



Gonçalo Sérgio Santos Tomás

Licenciado em Ciências da Engenharia Física

**Sistema para o estudo da condutividade
térmica a baixa temperatura aplicado à
espuma de cobre**

Dissertação para obtenção do Grau de
Mestre em Engenharia Física

Orientador: Grégoire Marie Jean Bonfait,
Prof. Associado com Agregação,
Universidade Nova de Lisboa

Júri:

Presidente: Doutor José Paulo Moreira dos Santos

Arguente: Engenheiro Rui Telmo Correia Nobre

Vogal: Doutor Grégoire Marie Jean Bonfait



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro, 2014

Sistema para o estudo da condutividade térmica a baixa temperatura aplicado à espuma de cobre

Copyright © Gonçalo Sérgio Santos Tomás, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objectivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar gostaria de expressar um especial agradecimento ao meu orientador Professor Doutor Grégoire Bonfait pela sua enorme disponibilidade e apoio durante a execução deste trabalho.

Agradeço ao Prof. Doutor Rui Silva do CENIMAT (FCT-UNL) por ter disponibilizado a serra de disco para cortar uma amostra de espuma de cobre e pelas dicas acerca do acabamento com lixa.

Gostaria de agradecer ao Sr. Engenheiro Carlos Fortes do Departamento de Eng.^a Mecânica do Instituto Politécnico de Setúbal, que se disponibilizou para preparar as amostras por electroerosão.

Agradeço também ao Faustino e ao Sr. Eduardo da oficina do Departamento de Física (FCT-UNL) pelos concelhos e serviços prestados.

Beneficiei durante este trabalho duma bolsa de iniciação científica no âmbito projecto “Hydrogen liquid-gas-phase Energy Storage Unit operating between 15-20K” (ESA-ESTEC 4000108532/NL/E).

Gostaria de agradecer aos meus colegas de laboratório Jorge, Patrícia e Daniel, que proporcionaram um óptimo ambiente de trabalho (e não só), pelo incessável apoio durante a realização deste trabalho.

Um especial agradecimento aos colegas de curso, muitas foram as manhãs/tardes/-noites de estudo e trabalho, sem vocês a tarefa teria sido bem mais complicada.

Gostaria ainda de agradecer a todos os meus amigos que sempre me apoiaram nos momentos mais difíceis.

Por último agradeço à minha família, em especial à minha mãe, tia e avós que sempre me apoiaram e sem eles não seria possível chegar ao fim deste percurso.

RESUMO

O desenvolvimento de novos materiais e a sua caracterização é de extrema importância no dimensionamento e construção de equipamentos criogênicos. A empresa *Versarien* desenvolveu uma técnica capaz de produzir cobre poroso, conseguindo controlar a porosidade e o tamanho de poros. Os materiais porosos são de especial interesse para dispositivos criogênicos em aplicações espaciais. Um exemplo desta aplicação são as unidades de armazenamento de energia (*Energy Storage Units-ESU*), onde um material poroso é usado em ausência de gravidade para reter um líquido criogênico por capilaridade, de modo a manter dispositivos a uma temperatura baixa e constante. Neste caso, um material poroso de elevada condutividade térmica, como o cobre, seria de grande interesse uma vez que permite obter uma boa homogeneidade de temperatura na célula.

Neste trabalho foi desenvolvido um sistema para medir a condutividade térmica deste material, entre 15 e 260 K, para porosidades entre 50% e 80%, utilizando um criorefrigerador 2 W @ 20 K. Estas medições permitiram determinar que a pureza do cobre poroso se encontra entre RRR20 (RRR: *Residual-resistivity ratio*) e RRR10, apresentando uma tortuosidade que se encontra de acordo com um modelo simples descrito nesta dissertação.

Foi ainda desenhado, construído e testado um criostato portátil, que apenas necessita de azoto líquido e de bombeamento primário para que se possam realizar medições de condutividade térmica entre 77 e 300 K.

Palavras-chave: Condutividade térmica; Criogenia; Porosidade; Tortuosidade.

ABSTRACT

The development and characterization of new materials is of extreme importance in the design of cryogenic apparatus. Versarien, a start-up company, developed a technique capable of producing copper foam with controlled porosity and pore size. The porous materials are of special interest in cryogenic devices for space applications, like Energy Storage Units (ESU), where a porous material is used in the absence of gravity to retain a cryogenic liquid by capillarity, with the objective of maintaining a stabilized low temperature. A high thermal conductivity material like copper, would allow a good thermal homogeneity in this type of devices.

In the present work, a system was developed to measure the thermal conductivity of copper foam for a porosity between 50% and 80%, within the range of temperatures 15 - 260 K, using a 2 W @ 20 K cryocooler. With these measurements a purity between RRR20 (RRR: Residual-resistivity ratio) and RRR10 was determined for the porous copper, with a tortuosity that is in concordance with a simple model described in this dissertation.

A portable cryostat was designed, built and tested for fast thermal conductivity measurements at low temperatures. Measurements within the range of 77 – 300 K can be performed using only liquid nitrogen and primary vacuum pump.

Keywords: Thermal conductivity; Cryogenics; Porosity; Tortuosity.

CONTEÚDO

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Enquadramento | 1 |
| 2 | Condutividade térmica | 3 |
| 2.1 | Condutividade térmica | 3 |
| 2.1.1 | Condução de calor na teoria cinética dos gases | 4 |
| 2.1.2 | Condutividade térmica em sólidos | 6 |
| 2.1.3 | Condutividade térmica do Cobre | 9 |
| 2.1.4 | Condutividade térmica num material poroso | 11 |
| 2.2 | Técnicas para medição da condutividade térmica | 13 |
| 2.2.1 | Medidas térmicas | 13 |
| 2.2.2 | Medidas eléctricas (Lei de Wiedemann–Franz) | 16 |
| 3 | Procedimento experimental | 19 |
| 3.1 | Preparação | 19 |
| 3.1.1 | Dimensionamento da amostra de espuma de cobre | 19 |
| 3.1.2 | Termómetros | 21 |
| 3.1.3 | Medição da porosidade das amostras de espuma de cobre | 26 |
| 3.1.4 | Preparação das amostras | 28 |
| 3.2 | Montagem experimental | 29 |
| 3.2.1 | Célula | 29 |
| 3.2.2 | Medições | 31 |
| 4 | Resultados e discussão | 35 |
| 4.1 | Resultados criorefrigerador | 35 |
| 4.1.1 | Condutividade térmica da peça de cobre maciço (controlo) | 35 |
| 4.1.2 | Condutividade térmica da amostra com 58% de porosidade | 38 |
| 4.1.3 | Condutividade térmica das espumas | 39 |
| 4.2 | Análise | 40 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 4.2.1 | Tortuosidade | 40 |
| 4.2.2 | Qualidade do cobre em função da porosidade | 44 |
| 5 | Criostato 77 K | 45 |
| 5.1 | Construção | 45 |
| 5.2 | Testes | 49 |
| 5.2.1 | Teste de vácuo | 49 |
| 5.2.2 | Teste de medição da condutividade térmica | 52 |
| 5.2.3 | Medição da resistência de contacto cobre-cobre | 53 |
| 6 | Conclusão | 57 |
| | Bibliografia | 59 |
| 7 | Orçamento criostato 77 K | 61 |
| 8 | Desenhos técnicos do criostato | 63 |
| 9 | Desenhos técnicos das bases para criorefrigerador | 77 |

LISTA DE FIGURAS

| | | |
|------|--|----|
| 2.1 | Tubo de gás de partículas de densidade n , secção S e comprimento L | 4 |
| 2.2 | Variação da condutividade térmica com a temperatura para vários materiais (adaptado de [2]). | 9 |
| 2.3 | Condutividade térmica em função da temperatura para diferentes graus de pureza do cobre (adaptado de [3]). | 10 |
| 2.4 | Exemplo de material poroso com uma tortuosidade igual a um. Neste tipo de porosidade, é facilmente perceptível que a secção a tomar em conta é $S \times (1 - p)$ (escultura da exposição <i>Déjeuner sur l'Herbe</i> exposto na Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa). | 11 |
| 2.5 | Modelo de rede quadrada de uma espuma (as linhas correspondem ao material e os espaços em branco aos poros) (adaptado de [4]). | 12 |
| 2.6 | Material de secção variável, com gradiente de temperatura. | 13 |
| 2.7 | Esquema da montagem para medição da condutividade térmica. | 14 |
| 2.8 | Esquema representativo da resistência de contacto (paralelismo com circuito eléctrico). | 14 |
| 2.9 | Esquema da montagem para medição da condutividade térmica de bons condutores a baixa temperatura (paralelismo com circuito eléctrico). | 15 |
| 2.10 | Dependência do número de <i>Lorenz</i> (L_0) com a temperatura. | 17 |
| 3.1 | Resistências Pt 100 Ω com (em cima) e sem (em baixo) stycast [®] | 21 |
| 3.2 | Montagem experimental para a calibração das resistências de platina. | 22 |
| 3.3 | Peça para calibração das resistências de platina. | 22 |
| 3.4 | Pontos experimentais para calibração das resistências Pt 100 Ω | 23 |
| 3.5 | Pontos experimentais da calibração das resistências Pt _{azul} e Pt _{vermelha} a baixa temperatura. | 24 |
| 3.6 | Pontos experimentais para calibração dos díodos T_A e T_D (pontos) e as interpolações utilizados (linhas). | 25 |
| 3.7 | Face da amostra da espuma de cobre com uma porosidade de 80% (imagem obtida por microscópio óptico). | 26 |
| 3.8 | Comparação da porosidade medida com a porosidade indicada pela empresa <i>Versarien</i> (nominal). | 27 |
| 3.9 | Amostra com 80% de porosidade. | 28 |

| | | |
|------|--|----|
| 3.10 | Amostra de cobre de controlo onde são visíveis os furos para alojar as resistências Pt 100 Ω | 28 |
| 3.11 | Célula para medição da condutividade térmica (desenhado em <i>SOLIDWORKS</i> [®]). 29 | |
| 3.12 | Montagem experimental da amostra com porosidade de 80% cortada com serra de disco. | 30 |
| 3.13 | Criorrefrigerador com célula de controlo (montagem experimental). | 31 |
| 3.14 | Interface gráfica do programa <i>LabVIEW</i> [®] | 32 |
| 3.15 | Gráfico do <i>LabVIEW</i> [®] ΔT VS \dot{Q} | 33 |
| 3.16 | Gráfico do <i>LabVIEW</i> [®] mostrando os vários pontos para o cálculo da condutividade térmica a temperaturas diferentes. | 33 |
| 3.17 | Gráfico da resistência térmica da espuma de cobre. | 34 |
| 4.1 | Condutividade térmica do cobre medida com a amostra de controlo. | 36 |
| 4.2 | Condutividade térmica do cobre para vários ensaios (pontos) e curva teórica para diferentes graus de pureza (linha). | 37 |
| 4.3 | Condutividade térmica da amostra de controlo (pontos) e curva tabelada do cobre RRR50 [13]. | 37 |
| 4.4 | Condutividade térmica da espuma de cobre com porosidade de 58% para uma amostra cortada por electroerosão e outra cortada por serra de disco. | 38 |
| 4.5 | Condutância térmica das espumas de cobre com porosidade de 73%, 71% e 66% e da amostra de controlo. | 39 |
| 4.6 | Condutividade térmica das espumas de cobre com porosidade de 58%, 66%, 71% e 73%. | 40 |
| 4.7 | Cálculo do número de <i>Lorenz</i> através das diferentes amostras. | 41 |
| 4.8 | Condutividade térmica da amostra de controlo e do cobre maciço equivalente das espumas de cobre com porosidade de 58%, 66%, 71% e 73% (pontos). Curvas de condutividade térmica teóricas do cobre para diferentes graus de pureza (linha). | 42 |
| 4.9 | Tortuosidade das várias amostras calculadas através da condutividade térmica e condutividade eléctrica. | 43 |
| 5.1 | Montagem do interior (<i>insert</i>) e exterior do criostato (<i>SOLIDWORKS</i> [®]). | 45 |
| 5.2 | Cone e contra-cone que asseguram o arrefecimento da amostra (<i>SOLIDWORKS</i> [®]). | 46 |
| 5.3 | Cone e peça que irá fixar a amostra (<i>SOLIDWORKS</i> [®]). | 46 |
| 5.4 | Flange de latão com carvão activado coberto por uma rede de cobre. | 47 |
| 5.5 | Sistema com mola numa situação de compressão de 5 mm que assegura um bom contacto térmico entre o cone e contra-cone. À esquerda e centro os desenhos <i>SOLIDWORKS</i> [®] e à direita uma fotografia do sistema construído. | 47 |
| 5.6 | Parte externa e <i>insert</i> do criostato. | 48 |
| 5.7 | Caracterização do criostato. | 49 |

| | | |
|------|---|----|
| 5.8 | Criostato e <i>dewar</i> | 51 |
| 5.9 | Tubo de inox com chapas de cobre. | 52 |
| 5.10 | Resistência térmica do tubo de inox a 77 K. | 52 |
| 5.11 | Sistema de medição da resistência de contacto cobre-cobre quando aparafusado com um parafuso de inox. | 53 |
| 5.12 | Resultados da resistência de contacto cobre-cobre quando aparafusados com um parafuso de latão e inox a 77 K (1 ^o ensaio). | 54 |
| 5.13 | Cálculo da resistência de contacto cobre-cobre quando aparafusados com um parafuso de latão e inox a 77 K (2 ^o ensaio). | 55 |

LISTA DE TABELAS

| | | |
|-----|---|----|
| 3.1 | Potência térmica em Watt em função da secção S e comprimento L da espuma de cobre com porosidade de 50 %, tortuosidade de 100%, para uma temperatura de 77 K, $\Delta T = 3$ K e RRR50. | 20 |
| 3.2 | Potência térmica em Watt em função da secção S e comprimento L da espuma de cobre com porosidade de 50%, tortuosidade de 100%, para uma temperatura de 20 K, $\Delta T = 3$ K e RRR50. | 20 |
| 3.3 | Medição da porosidade das amostras da espuma de cobre. | 26 |
| 3.4 | Dimensões das amostras. | 30 |
| 4.1 | Caracterização das amostras. | 43 |
| 7.1 | Materiais necessários e custo aproximado para a construção do criostato descrito na dissertação. | 61 |

ENQUADRAMENTO

Quando se trabalha com líquidos criogénicos em sistemas que funcionam em microgravidade, como por exemplo nos satélites, é fundamental garantir o seu confinamento num reservatório frio (célula). Assim, é normalmente utilizado um meio poroso para reter o líquido por efeito capilar. Uma porosidade elevada (superior a 80%) é desejável, de modo a poder reter o maior volume de líquido para um determinado volume da célula, o diâmetro dos poros é determinado consoante a tensão superficial do líquido criogénico em questão.

Contudo, a grande maioria destes meios porosos são cerâmicas, carvões activados ou materiais baseados em celulose, tendo todos estes uma baixa condutividade térmica. Isto compromete a boa homogeneidade térmica entre as paredes da célula e o meio poroso, por consequência entre as paredes da célula e o líquido. Um material com uma boa condutividade térmica e porosidade adequada traria grandes vantagens em processos de transferência de calor através de uma célula que utiliza líquidos criogénicos, como por exemplo as unidades de armazenamento de energia (*Energy storage units-ESU*) desenvolvidas no Laboratório de Criogenia do CEFITEC (Centro de Física e Investigação Tecnológica), reduzindo o gradiente de temperatura entre as paredes da célula e o líquido, resultando numa boa homogeneidade térmica.

Um outro meio poroso é a espuma de alumínio, utilizada por exemplo no satélite Planck, apresentando uma condutividade térmica muito superior em relação aos meios porosos mencionados. No entanto o alumínio não pode ser soldado às paredes da célula, diminuindo o contacto térmico entre estas e o líquido. As espumas de alumínio existentes no mercado têm um diâmetro de poros sempre superior a 800 μm , o que, para muitas aplicações, é insuficiente para reter o líquido de maneira eficaz.

A empresa Versarien desenvolveu recentemente uma espuma de cobre. Esta apresenta uma condutividade térmica muito superior à do alumínio, podendo ainda ser soldada facilmente. Estas espumas podem apresentar poros de 500 μm , podendo ser utilizadas num ESU cujo líquido criogénico da célula é o hidrogénio.

Neste trabalho foi dimensionado, construído e testado um criostato para medidas da condutividade térmica entre 77 e 300 K, para que se possa estudar a variação da condutividade térmica da espuma de cobre com a porosidade nesta gama de temperaturas. Este sistema acabou por não ser utilizado uma vez que um criorefrigerador (10 - 300 K) ficou disponível mais rapidamente que o previsto e com a parte eléctrica pronta para efectuar as medições, mas a sua funcionalidade foi demonstrada.

Neste relatório será inicialmente discutido o que representa e como pode ser calculada a condutividade térmica em sólidos, para que haja uma boa compreensão dos fenómenos físicos envolvidos na condução de calor. Uma vez que a medição da condutividade térmica de bons condutores a baixas temperaturas pode ser uma tarefa complexa, estudou-se a possibilidade de obter esta propriedade de maneira indirecta recorrendo à lei de *Wiedemann - Franz*. Neste relatório será discutido, de forma breve, em que consiste esta lei e em que condições pode ser aplicada.

Serão também apresentadas as técnicas base da medição da condutividade térmica de bons condutores a baixas temperaturas. A técnica utilizada para a medição da condutividade térmica da espuma de cobre é baseada nestas.

Posteriormente será descrito a preparação das células para a medição da condutividade térmica assim como a calibração dos termómetros.

Por fim serão apresentados os resultados obtidos, que serão analisados à luz da porosidade e das propriedades de transporte do cobre maciço.

CONDUTIVIDADE TÉRMICA

2.1 Condutividade térmica

Nos sólidos, o transporte de calor deve-se a dois tipos de portadores de calor, os fonões e os electrões. Em metais relativamente puros, a condutividade térmica pode ser descrita tendo em conta apenas a condutividade térmica dos electrões. Para materiais de baixa pureza, ligas e semicondutores, é necessário ter em conta a contribuição de ambos. Nos cristais dieléctricos e isolantes, os fonões são os únicos portadores.

Os portadores de calor não se movem de forma balística ao longo do material. Isto deve-se ao facto de haver colisões entre os portadores e com os defeitos existentes no material, por exemplo, colisões electrão-electrão, fonão-fonão, electrão-fonão, fonão-electrão, electrão-defeito e fonão-defeito. Destas colisões resulta um processo de transporte muito semelhante ao existente num gás de partículas, descrito pela teoria cinética dos gases.

2.1.1 Condução de calor na teoria cinética dos gases

Considere-se um tubo, cheio de um gás de partículas de densidade n (número de portadores por unidade de volume), de secção S e comprimento L , com um gradiente de temperatura ao longo do seu comprimento (Fig. 2.1).

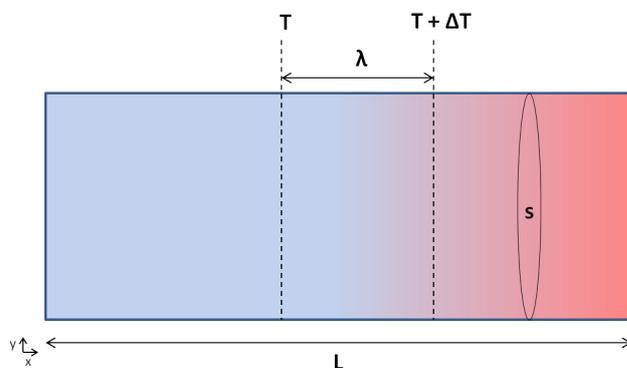


Figura 2.1: Tubo de gás de partículas de densidade n , secção S e comprimento L .

Devido a este gradiente de temperatura, existe uma transferência de calor da extremidade mais quente para a mais fria. O fluxo de calor, i.e. a quantidade de energia por unidade de área e tempo, é proporcional a este gradiente. Isto traduz-se pela “lei de Fourier”:

$$\Phi^{\text{calor}} = -k \frac{dT}{dx} \quad (2.1)$$

A constante de proporcionalidade é chamada de condutividade térmica do material (k). De seguida descreve-se como este coeficiente pode ser calculado, no quadro da teoria cinética dos gases e considerando um gás ideal.

A energia de cada partícula é simplesmente a energia interna $\epsilon(T)$. Considere-se agora uma porção de secção S e comprimento λ , sendo λ o livre percurso médio das partículas do gás do tubo descrito acima, onde uma das extremidades se encontra à temperatura T e a outra a uma temperatura $T + \Delta T$ (Fig. 2.1). O número de portadores de energia nesta porção é dado por:

$$N = n \cdot S \cdot \lambda \quad (2.2)$$

O número de partículas que se desloca a uma velocidade térmica média v_x , segundo o sentido positivo do eixo x é dado por:

$$N_x^+ = \frac{1}{2} n \cdot S \cdot v_x \cdot \tau \quad (2.3)$$

Onde $v_x \cdot \tau = \lambda$, sendo τ o tempo médio entre colisões.

Assim o fluxo de partículas, por unidade de área e de tempo, que se desloca segundo este sentido, é dado por:

$$\Phi_+^{\text{partículas}} = \frac{1}{2} n \cdot v_x \quad (2.4)$$

O fluxo de partículas, por unidade de área e de tempo, que se desloca no sentido oposto é naturalmente descrito por:

$$\Phi_-^{\text{partículas}} = -\frac{1}{2} n \cdot v_x \quad (2.5)$$

Como referido anteriormente a energia de cada partícula é dada por $\epsilon(T)$, assim o fluxo de energia no sentido positivo do eixo do x é dado por:

$$\Phi_+^{\text{energia}} = \frac{1}{2} n \cdot v_x [\epsilon(T + \Delta T) - \epsilon(T)] \quad (2.6)$$

Uma expansão de primeira ordem em série de Taylor de $\epsilon(T + \Delta T)$ resulta em $\epsilon(T) + \Delta T \, d\epsilon(T)/dT$. Por definição, a derivada da energia de uma partícula em função da temperatura é o calor específico médio por partícula (c). Deste modo, a equação 2.6 pode ser escrita como:

$$\Phi_+^{\text{energia}} = \frac{1}{2} n \cdot v_x \cdot c \cdot \Delta T \quad (2.7)$$

Para o sentido oposto, o fluxo de energia é dado por:

$$\Phi_-^{\text{energia}} = -\frac{1}{2} n \cdot v_x [\epsilon(T) - \epsilon(T + \Delta T)] = \frac{1}{2} n \cdot v_x \cdot c \cdot \Delta T \quad (2.8)$$

O fluxo de calor é então dado pela soma das equações 2.7 e 2.8:

$$\Phi^{\text{calor}} = n \cdot v_x \cdot c \cdot \Delta T \quad (2.9)$$

A diferença de temperatura (ΔT) em função do tempo médio entre colisões (τ):

$$\Delta T = \frac{dT}{dx} \lambda = \frac{dT}{dx} v_x \cdot \tau \quad (2.10)$$

Sendo a velocidade quadrática média:

$$\overline{v^2} = \overline{v_x^2} + \overline{v_y^2} + \overline{v_z^2} \quad (2.11)$$

e considerando o fluxo de partículas isotrópico:

$$\overline{v_x^2} = \frac{1}{3} \overline{v^2} \quad (2.12)$$

Reescrevendo a equação 2.9 com as equações 2.10 e 2.12 vem:

$$\Phi^{\text{calor}} = \frac{1}{3} n \cdot v^2 \cdot c \frac{dT}{dx} \tau \quad (2.13)$$

Substituindo na equação 2.13 $\lambda = v \cdot \tau$ e $C = n \cdot c$, onde C é o calor específico por unidade de volume:

$$\Phi^{\text{calor}} = \frac{1}{3} C \cdot v \cdot \lambda \frac{dT}{dx} \quad (2.14)$$

Comparando a equação 2.14 com 2.1 vem:

$$k = \frac{1}{3} C \cdot v \cdot \lambda \quad (2.15)$$

Esta expressão muito simples é muito geral e pode ser aplicada a vários tipos de materiais e modos de condução térmica. Utilizando esta expressão, veremos na próxima secção como pode ser interpretada a variação da condutividade térmica com a temperatura, nos sólidos usuais.

2.1.2 Condutividade térmica em sólidos

Para avaliar a dependência da condutividade térmica com a temperatura, é necessário avaliar a dependência da capacidade calorífica, do livre percurso médio e da velocidade média com a temperatura, para os fonões e electrões. A velocidade média dos fonões é tipicamente idêntica à velocidade do som no sólido (entre 3 e 5 km.s⁻¹) [1]. Para os electrões, apenas os que se encontram na superfície da esfera de Fermi contribuem para a condutividade térmica, sendo a sua velocidade igual à velocidade de Fermi, entre 10⁵ e 10⁶ m.s⁻¹ [1]. Estes valores são aproximadamente constantes a baixa temperatura.

