(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 278 482**

(21) Número de solicitud: 200402858

(51) Int. Cl.:
G01R 33/18 (2006.01)

(12) PATENTE DE INVENCIÓN B1

(22) Fecha de presentación: **26.11.2004**

(43) Fecha de publicación de la solicitud: **01.08.2007**

Fecha de la concesión: **27.05.2008**

(45) Fecha de anuncio de la concesión: **16.06.2008**

(45) Fecha de publicación del folleto de la patente: **16.06.2008**

(73) Titular/es: **Universidad Complutense de Madrid**
Rectorado - Avenida de Séneca, nº 2
28040 Madrid, ES

(72) Inventor/es: **Rivero Rodríguez, Guillermo;**
Multigner Domínguez, Marta y
Valdés Tamames, Javier

(74) Agente: **No consta**

(54) Título: **Dispositivo para la medida directa de la magnetostricción de volumen de materiales magnéticos.**

(57) Resumen:
Dispositivo para la medida directa de la magnetostricción de volumen de materiales magnéticos que está compuesto por un recipiente portamuestras con posibilidad de cierre estanco a excepción de un capilar de sección conocida.
Dicho portamuestras se rellena con un líquido inocuo, una vez colocada la muestra en el interior. Cuando la muestra sufre un cambio de volumen debido a la acción de un campo magnético externo el nivel del líquido en el capilar varía. Esta variación es registrada por un programa informático que a su vez controla la posición de una cámara digital, montada sobre un brazo rígido vertical que se mueve por un tornillo sin fin gracias a un motor paso a paso, la cual se ajusta para que el menisco que forma el líquido en el capilar sea tangente a un referencia electrónica introducida en el monitor que recibe la imagen de la cámara digital. Conociendo la distancia entre las posiciones del nivel del líquido en el capilar antes y después de aplicar campo magnético, y la sección de dicho capilar se obtiene la variación de volumen que sufre la muestra. Representando la variación de volumen relativa con respecto a la intensidad del campo aplicado se obtiene el valor de la magnetostricción de volumen.

ES 2 278 482 B1

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

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Dispositivo para la medida directa de la magnetostricción de volumen de materiales magnéticos.

Objeto de la invención

La presente invención se refiere a un sistema para medir magnetostricción de volumen de los materiales magnéticos con dos ventajas notables. En primer lugar se trata de una medida directa, y en segundo lugar permite la medida de esta propiedad en materiales con morfología muy variada.

La invención se encuadra en el campo técnico de la medida de propiedades magnéticas de materiales.

Antecedentes de la invención

Existen diversos métodos para medir la magnetostricción lineal de los materiales, como por ejemplo mediante el uso de galgas extensiométricas, el método de ángulo bajo o del cantilever (P.T. Squire, Meas. Sci. Technol., 5, (1994)). Actualmente la magnetostricción de volumen se obtiene de modo indirecto a través de la medida de la magnetostricción lineal en las direcciones perpendicular y transversal al campo magnético aplicado (E. du Trémolet de Lacheisserie, *Magnetostriction Theory and Applications of Magnetoelasticity*, CRC Press Inc., Boca Raton (1993)). Además, existe la limitación de no poderse realizar este tipo de medidas sobre muestras en forma de polvo ya que las técnicas mencionadas anteriormente no son aplicables a este tipo de muestras.

Hasta donde nuestro conocimiento alcanza no existe ningún método de medida de la magnetostricción que sea directo y aplicable sobre cualquier tipo de muestra sólida. Con el fin de solventar estas limitaciones se ha ideado la presente invención.

Descripción de la invención

Dispositivo para la medida directa de la magnetostricción de volumen de materiales magnéticos.

El objeto de la presente invención es obtener el valor la magnetostricción de volumen de muestras de material sólido mediante la medida directa de la variación de volumen que experimenta la muestra al aplicarle un campo magnético. El método que se propone en la presente invención consiste en colocar la muestra en un recipiente portamuestras, rellenar el espacio libre restante con un líquido inerte y medir el volumen de líquido que es desplazado al dilatarse o contraerse la muestra. La magnetostricción de volumen es una magnitud relativa que toma valores típicos entre 10^{-7} y 10^{-5}. En el caso de nuevos materiales lo habitual es disponer de poco volumen de muestra, así por ejemplo una muestra con un volumen de 10 cm^3, podría variar su volumen al aplicarle un campo magnético entre 10^{-6} y 10^{-4} cm^3. Para poder medir una variación de volumen tan pequeña lo que se hace en este invento es obligar a que el desplazamiento del líquido ya mencionado solo pueda producirse por un capilar de sección conocida y pequeña, del orden de $5 \cdot 10^{-4}$ cm^2. De este modo la variación en el nivel del líquido del capilar es proporcional a la variación del volumen de la muestra. Así, con el ejemplo cuantitativo con el que estamos ilustrando la descripción, para una variación de volumen de 10^{-6} cm^3 por un capilar de $5 \cdot 10^{-4}$ cm^2 de sección tendríamos una variación en el nivel del líquido de 0,1 cm. La medida de esta variación de nivel se realiza enfocando una cámara digital sobre el menisco del líquido, cuya imagen se recibe en un monitor. Dicha cámara está montada sobre un brazo rígido que se desplaza verticalmente sobre un tornillo sin fin gracias a un motor paso a paso, que a su vez está controlado con un ordenador. Siguiendo el nivel del líquido en el capilar con la cámara y conociendo el paso mínimo del motor y el número de pasos, se obtiene la medida de la variación del nivel, y como la sección del capilar es conocida, multiplicando la sección de capilar por la variación del nivel se obtiene el valor de la variación de volumen experimentada por la muestra.

