



Servicios de Apoyo
a la Investigación
Universidad Zaragoza

SIC-MF-2011.09.15-I28

OPCION HC PPMS

CONTRIBUCIÓN APIEZON N

SIC-MF-2011.09.15-I28

Medidas Físicas

1. Introducción

En las medidas rutinarias de capacidad calorífica, se coloca la muestra sobre la plataforma de medida usando Apiezon N para garantizar el contacto térmico.

La cantidad de grasa necesaria para contactar la muestra se aplica previamente en el portamuestras y se estima su contribución midiendo la capacidad calorífica de la muestra de grasa en un punto a 160K. Esta medida nos permite determinar la cantidad de grasa utilizada y restar su contribución de la medida de la muestra mediante un offset.

El offset de referencia se ha obtenido en todo el rango de temperaturas para una cantidad aproximada de 0.2 mg de Apiezon N, bien extendida en la plataforma. La contribución del offset en cada medida se escala respecto a esta referencia.

Se ha observado que en algunos casos la estimación de la grasa utilizada esta subestimada o sobrestimada en la medida de la muestra. Por otra parte, se ha reportado que la contribución a muy bajas temperaturas del Apiezon N depende de si la muestra de grasa forma una lámina delgada o no¹.

Para poder estimar el error que se comete y si el efecto pelicular contribuye o no, se ha medido una muestra patrón de cobre, bien utilizando la mínima cantidad de grasa necesaria, o utilizando mucha grasa.

En el caso de la muestra con poca grasa, casi toda la contribución del ApiezonN corresponde a una lámina delgada, mientras que si ponemos mucha grasa, la contribución mayoritaria es debida a la contribución bulk. Si el efecto pelicular es notorio, a bajas temperaturas, $T < 4K$, se debería observar una gran diferencia entre las dos medidas.

2. Resultados

Se ha utilizado una pastilla de cobre de 3.56 mg y se ha medido su HC en el rango de temperaturas de 1.8K a 290 K. Las medidas con poca y con mucha cantidad de Apiezon N se han comparado con el valor esperado para el cobre².

En la medida con poca grasa, se ha estimado una cantidad de Apiezon N de 0.076 mg, mientras que en la medida con mucha grasa, esta cantidad es de 0.565 mg.

Los resultados obtenidos coinciden bastante bien con el valor de referencia utilizado (ver Figuras 1 y 2). En la zona de alta temperatura, $T > 100K$, los valores obtenidos en nuestras medidas son ligeramente mayores. Además se observa una subida a $T > 260K$ que es típica del Apiezon. Esto parece indicar que la contribución de la grasa está ligeramente subestimada.

En cambio a bajas temperaturas ocurre lo contrario (ver Figura 3), se observa un mínimo en la medida con mucha grasa que coincide con una protuberancia en la contribución del Apiezon. Esto indica que se a sobrestimado la contribución de la grasa.

Todos los efectos observados se suavizan considerablemente en la muestra con poca grasa.

¹ C.A. Swenson, Rev. Sci. Instrum. **70**, 2728 (1999).

² R. Stevens, J. Boerio-Goates, J. Chem. Thermodynamics **36**, 857 (2004).

