

Reacondicionamiento de un Crióstato

Juan Pablo Quintana

Martín Villalba

17 de marzo de 2013

Resumen

En este trabajo se reacondicionó un crióstato de vacío, para estudiar la resistencia eléctrica y la transición superconductor, de materiales a bajas temperaturas, utilizando como criógeno nitrógeno líquido a $77K$. Se caracterizó el tiempo de respuesta del equipo ante cambios controlados en la temperatura, y se establecieron parámetros para la operación del mismo. Se llevó al equipo hasta una temperatura mínima de $88,54K$, permitiendo alcanzar el rango de temperaturas en que el *YBCO* (Yttrium Barium Cooper Oxide) se comporta como superconductor, esto es en torno a $93K$.

1. Introducción

El objetivo de esta práctica fue restaurar un crióstato de vacío, y dejarlo operativo para realizar pruebas de resistencia a temperaturas criogénicas. Un crióstato, como sugiere su nombre, es un equipo diseñado para realizar experimentos a bajas temperaturas, al cual se lo enfría mediante un líquido o gas criogénico generado en un sistema auxiliar. Existen distintos tipos de crióstatos, algunos con diseños específicos para cierto tipo de experimentos, pese a ello todos contienen:

- Un diseño para montar muestras y realizar el experimento de interés.
- Instrumentos para medir y controlar la temperatura del sistema en estudio o bien de una muestra.
- Están diseñados de forma que el sistema tome contacto con el criógeno y se enfríe.
- Cableado interno para conectar el sistema con instrumentos externos de control y medición.
- Diseño específico para enfriar el sistema con el criógeno.

De acuerdo a la forma en que el sistema toma contacto con el criógeno, encontramos:

- Crióstatos de inmersión: en estos el equipo se sumerge en un termo que contiene un líquido criogénico.
- Crióstatos de flujo continuo: el criógeno está en un termo externo, y mediante un trasvasador se hace circular en un flujo continuo a través del criostato.
- Criostatos contenedores: tienen incorporados un termo con una trampa para confinar el líquido criogénico.

Las formas más comunes de regular la temperatura del sistema de estudio o muestra son:

- Muestra en atmósfera con gas de intercambio: en estos sistemas un capilar con una válvula regulable conecta el líquido criogénico con la cámara donde está alojada la muestra, de manera que esta quede inmersa en una atmósfera cuya temperatura es controlada mediante la válvula y generalmente un calefactor.
- Muestra en vacío: en estos sistemas una parte del equipo, comúnmente llamada dedo frío, se enfría por contacto directo con el criógeno, y a su vez el dedo frío se conecta con la muestra mediante una resistencia térmica. La temperatura de la muestra es regulable mediante un calefactor (en este diseño el anclaje térmico de cables y muestras es de vital importancia).

El crióstato con el que trabajaremos contiene un termo aislado del ambiente por una doble pared en la que se hace alto vacío (presiones del orden de $10^{-5} Torr$). La parte superior del termo está conectada al exterior por una boca de llenado de acero inoxidable (mal conductor térmico), la parte inferior es una trampa de cobre (buen conductor térmico). La trampa entra en contacto con un dedo frío donde se coloca una resistencia térmica, a su vez la resistencia se conecta al portamuestras, este es el circuito de enfriado de la muestra.

