



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 164 020**

21 Número de solicitud: 200001388

51 Int. Cl.⁷: G21K 5/08

G01N 1/44

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación: **31.05.2000**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **01.02.2002**

Fecha de concesión: **25.04.2003**

45 Fecha de anuncio de la concesión: **01.06.2003**

45 Fecha de publicación del folleto de patente:
01.06.2003

73 Titular/es:
**Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Serrano, 117
28006 Madrid, ES**

72 Inventor/es: **Sics, Igers;
Esquerra Sanz, Tiberio;
Nogales Ruiz, Aurora y
Balta Calleja, Francisco José**

74 Agente: **No consta**

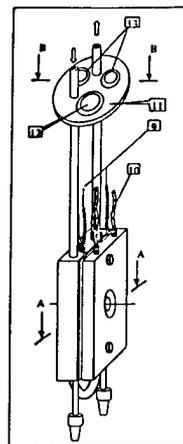
54 Título: **Dispositivo portamuestras para medidas simultáneas utilizando radiación de sincrotrón.**

57 Resumen:

Dispositivo portamuestras para medidas simultáneas utilizando radiación de sincrotrón.

La presente invención describe el desarrollo de un nuevo prototipo de portamuestras para utilización simultánea en una línea de difracción de rayos-X utilizándola para detección simultánea de dispersión en ángulos altos y bajos y espectroscopia dieléctrica. El prototipo consiste en:

- dos bloques metálicos con cuatro resistencias calefactoras empotradas que permiten calentar los bloques metálicos y la muestra hasta 350°C. Uno de los bloques está atravesado por un tubo en forma de U por el cual circula aire de refrigeración y que al mismo tiempo conecta el bloque principal del portamuestras con la tapa;
- dos discos metálicos con orificios efectuados en el centro (electrodos);
- dos discos finos de aluminio;
- una placa superior (tapa), para cerrar el horno donde se introduce el portamuestras, con las correspondientes conexiones para el cableado;



ES 2 164 020 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCION

Dispositivo portamuestras para medidas simultáneas utilizando radiación de sincrotrón.

Sector de la técnica

Sector de ciencia de materiales, caracterización de materiales en el ámbito de laboratorio.

Estado de la técnica

La capacidad de desarrollar nuevos materiales o de modificar propiedades de materiales ya conocidos, depende de la posibilidad de conocer en profundidad los procesos de la génesis de la microestructura de los mismos.

Dependiendo de su composición y estructura, los materiales poliméricos son capaces de desarrollar un cierto grado de cristalinidad. Este cambio de estructura puede resultar en alteraciones importantes de las propiedades del material, permitiendo o descartando el uso de dicho material en aplicaciones específicas (por ejemplo PET como soporte en cintas magnéticas o material en industria del envase).

Desde un punto de vista experimental es difícil obtener una visión completa de los procesos microestructurales, que tienen lugar durante el proceso de cristalización de un polímero, dado que las propiedades de las fases, amorfa y cristalina, son muy diferentes. Ello conlleva la necesidad de emplear técnicas experimentales diferentes para obtener la información necesaria y caracterizar el material de forma completa. El procedimiento usual es el de la aplicación sucesiva de distintos métodos experimentales a una misma muestra del material, o el uso de muestras diferentes con características supuestamente idénticas. Esto complica inevitablemente la interpretación de los resultados. Por lo tanto, el desarrollo de nuevas técnicas de caracterización, capaces de extraer información simultánea sobre distintos aspectos de un mismo proceso, tales como el de la cristalización, representa un gran adelanto que podría redundar en la mejora de las propiedades finales del material.

