

4 Os métodos experimentais

Neste capítulo, descreveremos os principais procedimentos experimentais que foram utilizados. As amostras foram produzidas pelo método de fusão dos elementos utilizando o forno a arco do Laboratório de Produção de Materiais Avançados (LPMA) do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF). A caracterização por raios-x foi realizada no Laboratório de Difração de Raios-x (LDRX) do Instituto de Física da Universidade Federal Fluminense (UFF). Para investigar o diagrama de fases pressão-temperatura do composto $CeCoGe_{2,1}Si_{0,9}$, medidas de resistividade elétrica AC no intervalo de temperaturas de 100 mK até 300 K e pressões de até 10,2 kbar foram realizadas no Laboratório de Supercondutividade (101-D) do CBPF. Já para a construção do diagrama de fase campo magnético - temperatura do composto $CeCoGe_2Si_1$ medidas de resistividade elétrica AC no intervalo de temperaturas $100\text{ mK} \leq T \leq 2,5\text{ K}$ e sob campos magnéticos de até 5 T foram realizadas.

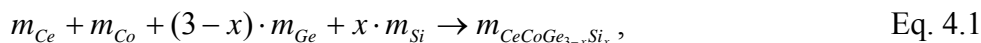
4.1. Preparação das amostras

Para a realização deste trabalho a seguinte série de amostras foi preparada: $CeCoGe_{3-x}Si_x$ com $x = 0; 0,9; 0,95$ e 1. A lista das amostras preparadas aparece na Tabela 4.1. Os compostos foram preparados e caracterizados em suas propriedades estruturais, magnéticas e eletrônicas por medidas de difração de raios-x, susceptibilidade DC e resistividade AC.

x	$CeCoGe_{3-x}Si_x$
0	$CeCoGe_3$
0,9	$CeCoGe_{2,1}Si_{0,9}$
0,95	$CeCoGe_{2,05}Si_{0,95}$
1	$CeCoGe_2Si_1$

Tabela 4.1. Amostras preparadas da série $CeCoGe_{3-x}Si_x$.

Na preparação das amostras foram utilizados elementos de alta pureza (maiores que 99.99% de pureza) seguindo-se a equação estequiométrica simples para as massas, mostrada abaixo:



Como exemplo, a quantidade de cada material requerida para preparar dois gramas de uma amostra é mostrada na Tabela 4.2.

elemento	Ce (g)	Co (g)	Ge (g)	Si (g)
$CeCoGe_{2,1}Si_{0,9} (2 \text{ g})$	0,74358	0,30841	0,80953	0,13414

Tabela 4.2. Exemplo das quantidades (em gramas) dos elementos necessários para preparar 2 g de $CeCoGe_{2,1}Si_{0,9}$.

Para produzir estes compostos na forma policristalina, foi realizada a fusão das quantidades estequiométricas dos componentes da amostra em forno a arco, em baixa pressão de argônio ultra-puro (1,2 atm), algumas fotos são apresentadas na Figura 4.1. O tempo médio de duração das fusões foi de aproximadamente 30 segundos. A fonte de corrente elétrica do forno foi regulada para fornecer 55 volts e 90 ampéres. Na primeira fusão, foi possível juntar todos os elementos em um único pedaço. Este pedaço é fundido 6 vezes virando-o a cada fusão para a obtenção de uma amostra com boa homogeneização. A perda total de massa das amostras de boa qualidade, após a última fusão, foi inferior a 1%.



Figura 4.1. Fotos do forno arco do CBPF empregado na fusão dos elementos.

Um grande esforço foi necessário para atingir resultados satisfatórios na preparação das amostras. Algumas variações na preparação foram testadas até encontrar aquele que resultou em amostras de melhor qualidade. A maior dificuldade veio do fato de que os elementos que formam estes compostos possuem temperaturas de fusão (T_f) consideravelmente diferentes em atmosfera normal como mostrado na Tabela 4.3.

Elementos	T_f (K)
<i>Ce</i>	1068
<i>Co</i>	1768
<i>Si</i>	1687
<i>Ge</i>	1211

Tabela 4.3. Temperaturas de fusão para os elementos utilizados.

As amostras com perdas de massa menores que 1% foram embrulhadas em folhas de tântalo e seladas em tubos de quartzo com pressão de argônio igual a 1/3 da atmosférica. Depois os tubos foram colocados em um forno tubular a 950°C por 9 dias. Após este período, foi resfriado lentamente (Figura 4.2).

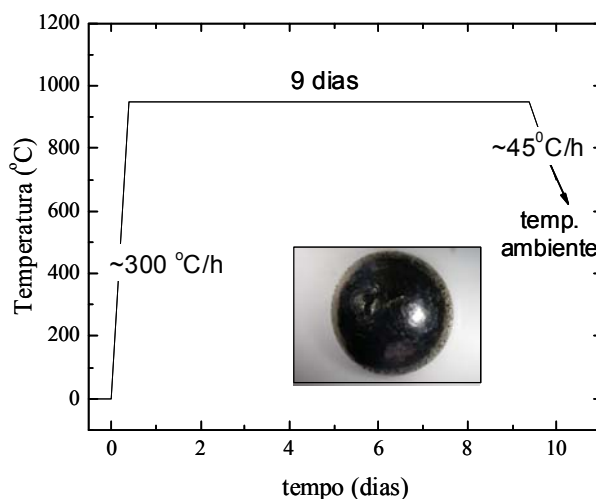


Figura 4.2. Ciclo de tratamento térmico na preparação das amostras $CeCoGe_{3-x}Si_x$. Na parte interior pode-se observar a fotografia de uma amostra após o tratamento térmico.

Uma parte das amostras (fotografia inclusa na Figura 4.2) foi cortada em forma de paralelepípedo para realizar medidas de resistividade sob pressão, outra parte foi moída para realizarmos medidas de difração de raios-x e a parte restante foi utilizada em medidas de susceptibilidade DC. Os códigos das amostras de boa

qualidade e a porcentagem da perda de massas sofridas na preparação são apresentadas na Tabela 4.4.