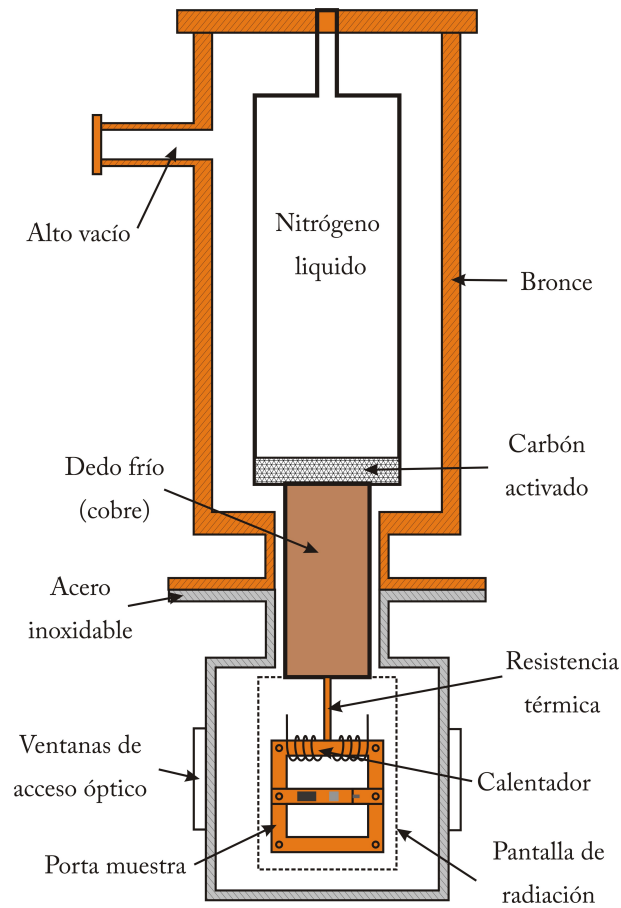


Figura 1: Esquema general del crióstato de vacío.

En el esquema de la Figura 1 se representa lo anteriormente mencionado, además se muestra que el único contacto del líquido criogénico con el ambiente es una tapa con un orificio en la parte superior por donde se introduce el líquido. El espacio entre la doble pared está conectado a la cámara donde se instala la muestra. Una malla con carbón activado atrapa las moléculas circundantes de polvo e impurezas en frío, ayudando a mantener el vacío. El equipo tiene 4 ventanas de vidrio a 90° a la altura del portamuestras, esto puede ser útil en experimentos que requieran interacción óptica.

Los criógenos mayormente utilizados en la actualidad son Helio ($T_{ebullición} = 4,2K$ a presión atmosférica) y Nitrógeno ($T_{ebullición} = 77,36K$ a presión atmosférica), este último será el utilizado en la presente práctica, y para el cual esta preparado el crióstato.

Regulación de temperatura: en este crióstato el sistema utilizado para regular la temperatura es del siguiente tipo:

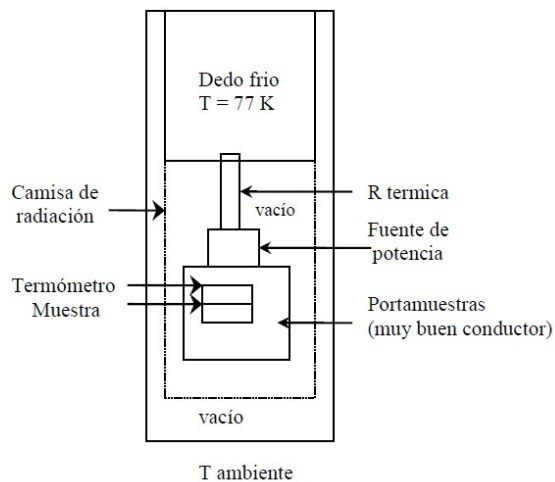


Figura 2: Esquema del sistema de aislación, control y regulación térmica de la muestra.

El dedo frío está hecho con un buen conductor, por ello lo consideraremos como un baño térmico a la temperatura del líquido criogénico. La resistencia térmica, consiste en una pieza de un material que no debe ser ni buen conductor térmico, ni aislante térmico. Esto permite llevar el portamuestras a la temperatura del dedo frío en un tiempo razonable y levantar su temperatura respecto del baño con la potencia entregada por un calefactor. Todo el sistema está en vacío para evitar el contacto térmico directo del portamuestras con el baño y con el exterior. Para trabajar con temperaturas cercanas al baño, debe incluirse una pantalla de radiación, que consiste en un capuchón conductor anclado a la temperatura del baño, que evita la entrada de potencia por radiación desde la camisa exterior (a temperatura ambiente) hacia la muestra. El calefactor debe estar en buen contacto térmico con el portamuestras a través de un material de baja resistividad y baja capacidad térmica, para tener una respuesta rápida del sistema a las variaciones de potencia. El termómetro debe sensar la temperatura de la muestra. Por lo tanto:

