V. T. 94
CARLOS JOSÉ DE AZEVEDO QUADROS

UM MÉTODO DE MEDIDA DE OSCILAÇÕES MAGNETOTÉRMICAS ABAIXO
1° KELVIN.

OSCILAÇÕES MAGNETOTÉRMICAS NO ZINCO ENTRE 1,2° E 0,5° KELVIN.

SBI-IFUSP

305M81000094

Tese de livre-docência apresentada
à Cadeira de Física Aplicada do De-
partamento de Física da Faculdade
de Filosofia, Ciências e Letras da
Universidade de São Paulo.

SÃO PAULO

1969

AGRADECIMENTOS

Agradecemos a todo o pessoal do Laboratório de Estado Sólido e de Baixas Temperaturas que, de uma maneira ou de outra, colaborou nêsse trabalho.

Em particular, agradecemos aos Professores Luiz Guimarães Ferreira e Nei F. de Oliveira Jr., pelas sugestões e ajuda na realização das experiências.

Agradecemos também aos Srs. Oswalq Cappello, Francisco de Paula Oliveira e Paulo Balbachan, pelo entusiasmo e esmero na construção e montagem do equipamento, e às Srtas Ebe e Eni que muito auxiliaram na redação e impressão dêste trabalho.

Êste trabalho recebeu colaboração financeira da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, Conselho Nacional de Pesquisas, e Serviço de Cooperação Técnica do Ministério de Relações Exteriores da França, a quem somos muito gratos.

RESUMO

Nêste trabalho descrevemos um sistema para medida das oscilações magnetotérmicas capaz de operar entre 1,2 e 0,3°K.

Com êste equipamento foram feitas medidas em um cristal de zinco entre 1,2 e 0,5°K.

Os resultados foram analisados em computador utilizando a Transformada de Fourier, e tanto a amplitude das oscilações como a relação entre a amplitude da fundamental e a 2a. harmônica concordam com as previsões teóricas.

INTRODUÇÃO

As oscilações magneto-térmicas foram observadas pela primeira vez por Kunzler et al, (1), em 1960 no bismuto. Nos últimos anos foram publicados vários trabalhos sobre este assunto que citaremos em ordem cronológica.

Em 1967 temos : D. Mc Combe e G. Seidel (2) com bismuto e antimônio; S. Noguchi e Tanuma com bismuto, antimônio e arsênico (3); Sullivan e Seidel (4) com berílio e Goldstein et al (5), no gálio.

Em 1968 temos: Long (6) com tungstênio e Quadros e Oliveira (7 e 8) com zinco.

Este método de estudo dos efeitos magneto-oscilatórios parece estar ganhando terreno sendo de se prever sua utilização no estudo da superfície de Fermi em competição direta com os métodos mais antigos baseados nos efeitos de Haas - Van Alphen e Shubnikof de Haas. Com os aperfeiçoamentos da técnica, as dificuldades experimentais são comparáveis e talvez menores do que na medida da susceptibilidade (de Haas - Van Alphen). As medidas de resistividade (Shubnikof - de Haas) embora mais simples são de interpretação teórica mais difícil do que nos dois outros casos.

As técnicas experimentais para medida das oscilações magneto-térmicas podem ser classificadas em 3 grupos principais: -

1) A técnica original de Kunzler (1) em que a amostra é isolada termicamente e são medidas as oscilações de sua temperatura.

2) A técnica de modulação de campo de Mc Combe e Seidel (2) em que um campo alternado de pequena intensidade é superposto ao campo contínuo. Esta técnica tem as vantagens de não exigir isolamento térmico muito perfeito da amostra e de dar como resultado a derivada das oscilações. Este último fator reforça as harmônicas superiores.

3) A técnica isotérmica de Long (6) em que a amostra está em bom contato térmico com o banho, sendo medido o fluxo de calor entre a amostra e o banho. Enquanto nos métodos anteriores a entropia permanece constante, sendo medidas as oscilações de temperatura, temos aqui uma temperatura constante sendo medidas as oscilações da entropia.

Em sua tese de doutoramento (7) o autor mediu as oscilações magnetotérmicas do zinco à temperatura de $1,5^{\circ}\text{K}$ usando uma técnica análoga à de Kunzler (1). Nessa tese o autor indicou os seguintes pontos a serem melhor estudados:

1) A precisão dos dados obtidos era superior à dada por um registro gráfico, justificando o emprêgo de um sistema digital de registro de dados.

2) A análise de Fourier dos resultados, executada em computador, permite um estudo bastante preciso das várias oscilações que podem existir simultaneamente numa mesma experiência. Esse método foi estudado por L.C. Ferreira e pelo autor (8). Para esta análise o registro numérico de dados é muito conveniente.

3) A amplitude e conteúdo de harmônica das oscilações devem aumentar quando a experiência é realizada a temperaturas mais baixas.

