



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

N.º de publicación: ES 2 048 120

Número de solicitud: 9100584

Int. Cl.⁵: G02B 21/28
G02B 21/30

(12)

PATENTE DE INVENCION

A6

(22) Fecha de presentación: **07.03.91**

(45) Fecha de anuncio de la concesión: **01.03.94**

(45) Fecha de publicación del folleto de patente:
01.03.94

(73) Titular/es: **Universidad de Valladolid y en su
Representación el Vicerrector de Investigación,
Alvarez Guisasola
Plaza de Sta. Cruz, 8
47002 Valladolid, ES**

(72) Inventor/es: **Sanz Santacruz, Luis Felipe;
Gonzalez Rebollo, Miguel Angel y
Jimenez Lopez, Juan**

(74) Agente: **Ungría Goiburu, Bernardo**

(54) Título: **Criostato para pletina de microscopio.**

(57) Resumen:

Criostato para pletina de microscopio.
Aparato apto para ser fijado en la pletina de un microscopio, capaz de regular la temperatura de las muestras entre -180°C y 600°C. Consiste en un portamuestras, construido con un material buen conductor del calor, que lleva incorporado un circuito de refrigeración, un sistema de calefacción, sensores de temperatura y entradas eléctricas de medida y regulación de temperatura. Este sistema va solidario a la tapa de un recipiente paralelepípedo y está aislado mediante vacío del exterior. El recipiente va provisto de una o dos ventanas en las caras superior e inferior, para su observación por reflexión y transmisión.

DESCRIPCION

Estado de la técnica

Existen una gran cantidad de criostatos, ninguno de los cuales presenta de manera conjunta las características del aparato objeto de la presente invención. Algunos de ellos (por ejemplo Los descritos en las patentes US No. 4.680.945, US 4.751.828, UK 2.195.430) están diseñados para enfriar muestras biológicas únicamente, o bien (por ejemplo los descritos en las patentes US 4.705.366, US 4.629.862) se utilizan solo para calentar.

Entre los criostatos diseñados para enfriar y calentar, en aquellos que utilizan una mezcla refrigerante (criostato de la casa Linkam Scientific Instruments, o el criostato descrito en la patente US 3.969.013) la carcasa no está térmicamente aislada del exterior mediante vacío lo que acarrea muchos problemas debido a la condensación de vapor de agua.

Otro tipo de aparatos emplean el efecto JOULE-THOMSON (por ejemplo el construido por la casa NMR Technologies) para refrigerar las muestras. En estos aparatos la carcasa está aislada térmicamente del foco frío mediante un sistema de vacío. El tamaño de la muestra debe de ser muy pequeño y el límite máximo de la temperatura de trabajo es de 100° C.

Breve descripción de la invención

El aparato objeto de la presente invención es un dispositivo, apto para ser fijado en la pletina de un microscopio, capaz de regular la temperatura de las muestras entre -180° C y 600° C. Consiste en un portamuestras construido con un material buen conductor del calor, que lleva incorporado un circuito de refrigeración, un sistema de calefacción, sensores de temperatura y entradas eléctricas de medida y regulación de la temperatura. Este sistema va solidario a la tapa de un recipiente paralelepípedo y está aislado mediante vacío del exterior. El recipiente va provisto de una o dos ventanas en las caras superior e inferior para su observación por reflexión y transmisión.

El aparato diseñado reúne las principales ventajas de los tipos de aparatos descritos más arriba sin presentar los inconvenientes de cada uno de ellos.

Con relación a los primeros aparatos descritos es evidente la mayor versatilidad de nuestro diseño ya que permite enfriar o calentar las muestras sin estar obligado a cambiar de criostato para cada operación.

Las ventajas que presenta frente a los aparatos que utilizan mezclas refrigerantes son también bastante notables. En primer lugar al estar la célula de temperaturas térmicamente aislada mediante vacío no hay problemas de fugas térmicas, y la carcasa permanece a la temperatura del laboratorio por lo que no se forma una capa de hielo debido a la condensación del vapor de agua ambiente, fenómeno que ocurre inevitablemente al utilizar otros aparatos de este tipo. Esta característica hace posible realizar experiencias todo lo largas que se desee sin estar obligado a trabajar en atmósfera seca. Por otra parte la pletina del microscopio no correrá el riesgo de degradarse puesto que no se forma hielo en la carcasa.