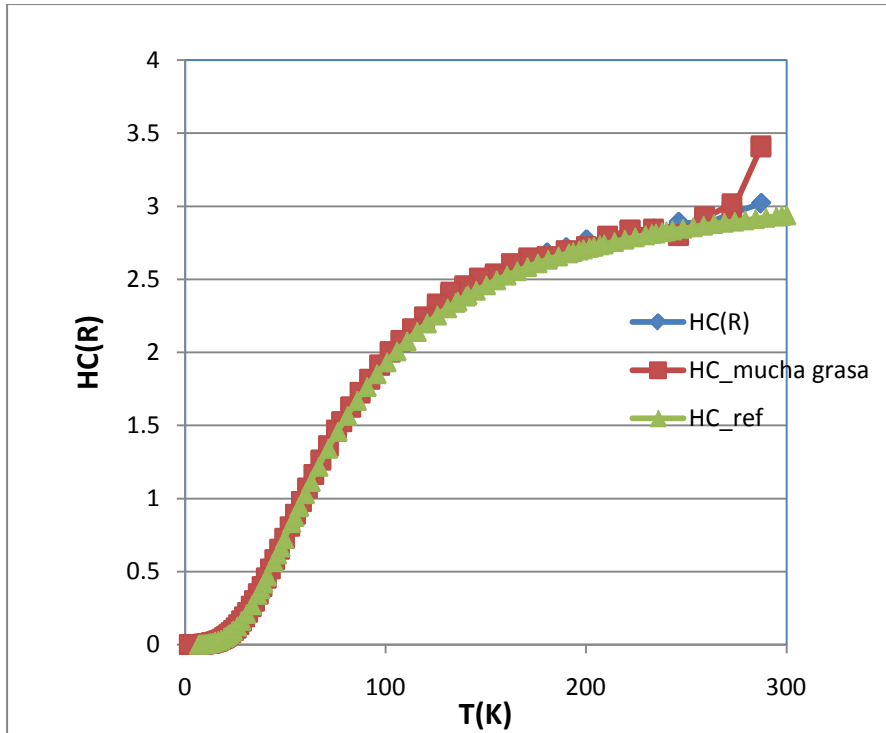


Figura1. Valores de Capacidad calorífica para la muestra de cobre en todo el rango de T . Escala lineal. Medida con poca grasa (azul), mucha grasa (rojo) y valor de referencia (verde).

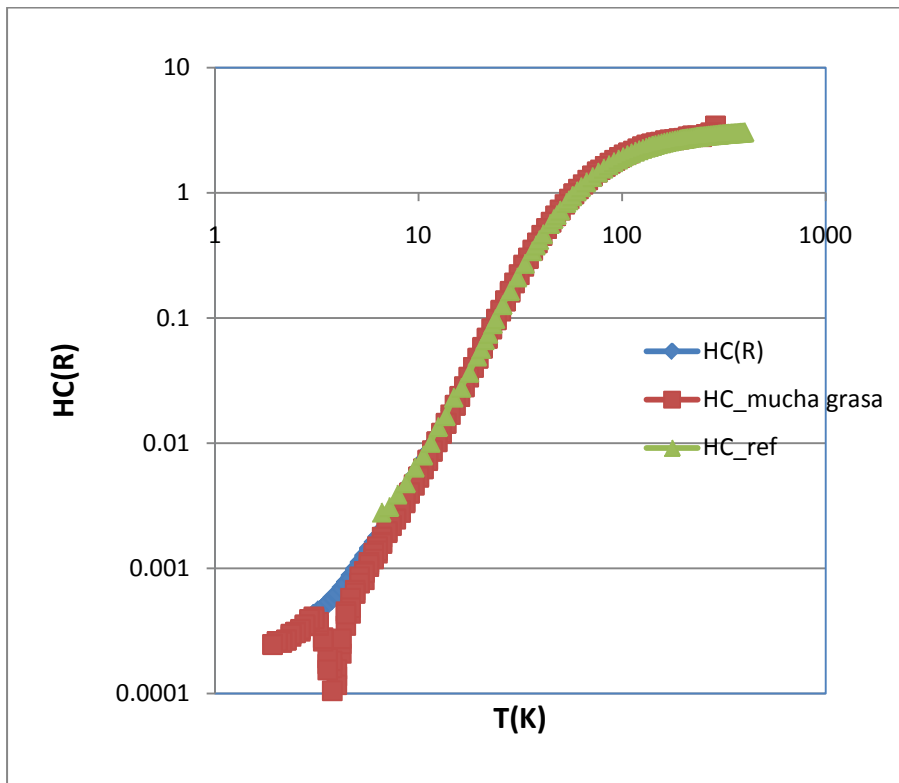


Figura2. Valores de Capacidad calorífica para la muestra de cobre en todo el rango de T . Escala logarítmica. Medida con poca grasa (azul), mucha grasa (rojo) y valor de referencia (verde).