Composto	Nome	Perda de Massa %
$CeCoGe_3$	AC25	0,2
$CeCoGe_{2,1}Si_{0,9}$	AM27	0,6
$CeCoGe_{2,15}Si_{0,95}$	AM29	0,3
$CeCoGe_2Si_1$	AM31	0,4

Tabela 4.4. Lista de amostras do sistema $CeCoGe_{3-x}Si_x$, indicando a perda de massa após a fusão.

4.2. Teste de qualidade das amostras

A análise de fases cristalográficas das amostras em pó foi feita através de difratogramas de raios-x, tomados em temperatura ambiente. Nas medidas realizadas pelo Professor Renato Bastos Guimarães (LDRX-IF-UFF), utilizando um difratômetro universal de pó em uma geometria de reflexão, usou-se radiação $\text{Cu-K}\alpha$ com comprimento de onda $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ e a variação do ângulo de espalhamento, 2θ , entre 10° e 100° . Desta análise, foi identificada a fase estrutural existente e obtidos os parâmetros de rede a partir do refinamento pelo método de Ritveld [62] utilizando o programa FULLPROF [63]. Mesmo para algumas amostras com perdas de massa inferior a 1% foram identificadas fases espúrias no difratograma. Nesse caso, as amostras foram descartadas e outras com a mesma estequiometria foram preparadas. Um exemplo de um difratograma que apresentou fases espúrias pode ser observado na Figura 4.3.

É bem conhecida a importância da técnica de raios-x na caracterização de uma amostra, mas esta técnica tem uma limitação quando se quer determinar impurezas pouco intensas: não é possível detectar quantidades de impurezas menores que 5%.

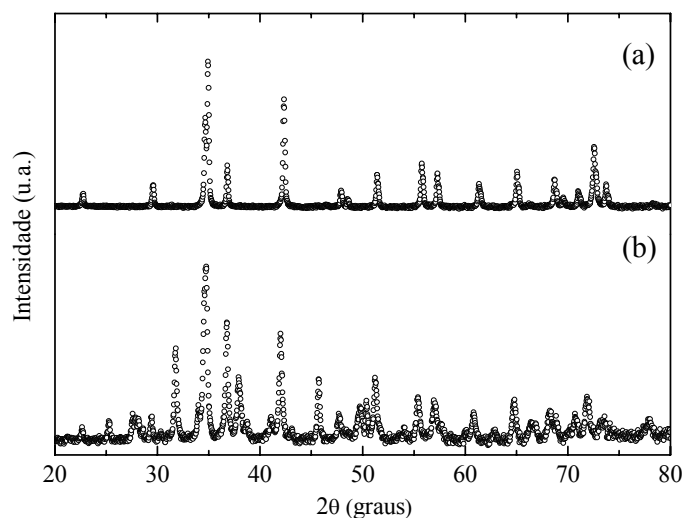


Figura 4.3. Exemplo de um difratograma de raios-x de uma amostra sem (a) e com fases espúrias (b).

4.3. Resistividade AC

As medidas de resistência elétrica foram realizadas usando o método de quatro pontas: dois contatos para aplicação de corrente e outros dois para a medida da voltagem, de acordo com o observado na Figura 4.4. A principal vantagem deste método é eliminar as contribuições dos contatos e dos cabos na leitura da diferença de potencial sobre a amostra.

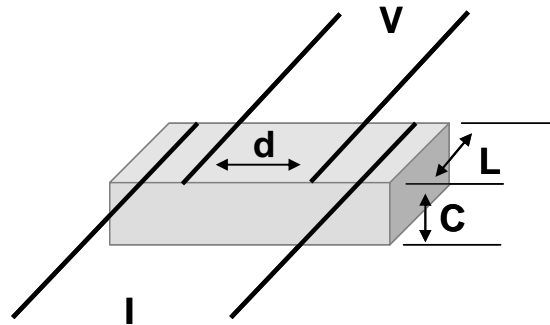


Figura 4.4. Configuração convencional dos contatos para o cálculo da resistividade em uma amostra poliedral. No gráfico I e V representam os fios de corrente e voltagem respectivamente.

No caso mais simples, tendo como geometria da amostra uma configuração apresentada na Figura 4.4, o cálculo da resistividade é dado por:

$$\rho = R \frac{L \cdot C}{d}, \quad \text{Eq. 4.2}$$

onde R representa a resistência elétrica e é obtida da lei de Ohm, $R = V / I$. Em geral, este método exige que as amostras sejam longas o suficiente para que a corrente seja homogênea na região central, onde é medida a voltagem.

4.3.1. Contatos elétricos e instalação no porta-amostra

Para as medidas de resistividade pedaços retangulares de cada amostra foram cortados em um micro-fatiador (Low-speed saw), As dimensões mínimas que puderam ser obtidas no corte de nossas amostras foram $1 \times 1 \times 0,5 \text{ mm}^3$. Em seguida, as amostras foram lixadas com lixas de água comuns número 1000 e 600. Este procedimento tem como objetivo garantir uma melhor aderência dos contatos elétricos - que seriam feitos posteriormente- e reduzir a espessura da amostras.

Essa redução da espessura visa obter uma resistência elétrica maior, superior a $1\text{ m}\Omega$ em baixas temperaturas. As dimensões obtida depois deste processo são de aproximadamente $0,8 \times 0,5 \times 0,3\text{ mm}^3$.

Todas as amostras são submetidas a um último processo, que consiste na limpeza com acetona em um banho de ultra-som por cerca de 5 minutos. Isto permite remoção de impurezas. Neste estágio, as amostras encontram-se prontas para receber os contatos elétricos.