Nôste trabalho são explorados os três pontos acima. O mais importante dêles é a extensão das medidas até a região de $0,5^{\circ}\text{K}$ atingida por meio de um refrigerador de He^3 . Dos trabalhos citados apenas o de Mc. Combe e Seidel (2) atinge estas temperaturas e de fato êstes autores verificaram no bismuto um aumento das harmônicas superiores em comparação com as medidas realizadas acima de 1°K .

Para realizar as experiências com o zinco, nas condições do nosso laboratório, foi necessário resolver uma série de problemas:

A condutividade do zinco nas temperaturas consideradas é muito maior do que a do bismuto e antimônio, tornando crítico o problema do aquecimento por correntes de Foucault. A técnica de modulação de campo exige equipamento eletrônico além das possibilidades atuais do laboratório.

Êsses e outros fatores nos levaram a imaginar uma técnica diferente que apresenta uma grande simplificação na parte eletrônica da experiência.

No trabalho anterior (7), as oscilações magnetotérmicas apareciam superpostas a uma variação maior porém lenta da resistência do termômetro. Para temperaturas mais baixas esta variação cresce de tal forma que impede a detecção das oscilações. Estas variações podem provir de duas causas principais:

- a) Efeito do campo magnético sobre a resistividade do material utilizado no termômetro, nosso caso uma composição à base de carvão.
- b) Variação da quantidade de calor dissipado pelas correntes de Foucault na amostra.

Para analisar o efeito do campo magnético sobre a resistência, foi necessário fazer algumas medidas preliminares para avaliar a ordem de grandeza do efeito. Utilizamos as resistências Allen Bradley que ofereceu a maior sensibilidade às variações de temperatura na região que nos interessa.

Não tendo encontrado dados sobre a magnetoresistência para estas resistências abaixo de 1°K foram feitas duas verificações do efeito do campo magnético a $1,2^{\circ}\text{K}$ e $0,5^{\circ}\text{K}$, entre 0 e 16.000 gauss. A $1,2^{\circ}\text{K}$ a variação total foi de 2,5 % correspondendo uma variação de $0,02^{\circ}\text{K}$ na temperatura. A $0,5^{\circ}\text{K}$ a variação total também foi de 2,5 % correspondendo a $0,002^{\circ}\text{K}$ na temperatura.

Estes resultados mostram que a magnetoresistência do nosso termômetro é insuficiente para explicar as variações lentas observadas.

O efeito das correntes de Foucault pode ser analisado da seguinte forma:

Para uma dada geometria da amostra e do campo magnético, o calor $\dot{Q}$ dissipado por estas correntes, por unidade de tempo, é proporcional ao quadrado da derivada do campo magnético B em relação ao tempo e inversamente proporcional à resistividade elétrica ρ da amostra. A diferença de temperatura ΔT entre a amostra e o refrigerador é dada por:

$$\Delta T = \frac{\dot{Q}}{k} = \text{cte.} \frac{\dot{B}^2}{k\rho} \quad (1)$$

onde k é a condutividade térmica do suporte da amostra.

Esta condutividade k e o calor específico da amostra c definem uma constante de tempo τ dada por:

$$\tau = \frac{c}{k} \quad (2)$$

Para que possamos realizar a experiência é necessário jogar com os fatores acima para obtermos as características desejadas. Isto é feito levando em conta o seguinte:

- 1) A constante de tempo τ deve ser maior que o período de uma oscilação para não haver atenuação da mesma.
- 2) O tempo de varredura do campo magnético t (inversamente proporcional a B uma vez que os limites de variação de B são constantes) deve ser escolhido de maneira a limitar o aquecimento da amostra. Esse aquecimento diminui quando t aumenta; por outro lado, isto acarreta um aumento do período da oscilação, o que afeta a condição (1).
- 3) A condutividade térmica do suporte deve ser escolhida de forma a satisfazer ao mesmo tempo as condições 1 e 2, isto é, deve ser tão grande que dê uma constante de tempo razoável, mas não tão grande que a amostra se aqueça demais.

Nas considerações acima não levamos em conta a variação da resistividade ρ com B . Esta cresce com B de acordo com a regra de Kohler⁽¹⁰⁾:

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_0} = F \left(\frac{B}{\rho_0} \right) \quad (3)$$

onde ρ_0 é a resistividade na ausência de campo e F é uma função crescente da relação B/ρ_0 e independente de seus valores.

Nas nossas condições de baixa temperatura e amostra muito pura, ρ_0 é muito baixo e a variação relativa de ρ com B deve ser grande na faixa de campo magnético por nós utilizado.

Verificamos de maneira qualitativa que o calor dissipado é maior para B mais baixos e cai à medida que B cresce, mantendo $\dot{Q}$ constante. Isso está de acordo com o comportamento previsto para ρ .

Reunindo as considerações acima temos que:

- a) O calor recebido pela amostra devido às correntes de Foucault, é máximo no início da experiência (supondo B crescente com o tempo) e vai diminuindo à medida que B cresce. A temperatura sobe rapidamente no início e tende a estabilizar-se e mesmo a cair no fim da experiência.
- b) A resistência do termômetro de carvão cresce com B o que dá como efeito um resfriamento aparente da amostra com B crescente.

