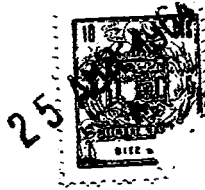


25 ABR. 1964

299170

2- 26.577

B. 1199. 3



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, establecida en 29, rue de la Fédération, París (Sena), Francia, por:

" DISPOSITIVO PARA LA MEDICION DE LA ENERGIA LIBERADA POR UNA MUESTRA DE MATERIAL EN CURSO DE SU AUMENTO DE TEMPERATURA "

-----

El presente invento tiene por objeto un dispositivo para la medición de la energía liberada por una muestra de material en el curso de su aumento de temperatura, aplicable especialmente, aunque no exclusivamente, al estudio de los efectos originados por irradiación en el grafito.

Es conocido utilizar, para la determinación de los espectros de energía Wigner especialmente, dispositivos que tienen un recinto calorimétrico destinado a recibir la muestra a estudiar y una muestra testigo, dos resistencias eléctricas que aseguran independientemente el calentamiento de las dos



muestras, medios de detección de una diferencia de temperatura entre estas muestras, medios mandados por dichos medios de detección, para regular las potencias suministradas a las dos muestras a fin de imponerles una evolución  
5 térmica idéntica en el tiempo, medios de medición de la temperatura común a las dos muestras y medios de medición de la diferencia de las potencias suministradas a cada una de ellas por las resistencias de caldeo.

El aumento de temperatura de las muestras es de  
10 preferencia lineal en función del tiempo. La diferencia de las potencias suministradas a las dos muestras a cada temperatura representa la energía interna liberada por la muestra a estudiar por unidad de tiempo.

Para asegurar una buena sensibilidad de las mediciones, es esencial que la temperatura de las muestras  
15 sea lo más homogénea posible en todo momento. Ahora, bien, en los dispositivos conocidos en los cuales la resistencia calentadora está en general dispuesta en el interior de la muestra, teniendo ésta una forma cilíndrica, la homogeneidad  
20 puede ser defectuosa cuando el aumento de temperatura es rápido o cuando la conductibilidad térmica propia de la muestra es pequeña.

Por otra parte, las temperaturas alcanzadas con estos dispositivos no pueden reducirse mucho por debajo de  
25 0°C, lo que impide el estudio de los defectos originados por irradiación o tratamiento a baja temperatura.

El dispositivo objeto del invento persigue mejorar la sensibilidad de las mediciones gracias a una constitución particular de las muestras.

30 Persigue igualmente ensanchar la gama de varia -



ción de la temperatura de las muestras estudiadas, reduciendo la temperatura mínima a valores próximos a 77° K e incluso 20° K conservando al propio tiempo una temperatura máxima del orden de 350 a 400°G.

5 El invento propone a este efecto un dispositivo para la medición de la energía liberada por una muestra de material en el curso de su aumento de temperatura destinado especialmente al estudio de los defectos originados por irradiación en el grafito, que incluye un recinto calorimétrico destinado a recibir la muestra a estudiar y una  
 10 muestra testigo, dos resistencias eléctricas que aseguran independientemente el calentamiento de las dos muestras, medios de detección de una diferencia de temperatura entre estas muestras, medios mandados por dichos medios de  
 15 detección, para regular las potencias suministradas a las dos muestras a fin de imponerles una evolución térmica idéntica en el tiempo, medios de medición de la temperatura común a las dos muestras y medios de medición de la diferencia de las potencias suministradas a cada una de ellas por  
 20 las resistencias de calentamiento, caracterizado porque las muestras están constituidas cada una por dos plaquitas idénticas del material, separadas por la resistencia de calentamiento.

Según un modo de realización particular, el dispositivo comprende un vaso Dewar que rodea el recinto calorimétrico y destinado a recibir un gas licuado y medios para llevar este gas licuado, o bien al interior del recinto calorimétrico, o bien a contacto con la pared exterior de éste.

30 El invento será mejor comprendido con la lectu -

2991



ra de la descripción siguiente que se refiere a las figuras 1 a 4 adjuntas, y que concierne a un modo de realización particular dado a título de ejemplo no limitativo.

