

Procedimento para Resfriar Amostras à Temperatura de Hélio Líquido

(Procedure for cooling samples at liquid Helium temperature)

Liliane Ventura

IFQSC - DFCM, Universidade de São Paulo
Cx. Postal 369, 13560 São Carlos, SP, Brasil

Recebido em 13 de Novembro de 1991; Revisado em 07 de Abril de 1992 e 09 de Julho de 1992;
Aceito em 29 de Julho de 1992

Resumo

O processo de resfriamento de um criostato exige tempo e as operações efetuadas devem obedecer a uma seqüência bem estabelecida, sob pena de ver-se frustrada toda a operação. Neste trabalho é apresentado em detalhes o procedimento necessário para uma boa transferência de Hélio líquido num criostato de imersão (dispositivo utilizado para alojar amostras quando submetidas a baixas temperaturas). São abordados os problemas que poderão surgir durante a transferência e como solucioná-los. Espera-se, assim, contribuir com os inúmeros pesquisadores que utilizam esta tão importante técnica.

Abstract

The cooling process of a cryostat is time-consuming and all steps must follow a well-defined sequence in order to avoid the frustration of the whole operation. This paper details the procedure required for a good transfer of liquid Helium in an immersion cryostat (device used to accommodate samples when submitted to low temperatures). Problems which may arise during the transfer are discussed and solutions are proposed. Hopefully, this discussion will be helpful for a large number of researchers who use this important technique.

I. Introdução

Medidas à temperatura de He líquido são amplamente utilizadas nos vários campos experimentais da Física. No particular caso de medidas de absorção ótica, submeter as amostras à temperatura do He líquido ajuda na melhor identificação das bandas (ou linhas) de absorção, uma vez que a estas temperaturas as transições óticas são mais bem definidas pois livram-se em parte da vibração das moléculas, íons, etc que compõem o material.

Apesar de no Brasil esta técnica não ser utilizada em todos os centros de estudos de física, devido ao alto custo dos equipamentos necessários e do Hélio também, nos centros onde estes são rotineiramente utilizados, estudantes ainda da graduação participam das operações básicas com estes equipamentos. Estas operações exi-

gem cuidados especiais devido à possibilidade de ocorrerem explosões de "dewars" e criostatos provocadas pela vaporização rápida de Hélio líquido, cuja razão de volumes líquido/gás é de 1:700.

Medidas à Hélio Líquido

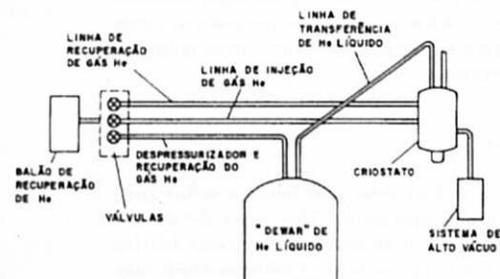
A realização de medidas à temperatura de Hélio líquido, em nosso país, exige a existência de liquefeitoras nos centros em que a pesquisa se realiza. Isto envolve a formação e emprego de pessoal qualificado, capaz de conduzir adequadamente os processos de produção, recuperação e de reciclagem.

Uma descrição detalhada de como proceder para resfriar amostras a 4 K será apresentada a seguir em forma de roteiro, com o intuito de servir como roteiro para eventuais interessados.

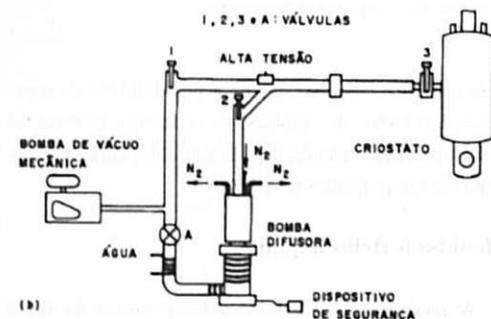
A figura 1.a esquematiza o sistema como um todo; a figura 1.b é o esquema do criostato acoplado ao sistema de vácuo e a figura 2 mostra o criostato nos seus principais detalhes.

O processo de resfriamento da amostra à temperatura de He líquido resume-se em três etapas:

- obtenção de alto vácuo no criostato;
- refrigeração que precede a introdução de He líquido;
- transferência do He líquido.



(a)



(b)

Figura 1 - (a) Esquema geral do sistema para refrigerar amostras a 4 K; (b) Criostato acoplado ao sistema de vácuo.

