (1971) die Renormierungsgruppentheorie. Mit dieser Theorie lassen sich nun die Exponenten berechnen, welche mit den Experimenten gut übereinstimmen. Es stellte sich heraus, daß die kritischen Exponenten nur von der Dimension  $d$  und der Anzahl  $n$  der Komponenten des Ordnungsparameters abhängen. Beispielsweise ist für ein reines Fluid  $d = 3$  (dreidimensionaler Raum) und  $n = 1$ , oder in einem isentropen Heisenberg Ferromagneten ist  $n=3$ . Phasenübergänge gleicher Dimension des Ordnungsparameters gehören zur gleichen Universalitätsklasse, dazu zählen z.B. Fluide, Lösungen, binäre Gemische, gerichtete Phasenübergänge in Kristallen von Ammonium Haliden (**Anisimov**, 1991). Universalität ist demnach ein weiteres Merkmal kritischer Phänomene und bedeutet, daß sich verschiedene Stoffe gleicher Klasse am kritischen Punkt gleich verhalten und somit im asymptotischen Bereich deren kritische Exponenten gleiche Werte aufweisen.

Exp.	Bezeichnung	Gleichung	thermodyn. Pfad	KT	RT	Experiment
$\alpha$	spez. isochore Wärmekapazität $c_V$	$c_V = A^+ \cdot \tau^{-\alpha} + B$ $c_V = A^- \cdot  \tau ^{-\alpha} + B$	krit. Isochore 2-Phasengebiet	0	0.110 $\pm 0.005$	0.08 – 0.125
$\beta$	Dichte	$ \rho^*  = B \cdot (-\tau)^\beta$	Koexistenzkurve	0.5	0.325 $\pm 0.002$	0.305 – 0.354
$\gamma$	isotherme Kompressibilität $k_T$	$k_T = \Gamma^+ \cdot \tau^{-\gamma}$ $k_T = \Gamma^- \cdot  \tau ^{-\gamma}$	krit. Isochore Koexistenzkurve	1	1.240 $\pm 0.003$	1.14 – 1.29
$\delta$	Druck	$p^* = D \cdot \text{sign}(\rho^*) \cdot  \rho^* ^\delta$	krit. Isotherme	3	4.81 $\pm 0.02$	3.8 – 5.0
$\nu$	Korrelationslänge $\xi$	$\xi = \xi_0^+ \cdot \tau^{-\nu}$ $\xi = \xi_0^- \cdot  \tau ^{-\nu}$	krit. Isochore Koexistenzkurve	0.5	0.630 $\pm 0.001$	0.625 – 0.65

Tabelle 2-1: Zusammenfassung der kritischen Exponenten aus der klassischen Theorie (KT), Renormierungsgruppentheorie (RT) und experimentell bestimmten Werten.<sup>6</sup> Die einfachen Potenzansätze sind nur im sog. asymptotischen Bereich gültig.

Zur einfacheren Darstellung werden in Tabelle 2-1 überwiegend reduzierte Größen verwendet. Die reduzierte Temperaturdifferenz ist definiert als  $\tau = (T-T_C)/T_C$ , die reduzierte Druckdifferenz als  $p^* = (p-p_C)/p_C$  und die reduzierte Dichtedifferenz als  $\rho^* = (\rho-\rho_C)/\rho_C$ . A, D, B und  $\Gamma$  sind kritische Amplituden, die durch die individuellen Stoffeigenschaften bestimmt sind. Die Korrelationslänge  $\xi$  wurde als Bezugslänge zur Beschreibung des kritischen Verhaltens eingeführt. Sie charakterisiert die räumliche Ausdehnung der Fluktuationen der lokalen Dichte. Diese Fluktuationen, die ihr Maximum am kritischen Punkt erreichen, streuen einfallendes Licht und geben dem Fluid eine bräunlich-milchige Färbung (siehe Bild 2-5), die unter der Bezeichnung kritische Opaleszenz bekannt ist. Um dieses Phänomen zu beschreiben, wird die Korrelationsfunktion  $G(r)$  benutzt. Sie gibt an, in welchem Maße lokale Partikel innerhalb einer Entfernung  $r$  miteinander korrelieren. Die Korrelationslänge  $\xi$  entspricht dem Bereich, in dem zwei Partikel miteinander interagieren. In der Nähe des kriti-

<sup>6</sup> Zusammengefaßt aus **Levelt Sengers et al.** (1977), **Haupt** (1997), **Eicher** (1996) und **Fröhlich** (1997)

schen Punkts gibt es großräumige Fluktuationen, deren Korrelationslänge  $\xi$  diesen Bereich um ein Vielfaches überschreitet und am kritischen Punkt sogar divergiert (**Sengers et al.**, 1977). Wenn sich ein System nicht exakt am kritischen Punkt befindet, ist die Korrelationslänge  $\xi$  endlich. Trotzdem muß man mögliche Effekte der kritischen Fluktuationen für all diejenigen Temperaturen und Dichten berücksichtigen, bei denen die Korrelationslänge  $\xi$  bedeutend länger ist als der durchschnittliche Molekülabstand. Da sich die Fluktuationen über große Bereiche erstrecken und viele Partikel umfassen, sind die Details der Interaktionen der Partikel nicht mehr relevant und es werden viele Ähnlichkeiten im kritischen Verhalten diverser Systeme gefunden. Diese Ähnlichkeit ist bekannt als Universalität.

Zwischen den kritischen Exponenten in Tabelle 2-1 besteht eine allgemeine Beziehung, da sie durch die Skalengleichungen miteinander gekoppelt sind. Mit Angabe zweier Zustandsgrößen können alle anderen Zustandsgrößen berechnet werden (**de Bruijn**, 1999):

$$\gamma = \beta(\delta - 1) = 2(1 - \beta) - \alpha \quad (2.2)$$

$$3\nu = 2 - \alpha \quad (2.3)$$

Die grundlegenden Transportparameter sind die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  (Exponent  $\psi=0.58$ ), die Temperaturleitfähigkeit  $a$  (Exponent  $\gamma - \psi=0.66$ ) und die Viskosität  $\eta$  (Exponent  $\phi=0.031$ ). Sie weisen am kritischen Punkt ein mehr oder weniger stark ausgeprägtes singuläres Verhalten auf, so daß auch sie mit geeigneten Potenzgesetzen beschrieben werden können<sup>7</sup>. Die dazugehörigen Exponenten sind wie folgt gekoppelt:

$$\psi = \gamma - \phi - \nu \quad (2.4)$$

---

<sup>7</sup> Werte der Exponenten aus **Sengers** (1985)

### 2.3 Thermodynamische Fluideigenschaften am kritischen Punkt

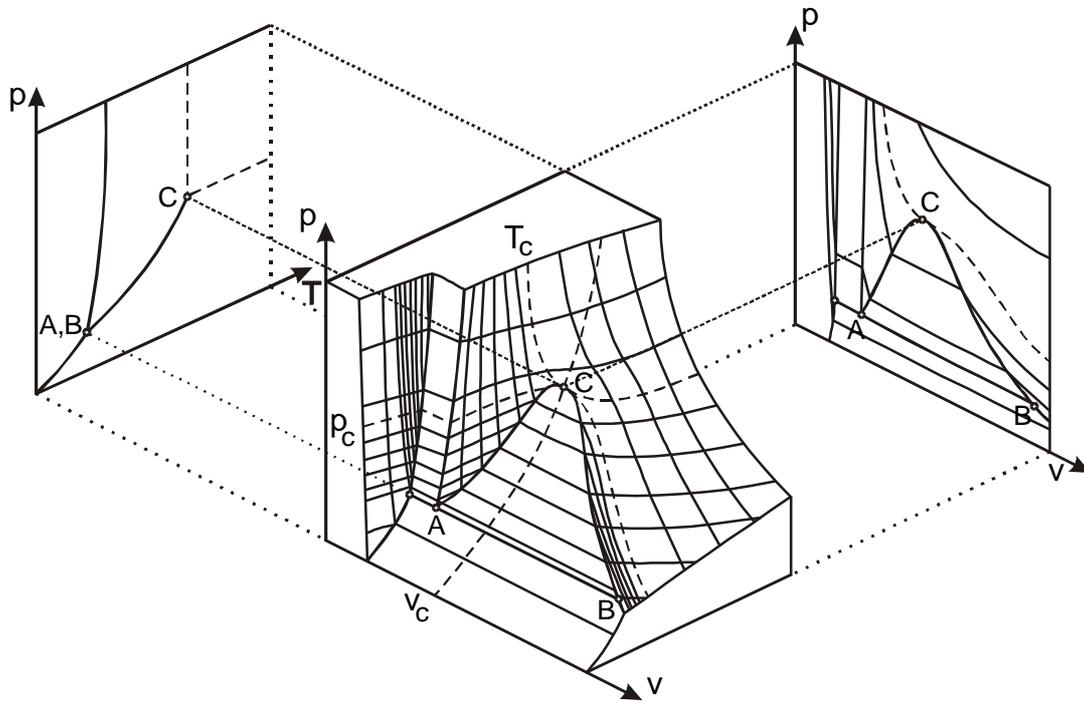


Bild 2-3: Allgemeines  $p$ - $v$ - $T$  Diagramm mit den zweidimensionalen Projektionen  $p$ - $T$  und  $p$ - $v$ , wie sie in Bild 2-1 und Bild 2-2 dargestellt sind. Punkt A ist der Tripelpunkt, C der kritische Punkt und die Fläche, begrenzt durch A, B und C, kennzeichnet das Zweiphasengebiet. Weiterhin sind Isothermen und Isobare eingezeichnet.

Die beiden wichtigsten Eigenschaften, die sich bei der Erforschung des kritischen Punkts herauskristallisiert haben, lassen sich wie folgt beschreiben:

- A. **Universalität:** Viele Phasenübergänge in ganz verschiedenen physikalischen Systemen verhalten sich in gewisser Weise ähnlich.
- B. **Kritische Divergenz:** Bestimmte Stoffwerte nehmen sehr hohe Werte an, wenn man sehr dicht an einen Phasenumwandlungspunkt herangeht.

Gemäß letzterer Aussage ist der kritische Punkt also gekennzeichnet durch die mit  $T \rightarrow T_c$  zu extremen Werten neigenden thermodynamischen Fluideigenschaften, wie sie in Tabelle 2-2 zusammengefaßt sind:

isotherme Kompressibilität	$K_T = -\frac{1}{v} \left( \frac{\partial v}{\partial p} \right)_T = \frac{1}{\rho} \left( \frac{\partial \rho}{\partial p} \right)_T$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-1.24}$
isob. Expansionskoeffizient	$\alpha_p = \rho \cdot \beta_v \cdot K_T$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-1.24}$
isob. spez. Wärmekapazität	$c_p = c_v + T v p^2 \beta_v^2 K_T$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-1.24}$
isoch. spez. Wärmekapazität	$c_v$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-0.11}$
dynamische Viskosität	$\eta$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-1.24}$
Wärmeleitfähigkeit	$\lambda$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-0.58}$
Prandtl-Zahl	$Pr = \frac{v}{a}$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-0.691}$
Grashoff-Zahl	$Gr = \frac{\alpha_p \cdot g \cdot h^3 \cdot \Delta T}{v^2}$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-1.18}$
Rayleigh-Zahl	$Ra = Gr \cdot Pr = \frac{\alpha_p \cdot g \cdot h^3 \cdot \Delta T}{v \cdot a}$	$\rightarrow \infty$	$\propto \tau^{-1.93}$
Temperaturleitfähigkeit	$a = D_{th} = \frac{\lambda}{\rho c_p}$	$\rightarrow 0$	$\propto \tau^{0.66}$
Schallgeschwindigkeit	$w_s$	$\rightarrow 0$	$\propto \tau^{0.055}$
Oberflächenspannung	$\sigma$	$\rightarrow 0$	n/a

Tabelle 2-2: Zusammenfassung thermodynamischer Eigenschaften am kritischen Punkt von Fluiden. Rechte Spalte gibt den Grad der Singularität an, mit

$$\tau = \frac{T - T_c}{T_c}$$

In der folgenden Tabelle 2-3 sind die kritischen Daten einiger reiner Fluide angegeben. In der Raumfahrt werden häufig Fluide wie Schwefelhexafluorid und Kohlendioxid verwendet, da deren kritische Temperaturen weit genug oberhalb der Raumtemperatur liegen (und mit Heizen leichter geregelt werden kann als mit Kühlen). Außerdem ist der kritische Druck nicht zu hoch und die Fluidzellen müssen aus Gründen der Sicherheit nicht zu schwer gebaut werden. Zusätzlich werden sie wegen ihrer toxischen Unbedenklichkeit bevorzugt für bemannte Raumflugmissionen verwendet.

det. Potentielle Alternativen, wie R13 und der Ersatzstoff R23, haben zu niedrige Temperaturen und eignen sich nur bedingt, außerdem wird R13 wegen seiner Unverträglichkeit mit Ozon nicht mehr hergestellt. Wasser ist ein Exot mit seinen hohen Druck- und Temperaturwerten. Es hat außerdem eine hohe Löslichkeit und reagiert sehr aggressiv in der Nähe seines kritischen Punkts. Dennoch ist geplant, Wasser für zukünftige Experimente auf der ISS zu verwenden.

Fluid	Formel	$T_c$	$p_c$	$\rho_c$
R14	$CF_4$	-45.66 °C	37.45 bar	
Ethylen	$C_2H_4$	9.5 °C	53.4	
Ethan	$C_2H_6$	35.0 °C	48.7 bar	
Trifluormethan R23	$CHF_3$	25.95 °C	48.7 bar	525 kg/m <sup>3</sup>
Chlorotrifluoromethan R13	$CClF_3$	29.20 °C	39.15 bar	575.5 kg/m <sup>3</sup>
Kohlendioxid	$CO_2$	31.06 °C	73.84 bar	466.5 kg/m <sup>3</sup>
Schwefelhexafluorid	$SF_6$	45.567 °C	37.545 bar	742 kg/m <sup>3</sup>
Propan	$C_3H_8$	96.7 °C	42.48 bar	
Ammoniak	$NH_3$	132.35 °C	113.53 bar	
Wasser	$H_2O$	374.1 °C	218.3 bar	325 kg/m <sup>3</sup>

Tabelle 2-3: Kritische Daten zu ausgewählten Fluiden.

## 2.4 Optische Bestimmung des kritischen Punkts

Auf der Erde werden die Eigenschaften reiner Fluide am kritischen Punkt sehr stark von der Gravitation beeinflusst. Aufgrund der am kritischen Punkt divergierenden Kompressibilität kommt es im Fluid zur Ausbildung von Dichteschichtungen mit einem steilen Dichtegradienten an der kritischen Schicht. Mit Annäherung an den kritischen Punkt steigt die Empfindlichkeit für konvektive Instabilitäten, da die Rayleigh Zahl ebenfalls divergiert. Aus der barometrischen Höhenformel berechnet sich die Änderung des hydrostatischen Drucks als eine Funktion der Höhe  $h$ :

$$dp = -g \cdot \rho \cdot dh \quad (2.5)$$

wobei die Höhenkoordinate  $h$  entgegengesetzt zur Richtung der Beschleunigung  $g$  verläuft und  $\rho$  die Dichte des Fluids in  $[\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}]$  ist.

Mit der isothermen Kompressibilität  $K_T$

$$K_T = \frac{1}{\rho} \left( \frac{\partial \rho}{\partial p} \right)_T \quad (2.6)$$

erhält man nun den Dichtegradienten mit

$$\left( \frac{d\rho}{dh} \right)_T = g\rho^2 K_T \quad (2.7)$$

Da die isotherme Kompressibilität zum kritischen Punkt hin divergiert, erhält man gemäß Gl. 2.7 den eigentlichen kritischen Zustand bzw. die kritische Dichte im Fluid unter Erdschwere nur in einer extrem dünnen Schicht (siehe dazu auch Bild 2-4). Deshalb sind, außer bei optischen Messungen, nur integrale und von der Höhe der Fluidzelle abhängige Eigenschaften bestimmbar. Man versucht dies zwar mit Testzellen von sehr geringer Höhe (ca. 1 mm) zu kompensieren, doch hilft das nur zum Teil, weil sich auch über diese Höhe die Dichte um bis zu 20% ändert. In allen erdgebundenen Experimenten erhält man bei Meßverfahren, die über alle im Fluidvolumen auftretenden Zustände integrieren, „verschmierte“ Ergebnisse. Ein geeignetes Beispiel dafür sind  $c_v$  Messungen auf der Erde, wo im Gegensatz zu den  $\mu\text{g}$  Messungen keine Singularität beobachtet werden konnte.<sup>8</sup> Dieses fundamentale Problem kann nur durch eine Reduktion der Gravitation überwunden werden.

#### 2.4.1 Unter 1g-Bedingungen

Im Gegensatz zum Temperatenausgleich, der sofort einer von außen eingebrachten Temperaturänderung folgt, dauert die Dichterelaxation je nach Temperatur unterschiedlich lange. Im Einphasengebiet einer beispielsweise mit mittlerer kritischer Dichte gefüllten Zelle, erstrecken sich die Relaxationszeiten von Minuten (Temperaturen von mehreren Kelvin oberhalb von  $T_c$ ) bis hin zur Dauer von Stunden oder Tagen (einige mK oder weniger oberhalb von  $T_c$ ). Hervorzuheben sind in die-

---

<sup>8</sup> Als Beispiel für den Unterschied zwischen dem 1g und dem  $\mu\text{g}$  Verlauf der isochoren Wärmekapazität sei hier auf Bild 7.1 in der Dissertation von **Haupt** (1997) verwiesen.

sem Zusammenhang die Messungen unter Laborbedingungen (1g) von **Straub** (1965). Sie vermittelten erstmals einen Eindruck darüber, wie langsam der Dichteausgleich abläuft. Straub verfolgte mittels Brechungsindexmessung den zeitlichen Verlauf der Dichteverteilung über die gesamte Zellenhöhe nach verschiedenen Störungen (z.B. Kompression oder Expansion).

Ergänzend dazu kann man Informationen zum zeitlichen Dichteausgleich unter Mikrogravitation bei **Wilkinson et al.** (1998) finden. Sie heizten eine kritisch mit  $\text{SF}_6$  gefüllte Zelle (10 mm Durchmesser und 1 mm hoch) aus dem Zweiphasengebiet von  $T_C - 50$  mK bis zur einphasigen Temperatur von  $T_C + 8.4$  mK auf, stabilisierten dort die Temperatur und beobachteten mit einem Interferometer die anschließende Relaxation der Dichte. Nach 65 Minuten sind mit bloßem Auge noch deutliche lokale Dichteunterschiede erkennbar. Erst nach 236 Minuten scheint die Relaxation weitgehend beendet. Die für dieses Experiment berechnete Zeitkonstante der Relaxation geben sie mit 2400 Sekunden an. Demgegenüber steht ein weiterer Versuch bei  $T_C + 0.6$  mK mit einer Zeit von 28 (!) Tagen bis zum thermischen Gleichgewicht.

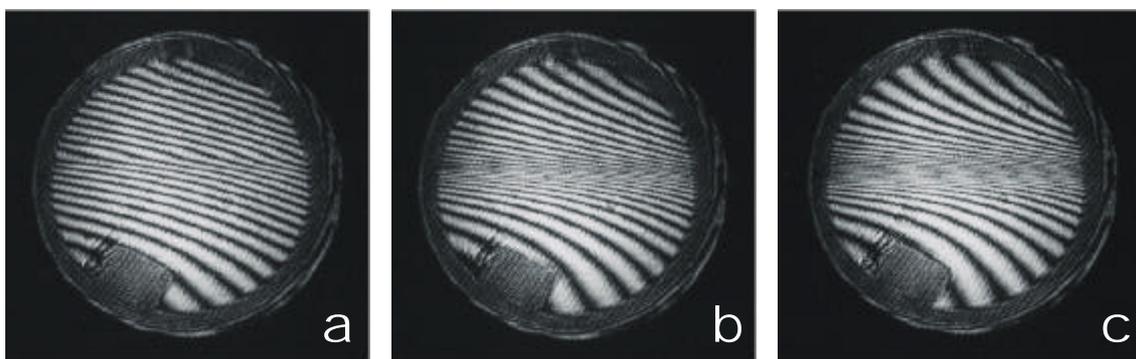


Bild 2-4: Relaxation der Dichte in der Fluidzelle nach Absenken der Temperatur von  $T - T_C = +100$  mK auf  $T_{\text{set}} = T - T_C = 18$  mK. (a) Zeitpunkt der Aufnahme bei Erreichen der eingestellten Temperatur ist  $t = t_{\text{start}} + 37$  min. (b)  $t = t_{\text{start}} + 77$  min. (c)  $t = t_{\text{start}} + 258$  min. Die Interferometrieaufnahmen entstanden 1992 in der Critical Point Facility (CPF) zur Nachbereitung der IML-1 Mission.

In Bild 2-4 ist der Relaxationsprozeß<sup>9</sup> der Dichte eines reinen Fluids unter 1g in einer Reihe von Interferometrieaufnahmen unter 1g-Bedingungen dargestellt. Die mit

<sup>9</sup> Weitere Informationen zum Relaxationsprozeß der Dichte sind der Semesterarbeit des Autors zu entnehmen (**Bartscher**, 1991).

$\text{SF}_6$  gefüllte Zelle hat einen Durchmesser von 9.2 mm und eine Tiefe von 1.0 mm, der rechteckige Körper unten links ist Teil eines Magnetrührers zur Homogenisierung der Dichte. Bild (a) zeigt die Dichteverteilung im Fluid zum Zeitpunkt  $t = 37$  Minuten nach Absenkung der Temperatur von  $T - T_C = +100$  mK auf die, zu diesem Zeitpunkt, erreichte Temperatur von  $T - T_C = +18$  mK. Bild (b) ist 77 Minuten nach Beginn entstanden und zeigt deutlich den Verlauf der starken Dichteänderung in der Mitte der Fluidzelle, zu erkennen am verringerten Streifenabstand. Je enger der Abstand der Streifen ist, desto größer ist die lokale Änderung der Dichte. Bild (c) ist nach weiteren 3 Stunden entstanden. Der Streifenabstand hat sich weiter verdichtet, jedoch hat die Änderung pro Zeiteinheit stark abgenommen.

Mit weiterer Annäherung der Temperatur an den kritischen Punkt verengt sich der Abstand der Streifen so sehr, daß eine Auflösung einzelner Streifen unmöglich wird. Unterschreitet man die kritische Temperatur auch nur um Bruchteile eines mK bildet sich plötzlich wieder der Meniskus der Zweiphasengrenze aus. Im Interferometer ist das durch einen Dichtesprung an der Phasengrenze sichtbar. So störend die Dichteschichtung bei Messungen unter 1g-Bedingungen sein kann, so wichtig ist sie zur Bestimmung der kritischen Temperatur bei absoluten Messungen bzw. der Referenztemperatur bei relativen Messungen, wie sie für diese Arbeit durchgeführt wurden.

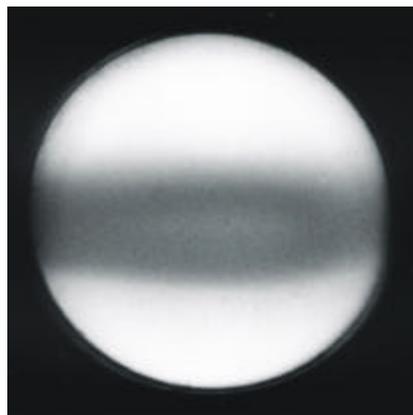


Bild 2-5: Die Ausbildung der kritischen Opaleszenz (Braunfärbung) ist in dieser Fluidzelle deutlich sichtbar. Die Temperatur liegt bei  $T = T_C + 8$  mK.

Dazu heizt man die Zelle zuerst zur Homogenisierung des Fluids auf eine Temperatur weit in das Einphasengebiet auf, typischerweise  $T - T_C = 1.5$  K. Anschließend

senkt man die Temperatur in Schritten auf ca.  $T_C + 50$  mK ab und nähert sich dann der kritischen Temperatur ganz langsam in Schritten von  $\Delta T = -1$  mK und einer Kühlgeschwindigkeit von etwa  $-6$  mK/h. Ab einer Temperatur von  $T - T_C = +30$  mK beginnt sich, wie oben beschrieben, im Interferometer der Streifenabstand in der Zellenmitte zu verringern (Bild 2-4) und gleichzeitig setzen allmählich Dichtefluktuationen auf molekularer Ebene ein, welche die sogenannte kritische Opaleszenz (Bild 2-5) hervorrufen. In der ALICE 2 Apparatur (vgl. Kapitel 4.1) stand in der verwendeten Konfiguration zwar kein Interferometer, dafür aber ein „Grid“ (Streifengitter) zur Verfügung, welches eine Strahlablenkung bewirkt und die Dichteschichtung ebenfalls sichtbar macht.

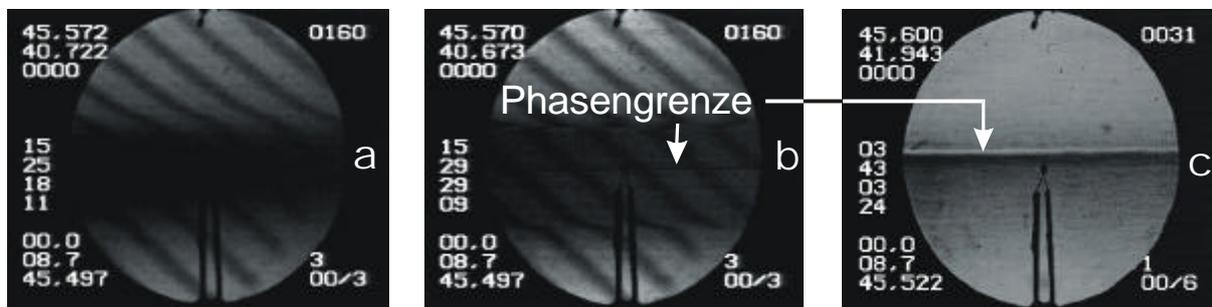


Bild 2-6: (a) Fluid bei  $T_C + 2$  mK. Deutlich sind die durch die Dichteschichtung verzerrten Streifen des Gitters und die Opaleszenz erkennbar. (b) Der Meniskus, Phasengrenze zwischen Gas und Flüssigkeit, hat sich gebildet. Die kritische Temperatur ist erreicht. Die Zelle ist leicht unterkritisch befüllt, der Meniskus ist deshalb unterhalb der Zellenmitte entstanden. (c) Auch ohne Gitter, also unter direkter visueller Beobachtung, ist die Phasengrenze deutlich erkennbar. Die Zelle ist in diesem Versuch genau mit kritischer Dichte befüllt, da der Meniskus sich exakt in Zellenmitte ausbildet.

Die starke Lichtstreuung ist zweifellos der beeindruckendste optische Effekt unter den kritischen Phänomenen. Die Lichtstreuung im Fluid resultiert aus den Fluktuationen des Brechungsindex aufgrund von lokalen Dichteschwankungen. Die Fluktuationen werden proportional zur isothermen Kompressibilität um so stärker, je näher das Fluid der kritischen Dichte ist. Unter 1g-Bedingungen bildet sich bei kritischer Befüllung die Opaleszenz in der Mitte der Zelle aus. Die Größe der Fluktuationen ist über die Korrelationslänge  $\xi$  definiert, die einem Potenzgesetz folgt (Kapitel 2.2). Im Fluid wird das Licht aufgrund der lokalen und zeitlichen Dichteänderung gestreut, was durch die Braunfärbung im Fluid sichtbar wird (vgl. Bild 2-5). Die Opales-

zenz und die Brechung infolge der Dichteschichtung blockiert bei dicken Zellen ( $> 5$  mm) den Durchgang des einfallenden Lichts.

In Bild 2-6 ist zu sehen, wie sich der Meniskus plötzlich ausbildet, sobald die kritische Temperatur erreicht ist. In a) ist die Temperatur 2 mK oberhalb der kritischen Temperatur und das Fluid liegt noch im einphasigen Zustand vor. Die Opaleszenz blockiert nahezu vollständig die Sicht durch die Zellenmitte. Erst in b) ist die kritische Temperatur erreicht und 2 Effekte laufen beinahe gleichzeitig ab. Erstens bildet sich der Meniskus, also die Zweiphasengrenze aus und zweitens bildet sich die Opaleszenz zurück und die Zelle wird an dieser Stelle wieder durchsichtig. Auf diese Weise kann  $T_C$  optisch auf 1 mK genau bestimmt werden. Dies gilt sowohl für die Verwendung der Interferometrie- und Gittermethode mit der ALICE 2, als auch für die rein visuelle Beobachtung mit der Laboreinrichtung oder ALICE 2 bei zur Seite geklapptem Gitter (c). Da die Auflösung der Temperatur beider Apparaturen bei etwa 0.6 mK liegt, macht es keinen Sinn, sich dem kritischen Punkt mit kleineren Temperaturschritten zu nähern, auch wenn es theoretisch und technisch möglich wäre. Außerdem ist aufgrund der Art der Messungen eine genauere Bestimmung nicht notwendig. Weil alle Experimente die kritische Temperatur als Relativgröße verwenden, wurde auf eine Bestimmung der absoluten Temperatur verzichtet. Mit Hilfe der Position des Meniskus kann im Dichtebereich  $\rho = \rho_C \pm 4\%$  und mit Kenntnis des inneren Zellenvolumens auch die genaue Fluidichte bestimmt werden. Näheres ist dazu in Kapitel 4.4 beschrieben.

#### 2.4.2 Unter $\mu\text{g}$ -Bedingungen

Für die auf der MIR Station mit der ALICE 2 Apparatur unter  $\mu\text{g}$  Bedingungen durchgeführten Experimente wurde zu Beginn des ersten Meßlaufs ebenfalls die kritische Temperatur bestimmt, auch wenn sie schon im Labor ermittelt worden war. Zum einen, um den gerätespezifischen Unterschied herauszufinden ( $T_C$  der ALICE 2 liegt auf der MIR durch einen elektronisch bedingten Offset um 12 mK höher !) und um eine etwaige Drift der Regelthermistoren oder auch eine  $T_C$ -Verschiebung im Fluid zu bestimmen. Da die Experimente über einen Zeitraum von fast 7 Monaten verteilt waren, wurde die kritische Temperatur zu Beginn des vierten und des sechsten Experimentlaufs noch einmal ermittelt. In unserem Fall nahm die kritische Tem-

peratur im Verlauf von 6 Monaten um genau 9.5 mK ab. Dieser Wert wurde bei der Auswertung mit berücksichtigt.

Die Gründe dafür können vielfältig sein. Zum einen ist eine Drift in den Thermistoren denkbar, etwa durch einen Alterungsprozeß dem jeder Thermistor unterliegt, oder das Fluid SF<sub>6</sub> reagiert mit dem Material des Thermistors. Der Kopf des Thermistors ist zwar in eine Glasperle eingegossen, diese kann jedoch winzige Risse aufweisen, welche mit der Zeit und unter Belastung (z.B. Vibrationen während der Beschleunigungsphase beim Start des Raumschiffs) entstehen können. Möglich ist auch, daß das Fluid mit dem Fensterklebstoff reagiert und sich dadurch der Wert von T<sub>C</sub> verschiebt. Eine genaue Analyse im Anschluß an die Experimente auf dem Boden war nicht möglich, da der Thermostat aufgrund von Gewichtsbeschränkungen der Rückkehrkapsel auf der Raumstation verbleiben mußte. Eine Drift oder Apparatur bezogene T<sub>C</sub>-Verschiebung ist allerdings auf Grund der extremen Anforderung an die Genauigkeit der Temperaturmessung nicht ungewöhnlich und wird von anderen Autoren ebenfalls erwähnt. **Wilkinson et al.** (1998) berichten beispielsweise von einem Unterschied  $\Delta T = 1.7$  mK bei der Bestimmung der kritischen Temperatur von SF<sub>6</sub> für einen Zeitraum von nur 56 Stunden zwischen beiden Messungen. In den folgenden 11 Stunden hatte sich der Unterschied um weitere 0.2 mK vergrößert.

Um unter  $\mu\text{g}$ -Bedingungen den kritischen Punkt zu bestimmen, kann nicht mehr nur auf die Ausbildung der Phasengrenze als Kriterium zurückgegriffen werden. Die flüssige und gasförmige Phase bilden sich gleichzeitig im gesamten Zellenvolumen durch spinodale Entmischung ohne Keimstellen aus, ein definierter Meniskus fehlt somit. Allerdings kann sich in der Schwerelosigkeit aufgrund des nicht mehr vorhandenen hydrostatischen Drucks der kritische Zustand über die gesamte Zelle ausbilden. Das bedeutet, daß die kritische Opaleszenz nicht mehr nur in einem Streifen, sondern über das gesamte Zellenvolumen verteilt ist. Der Blick durch die Zelle und auch das Laserlicht sind somit bei dicken Zellen vollständig blockiert, bei dünnen Zellen wird ein Intensitätsminimum ermittelt. Dies kann mit Hilfe einer CCD Kamera geschehen, indem man den Intensitätswert jedes einzelnen Pixels mißt.

In Bild 2-7 ist in einer Serie von Videophotos diese Entwicklung dargestellt, die während der Perseus Mission 1999 im Verlauf von Experiment Nr. 4 aufgenommen wurde. Gestartet wurde die T<sub>C</sub>-Suche im Einphasengebiet (a) mit einer Temperatur

von  $T_C + 97$  mK. Die Kühlrate beträgt  $-28.8$  mK/h. Bei  $T_C + 20$  mK bildet sich allmählich die Opaleszenz aus (b) und verdunkelt bei  $T_C + 7$  mK den Durchblick immer stärker (c), bis schließlich der kritische Punkt erreicht und die Durchsicht ein Minimum erreicht (d). Sobald dieses Intensitätsminimum erreicht ist, wird die exakte kritische Temperatur ermittelt. Bei einem Unterschreiten des kritischen Punktes nimmt die Intensität des Lichts sofort wieder zu und die Opaleszenz verschwindet.

Mit dieser Methode, wie sie beispielsweise auch von **Wilkinson et al.** (1998) angewandt wurde, kann unter  $\mu\text{g}$ -Bedingungen die kritische Temperatur als Referenzpunkt sehr exakt ( $\Delta T < 1\text{mK}$ ) bestimmt werden. Die Drift der Thermistoren und Elektronik ist somit irrelevant und spielt nur noch im zeitlichen Verlauf des Experiments eine Rolle. Die Zeitdauer zwischen der letzten erdgebundenen Kalibrierung und der Beginn der  $\mu\text{g}$ -Experimente ist daher unerheblich.

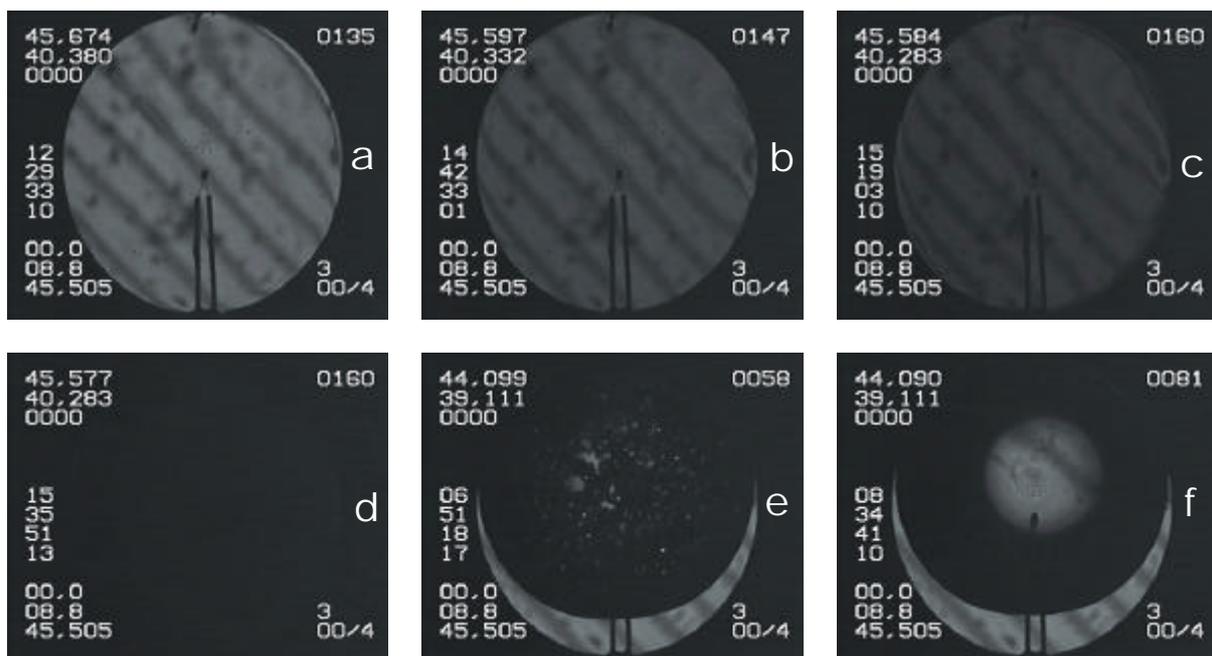


Bild 2-7: Bildung der kritischen Opaleszenz und Bestimmung von  $T_C$  unter  $\mu\text{g}$  mit der Intensitätsmethode (a-f).

Bei weiterer Abkühlung konnte beobachtet werden, daß in den koalierten Phasen permanent neue Bläschen und Tröpfchen gebildet wurden (e), die jeweils miteinander wieder koalieren, dadurch anwachsen und in der Mitte nach einiger Zeit eine große Blase bilden. Wenn der Kühlvorgang gestoppt wird (hier bei  $T = T_C - 1478$  mK), endet auch die Blasen- und Tropfenbildung. Unter  $\mu\text{g}$  heftet sich die Flüssigkeit

auf Grund der Benetzungseigenschaften an der Zellenwand an, während die Blase durch die Oberflächenspannung als ideale Kugel in der Mitte gehalten wird. Da bei Weltraumexperimenten in der Umlaufbahn immer Restbeschleunigungen vorhanden sind, driftet die Blase meist an den Zellenrand, oder sie wird z.B. von Thermistoren durch die Oberflächenspannung und die Benetzung in einer bestimmten Position gehalten (f).



### 3 DER PISTON EFFECT

Ein thermodynamischer Effekt, der erst durch die konsequente wissenschaftliche Nutzung der Mikrogravitation entdeckt wurde, ist der sogenannte „Piston Effect“. Man war bis dato davon ausgegangen, daß unter reduzierter Schwerkraft bei fehlender Konvektion am kritischen Punkt die Einstellung des thermodynamischen Gleichgewichts nur von Wärmeleitung bestimmt wird. Da die Temperaturleitfähigkeit am kritischen Punkt gegen Null tendiert, sollte ein Temperatúrausgleich aufgrund der fehlenden Konvektion sehr langsam ablaufen. Der auf der Erde beobachtete schnelle Temperatúrausgleich wurde der starken Konvektion infolge der divergierenden Rayleighzahl ( $Ra \rightarrow \infty$  mit  $T \rightarrow T_C$ ) zugerechnet. Im Jahr 1984 zeigte aber erstmals ein TEXUS-8-Experiment, daß die Temperatúrausbreitung bei Mikrogravitation um Größenordnungen schneller ist, als nach bisherigen Vorstellungen zu erwarten gewesen wäre (**Nitsche**, 1984) und etwa den gleichen zeitlichen Verlauf wie auf der Erde hatte, während gleichzeitig die beobachtete Dichteänderung sehr langsam ablief.

Diese Diskrepanz konnten **Onuki et al.** (1990) mit dem Modell der isentropen Verdichtung des Fluids in Zellenmitte durch die thermische Ausdehnung der wandnahen und durch Wärmeleitung beeinflussten Fluidschicht erklären. Etwa gleichzeitig lieferten **Zappoli et al.** (1990) eine numerische Lösung der Transportgleichungen für ein hoch kompressibles Fluid, während **Boukari et al.** (1990a, 1990b) ein vereinfachtes analytisches Modell ableiteten und qualitative Experimente auf der Erde durchführten.

Erwärmt (kühlt) man die Wand einer Zelle mit konstantem Volumen und konstanter Fluidmasse, steigt (fällt) die Temperatur in der wandnahen, dünnen Fluidschicht. Diese Temperaturänderung führt zu einer Expansion (Kompression) des Fluidvolumens in dieser Schicht, gemäß den Gleichungen der instationären Wärmeleitung unter Berücksichtigung der Dichteänderung (**Eicher**, 1996), die im Falle der Wärmeleitung meist vernachlässigt wird. Als Folge der thermischen Ausdehnung (Zusammenziehen) dieser Grenzschicht wird das restliche Fluid isentrop komprimiert (expandiert), wobei mit dem Druck die Temperatur steigt (fällt). Unter den Voraussetzungen, daß außerhalb der Randschicht keine Temperaturgradienten vorhanden sind und keine Energie dissipiert, erfolgt die Kompression (Expansion) adiabat und

isentrop. Der Energietransport vom Rand zum Zentrum (Zentrum zum Rand) der Zelle ist demnach kein Prozeß der Wärmeleitung, sondern vielmehr ein dynamisch mechanischer Prozeß und entspricht einer sich durch die Zelle fortpflanzenden Druckwelle (adiabate Druckänderungen).

Am kritischen Punkt eines reinen Fluids wird dessen dynamisches Verhalten nach thermischen Störungen also im wesentlichen durch die divergierende isotherme Kompressibilität bestimmt. Im Gegensatz zum inkompressiblen Fluid, wo eine Temperaturänderung nur durch Wärmeleitung allein weitergeleitet wird, reagiert ein hoch kompressibles Fluid auf eine lokale Temperaturänderung mit einer isentropen adiabaten Druckwelle im Bulkfluid, die sich mit Schallgeschwindigkeit fortpflanzt. Die Schallgeschwindigkeit geht zwar mit Annäherung an den kritischen Punkt gegen Null, beträgt aber bei  $T - T_C = 0.01$  K immer noch etwa 50 m/sec, so daß bei einer endlich begrenzten Fluidzelle die Temperaturänderung im Bulkfluid nur vom Aufbau der thermischen Grenzschicht abhängig ist. Dieser Effekt wird in der Literatur auch als „Piston Effect“ (**Zappoli et al.**, 1990) oder „critical speeding up“ (**Boukari et al.**, 1990) bezeichnet. Er ist in unmittelbarer Nähe des kritischen Punkts am stärksten und nimmt mit der Entfernung zu diesem, d.h. mit abnehmender Kompressibilität, ab. Der Piston Effect und sein Beitrag zum thermischen Ausgleich am kritischen Punkt ist in verschiedenen Veröffentlichungen behandelt worden.

### 3.1 Theorie zum Piston Effect

Mit den Erhaltungssätzen für Masse, Impuls, Energie (Gl. 3.1 bis 3.3) und der Zustandsgleichung für die Stoffgrößen des entsprechenden Fluids, läßt sich eine exakte Beschreibung des thermodynamischen Ausgleichsvorgangs herleiten. Da sich die Fluidzustände in der Nähe des kritischen Zustands sehr stark ändern, muß die Zustandsgleichung nach jedem Zeit- und Ortsschritt neu abgefragt werden, um quantitativ brauchbare Ergebnisse zu erzielen, was einen enormen Aufwand bei der numerischen Integration bedeutet. Die Erhaltungssätze lauten für

Masse:

$$\frac{D\rho}{Dt} + \rho \cdot (\nabla \cdot \vec{w}) = 0 \quad (3.1)$$

Impuls:

$$\rho \frac{D\vec{w}}{Dt} = -\nabla p - \nabla \bar{\tau} + \rho \cdot \vec{g} \quad (3.2)$$

Energie:

$$\rho \cdot c_p \frac{DT}{Dt} = \alpha_p \cdot T \frac{Dp}{Dt} + \nabla(\lambda \nabla T) \quad (3.3)$$

mit der Dichte  $\rho$ , dem Druck  $p$ , der Temperatur  $T$ , der Zeit  $t$ , dem Geschwindigkeitsvektor  $\vec{w}$ , dem Spannungstensor  $\bar{\tau}$  für kompressible Fluide und dem isobaren Ausdehnungskoeffizient  $\alpha_p$ .

**Zappoli et al.** (1990) haben die Erhaltungsgleichungen für ein homogenes überkritisches Fluid eindimensional numerisch gelöst und dabei vereinfachend angenommen, daß die Stoffwerte des Fluids konstant sind und die innere Energie des Fluids nur temperaturabhängig ist. Diese beiden Vereinfachungen sind aber in der Nähe des kritischen Punkts nur noch eingeschränkt zulässig. Die Stoffeigenschaften des Fluids bestimmen sie mit der van der Waals Zustandsgleichung, die das singuläre Verhalten eines Fluids nahe am kritischen Punkt nur qualitativ beschreibt. Daher wird dieser Ansatz nicht mehr weiter verfolgt und statt dessen in Anlehnung an **Boukari et al.** (1990) und **Eicher** (1996) eine vereinfachte halbanalytische Beschreibung der dynamischen Ausgleichsvorgänge nach einer Temperaturänderung hergeleitet. Sie soll für eine Zelle konstanten Volumens und konstanter Masse eines reinen Fluids gelten. Damit muß für die Massenerhaltung (Gl. 3.1) das Integral der Dichteänderung über das gesamte Volumen gleich Null sein:

$$\int_V \frac{\partial \rho}{\partial t} dV = 0 \quad (3.4)$$

Unter Vernachlässigung der Geschwindigkeiten und für den Fall der Schwerelosigkeit ( $\vec{g} = 0$ ) reduziert sich die Impulsgleichung (3.2) auf

$$\nabla p = 0 \quad (3.5)$$

Dies bedeutet, daß der Druck im gesamten System gleich, also ortsunabhängig ist, bleibt aber zeitabhängig und steigt oder fällt mit dem Wärmeaustausch. Unter Vernachlässigung der Geschwindigkeitsterme und der Schwerkraft vereinfacht sich die Energiegleichung (3.3) zu

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \alpha_p T \frac{\partial p}{\partial t} + \nabla \cdot (\lambda \nabla T), \quad (3.6)$$

die sich mit der thermodynamischen Beziehung

$$\alpha_p = \frac{1}{v} \left. \frac{\partial v}{\partial T} \right|_p = \rho \cdot \frac{c_p - c_v}{T} \left. \frac{\partial T}{\partial p} \right|_p \quad (3.7)$$

wie folgt schreiben läßt:

$$\frac{\partial T}{\partial t} - \left( 1 - \frac{c_v}{c_p} \right) \left. \frac{\partial T}{\partial p} \right|_p \cdot \frac{\partial p}{\partial t} = \frac{1}{\rho c_p} \cdot \nabla (\lambda \cdot \nabla T). \quad (3.8)$$

Die resultierende Gleichung besitzt auf der linken Seite einen Term, welcher die Temperaturänderungen im Fluid durch adiabate Änderungen im Druck induziert, zusätzlich zu dem Term der Wärmeleitung auf der rechten Seite. Bei Annäherung an den kritischen Punkt divergiert die isobare Wärmekapazität ( $c_p \rightarrow \infty$ ). Damit geht der rechte Term aus Gl. (3.8) gegen Null und der Einfluß der Wärmeleitung im gesamten Fluid verschwindet bis auf den kleinen Bereich der Randschicht des Fluids, in dem gegenüber der Wand große Temperaturgradienten existieren. Gleichzeitig geht auf der linken Seite aufgrund der stärkeren Divergenz von  $c_p$  auch das Verhältnis  $c_v/c_p$  gegen Null und es wird die Druckänderung für den Temperatenausgleich dominant. Für den Fall eines inkompressiblen Fluids ( $c_v/c_p=1$ ) verschwindet der Druckterm und Gl. (3.8) stellt die Fouriergleichung der Wärmeleitung für inkompressible Medien dar.

Als nächstes soll nun die in Gl. (3.8) enthaltene Ableitung des Drucks nach der Zeit bestimmt werden. Dazu verwenden **Boukari et al.** (1990b), unter der Annahme lokalen Gleichgewichts, die Änderung der Dichte als Funktion von Druck und Temperatur

$$dp = \frac{\partial p}{\partial p} dp + \frac{\partial p}{\partial T} dT. \quad (3.9)$$

Mit dem isobaren Expansionskoeffizienten

$$\alpha_p = \frac{1}{v} \cdot \frac{\partial v}{\partial T} \Big|_p = -\frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial \rho}{\partial T} \Big|_p \Rightarrow \frac{\partial \rho}{\partial T} \Big|_p = \underline{\underline{-\alpha_p \cdot \rho}}, \quad (3.10)$$

der isothermen Kompressibilität

$$\chi_T = -\frac{1}{v} \cdot \frac{\partial v}{\partial p} \Big|_T = \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial \rho}{\partial p} \Big|_T \Rightarrow \frac{\partial \rho}{\partial p} \Big|_T = \underline{\underline{\chi_T \cdot \rho}}, \quad (3.11)$$

und Gl. (3.1) der Massenerhaltung folgt mit Gl. (3.9):

$$\int_V \frac{\partial \rho}{\partial t} dV = \int_V \chi_T \cdot \rho \frac{\partial p}{\partial t} dV - \int_V \alpha_p \cdot \rho \frac{\partial T}{\partial t} dV = 0. \quad (3.12)$$

Unter Beachtung, daß das Volumen der Fluidzelle konstant ist, wird nun im letzten Schritt Gl. (3.12) über das Volumen integriert. Da der Term  $\partial p / \partial t$  vom Volumen unabhängig ist (siehe Gl. 3.4), kann er vor das Integral gezogen und gleichzeitig nach ihm aufgelöst werden. Damit erhält man:

$$\frac{\partial p}{\partial t} = \frac{\int_V \alpha_p \cdot \rho \frac{\partial T}{\partial t} dV}{\int_V \rho \cdot \chi_T dV}. \quad (3.13)$$

Mit den Lösungsansätzen (3.8) und (3.13) hat **Eicher** (1996) unter Berücksichtigung der sich mit der Temperatur und Dichte ändernden Stoffeigenschaften in einem iterativen Verfahren gezeigt, daß diese Näherung gut mit experimentellen Ergebnissen übereinstimmt und daß der adiabate Temperatenausgleich sehr viel schneller ist als durch Wärmeleitung allein. Bei einem kompressiblen Fluid muß also auf jeden Fall die adiabate Änderung der Dichte und der Temperatur berücksichtigt werden, welche durch die zeitliche Änderung des Drucks hervorgerufen wird. Im kritischen Fluid ist die Kompressibilität so groß, daß der adiabate Effekt den Ausgleichsprozeß dominiert.

### 3.1.1 Vergleich mit Experimenten

In Bild 3-1 und Bild 3-2 von Eicher ist deutlich der Einfluß des Abstands zur kritischen Temperatur  $T_C$  erkennbar. Während der D-2 Mission 1993 wurde eine mit kritischer Dichte ( $\text{SF}_6$ ) befüllte Zelle mit einem 10-Sekunden-Heizpuls unter  $\mu\text{g}$ -Bedingungen beheizt und der Temperaturverlauf mit 4 an verschiedenen Stellen positionierten Thermistoren gemessen. Ein Thermistor zeigt die Wandtemperatur  $T_W$  an und die anderen drei sind in der Fluidzelle verteilt. In Bild 3-1 ist der Temperaturverlauf bei  $T - T_C = 4.78 \text{ K}$  dargestellt, also bei einem deutlichen Abstand zur kritischen Temperatur. Die Wandtemperatur ist erwartungsgemäß nach wenigen Sekunden um einige mK höher als die Fluidtemperatur. Diese Temperaturdifferenz nimmt mit Annäherung an die kritische Temperatur (hier:  $T - T_C = 40 \text{ mK}$ ) deutlich ab, wobei die Fluidtemperatur in Bild 3-2, im Rahmen der Meßgenauigkeit, genau dem Verlauf der Wandtemperatur folgt. Im Fluid steigt die Temperatur überall gleichmäßig an und es bilden sich keine meßbaren Temperaturgradienten aus, durch die Wärme über Leitung ins Zelleninnere transportiert werden könnte. Dieser gleichmäßige Temperaturanstieg im Fluid kann nur mit der isentropen Temperaturerhöhung als Folge des lokal unabhängigen Druckanstiegs im Fluid erklärt werden, die durch das Pistonmodell angenommen wird. Die Simulationsrechnungen von **Eicher** (1996) zeigen eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Messung und Rechnung

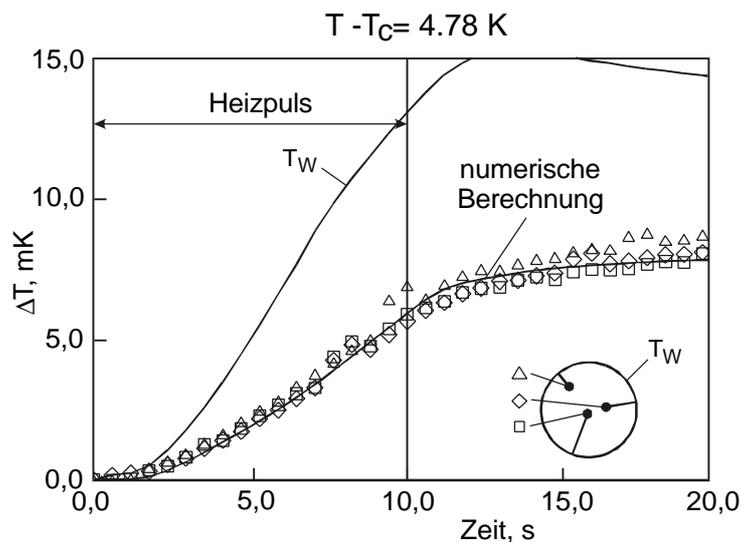


Bild 3-1: Gemessene und berechnete Temperaturverläufe für  $T - T_C = 4,78 \text{ K}$  (Eicher, 1996).

