

"TERMÔMETROS CRIOGÊNICOS DE PLATINA, CARBONO E GERMÂNIO"*

KLEMENSAS RIMGAUDAS JURAITIS^a
JOÃO BAPTISTA DOMICIANO^a
WALTER SANO^b

RESUMO

Descrevemos a construção e a calibração de um termômetro de platina estudado na faixa de 77 a 300 K. Apresentamos, ainda, propriedades e calibrações de um termômetro de carbono da Allen Bradley e outro da Speer, bem como, de um germânio da Texas Instruments, utilizados de 0,3 a 25 K. Eles tiveram aplicações em medidas de calor específico.

PALAVRAS-CHAVE: *Termômetro de platina; Termômetro de carbono; Termômetro de germânio; Calibração de termômetro criogênico.*

1 - INTRODUÇÃO

O nosso objetivo é apresentar um estudo sobre um termômetro de platina que foi construído especialmente para atender às necessidades de medidas de calor específico de amostras policristalinas, por exemplo, cloreto de níquel dihidratado de 77 a 300 K (JURAITIS¹). Apresentamos, também, resultados obtidos com dois termômetros de carbono e um de germânio que foram utilizados em medidas de calor específico de substâncias semelhantes, nitrato de níquel hexaamoniaco e perclorato de níquel hexahidratado (SANO e SALINAS²; SANO³), porém, para a

faixa de 0,3 a 25 K. Podemos citar duas bibliografias pertinentes a este assunto devidas a SWENSON⁴ e a RUBIN et alii⁵. A relevância do nosso trabalho está ligada ao fato de descrevermos uma termometria associada aos métodos de medida de calor específico implantados por nós atendendo algumas especificidades, tais como, necessidade de adequá-los às amostras acima mencionadas e a alta precisão requerida para a medida tanto da temperatura quanto da sua variação com um mínimo de dissipação de potência na medida da resistência, que é a propriedade termométrica dos nossos termômetros.

^aDepartamento de Física — CCE/Universidade Estadual de Londrina.

^bInstituto de Física — Universidade de São Paulo.

*Agradecemos o suporte financeiro da FINEP, CNPq e CAPES.

2 - MATERIAL E MÉTODO

O termômetro de platina foi construído a partir de um fio de platina nacional de 0,076mm de diâmetro por 125 cm de comprimento que foi enrolado bifilar e não indutivamente na parte externa da caixa porta-amostra de cobre do calorímetro e isolado eletricamente desta por meio de fita adesiva de mylar da 3M. Sua resistência é de 26,68 ohms a 0°C.

Um dos termômetros de carbono é um resistor convencional de 270 ohms, 1/8 W da Allen Bradley e o outro de 470 ohms, 1/2 W da Speer. O termômetro de germânio é o modelo 340 da Texas Instruments. Todos foram importados. Para garantir um bom contato térmico eles tiveram um dos terminais soldados diretamente nos locais de medida, providência indispensável para a faixa de operação de 0,3 a 25 K.

A resistência da platina foi medida por meio de uma ponte de Wheatstone DC especialmente construída com caixas de resistores da Leeds e Northrup e utilizando como detector de zero um micro-voltímetro Keithley, modelo 153. Como pontos fixos de calibração utilizamos o gelo fundente e o nitrogênio líquido. As demais temperaturas foram determinadas com um termo-par de cobre-constantan através de um multímetro digital de 4,5 dígitos da ECB, modelo MDM 220.

Os termômetros de carbono e de germânio foram medidos com uma ponte de Wheatstone AC operando a 155 Hz, baseado num amplificador/detector "lock-in" PAR, modelo HR-8, esquematizado na figura 1, que permite operar com uma dissipação de potência nos termômetros tão baixa quanto 10^{-12} W. Este nível de potência é exigido para temperaturas de 0,3 K quando o calor específico dos materiais tendem a zero e, em consequência, há a necessidade de se evitar que a corrente elétrica que passa no termômetro acabe aquecendo a própria amostra. Na calibração, as temperaturas de referência foram obtidas de diferentes maneiras para cada faixa:

de 0,3 a 1,2 K	com um termômetro paramagnético de nitrato de cério e magnésio;
de 1,2 a 4,2 K	com a medida de pressão de vapor do hélio 4 líquido;
de 4,2 a 14 K	com um termômetro paramagnético de sulfato de manganês e amônia;
de 14 a 20 K	com a medida de pressão de vapor do hidrogênio líquido;
de 20 a 25 K	com um termômetro paramagnético de sulfato de manganês e amônia.

