

UM CRIOSTATO SIMPLES PARA A FAIXA DE
TEMPERATURAS DE 65K a 300K

Teresa Del Soldato, Carlos Alberto Malcher
Bastos, Antonio Prieto Picon e Luiz Carlos
Scavarda do Carmo
Departamento de Física, PUC/RJ
Caixa Postal 38071
22452-Rio de Janeiro - RJ

É descrito um criostato para pequenas amostras utilizável na faixa de 65K a 300K e que permite resfriamentos bruscos. O sistema é de construção simples e utiliza uma resistência de aquecimento, um sensor térmico e um circuito externo de controle, sendo constituído de duas câmaras interligadas, ambas separadas do meio ambiente por parede dupla na qual se faz vácuo na faixa de 10^{-5} - 10^{-6} torr. A construção de caudas distintas permite a utilização do criostato associado a diversas técnicas distintas.

Criostato, Criogenia, Termometria

I- INTRODUÇÃO

Em laboratórios de pesquisas é muitas vezes necessário fazer medidas de diversas propriedades físicas na faixa de 65K a 300K, não raro sendo necessário um controle fino tanto da temperatura quanto de sua variação temporal. Exemplos típicos de estes cuidados são críticos são medidas de efeitos termoes timulados que mudam determinadas propriedades do material que muitas vezes só podem ser medidas com reprodutibilidade a temperaturas baixas. A figura 1 exemplifica a variação temporal típica de experimentos deste tipo.

Como exemplificado na figura 1, é imprescindível nesta classe de experimento que a temperatura seja variada de forma controlada, de preferência de forma linear com o tempo durante a fase de aquecimento. No caso específico em que as condições alcançadas após o aquecimento devam estar congeladas bruscamente e a medida do processo deva ser feita sempre a temperatura mais baixa na qual o fenômeno termo estimulado praticamente não o

corra, então uma brusca variação de temperatura deve ser obtida na fase de resfriamento, alcançando rapidamente a temperatura de medida. Geralmente estes experimentos são completados com a repetição de diversas fases como as comentadas. Para um resumo dessas técnicas veja referência (1).

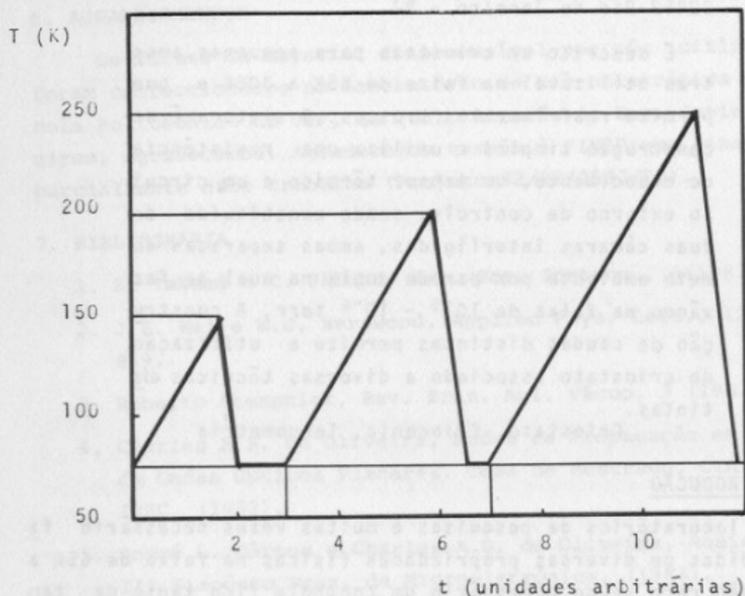


FIGURA 1
Variação temporal típica

Em face da diversidade de técnicas de medida em geral empregadas em laboratórios é desejável que um criostato construído para suprir a necessidade de refrigerar amostras entre 65K e 300K seja flexível, adaptando-se dessa forma às restrições impostas pelos instrumentos de medidas. Dessa forma, uma construção modular que facilite a troca de apenas a parte externa ("caudas") de uso específico é pelo menos desejável.