Cuando se trabaja a altas temperaturas la carcasa tampoco modifica su temperatura y los objetivos del microscopio que están situados a una es casa distancia de la ventana no corren ningún riesgo de deterioro. Esto posibilita trabajar con objetivos de elevados aumentos que tienen menores distancias de trabajo.

También hay que señalar que cuando se trabaja a altas temperaturas al estar la muestra en vacío se dificulta en muchos casos la posible degradación de la misma al evitar que pueda reaccionar con la atmósfera que la rodea, como es el caso en los aparatos de que no utilizan el vacío. Alternativamente en muestras que no pueden estar en vacío, se puede trabajar en atmósfera inerte.

Frente a los aparatos que utilizan el efecto Joule-Thomson para enfriar también posee indudables ventajas ya que el tamaño de las muestras que admite es muy superior pudiendo trabajar con muestras de hasta 6 cm de diámetro, manteniendo al mismo tiempo una temperatura uniforme en toda la muestra. Por otra parte el límite superior de temperatura a la que permite trabajar el aparato es de 600°C, es decir 500° C más que los aparatos de este tipo.

Otra de las ventajas de nuestro diseño frente a algunos de los aparatos que hemos citado es su tamaño y peso muy reducidos, aunque admite muestras de tamaño considerable. Esta característica permite su acoplamiento en cualquier mesa de microscopio incluso en aquellas mesas que están motorizadas lo que posibilita el control del desplazamiento mediante un ordenador pudiéndose conseguir una gran precisión (hasta de 1/4 de micra, dependiendo evidentemente del tipo de motor paso a paso y del tipo de pletina que se utilice) en el posicionamiento de las muestras. Esta característica es imprescindible para poder utilizar técnicas de tipo cartográfico (mapping), a muy bajas temperaturas, en obleas semiaislantes o semiconductoras (Silicio, AsGa), que son el sustrato para la realización de los circuitos de alto nivel de integración; esta propiedad resulta muy interesante debido al gran auge que están tomando este tipo de técnicas entre los investigadores que se dedican a la caracterización de este tipo de materiales y los fabricantes que las utilizan en el control de calidad de los circuitos integrados.

Otra de las ventajas importantes de nuestro aparato es que permite trabajar con objetivos de hasta 50 aumentos ya que la cara superior de la muestra puede estar situada a una distancia mínima del objetivo que puede llegar a ser de hasta 3mm.

Podemos señalar también como característica importante de nuestro aparato la posibilidad de situar una segunda ventana en la cara inferior del criostato vaciándose el interior de la plataforma donde va colocada la muestra y situando esta sobre un soporte de zafiro (transparente, aislante eléctrico y excelente conductor térmico) apoyado en las paredes laterales de la plataforma portamuestras.

Descripción detallada de la invención

El aparato consiste (figura 1) en un recipiente metálico (1) hermético con un portamuestras en su interior (4) térmicamente aislado de la carcasa

externa mediante un sistema de vacío. Posee una serie de entradas y salidas estancas para la toma de vacío (11), la circulación del refrigerante (10), la calefacción (8), la medida de la temperatura interna, la polarización eléctrica de la muestra, y la medida de magnitudes eléctricas de interés, que explicaremos detalladamente más adelante.

La carcasa externa tiene una ventana transparente (2) a la luz que se precisa en cada caso (vidrio en ambos prototipos), en la cara superior, y del tamaño del portamuestras interno; opcionalmente tiene una ventana en la cara inferior para iluminar desde abajo.