- Tienen que estar en estrecho contacto térmico; se debe minimizar la resistencia térmica entre ambos para que la diferencia de temperatura entre ambos sea la menor posible.
- Deben minimizarse las entradas adicionales de potencia (por radiación, a través del contacto térmico con los cables).
- Los cables que lo conectan deben ser lo más delgados posible para aumentar su resistencia térmica y evitar cortocircuitos térmicos (esto también los vuelve más resistivos, lo que genera disipación de potencia por efecto joule).

Si todas las condiciones anteriores se cumplen, puede estimarse la temperatura aproximada que alcanzará el portamuestras, en estado estacionario, con el siguiente modelo simple:

$$\Delta T = T_{muestra} - T_{baño} = R \cdot P, \quad (1)$$

donde R es la resistencia térmica y P la potencia entregada por el calefactor. La resistividad de los materiales depende de la temperatura. Se debe tener en cuenta que la resistencia tiene un extremo a la temperatura del baño y el otro a la del portamuestras para una estimación de $R(\Delta T)$. Si bien esta estimación es muy aproximada, es útil para dimensionar el calefactor y la resistencia térmica al diseñar el equipo. En condiciones ideales, a potencia nula la muestra tendrá la misma temperatura que el baño. El tiempo en el cual el sistema se enfriará desde $T_{ambiente}$ (condición inicial al comenzar a trabajar con el equipo sin Nitrogeno) hasta $T_{baño}$ dependerá de las capacidades caloríficas involucradas.

En todos los experimentos las señales provenientes de los elementos del portamuestras (termómetro, muestras, sensores, etc) deben adquirirse con electrónica exterior. También deben introducirse estímulos externos de interés (corrientes de transporte, luz, campos magnéticos, etc). Para ello, en el interior del equipo se conectan cables adecuadamente dimensionados, mientras que en el exterior se colocan cables mecánicamente robustos y con conectores adecuados para la electrónica a utilizar. A su vez, se debe optar por el método de medición que introduzca la menor cantidad de ruido como sea posible.

Cuando el equipo esté operativo se deben probar las características principales del instrumental. Verificar los tiempos de respuesta del sistema en relación a las señales soportadas, y adecuar la electrónica exterior a estos tiempos característicos.

2. Desarrollo experimental

Dado que el objetivo de esta practica fue reacondicionar un crióstato, primero se procedió a pulir la parte interna con tela esmeril para eliminar impurezas que afecten la calidad del vacío. Para completar la limpieza general se utilizó alcohol isopropílico y se sellaron todas las juntas utilizando grasa de alto vacío comercial. Se procedió a la caracterización del vacío del equipo, verificando que se llegue a la presión de difusora. Este es un requisito para poder introducir el criógeno en el equipo y lograr que el sistema quede aislado térmicamente. Se logro un régimen de funcionamiento en una presión de $8,60 \cdot 10^{-5} \text{ torr}$. Seguidamente se colocaron cables de cobre para conectar el termómetro, el portamuestras y el calefactor. Se los dimensiono de manera de soportar la corriente necesaria en cada parte e introducir el menor calor posible del exterior. Estos cables son 6 pares de $120\mu m$ para los instrumentos y 2 pares de $250\mu m$ para el calefactor limitando la corriente máxima en $300mA$. Los cables fueron anclados termicamente al dedo frío dándole una vuelta sobre él, y fijándolos con cinta de teflon, como puede observarse en la Figura 3.

