

IFUSP/P-09

CRIOSTATO PARA MEDIDAS DE CALOR ESPECÍFICO
ENTRE .3 E 4.2 K .

C. Castilla Becerra, W. Sano, G. Frossatti* e
C.J.A. Quadros
Instituto de Física
Universidade de São Paulo

* Atualmente no Instituto de Física Gleb. Wataghin da
Universidade Estadual de Campinas.

Este trabalho teve apôio do CNPq, FAPESP e BNDE .

A ser submetido à Revista Brasileira de Tecnologia

RESUMO

É descrito a construção e operação de um criostatato para medidas de calor específico entre 0.3 e 4 K.

ABSTRACT

The construction and operation of a Specific Heat Criostat working in the range from 0.3 K to 4 K is described.

CRIOSTATO PARA MEDIDAS DE CALOR ESPECÍFICO
ENTRE .3 E 4.2 K .

I - INTRODUÇÃO

A medida do calor específico é um dado importante em muitos campos da física do estado sólido, em particular nas transformações de fase.

Em nosso laboratório estamos estudando transições de fase magnéticas que se dão à temperatura abaixo de 20 K e para isso estabelecemos técnicas de medida de calor específico abaixo dessa temperatura. Neste trabalho descrevemos um calorímetro que trabalha na faixa de 4.2 a 0.3 K .

Os principais problemas são: o isolamento térmico e a medida da temperatura. Uma vez que o calor específico tende para zero ao nos aproximarmos do zero absoluto, as quantidades de calor usadas na medida serão da ordem de 10^{-3} Joule. É portanto necessário que as entradas de calor sejam 2 a 3 ordem de grandeza inferiores a esse valor.

Para termos uma visão detalhada do comportamento do calor específico é necessário que o salto da temperatura em cada medida seja pequeno, da ordem de 10^{-3} K . A temperatura tem que ser medida com essa precisão e além disso, variações de temperatura dessa ordem devem ser avaliadas com erro da ordem de 1 % .

Neste trabalho descrevemos as soluções encontradas em nosso laboratório para esses problemas.

II - DESCRIÇÃO GERAL

A figura 1 mostra um diagrama esquemático da instalação completa do sistema para medidas de calor específico. Os dewars para Hélio e Nitrogênio líquidos estão rigidamente montados à parede do laboratório. As bombas de difusão, necessárias a obtenção de vácuos inferiores a 10^{-6} mm Hg, bombas mecânicas e o sistema de detecção de Hélio estão isolados do conjunto de "dewars" por juntas de borracha a fim de evitar oscilações do sistema.

O Criostato, colocado no interior do dewar de Hélio, consta de uma câmara de vácuo suspensa por dois tubos de aço inoxidável de 0.1 mm de parede, um de 15 mm de diâmetro externo e outro de 10 mm. O primeiro da passagem aos fios de medida para o interior da câmara efetuando também a conexão desta ao sistema de vácuo. O segundo da acesso ao bulbo do refrigerador de He^3 . O interior da câmara é mostrado na figura 2. Essencialmente, temos em seu interior um bulbo que faz parte do sistema de refrigeração a He^3 , uma caixa para amostra, aquecedores e sensores (termômetros). A entrada dos tubos de aço inoxidável na câmara é feita em zigue-zague de modo a absorver a radiação vinda da região de alta temperatura..

Os fios de medida estão ancorados termicamente ao banho de He^4 , a passagem dos fios para o exterior é feita através de uma junta de metal-vidro.

A câmara de vácuo é vedada com uma junta toroidal de metal Índio que devido a sua grande ductilidade amassa facilmente, proporcionando uma vedação perfeita.

Pode-se admitir He^4 gasoso no interior da câmara de vácuo afim de facilitar o esfriamento do calorímetro. O He^4 é removido, com auxílio do sistema de vácuo, antes do início das medidas de calor específico afim de isolar o calorímetro.

O único gás existente na câmara de isolamento a 4 K é o Hélio, pois todos os outros gases estão condensados e têm pressão de vapor desprezível. É impossível medir exatamente essa pressão por um medidor colocado fora do dewar. Por isso a eliminação do Hélio da câmara é controlada por um sistema da Veeco cujo elemento de detecção é um espectrômetro de massa. Este sistema é sensível a vazões inferiores a $10^{-9} \text{ cm}^3/\text{seg}$.

O banho de He^4 contido no dewar interno se comunica com um manômetro combinado de óleo-mercúrio para a determinação de sua pressão de vapor. Bombeando-se sobre a superfície do banho a sua temperatura pode ser reduzida pois as moléculas de maior energia cinética, que são as que passam para a fase gasosa, são removidas. A regulação da velocidade de bombeamento através de um sistema de válvulas de agulha permite a estabilização da temperatura do banho. A temperatura mínima atingida é de 1.14 K quando a velocidade de evacuação é máxima, a isto corresponde uma pressão de vapor de 0.4 mm de Hg. A temperatura máxima é obtida com todas as válvulas fechadas é de 4.14°K o que corresponde a uma pressão de vapor igual à pressão atmosférica local.

III - SISTEMA DE REFRIGERAÇÃO A He^3

O isotopo de Hélio He^3 possui uma pressão crítica de 873 mm de Hg e uma temperatura crítica de 3.32 K . Bombeando-se sobre a superfície do líquido a pressão de vapor pode ser reduzida a 2×10^{-3} mm de Hg o que corresponde a uma temperatura de 0.3 K . O esquema do circuito de He^3 é mostrado na figura 1 .