El acceso a la parte interna del aparato se hace mediante una tapa (7), que es en realidad una de las caras laterales donde van situadas todas las salidas y entradas que describiremos a continuación. La entrada para la realización del vacío (11) está colocada en una de las caras laterales. Las dimensiones externas del aparato son las adecuadas para que puede ser fijado a una pletina de microscopio que puede ser motorizada y controlada por ordenador. Para evitar las fugas de vacío en el cierre se utiliza una junta tórica de vitón. La tapa del criostato tiene una serie de entradas y salidas eléctricas estancas por las que se puede medir la temperatura del interior (que por simplicidad no se describen en la figura 1), alimentar la calefacción (8), o hacer las medidas eléctricas que se consideren necesarias. El número de entradas y salidas eléctricas se puede alterar según las especificaciones que se precisen, sin más que cambiar el tipo de conector. Dicha tapa (7) se prolonga hacia el exterior por dos tubos (9) a los que va soldado en los extremos externos la entrada y salida del serpentín (10) solidario al portamuestras (4) por el que circula el líquido refrigerante, con lo cual se consigue que la entrada y la salida estén prácticamente aisladas térmicamente y no permitan el enfriamiento de la carcasa externa evitando el empañamiento de la misma.

El portamuestras propiamente dicho consiste en una plataforma de cobre en forma de pastilla que lleva tallados lateralmente unos alojamientos en los que van enroscados el elemento calefactor (6), un termocoax con los extremos fríos, y un tubo preferiblemente de acero inoxidable por el que circula el refrigerante. La parte central del portamuestras puede ser vaciada para colocar una plataforma de zafiro (5), material buen conductor del calor, aislante eléctrico y transparente, para poder realizar medidas en transmisión.

Dispone también de un pequeño agujero en

el que va alojada el elemento termométrico, por ejemplo, una resistencia de Pt.

Este portamuestras se encuentra situado a una distancia muy pequeña de la ventana externa, aproximadamente de 4 mm, lo que nos permite poder trabajar con objetivos de larga distancia de trabajo hasta 50 aumentos.

El control de temperatura se realiza con un controlador convencional y la circulación del líquido refrigerante puede ser forzada mediante una pequeña bomba de flujo variable.

Ejemplo

En las figuras 2, 3, 4 se dan los detalles constructivos de una de las maneras de construir el aparato.

La figura 2 muestra las tres vistas del cuerpo del criostato. En la planta se puede apreciar la abertura superior donde va montada una ventana transparente. En el alzado se puede ver un taladro en el que va roscado el racor que se utiliza como entrada de vacío. En la vista lateral se pueden observar cuatro taladros donde va sujeta la tapa que cierra el criostato.

La figura 3 representa la tapa citada solidaria con el portamuestras. En la sección A-A aparecen dos vistas de la tapa donde se puede constatar que se prolonga hacia el exterior mediante dos tubos en cuyos extremos va soldado el tubo de circulación del refrigerante que sirve también como soporte del portamuestras al que va arrollado. También están representados los taladros donde van montados los pasamuros para las entradas eléctricas.

La figura 4 muestra la pieza soporte. En la sección B-B se representan dos vistas del portamuestras con las ranuras donde se alojan el tubo de circulación del refrigerante y la calefacción.

El conjunto se da en la figura 5. En el corte se ve como el portamuestras está térmicamente aislado de la carcasa externa salvo en las extremidades del tubo de circulación del refrigerante donde va soldado. Las denominaciones correspondientes a los números que en ella figuran son las siguientes:

- | | |
|----------------------|-----------------------|
| 1. Cuerpo | 2a. Tapa |
| 2b. Refuerzo | 2c. Conducto |
| 3. Soporte | 4. Racor |
| 5. Conducto | 6. Cierre de cristal |
| 7. Junta tórica | 8. Tornillo M6x20 |
| 9. Arandela elástica | 10. Cable calefacción |
| 11. Aparato BNC. | |

REIVINDICACIONES

1. Criostato para pletina de microscopio capaz de trabajar en un rango de temperaturas que va desde -180°C hasta 600°C apto para ser situado sobre una pletina de microscopio que comprende:

a. Una plataforma donde se sitúa la muestra, conectada con un foco frío y un foco caliente para la regulación de la temperatura de la muestra.

b. Una caja con una ventana en cuyo interior se encuentra la plataforma citada y que tiene por objeto aislar dicha plataforma del medio ambiente exterior por medio de la obtención de un vacío apropiado.

c. Dos tubos uno de los cuales tiene un diámetro externo inferior al diámetro interno del otro, embutidos uno en el otro, unidos mediante una soldadura por uno de sus extremos, estando el otro extremo del tubo exterior soldado a la tapa del apartado b mientras que el tubo interno sujeta la plataforma del apartado a y se utiliza simultáneamente para llevar la mezcla refrigerante.

d. Una serie de salidas y entradas estancas situadas sobre la caja del apartado b que son utilizadas para la alimentación del foco caliente, para la medida de la temperatura y de las magnitudes eléctricas que se precisen, así como una entrada de vacío.

