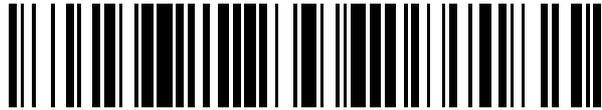


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 361 989**

21 Número de solicitud: 200902324

51 Int. Cl.:
G01N 23/207 (2006.01)
G01N 23/20 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación: **14.12.2009**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **27.06.2011**

Fecha de la concesión: **30.12.2011**

45 Fecha de anuncio de la concesión: **12.01.2012**

45 Fecha de publicación del folleto de la patente:
12.01.2012

73 Titular/es:
**UNIVERSIDAD DE SEVILLA
OTRI-PABELLÓN DE BRASIL, PASEO DE LAS
DELICIAS S/N
41013 SEVILLA, ES y
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS**

72 Inventor/es:
**ORTA CUEVAS, MARIA DEL MAR;
MILLAN CHACARTEGUI, CARMEN;
MEDINA CARRASCO, SANTIAGO;
ALBA CARRANZA, MARIA DOLORES;
CASTRO ARROYO, MIGUEL ANGEL y
PAVON GONZALEZ, ESPERANZA**

74 Agente: **No consta**

54 Título: **DISPOSITIVO PORTAMUESTRAS PARA EL ESTUDIO DE INTERFASIS MEDIANTE
DIFRACCION DE RAYOS X EN MODO TRANSMISION.**

57 Resumen:

Dispositivo portamuestras para el estudio de interfaces mediante difracción de rayos X en modo transmisión configurado para realizar medidas de difracción en modo transmisión para cámaras de temperatura en equipos de difracción de rayos X, para muestras pulverulentas disponibles en modo comercial que se caracteriza porque comprende un cuerpo esencialmente en forma de T invertida (1A, 1B, 1C), en donde el cuerpo central (1C) comprende, a su vez, en su parte frontal un orificio (2) configurado para la introducción de un termopar, así como dos ventanas (3,4); estando además la primera ventana superior (3) configurada para la introducción de muestras y la segunda ventana lateral (4) configurada para la alineación espacial vertical de la muestra mediante la alineación del haz de la propia cámara.

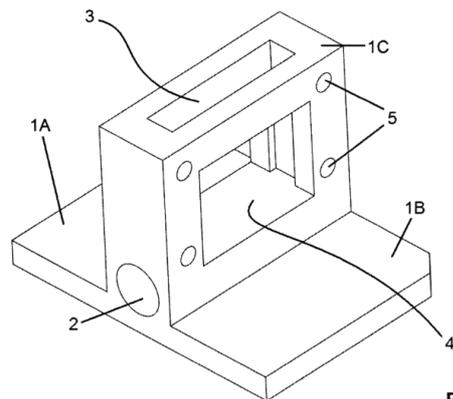


FIG.1

ES 2 361 989 B1

DESCRIPCIÓN

Dispositivo portamuestras para el estudio de interfaces mediante difracción de rayos X en modo transmisión.

El objeto del dispositivo portamuestras para el estudio de interfaces mediante difracción de rayos X en modo transmisión es permitir el estudio de la frontera sólido-líquido a través de medidas de difracción de rayos X en modo transmisión y que, como ventaja principal, permite el estudio estructural mediante difracción con cámaras de temperatura, en un laboratorio convencional, sin tener que desplazarse a grandes instalaciones tipo *sincrotón* o grandes aceleradores de partículas.

Estado de la técnica anterior

El estudio estructural y composicional de la frontera entre una fase sólida y una fase líquida posee un interés notable, tanto desde un punto de vista básico como aplicado. De una parte, una consideración termodinámica del proceso muestra la existencia de un delicado equilibrio de fuerzas de interacción, de orden similar, entre las moléculas del componente líquido y entre éstas y el material sólido. Su estudio se considera, por tanto, la base para el desarrollo de modelos teóricos fundamentales. De otra parte, la existencia de láminas sólidas bidimensionales en la frontera sólido-líquido posee una importancia relevante en muchos fenómenos interfaciales de interés aplicado, tales como la lubricación, la adhesión y la detergencia, poseyendo además aplicaciones en las áreas de física, química, biología y ciencia de materiales.