A superposição destes dois efeitos explica a forma da curva de resistência versus B da referência 7.

Se estender as experiências até $0,5^{\circ}\text{K}$ as condições se alteram da seguinte forma: tanto o calor específico da amostra como a condutividade térmica do suporte decrescem ao baixarmos a temperatura; essa diminuição de k e c faz com que as variações de temperatura produzidas por efeito das correntes de Foucault se tornem muito maiores.

As variações de $\dot{Q}$ não devem ser grandes, pois abaixo de $1,2^{\circ}\text{K}$ ρ não deve variar muito; qualquer variação de ρ é muito menor o que aumentará $\dot{Q}$ e portanto o aquecimento.

Nestas condições a medida nas condições da referência 7 é impossível porque as oscilações magnetotérmicas desaparecem em face do efeito das correntes de Foucault.

A solução que propomos neste trabalho consiste

em um sistema de aquecimento controlado que mantém constante a temperatura da amostra.

O método de controle de temperatura utilizado foi elaborado a partir do sistema de medida usado na referência 7.

Este sistema é formado por uma resistência termométrica de carvão que é medida por uma ponte de corrente alternada. O desequilíbrio desta ponte aparece como uma tensão contínua na saída de um detetor coerente (amplificador Lock-in). Integrando este sinal sobre um tempo longo, comparado com o período de uma oscilação temos uma tensão que representa a variação lenta da temperatura.

O princípio do sistema de controle é utilizar essa tensão convenientemente atenuada, para aquecer a amostra. Enquanto a temperatura da amostra estiver abaixo da correspondente ao equilíbrio da ponte, este sistema é estável. Se a temperatura ultrapassar este ponto, o aquecimento continuará e o sistema torna-se instável. Como a tensão de saída do detetor não é zero no ponto correspondente ao equilíbrio da ponte, um diodo em série com atenuador elimina esta instabilidade.

Na ausência de campo magnético, a resistividade e a temperatura são mantidas constantes. Se aplicarmos um campo magnético variando uniformemente com o tempo, o sistema compensará as variações lentas da temperatura da amostra.

O efeito do campo magnético sobre o valor da resistência de carvão faz com que a temperatura da amostra não seja rigorosamente constante porque essas variações também serão compensadas pelo sistema de controle.

Essas variações embora maiores que o valor das oscilações observadas são desprezíveis comparadas com a temperatura da amostra. Podemos, portanto, na análise dos resultados considerar as medidas como feitas à temperatura constante. (Ver página 4).

Um inconveniente das resistências Allen Bradley é que seu valor cresce muito rapidamente abaixo de 1°C . Para que o valor da resistência nas temperaturas mais baixas fique dentro dos limites de utilização da nossa ponte de medida é necessário partir de valores muito baixos à temperatura ambiente, da ordem de 1 ohm.

Para valores dessa ordem o problema da resistência de contato entre o carvão e os fios de medida torna-se crítico. Depois de muitas tentativas estabelecemos uma técnica de deposição eletrolítica de cobre sobre o carvão que nos deu contatos de baixa resistência. Uma característica importante destes contatos comparados com os de tinta de prata utilizados anteriormente ⁽⁷⁾ é grande reprodutibilidade do valor da resistência quando submetida a ciclos térmicos entre a temperatura ambiente e a do nêlio líquido.

Para a análise dos dados experimentais foi utilizada uma modificação da técnica seguida no trabalho anterior, técnica aqui descrita por Ferreira e Quadros ⁽⁹⁾. Essa nova técnica tem a vantagem de atenuar até o limite desejado as frequências "satélites" que apareciam como consequência dos dados experimentais comportarem um número pequeno (da ordem de 30) de oscilações completas.

No registro de dados foram utilizados simultaneamente um voltímetro integrador digital que imprimia os

Cada um dos testes analisados e um registrador potenciométrico que
permite observar e registrar a experiência.

DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO

O sistema de He^4 e criostato é o mesmo utilizado no trabalho anterior (7).

Refrigerador de He^3

Os problemas a resolver no projeto deste refrigerador são os seguintes:

1. Necessidade de girar a amostra para orientá-la em relação ao campo magnético.
2. Limitação do espaço disponível no entreferro do ímã.
3. Estabelecimento de contato térmico entre o banho externo de He^4 e o He^3 gasoso para a liquefação do segundo; este contato deve ser rompido para atingir as temperaturas abaixo de 1°K .