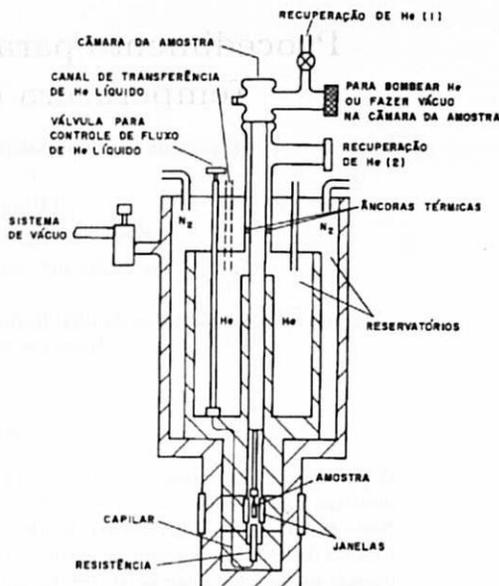


Figura 2 - Criostato para uso com He líquido.

Alto vácuo no criostato

Estando o sistema em equilíbrio à temperatura e pressão ambientes, inicia-se o processo de resfriamento, procedendo-se à evacuação do mesmo, para isolamento térmico dos criogênicos.

A retirada de gases do interior do sistema é indispensável, pois tem como função a preservação do He líquido no interior do criostato, minimizando a sua vaporização. Como pode ser observado na figura 2, o vácuo (parte hachurada) deve estar presente entre os reservatórios de Hélio e Nitrogênio líquidos e entre a parede externa do criostato e o reservatório de Nitrogênio líquido, para diminuir a transmissão de calor do exterior para o interior do criostato (observe que há conexão entre os compartimentos hachurados via parede vazada entre aqueles) - preservando o Nitrogênio - e diminuindo também o fluxo térmico do reservatório de Nitrogênio e câmara da amostra para o reservatório de He líquido.

A figura 1.b mostra o sistema de vácuo utilizado. Para se iniciar o processo de obtenção de alto vácuo, 1, 2, 3 e A devem estar abertas. Liga-se a bomba mecânica até que o sistema atinja uma pressão de 200 a 100mtorr. Então, fecha-se a válvula 1 e mantêm-se as demais abertas. Esse processo é denominado vácuo primário. O

princípio básico é sempre manter a menor pressão na bomba difusora.

Mantendo a bomba mecânica em operação, abre-se a água de refrigeração da bomba difusora (no caso de falta de água, há um dispositivo de segurança que desliga a bomba automaticamente) e, finalmente, liga-se a difusora. Quando o sistema atinge um vácuo suficientemente alto (em torno de 10^{-5} torr), coloca-se Nitrogênio líquido na armadilha fria ("trapp") da bomba difusora (para condensar a maioria das moléculas ainda livres), de forma que se atinja a escala de 10^{-6} torr. Assim, o sistema está preparado para o próximo passo: a refrigeração.

Refrigeração do criostato que precede a introdução de He líquido

Estando o criostato submetido ao alto vácuo (3.10^{-7} torr, em nosso sistema), o próximo passo antes da refrigeração (o que também poderia ser perfeitamente realizado antes de se fazer vácuo) é purgar a câmara da amostra e introduzir He gasoso ou seja: fazer vácuo com uma amostra bomba mecânica na saída denominada "Para bombear He ou fazer vácuo na câmara da amostra", (observe que há conexão entre este reservatório e a câmara da amostra pela válvula de controle de fluxo de He, o que possibilita a introdução de He naquela) mantendo fechadas as válvulas superior e central, referentes à figuras 1.a, e a de "Recuperação de He (1)", figura 2. Quando colapsa a mangueira do criostato, ligada à válvula central (figura 1.a), desliga-se a bomba e abre-se essa válvula de modo a injetar He gasoso na câmara do criostato. Quando a mangueira volta à situação normal, fecha-se a válvula e repete-se o processo 3 a 4 vezes. No final, deixa-se a válvula aberta de forma que a amostra esteja em contato com a atmosfera de Hélio. Essa atmosfera tem a função de evitar a condensação de moléculas da água presentes no ar ao se abaixar temperatura.

O isolamento da amostra do resto do sistema é útil no sentido de que, mesmo o criostato estando à baixa temperatura, ela pode ser retirada e uma nova amostra introduzida, desde que se mantenha atmosfera de He constante dentro da câmara da amostra.

Assim, com o sistema a alto vácuo e a amostra mergulhada na atmosfera de gás He, introduz-se Nitrogênio

líquido no reservatório correspondente e movimentam-se a válvula de controle de fluxo de He líquido (fig. 2) para que não venha a se imobilizar por congelar suas partes responsáveis pelo movimento (por exemplo, a rosca que permite o movimento). O abrir e fechar da válvula devem ser feitos constantemente até que o sistema atinja a temperatura de 183K ($\approx 4,7$ mV no milivoltmetro ligado ao termopar Cromel-Constantan acoplado ao dedo frio, onde está a amostra). Atingindo-se esta temperatura, faz-se a transferência de He líquido.