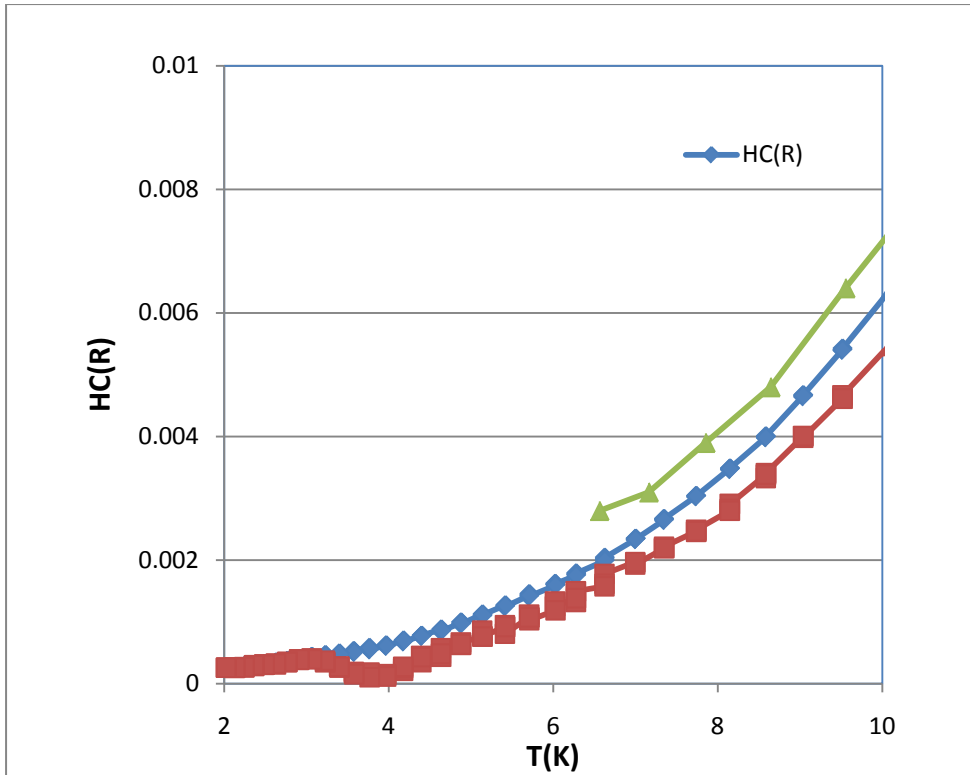


Figura3. Valores de Capacidad calorífica para la muestra de cobre a bajas T . Medida con poca grasa (azul), mucha grasa (rojo) y valor de referencia (verde).

