

**Relatório Final de F530**  
**“Projeto e construção de um calorímetro para baixas temperaturas”**  
**Aluno: Alberto Luís Dario Moreau**  
**Orientador: Prof. Flávio C. G. Gandra**  
**Grupo de Metais e Ligas**  
**IFGW-UNICAMP - CAMPINAS**  
**06/2002**

**Resumo:**

Neste presente trabalho, propomos reprojeter um calorímetro para um sistema de He<sup>4</sup> baseando-se em um protótipo já existente no laboratório. Este calorímetro tem como objetivo realizar medidas acima de 2K. Além disso, este equipamento permitirá testar o funcionamento da cabeça do calorímetro (anel de substrato) antes de iniciar um experimento em He<sup>3</sup>, que envolvem um gasto significativo tanto de He como de tempo, justificando assim o teste do anel de substrato. O projeto foi dividido basicamente em três partes: (a) Projeto; (b) Construção e (c) Teste.

**I) Introdução:**

O estudo de certas propriedades físicas tais como a resistividade elétrica, a magnetização e a calorimetria vêm sendo muito investigadas em metais e ligas a temperaturas criogênicas devido à grande quantidade de informações que podem ser extraídas: determinação da densidade de estados eletrônica no nível de Fermi, obtenção de informações sobre a rede (fônons), estudo de transições (magnéticas, supercondutoras, estruturais), determinação de parâmetros de campo cristalino, o comportamento da temperatura Kondo etc.

Recentemente, tivemos aprovado pela FAPESP um projeto para a construção de um calorímetro para He<sup>3</sup>, o qual está em fase de testes. O plano de trabalho que ora propomos, visa a reconstrução de um sistema de calorimetria para trabalhar em He<sup>4</sup> desde 1.5K. Um primeiro protótipo deste calorímetro (projeto de F590) já foi construído e apresentou problemas relacionados com a estabilização de temperatura do sistema.

## II) Funcionamento do Calorímetro e Aspectos Teóricos:

O funcionamento do sistema de calorimetria utilizado no Laboratório de Metais e Ligas (LML) do IFGW da Unicamp é baseado no método de relaxação térmica [1] que consiste, essencialmente, na análise da variação da temperatura da amostra em função do tempo após a aplicação de um pulso de calor.

Um substrato composto por suporte de amostra, aquecedor e sensor de temperatura é sustentado por fios metálicos presos a um anel de sustentação (vide figura 1-a). Este anel é encaixado com um bom contato térmico a um reservatório térmico. Os fios metálicos, além de sustentar o substrato, terão mais duas funções: a de conduzir corrente para o aquecedor do substrato; e conduzir calor do substrato para o anel de sustentação. O sistema composto pelo reservatório térmico mais o anel de substrato (anel de sustentação mais o substrato), encontram-se dentro de um recipiente onde se faz vácuo de isolamento térmico.

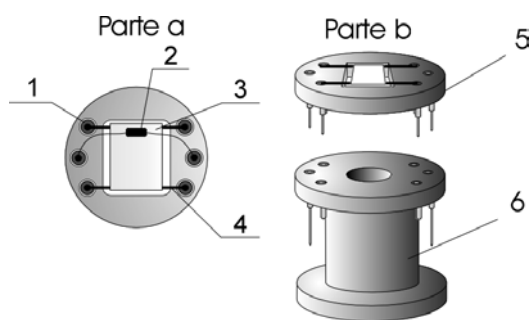


Figura 1:

Parte a: Vista superior do anel de substrato, 1- Pinos machos de conexão elétrica, 2- Sensor de temperatura, 3- Placa de safira com filme de alumínio em sua face superior e um filme resistivo de Ni-Cr em sua face inferior, 4- Fio de cobre (ou manganin) para sustentação do substrato.

Parte b: Esquema do sistema de encaixe do anel de sustentação, 5- Anel de sustentação, 6- Carretel (reservatório térmico).