Em relação ao livre percurso médio, as principais causas da resistência térmica são devido às dispersões: fonão-fonão, fonão-defeito, fonão-electrão, electrão-fonão e electrão-defeito. Para ambos os portadores de calor, estes processos são aditivos, ou seja, se houver um tipo de colisões que seja dominante a condutividade térmica é limitada por este. Assim o tempo médio entre colisões dos fonões ($\tau_f = \lambda_f/v_f$) pode ser calculado por:

$$\frac{1}{\tau_f} = \frac{1}{\tau_{ff}} + \frac{1}{\tau_{fe}} + \frac{1}{\tau_{fd}} \quad (2.16)$$

Onde as varias contribuições representam o tempo médio entre colisões: fonão-fonão (τ_{ff}), fonão-electrão (τ_{fe} presentes apenas em metais e condutores electricos) e fonões-defeitos (τ_{fd}).

Para os metais ou ligas, é preciso como já referido ter em conta a contribuição dos electrões para a condutividade térmica (k_e).

Da mesma maneira o tempo médio entre colisões dos electrões ($\tau_e = \lambda_e/v_e$) pode ser calculado como:

$$\frac{1}{\tau_e} = \frac{1}{\tau_{ep}} + \frac{1}{\tau_{ed}} \quad (2.17)$$

Onde τ_{ep} representa o tempo médio entre colisões dos electrões com fonões e τ_{ed} o tempo médio entre colisões dos electrões com defeitos.

Uma vez que o número de fonões varia com a temperatura, os tempos entre colisões τ_{ff} e τ_{ef} também vão com esta. Pelo contrário, o número de defeitos num sólido é uma característica independente da temperatura, assim a frequência entre colisões fonão-defeitos ($1/\tau_{fd}$) e electrão-defeitos ($1/\tau_{ed}$) não depende da mesma.

De seguida será discutida a dependência com a temperatura das duas contribuições para a condutividade térmica k_f e k_e , sendo a condutividade térmica total (k) dada pela soma das duas, uma vez que são mecanismos que funcionam em paralelo. Para os fonões será tida como referência a temperatura de Debye (θ_D) para definir os vários regimes de temperatura.

2.1.2.1 Condutividade térmica dos fonões

Para temperaturas muito inferiores à temperatura de Debye, o número de fonões é muito reduzido, por consequência as colisões fonão-fonão tornam-se muito raras e são as colisões dos fonões com os defeitos que dominam. Destes defeitos, a colisão entre os fonões e os limites de grão tem maior importância uma vez que neste regime o comprimento de onda dos fonões é superior ao tamanho das impurezas. Consequentemente a frequência entre colisões dos fonões é independente da temperatura. Assim, neste regime de temperaturas, a única dependência em temperatura vem do calor específico dos fonões (Eq. 2.15) que é proporcional a T^3 para $T \ll \theta_D$, sendo a condutividade térmica dos fonões no regime de baixas temperaturas:

$$k_f \propto C_f \propto T^3 \quad (2.18)$$

À medida que a temperatura aumenta, as colisões fonão-fonão tornam-se dominantes uma vez que o número de fonões aumenta com a temperatura. Como consequência, a frequência entre colisões dos fonões ($1/\tau_f$) irá aumentar. Por outro lado, com o aumento da temperatura, o calor específico dos fonões deixa de ser proporcional à temperatura ao cubo, tendendo para constante ($3R$) para altas temperaturas. Como consequência, a condutividade térmica dos fonões diminui com a temperatura. A transição entre estes dois regimes é caracterizada por um máximo da condutividade térmica. Na figura 2.2, pode verificar-se efectivamente que para materiais como a safira (cristal), cuja condutividade térmica é maioritariamente devida aos fonões, a condutividade térmica para baixas temperaturas varia aproximadamente com a temperatura ao cubo, atingindo um máximo por volta dos 30 K.

2.1.2.2 Condutividade térmica dos electrões

Normalmente, nos metais, a contribuição dos electrões para a condutividade térmica é muito superior à contribuição dos fonões, sendo, para baixas temperaturas, mais dominante quanto maior for a pureza do metal. Isto deve-se à grande diferença nas velocidades dos dois portadores e ao processo eficiente de dispersão dos fonões pelos electrões. É de

salientar, novamente, que existem dois processos que limitam a condutividade térmica electrónica:

- A rede cristalina pode ser distorcida por várias razões: lacunas, deslocações e impurezas. Os electrões colidem com estes a uma taxa de $1/\tau_{ed}$, sendo estas colisões responsáveis pela resistência térmica nos metais a baixa temperatura. É este facto que conduz a que a pureza dum metal possa ser medida pela sua resistividade eléctrica residual a baixas temperaturas.
- O segundo processo deve-se à frequência de colisões electrão-fonão ($1/\tau_{ef}$)

A soma destas duas contribuições representa a condutividade térmica electrónica (k_e).

Em primeira aproximação, a estatística de Fermi-Dirac mostra que para temperaturas muito inferiores à temperatura de Fermi (> 50000 K para a maioria dos metais) o calor específico dos electrões (C_e) varia linearmente com a temperatura para qualquer gama de temperaturas. Como já referido, o número de impurezas é independente da temperatura, como tal o tempo médio entre colisões é constante, resultando em $k_e \propto C_e \propto T$ quando o número de fonões é muito reduzido (baixa temperatura) (Fig. 2.3). Quando a temperatura aumenta o número de fonões aumenta e a frequência de colisões entre estes e os electrões aumenta também. Apesar da capacidade térmica aumentar linearmente com a temperatura, o aumento da frequência de colisões é mais acentuada, resultando numa diminuição da condutividade térmica electrónica com a temperatura. Assim sendo, o comportamento da condutividade térmica electrónica é semelhante à condutividade térmica dos fonões, uma vez que esta apresenta um máximo no regime intermédio (Fig. 2.2). Pode demonstrar-se que $1/\tau_{ef} \propto bT^3$. Assim, a condutividade térmica electrónica pode ser descrita por:

$$k_e = \frac{T}{a + b \cdot T^3} \quad (2.19)$$

Em geral, para baixas temperaturas ($T \leq 20$ K):

$$k_e \propto T \quad (2.20)$$

Neste regime, a condutividade térmica dos electrões depende da pureza do material, sendo mais elevada quanto mais puro este for. Para altas temperaturas a condutividade térmica electrónica é independente da temperatura assim como da pureza do material, assumindo um valor constante para um determinado metal. Estes regimes aparecem claramente nas figuras 2.2 e 2.3.

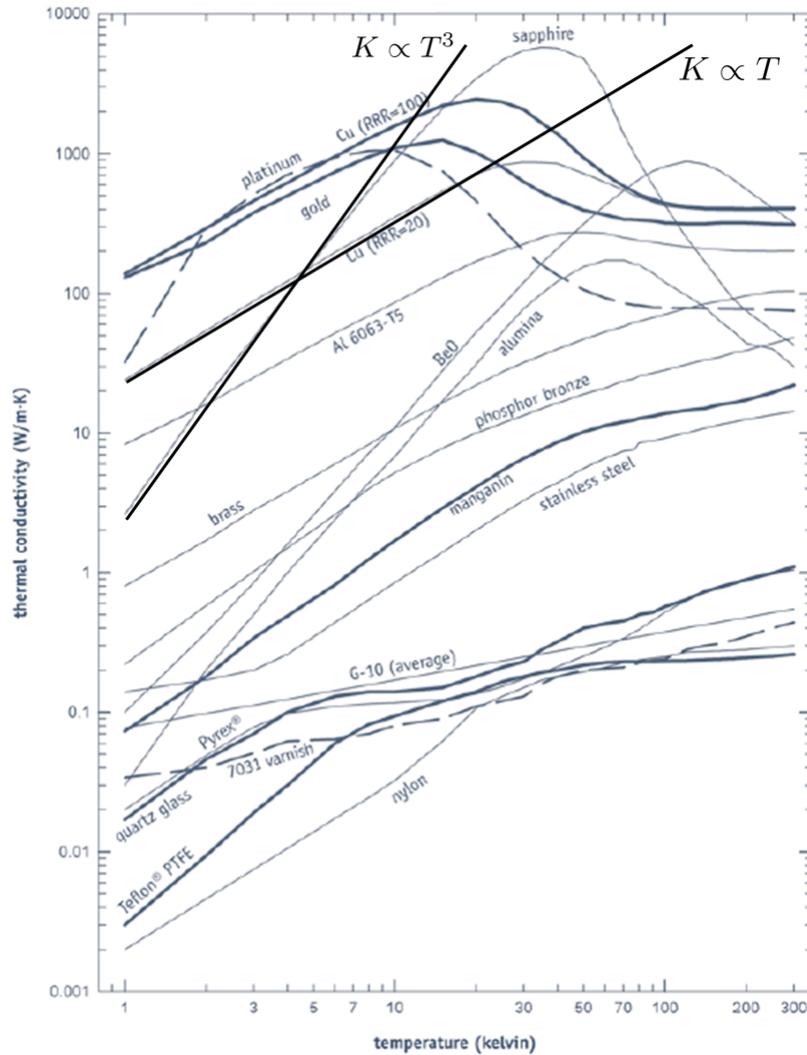


Figura 2.2: Variação da condutividade térmica com a temperatura para vários materiais (adaptado de [2]).

2.1.3 Condutividade térmica do Cobre

Uma vez que o cobre é um metal, os principais responsáveis pela sua elevada condutividade térmica são os electrões. Assim, como explicado na secção anterior, no regime das baixas temperaturas ($T \leq 20$ K) a condutividade térmica aumenta linearmente com a temperatura atingindo um valor máximo. Este valor varia com a pureza do cobre, sendo naturalmente maior quanto maior a pureza (Fig. 2.3). Uma vez que a gama de valores para os regimes de temperatura baixa e intermédia depende do número de defeitos, também o valor de temperatura para o qual o máximo ocorre varia com a pureza do material, ocorrendo para temperaturas mais baixas quanto maior for a pureza do cobre. Com o aumento da temperatura, o aumento do número de fonões leva a um aumento considerável na frequência de colisões entre os electrões e os fonões, causando uma diminuição da condutividade térmica. Esta diminuição será mais acentuada quanto maior for a pureza do cobre. Para uma temperatura de aproximadamente 150 K, atinge-se um regime a partir

da qual a condutividade térmica deixa de variar com a temperatura ($k \approx 400 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Uma vez que este regime é dominado pelas colisões electrão-fonão e sendo a densidade de fonões e o calor específico independente da pureza do cobre, a condutividade térmica electrónica será independente da sua pureza. Os vários regimes da condutividade térmica do cobre podem ser observados na figura 2.3.

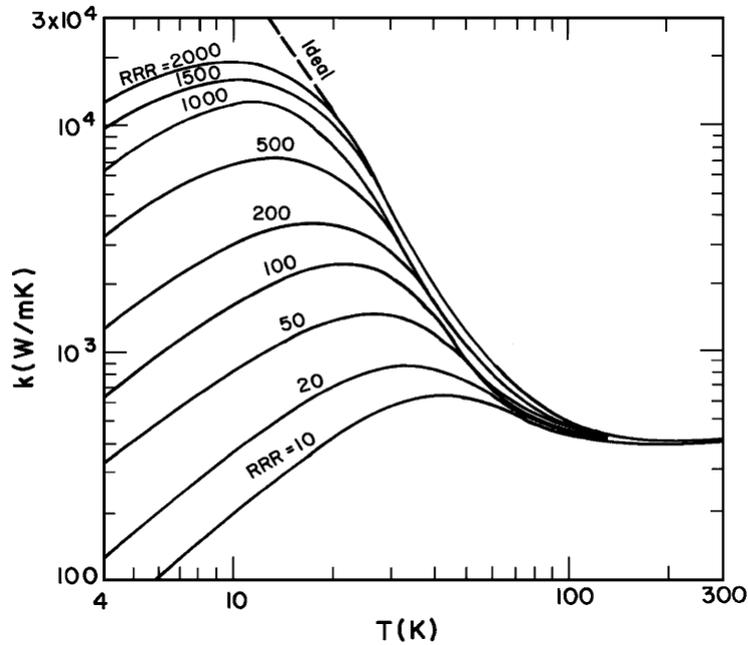


Figura 2.3: Condutividade térmica em função da temperatura para diferentes graus de pureza do cobre (adaptado de [3]).

2.1.4 Condutividade térmica num material poroso

Um material poroso (espuma) apresenta *a priori* um valor para a condutividade térmica igual à do material maciço corrigido por dois parâmetros, a porosidade e a tortuosidade.

A porosidade (P) de uma espuma representa a percentagem de volume de poros, sendo $1 - P$ a percentagem de volume de material. Para a porosidade, considera-se que a condutividade térmica de um material poroso de comprimento L , secção S e porosidade P , equivale à condutividade térmica do seu material maciço (*bulk*) de comprimento L e secção $S \times (1 - P)$. Ou seja equivale ao material maciço com o mesmo comprimento da espuma e com uma secção pela qual passa o fluxo igual à secção “maciça” reduzida por um factor de $(1 - P)$.

Ao contrário do material maciço, num material poroso existem “caminhos” com direcções fixas. Quando estas direcções não são paralelas à direcção do fluxo de calor, os portadores de calor percorrem uma distância maior que a do tamanho da amostra. A tortuosidade (t) é o factor que corrige este aumento de distância. Quando os “caminhos” na espuma não têm uma direcção preferencial ou, se existir, é na direcção do fluxo de calor (Fig. 2.4), a tortuosidade apresenta o seu valor máximo de 100%.



Figura 2.4: Exemplo de material poroso com uma tortuosidade igual a um. Neste tipo de porosidade, é facilmente perceptível que a secção a tomar em conta é $S \times (1 - p)$ (escultura da exposição *Déjeuner sur l'Herbe* exposto na Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa).

Por outro lado, num modelo em que se assume que a espuma é uma rede quadrada perfeita (Fig. 2.5), onde existem três direcções preferenciais perpendiculares entre si, a tortuosidade assume o valor de 33%. Uma das direcções contribui totalmente para o fluxo de calor e as restantes duas não têm qualquer contribuição uma vez que não existe um gradiente de temperatura segundo essas direcções.

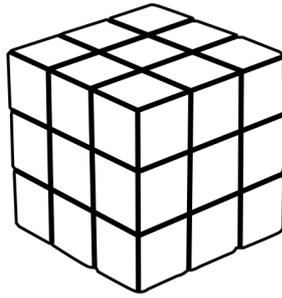


Figura 2.5: Modelo de rede quadrada de uma espuma (as linhas correspondem ao material e os espaços em branco aos poros) (adaptado de [4]).

O valor da tortuosidade não é forçosamente independente da porosidade. Para materiais pouco porosos é de esperar que a tortuosidade tenda para 100% com a diminuição do número de poros. Para materiais muito porosos, a espuma tenderá para uma rede perfeita com o aumento do número de poros, ou seja, para uma tortuosidade de 33%. Este valor foi verificado pela empresa *ERG Aerospace*, através da medição da resistividade eléctrica da espuma de alumínio para diferentes valores de porosidade (superior a 90%). Será demonstrado na próxima secção, que a resistividade eléctrica e térmica de um metal estão relacionadas, pode-se assim assumir este valor de tortuosidade para estas duas propriedades.

Com estes dois mesmos parâmetros, as condutividades térmica e eléctrica (σ) da espuma são obtidas através das seguintes expressões:

$$k_{espuma} = k_{maciço} \times (1 - P) \times t \quad (2.21)$$

e

$$\sigma_{espuma} = \sigma_{maciço} \times (1 - P) \times t \quad (2.22)$$

2.2 Técnicas para medição da condutividade térmica

2.2.1 Medidas térmicas

A técnica mais comum para a medição da condutividade térmica ($k(T)$) a baixas temperaturas é o método do fluxo longitudinal estacionário. Este fluxo constante produz um gradiente térmico ao longo de um material de secção $S(x)$ (Fig. 2.6). Assumindo que o fluxo se dá apenas segundo a direcção x e utilizando a equação 2.1, a potência térmica que atravessa a secção $S(x)$ é dada por:

$$\dot{Q} = -k(T) \cdot S(x) \frac{dT}{dx} \quad (2.23)$$

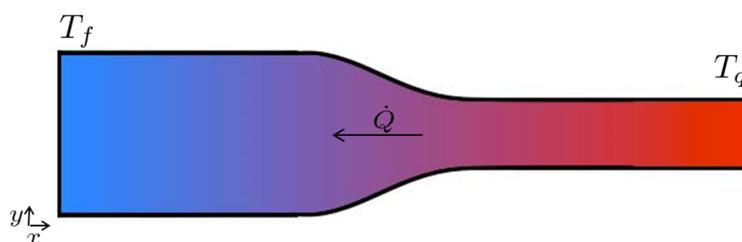


Figura 2.6: Material de secção variável, com gradiente de temperatura.

Se esta potência térmica é constante ao longo do material, esta equação pode ser resolvida separando as variáveis T e x , a potência térmica através de uma amostra de tamanho L é dado por:

$$\dot{Q} = \frac{\int_{T_f}^{T_q} k(T) dT}{\int_0^L \frac{dx}{S(x)}} \quad (2.24)$$

Onde T_q e T_f são as temperaturas nas extremidades da amostra. Se a secção S for constante ao longo da amostra, o fluxo pode ser calculado por:

$$\dot{Q} = \frac{S}{L} \int_{T_f}^{T_q} k(T) dT \quad (2.25)$$

Se a condutividade térmica $k(T)$ variar pouco entre T_q e T_f , obtém-se a seguinte equação:

$$\dot{Q} = \frac{S}{L} k(T) \cdot (T_q - T_f) \quad (2.26)$$

Onde T é a temperatura média entre as duas extremidades.

Esta lei conduz a uma montagem experimental "simples" da medição da condutividade térmica de um determinado material. Este método consiste em dispor a amostra entre duas bases, estando uma das bases arrefecida. Na outra base é colocado um aquecimento de modo a fornecer uma potência térmica que irá produzir um gradiente de temperatura ao longo da amostra. Por fim são utilizados dois termómetros para monitorizar as temperaturas das bases ou seja, das extremidades da amostra (Fig. 2.7).

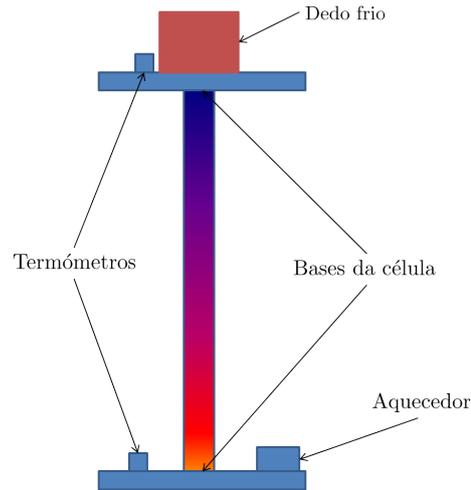


Figura 2.7: Esquema da montagem para medição da condutividade térmica.

Medindo ΔT , ou seja, a diferença de temperaturas entre as bases, \dot{Q} e as características geométricas da amostra, a condutividade térmica pode ser calculada (Eq. 2.26). Fazendo variar a temperatura da base e verificando que a diferença de temperatura se mantém pequena de maneira a que a condutividade térmica seja aproximadamente a mesma ao longo da amostra, pode ser obtida uma curva da condutividade térmica da amostra em função da temperatura para uma larga gama de temperaturas.

Na verdade com a montagem descrita acima, não se mede apenas a condutividade térmica do material, existe também a contribuição da resistência térmica de contacto (R_{contacto}) entre a amostra e as duas bases (Fig. 2.8).

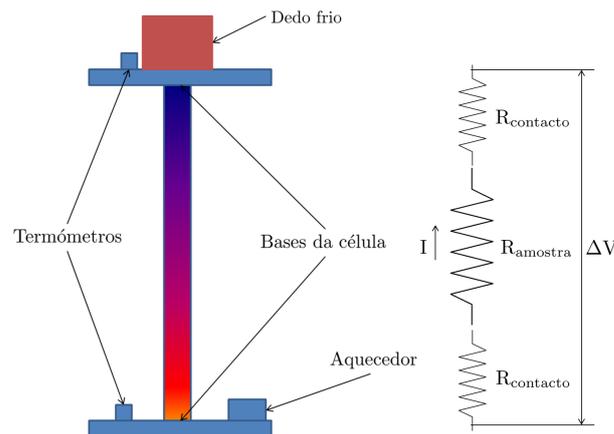


Figura 2.8: Esquema representativo da resistência de contacto (paralelismo com circuito eléctrico).

Quando se aplica uma potência numa das bases, a resistência de contacto provoca um $\Delta T_{\text{contacto}}$, proporcional à potência e à resistência de contacto (Eq. 2.27). Este $\Delta T_{\text{contacto}}$

pode ou não ser mensurável comparativamente ao $\Delta T_{\text{amostra}}$ provocado pela amostra.

$$\dot{Q} = k_{\text{amostra}} \cdot \frac{S}{L} \cdot \Delta T_{\text{amostra}} + \frac{2}{R_{\text{contacto}}} \cdot \Delta T_{\text{contacto}} \quad (2.27)$$

Nesta equação admite-se que a resistência de contacto é igual em ambas as bases.

Quando a amostra é má condutora, a sua resistência térmica é em geral muito superior às resistências de contacto podendo estas ser desprezadas. Para a medição da condutividade térmica de bons condutores, pode ser necessário ter em conta a resistência de contacto.

Nestes casos, para medir apenas a condutividade térmica da amostra, mede-se directamente a diferença de temperatura nesta, colocando os termómetros a uma distância L , sendo que o resto da montagem se mantém igual. Esta montagem corresponde ao método dos quatro pontos para a medição da condutividade eléctrica (Fig. 2.9).

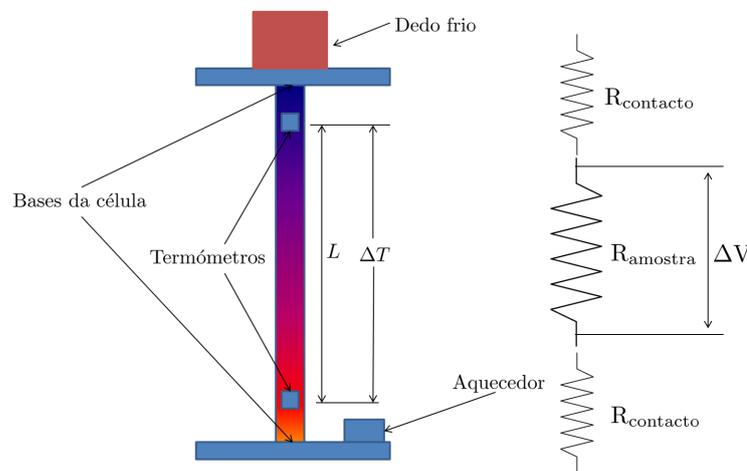


Figura 2.9: Esquema da montagem para medição da condutividade térmica de bons condutores a baixa temperatura (paralelismo com circuito eléctrico).

Um outro problema na medição da condutividade térmica é a incerteza que se obtém ao medir esta condutividade. Supondo uma incerteza desprezável sobre as dimensões da amostra e da potência térmica aplicada, esta incerteza é dada por:

$$\frac{dk}{k} = \frac{d\Delta T}{\Delta T} \quad (2.28)$$

Admitindo que o erro sobre as temperaturas quente e fria é o mesmo obtém-se:

$$d\Delta T = d(T_q - T_f) = dT_q + dT_f = 2 \cdot dT \quad (2.29)$$

Assim a incerteza associada à medição da condutividade térmica é dada por:

$$\frac{dk}{k} = 2 \cdot \frac{dT}{\Delta T} = 2 \frac{dT}{T} \frac{1}{\frac{\Delta T}{T}} \quad (2.30)$$

Como o ΔT medido será pequeno em relação à temperatura que se está a medir, é necessário ter termómetros com elevada precisão, principalmente porque a medição será

de diferença de temperatura, que só por si, duplica o erro na condutividade térmica (Eq. 2.30). Por exemplo para se obter um erro de 3% sobre a condutividade térmica (dk/k) com um $\Delta T/T = 3\%$, é necessário que $dT/T = 0.045\%$

É necessário ter em conta que existem dois outros mecanismos de transporte de calor, a convecção e condução pelo gás e radiação. Para diminuir ao máximo a convecção e condução pelo gás, as medições são efectuadas em vácuo, tipicamente a pressões inferiores a 10^{-5} mbar. Para minimizar as perdas por radiação é utilizado um escudo térmico para minimizar ao máximo a diferença de temperaturas entre a amostra e o que a rodeia. Caso estes mecanismos não sejam tidos em conta, a potência térmica aplicada será diferente da potência térmica que atravessa a amostra, visto que parte da potência é perdida nos restantes mecanismos. Deste modo torna-se difícil saber qual a potência térmica que percorre a amostra (\dot{Q}), resultando num erro no cálculo da condutividade térmica. Para além disto é necessário averiguar que os fios utilizados para as ligações eléctricas dos termómetros e aquecimento não introduzem um fluxo de calor paralelo ao que passa pela amostra, ou seja a resistência térmica dos fios tem de ser muito superior à resistência térmica da amostra.

2.2.2 Medidas eléctricas (Lei de Wiedemann–Franz)

Uma vez que para os metais o principal mediador da condutividade térmica são os electrões, existe uma relação muito simples entre as condutividades eléctrica e térmica.