O refrigerador foi construído utilizando o sistema de cabeça giratória de criostato descrito na referência 7. Dessa cabeça giratória saem dois tubos de aço inoxidável de parede fina que suportam o refrigerador e a câmara que mantém o isolamento térmico entre ele e o banho de He^4 (fig. 1). Um dos tubos liga a câmara ao sistema de vácuo. Este sistema se compõe de uma bomba de difusão ligada rigidamente à cabeça giratória, medidores de vácuo e uma bomba mecânica. A ligação entre a bomba mecânica e a difusão é feita por um tubo de borracha o que dá grande facilidade de rotação. O outro tubo estabelece a ligação entre o bulbo onde é liquefeito o He^3 e o sistema de bombeamento e armazenamento deste gás. Neste sistema devido ao risco de perda ou contaminação do gás não é possível usar um tubo de borracha, sendo a liga-

ção entre a cabeça e o sistema de bombas feita por um tubo mecânico flexível.

O mesmo tubo é utilizado para introduzir o He^3 no sistema para sua liquefação e para em seguida fazer o vácuo sobre o líquido para o resfriamento. O sistema possui as válvulas necessárias para esse fim e também para controle da temperatura pelo ajuste da pressão de evaporação do He^3 (fig. 1). Neste sistema a bomba de difusão é fixa havendo um tubo flexível entre ela e a cabeça giratória. Outro tubo flexível enlaza a bomba de difusão e a mecânica evita a transmissão de vibrações ao criostato. A câmara de vácuo encaixa-se na cauda do criostato, ficando mergulhada no He^4 líquido que também cobre parte dos tubos de aço inoxidável que a suportam. Esta câmara é desmontável por meio de uma junta rosqueada que é vedada por solda com liga de Wood.

O bulbo de He^3 é construído de cobre com capacidade para 2 cm³ de He^3 líquido; no fundo possui aletas de cobre para melhorar o contato térmico entre o metal e o líquido. Externamente, na parte inferior há uma calíandria cilíndrica sobre a qual é fixado o tubo de resina epoxi que suporta a amostra. Uma lâmina fina de cobre soldada ao bulbo serve de suporte a uma resistência de carvão situada numa região onde o campo magnético é igual ao da região da amostra. Essa resistência, que está em contato térmico com o bulbo, mas isolada da amostra é usada para medir o efeito do campo magnético sobre a resistência do carvão.

O bulbo de He^3 é suportado dentro da câmara de vácuo por um tubo de aço inoxidável de pequeno diâmetro e parede fina. Esse tubo está ligado ao sistema de vácuo do

Figura 1

- 1) Ligações elétricas para o sistema de medidas e controle temperatura.
- 2) Bombas de vácuo da câmara de isolamento térmico.
- 3) Tubo metálico flexível.
- 4) Bombas de vácuo do sistema de He^3 .
- 5) Tubo de entrada de He^3 .
- 6) Sistema de junta giratória.
- 7) Bomba de difusão do sistema de He^3 .
- 8) Ligação para a bomba de vácuo do banho de He^4 .
- 9) Tubo metálico flexível.
- 10) Tubo de aço inoxidável de parede fina.
- 11) Manômetro metálico do sistema de He^3 .
- 12) Depósito de He^3 .
- 13, Bomba mecânica do sistema de He^3 .
- 14) Balão de He^3 líquido.
- 15) Tubo de parede fina de resina epoxi.
- 16) Cristal de zinco.
- 17) Tampa do suporte da amostra com suporte para o termômetro.
- 18) Termômetro para medida da magneto-resistência do mesmo.
- 19) Escudo contra radiação térmica.
- 20) Tubo de aço inoxidável do sistema de vácuo da câmara de isolamento.
- 21) Tubo para entrada de He^4 na câmara de isolamento.
- 22) Entrada para o tubo de transferência do He^4 líquido.
- 23) Bomba de difusão do sistema de vácuo da câmara de isolamento.
- 24) Ligação para a bomba mecânica do sistema de vácuo da câmara de isolamento.

He^3 pelo tubo de aço que vai até a cabeça do criostato. Entre os dois tubos de aço há um labirinto para impedir a passagem de radiação térmica. Também na boca inferior do tubo que faz o vácuo na câmara de isolamento há um anteparo contra radiação.

Este refrigerador funciona da seguinte forma: Com o banho de He^4 resfriado a $1,2^\circ\text{K}$ introduzimos He^3 a uma pressão superior à sua tensão de vapor a essa temperatura. Em contato com a parede do tubo de aço inoxidável, que é resfriado pelo He^4 líquido, o He^3 se condensa e escorre para o bulbo. No bulbo ele se evapora e recondensa mais acima até que o bulbo e a amostra atinjam $1,2^\circ\text{K}$. Nessa ocasião o líquido se acumula no bulbo.

Para baixar a temperatura é feito o vácuo no sistema de He^3 . Não havendo mais condensação nas paredes do tubo de aço mergulhado no He^4 líquido cessa o contato térmico entre o He^4 e o He^3 e a temperatura pode baixar até $0,3^\circ\text{K}$.

Completam o refrigerador uma bomba de difusão, uma bomba mecânica com vedação especial, um manômetro metálico de precisão e um cilindro de depósito de gás, além, das válvulas necessárias (fig. 1).

