



“Construção de Calorímetro para Sistema de He4”

Fábio Y. Tsukahara, Flávio C.G. Gandra
IFGW, UNICAMP, Campinas, SP, Brasil
CNPQ/PIBIC
Calorimetria – Baixa Temperatura-Peltier
fabioyat@gmail.com



Introdução

O Laboratório de Metais e Ligas realiza o estudo das propriedades magnéticas e calorimétricas de compostos metálicos de terras raras, dentre outros.

Desenvolvemos neste projeto de iniciação científica um calorímetro para um sistema de variação de temperatura por fluxo de gás. Este sistema será inserido em um criostato Janis que opera com He₄. Também está sendo desenvolvido um software que controla o calorímetro, permitindo a aquisição automatizada de dados via interface GPIB.

Inicialmente, o calorímetro utilizará o método de relaxação térmica. No entanto outras técnicas de medida serão utilizadas posteriormente como, por exemplo, as utilizadas em calorímetros semi-adiabáticos ou AC.

O intervalo de temperatura no qual o equipamento é operado vai de 4.2K a 300K.

Resultados

A montagem que fizemos é soldada a um tubo de aço inox (cuja espessura foi reduzida no torno) que permite a passagem da fiação elétrica do calorímetro (Figuras 1 e 2), até um conector posicionado na parte externa. Próximo a esse conector temos uma flange no qual prende-se uma válvula de isolamento que permite fazer vácuo em toda a montagem (conforme mostrado na Figura 3). Essas peças foram confeccionadas em inox, com o intuito de reduzir a troca de calor com o meio externo.



Fig. 1 – Vista do calorímetro montado. O tubo de inox serve de suporte mecânico e para a passagem da fiação sob vácuo. A flange foi feita em inox para permitir a limpeza do anel de vedação de indio, sem danos.



Fig. 2 – Montagem aberta com a “cabeça” presa e contatos elétricos prontos. Vemos colados sobre a cabeça o elemento peltier, sensor cernox e o resistor SMD.

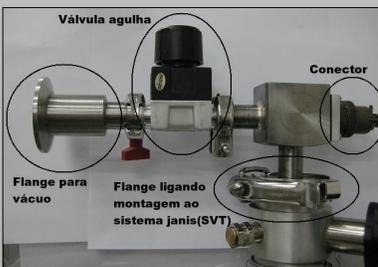


Fig. 3 – Parte externa da montagem com ligações para vácuo e conexão elétrica para comunicação com equipamentos, com vedação para vácuo de bomba turbo ($P < 10^{-4}$ Torr).

O calorímetro foi confeccionado em cobre e possui uma peça com massa considerável que irá servir como reservatório térmico onde também será feito o ancoramento térmico dos fios. O núcleo do calorímetro em si é montado sobre um suporte (cabeça) com 6 ligações elétricas (figura 4 e 5). Foram confeccionados diferentes cabeças a serem adequadas a cada técnica calorimétrica a ser montada. Este projeto facilita a troca de amostras e o manuseio das mesmas, uma vez que as montagens são bastante frágeis. Essas peças foram confeccionadas em cobre para permitir um bom contato térmico com o calorímetro. Os contatos foram feitos por nós utilizando resina epóxi apropriada para isolamento elétrico e com bom contato térmico.



Fig. 4 – Diferentes coroas projetadas para montagens com diferentes técnicas.

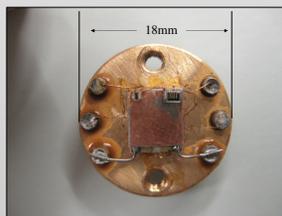


Fig. 5 – Coroa montada para técnica de relaxação com utilização do elemento peltier

A condutividade térmica é um fator importante e pode ser prejudicada com a presença de óxido. Para evitar a oxidação do cobre, foi realizado um banho em ouro nas cabeças e na peça de cobre onde as mesmas são encaixadas.

No reservatório térmico montamos um resistor de manganin de 20 Ohms e um sensor Cernox Lakeshore modelo 1030 ligados a um controlador de temperatura Lakeshore modelo 340. Isso possibilita obter um melhor controle da temperatura (além da que já é obtida pelo vapor de He).

Para a montagem de relaxação térmica, utilizamos um elemento peltier que será responsável pelo vínculo térmico com o reservatório além de fornecer a leitura da diferença de temperatura entre a amostra e o reservatório (a tensão do Peltier). Sobre o elemento peltier colou-se com um sensor cernox Lakeshore modelo 1030 que calibramos utilizando um PPMS da Quantum Design, através de uma medida de resistência por temperatura num intervalo que variava de 1.8 K até 300 K. Este sensor está ligado a um controlador Lakeshore 340 e será utilizado para calibração do elemento peltier. Para o aquecimento da amostra também foi colado sobre o elemento peltier um resistor SMD de 3KOhms ligado a uma fonte de corrente da Keithley modelo 2400.

Iniciamos o processo de medida aplicando um pulso de calor sobre o sistema. Com isso geramos uma diferença de temperatura entre a amostra e o reservatório, o que resulta numa diferença de potencial entre os contatos do elemento peltier. Esta tensão é monitorada por um nanovoltímetro da Keithley modelo 182.

O funcionamento do calorímetro pelo método de relaxação térmica supõe que reservatório térmico, tenha a temperatura estabilizada pelos elementos citados. O SDM por sua vez fornecerá uma determinada potência para o aquecimento da amostra. O peltier vai monitorar a diferença de temperatura, possibilitando assim um ajuste por exponenciais da curva que relaciona variação de temperatura pelo tempo. E é através da constante de tempo desta curva que podemos determinar a capacidade térmica da amostra.



Fig. 6 - Criostato Janis com o sistema por fluxo de gás já inserido e calorímetro montado.

Conclusão

O calorímetro de He₄ está com toda a montagem pronta para a técnica de relaxação térmica com elemento peltier. As cabeças para utilização de outras técnicas estão preparadas para receber as montagens. O software se encontra em fase de desenvolvimento. Para a conclusão do projeto resta a calibração do sistema e a medida de uma amostra padrão, o que ainda não pode ser feito devido à pouca oferta de He no instituto.

Apoio



Referências

[1] L.B. Azechi, Tese de Mestrado – Construção e Caracterização de um calorímetro pelo método de relaxação de amostras, IFGW – UNICAMP, 1995.

[2] T. Plackwski, Y. Wang, A. Junod, Review of scientific instruments – Specific heat and magnetocaloric effect measurements using commercial heat-flow sensors.