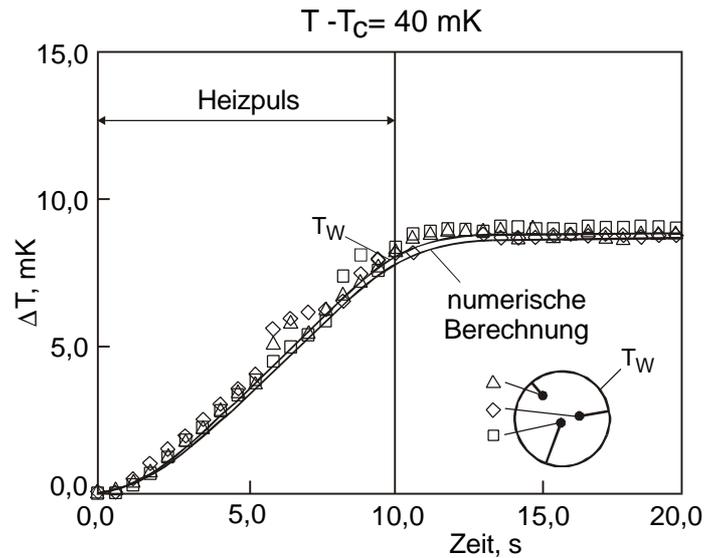


Bild 3-2: Gemessene und berechnete Temperaturverläufe für  $T - T_C = 40 \text{ mK}$  (Eicher, 1996). Hier nimmt das nahe kritische Fluid sofort die Wandtemperatur  $T_W$  an.

Eicher hat nachgewiesen, daß der Piston Effect nicht nur in der Nähe des kritischen Punkts existiert, sondern in einem abgeschlossenen Volumen auch in einem kompressiblen Gas wie Luft unter normalen Umgebungsbedingungen wirksam wird. Dazu berechnete er, wie sich die Temperatur in einer mit Luft gefüllten Kugel nach einem angenommenen Temperatursprung an der Kugeloberfläche für den Fall der reinen Wärmeleitung ändert. Ohne Berücksichtigung des Piston Effects bleibt die Temperatur in der Zellenmitte konstant, solange dort kein Temperaturgradient auftritt. Im Gegensatz dazu, ändert sich die Temperatur in der Zellenmitte sofort, wenn der Piston Effect in der Rechnung berücksichtigt wird.

### 3.1.2 Vereinfachte analytische Näherung

Mit einer stark vereinfachten Lösung von Onuki et al. (1990) und Straub et al. (1995) kann der Einfluß der Zellengeometrie und der Stoffwerte analytisch abgeschätzt werden. Als Randbedingung wurde die Lösung für den halbumendlichen Körper und ein plötzlicher Temperatursprung von der Anfangstemperatur  $T_A$  auf die Endtemperatur  $T_W$  an der Wand angenommen.

$$\frac{T_W - T(x,t)}{T_W - T_A} = \exp\left[-\left[\frac{c_p}{c_v} - 1\right] \sqrt{a} \frac{A}{V} \left[\frac{4}{\pi}\right]^{1/2} t^{1/2}\right] \cdot \operatorname{erfc}\left[\frac{x}{2\sqrt{a \cdot t}}\right] \quad (3.14)$$

$T(x,t)$  ist die aktuelle Temperatur an der Stelle  $x$  (die Ortskoordinate ist senkrecht zur Heizfläche  $A$ ) zum Zeitpunkt  $t$  und  $a$  die Temperaturleitfähigkeit. Die komplementäre Errorfunktion  $erfc$  beschreibt das Temperaturprofil in der Grenzschicht des Fluids an der Wand und geht mit  $\frac{x}{2\sqrt{a \cdot t}} \geq 2$  gegen den Wert 1. Durch die mit Annäherung an den kritischen Punkt sehr klein werdende Temperaturleitfähigkeit wird die Temperaturgrenzschicht ( $x \geq 4\sqrt{a \cdot t}$ ) an der Wand sehr klein, so daß sie als solche kaum noch bei den optischen Beobachtungen zu erkennen ist. Die Exponentialfunktion enthält die Temperaturänderung im Fluidbulk. Mit Annäherung an die kritische Temperatur divergiert der Term gem.  $(c_p / c_v)\sqrt{a} \sim \tau^{-0.68}$  entlang der kritischen Isochore, die Ausbreitung der Temperatur wird im Bulkfluid also schneller. Mit steigendem Verhältnis der Heizfläche  $A$  zum Fluidvolumen  $V$  beschleunigt sich der Temperatureausgleich, dabei kann  $A$  als die Wirkungsfläche des „Pistons“ angesehen werden. In der kugelförmigen Zelle, wie sie in der D-2 Mission verwendet wurde (vgl. **Straub et al.**, 1995), ergibt sich das günstigste  $A/V$  Verhältnis von  $3/R$ . Das gilt auch für unsere verwendete zylinderförmige Fluidzelle, deren Durchmesser und Höhe genau gleich sind. **Garrabos et al.** (1998) haben einen Thermistor als Pulsheizer mit einem sehr kleinen  $A/V$  Verhältnis verwendet und benötigten daher einen sehr großen Heizimpuls, um in einiger Entfernung überhaupt ein Temperatursignal erkennen zu können (vgl. dazu auch Kapitel 6).

Die Gültigkeit der Gl. (3.14) ist allerdings begrenzt, da angenommen wird, daß die Temperaturänderung so klein ist, daß die Stoffwerte des Fluids in erster Näherung als konstant betrachtet werden können. Dieser Punkt ist besonders in der unmittelbaren Nähe des kritischen Punkts sehr einschränkend, da sich hier die Stoffeigenschaften durch ihre Singularitäten innerhalb weniger mK sehr stark ändern. Auch gilt diese Gleichung nur für sehr kurze Zeiten (vgl. Tabelle 3-1), da die Temperaturverteilung in der Randschicht durch die analytische Lösung der eindimensionalen instationären Wärmeleitung für den halbunendlichen Körper, der  $erfc$ , beschrieben wird. Weil sich in Realität kein idealer Temperatursprung erzeugen läßt, sind auch hier Abweichungen zu Experimenten zu erwarten. Dennoch eignet sich die analytische Gleichung dazu, den Einfluß der Fluideigenschaften und der Geometrie der Zelle ( $A/V$ -Verhältnis) auf den dynamischen Temperatureausgleich abzuschätzen.

Dies ist beim Design der Meßzelle berücksichtigt worden, um meßbare Temperaturänderungen und –effekte zu erhalten.

Mit der charakteristischen Zeit

$$t_{\text{char}} = \left[ \left( \frac{c_p}{c_v} - 1 \right) \sqrt{a} \frac{A}{V} \frac{2}{\sqrt{\pi}} \right]^{-2} \quad (3.15)$$

läßt sich Gl. (3.14) auch in folgender Form schreiben

$$\frac{T_W - T(x, t)}{T_W - T_A} = \exp \left[ -2 \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{t_{\text{char}}}} \right] \times \operatorname{erfc} \left[ \frac{x}{2\sqrt{at}} \right]. \quad (3.16)$$

Die Gültigkeit dieser Gleichung ist nach **Onuki et al.** (1990) nur unter der Bedingung gegeben, daß  $t \ll t_{\text{char}}$ . Die eingeschränkte Gültigkeit der obigen Gleichung, speziell in der Nähe des kritischen Punkts, illustriert Tabelle 3-1. Die charakteristische Zeit  $t_{\text{char}}$  für  $\text{SF}_6$  am Ort des Thermistors in der Mitte der zylinderförmigen Zelle, wie sie bei unseren Experimenten verwendet wurde (Durchmesser 12 mm und 12 mm Tiefe,  $A/V=3/R$ ), ist dort als Funktion von  $T-T_C$  für die kritische und je eine über- und unterkritische Dichte angegeben. Für je ein bestimmtes  $T-T_C$  sind die Stoffwerte konstant. Die Temperaturleitfähigkeit  $a$  wurde mit der Gleichung

$$a = a_0 |\tau|^\mu \quad (3.17)$$

nach **Jany** (1986) und **Kruppa** (1993) und die spezifischen Wärmekapazitäten  $c_p$  und  $c_v$  mit Hilfe der Zustandsgleichung für  $\text{SF}_6$  nach **Wyczalkowska und Sengers** (1999) berechnet. Tabelle 3-1 zeigt, daß sich nach Gl. (3.15) bei kritischer Dichte sehr kurze Zeiten für  $t_{\text{char}}$  ergeben. Das bedeutet, daß die Zeit  $t$  gemäß Onuki et al. noch viel kürzer sein müßte, wenn Gl. (3.16) gelten soll. Für die weit über- oder unterkritischen Dichten kann die Gleichung dagegen durchaus auch für längere Zeiten benutzt werden.

Dies bestätigt sich auch in der Serie von 1g und  $\mu\text{g}$  Experimenten, die in Bild 3-3 dargestellt sind und die mit dem Verlauf nach Gl. (3.16) verglichen werden. Die 1g und  $\mu\text{g}$  Kurven zeigen den Verlauf der Temperaturrelaxation am Ort des Thermistors

in Zellenmitte ( $x = 5.54$  mm) nach einem positiven Dichtequench (Kompression) bei konstanter Wandtemperatur  $T_W = \text{konstant}$ . Die Experimente fanden bei einer Anfangstemperatur von  $T = T_W = T_C + 100$  mK bei 4 verschiedenen Dichten im Bereich  $\rho_C \leq \rho \leq 1.3 \rho_C$  statt. Die Größe des Dichtequanches lag jeweils im Bereich von  $0.75\% \rho_C < \Delta\rho < 0.88\% \rho_C$ .

$T-T_C$ , mK	10	50	100	200	500	1000
$t_{\text{char}} (\rho=\rho_C)$ , sec	0.0009	0.01	0.026	0.07	0.26	0.7
$t_{\text{char}} (\rho=1.3 \rho_C)$ , sec	24.1	17.7	16.1	15	14.8	16.0
$t_{\text{char}} (\rho=0.7 \rho_C)$ , sec	14.5	10.7	9.7	9.1	9.0	9.8

Tabelle 3-1: Charakteristische Zeit  $t_{\text{char}}$  nach Gl. (3.15) als Funktion von Temperatur und Dichte.

Bild 3-3 zeigt die dynamische Temperaturentwicklung während der ersten 10 Sekunden nach Ende des Dichtequanches für die kritische Dichte  $\rho_C$  und die Dichten  $1.1\rho_C$ ,  $1.2 \rho_C$  und  $1.3 \rho_C$ . Statt mit einem Dichtequench könnte derselbe Effekt auch durch eine plötzliche Temperaturabsenkung der Zellenwand (negativer T-Quench) erreicht werden. Während beim analytischen Ansatz nach Gl. (3.15) der Temperaturentgleich für die kritische Dichte nach fast einer Sekunde zu 99% beendet ist, benötigen die Experimente bedeutend länger. Der zeitliche Unterschied zwischen der 1g und der  $\mu\text{g}$  Messung ist mit der Auftriebskonvektion unter Erdschwere zu erklären, die den Relaxationsvorgang beschleunigend beeinflusst. Mit zunehmender Dichte ( $1.1$  bis  $1.3 \rho_C$  in Bild 3-3b bis d) nimmt allerdings der Unterschied zwischen Rechnung und  $\mu\text{g}$  Messung ab und erreicht im Vergleich zur 1g Messung eine akzeptable Übereinstimmung für Auslegungszwecke. Der Abstand zwischen der 1g und der  $\mu\text{g}$  Relaxation zeigt, daß beim Ausgleichsprozeß die Konvektion nicht vernachlässigt werden kann, auch wenn der Piston Effect bei beiden Prozessen dominiert.

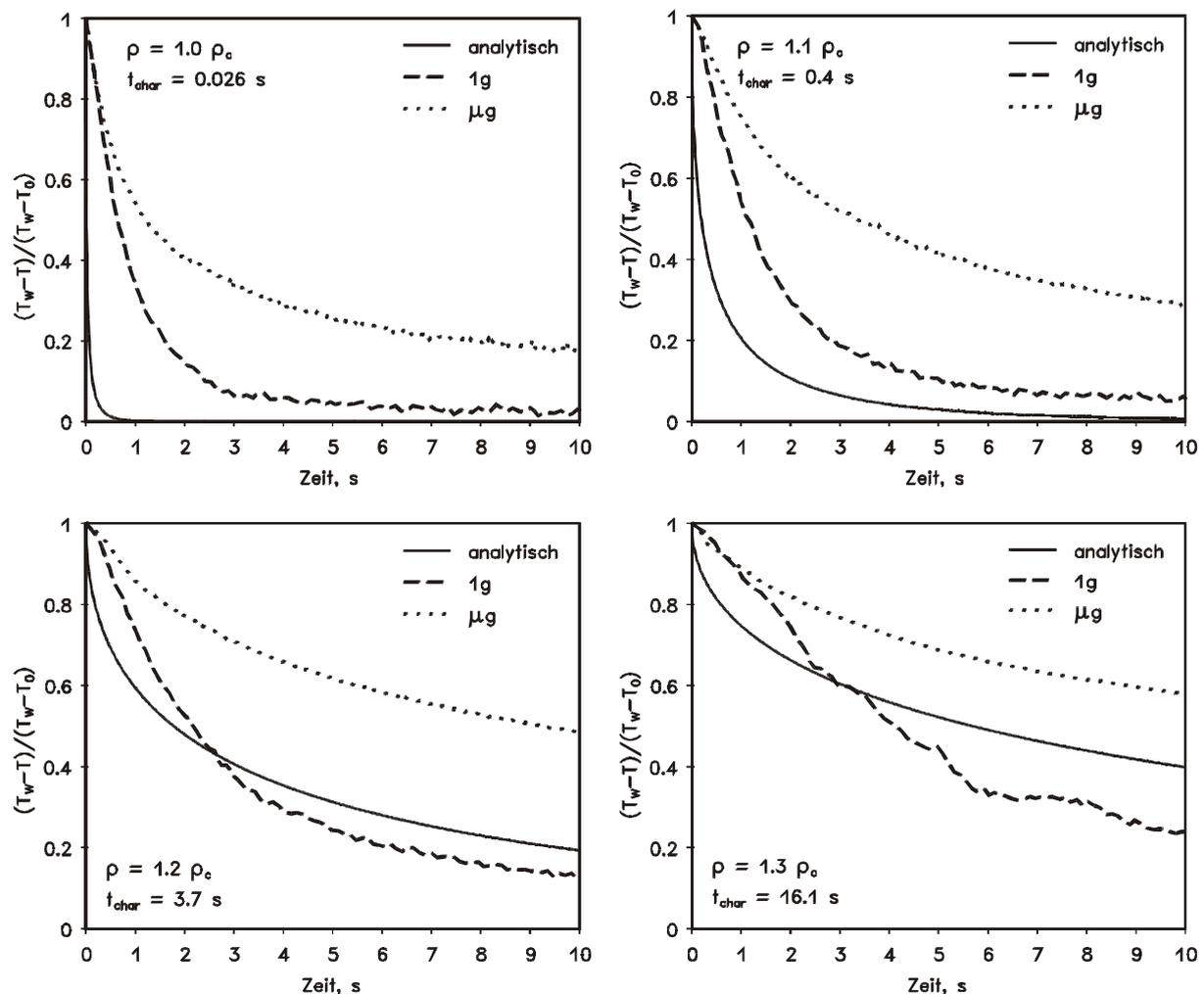


Bild 3-3: Die dynamische Temperaturlausbreitung in  $\text{SF}_6$  wahrend der ersten 10 Sekunden nach einem Dichtequench. Analytische Rechnung nach Gl. (3.16) im Vergleich zu den 1g und  $\mu\text{g}$  Messungen bei einer konstanten Wandtemperatur von  $T - T_C = 100 \text{ mK}$ . (a) Mittlere Dichte  $\rho = \rho_C$ ; (b)  $\rho = 1.1 \rho_C$ ; (c)  $\rho = 1.2 \rho_C$ ; (d)  $\rho = 1.3 \rho_C$ .

### 3.2 Der Forced Piston Effect

Wahrend der thermische Piston Effect, den wir bisher beschrieben haben, durch die Temperaturanderung und damit durch die Dichteanderung in der Grenzschicht an der Wand initiiert wird und immer eine endliche Zeit benotigt, lasst sich ein mechanischer Dichtequench im Zeitverlauf besser kontrollieren. Beim mechanischen Dichtequench wird plotzlich das Volumen der Mezelle und damit die Dichte des eingeschlossenen Fluids konstanter Masse verandert. Dieser Vorgang lasst sich z.B. mit Hilfe eines Kolbens, der in die Fluidzelle integriert ist, innerhalb weniger als einer halben Sekunde durchfuhren und ist um ein bis zwei Groenordnungen schneller

als die thermische Variante. Zur Unterscheidung vom thermischen Puls, soll für die durch Dichtequench verursachte dynamische Temperaturausbreitung der Begriff „Forced Piston Effect“ verwendet werden. Die durch die Volumenänderung  $\Delta V$  verursachte Dichteänderung  $\Delta \rho$  führt entsprechend den thermodynamischen Beziehungen zur Erhöhung der Fluidtemperatur um  $\Delta T$  und des Druckes um  $\Delta p$  (vgl. Bild 3-4). Dies wird von 3 Thermistoren und einem Drucksensor gemessen. Nimmt man isentrope Zustandsänderungen an, dann ergibt sich die Temperaturänderung

$$\left. \frac{\partial T}{\partial t} \right|_s = \frac{T}{c_v} \left( \frac{\partial p}{\partial T} \right)_v \cdot \left. \frac{\partial p}{\partial t} \right|_s = \frac{T \cdot \beta_v \cdot p}{c_v} \cdot \left. \frac{\partial p}{\partial t} \right|_s. \quad (3.18)$$

Da man  $\left( \frac{\partial p}{\partial T} \right)_v$  als endlich betrachten kann und  $c_v$  schwach divergiert wird bei gleichem  $\Delta p$  der Temperaturanstieg mit Annäherung an den kritischen Punkt geringer (siehe Bild 6-2). Gleichung (3.18) läßt sich so umformen, daß sich daraus die isochore Wärmekapazität ableitet:

$$c_v = T \left( \frac{\partial p}{\partial T} \right)_v \cdot \left. \frac{\partial p}{\partial t} \right|_s \cdot \left( \left. \frac{\partial T}{\partial t} \right|_s \right)^{-1} \quad (3.19)$$

Leider war bei der ALICE 2 Apparatur die Druckmessung nicht präzise und schnell genug, so daß nach Gl. 3.19 die isochore Wärmekapazität  $c_v$  nicht bestimmt werden konnte. Da die Zellenwand der raschen Temperaturänderung des Fluids nicht folgen kann, verbleibt diese auf der niedrigeren Ausgangstemperatur. Es bildet sich beim mechanischen Dichtequench sofort eine Grenzschicht im Fluid aus, die durch direkten Wärmekontakt und Wärmeleitung die Wandtemperatur annimmt. Damit beginnt unmittelbar an der Wand der thermische Piston Effect, welcher sofort der erzwungenen Temperatur- und Druckerhöhung entgegenwirkt. Die Experimente mit dem Dichtequench können also in einen *forced* (erster Teil) und einen *thermischen* (zweiter Teil) Piston Effect unterteilt werden.

Der zweite Teil entspricht einem Experiment bei dem Fluid und Wand zuerst dieselbe Temperatur aufweisen und dann die Wandtemperatur plötzlich herabgesetzt wird. Der Vorgang läßt sich rechnerisch äquivalent beschreiben.

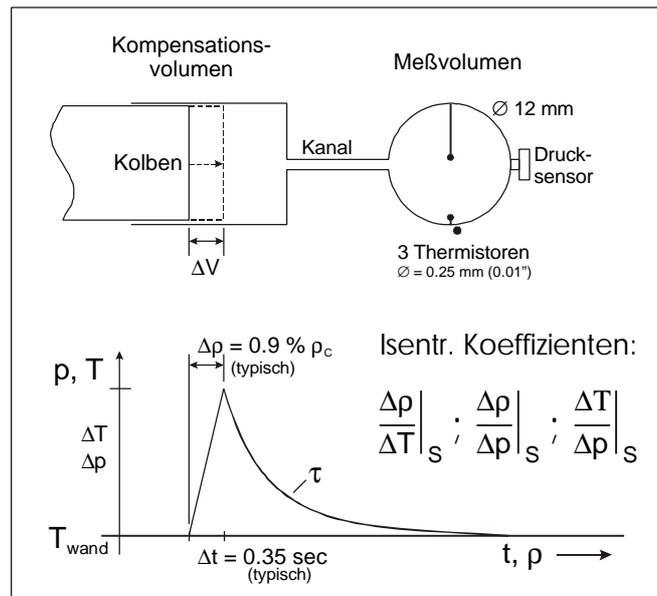


Bild 3-4: Die obere Hälfte der schematischen Darstellung der Fluidzelle zeigt ein variables mit Kolben versehenes Kompensationsvolumen, das über einen Kanal mit sichtbarem Meßvolumen verbunden ist. Die untere Hälfte zeigt den prinzipiellen Verlauf eines Forced Piston Effect Experiments. Ein adiabater, isentroper Dichtequench (typische Größe:  $\Delta\rho = 0.9\% \rho_c$ ) führt zu  $\Delta T$ ,  $\Delta p$  im ersten Teil und anschließender Relaxation gem.  $\tau$  im zweiten Teil.

### 3.3 Isentrope Koeffizienten

Wenn der Dichtequench  $\Delta\rho$  schnell genug durchgeführt werden kann und die damit verbundenen Druck- und Temperaturänderungen ( $\Delta p$ ,  $\Delta T$ ) mit hoher zeitlicher Auflösung gemessen werden, können die Differential-Koeffizienten durch Differenzen ersetzt werden. Damit können dann die isentropen Koeffizienten

$$\left(\frac{\partial p}{\partial \rho}\right)_s, \left(\frac{\partial T}{\partial \rho}\right)_s \text{ bzw. } \left(\frac{\partial p}{\partial T}\right)_s \quad (3.20)$$

bestimmt werden, die mit den kalorischen Zustandsgrößen verknüpft sind. Mit der Temperatur- und der mittleren Dichteänderung wird der isentrope Ausdehnungskoeffizient  $\alpha_s$  berechnet mit

$$\alpha_s = -\frac{1}{\rho} \left( \frac{\partial \rho}{\partial T} \right)_s, \quad \left( \frac{\partial \rho}{\partial T} \right)_s \sim \frac{\Delta \rho}{\Delta T}, \quad (3.21)$$

und die isentrope Kompressibilität  $\chi_s$  aus der Druckänderung mit

$$\chi_s = \frac{1}{\rho} \left( \frac{\partial \rho}{\partial p} \right)_s, \quad \left( \frac{\partial \rho}{\partial p} \right)_s \sim \frac{\Delta \rho}{\Delta p}. \quad (3.22)$$

Die Dichtequerenche können sowohl im einphasigen, also überkritischen Zustand, als auch im zweiphasigen, unterkritischen Zustand, durchgeführt werden. Mißt man die Temperaturänderung gleichzeitig in der flüssigen und in der gasförmigen Phase, kann daraus der isentrope Spannungskoeffizient  $\beta_s$  für jede Phase bestimmt werden mit

$$\beta_s = \frac{1}{p} \left( \frac{\partial p}{\partial T} \right)_s, \quad \left( \frac{\partial p}{\partial T} \right)_s \sim \frac{\Delta p}{\Delta T}. \quad (3.23)$$

Während  $\beta_s$  in der Gasphase größer ist als in der Flüssigkeit, sollten beide Werte jedoch konvergieren, sobald die kritische Temperatur  $T_C$  erreicht wird. Mit diesen isentropen Koeffizienten können dann weitere thermodynamische Beziehungen abgeleitet werden, wie zum Beispiel die Schallgeschwindigkeit

$$w_s = \rho \cdot \chi_s^{-\frac{1}{2}} \quad (3.24)$$

oder die isochore spezifische Wärmekapazität aus Gl. 3.18

$$c_v = T p \beta_v \left( \frac{\partial \rho}{\partial T} \right)_s \quad \text{mit} \quad \beta_v = \frac{1}{p} \left( \frac{\partial p}{\partial T} \right)_v. \quad (3.25)$$

Da in der Nähe des kritischen Punkts mehrere thermodynamische Eigenschaften divergieren, können die isentropen Koeffizienten zur Überprüfung der Konsistenz der thermodynamischen Gleichungen heran gezogen werden.

---

## 4 DIE EXPERIMENTEINRICHTUNGEN

Unsere Experimente unter Mikrogravitation wurden im Weltall auf der russischen Raumstation MIR während der deutschen MIR'97 und der französischen Perseus Mission im Jahr 1999 durchgeführt. Die verwendete Versuchsanlage besteht im wesentlichen aus 3 Komponenten; der ALICE 2 Apparatur der CNES<sup>10</sup>, dem Thermostat vom van der Waals-Zeeman Institut der Universität von Amsterdam und der am Lehrstuhl für Thermodynamik konstruierten und gebauten Testzelle SCU (Sample Cell Unit). Die Experimente im Labor in Bordeaux wurden mit dem baugleichen Flugersatzmodell, das als Engineeringmodell bezeichnet wird, durchgeführt. Im instituts-eigenen Labor in München wurde eine vom van der Waals-Zeeman Institut zur Verfügung gestellte und der ALICE 2 Apparatur gleichenden Temperaturregelung verwendet.

### 4.1 Die ALICE 2 Apparatur

Die von Aerospatiale im Auftrag der CNES gebaute ALICE 2 (**A**nalyse des **L**iquides **C**ritiques dans l'**E**space) ist eine französische Versuchseinrichtung zur Untersuchung des Phasenübergangs und der Wärme- bzw. Massentransport-Phänomene am und in der Nähe des kritischen Punkts eines Fluids unter Mikrogravitationsbedingungen. Sie wurde im Sommer 1996 an Bord eines russischen Progress Transporters auf die MIR Station gebracht und ist das modifizierte, weiterentwickelte Nachfolgemodell der ALICE 1 Apparatur, die während der französisch-russischen ANTARES und ALTAIR Missionen verwendet wurde. Beide Modelle stammen prinzipiell von der für die ESA entwickelten Critical Point Facility CPF ab, die während der Missionen<sup>11</sup> IML-1 und 2 auf dem amerikanischen Space Shuttle zum Einsatz kam.

Bei einer Abmessung von 950 x 600 x 320 mm betrug das Gewicht der ALICE 2 nach **Marcout et al.** (1994) etwa 64 kg und benötigte maximal 118 W. An der Vorderseite (vgl. Bild 4-1) befanden sich eine Öffnung mit *Tür* und ein *Arretierknopf* zur Installation des Thermostaten, der *Hi-8 Videorekorder*, ein *LCD Bildschirm* und ver-

---

<sup>10</sup> Centre National d'Etudes Spatiales

<sup>11</sup> International Microgravity Laboratory IML

schiedene LEDs und Schalter auf dem *Bedienpanel*. An der Oberseite wurde eine PCMCIA Karte in die *Laufwerksöffnung* eingesetzt. Die PCMCIA-Karte enthielt das Ablaufprogramm des jeweiligen Experiments und wurde zugleich zur Speicherung aller elektronischen Meßdaten verwendet. Mehrere *Lüfter* waren über das Gehäuse verteilt und über ein Stromkabel wurde das Gerät mit der Stromversorgung der Raumstation verbunden. Im Jahr 1998 wurde nachträglich ein *DAT-Rekorder* als Ersatz für den *Videorekorder* installiert, um die Kapazität der Videoaufzeichnung von 90 Minuten auf ca. 9 Stunden zu erhöhen.

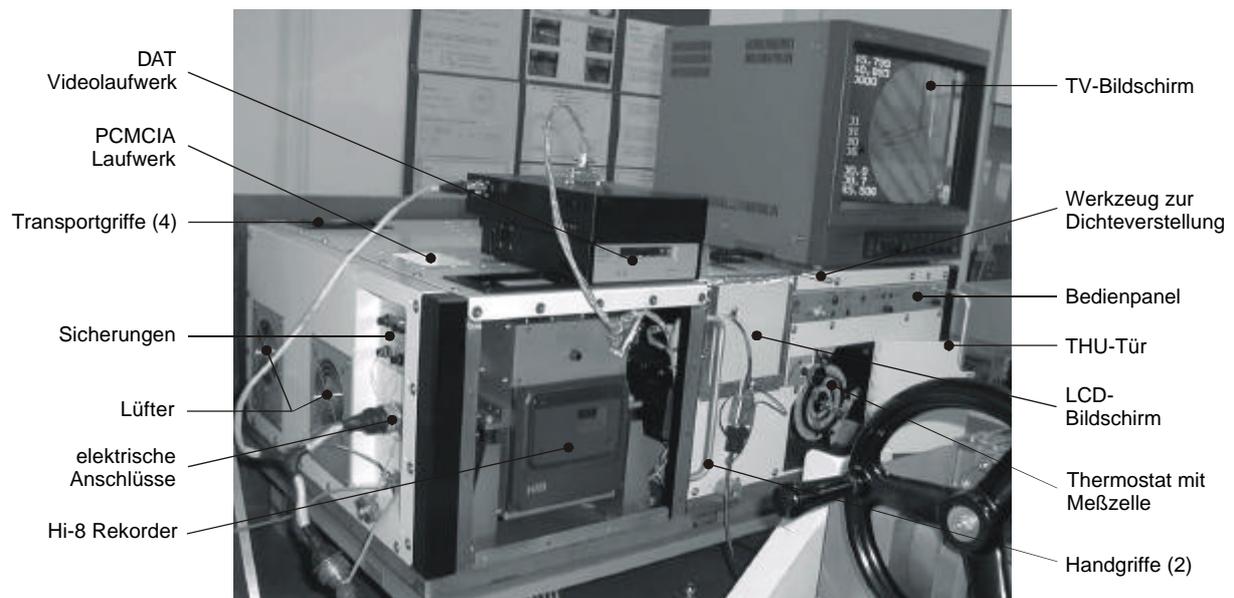


Bild 4-1: Bodenmodell der ALICE 2 Apparatur. Statt des LCD-Bildschirms wurde im Labor ein TV-Bildschirm verwendet.

Die Anlage war ein autark arbeitendes System und benötigte während des Betriebs nur wenige externe Eingriffe durch den Kosmonauten. Sie ermöglichte mit ihrer Regelung eine sehr stabile thermische Umgebung für die bis zu zwei gleichzeitig im Thermostat integrierten Meßzellen. Veränderungen im Fluid wurden mit Temperatur- und Drucksensoren gemessen und gleichzeitig durch optische Diagnoseeinrichtungen beobachtet. Die Daten wurden auf PCMCIA-Karten und DAT-Bändern gespeichert. Die Qualität der Mikrogravitation wurde über Beschleunigungssensoren gemessen und mit aufgezeichnet. Die Arbeit des Kosmonauten beschränkte sich auf das Ein- und Ausschalten der Apparatur, sowie das Einlegen und Wechseln der Daten- und Videospeichermedien und der Thermostate. Bei den für uns durchgeführten Experimente kamen noch Dichteverstellungen und Dichtequenche zu bestimmten

Zeitpunkten hinzu. Auf dem kleinen LCD Bildschirm konnte der Kosmonaut das Innere der Zelle live beobachten und gleichzeitig die wichtigsten Informationen ablesen, wie z.B. Fehlermeldungen.



Bild 4-2: Die ALICE 2 Apparatur mit geöffneter Tür ist hinter dem französischen Kosmonauten Jean-Pierre Haigneré zu sehen, der unseren Thermostaten in der Hand hält. Das Bild wurde während der Perseus Mission im Priroda Modul der MIR Station aufgenommen.

#### 4.1.1 Das thermische Subsystem

Das thermische Subsystem bestand aus dem thermischen Kontrollsystem, dem Thermostaten und einem Mechanismus, der eine exakte Positionierung des Thermostats im optischen Pfad und damit auch einen guten thermischen Kontakt zur Bodenplatte sicherstellte.

##### 4.1.1.1 Der Thermostat

Der Thermostat (Bild 4-3) hatte in etwa die Form eines Zylinders mit einem Durchmesser von 140 mm und einer Höhe von etwa 270 mm. Die wichtigsten Merkmale der Außenseite waren die drei Stecker für die elektrischen Verbindungen und Sensorkontakte zur ALICE 2, die Fenster bzw. Linsen zur Beleuchtung und Beobachtung der Zelle, das Drehrad mit Markierungen zum Öffnen/Schließen des Zellen-

ventils und das Interface mit Zähler zur Dichteeinstellung und zur thermischen Entkopplung des Kolbens.

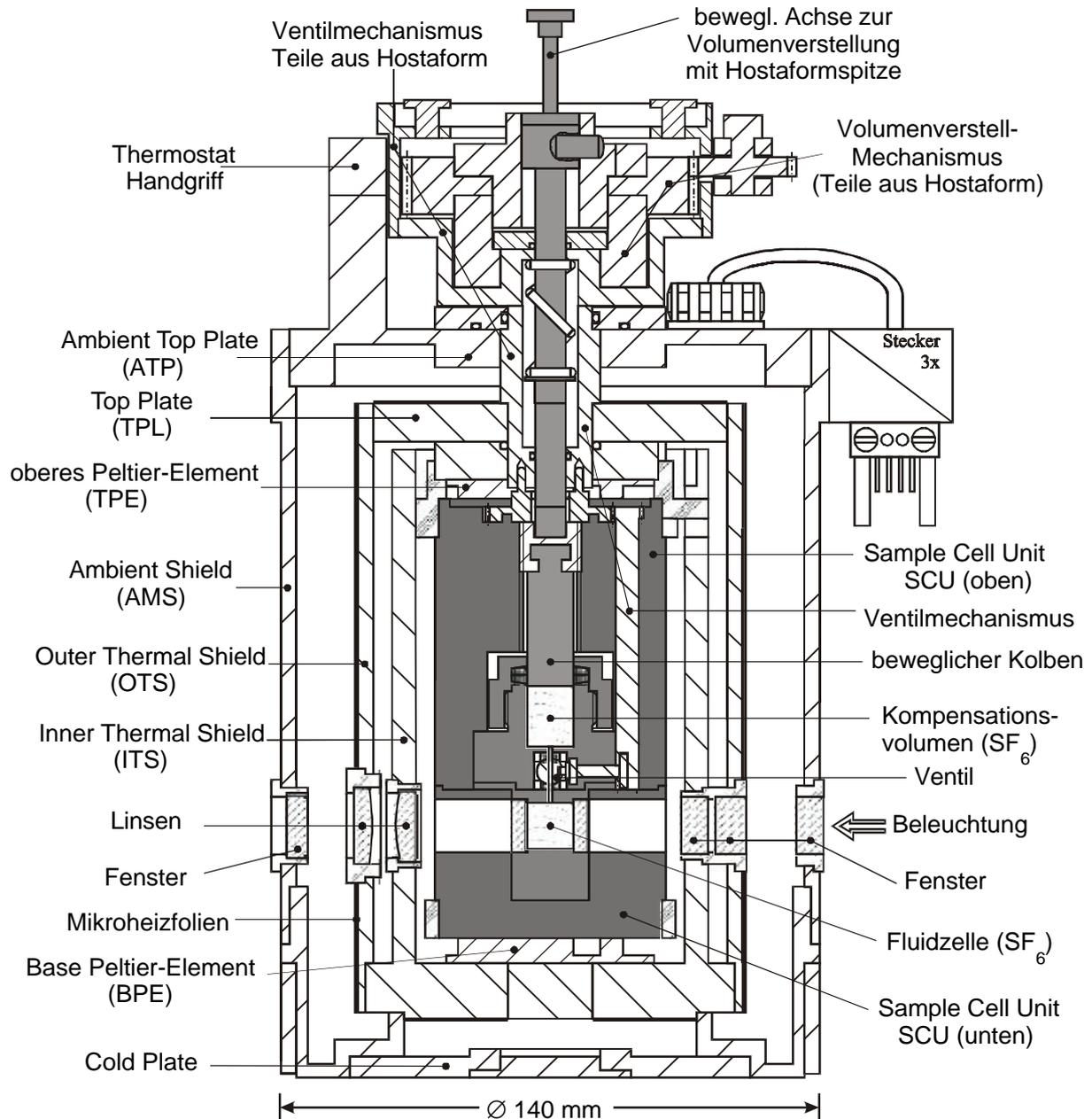


Bild 4-3: Schnitt durch den dreistufigen Thermostat mit SCU, Zelle, Ventil- und Volumenverstellmechanismus. Hier ist die bewegliche Achse zur Volumenverstellung mit dem Kolben verbunden, wie es zur Dichteverstellung und für die Piston Effect Experimente notwendig ist. Für die Phasentrennungsexperimente kann die Achse von der SCU entkoppelt werden.

Neben der äußeren Hülle (AMS) bestand der Thermostat aus zwei weiteren inneren Stufen, dem OTS (Outer Thermal Shield) und dem ITS (Inner Thermal Shield), alle aus Aluminium gefertigt. Die beiden inneren Stufen waren gegenüber der äußeren durch eine Tefloneinlage thermisch entkoppelt, lediglich über drei dünne Schrauben wurde die Wärme an eine Cold Plate kontrolliert abgeleitet. An der Außenseite des OTS waren an der Wand, dem Deckel und dem Boden Heizfolien aufgeklebt.

Die Sample Cell Unit (SCU) war in den ITS mit Abstandshaltern aus Teflon integriert, während an der Ober- und Unterseite Peltierelemente angebracht waren. Diese dienten entweder zum schnellen Heizen oder Kühlen bei Temperaturunterschieden von mehr als 100 mK, zum Quenchen der Temperatur (siehe Kap. 4.1.1.2) oder als Temperatursensoren zum Messen des Temperaturunterschiedes zwischen der SCU und der Top bzw. Base Plate.

Mit Hilfe einer Vielzahl von Temperatursensoren an den beiden inneren Stufen und einem Hauptfühler in der SCU sorgte der Thermostat zusammen mit der Regelung in der ALICE 2 für eine optimale thermische Umgebungsbedingung der Meßzelle. Er wurde an einer Metallschiene aufgehängt und in die ALICE 2 hineingeschoben. Ein spezieller Verriegelungsmechanismus stellte einen festen Kontakt zwischen der CPL (Cold Plate) und dem Wärmetauscher der ALICE 2 sicher, welcher primär der Regelung als Wärmesenke diente. Ein Mikroschalter an der Kontaktplatte verhinderte ein Starten des Experiments, falls kein ausreichender Kontakt zwischen CPL und Wärmetauscher vorhanden war bzw. unterbrach das Experiment, falls sich in dessen Verlauf der Kontakt lösen sollte. Eine entsprechende Fehlermeldung würde auf dem LCD Bildschirm angezeigt werden. Der Verriegelungsmechanismus stellte ebenfalls sicher, daß der Thermostat immer exakt im optischen Pfad positioniert war und die drei Stecker einen sicheren und festen Kontakt mit der Apparatur bekamen.

Neben der Erzeugung der thermischen Randbedingung für die Messungen kam dem Thermostat noch eine sicherheitsrelevante Funktion zu. Da im Inneren der Meßzelle ein Druck von bis zu 50 bar herrschte, wurde sie in der bemannten Raumfahrt als Druckbehälter betrachtet und mußte aus Sicherheitsgründen von einem dreifachen Containment umgeben sein, trotz des geringen Volumens von nur etwa 3.2 cm<sup>3</sup>. Zum einen würde damit bei einem Leck das Fluid im Thermostat zurückgehalten und am Entweichen in die Atmosphäre der Station gehindert, zum anderen

sollten bei einem plötzlichen Versagen der Zellfensterklebung umherfliegende Teile zurückgehalten werden. Die Zelle galt als erstes Containment, das OTS als zweites und das AMS (Ambient Shield) als drittes.

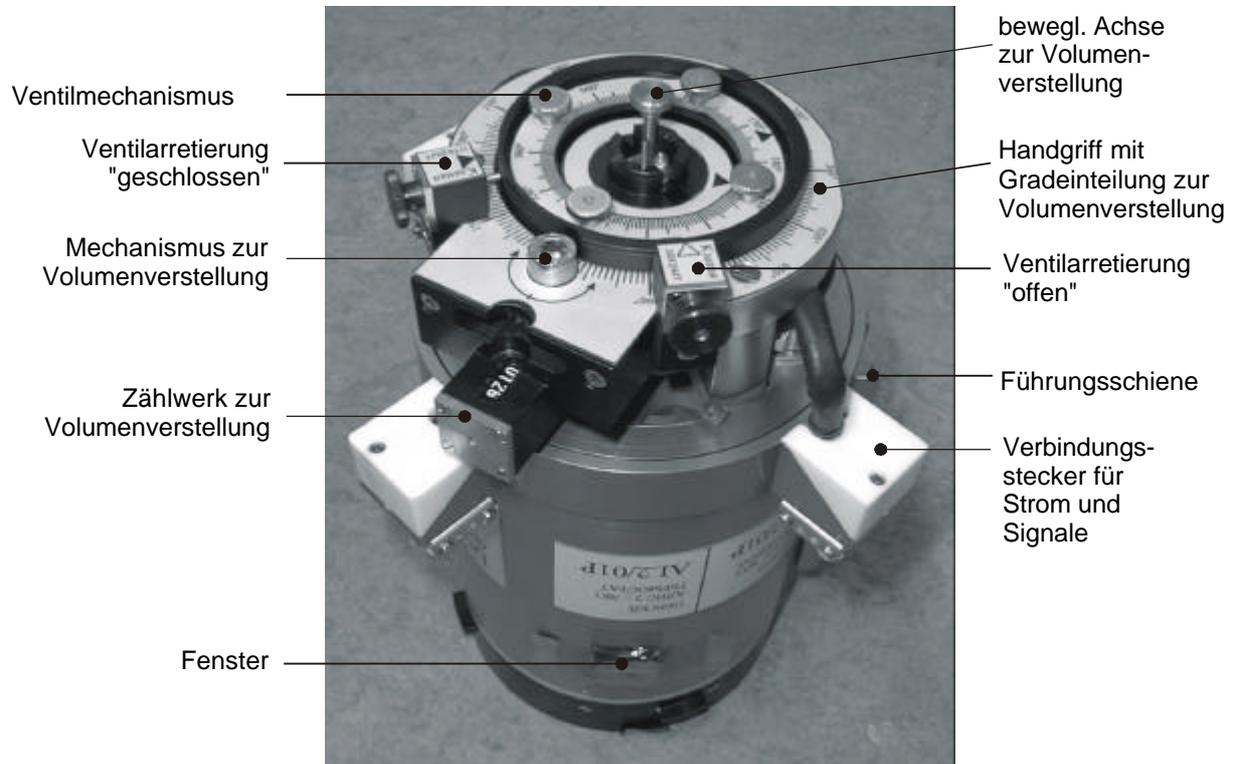


Bild 4-4: Photo des Flugthermostats der Perseus Mission. Deutlich sind auf der Oberseite die Gradeinteilungen und das Zählgerät zu erkennen mit deren Hilfe die exakte Dichte eingestellt werden konnte. Eine Ventilarretierung verhinderte ein unbeabsichtigtes Betätigen des Ventils während der Volumenverstellung.

#### 4.1.1.2 Das thermische Kontrollsystem

Das thermische Kontrollsystem, entwickelt von VWZI, basierte auf der Verwendung von Thermistoren als Temperatursensoren in einer Wheatstone Brücke. Die Brücke bestand aus 5 ppm/K Widerständen und wurde durch eine Positionierung in einer Vertiefung an der Unterseite der Basisplatte (BPL) zusätzlich stabilisiert. Zwei Thermistoren, einer in der BPL und einer in der SCU, dienten im Regelkreis als Hauptsensoren für zwei verschiedene Arbeitsmodi. Ein dritter Thermistor, ebenfalls in der SCU angebracht, war zwar nicht Teil des Regelkreises, diente aber als unabhängiger Überwachungssensor der SCU Temperatur (**de Bruijn**, 1999).

Ein zweites Sensorsystem bestand aus 3 differentialen Thermoelementen und zwei Peltier Elementen. Der Vorteil der Peltier Elemente lag darin, daß sie als passive Sensoren keine Wärme erzeugten. Allerdings konnten sie nur zur Messung von Temperaturdifferenzen verwendet werden, hier also zwischen BPL und TPL (Top Plate) und der oberen und unteren Hälfte des zweiten Schildes, dem Outer Thermal Shield (OTS). Ein komplexer Algorithmus wandelte den Output der Sensorschaltung in einen Input für den PWM (Pulsewidth Modulated) Inputstrom der Heizer und der oberen (TPE) und unteren Peltierelemente (BPE) um. Die Modulation der Pulslänge war notwendig, um die benötigte Energiemenge zu reduzieren (**de Bruijn**, 1999).

Zur Temperaturregelung wurden zwei Betriebsarten verwendet. Der sogenannte "**coarse mode**" wurde benutzt um schnelle Heiz- und Kühlraten zu erzielen. Dies war nur möglich, wenn die Ist-Temperatur sich um mehr als 100 mK von der Soll-Temperatur unterschied. Die Energiezufuhr zu den Heizfolien wurde erhöht bzw. auf Null gesetzt und auch die Peltierelemente wurden zum Heizen bzw. Kühlen verwendet. Der "**fine mode**" diente zur genauen und stabilen Kontrolle der SCU Temperatur. Er wurde verwendet, um entweder die Temperatur exakt auf einen bestimmten Wert zu halten oder um kleine Temperaturveränderungen ( $\Delta T < 100 \text{ mK}$ ) durchzuführen. Eine Temperaturerhöhung erfolgte durch die Erwärmung mit Heizfolien, während bei einer Temperaturabsenkung dem System die Wärme über eine Bodenplatte entzogen wurde, die man auch als Cold Plate (CPL) bezeichnete. Daher war es wichtig, daß für einen guten thermischen Kontakt zwischen dem Boden des Thermostats und der Cold Plate der Apparatur gesorgt wurde.

Solange die Umgebungstemperatur mehr als 3 K unterhalb der Soll-Temperatur liegt, können laut **Marcout** (1994) die Werte in Tabelle 4-1 erreicht werden. Der letzte Wert ist allerdings nur von theoretischer Bedeutung, da er mit einer Norm-SCU ermittelt wurde. Weil in unserem Fall ein Mechanismus zur Ventilsteuerung und Volumenverstellung integriert war, der in direktem Kontakt mit der äußeren Hülle stand, war der Gradient in unserer SCU etwas höher. Die Größe des Gradienten war auch davon abhängig, ob der Volumenverstellmechanismus an der SCU angekoppelt war oder nicht und ob der Kolben weit (hohe mittlere Fluidichte) oder weniger weit (geringe mittlere Fluidichte) in die Zelle hineingefahren war (siehe dazu auch Kap. 4.2.3):

Temperaturbereich	10 – 65°C
Heizrate	10 mK/s
Kühlrate	4 mK/s
zeitliche Stabilität	40 $\mu$ K/h
absolute Temperaturgenauigkeit (kalibriert)	$\pm$ 5 mK
absolute Temperaturgenauigkeit (nicht kalibriert)	$\pm$ 50 mK
relative Temperaturgenauigkeit	50 $\mu$ K
Temperaturgradient über die Länge der SCU	< 0.1 mK/cm

Tabelle 4-1: Zusammenfassung der wichtigsten thermischen ALICE 2 Spezifikationen.

Eine weitere Möglichkeit, im „fine mode“ die Temperatur zu verändern, war die Verwendung eines „Quenches“. Ein Quench ist ein schneller, genau definierter positiver oder negativer Temperaturschritt. Erreicht wurde dieser durch eine entsprechende Veränderung der Soll-Temperatur und durch einen genau definierten Strom, der für eine exakt definierte Zeitdauer durch die Peltierelemente geleitet wurde. Damit waren Quenche im Bereich von  $\Delta T_Q = \pm 0.1$  mK bis  $\pm 100$  mK möglich.

#### 4.1.2 Das optische Subsystem

Das optische Subsystem der ALICE 2 (Bild 4-5) bot mit Field Observation (1), Mikroskopie (2), Grid Shadow Technik (3), Transmissionsmessung (4), Lichtstreuung (5) unter kleinen Winkeln (Small Angle Light Scattering) und Interferometrie (6) sechs Möglichkeiten zur optischen Diagnose. Nachdem unser Thermostat nur eine Zelle besaß und der obere optische Pfad durch die Komponenten des Ventil- und Volumenverstellmechanismus blockiert war (vgl. Kap. 4.1.1.1), konnte die Interferometrie nicht verwendet werden und ist in Bild 4-5 entsprechend nur gestrichelt dargestellt. Aus diesem Grund waren auch keine Lichtstreuungs- und Transmissionsmessungen möglich, so daß auf eine genauere Beschreibung im folgenden verzichtet wird.

Die Beleuchtungseinheit bestand aus einem HeNe Laser (632,8 nm, 1 mW) als kohärente und aus 2 LEDs als nicht kohärente Lichtquelle. In unserem Fall kamen nur die beiden LEDs zum Einsatz, wobei die LED2 nur während der Mikroskopie zur Erhöhung der Lichtstärke benötigt wurde. Die Kameraeinheit enthielt neben 2 CCD

Kameras auch noch ein Gitter, das je nach Bedarf in den optischen Pfad einbracht werden konnte. Damit wurden lokale Dichteinhomogenitäten sichtbar gemacht.

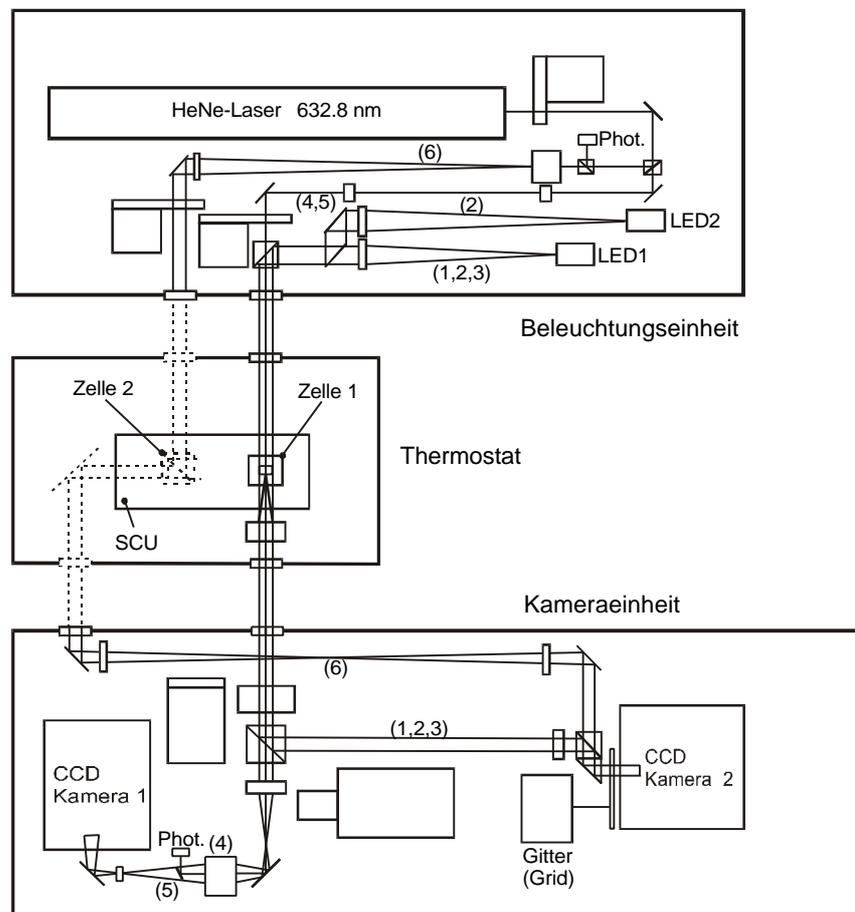


Bild 4-5: Das optische Subsystem der ALICE 2 Apparatur mit den drei Komponenten: Beleuchtungseinheit, Kameraeinheit und Thermostat. Die Position einer möglichen zweiten Zelle ist mit gestrichelten Linien angedeutet. In unserer Zelle befand sich dort der Kolbenmechanismus.

#### Field observation:

Der maximal mögliche Querschnitt der Zelle 1 war durch den Querschnitt des Lichtstrahls auf 12 mm begrenzt und wurde von unserer Apparatur optimal ausgenutzt. Als Lichtquelle diente eine LED mit einem mittleren Lichtspektrum von 660 nm. Nachdem das parallelisierte Licht die Zelle passiert hatte (**Chabot**, 1997), wurde der Strahl von zwei Linsen gebündelt, die innerhalb des Thermostat eingebaut waren. Über weitere Linsen wurde der Strahl mit einem Durchmesser von 6,6 mm auf der CCD-2 abgebildet, so daß man einen Vergrößerungsfaktor von 0,5 und eine Auflösung von 30  $\mu\text{m}$  erhielt.

### Mikroskopie:

Die Mikroskopie unterschied sich vom Beleuchtungs- und Linsensystem in einem zusätzlichen LED zur Verstärkung der Lichtintensität und in einer Gruppe von Linsen vor der CCD-2 zur Vergrößerung eines Objektes von 1 mm auf 6,6 mm. Die Auflösung betrug in diesem Fall 6,5  $\mu\text{m}$ . Mit einer weiteren Linse, die wahlweise dazu geschaltet werden konnte, wurde der Fokuspunkt in der Fluidzelle um 1 mm näher an das Fenster verschoben. Dies war besonders bei Zellen interessant, die nur eine Tiefe von 2 mm besaßen. Hier konnte der Fokuspunkt zwischen der Mitte der Zelle und der Phasengrenze zwischen Fluid und Fenster wechseln. Da in unserem Fall die Zelle 12 mm tief war, verschob sich der Fokuspunkt nur innerhalb des Fluids.