Ao aplicarmos uma corrente nos fios que sustentam o substrato, o aquecedor irá fornecer um pulso de calor aquecendo o substrato mais a amostra. Com o sensor de temperatura, podemos analisar o aumento ou o decaimento da temperatura em função do tempo. Com as equações a seguir, podemos encontrar o valor da capacidade térmica do substrato mais a da amostra:

$$\Delta T = \Delta T_{\max} e^{-\frac{t}{\tau}} ; \text{ com } \tau = C/\kappa \quad (1)$$

$$e \quad P = \kappa \Delta T_{\max} \quad (2)$$

onde,  $\Delta T$  é a variação da temperatura do sistema em relação a sua temperatura  $T_0$ ,  $\Delta T_{\max}$  é a variação de temperatura máxima com relação a  $T_0$ ,  $C$  é a capacidade térmica do substrato mais a amostra,  $t$  é o tempo,  $\kappa$  é a condutância térmica do fio e  $P$  é a potência dissipada no substrato.

Assim, conhecendo a potência dissipada no substrato e medindo a diferença de temperatura máxima  $\Delta T_{\max}$  obtemos a condutância térmica  $\kappa$  usando a equação 2. Uma vez de posse da curva experimental de decaimento  $\Delta T$  x  $t$ , podemos determinar o valor da constante de tempo  $\tau$  pelo ajuste com a expressão 1. Desse modo determinamos a capacidade térmica  $C$  do substrato dado por:

$$C = \tau \kappa = \frac{\tau P}{\Delta T_{\max}} \quad (3)$$

### III) Aspectos Experimentais:

#### (a) Projeto:

Medimos minuciosamente todas as dimensões dos criostatos nos quais será colocado o calorímetro e esboçamos croquis para termos noção do tamanho máximo que as peças poderão ter. Todos os croquis foram redesenhados em escala no programa Autocad 2000.

Para medidas de calorimetria pelo método de relaxação térmica é necessário que o sistema tenha um reservatório térmico bem estável (por exemplo, uma grande massa de Cu) além de estar isolada por vácuo evitando a troca de calor com o ambiente.

Para tanto tivemos que projetar uma peça de Cu em forma de carretel (vide fig.1) que possibilitasse o encaixe do anel do substrato, servisse de ancorador térmico para a fiação do sistema, além de possuir massa suficiente para o reservatório térmico. Nesta peça

vimos que será necessário banhá-la a ouro para evitar oxidações que prejudicam o seu contato térmico com outras peças.

Para o sistema de vácuo, projetamos shields de cobre, conectores para a bomba de vácuo e flanges de aço inox nas quais serão colocadas um anel de Índio como o-ring. Este o-ring foi escolhido pois suporta grandes variações de temperatura (desde que sejam menores que 283 K) sem perder a capacidade de selar o vácuo. O aço inox foi escolhido por ser um material duro. Isto evita deformações nas flanges que podem ocorrer na sua limpeza e que prejudicam o vácuo.

Projetamos também peças que possibilitassem a ligação da fiação do calorímetro (que estará sob vácuo) com o ambiente externo no qual estão os equipamentos de medida.

#### (b) Construção:

##### - Anéis para substratos:

Montamos anéis para substratos para podermos rodar experimentos com diferentes sensores resistivos tipo Rox e Cernox . Os sensores já tinham sido calibrados necessitando apenas aclopá-los ao substrato.

Foram necessárias várias tentativas para conseguimos montar um anel com o substrato uma vez que é um trabalho muito delicado e é preciso muita paciência para que fique bem feito. Inicialmente solda-se fios de manganin de forma que estes fiquem bem esticados nos pinos elétricos para suportarem o substrato (vide fig 2). Após, gruda-se, com uma gota de verniz condutor térmico, o sensor no canto da superfície de alumínio do substrato. Em seguida, com auxílio de um microscópio, grudamos a superfície de NiCr do substrato nos fios de manganin do anel. Para isto usamos tinta prata para ter um bom contato elétrico e verniz, para dar resistência mecânica.

Dentre os anéis, apenas o que possui o sensor Rox está funcional, e já foi testado nos sistema de He<sup>3</sup> e He<sup>4</sup>.