Este refrigerador funciona em circuito fechado. O Hélio 3 é armazenado num cilindro e quando em contato com o banho de Hélio 4 através da parede do tubo de aço inoxidável (figura 2) se liquefaz depositando no bulbo. A temperatura do banho de He^4 deve ser inferior a 2°K durante esse processo. O volume de He^3 líquido que se deposita no bulbo é da ordem de 5 cm^3 . Mediante manipulação das válvulas as bombas mecânica e de difusão são colocadas no circuito. A temperatura do bulbo pode ser reduzida até 0.3 K . O bulbo esta isolado do banho de Hélio pela câmara de vácuo e por um tubo de aço inoxidável, de 5 mm de diâmetro, 0,1 mm de parede e 150 mm de comprimento. Este tubo tem baixa condutância térmica (fig. 2). As temperaturas abaixo de 0.6 K são obtidas com o auxílio da bomba de difusão.

A leitura de pressão de vapor do He^3 é feita através de um manômetro eletrônico (Baratron mod. 77) da MKS Instruments. Leituras de pressões de 10^{-4} a 30 mm de Hg podem ser feitas.

A velocidade de bombeamento é controlada por uma válvula de agulha, isto permite a estabilização da temperatura acima de 0.3 K .

A capacidade de refrigeração é estimada em 30 erg/seg .

IV - CALORIMETRO

O calorímetro, que é mostrado na fig. 2, é constituído por um recipiente para amostra, um aquecedor e um termómetro. Ele está rosqueado à extremidade inferior de um suporte que está em contacto com o bulbo de He³ .

O recipiente é feito inteiramente em cobre, sendo próprio para amostras pulverizadas, tem forma cilíndrica com um volume útil de cerca de 16 cm³ , no seu interior, soldadas à prata, à sua base e parede há aletas de folha de cobre de 0,2 mm de espessura. A sua tampa é rosqueada e a vedação é feita com uma junta toroidal de Índio de 0.4 mm de diâmetro. O recipiente é banhado a ouro interna e externamente.

No centro do recipiente temos instalado o termómetro, uma resistência de carvão cujo valor depende da temperatura (vide parte relativa a termometria). Ela está isolada das aletas e, quando a amostra pulverizada é colocada, esta deve envolvê-la totalmente. Os fios do termómetro passam para o exterior do recipiente através de uma junta de resina epoxi. Os fios são de manganina nº 40 .

Na base exterior da caixa colocamos o aquecedor, um "strain-gage" (PRS 812 , 600 Ω) da Philips. Os fios de entrada de corrente do aquecedor são de Nióbio material supercondutor abaixo de 9 K . Os fios para medida de ten

são são de manganina nº 40 .

Externamente ao calorímetro e isolado deste, e em contato com o bulbo de He^3 , colocamos um envólucro adiabático de forma cilíndrica feito em fôlha de cobre de 0.2 mm de parede, isto permite uma redução do gradiente de temperatura entre o calorímetro e as paredes da câmara de vácuo.

O nosso calorímetro difere da maioria dos calorímetros descritos na literatura (1) pelo fato da amostra ser esfriada através do suporte em contato direto com o refrigerador de He^3 . Devemos ter conseqüentemente, um compromisso entre o tempo no qual o calor cedido na medida se distribui pela amostra e aquele com que este passa para o refrigerador. O dimensionamento do suporte deve portanto ser feito de modo a que a sua constante de tempo não seja demasiado grande, pois o tempo de esfriamento do calorímetro (vide procedimento), não deve ser muito longo e, por outro lado, esta mesma constante de tempo, deve ser grande comparada ao tempo de difusão do calor, fornecido pelo aquecedor, pela amostra. Esta última condição impede que as fugas pelo suporte introduzam incertezas consideráveis na medida. Dados de condutividade térmica a baixas temperaturas dos materiais usados em criogenia são importantes na escolha do tipo de suporte, esses dados podem ser encontrados em "Properties of Materias at Low Temperatures - A compendium" (2). Dados para o nylon até .3 K foram determinados por Anderson, Reese & Wheathey (3).

V - CIRCUITOS DE AQUECIMENTO

O circuito é mostrado na fig.3 . Pelo acionamento da chave, potência passa a ser dissipada no aquecedor e um cronômetro digital é acionado simultaneamente.

A corrente do circuito é determinada através da queda de tensão numa resistência padrão. A queda de tensão no aquecedor e na resistência padrão é medida com um voltímetro digital e impresso em fita (vide fig. 5).

A resposta do termômetro ao aquecimento é registrada num registrador potenciométrico Mecí.

VI - TERMOMETRIA

A temperatura é medida pela variação do valor de uma resistência de carvão. Utilizamos um resistor Allen Bradley, de 10 ohms à temperatura ambiente, 1/8 W . Seu valor é da ordem de 50Ω à $4 K$ e de $250 K\Omega$ a $.3 K$.

A ponte de medida, figura 3, é formada por 2 resistências fixas de 10 K ohms e uma resistência variável de 1 M ohm com subdivisão até 0,1 ohm. A ponte inclui um condensador variável para equilibrar a capacitância dos fios de ligação.