Como demonstrado anteriormente:

$$k = \frac{1}{3} C \cdot v \cdot \lambda \quad (2.31)$$

Utilizando o modelo de *Drude* [5] para os electrões livres, a condutividade electrónica é dada por:

$$\sigma = \frac{n \cdot e^2 \cdot \tau}{m} \quad (2.32)$$

Com $\tau = \lambda/v$:

$$\sigma = \frac{n \cdot e^2 \cdot \lambda}{m \cdot v} \quad (2.33)$$

Assim a razão entre as condutividades é dada por:

$$\frac{k}{\sigma} = \frac{1}{3} \frac{C \cdot m \cdot v^2}{n \cdot e^2} \quad (2.34)$$

No quadro do modelo dos electrões livres, só os electrões à superfície de Fermi, de energia E_F ($\frac{1}{2} m \cdot v^2$), contribuem para o transporte:

$$\frac{k}{\sigma} = \frac{2}{3} \frac{C \cdot E_F}{n \cdot e^2} \quad (2.35)$$

Neste mesmo modelo, o calor específico para os electrões é dado por:

$$C_e = \frac{\pi^2 \cdot n \cdot k_B^2 \cdot T}{2 \cdot E_F} \quad (2.36)$$

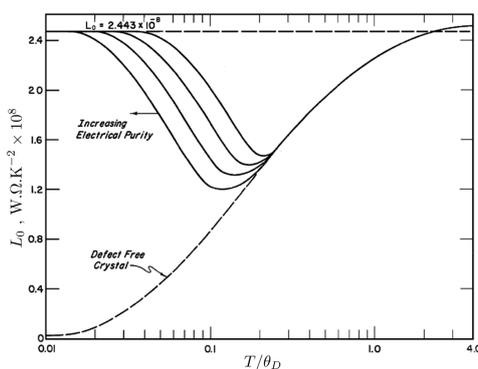
Por fim substituindo na equação 2.35 a equação 2.36, obtém-se a lei de Wiedemann – Franz:

$$\frac{k}{\sigma} = L_0 \cdot T \quad (2.37)$$

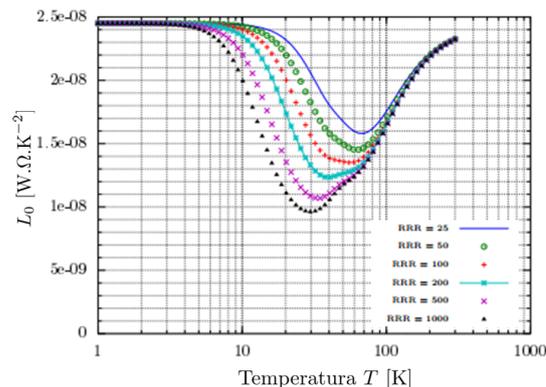
$$\text{com } L_0 = \frac{\pi^2}{3} \left(\frac{k_B}{e} \right)^2 \approx 2 \times 10^{-8} \text{ W} \cdot \Omega \cdot \text{K}^{-2}$$

É importante salientar que, segundo esta lei, o valor de L_0 (número de *Lorenz*) é uma constante independente do metal em questão. Experimentalmente observa-se que o valor de L_0 não é exatamente igual para todos os metais, variando ainda com a pureza destes, embora seja da mesma ordem de grandeza, e da ordem de grandeza do valor obtido teoricamente.

Em relação à verificação da lei, esta é válida para baixas temperaturas ($T \leq 10 \text{ K}$) e para temperaturas superiores à temperatura de *Debye*. Entre estes dois regimes o valor de L_0 é inferior ao valor nos restantes regimes e varia com a temperatura (Fig. 2.10a).



(a) Para metais de diferentes purezas e metais sem defeitos (adaptado de [3]).



(b) Para diferentes valores de pureza do cobre (adaptado de [6]).

Figura 2.10: Dependência do número de *Lorenz* (L_0) com a temperatura.

Desta lei surge uma maneira mais simples de medir a condutividade térmica, que a discutida em 2.2.1. Medindo a condutividade eléctrica do material para várias temperaturas, mede-se indirectamente a condutividade térmica da amostra em questão. Uma vez que as medidas de corrente e de diferença de potencial eléctricas são em geral muito mais precisas que as medidas de potência térmica e de diferença de temperaturas, esta técnica seria a ideal a utilizar.

Para o cobre o número de *Lorenz* a baixa temperatura varia entre $2.40 \times 10^{-8} \text{ W} \cdot \Omega \cdot \text{K}^{-2}$ e $2.50 \times 10^{-8} \text{ W} \cdot \Omega \cdot \text{K}^{-2}$ [7], para a temperatura ambiente $2.23 \times 10^{-8} \text{ W} \cdot \Omega \cdot \text{K}^{-2}$ [8]. Bastaria fazer uma medição à temperatura ambiente para confirmar este valor e a baixas

temperaturas bastaria fazer a medição da condutividade eléctrica. Infelizmente a temperatura de Debye do cobre é aproximadamente 345 K [9], colocando a gama de temperaturas de interesse (20 – 300 K) no regime em que o L_0 varia com a temperatura, como pode ser observado na figura 2.10b, tornando este método impossível de aplicar para este trabalho.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 Preparação

3.1.1 Dimensionamento da amostra de espuma de cobre

Por um lado, numa medição da condutividade térmica medindo uma diferença de temperatura (Eq. 2.26), é necessário ter uma diferença de temperatura muito superior à incerteza e ao ruído com o qual a temperatura é medida de modo a obter resultados viáveis. Por outro lado, se a diferença de temperatura for muito elevada ($\Delta T/T > 10\%$), a condutividade térmica pode deixar de ser constante ao longo da amostra conduzindo a resultados deturpados.

Apesar de o criostato referido na secção 1 não ter sido utilizado, a amostra foi dimensionada tendo em conta as características deste. Para que as medições comecem o mais perto de 77 K, convém que a potência aplicada seja reduzida. Uma estimativa desta potência não é fácil uma vez que *a priori* é difícil avaliar a resistência térmica cone - contra-cone (Fig. 5.2). Por outro lado, da experiência obtida no Laboratório de Criogenia sobre medidas de condutância térmica de interruptores térmicos, fixou-se uma diferença de temperatura de 3 a 77 K e uma potência de 1 W como valores razoáveis.

Utilizando o modelo descrito em 2.1.4, foram feitas algumas previsões para determinar a potência térmica necessária consoante as dimensões da amostra.

Assumiu-se uma porosidade de 50%, tortuosidade de 100%, temperatura na extremidade mais fria de 77 K e uma diferença de temperatura $\Delta T = 3$ K. Foi utilizada a condutividade térmica do cobre com RRR50 (RRR: *Residual-resistivity ratio*), uma vez que o método de produção da espuma não permite obter cobre de pureza elevada. Assume-se estes valores pois representam o pior dos casos, ou seja, onde a amostra conduz melhor.

As previsões da potência térmica para se obter uma diferença de temperatura de 3 K a 77 K encontram-se na tabela 3.1 em que S e L representam a secção real e o comprimento

da amostra de espuma de cobre. Para uma secção de 28.27 mm^2 (aproximadamente a secção da amostra), uma potência inferior a 1 W é suficiente se $L > 20 \text{ mm}$.

Tabela 3.1: Potência térmica em Watt em função da secção S e comprimento L da espuma de cobre com porosidade de 50% , tortuosidade de 100% , para uma temperatura de 77 K , $\Delta T = 3 \text{ K}$ e RRR50.

| $S[\text{mm}^2]/L[\text{mm}]$ | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 |
|-------------------------------|------|------|------|------|------|
| 12.6 | 0.47 | 0.38 | 0.32 | 0.27 | 0.24 |
| 19.6 | 0.74 | 0.59 | 0.49 | 0.42 | 0.37 |
| 28.3 | 1.07 | 0.85 | 0.71 | 0.61 | 0.53 |
| 38.5 | 1.45 | 1.16 | 0.97 | 0.83 | 0.73 |
| 50.3 | 1.89 | 1.52 | 1.26 | 1.08 | 0.95 |

Realizaram-se os mesmos cálculos agora para uma temperatura de 20 K (temperatura mínima do criorrefrigerador utilizado para as medições, mantendo $\Delta T = 3 \text{ K}$. Estes valores encontram-se na tabela 3.2.

Tabela 3.2: Potência térmica em Watt em função da secção S e comprimento L da espuma de cobre com porosidade de 50% , tortuosidade de 100% , para uma temperatura de 20 K , $\Delta T = 3 \text{ K}$ e RRR50.

| $S[\text{mm}^2]/L[\text{mm}]$ | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 |
|-------------------------------|------|------|------|------|------|
| 12.6 | 1.33 | 1.06 | 0.89 | 0.76 | 0.67 |
| 19.6 | 2.08 | 1.66 | 1.39 | 1.19 | 1.04 |
| 28.3 | 2.99 | 2.39 | 2.00 | 1.71 | 1.50 |
| 38.5 | 4.07 | 3.26 | 2.72 | 2.33 | 2.04 |
| 50.3 | 5.32 | 4.26 | 3.55 | 3.04 | 2.66 |

A potência frigorífica do criorrefrigerador sendo de 2 W a 20 K , uma amostra de $S = 28.3 \text{ mm}^2$ deverá ter um comprimento mínimo de 30 mm para se poder fazer uma medida a esta temperatura. Estes cálculos indicam que, com amostras de secção entre 25 e 30 mm^2 e comprimento de 30 mm as medições de condutividade poderão ser feitas em condições adequadas.

3.1.2 Termómetros

Para monitorizar as várias temperaturas foram utilizados termómetros do tipo díodo [10] e platinas Pt 100 Ω . Os díodos foram utilizados para medir as temperaturas das bases e do dedo frio do criorefrigerador, uma vez que podem ser apertados contra estes de modo a ficarem bem termalizados. As platinas foram utilizadas para medir a temperatura directamente nas amostras. Para tal, as platinas foram revestidas com stycast[®] em forma de cilindro (Fig. 3.1) de modo a ficarem bem termalizadas nos furos das amostras. O termómetro assim obtido tem um comprimento igual à largura da amostra e um diâmetro de 1.6 mm (que corresponde à largura das Pt 100 Ω).



Figura 3.1: Resistências Pt 100 Ω com (em cima) e sem (em baixo) stycast[®].

O verniz (castanho) que se observa entre as “patas” da resistência da figura 3.1 serve para evitar um curto-circuito entre estas.

3.1.2.1 Calibração

Como foi referido inicialmente, para se obter valores da condutividade térmica com boa precisão, é necessário que haja uma calibração prévia dos termómetros. Inicialmente foram calibradas duas resistências de platina Pt 100 Ω com stycast[®] e dois termómetros do tipo díodo. Posteriormente uma terceira platina teve de ser calibrada.

Montagem Na figura 3.2 pode ser observada a montagem experimental para a calibração das duas platinas. Estas foram calibradas a partir de um termómetro do tipo díodo. Para tal foi desenhada uma peça em cobre (Fig. 3.3) onde se pode inserir as duas platinas de modo a ficarem bem termalizadas entre elas. Esta peça foi aparafusada ao dedo frio do criorefrigerador, sendo o díodo aparafusado contra esta (Fig. 3.2). A peça em cobre contém ainda dois furos na parte superior de modo a que o ar não fique preso dentro dos furos das platinas quando estas são colocadas. Para garantir uma boa termalização, os buracos e as próprias platinas foram cobertos com gordura (*Apiezon*[®]), de modo a garantir um bom contacto térmico.

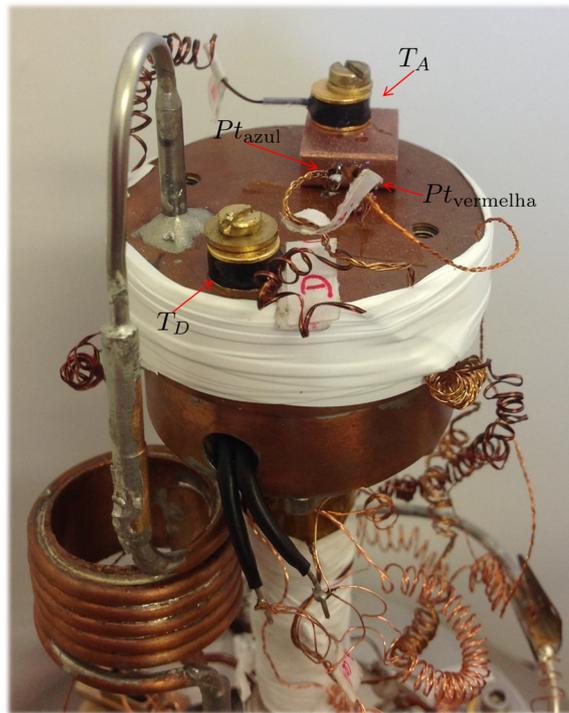


Figura 3.2: Montagem experimental para a calibração das resistências de platina.



Figura 3.3: Peça para calibração das resistências de platina.

A calibração foi feita estabilizando a temperatura do dedo frio para várias temperaturas, entre 10 e 260 K. Foi desenvolvido um programa em *LabVIEW*[®] de modo a tornar o processo totalmente automático. Este programa lê as resistências das platinas e dos dois díodos (T_A e T_D da figura 3.2), verifica a estabilidade do dedo frio e quando a estabilidade da temperatura é verificada, todos os dados são registados num ficheiro *excel* e a temperatura do dedo frio é alterada de modo a se obter o ponto seguinte, e assim sucessivamente. Para verificar a estabilidade, é calculada a derivada dT/dt da temperatura do dedo frio sob os últimos 30 pontos (≈ 1 min). A derivada é depois dividida pela temperatura para se obter uma percentagem da variação da temperatura. Para que a temperatura seja considerada estável, esta percentagem tem de ser inferior a um critério introduzido pelo utilizador, durante 40 s consecutivos. O critério utilizado para a calibração das platinas foi $0.1\% \text{ min}^{-1}$. Durante os 40 s que as temperaturas estão estáveis, são gravados dois valores

de temperatura e resistência num ficheiro *Excel*, para posteriormente serem utilizados para a calibração.

Para a calibração da terceira platina Pt 100 Ω não foi utilizada a peça de cobre (Fig. 3.3). Esta foi calibrada directamente na célula de medição da condutividade térmica. Assim, foi demonstrado que com as células preparadas, é possível calibrar os termómetros e fazer a medição da condutividade térmica, sem que seja necessário qualquer alteração na montagem experimental. Foi utilizado o mesmo programa de *LabVIEW*[®] e critério de estabilização.

Para calibrar os dois díodos, foram colocados um sobre o outro e aparafusados ao dedo frio. Foi utilizado o mesmo programa de *LabVIEW*[®] para medir a temperatura de ambos a várias temperaturas do dedo frio.

Resultados obtidos Por uma questão de organização, foram dados nomes às várias resistências. As duas platinas que foram inicialmente calibradas designam-se por Pt_{azul} e Pt_{vermelha} e a terceira por Pt_{verde}. Quanto aos díodos, o que monitoriza a temperatura do dedo frio designa-se por T_C e os dois díodos utilizados para as medições T_A e T_D. Na figura 3.2, o díodo T_D encontra-se directamente no dedo frio e o díodo T_A sobre a peça de cobre, ou seja o díodo sobre qual as resistências de platina foram calibradas.

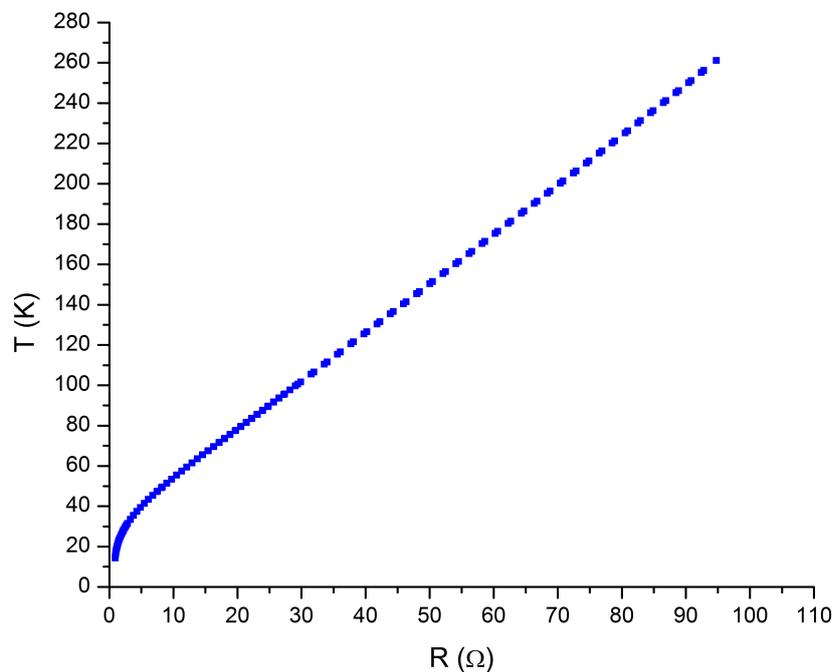


Figura 3.4: Pontos experimentais para calibração das resistências Pt 100 Ω .

Na figura 3.4, pode observar-se a curva típica da temperatura em função da resistência de uma resistência Pt 100 Ω . Para temperaturas altas (acima de 30 K) não se encontram

diferenças significativas entre as três platinas (Pt_{azul} , Pt_{vermelha} e Pt_{verde}), para baixas temperaturas isto já não se verifica (Fig. 3.5).

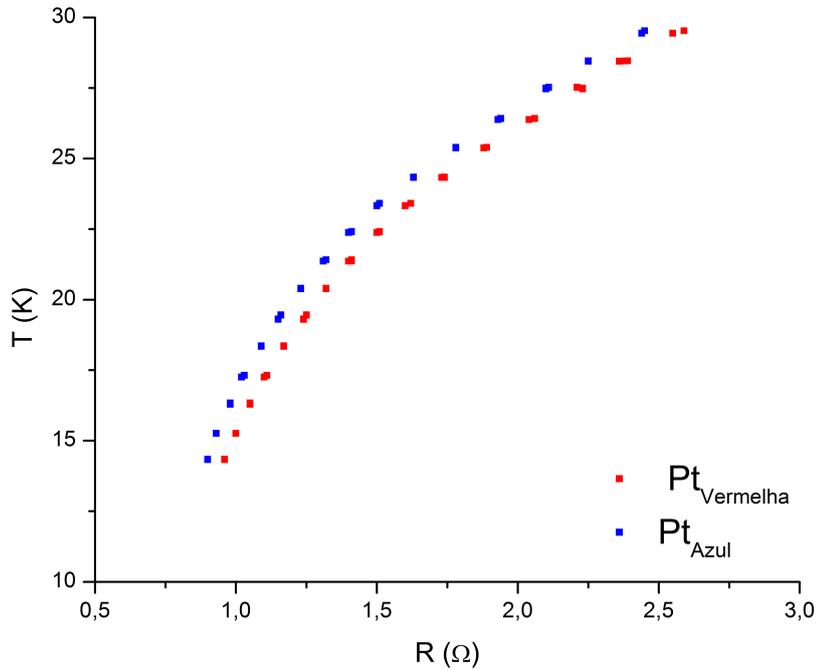


Figura 3.5: Pontos experimentais da calibração das resistências Pt_{azul} e Pt_{vermelha} a baixa temperatura.

Decidiu-se dividir a calibração de cada platina em três gamas de temperatura, de 10 a 40 K, de 30 a 100 K e de 90 a 260 K, de modo a obter um ajuste com uma incerteza reduzida sobre toda a gama de temperatura. As gamas sobrepõem-se de 10 K entre elas por uma questão de continuidade das interpolações. A equação para interpolação foi igual para as três gamas [11]:

$$T = A_0 + \frac{R(A_1 + R(A_2 + R(A_3 + A_4 \cdot R)))}{1 + R(A_5 + R(A_6 + A_7 \cdot R))} \quad (3.1)$$

Com esta interpolação foi conseguido um erro inferior a 0.25% na gama de 10 a 40 K, 0.10% na gama de 30 a 100 K e 0.12% na gama de 90 a 260 K. Os pontos experimentais são obtidos durante uma subida e descida de temperatura. A diferença entre os pontos obtidos na descida e subida da temperatura é a maior contribuição para o erro sobre a interpolação.

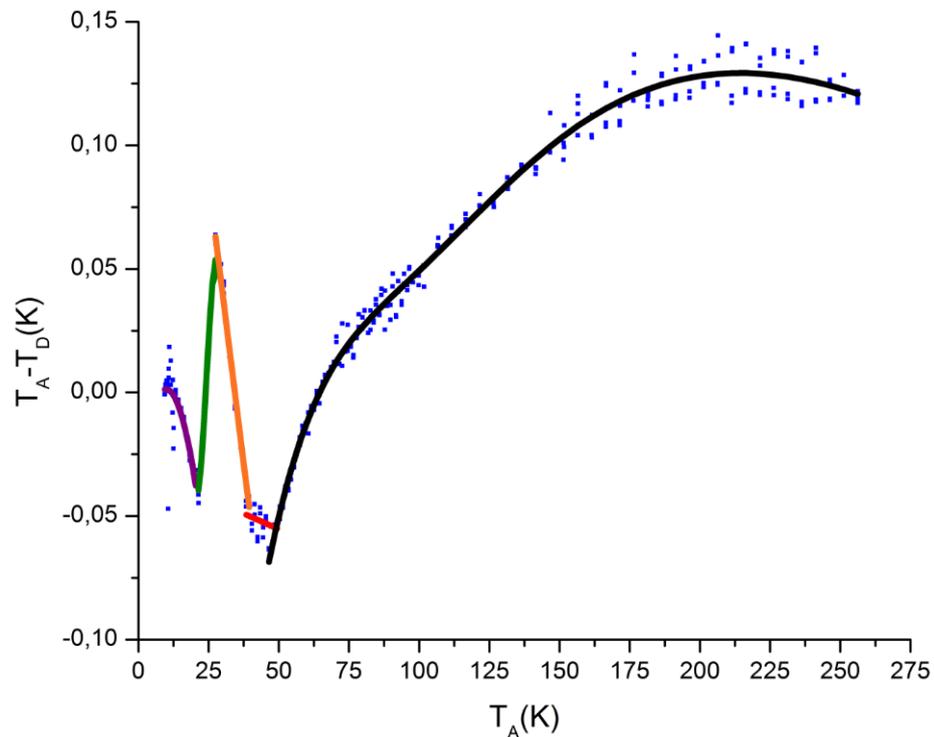


Figura 3.6: Pontos experimentais para calibração dos díodos T_A e T_D (pontos) e as interpolações utilizadas (linhas).

Na figura 3.6, pode-se observar a diferença de temperatura entre os díodos para várias temperaturas. Também para os díodos foi feita uma calibração com uma descida e uma subida de temperatura. Aparece neste gráfico uma anomalia importante na região dos 25 - 26 K que origina erros nas medições de condutividade térmica com os díodos. Para os díodos foi necessário um conjunto de cinco interpolações (linhas da figura 3.6), devido ao “mau comportamento” destes. Com as interpolações foi corrigida a temperatura do termómetro T_A de modo a que ambos indiquem a mesma temperatura.

3.1.3 Medição da porosidade das amostras de espuma de cobre

A empresa *Versarien* disponibilizou amostras com porosidade nominal de 50%, 60%, 70% e 80%. Uma vez que a porosidade é um parâmetro fulcral neste trabalho, decidiu-se confirmar o valor da mesma para as diferentes amostras.

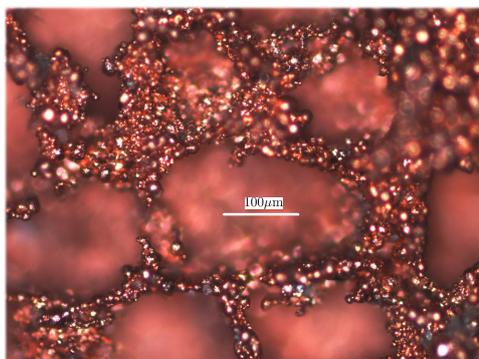


Figura 3.7: Face da amostra da espuma de cobre com uma porosidade de 80% (imagem obtida por microscópio óptico).

A percentagem de volume de cobre de uma amostra é igual a:

$$\frac{V_{\text{cobre}}}{V_{\text{amostra}}} = \frac{m_{\text{amostra}}}{\rho_{\text{cobre}} \cdot V_{\text{amostra}}} \quad (3.2)$$

A porosidade é por definição a percentagem de volume poroso (a parte que não é cobre) na amostra, ou seja:

$$P = 1 - \frac{m_{\text{amostra}}}{\rho_{\text{cobre}} \cdot V_{\text{amostra}}} \quad (3.3)$$

Para calcular a condutividade das amostras, é apenas necessário medir a massa e as dimensões destas. Na tabela 3.3 apresentam-se estas medições assim como a porosidade calculada para cada amostra.