La figura 1 es una vista en perspectiva que ilustra una muestra de un material a calentar, su elemento calentador y un elemento de unión;

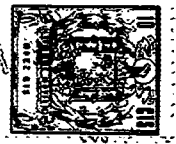
la figura 2 es una vista en perspectiva de la muestra unida con su elemento calentador;

la figura 3 es una vista en corte del calorímetro que constituye una de las partes del dispositivo según el invento, provisto de sus muestras.

La figura 4 es una parte de un esquema eléctrico sinóptico del dispositivo.

Según el modo de realización representado, las dos muestras la, lb (figura 3) destinadas a ser introducidas en el dispositivo de medición son idénticas: cada una de ellas tiene diversos elementos representados separadamente en la figura 1 y unidos en la figura 2. Por ejemplo, la muestra la tiene dos discos 2a, 2a, idénticos, cortados en una barra de material a estudiar (grafito en el ejemplo elegido), un elemento 3a de calentamiento y de detección de la temperatura y dos pinzas de unión 4a. La muestra lb, idéntica a la muestra la, tiene los mismos elementos, que están designados por las mismas referencias numéricas, estando sustituido el índice a por el índice b.

Las dimensiones de los discos 2a se eligen de manera que estos discos presenten una relación superficie/volumen favorable a los cambios con el elemento 3a; por ejemplo, un diámetro de 20 mm y un grosor de 2 mm con



vienen a este efecto.

El elemento de caldeo y de detección 3a comprende una micro-resistencia calentadora constituida por un alambre de constantan curvado 5a mantenido por pegado entre dos hojas de mica muy delgadas 6a cuya superficie recubre casi enteramente la de los discos. Los termopares de medición soldados 6a-1, 6a-2 de aleaciones chromel-constantan de 0,08 mm de diámetro, están montados a uno y otro lado de la resistencia 5a, igualmente bajo mica.

10 En una variante que permite alcanzar temperaturas más elevadas y que pueden llegar hasta 600°K, la microresistencia está constituida por un calibre de esfuerzo dispuesto entre dos discos metálicos que sustituyen a las hojas de mica.

15 En un ejemplo de realización, la resistencia 5a y 5b tienen un valor de 600 ohmios.

Los extremos de resistencias 5a y 5b están conectados respectivamente a dos pares de conductores 7a y 7b. El termopar 6a-1 tiene dos conductores de salida 8a, 9a; 20 el termopar 6a-2 tiene un conducto de salida 10a y un conducto de enlace 11 que une los termopares 6a-2 y 6b-2 (figura 3). El termopar 6b-2 tiene un conductor de salida 10b y el hilo de enlace 11. El termopar 6b-1 tiene un conductor de salida 9b y un conductor de enlace 12 destinado a 25 unir este termopar a un quinto termopar como se precisa más adelante.

El dispositivo de medición tiene un conjunto calorimétrico representado en la figura 3. El recinto metálico 13 tiene un cuerpo 14 y un sombrerete 15 provisto de 30 una tubuladura 15a que puede ser unida a una instalación

70



que permite poner este recinto bajo vacío secundario. Este sombrero puede ser fijado sobre el cuerpo por medio de una brida desmontable 16, estando asegurada la estanqueidad por una junta 17. El cuerpo 14 presenta, en su parte inferior, una abertura cerrada por un tapón de vaciado 18.

Este conjunto está fijado por su parte superior a un soporte fijo (no representado). Una vasija 19 de doble pared bajo vacío (Dewar), soportada por un zócalo 20, puede ser llevada bajo el recinto metálico 13 y elevada alrededor de este recinto hasta una altura regulable, por medio de un dispositivo elevador y descendedor apropiado. Este último está esquematizado por cables 21 fijados al zócalo 20 y que pasan sobre poleas 22 montadas rotativas sobre ejes fijos.

