01.76.08

SISTEMAS QUE PERMITEN VARIAR LA TEMPERATURA DE LA MUESTRA EN EXPERIMENTOS DE RESONANCIA ELECTRONICA PARAMAGNETICA

María Teresa Causa, Horacio Salva, Manuel Tovar

Centro Atómico Bariloche (CAB)
Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA)

C.N.E.A. Biblioteca
ARCHIVO PUBLICACIONES
Nº 1 AÑO 1976

RESUMEN

Hemos desarrollado dos sistemas que permiten realizar experimentos de Resonancia Electrónica Paramagnética (REP) en los rangos: i) 4,2 K - 39 K; ii) 100 K - 300 K. El primero de ellos es adecuado para el trabajo con espectrómetros convencionales de REP, mientras el segundo fue diseñado específicamente para operar con una Cavidad Varian V-4531 ("Multipurpose"). Hemos conseguido estabilizar la temperatura en la muestra mejor que 1 K en tiempos del orden de los 10 minutos.

Presentamos dos sistemas que permiten variar la temperatura de la muestra en experimentos de Resonancia Electrónica Paramagnética (REP) a 9.5GHz operando en dos rangos distintos.

1. *Operación en el rango 4.2 K - 30 K*

El sistema puede ser esquematizado por un circuito térmico como el de la Figura 1A: la masa M (a temperatura T) se conecta a un baño (a temperatura T_1) a través de una "resistencia térmica" R_t. En estas condiciones, al cabo de un cierto tiempo dado por R_t y la capacidad calorífica C_c de M, T será igual a T_1.

Si se establece un flujo de calor Q a través de R_t y si T_1 es la temperatura del baño, la muestra alcanzará una temperatura asintótica T_2, definida por:

$$Q = \int_{T_1}^{T_2} \frac{1}{R_t}\, dT \qquad (1)$$

Haciendo una equivalencia con circuitos RC eléctricos, se puede calcular la constante de tiempo del sistema resultando:

$$\tau = R_t\, C_c \qquad (2)$$

con

$$R_t = \frac{\ell}{A\, C_T} \qquad C_c = M\, C_v \qquad (3)$$

donde: ℓ, A, C_T son la longitud, sección y conductividad térmica de R_t; C_v es el calor específico de M.

Toda esta discusión es válida si la capacidad calorífica de R_t es mucho menor que C_c. Estas condiciones se cumplen para el equipo que se muestra en la Figura 2, el que se sumerge en un baño de Helio líquido. La resistencia térmica es un alambre de Cobre de 0,5 mm de diámetro y 2 cm de longitud. La capacidad calorífica a considerar en la ecuación (2) es la de la Cavidad Resonante y la del trozo de Guía de onda mostrado. Ambas piezas han sido realizadas en Cobre. En estas condiciones, operando el sistema bajo vacío, medimos τ = 3 minutos.

Entregando al calefactor potencias del orden de 0,8 Watts se obtiene una temperatura de 30 K. Disminuyendo la potencia entregada disminuye la temperatura de equilibrio. Con potencia cero, dado que existe un flujo de calor a través de la guía de onda desde el exterior, es difícil alcanzar en la cavidad temperaturas inferiores a 10 K. Para mediciones a temperaturas menores a 10 K, se coloca gas de intercambio (Helio) de manera de disminuir la resistencia térmica. Entregando potencia al calefactor se consigue barrer el rango 4,2 K - 10 K. La medición de temperaturas en todo el rango fué realizada con una Resistencia de Carbón previamente calibrada.

2. *Operación en el rango 100 K - 300 K*

Para este rango hemos desarrollado el sistema que muestra la Figura 3, diseñado para trabajar con una Cavidad Varian V-4531 ("Multipurpose"). Este equipo permite la utilización de la modulación de 100 KHz provista por las bobinas instaladas en el cuerpo de la Cavidad y variar la orientación relativa entre los ejes cristalográficos de la muestra y el Campo Magnético. Por otro lado, el Q de la Cavidad no se ve afectado, mientras la pieza metálica que se introduzca dentro de ella no tenga un diámetro mayor de 0,3 cm.

El sistema está representado esquemáticamente en la Figura 1B: una barra de Cobre conecta la muestra con el baño a temperatura constante. Resolviendo el problema de conducción de calor a través de una barra aislada, se obtiene un acercamiento exponencial a la Temperatura del baño con un tiempo característico dado por:

$$\tau = \frac{4\rho C_v}{(\pi)^2 C_T} (\ell)^2 \qquad (5)$$

donde ρ es la densidad de la barra, C_v su calor específico, C_T la conductividad térmica y ℓ la longitud.