Transferência de Hélio Líquido

A transferência de He líquido é feita através de um tubo de transferência, em aço inox, em forma de U que possui um capilar por onde passa o Hélio, convenientemente isolado (envolto por uma parede com vácuo). Abre-se a válvula de "Recuperação de He (2)" e as demais da figura 1.a. Introduce-se a extremidade mais curta no canal de transferência do criostato e a outra no "dewar" de He líquido, mantendo sempre a parte que une as extremidades na horizontal. O nível de He líquido deve ser previamente medido com o dispositivo existente apropriado para que se possa ter controle da inserção do tubo de transferência no "dewar".

A extremidade introduzida no "dewar" deve ficar, a princípio, cerca de 2,0 cm acima da superfície do He líquido, para que somente He gasoso seja transferido a fim de ajudar diminuir a temperatura. Deve-se também fechar a válvula existente no "dewar", ligada à linha de recuperação, (não esquematizada nas figuras) para forçar, por aumento de pressão, a transferência de He. Neste estágio, a válvula de controle de He líquido está um pouco aberta. Quando se chega próximo da temperatura de Nitrogênio líquido, uma das extremidades da linha de transferência é mergulhada no He líquido (por volta de 6,0 cm.) e, por diferença de pressão, surge um fluxo de He líquido do "dewar" para o criostato.

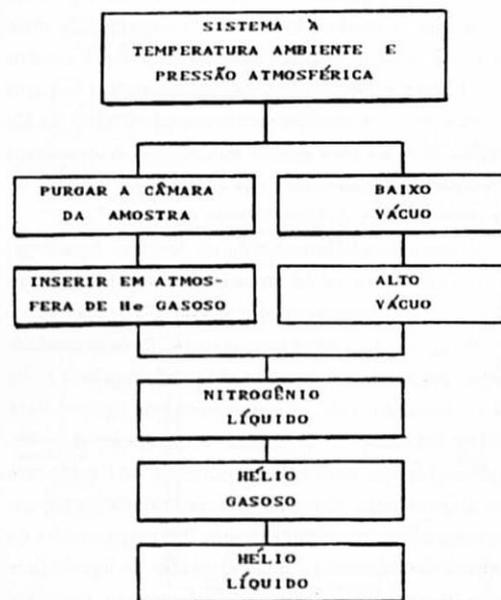
Após ser transferida a quantidade de He desejada durante certo período de tempo (em nosso caso, para transferências de 10 litros, necessitava-se de 30-40 minutos), retira-se o tubo de transferência e obstrui-se o correspondente canal. A quantidade transferida pode ser medida através da diferença de potencial produzida por fios (ligados a resistores de carbono) que estão acoplados diretamente ao reservatório de He líquido.

No começo da transferência, o He líquido chega a atingir a amostra, evaporando em seguida. As âncoras térmicas têm a função de não permitir a passagem de He líquido a partir do ponto em que estão situadas, transformando-o em He gasoso para enviá-lo à recuperação. Também evitam a entrada de radiação térmica ajudando a manter assim, a temperatura no interior do criostato.

Uma transferência de 101 permite a manutenção de He por 4-5h. se o vácuo permanecer estável e o reservatório de Nitrogênio líquido estiver mantido sempre cheio.

A temperatura é controlada através da válvula de controle do fluxo de He, e possui estabilidade de ± 1 K.

A seqüência de operações pode ser resumida no seguinte diagrama de blocos:



Problemas que ocorrem freqüentemente

- A bomba difusora e/ou criostato começam a suar: vácuo não apropriado.

- Nitrogênio evapora da armadilha fria da bomba difusora: vácuo ruim.

- Válvula de controle de fluxo de He líquido imóvel: com um soprador térmico, deve-se aquecê-la externamente; se a imobilidade persiste, deve-se aquecer todo o sistema novamente.

- Pressão oscilando: vazamento no sistema - geralmente janelas ou válvulas.

- Pressão no interior do "dewar" de He aumentando consideravelmente sem voltar a zero nos 5 minutos seguintes: linha de transferência entupida ou válvula de "Recuperação de He (1)" fechada.

- Mangueira de "Recuperação de He (2)" não congelada externamente durante a transferência: não está sendo realizada transferência.

- He líquido com pouca duração: vácuo ruim e, portanto, temperatura alta.

Estes são alguns dos incidentes mais comuns que podem ocorrer durante o processo de resfriamento com He líquido.

Com essas informações à mão, então, torna-se mais fácil o uso de tão importante e útil técnica de resfriar amostras.