Termômetro

A temperatura é medida por uma resistência de carvão preparada a partir de um resistor Allen Bradley de 10 ohms, 1 watt.

Este material entre os vários experimentados apresentou uma grande sensibilidade às variações de temperatura e uma sensibilidade moderada ao campo magnético.

Devido ao enorme aumento da resistência nas temperaturas da ordem de $0,5^\circ\text{K}$ foi necessário partir de uma

resistência inicial a mais baixa possível.

Para isso o resistor foi cortado em fatias transversais com espessura da ordem de 1 mm, sendo feito o contato nos dois lados da fatia. Nessas condições a resistência de contato entre o carvão e os fios de ligação torna-se muito importante. A ligação por tinta condutora à base de prata conduz a valores altos de resistência de contato e extrema sensibilidade a ciclos de temperatura entre 4 e 300°K.

Após ensaiar a deposição de cobre a vácuo (realizada pelo Sr. Hiroshi Tejima com a colaboração do Departamento de Engenharia Elétrica da EPUSP) foi verificado que a deposição eletrolítica de cobre a partir de um banho de sulfato de cobre dava um contato melhor. A camada de cobre era bastante sólida para permitir a solda de fios de cobre diretamente sobre o metal depositado.

A deposição é feita em uma solução saturada de SO_4Cu à temperatura ambiente com uma densidade de corrente de 100 mA por cm^2 . A superfície da resistência é lixada para obtermos uma superfície rugosa. Com esta técnica conseguimos resistências da ordem de 2 ohms que pouco se alteram com ciclos de temperaturas entre 4 e 300°K.

Mesmo com essas resistências não nos foi possível fazer experiências abaixo de 0,5°K pois o nosso equipamento de medida era limitado a resistências de 100 Kiloohms, valor esse que é atingido a 0,5°K. A 0,3°K o valor da resistência é superior a 1 megaohm.

A ponte utilizada para medir a resistência é a mesma da referência 7, utilizando também o sistema de ligação de 3 fios para compensar a resistência dos fios de entra-

Figura 2

Sistema de medida e controle da temperatura
da amostra.

da de corrente.

O sinal de saída do detetor que mede o desequilíbrio da ponte é ligado a um voltímetro integrador Hewlett Packard modelo DY - 2401 C conjugado a um impressor automático da mesma fábrica modelo 562 A.

O tempo de integração é ajustado a um valor conveniente e os resultados são então impressos com intervalo regular igual ao tempo de integração. Como a variação do campo é linear com o tempo, a diferença de campo magnético entre dois dados é constante.

Para acompanhar visualmente a experiência o mesmo sinal atenuado é registrado em um registrador potenciométrico MECI. A figura 3 mostra dois desses gráficos.

Para converter os valores de resistência em temperaturas foi feita uma calibração baseada na pressão de vapor do He^4 líquido usando a escala de 1958 (12). Para extrapolação até $0,5^\circ\text{K}$ foi utilizada a fórmula indicada por Clement et al (13). Esses autores verificaram que a fórmula é exata até $0,3^\circ\text{K}$ com a precisão de 1%. A equação usada é a seguinte:

$$\log R + \frac{K}{\log R} = A + \frac{B}{T} \quad (4)$$

Não foi feita correção para o efeito do campo magnético por ser esta inferior ao erro de medida.

As constantes da fórmula acima foram calculadas a partir de valores de temperatura e resistência medidas na faixa de $4,2$ a $1,2^\circ\text{K}$. Para a resistência utilizada nesta experiência os valores obtidos foram:

Registro das oscilações magnetotérmicas do zinco.

$$A = 1,30$$

$$B = 1,93$$

$$K = 0,60$$

Para o cálculo da amplitude das oscilações foi calculado o valor da derivada da resistência em função da temperatura de acordo com a equação abaixo, usando as constantes acima:

$$\frac{dR}{dT} = \frac{BR}{\log e (1 - k/\log^2 R)} \quad (5)$$

Contrôle de temperatura

O sistema de contrôle utiliza o desequilíbrio da ponte de medida para comandar o aquecimento da amostra.

O sinal de corrente alternada vindo da ponte é introduzido em um segundo amplificador "Lock-in", cuja saída destinada ao registrador dá um sinal contínuo proporcional ao desequilíbrio. Este sinal, atenuado por uma série de resistências (fig.3) é enviado à resistência de medida que serve também como aquecedor.

Este sistema é estável quando a amostra está abaixo da temperatura correspondente à resistência indicada na ponte. Para evitar a instabilidade para as temperaturas altas, um diodo de silício corta a corrente de aquecimento nessa região.

O ganho e a constante de tempo do sistema de contrôle podem ser variados independentemente das do sistema de medida.

Para ajustar o sistema é tomada uma constante

de tempo pequena e o ganho aumentado até o sistema entrar em oscilação. O ganho é então reduzido até obter estabilidade e a constante de tempo ajustada para o valor desejado.