II- OBJETIVOS GERAIS DO PROJETO

Os objetivos básicos do projeto do criostato são:

1 - Longo tempo de duração da mistura refrigerante (usualmente o nitrogênio que permite a faixa de temperatura 65-300K) o que implica em:

1a) na existência de uma dupla parede de vácuo que minimiza as perdas térmicas por condução e convecção separando o tanque do refrigerante e a amostra do ambiente externo,

1b) na construção de conexões mecânicas de alta impedância térmica entre o tanque interno e a estrutura externa para minimizar perdas de condução. Essas conexões são os canalículos pelos quais o tanque pode ser cheio e uma luva pela qual é girada uma haste que comanda mecânicamente uma válvula cuja função será comentado adiante.

2 - Existência de uma região onde se instala a amostra que possa ser aquecida (no caso através de uma resistência elétrica) sem que uma quantidade exagerada de calor seja transmitida para a mistura refrigerante. Esta necessidade pode ser satisfeita separando térmicamente o porta amostra do corpo interno do criostato. Essa separação tem a vantagem de reduzir a potência de aquecimento, reduzindo-se assim as perdas e a complexidade do circuito elétrico de comando do aquecimento.

3 - Possibilidade de provocar de forma abrupta o abaixamento da temperatura na amostra, o que pode ser obtido reduzindo-se a impedância térmica entre o porta-amostra e o tanque.

3 - Simplicidade de troca de "caudas" para que o mesmo criostato possa ser utilizado em conjunto com instrumentos distintos de medidas.

4 - Simplicidade de construção para que grupos de pesquisa possam construir facilmente seu criostato com as modificações que a especificidade de suas técnicas de medida exijam utilizando-se de oficinas mecânicas não especializadas.

6 - Existência de um circuito elétrico simples que possa comandar e programar ciclos de aquecimento da amostra.

III-DESCRIÇÃO DO SISTEMA

O criostato foi construído com características que podem ser resumidas como se segue (vide figura 2):

1 - Conjunto interno constituído de duas câmaras interconectadas por um tubo de baixa condutividade. A câmara superior é o reservatório da mistura refrigerante com capacidade de 0.7ℓ e a câmara inferior que funciona como "dedo frio" tem volume pequeno e está em contato térmico com o porta-amostra permitindo o contato direto da mistura refrigerante e o porta-amostra.

2 - Conexão entre o tanque interno e o corpo externo feita através de dois tubos de aço inoxidável com diâmetro aproximado de 1cm e espessura de 0,1mm. O aço inoxidável foi utilizado por ser um razoável isolante térmico, e, ainda que extremamente fino, permitir resistência mecânica ao conjunto.

3 - Válvula de nylon comandada externamente de forma manual que:

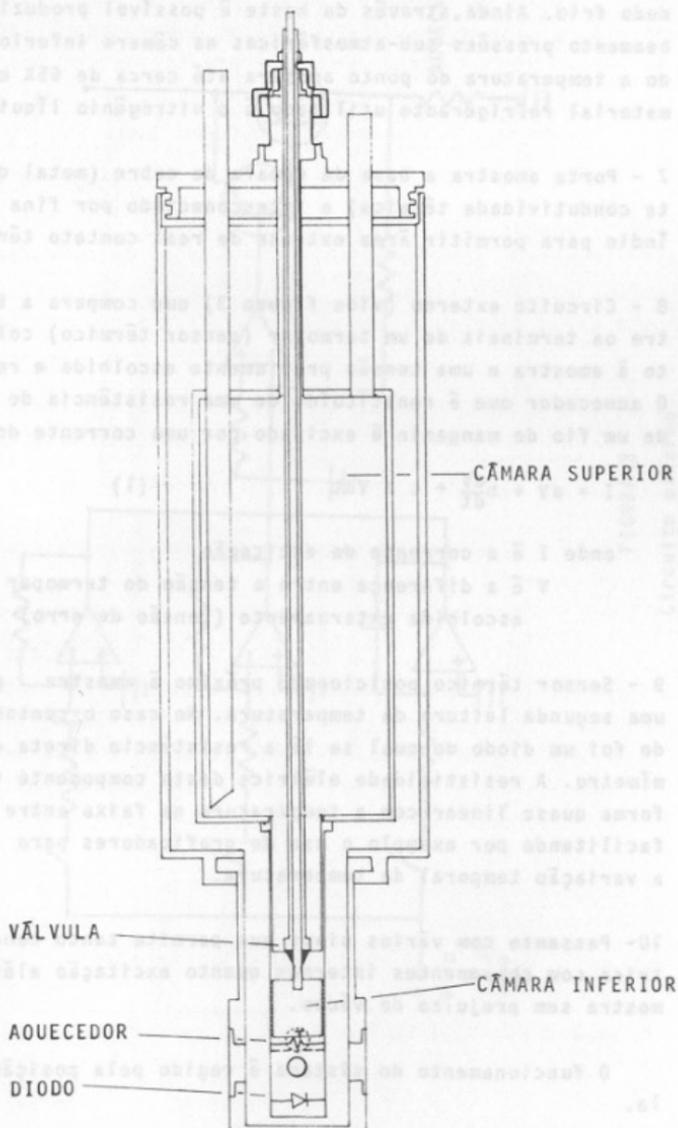
a) se fechada mantém o dedo frio vazio. Este, por ser constituído de um tubo fino de aço inoxidável provê isolamento térmico entre o porta-amostra e o corpo do criostato.