A ponte é alimentada em 155 Hz por um amplificador "Lock-in" HR 8 da Princeton Applied Research , que também é utilizado para medir o desequilíbrio da ponte. Esse sistema permite medidas com precisão de 0,1% dissipando na resistência uma potência de 10^{-13} W .

O amplificador Lock-in contém um oscilador seno

idal, amplificador seletivo, um detetor sensível à fase e um circuito de filtro. O oscilador é utilizado para alimentar a ponte de medida por meio de um atenuador calibrado e também para controlar o detetor sensível à fase. O sinal de saída é contínuo e representa apenas a parte do sinal de entrada que tem fase e frequência correta. Isto permite uma grande redução do ruído e, por meio de ajuste de fase, elimina a influência de pequenas variações na capacitância dos fios no resultado final.

A cada terminal da resistência ligamos um fio de manganina de mesmo comprimento para que estes fios não influam na medida da resistência. Além disso um terceiro fio, também de mesmo comprimento, é ligado a um dos terminais para a alimentação da ponte.

A tensão de saída do "Lock-in" é aplicada a um registrador potenciométrico Mecí (fig. 5) .

O termômetro de carvão é calibrado na faixa de 4 a 1,2 K pela escala de temperatura de 1958 ⁽⁴⁾ baseada na pressão de vapor de He⁴ e na faixa de .3 a 1.3 K pela escala de 1962 da tensão de vapor do He³ ⁽⁵⁾ . A resistência é calibrada contra a tensão de vapor do He⁴ e He³ e convertida em temperatura pelas respectivas escalas.

A interpolação dos valores intermediários entre os pontos de calibração pode ser feita usando-se a fórmula proposta por Clement e Quinnell ⁽⁶⁾ para esse tipo de resistor.

$$\text{Log } R + \frac{k}{\text{log } R} = A + \frac{B}{T}$$

onde R e T são resistência e temperatura respectivamente e A , B e K constantes arbitrárias a serem determinadas experimentalmente. Essa fórmula de interpolação se aplica bem apenas na faixa de 1 a 4°K sendo impraticável na faixa de 0.3 K a 4 K. Sano e Isotani (7) desenvolveram uma fórmula semi-empírica que se ajusta perfeitamente desde 0.3 K a 4.2 K com erro inferior a 1% em toda a faixa.

$$R = a_1 + (a_2 + a_3 T) \cdot T^{-a_5} \exp(a_4/T)$$

onde a_i $i=1,5$ são constantes determinadas experimentalmente por um programa de mínimos quadrados. A determinação de T dado R no cálculo do calor específico é feito por um método numérico num computador. A figura 4 mostra a curva obtida para um ajuste.

Correções importantes na pressão de vapor

Na faixa de temperatura correspondente a pressão de vapor do He^4 (1.1 a 4K) as diversas correções que podem ser introduzidas à pressão de vapor não ultrapassam globalmente uma parte em cem (8). Na região do He^3 , abaixo de 1 K no entanto, a correção devida a diferença de pressão termomolecular é importante. Esta diferença de pressão se dá entre duas extremidades de um tubo mantidas a temperaturas diferentes quando a pressão do gás no tubo é muito baixa. Ocorre assim uma diferença considerável em

tre os caminhos livres médio do gás nas duas extremidades, por exemplo para o He^4 a 0.1 mm de Hg de pressão o caminho livre médio é da ordem de 0.01 mm a 4 K e de 1 mm a temperatura ambiente. No nosso caso o bulbo que contem o He^3 é a região fria e o manômetro a extremidade quente, temos então entre as extremidades do tubo que vai do bulbo ao manômetro uma diferença de pressão termomolecular Δp .

$$\Delta p = p_w - p_c$$

onde p_w é a pressão na extremidade quente e p_c na extremidade fria.

Verifica-se que na faixa de tensões de vapor em que a correção é importante o caminho livre médio do gás, na região quente, é muito grande comparado ao diâmetro do tubo ocorrendo o contrário na região fria, fora portanto da região hidrodinâmica. Para a região em que estamos interessados se aplica a teoria devida a Weber e Schmidt (9) que esses autores aplicaram ao gás He^4 e que pode ser aplicada ao caso do He^3 (10) esta teoria relaciona p_c e p_w através de

$$\begin{aligned} \log (p_c/p_w) = & (1/2) \log (T_c/T_w) + 0,18131 \log \{ (Y_c + \\ & + 0,1878) / (Y_w + 0,1878) \} + 0,41284 \log \{ (Y_c + 1,8311) / \\ & (Y_w + 1,8311) \} - 0,15823 \log \{ (Y_c + 4,9930) / (Y_w + 4,9930) \} \end{aligned}$$

onde $\gamma = R/\lambda = (273.15/T)^{1,147}$ (R.p/13,42)

T_C é a temperatura na extremidade fria.

T_W é a temperatura na extremidade quente.

λ é o caminho livre médio.

R é o Raio do tubo.

Verificamos que apenas o tubo de He^3 externo à câmara de vácuo contribui de modo importante para esta correção. No tubo interior à câmara, cuja extremidade mais quente esta a 1.2 K, a diferença de temperatura entre seus extremos é pequena.

A tabela I mostra o resultado desse cálculo expresso através da correção ΔT a ser subtraída da temperatura convertida da medida direta da tensão de vapor. Veremos que a correção é da ordem de 10% a 0.3 K e inferior a 1% acima de 0.6 K.