É necessário utilizar a mesma resistência para medida e aquecimento, pois o atrazo entre dois elementos separados conduz a oscilações difíceis de eliminar.

Suporte da amostra (fig. 1)

A amostra é colocada em um suporte de resina epoxi (Araldite) fixado abaixo do bulbo de He^3 . A fixação é feita por um tubo de paredes finas. Logo abaixo está a câmara do mesmo material no interior da qual é colocado o cristal. Esta câmara é fechada inferiormente por uma tampa onde há um encaixe para o termômetro.

O cristal é fixado no interior da câmara com graxa de vácuo Apiezon N que serve para estabelecer o contato térmico entre termômetro e amostra.

Amostra

A amostra é a mesma da referência 7, um cristal de zinco produzido pela "Metal Research (Crystals) Ltd." da Inglaterra.

A pureza é de 99.999% e o cristal tem a forma de um cilindro de 18 mm de diâmetro e 35 mm de altura. O eixo hexagonal coincide, dentro de 2° , com o eixo do cilindro.

MÉTODO DE MEDIDA

Inicialmente o criostato é resfriado até 80°K , colocando nitrogênio líquido no espaço correspondente, mantendo hélio à pressão atmosférica no espaço do hélio líquido e hélio a uma pressão de 500 microns aproximadamente na câmara de vácuo. Este resfriamento leva uma noite.

Em seguida deixa-se o He^3 gasoso chegar ao bulbo e faz-se a transferência do hélio líquido. Cheio o criostato, começa-se a calibração do termômetro de carvão. Para isso a pressão sobre o banho de He^4 é baixada por uma bomba de vácuo estabilizando-se a temperatura nos pontos necessários à calibração. Nesses pontos é feita a leitura simultânea da pressão de vapor do hélio e da resistência do termômetro. O equilíbrio da ponte é acompanhado no registrador para verificar quando o valor da resistência se estabiliza. A estabilização da pressão é verificada por um manômetro de óleo diferencial. A pressão de vapor de hélio é convertida em temperatura pela escala de 1958⁽¹²⁾.

Terminada a calibração faz-se o vácuo na câmara de isolamento. Neste ponto o campo magnético é ligado e elevado lentamente até chegar à faixa de controle do sistema regulador. O calor produzido na amostra é levado ao banho de He^4 por condução através do suporte até o bulbo de He^3 e daí para o banho de He^4 por evaporação e recondensação do He^3 .

Durante esta subida, o campo não é controlado e sua variação pouco regular impede a verificação das oscilações, que são pequenas em campos baixos.

Chegando à faixa de regulação (7 até 16,5 Kilogauss) é possível iniciar a varredura controlada do cam-

po e observar as oscilações.

A amostra é então orientada pela observação dos batimentos nas oscilações da forma descrita na referência 7.

O cristal tem seu eixo hexagonal vertical e, quando o campo magnético está próximo à direção normal a um dos braços horizontais da 2ª faixa da superfície de Fermi, temos batimentos entre as oscilações correspondentes aos 2 braços adjacentes. O cristal é girado e os batimentos observados para vários ângulos.

O ângulo correspondente ao campo normal ao braço é indicado pela ausência de batimento e pela distribuição simétrica dos batimentos em torno dessa orientação. Partindo dessa referência podemos orientar a amostra na direção desejada.

Nêste trabalho as medidas foram feitas com o campo magnético fazendo um ângulo de 30° com a direção 100. Para esta orientação o campo magnético está ao longo do eixo de um dos braços horizontais da 2ª faixa da superfície de Fermi. A área interceptada por um plano normal ao campo magnético sobre a superfície de Fermi é mínima nesta orientação. Também a frequência da oscilação, expressa em gauss é mínima nêste caso⁽⁷⁾.

Uma vez a amostra orientada, travamos o sistema de rotação e iniciamos o resfriamento. A marcha do resfriamento é acompanhada medindo o valor da resistência termométrica. Ajustando as válvulas do sistema de vácuo estabilizamos essa resistência para um valor correspondente a uma temperatura pouco abaixo da desejada. O sistema de controle de temperatura é então ligado e a temperatura estabilizada no valor de-

sejado.

O ajuste do sistema de controle é feito por tentativas. Durante a experiência a resistência é influenciada pelo aquecimento pelas correntes de Foucault e pelo efeito do campo magnético sobre a resistividade do carvão. É necessário que essas variações possam ser compensadas pelo aquecimento produzido pelo sistema de controle. A faixa de aquecimento utilizável é limitada pela saturação do amplificador Lock-in que limita a potência dissipada no aquecimento; no outro extremo temos a inversão de polaridade do sinal quando a ponte passa pelo equilíbrio, sendo neste caso a corrente de aquecimento cortada pelo diodo de silício.

Antes de iniciar as medidas é necessário já com o campo magnético variando ajustar o sistema de controle, com constante de tempo pequena; atingindo o equilíbrio a constante de tempo pode ser aumentada. Este cuidado é necessário porque se o sistema de controle estiver longe do equilíbrio e com constante de tempo grande o tempo para equilibrá-lo será muito grande, prejudicando a experiência.