b) se aberta dá origem a uma passagem em uma válvula de diâmetro interno estreito permitindo que a mistura refrigerante encha o dedo frio que dessa forma se torna em bom condutor térmico.

4 - Cauda que envolve o dedo camliável

5 - Dedo oco soldado com solda de baixo ponto de fusão permitindo, se necessário, sua troca sem consequências para o criostato.

FIGURA 2
Características do Criostato



6 - Haste oca de controle de válvula, o que permite a saída do gás resultante da evaporação da mistura refrigerante quando composta de gases liquefeitos ao entrar em contato com o dedo frio. Ainda, através da haste é possível produzir por bombeamento pressões sub-atmosféricas na câmara inferior, baixando a temperatura do ponto amostra até cerca de 65K quando o material refrigerante utilizado é o nitrogênio líquido.

7 - Porta amostra e base da câmara de cobre (metal de excelente condutividade térmica) e interconectado por fina folha de Índio para permitir área extensa de real contato térmico.

8 - Circuito externo (vide figura 3) que compara a tensão entre os terminais de um termopar (sensor térmico) colocado junto à amostra e uma tensão previamente escolhida e registrada. O aquecedor que é constituído de uma resistência de 12Ω feita de um fio de manganin é excitado por uma corrente do tipo

$$I = aV + b \frac{dV}{dT} + c \int V dt \quad (1)$$

onde I é a corrente de excitação

V é a diferença entre a tensão do termopar e a escolhida externamente (tensão de erro)

9 - Sensor térmico posicionado próximo à amostra permitindo uma segunda leitura da temperatura. No caso o sensor utilizado foi um diodo do qual se lê a resistência direta com um ohmímetro. A resistividade elétrica deste componente varia de forma quase linear com a temperatura na faixa entre 65K e 300K facilitando por exemplo o uso de graficadores para registrar a variação temporal da temperatura.

10- Passante com vários pinos que permite tanto conexão elétrica com componentes internos quanto excitação elétrica da amostra sem prejuízo do vácuo.

O funcionamento do sistema é regido pela posição da válvula 1a.