2. Un criostato para pletina de microscopio, según la reivindicación 1, en el que el foco frío de la plataforma a consiste en un serpentín enrollado en torno a dicha plataforma que es continuación del tubo interno que se cita en c y en el que circula un líquido refrigerante adecuado a la temperatura más baja que se pretenda alcanzar.

3. Un criostato para pletina de microscopio, según las reivindicaciones 1 y 2, en el que el foco caliente de la plataforma del apartado a puede consistir en un termocoax enrollado en torno a dicha plataforma o bien una resistencia impresa de calentamiento pegada en la plataforma, adecuada para la gama de temperaturas en las que se precise trabajar.

4. Un criostato para pletina de microscopio,

según las reivindicaciones 1 a 3 en el que la temperatura de la plataforma a y la de la muestra sean monitorizadas por uno o dos termopares en contacto con ellas o con una o dos resistencias de Pt o con uno o dos termistores.

5. Un criostato para pletina de microscopio, según las reivindicaciones 1 a 4, con la plataforma citada en a maciza realizada con un material buen conductor térmico que facilite la uniformidad en la temperatura de la muestra.

6. Un criostato para pletina de microscopio según las reivindicaciones 1 a 4, con la plataforma maciza del apartado a hueca en su centro y con un material adecuado que sea transparente a la longitud de onda de la luz que se utiliza y buen conductor térmico situado en la parte central de dicha plataforma para sustentar la muestra.

7. Un criostato para pletina de microscopio, según las reivindicaciones 1 a 4, con la plataforma maciza del apartado a realizada toda ella con un material adecuado, sea transparente a la longitud de onda de la luz que se utiliza y buen conductor térmico.

8. Un criostato para pletina de microscopio, según las reivindicaciones 1 a 7 con una ventana en la caja del apartado b construida con un material adecuado transparente a la longitud de onda de la luz que se utiliza.

9. Un criostato para pletina de microscopio, según las reivindicaciones 1 a 7, con dos ventanas situadas en las caras superior e inferior de la caja del apartado a construidas con un material adecuado, transparente a la longitud de onda de la luz que se utiliza, para que, en conjunción con cualquiera de las configuraciones de los apartados 6 y 7 permita la excitación de la muestra también por su cara inferior.

10. Un criostato para pletina de microscopio, según las reivindicaciones 1 a 9, con un número adecuado de conectores eléctricos estancos, múltiples o sencillas, que pueden ser blindados y que se utilizan para la alimentación de la muestra, lectura de la temperatura, o de los parámetros eléctricos que se precisen en las distintas experiencias.