La difracción de rayos-X en regiones de ángulos bajos y altos de difracción y la espectroscopia dieléctrica son técnicas experimentales bien conocidas y ampliamente usadas en los más diversos campos de investigación de los materiales. Las técnicas de difracción de rayos-X ofrecen información sobre la fase cristalina del material y, aplicadas en tiempo real, también permiten seguir la dinámica de desarrollo de dicha fase. Al mismo tiempo las técnicas de dispersión de rayos-X no son apropiadas para caracterización de la fase amorfa y los procesos que ocurren en dicha fase durante el proceso de cristalización, y por lo tanto esta información queda oculta. La espectroscopia dieléctrica, a su vez, es una técnica que ofrece información sobre los procesos de la fase amorfa del material. Como utilización simultánea de las tres técnicas en conjunto puede ofrecer una imagen más completa del proceso de cristalización, hemos desarrollado un dispositivo experimental (portamuestras) que permite realizar los tres experimentos en modo simultáneo, eliminando, de esta forma, el factor de incompatibilidad entre medidas cuando estas son realizadas de forma no independiente.

Descripción de la invención

Breve descripción de la invención

La presente invención describe el desarrollo de un nuevo prototipo de portamuestras para utilización simultánea en una línea de difracción de rayos-X utilizando la para detección simultánea de dispersión en ángulos altos y bajos y espectroscopia dieléctrica. El prototipo consiste en:

- dos bloques metálicos con cuatro resistencias calefactoras empotradas que permiten calentar los bloques metálicos y la muestra hasta 350°C. Uno de los bloques esta atravesado por un tubo en forma de U por el cual circula aire de refrigeración y que al mismo tiempo conecta el bloque principal del portamuestras con la tapa;
- dos discos metálicos con orificios efectuados en el centro (electrodos);
- dos discos finos de aluminio;
- una placa superior (tapa), para cerrar el horno donde se introduce el portamuestras, con las correspondientes conexiones para el cableado;

Descripción detallada de la invención

El dibujo esquemático del prototipo de portamuestras se ilustra en la figura 8.1. La muestra (1) del material objeto de estudio se inserta entre los dos discos (3) de 3 cm de diámetro, que actúan como electrodos. En el centro de estos discos se han efectuado orificios para permitir el paso del haz de rayos-X. Entre la muestra y los electrodos, a cada lado se insertan dos discos finos (2) de aluminio, cuya función es asegurar que el calor se distribuye de forma homogénea en toda la superficie de la muestra. Los dos bloques metálicos (4) constituyen el cuerpo principal del portamuestras. Cada uno de los bloques tiene empotradas resistencias calefactoras (6). Dado que el tamaño de los bloques metálicos es diferente, la potencia de las resistencias calefactoras es diferente para cada bloque para asegurar que la temperatura es la misma en los dos bloques. Los electrodos están eléctricamente aislados de los bloques metálicos por una capa delgada de poliimida (5). El cuerpo principal está conectado a la tapa (11) de cierre por medio de un tubo hueco metálico en forma de U (7). Se puede refrigerar el dispositivo haciendo circular aire comprimido a través de este tubo. El control de la temperatura se puede obtener por medio de un controlador automático. Un termómetro del tipo PT-100 se introduce en un orificio perforado en uno de los electrodos (8). Los electrodos se conectan a través de cables coaxiales (RG 188) (9) con conectores tipo BNC (13) situados en la tapa. Estos conectores se pueden conectar a un analizador de impedancias para la realización de las medidas de espectroscopia dieléctrica. La tapa dispone de conectores eléctricos adicionales (12) para transmitir la potencia calefactora y para medir la temperatura del termómetro.

Descripción de las figuras

Figura 1. Presentación esquemática del portamuestras

Figura 2. El corte en el plano A-A la escala 2:1

Figura 3 y Figura 3 (bis). El corte en los planos B-B y C-C la escala 1.5:1

Figura 4. Ejemplo de aplicación del prototipo para la detección simultánea de difracción de rayos-X a ángulos bajos, altos y de curvas de relajación de espectroscopia dieléctrica de una muestra del PET inicialmente amorfo durante un proceso de cristalización a 116°C desde 0 hasta 100 minutos. (a) SAXS, (b) WAXS, (c) Espectroscopia dieléctrica. Los símbolos corresponden a diferentes tiempos de cristalización ($t_c=1$, hasta $t_c=100$ minutos).