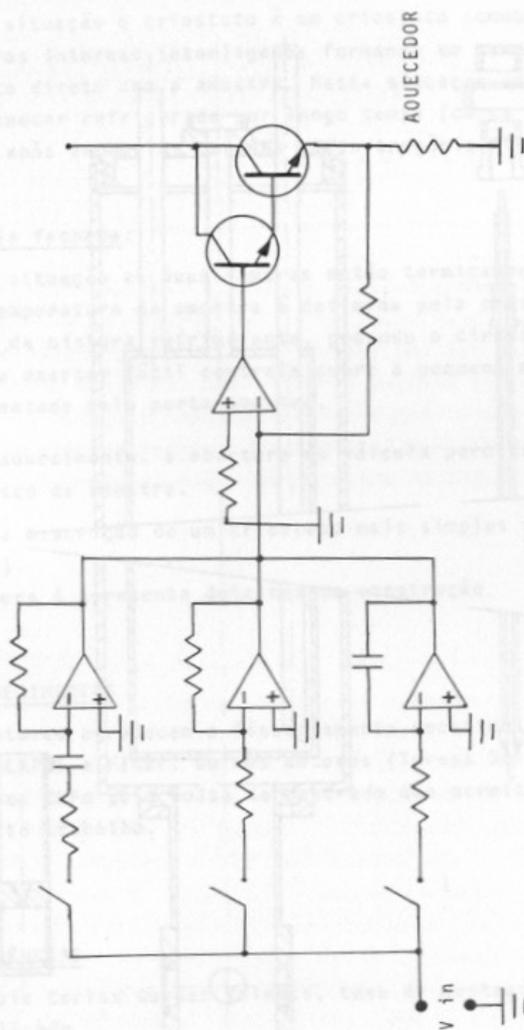
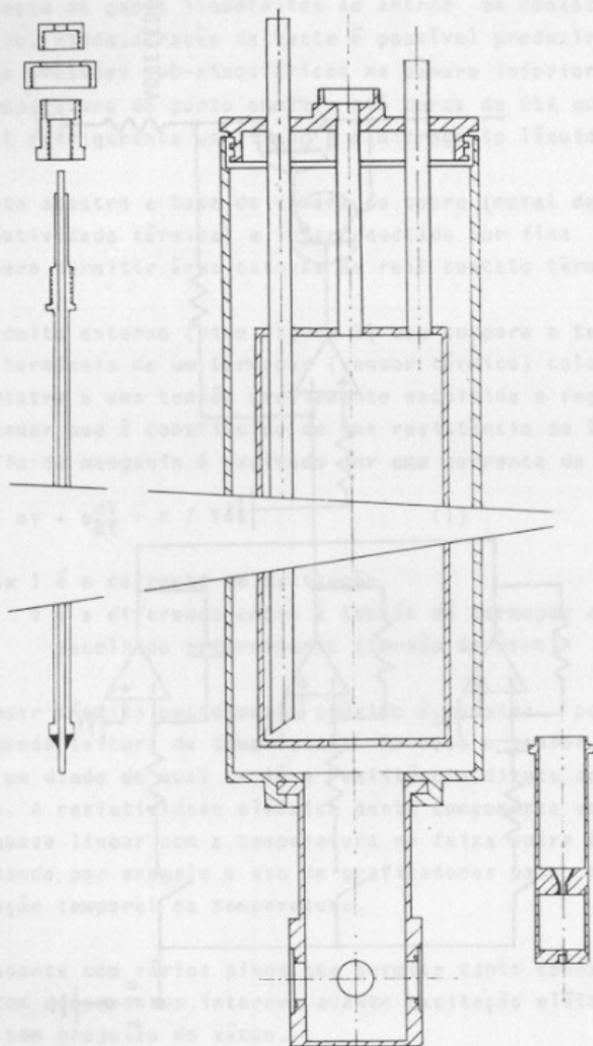


FIGURA 3
Circuito externo

Detalhes da construção

FIGURA 4



Válvula aberta:

Nesta situação o criostato é um criostato comum com as duas câmaras internas interligadas formando um tanque único com contato direto com a amostra. Nesta situação uma amostra pode permanecer refrigerada por longo tempo (cerca de 20 horas a 77K após encher os tanques com nitrogênio líquido).

Válvula fechada:

Nesta situação as duas câmaras estão termicamente isoladas e a temperatura da amostra é definida pela presença (ou ausência) da mistura refrigerante, podendo o circuito elétrico externo exercer fácil controle sobre a pequena massa térmica representada pelo porta-amostra.

Após aquecimento, a abertura da válvula permite o resfriamento brusco da amostra.

Para a descrição de um criostato mais simples veja referência (2).

A figura 4 apresenta detalhes da construção.

IV - AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o financiamento recebido diretamente do CNPq, CAPES e FINEP. Um dos autores (Teresa Del Soldato) agradece ao CNPq pela bolsa de Mestrado que permitiu a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

1. Luiz Carlos Guedes Valente, tese de mestrado, não publicado
2. "A Liquid Nitrogen Cryostat for Optical and X-band Electron Spin Resonance Measurements"
Rev. Bras. Fís. 6, 1 (1976)