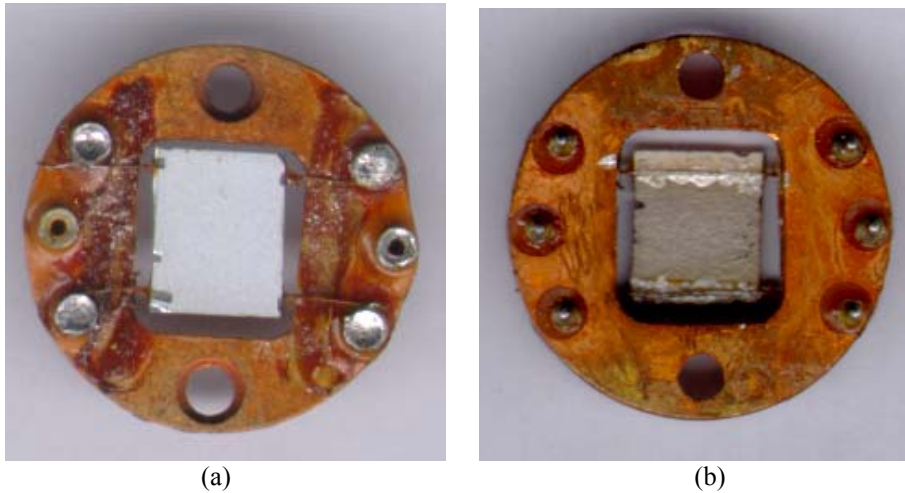


Fig.2: Anel para o substrato. a: vista superior onde se encontra o filme de alumínio no qual será colocado o sensor; b: vista inferior do anel onde se encontra o filme de NiCr no qual está grudado os fios de manganin com tinta prata.

#### - Calorímetro:

Devido à problemas com a oficina mecânica, a usinagem das peças do calorímetro foi atrasada. Isto impossibilitou que outras etapas do projeto tais como a soldagem das peças na oficina de vácuo, a passagem da fiação elétrica, a fixação dos pinos elétricos com resina epoxy, dentre outras não puderam ser realizadas.

Já foi mandado um pedido de urgência para a oficina mecânica e as peças já estão sendo finalizadas.

#### (c) Teste:

Apesar do calorímetro não estar finalizado, o anel de substrato com o sensor Rox pôde ser testado em outro calorímetro de  $\text{He}^4$  do laboratório que também utiliza o sistema de encaixe por pinos elétricos. Assim medimos uma amostra padrão de Hólmio (o gráfico será apresentado mais adiante).

A amostra de Hólmio foi escolhida por termos a sua literatura e por ter sido usada várias vezes em nosso laboratório para caracterizações de sistemas.

Este mesmo anel com amostra de Hólmio foi testado no sistema de  $\text{He}^3$ , e obtivemos um gráfico de  $T \times C_p$  que também será apresentado mais adiante.

As vantagens que teríamos se o calorímetro proposto estivesse pronto seriam:

- A diminuição do erro da medida, pois a temperatura do reservatório seria mais estável e este é um fator crítico para medição de  $C_p$ .

- Maior velocidade para a aquisição dos pontos experimentais, pois, uma vez que a estabilização da temperatura é um fator crítico, temos um critério no sistema que estabelece a oscilação mínima da temperatura que o sistema pode ter.

- Menor consumo de He.

- Poderíamos trabalhar com o calorímetro tanto imerso no He, utilizando um criostato de imersão, quanto no fluxo de gás, utilizando um criostato de fluxo de gás (consome menos He).

#### **IV) Resultados Experimentais:**

Abaixo tem-se o gráfico da amostra de Hólmio obtida pelo anel de substrato com o sensor Rox no sistema de He<sup>4</sup>. Não foi possível caracterizar o substrato juntamente com o sensor Rox pois o  $\tau$  do substrato está muito baixo (por volta de 100ms em 4K). Logo, uma vez que o tempo de aquisição de nossos equipamentos é de 50ms, o número de pontos para o ajuste da curva exponencial (vide teoria) para obtermos  $\tau$  é muito pequeno. Porém, como a capacidade térmica é proporcional à  $\tau$ , podemos desprezar a contribuição do  $C_p$  do substrato ( $\tau \cong 100\text{ms}$ ) para o  $C_p$  da amostra ( $\tau \cong 2\text{ s}$ ).