En el recinto metálico 13 está dispuesto el calorímetro de medición propiamente dicho que incluye -

- Una pantalla principal o "exterior" 23, cilíndrica, provista de un bobinado resistente 24 alimentado por un par de conductores 25 y que asegura una programación de potencia de esta pantalla, bajo regulación de la temperatura;

- una pantalla secundaria o "interior" 26 de menor inercia térmica que la pantalla 23, provista de un bobinado resistente 27 alimentado por un par de conductores 28;

- las muestras montadas 1a, 1b, unidas y conectadas de la manera descrita más arriba;

- un quinto termopar 29 que incluye un conductor de salida 30 y unido al termopar 6b-1 por el conduc -

tor de enlace 12. Este termopar 29 está dispuesto contra la pared de la pantalla cilíndrica 26;

- una placa de protección 31 en la cual están mantenidos los hilos de alimentación de las resistencias 5 y los hilos de los termopares, hilos que sirven igualmente de suspensión para estos últimos. Esta placa de protección está provista de una bobina auxiliar 32 alimentada por un par de conductores 33.

Los conductores 25, 28 y 33 de las resistencias 10 24, 27 y 32 de las pantallas 23 y 26 y de la placa de protección 31 atraviesan por juntas estancas al vacío una placa 34 que cierra, de manera estanca, una tubuladura 35 del cuerpo 14. Los conductores de las resistencias 5a y 5b de las muestras y los de los termopares atraviesan, por juntas 15 estancas, una placa 36 que forma de manera estanca una tubuladura 37 del sombrerete 15.

Se entiende a continuación que la muestra la es irradiada en frío, siendo la muestra lb la muestra testigo. El modo de unión de estas muestras asegura un buen 20 acoplamiento térmico entre elemento calentador y muestras, que favorece por ello una distribución más homogénea del flujo térmico en estas últimas. Esto es tanto más importante cuanto que el grafito presenta una conductibilidad térmica relativamente escasa muy anisotrópica, cuyas 25 variaciones después de la irradiación y en curso de recogida pueden ser considerables.

Se ve que se dispone de los termopares siguientes:

- Un termopar 6a-1 sensible al valor absoluto de la temperatura de la muestra irradiada la;

299170

25

- un termopar diferencial 6a-2, 6b-2 sensible a la diferencia de las temperaturas de las muestras la y lb;

5 - un termopar diferencial 6b-1, 29 sensible a la diferencia de las temperaturas de la muestra lb y de la pantalla interior 26.

Los conductores de estos termopares son accesibles desde el exterior del recinto de medición 13.

10 El conjunto de medición que constituye el invento incluye además aparatos de medición y un dispositivo electrónico de subordinación que serán mencionados o descritos someramente más adelante.

El modo operativo es el siguiente:

15 La muestra irradiada la es colocada en su sitio sobre el elemento calentador correspondiente 3a, en un recipiente separado. Se constituye cada una de las muestras completas resistencia 5-discos 2, solidarizando estos últimos por medio de las pinzas de unión 4. Esta manipulación se hace bajo nitrógeno líquido.

20 Se eleva luego la vasija Dewar parcialmente llena de nitrógeno líquido, con objeto de llevar a nivel de este líquido en el recinto 13 del calorímetro y se transfiere entonces el conjunto muestra-placa de protección, solidaria del sombrerete 15, a la pantalla secundaria interior 26. Esta operación debe ser efectuada rápidamente, 25 de manera que las muestras no sean recalentadas en el curso de su colocación en su sitio en el dispositivo, y que las mediciones puedan efectuarse a partir de la temperatura de nitrógeno líquido.

30 Se vacía entonces el recinto por la abertura 18

299170



después del descenso de la vasija Dewar y luego la protección de nitrógeno líquido es restablecida, en el exterior de este recinto, por nuevo ascenso de la vasija Dewar.

El establecimiento de un vacío conveniente es relativamente lento, dada la fuerte desgasificación del recinto y de las muestras.

El bombeo del nitrógeno ocluido en la porosidad de esta últimas, provoca una neta reducción de la temperatura por debajo de 78°K. Se puede prolongar por consiguiente esta desgasificación preliminar sin riesgo de recalentar las muestras. Cuando esta últimas vuelven a equilibrio de temperatura con la pantalla 26 a 78°K, se pueden aplicar las potencias necesarias a la realización del programa de recogido y efectuar las mediciones y registros necesarios.