Descripción detallada de los dibujos

Esta sección describe los dibujos presentados en la sección 8 de este informe. Los dibujos representan un prototipo fabricado en nuestro instituto. La escala esta presentada en las hojas correspondientes. La figura 8.1 presenta el dibujo esquemático del portamuestras. La vista 8.1.1 presenta el portamuestras en posición montada. La vista 8.1.2 presenta la parte baja (el bloque principal) del portamuestras en posición abierta, con los distintos elementos colocados en orden. Las dos vistas contienen indicaciones de los planos de cortes, que a su vez están presentados en figuras separadas.

Los elementos numerados en la figura 8.1 representan:

1. muestra;
2. discos finos de aluminio;
3. discos metálicos (electrodos);
4. bloques metálicos (cuerpo principal del portamuestras);

5. aislante de poliimida;
6. resistencias calefactoras;
7. tubo en forma de U;
8. termómetro PT 100;
9. cableado de los electrodos;
10. cableado del termómetro;
11. tapa;
12. conector de las resistencias;
13. conectores BNC de los electrodos;

Ejemplo de realización de la invención

El diseño presentado en la sección 8 representa un esquema del prototipo que ha sido utilizado para realizar medidas simultáneas de: 1- difracción de rayos-X a ángulos bajos, 2- difracción de rayos-X a ángulos altos y 3- espectroscopia dieléctrica, empleando la radiación del sincrotrón en las instalaciones de la línea A2, Hasy-lab (DESY) en Hamburgo. Durante los experimentos realizados, fueron medidas muestras del polietilentereftalato (PET). Los resultados obtenidos han satisfecho las expectativas y han demostrado las posibilidades del este desarrollo.

Ejemplo 1

La Fig 9. Ilustra un ejemplo de aplicación del prototipo para la detección simultánea de difracción de rayos-X a ángulos bajos, altos y de curvas de relajación de espectroscopia dieléctrica de una muestra del PET inicialmente amorfo durante un proceso de cristalización a 116°C desde 0 hasta 100 minutos.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo portamuestras para medidas simultáneas utilizando radiación de sincrotrón, **caracterizado** porque realiza tres experimentos de distintas técnicas experimentales, 1- difracción de rayos-X a ángulos bajos, 2- difracción de rayos-X a ángulos altos y 3- espectroscopia dieléctrica, en modo simultáneo, en un amplio rango de temperaturas ($T=T_{\text{ambiente}}$ hasta $T=400^{\circ}\text{C}$) y consta de los siguientes elementos esenciales:

- dos bloques metálicos con cuatro resistencias calefactoras empotradas que permiten calentar los bloques metálicos y la muestra hasta 350°C . Uno de los bloques está atravesado por un tubo en forma de U por el cual circula aire de refrigeración y que al mismo tiempo conecta el bloque principal del portamuestras con la tapa;
- dos discos metálicos con orificios efectuados en el centro (electrodos);
- dos discos finos de aluminio;
- una placa superior (tapa), para cerrar el horno donde se introduce el portamuestras, con las correspondientes conexiones para el cableado.

2. Dispositivo según reivindicación 1 **carac-**

terizado por la siguiente estructura:

La muestra del material objeto de estudio se inserta entre los dos discos de 3 cm de diámetro, que actúan como electrodos. En el centro de estos discos se han efectuado orificios para permitir el paso del haz de rayos-X. Entre la muestra y los electrodos, a cada lado se insertan dos discos finos de aluminio. Los dos bloques metálicos constituyen el cuerpo principal del portamuestras. Cada uno de los bloques tiene empotradas resistencias calefactoras. Los electrodos están eléctricamente aislados de los bloques metálicos por una capa delgada de poliimida. El cuerpo principal está conectado a la tapa de cierre por medio de un tubo hueco metálico en forma de U. Se puede refrigerar el dispositivo haciendo circular aire comprimido a través de este tubo. El control de la temperatura se puede obtener por medio de un controlador automático. Un termómetro del tipo PT-100 se introduce en un orificio perforado en uno de los electrodos. Los electrodos se conectan a través de cables coaxiales (RG 188) con conectores tipo BNC situados en la tapa. Estos conectores se pueden conectar a un analizador de impedancias para la realización de las medidas de espectroscopia dieléctrica. La tapa dispone de conectores eléctricos adicionales para transmitir la potencia calefactora y para medir la temperatura del termómetro.