Un calefactor -(6) de la Figura 3- permite obtener temperaturas intermedias entre la del baño y la temperatura ambiente.

Dadas las condiciones especiales de nuestro experimento, no nos es posible bombear continuamente el sistema manteniéndolo en muy alto vacío.

Por esto, la aislación térmica no es perfecta y aparecen otras fuentes de pérdidas de calor que no fueron consideradas al obtener la ecuación (5). La más importante es la pérdida convectiva que puede ser disminuida colocando una pantalla fría -(2) de la Figura 3-. Para poder alcanzar las temperaturas más bajas del rango, es necesario mantener el sistema bajo vacío de difusora (10^{-4} mm Hg). La válvula (4) de Figura 3 cuyo detalle mostramos en Figura 4 provee un excelente método para sellar el sistema una vez evacuado.

En general, hemos tratado de obtener un equipo lo más liviano posible para que pueda girar guiado por el goniómetro (3) de Figura 3, manteniendo el buen contacto térmico entre la muestra y la barra de Cobre. El contacto con el baño se hace a través de la pieza (5) de Figura 3 que permite una gran superficie con relativamente poco volumen.

La temperatura se mide con una termocupla -(7) de Figura 3_ y la salida de sus terminales y los del calefactor se hace a través de un sello de resina Epoxy -(8) de Figura 3-.

Entregando al calefactor potencias de hasta 4,5 Watts hemos conseguido barrer todo el rango de interés, midiéndose tiempos de respuesta del orden de los 3 minutos.

Agradecimiento

Agradecemos al Dr. Francisco de la Cruz sus sugerencias relacionadas con este trabajo.

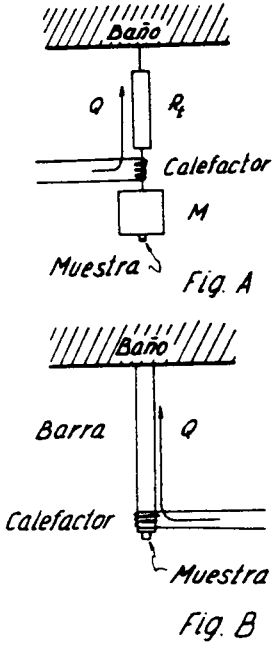

Figura 1

Representación esquemática de los sistemas:
A) Rango 4.2 K - 30 K
B) Rango 100 K - 300 K

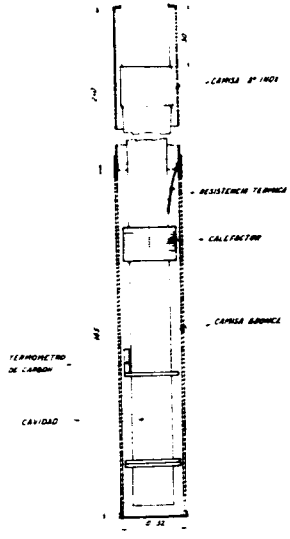

Figura 2

Sistema que opera en 4.2 K - 30 K

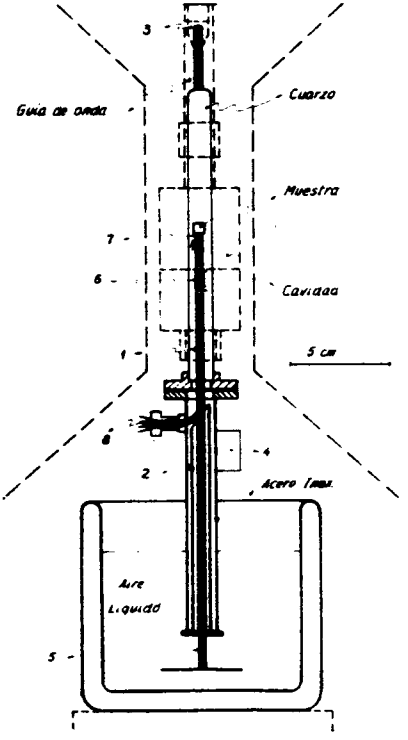

Figura 3

Sistema que opera en el rango 100K-300 K. Con línea de puntos: piezas polares, Cavidad, Guía de Onda.

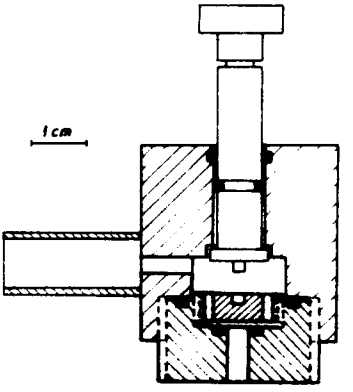

Figura 4

Válvula de vacío. La pieza inferior va soldada en (4) de Figura 3.