A este efecto, se registra de manera continua y simultáneamente, sobre un registrador de dos vías, de sensibilidad 1 m V:

1ª La separación  $\Delta P$  entre las potencias suministrada,

- por una parte al testigo lb para hacerle seguir un programa de recalentamiento determinado,

- por otra parte, a la muestra irradiada la cuya evolución térmica está subordinada estrictamente a la precedente por medio del primer termopar diferencial 6a2-6b2 que mide la separación  $\Delta \theta_e$  de temperaturas.

2ª La temperatura absoluta  $\theta_a$  de la muestra la, detectada por el termopar 6a-1.

Estas operaciones se efectuan de la manera siguiente:

299170

Programación

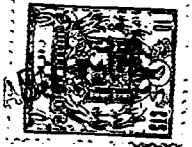
La programación de recalentamiento (véase figura 4) se efectúa sobre la resistencia 5b del elemento testigo, por medio de un conjunto programador 41 que incluye especialmente un generador de corriente variable que permite asegurar un ascenso de temperatura determinado, por ejemplo un ascenso lineal de 2°C por minuto.

La potencia de partida puede ser regulada a voluntad a un cierto valor comprendido por ejemplo entre 1 mV y 200 mW. Este dispositivo se dispone de manera que se tenga una buena linealidad del ascenso con permanencia, que se permita una manifestación de la potencia de partida, y que permita detener a voluntad la programación.

Subordinación de las muestras

La señal de error proporcionada por el termopar diferencial 10a, 11, 10b es controlada sobre un galvanómetro 42 y tratada por un primer bucle B1 llamado "bucle rápido", en el cual la señal es filtrada en 43, cortada por un cortador ("chopper") mecánico 44 a una baja frecuencia (94 Hz por ejemplo), amplificada en alterna por un amplificador 45, desmodulada en continua en 46, filtrada por un filtro 47 de ganancia variable, amplificada en continua en 48, y amplificada en potencia en 49. Esta señal de error así amplificada manda por el conductor 50 la alimentación de la microrresistencia 5a del elemento irradiado realizando así la subordinación de la temperatura del elemento la a la del elemento 1b.

Un bucle B2, llamado "bucle lento" permite corregir las derivas lentas y regular correctamente el cero ini



cial.

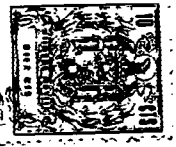
Este bucle B2 comprende un desmodulador 51, un filtro 52 de ganancia variable, un amplificador 53 en el cual la señal es amplificada en continua, un amplificador de potencia 54 que controla la rotación de un motor integrador 55 el cual, por medio de un reductor al 1/2000 56 actúa sobre un potenciómetro conectado entre los amplificadores 47 y 48. Un potenciómetro dispuesto a la salida del amplificador 53 permite hacer girar el motor 55 en un sentido o en el otro y, por consiguiente, actuar sobre el potenciómetro accionado por el reductor, para regular así, a cero la separación de la temperatura entre las muestras la y lb, efectuándose la regulación luego alrededor de este punto.

15

#### Medición de $\Delta P$ .

Siendo iguales las dos resistencias 5a, 5b de calentamiento de las dos muestras, la diferencia  $\Delta P$  de las potencias  $P_a$  y  $P_b$  disipadas en estas dos resistencias, respectivamente, es evidentemente proporcional a la diferencia de los cuadrados de las intensidades de las corrientes que atraviesan estas resistencias es decir, a la diferencia de las tensiones suministradas por termopares cuya indicación es proporcional a los cuadrados de las intensidades de las corrientes de calentamiento de 5a y 5b.

La medición de  $\Delta P$  se efectúa, pues, con ayuda de un watímetro estático que tiene estos dos termopares 51a y 51b montados por medio de adaptadores 52a, 52b y que alimentan, por medio de un atenuador 53, una ~~próxima~~



25 18

vía de un aparato registrador 54 que proporciona un registro directo y lineal de  $\Delta P$ . El contraste dá por ejemplo la correspondencia de 50 mW para 1 mV.