Devido às dimensões tão reduzidas das amostras, antes de fazer os contatos elétricos, fixamos cada uma delas em um substrato de safira utilizando verniz GE (2030 General Electric). O substrato possui uma superfície duas ou mais vezes maiores que a base da amostra. Esse artifício facilita muito a manipulação das amostras, inclusive com os contatos já feitos, e ajuda a prevenir a quebra das mesmas durante a ciclagem térmica, quando estão fixadas no porta-amostra de PVC da célula de pressão (ver seção 4.5). Os quatro terminais de fios de platina com $25\text{ }\mu\text{m}$ de diâmetro e $2\text{--}3\text{ mm}$ de comprimento foram cuidadosamente conectados a cada uma das amostras com tinta epoxi prata, marca EPOTEK H20S. Para a secagem adequada da tinta prata, é necessário colocar o conjunto em uma estufa a uma temperatura de $100\text{ }^\circ\text{C}$ por 1 hora aproximadamente. Depois as safiras são fixadas com verniz GE ao porta-amostras, que consiste em uma peça retangular de cobre, provida de cavidades apropriadas para a inserção de sensores de temperatura. Para isolamento elétrico, a superfície da peça é recoberta por papel de cigarro colado com verniz GE, onde são ancorados termicamente terminais de fios de cobre de $70\text{ }\mu\text{m}$ de diâmetro. Os fios de platina são conectados aos fios de cobre com solda de estanho-chumbo (60:40) convencional. Nesse ponto, podemos conferir a qualidade dos contatos, medindo a resistência entre cada par de terminais com um multímetro. Consideramos contatos razoáveis aqueles cujas leituras foram inferiores a 10 ohms.

4.3.2. Sistema de aquisição de dados

Finalizada a instalação no porta-amostra, este será conectado na parte inferior de uma haste apropriada para ser inserida em um criostato, no qual podem ser realizadas as medidas de resistividade elétrica no intervalo de temperatura de 1,5 até 300 K . Esta haste apóia a fiação, a qual é enrolada diversas vezes ao longo

de seu comprimento para minimizar a condução de calor até as amostras. Por fim, conectores na parte superior da haste, fora do criostato, são ligados por cabos até os equipamentos que realizam as medidas e controlam a temperatura do porta-amostras. O sistema de resistividade AC do Laboratório de Supercondutividade do CBPF é composto basicamente por uma ponte de resistências AC (modelo LR700 com multiplexer LR720 da Linear Research), um controlador de temperatura (modelo LakeShore340, para $1,5 < T < 300 K$, e TRMC2 do CNRS-Grenoble, para $T < 1,5 K$) e um computador provido de programa de aquisição de dados e controle das medidas. O diagrama de blocos do sistema de resistividade AC é mostrado na Figura 4.5. A ponte AC é ajustada para fornecer correntes da ordem de $300 \mu A$, com frequência de excitação de $16 Hz$ fixa. No programa de aquisição de dados são definidos os parâmetros de entrada da medida, como canais a serem lidos, correntes de excitação, passos e intervalos de temperatura. O programa faz a aquisição dos sinais das amostras em seqüência a cada passo de temperatura, anotando a mesma antes e depois da leitura dos canais. Depois de realizada a medida de resistividade entre $1,5$ até $300 K$, o porta-amostra é retirado da haste e colocado no *insert* do sistema de diluição (ver seção 4.4.2) para completar a curva até $100 mK$.

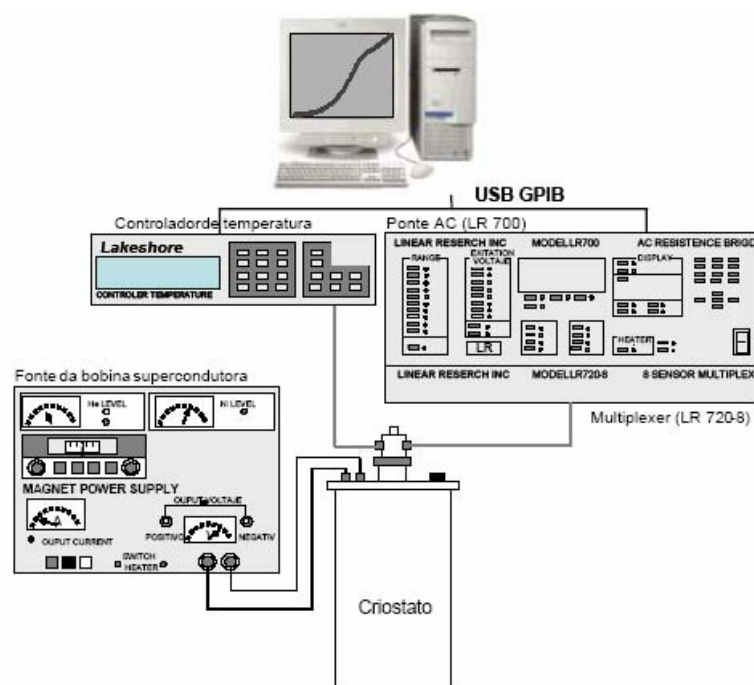


Figura 4.5. Diagrama de blocos do sistema usado nas medidas de resistividade AC sob pressão.

4.4. Baixas temperaturas

Existem diversas técnicas que permitem o resfriamento abaixo de $4,2 K$, tendo-se chegado nos dias de hoje à incrível marca de frações de micro Kelvin ($10^{-6} K$), por meio de técnicas de desmagnetização nuclear. Embora excelentes resultados sejam alcançáveis com técnica de desmagnetização de sais paramagnéticos, somente uma técnica permite a produção e sustentação de temperaturas ultra-baixas, na faixa de 5 a $20 mK$ por longos períodos de tempo: a refrigeração por diluição de 3He em 4He .