30

35

40

45

50

55

60

65

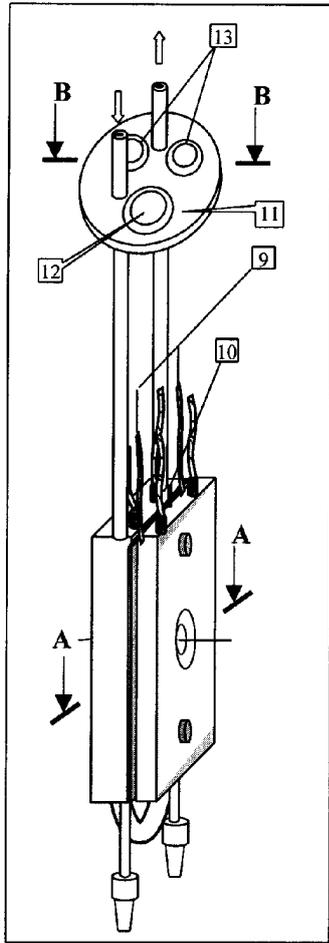
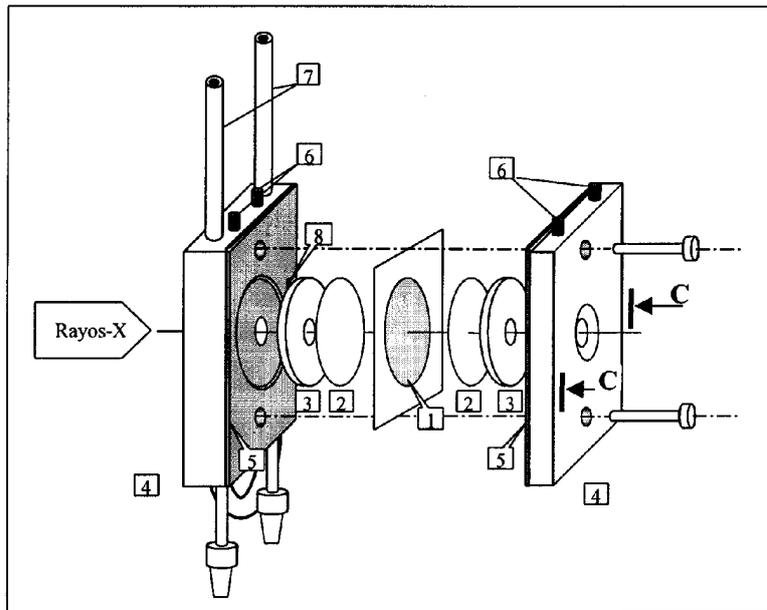