El problema principal de este estudio surge de la dificultad existente en la aplicación de técnicas de dispersión, dada la necesidad de un equilibrio adecuado entre el grado de penetración del haz y la sensibilidad para distinguir la superficie adsorbida del resto del sistema. Así, los métodos experimentales que poseen un adecuado nivel de penetración para interactuar con la frontera sólido-líquido poseen información del sistema completo, siendo el motivo de estudio cuantitativamente muy pequeño. Por su parte, los métodos que son muy sensibles a una pequeña capa de átomos no poseen el nivel de penetración adecuado para suministrar información sobre el motivo del estudio. Para el estudio de la interfase se han utilizado previamente técnicas como calorimetría, que permite obtener información de las temperaturas de cambio de fase, la dispersión de neutrones o la resonancia magnética nuclear para sólidos, la cual permite el estudio de la competencia por la adsorción sobre la superficie de mezclas de distintos líquidos, y la difracción de rayos X o neutrones en grandes instalaciones en modo transmisión para la caracterización estructural de la capa adsorbida.

No se conocen dispositivos o sistemas que permitan el estudio estructural mediante difracción con cámaras de temperatura en un laboratorio convencional sin tener que desplazarse a grandes instalaciones tipo *sincrotón* o grandes aceleradores.

En la actualidad no existe en el mercado un dispositivo que permita realizar medidas de transmisión en equipos de difracción para muestras policristalinas, ni es posible, por tanto, el estudio de difracción en modo transmisión bajo condiciones controladas de temperatura, atmósfera y composición. Los sistemas disponibles comercialmente son tradicionalmente en modo reflexión.

Explicación de la invención

Para solucionar el problema mencionado se ha diseñado un dispositivo portamuestras para el estudio de interfaces mediante difracción de rayos x en modo transmisión configurado para realizar medidas de difracción en modo transmisión para cámaras de temperatura en equipos de difracción de rayos X, para muestras pulverulentas disponibles en modo comercial que se caracteriza porque comprende un cuerpo esencialmente en forma de "T" invertida en donde el cuerpo central comprende, a su vez, en su parte frontal un orificio configurado para la introducción de un termopar, así como dos ventanas; estando además la primera ventana superior configurada para la introducción de muestras y la segunda ventana lateral configurada para la alineación espacial vertical de la muestra mediante la alineación del haz de la propia cámara.

El portamuestras en modo transmisión para difractómetros de polvo ha sido diseñado a partir de un diseño tradicional de portamuestras en modo reflexión para cámaras de temperatura, permitiendo un encaje adecuado tanto en la mesa destinada a soportarlo en intercambiar calor para alcanzar las temperaturas requeridas, como a encajar con un termopar que, insertado en la parte frontal, permita determinar la temperatura de trabajo. El diseño cumple con los siguientes requisitos:

- Encaja adecuadamente en la base, es decir, con la "mesa" original, y debe acoplar el termopar de modo que suministre una lectura apropiada de la temperatura de la muestra.
- Posee unas dimensiones adecuadas para que encaje el sólido a emplear y la ventana de transmisión posee un tamaño adecuado para la transmisión de rayos.
- Cuenta con un sistema de tornillos para el posible ajuste del sustrato y superficie de contacto suficiente para realizar una transmisión de calor apropiada y alcanzar una temperatura de homogeneidad suficiente.

El material adecuado para el desarrollo del portamuestras ha de ser un buen conductor, preferentemente cobre o aluminio recubierto de una capa cromada o de un material adecuado para evitar reacciones con las muestras.