### Grid Shadow Technik:

Lichtquelle, Fluidzelle, optischer Pfad und CCD entsprachen denen der field observation mit dem Unterschied, daß nach der letzten Linseneinheit vor der Kamera ein Gitter in den optischen Pfad eingesetzt werden konnte. Das Gitter bestand aus parallelen Drähten mit gleichen Abständen zueinander und senkrecht zur optischen Achse. Aus der Verzerrung des Schattens der parallelen Gitterlinien konnte man quantitativ die Gradienten kleiner Brechungsindizes bestimmen und damit Aufschluß über den Dichtegradienten in dem Fluid gewinnen (**Gurfein et al.**, 1991).

### **4.1.3 Das Betriebskonzept der ALICE 2**

Als im Februar 1986 das erste Modul der russischen Raumstation MIR in eine Umlaufbahn um die Erde transportierte worden war, gab es noch die Sowjetunion und den Kalten Krieg. Es war also noch gar nicht daran zu denken, daß nur etwa 5 Jahre später die ersten westlichen Astronauten die Station besuchen und wissenschaftliche Experimente durchführen würden. Die Infrastruktur für nachträglich zu installierende Anlagen war somit denkbar schlecht, da nur eine Stromversorgung zur Verfügung stand, aber keine Möglichkeiten, die Speichermedien der Station zu nutzen, geschweige denn TV oder andere Kanäle zur online Datenübertragung. Erst während der Perseus Mission im Jahre 1999 war es erstmals möglich, Daten der ALICE 2 auf ein Laptop zu überspielen und während der Sprechfunkkontakte einzelne Dateifragmente zu übertragen, allerdings erst nachdem das Experiment beendet worden war. Mit dieser Methode konnten jedoch auf Grund der Datenmenge nicht

alle, sondern nur einzelne Files gesendet werden. Es wurden also nur solche Files ausgewählt, die während der Mission Aufschluß über die Dichtigkeit der Zelle und den Zustand des Experiments geben konnten.

#### 4.1.3.1 Das Daten Handling System

Die ALICE 2 war aus den oben genannten Gründen konzeptionell auf einen autarken Betrieb ausgelegt. Die Timeline, also der zeitliche Verlauf der wissenschaftlichen Temperaturkurve, sowie alle Meßaktionen (Ein-/Ausschalten von LED, Kamera, T-Quench, Drucksensor, Meßfrequenz), wurde auf einer 85 MByte PCMCIA Karte gespeichert und diese nach dem Einschalten in das dafür vorgesehene Laufwerk an der Oberseite der Apparatur eingelegt. Nach dem Start wurde das Programm in den Speicher eingelesen. War die PCMCIA Karte einmal programmiert und das Experiment gestartet, lief es unwiderruflich automatisch ab. Außer bei Fehlermeldungen hatte der Kosmonaut somit keinerlei Möglichkeiten aktiv in den Verlauf des Experiments einzugreifen.

Der restliche Speicherplatz auf der Karte (ca. 84 MByte) diente der Sicherung aller Meßwerte der verschiedenartigen Sensoren. Zum einen wurden eine Vielzahl von Parametern, die über den Regelverlauf und jeweiligen Zustand der Anlage Aufschluß gaben (Housekeeping Daten), zum anderen Beschleunigungswerte und die USER Werte der Meßzelle aufgezeichnet. Zu den USER Werten gehörten die Messungen von bis zu 3 Thermistoren, ein kapazitiver und ein resistiver Drucksensor. Mit dem Ende des Experiments waren alle Daten auf der Karte gespeichert. Pro Experiment konnte nur eine Karte verwendet werden.

Während das Experiment lief, hatte der Kosmonaut die Möglichkeit, die Vorgänge in der Zelle live auf einem kleinen Bildschirm zu beobachten, der an der Frontseite der Apparatur angebracht war. Zusätzlich waren Statusinformationen zum Experimentverlauf in das Videobild eingeblendet. Dazu gehörten u. a. die seit Start des Experiments vergangene Zeit, die mit dem Meßthermistor gemessenen Temperaturwerte in der SCU, die Spannungen des Drucksensors, Fehlermeldungen, Action Points, die Referenztemperatur ( $T_C$ ) und Thermostat- und Experimentnummer.

Dieses Videobild wurde zusammen mit den eingeblendeten Informationen aufgezeichnet. Während der MIR'97 Mission geschah dies noch mit einem Hi8 Rekorder.

der, allerdings betrug hier die maximale Aufzeichnungszeit während eines Experiments nur 90 Minuten. Zwar konnte während des Experiments das Videoband gewechselt werden, jedoch erhöhte sich dadurch die leider sehr reglementierte Rückkehrmasse beträchtlich. Aus diesem Grund wurde von Aerospatiale ein Rekorder gebaut, der die Videobilder digitalisierte und auf einem 24 GByte HP DAT-Band speicherte. Für die Perseus Mission wurde er zur MIR transportiert und an die Apparatur angeschlossen. Damit standen ca. 18 Stunden Videozeit zur Verfügung, allerdings begrenzte die 85 MByte PCMCIA Karte die Zeit auf ca. 9 Stunden pro Experiment bei einer Experimentdauer von 48 Stunden. Das lag daran, daß sich die Rate der Datenaufzeichnung auf 25 Hz erhöhte, sobald die Videoaufzeichnung aktiviert wurde und dadurch die Speicherkarte schnell vollgeschrieben wurde. Leider waren die zwei Funktionen nicht voneinander zu trennen.

#### 4.1.3.2 Die drei Betriebsarten

Zur Erfassung der Meßwerte standen drei Betriebsarten zur Verfügung. Im stand-by mode wurden sämtliche Meßwerte mit einer Frequenz von 0.1 Hz erfaßt. Dieser Mode wurde hauptsächlich bei der Einstellung neuer Temperaturniveaus oder während der Homogenisierungsphasen verwendet. Im static mode schaltete sich der Videorekorder mit einer 25 Hz Aufnahmegeschwindigkeit ein und synchron dazu wurden alle Meßwerte mit gleicher Geschwindigkeit aufgezeichnet.

Während der Videorekorder lief, konnte der dynamic mode aktiviert werden und die Temperaturwerte der USER Sensoren wurden mit 2 kHz und die Druckwerte mit 10 kHz gespeichert. Dieser Mode lief allerdings nur wenige Sekunden, um zu verhindern, daß der begrenzte Speicher der PCMCIA Karte zu schnell vollgeschrieben würde. Er wäre besonders während schneller dynamischer Vorgänge beim Forced Piston Effect Experiment interessant gewesen. Da aber bei dieser Geschwindigkeit das Rauschen der Meßwerterfassungssysteme viel zu groß wurde und es auch nicht möglich war, eine sekundengenaue Kosmonautenaktivität anzufordern, verzichteten wir auf diesen Mode. Statt dessen nutzten wir den vorhandenen Speicherplatz für eine Optimierung der Videozeit zur Aufzeichnung interessanter dynamischer optischer Vorgänge. Letztendlich haben sich die 25 Hz während der FPE Experimente als ausreichend erwiesen.

## 4.2 Die Sample Cell Unit

Die SCU (Sample Cell Unit) in Bild 4-6 hatte eine zylindrische Form, mit einer Höhe von 115 mm und einem Durchmesser von 60 mm, und bestand in unserem Fall überwiegend aus Aluminium. Während die äußeren Abmessungen durch die Dimension des Thermostats von VWZI und damit auch die Position der Meßzelle vorgegeben waren, war das Innere der modular aufgebauten SCU eine komplette Neukonstruktion.

Sie bestand aus dem zweiteiligen Zellenkörper, der das Versuchsfluid aufnahm, und verschiedenen Teilen des Ventil- und Volumenverstellmechanismus. Drei YSI Thermistoren, einen zur Regelung (vgl. Kap. 4.1.1), einen zum Messen der SCU Temperatur und einen Safety Thermistor, über den das Experiment abgeschaltet wurde, falls die Regelung versagen sollte und die Temperatur einen Wert von ca. 65 °C überschreitet, waren in die SCU eingeschraubt. Drei weitere Thermistoren von Thermometrics steckten zusammen mit einem Drucksensor im Zellkörper. Alle Sensoren wurden über einen Stecker nach dem Einsetzen der SCU mit dem Thermostat verbunden.

### 4.2.1 Der Aufbau der Meßzelle

Die Vorgaben für die Fluidzelle waren, eine Zelle zu konstruieren mit einem zylindrischen Zellenvolumen, dessen Durchmesser und Höhe gleich groß sind. Die Dichte sollte verstellbar sein, in einem Bereich von  $\pm 35\%$  um die kritische Dichte  $\rho_c$  von  $\text{SF}_6$ , wobei die geometrischen Abmessungen und die Größe des Meßvolumens der sichtbaren Fluidzelle für die Phasenseparationsexperimente unverändert bleiben sollten.

Der Zellkörper (Bild 4-7) war zweiteilig und modular aufgebaut. Im unteren Teil befand sich das Meßvolumen mit einer Tiefe von 12 mm und einem Durchmesser von 12 mm. Dies entsprach dem maximal möglichen Querschnitt, der durch den Durchmesser des Beleuchtungsstrahls des optischen Subsystems der ALICE 2 (vgl. Kap 4.1.2) vorgegeben war. Im oberen Teil befand sich ein zweites Volumen, das sogenannte Ausgleichsvolumen. Darin bewegte sich ein Kolben zur Einstellung der jeweiligen Dichte und zur Durchführung der Dichtequenche auf und ab. Beide Volumina waren miteinander über einen Kanal verbunden, der mit einem Kugelventil ver-

geschlossen werden konnte, sobald die gewünschte Dichte eingestellt war. Damit waren Form und Größe des Meßvolumens der Fluidzelle für alle eingestellten Dichten gleich, lediglich während dynamischer Dichtemessungen (Forced Piston Effect) blieb der Kanal geöffnet.

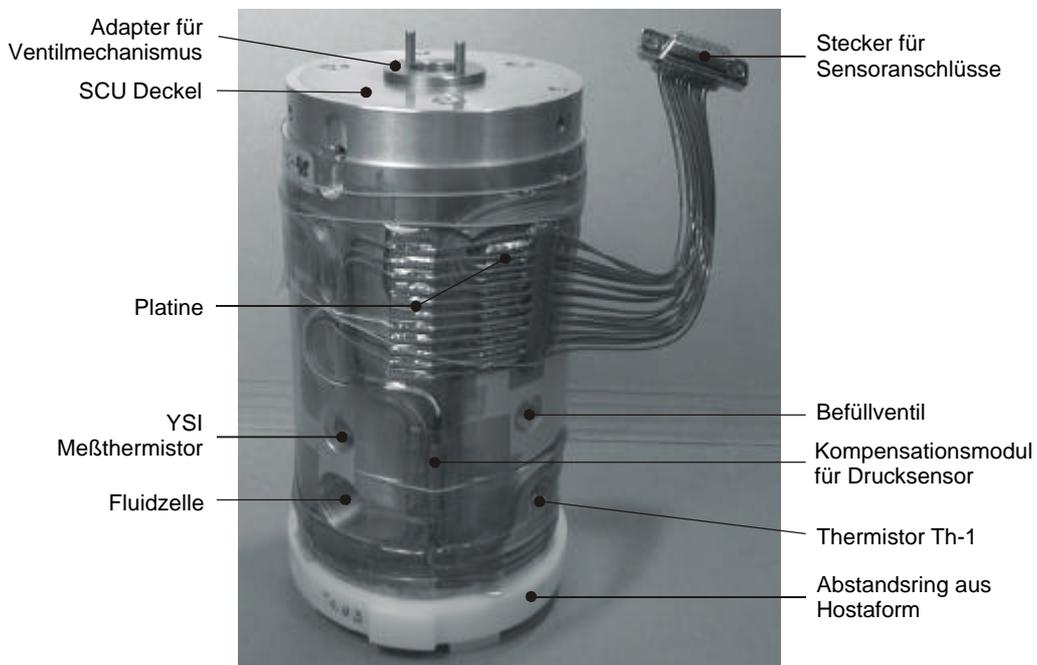
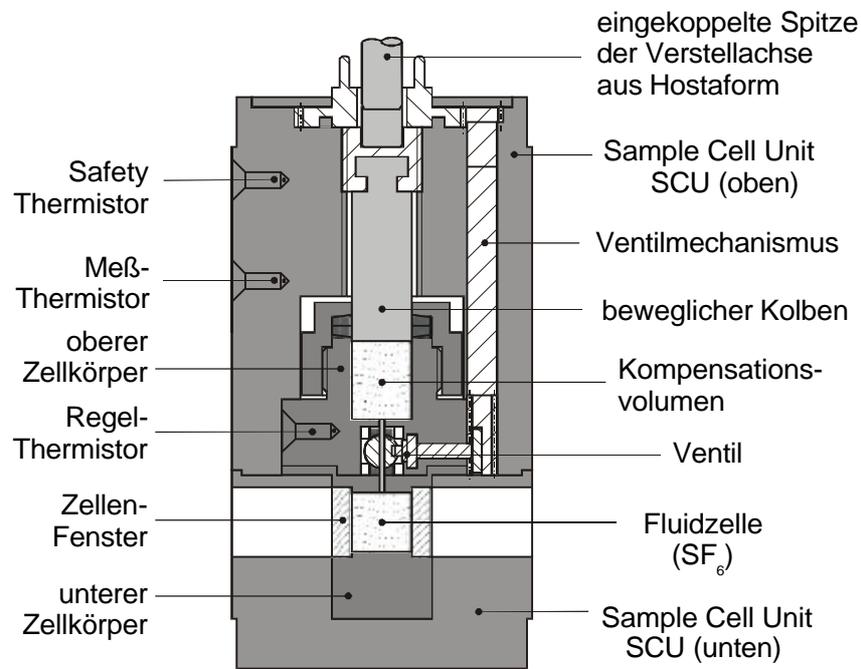


Bild 4-6: Oben: Schnitt durch die Sample Cell Unit. Unten: Photo der SCU der Perseus Mission.

Der bewegliche Kolben war mit einem Mechanismus zur Verstellung derart verbunden, daß der polierte Kolben nur translatorische, aber keine rotatorischen Bewegungen ausführen konnte. Damit wurde verhindert, daß die beiden gequetschten Dichtungsringe, in denen der Kolben gleitet, übermäßig beansprucht und undicht wurden. Das größte Problem in der Konstruktion lag ohnehin darin, die Dichtheit der Zelle über einen Zeitraum von mehr als einem Jahr zu garantieren, das sich aus 4 Monaten Meßvorbereitung, 2 Monaten Lagerung während der Startvorbereitung des Transportraumschiffs und 6 Monaten Nutzung auf der Station zusammensetzte.

Am geeignetsten erwies sich für die Kolbendichtung eine Quetschbuchsendichtung aus Telfon. Dazu wurden zwei Dichtringe um den polierten Kolben gelegt, die jeweils an einer Seite mit einem kleinen Winkel von  $7.1^\circ$  angeschrägt waren. Denselben Winkel wiesen die Auflagefläche der Wand des Kompensationsvolumens und die Innenseite der Mutter auf. Sobald die Mutter angezogen wurde, wurden die Dichtungsringe dementsprechend in Richtung des Kolbens zusammengequetscht. Diese Methode wurde erfolgreich mit Hilfe einer speziellen Zelle getestet, die weder ein Ventil noch sonstige Öffnungen für Sensoren besaß, sondern lediglich Fenster, Kolben und einen Befüllkanal. Im Zeitraum von 4 Wochen wurde diese Zelle einer Vielzahl von Kolbenbewegungen und Temperaturzyklen im Bereich von  $30^\circ\text{C}$  bis  $85^\circ\text{C}$  ausgesetzt, welches einer maximalen Druckbelastung von 76 bar entsprach, also dem doppelten während eines Experiments auftretenden maximalen Drucks.

Die beiden Saphir Fenster ( $\varnothing$  14 mm, Stärke 4 mm) der Zelle waren in den Aluminiumkörper unter ausreichender Sicherheit direkt eingeklebt worden. Dazu wurde ein speziell für diese Materialkombination entwickelter Zwei-Komponenten-Kleber der Firma Epotec (siehe Anhang A) verwendet. Dasselbe Verfahren funktionierte auch für den Drucksensor. Die beiden USER Thermistoren in der Zelle sind in Halterungen eingeklebt worden, die in die Zelle eingeschraubt und mit Telfonband abgedichtet wurden. Der dritte USER Thermistor steckte in einer kleinen Bohrung des unteren Zellenkörpers, die etwa 1mm vor dem Meßvolumen endete. Er sollte während der Piston Effect Experimente den Einfluß von Temperaturveränderungen im Fluid auf die Wand messen.

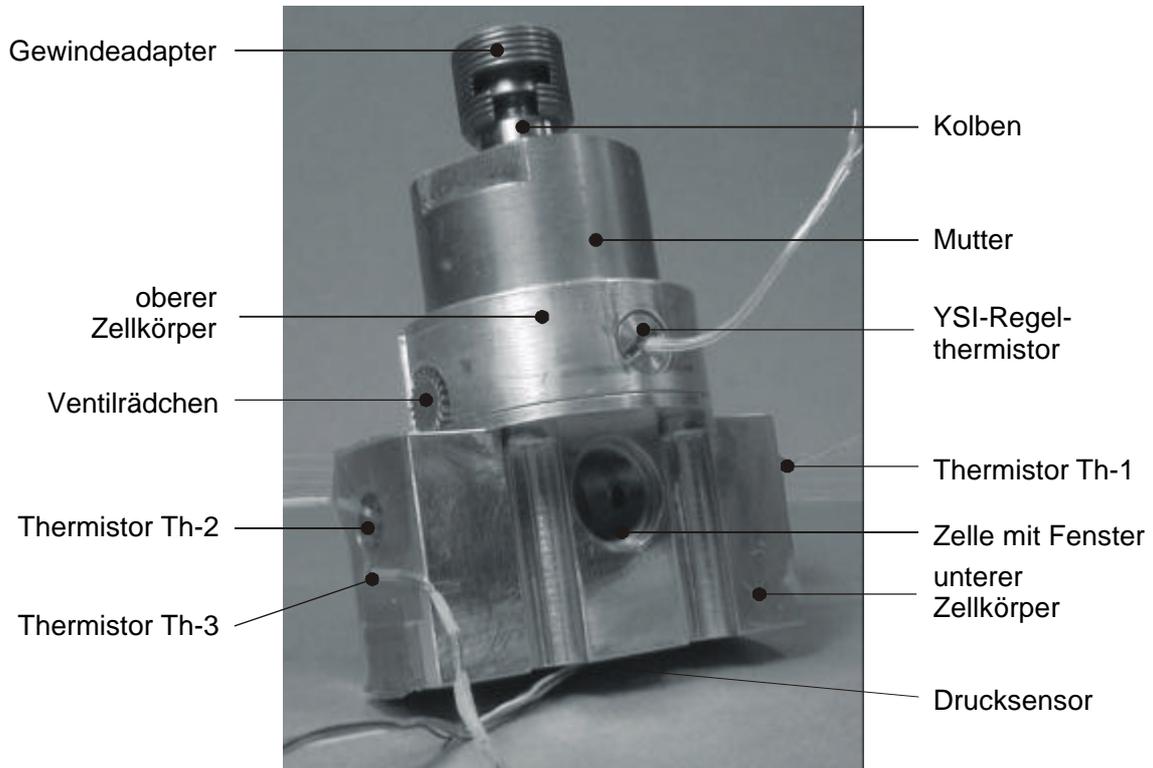
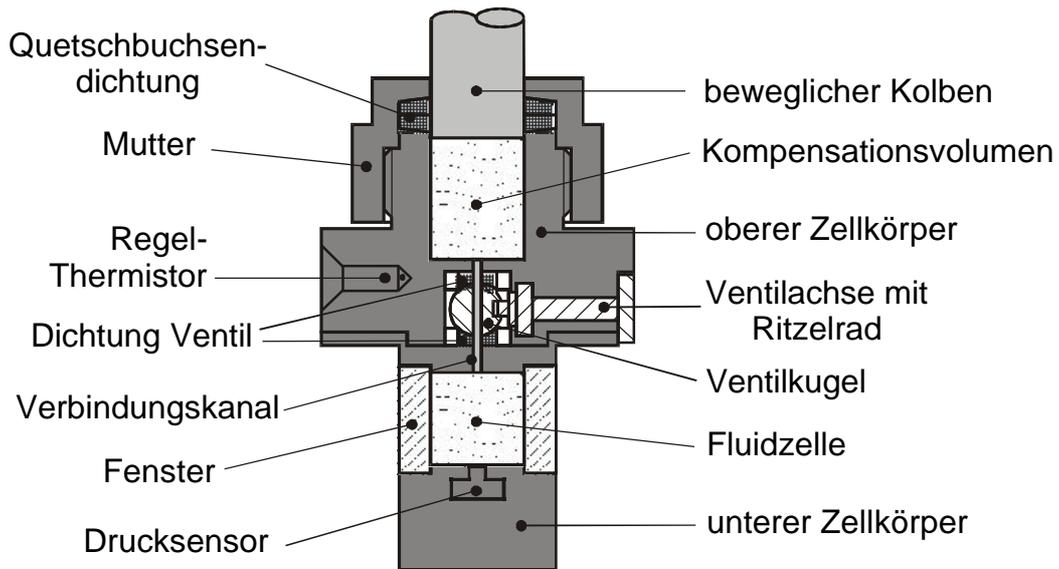


Bild 4-7: Oben: Schnitt durch den zweiteiligen Zellkörper der Meßzelle mit Kugelventil. Unten: Photo der zusammgebauten Originalzelle.

#### 4.2.2 Verwendete Sensoren

Zur Temperaturmessung im Fluid wurden mit Glas beschichtete Perlen-Thermistoren der Firma Thermometrics verwendet. Die Thermistoren mit der Typen-

bezeichnung B10KA103K waren mit einem Kopfdurchmesser von 0.25 mm (B10) ausreichend klein und die thermische Zeitkonstante von 10 msec schnell genug für unseren Anwendungsfall. Mit einem nominellen Widerstand  $R = 10 \text{ k}\Omega$  (103) bei 25 °C weisen sie ein ähnliches T-R Profil auf wie die YSI Regelthermistoren des Thermostats. Von den YSI Thermistoren wurden 3 in die SCU integriert, je einer zur Regelung, Messung und Überwachung der Temperatur (siehe auch Kapitel 5.2).

Für die Druckmessungen wurde ein piezo-resistiver Drucksensor der Firma ENTRAN benutzt, der sich mit einem Durchmesser des druckempfindlichen Bereichs von nur 2.56 mm durch eine sehr kleine Bauweise auszeichnete und sich außerdem für 25 Hz Messungen gut eignete. Er besaß einen Meßbereich von 0 bis 70 bar Absolutdruck und einen kompensierten Temperaturbereich von 20 °C bis 80 °C. Damit lagen unsere Messungen jeweils im mittleren Bereich. Durch das Einkleben des Sensors in die Zelle hatte sich allerdings der Nullpunkt verschoben, so daß ein nachträgliches Kalibrieren erforderlich war (siehe auch Kapitel 5.3).

Die ALICE 2 Apparatur ermöglichte zwar die zusätzliche Verwendung eines piezo-kapazitiven Drucksensors, aber die Baumaße der Zelle ließen einen zweiten Drucksensor nicht zu. Da sich dieser Sensor vorwiegend für die schnellen 10 kHz eignete und dieser Einsatzbereich aufgrund der oben genannten Gründe nicht vorgesehen war (vg. Kap. 4.1.3.2), war auf einen Einsatz verzichtet worden. Eine gute Wahl, wie sich im Nachhinein herausstellte, da beim Bau der ALICE 2 ein Fehler unterlaufen und der Drucksensor intern nicht angeschlossen worden war.

### 4.2.3 Der Ventilmechanismus

Es war vorgesehen, die Fluidzelle für zwei verschiedene Arten von Messungen, „schnelle Phasentrennung“ und „Forced Piston Effect“, jeweils bei unterschiedlichen Dichteeinstellungen zu verwenden. Das beobachtbare Volumen und das Ausgleichsvolumen mit dem Verbindungskanal können als kommunizierende Zellen betrachtet werden. Solange im einphasigen Zustand kein Temperaturgradient über der Länge der SCU existiert, ist das Fluid und damit auch die Dichte, sowohl unter  $\mu\text{g}$  als auch 1g Bedingungen, bei geöffnetem Ventil homogen in beiden Zellen verteilt. Dies ist der Zustand in dem die Forced Piston Effect Experimente durchgeführt bzw. die jeweilig gewünschte mittlere Dichte eingestellt wurden.

Sobald eine Temperaturreampe gefahren wurde und der Verbindungskanal offen war, "zog" es das dichtere Fluid bzw. die Flüssigkeit auf die kältere Seite und das gasförmige Fluid blieb vorwiegend auf der wärmeren Seite. Damit entstand ein Dichtegefälle, das sich im Zweiphasengebiet nur sehr langsam ausgleicht und damit eine Homogenisierung angesichts der zur Verfügung stehenden Experimentzeit zu lange dauern würde. Wenn die Temperatur in das Zweiphasengebiet absank und es zur Phasenseparation kam, waren die flüssige und gasförmige Phase nicht mehr homogen in den jeweiligen Zellen verteilt. Da aber nur eine Zelle beobachtet werden konnte, erschwerte dies die Auswertung der optischen Daten.

Aus diesem Grund wurde ein Kugelventil (Kugeldurchmesser 7 mm) in den Verbindungskanal (Durchmesser 1 mm) eingebaut, um die beiden Volumina nach der Dichteeinstellung voneinander entkoppeln zu können. Dem Fluid wurde vorher ausreichend Zeit (ca. 1 Stunde) zur Homogenisierung der Dichteverteilung gegeben. Die Temperatur lag dabei typischerweise etwa 1.5 Kelvin oberhalb der kritischen Temperatur des Fluids, bei der ein schneller Temperatur- und Dichteausgleich erfolgte.

Der Ventilmechanismus konnte, während der Thermostat in der ALICE 2 integriert war und auch während des laufenden Betriebs, jederzeit von außen bedient werden. Dazu war ein Handgriff am Thermostat angebracht, der zwischen der Position „Ventil AUF“ und „Ventil ZU“ um ca. 180° bewegt und in der jeweiligen Position verriegelt werden konnte. Der obere Teil des Mechanismus war drehbar in den Thermostat integriert und über eine Steckverbindung mit der SCU verbunden. Er war Teil des oben beschriebenen dreifachen Containments und deshalb mit Dichtungen gasdicht in den Thermostat eingesetzt. Gleichzeitig diente er als Gehäuse für Teile des Mechanismus zur Dichteverstellung. Die meisten Gehäuse- und Mechanismusteile waren aus dem Material Hostaform (vgl. Bild 4-4 und Bild 4-6), das sehr schlechte Wärmeleiteigenschaften besitzt. Damit konnte die Gradientenbildung in der SCU erheblich reduziert werden.

An der Deckelseite der SCU war ein Zahnrad integriert, das die Drehung auf eine Gewindestange und weiter auf eine kleine Welle übertrug, die in der Ventilkugel steckte. Diese kleine Welle wurde über zwei Dichtungen gegenüber dem oberen Zellenteil abgedichtet und die Kugel rotierte in zwei Teflonschalen, die beim Zusammenschrauben des unteren und oberen Zellenteils mit der Kugel zusammenge-

quetscht wurden und so eine weitere Stufe der Abdichtung bildeten. Eine Bohrung ( $\varnothing 1$  mm) durch Kugel und Teflonhalbschalen bildeten den Verbindungskanal zwischen den beiden Volumina. Da zwischen den beiden Volumina kein Druckunterschied durch die homogene Befüllung bestand, brauchte sich die Kugel nur um wenige Grad drehen, um das Ventil zu verschließen. Ein großer Vorteil bei dieser Ventilarart war, daß die Fluidichte gleich blieb, da beim Verschließen des Ventils sich die Größe des Volumens nicht änderte. Bei diesem Ventil handelte es sich um eine sehr gut und zuverlässig funktionierende Spezialanfertigung, die zusammen mit der Firma MHA Zentgraf entwickelt wurde.

#### 4.2.4 Der Mechanismus zur Volumenverstellung

Da während der Durchführung der Experimente die Masse des Fluids konstant blieb, mußte die Dichte des Fluids in der Zelle über eine Änderung des Zellenvolumens variiert werden. Dazu war im Ausgleichsvolumen ein beweglicher Kolben eingelassen, der am Ende mit einem Gewindeteil derart verbunden war, daß zur Schonung der Dichtung nur translatorische, aber keine rotatorischen Bewegungen übertragen werden konnten.

Während der Volumenverstellung und der Forced Piston Effect Experimente wurde eine Achse über Formschluß mit dem Gewindeteil verbunden, ansonsten waren beide Teile zur Unterbrechung der Wärmeleitung entkoppelt. Das vordere Drittel der Achse bestand aus diesem Grund zusätzlich aus Hostaform, um während der gekoppelten Phase den Temperaturgradienten möglichst gering zu halten und die T-Regelung nicht zu sehr zu beeinflussen. Damit konnte das Wärmeleck zwar deutlich reduziert werden, dennoch war es so groß, daß es von der Temperaturregelung nicht vollständig kompensiert werden konnte und zu sinusförmigen Regelschwankung mit einer Amplitude von 2 mK und einer Zyklusdauer von 5 Minuten führte. Da die FPE Experimente aber deutlich registrierbare Temperaturänderungen von mehreren 100 mK verursachten, war die Störung vernachlässigbar gering. Bei neu einzustellenden Dichten war dieses Problem sowieso uninteressant, da in dieser Zeit keine Messung vorgenommen wurde und während der schnellen Phasentrennungsexperimente die Achse entkoppelt blieb, so daß dieses Problem nicht auftauchte.

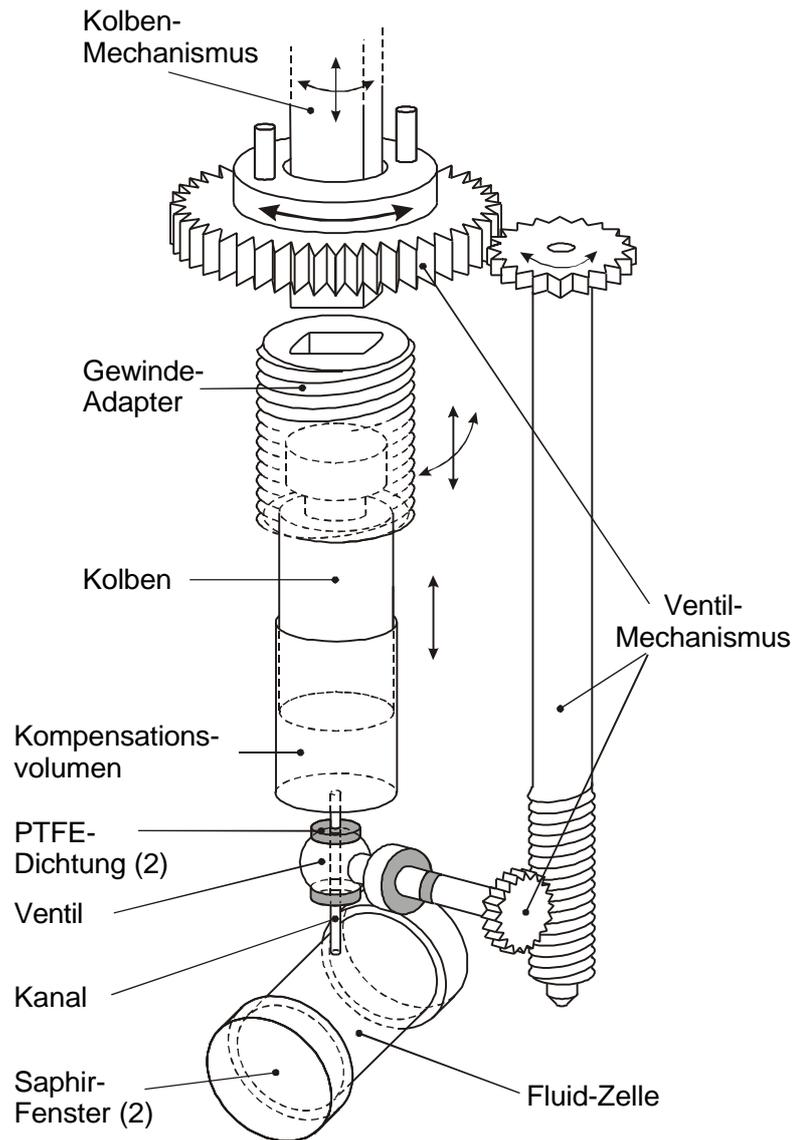


Bild 4-8: Der Ventil- und Volumenverstellmechanismus.

Im Handgriff des Thermostats war ein Ritzelrad eingelassen, das über ein größeres Zahnrad die Drehbewegung auf die Achse übertrug. Eine ganze Umdrehung der Achse bewegte den Kolben (12 mm Durchmesser) um einen Millimeter. Das entsprach einer Dichteverstellung von 4.9% bezogen auf die kritische Dichte des Fluids. Zur exakten Einstellung der Dichte war das Ritzelrad mit einem Zähler gekoppelt (360° Drehung entspricht 30 Zählereinheiten) und der Handgriff mit einer Skala in Gradeinteilung (2°-Schritte) versehen (Genauigkeit der DichteEinstellung siehe Kapitel 4.5.3). Der Kosmonaut entnahm einer Tabelle die genauen Werte und erst wenn Gradstellung des Zeigers und die Zählerzahl übereinstimmten, war die korrekte Dichte eingestellt.

### 4.3 Der Versuchsaufbau im Labor

Der Versuchsaufbau im Labor (Bild 4-9) war ein Nachbau der wichtigsten Funktionen der ALICE 2, der das Einstellen der kritischen Dichte in der Fluidzelle, das Kalibrieren und Vorbereiten der Versuchsläufe erleichtern und beschleunigen sollte. Dazu wurde von der Universität von Amsterdam eine Temperatur-Regelung mit Lüfter gekühlter Cold Plate zur Verfügung gestellt, die exakt der Regelung der ALICE 2 Apparatur entsprach. Die T-Regelung wurde mit einem PC (Snoopy) verbunden, mit dem über Tastatur die jeweilige Soll-Temperatur eingestellt und Temperaturquenche durchgeführt werden konnten. Gleichzeitig sendete die Regelung die wichtigsten Temperatur und Housekeeping Daten des Thermostats zum Bildschirm des PCs, lieferte die Power an den Thermostaten und regelte den Lüfter der Cold Plate.

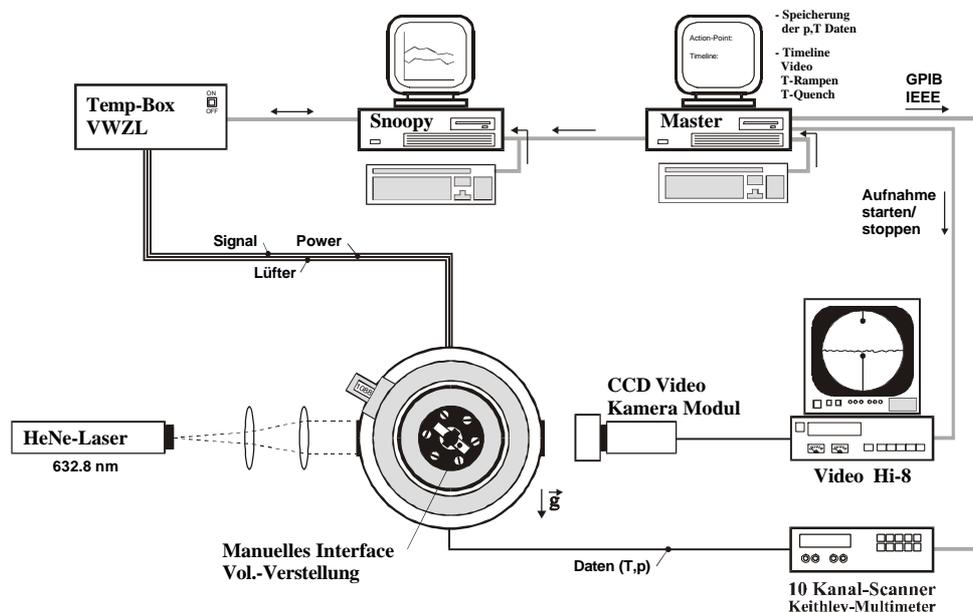


Bild 4-9: Der Laboraufbau.

Um nicht jeden Temperaturpunkt einzeln über die Tastatur eingeben zu müssen, schrieben wir ein eigenes Programm mit dem die programmierten Timelines (ähnlich dem Programm auf den PCMCIA Karten) abgefahren wurden. Mit dem Master PC wurden sowohl die Kamera und der Rekorder mit der Timeline, als auch die Datenerfassung mit einem 10 Kanal Multiscanner von Keithley (2001) synchronisiert. Die Zelle wurde mit einem HeNe-Laser (632,8 nm) beleuchtet und über eine CCD Kamera auf einem Bildschirm beobachtet. Viele der in den folgenden Kapiteln präsentier-

ten Ergebnisse aus den 1g Messungen sind mit dem Laboraufbau gemessen worden.

#### 4.4 Füllen der Zelle und Einstellen der kritischen Dichte

Zum Einstellen der kritischen Dichte  $\rho_c$  des Fluids in einer Testzelle gibt es verschiedene Methoden. Eine der gängigsten ist die Wiegemethode. Hierbei wird zuerst das Volumen der Zelle bestimmt und die Zelle vor dem Befüllen im evakuierten Zustand gewogen. Dann befüllt man die Zelle etwas überkritisch mit dem Fluid, quetscht den Befüllkanal bis auf ein winziges Leck zusammen und entkoppelt ihn vom Evakuierungssystem und der Druckflasche. Durch das winzige Leck läßt man so lange das Fluid entweichen bis das vorher berechnete Gewicht erreicht ist.

Aufgrund des hohen Massenverhältnisses (610:1) der SCU gegenüber dem Fluid schied diese Methode in unserem Fall jedoch aus. Statt dessen wurde die kritische Dichte über die Volumenvariation eingestellt. In das Zuleitungssystem zwischen Zelle und Druckflasche war eine Pumpe zum Evakuieren geschaltet und der Kolben wurde zur Reduzierung des Volumens in die unterste Position gefahren, so daß nur noch das Tot-Volumen übrig blieb. Vor dem endgültigen Befüllen wurde die in die SCU integrierte Zelle zur Reinigung dreimal mit  $\text{SF}_6$  gespült, dann jeweils über 3 bis 4 Stunden evakuiert und das sichtbare Volumen schließlich im Verhältnis von ca. 80:20 ( $V_{\text{flüssig}} : V_{\text{gasförmig}}$ ) deutlich überkritisch befüllt.

Das genaue Einstellen der kritischen Dichte geschah ausschließlich unter optischer Kontrolle mit Hilfe einer CCD Kamera, die an einen Bildschirm angeschlossen war. Der Zelleninhalt war dadurch um ein Vielfaches vergrößert und die Position des Meniskus konnte wesentlich genauer bestimmt werden. Das Fluid wurde mit Hilfe des Thermostats, in den SCU und Zelle integriert waren, zuerst bis ins einphasige Gebiet aufgeheizt ( $T_c + 1500 \text{ mK}$ ). Wenn die Phasengrenze während des Aufheizens von der Zellenmitte weg nach oben wanderte, wurde der Kolben schon während dieser Phase langsam nach außen gefahren, um das Volumen zu vergrößern. Dadurch wurde ein etwaiges Platzen der Zelle verhindert, da bei stark überkritischer Dichte der Druck sehr stark ansteigt. Anschließend wurde die Zelle wieder abgekühlt und etwa 50 mK vor Erreichen der Koexistenz-Temperatur  $T_{cx}$  die Kühlrampe (Quench) auf 12 mK pro Stunde verlangsamt und nach jedem 1mK-Schritt ein Videobild im

Grid-Shadow Modus aufgezeichnet (Kap. 2.4.1). Sobald die Phasengrenze zu erkennen war, wurde die genaue Position des Meniskus bestimmt. Lag der Meniskus oberhalb der Zellenmitte, dann war die Dichte überkritisch und das Volumen mußte weiter vergrößert bzw. im umgekehrten Fall verkleinert werden. Dieser Vorgang wurde so lange wiederholt, bis die gewünschte Dichte erreicht war. Der Volumenverstellmechanismus war so ausgelegt, daß man im optimalen Fall eine maximale Variation von etwa  $\pm 40\%$  erreichen konnte. In unserem Fall wurde das kritische Volumen mit  $2286.3 \text{ mm}^3$  bestimmt und ermöglichte eine Dichtevariation von  $0.717\rho_C < \rho < 1.642 \rho_C$  bei einem maximalen Volumen von  $3186.7 \text{ mm}^3$ .

Die mittlere Dichte der Zelle, die schließlich bei Abgabe der Flughardware eingestellt war, wurde zu  $\delta\rho_m = (\rho - \rho_C)/\rho_C = 0.004 \pm 0.3\% \rho_C$  ermittelt. Dies ergab sich aus einer Auswertung der Videobilder des letzten Kalibrationslaufs nach Abschluß der Bodenreferenzexperimente und unter Zuhilfenahme der Informationen aus **Morteau** (1996). Dort sind zwei Methoden beschrieben, mit denen die Befüllung einer Zelle mit  $\text{SF}_6$  unter 1g-Bedingungen mit einer Genauigkeit von  $\pm 0.1\%$  bestimmt werden kann. Sie basieren auf einer mikroskopischen Beobachtung der Variation der Meniskushöhe in Abhängigkeit von der Temperatur. Eine Methode ermittelt die Temperatur, bei welcher der Volumenanteil des Gases genau gleich dem Anteil der Flüssigkeit ist (Zelle ist mit leicht überkritischer Dichte gefüllt), also

$$\Phi = \frac{\rho - \rho_C}{\rho_V - \rho_L} = \frac{1}{2}. \quad (4.1)$$

Die Messung der Position des Meniskus erfolgt im zweiphasigen Bereich bei verschiedenen Temperaturen und der Zelle, sowohl in "normaler" Position, als auch in um  $180^\circ$  verdrehter Stellung. Nach dem Gesetz des rectilinearen Durchmessers bestimmt sich die Dichte dann zu

$$\delta\rho_M = a \frac{T_C - T_M}{T_C}. \quad (4.2)$$

Die zweite Methode vergleicht die Höhenwerte des Meniskus im unterkritischen Temperaturbereich mit theoretischen Werten für den Exponent  $\beta=0.325$ . In unserem Fall haben wir, ähnlich der zweiten Methode, die Höhe des Meniskus beim Erreichen

des kritischen Punktes aus dem Einphasengebiet mit den bei **Morteau** (1996) angegebenen Werten verglichen und darüber die Dichte ermittelt.

## 4.5 Auflösungsgenauigkeit und Fehlerangaben

In der Raumfahrt tendiert man immer häufiger zum Einsatz sogenannter Multi-User Facilities, wie die ALICE 1 und 2. Dieses Konzept, wie es u.a. auch die ESA verfolgt, reduziert einerseits die Kosten und gibt andererseits möglichst vielen Forschern, mit ihren verschiedenen Experimenten aus ähnlichen Gebieten, Zugang zur Nutzung der Mikrogravitation. Aus diesem Grund ist es meist nicht möglich eine für jede Art von Experimenten optimierte Anlage zu erhalten, vielmehr müssen viele Kompromisse akzeptiert werden. Aus diesem Grund wird im folgenden auf einige Probleme bezüglich Meßwerterfassung und Auflösung der Meßdaten eingegangen, sowie auf Schwierigkeiten bei der Durchführung der Volumenverstellung und Temperaturregelung und deren Auswirkung auf die Messungen.

### 4.5.1 Defizite der ALICE 2 Apparatur

Wie oben beschrieben, wurde die ALICE 2 Apparatur als autonome Einheit konzipiert um, bis auf die Stromversorgung, unabhängig von den Systemen der MIR Station arbeiten zu können. Da sowohl eine online Datenübertragung zur Bodenstation als auch eine Speicherung auf Stationsdatenträger nicht möglich war, wurden alle Daten auf eigenen Systemen, wie z.B. PCMCIA Karten und Videodatenträger, gespeichert.

#### Meßwertauflösung

Während der ersten Missionen der ALICE 2 war der Speicherplatz auf den PCMCIA Karten sehr begrenzt, da sie nur 4Mbyte groß waren. Daher wurden die Druck- und Temperaturwerte nicht im Ascii-Format abgespeichert, wo jede Ziffer ein Byte belegt, sondern im Word16-Format als "zwei-Byte-Wert". Diese Form ist zwar platzsparend, der Nachteil liegt aber in der geringeren Genauigkeit. Die Grundidee besteht darin, den gesamten Meßbereich in  $2^{16}$  Sektoren aufzuteilen und nicht den Wert selbst, sondern die Sektornummer des Sektors abzuspeichern, in dem der Meßwert liegt.

Statt jedoch den gesamten Bereich voll auszunutzen, wurden von der ALICE 2 die ersten 4 bits nur mit Nullen beschrieben, so daß mit den restlichen  $2^{12}$  Sektoren und bei einer maximal möglichen Signalgröße von 25 mV und einem für den Drucksensor spezifischen Umrechnungsfaktor von etwa 0.291 mV/bar die Auflösung der kleinsten Signaländerung etwa 21 mbar entsprach. Wie sich später zeigte, war diese Auflösung für die Forced Piston Effect Experimente viel zu grob, so daß eine Auswertung schwierig war, da teilweise die Druckeffekte kleiner waren als die Auflösung.

Unverständlich ist, warum vom Hersteller der ALICE 2 nur eine 12 bit Auslösung statt einer möglichen 16 bit Auflösung verwendet wurde und von dem gemessenen Signal nicht ein konstanter Druckwert abgezogen wurde, unter den dieser aufgrund des Experimentverlaufs nicht fallen würde! Dadurch könnte auf einfache Weise der Signalwert und damit auch die Sektorgröße, bei gleichzeitiger Vergrößerung der Auflösung, verringert werden. Diese Methode wurde für die Meßbrücke der Thermistoren verwendet, wo über das Timeline Programm ein, dem momentanen Temperaturbereich entsprechender, Widerstandswert eingegeben wurde, um den im Bereich von  $\pm 200 \Omega$  nun gemessen werden konnte. Auf die gleiche Art hätte man die Auflösung des Drucksensors leicht auf einen realistischen Wert von 1 bis 3 mbar verbessern können.

Ein zweites Problem des Drucksensors stellte das starke Rauschen der Signale besonders während der 25 Hz Messungen dar. Hier wurden oft Amplituden von 100 mbar und mehr erreicht. Die Standardabweichung ergibt für diesen Fall einen Wert von 32 mbar rms (rms = Wurzel aus der mittleren Fehlerquadratsumme). Dies deutet auf die Verwendung eines schlechten bzw. falschen Filters hin. Vergleichsmessungen im Frequenzbereich von 22 Hz mit einem Keithley 2001 Multimeter zeigten einen glatten Kurvenverlauf der Meßdaten mit einer Auflösung von etwa 3.8 mbar rms bei Verwendung eines geeigneten Filters. Diese Vermutung wurde im Gespräch mit Technikern unseres Kooperationspartners ICMCB<sup>12</sup> der Universität von Bordeaux bestätigt.

Die Temperaturwerte wurden zwar auch im gleichen Format wie die Druckdaten abgespeichert, da hier jedoch ein konstanter Wert (Größe nur abhängig vom ver-

---

<sup>12</sup> ICMCB steht für Institut de chimie de la matière condensée de Bordeaux

wendeten Fluid) abgezogen wurde und somit die abzuspeichernde Zahl deutlich kleiner war, konnte ein Wert von  $\Delta T_{\min} = 0.6$  mK erreicht werden. Auch das Rauschen bei den 25 Hz Messungen war deutlich geringer und hatte mit 0.4 mK rms eine akzeptable Größe. Für die YSI Meß- und Regelthermistoren ergab sich sogar eine Abweichung von nur 0.03 mK rms.

### Temperaturrampen

Für die Experimente zur Phasentrennung war vorgesehen, das Fluid vom einphasigen Gebiet mit einer stetigen Temperaturrampe in verschiedenen Geschwindigkeiten zwischen -12 mK/h und -500 mK/h abzukühlen. Obwohl diese Funktion in der Regelungseinheit für die Temperatur von VWZI schon vorbereitet worden war und auch in der CPF verwendet wurde, wurde dies im Funktionsmenü der ALICE 2 nicht angeboten. Man könnte zwar jeden zur Regelung einer T-Rampe notwendigen Temperaturpunkt einzeln in das Steuerprogramm eingeben, da aber die Anzahl der Aktionspunkte auf etwa 1600 begrenzt und auch keine Schleifenfunktion mit Temperaturreduzierung möglich war, erwies sich diese Lösung als nicht praktikabel. Um dennoch eine einigermaßen geregelte Temperaturrampe zu erhalten, mußte man sich mit einer Quenchapproximation behelfen. Mit Quenchen, also plötzlichem Heizen oder Kühlen über Peltierelemente, wurde die Temperatur allerdings stufenartig und nicht rampenförmig verändert. Da hierfür aber eine Schleifenfunktion zur Verfügung stand und die Schrittweite von 100 mk bis 0.1 mK beliebig einstellbar war, konnte die Rampenform ausreichend gut approximiert werden.

### Volumenverstellung

Der Mechanismus zur Volumenverstellung wurde so konstruiert, daß er von Hand bedient werden konnte. Dies hatte den Nachteil, daß zu jeder neuen Dichte-einstellung oder für die FPE Experimente ein Kosmonaut benötigt wurde. Da das Timeline Programm schon Wochen vor der Durchführung des Experiments geschrieben werden mußte und deshalb nicht absehbar war, ob der Kosmonaut zu einem exakten Zeitpunkt zur Verfügung steht, mußte im Ablauf des Experiments ein Fenster von einer Stunde für jede Crewaktivität vorgesehen werden. Während dieser Zeit liefen der Videorekorder und die Meßwerterfassung mit 25 Hz, so daß sehr viel wertvoller Speicher verbraucht wurde.

Es wäre besser gewesen, die Volumenverstellung mit einem rechnergesteuerten Schrittmotor durchzuführen. Die Genauigkeit der Wiederholbarkeit ist gegenüber der Handverstellung größer, man benötigt keinen Kosmonauten zu einem bestimmten Zeitpunkt, die Meßwerterfassung wird optimiert und man kann eine größere Anzahl von Experimenten durchführen. Da die ALICE 2 aber keine externen Anschlußmöglichkeiten besaß, die einen mit dem Rechner der Apparatur synchronisierten Ablauf zulassen würden, mußte auf diese Möglichkeit leider verzichtet werden.

#### 4.5.2 Vorteile und Nachteile des Laboraufbaus

Wie oben beschrieben, bildete der Laboraufbau die wichtigsten Funktionen der ALICE 2 nach, seine Aufgabe war es jedoch nicht, die Apparatur zu ersetzen. Er diente primär zur Bestimmung der isentropen Koeffizienten auf der Erde, der Beobachtung der Relaxation der Temperatur und der Kalibrierung der Thermistoren und des Drucksensors. Die kritische Dichte konnte nur grob voreingestellt werden, so daß die Feineinstellung mit dem Bodenersatzgerät der ALICE 2 in Bordeaux erfolgen mußte.

Die Genauigkeit der Temperaturmessung war mit einer Auflösung von 0.7 mK rms vergleichbar mit dem der ALICE 2. Die Druckmessungen erreichten mit 3.8 mbar rms sogar deutlich bessere Werte. Daher eignete sich der Laboraufbau, trotz einer mit 12 Hz pro Meßkanal nur halb so schnellen Meßfrequenz, gut für die FPE Messungen unter Erdschwere. Da die Dichte am Thermostat verstellt wurde, gab es bei den Laborversuchen keinen Unterschied in der Genauigkeit der Verstellung, sobald mit der ALICE 2 die kritische Dichte exakt ermittelt worden war.

#### 4.5.3 Genauigkeit der Dichteeinstellung

Einige Elemente der Meßzelle haben einen unterschiedlich gravierenden Einfluß auf die Genauigkeit der Dichteeinstellung und werden im folgenden genauer betrachtet.

##### Verdrillung der Verstellachse

Damit keine zu großen Temperaturgradienten in der SCU entstanden, welche die Regelung der ALICE 2 nicht mehr kompensieren konnte bzw. um die Verlustwärme zu minimieren, wurde das vordere Drittel der Verstellachse aus Hostaform

gefertigt. Allerdings verdrillte sich die Achse unter Belastung um bis zu 10 Grad während der Einstellung einer neuen, höheren Dichte. Diese Fehlerquelle wurde vernachlässigbar gering, wenn die Dichte verringert und der Kolben nach außen gefahren, also das Volumen vergrößert wurde. Die nach außen gerichtete Bewegung wurde vom Innendruck unterstützt und man mußte beim Drehen nur die Reibungskräfte des Gewindes überwinden. Dabei wurde die Verstellachse nicht mehr verdrillt. Dies wurde bei der Erstellung der Prozedur für den Kosmonauten berücksichtigt, so daß zur Einstellung einer größeren Dichte zuerst eine höhere Dichte eingestellt und danach langsam auf den gewünschten Wert wieder verringert wurde. Auf diese Weise betrug der maximale Fehler  $\pm 2$  Grad und die Dichte konnte theoretisch auf  $\Delta\rho_{\min} = 0.06\% \rho_C$  genau eingestellt werden.

#### Gewindenspiel

Die Kolbendichtung wurde derart konstruiert, daß die Reibungskraft zwischen Kolben und Dichtung nicht ausreichte, um den Kolben entgegen dem Innendruck ohne Unterstützung in seiner Stellung zu halten. Damit war ein ständiges Anliegen an der oberen Gewindeflanke gewährleistet und eine Hysterese bei der Volumenverstellung wurde vermieden.