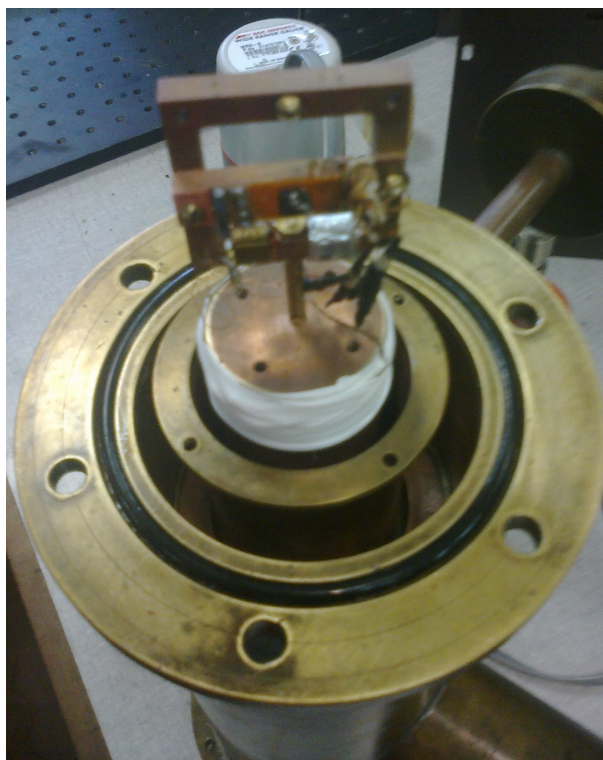


Figura 3: Parte superior del crióstato abierto, en la cual se puede observar el anclaje térmico

El equipo posee un calentador, el cual consiste en un solenoide de manganina de 40Ω enroscado en el portamuestras. La manganina es un material que posee una gran resistividad por unidad de longitud, respecto a un alambre de cobre. La potencia del calefactor esta limitada a $3,6W$ por la corriente máxima de los cables de cobre, ya que la manganina soporta mas corriente.

Se eligió usar una resistencia térmica de bronce (ya que es un conductor térmico intermedio ente el cobre y el acero) para colocar entre el dedo frío y el portamuestras, se estableció el tamaño teniendo el cuenta la potencia del calefactor, como se observa en la Tabla 1.

	Corriente A	0,05	0,1	0,2	0,3
Díámetro Cm	Área Cm ²	Temperatura K			
0,33	0,0854	94,99	148,98	364,94	724,87
0,30	0,0706	98,77	164,10	425,41	860,92
0,27	0,0572	103,88	184,53	507,13	1044,81

Tabla 1: Tabla de diseño de resistencia térmica.

De acuerdo a esta tabla elegimos usar una pieza de $0,33Cm$, ya que se logra llegar según esta estimación a temperaturas de ambiente, y escogiendo un diámetro menor, los tiempos de estabilización serian mayores.

Se armo un portamuestras de bronce, el cual contiene la muestra de *YBCO*, el termómetro y una pista de contactos para conectar los cables con la muestra, como se observa en la Figura 4.