5 Medición de la temperatura absoluta  $\theta$  de la muestra

Esta medición, proporcionada por el termopar 6a-1, es registrada en sincronismo con la medición de  $\Delta P$  sobre una segunda vía del aparato registrador. A este efecto, la tensión correspondiente que puede variar por ejemplo de -9 mV a + 14 mV es cortada por secciones de 1 mV por medio de un sistema de desfase automático de origen 57.

Se obtiene una curva de las variaciones de la temperatura  $\theta$  en función del tiempo t, que en el caso particular considerado de un aumento lineal es una recta de pendiente r.

Si m es la masa de la muestra, se puede calcular en cada instante, conociendo  $\Delta P(t)$  y  $\theta(t)$  la energía interna liberada por gramo de material y por grado ter -  
20 mométrico  $\frac{dH}{d\theta}$  :

$$\frac{dH}{d\theta} = \frac{dH}{dt} \times \frac{dt}{d\theta} = \frac{\Delta P}{m} \times \frac{1}{r}$$

25 El cálculo puede ser efectuado a partir de las dos curvas registradas pero los resultados pueden ser proporcionados igualmente de modo directo por un calculador electrónico incorporado al aparato registrador.

299170



La regulación de la temperatura de la pantalla interior está asegurada por un bucle (no representado) idéntico al de la subordinación de las muestras, pero no supone compensación de deriva lenta. Se puede efectuar sin embargo una corrección de cero, si es necesario, o igualmente ajustar la separación de las temperaturas a un valor diferente de cero con objeto de crear un nivel de pérdidas controladas (caso en que la entalpía diferencial vendría a rebasar el valor del calor específico a la temperatura correspondiente).

En el curso de las diversas operaciones de medición descritas más arriba, la realización de condiciones estrictamente adiabáticas no es imperativa pero condiciona la sensibilidad de respuesta del termopar diferencial que proporciona la señal de error de la cadena de subordinación.

Estas condiciones están aseguradas en el calorímetro:

- Por la regulación muy fina de la pantalla interior 26 sobre la temperatura de las muestras, evitando las pérdidas por radiación,

- por el mantenimiento de un vacío a fondo, del orden de  $5 \cdot 10^{-6}$  mm de mercurio,

- minimizando las pérdidas en los hilos de conducción por medio de la placa de protección 31, bien acoplada térmicamente con la pantalla pero que incluye sin embargo el enrollamiento de compensación 32 cuya alimentación de tensión, regulable, varía en el curso del re -



cogido con la de la pantalla interior 26, estando arimen-  
tada la placa de protección en paralelo.

La aplicación del procedimiento y del aparato  
según el invento al grafito, permite obtener mediciones  
5 que presentan un error relativo máximo, calculado sobre  
un punto que es inferior a 1,5% sobre determinaciones de  
entalpía diferencial que varían de 50 a 100 milicalorías  
por grado y por gramo. Resultados todavía mejores se ob-  
tendrían con los metales cuyas características térmicas  
10 son más favorables.

El invento no está limitado al modo de realiza-  
ción representado y descrito, ni a la aplicación al gra-  
fito, que no han sido elegidos más que a título de ejem-  
plos. En particular, este procedimiento y este dispositi-  
15 vo son aplicables en metalurgia, para la medición de ener-  
gía interna en los metales sometidos a esfuerzos en frío  
o a cualquier otro modo de creación de defectos.

La presente solicitud que corresponde a la pre-  
sentada en Francia, con fecha 26 de Abril de 1963, bajo  
20 el Nº P.V. 932,883, se acoge a los beneficios del artícu-  
lo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

25

Los puntos de invención propia y nueva que se  
presentan para que sean objeto de la presente solicitud  
de Patente de invención en España, por VEINTE años, son  
30 los siguientes:

299170



1.- Dispositivo para la medición de la energía liberada por una muestra de material en curso de su aumento de temperatura, que incluye un recinto calorimétrico destinado a recibir la muestra a estudiar y una muestra testigo, dos resistencias eléctricas que aseguran independientemente el calentamiento de las dos muestras, medios de detección de una diferencia de temperatura entre estas muestras, medios, mandados por dichos medios de detección, para regular las potencias suministradas a las dos muestras a fin de imponerles una evolución térmica idéntica en el tiempo, medios de medición de la temperatura común a las dos muestras y medios de medición de la diferencia de las potencias suministradas a cada una de ellas por las resistencias de calentamiento, estando constituidas las muestras, cada una, por dos plaquitas idénticas del material separadas por la resistencia de calentamiento.