#### Bestimmung der Fluidmasse

Wie in Kapitel 4.4 beschrieben, wurde nach dem Befüllen der Zelle das Volumen solange vergrößert, bis die kritische Dichte erreicht war und der Meniskus beim Kühlen aus dem einphasigen überkritischen Gebiet exakt in der Zellenmitte erschien. Die Unsicherheit in der Bestimmung der Masse des Fluids lag in der Schwierigkeit, das exakte Totvolumen der Zelle zu bestimmen. Die genaue Position des Kolbens wurde mit Hilfe von Zähler und Gradeinteilung auf dem Handgriff bestimmt. Mit dieser Position und mit dem bekannten Totvolumen konnte man das Gesamtvolumen (sichtbares und Kompensationsvolumen) berechnen. Das kritische Gesamtvolumen  $V_C$  setzte sich zusammen aus dem sichtbaren Zellenvolumen  $V_Z$ , dem Kanalvolumen  $V_K$ , dem Totvolumen zwischen Wand und Kolben  $V_{WK}$ , dem Totvolumen des Befüllkanals  $V_B$  und dem Kompensationsvolumen  $V_{Komp}$  bei kritischer Dichte. Damit berechnete sich das kritische Gesamtvolumen zu

$$V_C = V_Z + V_K + V_{WK} + V_B + V_{Komp} = 2286.3 \text{mm}^3. \quad (4.3)$$

Da das kritische Gesamtvolumen als Grundlage zur Berechnung der Kolbenpositionen für die anderen Dichteeinstellungen diente, wurde auf dessen exakte Bestimmung großen Wert gelegt. Die Genauigkeit des Gesamtvolumens wurde mit dem in der Praxis häufig eingesetzten Fehlerfortpflanzungsgesetz für zufällige Fehler wie folgt ermittelt:

$$\overline{\Delta V} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial V_i}{\partial x_i} \Delta x_i \right)^2} = 6 \text{mm}^3 \equiv 0.26\% \rho_C \text{ rms} \quad (4.4)$$

mit

$V_i$	oben aufgezählte verschiedene Volumina
$x_i$	in das Gesamtergebnis eingehende Einzelgrößen
$\Delta x_i$	mittlerer Fehler der in das Gesamtergebnis eingehenden Einzelgrößen

#### Wiederholbarkeit der Dichteeinstellungen

Die Wiederholbarkeit der Dichteeinstellung war primär vom Spiel der Verstellachse abhängig. Sie betrug entsprechend der oben angegebenen Berechnung  $\Delta \rho_{\min} = 0.06\% \rho_C$  und hatte somit nur einen geringen Einfluß auf die Exaktheit der Einstellung der mittleren Dichte. Wesentlich schwieriger wurde es, die jeweils gleiche mittlere Dichte im Zellen- und im Ausgleichsvolumen zu erreichen, bevor man das Ventil verschloß. Besonders gravierend wäre hier ein Temperaturgradient, der zu einem Dichtegefälle zwischen beiden Volumina führen würde. Dagegen war aber mit der Spitze aus Hostaform an der Verstellachse Sorge getragen.

Um den Dichteaustausch, also die Homogenisierung der Dichte, zwischen beiden Zellen zu beschleunigen, wurde für jede neue Dichteeinstellung zuerst die Zelle mit  $T = T_C + 1500 \text{ mK}$  auf eine Temperatur weit oberhalb der kritischen Temperatur aufgeheizt, so daß sich das Fluid immer weit im einphasigen Zustand befand. Hinzu kam, daß je weiter die mittlere Dichte des Fluids von der kritischen Dichte entfernt war, auch der Abstand zur Koexistenztemperatur  $T_{cx}$  größer wurde und damit den Prozeß unterstützte. Um dem Fluid genügend Zeit zur Homogenisierung der Dichte

zu geben, wurde mindestens eine Stunde gewartet. Diese Zeitdauer leitete sich aus Erfahrungswerten und der Bestimmung der Zeitkonstanten<sup>13</sup> zur Homogenisierung der Fluidichte von Zellen in der CPF während der IML-1 Mission (**Wilkinson**, 1998) ab.

Mit dieser Methode konnte sichergestellt werden, daß die Ungenauigkeit der Dichteeinstellung nicht größer wurde als durch die Verstellachse vorgegeben. Wiederholte Messungen am kritischen Punkt, bei denen zuerst die kritische Dichte um mindestens 10% verstellt und dann wieder auf die kritische zurückgestellt wurde, haben dies bestätigt.

#### Fluidverlust während des Meßzeitraums

Innerhalb der oben angegebenen Auflösungsgenauigkeiten ( $\pm 0.13\% \rho_C$ ) und mit Hilfe der optischen Überprüfungsmethode konnte während des gesamten Meßzeitraums (ca. 10 Monate) kein Fluidverlust festgestellt werden. Eine Überprüfung der Zelle nach Ende der Messungen war leider nicht möglich, da die Zelle aufgrund der Gewichtsbeschränkung der Rückkehrkapsel auf der Station verbleiben mußte. Sie ist zusammen mit der MIR Station am 23. März 2001 über dem Pazifischen Ozean zum Absturz gebracht worden.

#### **4.5.4 Zusammenfassung der Genauigkeiten**

Die Auflösung und das Rauschen der Temperaturmessung von ALICE 2 und des Laboraufbaus waren ähnlich. Der Vorteil der ALICE 2 lag hier eindeutig in der doppelt so schnellen Meßfrequenz:

Temperaturmessung	ALICE 2 Rauschen	0.4	mK rms (25 Hz)
	max. Auflösung	0.6	mK
	Labor Rauschen	0.7	mK rms (12 Hz)
	max. Auflösung	0.1	mK

---

<sup>13</sup> **Garrabos et al.** (1998) geben für CO<sub>2</sub> beispielsweise folgende Diffusionszeiten an:  $t_D = 3794$  Sekunden für  $T=T_C + 200$  mK und  $t_D = 123$  Sekunden für  $T=T_C + 16800$  mK!

Bei der Druckmessung gab es gravierendere Unterschiede. Hier war die Genauigkeit der Labormessungen um eine Größenordnung besser:

Druckmessung	ALICE 2 Rauschen	32	mbar rms (25 Hz)
	max. Auflösung	21	mbar
	Labor Rauschen	3.8	mbar rms (12 Hz)
	max. Auflösung	1.0	mbar

Die Dichte ließ sich trotz der einfachen manuellen Verstellung und des verhältnismäßig großen Dichtebereichs sehr genau bestimmen:

Bestimmung des Gesamtvolumens:  $V_C = 2286.3 \text{ mm}^3 \pm 3 \text{ mm}^3 \equiv \pm 0.13\% \rho_C$

Wiederholbarkeit der Dichteeinstellung:  $\Delta\rho_{\min} = 0.06\% \rho_C$

Einstellung der kritischen Dichte:  $\rho_C \pm 0.2\%$



## 5 VERSUCHSPROGRAMM UND KALIBRATION

Das Design der Zelle ist, wie im vorhergehenden Kapitel beschrieben, derart gewählt worden, daß verschiedenartige Messungen durchgeführt werden konnten. Zum einen die „Forced Piston Effect“ (FPE) und zum anderen die „Fast Phase Separation“ (FPSep) Experimente. Um beiden möglichst gut gerecht zu werden und die zur Verfügung stehende  $\mu\text{g}$ -Zeiten optimal auszunutzen, wurden beide Experimentarten miteinander verknüpft und eine Vielzahl von Versuchsläufen bei verschiedenen Dichten im Bereich von  $\rho = \rho_C \pm 30\%$  durchgeführt.

### 5.1 Durchgeführte $\mu\text{g}$ Experimente

Jedes Experiment dauerte 47,5 Stunden und bestand aus 2 Teilen (vgl. Bild 5-1). Jeder Teil benötigte eine eigene mittlere Dichteeinstellung und war in bis zu maximal 5 Abschnitte unterteilt, die sich aus bis zu 2 Kühlrampen (FPSep), 2 FPE Experimenten und am Ende jeweils einer neuen Dichteeinstellung zusammensetzten. Nachdem vom Kosmonaut die PCMCIA-Karte mit dem Versuchsprogramm in die ALICE 2 eingelegt, die Apparatur eingeschaltet und die DAT-Kassette zur Videoaufzeichnung eingesetzt worden war, wurde das Experiment gestartet. Zu Beginn eines jeden Versuchslaufs wurde das Fluid bei geschlossenem Ventil aufgeheizt, bis das Einphasengebiet und eine Temperatur von  $T = T_C + 1500 \text{ mK}$  erreicht waren. Auf diesem Niveau ruhte die Temperatur für ca. 1 Stunde. Dies diente der Homogenisierung von Temperatur und Dichte im Fluid der Zelle, deren Zeitdauer bei dieser Temperatur im Bereich von Minuten liegt. Zusätzlich wurde dieser Temperaturpunkt zu Anfang, in der Mitte und am Ende des Experimentlaufs als Referenz benutzt und zur eventuellen Korrektur der Kalibration der Thermistoren und des Drucksensors verwendet. Damit konnte man einfach überprüfen, ob die Thermistoren einer Drift unterliegen und wie groß der jeweilige Wert zur Korrektur sein mußte. Dies war besonders in unserem Fall wichtig, da die 9 Experimente über einen Zeitraum von 6 Monaten verteilt waren und aus Zeitgründen nicht jedesmal ein Kalibrationslauf vorgeschaltet werden konnte, da sonst zu viel kostbare Experimentzeit verloren gegangen wäre.

Beim anschließenden Fast Phase Separation Experiment, bei dem das Fluid mit einer bestimmten Temperaturrampe vom einphasigen ins zweiphasige Gebiet ge-

kühlt wurde, konnte das Entstehen der flüssigen und der gasförmigen Phase mit Blasen- und Tropfenwachstum und Koalitionsprozessen per Video beobachtet und aufgezeichnet werden. Dazu kühlte man das Fluid mit zwei verschiedenen Temperaturrampen, erst mit einer schnellen im Bereich von 500 bis 222 mK/h und dann mit einer langsamen im Bereich von 12 bis 100 mK/h, wobei zwischen beiden Rampen das Fluid zur Homogenisierung jeweils zuerst auf eine Temperatur oberhalb der Koexistenzkurve aufgeheizt wurde. Im Verlauf der schnelleren Rampe wurde das Fluid bis weit in das Zweiphasengebiet gekühlt, meist 2 bis 2.5 Kelvin unterhalb von  $T_{cx}$ , während bei der langsameren Rampe aus Zeitgründen nur der engere Bereich um den Koexistenzpunkt abgefahren werden konnte.

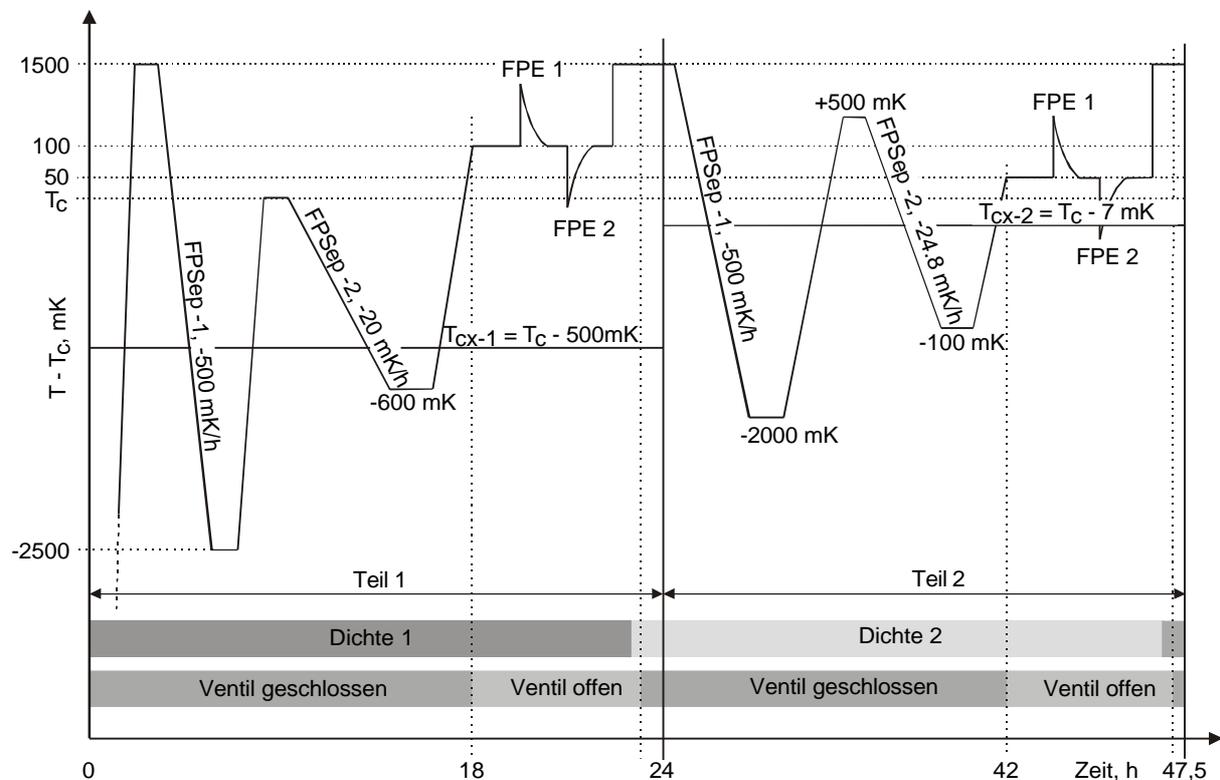


Bild 5-1: Typisches zeitliches Temperaturprofil am Beispiel von Experiment Nr 2. Dichte 1 ist hier  $\rho_1 = 1.205 \rho_C$ , Dichte 2 ist  $\rho_2 = 1.05 \rho_C$  und am Ende ist die neue Dichte  $\rho = 1.02 \rho_C$  für Exp. Nr. 3 eingestellt. Die jeweils zur Dichte gehörigen Koexistenztemperaturen sind mit  $T_{cx}$  bezeichnet.

Nach 18 Stunden waren die FP Sep Experimente beendet und der Forced Piston Effect Teil konnte beginnen, wobei zuerst das Ventil geöffnet, ein vorbestimmter Temperaturwert (siehe FPE Temp. Tabelle 5-1) angefahren und zur Homogenisierung genügend lange gewartet wurde. In der Regel führte ein Kosmonaut per Hand

zuerst einen positiven Dichtequench und nach einer Wartezeit von ca. 1 Stunde einen negativen Dichtequench durch. Eine größere Anzahl von Quenchen pro Experiment war wegen Crewzeitmangel und wegen der Homogenisierung der Dichte leider nicht möglich. Danach wurde wieder die Referenztemperatur  $T = T_c + 1500 \text{ mK}$  angefahren und anschließend die nächste Dichte eingestellt. Um wieder eine homogene Dichteverteilung zu erreichen, wurde erst nach einer ausreichenden Wartezeit ( $t > 1 \text{ Stunde}$ ) das Ventil geschlossen und der 2. Teil des Experiments konnte nach gleichem Muster beginnen. 47,5 Stunden nach Beginn des Experiments war der gesamte Lauf beendet.

Der überwiegende Teil der FPE Experimente (vgl. Bild 5-2) mit positivem oder negativem Dichtequench, fand im einphasigen Regime, also oberhalb der Koexistenzkurve statt. Nur ein Experiment (6a) wurde erfolgreich im Zweiphasengebiet durchgeführt. Drei Versuche (Exp. Nr. 2b, 3a und 4a) mit negativem Quench starteten einphasig, drangen kurzzeitig ins Zweiphasengebiet ein und kehrten wieder in das Einphasengebiet zurück. Die Wandtemperatur (Temp. FPE in Spalte 5 von Tabelle 5-1) wurde während des gesamten Verlaufs konstant gehalten (vgl. Kapitel 3.2) und nur das Fluid erfuhr eine Temperaturänderung.

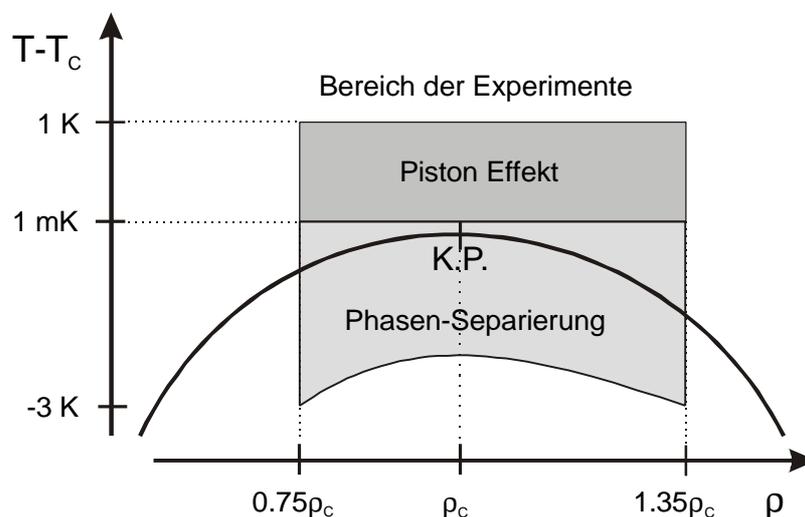


Bild 5-2: Grafische Darstellung des Bereichs der durchgeführten 1g und  $\mu\text{g}$  Experimente.

Wie in Kapitel 2.4 beschrieben, wurden die Phasenseparierungsexperimente auch zur Kalibrierung und Bestimmung der mittleren Fluidichte herangezogen. Im nahe kritischen Bereich dienten die Restlichtintensität und die Opaleszenz als Krite-

rium für die Erkennung der jeweiligen Koexistenztemperatur. Mit der sich ergebenden Temperaturdifferenz zu  $T_C$  und der Zustandsgleichung für  $SF_6$  (**Wyczalkowska and Sengers**, 1999) konnte die rechnerisch mittlere Dichte ermittelt werden. Zusammen mit der berechneten mittleren Dichte in Bezug auf die Kolbenstellung wird letztlich jeweils die mittlere Dichte in Tabelle 5-1 mit einem Fehler von  $\Delta\rho = \pm 0.2\%$   $\rho_C$  angegeben (vgl. Kap. 4.5.3).

Exp. Nr.	Dichte % $\rho_C$	FPSep Rampe 1	FPSep Rampe 2	Temp. FPE	FPE 1 $\Delta\rho$ in % $\rho_C$	FPE2 $\Delta\rho$ in % $\rho_C$
1a	100.00	- 500 mK/h	- 12.0 mK/h	$T_C + 100$ mK	+ 0.755	- 0.905
1b	111.17	- 500 mK/h	- 13.3 mK/h	$T_C + 100$ mK	+ 0.967	- 1.066
2a	121.63	- 500 mK/h	- 20.0 mK/h	$T_C + 100$ mK	+ 1.200	n/a
2b	103.84	- 225 mK/h	- 24.8 mK/h	$T_C + 50$ mK	+ 1.062	- 1.062
3a	102.03	- 225 mK/h	- 28.8 mK/h	$T_C + 20$ mK	-	n/a
3b	97.66	- 225 mK/h	- 24.8 mK/h	$T_C - 50$ mK	n/a	-
4a	100.00	- 225 mK/h	- 28.8 mK/h	$T_C + 30$ mK	-	- 0.811
4b	84.92	- 225 mK/h	- 20.6 mK/h	$T_C + 50$ mK	n/a	- 0.585
5a	90.08	n/a	n/a	$T_C + 100$ mK	n/a	- 0.680
5b	95.82	n/a	n/a	$T_C + 50$ mK	+ 0.745	- 0.745
6a	100.00	-	- 100 mK/h	$T_C - 100$ mK	+ 1.019	-
6b	115.32	- 222 mK/h	- 13.3 mK/h	$T_C + 50$ mK	+ 1.240	- 1.204
7a	130.39	- 500 mK/h	- 78.0 mK/h	$T_C + 100$ mK	n/a	n/a
7b	135.35	n/a	n/a	$T_C + 50$ mK	+ 1.515	- 1.715
8a	124.91	- 500 mK/h	- 78.0 mK/h	$T_C + 50$ mK	+ 1.160	- 1.160
8b	106.24	-	- 100 mK/h	$T_C - 50$ mK	n/a	n/a
9a	106.24	-	- 60 mK/h	$T_C + 500$ mK	+ 0.910	- 0.940
9b	74.36	- 500 mK/h	- 77.1 mK/h	$T_C + 50$ mK	+ 0.401	- 0.500

Tabelle 5-1: Zusammenfassung aller 9 Perseus Experimentläufe. Die Größe der Dichtequenche in Spalte 6 und 7 ist bezogen auf die kritische Dichte. Die Angabe „n/a“ bedeutet, daß das Experiment aufgrund eines Crew- oder Apparaturfehlers nur eingeschränkt verwendbar war. Temp. FPE in Spalte 5 entspricht der Wandtemperatur und wurde konstant gehalten.

Insgesamt sind 9 Experimente durchgeführt worden. Diese enthielten 27 kühlende Temperaturrampen, 11 PFE Experimente mit positivem Dichtequenche und 12 mit negativem Quenche. Eine genaue und übersichtliche Zusammenfassung aller Versuchsläufe ist Tabelle 5-1 zu entnehmen.

## 5.2 Die Kalibration der Thermistoren

Zur Regelung der Temperatur der Fluidzelle im Thermostat wurde eine Vielzahl verschiedener Sensoren verwendet, wie z.B. Thermoelemente, Thermistoren und Peltier Elemente. Da uns keine Informationen über die Sensoren im Thermostat, sondern lediglich über die in der SCU und der Meßzelle zur Verfügung standen, sollen auch nur letztere näher betrachtet werden.

### 5.2.1 Die Regelthermistoren von YSI

In die SCU wurden drei Thermistoren integriert. Der Regelthermistor diente der Regelelektronik der ALICE 2 zur Einstellung der gewünschten Temperatur, der Meßthermistor wurde zur Anzeige der Temperatur auf dem Display der ALICE 2 verwendet und der Safety-Thermistor verhinderte mit einer unabhängigen Elektronik ein unkontrolliertes Überhitzen bei Ausfall der Regelung.

Alle drei waren Präzisionsthermistoren von YSI<sup>14</sup>, Artikelnummer 44908, mit einem nominellen Widerstand von  $R = 10.000 \Omega$  bei  $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$  und negativem Temperaturkoeffizient (NTC). Die Sensorköpfe wurden zur besseren Temperaturleitfähigkeit jeweils mit einem gut wärmeleitenden Kleber in eine Schraube eingegossen und diese wiederum mit einer Wärmeleitpaste versehen in die SCU eingeschraubt. Die Position des Regelthermistors lag dabei möglichst in der Nähe der Meßzelle (vgl. Bild 4-4). Die Zeitkonstante betrug in dieser Konfiguration etwa 1 Sekunde, bei einer maximalen Abweichung zwischen den einzelnen Thermistoren von  $\Delta T = \pm 0.1 \text{ K}$ . Der tatsächliche Abstand zwischen dem Regel- und dem Meßthermistor in der Flugzelle war exakt  $\Delta T = T_M - T_R = 82 \text{ mK}$  groß. Da in die Regelung der ALICE 2 nicht die genaue Kennlinie eines jeden Regelthermistors eingegeben werden konnte, sondern eine Standardkennlinie vorprogrammiert war, kam es bei der Ermittlung der Temperatur des kritischen Punkts naturgemäß zu einer gerätespezifischen Abweichung vom tatsächlichen  $T_C$ . Mit dem von uns verwendeten Thermistor wurde eine kritische Temperatur ermittelt, die mit  $T_{C, ALICE} = 45.505 \text{ }^\circ\text{C}$  genau 62 mK unterhalb des Literaturwerts von **Wagner et al.**, (1992) lag. Die YSI Thermistoren waren vor dem Einbau in unsere SCU vom Van der Waals-Zeeman Laboratorium der Universität Am-

---

<sup>14</sup> Yellow Springs Instrument Co., Inc., Yellow Springs, Ohio 45387, USA

sterdam gealtert und für den Temperaturbereich 25°C bis 65 °C mit Hilfe eines Platin-Widerstandsthermometers KOL 155, eines Keithley 196 Digitalmultimeters und einem Strom von 0.1 mA kalibriert worden.

### 5.2.2 Die Meßthermistoren von Thermometrics

Um das Fluid nahe seines kritischen Punkts während der Temperaturmessungen so wenig wie möglich zu beeinflussen, wurden Sensoren benötigt, die möglichst klein waren und für die dynamischen Vorgänge sehr schnelle thermische Reaktionszeiten besaßen. Ideal für diese Aufgabe waren die mit Glas beschichteten Perlen-Thermistoren der Firma Thermometrics. Die Thermistoren mit der Typenbezeichnung B10KA103K waren mit einem Kopfdurchmesser von 0.25 mm (B10) ausreichend klein und die thermische Zeitkonstante von 10 msec war schnell genug für die 40 msec (25 Hz) Messungen im static mode. Mit einem nominellen Widerstand von  $R = 10 \text{ k}\Omega$  (103) bei 25 °C wiesen sie ein ähnliches T-R Profil auf, wie die YSI Regelthermistoren des Thermostats.

Es war wichtig, eine Gruppe von drei Thermistoren zu finden, die in etwa gleiche Widerstände und Kennlinie besaßen. Da sie im Thermostat zusammen über eine einzige Meßbrücke geschaltet waren, die nur im Bereich von  $\Delta R = \pm 200 \Omega$  um einen softwaremäßig eingestellten und dem jeweiligen Temperaturwert entsprechenden Widerstandswert messen konnte, mußte dieser Widerstandswert gemäß dem auf der PCMCIA Karte programmierten Temperaturprofil im Verlaufe des Experiments immer wieder nachgestellt werden, damit die Widerstände der Thermistoren nicht aus dem Meßbereich herauswanderten. Um die Widerstandswerte der drei Thermistoren dicht zusammen zu haben, wurden ca. 80 zuerst zur Reduzierung der zeitlichen Drift im Ofen einige Wochen gealtert, danach das jeweilige T-R Profil aufgenommen und Dreiergruppen ausgesucht, deren Profil und T-R-Verlauf gut übereinstimmten. Schließlich wurde die Abweichung zwischen den Thermistoren durch Korrekturwiderstände weiter reduziert, bis der Unterschied im besonders interessanten Temperaturbereich von 42°C bis 48°C nur noch maximal 10  $\Omega$  betrug.

Die Thermistoren wurden mit feinen (0.02 mm Durchmesser) Anschlußdrähten aus Platin geliefert. Da diese zu weich waren, um die Thermistoren vor allem während der Startphase des Progress Transporters (Beschleunigung > 6g) exakt in ihrer

Position zu halten, wurden sie auf IC-Halterungen aufgelötet. Thermistor 1 war 0.46 mm von der Zellenmitte und Thermistor 2 nur 0.67 mm vom Zellenrand entfernt, während Thermistor 3 in der Zellenwand in etwa 1 mm Tiefe steckte.

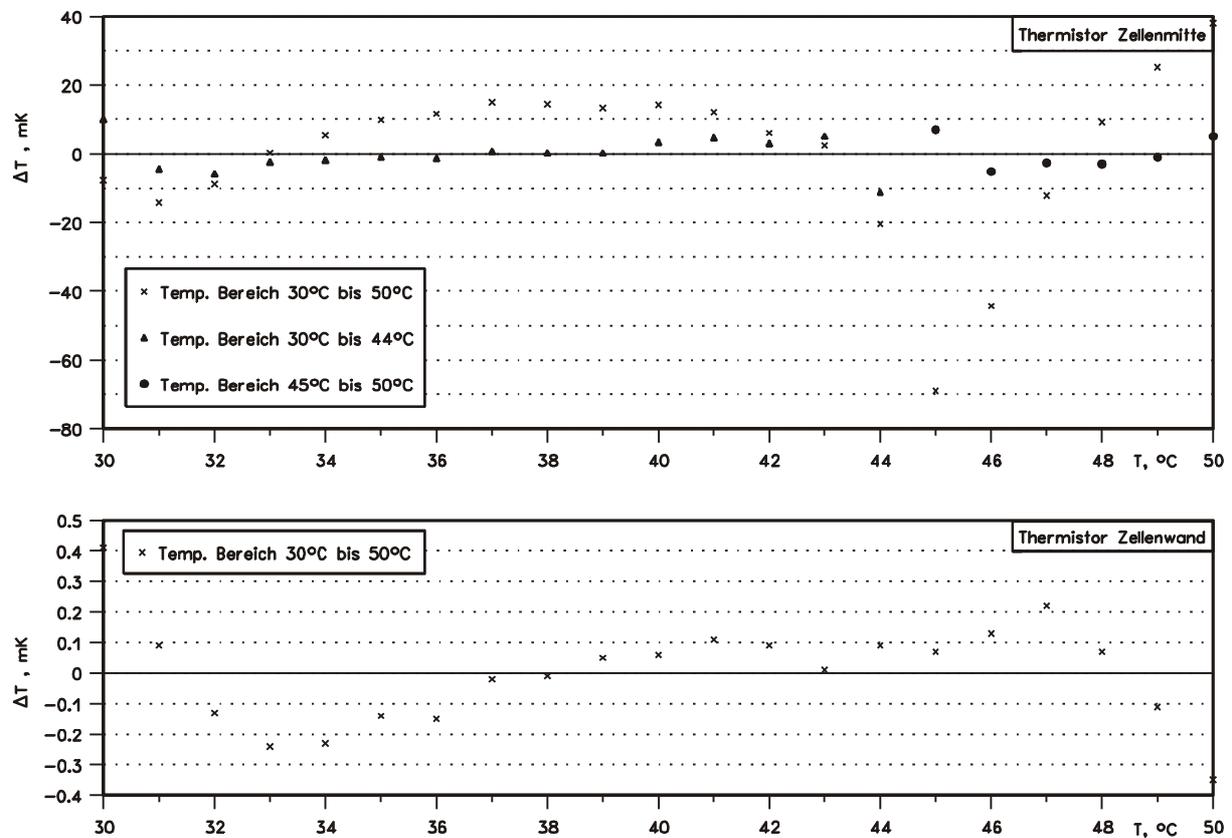


Bild 5-3: Abweichung der berechneten Temperaturwerte aus der Kennlinie der Thermistoren von den gemessenen Werten. Während für den gesamten T-Bereich von 30 °C bis 50°C die Kennlinie des Thermistors in Zellenmitte (oben) große Abweichungen von bis zu 70 mK aufwies, reduzierte sich die maximale Abweichung auf 11.2 mK für eine bereichsweise Kalibration. Der Wandthermistor (unten) hingegen zeigte nur eine maximale Abweichung von 0.4 mK, da er von der Temperaturleitfähigkeit des Fluids unabhängig war.

Die Kalibration der Meßthermistoren gestaltete sich schwierig. Eine Eichung in einem Aluminiumblock, wie bei den YSI Thermistoren oder im eingebauten Zustand, aber ungefüllter Zelle war nicht möglich, da aufgrund der Eigenerwärmung und des unterschiedlichen Temperaturleitverhaltens von Aluminium, Luft und SF<sub>6</sub> eine falsche Kennlinie ermittelt worden wäre. Besonders dramatisch war die Abweichung für die beiden Thermistoren, die mit dem Fluid in Berührung kamen, da sich die Temperaturleitfähigkeit stark ändert und mit Annäherung an die kritischen Temperatur gegen

Null geht. Aus diesem Grund wurden die Meßthermistoren im eingebauten Zustand und bei gefüllter Zelle kalibriert und die Eichung zweigeteilt durchgeführt. Die für jeden Thermistor individuellen Eich-Koeffizienten  $a$ ,  $b$  und  $c$  wurden demnach für das Zweiphasengebiet und das Einphasengebiet ermittelt. Der dritte Thermistor, der in die Aluminiumwand der Zelle integriert war, wurde von den Fluideigenschaften nicht beeinflusst.

Für die Kalibrierung verwendeten wir ein auf absolute Temperatur kalibriertes Standard Platin Widerstandsthermometer (Pt-25) Model 162 der Firma Rosemount. Zur Beschreibung der Thermistor-Kennlinie kam die Steinhart-Hart Gleichung zum Einsatz, die für die Temperaturbereiche  $30^{\circ}\text{C}$  bis  $45.5^{\circ}\text{C}$  und  $45.5^{\circ}\text{C}$  bis  $50^{\circ}\text{C}$  als die optimale Funktion gilt (**Dally et al.**, 1993):

$$T = \frac{1}{a + b \cdot \ln(R) + c \cdot \ln(R)^3} \quad (5.1)$$

Trotz Alterung und sorgfältiger Auswahl der Meßthermistoren stellte sich nach der Auswertung des ersten  $\mu\text{g}$  Versuchslaufs heraus, daß alle Thermistoren eine so starke Drift aufwiesen, daß mit den vor der Mission bestimmten Koeffizienten die Auswertung nicht durchgeführt werden konnte. Der Grund liegt vermutlich darin, daß die Meßzelle während der Lagerung vor dem Start in Baikonur im Februar Temperaturen unter dem Gefrierpunkt ausgesetzt war. Da aber die Thermistoren nur für einen Temperaturbereich von  $15^{\circ}\text{C}$  bis  $70^{\circ}\text{C}$  gealtert wurden, kam es typischerweise durch die tiefen Temperaturen zu einer Verschiebung der Kennlinie und zur Auslösung einer neuen Drift.

Aus diesem Grund wurde zu Beginn des ersten Laufs auf der MIR Station eine Kalibration für den Temperaturbereich  $40^{\circ}\text{C}$  bis  $48^{\circ}\text{C}$  durchgeführt. Zum Anfahren der Temperaturstufen durch die ALICE 2 Regelelektronik wurden nur die für relative Temperaturen geeichten und im Vergleich zum PT-25 ungenaueren YSI-Regel-Thermistoren verwendet, so daß die angefahrenen Temperaturstufen nicht den wirklich absoluten Werten entsprechen. Dieser Fehler konnte aber korrigiert werden, indem im Anschluß an die Kalibrationsphase, die kritische Temperatur durch eine  $T_C$ -Suche in Form eines langsamen Phasenseparationslaufs bestimmt wurde. Damit konnte man den genauen Abstand der Temperaturstufen zur gemessenen kritischen

Temperatur und konnte diesen zum Literaturwert von  $T_{C,Lit.} = 318.717 \text{ K}$  (**Wyczalkowska and Sengers, 1999**) ins Verhältnis setzen. Mit den nun absoluten Temperatur- und den gemessenen Widerstandswerten wurden die jeweiligen Koeffizienten mit Gl. 5.1 berechnet. Dies war zwar keine hundertprozentig genaue absolute Temperatureichung, was aber in unserem Fall der Messungen nicht so wichtig war, da nur relative, auf die kritischen Temperatur bezogene Versuche durchgeführt wurden. Die Kennlinie konnte auf diesem Wege für den für uns interessanten Temperaturbereich mit ausreichender Genauigkeit ermittelt werden.

Ein größeres Problem stellte die Langzeitdrift aller drei Thermistoren dar, die trotz Alterung nicht verhindert werden konnte. Die Drift wurde mit Hilfe der oben erwähnten Referenztemperatur von  $T_C + 1500 \text{ mK}$  korrigiert, die zu Anfang, Mitte und Ende eines jeden Experiments angefahren wurde. Dazu berechnete man für alle Meßthermistoren an den drei Referenzpunkten die jeweilige Temperatur aus den Widerstandswerten, verglich sie mit dem Kalibrationslauf und bestimmte die Temperaturabweichung. Dabei stellte sich heraus, daß die Drift während des Experimentverlaufs einen linearen Verlauf aufwies. Damit konnten die Temperaturwerte der Thermistoren mit einem linearen Korrekturfaktor auf einen mit dem Kalibrationslauf konformen Wert gebracht werden. Im Schnitt betrug die Drift während der Zeit der laufenden Experimente für den Thermistor in Zellenmitte  $-1.83 \text{ mK/Tag}$ , am Zellenrand  $+11.28 \text{ mK/Tag}$  und in der Wand  $+0.65 \text{ mK/Tag}$ .

Der Grund, warum der Wert für den zweiten Thermistor so hoch lag, konnte nicht mit letzter Gewißheit ermittelt werden. Es wird vermutet, daß die Glasperle, die das eigentliche Thermistormaterial als Schutzmantel umgibt, einen Riß bekommen hatte, das Material mit dem  $\text{SF}_6$  reagierte und sich deshalb die Kennlinie so stark veränderte. Leider liegen noch keine Erfahrungswerte über den Langzeiteinfluß der kosmischen Strahlung auf die Thermistoren und deren Materialien vor. Der Thermistor kann nicht untersucht werden, da er zusammen mit dem Thermostat auf der MIR Station zurück blieb. Trotzdem hatte die Drift aller Thermistoren keinen störenden Einfluß. Die Effekte, die wir während unserer Läufe gemessen hatten, dauerten meist nur wenige Minuten und in deren Verlauf wurden nur Temperaturveränderungen, aber keine absoluten Temperaturen gemessen. Somit lag der Fehler weiterhin innerhalb der Meßgenauigkeit der Apparatur.

### 5.3 Die Eichung des Drucksensors

Bei der Eichung des Drucksensors wurde ähnlich wie mit den Thermistoren verfahren. Der verwendete Drucksensor wurde geeicht von der Firma ENTRAN geliefert. Da aber während des Einbaus Druck auf das Gehäuse ausgeübt wurde, hatte sich die Kennlinie und vor allem der Nullpunkt geringfügig verändert, weshalb der Sensor im Labor im gefüllten Zellenzustand im Temperaturbereich 36°C bis 50 °C neu kalibriert werden mußte. Das hatte gleichzeitig den Vorteil, daß in dieser Eichung die Temperaturkompensation mit enthalten war. Die bei konstanten 22°C ermittelten Kalibrationswerte von ENTRAN lagen bei 0.274 mV/bar.

Zur Eichung wurde im Labor der Sensor an eine Konstantspannungsquelle mit einer Speisung von 1,4 VDC angeschlossen. Nachdem mit einer  $T_C$ -Suche der kritische Punkt bestimmt worden war, wurden 13 Temperaturpunkte mit  $\Delta T = 1$  K im Bereich  $T_C - 9 \text{ K} \leq T \leq T_C + 3 \text{ K}$  angefahren und die Sensorsignale mit einem kalibrierten Keithley Multimeter 2001 gemessen. Mit der Zustandsgleichung für  $\text{SF}_6$  von **Wyczalkowska and Sengers** (1999) wurde für die 13 Temperaturpunkte jeweils der dazugehörige Druck bei kritischer Befüllung berechnet, mit den Sensorwerten ins Verhältnis gesetzt und somit die neue Kennlinie mit einem Wert von 0,24935 mV/bar ermittelt.

Auf die gleiche Art wurde während des ersten Laufs unter  $\mu\text{g}$  nochmal die Kennlinie bestimmt und mit der vorherigen verglichen. Die Abweichungen waren dabei minimal. Es ist jedoch zu beachten, daß die Genauigkeit der Labormessungen bei 3.8 mbar rms und die der ALICE 2 Messungen bei 32 mbar rms lag (Kap. 4.5). Vorteil ist auch hier wieder, wie bei den Thermistoren, daß eine relative Druckmessung ausreichend war und eventuelle Fehler bei der absoluten Meßwertbestimmung unberücksichtigt bleiben konnten.

### 5.4 Die Reinheit des Fluids

Das für die Meßzellen verwendete Fluid Schwefelhexafluorid  $\text{SF}_6$  wurde von der Firma Air Products erworben, welche die Reinheit mit 99.99 Gew./Gew.-% angab, bei einem maximalen Fremdgasanteil in der Gasphase für die Komponenten  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$  und  $\text{CF}_4$  von jeweils 100 vppm. Diese Angaben wurden von uns nicht weiter überprüft sondern vom Hersteller übernommen. Da die meisten Fremdanteile in der Gasphase

enthalten sind, wurde beim Füllen der Zelle darauf geachtet, daß das Fluid nur in seiner flüssigen Form der Druckflasche entnommen wurde. Vor dem endgültigen Füllen war die Zelle dreimal bei Raumtemperatur (ca. 22 °C) mit dem Fluid gespült worden, wobei das Fluid 1 Tag in der Zelle verblieb. Vor jeder Neubefüllung wurde die Zelle jedesmal mindestens 3 bis 4 Stunden lang evakuiert. Damit sollte verhindert werden, daß eventuelle Restspuren von Azeton, welches zur Reinigung der Zelle verwendet wurde, das Fluid verunreinigte.



## 6 DYNAMISCHES TEMPERATURVERHALTEN

Der Verlauf von Druck und Temperatur eines typischen Forced Piston Effect Experiments unter 1g wird in Bild 6-1 gezeigt. In diesem Beispiel wurde die Temperatur der Zellenwand und damit des Fluids auf  $T_{\text{start}} = T_C + 1000 \text{ mK}$  eingestellt und lag demnach weit oberhalb der kritischen Temperatur im Einphasengebiet. Während sich die Fluidtemperatur im Verlauf der Messung änderte, wurde die Wandtemperatur mit der Regelung als Randbedingung konstant gehalten. Die mittlere Dichte im Fluid war zu Beginn mit  $\rho_{\text{start}} = \rho_C$  und einer Genauigkeit von  $\pm 0.2\%$   $\rho_C$  kritisch eingestellt. Der Thermistor Th-1 war in der Mitte der Zelle und Th-2, in dieser Orientierung im Gravitationsfeld, genau 0.54 mm oberhalb des Bodens positioniert. Ein dritter Thermistor Th-3 war ohne Kontakt zum Fluid unterhalb von Th-2 in die Aluminiumwand integriert und diente als Referenz der dargestellten Temperaturdifferenzen. Vor Beginn der Messungen wurde dem Fluid ausreichend Zeit zur Homogenisierung von Temperatur und Dichte gegeben.

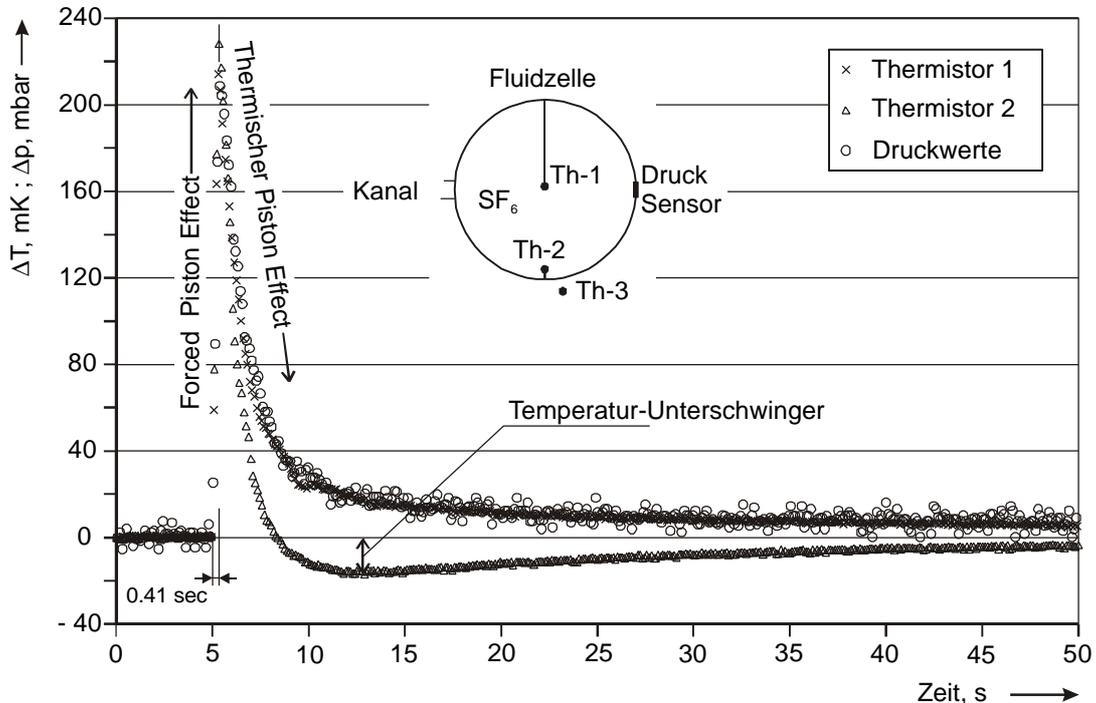


Bild 6-1: Typisches Beispiel für ein FPE Experiment mit dem Verlauf von Druck und Temperatur nach einem Dichtequench von  $\Delta\rho = +1.03\%$   $\rho_C$ . Anfangs- und konstante Wandtemperatur war  $T_{\text{start}} = T_C + 1000 \text{ mK}$  und die anfängliche mittlere Dichte betrug  $\rho_{\text{start}} = \rho_C$ . Der Unterschwinger der Temperatur wurde an der Th-2 Position registriert.

Im ersten Teil des Experiments, auch als „Forced Piston Effect“ bezeichnet, wurde das Fluid innerhalb von  $\Delta t = 0.41$  Sekunden um  $\Delta \rho = 1.03\% \rho_C$  komprimiert. Dieser schnelle Dichtequench soll als quasi adiabat angesehen werden und ist mit einem steilen Temperatur- und Druckanstieg verbunden. Der gemessene Temperaturunterschied zur Wand erreicht dabei Werte von  $\Delta T_{Th-1} = 214$  mK bzw.  $\Delta T_{Th-2} = 228$  mK an den Positionen der beiden Thermistoren. Der Druck erhöht sich um  $\Delta p = 208$  mbar. Sobald der Quenchvorgang beendet ist, erreichen die Druck- und Temperaturwerte jeweils ihr Maximum.

Aus diesem adiabaten Anstieg von Druck und Temperatur und der Dichteänderung werden im ersten Abschnitt dieses Kapitels die isentropen Koeffizienten der Gl. (3.20) berechnet. Dafür sind eine Vielzahl von 1g und  $\mu$ g Messungen bei unterschiedlichen Anfangsdichten und Starttemperaturen durchgeführt worden. Die Berechnungsmethode wird nachfolgend genauer beschrieben und die Berechnungen aus den Meßergebnissen mit den theoretischen Berechnungen der Zustandsgleichung für  $SF_6$  verglichen.

Der zweite Abschnitt dieses Kapitels beschäftigt sich mit dem anschließenden Relaxationsverhalten. Nachdem während des gesamten Quenchverlaufs die Fluidtemperatur höher ist als die Wandtemperatur, setzt sofort Abkühlung ein. Während der Abkühlphase kann, wie im oben gezeigten Beispiel, teilweise die Temperatur lokal unter den Anfangswert sinken. Es wird die Abhängigkeit dieses Phänomens von Dichte, Temperatur und Größe der Beschleunigung und der damit verbundenen Konvektion untersucht und mit anderen Experimenten aus der Literatur verglichen.

## 6.1 Isentrope Koeffizienten

Sämtliche PE Experimente verwendeten als Fluid  $SF_6$ , welches zur Homogenisierung auf eine Temperatur von 1 K oberhalb der kritischen Temperatur aufgeheizt wurde. Danach wurde die gewünschte Starttemperatur eingestellt (vgl. Tabelle 5-1) und anschließend bei offenem Ventil dem Fluid ausreichend Zeit zur Homogenisierung von Temperatur und Dichte gegeben. Der folgende Dichtequench, der leider von Hand ausgeführt werden mußte, wurde möglichst schnell und gleichmäßig mit typischen Quenchzeiten von  $t_{Quench} = 350 \text{ msec} \pm 100 \text{ msec}$  und Quenchgrößen von  $\Delta \rho_{Quench} < 1\% \rho_C$  durchgeführt. Dieses Verfahren war sowohl für 1g als auch  $\mu$ g Be-

dingungen identisch. Für die Auswertung wurden nur die Daten des Thermistors Th-1 verwendet. Da er genau in der Zellenmitte angeordnet war, wurden seine während des Quenches gemessenen Temperaturveränderungen im Fluid nicht so stark von Randphänomenen beeinflusst, wie die des Thermistors Th-2, der direkt am Rand der Zelle positioniert war.

Bild 6-2 zeigt zusammenfassend die Tendenz des maximalen Temperaturanstiegs nach einer Kompression für vier Anfangsdichten als eine Funktion der Anfangstemperatur. Die Abszisse stellt die verwendeten Anfangstemperaturen im Bereich von  $T_C - 3000 \text{ mK} < T < T_C + 1000 \text{ mK}$  dar, für welche die Quenche durchgeführt wurden. Die Quenche waren alle in einem Größenbereich von  $\Delta p = +0.86\% \rho_C \pm 0.04\% \rho_C$  für die vier Anfangsdichten  $\rho_{\text{start}} = 1.00 \rho_C, 1.09 \rho_C, 1.19 \rho_C$  und  $1.31 \rho_C$ . Die vier durchgezogenen Linien zeigen den Verlauf für die jeweilige Dichte. Die Punkte, die oberhalb dieser Linien liegen, gehören zu Messungen mit größeren Dichteunterschieden und schnelleren Quenchverläufen, während die Punkte darunter den langsameren und kleineren Quenchen zugeordnet werden. Die Messungen in diesem Plot sind mit dem Laboraufbau durchgeführt worden.

Obwohl die Punkte an jedem Temperaturlevel zum Teil weit gestreut sind, kann man den Einfluß der Dichte deutlich erkennen. Offensichtlich zeigen die Quenche, welche nahe der kritischen Dichte durchgeführt wurden, den kleinsten Temperaturanstieg, während der größte Temperaturanstieg bei höchster Dichte zu verzeichnen ist. Außerdem ist der Temperaturanstieg um so kleiner, je näher die Anfangstemperatur an der kritischen Temperatur im Einphasengebiet liegt. Betrachtet man in diesem Zusammenhang Gl. (3.25) wird deutlich, daß auch die spezifische isochore Wärmekapazität  $c_v$  einen Einfluß auf den Temperaturanstieg während des Quenchvorgangs hat. Unter der in Kapitel 3.3 beschriebenen Voraussetzung, daß

$$\left( \frac{\partial p}{\partial T} \right)_s \sim \left( \frac{\Delta p}{\Delta T} \right) \quad (6.1)$$

erhält man mit Gl. (3.25) und Umformungen folgenden Zusammenhang:

$$\Delta T = \frac{\Delta p}{c_v} \cdot T \cdot p \cdot \beta_v \quad \text{mit} \quad \beta_v = \frac{1}{p} \left( \frac{\partial p}{\partial T} \right)_v \quad (6.2)$$

Da die (spezifische) isochore Wärmekapazität  $c_v$  am kritischen Punkt divergiert, geht der Temperaturanstieg  $\Delta T$  gem. Gl. (6.2) mit Annäherung an den kritischen Punkt gegen Null. Damit wirken sowohl der Piston Effect als auch die isochore Wärmekapazität der Temperaturerhöhung entgegen. Dieser Effekt ist bei mittlerer kritischer Dichte am ausgeprägtesten und verstärkt sich mit Erreichen der kritischen Temperatur, also am kritischen Punkt noch mehr, wie man Bild 6-2 entnehmen kann.

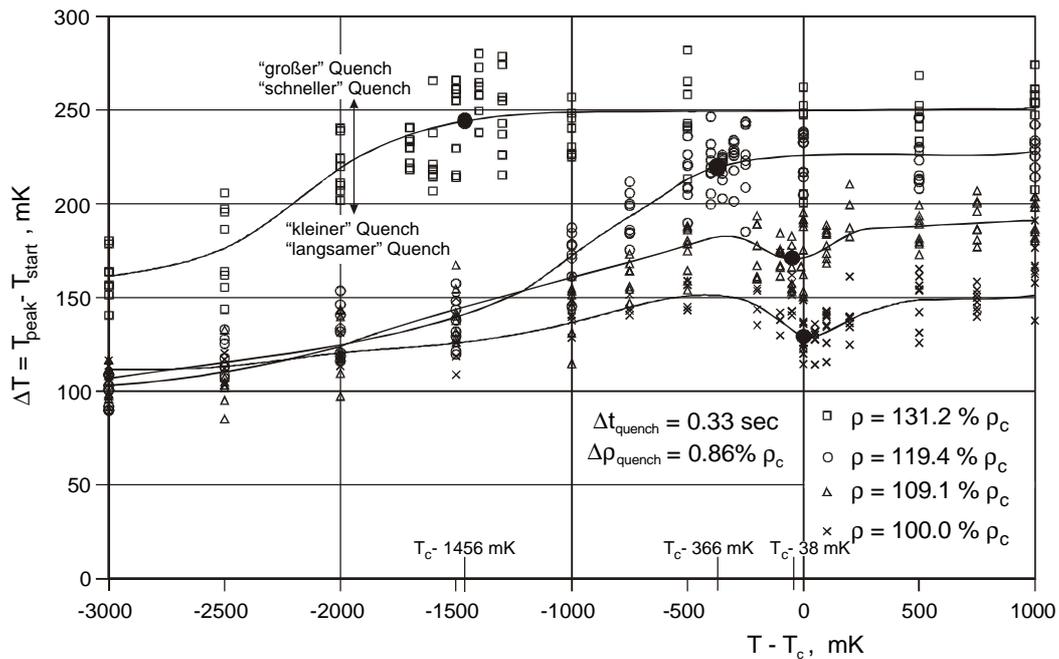


Bild 6-2: Entwicklung des maximalen Temperaturanstiegs am Ort von Thermistor Th-1 (Zellenmitte) nach Dichtequenchen der Größe  $\Delta\rho = +0.86\% \rho_c \pm 0.04$  und Quenchzeiten  $\Delta t = 0.31 \text{ sec} \pm 0.03$  für die verschiedenen Anfangsdichten  $\rho_{\text{start}} = 1.00 \rho_c, 1.09 \rho_c, 1.19 \rho_c$  und  $1.31 \rho_c$ .