Quando o campo magnético chega ao valor desejado para o início das medidas ligamos o impressor de dados. Esses dados serão então impressos a intervalos regulares até o fim da corrida.

Conhecendo o campo inicial e final podemos calcular o valor do campo correspondente a cada dado impresso.

O intervalo entre os dados, fixado pelo tempo de integração do voltímetro é da ordem de 3 segundos. O tempo de uma corrida é da ordem de 20 minutos de maneira que obtemos cerca de 400 valores para cada experiência.

Êsses dados são transferidos para cartões e analisados no computador de acôrdo com o método descrito na referência 9. Os dados saem do computador sob a forma de uma tabela e um gráfico que dão a intensidade em função da frequência. Dadas as dificuldades de reproduzir êsses gráficos na tese, mostramos na figura 4 duas curvas desenhadas a partir dos dados obtidos.

Uma vez que o sistema de contrôle elimina a variação lenta de temperatura, o programa de computador apenas soma uma constante aos dados experimentais para ajustar o zero ao centro das oscilações.

Em seguida o computador calcula a transformada de Fourier para uma série de frequências indicadas no programa. Para eliminar os "satélites" a função que exprime a oscilação é multiplicada por uma função de amortecimento dada por:

$$\exp \left(\frac{-2\pi |x|}{x_2 - x_1} \right) \quad (6)$$

onde:

$$x = \frac{1}{B} - x_0$$

$$x_1 = \frac{1}{B_{\max}}$$

$$x_2 = \frac{1}{B_{\min}}$$

$$x_0 = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{B_{\max}} + \frac{1}{B_{\min}} \right)$$

A amplitude A da oscilação está ligada ao valor c dado pelo computador pela relação:

$$A = \frac{2\pi c}{x_2 - x_1} \quad (7)$$

A amplitude da oscilação cresce proporcionalmente à raiz quadrada do campo magnético. O resultado obtido acima corresponde a um valor médio dessa amplitude sobre o intervalo de integração.

Durante cada experiência é medida a variação de leitura do voltímetro para uma dada variação da resistência da ponte. Com este dado é possível converter a amplitude dada pelo computador que é medida em volts em unidades de resistência elétrica. Esta, por sua vez é convertida em temperatura da maneira indicada na página 18.

Os resultados de medidas para várias temperaturas estão na tabela I.

A comparação de intensidade entre a fundamental e a 2ª harmônica é feita diretamente dos dados do computador, pois para uma dada experiência todos os fatores acima são constantes. A intensidade da 2a. harmônica é dada como porcentagem da intensidade da fundamental.

TABELA I

Nº da exper.	T °K	ΔT °K	Int. 2a. harm..
22	0,50	$0,23 \times 10^{-3}$	18 %
14	0,63	$0,36 \times 10^{-3}$	13 %
13	0,86	$0,39 \times 10^{-3}$	10,5 %
19	0,86	$0,35 \times 10^{-3}$	10,4 %
16	1,20	$0,33 \times 10^{-3}$	7,4 %
17	1,20	$0,30 \times 10^{-3}$	6,3 %

Figura 4

Gráfico da intensidade das oscilações em função do campo magnético.
As intensidades estão em unidades arbitrárias.
As frequências são expressas em unidades equivalentes a 10^5 gauss.

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Mostramos na referência 7 que a parte oscilatória da entropia de um metal num campo magnético é dada por

$$s = 2k \sum_{s=1}^{\infty} (-1)^s \left(\frac{eH}{2\pi s c \hbar} \right)^{3/2} \left(\frac{xT \cosh xT - \sinh xT}{\sinh^2 xT} \right) |A_0''|^{-1/2} x \times \cos \left(\frac{sc \hbar}{eH} A_0 + \frac{\pi}{4} \right) \quad (8)$$

onde

H é o campo magnético

s é a ordem da harmônica da oscilação

A_0 é a área máxima ou mínima da superfície de Fermi

A_0'' é a segunda derivada de A_0

em relação à componente do vetor de onda na direção de H , e x é dado por:

$$x = \frac{2\pi^2 s k}{\hbar \omega} \quad (9)$$

onde ω é a frequência de ciclotron do eletrón.

Nêste trabalho a orientação do cristal foi mantida constante de maneira que A_0 e A_0'' também são constantes. As amplitudes de tabela I são um valor médio para um certo intervalo de variação de H . Uma vêz que êsse intervalo é o mesmo em tôdas as medidas e que os demais fatores são constantes físicas, a amplitude medida variará sômente com s e T .

Para calcular a variação de temperatura utilizamos a fórmula da referência (7).

$$\Delta T = - \frac{T S_e^D(T, H)}{C_V} \quad (10)$$

Onde S_e^D é a parte periódica da entropia dos eletrons.