VII - PROCEDIMENTO

a) *Resfriamento do calorímetro até 0.3 K*

O criostato é inicialmente levado até uma temperatura de 77 K enchendo-se o dewar externo com N_2 líquido e mantendo-se uma atmosfera de He^4 no dewar interno. A seguir He^4 líquido é transferido para o dewar interno com He^4 gasoso a baixa pressão (100 mm Hg) na câmara de vácuo para manter um contato térmico entre o banho

de He^4 e o calorímetro. Estabilizada a temperatura (em torno de 4 K) a câmara deve ser completamente evacuada, durante este estágio a pressão de Hélio na câmara é detetada com o sistema da Veeco. A temperatura do banho de He^4 é abaixada até 1.2 K por bombeamento; He^3 é admitido no refrigerador, este se deposita sob forma líquida no bulbo. As bombas mecânicas e de difusão são então colocadas na linha mediante manipulação do sistema de válvulas e a temperatura do He^3 é abaixada até 0.3 K.

O resfriamento do calorímetro de 4 K a 0.3 K é feito agora através do suporte. A temperatura do calorímetro e a sua estabilidade é observada através da variação da resistência termométrica.

b) Medida do calor específico

Uma vez atingida a temperatura de 0.3 K o processo de medida pode ser iniciado. Na medida de calor específico um acréscimo na temperatura da amostra é provocado e registrado graficamente. O aquecedor é acionado por um comando que simultaneamente põe em funcionamento um cronometro, e que também o desliga ao fim do período de aquecimento (Δt). O calor fornecido (ΔQ) é determinado a partir das medidas de tensão no aquecedor (V_{aq}) e em uma resistência padrão (V_p), de valor (R_p), colocada em série com o aquecedor e na temperatura ambiente.

$$\Delta Q = \left(\frac{V_p}{R_p} \right) V_{aq} \Delta t$$

A figura 5 mostra uma medida típica, o registro gráfico da variação na temperatura bem como o registro em fita das tensões no aquecedor e na resistência padrão.

O incremento na temperatura ΔT é determinado a partir da extrapolação ao meio do intervalo de aquecimento, do valor inicial e final da resistência. Este incremento é dado por:

$$T_{\text{final}} - T_{\text{inicial}} = \Delta T$$

$$T_{\text{inicial}} = T (R + r\ell_1)$$

$$T_{\text{final}} = T (R - r\ell_2)$$

onde T é uma função da resistência determinada no processo de calibração r é a sensibilidade da ponte e ℓ_1 e ℓ_2 são mostrados na figura 5. O valor da resistência (R) (95.3Ω na figura) corresponde ao zero da ponte, i. é ao ponto central (50) do gráfico. A capacidade térmica total é dada então por $C_p = \frac{\Delta Q}{\Delta T}$ e a temperatura desta medida é tomada como $1/2 (T_{\text{final}} + T_{\text{inicial}})$.

Acrescimos de temperatura de 0.01 K são ideais porem variações menores, da ordem de milésimos de Kelvin, podem ser obtidos.

Durante o processo de medida na faixa de 0.3 K a 1.2 K a temperatura do bulbo de He^3 deve ser mantida muito próxima da temperatura do calorímetro, a fim de diminuir as perdas. Isto é feito, mediante controle da va-

ção de He^3 . A elevação da temperatura do bulbo pode ser feita introduzindo pequenas quantidades de He^3 quente ou mediante uso do aquecedor enrolado no bulbo. A 1.2 K todo o He^3 é retirado do bulbo e até 4 K o banho externo de He^4 é utilizado para reduzir o gradiente de temperatura com o calorímetro.

A capacidade térmica do calorímetro vazio requer uma medida separada, esta é subtraída da capacidade térmica total obtendo-se assim a capacidade térmica da amostra.

c) Processo de calibração

A calibração na região de 1.2 K a 4 K é feita no fim da experiência. He^4 gasoso é admitido na câmara de vácuo e a temperatura do banho externo é estabilizada nos pontos desejados. Valores da pressão de vapor e da resistência são tomados em cada ponto.

Na região entre 0.3 K e 1.2 K é conveniente fazer a calibração durante o processo de medida. Aproveitamos para medir esta pressão e o valor correspondente da resistência quando da estabilização da pressão de vapor do He^3 no ponto de medida. A pressão de vapor de He^3 é lida diretamente com o manômetro eletrônico. A calibração nesta região poderia ser feita durante o processo de resfriamento porém, a duração deste estágio se estenderia muito devido ao longo tempo que o sistema leva para entrar em equilíbrio.

d) Consumo de Hélio e duração da experiência

Nesta parte da secção damos uma idéia da duração dos diferentes estágios da experiência bem como do consumo de He^4 .

O criostato atinge a temperatura de 77 K a 10 a 12 horas após a colocação do N_2 líquido. A duração de transferência de He^4 líquido é de aproximadamente 30 minutos, e, de 5 a 6 litros de He^4 são gastos sendo que, a metade desse volume para o resfriamento do criostato de 77 K a 4 K. O calorímetro atinge a temperatura de equilíbrio aproximadamente 1 hora após a transferência. A evacuação do He^4 , utilizado como contato térmico na câmara de vácuo, leva de 4 a 5 horas; após este período a vazão deve ser inferior a $10^{-7} \text{cm}^3/\text{seg}$. Da ordem de 30 minutos são gastos para levar a temperatura do banho externo de He^4 até 1.2 K, nesse período se dá a liquefação do He^3 . O resfriamento do calorímetro de 4 a 0.3 K toma de 10 a 12 horas.