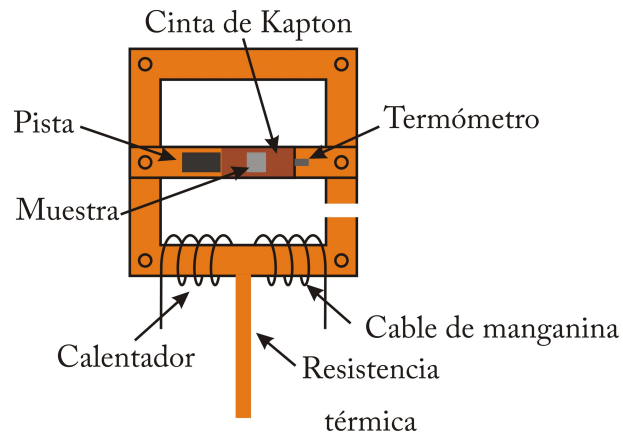
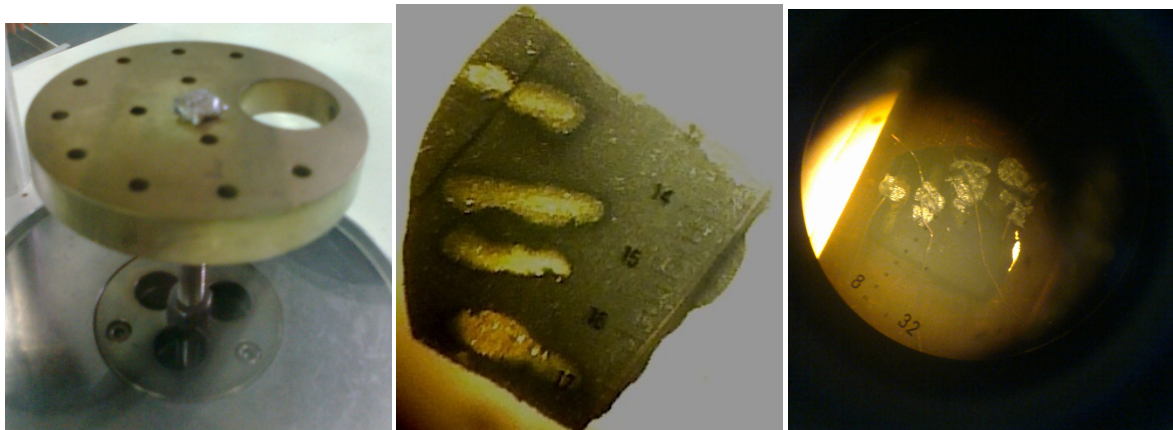


Figura 4: Distribución de los elementos de control y muestra sobre el portamuestras

La muestra es un corte de *YBCO* de forma irregular y aproximadamente de $4,5\text{mm}$ por 2mm . La muestra fue envuelta en una mascara de papel de aluminio con 4 ranuras, realizadas bajo un microscopio, estas ranuras sirven para marcar las pistas. Mediante una técnica llamada sputtering se bombardeo la muestra con oro grabando las pistas. Luego se soldaron a las pistas unos cables de $60\mu\text{m}$ de cobre sobre las pistas con pintura de plata, como puede observarse en la Figura 5.



(a) Mascara de aluminio sobre la muestra, (b) Pistas de oro grabadas sobre la muestra (c) Muestra soldada a los hilos de cobre con pintura de plata

Figura 5: Preparación de una muestra de *YBCO*

La muestra se coloca sobre el portamuestras, pegándola con un barniz, sobre una cinta de Kapton como puede observarse en la Figura 6. El Kapton es un material que a bajas temperaturas posee una buena conductividad térmica lo cual permite tener la muestra a la temperatura del portamuestras y proporciona el aislamiento eléctrico necesario para la medición de resistencia.

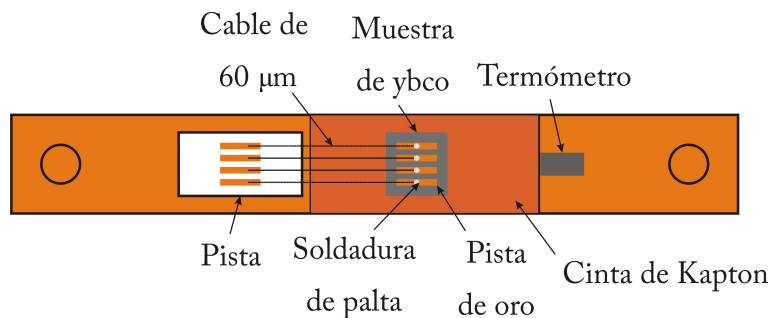


Figura 6: Muestra de *YBCO* sobre el portamuestras con sus contactos eléctricos y térmicos

Finalizado el reacondicionado del crióstato, se procedió a estudiar su comportamiento térmico, colocando nitrógeno en su interior y variando la corriente del calentador. Para medir la variación de temperatura se utilizó un

multímetro HP 34401-A. Se seteó el multímetro para medir resistencia a 4 puntas, para discriminar la resistencia del termómetro de la del resto de los cables. Para variar la temperatura se utilizó una fuente de corriente programable, que nos permite enviar corrientes fijas y rampas reguladas. La configuración de las conexiones se en la siguiente figura.