Auf der Abszisse in Bild 6-2 sind die zu den jeweiligen Dichten gehörenden Temperaturen der Koexistenzkurve unter Angabe des jeweiligen Temperaturwerts markiert und die entsprechende Kurve ist an dieser Stelle mit einem schwarzen Punkt gekennzeichnet. Der Thermistor in Zellenmitte war so angeordnet, daß er für alle (über)kritischen Dichten dieser Messungen, genauso wie Th-2, in die flüssigen Phase eingetaucht ist, sobald die Temperatur ins Zweiphasengebiet fällt. Damit gelten für beide Thermistoren gleiche Voraussetzungen. Folgt man dem Verlauf der Kurven, dann fällt auf, daß die Größe des Temperaturanstiegs beim Quench im Zweiphasengebiet ( $\rho_f < \rho_{\text{sat},T}$ ) eine abnehmende Tendenz aufweist. Je weiter die Temperatur abnimmt, desto mehr gleichen sich die Kurven der verschiedenen Dich-

testufen an, so lange bis eine Unterscheidung nicht mehr möglich ist. In dem hier gezeigten Temperatureausschnitt trifft das auf die Dichten  $\rho = 1.0 \rho_C$ ,  $1.09 \rho_C$  und  $1.19 \rho_C$  zu und man erkennt, daß auch der Verlauf für  $\rho = 1.31 \rho_C$  sich sehr stark annähert. Dieser Effekt kann jedoch einfach erklärt werden. Sobald sich das Fluid im Zweiphasengebiet befindet, ist nur noch die Temperatur der bestimmende Faktor für die Dichte der flüssigen Phase und die Dichte der gasförmigen Phase und zwar unabhängig von der mittleren Fluidichte über das gesamte Zellenvolumen. Wichtig ist nur, daß die Temperatur niedrig genug ist, damit sich beide Phasen ausbilden können. Je weiter dann noch die Fluidtemperatur von  $T_C$  entfernt ist, um so geringer wird der Einfluß der kritischen Phänomene bzw. der Koexistenzkurve. Das ist der Grund, weshalb z.B. bei  $\rho = 1.31 \rho_C$  die Kurve nicht sofort mit den anderen übereinstimmt, sondern sich erst allmählich annähert.

### 6.1.1 Korrektur der Rohdaten

Bild 6-3 zeigt die theoretischen Verläufe des isentropen Differenzenquotienten  $(\Delta p/\Delta T)_S$  für die 3 überkritischen Starttemperaturen  $T = T_C + 1 \text{ mK}$ ,  $50 \text{ mK}$  und  $1000 \text{ mK}$ , berechnet aus der Zustandsgleichung (EoS) für  $\text{SF}_6$  von **Wyczalkowska** und **Sengers** (1999) für den Dichtebereich<sup>15</sup>  $550 \text{ kg/m}^3 < \rho < 1050 \text{ kg/m}^3$ . Im direkten Vergleich dazu sind eine Auswahl an Werten des isentropen Koeffizienten eingetragen, welche aus den 1g Messungen mit der ALICE 2 und dem Laboraufbau aus Bild 6-2 berechnet wurden, sowie einigen  $\mu\text{g}$  Versuchen der ALICE 2 Flugapparatur. Da mit dem Laboraufbau eine große Anzahl von Experimenten durchgeführt werden konnte, wurden dafür jeweils die Mittelwerte berechnet und mit einem Balken zur Kennzeichnung des Bereichs der verschiedenen Ergebnisse versehen. Alle anderen Punkte stellen Einzelmessungen dar.

Wie man der Darstellung entnehmen kann, existiert zwischen den theoretischen und den aus den Versuchen berechneten Werten eine Abweichung von fast 100 Prozent, wobei die größten Abweichungen mit Annäherung zum kritischen Punkt hin zu verzeichnen sind. Auffällig ist außerdem, daß alle Meßwerte oberhalb der theoretischen Kurven liegen. Dies kann auf einen systematischen Fehler bzw. systemati-

---

<sup>15</sup> Zur Erinnerung, die kritische Dichte von  $\text{SF}_6$  liegt bei  $742 \text{ kg/m}^3$ .

schen Einfluß auf die Messung hindeuten, kann aber auch auf einer Unzuverlässigkeit der Zustandsgleichung beruhen. Daher wollen wir an dieser Stelle zuerst untersuchen, wie die Dichte- und Temperaturveränderungen gemessen und daraus die Koeffizienten berechnet werden.

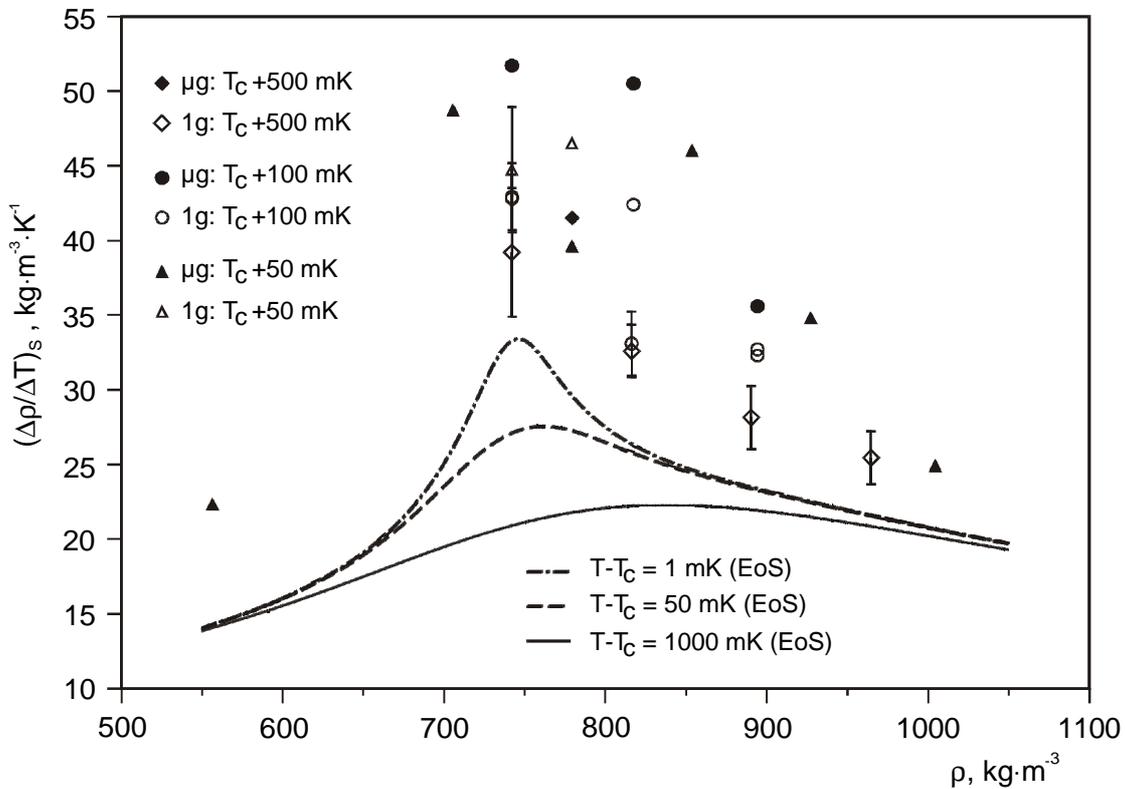


Bild 6-3: Isentrope Quotienten  $(\Delta\rho/\Delta T)_s$  berechnet aus den Rohdaten der 1g und  $\mu\text{g}$  Messungen im Vergleich mit der Zustandsgleichung für  $\text{SF}_6$ .

Leider ist während des Quenchvorgangs nichts über den zeitlichen Verlauf der Dichteänderung  $(\partial\rho/\partial t)$  bekannt, da dies nicht mit der vorhandenen Versuchseinrichtungen gemessen werden kann. Die Größe des Dichtequenchs  $\Delta\rho$  errechnet sich daher aus dem Unterschied der Gradeinteilung vor und nach der Verstellung des Kolbenmechanismus. Diese Verstellung kann bis auf  $\pm 2^\circ$  genau bestimmt werden, was einer Unsicherheit in der Dichte von 0.06%, bezogen auf die kritische Dichte  $\rho_c$ , entspricht. Da die Größe des Quenchs in einem Bereich von 0.8 bis 1.2%  $\rho_c$  liegt, beträgt die Ungenauigkeit in der Bestimmung dieser Werte maximal 3.2%.

Wenn man, wie in Gl. (6.3), statt des Differentialen einen Differenzenquotienten verwendet, wird aus dem infinitesimalen Zeitschritt  $\partial t$  die Gesamtdauer des Quench-

vorgangs  $\Delta t$ . Da die Messungen für Druck und Temperatur synchron ablaufen und damit die Dauer des Quenches für beide gleich lang ist, sind etwaige Ungenauigkeiten bei der Ermittlung von  $\Delta t$  nicht von Bedeutung, da sich dieser Teil für die Berechnung des Koeffizienten gemäß Gl. (6.3) herauskürzt. Trotzdem wird die Quenchzeit so kurz wie möglich gehalten ist und liegt typischerweise bei Zeiten von weniger als 0.5 Sekunden. Der zeitliche Einfluß der Quenchdauer auf die Berechnung des isentropen Koeffizienten wird in Kapitel 6.1.2 betrachtet.

$$\frac{\partial p}{\partial t} \cdot \left( \frac{\partial T}{\partial t} \right)^{-1} = \frac{\partial p}{\partial T}; \quad \frac{\Delta p}{\Delta t} \cdot \left( \frac{\Delta T}{\Delta t} \right)^{-1} = \frac{\Delta p}{\Delta T} \quad (6.3)$$

Die Fehler in der Bestimmung des Dichtequenches, sowie der Quenchdauer und die Vereinfachung können zusammen die große Abweichung vom theoretischen Wert des isentropen Koeffizienten nicht erklären, daher muß der größere Fehleranteil von der Erfassung und Bestimmung des Temperaturwerts stammen. Wie bei der Dichte gilt auch für die Temperatur, daß zur vereinfachten Berechnung statt des Differentials  $\partial T$  die Temperaturdifferenz  $\Delta T$  verwendet wird. Der Grund dafür liegt in der niedrigen Meßfrequenz, die nur eine sehr geringe Anzahl von Temperaturwerten während eines Quenches ermöglicht und eine exakte Berechnung des Temperaturgradienten nicht zuläßt. In der Regel sind es nur 3 bis 8 Werte pro Sensor während des Quenchvorgangs, wie in Bild 6-1 im als Forced Piston Effect markierten Teil zu erkennen ist. Obwohl man mit der ALICE 2 Apparatur im 25 Hz Modus eine recht ordentliche Scanrate zur Verfügung hat, ist im Fall der kurzen Quenchzeiten von etwa 0.35 Sekunden auch ein 40 msec Abstand zwischen den einzelnen Meßpunkten trotzdem sehr lang. Noch schwieriger wird es im Fall des Laboraufbaus, da hier die Scanrate pro Kanal nur bei etwa 10 Hz liegt und demnach nur 3 bis 4 Meßpunkte pro Quench aufgezeichnet werden.

Bild 6-4 verdeutlicht die Problematik an einem extremen Beispiel. Hier wurde der Quench mit  $\Delta t = 0.209$  sec sehr schnell durchgeführt und gleichzeitig mit der langsamen Scanrate der Laborapparatur gemessen. Zwischen den Meßpunkten 1 und 2 liegen nur 0.117 Sekunden, in diesem Zeitraum steigt die Temperatur aber um etwa 120 mK an, während zwischen Meßpunkt 2 und 3 die Temperatur anscheinend nur noch um ungefähr 5 mK ansteigt, obwohl die Dauer des Zeitintervalls gleich ist.

Da sich  $\Delta T$  aus der Differenz der mittleren Fluidtemperatur vor dem Quench (Meßzeitpunkt 0) und der maximalen Temperaturänderung im Fluid am Ort des messenden Thermistors berechnet (Meßzeitpunkt 3), ergibt sich ein  $\Delta T = 142.8 \text{ mK}$ . Mit der Kompression in der Größe von  $\Delta \rho = 0.753\% \rho_C$  erhält man einen Wert für den isentropen Koeffizienten, der mit  $(\Delta \rho / \Delta T)_s = 39.1 \text{ kg/m}^3\text{K}$  etwa 52% über dem theoretischen aus der Zustandsgleichung liegt. Sieht man sich allerdings den weiteren Verlauf der Meßkurve nach Punkt 3 etwas genauer an, fällt auf, daß dieser Meßpunkt nicht das Temperaturmaximum sein kann. Das Maximum muß vielmehr irgendwo zwischen 2 und 3 liegen.

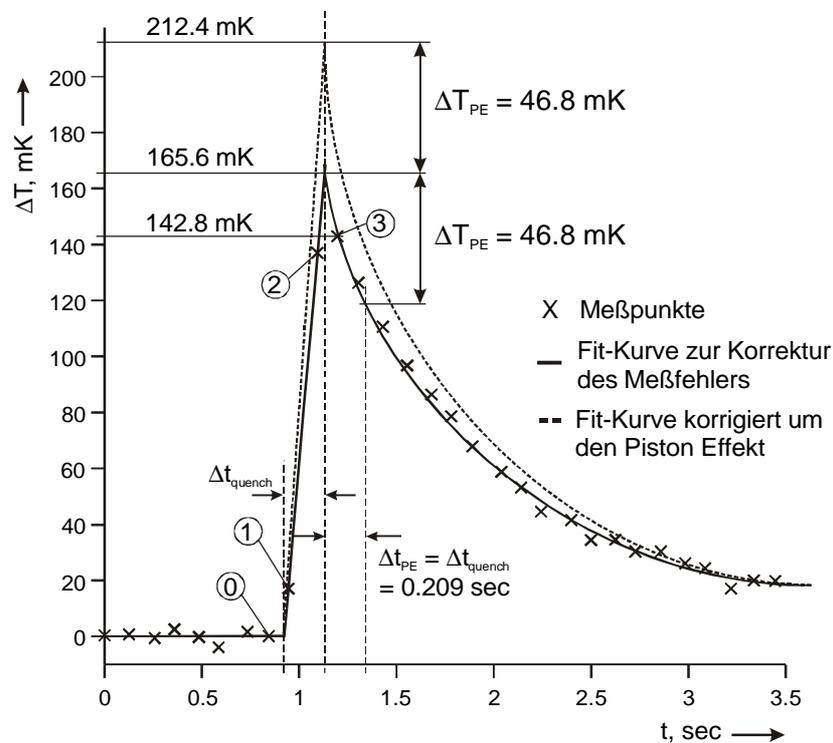


Bild 6-4: Problematik der Bestimmung der isentropen Koeffizienten aus den Temperaturdaten. Korrektur der Messungengenauigkeit mit Hilfe eines Fits im ersten Schritt. Korrektur der Fitkurve um den Einfluß des PE im zweiten Schritt. Starttemperatur  $T = T_C + 100 \text{ mK}$ , mittlere Dichte zu Beginn  $\rho = \rho_C$ , Größe des Dichtequenchs  $\Delta \rho = 0.753\% \rho_C = 5.587 \text{ kg/m}^3$ .

Um das wahre Maximum zu finden, wird durch die Punkte vor und nach Meßpunkt 3 jeweils ein geeigneter Fit gelegt. Der Schnittpunkt zwischen den beiden Fitkurven (durchgezogene Linien) stellt das neue Temperaturmaximum dar, welches in diesem Fall  $\Delta T_{1, \text{Korr}} = 165.6 \text{ mK}$  beträgt. Mit dieser Methode, die den Nachteil des zu großen Meßintervalls ausgleicht, errechnet sich der korrigierte isentrope Koeffizient

zu  $(\Delta p/\Delta T)_{s, 1.Korr} = 33.7 \text{ kg/m}^3\text{K}$  und liegt damit nur noch 30 Prozent über dem theoretischen Wert. Im letzten Schritt wird jetzt der Einfluß des Piston Effects, und wie wir später sehen werden, auch der Konvektion auf die Temperaturentwicklung berücksichtigt. Der Piston Effect versucht die Fluidtemperatur schon während des Quenchs auf die konstant bleibende Wandtemperatur zurückzubringen, sobald sich ein Temperaturunterschied auszubilden beginnt. Dadurch kann das Fluid nicht die Temperatur erreichen, welche aufgrund des Quenchs unter idealen Bedingungen theoretisch maximal möglich wäre.

Nach dem Fit wird jetzt die Zeitdauer des Quenches exakter ermittelt und ist in Bild 6-4 mit  $\Delta t_{\text{quench}}$  gekennzeichnet. Dies entspricht genau der Zeitspanne, in welcher der Piston Effect (PE) dem Temperaturanstieg schon entgegenwirken kann. Zur Abschätzung der Größenordnung des PE Einflusses wird davon ausgegangen, daß der Temperaturabfall  $\Delta T_{\text{PE}}$  in dem Zeitintervall  $\Delta t_{\text{PE}}$  ( $=\Delta t_{\text{quench}} = 0.209 \text{ sec}$ ) nach Erreichen des Temperaturmaximums ( $\Delta T = 165.6 \text{ mK}$ ) genau dem Wert entspricht, um den das theoretische Temperaturmaximum durch den PE reduziert wird. Das bedeutet, daß nach einem „idealen“ Quench, bei dem während des Quenchvorgangs der Piston Effect noch nicht der Temperaturerhöhung entgegenwirkt, das Temperaturmaximum eigentlich um  $\Delta T = 46.8 \text{ mK}$  höher und damit bei  $\Delta T_{\text{max}} = 212.4 \text{ mK}$  liegen würde. Damit errechnet sich der um den Piston Effect korrigierte isentrope Koeffizient zu  $(\Delta p/\Delta T)_{s, PE-Korr} = 26.3 \text{ kg/m}^3\text{K}$  und weicht nur noch um etwa 2 Prozent vom theoretischen Wert ab. Um auf den wahren Wert der Koeffizienten zu gelangen, muß der Meßwert also auch um den vom Piston Effect bedingten Einfluß korrigiert werden (gestrichelte Linie). Mit diesen beiden Korrekturen wird der systematische Fehler berücksichtigt, der durch die für diesen Fall zu geringe Meßfrequenz und die endliche Zeit der Kolbenbewegung entsteht. In Tabelle 6-1 sind für dieses Beispiel die ermittelten Werte des Koeffizienten zusammengefaßt.

	Theorie	Rohdaten	1. Korrektur	PE-Korrektur
$(\Delta p/\Delta T)_s \text{ [kg/m}^3\text{K]}$	25.79	39.1	33.7	26.3
Abweichung [%]	0	51.6	30.7	2.0

Tabelle 6-1: Zusammenfassung der Ergebnisse des isentropen Koeffizienten vor und nach den Korrekturen für das Beispiel aus Bild 6-4. Die letzte Zeile gibt die Abweichung der berechneten Werte gegenüber dem Theoriewert aus der Zustandsgleichung an.

### 6.1.2 Ergebnisse der $\mu\text{g}$ und $1\text{g}$ Experimente

In Bild 6-5 bis Bild 6-7 sind die nach dem oben beschriebenen Verfahren korrigierten Ergebnisse der isentropen Quotienten  $(\partial\rho/\partial T)_s$ ,  $(\partial\rho/\partial p)_s$  und  $(\partial T/\partial p)_s$  aus den  $\mu\text{g}$  und  $1\text{g}$  Experimenten für den Dichtebereich  $550$  bis  $1050\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  enthalten. Die jeweils obere Grafik zeigt die Resultate aus den Labormessungen. Um die Übersichtlichkeit zu bewahren, werden nur die berechneten Punkte zu den äquivalenten theoretischen Grenzkurven angegeben, die den untersuchten Temperaturbereich ( $T_c + 1\text{ mK}$  bis  $T_c + 1000\text{ mK}$ ) einschließen. Die übrigen Punkte würden, wie die theoretischen Kurven auch, jeweils dazwischen liegen. Der Balken um den Mittelwert der Punkte gibt den Bereich an, in den die berechneten Werte der Einzelmessungen fallen.

Der jeweils untere Teil der Grafiken repräsentiert die Berechnungen aus sämtlichen durchgeführten Einzelmessungen mit dem Engineering- und dem Flugmodell der ALICE 2 Apparatur. Die Bodenmessungen ( $1\text{g}$ ) sind durch hohle Symbole, die  $\mu\text{g}$ -Messungen durch ausgefüllte Symbole gekennzeichnet. Trotz der im vorherigen Kapitel beschriebenen Schwierigkeiten konnte im überkritischen Dichtebereich für einzelne Werte der Differentialquotient berechnet werden. Aufgrund der erschwerten Druckmessung mit der ALICE 2, ist bei allen Quotienten, zu deren Berechnung der Druckwert benötigt wurde, ein Fehlerbereich (mittlere Fehlerquadratsumme) angegeben; aus Gründen der Übersichtlichkeit aber nur für die  $\mu\text{g}$  Experimente und deren direkte  $1\text{g}$ -Referenzmessungen. Nicht eingezeichnet sind die Fehlergrößen, die von der Auflösung der Temperatur- und Dichtemessung stammen, da sie im Vergleich zur Ungenauigkeit der Druckmessung verschwindend gering sind. Der Einfluß des Dichtefehlers  $\delta\rho$  auf den jeweiligen Quotienten ist bei hohen Dichten am größten und beträgt  $\delta\rho = \pm 2.7\%$  für  $\rho = 1.3 \rho_c$ , während der Temperaturfehler  $\delta T = \pm 2.1\%$  über den gesamten Bereich beträgt.

Für Bild 6-5 und Bild 6-6 fällt auf, daß weiterhin, trotz der durchgeführten Korrektur, sämtliche Ergebnisse der berechneten Quotienten zu groß im Vergleich zu den theoretischen Kurven aus der Zustandsgleichung sind. Das kann daran liegen, daß unsere Methode nicht genau genug ist, um die Auswirkung von Konvektion und Piston Effect auf den Temperatur- und Druckverlauf zu berücksichtigen. Die Tatsache, daß die Abweichungen in der Nähe der kritischen Dichte und Temperatur am

größten sind, scheint dies zu bestätigen. Es ist bekannt (vgl. Kap. 2), daß in diesem Bereich der Piston Effect und die Konvektionsneigung im Fluid viel stärker und daher deren Auswirkungen am größten sind. Da dieser Einfluß im weit über- bzw. unterkritischen Bereich geringer ist, passen dort die Quotienten sehr gut. Dies gilt besonders für die Labormessungen, die durch die Möglichkeit der Mittelung einer großen Anzahl an Versuchen einen sauberen Kurvenverlauf aufweisen. Auf der anderen Seite wurde die Zustandsgleichung von Wyczalkowska und Sengers aus den Ergebnissen vieler verschiedener Messungen entwickelt, so daß auch sie eine gewisse Ungenauigkeit in der Berechnung der isentropen Quotienten enthält. Über den Grad der Ungenauigkeit der Zustandsgleichung konnte keine Angabe gefunden werden.

$\frac{\Delta\rho}{\Delta T}$	Labora Aufbau	ALICE 2 – 1g	ALICE 2 - $\mu$ g
Theorie	25.79 kg/m <sup>3</sup> K	25.79 kg/m <sup>3</sup> K	25.79 kg/m <sup>3</sup> K
Korrektur	27.94 kg/m <sup>3</sup> K	29.90 kg/m <sup>3</sup> K	32.90 kg/m <sup>3</sup> K
Abweichung	+ 8.3 %	+ 15.9 %	+ 27.6 %
$\Delta t$	0.207 sec	0.267 sec	0.533 sec
$\Delta\rho$	0.936% $\rho_c$	0.753% $\rho_c$	0.700% $\rho_c$

Tabelle 6-2: Vergleich des theoretischen und der korrigierten isentropen Koeffizienten und Einfluß der Dauer der Quenchzeit für die 3 Apparaturen. Durchgeführt für die kritische Dichte bei  $T = T_c + 100$  mK, 1g und  $\mu$ g.

Zwei weitere Faktoren beeinflussen die Genauigkeit der Quotientenbestimmung. Die Berechnung der Quotienten aus den Messungen setzt adiabate Verhältnisse und einen stufenförmig durchgeführten Quench ( $\Delta t \rightarrow 0$ ) voraus. Unter realen Bedingungen ist das natürlich nicht möglich. Aufgrund des Unterschiedes der Temperatur zwischen Wand und Fluid wird, je nach Richtung, entweder Wärme über Leitung zugeführt oder abgeführt, wenn auch nur sehr wenig, wie später in Kapitel 6.2 zu sehen sein wird. Die Unterschiede in der Zeitdauer der verschiedenen Quenche beeinflusst ebenfalls die Berechnung des Quotienten. Dieser Zusammenhang ist in Tabelle 6-2 ersichtlich. Je schneller ( $\Delta t$ ) und je größer ( $\Delta\rho$ ) der Quench durchgeführt wird, desto geringer ist die Abweichung des Quotienten aus der Messung gegenüber dem theoretischen Wert. Dies hat sich für mehrere vergleichbare Fälle bestätigt. Daß der Laboraufbau in diesem Beispiel einen besseren Wert, aber die  $\mu$ g Messung den

schlechteren Wert ergeben, ist allerdings reiner Zufall und hat sich in anderen Fällen nicht bestätigt.

Ein eindeutiger Trend, wie sehr die Beschleunigung (1g oder  $\mu\text{g}$ ) einen Einfluß auf den Quotienten hat, ist vielleicht abgesehen von der Konvektion im nahe kritischen Bereich nicht auszumachen. Das liegt zum Teil an der geringen Zahl an Einzelmessungen über den gesamten Dichte- und Temperaturbereich, die keine statistische Mittelung zuläßt. Dazu ist eine größere Anzahl von  $\mu\text{g}$ -Messungen notwendig, was aber auf Grund der beschränkten Meßzeit und vor allem der zur Verfügung stehenden Crewzeit nicht möglich war. Daraus resultiert ein großer Streubereich, bei dem einige  $\mu\text{g}$ -Werte besser als 1g-Werte sind und umgekehrt. Auf der anderen Seite wirkt der für die Temperaturlausbreitung verantwortliche Piston Effect unter 1g genauso wie unter  $\mu\text{g}$ , da seine Ausbreitungsgeschwindigkeit primär vom Abstand zum kritischen Punkt abhängt. Lediglich die nur unter 1g auftretende Konvektion hat einen Einfluß, deren Größe aber vermutlich wegen der Meßungengenauigkeit vor allem bei der Druckmessung unerkant bleibt. Hier wäre eine schnellere Skanrate hilfreich.

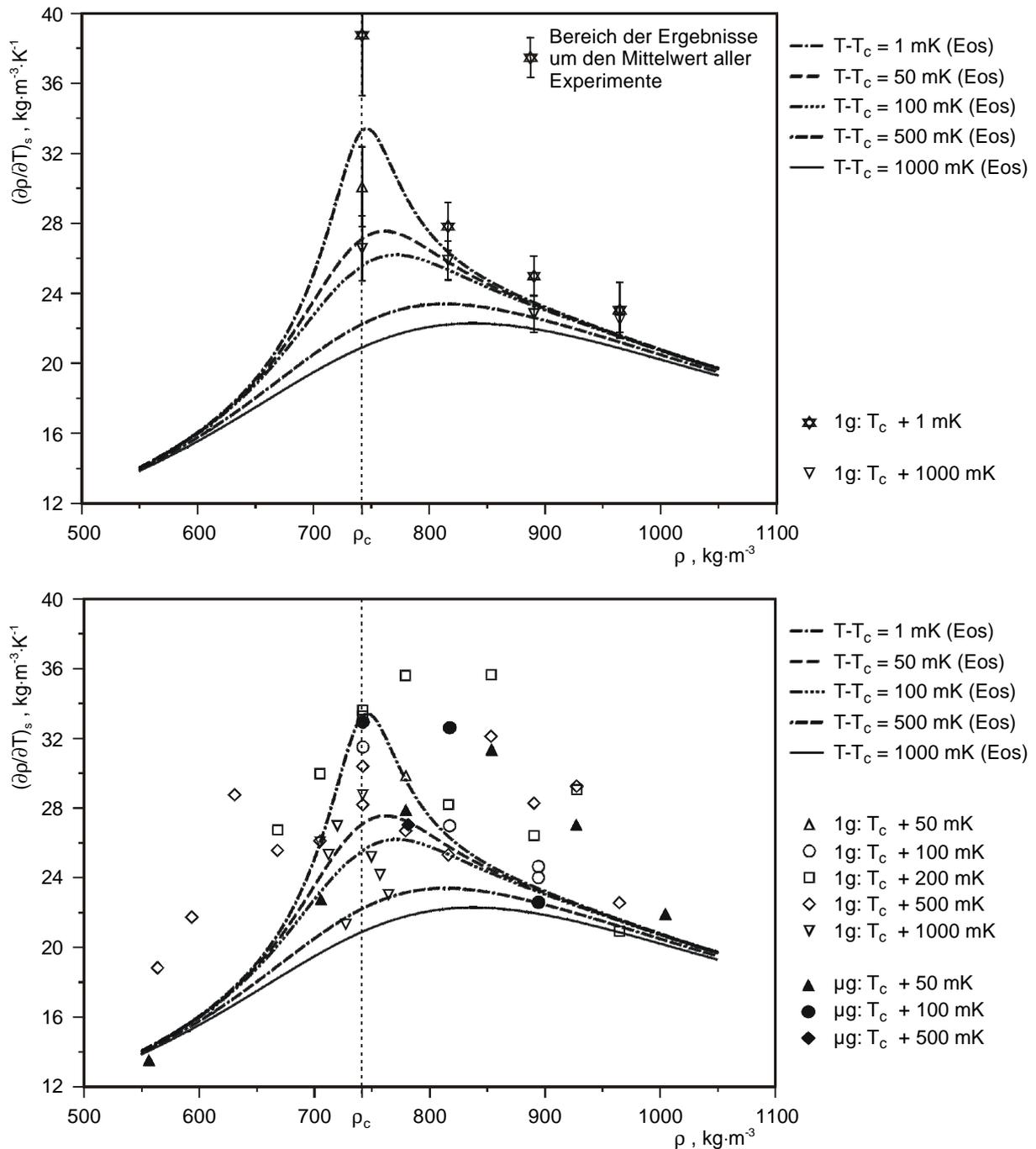


Bild 6-5: Isentroper Quotient  $(\partial p / \partial T)_s$  für den Dichtebereich  $0.75\rho_c < \rho < 1.4\rho_c$  und die angegebenen Starttemperaturen im Vergleich zur Zustandsgleichung (Eos) für  $\text{SF}_6$  ( **Wyczalkowska and Sengers, 1999**). Die obere Grafik zeigt die Ergebnisse der Laborversuche unter 1g. Da hier mehrere Versuche pro Dichte möglich waren, konnte jeweils ein Mittelwert aus allen Ergebnissen mit dazugehöriger Standardabweichung als Balken angegeben werden. Die untere Grafik zeigt die  $\mu\text{g}$  und die 1g Einzelergebnisse aus Vergleichsmessungen mit der ALICE 2 Apparatur. Die Ungenauigkeit der Dichteänderung liegt bei  $\delta\rho = \pm 2.7\%$  und der Temperaturänderung  $\delta T = \pm 2.1\%$ .

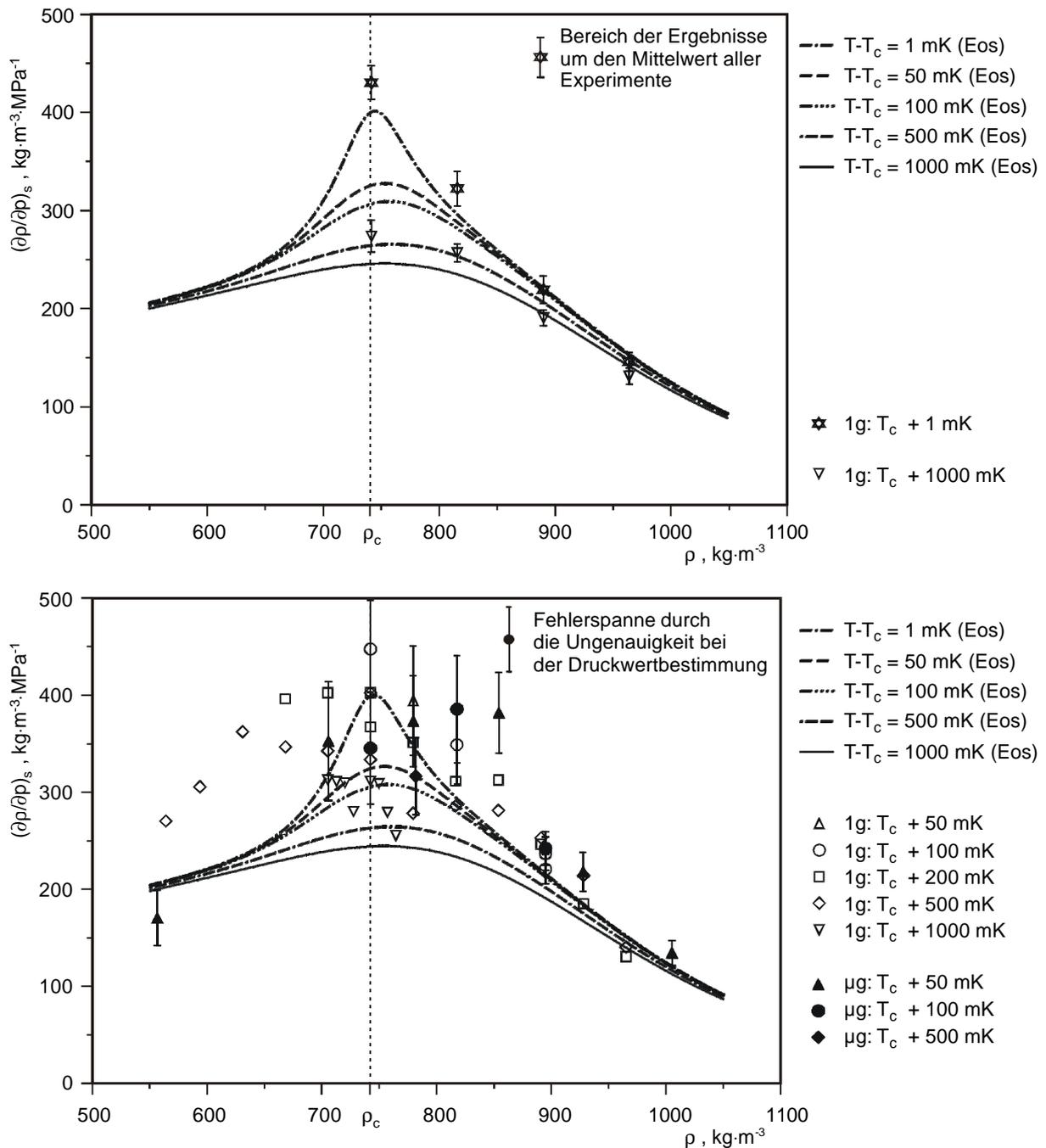


Bild 6-6: Isentroper Quotient  $(\partial\rho/\partial p)_s$  für den Dichtebereich  $0.75\rho_c < \rho < 1.4\rho_c$  und die angegebenen Starttemperaturen im Vergleich zur Zustandsgleichung für  $\text{SF}_6$ . Die obere Grafik zeigt die Ergebnisse der Laborversuche unter 1g. Der Mittelwert aus mehreren Ergebnissen ist jeweils mit dazugehöriger Standardabweichung als Balken angegeben. Die untere Grafik zeigt die Ergebnisse aus Einzelmessungen mit der ALICE 2 Apparatur. Die  $\mu\text{g}$  und direkt korrespondierenden 1g Ergebnisse aus Referenzmessungen sind mit einem Fehlerbalken versehen, der aus der Ungenauigkeit bzgl. der Bestimmung des Druckwertes resultiert. Die zusätzlichen Punkte stammen aus weiteren Einzelmessungen. Die Ungenauigkeit der Dichteänderung liegt bei  $\delta\rho = \pm 2.7\%$ .

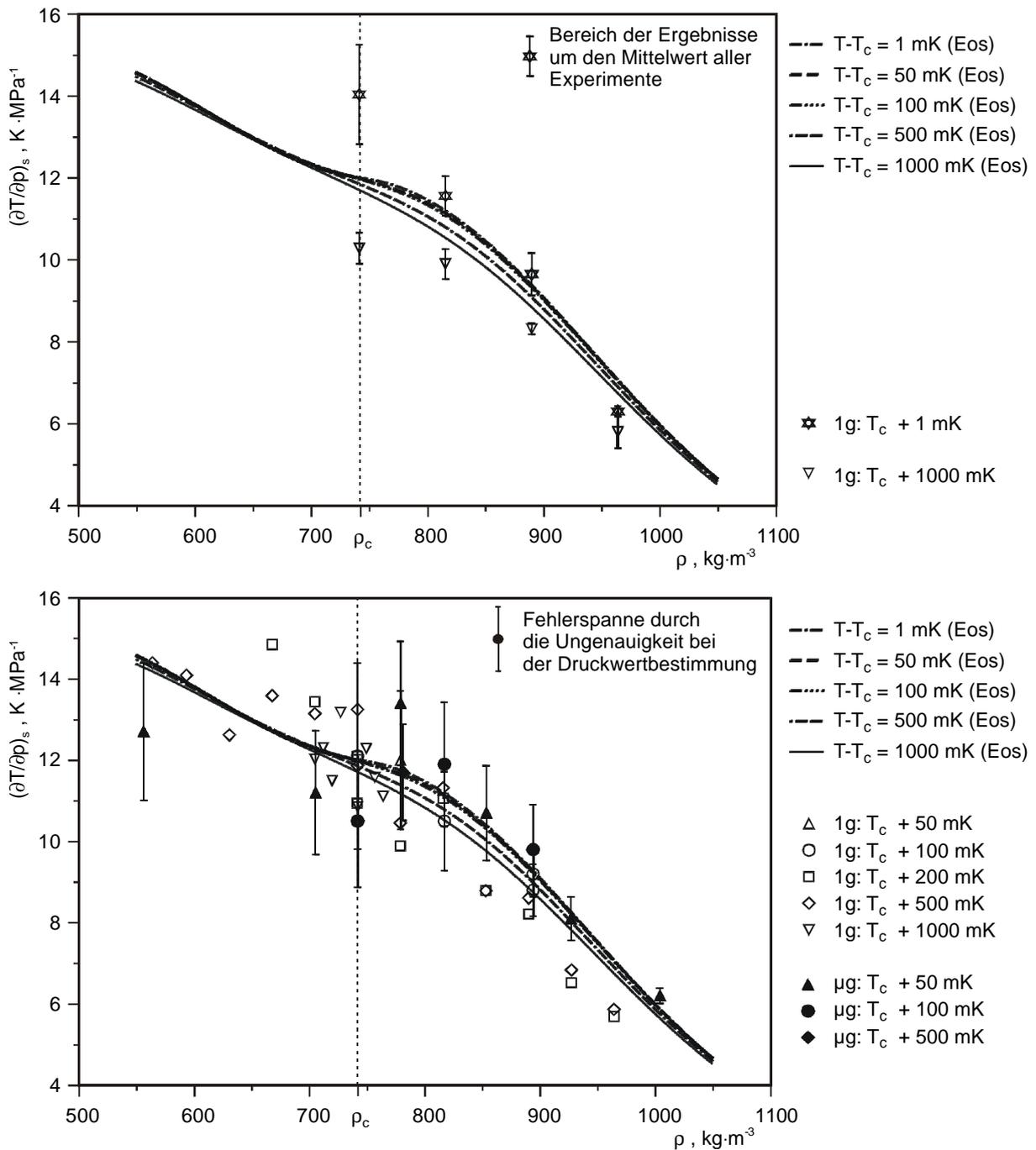


Bild 6-7: Isentroper Quotient  $(\partial T/\partial p)_s$  für den Dichtebereich  $0.75\rho_c < \rho < 1.4\rho_c$  und die angegebenen Starttemperaturen im Vergleich zur Zustandsgleichung für  $\text{SF}_6$ . Die obere Grafik zeigt die Ergebnisse der Laborversuche unter 1g. Der Mittelwert aus mehreren Ergebnissen ist jeweils mit dazugehöriger Standardabweichung als Balken angegeben. Die untere Grafik zeigt die Ergebnisse aus Einzelmessungen mit der ALICE 2 Apparatur. Die  $\mu\text{g}$  und direkt korrespondierenden 1g Ergebnisse aus Referenzmessungen sind mit einem Fehlerbalken versehen, der aus der Ungenauigkeit bzgl. der Bestimmung des Druckwertes resultiert. Die zusätzlichen Punkte stammen aus weiteren Einzelmessungen. Die Ungenauigkeit der Temperaturänderung liegt bei  $\delta T = \pm 2.1\%$ .

### 6.1.3 Literaturvergleich und Zusammenfassung

In der Literatur findet sich nur ein ähnliches  $\mu\text{g}$  Experiment, bei dem auch die isentropen Koeffizienten berechnet wurden. Fröhlich et al. (1996) haben statt Dichtequenche für den Temperaturbereich  $T_C + 100 \text{ mK} < T < T_C + 2000 \text{ mK}$  mit einem Thermistor Heizpulse unterschiedlicher Dauer in das Fluid geleitet und aus den Meßkurven des Drucksensors und eines Meßthermistors im Fluid die beiden isentropen Koeffizienten  $(\partial p/\partial T)_S$  und  $(\partial T/\partial p)_S$  abgeleitet. Die mittlere Dichte des Fluids  $\text{SF}_6$  betrug  $\rho = 1.27\rho_C$ . Die lokale Dichteänderung im Bulkfluid wurde mit einem Twyman-Green Interferometer beobachtet und die zeitliche Veränderung des Dichtegradienten mit der Lorentz-Lorenz Beziehung bestimmt. Die verschiedenen Koeffizienten wurden jeweils für den Zeitpunkt  $t=10$  Sekunden während des 15 Sekunden dauernden Heizpulses berechnet.

In Bild 6-8 werden einige unserer Ergebnisse (der Dichten  $1.1\rho_C$ ,  $1.2\rho_C$  und  $1.3\rho_C$ ) und die von Fröhlich et al. mit der Zustandsgleichung für  $\text{SF}_6$  von Wyczałkowska und Sengers verglichen. Die obere Grafik zum Druckquotienten  $(\Delta T/\Delta p)_S$  weist innerhalb der Meßgenauigkeit eine sehr gute Übereinstimmung unserer Werte im direkten Vergleich mit der Zustandsgleichung auf. Das gleiche gilt auch für die Werte von Fröhlich et al. Damit eignen sich beide Methoden gleich gut zur Berechnung des isentropen Druckquotienten. Die untere Grafik zum Dichte-Quotienten  $(\Delta p/\Delta T)_S$  zeigt, daß unsere Werte wieder in relativ guter Übereinstimmung mit der Zustandsgleichung sind, während die Werte von Fröhlich et al. einen systematischen Fehler von bis zu 100% aufweisen, auf den sie auch in ihrer Veröffentlichung hinweisen. Für diese Diskrepanz machen sie ihre idealisierte Annahme verantwortlich, daß in einem adiabaten Fluid außerhalb seiner heißen Grenzschicht keine Dichte- und Temperaturgradienten existieren und deshalb die Phasenverschiebung, welche sie mit dem Twyman-Green Interferometer messen, einer homogenen Erhöhung der Dichte entspricht.

Die Dynamik des Piston Effects ist manchmal schwer zu analysieren, weil Temperatur- und Wärmeleitung an den Zellwänden oft nicht gut definiert sind. Eine ideale Temperaturstufung ist schwierig zu realisieren, wenn man die langen Ausgleichszeiten in den klassisch verwendeten Materialien (1 bis 10 s) im Vergleich zu den charakteristischen Zeiten des Phänomens bedenkt. Die Tatsache, daß unsere Werte für

den untersuchten Bereich sehr gut übereinstimmen, deutet auf den Vorteil unserer verwendeten Meßmethode hin, die mit den mechanischen Einstellungen eine ausreichend genaue Berechnung der Dichteänderung zuläßt. Um möglichst gute isentrope und adiabate Zustandsänderungen zu erzielen, ist auch von Vorteil (wie in Tabelle 6-2 zusammengefaßt), daß der Dichtequench mit  $\Delta t \leq 0.5$  sec sehr schnell durchgeführt werden kann und, im Gegensatz zu den 15 Sekunden des Heizpulses, eine stufenähnliche Temperaturänderung im Fluid bewirkt.

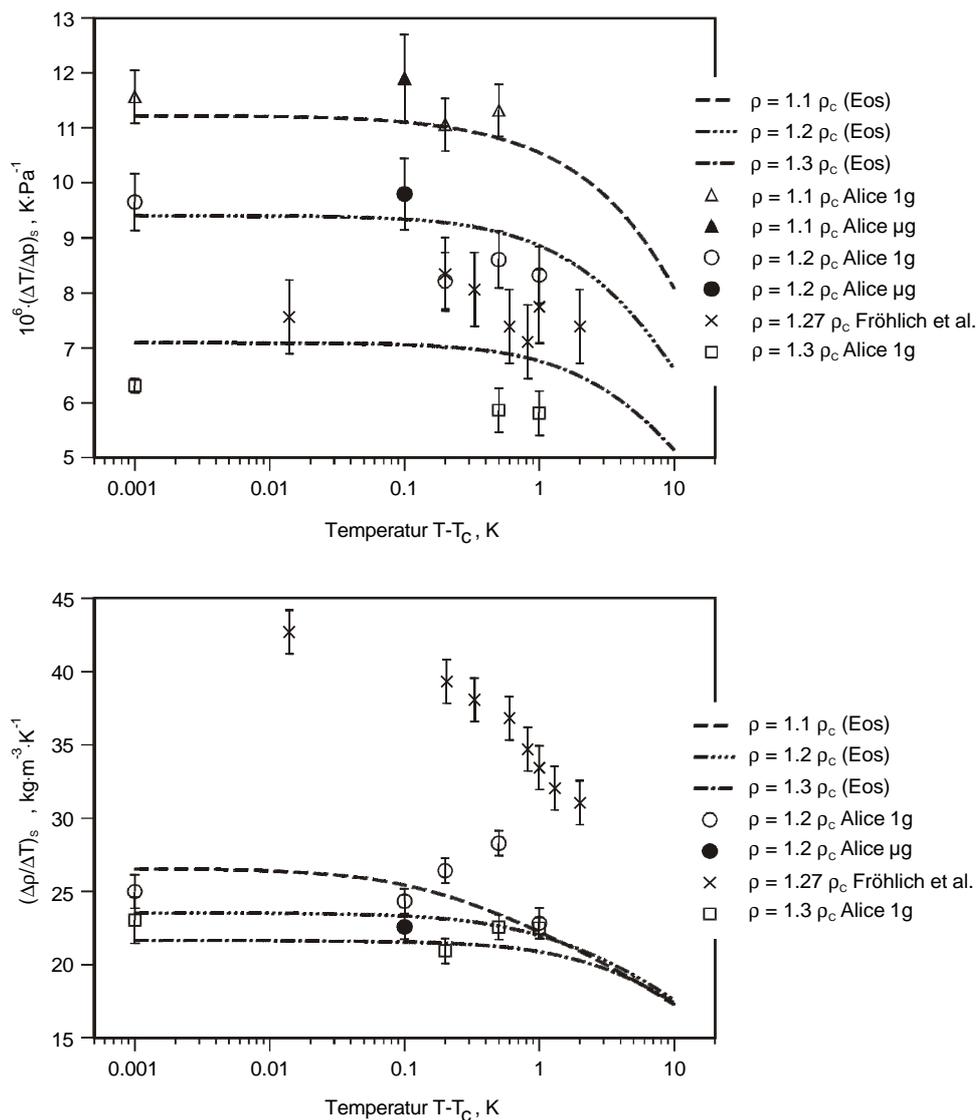


Bild 6-8: Die Quotienten  $(\Delta \rho / \Delta T)_s$  und  $(\Delta T / \Delta p)_s$  aus den 1g und  $\mu\text{g}$  Messungen mit der ALICE 2 Apparatur für die überkritischen Dichten  $1.1 \rho_c$ ,  $1.2 \rho_c$  und  $1.3 \rho_c$  im Vergleich zu den Literaturwerten von **Fröhlich et al.** (1996) und der Zustandsgleichung (Eos) von **Wyczalkowska und Sengers** (1999). Die Fehlerbalken geben den Bereich der Unsicherheit aufgrund der Auflösung der Meßsensoren an.

Wie in den Bildern 6-4 bis 6-7 gezeigt wurde, kann man als weiteres Ergebnis festhalten, daß es bei der Berechnung der isentropen Koeffizienten mit der Methode des Dichtequenchs keine Rolle spielt, ob die Experimente im Labor oder unter  $\mu\text{g}$  durchgeführt werden. In beiden Fällen dominiert der Forced Piston Effect die Temperaturentbreitung über das gesamte Fluid derart, daß alle Quotientenwerte dicht beieinander liegen und keine unterschiedliche Tendenz erkennen lassen. Falls die Konvektion unter 1g eine Rolle spielt, ist deren Einfluß nicht groß genug um im Rahmen der Meßgenauigkeit registriert zu werden. Dies steht im Gegensatz zur Methode des Heizpulses. Hier berichten **Garrabos et al.** (1998), daß unter 1g Bedingungen der Heizpuls mit einem Thermistor keine Temperaturveränderungen im Bulkfluid bewirkt, die groß genug wären, um vom zweiten Fluidthermistor oder vom Meßthermistor in der SCU registriert zu werden. Auch das Streifenmuster des Interferometers wird nur am Ort des Heizpulses gestört und erreicht innerhalb weniger Sekunden wieder das Gleichgewicht.

Fazit: Damit eignet sich unsere Quenchmethode hervorragend zur Bestimmung der isentropen Koeffizienten auf der Erde und es kann im Gegensatz zur Heizpuls-methode auf den teuren Einsatz eines Experiments unter Mikrogravitation verzichtet werden. Der Einfluß der Gravitation wird allerdings für beide Meßmethoden beim anschließenden thermischen Relaxationsverhalten im Fluid nach der Durchführung eines Dichtequenches oder Heizpulses sichtbar. Im folgenden Kapitel wird der Unterschied zwischen einer 1g und einer  $\mu\text{g}$  Messung deutlich sichtbar.

## 6.2 Relaxationsverhalten unter $\mu\text{g}$ und 1g im Vergleich

In diesem Kapitel untersuchen wir den Einfluß der Gravitation und damit der Konvektion auf das relaxierende Temperaturverhalten im Fluid nach einem Dichtequenche. Die Ergebnisse stammen aus Experimenten mit positiven und negativen Dichtequenche im Einphasengebiet und fallen unterschiedlich aus, je nachdem ob sie unter  $\mu\text{g}$  und 1g durchgeführt wurden. Sie werden mit ähnlichen Meßverfahren aus der Literatur verglichen.

### 6.2.1 Grundlagen zur Konvektion

Unter Gravitationsbedingungen muß man neben den Schwierigkeiten die aus der Dichteschichtung resultieren auch die Anfälligkeit eines Fluids in der Nähe seines

kritischen Punkts für freie Konvektion betrachten. Wie in Lehrbüchern beschrieben, entsteht freie Konvektion immer dann, wenn sogenannte Körperkräfte auf ein Fluid wirken, in dem Dichtegradienten existieren. Der Nettoeffekt ist die Auftriebskraft, welche freie Konvektionsströme induziert. Im speziellen Fall unserer Experimente entsteht der Dichtegradient durch einen Temperaturgradient nach dem Quench an der Zellenwand und die Körperkraft durch das Gravitationsfeld. Die Tendenz zur freien Konvektion im Fluid wird durch die Rayleigh-Zahl ausgedrückt:

$$Ra = Gr \cdot Pr = \frac{g \cdot \alpha_p \cdot L^3 \cdot \Delta T}{\nu \cdot a} \quad (6.4)$$

Nicht-singuläre Parameter in dieser Gleichung sind die Erdbeschleunigung  $g$ , die Fluidichte  $\rho$ , die charakteristische Länge  $L$  des betrachteten Systems (z.B. die Höhe der Fluidschicht), die dynamische Viskosität  $\eta$  und der Temperaturunterschied  $\Delta T$  zwischen Fluid und Zellenwand. Singuläre Parameter stellen die Temperaturleitfähigkeit  $a$  und der isobare Expansionskoeffizient  $\alpha_p$  dar, mit

$$T \rightarrow T_c: \quad a \rightarrow 0 \quad \text{und} \quad \alpha_p \rightarrow \infty \Rightarrow \underline{Ra \rightarrow \infty} \quad (6.5)$$

Die Rayleigh-Zahl  $Ra$  geht mit  $Ra \sim t^{-1.93}$  gegen unendlich. Daher wird das System immer anfälliger gegenüber Konvektion, je mehr es sich dem kritischen Punkt annähert. Von anderer Seite betrachtet führt das divergierende Verhalten unweigerlich zu freier Konvektion, sobald Temperaturstörungen in das nahe kritische System eingebracht werden.