A duração do processo de medida varia, dependendo do número de pontos desejados. Em geral podem ser tomadas de três a quatro pontos por hora. Em todas nossas experiências levamos em torno de 24 horas nesta etapa.

A calibração da resistência entre 4 K e 1.2 K leva de 2 a 3 horas. Durante o resfriamento do banho até 1.2 K $1 \frac{1}{2}$ litros de Hélio são consumidos. No período em que o banho de Hélio permanece à 1.2 K o consumo de Hélio é da ordem de 150 a 200cc por hora o que faz necessário uma transferência de Hélio cada 8 a 10 horas. Esta transferência consome da ordem de 3 litros

de He^4 , e pode ser feita sem aquecer o calorímetro, para isso aumenta-se a velocidade de bombeamento no bulbo de He^3 , durante a sua realização.

O volume de He^3 liquefeito, i. é, da ordem de 5cc, é suficiente para todo o período de utilização do refrigerador.

A duração global da experiência esta entre 48 e 72 horas.

VIII - PRECISÃO DAS MEDIDAS

Estimar o erro global cometido na determinação do calor específico é uma tarefa difícil. Erros sistemáticos que variam de um laboratório a outro ocasionam pequenas discrepâncias entre as medidas. O erro aumenta a medida que abaixamos a faixa de temperatura de operação dos calorímetros ⁽¹⁾, pois as perdas de calor vão se tornando importantes, uma vez que, de um modo geral, o calor específico cai com a temperatura. Em geral, em temperaturas abaixo de 10 K a maioria dos autores indica uma precisão de 5% nas medidas ⁽¹⁾.

A parte do erro que afeta nossas medidas devido aos medidores usados é inferior a 1%, mas a maior parte do erro total vem certamente da extrapolação do valor das resistências antes e depois do aquecimento, para a determinação do incremento de temperatura. Estimamos que nossos resultados também são precisos dentro de 5%.

IX - CALOR ESPECÍFICO DO $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{NH}_3$

O criostato foi utilizado na medida do calor específico do $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{NH}_3$ ⁽¹¹⁾. A figura 6 mostra a curva obtida. O máximo no calor específico a 1.35 K é devido a transição do sistema de uma fase paramagnética, acima de 1.35 K, para uma fase antiferromagnética.

Abaixo de 0.6 K o calor específico tende a aumentar novamente o que pode estar associado ao congelamento do tunelamento dos átomos de Hidrogênio na molécula de NH_3 , este fenômeno foi observado nos halogenetos de Níquel Hexaamoniacaís ⁽¹²⁾. Na faixa de temperatura mostrada a contribuição para o calor específico é essencialmente magnética sendo desprezível a contribuição devido aos fonons.

TABELA 1

ΔT (k) $\times 10^{-3}$	30	16	4	0.5×10^{-3}
T(k)	.35	.4	.5	.6

Figura 1 - Sistema de vácuo - Sistema do refrigerador de He^3 .

A - Conjunto detector de Hélio. B - Espectrômetro de massa. C - Eletrônica. D - Bomba mecânica. E - Bomba de difusão. F - "Cold Trap". G - Bomba de difusão. H - "Cold Trap". I - Bomba mecânica. J - Saída para o sistema de recuperação de He^4 . K - Válvula de 4". L - Entrada para o transferidor de He^4 . M - Terminais para medidas elétricas. N - Cabeça do medidor eletrônico de pressão do He^3 . O - "Dewars" de N_2 (externo) e de He^4 (interno). P - Câmara do calorímetro. Q - Válvula diodo. R - Bomba de difusão para He^3 . S - Saída externa. T - Manômetro diferencial a óleo. U - Bomba mecânica selada para He^3 . V - Cilindro reservatório de He^3 . X - Manômetro de Hg. Y - Manômetro de óleo. Z - Bomba mecânica dos manômetros.

Figura 2. Calorímetro.

Figura 3. Circuitos elétricos.

Figura 4. Curva de calibração do termômetro.