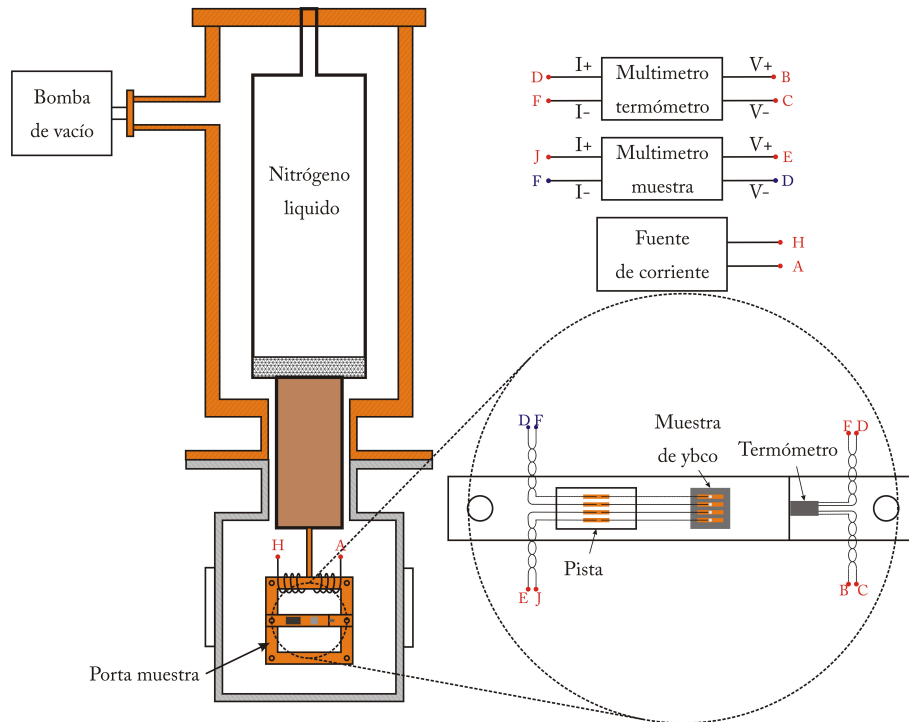
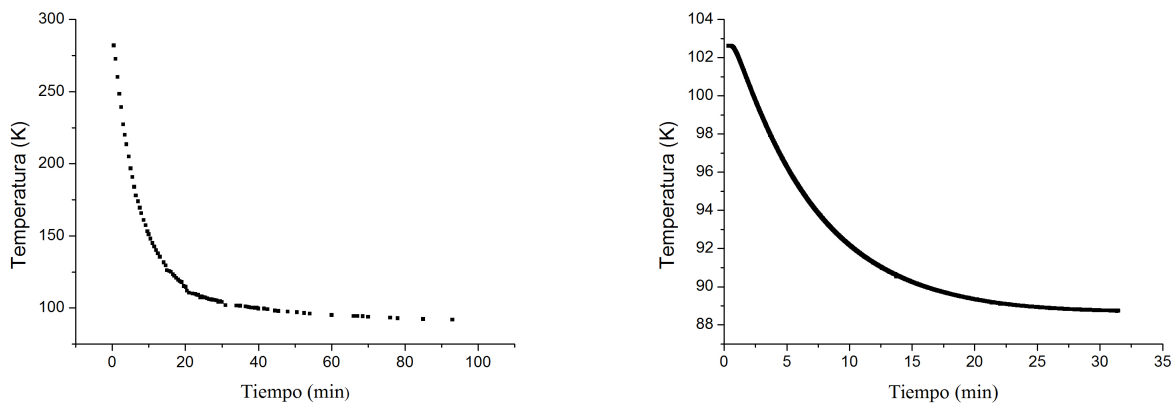


Figura 7: Criostato con sus conexiones a los instrumentos de regulación y control.