Tabela 3.3: Medição da porosidade das amostras da espuma de cobre.

| Porosidade nominal % | preparação | massa g | volume cm ³ | porosidade medida % |
|-------------------------|-------------------------------|------------|---------------------------|------------------------|
| 50 | electroerosão | 2.83 | 1.07 | 70.6 |
| 50 | placa original | 23.28 | 9.65 | 73.1 |
| 60 | placa original | 45.49 | 17.56 | 71.1 |
| 70 | placa original | 59.35 | 19.58 | 66.2 |
| 80 | electroerosão | 6.88 | 1.85 | 58.5 |
| 80 | 2 ^a placa original | 71.83 | 19.39 | 58.7 |
| 80 | placa original | 45.56 | 10.98 | 53.7 |

Os valores obtidos são francamente diferentes dos indicados pela empresa *Versarien*. Foram feitas várias medições, com as amostras originais e com as amostras preparadas por electroerosão, sendo o resultado idêntico. As medições efectuadas apresentam um

erro absoluto máximo de $\approx 5\%$ provenientes da medição das dimensões das amostras. Este erro não explica a divergência no valor da porosidade e como será explicado mais à frente, os resultados obtidos parecem confirmar os valores de porosidade medidos.

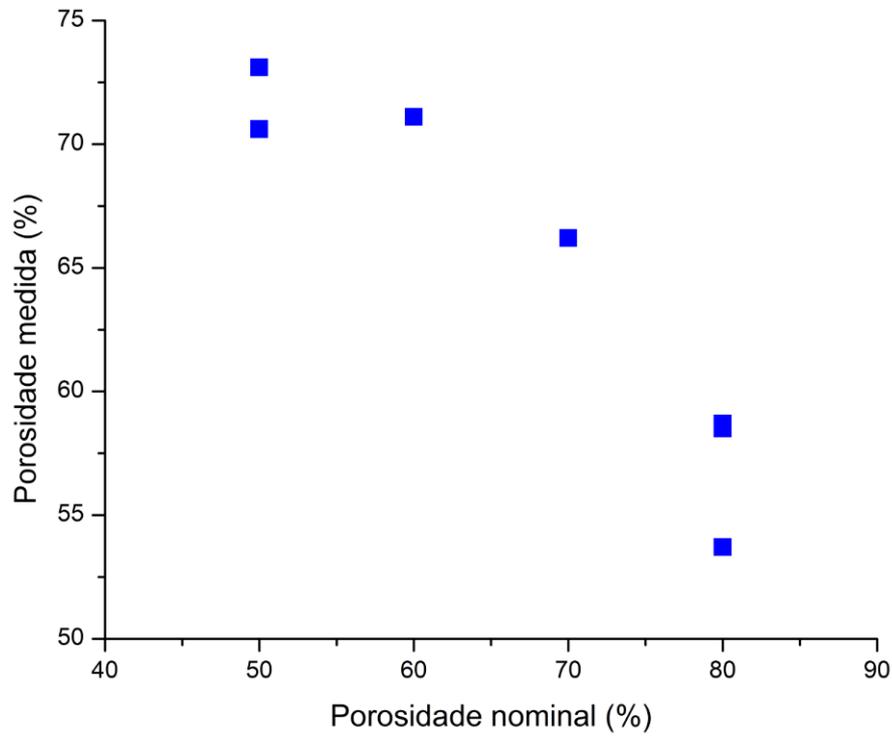
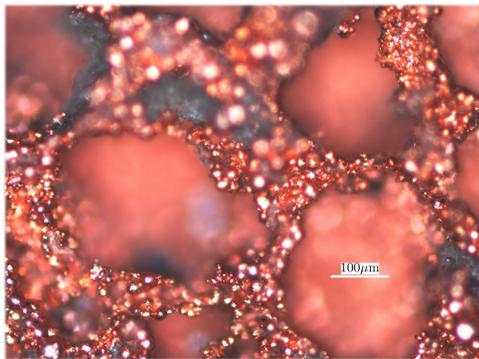


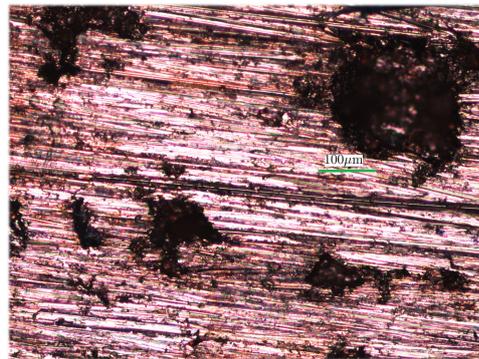
Figura 3.8: Comparação da porosidade medida com a porosidade indicada pela empresa *Versarien* (nominal).

Como se pode observar na figura 3.8, para além de se ter obtido valores muito diferentes dos originais, a tendência é também oposta, ou seja, a espuma de maior porosidade nominal apresenta menor porosidade e a que tem uma porosidade nominal menor apresenta maior porosidade. Até agora, a *Versarien* não explicou a razão desta discrepância.

3.1.4 Preparação das amostras



(a) Face original da amostra (imagem obtida por microscópio óptico).



(b) Face cortada por serra circular e polida (imagem obtida por microscópio óptico).

Figura 3.9: Amostra com 80% de porosidade.

Para poder fazer as medições de condutividade térmica da espuma de cobre, foi primeiro necessário preparar amostras, já dimensionadas em 3.1.1, com as diferentes porosidades. Sendo os poros de tamanho muito reduzido ($\approx 500 \mu\text{m}$) e as amostras muito porosas, estas não podem ser cortadas com qualquer serra. Fez-se um primeiro ensaio com uma serra de diamante circular, para uma amostra com 80% de porosidade. Não se obteve uma amostra com a geometria desejada e era visível que na face cortada os poros estavam obstruídos. Poliu-se esta face com lixas de diferentes grãos, começando com um tamanho de grão maior e gradualmente reduzindo o tamanho (Fig. 3.9b).

Não se tendo conseguido obter amostras com um aspecto satisfatório, recorreu-se à electroerosão. Uma vez que com esta técnica a matéria vai sendo lentamente arrancada sem contacto físico, os poros não ficam obstruídos e a amostra não se desfaz. Recorreu-se ao Instituto Politécnico de Setúbal, que se disponibilizaram para cortar as amostras. Foi cortada uma amostra de cada porosidade, ficando estas com o aspecto desejado.

As amostras foram cortadas de forma a obter um paralelepípedo de comprimento entre 30 a 50 mm e de secção aproximadamente quadrada de aresta entre 4 e 7 mm.

Foi ainda feita uma amostra de controlo em cobre maciço para testar o sistema com um material conhecido (Fig. 3.10).

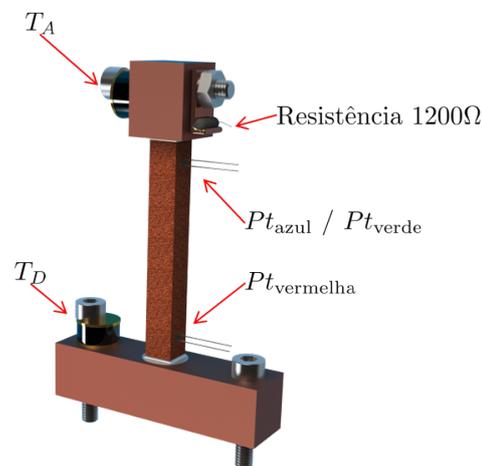


Figura 3.10: Amostra de cobre de controlo onde são visíveis os furos para alojar as resistências Pt 100 Ω .

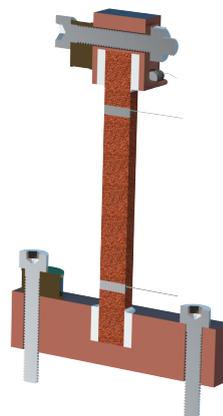
3.2 Montagem experimental

3.2.1 Célula

Como foi referido na secção 2.2.1, para que se possa medir a condutividade térmica da amostra é preciso construir uma célula, sendo esta constituída por duas bases (desenhos técnicos no anexo 9) e a amostra. Uma vez que a amostra apresenta uma condutividade térmica elevada, é necessário averiguar se a resistência de contacto entre esta e as bases é ou não desprezável. Foi medida a temperatura não só nas bases como na própria amostra, como foi referido na secção 3.1.2 (Fig. 3.11a). Na base que se encontra na extremidade superior da amostra foi colocada uma resistência de $1200\ \Omega$ de modo a aplicar uma potência controlada na amostra (Fig. 3.11a). Foram feitos dois furos passantes na amostra, com um diâmetro de 1.6 mm espaçados de 30 mm, de modo a colocar as platinas (Fig. 3.11b).



(a) Vista normal.



(b) Vista de corte.

Figura 3.11: Célula para medição da condutividade térmica (desenhado em *SOLIDWORKS*[®]).

De modo a reduzir a resistência de contacto entre a amostra e as bases, a amostra foi soldada a estas. As bases foram aquecidas com uma placa de aquecimento, foi derretida solda (Sn₆₀Pb40 *Cored flux* com temperatura de fusão de 180 °C) nos furos até meia altura onde se pretendia colocar a amostra. Colocou-se então a amostra, de modo a que a solda penetrasse nesta e preenchesse os poros. Foi colocada mais solda até que esta enchesse completamente os furos (Fig. 3.11b). Foram feitos vários ensaios para averiguar se a solda penetrava na amostra e até que altura o fazia. Em todos os ensaios a solda dentro da amostra subiu aproximadamente até à altura do furo.

Tabela 3.4: Dimensões das amostras.

| Porosidade nominal % | preparação | Secção mm ² | L _{Platinas} mm | L _{Díodos} mm |
|-------------------------|------------|---------------------------|-----------------------------|---------------------------|
| 50 | (electro) | 21.50 | 22.00 | 30.50 |
| 60 | (electro) | 27.04 | 28.70 | 40.60 |
| 70 | (electro) | 32.10 | 31.00 | 45.80 |
| 80 | (electro) | 44.35 | 31.10 | 44.35 |
| 80 | (serra) | 31.88 | 30.00 | 47.00 |
| 0 | (controlo) | 3.43 | 25.10 | 40.50 |

Na tabela 3.4, estão representadas para todas as amostras as dimensões necessárias para o cálculo da condutividade térmica. A coluna da preparação corresponde ao método com o qual se preparou as amostras, sendo (electro) electroerosão, (serra) a serra de disco previamente mencionada e (controlo) a peça de cobre maciço já referida, que foi feita na oficina do departamento de Física da Faculdade de Ciências e Tecnologias da UNL. L_{Platinas} e L_{Díodos} são respectivamente a distância entre as resistências de platina e a distância entre os díodos.

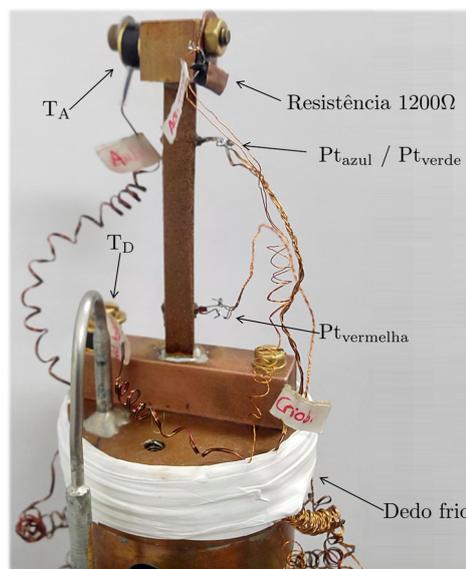


Figura 3.12: Montagem experimental da amostra com porosidade de 80% cortada com serra de disco.

3.2.2 Medições

Para realizar as medições foi utilizado um criorefrigerador de 2 W @ 20 K (Fig. 3.13).

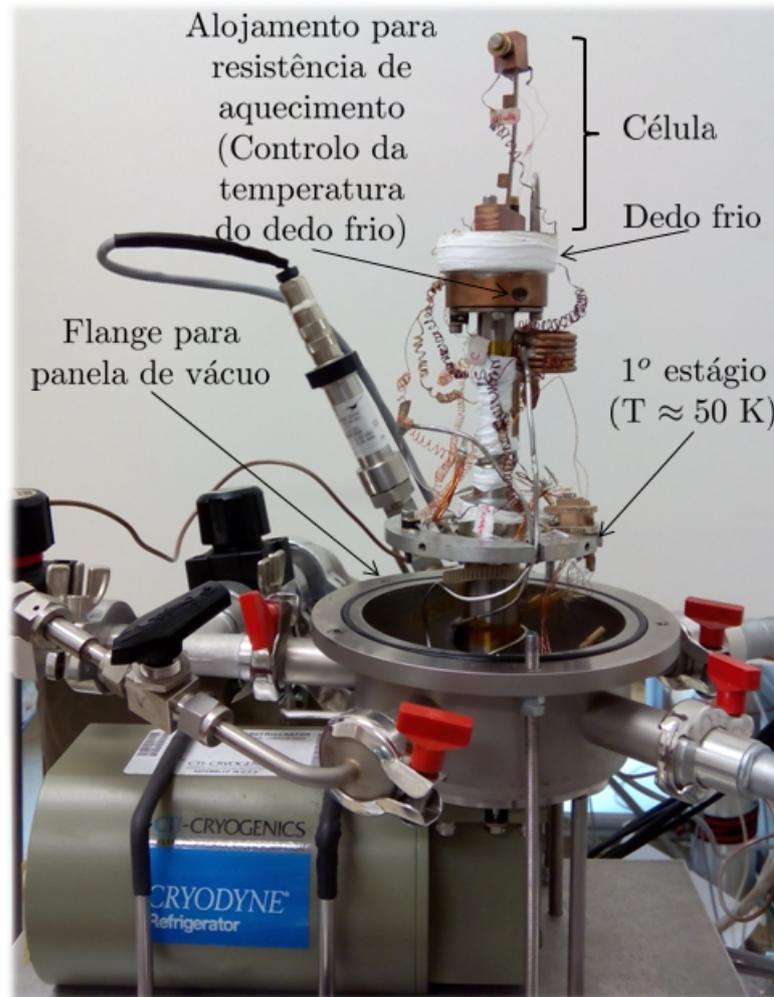


Figura 3.13: Criorrefrigerador com célula de controlo (montagem experimental).

Tal como para as calibrações dos termómetros, para a medição da condutividade térmica das amostras foi desenvolvido um programa em *LabVIEW*[®] de modo a que todo o processo seja automático.

O programa monitoriza as temperaturas do dedo frio do criorefrigerador (T_C), a temperatura da base inferior (T_D) e superior (T_A) da amostra e a temperatura da platina inferior (Pt_{vermelha}) e superior (Pt_{azul} ou Pt_{verde}). A medição é iniciada escolhendo um valor da temperatura mínima para a qual se quer medir a condutividade térmica. O próximo passo é deixar que a espuma estabilize a esta temperatura. O critério de estabilização é aplicado apenas ao diódo T_A uma vez que demora mais tempo a estabilizar que os restantes termómetros, pois encontra-se na extremidade da amostra mais afastada do dedo frio. É calculada a derivada sobre os últimos 30 pontos (≈ 1 min) de T_A , sendo esta dividida pela temperatura, este valor representa a percentagem da variação da

temperatura ($\% \text{ min}^{-1}$). Para que a temperatura seja considerada estável, este valor tem de ser inferior a $0.02\% \text{ min}^{-1}$ (foram experimentados critérios mais exigentes, como $0.005\% \text{ min}^{-1}$, sendo o resultado o mesmo). Quando o sistema é considerado estável, o ponto a potência nula é guardado e é aplicada uma potência térmica na amostra (Fig. 3.14).

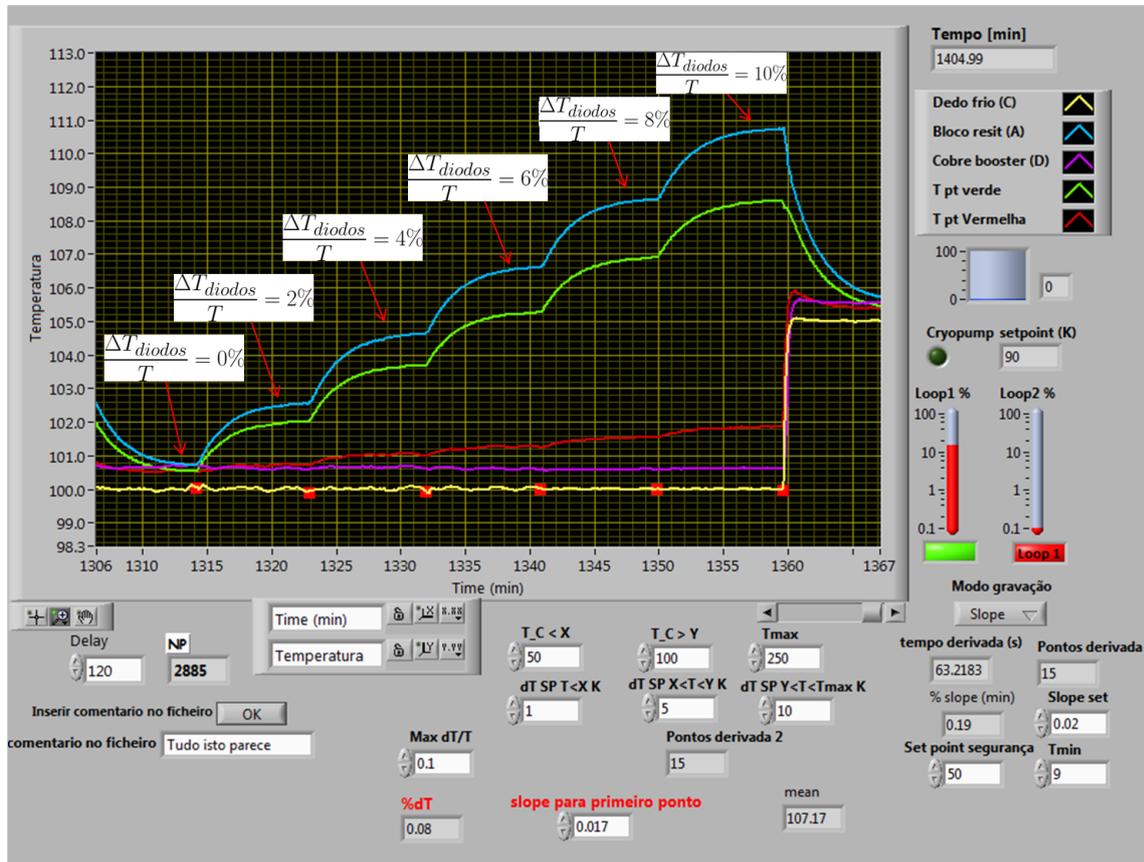


Figura 3.14: Interface gráfica do programa LabVIEW®.

A resistência térmica é por definição $d\Delta T / d\dot{Q}$, então, para cada temperatura aplicaram-se diferentes potências, medindo a diferença de temperaturas para cada uma delas. O declive da regressão linear ΔT VS \dot{Q} corresponde à resistência térmica (Fig. 3.15).

Para que a condutividade térmica calculada tenha uma incerteza associada reduzida, a condutividade térmica para cada temperatura foi calculada utilizando seis potências diferentes. Considerou-se que sob um $\Delta T_{\text{diodos}} / T = 10\%$ (com $\Delta T_{\text{diodos}} = T_A - T_D$), a condutividade térmica da amostra não iria variar significativamente. Assim para cada temperatura aplicam-se potências de modo a obter um $\Delta T_{\text{diodos}} / T$ de 0% , 2% , 4% , 6% , 8% e 10% (Fig. 3.14 e 3.15). O cálculo destas potências é feito com base na resistência térmica obtida no ponto anterior (para o primeiro ponto este valor é dado ao programa).

Para cada potência, quando o sistema está estável, é calculado para cada termómetro a média das temperaturas do último minuto (tempo sobre o qual a derivada é feita), estes pontos são depois utilizados para calcular a condutividade térmica da espuma. Estes pontos podem ser visualizados num outro gráfico do programa, onde se monitoriza, a

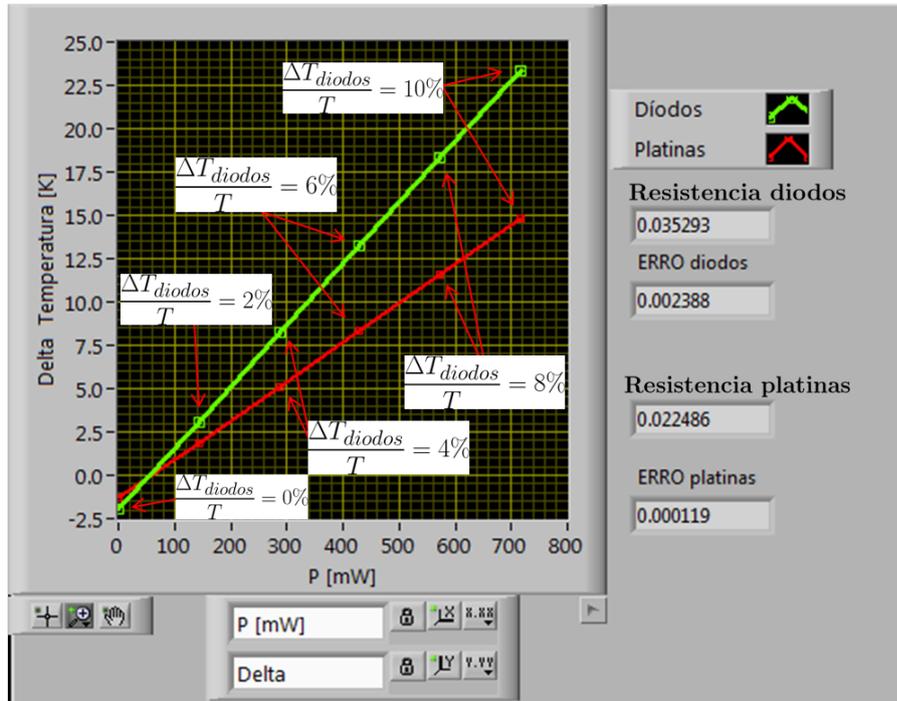


Figura 3.15: Gráfico do *LabVIEW*[®] ΔT VS \dot{Q} .

diferença de temperaturas entre as platinas e a diferença de temperaturas entre os díodos para as várias potências aplicadas, a resistência térmica à temperatura em questão e a incerteza associada (3.15).

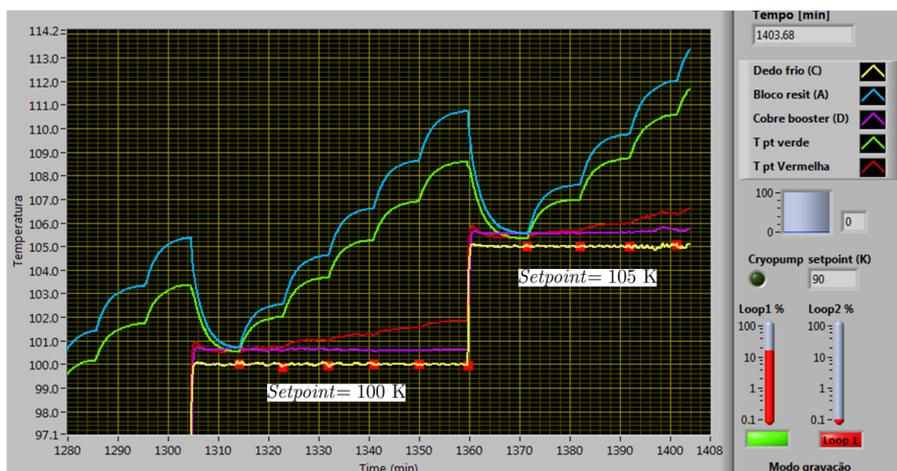


Figura 3.16: Gráfico do *LabVIEW*[®] mostrando os vários pontos para o cálculo da condutividade térmica a temperaturas diferentes.

Quando $\Delta T_{\text{diodos}}/T = 10\%$ que corresponde a $\Delta T_{\text{platins}}/T = 6\%$, a potência aplicada à amostra é cortada, e passa-se ao próximo *setpoint* (Fig. 3.16).

Num terceiro gráfico, à medida que os valores são obtidos, observa-se a resistência térmica da amostra entre os díodos e as platinas para as várias temperaturas (Fig. 3.17).