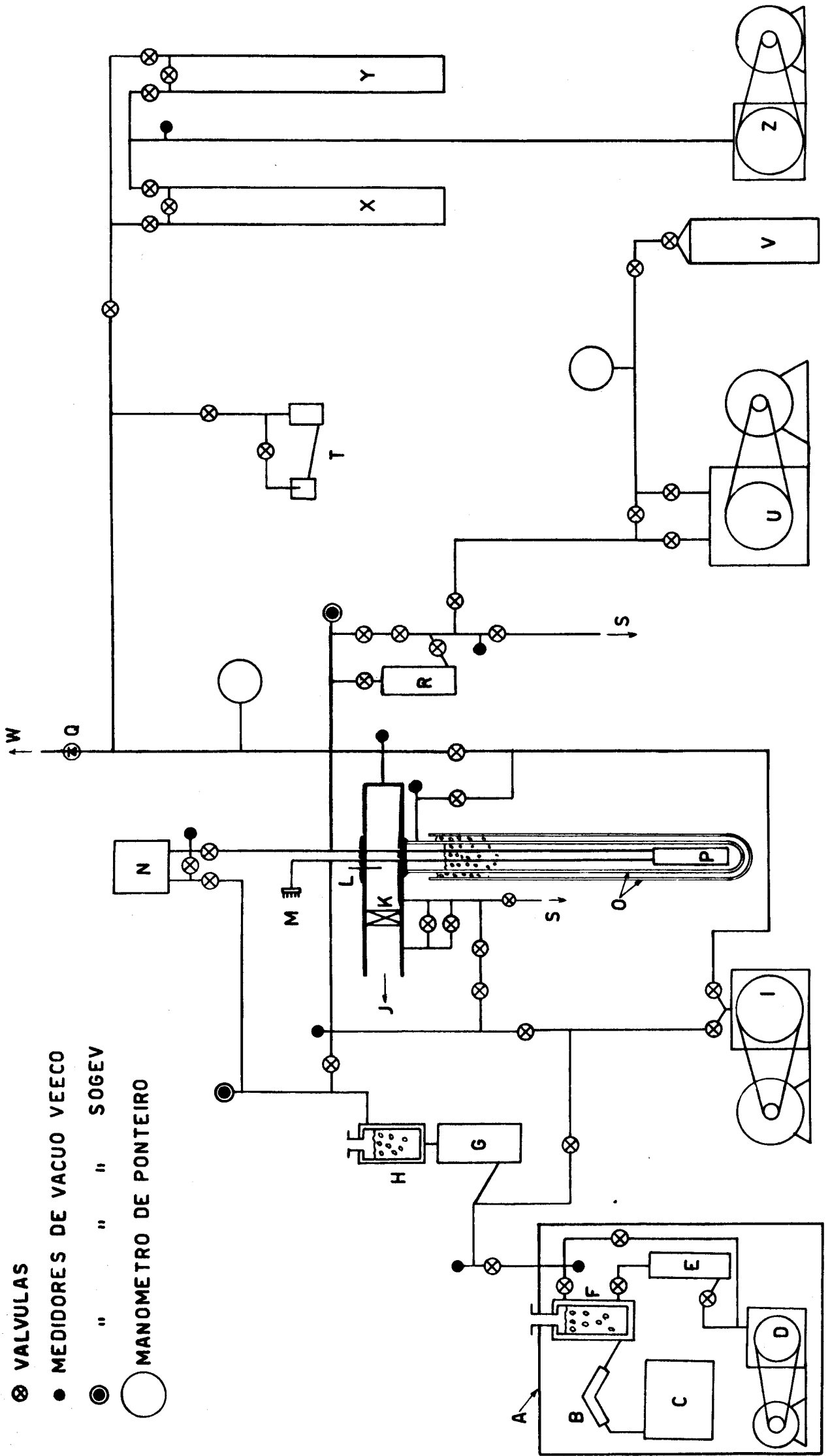
Figura 5. Curva típica de uma medida de calor específico.

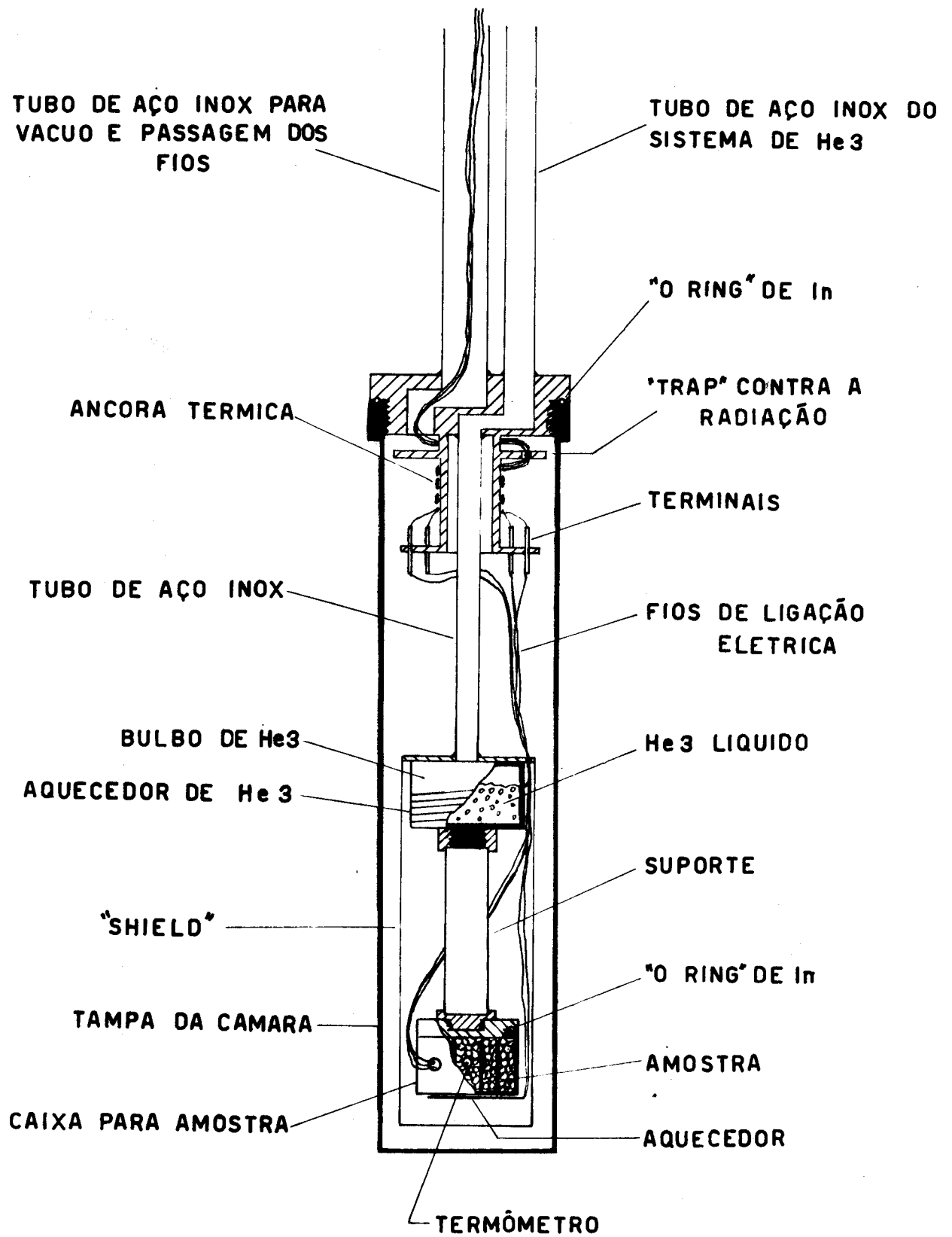
Figura 6. Calor específico do $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{NH}_3$.