Partindo-se de hélio líquido ($4,2 K$), a maneira mais fácil de baixarmos a temperatura é através do seu simples bombeamento, normalmente realizado diretamente sobre a superfície do líquido. Este processo extrai calor latente de vaporização, fazendo com o que o líquido se resfrie. A quantidade de calor removível nesse processo depende, no entanto, da pressão de vapor do líquido, que por sua vez decai exponencialmente com a temperatura. Conseqüentemente, uma vez iniciado o processo de bombeamento, o líquido se resfria, fazendo com que sua pressão diminua e, portanto, inibindo a continuidade do resfriamento. Este processo ocorre tanto para um líquido de 4He (99,99986% abundante) quanto para um de 3He ($1,38 \times 10^{-4}$ % abundante). Porém, como o segundo isótopo é mais leve do que o primeiro, sua pressão de vapor será maior a temperaturas mais baixas, o que permite atingir um resfriamento maior. À pressão de vapor de $1 torr$, por exemplo, a temperatura de um líquido de 4He é de $1,27 K$, enquanto que a de um líquido de 3He é de apenas $0,66 K$. Os limites práticos para esses tipos de resfriamento por bombeamento direto do líquido são de $T > 1,4 K$ para 4He e $T > 300 mK$ para 3He .

O avanço na compreensão das propriedades termodinâmicas de misturas de 3He com 4He permitiu o desenvolvimento dos refrigeradores capazes de produzir e manter temperaturas na faixa de alguns mK . Para entendermos o funcionamento dos chamados “refrigeradores de diluição de $^3He/^4He$ ”, precisamos antes rever algumas das propriedades de misturas desses dois isótopos do hélio.

A Figura 4.6 mostra o diagrama de fases de uma mistura ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$ em pressão de vapor saturado. x é a concentração relativa de ${}^3\text{He}$ na mistura, ou seja

$$x = \frac{n_3}{n_3 + n_4}, \quad \text{Eq. 4.3}$$

sendo n_3 a concentração de ${}^3\text{He}$ e n_4 a de ${}^4\text{He}$. Acima do ponto tricrítico o diagrama divide-se em uma fase normal e outra superfluida, dependendo do valor de x . Em ambos os casos a mistura dos dois líquidos será homogênea.

A primeira característica importante a ser notada neste diagrama é a existência de uma região onde a mistura - inicialmente homogênea - dos dois líquidos, separa-se em duas fases logo abaixo do ponto tricrítico em $T = 0,86\text{K}$. Uma dessas fases será rica em ${}^3\text{He}$ (x grande) e outra será rica em ${}^4\text{He}$ (x pequeno). E aqui aparece a outra característica importante da mistura. Enquanto a fase rica em ${}^3\text{He}$ é virtualmente livre de ${}^4\text{He}$ ($x \rightarrow 1$ neste ramo do diagrama), na fase diluída (isto é, concentrada em ${}^4\text{He}$) existe uma concentração residual que tende para o valor finito de $x = 0,064$ quando $T \rightarrow 0$. Isto quer dizer que, a temperaturas muito baixas, dois líquidos coexistem: um de ${}^3\text{He}$, virtualmente puro, e outro de ${}^4\text{He}$ com aproximadamente 6,4% de ${}^3\text{He}$. Como o ${}^3\text{He}$ é mais leve do que o ${}^4\text{He}$, o primeiro “flutua” sobre o segundo.

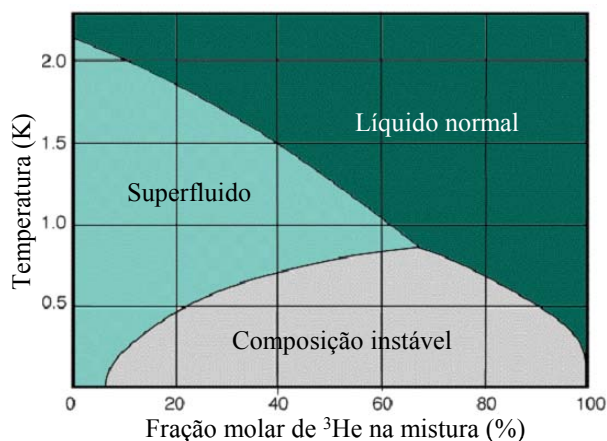


Figura 4.6. Diagrama de fases de uma mistura ${}^3\text{He}$ e ${}^4\text{He}$.

A baixas temperaturas, a natureza quântica desses dois isótopos de hélio começa a se manifestar e este fato é vital para o funcionamento do refrigerador de diluição. O ${}^4\text{He}$ líquido é um sistema quântico de spin nuclear nulo, obedecendo portanto à estatística de Bose-Einstein e que sofre uma transição para o estado

superfluido em $T = 2,177 K$. Por outro lado, o 3He é um líquido que segue a estatística de Fermi-Dirac (spin nuclear semi-inteiro) e possui uma temperatura de transição superfluida de $2,5 mK$. A temperatura de superfluidez do 4He é reduzida quando este é diluído por 3He , permanecendo na fase normal para misturas com concentração de 3He acima de 67%.

Na fase diluída, o 4He atua como uma espécie de “vácuo mecânico”, apenas sustentando o 3He residual que, para todos os efeitos se comportará como um gás ideal com massa reduzida m^* . Com isso, observa-se o interessante quadro de um líquido de 3He “flutuando” em um vácuo mecânico de 4He sob sua “pressão de vapor”. Se a fase diluída for bombeada, será retirado calor de forma semelhante ao que ocorre no processo de resfriamento por bombeamento de um líquido normal. A operação principal de resfriamento do refrigerador de diluição de ${}^3He/{}^4He$ consiste então em bombearmos a fase diluída da mistura e o processo de resfriamento ocorre quando átomos de 3He são transferidos da fase rica em 3He (fase concentrada) para a rica em 4He (fase diluída).