In der Nähe des kritischen Punkts kann die Rayleigh-Zahl in der Definition von Gl. (6.4) lediglich als erste Näherung betrachtet werden, da sie für ein nicht kompressibles Fluid gilt, dessen Dichte nur temperaturabhängig ist. Um die Konvektion für ein kompressibles Fluid besser beschreiben zu können, bietet sich die modifizierte Rayleigh-Zahl von **Eicher** (1996) an,

$$Ra_{\text{kompr}} = \frac{g \cdot \alpha_p \cdot L^3 \cdot \left( \Delta T - L \left( \frac{\partial T}{\partial z} \right)_{s=\text{const}} \right)}{\nu \cdot a} \quad (6.6)$$

bei der zur Korrektur die Temperaturdifferenz  $\Delta T$  im Vergleich zu Gl. (6.4) um eine isentrope Temperaturdifferenz reduziert wird. Diese Definition ist natürlich nur dann sinnvoll, wenn die Richtung von Schwerkraft und Temperaturgradient übereinstimmen. Ein weiteres Kriterium, den Beginn der Konvektion zu definieren, ist nach **de Bruijn** (1999) das Schwarzschild Kriterium für nahe kritische Fluide. Danach entwickelt sich freie Konvektion erst dann, wenn die Gradienten in Gravitationsrichtung größer sind als der adiabate Temperaturgradient

$$(\nabla T)_{\text{ad}} = g \cdot \rho \cdot \left( \frac{\partial T}{\partial p} \right)_p \cdot \left( 1 - \frac{c_v}{c_p} \right). \quad (6.7)$$

Eine Berechnung von  $\nabla T_{\text{ad}}$  für das von uns verwendete Versuchsfluid  $\text{SF}_6$  liefert Gradientenwerte von weniger als 1 mK/cm für einen Temperaturbereich von  $T = T_C \pm 1000$  mK und einen Dichtebereich von  $0.7 \rho_C < \rho < 1.3 \rho_C$ . Dies entspricht exakt dem Bereich, in welchem die Piston Effect Experimente durchgeführt worden sind. Die Gradienten, die im Verlauf dieser Experimente gemessen wurden, überschritten die berechneten Werte (vgl. Tabelle 6-3) zum Teil um Größenordnungen, so daß sich immer freie Konvektion ausgebildet hat. In diesem Zusammenhang sei das hydrostatische Gleichgewicht erwähnt, das so lange stabil ist, solange die Temperatur eines aufsteigenden Fluidelements geringer ist, als man aufgrund der Abkühlung bei adiabater Expansion erwarten sollte.

$$\frac{dT}{dz} \leq - \frac{\beta \cdot g \cdot T}{c_p} \quad (6.8)$$

Das heißt, auch hier beginnt freie Konvektion erst dann, wenn ein bestimmter Grenzwert eines Temperaturgradienten überschritten wird. Man beachte aber, daß in Gl. (6.8) Reibungskräfte und dissipative Effekte nicht berücksichtigt sind.

Soll freie Konvektion vermieden werden, muß man positive Temperaturgradienten in Gravitationsrichtung verhindern. Das gelingt, indem man zum Beispiel einen Heizer an der Zellendecke anbringt. Die dichteren Fluidteile befinden sich unten und die wärmeren und daher leichteren Fluidteile oben. Wird der Heizer aktiviert, werden die wärmeren Fluidteile nur noch weiter aufgeheizt, steigen aber nicht mehr weiter auf, so

daß in diesem idealen Fall keine freie Konvektion auftritt. Mit unserer Meßzelle war das nicht möglich, da nach einer Kompression bzw. Expansion des Fluids durch den Piston Effect Temperaturgradienten zur umgebenden Zellenwand entstehen, die damit sowohl negativ, positiv als auch senkrecht zur Gravitationsrichtung sind.

	$T_C - 1000 \text{ mK}$	$T_C$	$T_C + 10 \text{ mK}$	$T_C + 1000 \text{ mK}$
$\rho = 0.7 \rho_C$	0.777 mK/cm	--	--	0.752 mK/cm
$\rho = 1.0 \rho_C$	--	--	0.874 mK/cm	0.853 mK/cm
$\rho = 1.1 \rho_C$	--	0.899 mK/cm	--	0.845 mK/cm
$\rho = 1.2 \rho_C$	--	0.822 mK/cm	--	0.774 mK/cm
$\rho = 1.3 \rho_C$	0.712 mK/cm	0.672 mK/cm	--	0.650 mK/cm

Tabelle 6-3: Die Übersicht von berechneten  $\nabla T_{ad}$  für verschiedene Temperaturen und Dichten zeigt einen nahezu übereinstimmenden Wert für den gesamten Bereich.

### 6.2.2 Der Temperaturunterschwinger unter Schwerkraft

Während der Referenzversuche unter 1-g mit der ALICE 2 Apparatur und dem Laboraufbau fiel auf, daß abhängig von der Position des Thermistors im Fluid nach einer Kompression (positiver Dichtequench) und der damit verbundenen Temperaturerhöhung der lokale Temperaturwert während der anschließenden Relaxation nicht nur zum konstanten Temperaturwert der Wand zurückkehrte, sondern auch einen Temperaturunterschwinger aufweisen konnte. Die gemessene Temperatur fiel lokal unter den Anfangswert, obwohl die Wandtemperatur als Randbedingung konstant gehalten wurde. Unter  $\mu\text{g}$  Bedingungen wurde dieser Effekt nicht beobachtet.

Dazu betrachten wir noch einmal den gemessenen Temperaturverlauf von Bild 6-1. Nach dem Dichtequench des Forced Piston Effects ist die Fluidtemperatur höher als die Wandtemperatur und es setzt sofort Abkühlung ein. Die Grenzschicht des Fluids ist der kälteren Wand ausgesetzt, Wärme wird an die Wand abgegeben, wodurch die Temperatur im Fluid der Grenzschicht sinkt und dessen Volumen deshalb kontrahiert. Dadurch kann sich das Bulkfluid adiabat ausdehnen, was wiederum zu einer Absenkung der Temperatur und des Drucks führt. Dieser Vorgang geschieht

bei konstantem Zellenvolumen und konstanter Wandtemperatur, in Bild 6-1 als thermischer Piston Effect bezeichnet.

Während beide Thermistoren im Fluid einen vergleichbaren Temperaturanstieg verzeichnen, verhält sich der anschließende Relaxationsprozeß unterschiedlich. Thermistor Th-1 in Zellenmitte zeigt erwartungsgemäß einen Verlauf mit einem steilen Abfall zu Beginn und einer anschließenden asymptotischen Annäherung an die Wandtemperatur, die einer exponentiellen Relaxation ähnelt. Am Ort von Thermistor Th-2 hingegen verläuft nicht nur der Temperaturengleich steiler und schneller, es ist auch ein Temperaturunterschwinger zu verzeichnen, d.h. die Temperatur unterschreitet hier die Wandtemperatur um bis zu  $\Delta T = -16$  mK am Minimum. Nach Erreichen des Minimums bleibt der Temperaturunterschied im negativen Bereich und nähert sich von unten asymptotisch der Wandtemperatur an. Die Druckkurve zeigt einen ähnlichen Verlauf wie Th-1, jedoch ist der Endwert nach der Relaxation um  $\Delta p = 6$  mbar höher, was der mittleren Steigerung der Dichte von  $\Delta \rho = 1.03\%$   $\rho_C$  durch den Quench entspricht. Dasselbe Kompressionsexperiment wurde mit einer um  $180^\circ$  reorientierten Zelle durchgeführt. Th-1 war weiterhin in der Zellenmitte positioniert, während in diesem Fall Th-2 oben um 0.54 mm unter der Zellendecke hing. In dieser Konfiguration konnte kein Unterschwinger der Temperatur gemessen werden. Somit hängt die Existenz des Unterschwingers nicht allein von der Entfernung des Sensors von der Zellenwand ab, sondern auch von der Position in Bezug auf die Gravitationsrichtung.

### 6.2.3 Einfluß von Sensorposition, Temperatur und Dichte

Im folgenden soll nun die Abhängigkeit des Unterschwingers von der Position des Thermistors etwas genauer betrachtet werden. Dazu sind in Bild 6-9 bis Bild 6-11 eine Reihe von FPE Experimenten dargestellt, die alle bei einer mittleren Dichte von  $\rho_{\text{start}} = \rho_C \pm 0.2\%$  und verschiedenen Anfangstemperaturen des Fluids im Bereich  $T_C - 200 \text{ mK} < T < T_C + 1000 \text{ mK}$  beginnen.

#### 6.2.3.1 Position und Temperatur

Bild 6-9 repräsentiert die Temperaturänderungen, wie sie von Th-1 gemessen wurden, der sich in dieser verwendeten Meßzelle 0.3 mm oberhalb der Zellenmitte

befand. Die Größe des Dichtequenchs lag für alle Messungen bei  $\Delta\rho = +0.93\% \rho_C$  mit einer durchschnittlichen Quenchzeit von  $t = 0.29$  Sekunden. Während der Relaxation, vom Maximum zurück auf den Wert der Anfangstemperatur, verhält sich das Fluid so wie von **Boukari et al.** (1990a) beschrieben. Demnach ist der adiabate Transient um so schneller, je näher sich das Fluid an seinem kritischen Punkt befindet. Übertragen auf unseren Fall ist der Transient um so schneller, je dichter die Anfangstemperatur an der kritischen Temperatur  $T_C$  liegt, da die mittlere Fluidichte bereits der kritischen Dichte  $\rho_C$  entspricht. In Bild 6-9 ist diese Kurve mit „kritischer“ *thermischer Transient* bezeichnet. Im Zweiphasengebiet ( $T < T_C$ ) ist der Thermistor in die gasförmige Phase eingetaucht. Dennoch scheint es keinen signifikanten Unterschied für die beiden Messungen 200 mK ober- und unterhalb von  $T_C$  zu geben.

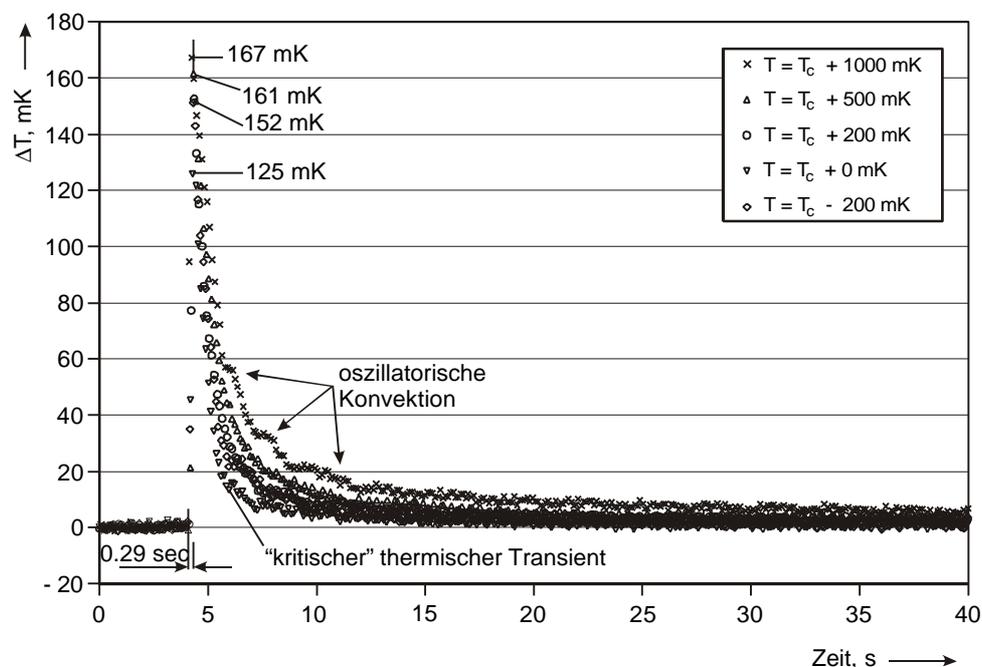


Bild 6-9: Temperaturtransienten gemessen von Th-1 nach einem durchschnittlichen Dichtequenench von  $\Delta\rho = +0.93\% \rho_C$  bei einer mittleren Anfangsdichte von  $\rho_{\text{start}} = \rho_C \pm 0.2\%$  für den Temperaturbereich  $T_C - 200 \text{ mK} < T_{\text{start}} < T_C + 1000 \text{ mK}$ .

Da Th-1 in der Zellenmitte positioniert war, wurden seine Anzeigen besonders stark von Konvektion beeinflusst. Aufgrund der Gravitation bildet sich durch den Temperaturunterschied im Fluid sofort freie Konvektion aus, die ebenfalls zum Temperatureausgleich beiträgt. Diese Konvektion ist nicht stetig abnehmend, sondern nach den Temperatureaufzeichnungen oszillatorisch (siehe gekennzeichnete Stellen in Bild

6-9). Diese Art von Konvektion ist am Anfang des Ausgleichsvorgangs aufgrund des größeren Temperaturunterschieds am stärksten ausgeprägt.

Für den Thermistor Th-2, der nur 0.66 mm oberhalb des Zellenbodens positioniert und daher im Fall der Phasentrennung in die flüssige Phase eingetaucht war, zeigt die Relaxationskurve in Bild 6-10 bedeutende Unterschiede bei gleichen Anfangsparametern. Th-1 und Th-2 waren in der selben Zelle montiert und die Datenerfassung fand während des Versuchs parallel statt. Während die Th-2 Transienten für die Temperaturen  $T_C$  und  $T_C - 200$  mK noch mit den Th-1 Kurven übereinstimmen, beginnt sich für überkritische Temperaturen ein Unterschwinger wenige Sekunden nach Beginn der Relaxation zu entwickeln. Dieser Unterschwinger fällt um so deutlicher aus, je höher die überkritische Temperatur ist. Sobald der Unterschwinger sein lokales Minimum erreicht hat, nähert sich der Relaxationsverlauf asymptotisch der Anfangstemperatur an.

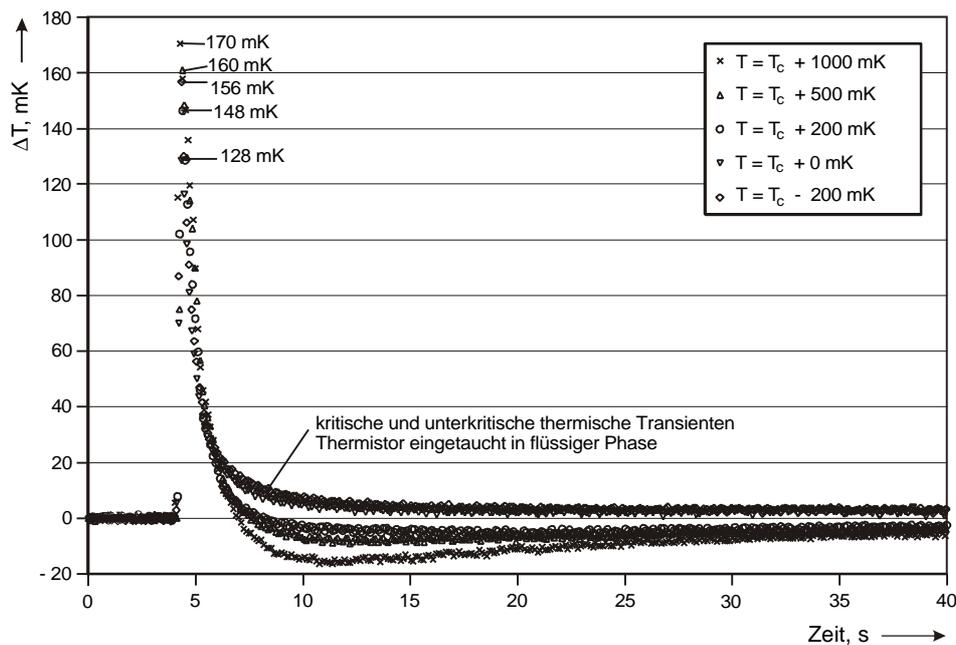


Bild 6-10: Temperaturtransienten gemessen vom Thermistor Th-2 am Zellenrand nach einem durchschnittlichen Dichtequench von  $\Delta\rho = +0.93\% \rho_C$  bei einer mittleren Anfangsdichte von  $\rho_{\text{start}} = \rho_C \pm 0.2\%$  für den Temperaturbereich  $T_C - 200 \text{ mK} < T_{\text{start}} < T_C + 1000 \text{ mK}$ .

Diese Messung wurde mit einer zweiten baugleichen Fluidzelle wiederholt, wobei jedoch die Position des Thermistors Th-2 verändert wurde und mit 1.73 mm im Vergleich zur vorherigen Messung um 1.07 mm weiter vom Boden entfernt war. Nach-

dem die in Bild 6-11 dargestellten Dichtequenche mit  $\Delta\rho = +0.82\% \rho_c$  geringfügig kleiner und mit einer durchschnittlichen Quenchzeit von  $\Delta t = 0.343$  Sekunden etwas langsamer sind, fallen auch die Temperaturmaxima kleiner aus. Dies hängt mit der geringeren Energieeingabe durch die kleinere Kompression zusammen, sollte aber keinen Einfluß auf das grundsätzliche Verhalten des Relaxationsverlaufs haben. Die Transienten für die Temperaturen  $T_c$  und  $T_c - 200$  mK sind erwartungsgemäß wieder vergleichbar mit denen aus Bild 6-9 und Bild 6-10, doch auch die übrigen Transienten der überkritischen Anfangstemperaturen zeigen in diesem Fall keinen Unterschwinger. Einzige Ausnahme ist der zur Temperatur  $T = T_c + 1000$  mK gehörende Kurvenverlauf, der nach etwa 15 Sekunden einen geringfügigen Unterschwinger andeutet. Allerdings liegt das Minimum mit  $-2$  mK im Bereich der Meßungenaugigkeit. Dieser Thermistor scheint sich für diesen Temperaturwert gerade noch in einem Übergangsbereich zu befinden, innerhalb dessen sich durch die bei höheren Temperaturen und kritischer Dichte dicker werdenden Grenzschicht der Temperaturunterschwinger auszubilden beginnt. Anders formuliert nimmt die Dicke  $\delta$  der Grenzschicht mit Annäherung an den kritischen Punkt ab ( $T \rightarrow T_c: \delta \rightarrow 0$ ). Gemäß Kapitel 3.1.2 läßt sich die Dicke der Grenzschicht berechnen mit:

$$\delta = 4\sqrt{at} \quad (6.9)$$

Hieraus ist zu folgern, daß am kritischen Punkt die Grenzschicht mit der Temperaturleitfähigkeit  $a$  gegen Null geht.

**Fröhlich et al.** (1996) hat eine kalte Grenzschicht beschrieben, die nach einem 15 Sekunden lang dauernden Heizpuls, der von einem Thermistor innerhalb des Fluids ausging, eine Dicke von 0.6 bis 0.8 mm in einer Zelle mit ähnlichem Radius entwickelte. Dies bestätigt unsere Beobachtungen beim ersten Experiment, als der Thermistor Th-2 mit 0.66 mm genau innerhalb der Grenzschicht lag und damit direkt ihrem Einfluß ausgesetzt war. Deshalb konnte sich der Temperaturunterschwinger voll entwickeln. Beim zweiten Mal konnte sich kein Überschwinger entwickeln, da der Thermistor Th-2 mit 1.73 mm außerhalb bzw. nahe der Grenzschicht plaziert war. Erst als aufgrund der hohen Anfangstemperatur von  $T = T_c + 1000$  mK sich eine dickere Grenzschicht entwickelt hatte, begann sich ein Unterschwinger anzudeuten. Dies unterstreicht den Einfluß der Grenzschicht für diesen Effekt.

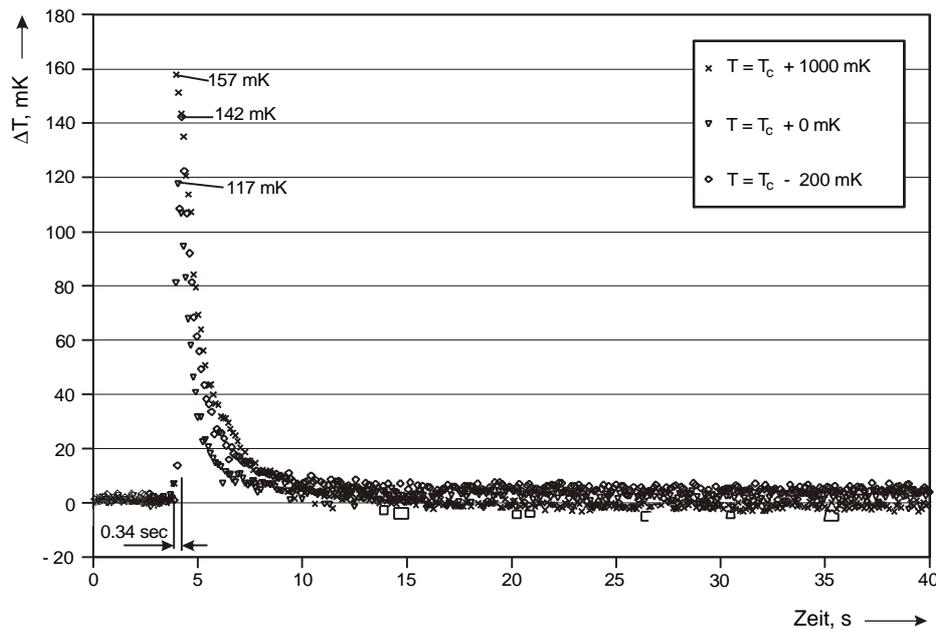


Bild 6-11: Temperaturtransienten gemessen vom Thermistor TH-2, Position 1.73 mm oberhalb des Zellenbodens. Größe des Dichtequenchs  $\Delta\rho = +0.93\% \rho_C$  bei einer mittleren Anfangsdichte von  $\rho_{\text{start}} = \rho_C \pm 0.2\%$  für den Temperaturbereich  $T_C - 200 \text{ mK} < T_{\text{start}} < T_C + 1000 \text{ mK}$ .

### 6.2.3.2 Dichte

Bild 6-12 und Bild 6-13 zeigen die thermischen Transienten des Thermistors Th-2, der 0.66 mm vom Zellenboden positioniert war nach einer durchschnittlichen Quenchzeit von  $\Delta t = 0.38 \text{ sec}$  für den Temperaturbereich  $T_C - 200 \text{ mK} < T_{\text{start}} < T_C + 1000 \text{ mK}$ . Die beiden Experimente unterscheiden sich nur in der Anfangsdichte. In Bild 6-12 beträgt sie  $\rho = 1.20\rho_C$  und ist damit deutlich im überkritischen Bereich. Für alle hier gezeigten Temperaturkurven befand sich das Fluid im einphasigen Regime oberhalb der Koexistenzkurve; die Größe der Dichtequenche lag bei  $\Delta\rho = +1.12\% \rho_C$  bzw.  $+1.21\% \rho_C$ . Die thermischen Transienten, die zur unterkritischen Temperaturgruppe ( $T_C - X \text{ mK}$ ) gehören, sich aber wegen der hohen Dichte immer noch im einphasigen Gebiet befinden, nähern sich nach dem Quench während der Relaxation von oben asymptotisch dem Anfangswert an. Die übrigen Kurven der überkritischen Temperaturgruppe ( $T_C + X \text{ mK}$ ) weisen einen mehr oder weniger stark ausgeprägten Unterschwinger auf. Je höher die Anfangstemperatur, desto ausgeprägter ist der Unterschwinger für diesen mittleren Dichtewert. In allen Fällen nähern sich die Tran-

sienten schließlich nach 2 bis 4 Minuten der konstanten Wandtemperatur an, was allerdings jenseits des hier gezeigten und aus Gründen der Übersichtlichkeit auf 40-Sekunden begrenzten Zeitfensters liegt.

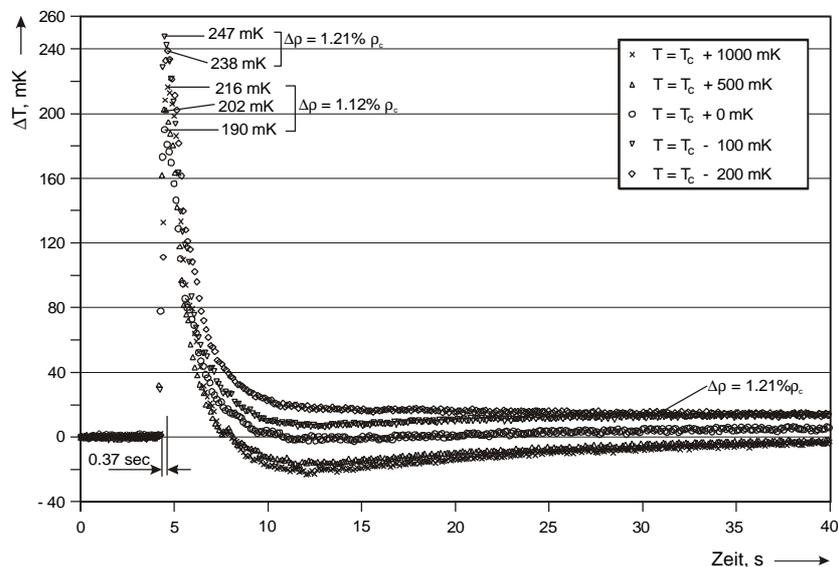


Bild 6-12: Temperaturtransienten gemessen vom Thermistor TH-2, Position 0.66 mm oberhalb des Zellenbodens. Größe der Dichtequenche  $\Delta\rho = +1.12\% \rho_C$  und  $+1.21\% \rho_C$  bei einer mittleren Anfangsdichte von  $\rho_{\text{start}} = 1.20 \rho_C \pm 0.2\%$  für den Temperaturbereich  $T_C - 200 \text{ mK} < T_{\text{start}} < T_C + 1000 \text{ mK}$ .

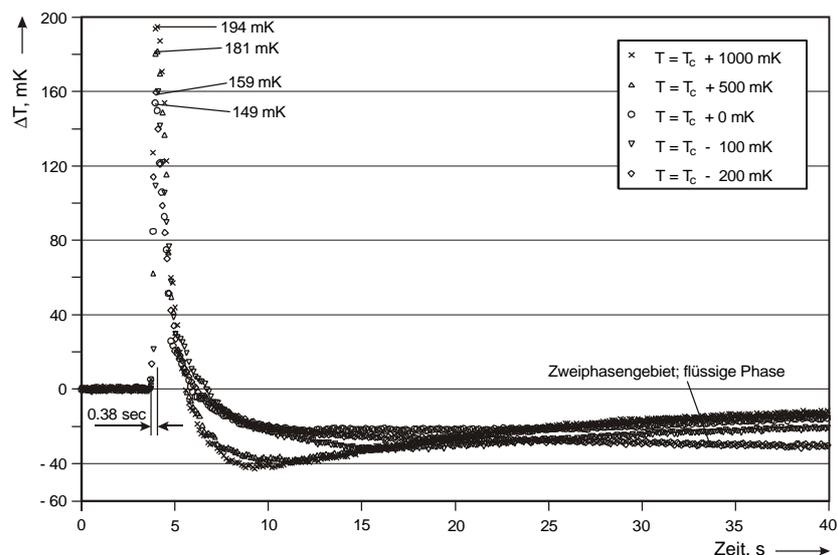


Bild 6-13: Temperaturtransienten gemessen vom Thermistor TH-2, Position 0.66 mm oberhalb des Zellenbodens. Größe des Dichtequenches  $\Delta\rho = +0.92\% \rho_C$  bei einer mittleren Anfangsdichte von  $\rho_{\text{start}} = 0.85 \rho_C \pm 0.2\%$  für den Temperaturbereich  $T_C - 200 \text{ mK} < T_{\text{start}} < T_C + 1000 \text{ mK}$ .

Bild 6-13 zeigt die Verläufe für Quenche mit  $\Delta\rho = +0.92\% \rho_C$  bei einer Anfangsdichte, die mit  $\rho_{\text{start}} = 0.85 \rho_C \pm 0.2\%$  unterhalb der kritischen Dichte liegt. In diesem Fall wurde das Fluid nur für den Fall  $T = T_C - 200 \text{ mK}$  zweiphasig und Th-2 war in die flüssige Phase eingetaucht (*2-Phasengebiet, flüssige Phase*). Alle anderen Kurven zeigen den Verlauf für den einphasigen Fall oberhalb der Koexistenzkurve.

Man erkennt auch hier wieder, daß sich der Unterschwinger um so stärker ausgebildet, je höher die Anfangstemperatur ist. Im Gegensatz zur überkritischen Dichte zeigen diesmal alle Kurven einen Unterschwinger und die absoluten Werte sind auch größer.

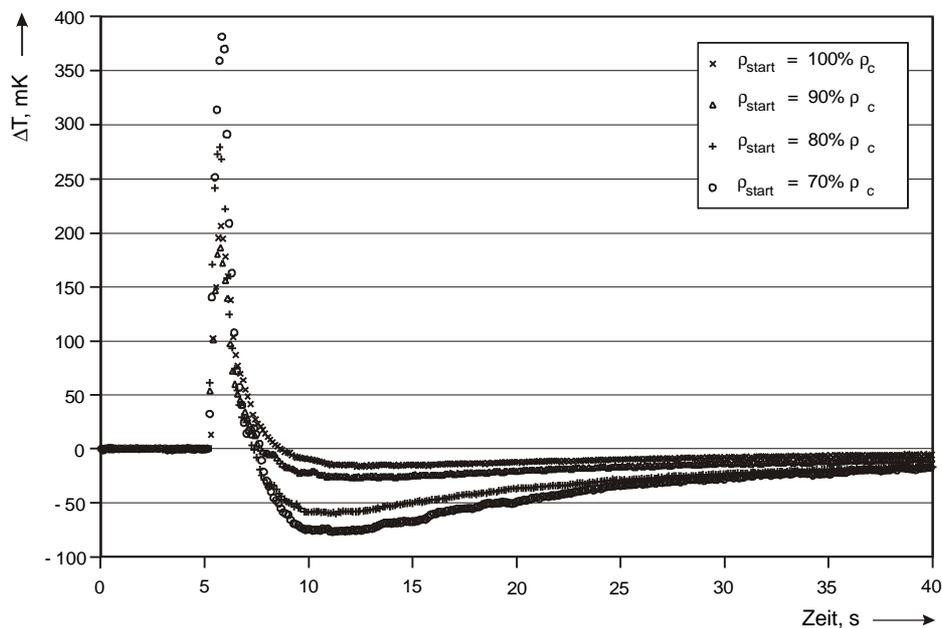


Bild 6-14: Veränderung des Transientenverlaufs am Ort von Th-2, Position 0.54 mm oberhalb des Zellenbodens, Variation der Dichte im unterkritischen Bereich von  $0.7 \rho_C < \rho < 1.0 \rho_C$ . Größe der Dichtequenche  $\Delta\rho = +1.0\% \rho_C$  bei konstanter Wandtemperatur  $T = T_C + 1000 \text{ mK}$ .

Diese Tendenz bestätigt sich in Bild 6-14 und Bild 6-15, welche die Temperaturverläufe für die Anfangsdichten der Bereiche  $0.7\rho_C < \rho < 1.0 \rho_C$  und  $1.7\rho_C < \rho < 1.29 \rho_C$  zusammenfassen. Die Anfangstemperatur lag jeweils konstant bei  $T = T_C + 1000 \text{ mK}$ , die Größe des Dichtequenches betrug für alle Messungen  $\Delta\rho = +1\% \rho_C$  und der messende Thermistor war 0.54 mm oberhalb des Zellenbodens installiert. Es ist deutlich zu erkennen, daß der lokale Unterschwinger bei unterkritischen Dichten ausgeprägter ist als für überkritische Zustände.

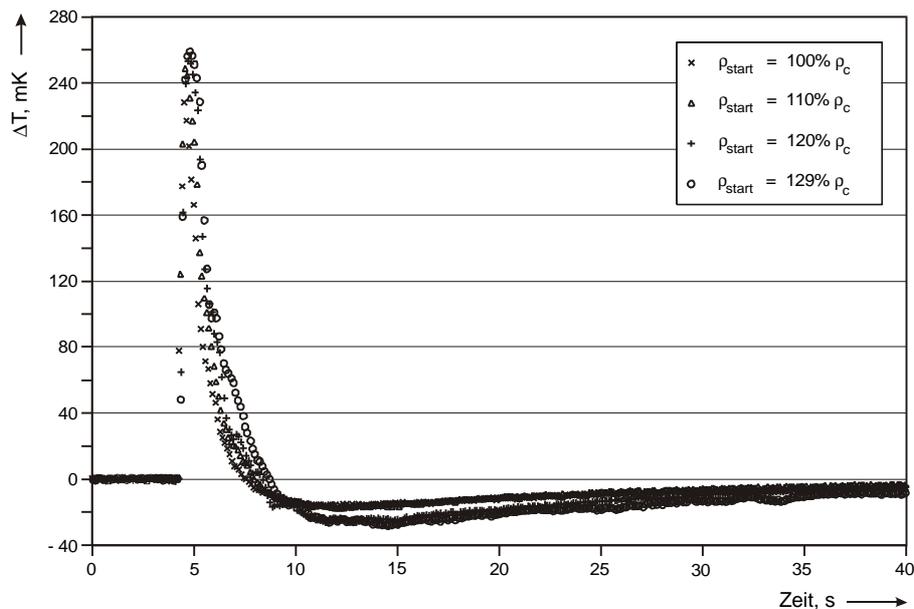


Bild 6-15: Veränderung des Transientenverlaufs am Ort von Th-2, Position 0.54 mm oberhalb des Zellenbodens, Variation der Dichte im überkritischen Bereich von  $1.0 \rho_C < \rho < 1.29 \rho_C$ . Größe der Dichtequerche  $\Delta\rho = +1.0\% \rho_C$  bei konstanter Wandtemperatur  $T = T_C + 1000$  mK.

#### 6.2.4 Erklärung des Temperaturunterschwingers

Die Tatsache, daß der Temperaturunterschwinger nur von einem Thermistor nahe am Zellenboden wahrgenommen wird und nicht vom Thermistor in Zellenmitte, führt zu der Annahme, daß dieses Phänomen durch eine Kombination aus Piston Effect und gleichzeitig einsetzender Konvektion hervorgerufen wird. Durch die Kompression (Quench) wird das Fluid sehr abrupt auf ein im Vergleich zur Ausgangstemperatur höheres Temperaturniveau gebracht, was in Bild 6-16 auf der linken Seite mit  $T^+$  gekennzeichnet ist. Das Teilvolumen des Fluids, welches direkt im Kontakt mit der kälteren umgebenden Wand steht, bildet durch Wärmeleitung eine kalte Grenzschicht mit der Temperatur  $T^-$ . Sobald der erste Temperaturunterschied entsteht setzt sofort der Piston Effect ein und beginnt das Bulkfluid wieder auf die Wandtemperatur abzukühlen. Ein Studium verschiedener Videosequenzen zeigt, daß gleichzeitig Konvektion einsetzt. Das kältere und damit dichtere Fluid ( $T^-$ ) am Rand sinkt auf den Zellenboden und verdrängt das wärmere und leichtere Fluid ( $T^+$ ), welches in der Mitte aufsteigt (vgl. Bild 6-16, rechte Seite). Dies erklärt auch, weshalb in Bild 6-9 der in Zellenmitte gemessene Transient für  $T_C + 1000$  mK Konvektion beinhaltet (siehe Markierung). Das aufsteigende wärmere Fluid kommt mit Th-1 in Berührung und ver-

zögert die Abkühlung in diesem Bereich, gleichzeitig trifft das kühlere Fluid aus der Randschicht auf Th-2 und beschleunigt hier den Vorgang. Daher ist der Gradient für den Relaxationsverlauf von Th-1 nicht so steil wie der von Th-2 (vgl. Bild 6-10 und Bild 6-11).

Während das wärmere Bulkfluid aufsteigt, kommt es vor allem oben an der kühleren Decke im Gravitationsfeld mit der Wand in Kontakt und führt zu einer kontinuierlichen Fortsetzung des Piston Effects. Während die sich nun wieder neu bildende Grenzschicht an Wand und Decke abkühlt und zu Boden sinkt, steigt weiterhin das immer noch wärmere Bulkfluid auf. Dieser kombinierte und wiederkehrende ablaufende Prozeß aus Piston Effect und Konvektion funktioniert solange lokale Temperaturunterschiede vorhanden sind. Der Unterschwinger am Ort von Th-2 tritt auf, weil das kältere Fluid, das schon die Temperatur der Wand angenommen hat, sich am Boden sammelt. Durch den Piston Effect und die damit verbundene Expansion im Fluid wird es wiederum weiter abgekühlt, bis es schließlich lokal unter die Wandtemperatur fällt.

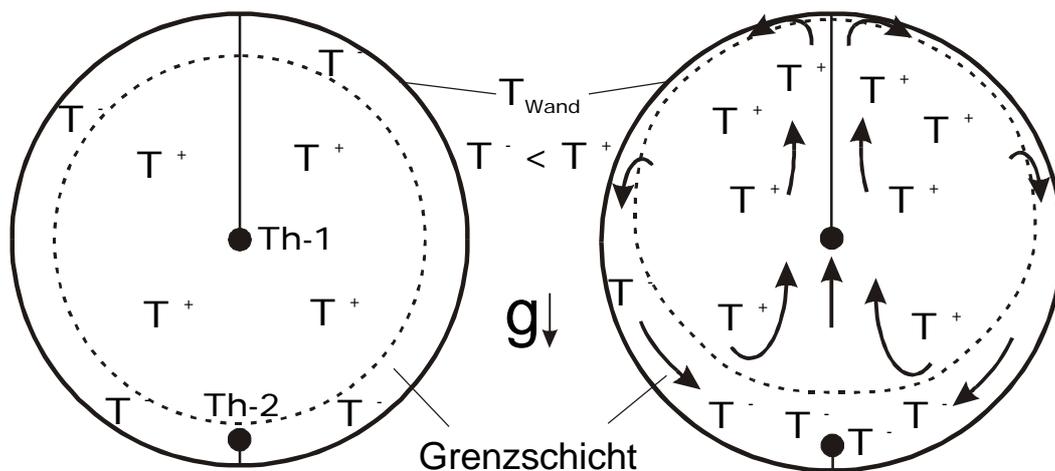


Bild 6-16: Auswertung von Videosequenzen führt zu diesem schematischen Verlauf der Konvektion in der Testzelle unter 1g-Bedingungen nach einem Dichtequench. Links: Zustand im Moment des Quenchs, wie er sich zum Beispiel unter  $\mu g$  ausbildet. Es entsteht eine gleichmäßige thermische Grenzschicht mit der Temperatur  $T^-$ , während das Bulkfluid die Temperatur  $T^+$  angenommen hat. Rechts hat die Konvektion eingesetzt und verursacht eine ungleichmäßige Ausbildung der thermischen Grenzschicht. Das kältere Fluid  $T^-$  sinkt an der Wand nach unten und macht oben Platz für das in der Mitte aufsteigende Fluid der Temperatur  $T^+$ .

Es wäre die Hypothese zu prüfen, ob der durch die Kompression hervorgerufene Temperaturanstieg im Fluid die Temperatur in der SCU soweit anhebt, daß die Regelung dieses zu kompensieren versucht und deshalb der Unterschwinger hervorgerufen wird. Mit den Temperaturkurven der verschiedenen Thermistoren (Bild 6-17) soll diese näher untersucht werden. Es ist ein Ausschnitt von 30 Sekunden des direkten 1g-Referenzexperiments mit dem Engineeringmodell der ALICE 2 Apparatur des  $\mu\text{g}$ -Experiments Nr. 2a aus Tabelle 5-1 gezeigt. Die mittlere Dichte betrug  $1.205 \rho_C$  und die Temperatur lag vor dem Quench bei  $T = T_C + 100 \text{ mK}$ . Die Dichteänderung um  $\Delta\rho = 1.16\% \rho_C$  des  $\Delta t = 0.32 \text{ sec}$  dauernden Dichtequenchs führte im Bulkfluid zur einem Temperaturanstieg, der bei  $t_0 = 2.0 \text{ sec}$  startet und zum Zeitpunkt  $t_1 = 2.32 \text{ sec}$  ein Maximum von  $270 \text{ mK}$  (Th-1) bzw.  $240 \text{ mK}$  (Th-2) erreicht. Während der Thermistor in Zellenmitte anschließend einen beinahe exponentiellen Relaxationsverlauf aufweist, registriert der Thermistor in Bodennähe den oben beschriebenen Unterschwinger der Temperatur.

Die mittlere Grafik von Bild 6-17 zeigt die Auswirkung des Temperaturanstiegs im Fluid auf das Temperaturprofil der direkt umgebenden Zellenwand und auf die SCU. Thermistor Th-3, der nur  $1 \text{ mm}$  vom Fluid entfernt in der Aluminiumwand der Zelle steckt, registriert zuerst einen Temperaturanstieg, der bei diesem Beispiel im Maximum etwas mehr als  $5 \text{ mK}$  erreicht und bei anderen FPE Messungen im Bereich von  $1$  bis  $5 \text{ mK}$  liegt. Dieses Maximum in der Wand wird auf Grund der Wärmeleitung ca.  $2.5$  Sekunden ( $t_3 = 5.88 \text{ s}$ ) nach dem Maximum im Fluid erreicht. Erst ab diesem Zeitpunkt beginnen der tiefer im Aluminium der Zelle und der SCU steckende Meß- und der Regelthermistor (genaue Position vgl. Bild 4-4) den Temperaturanstieg überhaupt zu registrieren. Dieser Temperaturanstieg ist mit ca.  $1.62 \text{ mK}$  bzw.  $1.92 \text{ mK}$  im Vergleich zu den ca.  $250 \text{ mK}$  im Fluid äußerst gering und kann für den durch die Regelung verursachten Temperaturabfall von  $\Delta T = -33 \text{ mK}$  keinesfalls verantwortlich sein. Der für die Regelung zuständige Regelthermistor verzeichnet außerdem erst dann einen Anstieg ( $t_3 = 5.88 \text{ s}$ ), als der Unterschwinger bei Th-2 schon eingesetzt hatte ( $t_2 = 5.23 \text{ s}$ ). Die Reaktionszeit ist für die Regelung also viel zu kurz. Darüber hinaus beträgt die Zeitkonstante des Regelthermistors  $1$  Sekunde. Aus diesen Gründen scheidet die Regelung als beitragende Ursache zum Effekt des Unterschwingers (und auch Überschwingers) eindeutig aus.

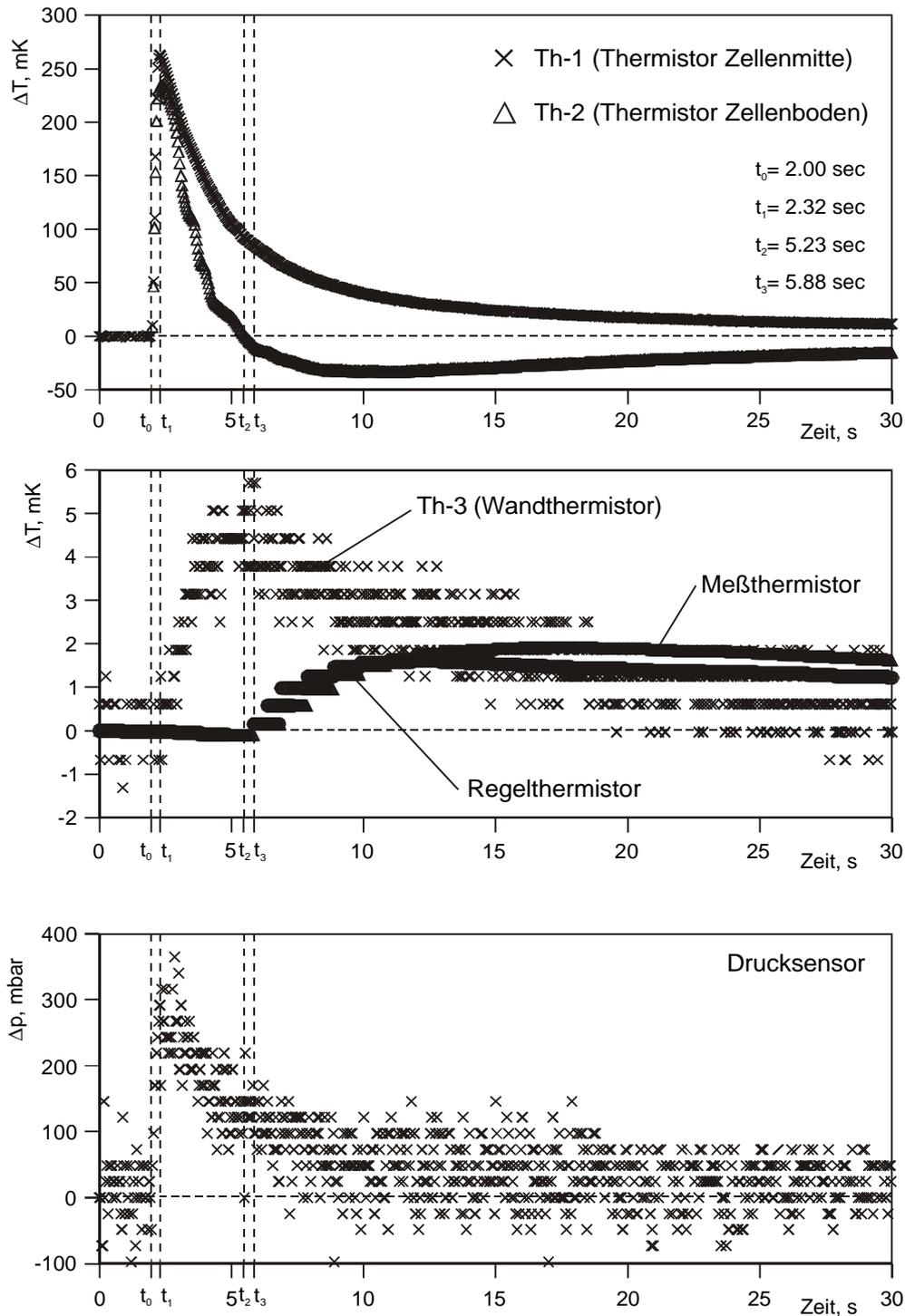


Bild 6-17: Dieses Beispiel zeigt den Einfluß des Temperaturanstiegs am Ort von Th-1 und Th-2 im Fluid (oben) nach dem Quench auf die Zellenwand (Th-3) und die SCU (Mitte). Unten ist der dazugehörige mittlere Druckverlauf dargestellt.  $T_{\text{start}} = T_C + 100 \text{ mK}$ ,  $\rho_{\text{start}} = 1.205 \rho_C$ ,  $\Delta \rho = 1.16 \% \rho_C$  und  $\Delta t = 0.32 \text{ s}$ .

Die mittlere Grafik von Bild 6-17 verdeutlicht, daß der thermische Einfluß des Fluids auf die Zellenwand bei den FPE Experimenten sehr klein ist und der

Wandthermistor Th-3 an die Grenze seiner Auflösung ( $\Delta T_{\min} = 0.6 \text{ mK}$ ) stößt. Die Auflösung von Regel- und Meßthermistor ist eine Größenordnung besser (vgl. Kap. 4.5). Wenn man nun berücksichtigt, daß dieses ausgewählte Beispiel im Gegensatz zu den meisten anderen FPE Experimente im Fluid eine relative große Temperaturveränderung hervorgerufen hat, bestätigt sich, daß der thermische Einfluß auf die Zellenwand und die Temperaturregelung vernachlässigt und die Zellenwand idealerweise als adiabat betrachten werden kann. Zur Vollständigkeit ist in der unteren Grafik der Verlauf des mittleren Drucks im Fluid dargestellt, der direkt dem Temperaturverlauf des Fluids folgt. Der Endwert des Drucks ist der Dichteänderung entsprechend höher. Hier zeigt sich aber auch die Schwierigkeit, bei der beschränkten Auflösung und Streuung den genauen Druckwert bestimmen zu können.

Unsere Messungen liefern die Bestätigung einer theoretischen Abschätzung von **Fröhlich et al.** (1996). Um zu berechnen, wie groß der Fehler bei der Annahme isothermer Zellenwände ist, führten die Autoren eine numerische Simulation unter der Voraussetzung durch, daß Zellenfenster und Wand gleiche Wärmeleitungseigenschaften besitzen. Es wurde weiterhin angenommen, daß nach einer Wandtiefe die der Dicke der Fenster (4 mm) entspricht, die Zelle als adiabat betrachtet werden kann. Die theoretische Unterdrückung des Wärmeverlustes lieferte ihnen die obere Grenze eines Temperaturanstiegs im Saphir Fenster nach einem Heizpuls von 15 Sekunden Dauer. Sie fanden heraus, daß an dem internen Interface zwischen Wand und Fluid der Temperaturanstieg unterhalb von 4% des Anstiegs der Temperatur im Bulkfluid bleibt, was in ihrem Experiment etwa 2.1 mK für den 15 Sekunden Heizpuls entsprach. Dies stimmt exakt mit unseren Messungen überein, die sogar noch unter dem 4% Anstieg bleiben.

#### 6.2.4.1 Temperaturüberschwinger

Genauso wie die Unterschwinger lassen sich auch Temperaturüberschwinger erzeugen. Dazu wird die Zelle um  $180^\circ$  gedreht, so daß sich Th-2 (hier: 0.54 mm) unter der Zellendecke befindet. Dann wird das Fluid durch einen negativen Dichtequench expandiert. Mit einer Expansion in der Größenordnung von  $\Delta\rho = -0.9\% \rho_c$  wird das einphasige, überkritische Fluid zuerst abgekühlt. Wie in Bild 6-18 zu erkennen, fällt der Abfall der Temperatur dabei um so größer aus, je weiter die Anfangstemperatur oberhalb der Koexistenzkurve bzw. der kritischen Temperatur liegt. Die

mittlere Anfangsdichte  $\rho = 1.3 \rho_C$  bleibt für alle Versuche konstant. Da die Koexistenzgrenze für diese Dichte erst bei  $T = T_C - 1301 \text{ mK}$  erreicht wird, bleibt das Fluid mit der Anfangstemperatur  $T_{\text{cx}} = T_C - 1000 \text{ mK}$  auch beim kurzfristigen Erreichen des Temperaturminimums ( $\Delta T \approx -200 \text{ mK}$ ) während des gesamten Meßverlaufs einphasig. Für den Fall der konstanten Anfangstemperatur  $T = T_C + 1000 \text{ mK}$  (vgl. Bild 6-19), sinkt die Temperatur um so mehr, je weiter die Dichte oberhalb des kritischen Werts liegt.

In beiden Fällen wird das Temperaturminimum erreicht, sobald der Expansionsvorgang beendet ist, welcher im Durchschnitt etwa 0.65 Sekunden dauert. Danach überwiegt der Einfluß des PE, der dem Temperaturunterschied entgegenwirkt und den Ausgleich herbeiführt. Jedoch nähern sich sowohl in Bild 6-18 als auch in Bild 6-19 die Transienten nicht von unten der Starttemperatur an, sondern weisen erst einen Überschwinger auf, bevor sie sich asymptotisch der konstanten Wandtemperatur angleichen. Dieser Vorgang ist jeweils spätestens 60 Sekunden nach Start des Quenchvorgangs beendet.

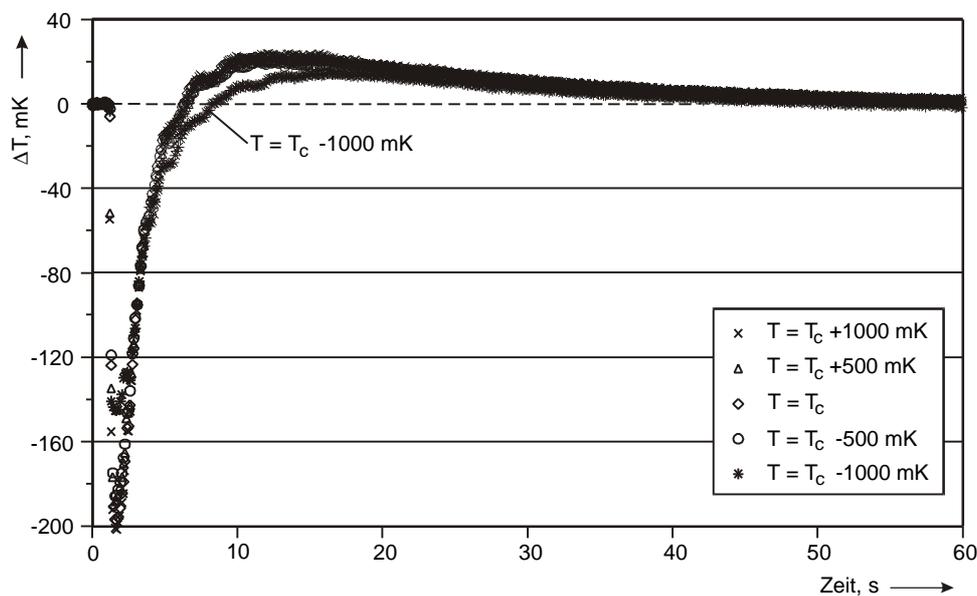


Bild 6-18: Temperaturüberschwinger und Relaxation der ersten 60 Sekunden für verschiedene Temperaturstufen nach Expansionsquenchen in der Größenordnung  $\Delta\rho = -0.9\% \rho_C$  für ein Fluid mit mittlerer Startdichte  $\rho = 1.3 \rho_C$  und unter 1g-Bedingungen im Labor.

Auffallend in Bild 6-18 ist, daß sich für den Fall der hier verwendeten hohen Dichte von  $\rho = 1.3 \rho_C$  die Verläufe der einzelnen Transienten nahezu decken. Erst

wenn sich die Anfangstemperatur der Koexistenztemperatur nähert (vgl. Verlauf von  $T_C - 1000$  mK), ist das Temperaturmaximum des Überschingers kleiner und der Verlauf des Transienten weicht von den anderen ab. In Bild 6-19 hat der Verlauf des Transienten für die kritische Dichte einen schnelleren und damit steileren Anstieg. Auf die Größe des Überschingers hat die Dichte aber nur geringen Einfluß. Der Überschinger der Transienten folgt den gleichen Gesetzen wie die oben erwähnten Temperaturunterschinger, lediglich die Richtung der Konvektionsströmung und die Vorzeichen der Temperaturänderung kehren sich um. Durch den Temperaturabfall und dem damit verbundenen Temperaturunterschied zwischen dem Fluid und der Wand setzt sofort freie Konvektion ein.