2.- Dispositivo según la reivindicación 1, que incluye un dispositivo programador para imponer a la muestra testigo una evolución lineal de la temperatura en función del tiempo.

3.- Dispositivo según las reivindicaciones 1 ó 2, en el cual la subordinación de la temperatura de la muestra a estudiar a la de la muestra testigo está asegurada por un termopar diferencial que manda la alimentación de la resistencia de calentamiento de la muestra a estudiar.

4.- Dispositivo según las reivindicaciones 1 ó 3, que comprende medios para hacer el vacío en el recinto calorimétrico, una pantalla periférica en el interior de este recipiente, medios de calentamiento de esta pan-

299170

25 ABR



talla y medios de subordinación de la temperatura de esta pantalla a la de las muestras.

5.- Dispositivo según las reivindicaciones 1, 2, 3 ó 4, en el cual las muestras están suspendidas por los hilos de alimentación de las resistencias y/o termopares de una placa móvil.

6.- Dispositivo según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 ó 5, que comprende una vasija Dewar que rodea el recinto calorimétrico y destinada a recibir un gas licuado y por medios para llevar este gas licuado, o bien al interior del recinto calorimétrico, o bien a contacto con la pared exterior de éste.

7.- Dispositivo para la medición de la energía liberada por una muestra de material en curso de su aumento de temperatura.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de dieciseis hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

25 ABR. 1964

Alberto de Elizaburu  
PPR

299170

am.ckm

PPR.

25



Fig.1

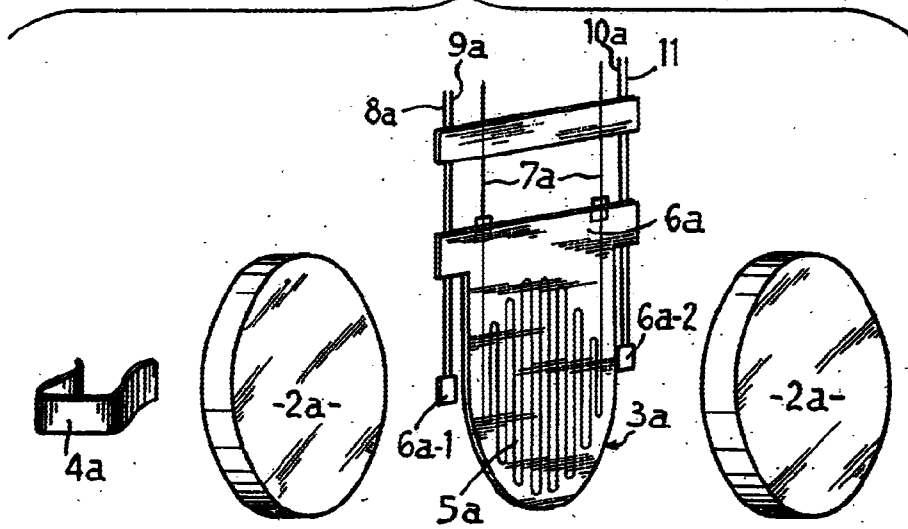
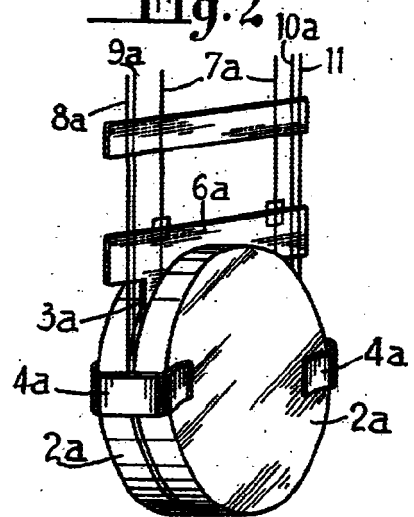