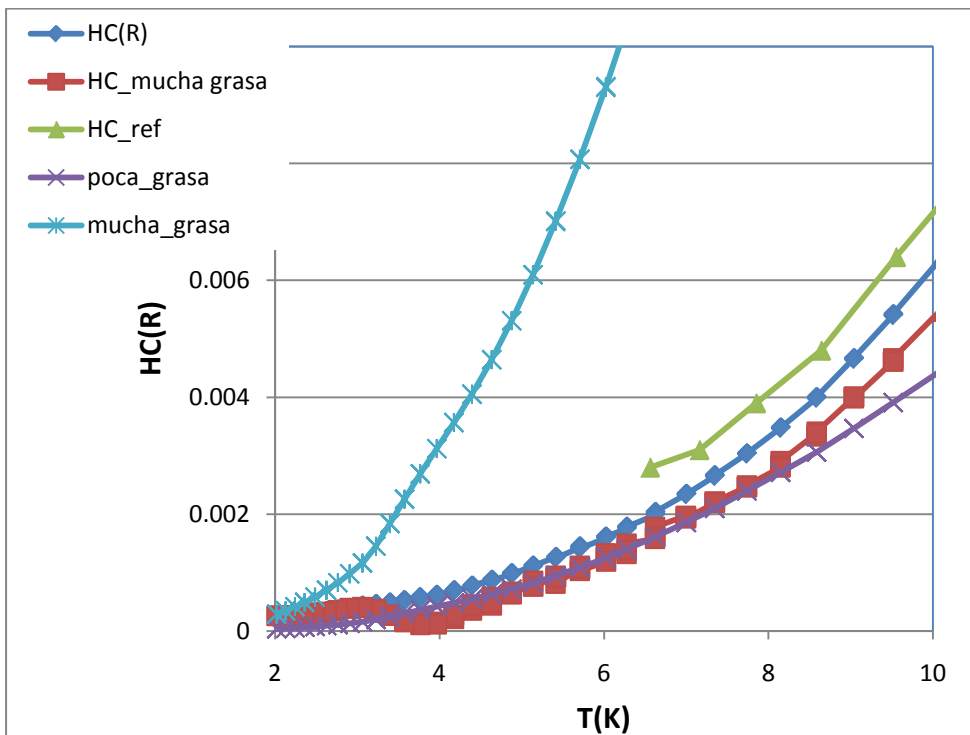


Figura4. Contribución del ApiezonN a bajas T . Medida con poca grasa (azul), mucha grasa (rojo) y valor de referencia (verde).

La contribución de la grasa es considerable, sobre todo en la medida con mucha grasa. Un pequeño error en la estimación puede dar lugar a un error considerable sobre todo a bajas temperaturas (ver Figura 4) si la muestra en cuestión presenta una contribución pequeña, como es el caso del cobre. Es por tanto importante minimizar la contribución de la grasa utilizando la mínima cantidad posible.

Cuando se analiza la diferencia entre la medida del HC del cobre con poca y mucha grasa, esto nos da una estimación de la posible contribución pelicular. La diferencia sería en principio una diferencia de los errores de determinación de la grasa en cada medida, salvo si la contribución de una fina capa es diferente que la contribución de la grasa bulk.

En la Figura5 se muestra esta diferencia, que en principio es pequeña en todo el rango de temperaturas, salvo el error a altas T debido a la anomalía que presenta la grasa en esa zona.

Cuando se representa el error relativo a la contribución de la grasa, cogiendo en este caso como referencia el offset de la medida de mucha grasa, se ve que a bajas temperaturas la variación es mucho mayor. En la Figura6 se muestra en detalle el pico observado en torno a 4K en el error relativo. Esta anomalía que presenta la grasa a bajas T, y que aparece en mayor o menor tamaño y posición podría ser asociado a un efecto pelicular que diferencia la contribución bulk de una lámina delgada³.

La principal conclusión que se puede sacar es que cuando una alta precisión se requiere a bajas temperaturas, es necesario usar la mínima cantidad de grasa posible, y medir la adenda en condiciones muy similares al experimento.