Realizando el armado experimental de la Figura 7, se procede a hacer vacío con una bomba difusora en el equipo, esperando que se alcance una presión del orden de 10^{-4} torr y poder enfriar el criostato. Para mejorar el vacío también se procedió agregando nitrógeno en la bomba difusora.

3. Resultados y Discusiones

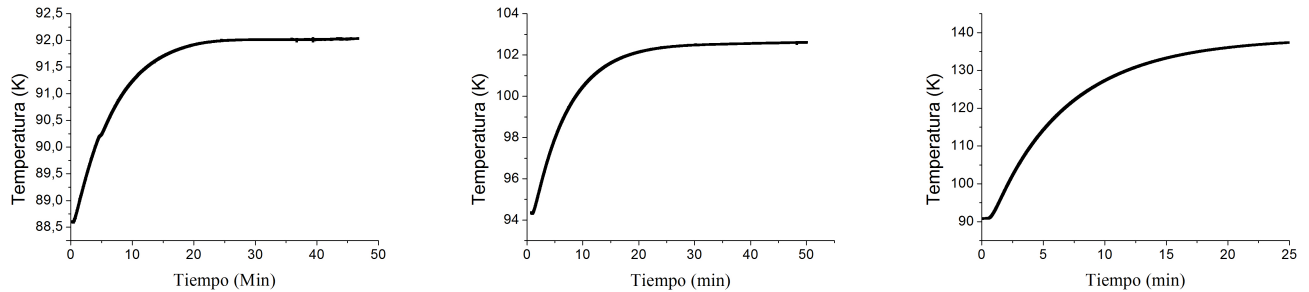
Para caracterizar la respuesta del equipo, al llegar a presión de difusora, se coloca nitrógeno en el termo, y se estudia su evolución térmica. Primeramente registramos la evolución desde temperatura ambiente (Figura 8a). Luego enviamos una corriente fija de 100mA y desde el punto de estabilización la redujimos súbitamente a la mitad, 50mA (Figura 8b).



(a) Evolución del criostato desde temperatura ambiente, al colocar nitrógeno en el termo. (b) Evolución del criostato disminuyendo subitamente la corriente de calentador de 100mA a 50mA.

Figura 8: Bajadas de temperatura desde ambiente y desde 102.3K

Estableciendo un criterio de estabilización cuando la variación de temperatura no supera el 5%, vemos que desde $(294,41 \pm 0,15)K$, temperatura ambiente, se llega a $(101,31 \pm 0,15)K$ en $(35 \pm 1) minutos$, esta medición fue realizada con un cronómetro analógico. Con el mismo criterio en una bajada de corriente 100mA a 50mA a se llega a $(89,42 \pm 0,15)K$ en $(19,39 \pm 0,01) minutos$. Luego se busco caracterizar la estabilización aumentando la corriente súbitamente de 0mA a 50mA. (Figura 9a), de 50mA a 100mA (Figura 9b) y luego 50 a 200A (Figura 9c).