El portamuestras permite la alineación espacial vertical, para situar el haz en la posición adecuada de la ventana.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y dibujos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención. Además, la presente invención cubre todas las posibles combinaciones de realizaciones particulares y preferidas aquí indicadas.

Breve descripción de los dibujos

Fig 1. muestra una vista en perspectiva del dispositivo objeto de la presente invención.

Exposición detallada de modos de realización

Tal y como se observa en la Fig. 1 el dispositivo objeto de la presente invención comprende, en una

primera realización, un cuerpo esencialmente en forma de "T" invertida (1A, 1B, 1C), en donde el cuerpo central (1C) comprende, a su vez, en su parte frontal un orificio (2) configurado para la introducción de un termopar, así como dos ventanas (3, 4); una de ellas, la superior (3) configurada para la introducción de muestras y la lateral (4) configurada para la alineación vertical de la muestra.

El dispositivo se materializó teniendo en cuenta el tamaño de encaje en la mesa, en este caso una cámara tipo TTK450 de la firma "Antón Paar" y que está configurado para permitir la introducción de un termopar en la parte frontal (2), siendo este termopar, en este ejemplo de realización práctica, uno tipo PT100.

El dispositivo presenta un marco superior (3) que permite la introducción de la muestra sólida con el material adsorbido, en donde un material muy adecuado, que actúe como muestra sustrato, es el grafito; habiendo sido usado dicho grafito en el presente ejemplo de realización práctica. Este marco se ha diseñado con un grosor de 3 mm, suficiente para albergar las muestras de grafito de 2 mm de grosor. Es decir, que presenta un marco para transmisión con un tamaño muy semejante al que permita depositar la muestra en modo reflexión. Finalmente comprende una

pluralidad de tornillos (5) para sujetar y alinear la muestra.

En el uso práctico del dispositivo objeto de la invención, se ha desarrollado un sistema de alineación espacial vertical para el portamuestras. Es por ello que se realiza una alineación previa de la totalidad del sistema. Dicha alineación consiste en una primera alineación vertical del sistema para portamuestras de reflexión y seguidamente, una alineación del cero del tubo de rayos X y del detector, siguiendo los procedimientos establecidos por las marcas comerciales.

A continuación, se lleva a cabo una alineación espacial vertical para el portamuestras de transmisión. Una vez se encuentren bien alineados los ceros de tubo y detector, se monta el portamuestras de transmisión con un grafito montado, con una lámina fluorescente a los rayos X montada en la cavidad destinada a la transmisión. Posteriormente se disminuye la luminosidad del laboratorio en la medida de lo posible y se procede a una alineación vertical elevando o bajando el sistema (el movimiento es posible gracias a un sistema mecánico a tal efecto) hasta que la luz fluorescente de la máquina indique que el haz está enfocado en el centro de la cavidad. Una vez se encuentre centrada la alineación vertical, ésta se considera correcta.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo portamuestras para el estudio de interfaces mediante difracción de rayos x en modo transmisión configurado para realizar medidas de difracción en modo transmisión para cámaras de temperatura en equipos de difracción de rayos X, para muestras pulverulentas disponibles en modo comercial **caracterizado** porque comprende un cuerpo esencialmente en forma de "T" invertida (1A, 1B, 1C), en donde el cuerpo central (1C) comprende, a su vez, en su parte frontal un orificio (2) configurado para la introducción de un termopar, así como dos ventanas (3, 4); estando además la primera ventana supe-

rior (3) configurada para la introducción de muestras y la segunda ventana lateral (4) configurada para la alineación espacial vertical de la muestra mediante la alineación del haz de la propia cámara.

2. Dispositivo portamuestras de acuerdo con la reivindicación 1 **caracterizado** porque comprende una pluralidad de tornillos (5) en el cuerpo central (1C) configurados para el ajuste del sustrato introducido en la primera ventana superior (3).