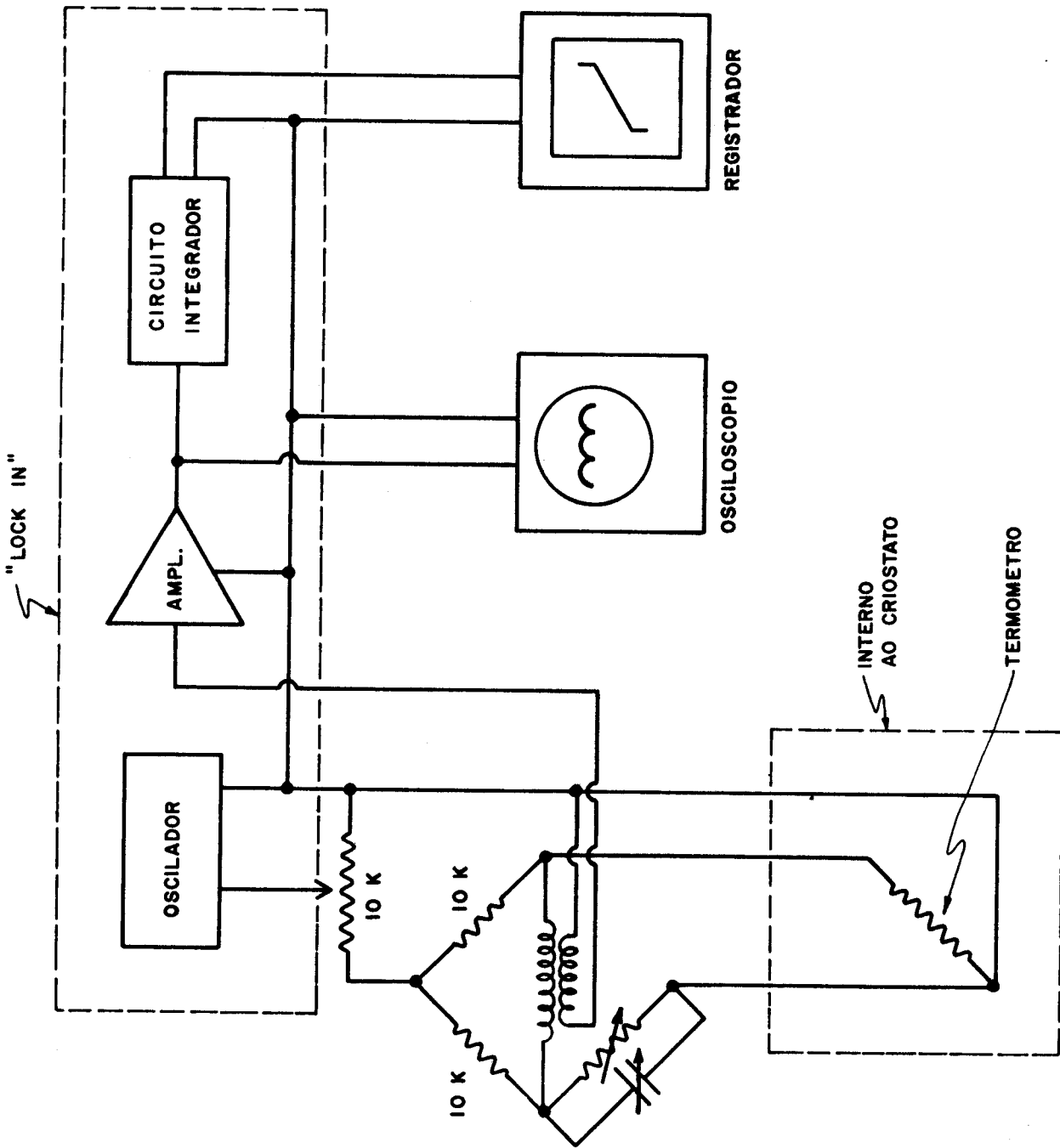
REFERÊNCIAS

- (1) STOUT, J.W. em Experimental Thermodynamic Vol 1 - Ed McCULLOUGH, J.P. & SCOTT, D.W. Butterworths, London, 1968 .
- (2) JOHNSON, V.J. Ed. - Properties of Materias at Low Temperatures - A compendium - Pergamon , 1961 .
- (3) ANDERSON, C., REESE, W. & WHEATHEY, J.C. Rev. Sci. Instr., 34: 1386, 1963.
- (4) VAN DIJK, H., DURIEUX; M., CLEMENT, J.R. & LOGAN, J.K. The 1958 He⁴ Scale of Temperatures, NBS Monograph 10, J. Res. N.B.S. 64A: 1960.
- (5) SHERMAN, R.H., SYDORIAK, S.G. & ROBERTS, J.R. The 1962. He³ Scale of Temperatures IV. Tables J. Res. N.B.S. 68A: 579, 1964.
- (6) CLEMENT, J.R. & QUINNEL, E.H. Rev. Sci. Instr., 23, 213, 1952.