As pressões de vapor do hélio 4 e hidrogênio medidas com um barômetro de coluna de mercúrio são convertidos em temperatura através de tabelas próprias da National Bureau of Standards. Os termômetros paramagnéticos fornecem a temperatura através da medida de susceptibilidade magnética obtidas por uma ponte de indutância construída especialmente para esta finalidade. A temperatura é obtida da susceptibilidade pela lei de Curie (SANO³).

3 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

A utilização dos termômetros aqui descritos se faz por meio das curvas de calibração $R \times T$. Nas medidas de calor específico há a necessidade de se conhecer pequenas variações de temperatura da amostra após a aplicação de pequenos pulsos de calor o que corresponde a variações pequenas de resistência. Assim, torna-se indispensável conhecer-se a lei de variação para que se possa obter T para um dado valor medido de R. Para tanto, no caso do termômetro de platina, como é usual, utilizamos uma lei polinomial com os coeficientes obtidos através da regressão polinomial do quinto grau num micro-computador CP 500 (Prológica). A lei obtida foi:

$$T = 21,8783 + 14,7825R - 0,664851R^2 + 0,0360293R^3 - 8,20079 \cdot 10^6 R^4 + 6,02310 \cdot 10^{-6} R^5.$$

Os dados experimentais, bem como o ajuste desta lei de variação estão mostrados na figura 2. Para efeito de comparação levantamos a curva de sensibilidade do nosso termômetro e representamos na figura 3 junto com a curva correspondente de um termômetro de platina padrão da International Practical Temperature Scale (SWENSON⁴) onde se pode verificar a concordância entre eles. As pequenas discrepâncias podem ser atribuídas às impurezas na composição do nosso fio de platina.

Para o termômetro Allen Bradley utilizamos a fórmula de CLEMENT e QUINNELL⁶ e para o termômetro Speer a fórmula descrita por BALCOMBE et alii⁷. Os resultados experimentais com a curva ajustada estão nas figuras 4 e 5, bem como as fórmulas com os coeficientes ajustados pelo método de mínimos quadrados estão nas respectivas legendas. Como se pode notar observando-se as figuras ambos os resultados mostram um excelente acordo. Para termômetros de germânio as funções exigidas que, geralmente, são empíricas, como nos casos de termômetros de carbono, são bem mais complexas, havendo necessidade de até dez parâmetros de ajuste. Como no nosso caso o de germânio era um termômetro secundário, servindo apenas como sensor para a regulação automática da temperatura da blindagem térmica do calorímetro, não nos preocupamos em ajustar completamente a sua curva de calibração. Verificamos, apenas que para pequenos trechos a fórmula de CLEMENT e QUINNELL⁶ funciona bem como mostrado na figura 6.

4 - CONCLUSÕES

Construímos um termômetro de platina com um formato conveniente para as nossas medidas de calor específico acima de 77 K e verificamos que o seu funcionamento é altamente satisfatório com desempenho que nada tem a dever para um tipo comercial.

Confirmamos as qualidades dos termômetros de carbono, tais como, alta sensibilidade, lei de variação que requer apenas três parâmetros ajustáveis, sem falar no seu baixo custo. Uma única desvantagem, verificada nos

termômetros de carbono, foi a necessidade de se fazer recalibrações periódicas por falta de reprodutibilidade entre uma experiência e outra. O de germânio não apresentou este problema, entretanto, seu custo é bem mais

alto e apresenta uma lei de variação mais complicada. Ambos são pequenos e por isso representam uma fração mínima na capacidade calorífica do calorímetro o que é uma grande vantagem na região de baixas temperaturas.

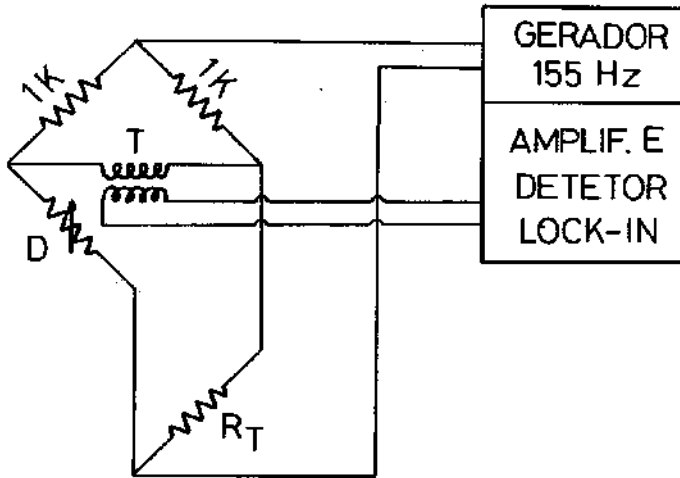


FIGURA 1 – Ponte de Wheatstone AC com amplificador/detector “lock-in” para medida de resistência dos termômetros de carbono e germânio. As resistências de 1 K formam os braços fixos, R_T o termômetro e D as décadas de resistores variáveis para o equilíbrio da ponte. T é um transformador de acoplamento.