3. Dispositivo de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2 **caracterizado** porque está construido en un material conductor térmico y recubierto de un material apto para evitar reacciones con la muestra.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

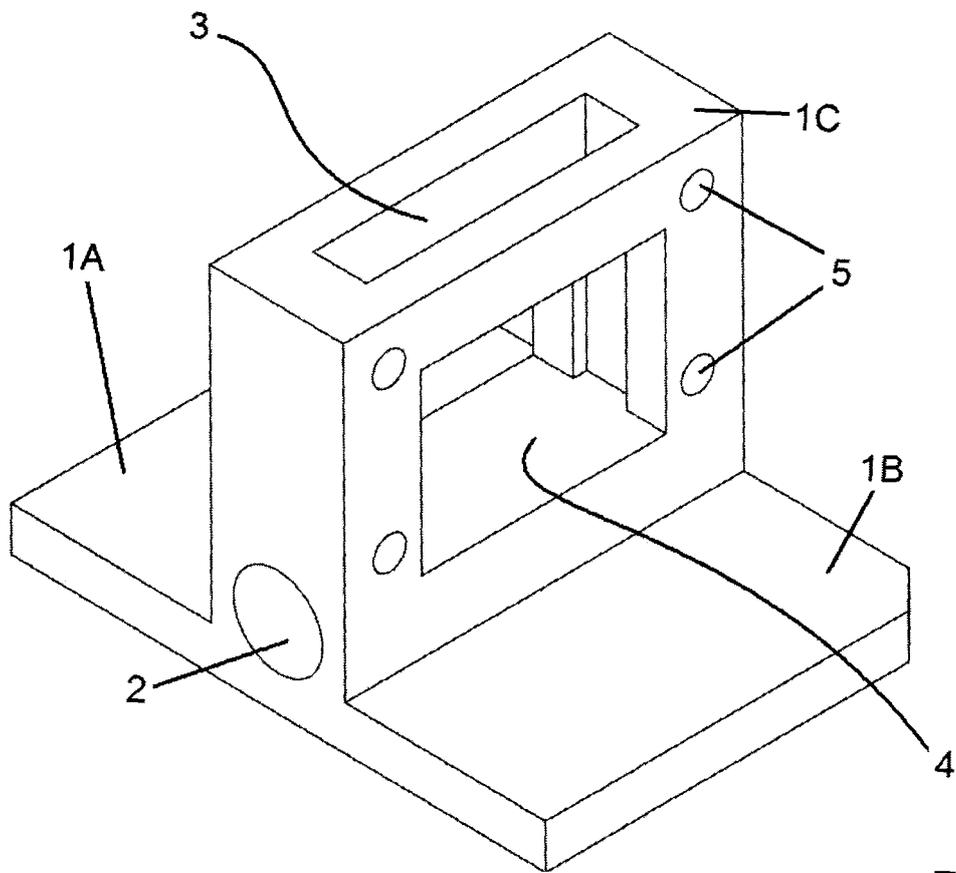


FIG.1



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②① N.º solicitud: 200902324

②② Fecha de presentación de la solicitud: 14.12.2009

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **G01N23/207** (2006.01)
G01N23/20 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|--|----------------------------|
| X | JP 6229951 A (JEOL LTD et al.) 19.08.1994, todo el documento & resumen, EPODOC [bases de datos en línea]. European Patent Office. [Recuperado el 18.05.2011]. Recuperado de EPOQUENET. | 1-3 |
| A | JP 2004251664 A (NAT INST OF ADV IND & TECHNOL) 09.09.2004, párrafos [1-4],[12-26]; figuras 1,2,3(b) & resumen World Patents Index (WPI) [bases de datos en línea]. Thomson. [Recuperado el 18.05.2011]. Recuperado de EPOQUENET DW200461, N° de acceso 2004-631203. | 1,3 |

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 nº:

Fecha de realización del informe
20.05.2011

Examinador
A. Figuera González

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01N

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXTEN, Internet

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 20.05.2011

Declaración

| | | |
|---|------------------------|-----------|
| Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986) | Reivindicaciones 1 - 3 | SI |
| | Reivindicaciones | NO |
| Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986) | Reivindicaciones | SI |
| | Reivindicaciones 1 - 3 | NO |

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

| Documento | Número Publicación o Identificación | Fecha Publicación |
|-----------|---|-------------------|
| D01 | JP 6229951 A (JEOL LTD et al.) | 19.08.1994 |
| D02 | JP 2004251664 A (NAT INST OF ADV IND & TECHNOL) | 09.09.2004 |

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**REIVINDICACIÓN 1.**

Se considera que el documento D01 es el documento del estado de la técnica más próximo al objeto de la reivindicación 1.

En el documento D01 se describe un dispositivo portamuestras 10 para el estudio por difracción de rayos X en modo transmisión. En el portamuestras 10 se introduce una muestra 11, que puede estar en forma de polvo y cuya temperatura se mide mediante un termopar 12. Este portamuestras 10 se introduce en un bloque de calentamiento/enfriamiento 8 y el bloque de calentamiento se coloca en el pedestal 3 de una cámara 2 de un difractor 1 de rayos X. Es posible ajustar la altura del bloque de calentamiento. También se menciona la necesidad de usar un material radiotransparente para las ventanas. Véase D01, resumen de la base de datos EPODOC, párrafos 4 - 6, 8 y 9 y figuras 1(a), 3(a) y 3(b).

En definitiva, las diferencias existentes entre el objeto de la reivindicación 1 y el documento D01 son:

- En el documento D01 el portamuestras 10 del documento D01 no tiene forma de T invertida.

No obstante, el conjunto formado por el portamuestras 10 y el bloque de calentamiento/enfriamiento 8 en el que se introduce sí que tiene una forma similar a una T invertida de forma que se pueda colocar en el pedestal 3 (véanse figuras 1 (a) y 3(a)). Así pues se puede considerar que esta diferencia es una simple opción de diseño.

- -En el documento D01 no se menciona explícitamente la manera de introducir la muestra en el portamuestras, pero para el experto en la materia hubiera resultado obvio que la muestra se puede introducir por un orificio en la parte superior. Además esta opción de diseño se ilustra, por ejemplo, en el documento D02 (véase párrafo 20 y figuras 1 y 2).

En definitiva, las diferencias entre el objeto de la reivindicación independiente 1 y el dispositivo descrito en el documento D01 son simples opciones de diseño por lo que la reivindicación 1 no tiene actividad inventiva de acuerdo con el artículo 8 de la Ley de Patentes.

Por otra parte, el uso del portamuestras para el estudio de interfases una aplicación conocida tal y como se ilustra, por ejemplo, en el documento D02, párrafo 3.

REIVINDICACIÓN 2.

En el documento D01 se utiliza un tornillo 15 para ajustar la altura a la que se encuentra la muestra. En la reivindicación 2 se mencionan varios tornillos pero no se especifica en mayor detalle cómo están configurados para realizar el ajuste. Así pues se considera que el uso de uno o varios tornillos es una mera opción de diseño.

Por lo tanto, la reivindicación 2, dependiente de la reivindicación 1 que carece de actividad inventiva, carece a su vez de actividad inventiva.

REIVINDICACIÓN 3.

Para el experto en la materia resulta evidente que es conveniente, si se pretende controlar la temperatura de la muestra, que el material del portamuestras sea un conductor térmico como también es evidente que el portamuestras no debe reaccionar con la muestra. Pero además se trata de consideraciones que se mencionan explícitamente en el documento D02 (véanse párrafos 21 y 25).

En conclusión, la reivindicación 3, dependiente de las reivindicaciones 1 y 2 que carecen de actividad inventiva, carece a su vez de actividad inventiva.