Para estimar a variação de C_V com T partimos dos dados experimentais citados por Victor J. Johnson, editor (14) o calor específico do Zn a 1°K é de $0,011 \times 10^{-3}$ joules/grama $^\circ\text{K}$ a 1°K e $0,028 \times 10^{-3}$ joules/grama $^\circ\text{K}$ a 2°K . Isto indica uma relação quase linear entre C_V e T .

Além disso calculamos o calor específico eletrônico do Zn a partir dos dados de N. Phillips citados por Kittel (15) obtendo para 1°K o valor de $0,01 \times 10^{-3}$ joules/grama $^\circ\text{K}$. Estes dados justificam considerar desprezível o calor específico da rede e tomar C_V como proporcional a T .

Assim a equação (10) se reduz a

$$\Delta T = - \frac{S_e^D(T, H)}{\gamma} \quad (11)$$

onde

$$C_V = \gamma T$$

Na figura 1 da referência 7 temos um gráfico da função que exprime a variação de S_e^D em função de xT .

Para temperaturas entre $1,2^\circ\text{K}$ e $0,5^\circ\text{K}$ as frequências fundamentais das oscilações caem na região do máximo da curva o que explica a pequena variação de sua amplitude com a temperatura.

As segundas harmônicas caem na parte decrescente da curva (o valor de x é o dobro do de caso anterior) e por isso sua amplitude aumenta quando a temperatura diminui.

CONCLUSÕES

Projetamos e construímos um sistema de medições das oscilações magnetotérmicas em metais, na faixa de temperatura atingida por refrigeradores de He^3 (de 1,2 a $0,3^\circ\text{K}$).

Foram feitas medidas em um cristal de zinco até a temperatura de $0,5^\circ\text{K}$. A temperatura atingida foi limitada pela capacidade da nossa ponte de resistência. Com uma ponte capaz de medir resistências da ordem do megachm será possível chegar até $0,3^\circ\text{K}$.

O registro numérico dos resultados tornou mais fácil e precisa sua análise no computador.

Achamos uma explicação para as variações lentas de temperaturas encontradas no trabalho anterior (7). Atribuímos essas variações à magneto resistência do zinco que pretendemos estudar com a técnica descrita por A. Paduan e C. Quadros (14).

Medimos, embora sem grande precisão, o efeito de um campo magnético sobre um termômetro criogênico preparado a partir de uma resistência Allen Bradley. Também este ponto deverá ser estudado com mais detalhes, usando a técnica descrita por G. Frossati e Nei P. De Oliveira Jr. (15).

As medidas das amplitudes das oscilações magnetotérmicas, embora apresentem uma flutuação bastante grande, seguem aproximadamente o previsto pela teoria exposta na referência 7.

A relação entre a 2a. harmônica e a fundamental cresce ao baixar a temperatura, de acordo com o previsto.

BIBLIOGRAFIA

- 1) J.F. Kunzler, F.S.L. Hsu e W. S. Boyle
Phys. Rev. 128, 1084 (1962).
- 2) D. Mc Combe e G. Seidel
Phys. Rev. 155, 633 (1967).
- 3) S. Noguchi e S. Tanuma
Phys. Lett. 24A, 710 (1967)
- 4) P. Sullivan e G. Seidel
Phys. Lett. 25A, 229 (1967)
- 5) P.Goy, A. Goldstein, D.N. Langenberg e J.C. Picard
Phys. Lett. 25A, 324 (1967)
- 6) Jerome R. Long
J. APP. Phys. 39, 2287 (1968).
- 7) C. Quadros - Tese de Doutorado apresentada à Faculdade
de Filosofia, Ciências e Letras da Universidade de São
Paulo em 1968.
- 8) C. Quadros e Nei Fernandes de Oliveira Jr.
Phys. Lett. 27A (1968).
- 9) L.C.Perreira e C. Quadros
Phys. Lett. 28A, 211 (1968)
- 10) C. Quadros e N.F. de Oliveira Jr.
An. Acad. Bras. 36, 403 (1964)
- 11) J.M. Ziman, Principles of the theory of Solids, Cambridge
University Press, 1965 - Pag. 217
- 12) The 1958 He⁴ Scale of Temperatures N.B.S. monograph 10, U.S.
Department of Commerce National Bureau of Standards. Washington
- 13) J.R. Clement, E.H. Quinell, M.C. Steele, R.A. Hein and
R.L. Dolecek
Rev. Sci. Instr. 24, 545 (1953)

- 14) Victor J. Johnson, Editor

A compendium of the Properties of Materials at Low Temperature (Phase I) Part II. Properties of Solids.

National Bureau of Standards Cryogenic Engineering Laboratory, Washington 1960.

- 15) C. Kittel - Introduction to Solid State Physics - 3a. edição - Wiley, New York, 1966.

- 16) A. Paduan - Tese de Mestre em Ciências apresentada à Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras da Universidade de São Paulo em 1968.

- 17) G. Prossati - Tese de Mestre em Ciências apresentada à Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras da Universidade de São Paulo em 1969.