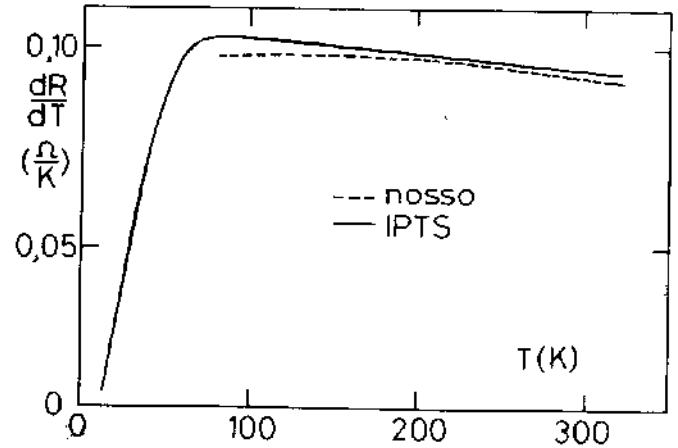


FIGURA 3 – Sensibilidade do termômetro de platina comparada com dados do IPTS correspondentes de um termômetro de platina padrão

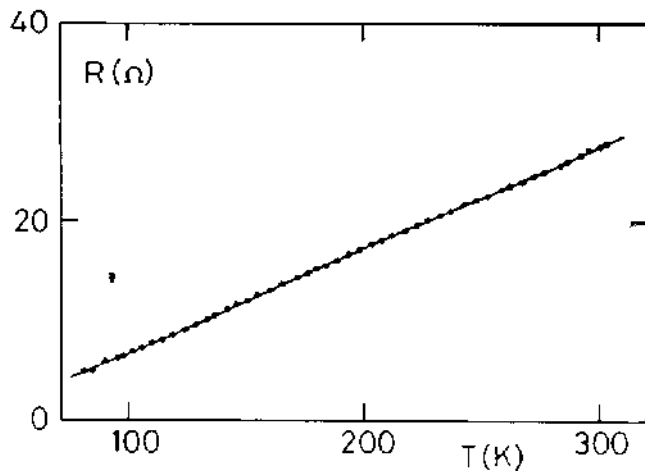


FIGURA 2 – Curva de calibração do termômetro de platina. A linha cheia representa a lei polinomial descrita no texto

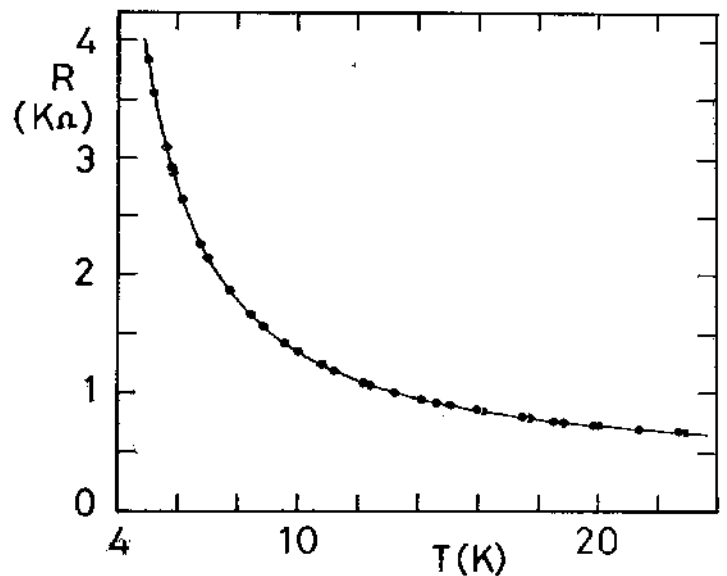


FIGURA 4 – Pontos experimentais do resistor de carbono da Allen Bradley de 270 ohms e 1/8 W. A curva contínua é dada por