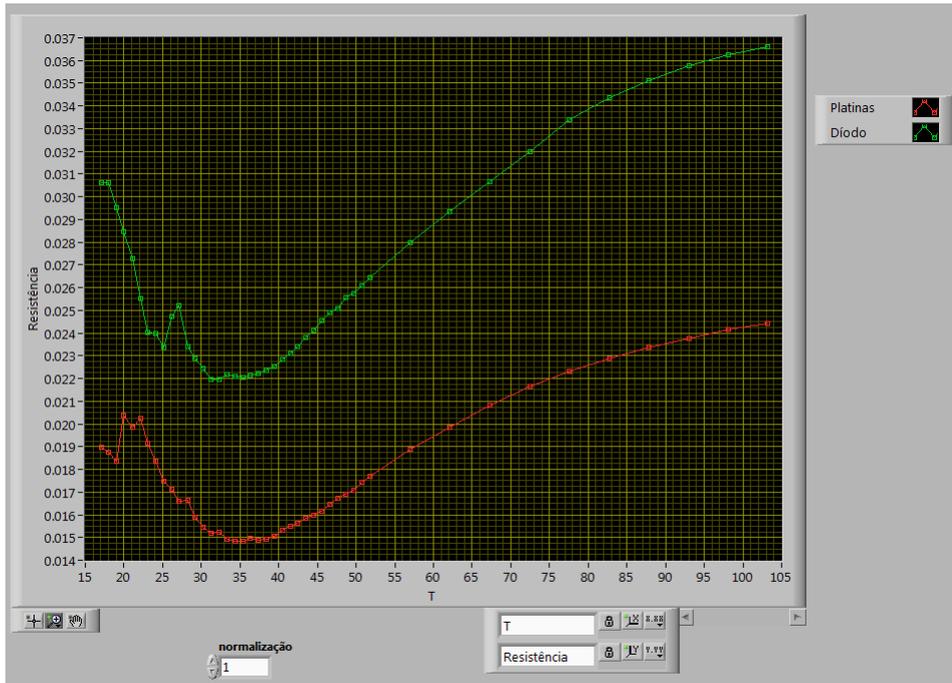


Figura 3.17: Gráfico da resistência térmica da espuma de cobre.

Este programa mostrou ser funcional e permitir que um conjunto de medidas da condutividade térmica com sessenta pontos possa ser obtido em aproximadamente quarenta horas sem intervenção humana.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Resultados criorrefrigerador

4.1.1 Condutividade térmica da peça de cobre maciço (controlo)

Em primeiro lugar verificou-se se a resistência de contacto entre a amostra e as bases é ou não desprezável. Como foi referido anteriormente a condutividade térmica foi calculada com base na diferença de temperatura entre os díodos e entre as platinas (Fig. 3.15 e 3.12).

Por outro lado:

$$R(T)_{\text{dio}} = R(T)_{\text{amostra}} + 2 \cdot R(T)_{\text{contacto}} \quad (4.1)$$

$$R(T)_{\text{pt}} = R(T)_{\text{amostra}} \quad (4.2)$$

$$\frac{R(T)_{\text{dio}}}{R(T)_{\text{pt}}} = 1 + \frac{2 \cdot R(T)_{\text{contacto}}}{R(T)_{\text{amostra}}} \quad (4.3)$$

Se a resistência térmica de contacto ($R(T)_{\text{contacto}}$) for muito inferior à resistência térmica da amostra ($R(T)_{\text{amostra}}$):

$$\frac{R(T)_{\text{dio}}}{R(T)_{\text{pt}}} = \frac{k(T)_{\text{pt}}}{k(T)_{\text{dio}}} \frac{S_{\text{pt}}}{L_{\text{pt}}} \frac{L_{\text{dio}}}{S_{\text{dio}}} = \frac{S_{\text{pt}}}{L_{\text{pt}}} \frac{L_{\text{dio}}}{S_{\text{dio}}} = \text{Constante} \quad (4.4)$$

Caso contrário não existe uma proporcionalidade entre a condutividade térmica calculada pela diferença de temperatura entre os díodos e entre as platinas.

A constante da equação 4.4 depende unicamente das características geométricas da amostra e pode ser calculada *a priori*.

Na figura 4.1 está representada a condutividade térmica da peça de cobre de controlo, calculada pelas platinas e pelos díodos, para várias temperaturas. Foi preciso corrigir o

valor da constante (Eq. 4.4) de 5% de modo a que as duas curvas se sobreponham. Com isto demonstra-se que a resistência de contacto entre a amostra e as bases da célula é desprezável, uma vez que se consegue sobrepor as duas curvas. O factor de 5% deve-se à incerteza sobre as dimensões da amostra.

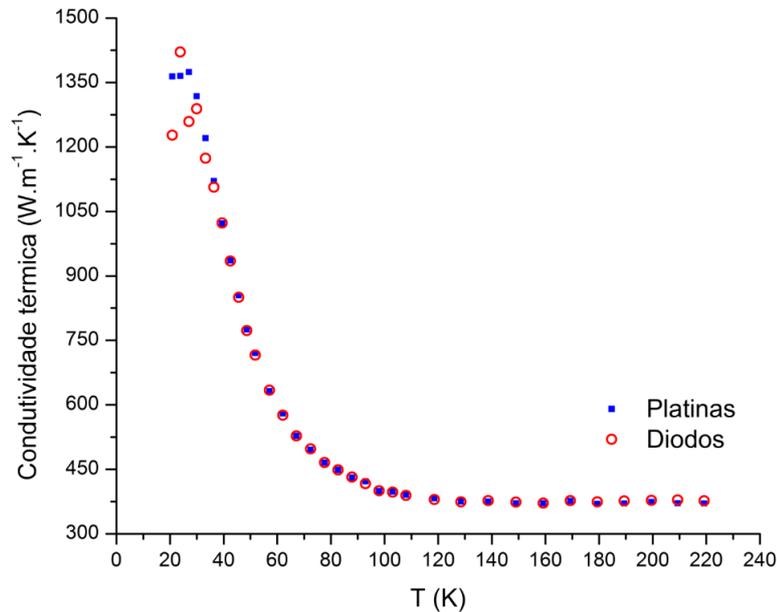


Figura 4.1: Condutividade térmica do cobre medida com a amostra de controlo.

Para temperaturas baixas as duas condutividades deixam de se sobrepor, isto pode deve-se ao facto de as platinas terem uma sensibilidade muito reduzida para estas temperaturas. De qualquer maneira, não se pode dizer com certeza, que para baixas temperaturas a resistência de contacto seja desprezável. Assim resolveu-se utilizar as platinas para medir a condutividade térmica das espumas, até porque a distância entre os diodos apresenta um erro maior que a distância entre as platinas, uma vez que não se pode ter a certeza da altura da solda dentro da espuma.

Na figura 4.2, pode observar-se os resultados de vários ensaios para a determinação da condutividade térmica através das platinas. Estes ensaios mostram que a técnica utilizada apresenta uma grande reprodutibilidade. Pode ainda comparar-se o valor obtido com o valor tabelado para dois graus de pureza diferentes (RRR30 [12] e RRR50 [13]). A curva obtida encontra-se muito próxima da curva tabelada RRR50 [13] como era de esperar uma vez que o cobre RRR50 corresponde aproximadamente ao cobre ETP (cobre normal de venda), a discrepância provavelmente deve-se a um erro na medição das dimensões da amostra.

Por exemplo, corrigindo de 8% a razão S/L , os resultados experimentais sobrepõem-se perfeitamente com a curva tabelada do cobre RRR50 [13] (Fig. 4.3).

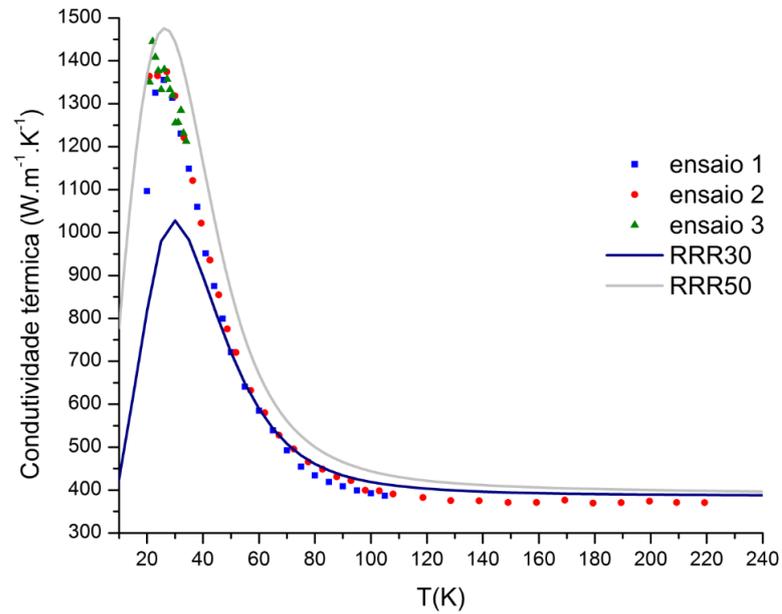


Figura 4.2: Condutividade térmica do cobre para vários ensaios (pontos) e curva teórica para diferentes graus de pureza (linha).

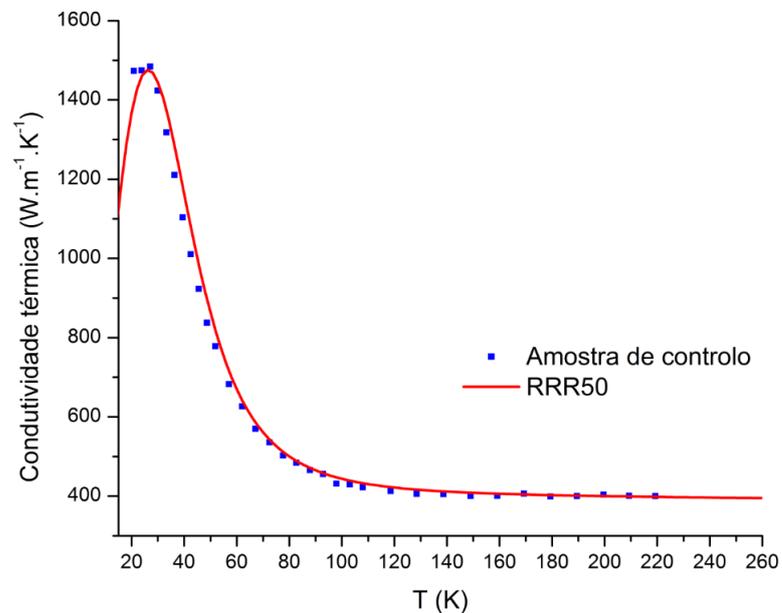


Figura 4.3: Condutividade térmica da amostra de controle (pontos) e curva tabelada do cobre RRR50 [13].

4.1.2 Condutividade térmica da amostra com 58% de porosidade

Para a amostra de porosidade 58%, foi verificado se a resistência de contacto era desprezável. Utilizando o mesmo método descrito acima obteve-se a mesma conclusão.

Na figura 4.4 está representada a condutividade térmica da espuma com 58% de porosidade, calculada pelas platinas. Como foi referido na secção 3.1.4, foram preparadas duas amostras por vias diferentes, uma através de serra circular e outra por electroerosão. Pode observar-se no gráfico 4.4 que os resultados obtidos são muito parecidos, a diferença deve-se provavelmente a um erro na medição das dimensões da amostra preparada através da serra eléctrica, uma vez que esta não apresenta uma forma regular. De qualquer forma, apesar do aspecto da face da amostra após ter sido cortada e lixada, parece não ter alterado a condutividade térmica da amostra.

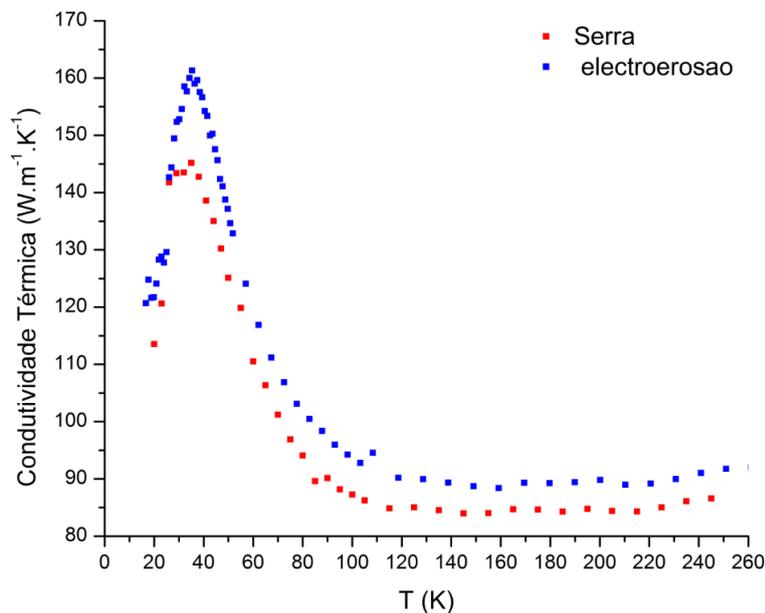


Figura 4.4: Condutividade térmica da espuma de cobre com porosidade de 58% para uma amostra cortada por electroerosão e outra cortada por serra de disco.

4.1.3 Condutividade térmica das espumas

Na figura 4.5 está representada a condutância térmica medida, utilizando a diferença de temperatura entre as platinas, das várias amostras. Verifica-se que a condutância da amostra de controlo cobre praticamente todas as gamas de condutância das espumas, validando assim os resultados obtidos, uma vez que se concluiu que a amostra de controlo se encontra de acordo com o previsto, com um erro máximo de $\approx 8\%$.

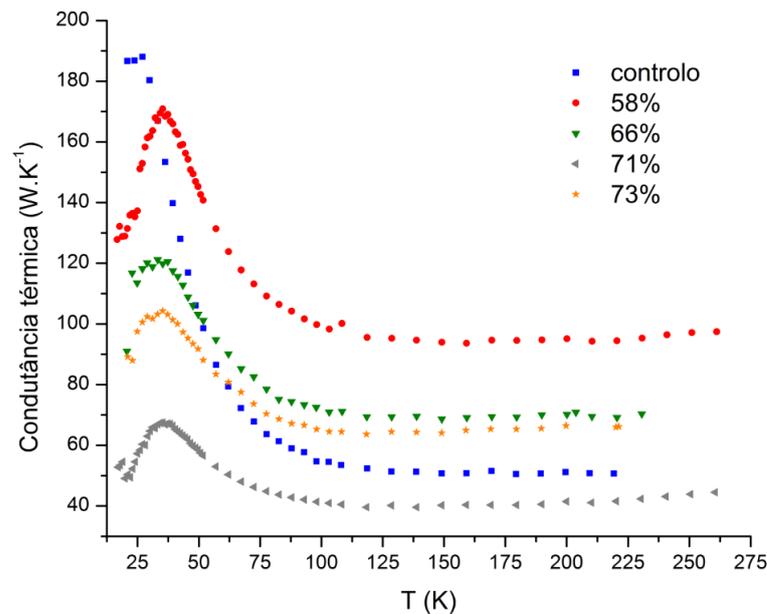


Figura 4.5: Condutância térmica das espumas de cobre com porosidade de 73%, 71% e 66% e da amostra de controlo.

Através dos resultados obtidos e com as dimensões das amostras calculou-se a condutividade térmica das diferentes espumas (Fig. 4.6). Pelas razões já apresentadas, a condutividade térmica foi calculada “pelas platinas”.

Para todas as espumas foram feitos vários ensaios, onde sempre se verificou que os resultados apresentam uma reprodutibilidade muito elevada. Seria de esperar que a condutividade térmica fosse maior quanto menor a porosidade, uma vez que existe mais material para conduzir o calor 2.1.4. Observa-se na figura 4.6 que os resultados obtidos estão de acordo com este raciocínio, em contrapartida utilizando a porosidade indicada pela *Versarien* obteríamos exactamente o oposto, sendo este um bom indicador de que a porosidade indicada está incorrecta.

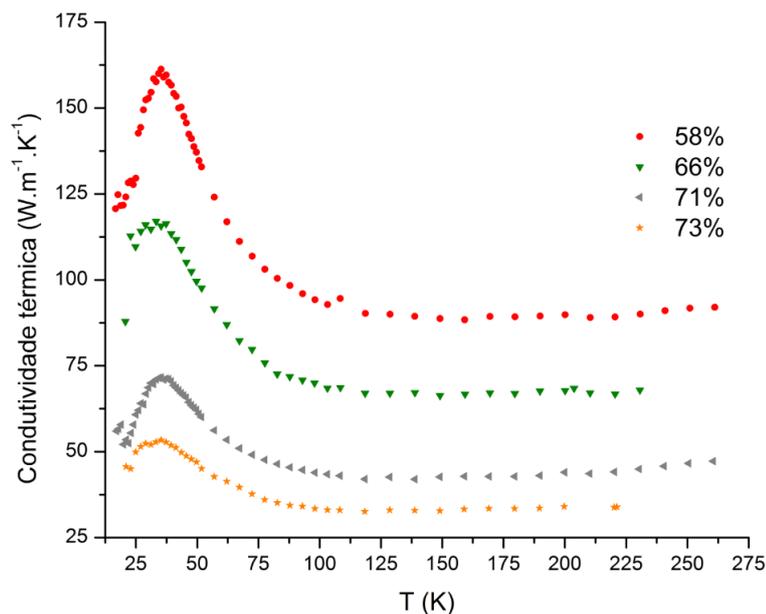


Figura 4.6: Condutividade térmica das espumas de cobre com porosidade de 58%, 66%, 71% e 73%.

4.2 Análise

4.2.1 Tortuosidade

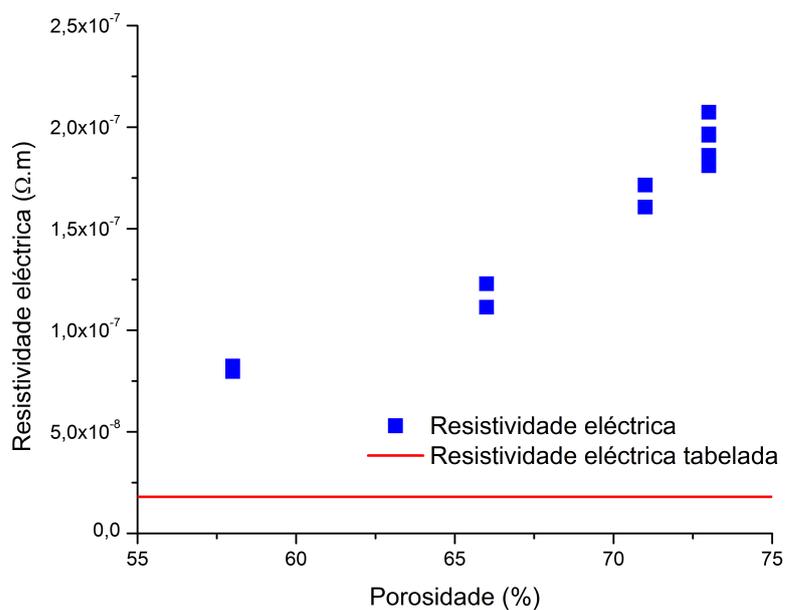
Como foi demonstrado na secção 2.2.2 a condutividade térmica da espuma não pode ser determinada por medidas eléctricas uma vez que o L_0 varia na gama de temperaturas para a qual a condutividade térmica foi medida. Contudo, para temperaturas próximas da temperatura ambiente, o valor do L_0 é conhecido. Como esta constante é independente da tortuosidade e porosidade, obter a partir das medições feitas sobre a espuma o valor de L_0 esperado seria um bom indicador da qualidade das medições.

Mediu-se então a resistividade eléctrica (Fig. 4.7a) das várias amostras. Esta medida foi efectuada à temperatura ambiente utilizando o método dos quatro pontos injectando uma corrente contínua.

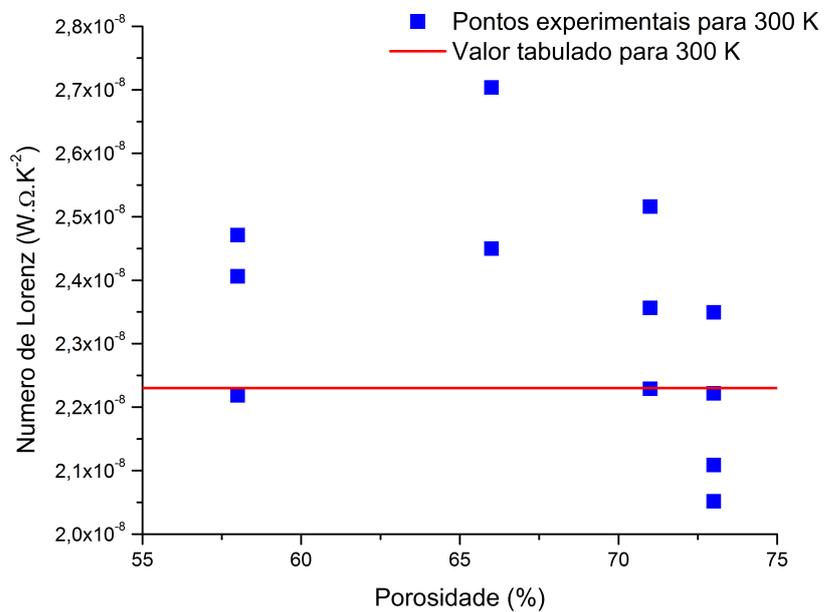
Como seria de esperar, tal como na condutividade térmica, a resistividade eléctrica aumenta com a porosidade, mais uma vez isto acontece apenas se a porosidade real for a medida e não a indicada pela *Versarien*. Os valores obtidos são naturalmente maiores que para o cobre, uma vez que se tratam de espumas.

Utilizando estes valores e os valores de condutividade térmica extrapolada a 300 K, obteve-se o número de *Lorenz* para as diferentes amostras (Fig. 4.7b).

Como foi referido na secção 2.2.2, o valor do número de *Lorenz* para o cobre à temperatura ambiente é $2.23 \times 10^{-8} \text{ W} \cdot \Omega \cdot \text{K}^{-2}$. Os valores obtidos encontram-se próximos deste valor, podendo assim validar-se os resultados obtidos para a condutividade térmica.



(a) Resistividade eléctrica teórica do cobre (linha) e das espumas (pontos).



(b) Número de *Lorenz* obtido para as várias espumas (pontos) e valor teórico para o cobre (linha).

Figura 4.7: Cálculo do número de *Lorenz* através das diferentes amostras.

Por fim, com o propósito de calcular o valor da tortuosidade para as diferentes amostras, normalizou-se as curvas da condutividade térmica das diferentes espumas com a condutividade térmica da amostra de controle. Esta sobreposição não acontece para toda a gama de temperaturas uma vez que para baixas temperaturas é necessário ter em conta também a pureza. Faz-se então a sobreposição apenas para as altas temperaturas (260 K), onde a pureza não entra em jogo (Fig. 4.8).

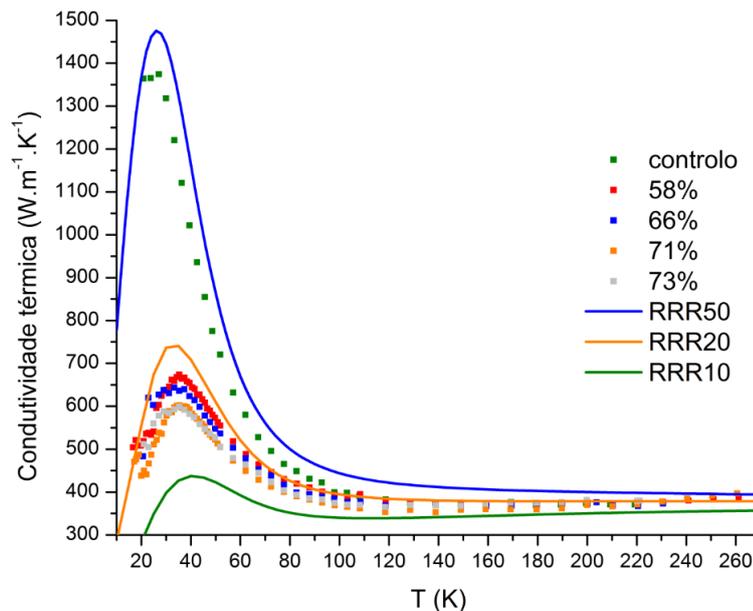


Figura 4.8: Condutividade térmica da amostra de controle e do cobre maciço equivalente das espumas de cobre com porosidade de 58%, 66%, 71% e 73% (pontos). Curvas de condutividade térmica teóricas do cobre para diferentes graus de pureza (linha).

O factor de normalização corresponde ao produto $(1 - P) \times t$ (Eq. 2.21). Uma vez que o valor da porosidade foi medido para as diferentes espumas, pode-se agora obter o valor da tortuosidade (Fig. 4.9). Como indicado na equação 2.22 o mesmo pode ser feito utilizando a condutividade eléctrica (Fig. 4.9).

Em primeiro lugar, pode constatar-se que os valores obtidos para a tortuosidade por condutividade eléctrica e térmica se encontram bastante próximos para as diferentes espumas. A discrepância deve-se, mais uma vez, à incerteza associada à medição das dimensões das amostras. Uma vez que os valores de tortuosidade calculados por condutividade térmica são independentes dos valores calculados por condutividade eléctrica, demonstra-se mais uma vez que as medições estão a ser feitas correctamente. Como foi referido na secção 4.1.3, segundo os dois modelos apresentados, a tortuosidade varia entre 33% e 100% e quando o número de poros aumenta a tortuosidade diminui. Uma vez que os poros das espumas têm aproximadamente o mesmo tamanho, quando a porosidade aumenta, o número de poros aumenta também.