Fig.2



91 10

*Carlo*  
ACCIAIO IN INOX

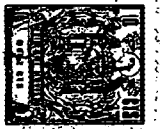
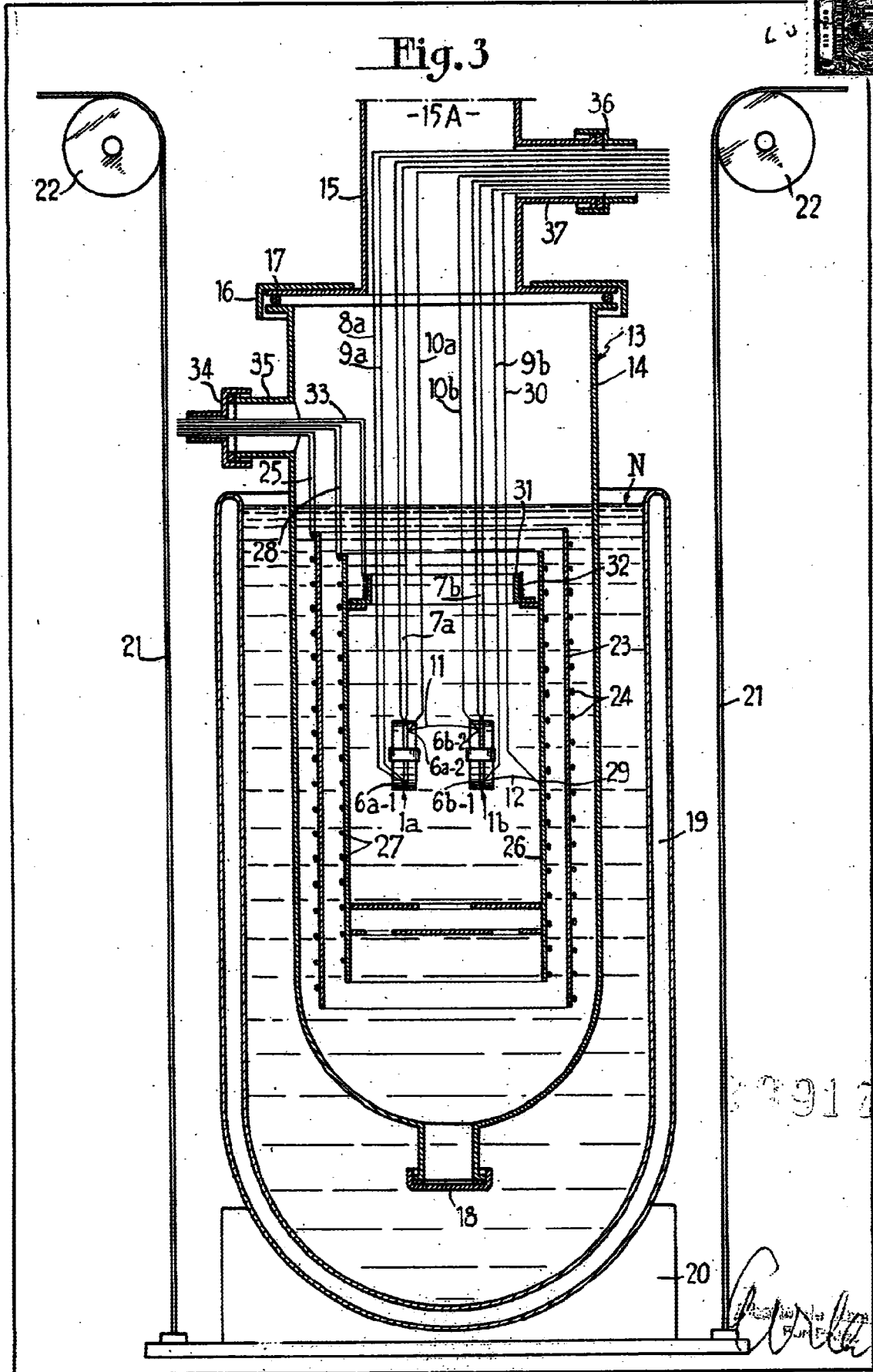


Fig.3



9170

*Handwritten signature*  
M. J. ...  
F. ...