$$T = 6.7718 / [\ln R + (21,868 / \ln R) - 9,5633]$$

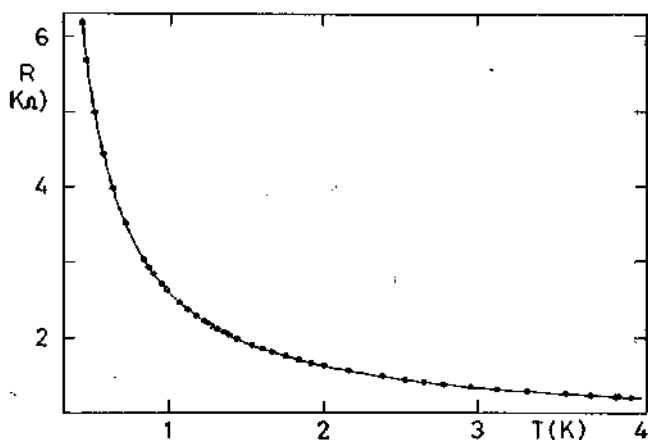


FIGURA 5 – Pontos experimentais do resistor de carbono Speer de 470 ohms e 1/2 W. A curva contínua é dada por

$$T = 0,4129 / (\log R - 2,8223)^{1,6732}$$

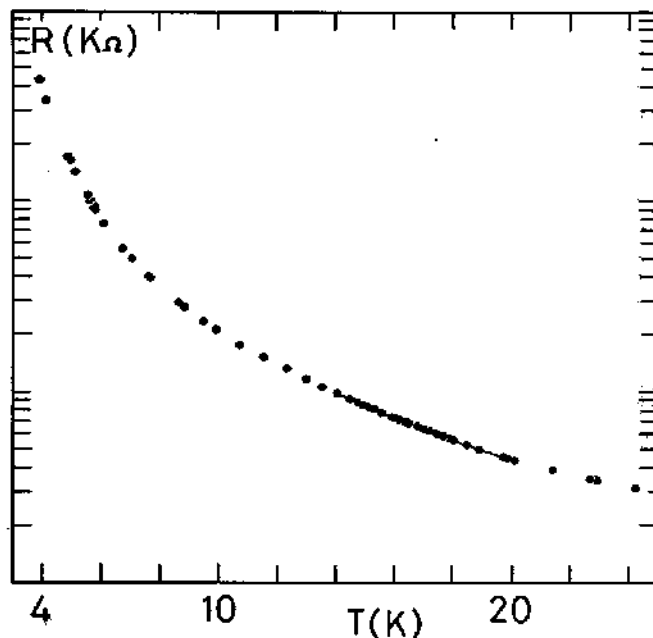


FIGURA 6 – Pontos experimentais do termômetro de germânio da Texas Instruments, modelo 340. No trecho de 14 a 20 K a lei de variação é

$$T = 21,3244 / [\ln R + (7,6942 / \ln R) - 4,7531]$$

ABSTRACT

Construction and calibration of a platinum thermometer studied between 77 and 300 K are described. An Allen Bradley and a Speer carbon thermometers and a Texas Instruments germanium thermometer behaviors and calibrations between 0.3 and 25 K are also described. They were applied in the specific heat measurements.

KEY WORDS: Platinum thermometer; Carbon thermometer; Germanium thermometer; Cryogenic thermometer calibration.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 – JURAITIS, K.R. Estudo da transição de fase estrutural do cloreto de níquel dihidratado com diferentes técnicas experimentais. São Paulo, UFUSP, 1985. Tese (Doutoramento)
- 2 – SANO, W. e SALINAS, S.R. Specific heat of $Ni(NO_3)_2 \cdot 6NH_3$ between 0.4 and 20 K. *Phys. Rev. B* (15): 27-31, 1977.
- 3 – SANO, W. Medidas de calor específico para o estudo da transição de fase antiferromagnética do nitrato de níquel hexaamoniaco. São Paulo, IFUSP, 1975. Tese (Doutoramento)
- 4 – SWENSON, C.A. Low temperature thermometry, 1 to 30 K. *Critical Review Solid State Physics*, (1):99, 1970.
- 5 – RUBIN, L.G.; BRANDT, B.L. e SAMPLE, H.H. Cryogenic thermometry: a review of recent progress, II. *cryogenics*, (22):491, 1982.
- 6 – CLEMENT, J.R. e QUINNELL, E.H. The low temperature characteristics of carbon-composition thermometers. *Rev. Sci. Instr.*, (23): 213, 1952.
- 7 – BALCOMBE, R.J.; EMERSON, D.J. e POTTON, R.J. A calibration equation for carbon resistance thermometers. *J. Phys. E*, (3):43, 1970.

Recebido para publicação em 31/10/89