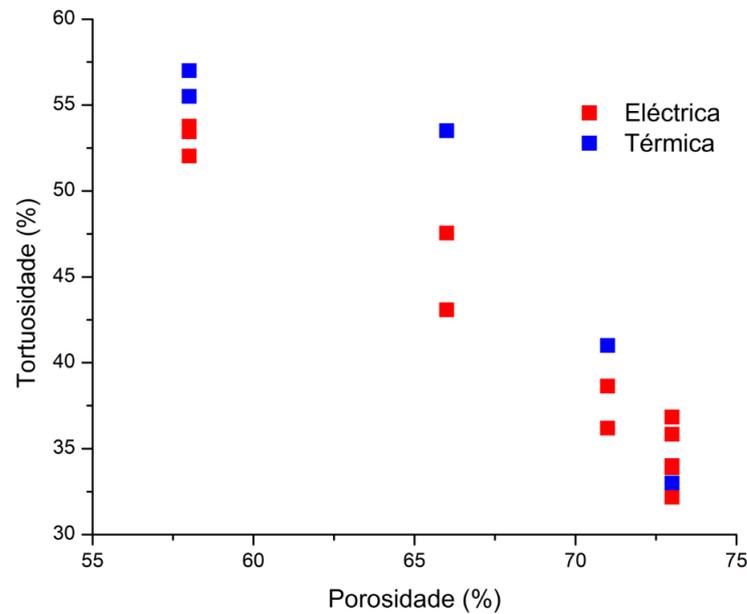


Figura 4.9: Tortuosidade das várias amostras calculadas através da condutividade térmica e condutividade eléctrica.

Os valores obtidos, tanto por condutividade eléctrica como por condutividade térmica, encontram-se de acordo com estes modelos. Foi feita a mesma análise utilizando a porosidade indicada pela *Versarien*, obtendo-se para algumas amostras uma tortuosidade superior a 100%, invalidando estes valores de porosidade. Não pode ser feita uma análise mais profunda uma vez que não existe uma grande variação dos valores de porosidade. Teria sido muito interessante avaliar a variação da tortuosidade com o tamanho dos poros.

Na tabela 4.1 pode observar-se os vários resultados obtidos para as diferentes amostras.

Tabela 4.1: Caracterização das amostras.

| Porosidade % | k (260 K) $\text{W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ | σ (260 K) $\times 10^{-7} \Omega.\text{m}$ | L_0 $\times 10^{-8} \text{W}.\Omega.\text{K}^{-2}$ | $(1 - P) \times t$ | t (por $k(t)$) % |
|-----------------|---|--|---|--------------------|------------------------|
| 73 | 34.0 | 1.96 | 2.22 | 0.0891 | 33 |
| 73 | 34.0 | 1.81 | 2.05 | 0.0891 | 33 |
| 73 | 34.0 | 2.07 | 2.35 | 0.0891 | 33 |
| 73 | 34.0 | 1.86 | 2.11 | 0.0891 | 33 |
| 73 | 34.0 | 1.97 | 2.23 | 0.0891 | 33 |
| 71 | 45.0 | 1.61 | 2.41 | 0.1189 | 41 |
| 71 | 45.0 | 1.72 | 2.57 | 0.1189 | 41 |
| 66 | 66.0 | 1.11 | 2.45 | 0.1802 | 53 |
| 66 | 66.0 | 1.23 | 2.70 | 0.1802 | 53 |
| 58 | 83.5 | 0.80 | 2.22 | 0.2310 | 55 |
| 58 | 90.0 | 0.80 | 2.41 | 0.2394 | 57 |
| 58 | 90.0 | 0.82 | 2.47 | 0.2394 | 57 |

4.2.2 Qualidade do cobre em função da porosidade

Na figura 4.8 observa-se que as curvas das diferentes espumas não se sobrepõem na zona das baixas temperaturas ou seja, as diferentes espumas apresentam um diferente grau de pureza. Para além disto, observa-se ainda que a pureza não é independente da porosidade, diminuindo quando a porosidade aumenta.

No entanto, os resultados mostram que um RRR entre 10 [12] e 20 [12] pode ser associado ao cobre no estado poroso no caso destas amostras.

Um outro aspecto pertinente dos resultados obtidos, é o facto de a condutividade térmica aumentar muito ligeiramente com a temperatura quando se aproxima da temperatura ambiente, em vez de estabilizar. Isto pode dever-se a um erro de calibração das platinas ou ao facto de o cobre ser pouco puro e então comportar-se como uma liga no regime de temperaturas altas e médias.

CRIOSTATO 77 K

5.1 Construção

Para que medições de condutividade térmica possam ser feitas rapidamente na gama de temperaturas entre 77 e 300 K, foi desenhado um criostato (Fig. 5.1) cujo arrefecimento é feito através de um banho de azoto líquido. Os desenhos técnicos encontram-se no apêndice 8.

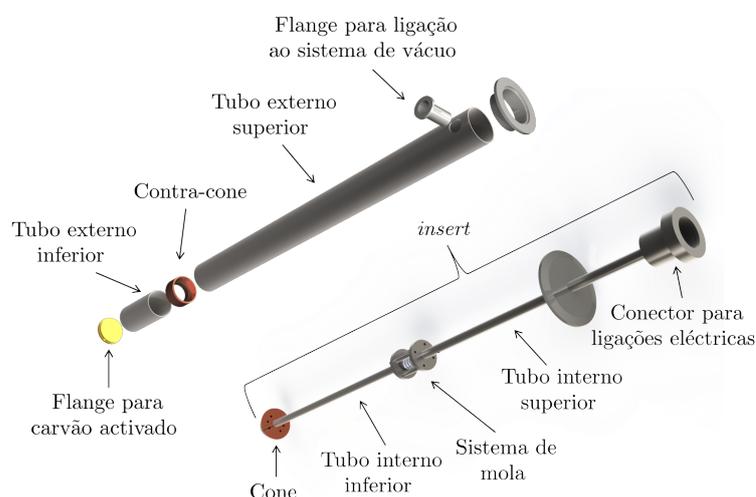


Figura 5.1: Montagem do interior (*insert*) e exterior do criostato (SOLIDWORKS®).

Para arrefecer a amostra, são utilizados dois blocos de cobre, um cone e um contra-cone (Fig. 5.2). O objectivo deste conjunto (cone - contra-cone) é de estabelecer uma ligação térmica eficaz por simples contacto entre o contra-cone (em contacto com o azoto líquido) e a amostra para obter um arrefecimento rápido e evacuar a potência aplicada. Estas peças são de cobre para que a sua resistência térmica seja reduzida, de modo a não criar um

gradiente de temperatura significativo. O cone é composto por seis furos passantes para passagem dos fios da instrumentação associada às medições.

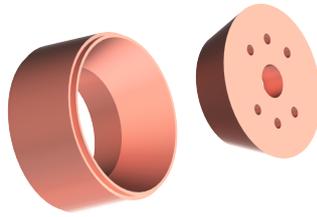


Figura 5.2: Cone e contra-cone que asseguram o arrefecimento da amostra (SOLIDWORKS®).

Na parte inferior do cone é aparafusada uma peça de cobre para fixar a amostra (porta-amostras da figura 5.3). O porta-amostra é aparafusado utilizando dois furos M3 não passantes (com *helicoil*), para além dos seis furos mencionados anteriormente. O porta-amostras é de cobre de modo a garantir um bom contacto térmico. Este apresenta um furo com o diâmetro da amostra (dimensionada em 3.1.1), onde se solda esta. O conjunto amostra porta-amostra é muito semelhante ao discutido no capítulo 3.2.

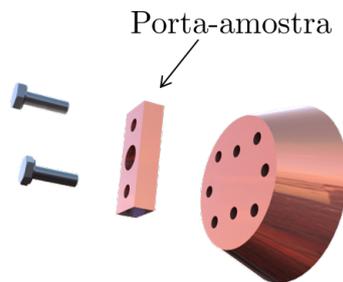


Figura 5.3: Cone e peça que irá fixar a amostra (SOLIDWORKS®).

Na outra extremidade da amostra é colocada uma peça similar onde é instalado um aquecimento e um termómetro.

O contra-cone é soldado a dois tubos de inox de diâmetro $\varnothing = 50$ mm e de espessura 1 mm (tubo externo superior e inferior da figura 5.1). Ao tubo externo inferior é soldada uma flange de latão, à qual é termalizado ≈ 1 g de carvão activado, que quando arrefecido serve de bomba de vácuo (adsorção) após o bombeamento primário (Fig. 5.4). O tubo externo superior é soldado a duas flanges, uma flange lateral DN16 (saída para a bomba de vácuo) e uma flange DN50 na extremidade superior para que o sistema fique estanque e que receberá o *insert* (Fig. 5.1).

O cone é soldado a um outro tubo de inox de diâmetro $\varnothing = 10$ mm e de espessura 1 mm (tubo interno inferior da figura 5.1). Como a resistência térmica entre o cone e o contra-cone depende da área de contacto e da força entre estes, é utilizado um sistema com uma mola de compressão, de modo a assegurar um bom contacto térmico entre o cone e

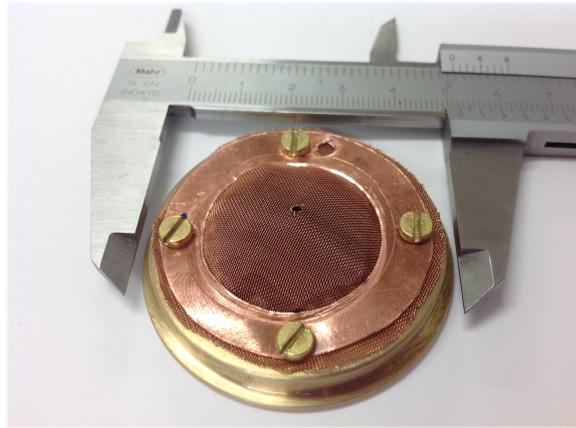


Figura 5.4: Flange de latão com carvão activado coberto por uma rede de cobre.

o contra-cone (Fig. 5.5). Quando o criostato está fechado, a mola sofre uma compressão de 5 mm (a figura 5.5 mostra esta compressão), assegurando uma força de cerca de 15 kg entre o cone e o contra-cone.

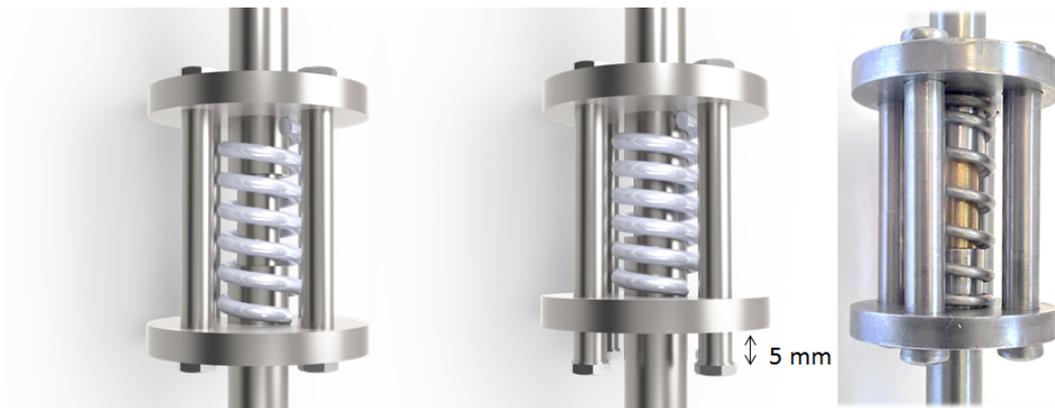


Figura 5.5: Sistema com mola numa situação de compressão de 5 mm que assegura um bom contacto térmico entre o cone e contra-cone. À esquerda e centro os desenhos *SOLIDWORKS*[®] e à direita uma fotografia do sistema construído.

O tubo interno superior é soldado na sua extremidade superior a uma flange cega DN50 e a uma peça que permite o alojamento estanque de um conector de doze contactos. Este conector permite fazer as conexões electricas entre o vácuo e o exterior (2×4 fios para a medição das resistências de platina e 2 fios para aquecimento).

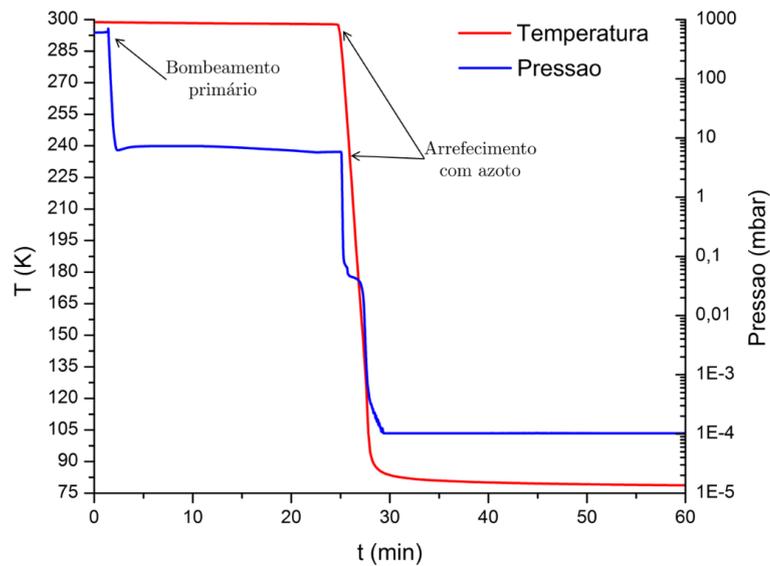


Figura 5.6: Parte externa e *insert* do criostato.

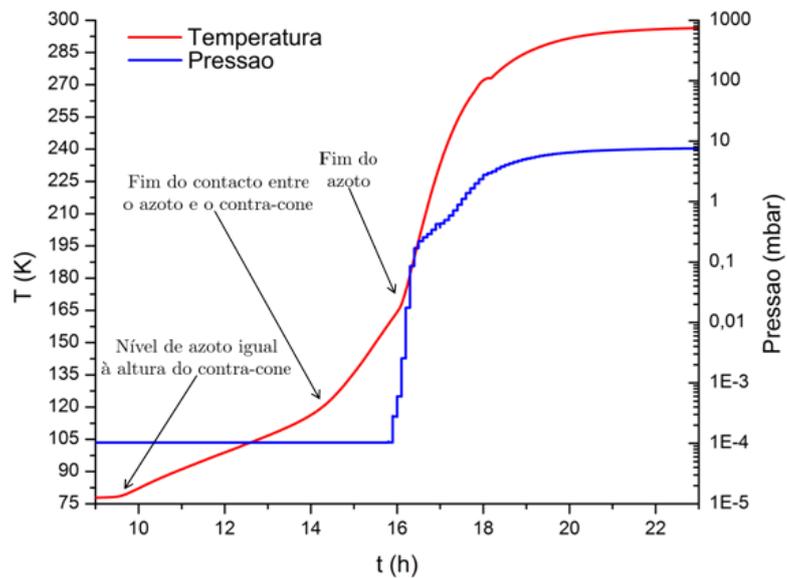
5.2 Testes

5.2.1 Teste de vácuo

Para que o criostato seja o mais portátil possível, foi desenhado de maneira a necessitar apenas de bombeamento primário. Uma pressão inferior a 10^{-4} mbar é obtida por um processo de adsorção (Fig. 5.7).



(a) Bombeamento primário seguido de arrefecimento com azoto.



(b) Aquecimento obtido durante a evaporação natural do azoto líquido do dewar de 5 L.

Figura 5.7: Caracterização do criostato.

Na figura 5.7 observa-se os resultados de um teste feito ao criostato. O sistema foi bombeado por uma bomba de membrana à temperatura ambiente ($P \approx 2$ mbar). Depois de a pressão estabilizar, fechou-se a válvula para o vácuo, ficando o sistema estanque, e colocou-se o criostato num *dewar* com azoto (Fig. 5.8). O carvão termalizado no fundo do tubo externo inferior (Fig. 5.4) ao arrefecer começa a adsorver gás, conseguindo-se uma pressão inferior a 10^{-4} mbar (valor limite do manómetro utilizado). É de notar que este processo é muito rápido, o bombeamento primário é feito em aproximadamente dois minutos e após o criostato ser colocado no *dewar* com azoto, em dez minutos atinge-se uma temperatura praticamente estável (Fig. 5.7a).

Enquanto o nível de azoto é superior à altura do contra-cone, a temperatura mantém-se estável e a pressão inferior a 10^{-4} mbar. À medida que o contra-cone deixa de estar em contacto com o azoto, o cone começa a aquecer ($t \approx 10$ a 14 h na Fig. 5.7b), enquanto o azoto molhar o contra-cone, a temperatura do cone cresce a uma taxa constante e a pressão mantém-se constante. Quando o azoto deixa de molhar o contra-cone ($t \approx 14$ h na Fig. 5.7b), a taxa de aquecimento do cone aumenta. Quando o azoto evapora por completo ($t \approx 16$ h na Fig. 5.7b) o carvão aquece e começa a desadsorver gás, a taxa de aquecimento do cone volta a aumentar.

Com este sistema e este *dewar* (5 L) de azoto, uma temperatura inferior a 80 K pode ser obtida durante aproximadamente nove horas.



Figura 5.8: Criostato e *dewar*.

5.2.2 Teste de medição da condutividade térmica

Para testar o sistema, foi feita a medição da resistência térmica de um tubo de inox 304 de comprimento 25.4 mm, $\varnothing_{int} = 2$ mm e $\varnothing_{ext} = 3$ mm. O tubo de inox foi soldado a duas chapas de cobre nas suas extremidades (5.9), para que possa ser aparafusado de uma lado ao cone do criostato e para que possa ser colocado um aquecimento e uma peça de cobre na outra extremidade. A peça de cobre mais uma vez serve para que possa ser colocada uma resistência de platina .



Figura 5.9: Tubo de inox com chapas de cobre.

Para medir a condutividade térmica, aplicaram-se diferentes potências e mediu-se a diferença de temperatura entre as extremidades do tubo de inox, sendo a resistência térmica a derivada $d\Delta T/d\dot{Q}$. A medição foi feita após bombeamento primário do sistema e arrefecimento a 77 K.

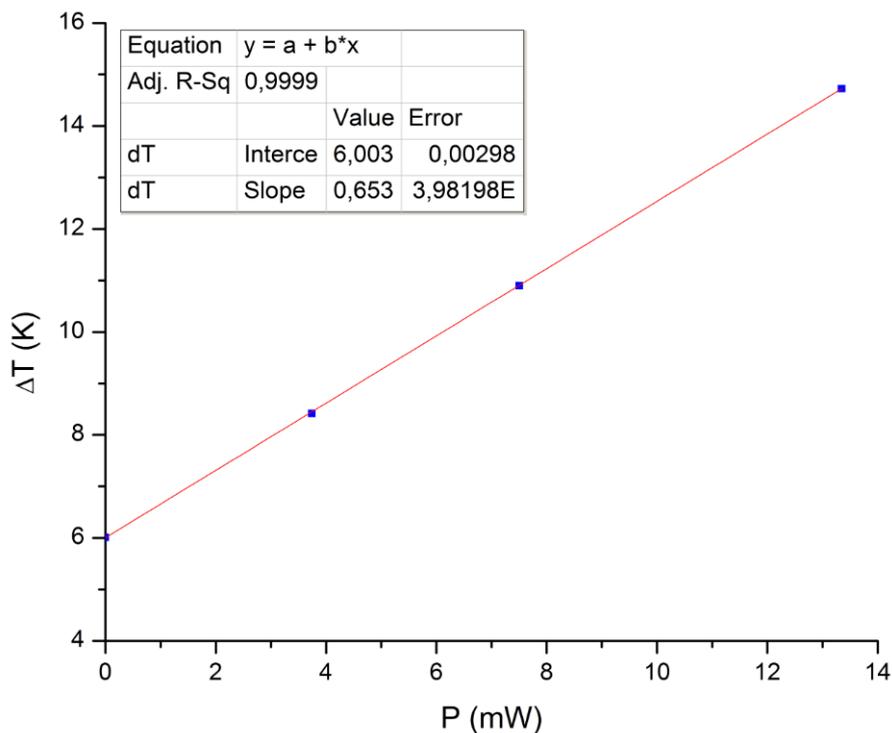


Figura 5.10: Resistência térmica do tubo de inox a 77 K.

No gráfico 5.10 pode observar-se os resultados obtidos. Verificou-se a existência de uma potência parasita de 7.5 mW, que poderá ser devido a uma má termalização dos fios eléctricos. O valor obtido ($\approx 654 \text{ K.W}^{-1}$) encontra-se desviado de aproximadamente 10% em relação ao esperado, este desvio pode ser devido a incertezas nas dimensões do tubo e pelo facto de não ter sido considerado as chapas de cobre para o cálculo do valor teórico.

Como veremos na secção seguinte, este sistema pode também ser utilizado para medir resistências de contacto.

5.2.3 Medição da resistência de contacto cobre-cobre

Existe uma 'crença' no mundo da criogenia acerca da diferença da resistência térmica de contacto entre duas peças de cobre quando aparafusados com parafusos de inox ou latão. Uma vez que o latão contrai mais que o cobre, ao contrário do inox, ao arrefecer as duas peças aparafusadas com latão, a força entre as duas peças de cobre aumenta, diminuindo a resistência de contacto, sendo desta forma preferível usar parafusos de latão a parafusos de inox.

Para verificar este fenómeno, mediu-se a resistência de contacto entre um bloco de cobre (Fig. 3.3) e o cone do criostato quando aparafusada com um parafuso de inox e latão.

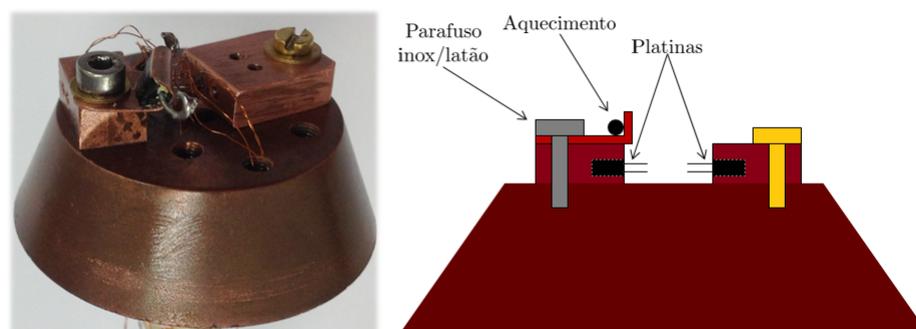


Figura 5.11: Sistema de medição da resistência de contacto cobre-cobre quando aparafusado com um parafuso de inox.

Para medir a resistência térmica de contacto cobre-cobre, aparafusou-se o bloco de cobre mencionado com um aquecimento na parte superior ao cone do criostato (Fig. 5.11). O bloco de cobre contém furos de modo a poder ser colocada uma resistência de platina para que se possa monitorizar a sua temperatura. Para medir a temperatura do cone foi aparafusada uma segunda peça de cobre com um furo ao cone, para que se possa colocar uma segunda resistência de platina.

Quando se aplica uma potência no aquecimento mencionado, vai existir uma diferença de temperatura entre o cone e a peça de cobre proporcional à potência aplicada e à resistência de contacto entre o cone e a peça. Aparafusando esta com um parafuso de inox ou latão, mede-se as duas resistências de contacto.

Uma vez que a resistência de contacto depende da força entre as duas peças, os parafusos são aparafusados com uma chave que garante que ambos são apertados com o

mesmo momento (chave dinamométrica).

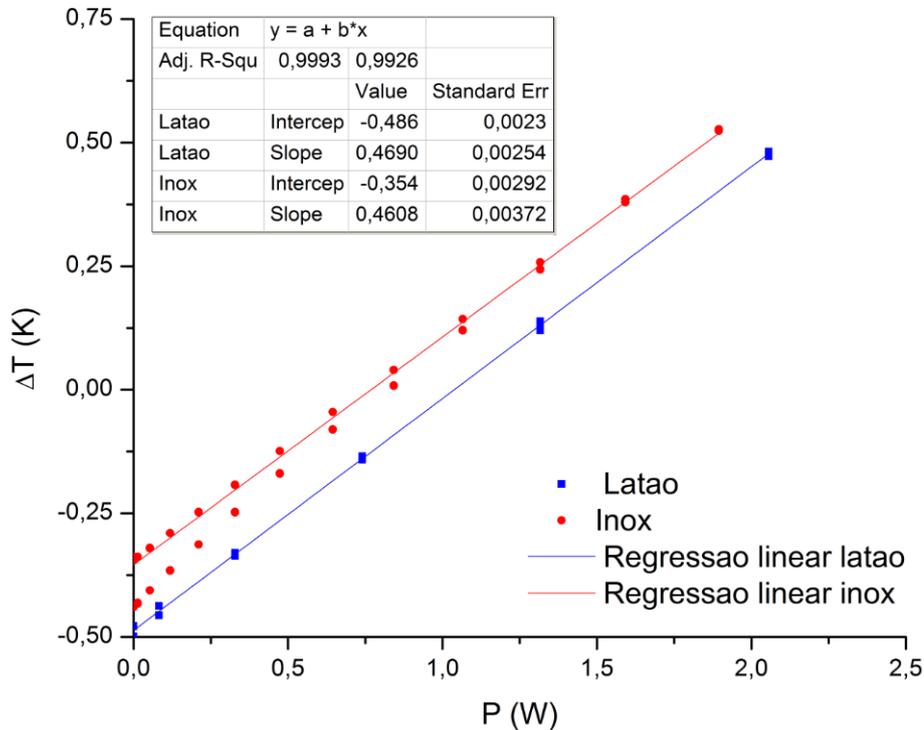


Figura 5.12: Resultados da resistência de contacto cobre-cobre quando aparafusados com um parafuso de latão e inox a 77 K (1º ensaio).