- (7) SANO, W. & ISOTANI, S. Criogenics, 13: 179, 1973.
- (8) WHITE, G.K. Experimental Thecniques in Low Temperature Physics, Oxford, 1959.
- (9) WEBER, S. & SCHMIDT, G. Leiden Comm., nº 246c, 1936.
- (10) ROBERTS, T. & SYDORIAK, S.G. Phys. Rev., 102:304, 1956.
- (11) BECERRA, C.C., SANO, W., MARQUES, A., FROSSATTI, G., PADUAN, A., OLIVEIRA, N.F. & QUADROS, C.J.A. Phys. Lett., 40A: 203 , 1972.
- (12) VAN KEMPEN, H., GAROFANO, J., MIEDEMA, A.R. & HUISKAMP, W.J. Physica, 30: 1131, 1964.

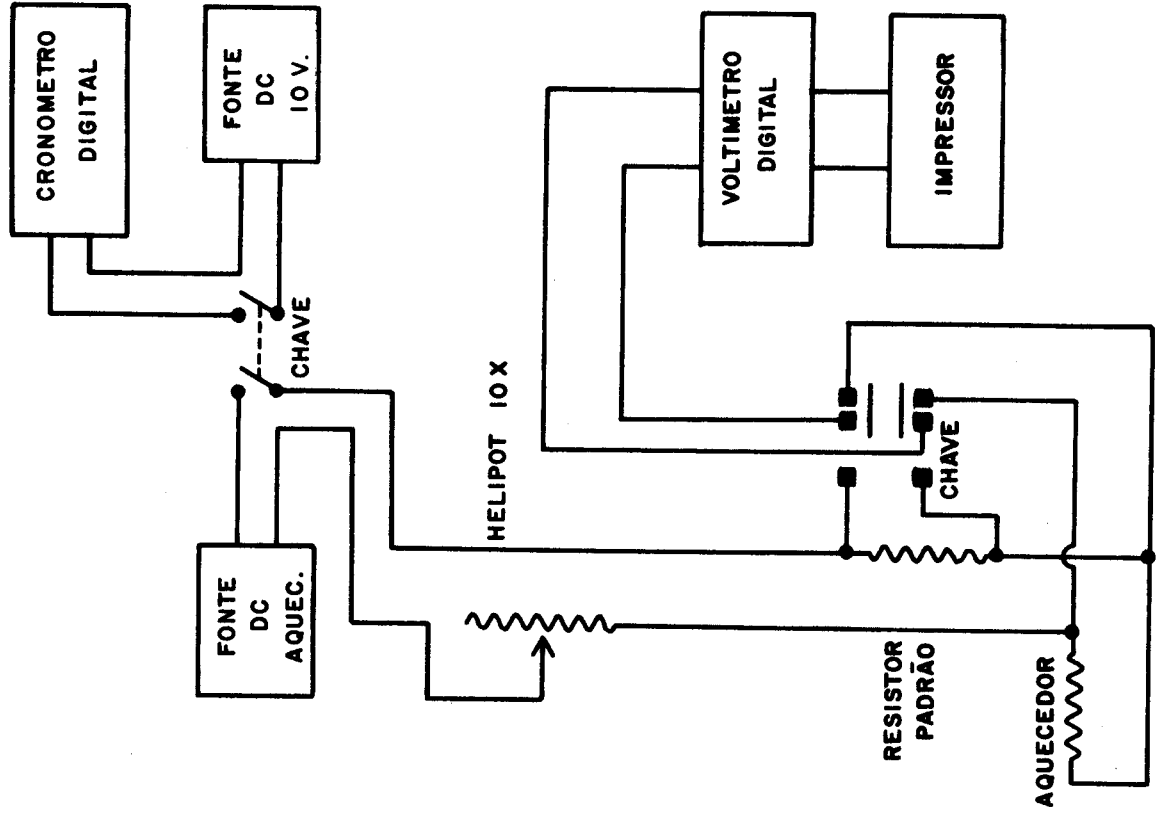
- ⊗ VALVULAS
- MEDIDORES DE VACUO VEECO
- ⦿ " " SOGEV
- MANOMETRO DE PONTEIRO







PONTE PARA MEDIDA DE RESISTENCIA DO TERMOMETRO.



SISTEMA PARA MEDIDA DE ENERGIA.