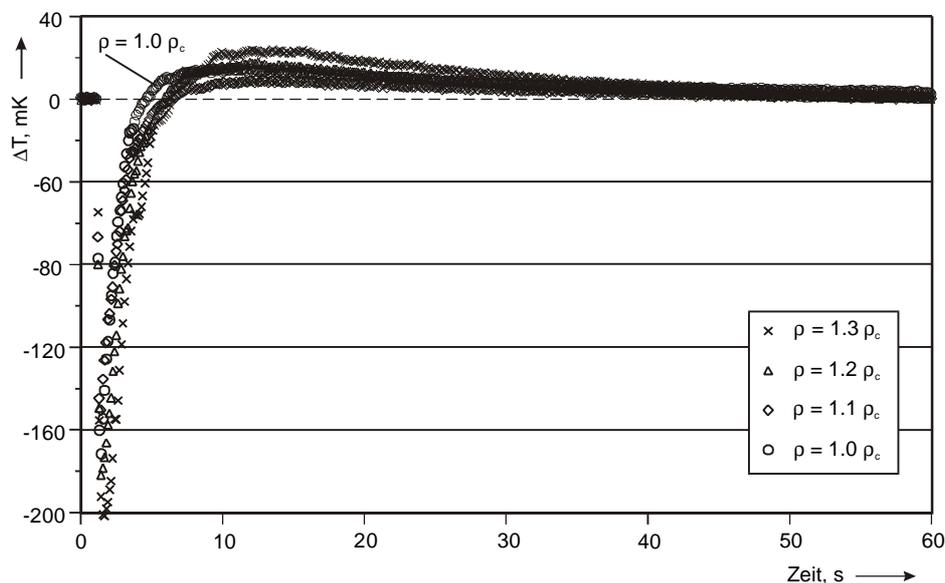


Bild 6-19: Temperaturüberschwinger und Relaxation während der ersten 60 Sekunden für verschiedene Dichtestufen nach Expansionsquenchen in der Größenordnung  $\Delta\rho = -0.9\% \rho_C$  für ein Fluid mit der Starttemperatur  $T = T_C + 1000$  mK und unter 1g-Bedingungen im Labor.

#### 6.2.4.2 Temperaturverläufe unter $\mu g$

Die Relaxationsverläufe der Temperaturkurven von Th-1 und 2 unter  $\mu g$ -Bedingungen ( $10^{-5}$  bis  $10^{-6}$  g) unterscheiden sich gravierend von denen der 1g-Experimente, wie man Bild 6-20 entnehmen kann. Die obere Grafik zeigt die Temperaturtransienten des  $\mu g$ -Experiments 7b (vgl. Kap. 5.1) nach einem Quench der Größe  $\Delta\rho = 1.52\% \rho_C$ . Die mittlere Anfangsdichte war mit  $\rho = 1.355 \rho_C$  sehr weit überkritisch. Die Anfangstemperatur betrug  $T = T_C + 50$  mK und war damit etwa 2180 mK

oberhalb der Temperatur der Koexistenzkurve. Der mittlere Teil von Bild 6-20 stammt aus dem  $\mu\text{g}$ -Lauf Nr. 2a. Die mittlere Anfangsdichte betrug  $\rho = 1.216 \rho_C$ , der Quench war  $\Delta\rho = 1.20\% \rho_C$  groß und die Anfangstemperatur lag mit  $T = T_C + 100 \text{ mK}$  etwa 598 mK oberhalb der Koexistenzkurve. Im unteren Teil von Bild 6-20 ist das 1g-Referenzexperiment zum  $\mu\text{g}$ -Lauf 2a zu sehen. Die Parameter sind mit  $\rho = 1.205 \rho_C$ ,  $\Delta\rho = 1.16\% \rho_C$  und  $T = T_C + 100 \text{ mK}$  nahezu gleich. Es handelt sich hierbei gleichzeitig um die Wiederholung des in Bild 6-17 dargestellten Quenchs. Man erkennt, daß die beiden Verläufe der Temperaturrelaxationen und die Unterschwinger nahezu identisch sind.

Im direkten Vergleich fällt sofort auf, daß im Gegensatz zu 1g am Ort von Th-2 unter  $\mu\text{g}$  die Fluidtemperatur während der Relaxation nicht unter den Anfangswert bzw. die Wandtemperatur fällt, auch nicht außerhalb des hier dargestellten 30-Sekunden-Fensters. Gleiches gilt für sämtliche in Tabelle 5.1 angegebenen Quench-Experimente. Damit ist bewiesen, daß die Konvektion einen entscheidenden Einfluß auf die Bildung eines Unterschwingers hat und die in Kapitel 6.2.2 angegebene Erklärung zutrifft.

Das Fehlen der Konvektion wirkt sich auch auf die Relaxationsgeschwindigkeit aus, wie man am Kurvenverlauf von Th-1 erkennt. Bei den  $\mu\text{g}$ -Experimenten ist der Verlauf der Relaxation flacher, da auf Grund der fehlenden Konvektion keine Durchmischung des Bulkfluids mit dem Fluid der Grenzschicht stattfindet. Der Temperaturausgleich hängt zu Beginn allein vom Piston Effect und im weiteren Verlauf von der Diffusion ab. Entsprechend langsamer ist der gesamte Prozeß.

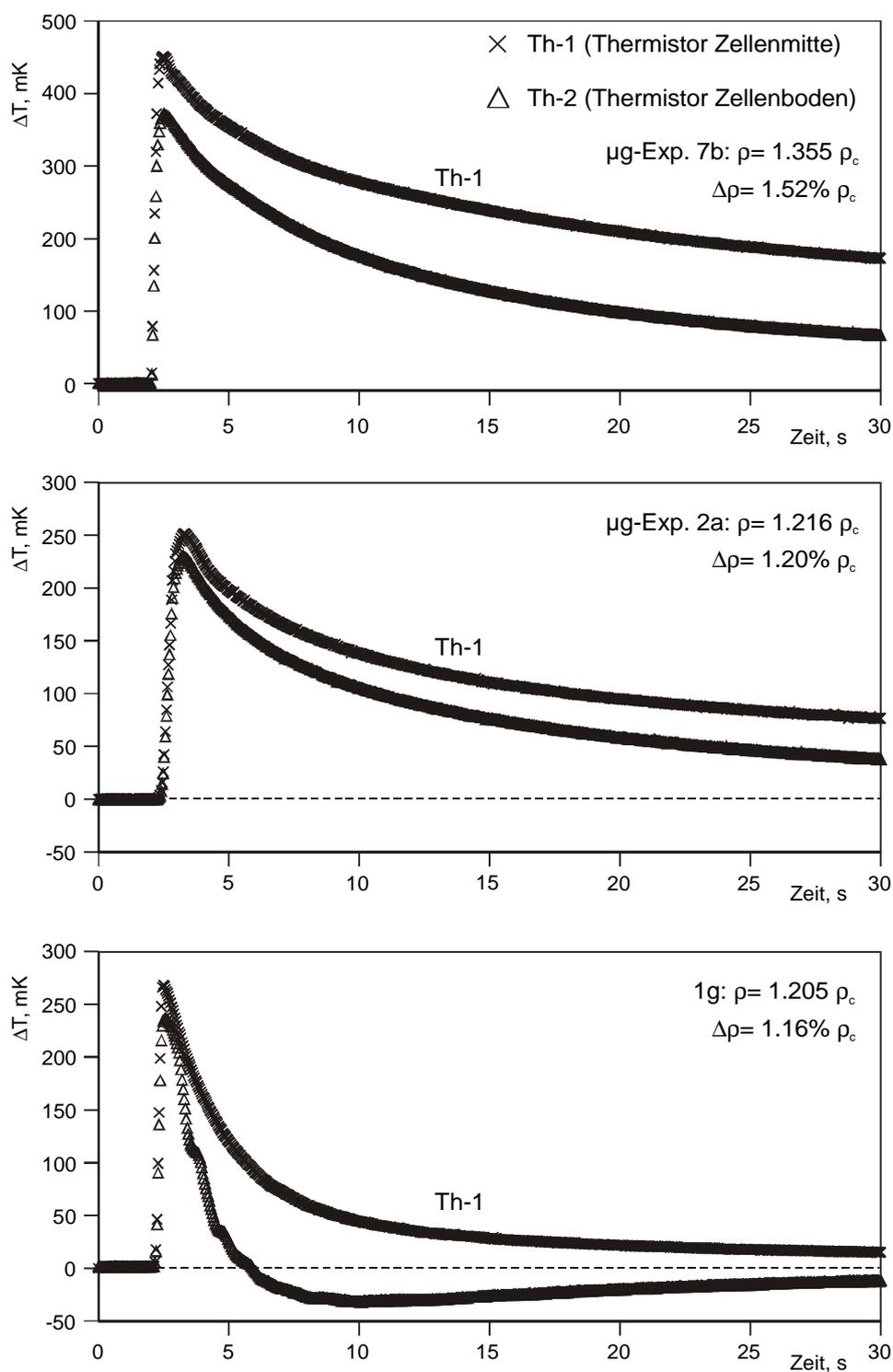


Bild 6-20: Relaxation der Temperatur nach einem Quench an den Positionen von Th-1 und Th-2 bei unterschiedlichen Randbedingungen.  $\mu\text{g}$  und  $1\text{g}$  Experimente im Vergleich. Oben:  $\mu\text{g-Exp. Nr. 7b, } \rho = 1.355 \rho_c$ ,  $T = T_C + 50 \text{ mK}$ ,  $\Delta\rho = 1.52\% \rho_c$ . Mitte:  $\mu\text{g-Exp. Nr. 2a, } \rho = 1.216 \rho_c$ ,  $T = T_C + 100 \text{ mK}$ ,  $\Delta\rho = 1.20\% \rho_c$ . Unten:  $1\text{g-Referenz-Exp. zu 2a, } \rho = 1.205 \rho_c$ ,  $T = T_C + 100 \text{ mK}$ ,  $\Delta\rho = 1.16\% \rho_c$ .

### 6.2.4.3 Vergleich mit anderen Messungen

In der Arbeit von **Fröhlich** (1997) werden einige interessante Messungen beschrieben, die unsere französischen Kooperationspartner mit der ALICE 1 Apparatur durchgeführte haben. Sie verwendeten eine mit CO<sub>2</sub> gefüllte Zelle mit einem nahe der Zellenmitte positionierten Thermistor als punktförmige Heizquelle, durch den Heizpulse unterschiedlicher Dauer und Energieeingabe in das Fluid geschickt wurden. Ein zweiter und dritter Thermistor registrierten jeweils den resultierenden Temperaturverlauf und die Relaxation in der Mitte und am Rand des Fluids. Nach Ende des Pulses konnte auch mit dem Heizthermistor der Temperaturverlauf gemessen werden. Gleichzeitig wurde mit einem Interferometer die lokale Dichteveränderung in der heißen und kalten Grenzschicht und im Fluid beobachtet. Die Messungen wurden unter 1g und reduzierter Beschleunigung ( $10^{-2}$  bis  $10^{-4}$ g) durchgeführt und miteinander verglichen.

In einem Experiment mit erhöhter Gravitation, hervorgerufen durch die eingeschalteten Lageregelungstriebwerke des Space Shuttle, das bei einer Anfangstemperatur von  $T=T_C +950$  mK und der überkritischen Dichte von  $\rho = 1.27 \rho_C$  stattfand, benutzten die Autoren einen langen Heizpuls von 15 Sekunden Dauer, welcher den Thermistor sehr weit über die angegebene Temperaturskala aufheizte, während Th-2 und 3 einen Anstieg von maximal etwa 60 mK bzw. 45 mK registrierten. Ein der Wand am nächsten positionierter Thermistor Th-3 registrierte während der Relaxation als erster nach 35 Sekunden einen Unterschwinger der Temperatur. Der nahe der Mitte gelegene Th-2 verzeichnete den Unterschwinger nach 85 sec. und der Heizthermistor mit ca. 150 Sekunden noch später. Keiner der Thermistoren konnte einen Temperaturunterschied messen, der größer als  $\Delta T = -4$  mK war.

Ein anderes Experiment fand unter normaler Erdbeschleunigung (1g) mit einer unterkritischen Dichte von  $\rho = 0.82 \rho_C$ , einer im Vergleich zu unseren Experimenten ungewöhnlich hohen überkritischen Temperatur von  $T=T_C +16.8$  K und mit einer Heizpulsdauer von 4 Sekunden statt. Es wurden zwei Thermistoren benutzt, die einen Abstand von der Wand hatten, der ca. einem Drittel des Zellendurchmessers entsprach. Beide registrierten ca. 14 Sekunden nach dem Puls einen Unterschwinger, der maximal  $-8$  mK erreichte. Ähnliche Experimente mit einer Heizpulsdauer von nur 1 Sekunde erreichten etwa  $-5$  bis  $-7$  mK. Leider findet sich zu keinem der Ver-

suche eine Angabe über die vom Pulsthermistor erreichte maximale Temperatur. Extrapoliert man jedoch den Kurvenverlauf dieses Thermistors, so erhält man mehrere Kelvin am Ende des Heizpulses.

Diese beiden Beispiele unterstützen zum Teil unsere Beobachtung, während sie teilweise auch zu widersprechen scheinen. Eindeutig ist der Einfluß der Konvektion auf die Geschwindigkeit des Relaxationsprozesses. Je stärker die Konvektion ist, desto schneller ist der Ausgleich. Das erste Experiment läuft zwar unter reduzierter Gravitation ab, trotzdem bildet sich während des Einsatzes der Triebwerke und der damit verbundenen Beschleunigung von  $10^{-3}$  g eine sichtbar richtungsgebundene Strömung aus. Diese Form der Konvektion ist aber deutlich abgeschwächt, so daß die Relaxation gegenüber 1g entsprechend langsamer verläuft.

Erstaunlich ist hingegen, daß alle Thermistoren unabhängig von ihrer Position und Entfernung von der Wand einen Temperaturunterschwinger verzeichnen. Dies gilt besonders für den Fall der reduzierten Gravitation, wo im Gegensatz zu unseren Experimenten auch Unterschwinger festgestellt werden konnten. Hier spielt aber der Einsatz der Triebwerke die entscheidende Rolle. Diese Triebwerke erzeugen eine Beschleunigung von etwa  $10^{-3}$  g, die damit hundert bis tausend mal stärker ist, als die auf der MIR unter normal Umständen existierende Restbeschleunigung (sog. residual acceleration  $10^{-5}$  bis  $10^{-6}$  g). Das führt zu einer Bewegung der heißen Grenzschicht, die ballonartig um den Heizthermistor entstanden ist, bis sie mit der kalten Wand in Berührung kommt und einen thermischen Piston Effect verursacht. Diese Art der Konvektion bewirkt einen ähnlichen Strömungsprozeß und Temperatureausgleich mit Unterschwinger, wie er gemäß unseren 1g Untersuchungen in Bild 6-16 beschrieben ist. Das bestätigt auch, daß Th-3 als erster den Unterschwinger registriert, da er zur Wand mit ihrer CBL (cold boundary layer) am nächsten positioniert ist.

Unsere Messungen zeigen deutlich (vgl. Bilder Bild 6-10 und Bild 6-11), daß je weiter ein Thermistor von der CBL der Zellenwand entfernt ist, der Unterschwinger um so geringer wird, bis der Effekt schließlich ganz verschwindet. Warum aber bei Fröhlich die mitten im Fluid liegenden Thermistoren auch einen Unterschwinger messen, kann mit unserem Modell allein bisher nicht erklärt werden. Daher soll dieser Meßverlauf genauer betrachtet werden.

Im Gegensatz zu unseren Piston Effect Messungen, bei denen durch den Dichtequench das Bulkfluid auf eine höhere Temperatur gebracht wird und nur am Zellenrand eine kalte Grenzschicht entsteht, verwendet Fröhlich einen Punktheizer. Dadurch formieren sich während des Heizvorgangs drei Temperaturbereiche, die heiße Grenzschicht am Thermistor (HBL), die kalte am Zellenrand (CBL) und die Temperatur im Bulkfluid, die zwischen HBL und CBL liegt. Sobald der punktförmige Heizprozeß beendet ist, beginnt die Relaxation. Durch den Einfluß der Beschleunigung, gerät die HBL in Bewegung, vermischt sich einerseits mit dem Bulkfluid und kommt andererseits auch mit der Zellenwand in Berührung. Fröhlich beschreibt dies als schnelle Dekompression des Fluids durch eine konvektive Zerstörung der HBL. Gleichzeitig beginnt die CBL durch eine langsame Kompression aufgrund des diffusiven Wärmeaustausches zu relaxieren.

Da diese beiden Relaxationsprozesse miteinander konkurrieren, lassen sie nur einen kleinen Unterschwinger zu. Das erklärt, weshalb Fröhlich in seinen Versuchen nur -4 bis maximal -10 mK erreicht, wir mit unseren Versuchen aber bis zu -75 mK. Weil aber, wie die Beobachtung mit Interferometrie zeigt, die Dekompression der HBL schneller verläuft als die langsamere diffusive Relaxation der CBL, kommt es zu einer schnellen Druckrelaxation, welche die Fluidtemperatur in der CBL und bei Fröhlich sogar meist auch im Bulkfluid unter die Anfangstemperatur fallen läßt. Unter 1g Bedingungen verläuft dieser Prozeß schneller, unter reduzierter Beschleunigung dagegen entsprechend langsamer. Da sich naturgemäß bei unseren Messungen keine HBL bildet, fehlt dieser relaxationsverstärkende Prozeß, und nur die rand- bzw. CBL-nahen Thermistoren können einen Unterschwinger registrieren. Da bei den Mikrogravitationsexperimenten die Beschleunigung von etwa  $10^{-6}$  g keine sichtbare Konvektion ausbildet, kann bei diesen kein Unterschwinger entstehen.

Der Vorteil der Quench-Methode gegenüber der Heizpuls-Methode liegt in der Geschwindigkeit, mit welcher der Quench durchgeführt wird. Wir können daher gut meßbare Effekte nach einer nur wenige zehntel Sekunden dauernden Störung erreichen, während im anderen Fall bis zu 15 Sekunden geheizt werden muß. Durch den Quench findet gleichzeitig eine Durchmischung statt, die für eine schnelle und relativ homogene Temperaturverteilung sorgt. Die Erwärmung im Bulkfluid ist also großflächig und gleichmäßig. Das hat zur Folge, daß ein ausgeprägterer Piston Effect durch das günstigere Volumen zu Oberflächenverhältnis entsteht (vgl. auch Kap. 3.1.2).

Während bei der punktförmigen Erwärmung nur die winzige Oberfläche des Thermistors dem Piston Effect zur Verfügung steht und daher eine starke Aufheizung notwendig ist um einen meßbaren Effekt zu erzielen, wird beim Dichtequench das gesamte Fluid schlagartig auf ein höheres Temperaturniveau gebracht und die gesamte Zellenoberfläche kann den Piston Effect unterstützen. Dadurch war es möglich systematisch für die Temperatur  $T_C + 1000 \text{ mK}$  und für den gesamten untersuchten Dichtebereich  $0.70 \rho_C$  bis  $1.3 \rho_C$  einen gut meßbaren Über- bzw. Unterschwinger zu erhalten.

#### 6.2.4.4 Thermische Relaxationszeiten nach Dichtequench

Zur Beschreibung der thermischen Relaxation eines Fluids nach einer Temperaturänderung wird häufig die zugehörige Zeitkonstante berechnet. Dabei geht man davon aus, daß das thermische Abklingverhalten einer exponentiellen Gesetzmäßigkeit folgt, gemäß

$$T(t) - T_W = (T_0 - T_W) \exp(-t/\tau), \quad (6.10)$$

wobei  $T_W$  die konstante Wandtemperatur und  $T_0$  die Anfangstemperatur ist. Die Zeitkonstante  $\tau$  definiert man auch als

$$\tau = \frac{L^2}{\pi^2 a}, \quad \text{bei } V = \text{const.} \quad (6.11)$$

Diese analytischen Lösungen haben jedoch für Experimente nur einen begrenzten Wert, da sie ideale Modellbedingungen für den Wärmeübergang beschreiben. In Realität herrschen lokale Inhomogenitäten von Dichte und Temperatur im Fluid, das dynamische Verhalten des Thermistors zur Temperaturofzeichnung spielt eine Rolle und auch die kühlenden bzw. wärmenden Grenzbedingungen der Zellenwand. Ein weiteres Problem in Gl. (6.11) ist beispielsweise die richtige Definition der charakteristischen Länge  $L$ . Je nach Form und Größe der Zelle eignen sich dafür Höhe, Durchmesser oder das Verhältnis  $A/V$ .

$r / r_C$	$\mu g: \tau$ Dichtequench	1g-Ref-Exp: $\tau$ Dichtequench	$\mu g: \tau$ Heizpuls
0.74*	278 sec	-	-
0.95*	247 sec	-	-
1.00 $\diamond$	308 sec	316 sec	332 bis 420 sec <sup>16</sup>
1.03*	299 sec	302 sec	-
1.06*	459 sec	-	-
1.11 $\diamond$	279 sec	242 sec	-
1.15*	389 sec	-	-
1.21 $\diamond$	313 sec	274 sec	-
1.24*	309 sec	-	-
1.27	-	-	220 sec <sup>17</sup>
1.35*	287 sec	-	-

Tabelle 6-4: Auflistung aller berechneten Zeitkonstanten der Temperaturrelaxation der  $\mu g$  Quench-Experimente und der 1g Referenzexperimente für den Dichtebereich 0.74 bis 1.35  $\rho_C$ . Die konstanten Wandtemperaturen lagen bei  $T_C + 100$  mK ( $\diamond$ ),  $T_C + 50$  mK ( $\clubsuit$ ) bzw.  $T_C + 500$  mK (\*). Im Vergleich dazu sind die Zeitkonstanten nach einem Heizpuls aus der Literatur angegeben.

Experimentelle Beobachtungen und theoretische Überlegungen zeigen, daß am kritischen Punkt die Einstellung des Temperaturgleichgewichts nach einer Störung in eine „frühe“ und eine „spätere“ Phase eingeteilt werden muß. Die frühe Phase, welche unter  $\mu g$  in der Bulkphase vom Piston Effect dominiert wird, dauert nur wenige Sekunden und hinterläßt das nahe kritische Fluid mit einer inhomogenen Temperaturverteilung, die beinahe der neuen Temperatur der gerade gebildeten Grenzschicht entspricht. Im 1g-Regime wird der Temperatureausgleich zusätzlich noch von Konvektion unterstützt. Die Relaxation der Temperatur dieser frühen Phase weist keine exponentielle Zeitabhängigkeit auf und kann daher nicht durch eine einzelne Zeitkonstante charakterisiert werden. Die spätere und langsamere Phase des Temperatureausgleichs im Fluid ist ein Diffusionsprozeß, dessen Relaxation an die thermische Randbedingungen einer exponentielle Gesetzmäßigkeit mit der charakteristischen

<sup>16</sup> aus **Wilkinson et al.** (1998)

Zeit  $\tau$  folgt. (siehe auch **Wilkinson et al.**, 1998). Aus diesem Grund wurde zur Berechnung der Zeitkonstanten der thermischen Relaxation folgende Prozedur gewählt:

Nach dem Dichtequench wurde bei den  $\mu\text{g}$  Experimenten und auch bei den 1g-Referenzläufen die anschließende Relaxation der Temperatur für die Zeitdauer von 3600 Sekunden aufgezeichnet. Es zeigt sich bei logarithmischer Darstellung, daß die Temperaturrelaxation meist erst nach etwa 60 Sekunden einen linearen Verlauf aufweist. Da erste Teil zu stark durch den Piston Effect beeinflusst wird, wird nur für den restlichen Verlauf, welcher der reinen Wärmeleitung unterliegt, mit einem geeigneten logarithmischen Fit-Verfahren die jeweilige Zeitkonstante bestimmt. In Tabelle 6-4 sind alle Zeitkonstanten und die dazu gehörenden mittleren Anfangsdichten und Temperaturen der jeweiligen FPE-Läufe zusammengefaßt. Wilkinson et al. haben für ihr  $\mu\text{g}$ -Experiment ebenfalls die Zeitkonstanten der thermischen Relaxation nach Heizpulsen unterschiedlicher Dauer berechnet. Der hier angegebene Wertebereich stammt von 4 Versuchsläufen mit Pulslängen im Bereich von 5 bis 900 Sekunden und Pulsstärken von 0.3 bis 2.7 Joule bei einer Temperatur von  $T_C + 100$  mK. Der Wert von Fröhlich stammt aus einem  $\mu\text{g}$ -Experiment mit Heizpuls von 15 Sekunden Länge.

Für alle Versuche wurde das Fluid  $\text{SF}_6$  und jeweils eine zylindrische Zellenform mit Durchmesser 11.9 bis 12 mm verwendet. Die Höhen der Zellen lagen im Bereich von 1 bis 12 mm. Es zeigt sich, daß die Vergleichswerte der Zeitkonstanten aus den Experimenten mit Heizpuls gut mit unseren Werten übereinstimmen. Es ergibt sich auch kein erkennbarer Unterschied zwischen  $\mu\text{g}$  und 1g Zeitkonstanten.

### 6.2.5 Zusammenfassung

Eine Vielzahl von Dichtequench wurden bei unterschiedlichen Anfangs- und Randbedingungen durchgeführt. Es zeigt sich, daß beim Relaxationsprozeß der Temperatur trotz des dominierenden Einflusses des Piston Effects die Konvektion unter 1g und auch reduzierter Beschleunigung nicht vernachlässigt werden kann. Einerseits beschleunigt sie den Prozeß und andererseits unterstützt die Konvektion die lokale Bildung eines Unterschwingers der Temperatur unter den Anfangswert.

---

<sup>17</sup> aus **Fröhlich** (1997). Leider ohne Angabe der Stärke des Heizpulses.

Entscheidend für die Größe des Unter- oder auch Überschingers ist, in welchem Temperatur- und Dichtebereich dieser Quench durchgeführt wird. Der Betrag des Unterschingers steigt mit zunehmender Anfangstemperatur und fällt um so größer aus, je weiter die Anfangsdichte von der kritischen Dichte entfernt ist. Je mehr sich allerdings Dichte und Temperatur den kritischen Werten nähern, um so kleiner wird der Effekt bis er im kritischen Regime schließlich vollständig verschwindet. Dies ist damit zu erklären, daß der PE am kritischen Punkt maximal ausgebildet ist, zu einem sehr schnellen Temperatenausgleich führt und damit Unterschinger verhindert. Unterstützt wird dieser Prozeß von der starken Konvektion zu der das Fluid am kritischen Punkt auf Grund der divergierenden Kompressibilität und den gegen Null gehenden Expansionskoeffizienten stärker neigt.

Neben den kritischen Phänomenen hat auch die Anfangsdichte einen deutlichen Einfluß auf die Konvektion. Dadurch, daß sie in Gleichung 6.1 im Zähler steht, wird die Rayleigh-Zahl kleiner und damit auch die Neigung zur Konvektion, wenn die Anfangsdichte abnimmt. Bild 6-14 zeigt diesen Zusammenhang sehr deutlich, wo mit abnehmender unterkritischer Anfangsdichte der Betrag des Unterschingers zunimmt. Umgekehrt nimmt die Konvektionsneigung mit steigender Dichte zu. Aus diesem Grund erreichen die Unterschinger im überkritischen Dichtebereich in Bild 6-15 im Vergleich zu Bild 6-14 nur kleine Werte.

Beim Dichtequench unter  $\mu\text{g}$  kann durch das Fehlen der Konvektion kein Unterschinger bzw. Überschinger gemessen werden. Es bildet sich keine HBL bzw. CBL aus, die diesen Effekt verstärken könnte, daher bleibt das Messen dieses Effekts auch unter 1g beim Dichtequench auf den Randbereich der Zelle und damit auf den Einflußbereich der Grenzschicht des Fluids beschränkt.

Die Regelung der ALICE 2 hat keinen Einfluß auf den Unterschinger. Erstens ist die gemessene Temperaturänderung in der SCU zu klein, um einen solch großen Unterschinger zu erzeugen und zweitens ist der Effekt zu schnell für das Reaktionsvermögen der Regelung. Auch **Fröhlich** (1997) ermittelte eine Variation in der SCU mit  $\Delta T_{\text{SCU-R/M}} \leq 0.2\text{mK}$  während und nach dem Heizpuls und bestätigte, daß selbst bei einem 15 Sekunden lang dauernden Heizpuls keine Reaktion der Regelung festgestellt werden konnte.

## 7 EXPERIMENTE IM ZWEIPHASENGEBIET

Während das Hauptaugenmerk dieser Arbeit auf der Untersuchung der isentropen Temperaturentwicklung nach einem Dichtequench im einphasigen Gebiet lag, wurden ergänzend auch Dichtequenche und Temperaturrampen ins Zweiphasengebiet durchgeführt. Sie sind in Tabelle 5-1 mit „FPSep – Fast Phase Separation“ gekennzeichnet, und wurden meist mit einer schnellen und einer langsamen Abkühlrampe bei der jeweilig eingestellten Dichte durchgeführt. Sie dienten primär zur Feststellung der jeweiligen Koexistenz-Temperatur, ab der sich die flüssige und die gasförmige Phase auszubilden beginnen. Mit dieser ermittelten Temperatur wurde unter Zuhilfenahme der Zustandsgleichung für SF<sub>6</sub> die mittlere Dichte berechnet und mit der über den Volumenverstellmechanismus eingestellten Dichte verglichen. Bei dieser Überprüfung stellte sich heraus, daß die berechnete und die eingestellte Dichte mit der in Kapitel 4.5 angegebenen Genauigkeit von  $\Delta\rho = \pm 0.2\% \rho$  übereinstimmt. Neben der Dichtebestimmung dienten die FPSep-Läufe auch zur Beobachtung der Phasenbildung von Blasen und Tropfen.

In diesem Kapitel werden zuerst einige Quenchversuche untersucht, die im einphasigen begannen und während der Expansionsphase durch den damit verbundenen Temperaturabfall kurzzeitig in das Zweiphasengebiet abfielen. Die einsetzenden lokalen Dichteveränderungen und Fluktuationen, die zur Ausbildung von sichtbaren Dichtestrukturen führten, werden beschrieben.

### 7.1 Bildung von Dichtestrukturen nach einem Quench unter $\mu_g$ ins Zweiphasengebiet

Von den zwölf durchgeführten negativen Quenchen (vgl. Tabelle 5-1) reichte bei dreien der Temperaturabfall im Fluid aus, um beim Unterschreiten der Koexistenztemperatur kurzzeitig die Ausbildung der flüssigen und der gasförmigen Phase zu ermöglichen. In allen drei Fällen lag die Ausgangstemperatur 20 mK bis 50 mK oberhalb der Zweiphasentemperatur und die Dichte befand sich mit  $1.0 \rho_c$  bis  $1.05 \rho_c$  in unmittelbarer Nähe des kritischen Punkts. Da die Wandtemperatur weiterhin konstant auf der Ausgangstemperatur gehalten wurde, stieg die Fluidtemperatur nach Ende des Quenches innerhalb weniger Sekunden sofort wieder ins einphasige Regime

zurück und es blieben nur die inhomogenen Dichtestrukturen übrig, die sich erst nach mehreren Minuten auflösten.

Diese Beobachtungen können nur unter  $\mu\text{g}$ -Bedingungen gemacht werden, da nur hier die sich bildenden Phasen stationär bleiben und sich beobachtbare Dichtestrukturen entwickeln können. Im Gegensatz dazu tritt auf der Erde sofort nach der Phasenbildung Sedimentation in eine flüssige bzw. dichtere Phase (untere Zellenhälfte) und eine gasförmige bzw. weniger dichte Phase (obere Zellenhälfte) auf.

### 7.1.1 Quench bei kritischer Dichte

Der erste hier beschriebene Quench ins Zweiphasengebiet stammt aus Experiment Nr. 4a. Den Ausgangszustand und die Dichteverteilung in der Fluidzelle zeigt Bild 7-1a. Die mittlere Dichte im Fluid entspricht der kritischen Dichte  $\rho = 1.0 \rho_C$  und die Anfangstemperatur (= konstante Wandtemperatur) liegt mit  $T_A = T_C + 30 \text{ mK}$  knapp oberhalb der kritischen Temperatur. Der in  $\Delta t = 200 \text{ ms}$  mit  $\Delta p = -0.8\% \rho_C$  durchgeführte Expansionsquench führt zu dem in Bild 7-1 dargestellten Temperaturabfall im Bulkfluid (Th-1: Zellenmitte) und erreicht ein Minimum, das etwa  $48 \text{ mK}$  unterhalb von  $T_C$  liegt. In Bild 7-1b ist die Problematik erkennbar, welche die mit  $12 \text{ mm}$  relativ große Dicke der Fluidzelle mit sich bringt. Bild 7-1b ist die erste Aufnahme der Fluidzelle, bei der die Temperatur das Zweiphasengebiet erreicht und wurde  $80 \text{ ms}$  nach Beginn des Quenches aufgenommen. Mit Eintritt in das Zweiphasengebiet bilden sich unzählige winzige Tröpfchen und Bläschen, die durch Lichtbrechung und Streuung in den folgenden Sekunden vollständig die Sicht durch die Zelle blockieren. Erst nach etwa  $7 \text{ Sekunden}$ , wenn die Temperatur wieder ins Einphasengebiet zurückgekehrt ist (Bild 7-1c), werden die ersten Dichtestrukturen erkennbar, welche von Bild 7-1d bis e strukturierter werden. In diesen beiden Videobildern sind klar helle und dunkle Zonen zu unterscheiden. Während sie in Bild 7-1d ( $35 \text{ Sekunden}$  nach dem Quench) gleichmäßig über die gesamte Zelle verteilt sind, haben sie sich in Bild 7-1e nach  $80 \text{ s}$  zu deutlichen und größeren Strukturen verbunden.

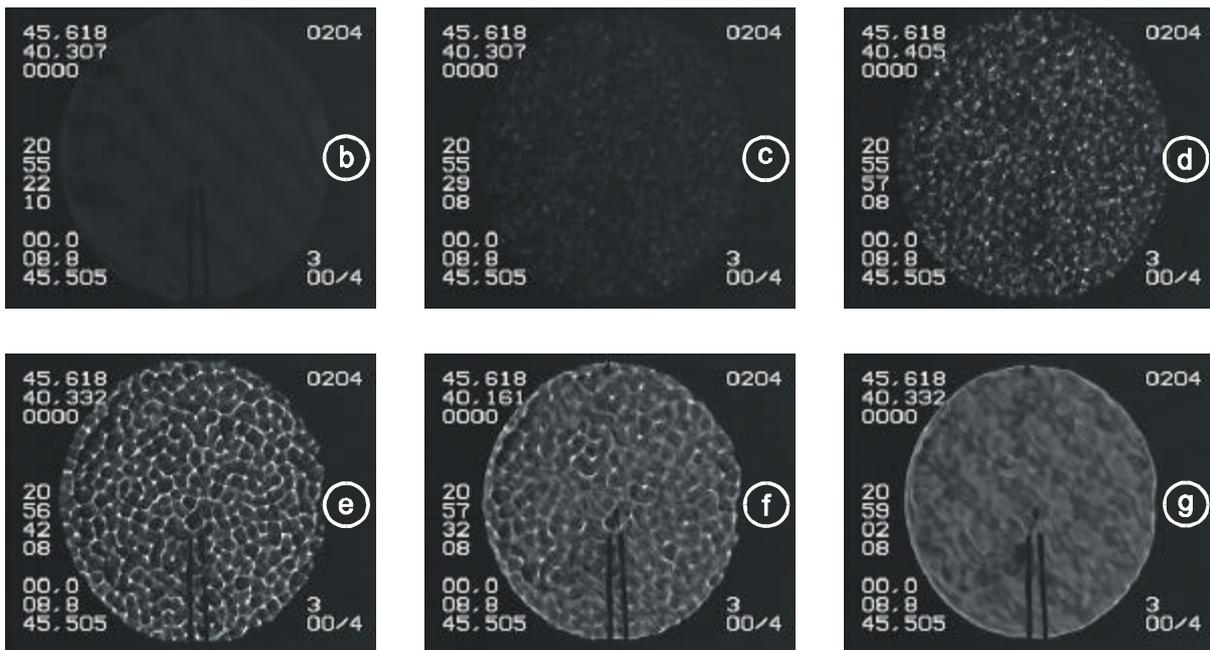
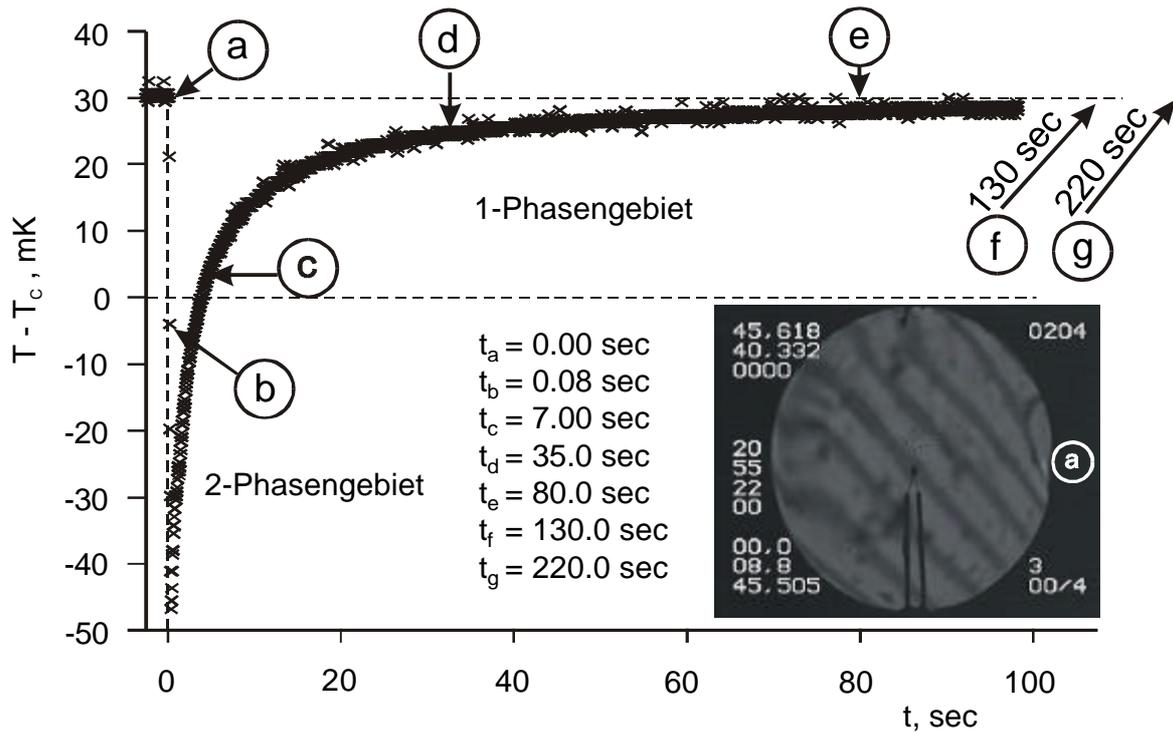


Bild 7-1: Temperaturverlauf gemessen von Th-1 nach einem Quench in der Größe von  $\Delta\rho = -0.8\% \rho_c$  bei einer Anfangsdichte von  $\rho = \rho_c$  und einer Starttemperatur von  $T_{\text{Start}} = T_c + 30$  mK. Die Temperatur fällt vom Einphasengebiet ins Zweiphasengebiet und relaxiert wieder zurück. Videobild a) zeigt die Fluidverteilung in der Zelle unter  $\mu\text{g}$ -Bedingung vor dem Quench. Veränderung der Dichteverteilung in der Fluidzelle zu den markierten Zeitpunkten. Videobild b) aufgenommen im „zweiphasigen“ ( $T < T_c$ ), Videobild a) und c) bis g) im „einphasigen“ ( $T > T_c$ ) Fluidzustand.

Die unterschiedlichen Helligkeiten werden durch die unterschiedliche Brechung des Lichts aufgrund inhomogener Dichteverteilung verursacht. Eine genaue Bewertung der Strukturen ist sehr schwierig, da es sich um eine dreidimensionale Fluidverteilung handelt und die Lichtstrahlen durch Zonen höherer und niedriger Dichte gehen. Die hellen Linien könnten durch Brennlinsen der Flüssiganteile entstehen. Die Struktur in Bild 7-1e ist ähnlich einem Schwamm oder einer Bienenwabenstruktur aufgebaut. Sie entstand in der kurzen Zeitspanne, als sich das Fluid im Zweiphasengebiet befand. Die vielen Tröpfchen und Bläschen haben sich durch Koalieren jeweils zu größeren Blasen vereinigt (Videobild b bis d), während die flüssige Phase die Wand zwischen den Blasen bildet. Nachdem die Temperatur sofort wieder in das Einphasengebiet zurückkehrt, reicht die Zeit nicht aus um makroskopisch flüssige und gasförmige Phasen zu bilden, es bleiben aber lokale Dichteinhomogenitäten zurück. Ab Bild 7-1e ist die Ausgangstemperatur fast wieder erreicht. Danach ist nur noch ein langsames Auflösen der Dichteinhomogenitäten zu erkennen und das Streifenmuster des Gitters erscheint wieder.

Was genau in der Zeit zwischen Bild 7-1a und b passiert, wenn die Koexistenztemperatur unterschritten wird, kann man wegen der kritischen Opaleszenz und der Verdunklung aufgrund der Dicke der Zelle nur erahnen. (Die Dicke war aufgrund des günstigeren  $A/V$  Verhältnisses für den Piston Effect wichtig !!). Für eine etwas detailliertere Beschreibung der Vorgänge im Verlauf der Phasenbildung hat uns Dr. Yves Garrabos, unser Kooperationspartner von ICMCB in Bordeaux, freundlicherweise vier Aufnahmen aus der Cassiopeia Mission vom August 1996 zur Verfügung gestellt. Dieses Experiment wurde ebenfalls mit der Alice 2 Apparatur auf der MIR Station durchgeführt. Während der Durchmesser der Zelle mit 12 mm exakt der unseren entsprach, betrug die Dicke mit 3.02 mm etwa nur ein Viertel. Wie die Aufnahmen in Bild 7-2 zeigen, war die Zelle damit dünn genug, um am kritischen Punkt noch genügend Licht durch das Fluid und die kritische Opaleszenz dringen zu lassen. Die Zelle war ebenfalls mit  $SF_6$  gefüllt und die mittlere Dichte betrug  $\rho = 1.0085 \rho_C$ , war also nur um 0.85% überkritisch befüllt. Die mittlere Temperatur der Fluids lag bei  $T = T_C + 1.6$  mK und war im Verlauf eines Tages langsam auf diesen Wert eingestellt worden. Man kann daher eine homogene Temperaturverteilung in der Zelle voraussetzen. Als nächstes wurde ein Temperaturquench durchgeführt, der die Temperatur in einem Schritt um  $\Delta T = -2.3$  mK auf  $T = T_C - 0.7$  mK absenkte. Die folgende Phasenbildung

wurde mittels Mikroskopie unter direkter optischer Beobachtung, also ohne Gitter oder Interferometrie, verfolgt. Durch den Einsatz einer Vergrößerungslinse zeigen die 4 Fotos bei einer Auflösung von  $3.5 \mu\text{m}$  nicht die gesamte Zelle, sondern nur einen  $1.0 \text{ mal } 1.5 \text{ mm}$  großen Ausschnitt.

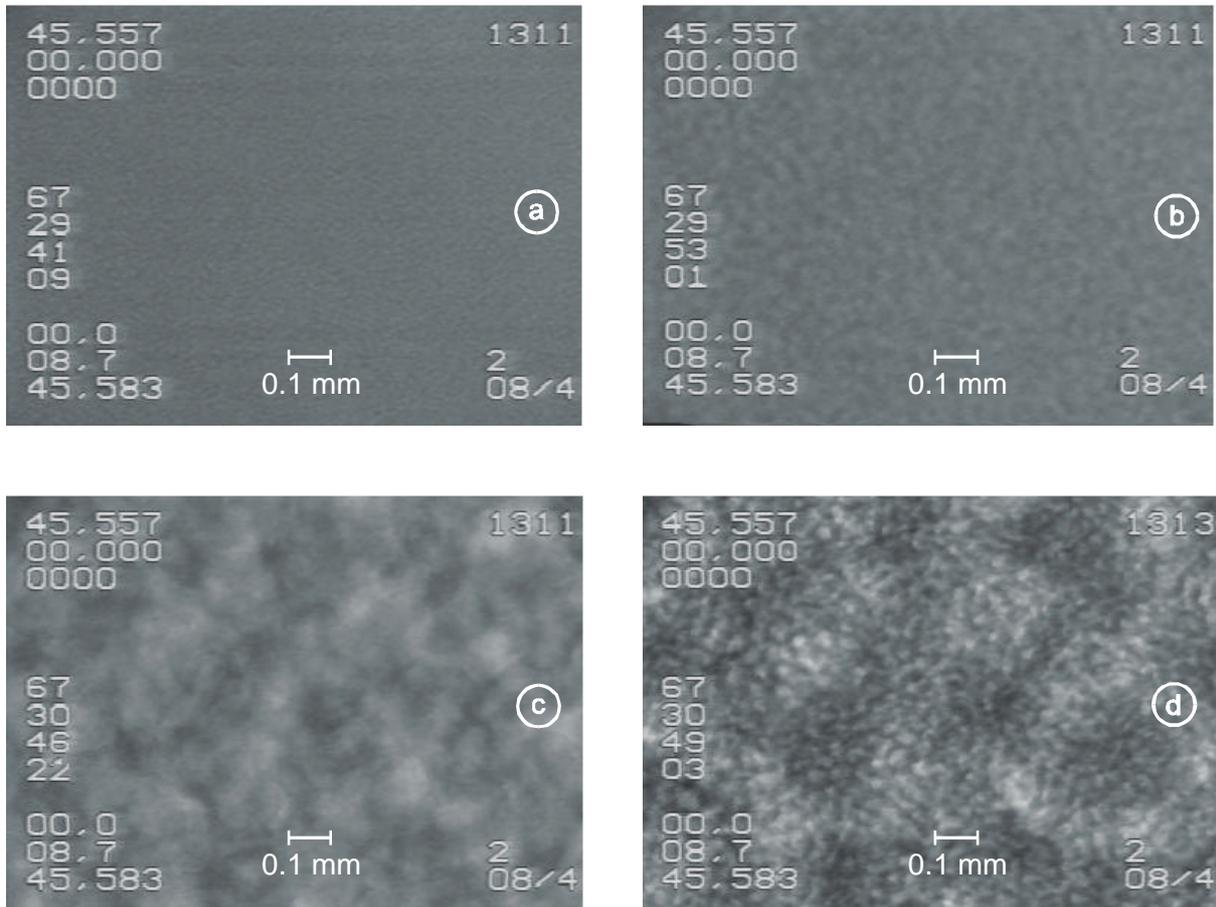


Bild 7-2: Fluktuationen und Phasenbildung nach einem Temperaturquenches  $\Delta T = -2.3 \text{ mK}$  vom einphasigen ins zweiphasige Regime auf  $T = T_C - 0.7 \text{ mK}$  bei der mittleren Dichte  $\rho = 1.0085 \rho_C$ . Die 4 Aufnahmen wurden freundlicherweise von ICMCB zur Verfügung gestellt und stammen aus der französischen Cassiopeia Mission.

Bild 7-2a entstand 13.88 Sekunden ( $t_q + 13.88 \text{ sec}$ ) nach der Initiierung des Temperaturquenches. In unmittelbarer Nähe zum kritischen Punkt haben die Fluktuationen ihr Maximum erreicht und verdunkeln die Sicht durch die Zelle. Man beginnt trotzdem sehr feine Strukturen zu erkennen, die sich immer stärker im Laufe der Relaxation ausbilden (**Garrabos**, 2001). Sie wachsen durch Koalition der beiden Phasen an, bis sie wie in Bild 7-2b deutlich sichtbar werden ( $t_q + 25.60 \text{ sec}$ ).

Bild 7-1c entstand zum Zeitpunkt  $t_q + 79.40$  sec. Die Unschärfe in diesem Bild resultiert aus der Lage des Fokuspunkts in der Mitte der Fluidzelle. In Bild 7-1d ( $t_q + 81.64$  sec) wurde der Fokuspunkt auf die Phasengrenze zwischen Fluid und Fenster verschoben, daher erscheinen die sichtbaren Strukturen schärfer. Man erkennt, daß die ursprünglich dispers verteilten mikroskopischen Strukturen in Bild 7-1a und b gewachsen sind und sich daraus Konglomerate gebildet haben, die ein schwammähnliches Aussehen aufweisen (Bild c und d). Bild 7-2d entspricht gewissermaßen dem Bild 7-1c und erklärt die Entstehung der nachfolgend sichtbaren Strukturen, die sich aufgrund der wieder überkritischen gewordenen Temperatur in Bild 7-1 nach einiger Zeit auflösen. Im Verlauf des französischen Experiments (Bild 7-2) konnten sich die Strukturen durch eine anschließende weitere Temperaturabsenkung noch deutlicher ausbilden.

### 7.1.2 Quenche bei überkritischer Dichte

Interessant ist, wie sehr sich selbst eine geringfügige Abweichung von der kritischen Dichte auf die Phasenbildung nach einem Quench auswirkt. Die Anfangstemperatur des Fluids in Bild 7-3 liegt bei  $T = T_C + 20$  mK und die mittlere Dichte beträgt  $\rho = 1.02 \rho_C$ . Die Koexistenztemperatur liegt damit für diese Dichte nur 0.39 mK unterhalb der kritischen Temperatur. Während des Quenchs in der Größe von  $\Delta\rho = -0.9\% \rho_C$  fällt die Temperatur im Bulkfluid um 75 mK unter die Zweiphasengrenze, also etwa 27 mK tiefer als im Fall von Bild 7-1. Damit könnte man im ersten Moment eine ähnlich deutliche Strukturbildung wie bei kritischer Dichte erwarten.

Im Moment des Expansionsquenches bilden sich wieder zahlreiche Bläschen und Tröpfchen, die den sichtbaren Zellenteil komplett verdunkeln. Aber sofort nach Ende des Quenchs lösen sich diese zum größten Teil mit steigender Fluidtemperatur wieder auf. Nur am rechten Rand von Bild 7-3 und in der Nähe des Thermistors (Pfeil) in Zellenmitte bleiben Dichtestrukturen ähnlich wie in Bild 7-1 zurück. Im Gegensatz zu diesem sind sie nicht über die gesamte Zelle verteilt, sondern nur an wenigen bestimmten Stellen zu finden. Während die Relaxation der Bulktemperatur in beiden Fällen ähnlich und die Temperatur etwa 6 Sekunden nach Ende des Quenches wieder in das Einphasengebiet zurückgekehrt ist, lösen sich die Tröpfchen und Bläschen bei leicht überkritischer Dichte schneller auf. Die Dichteinhomogenitäten,

die übrig bleiben, weisen wesentlich größere Strukturen auf, was wiederum auf ein beschleunigtes Koalieren der Bläschen hindeutet.

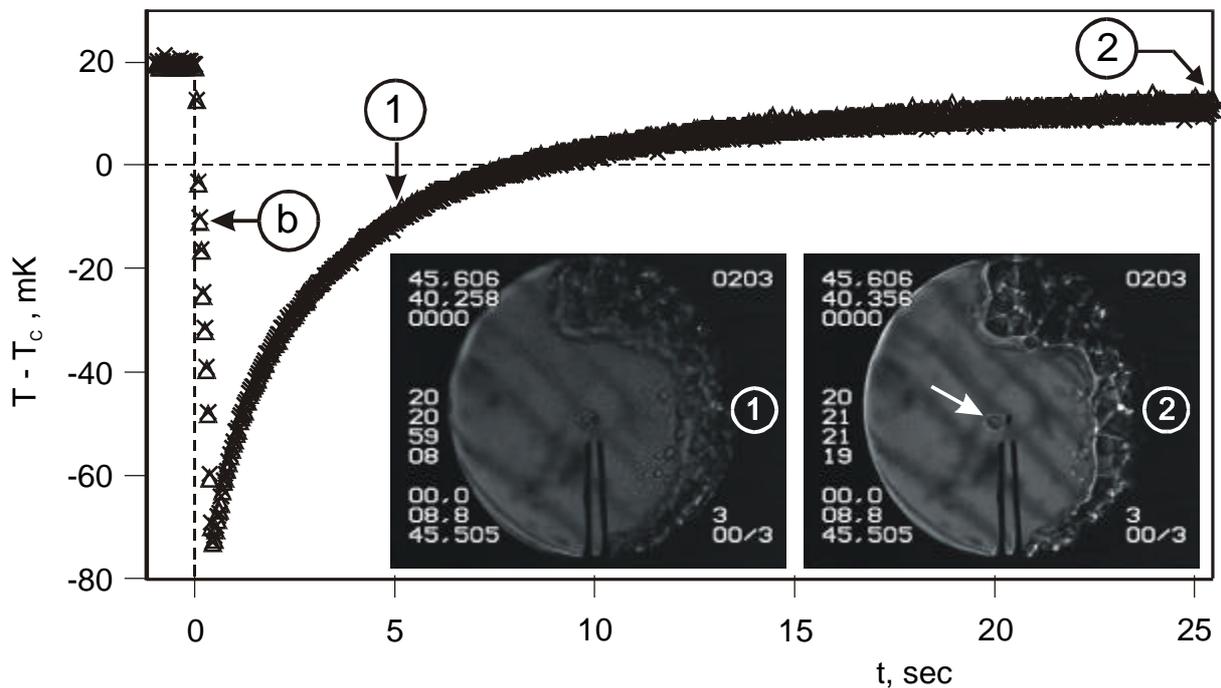


Bild 7-3: Expansionsquench aus dem Einphasen- ins Zweiphasengebiet mit  $\Delta p = -0.8\% \rho_c$  bei einer Starttemperatur von  $T_{\text{Start}} = T_c + 20$  mK für eine 2-prozentig überkritische Fluidichte ( $\rho = 1.02 \rho_c$ ). Videobild Nr. 1 zeigt die Phasenverteilung 2 Sekunden nach dem Quench noch im Zweiphasengebiet, Videobild Nr. 2 nach 11 Sekunden im Einphasengebiet. Der Temperaturverlauf beider Thermistoren ist nahezu identisch. Die senkrechte gestrichelte Linie markiert den Beginn des Quenches und entspricht dem Nullpunkt der Zeitachse ( $t_q = 0$ ). Der Buchstabe „b“ kennzeichnet den Zeitpunkt von Bild 7-4b.