Figura 1



A - A

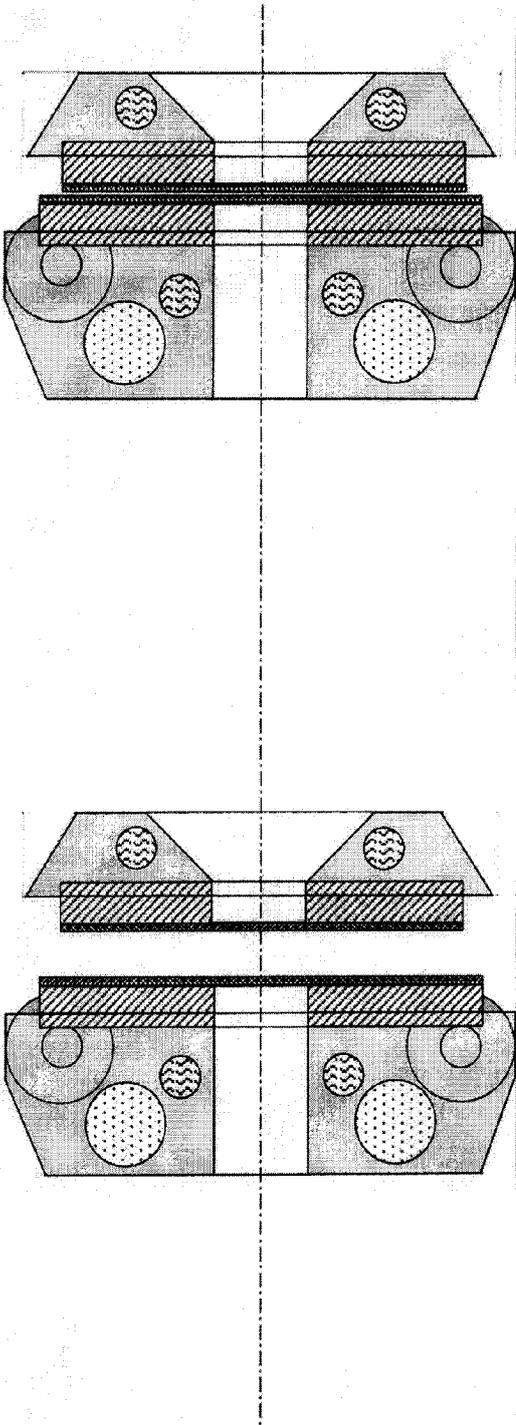


Figura 2

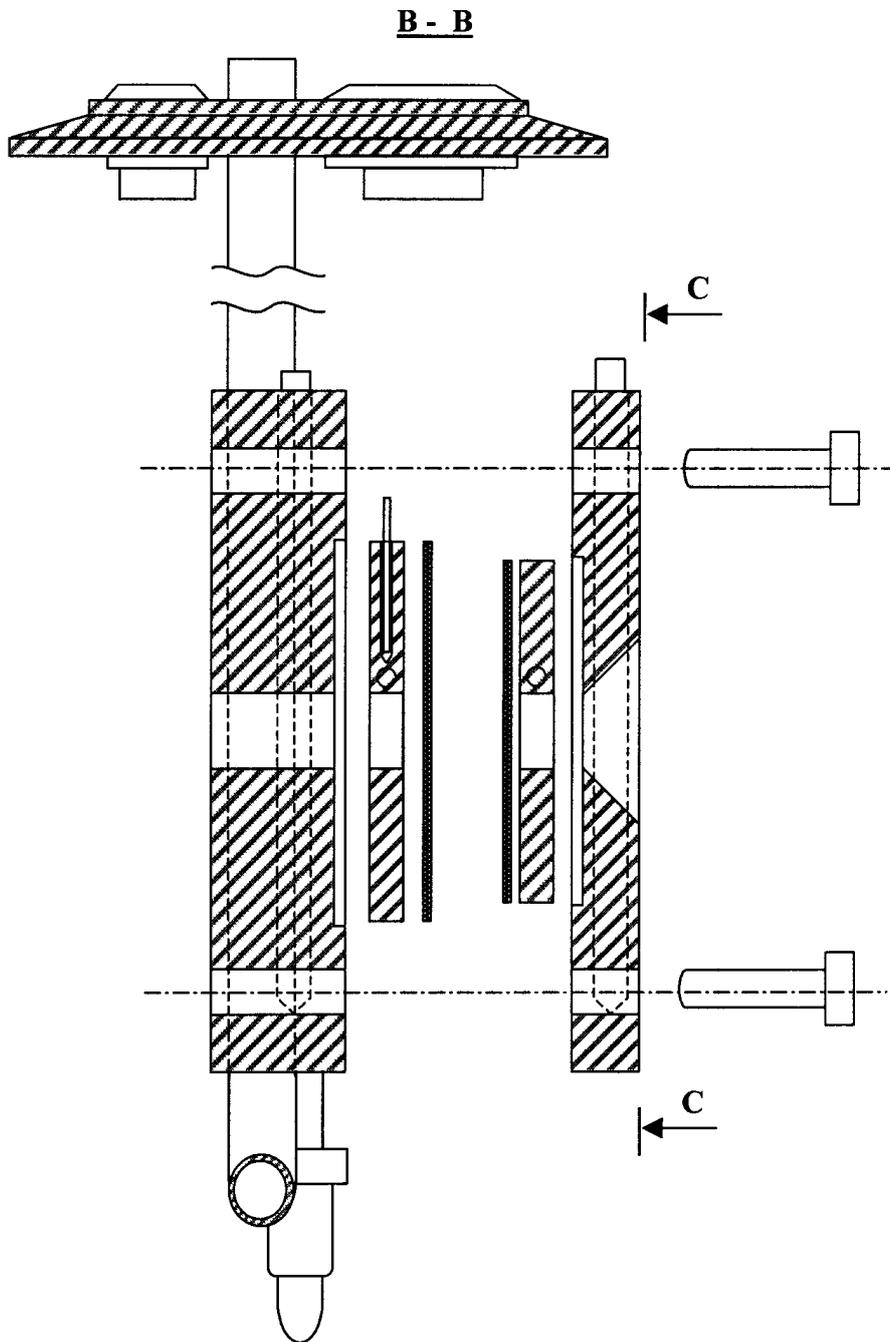


Figura 3

C - C

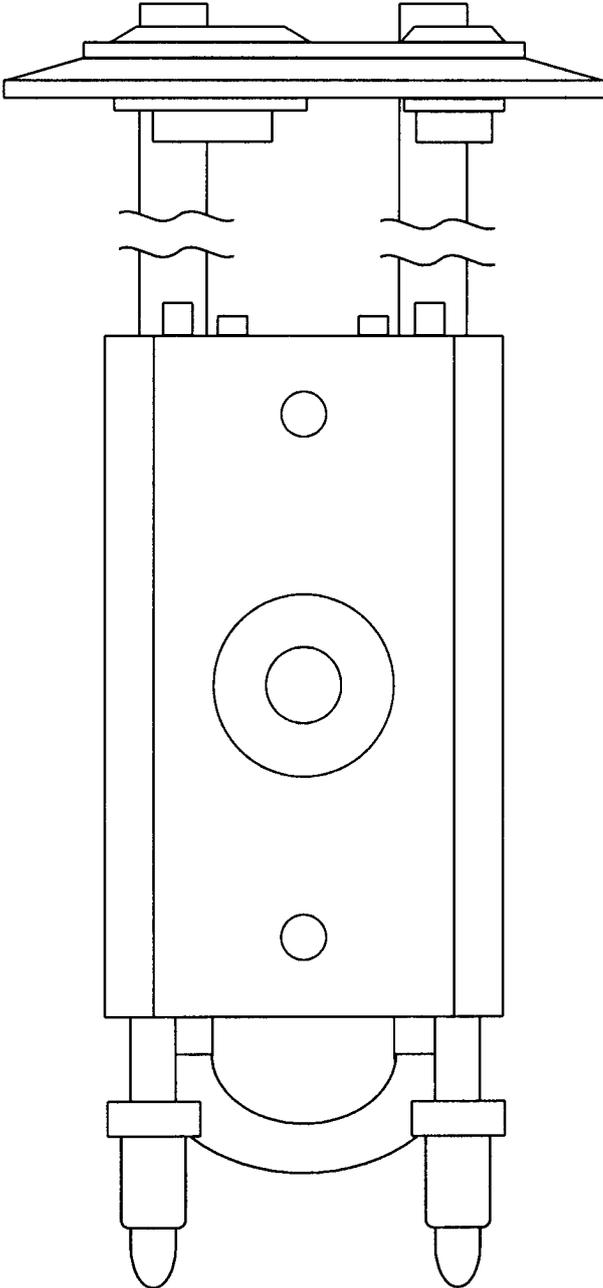


Figura 3 bis

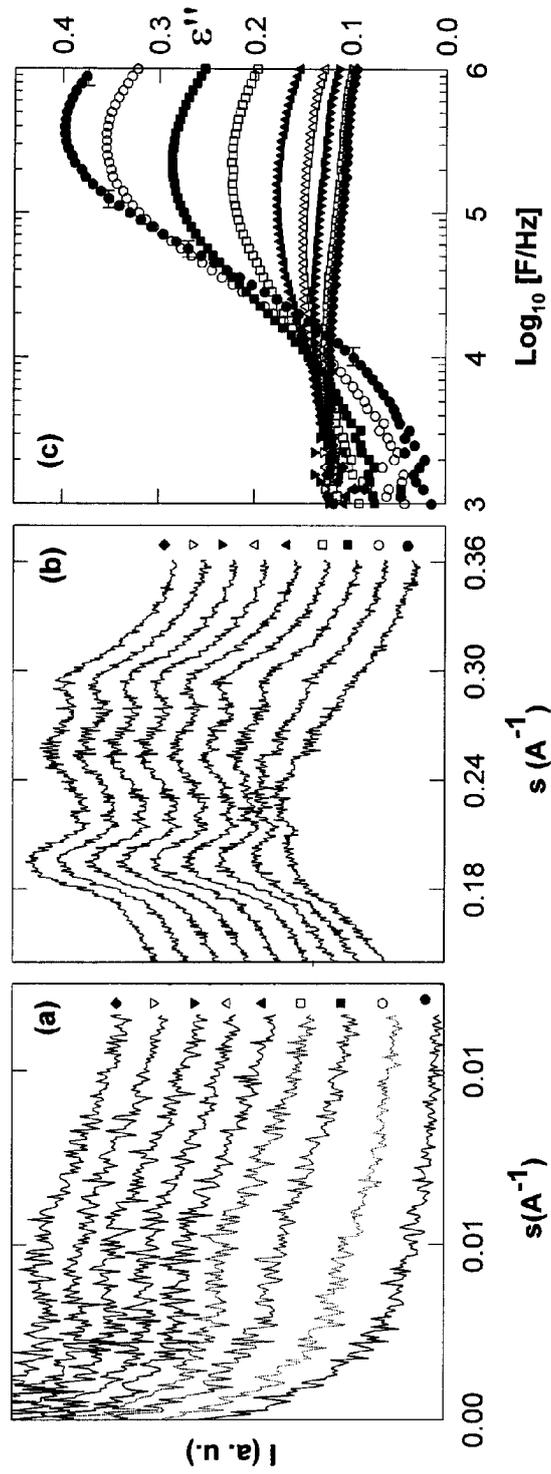


Figura 4



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA

- ① ES 2 164 020
② N.º solicitud: 200001388
③ Fecha de presentación de la solicitud: 31.05.2000
④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.⁷: G21K 5/08, G01N 1/44

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	DD 252268 A1 (AKADEMIE DER WISSENSCHAFTEN DER DDR) 09.12.1987, todo el documento.	1,2
A	US 4737647 A (STIEBER, V.) 12.04.1988, todo el documento.	1,2
A	EP 408350 A2 (CANON KABUSHIKI KAISHA) 16.01.1991, todo el documento.	1,2
A	BASE DE DATOS PAJ de JPO, JP 04-367669 A (HITACHI MEDICAL CORP.) 18.12.1992, resumen; figura.	1,2

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe

26.12.2001

Examinador

O. González Peñalba

Página

1/1