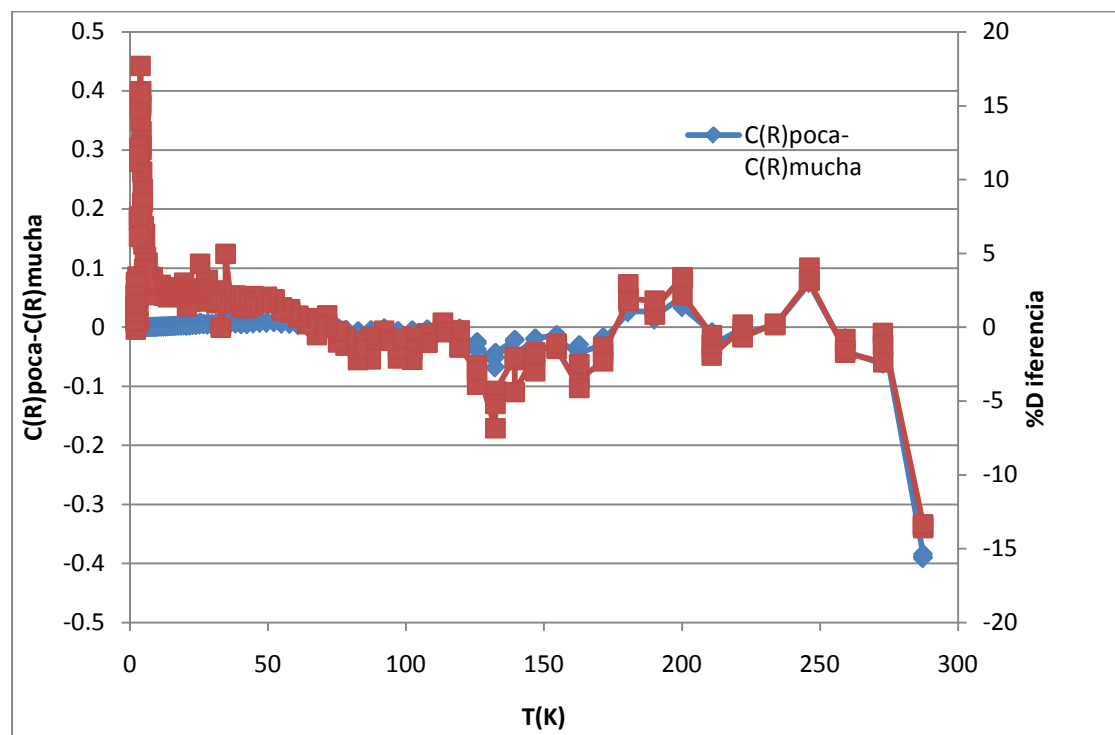


Figura5. Diferencia del error cometido en la medida de la HC del Cu con poca y con mucha grasa. Se muestra también el error relativo a la contribución de la grasa en %.

³ C.A. Swenson, Rev. Sci. Instrum. **70**, 2728 (1999).

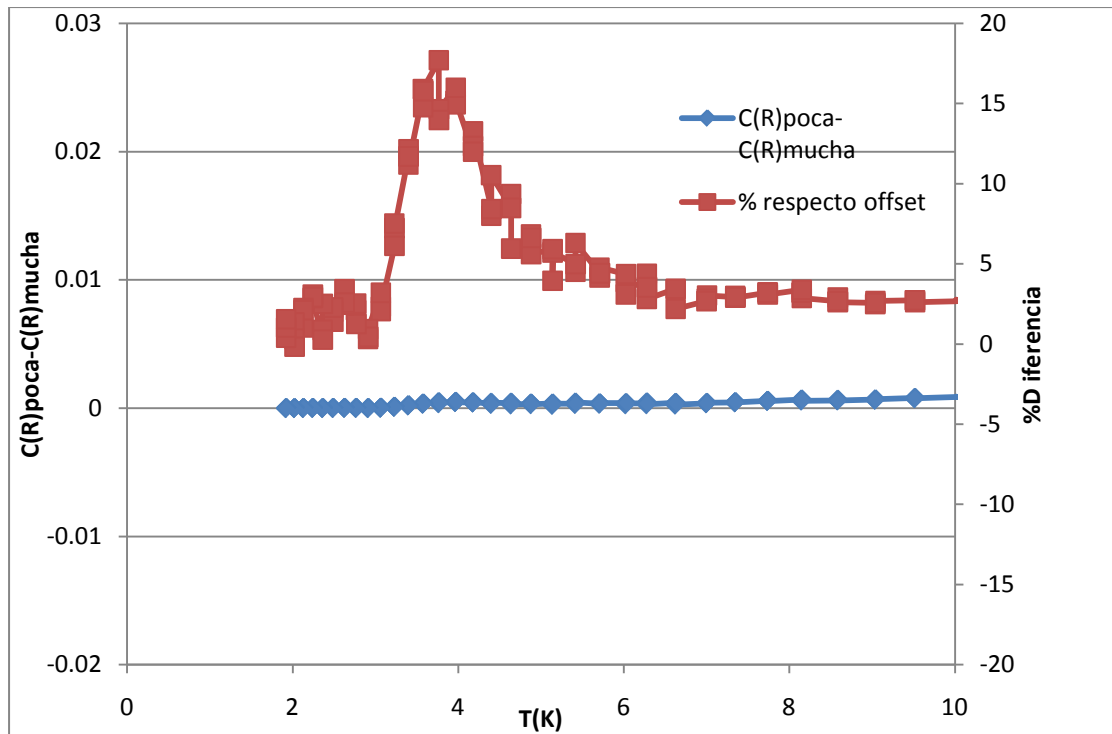


Figura6. Diferencia del error cometido en la medida de la HC del Cu con poca y con mucha grasa. Se muestra también el error relativo a la contribución de la grasa en %. Detalle a baja temperatura.

Para descartar que esta contribución que se observa en el offset sea debida a una impureza se va a repetir la medida del offset del tubo de Apiezon N.