4.4.1. Os criostatos.

Foram dois os criostatos usados nas medidas de resistência elétrica sob pressão: um criostato de fluxo de 4He comercial Jannis para fazer medidas sob pressão desde 1,5 a 300 K, e um criostato Oxford (Figura 4.8) acoplado ao sistema de refrigeração de ${}^3He/{}^4He$.

Basicamente estes criostatos consistem de uma câmara de vácuo de isolamento, um banho de nitrogênio líquido, outra câmara de vácuo de isolamento (as câmaras de vácuo na realidade estão conectadas), um banho de hélio líquido e um compartimento onde é colocado a haste com o porta-amostra (ou com a célula de pressão) ou o *insert* do refrigerador de diluição (ver seção 4.4.2).

No caso do Jannis, o compartimento está conectado ao banho de hélio por uma válvula capilar, que regula a passagem de fluxo de hélio para seu interior, possibilitando o controle de temperatura. Adaptado a este compartimento está um sistema de bombeio de hélio que permite baixar a temperatura até 1,5 K (Figura 4.7). O porta-amostras (ou as células de pressão) fixadas na parte inferior da haste é recoberta por um copo de cobre, o qual permite homogeneizar o fluxo de hélio

sobre elas. Vale ressaltar que, além do controle de temperatura propiciado pela regulagem da passagem de He, os porta-amostras ou células de pressão são providos de aquecedores acionados pelos controladores de temperatura. No caso das células de pressão, o sensor de temperatura para monitorar a temperatura é colocado na sua parte externa.

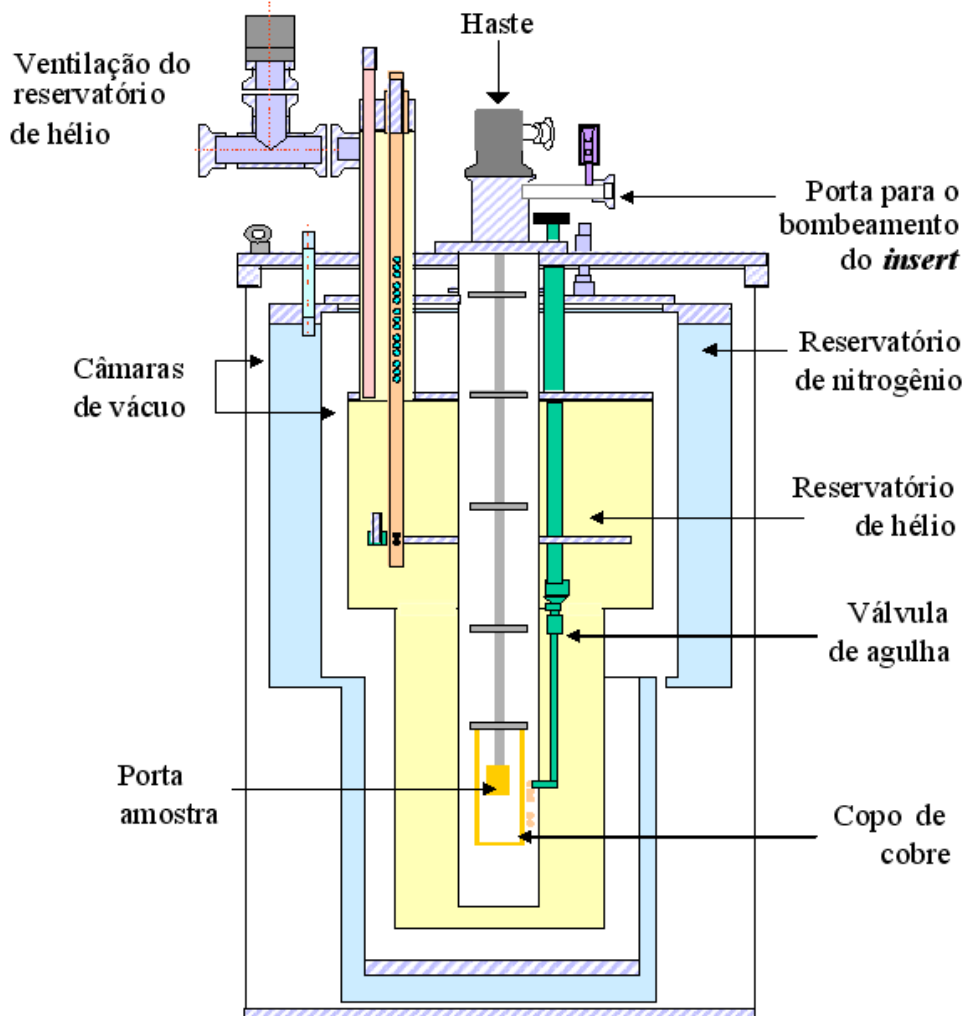


Figura 4.7. Criostato Jannis empregado nas medidas de resistividade com a haste e o porta-amostras.

Por outro lado, o compartimento interno ao reservatório de He líquido, observado na Figura 4.7 (cor branca), não existe no caso do criostato Oxford. A câmara de isolamento do sistema de refrigeração $^3\text{He}/^4\text{He}$, chamada de *insert*, é colocado diretamente no reservatório de He líquido. O criostato Oxford é mantido a $4,2\text{ K}$, enquanto o sistema de diluição $^3\text{He}/^4\text{He}$ leva a amostra a temperaturas próximas a 100 mK . Na parte inferior do banho de He líquido o criostato possui uma bobina supercondutora que alcança campos magnéticos de até 5 T , permitindo

realizar medidas sob pressão com campo magnético aplicado. A Figura 4.8 mostra um esquema do criostato Oxford.