Aplicando várias potências e medindo a diferença de temperatura entre o cone e a peça de cobre, a resistência térmica de contacto é dada pela derivada $d\Delta T/d\dot{Q}$. Na figura 5.12 pode observar-se os resultados obtidos para o parafuso de inox e latão assim como as respectivas regressões lineares e o valor do seu declive. Para o latão obteve-se um valor de $(47 \pm 1) \times 10^{-2} \text{ W.K}^{-1}$ e para o inox $(46 \pm 1) \times 10^{-2} \text{ W.K}^{-1}$. Não se encontrou uma diferença considerável ao contrário do que se seria de esperar. Fez-se um segundo ensaio com o parafuso de latão para verificar a reprodutibilidade da experiência, obtendo-se um valor de $(48 \pm 1) \times 10^{-2} \text{ W.K}^{-1}$, encontrando-se de acordo com o valor obtido no primeiro ensaio. Assim, demonstra-se que é indiferente utilizar um parafuso de latão ou inox, sendo até preferível usar de inox uma vez que permite um maior aperto em relação ao de latão devido às suas melhores propriedades mecânicas.

Posteriormente voltou a fazer-se um ensaio para o inox e para o latão (Fig. 5.13). Obteve-se um valor de $(58 \pm 1) \times 10^{-2} \text{ W.K}^{-1}$ para o latão e de $(70 \pm 1) \times 10^{-2} \text{ W.K}^{-1}$ para o inox. Estes valores são discrepantes entre si, ao contrário do primeiro ensaio, e diferentes dos valores obtidos no primeiro ensaio. Nos primeiros ensaios a medição foi feita imediatamente após de o bloco de cobre ser aparafusado, já no segundo ensaio, a medição do latão foi feita após cerca de um dia após ter sido aparafusado e para o inox cerca de cinco dias. Durante este tempo é possível que a força de contacto tenha diminuído devido à deformação plástica dos diferentes materiais, levando a um aumento

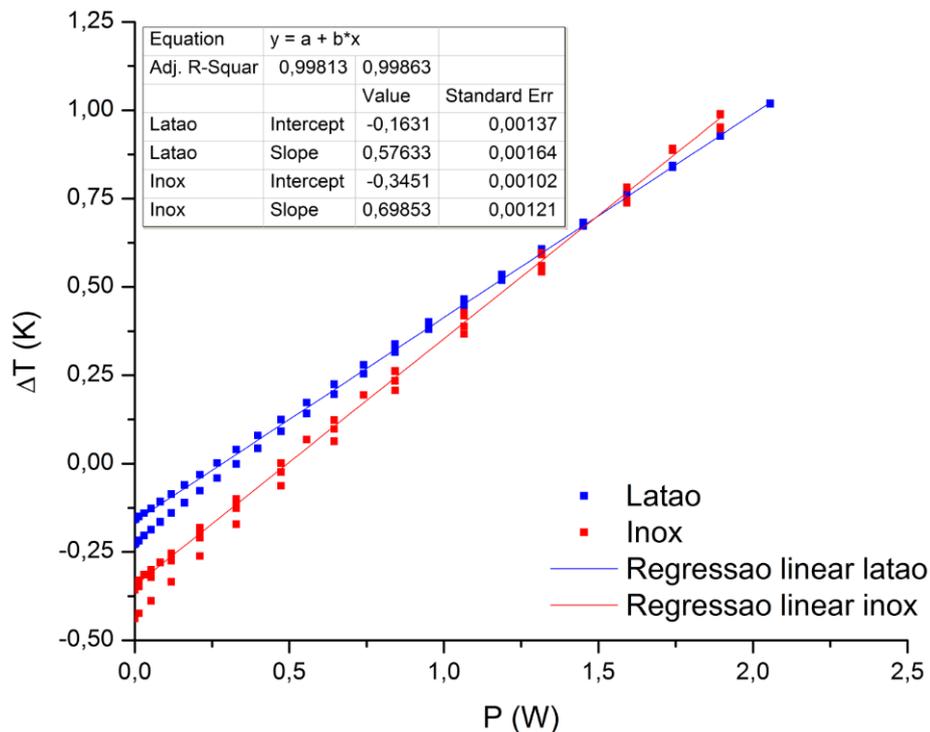


Figura 5.13: Cálculo da resistência de contacto cobre-cobre quando aparafusados com um parafuso de latão e inox a 77 K (2^o ensaio).

da resistência de contacto. Este aumento é tanto maior quanto maior o tempo entre o aparafusamento e a medição. Seriam necessárias mais medições com diferentes intervalos de tempo entre aparafusar e medir para que se possa fazer uma melhor análise.

Estas medidas mostram que este simples criostato pode ser utilizado para este tipo de medidas. Esta montagem podia, por exemplo, também ser utilizada para medidas de resistividade eléctrica entre 77 e 300 K

CONCLUSÃO

Foi desenhado, construído e testado um criostato portátil, para efectuar medições rápidas de condutividade térmica entre 77 e 300 K. Verificou-se que com apenas bombeamento primário seguido de arrefecimento com azoto se obtêm um pressão inferior a 10^{-4} mbar permitindo fazer experiências em boas condições. Em apenas 20 min, consegue-se fazer o bombeamento primário e atingir uma temperatura estável de ≈ 77 K. Demonstrou-se ainda, que com este sistema não só é possível medir a condutividade térmica mas também resistências de contacto.

Um sistema de medição de condutividade térmica entre 20 e 300 K foi construído e testado medindo uma amostra de cobre maciço.

Este sistema permitiu medir a condutividade térmica de um conjunto de quatro amostras de porosidades diferentes.

Estas medidas foram analisadas em função de um modelo simples que descreve a condutividade térmica e eléctrica em função da porosidade e da tortuosidade. Estas análises mostram uma grande coerência.

Foi determinado o valor da constante de *Lorenz* (L_0) para as várias amostras à temperatura ambiente. Os valores obtidos encontram-se de acordo com o valor tabelado para o cobre. Uma vez que este não depende da porosidade nem da tortuosidade, é um bom indicador de que as medições são válidas.

Utilizando um modelo de condução de calor em materiais porosos, foi calculada a tortuosidade das várias amostras. Verificou-se que a tortuosidade diminuía com o aumento da porosidade, variando entre 57% e 33%, que se encontra de acordo com o modelo descrito na tese.

Verificou-se ainda que a pureza das espumas diminui com o aumento da porosidade. Seria interessante num trabalho futuro caracterizar a variação da condutividade térmica e da tortuosidade com o tamanho dos poros.

As medições de condutividade térmica mostram que a pureza das amostras se encontram entre RRR10 [12] e RRR20 [12].

Estes resultados estão a ser analisados pela empresa *Versarien* que forneceu as amostras.

BIBLIOGRAFIA

- [1] T. Art. *No Title*. ISBN: 9780080444796.
- [2] Lakeshore. *Appendix I: Cryogenic Reference Tables*. [Online; accessed 25-01-2014]. URL: http://www.lakeshore.com/Documents/LSTC_appendixI_1.pdf.
- [3] S. W. Van Sciver. *Helium Cryogenics*. New York, NY: Springer New York, 2012. ISBN: 978-1-4419-9978-8. DOI: 10.1007/978-1-4419-9979-5. URL: <http://www.springerlink.com/index/10.1007/978-1-4419-9979-5>.
- [4] Clara e raquel. *Entradas etiquetadas como 'cubo'*. [Online; accessed 13-06-2014]. URL: <http://blogs.20minutos.es/mati-una-profesora-muy-particular/tag/cubo/>.
- [5] J. Quinn e K.-S. Yi. "Free Electron Theory of Metals". English. Em: *Solid State Physics*. Springer Berlin Heidelberg, 2009, pp. 79–107. ISBN: 978-3-540-92230-8. DOI: 10.1007/978-3-540-92231-5_3. URL: http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-92231-5_3.
- [6] G. Manfreda. *Review of ROXIE's Material Properties Database for Quench Simulation*. Internal Note 1178007. CERN Technology Department, dez. de 2011. URL: <https://espace.cern.ch/roxie/Documentation/Materials.pdf>.
- [7] G. White e R. Tainsh. "Lorenz Number for High-Purity Copper". Em: *Physical Review* 119.6 (set. de 1960), pp. 1869–1871. ISSN: 0031-899X. DOI: 10.1103/PhysRev.119.1869. URL: <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.119.1869>.
- [8] *The CRC Handbook of Thermal Engineering*. Springer, 2000, p. 1170. ISBN: 3540663495. URL: <http://books.google.com/books?id=Xuc7dYB-iKMC&pgis=1>.
- [9] *Introduction to Solid State Physics [Hardcover]*. Wiley; 8 edition, 2004, p. 704. ISBN: 047141526X. URL: <http://www.amazon.com/Introduction-Solid-Physics-Charles-Kittel/dp/047141526X>.
- [10] Lakeshore. *Silicon Diodes*. [Online; accessed 23-07-2014]. URL: <http://www.lakeshore.com/products/Cryogenic-Temperature-Sensors/Silicon-Diodes/Pages/Model-Landing.aspx>.

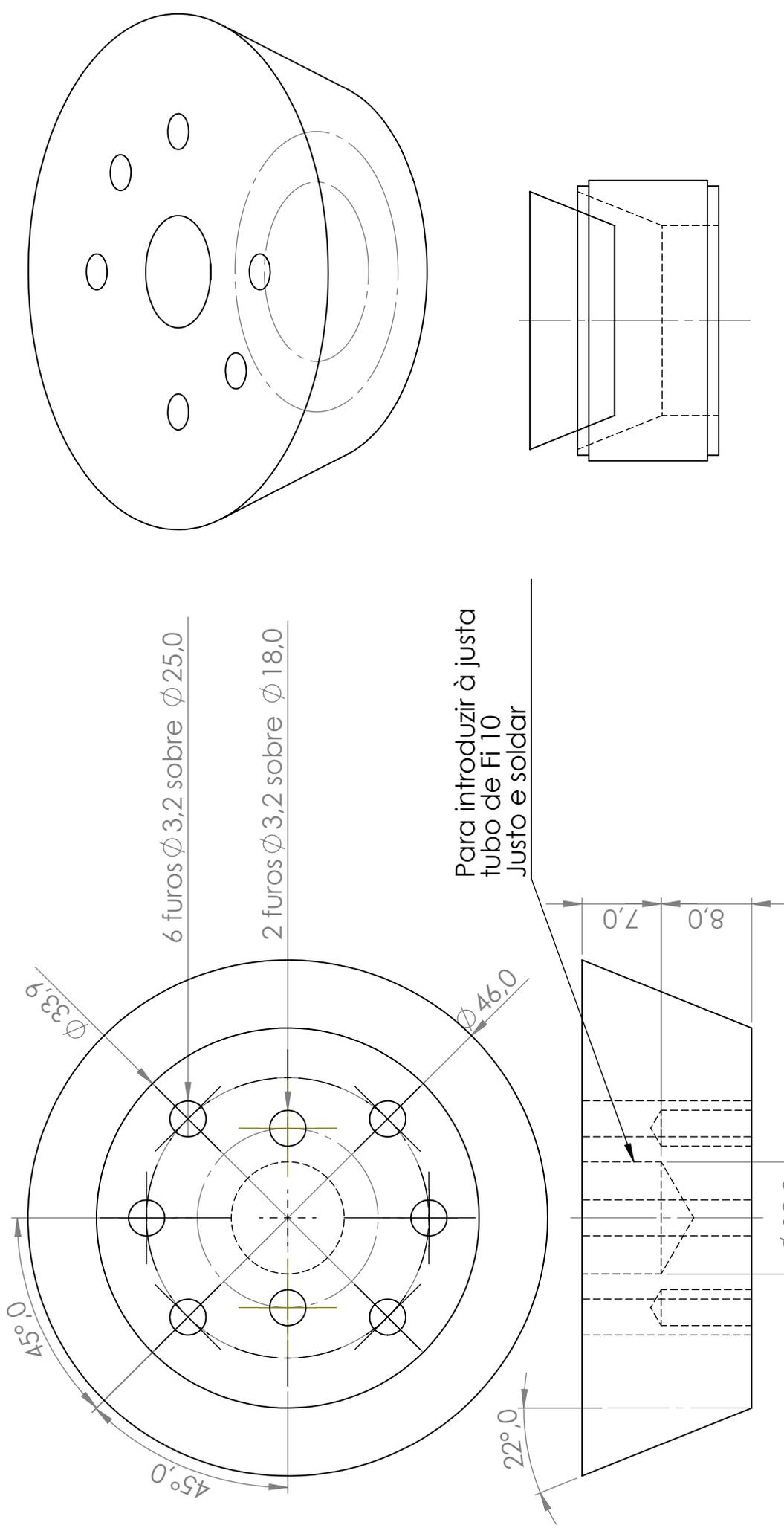
- [11] M. D. Web. *RTD Calibration*. [Online; accessed 20-02-2014]. URL: <http://www.mosaic-industries.com/embedded-systems/microcontroller-projects/temperature-measurement/platinum-rtd-sensors/resistance-calibration-table>.
- [12] A. Woodcraft. *Copper and dilute copper alloy thermal conductivity calculator*. [Online; accessed 21-04-2014]. URL: <http://reference.lowtemp.org/cucalc.html>.
- [13] C. T. G. NIST. *Material Properties: OFHC Copper (UNS C10100/C10200)*. [Online; accessed 21-04-2014]. URL: http://cryogenics.nist.gov/MPropsMAY/OFHC%20Copper/OFHC_Copper_rev1.htm.
- [14] B. Baudouy. "Low temperature thermal conductivity of aluminum alloy 1200". Em: *Cryogenics* 51.11-12 (nov. de 2011), pp. 617–620. ISSN: 00112275. DOI: 10.1016/j.cryogenics.2011.09.002. URL: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0011227511001639>.
- [15] P. McDonald, E. Jaramillo e B. Baudouy. "Thermal design of the CFRP support struts for the spatial framework of the Herschel Space Observatory". Em: *Cryogenics* 46.4 (abr. de 2006), pp. 298–304. ISSN: 00112275. DOI: 10.1016/j.cryogenics.2005.12.001. URL: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0011227505001724>.
- [16] G. Ventura e L. Risehari. *The Art of Cryogenics*. First. Elsevier Ltd, 2008.
- [17] T. M. Flynn. *CRYOGENIC ENGINEERING*. Second. CRC Press, 2005.
- [18] D. F. Martins. "Desenvolvimento, construção e teste de um interruptor térmico para baixas temperaturas". Tese de mestrado. Lisboa, Portugal: Faculdade de Ciências e tecnologias da Universidade Nova de Lisboa FCT-UNL, 2010.

ORÇAMENTO CRIOSTATO 77 K

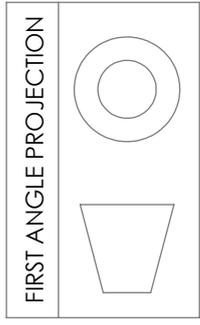
Tabela 7.1: Materiais necessários e custo aproximado para a construção do criostato descrito na dissertação.

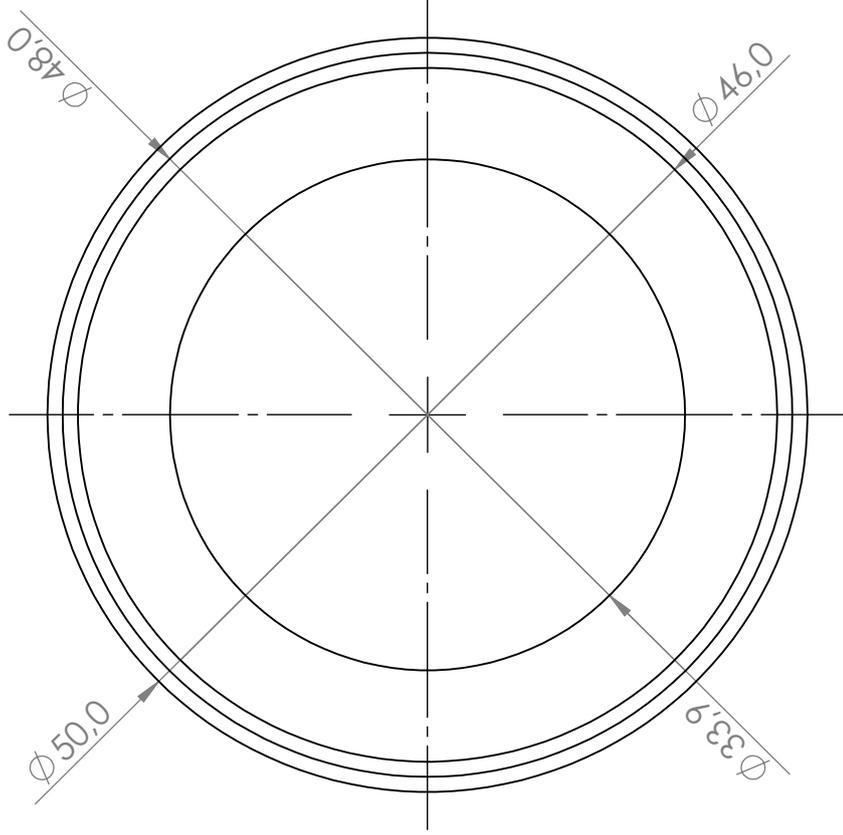
| Materiais | Custo | Quantidade | Preço |
|---------------------------------|--------------|-------------------|--------------|
| Platinas Pt 100 Ω | 10€ | 2 | 20€ |
| Tubos de inox | × | × | 100€ |
| Varão de cobre | × | × | 55€ |
| Maquinação nas oficinas FCT/UNL | 30€/h | 8h | 240 € |
| Material de vácuo | × | × | 123€ |
| Pequenos consumíveis | × | × | 50€ |
| Custo total | | | 588€ |

DESENHOS TÉCNICOS DO CRIOSTATO

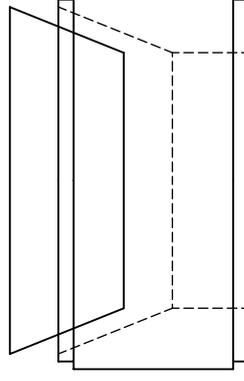
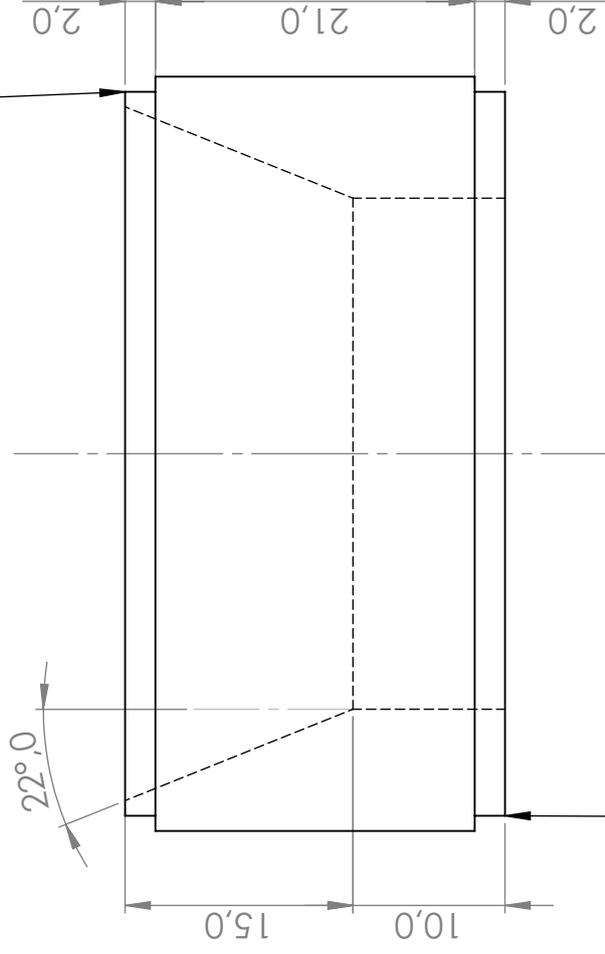


| | | |
|--|--------------------|-------------------------|
| Nome | Data | Peça: |
| Desenho | 20/01/14 | Lab. Criogenia FCT-UNL |
| Verificação | 20/01/14 | |
| Dedo frio | | |
| (Para entrar no "permutador de calor") | | |
| MATERIAL: Cobre | | |
| Tamanho: A4 | Tolerância: X:±0.1 | Nome desenho: Dedo frio |
| Escala: 2 : 1 | | 1 peça |



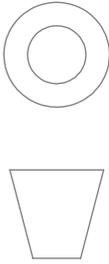


Encaixe para tubo Fi 48/50



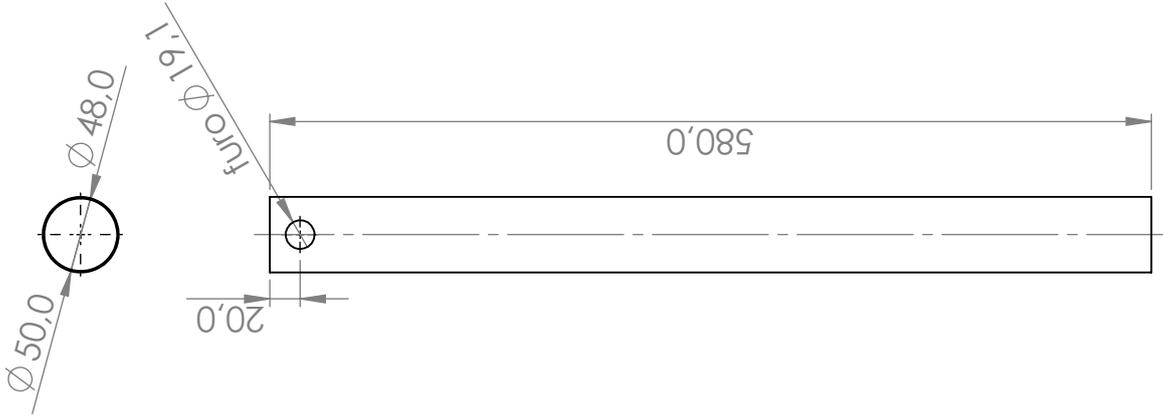
Encaixe para tubo Fi 48/50

FIRST ANGLE PROJECTION

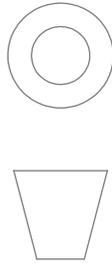


| | | |
|---------------------------|----------|-------|
| Nome | Data | Peça: |
| Desenho GT | 20/01/14 | |
| Verificação GB | 20/01/14 | |
| MATERIAL: Cobre | | |

| | | |
|--------------------------------------|--|--|
| Lab. Criogenia FCT-UNL | | |
| contra-cone | | |
| Nome desenho: Permutador de calor | | |
| Tolerância: X: ±0.1 | | |
| Escala: 2 : 1 | | |
| 1 peça | | |



FIRST ANGLE PROJECTION



| | | | |
|-------------|------|----------|------------------------|
| Desenho | Nome | Data | Peça: |
| Verificação | GT | 28/01/14 | Lab. Criogenia FCT-UNL |
| | GB | 28/01/14 | |

Tubo externo superior

MATERIAL:

Inox

Tamanho: A4

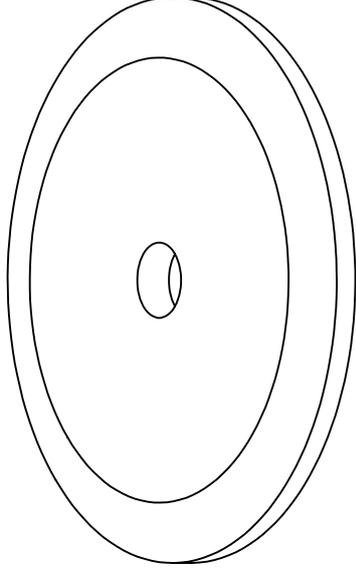
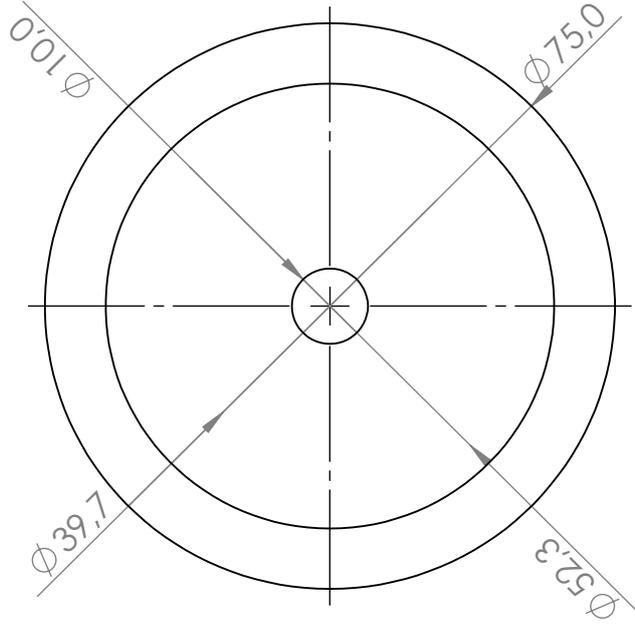
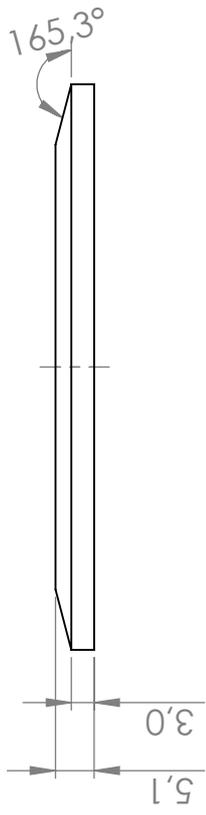
Nome desenho:

Escala: 1 : 5

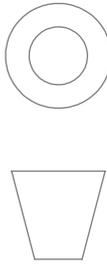
Tubo externo superior

1 peça

Tolerância:
X: ±0.1



FIRST ANGLE PROJECTION



| | | | |
|-------------|------|----------|------------------------|
| Desenho | Nome | Data | Peça: |
| Verificação | GT | 28/01/14 | Lab. Criogenia FCT-UNL |
| | GB | 28/01/14 | |

Flange superior

MATERIAL: **Inox**

Tamanho: A4

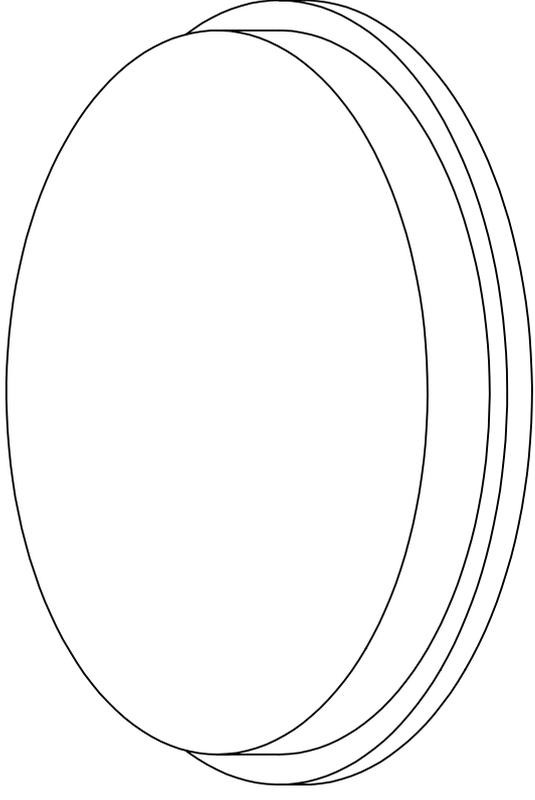
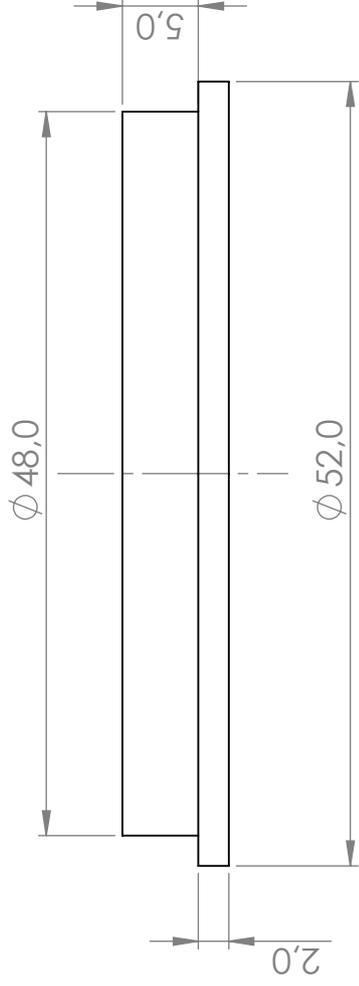
Nome desenho:

Flange superior

Tolerância:
X: ±0.1

1 peça

Escala: 1 : 1

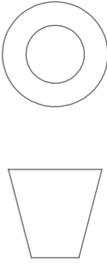


Para fechar a parte de baixo do tubo Fi 48/50

Soldar a estanho

Ajustar com folga para desoldar facilmente

FIRST ANGLE PROJECTION



| | |
|---------------|--------------|
| Nome | Data |
| Desenho | GT |
| Verificação | GB |
| MATERIAL: | |
| Latão | |
| Tamanho: A4 | Tolerância: |
| Escala: 2 : 1 | X: $\pm 0,1$ |

Peça:

Lab. Criogenia FCT-UNL

Flange

(Para fechar tubo $\phi 48/50$)

Nome desenho:

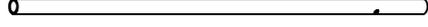
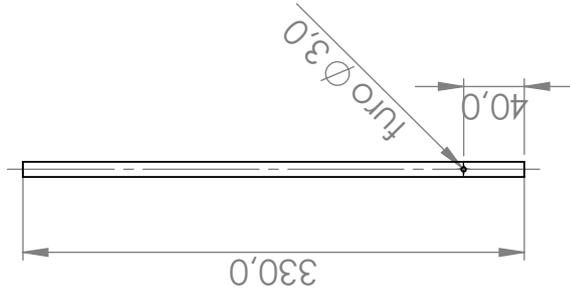
Flange

1 peça

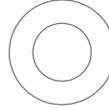
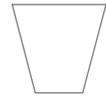
$\phi 8,0$



$\phi 10,0$



FIRST ANGLE PROJECTION



| | | | |
|-------------|------|----------|------------------------------|
| Desenho | Nome | Data | Peça: |
| Verificação | GT | 27/01/14 | Tubo interno superior |
| | GB | 27/01/14 | |

| | |
|--------------------------|---|
| MATERIAL: INOX | |
| Tamanho: A4 | Tolerância: X: ±0.1 |
| Escala: 1 : 5 | Nome desenho: Tubo interno superior |

Lab. Criogenia FCT-UNL

1 peça

$\phi 8,0$ $\phi 10,0$



FIRST ANGLE PROJECTION

| | | |
|-------------|------|----------|
| Desenho | Nome | Data |
| Verificação | GT | 27/01/14 |
| | GB | 27/01/14 |

Peça:

Lab. Criogenia FCT-UNL

Tubo interno inferior

MATERIAL:
INOX

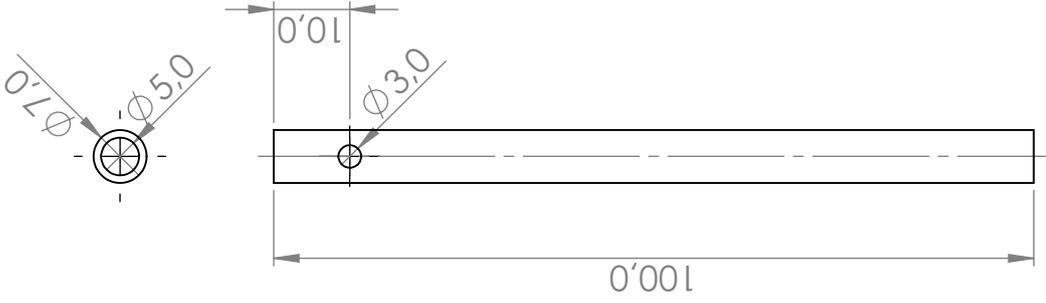
Tamanho: A4
Escala: 1 : 5

Nome desenho:

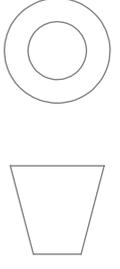
Tubo interno inferior

Tolerância:
X: ±0.1

1 peça



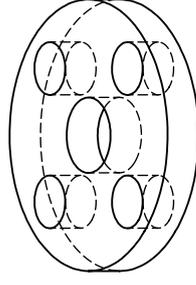
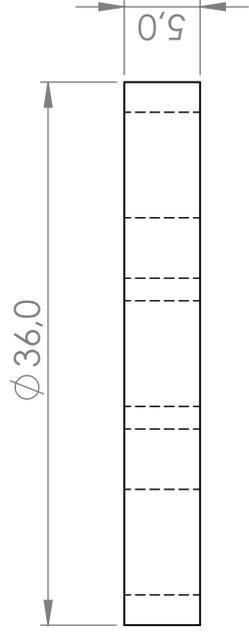
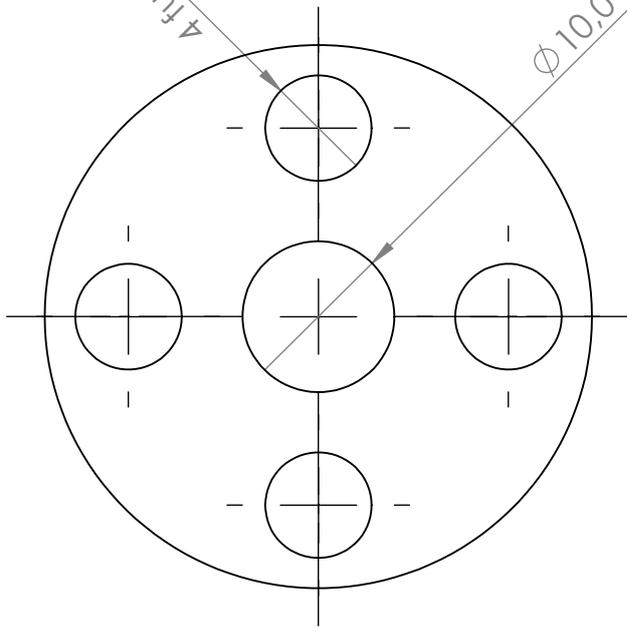
FIRST ANGLE PROJECTION



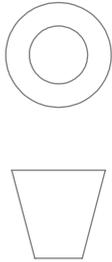
| | | |
|---------------------------|------------------------|----------------------------------|
| Nome | Data | Peça: |
| Desenho | 29/01/14 | Lab. Criogenia FCT-UNL |
| Verificação | 29/01/14 | |
| MATERIAL: Latão | | |
| Tamanho: A4 | Tolerância: X: ±0.1 | Nome desenho: Tubo orientador |
| Escala: 1 : 1 | | 1 peça |

Tubo orientador

4 furos $\phi 7,0$ sobre $\phi 26,0$



FIRST ANGLE PROJECTION



| | |
|-------------------|----------|
| Nome | Data |
| Desenho GT | 30/01/14 |
| Verificação GB | 30/01/14 |

Peça:

MATERIAL:

Aço inox

Tamanho: A4

Tolerância:
X: $\pm 0,1$

Escala: 2 : 1

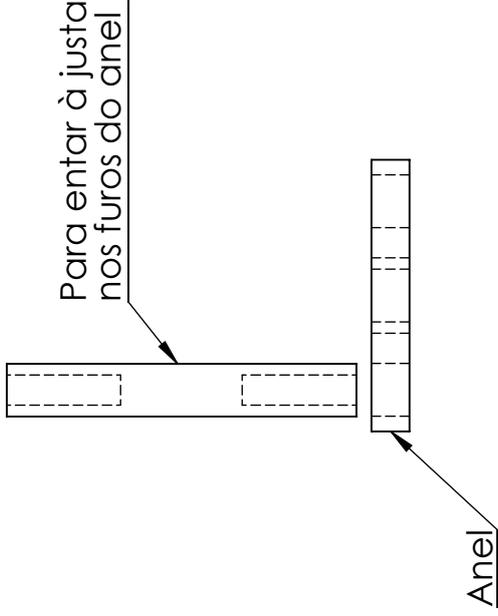
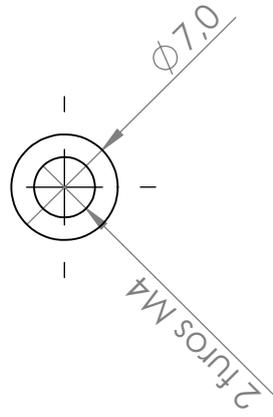
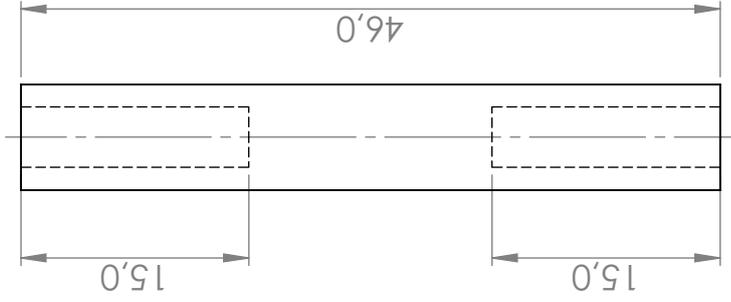
Anel

Nome desenho:

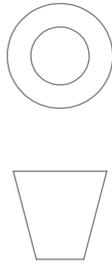
Anel

2 peças

Lab. Criogenia FCT-UNL



FIRST ANGLE PROJECTION



| | | |
|-------------|------|----------|
| Desenho | Nome | Data |
| Verificação | GT | 30/01/14 |
| | GB | 30/01/14 |

Peça: **Vareta**

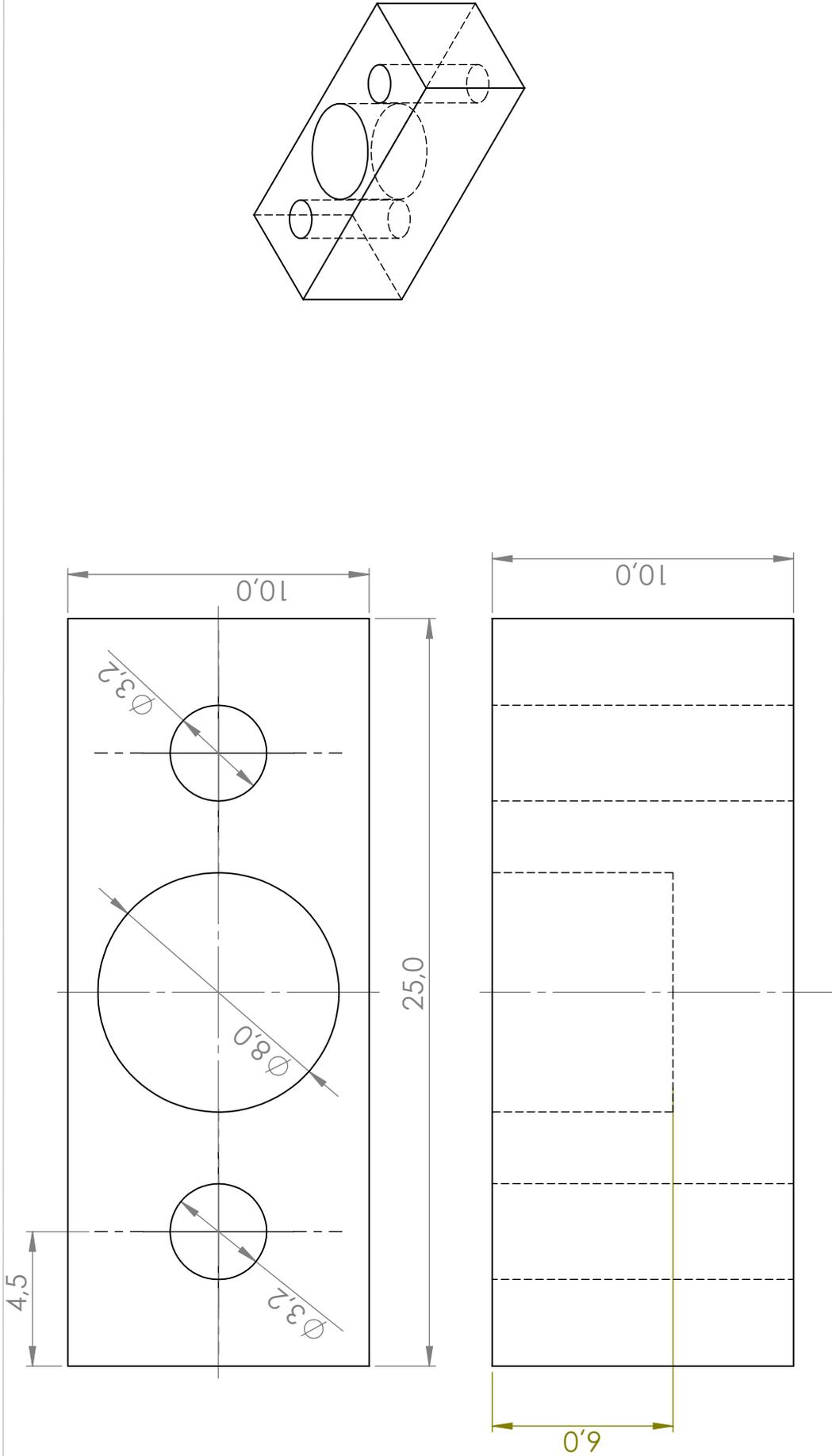
Lab. Criogenia FCT-UNL

MATERIAL:
Aço inox

Tamanho: A4
Tolerância:
X: ±0.1
Escala: 2 : 1

Nome desenho:
Vareta

| |
|---------|
| 4 peças |
|---------|

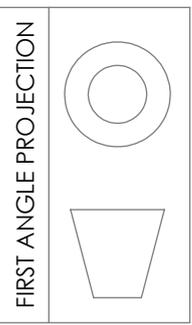


| Nome | Data |
|------|----------|
| GT | 22/01/14 |
| GB | 22/01/14 |

Peça:

Porta amostras para criostato @ 77 K

Lab. Criogenia FCT-UNL



MATERIAL:

Cobre

Tamanho: A4

Tolerância:
X: ±0.1

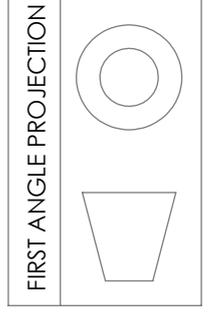
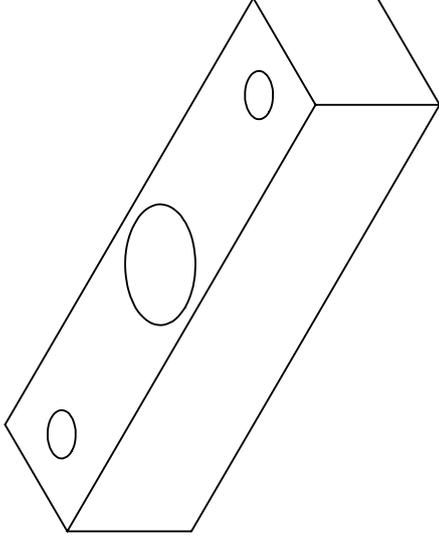
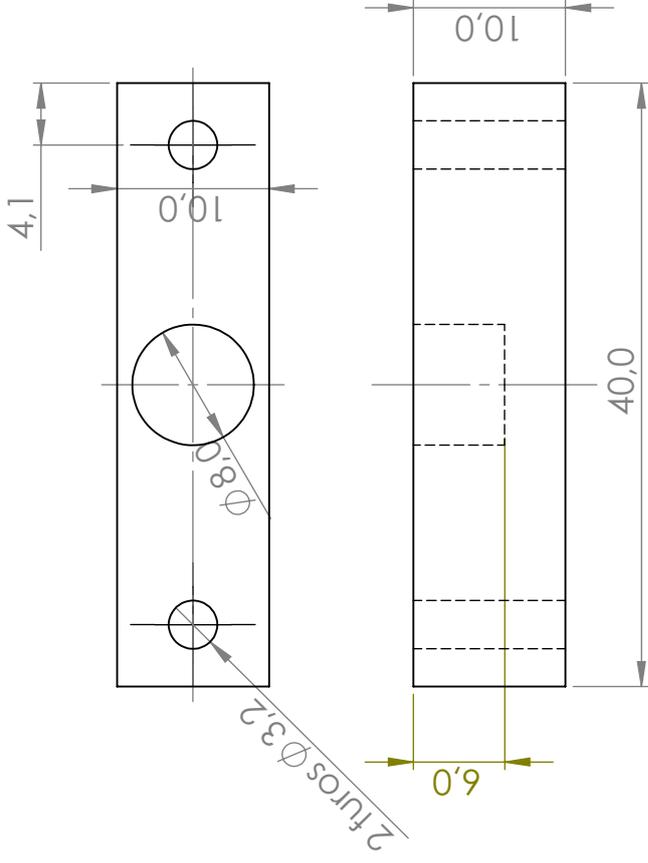
Escala: 5 : 1

Nome desenho:

Porta amostras

1 peça

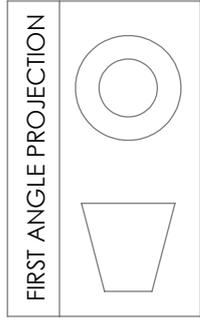
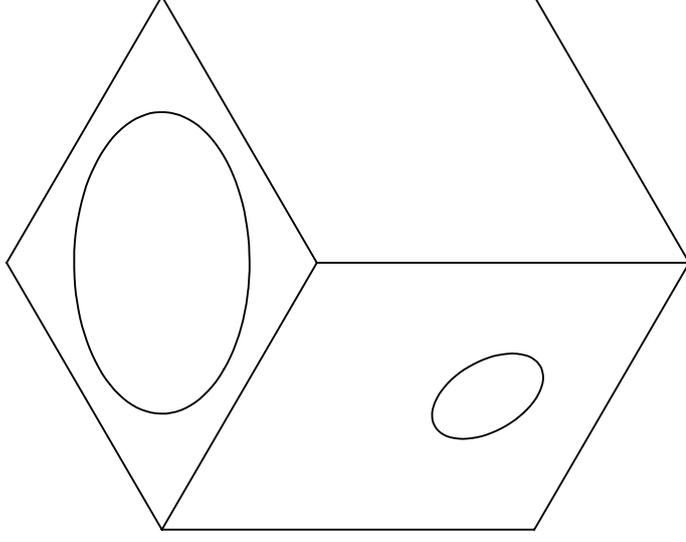
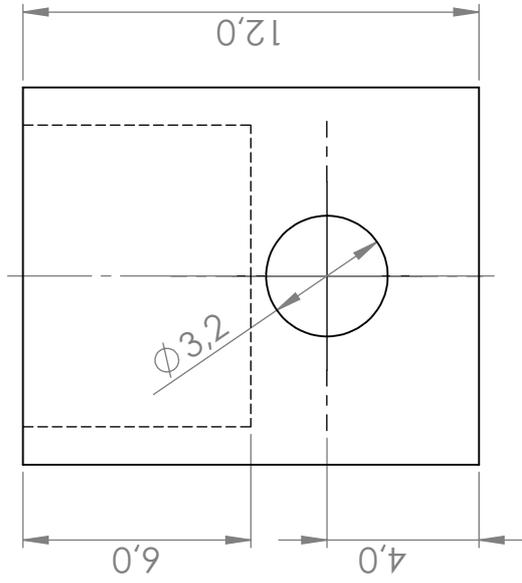
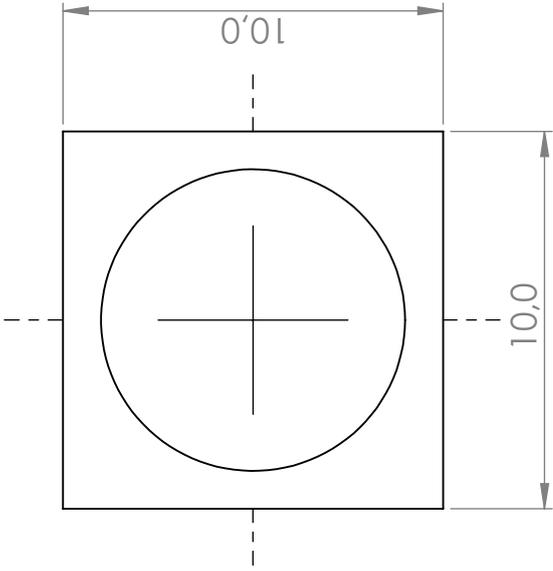
**DESENHOS TÉCNICOS DAS BASES PARA
CRIORREFRIGERADOR**



| | |
|-------------|------|
| Nome | Data |
| Desenho | GT |
| Verificação | GB |
| MATERIAL: | |
| Cobre | |

| | |
|---------------|---|
| Nome desenho: | Base inferior da célula para cryocooler |
| Tolerância: | X: ±0.1 |
| Escala: | 2 : 1 |

| | |
|---|------------------------|
| Peça: | Lab. Criogenia FCT-UNL |
| Base inferior da célula para cryocooler | |
| 1 peça | |



| | | | |
|---------------|--------------------|--|--|
| Nome | Data | Peça: | |
| Desenho | 03/04/14 | Lab. Criogenia FCT-UNL | |
| Verificação | 03/04/14 | | |
| MATERIAL: | | Base superior da célula para cryocooler | |
| Cobre | | | |
| Tamanho: A4 | Tolerância: X:±0.1 | | |
| Escala: 5 : 1 | | 1 peça | |