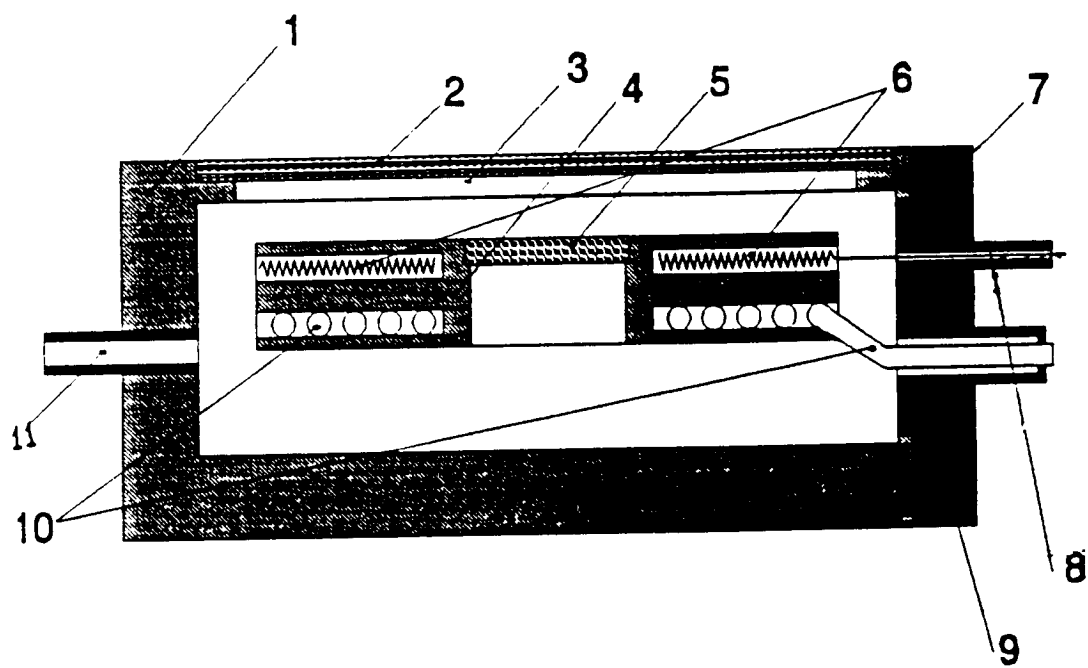


Figura 1

2 048 120

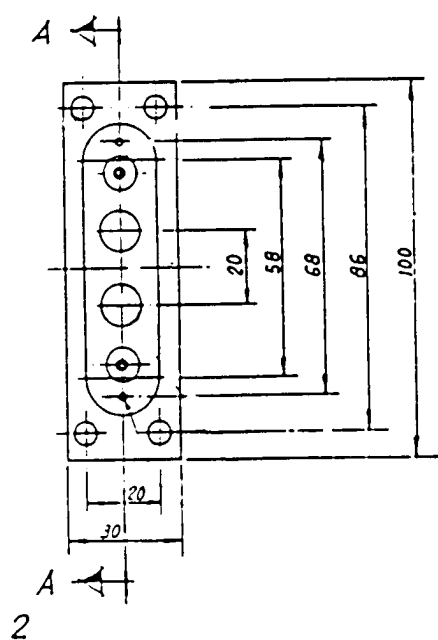
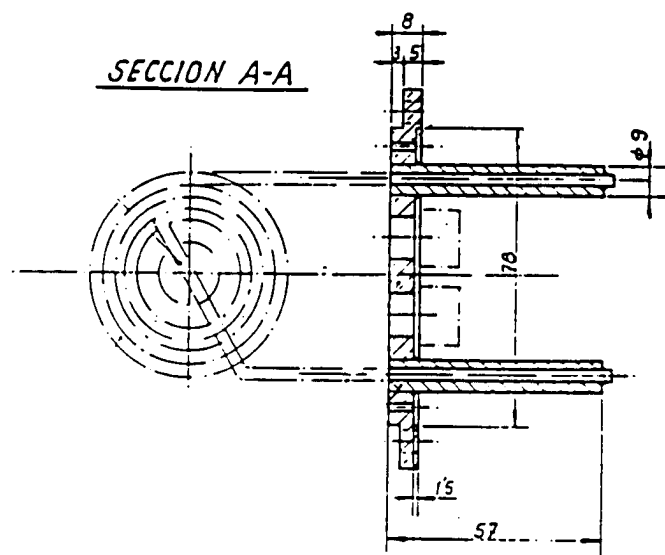