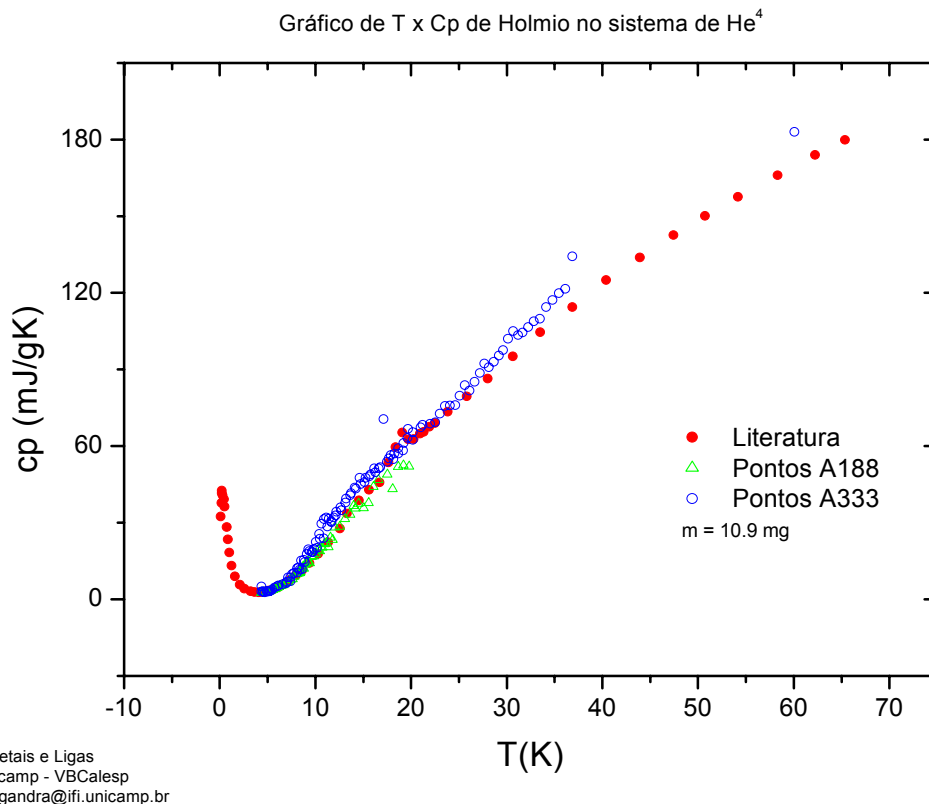


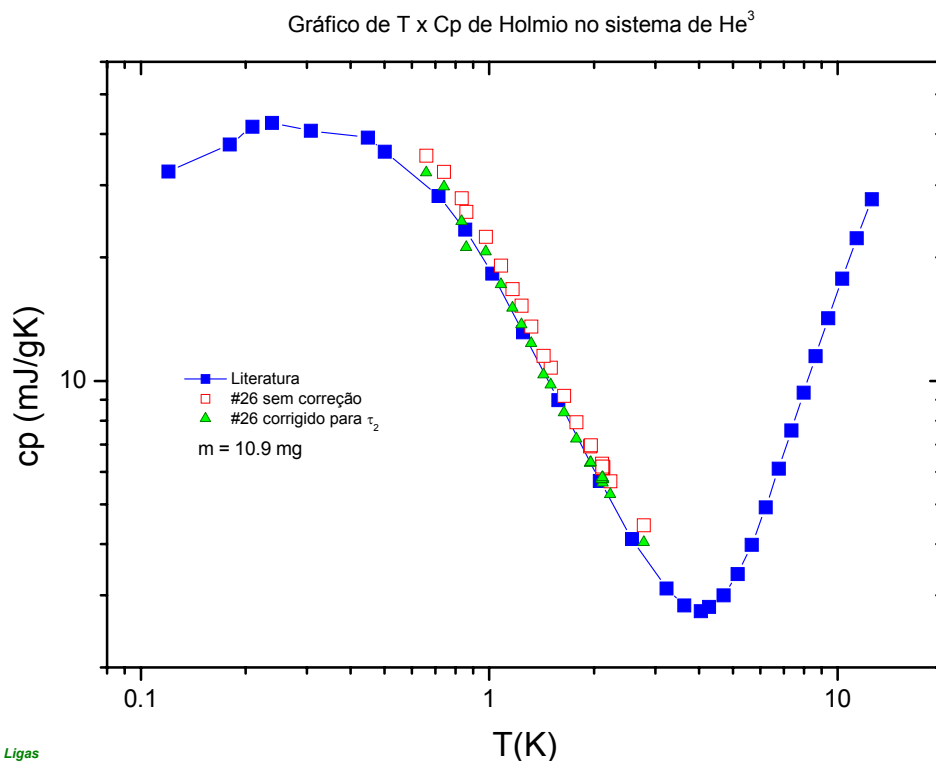
Fig.3: Figura mostrando dados da literatura e dados obtidos experimentalmente para uma amostra de Holmio com  $m = 10,9$  mg, em diferentes aquisições. A pequena diferença observada para  $T > 10$ K se deve principalmente à estabilidade de temperatura do sistema.