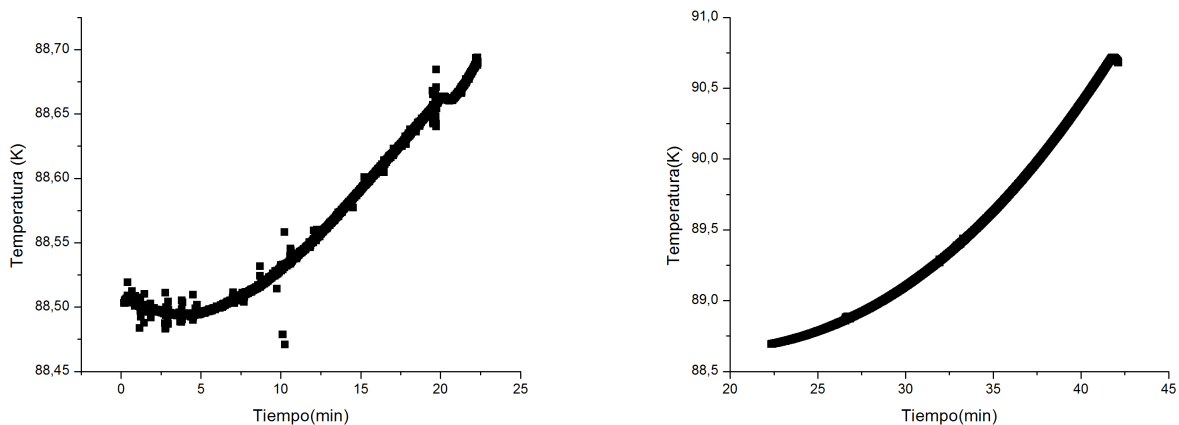


(a) Evolución del crióstato aumentando súbitamente la corriente de calentador de 0mA a 50mA. (b) Evolución del crióstato aumentando súbitamente la corriente de calentador de 50mA a 100mA. (c) Evolución del crióstato aumentando súbitamente la corriente de calentador de 50mA a 200mA.

Figura 9: Evolución de un crióstato al aumentar la corriente del calentador.

Con el mismo criterio del 5% Se observa de la Figura 9c que en la subida a 200mA a se llega a una temperatura de estabilización de $(135,04 \pm 0,15)K$ en $17,78 \pm 0,01 minutos$. Subiendo la corriente desde 50mA a 100mA se llega a $(102,19 \pm 0,15)K$ en $(18,41 \pm 0,01) minutos$ y subiendo la corriente desde 0mA a 50mA se llega a $(91,86 \pm 0,15)K$ en $(18,40 \pm 0,01) minutos$.

Teniendo en cuenta los tiempos de estabilización se probó enviar una rampa de corriente controlada, de 0mA hasta 12mA con un paso de $20,5 \mu A$ cada 2segundos. Luego al ver que el sistema se adaptaba a los cambios de corriente, se probó otra rampa desde 12mA hasta 50mA con un paso de $15,57 \mu A$ cada 5mseg. Estas rampas de control pueden ser observadas en la Figura 10.



(a) Rampa de 0mA a 12mA.

(b) Rampa de 12mA a 50mA.

Figura 10: Evolución de un crióstato al realizar una rampa de corriente en calentador.

Puede verse la evolución del sistema ante un cambio controlado en la temperatura. En la segunda rampa de corriente (Figura 10b) se utilizó un paso mas rápido que en la primera (10a) sin perder control en la respuesta del equipo. La utilización de una rampa de corriente en el calentador es útil para poder hacer un barrido de temperatura del sistema de manera controlada.

4. Conclusiones

La caracterización realizada, muestra que usar la resistencia térmica de bronce implica tener tiempos de estabilización prolongados, siendo estos de entre 17 y 35 minutos con cambios súbitos de corriente. Y tiempos de aproximadamente 35 minutos en la estabilización desde temperatura ambiente hasta los 101,31K. Si bien estos tiempos son prolongados, dan lugar a que el control del calefactor sea viable con una fuente de corriente, en efecto se logró adecuar una rampa de corriente a los tiempos de respuesta en el sistema. Dejando al sistema estabilizarse, se logró llegar a una temperatura mínima de 88,53K. Esta temperatura abarca el rango de transición superconductor del *YBCO* (Yttrium Barium Copper Oxide), con lo cual el equipo es capaz de medir este fenómeno. La geometría de la muestra y el orden del cableado no permitió que se pueda medir la resistencia de la muestra, por ser esta muy chica, aproximadamente 50-500 $\mu\Omega$. Para futuras experiencias se propone buscar la configuración adecuada para las conexiones de la muestra, y programar una función de corriente para realizar la medición de resistencia en función de la temperatura.

Referencias

- [1] Apunte de laboratorio 5. Crióstato. Dra:Gabriela Pasquini. Departamento de Física-UBA.
- [2] Victor J. Johnson, A compendium of the properties of materials at low temperatures. October 1960.