Figura 3

2 048 120

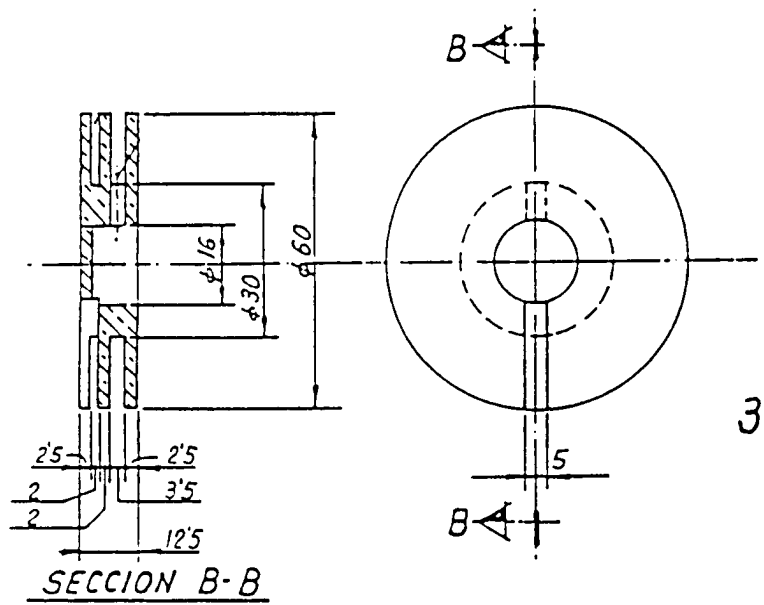


Figura 4

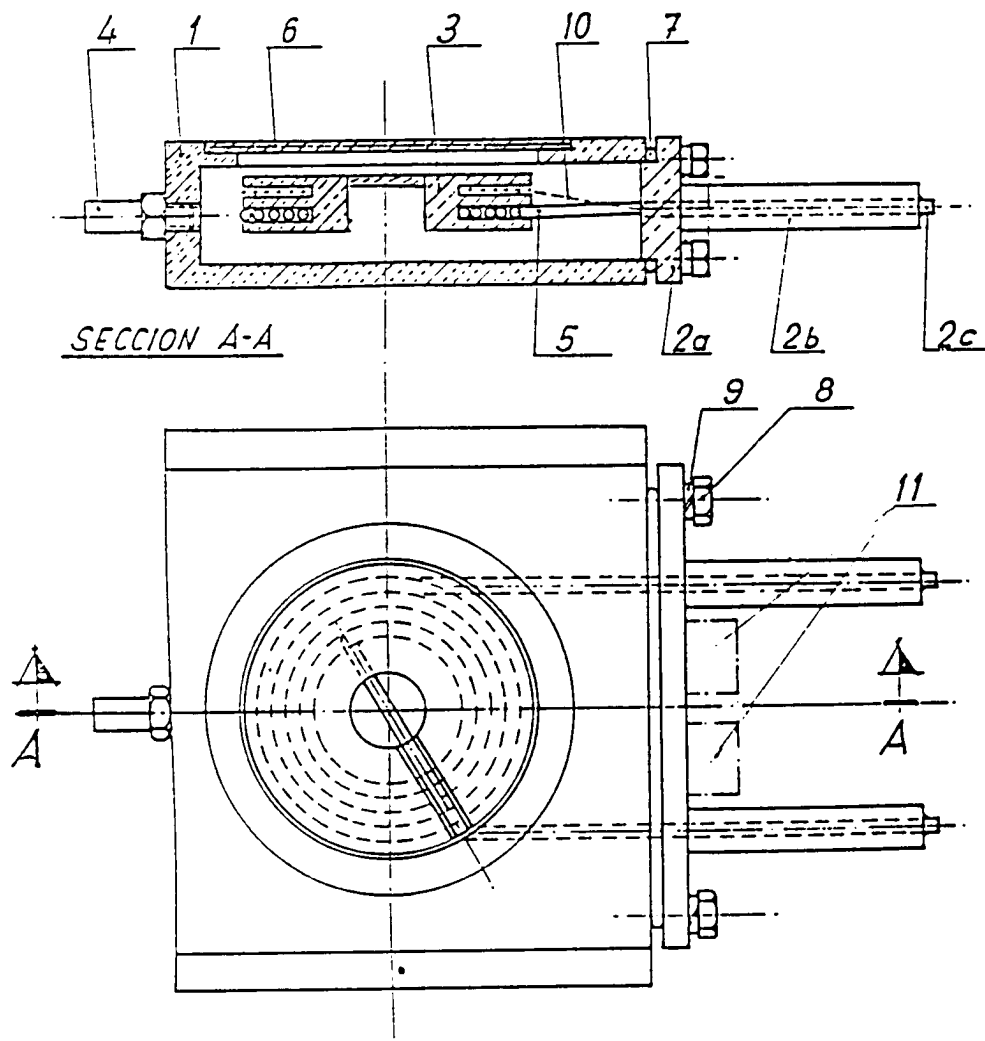


Figura 5