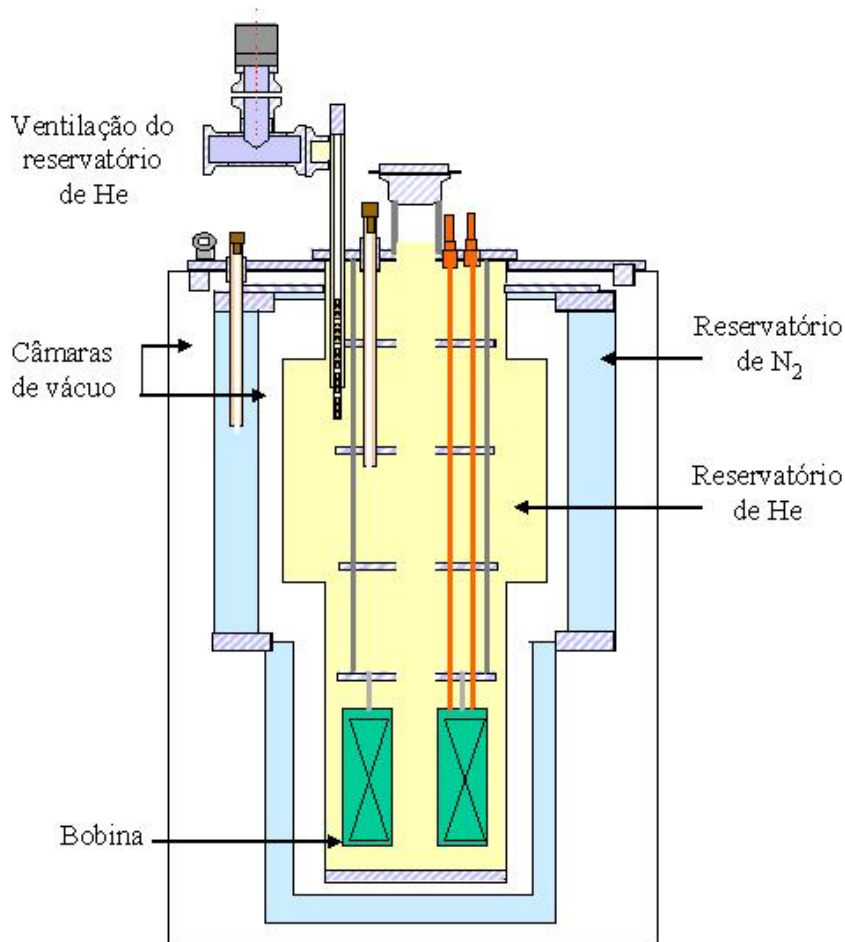


Figura 4.8. Criostato Oxford empregado nas medidas de resistividade em baixas temperaturas com campo magnético aplicado, na parte central do reservatório de He líquido será colocado o *insert*.

4.4.2. Sistema de Refrigeração ³He/⁴He

Para nosso trabalho foi utilizado um refrigerador de diluição modelo *deep stick*, construído em Grenoble (França), apelidado de *Dilute*, configurado para atingir temperaturas de até $50mK$. Este sistema é composto basicamente de 3 partes: câmara destiladora (Still), câmara de mistura (*Mixing chamber*) e trocadores de calor. Como pode ser observado na Figura 4.9, todo o sistema fica isolado termicamente no interior de um tubo de inox, evacuado, por onde passam a viação e os dutos condutores da mistura ³He/⁴He. Esse tubo de inox, chamado de *insert*, é imerso em um criostato de banho de ⁴He que serve para pré-esfriar o sistema. Depois de realizado o vácuo no *insert*, todo o sistema fica isolado

termicamente e apenas a peça de latão permanece ancorada termicamente ao banho de ^4He , em $4,2\text{K}$.

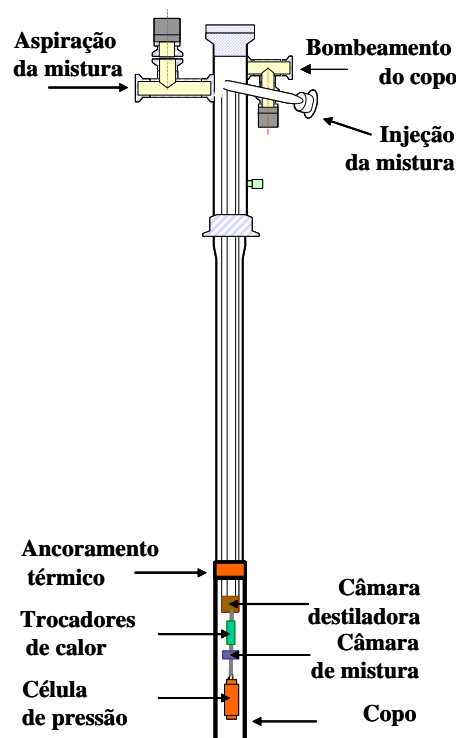


Figura 4.9. diagrama esquemático da câmara de isolamento do sistema de refrigeração $^3\text{He}/^4\text{He}$, *insert*, empregado nas medidas de resistividade em baixas temperaturas.

A mistura de gás de $^3\text{He}/^4\text{He}$ em temperatura ambiente é injetada a uma pressão de 3 bar na linha de injeção, sendo pré-resfriada logo em seguida devido ao ancoramento em $4,2\text{ K}$. O gás injetado é condensado após passar por uma impedância primária situada acima da câmara destiladora. As impedâncias do refrigerador consistem de tubos capilares muito longos enrolados em espiral capazes de imprimir uma variação de pressão no gás. A temperatura do $^3\text{He}/^4\text{He}$ - agora líquido- atinge cerca de $1,5\text{ K}$ e este continua a fluir pelo tubo de injeção. O líquido alcança o primeiro trocador que está em contato térmico com a câmara destiladora a $0,7\text{ K}$. Uma segunda impedância, localizada abaixo da câmara destiladora, atua com o objetivo de evitar que o $^3\text{He}/^4\text{He}$ líquido reevapore. Em seguida, o líquido atravessa vários trocadores de calor até ser resfriado o suficiente para ser injetado na parte superior da câmara de mistura [64].