Como podemos observar no gráfico acima, as duas aquisições obtidas apresentam diferenças com os dados da literatura para  $T > 10$ K. Isto se deu devido à resposta do sensor Rox que piora consideravelmente acima de 10K (a variação de sua resistência é menor que 10% por K), ao efeito  $\tau_2^*$ , e, principalmente, à estabilização da temperatura. Todavia, estas medições foram suficientes para verificar o bom funcionamento do anel de substrato.

\* Este efeito, conhecido como processo de  $\tau_2$ , tem origem em um acoplamento térmico fraco entre amostra e substrato, que se manifesta mais claramente abaixo de 1K [2].

Repara-se no gráfico que, no intervalo de 4,4K e 183K, o Cp da amostra mudou duas ordens de grandeza (em 4,4K,  $C_p \cong 50 \mu\text{J/K}$ ; em 35K,  $C_p \cong 1,31 \text{ mJ/K}$ ). Isto mostra que o sistema foi capaz de medir grandes variações de Cp e continuou com os pontos próximos ao da literatura.

Abaixo mostra-se o gráfico da amostra de Hólmio obtida pelo mesmo anel de substrato com o sensor Rox no sistema de He<sup>3</sup>.



Lab. Metais e Ligas  
UNICAMP- Inst. de Física  
gandra@ifi.unicamp.br

Fig.4: Figura mostrando dados de literatura e dados obtidos experimentalmente para uma amostra de Hólmio com  $m = 10,9$  mg. Os dados em vermelho estão sem a correção do  $\tau_2$ , enquanto os dados em verde estão corrigidos.

Os pontos experimentais #26 já foram corrigidos do efeito do  $\tau_2$  pelo próprio programa de aquisição. Como podemos observar, os pontos experimentais bateram com os pontos da literatura com um erro máximo de 6%.

## V) Conclusão:

Apesar de não concluído integralmente, o projeto teve bons resultados até então. Acreditamos que o calorímetro terá bom desempenho e facilitará nossas medidas para temperaturas acima de 2K, tornando-as menos demoradas e mais precisas.



Quanto aos anéis de substrato testados em outro calorímetro mostraram-se eficientes tanto para He<sup>4</sup> quanto para He<sup>3</sup>, tendo suas medidas com amostras fieis à literatura.

Atualmente, a maior parte do calorímetro já foi usinada, porém ele ainda não foi totalmente soldado. Acreditamos que, se não houver nenhum imprevisto, a construção do calorímetro estará finalizada e testada em breve.

### **Bibliografia:**

[1] L.S. Azechi, R.F. da Costa, A.N.Medina e F.C.G.Gandra; “Projeto de um Calorímetro Utilizando o Método de Relaxação Térmica”; Revista de Física Aplicada e Instrumentação, vol. 10, n° 2, julho,1995.

[2] Shepherd, John P.; “Analysis of the lumped  $\tau_2$  effect in relaxation calorimetry”; Department of Physics, Purdue University, West Lafayette, Indiana 47907.