Der Grund, warum sich die Dichtestrukturen gehäuft am rechten Zellenrand ansammeln, hängt vermutlich mit dem Drucksensor zusammen, der sich an dieser Stelle in der Wand in Höhe der Zellenmitte befindet. Der Sensor gibt während der Druckmessungen winzige Wärmemengen an die nähere Umgebung der Wand ab. Dadurch entsteht an der rechten Zellenwand eine warme Grenzschicht (hot boundary layer, HBL), die in Bild 7-4a durch zwei weiße Pfeile gekennzeichnet ist. Dieses Bild entstand 480 ms vor Beginn des Quenches (Quenchbeginn bei  $t = t_q = 20:20:54.01$ ). Durch die Dichteinhomogenitäten der HBL wird das Licht derart

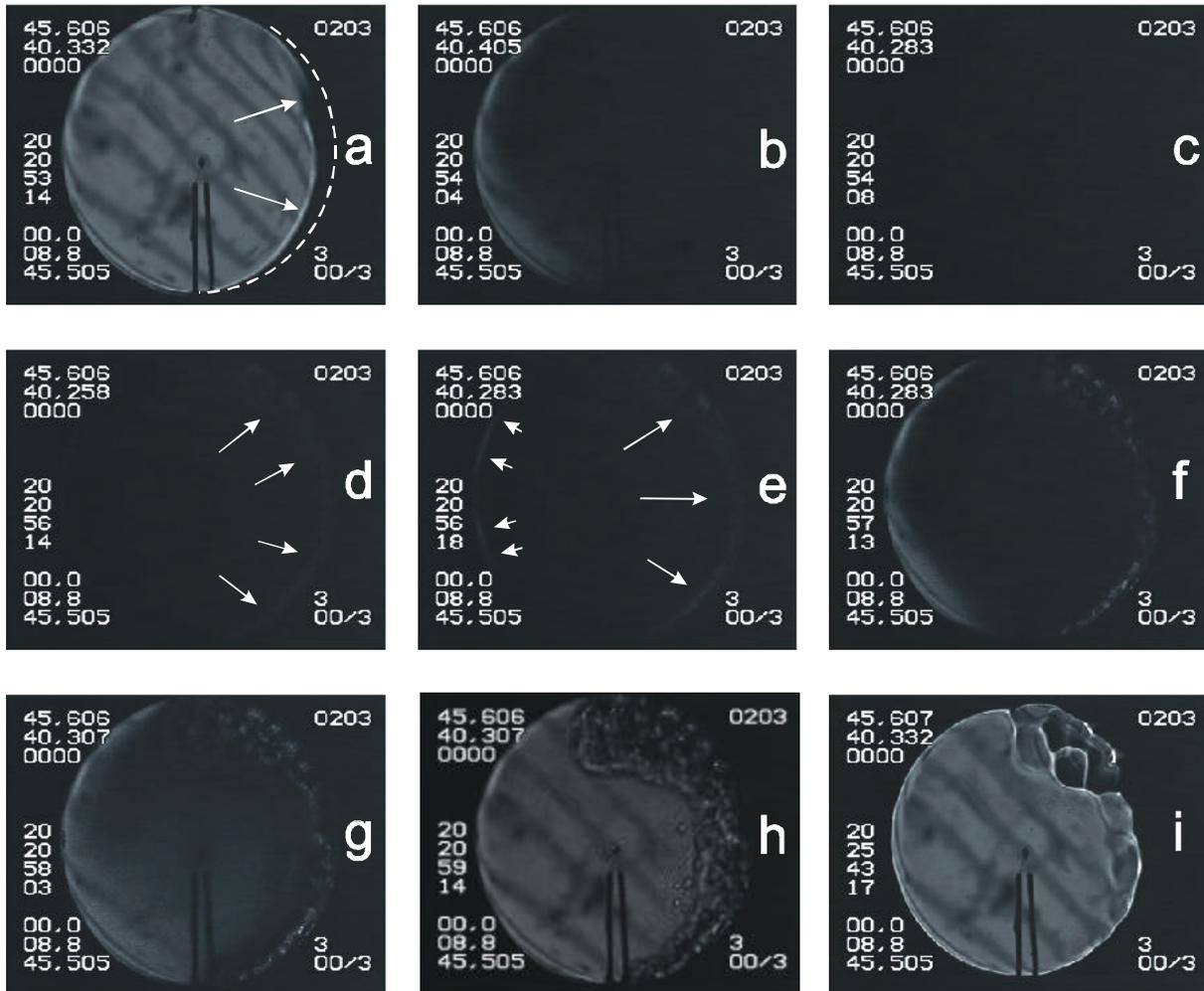


Bild 7-4: Videosequenz zur Entstehung der Dichtestruktur bei  $\rho = 1.02 \rho_c$ . Der Zeitpunkt des Quenchbeginns liegt bei  $t=20:20:54.01$ .

abgelenkt, daß der Zellenrand nicht zu erkennen und deshalb durch eine gestrichelte Linie markiert ist. Während des Quenches verdunkelt sich die Zelle von rechts nach links (Bild 7-4b:  $t_q + 120$  ms und Bild 7-4c:  $t_q + 280$  ms) durch die Entstehung von Tröpfchen und Bläschen beim Eindringen ins Zweiphasengebiet<sup>18</sup>. Zum Zeitpunkt  $t_q + 2.52$  sec, die Temperatur des Bulkfluids ist immer noch im Koexistenzgebiet, werden wieder erste Strukturen auf der rechten Seite der Zelle erkennbar (in Bild 7-4d durch weiße Pfeile gekennzeichnet). Erst danach hellt sich der linke Rand auf (kleine Pfeile links in Bild 7-4e:  $t_q + 2.68$  sec), die Verdunklung verschwindet und es bleiben nur noch die oben beschriebenen Dichtestrukturen am rechten Rand übrig (Bild 7-4f

<sup>18</sup> Der Zeitpunkt, zu dem Bild 7-4b entstand, ist in Bild 7-3 an der Temperaturkurve mit „b“ markiert!

bis h). Zum Zeitpunkt  $t_q + 5.52$  sec (Bild 7-4h) befindet sich die Bulktemperatur gerade noch im Zweiphasengebiet (vgl. auch Bild 7-3). Zur Vollständigkeit des Verlaufs der Dichterelaxation ist Bild 7-4i angegeben und zeigt, daß selbst nach fast 5 Minuten immer noch deutliche Inhomogenitäten in der Fluidichte erkennbar sind, obwohl die Bulktemperatur längst auf den Ausgangswert zurückgekehrt ist.

Betrachtet man parallel zur Videosequenz das T- $\rho$  Diagramm aus Bild 7-5, dann wird der Grund für den offensichtlich ungleichmäßigen Eintritt des Fluids in das Zweiphasengebiet verständlicher. Im Zustand 1 besitzt das Bulkfluid die Dichte  $\rho_1$ . Das Fluid der markierten Grenzschicht in Bild 7-4a wird durch den Drucksensor erwärmt und dehnt sich aus. Aus diesem Grund besitzt das Fluid des Hot Boundary Layers die im Vergleich zum Bulkfluid leicht niedrigere Dichte  $\rho_{\text{HBL}}$ , (der Dichteunterschied in Bild 7-5 zwischen  $\rho_1$  und  $\rho_{\text{HBL}}$  ist zur Verdeutlichung übertrieben dargestellt!). Mit der Verschiebung der Dichte im Diagramm von  $\rho_1$  nach links zur Dichte  $\rho_{\text{HBL}}$  ist aber gleichzeitig eine Anhebung der Koexistenztemperatur verbunden, so daß  $T_{\text{cx,HBL}} > T_{\text{cx},1}$ .

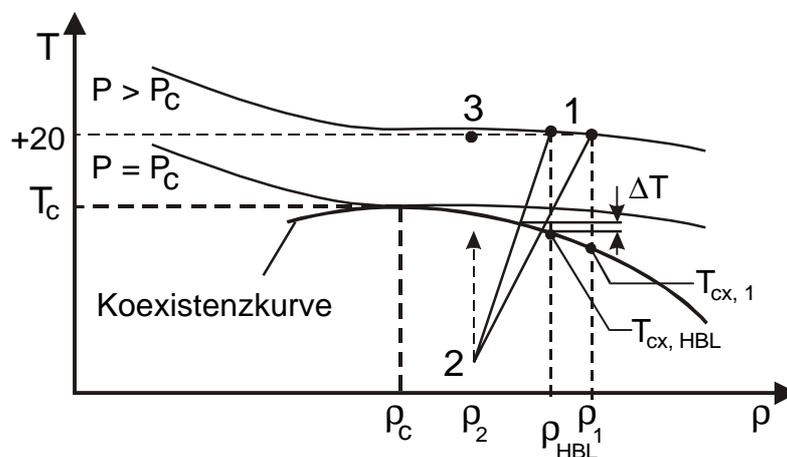


Bild 7-5: Skizzenhaftes T- $\rho$  Diagramm zur Erklärung der ungleichmäßigen Zweiphasenbildung. Kurvenverlauf übertrieben und Darstellung nicht maßstabsgetreu!

Wenn nun durch den Expansionsquench die Dichte des Fluids auf die mittlere Dichte  $\rho_2$  abgesenkt wird, erreicht das Fluid der HBL zuerst die Koexistenzkurve (siehe Verlauf der beiden Linien von 1 nach 2). Somit bilden sich im Bereich der HBL

zuerst die flüssige und gasförmige Phase aus. Dann erst folgt der Rest der Fluidzelle, wie es dem Verlauf der Verdunklung von rechts nach links in Bild 7-4a bis c) entspricht. Auch wenn es sich beim Temperaturunterschied  $\Delta T$  nur um wenige  $\mu\text{K}$  handelt, so zeigt dieser Prozeß der Phasenbildung, wie hoch sensibel Fluide in der Nähe ihres kritischen Punkts reagieren. Selbst geringfügige lokale Abweichungen, von Dichte bzw. Temperatur von den kritischen Parametern, haben einen starken Einfluß auf das Verhalten des Fluids.

Da die Temperatur der Zellenwand konstant ist, steigt die Fluidtemperatur nach Beendigung des Quenches wieder an und das Fluid bewegt sich vom Zustand 2 in Richtung Zustand 3. Dabei durchbricht die Grenzschicht des HBL aufgrund der Erwärmung durch den Drucksensor zuerst die Koexistenzkurve nach oben. Anschließend folgt das Bulkfluid. Dementsprechend sind auch die ersten Dichtestrukturen zuerst am rechten Zellenrand zu erkennen, wie in Bild 7-4d mit weißen Pfeilen gekennzeichnet. Dann erst hellt sich entsprechend Bild 7-4e bis h) die Fluidzelle von links her durch die warme Zellenwand auf und die Dichtestrukturen bleiben auf der rechten Seite zurück.

Diese Erklärung gilt auch für die Dichtestruktur (siehe Pfeil in Bild 7-3) am Thermistor Th-1 in Zellenmitte. Die Thermistoren emittieren ebenfalls winzige Wärmemengen. Da die Zelle nur aus einer Richtung eingesehen werden kann, ist es zwar nicht hundertprozentig sicher, ob sich diese Dichtestruktur direkt am Th-1 in der Zellenmitte befindet, aber eine Videoanalyse bzgl. Art der Lichtbrechung und ihrer Form im Vergleich zu den Dichtestrukturen am rechten Rand, die nachweislich Kontakt zum Fenster haben, deutet darauf hin.

Der Quench ins Zweiphasengebiet in Bild 7-6 fand mit  $\rho = 1.049 \rho_C$  bei noch höherer Dichte statt. Für diese Dichte liegt die Koexistenztemperatur bei  $T_{\text{ox}} = T_C - 5.79 \text{ mK}$ . Demnach reicht der Temperaturabfall nur ca. 35 mK ins Zweiphasengebiet. Trotzdem bilden sich auch in diesem Fall deutliche Dichtestrukturen aus. Wie in Bild 7-3 befindet sich die Hauptansammlung dieser Strukturen wieder am rechten Zellenrand am Ort des Drucksensors und am Kopf des Thermistors Th-1 (siehe Pfeil). Auch am Kopf des Thermistors Th-2 am oberen Zellenrand (Pfeil) haben sich kleine Strukturen gebildet. Dieser Bereich war in dem vorherigen Experiment verdeckt. Da sich im überkritischen Dichtebereich die Gasblasen aus der flüssigen Phase bilden

und dies bevorzugt an Keimstellen, wie zum Beispiel raue Glasoberfläche bzw. winzige Schmutzpartikel, passiert scheint die aus mehreren Zellen bestehende Struktur zwischen den beiden Thermistoren in direktem Kontakt mit dem Fenster zu stehen. Ansonsten gilt für die Bildung der Dichtestrukturen die gleiche Erklärung.

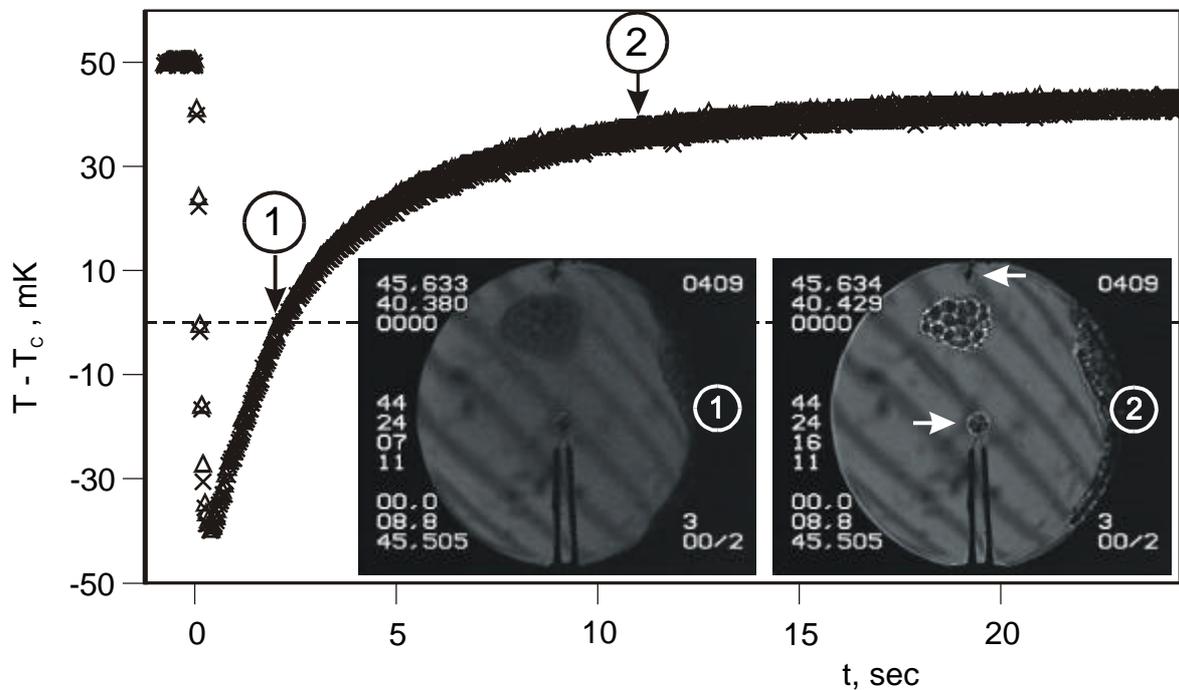


Bild 7-6: Expansionsquench aus dem Einphasigen ins Zweiphasengebiet in der Größe von  $\Delta\rho = -0.8\% \rho_C$  bei einer Starttemperatur von  $T_{\text{Start}} = T_C + 20$  mK für eine 5-prozentig überkritische Fluidichte ( $\rho = 1.05 \rho_C$ ). Linkes Bild (1) zeigt die Phasenverteilung 2 Sekunden, das rechte Bild (2) 11 Sekunden nach dem Quench.

## 7.2 Zweiphasenbildung unter $\mu g$ mit Kühlrampen

In diesem Abschnitt werden drei Experimente miteinander verglichen, bei denen das Fluid vom Einphasengebiet mit  $-500$  mK/h ins Zweiphasengebiet abgekühlt wurde. Die unter  $\mu g$ -Bedingungen durchgeführten Experimente unterscheiden sich in der mittleren Anfangsdichte, die mit  $\rho = 1.303 \rho_C$  das Maximum und mit  $\rho = 0.744 \rho_C$  das Minimum aller während der Perseus Mission verwendeten Dichten repräsentieren. Beim dritten Experiment hat das Fluid eine mittlere Dichte von  $\rho = 1.111 \rho_C$ . Diese Art der Zweiphasenbildung, bei der die lokale Entstehung der flüssigen bzw. gasförmigen Phase beobachtet werden kann, ist nur bei Mikrogravitation möglich. Nur in diesem speziellen Fall verweilt die entstehende Phase an ihrem Entstehungsort, so

daß deren Wachstum während der Temperaturabsenkung beobachtet werden kann. Trotzdem kommt es über längere Zeiträume hinweg zu beobachtbaren Bewegungen, die durch eine Störung der Mikrogravitation verursacht werden. Diese Störung kann beispielsweise durch Bewegungen der Kosmonauten, Lageregelung der Station, atmosphärischen Abbremsung der Station und die Restbeschleunigung aufgrund der Entfernung des Experiments zum Schwerpunkt der Station verursacht werden.

Für eine gleichförmige Phasentstehung wäre es wünschenswert gewesen eine lineare und gleichmäßige Abkühlung zu haben. Weil aber die Alice 2 Apparatur diese Funktion nicht bieten konnte, mußten die Kühlrampen durch eine Vielzahl möglichst kleiner Temperaturschritte in Form von Quenchen erreicht werden. Da das Fluid in der Nähe der Koexistenztemperatur  $T_{cx}$  empfindlicher auf Störungen reagiert, wurden die Temperaturstufen um  $T_{cx}$  kleiner und weiter weg entsprechend größer gewählt, aber immer so, daß die Kühlgeschwindigkeit von  $-500$  mK/h exakt eingehalten wurde.

### 7.2.1 Überkritische Dichten

Die Serie von Videoaufnahmen in Bild 7-7 gehört zum Fast Phase Separation (FPSep) Experiment Nr. 7a (vgl. Kapitel 5, Tabelle 5-1). Die mittlere Dichte dieses Laufs wurde zu  $\rho = 1.303 \rho_C$  ermittelt und die dazugehörige Koexistenztemperatur berechnet sich zu  $T_{cx} = T_C - 1342$  mK. Im Verlauf des 9-stündigen Experiments wurde die Temperatur des Fluids von  $T_C + 1500$  mK auf  $T_C - 3000$  mK abgekühlt. Aufgrund der Kapazitätsgrenzen der Aufzeichnungsbänder waren nur kurze Aufzeichnungsintervalle möglich, die sich über den gesamten Verlauf des Experiments verteilten. Lediglich der interessante Phasenübergang wurde permanent aufgenommen.

In Bild 7-7a ist das Fluid gerade im Begriff während eines Temperaturquenches von  $\Delta T = -25$  mK unter die Koexistenztemperatur  $T_{cx}$  zu fallen. Durch den überproportionalen Flüssiganteil bei überkritischen Dichten ist die sichtbar entstehende Phase beim Durchgang gasförmig. Die drei weißen Pfeile zeigen die Orte, an denen sich gerade während des Quenches die Gasbläschen bilden, die sich im weiteren Verlauf in Bild 7-7b und c) vergrößern bzw. vermehren. Während die meisten Gasblasen hauptsächlich durch den Temperaturabfall anwachsen (da mit sinkender Temperatur

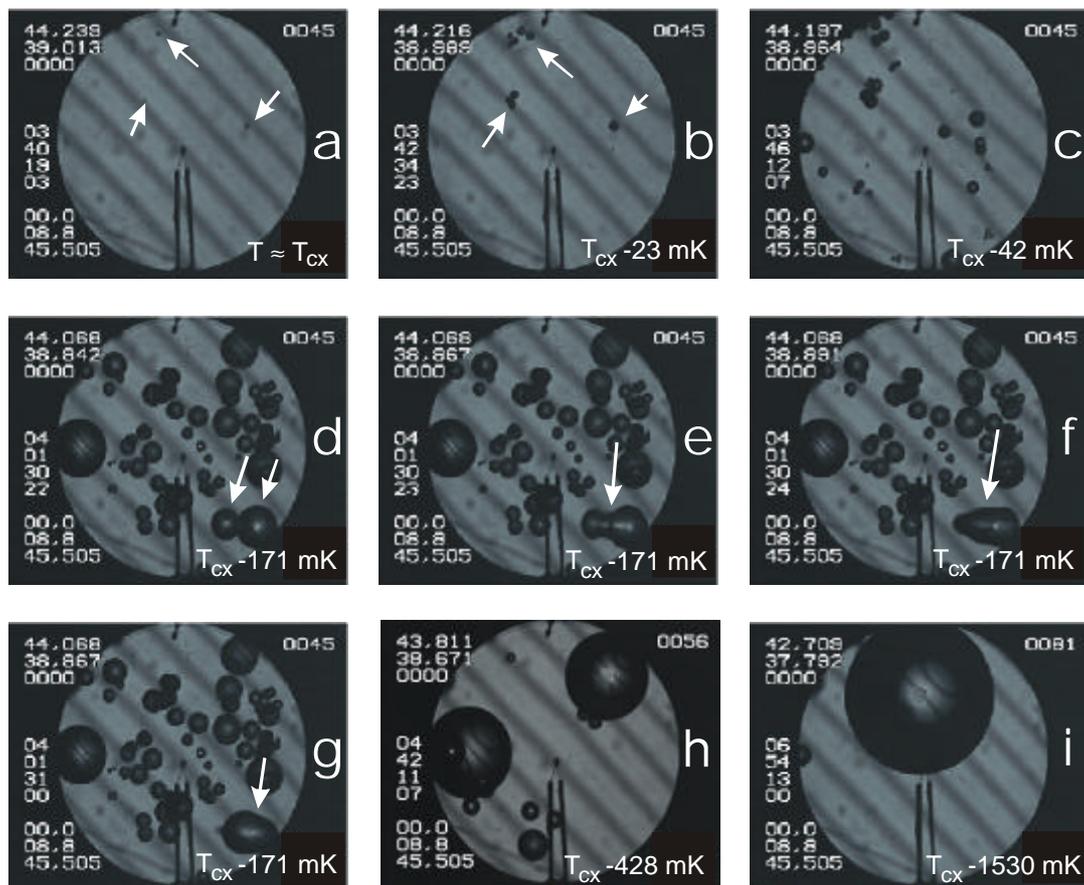


Bild 7-7: Blasenwachstum unter  $\mu\text{g}$  während einer Kühlrampe bei einer mittleren Fluidichte von  $\rho = 1.303 \rho_c$ .

der Volumenanteil der Gasphase zunimmt) vergrößern sich andere Blasen durch Koalition. In Bild 7-7d sind zwei nebeneinander liegende Blasen gekennzeichnet, die sich in den drei folgenden Sequenzen e) bis f) (Bildabstand jeweils  $\Delta t = 40 \text{ ms}$ ) vereinigen. Der Impuls dieser Vereinigung führt zu einer Bewegung im Fluid, was weitere Koalitionen nach sich ziehen kann. Dadurch und durch den fortlaufenden Temperaturabfall wachsen die Blasen und vereinigen sich schließlich zu einer einzigen großen Blase (Bild 7-7i).

Während sich bei stark überkritischen Dichten nur einzelne deutlich unterscheidbare Bläschen entwickeln, sieht dieser Prozeß bei nahe kritischen Dichten anders aus. Die drei weißen Pfeile in Bild 7-8a markieren den Ort, an dem sich gerade Bläschen zu bilden beginnen (Temperaturquench in der Größe  $\Delta T = -5 \text{ mK}$ ). Die mittlere Dichte des Fluids (FPSep Nr. 1b) liegt bei  $\rho = 1.111 \rho_c$  und die dazugehörige Koexistenztemperatur beträgt  $T_{cx} = T_c - 69 \text{ mK}$ . Bild b) und c) gehören noch zum selben

Quench und zeigen das Entstehen und Wachsen einer Vielzahl von Bläschen. Der Ort, an dem sich die Bläschenwolke bildet, stimmt mit dem in Bild 7-6 nach dem Dichtequench überein. An dieser Stelle scheinen sich tatsächlich entweder Verunreinigungen oder Unebenheiten am Zellenfenster zu befinden, die als Bildungskeime für die Bläschen dienen. Auch am Thermistor in Zellenmitte (Pfeil) entstehen Gasbläschen.

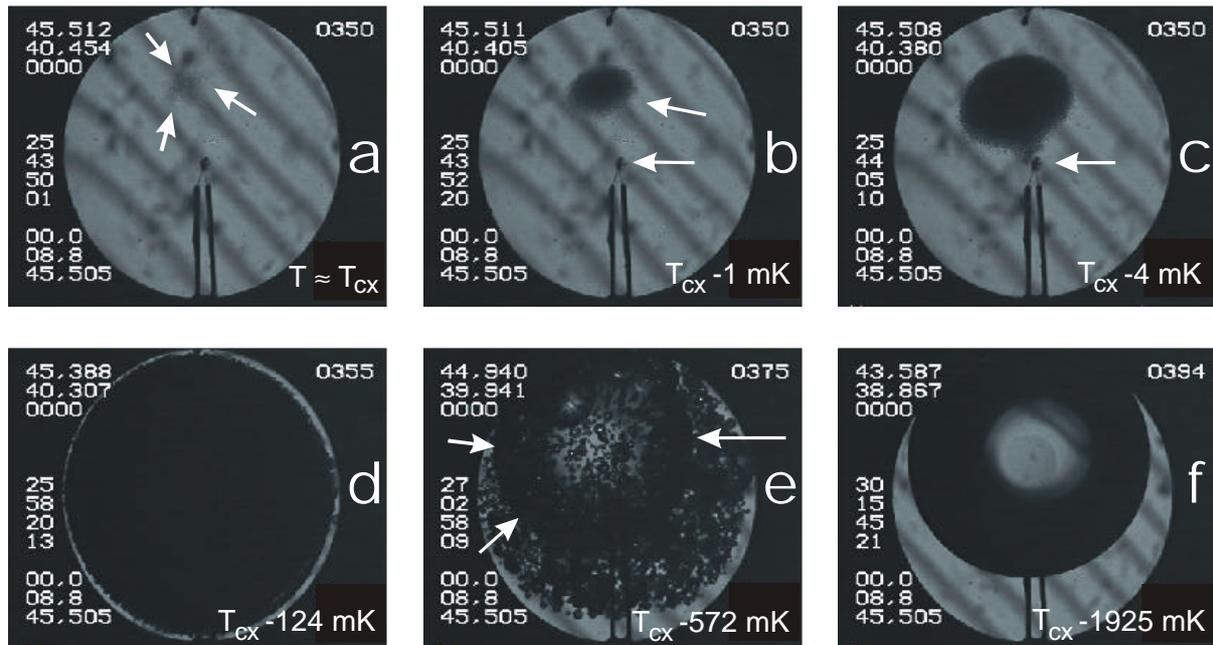


Bild 7-8: Verlauf der Zweiphasenbildung bei einer mittleren Fluidichte von  $\rho = 1.111 \rho_c$ . Das Fluid wurde von  $T_c + 1500 \text{ mK}$  auf  $T_c - 2000 \text{ mK}$  mit  $-500 \text{ mK/h}$  abgekühlt.

Mit weiterem Absinken der Fluidtemperatur dehnt sich das Feld durch Entstehen neuer Bläschen aus, bis schließlich das gesamte Sichtfeld blockiert ist (Bild 7-8d). Im Gegensatz zu Fluiden höherer Dichte, ist hier die Zahl der sich bildenden Bläschen um ein Vielfaches höher. Infolge der Zellendicke ist es unmöglich einzelne entstehende Bläschen und deren Wachstum zu verfolgen. Erst mit weiterem Absinken der Temperatur und ausreichender Entfernung unterhalb der Koexistenztemperatur ist eine Durchsicht wieder möglich. Es haben sich inzwischen durch Koalition größere Blasen gebildet (Bild 7-8e). Ist die Kühlphase beendet, hat sich die gasförmige Phase zu einer einzigen Blase vereinigt (Bild 7-8f). Unter idealen Bedingungen müßte sich eine kugelförmige Gasblase in der Zellenmitte bilden, weil nur dann die Oberflächenkräfte an der Phasengrenze überall gleich und damit im Gleichgewicht

sind. Die beiden Thermistoren wirken jedoch als Fremdkörper: Wenn die Gasblase klein genug ist, wird sie entweder zwischen beiden Thermistoren oder zwischen Thermistor und Wand eingeklemmt (vgl. Bild 7-7i). Ist der Volumenanteil der Gasphase zu groß, dringt der Thermistor in Zellenmitte zusätzlich in die Blase hinein. Dann erst ist es möglich, die Temperatur in der gasförmigen und der flüssigen Phase zu messen. Ansonsten sind beide Thermistoren aufgrund der Benetzungskräfte immer in der flüssigen Phase eingetaucht.

### 7.2.2 Unterkritische Dichte

Das letzte hier beschriebene FP Sep Experiment hat die Nummer 9b. Die mittlere Fluidichte lag bei  $\rho = 0.744 \rho_C$ , die dazugehörige Phasengrenze bei  $T_{cx} = T_C - 914$  mK. Im Verlauf des Experiments wurde das Fluid von  $T_C + 1500$  mK auf  $T_C - 3000$  mK abgekühlt. Bei Fluiden mit unterkritischer Dichte sind es Flüssigkeitströpfchen, die während des Unterschreitens der Koexistenztemperatur sichtbar werden. In Bild 7-9b bilden sich die Tröpfchen zuerst vorwiegend in der Nähe des rechten Zellenrands, da die kühlenden Peltierelemente, mit denen die Temperaturquenche erzeugt werden, näher am rechten Rand positioniert sind und deshalb die Temperatur an diesem Ort zuerst absinkt. Dann erst beginnen sich die Tröpfchen über das Zellenvolumen verteilt zu bilden. Bei weiterem Abkühlen und dadurch größer werdendem Volumenanteil der flüssigen Phase beginnen die Tröpfchen sich an die Zellenoberflächen zu heften und bilden einen Flüssigkeitsfilm (Bild 7-9e und f). Auch die Halterungen des Thermistors sind davon betroffen und es bildet sich zwischen ihnen eine Flüssigkeitssäule.

Im Verlauf des Experiments war die Zelle einer Beschleunigung mit definierter Richtung ausgesetzt. Diese gerichtete Beschleunigung, deren Herkunft unbekannt ist, führte zu einer Strömung, wie sie in Bild 7-9d angedeutet ist. Die Bewegung war allerdings erst beim Abspielen des Films mit Zeitraffer zu erkennen. Dies führte zu einer Art Sedimentation, in deren Verlauf die dichteren Tröpfchen sich bevorzugt am rechten Zellenrand ansammelten und die gasförmige Phase auf der linken Seite überwog. Sobald aber die Tröpfchen mit der Wand in Kontakt kamen, breitete sich der Flüssigkeitsfilm an der Wand entlang auch entgegen der Beschleunigungsrichtung aus. Die Benetzungskräfte waren also offensichtlich stärker als die Beschleunigungskräfte.

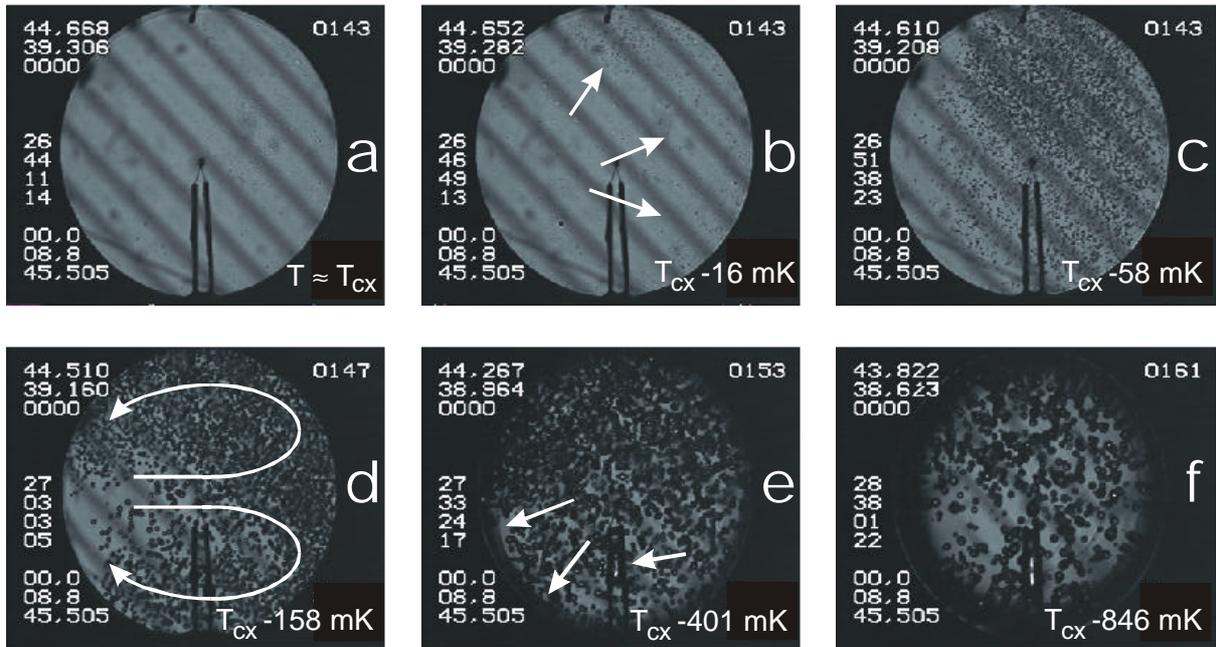


Bild 7-9: Verlauf der Zweiphasenbildung bei einer mittleren Fluidichte von  $\rho = 0.744 \rho_C$ . Das Fluid wurde von  $T_C + 1500 \text{ mK}$  auf  $T_C - 3000 \text{ mK}$  mit  $-500 \text{ mK/h}$  abgekühlt. Während dieses Laufs mittels Zeitraffer eine Strömung erkennbar.

## 8 SCHLUSSBEMERKUNG

Ziel dieses wissenschaftlichen Projektes war die systematische Untersuchung des dynamischen Verhaltens der Temperaturlausbreitung und der Relaxationsphänomene nach einem Dichtequench und der Ausbildung von zwei Phasen bei über- und unterkritischen Fluidzuständen unter den Bedingungen der Mikrogravitation. In einer deutsch-französischen Kooperation mit Wissenschaftlern der Universität Bordeaux konnten die Experimente während der deutschen Mission MIR 97 und der französischen Perseus Mission 1999 auf der russischen MIR Station durchgeführt werden. Im Gegensatz zu bisherigen Raummissionen, bei denen Fluidzellen mit nur einer einzigen fest eingestellten Dichte verwendet werden konnten, wurde für diese Unternehmung erstmals eine Meßzelle entwickelt, mit der verschiedene Dichteinstellungen im Bereich von etwa  $\pm 30\%$  der kritischen Dichte von  $\text{SF}_6$  möglich waren. Die absolute Dichte des Systems über den 189-tägigen Zeitraum der Perseus Mission war äußerst wichtig, denn wie in Kapitel 7.2 gezeigt, bewirken winzige Fluidverluste und damit Veränderungen in der Dichte sehr unterschiedliche Ergebnisse aufgrund der Empfindlichkeit des Systems in der Nähe des kritischen Punkts. Bei der Experimentdurchführung auf der MIR Station mußte in Kauf genommen werden, daß

- der Experimentablauf ohne Kenntnis des wirklichen Vorgangs im Vorfeld geplant und programmiert werden mußte. So konnten die fest eingestellten Parameter und Versuchsabläufe nicht den Ergebnissen angepaßt werden,
- die Dichteinstellung durch die Kosmonauten nach einem festgelegten Zeitplan erfolgen mußte. Wegen fehlender zusätzlicher Energie und Kontrollsteuerung konnte dies nicht automatisch programmgesteuert erfolgen,
- ein Austausch von Daten wegen fehlender Datenverbindung zwischen Erde und MIR Station während der Mission nicht möglich war.

Trotz dieser Nachteile konnten während der Gesamtexperimentzeit von 18 Tagen, die über die gesamte Missionsdauer verteilt war, mehr Experimente als ursprünglich geplant erfolgreich durchgeführt werden. Die verschiedenen, aus den Meßdaten berechneten isentropen Koeffizienten in Kapitel 6 stimmen, unter Berücksichtigung der Apparatur bedingten Einschränkungen, gut mit der Zustandsgleichung

für SF<sub>6</sub> überein. Die Ergebnisse anderer Autoren, die isentrope Koeffizienten mit der Heizpulsmethode gewonnen hatten, bestätigen unsere Ergebnisse.

Als wichtiges Resultat stellte sich im Verlauf der Auswertung heraus, daß der Temperatenausgleich bei einem schnell durchgeführten Quench überwiegend vom Piston Effekt und weniger von der Konvektion beeinflusst wird. Damit eignet sich die Dichtequenchemethode hervorragend dazu, die isentropen Koeffizienten auch im Labor zu messen und es ist nicht notwendig teure Mikrogravitationsexperimente durchzuführen. Mit einer zukünftigen Meßverbesserung in punkto höherer Meßfrequenz, verbesserter Druckauflösung und Erfassung der zeitlichen Veränderung der Dichte ist dies eine gute Meßmethode um auf der Erde die isentropen Koeffizienten zu bestimmen und damit die Gültigkeit der Zustandsgleichung für SF<sub>6</sub> zu verifizieren. Dies steht im Gegensatz zur Heizmethode, die einen Heizpuls von mehreren Sekunden Dauer verwendet und damit unter 1g stark von Konvektion beeinflusst wird und daher Mikrogravitation benötigt.

Die Untersuchung der ungestörten Relaxation der Temperatur nach den Quenchen ist allerdings nur unter den Bedingungen der Mikrogravitation möglich. Wie in Kapitel 6 gezeigt wird, ist der Einfluß der Konvektion unter Erdschwere während dieser Phase so dominant, daß die Fluidtemperatur während der Relaxation lokal unter den Anfangswert sinken kann. Eine Bestimmung der Zeitkonstante der Relaxation des thermischen Piston Effekts ist unter 1g nicht möglich, wohl aber unter  $\mu$ g.

Durch die systematische Veränderung der Dichte des Fluids und der Durchführung der Experimente bei unterschiedlichen Temperaturen hat die vorliegende Arbeit mehrere Lücken zwischen den vereinzelt vorliegenden Messungen geschlossen. Darüber hinaus hat sie den Dichtebereich zur Bestimmung der isentropen Koeffizienten und der damit verbundenen thermodynamischen Größen erweitert.

Als besonders interessant erwiesen sich die Experimente, die ins Zweiphasengebiet reichten. Bei Quenchen ins Zweiphasengebiet entwickelten sich bei konstant gehaltener Wandtemperatur Strukturen, die gegenwärtig nur qualitativ beschrieben werden können. Die in einem breiten Dichtebereich durchgeführten Kühlrampen vom Einphasengebiet ins Zweiphasengebiet eigneten sich hervorragend zur Beobachtung der Phasenbildung und des Blasenwachstums unter Mikrogravitation infolge von

Temperaturabsenkung und Koalition, auch wenn sie hier überwiegend zur Bestimmung der Fluidichte verwendet wurden.

Die vorhandenen Schwachpunkte in der Anwendung der Meßmethode in Bezug auf Datenrate, manuelle Bedienung und geringe Auflösung wird bei zukünftigen Experimenten durch den Einsatz weiterentwickelter Apparaturen auf der neuen Internationalen Raumstation ISS leicht zu beheben sein. Als vorteilhaft wird sich dort die Möglichkeit der fast permanenten Daten- und Videoübertragung während der Experimente erweisen, die ein Eingreifen in den Experimentablauf ermöglichen und die wissenschaftliche Ausbeute vergrößern wird. Damit werden die bei unserer Mission notwendigen „hellseherischen“ Fähigkeiten beim Vorbereiten und Erstellen der wissenschaftlichen Timeline nicht mehr notwendig sein.

Obwohl die MIR Station in den Medien gegen Ende ihrer Lebenszeit mehr negative als positive Schlagzeilen fand, war sie eine technische Meisterleistung der Raumfahrttechnik. Der logistische Aufwand, solch eine Station über 15 Jahre hinweg mit den notwendigen Ersatzteilen, Lebensmitteln, Treibstoff usw. zu versorgen ist immens. Viele Langzeitrekorde wurden aufgestellt und sehr viele Erfahrungen für den Bau der ISS gesammelt. Die MIR wurde noch während des Kalten Krieges gebaut, doch entwickelte sie sich im Laufe der Zeit zu einem Symbol der internationalen Zusammenarbeit und Verständigung. Sie hatte also ihrem Namen MIR = Frieden zurecht getragen.

Am 23. März 2001 kurz vor 7 Uhr mitteleuropäischer Zeit wurde die russische Raumstation MIR nach einer über 15-jährigen Einsatzzeit erfolgreich und gezielt zum Absturz gebracht. Sie ist zum großen Teil in der Erdatmosphäre verglüht, einige Trümmer sind im Südpazifik versunken. Wir vermuten, daß unser mit großem Aufwand entwickelter Thermostat nun auf dem Grund des Ozeans ruht!



## 9 ANHANG: DIE KLEBUNG DER ZELLENFENSTER

Seit mehreren Jahrzehnten werden am Lehrstuhl für Thermodynamik Zellen zur Untersuchung der kritischen Phänomene gebaut und eines der größten Probleme ist seit jeher das Einsetzen und Abdichten der Fenster. Selbst winzigste Leckraten sind nicht akzeptabel. Dies gilt besonders bei Zellen mit kleinem Fluidvolumen, die nicht wieder befüllt werden können und über einen längeren Zeitraum im Einsatz sind.

Verschiedene Varianten der Abdichtung wurden mit mehr oder weniger großem Erfolg ausprobiert. Dichtringe aus Kunststoff oder Papier saugen zum Teil das Fluid auf, quellen auf oder zersetzen sich und werden undicht. Schneiddichtungen haben sich als schwer handhabbar erwiesen. Dazu wird die Auflagefläche der Scheibe mit einer scharfen Kante gefertigt, das Fenster wird darauf gedrückt und festgehalten. Die Kante soll sich dabei leicht in das Glas einschneiden und so die Zelle abdichten. Bei ungleichmäßiger Druckverteilung, z.B. durch thermische Spannungen, sind jedoch häufig die Fenster zerbrochen oder gesprungen und die Zelle war ebenfalls undicht. Etwas vielversprechender sind hierfür Dichtringe aus Gold. Doch auch hierbei muß gewährleistet sein, daß der Anpreßdruck auf die Fenster gleichmäßig ist.

Mit großem Erfolg ist in den letzten Jahren und auch für unsere Perseus Zelle und unsere Handzellen das Einkleben der Fenster verwendet worden. Der Zellkörper besteht dabei aus einer Aluminiumlegierung und die Fenster entweder aus Saphir oder aus Quarz. Da Saphirgläser eine höhere Festigkeit und bessere Wärmeleitfähigkeit besitzen, wurden hauptsächlich diese verwendet.

Der Kleber ist ein 2-Komponenten Epoxydharz Kleber speziell für Anwendungen bis 200 °C. Er härtet aus in einem Temperaturbereich von 60 °C bis 150°C und verbindet Metalle, Gläser, Keramiken und die meisten Kunststoffe bei guter Resistenz gegenüber vielen Chemikalien und Verdünnern. Während des Aushärtens bei höheren Temperaturen wird der Kleber sehr dünnflüssig und durch die Kapillarwirkung in die kleinsten Winkel gezogen.

Das Fenster sollte in eine Vertiefung der Zelle und einer kleinen Auflagefläche eingesetzt werden. Wichtig ist dabei ein Spalt von wenigen hundertstel Millimeter zwischen Fenster und Wand. Es hat sich als sinnvoll erwiesen zuerst das Fenster auf

die Auflagefläche zu kleben und dann nach dem Aushärten den Spalt aufzufüllen. Das verhindert Tränen, die in die Zelle laufen könnten. Alle Zellen, die mit dieser Methode gebaut wurden (**Zehentner**, 1993), sind selbst nach 8 Jahren noch hundertprozentig dicht.

Bei der Berechnung der Festigkeit der Klebung soll nur der auf Scherung beanspruchte Teil betrachtet werden. Mit einem Auslegungsdruck von  $P_Z = 5 \text{ N/mm}^2$  und einem Zellendurchmesser von  $D_Z = 12 \text{ mm}$  wirkt eine Druckkraft

$$F_Z = \frac{1}{4} P_Z \cdot D_Z^2 \cdot \pi = 565,5 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} \quad (\text{A.1})$$

auf die Fensterfläche. Mit einem Fensterdurchmesser von  $D_F = 14 \text{ mm}$  und einer Stärke von  $H_F = 4 \text{ mm}$  ergibt sich eine Klebefläche von

$$K_F = D_F \cdot \pi \cdot H_F = 175,9 \text{ mm}^2 \quad (\text{A.2})$$

und die Scherspannung berechnet sich zu

$$\tau = \frac{F_Z}{K_F} = 3,2 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} . \quad (\text{A.3})$$

Die zulässige Scherfestigkeit des Klebers ist vom Hersteller angegeben als  $\tau_{\max} = 1500 \text{ psi} = 10,342 \text{ N/mm}^2$ . Damit bleibt eine ausreichende Sicherheit von

$$S = \frac{\tau_{\max}}{\tau} = 3,2 . \quad (\text{A.4})$$

---

## LITERATURVERZEICHNIS

**T. Andrews** (1869): *On the continuity of the gaseous and liquid state of matter*, Phil. Trans. R. Soc., 159, 575 – 589, 1869

**M. A. Anisimov** (1991): *Critical phenomena in liquids and liquid crystals*, Gordon and Breach Science Publishers, 1991

**C. Bartscher** (1991): *Bestimmung der Massendiffusionskoeffizienten von SF<sub>6</sub> aus CPF-Experimenten bei der ESTEC/ESA*, Semesterarbeit (unveröffentlicht), Technische Universität München, 1991

**H. Boukari, M.E. Briggs, J.N. Shaumeyer, and R.W. Gammon** (1990a): *Critical Speeding Up Observed*, Phys. Rev. Let., Vol. 65, Nr. 21, 1990

**H. Boukari, J. N. Shaumeyer, M. E. Briggs, and R. W. Gammon** (1990b): *Critical speeding up in pure fluids*, Phys. Rev. A, Vol. 41, No. 4, 1990

**R. de Bruijn** (1999): *Heat transfer in a critical fluid under microgravity conditions – a Spacelab experiment*, Academisch Proefschrift, Universiteit van Amsterdam, 1999

**C. Cagniard de la Tour** (1822): Ann. de Chim. et Phys. (2) 20, 127, 178 und (2) 22, 410, 1822

**C. Chabot, Y. Garrabos, F. Cansell, D. Beysens, R. Marcout, J.-F. Zwillig, and B. Zappoli** (1997): *ALICE 2: First results of the Cassiopee mission*, 48<sup>th</sup> International Astronautical Congress, Oct. 6-10, 1997, Turin, Italy

**J. W. Dally, W. F. Riley, and K. G. McDonnell** (1993): *Instrumentation for engineering measurements*, Second Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1993

**L. Eicher** (1996): *Gleichgewichtseinstellung in der Nähe des kritischen Punkts reiner Fluide*, Dissertation, Technische Universität München, 1996

**T. Fröhlich, P. Guenoun, M. Bonetti, F. Perrot, D. Beysens, Y. Garrabos, B. Le Neindre, P. Bravais** (1996): *Adiabatic versus conductive heat transfer in off-critical SF<sub>6</sub> in the absence of convection*, Phys. rev. E, Vol. 54, Nr. 2, 1996

**T. Fröhlich** (1997): *Nonlinear heat transfer mechanisms in supercritical fluids*, Dissertation, Technische Universität München, 1997

**Y. Garrabos** (2001), private Mitteilungen

**Y. Garrabos, M. Bonetti, D. Beysens, F. Perrot, T. Fröhlich, P. Carlès, and B. Zappoli** (1998): *Relaxation of a supercritical fluid after a heat pulse in the absence of gravity effects: Theory and experiments*, Phys. Rev. E, Vol. 57, No. 5, 1998

**V. Gurfein, D. Beysens, Y. Garrabos, and B. Le Neindre** (1991): *Simple grid technique to measure refractive index gradients*, Optics Communications 85 (1991)

**A. Haupt** (1997): *Messungen der isochoren Wärmekapazität am kritischen Punkt eines reinen Fluids unter reduzierter Schwerkraft*, Dissertation, Technische Universität München, 1997

**A. Haupt and J. Straub** (1999): *Evaluation of the isochoric heat capacity measurements at the critical isochore of SF<sub>6</sub> performed during the German Spacelab Mission D-2*, Phys. Rev. E, Vol. 59, No. 2, 1999

**P. Jany** (1986): *Die Temperaturleitfähigkeit reiner Fluide im weiten Zustandsbereich um den kritischen Punkt*, Dissertation, Technische Universität München, 1986

**B. Kruppa** (1993): *Die Temperaturleitfähigkeit alternativer Kältemittel in einem weiten Temperatur- und Dichtebereich*, Dissertation, Technische Universität München, 1993

**R. Lange** (1983): *Die Anomalie der isochoren Wärmekapazität im kritischen Gebiet von Schwefelhexafluorid*, Dissertation, Technische Universität München, 1983

**J. M. H. Levelt Sengers** (1974): *From Van der Waals' equation to the scaling laws*, Physica 73 (1974), 73-106

**A. Levelt Sengers, R. Hocken, and J. V. Sengers** (1977): *Critical-point universality and fluids*, Physics Today, December 1977

**R. Marcout, J.-F. Zwillig, J.M. Laherrere, Y. Garrabos, D. Beysens** (1994): *ALICE 2, an advanced facility for the analysis of fluids close to their critical point in microgravity*, 45<sup>th</sup> congress of the Int. Astronautical Federation, Oct. 9-14, 1994, Jerusalem, Israel

**C. Morteau, M. Salzmann, Y. Garrabos, D. Beysens** (1996): *Density characterization of slightly off-critical fluid cells using the ALICE 2 facility*, Proceedings of the second European Symposium Fluids in Space, Neapel, 1996

**K. Nitsche** (1990): *Die isochore Wärmekapazität im kritischen Gebiet von SF<sub>6</sub> unter Erdschwere und reduzierter Schwere*, Dissertation, Technische Universität München, 1990

**K. Nitsche, J. Straub** (1984): *Ergebnisse des TEXUS-8-Experiments "Phasenumwandlung"*, Forschungsbericht Luft- und Raumfahrt, BMFT, 1984

**A. Onuki, H. Hao, and R.A. Ferrell** (1990): *Fast adiabatic equilibration in a single-component fluid near the liquid-vapor critical point*, Phys. Rev. A, Vol. 41, No. 4, 1990

**J. V. Sengers** (1985): *Transport properties of fluids near critical points*, Int. J. Thermophysics, 6, 203, 1985

**E. Schmidt** (1975): *Technische Thermodynamik – Grundlagen und Anwendungen*, Springer Verlag, 11. Auflage, Band 1 Einstoffsysteme, 1975

**J. Straub** (1965): *Dichtemessungen am kritischen Punkt mit einer optischen Methode bei reinen Stoffen und Gemischen*, Dissertation, Technische Universität München, 1965

**J. Straub, L. Eicher, and A. Haupt** (1995): *Dynamic temperature propagation in a pure fluid near its critical point observed under microgravity during the German Spacelab Mission D-2*, Phys. Rev. E, Vol. 51, No. 6, 1995

**J.D. Van der Waals** (1873): *Over de continuïteit van den gas – en vloeistof toestand*, Dissertation, Universität Leiden, 1873

**J. Verschaeffelt** (1900): Comm. Leiden 55, und Proc. Kon. Akad. Sci. Amsterdam 2, 588, 1900

**W. Wagner, N. Kurzeja, and B. Pieperbeck** (1992): *The thermal behaviour of pure fluid substances in the critical region - experiences from recent  $p_rT$  measurements on  $SF_6$  with a multi-cell apparatus*, Fluid Phase Equilibria 79, 151 (1992)

**B. Widom** (1965): *Equation of state in the neighbourhood of the critical point*, J. Chem. Phys. 43, No. 11, 3898 – 3905, 1965

**R. A. Wilkinson, G. A. Zimmerli, H. Hao, M. R. Moldover, R. F. Berg, W. L. Johnson, R. A. Ferrell, and R. W. Gammon** (1998): *Equilibration near the liquid-vapor critical point in microgravity*, Phys. Rev. E, Vol. 57, No. 1, January 1998

**R. A. Wilkinson** (1998): private Mitteilung

**K.G. Wilson** (1971): *Renormalization group and critical phenomena*, Phys. Rev., 4, 3174 und 3184, 1971

**A.K. Wyczalkowska and J.V. Sengers** (1999): *Thermodynamic properties of sulfurhexafluoride in the critical region*, Journal of Chemical Physics, Vol. 111, No. 4, 1999

**B. Zappoli, D. Bailly, Y. Garrabos, B. Le Neindre, P. Guenoun, and D. Beysens** (1990): *Anomalous heat transport by the piston effect in supercritical fluids under zero gravity*, Phys. Rev. A, Vol. 41, No. 4, 1990

**G. Zehentner** (1993): *Konstruktion einer Druckzelle mit geklebten Scheiben*, Semesterarbeit (unveröffentlicht), Lehrstuhl A für Thermodynamik, Technische Universität München, 1993