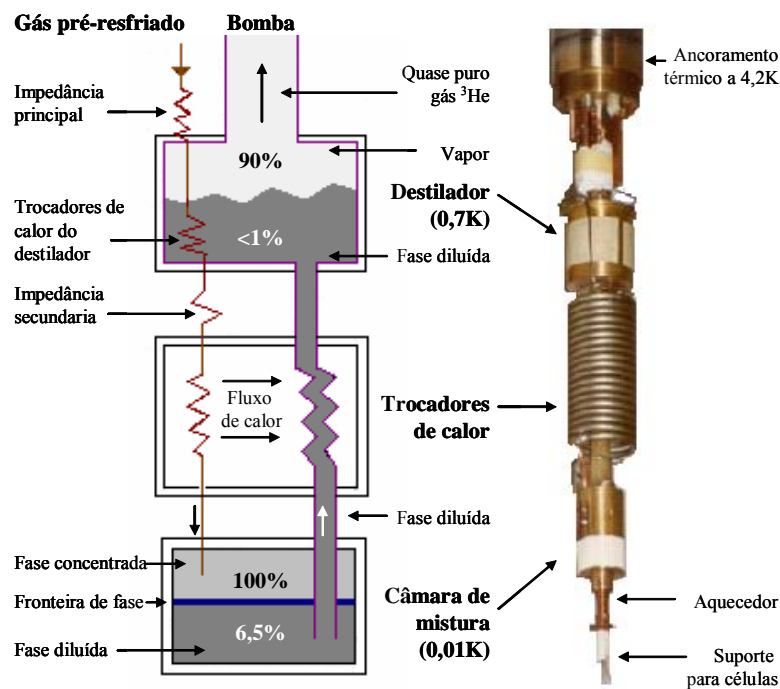


Figura 4.10. Figura esquemática das componentes de um refrigerador de diluição ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$ e fotografia do *insert* do sistema de refrigerador do CBPF

As duas fases ricas em ${}^3\text{He}$ e em ${}^4\text{He}$ encontram-se na câmara de mistura que está a uma temperatura de $0,01\text{ K}$ [64]. A fase rica em ${}^3\text{He}$ deposita-se acima da diluída devido à sua menor densidade. Um tubo de aspiração com diâmetro mais largo que o injetor conecta a parte inferior da câmara de mistura com o destilador. Na câmara destiladora, devido à diferença de pressão de vapor ${}^3\text{He}/{}^4\text{He}$, cerca de 90% do vapor ali presente é de ${}^3\text{He}$, enquanto que uma concentração menor que 1% se mantém no líquido diluído. Um sistema de bombeio retira o vapor de ${}^3\text{He}$ do destilador provocando um gradiente de concentração na fase diluída existentes nas duas câmaras. Este gradiente induz um fluxo de ${}^3\text{He}$ da câmara de mistura para o destilador, motivando a passagem de ${}^3\text{He}$ da fase pura para a diluída com o objetivo de manter a concentração de 6,5%. Neste momento, o ${}^3\text{He}$ perde energia térmica por sair de um estado de maior entropia (fase concentrada). Para que o processo de resfriamento seja contínuo, o vapor de ${}^3\text{He}$ bombeado para fora do destilador é reinjetado, fechando o ciclo. O líquido que atravessa o canal de aspiração é usado para resfriar o ${}^3\text{He}$ reinjetado ao atravessar os trocadores de calor localizados entre o destilador e a câmara de mistura.

O fluxo de ${}^3\text{He}$ é mantido continuamente pelo sistema de bombeamento em temperatura ambiente. A Figura 4.11 apresenta um esquema do circuito de bombeio de gás acoplado a *Dilute*. Ele é composto por compressor, bomba de vácuo mecânica, filtros e tanques para armazenamento da mistura que operam em pressão subatmosférica. Além disso, uma armadilha fria deve ser instalada depois da bomba para impedir a passagem de impurezas e gases orgânicos passíveis de adentrarem no sistema por alguma fuga. A temperatura mínima obtida nas células de pressão ou no porta-amostras com o sistema de refrigeração em funcionamento são de aproximadamente 50 mK . Então após o sistema ficar estável em sua menor temperatura o aquecedor –localizado próximo a suporte para células o porta-amostras- é ligado para elevar a temperatura em forma de degraus ($5\text{--}10\text{ mK}$ aproximadamente de altura ficando estável por espaço de 30 segundos) o que nos permite a aquisição de dados de resistividade elétrica de $\sim 50\text{ mK}$ a 3 K .



Figura 4.11. Painel de controle do sistema de bombeamento.

4.5. Células de pressão

As células de pressão empregadas neste trabalho são de tipo hidrostáticas. A condição hidrostática ideal garante uma distribuição uniforme da pressão sobre a isotrópica amostra, sendo desprezível qualquer tensão mecânica interna que provoque uma anisotropia na pressão. O líquido utilizado como meio de transmissão de pressão é o fluido inerte FC75 (*fluorinert*). Este tipo de líquido consegue manter a pressão hidrostática até 30 *kbar* aproximadamente. Isto ocorre devido a sua baixa viscosidade. Além disso, ele possui baixa compressibilidade e boa condutividade térmica. Os fluidos inertes são quimicamente inativos, não reagindo com nenhum componente da célula de pressão ou amostras. Um esquema da célula de pressão utilizada pode ser vista na Figura 4.12. O corpo e o núcleo são feitos de uma liga não-magnética de cobre-berílio (*CuBe*) por este ser um material de alta resistência e ótima condutividade térmica.

O corpo da célula é atravessado por um furo cilíndrico central, onde é introduzido um copo de teflon, que é preenchido com o líquido transmissor de pressão. Na parte inferior do copo, um anel de *CuBe* é encaixado, dando apoio a um pistão de carbeto de tungstênio. Em seguida, um parafuso com um orifício central e uma pastilha de *CuBe* móvel fecham essa extremidade da célula. Do outro lado do copo, é mergulhado o porta-amostra da célula de pressão, feito de PVC, que encontra-se fixo em uma rolha de *CuBe*. Para garantir a vedação, dois anéis de *CuBe* são encaixados entre a rolha e o copo. A angulação do anel mais próximo ao copo contém a deformação nas bordas, prevenindo vazamentos. Toda a fiação necessária é passada através de um orifício aberto na rolha, que é totalmente vedado com resina Stycast preto 2850FT.

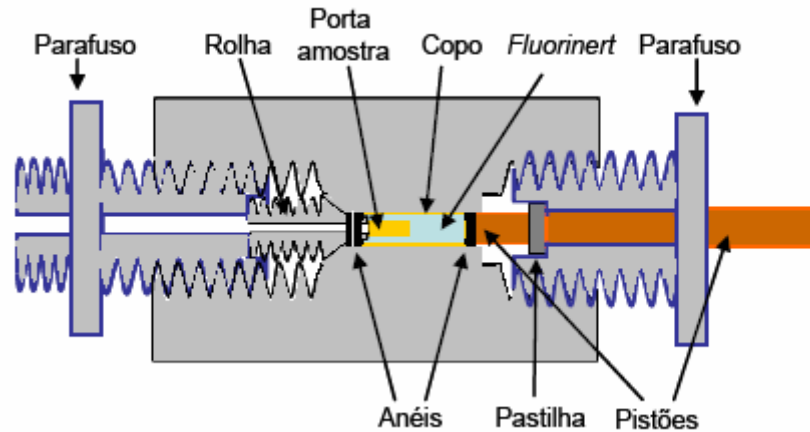


Figura 4.12. Representação esquemática da célula de pressão líquida utilizada no presente trabalho.

A pressão na célula é colocada enquanto a mesma se encontra à temperatura ambiente, e para poder monitorá-la foi instalado no porta-amostra uma resistência de manganina ($\sim 30 \Omega$). Ela pode ser observada na Figura 4.13.a). A manganina apresenta uma relação entre a deformação sofrida e a pressão aplicada [65] a qual é observada pela variação da resistência elétrica do material tornando-a um manômetro resistivo. A resistência da manganina varia com a pressão de acordo com a seguinte expressão:

$$R(P) = R(P = 0)[1 + 2,5 \times 10^{-3} P], \quad \text{Eq. 4.4}$$

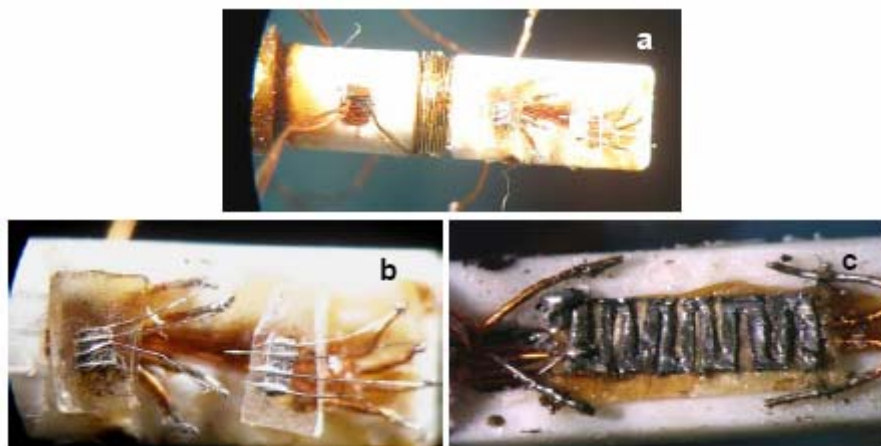


Figura 4.13. Porta amostra colada na rolha, a) observa-se o fio de manganina enrolada, b) instalação de amostras c) instalação do chumbo do outro lado do porta-amostras.

A pressão aplicada também é determinada com precisão em baixas temperaturas ($\sim 3\%$) através da temperatura de transição supercondutora do

chumbo $T_C(Pb)$ [66, 67]. A T_C do chumbo depende sensivelmente da pressão a que se encontra submetida. Uma fita de chumbo de alta pureza é instalado no porta amostra (ver Figura 4.13.c) e T_C é obtido das medidas de resistividade conforme mostrado na Figura 4.14. Faz-se um ajuste linear logo acima da transição e outro ao longo da mesma, o ponto de interseção determina o T_C . Esta medida é feita conjuntamente com a medida de outra fita de chumbo instalado na parte externa da célula que nos garante a termalização da célula de pressão.

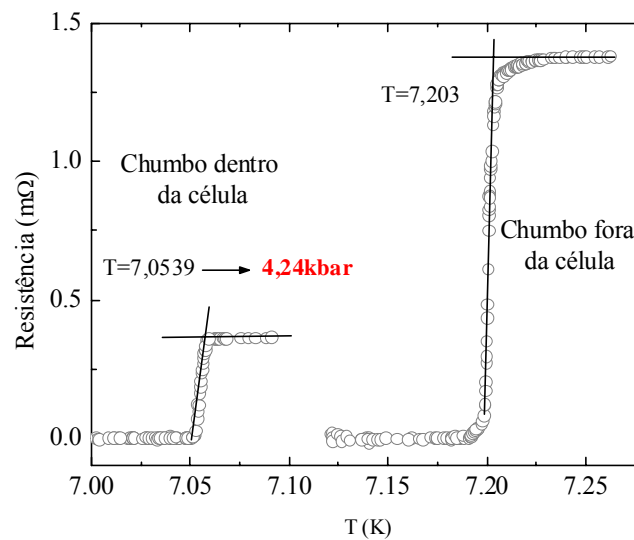


Figura 4.14. Exemplo da obtenção da T_C do chumbo para determinar a pressão.