Descripción de los dibujos

La invención se ilustra con los siguientes dibujos:

• La figura 1 muestra un esquema general de todo el sistema de medida con todos sus componentes:

1. recipiente portamuestras
2. capilar
3. piezas polares del electroimán
4. cámara digital
5. monitor
6. brazo soporte de la cámara digital
7. tornillo sin fin
8. motor “paso a paso”
9. ordenador personal
10. nivel de referencia electrónico
11. bases móviles
12. control electrónico del motor “paso a paso”
13. pie telescópico

• La figura 2 muestra un esquema del recipiente portamuestras 1:

14 tubo de entrada de líquido
15 tubo de purga de burbujas
16. llave de paso
17. llave de paso
18. cuerpo cilíndrico
19. tapa roscada
20. tapa de cuarzo transparente
21. tubo-soporte del capilar
22. extremo del pie telescópico

Modo de realización de la invención

En una realización preferente del invento, el sistema consta de un recipiente portamuestras (1) estanco cerrado a excepción de un capilar (2) de 0.8 mm de diámetro. Este capilar es el único canal por el que se puede desplazar el líquido y es por tanto donde se controla el nivel del mismo. Se procede del siguiente modo: se coloca la muestra en el recipiente portamuestras (1) que se cierra con una tapa roscada (19) provista de una junta estanca y se rellena con un líquido por el tubo (14), asegurándose de que no queden burbujas de aire (que escapan por el tubo (15)), hasta que se detecta el menisco en el capilar (2) y se cierran las laves de paso (16, 17).

La verificación de que no quedan burbujas se realiza gracias a la tapa de cuarzo transparente (20). El recipiente portamuestras (1) se coloca entre las piezas polares de un electroimán (3) de modo que el capilar

quede visible ajustando la altura del extremo del pie telescópico (22). Los materiales de las distintas piezas, preferentemente acero inoxidable no magnético, latón y pyrex, han sido elegidos para que no se vean afectados por el campo magnético externo. Con una cámara digital, provista de un objetivo óptico (4) se enfoca el menisco del líquido en el capilar (2) y se obtiene la imagen aumentada en un monitor (5). La cámara está montada sobre un brazo rígido (6) que se puede desplazar verticalmente sobre un tornillo sin fin (7).

Mediante un motor paso a paso (8), controlado a través del ordenador (9), se consigue un paso mínimo de 3.75 μm. Se ha introducido una línea de referencia electrónica (10) en el monitor. De este modo, se ajusta la posición del menisco con la referencia electrónica antes de aplicar el campo y si la muestra posee propiedades de magnetostricción de volumen, al aplicar el campo magnético se detectan variaciones en la posición del menisco. El reajuste de la posición del menisco respecto a la referencia electrónica (10) se realiza desplazando la cámara (4), verticalmente, sobre el brazo rígido (6), mediante el giro del motor paso a paso (8) que transmite el movimiento al tornillo sin fin (7). La distancia entre las posiciones inicial y final de la cámara (4) se obtiene multiplicando el número de pasos del motor (8), necesario para reajustar la posición del menisco, por el cociente entre el paso de la hélice del tornillo sin fin (7) y el número de pasos por vuelta del motor (8). Esta distancia nos da la medida de la variación de la altura del líquido en el capilar (2), de sección conocida, y por lo tanto la variación de volumen que ha sufrido la muestra.

Tanto el pie (11) del portamuestras (1) como el del tornillo sin fin (7) por el que se desplaza la cámara (4), se nivelan mediante tres tornillos regulables, situados en los vértices de un triángulo imaginario, que hacen las veces de puntos de apoyo de la misma, y que mediante un nivel unido a dicha plataforma permiten colocarla en posición horizontal, con el fin de ajustar el paralelismo entre ambos. También se ha dispuesto un termopar para controlar la temperatura, la cual debe ser constante durante la medida para evitar efectos de la dilatación del líquido.

Si se tiene en cuenta que en esta descripción preferente el volumen del portamuestras (1) es $9{,}7 \cdot 10^{4}$ mm^3 y la distancia mínima que se puede apreciar ópticamente en el monitor, $3{,}75 \cdot 10^{-2}$ mm (un orden de magnitud mayor que el paso mínimo), la mínima variación relativa de volumen que se puede medir en este sistema es $\Delta V/V = 4 \cdot 10^{-7}$.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para la medida directa de la magnetostricción de volumen de muestras de materiales magnéticos, cualquiera que sea su forma y en particular para muestras en forma de polvo, **caracterizado** porque esta formado por: Un recipiente portamuestras con posibilidad de cierre estanco a excepción de un orificio conectado a un capilar, que es el canal que permite desplazar un líquido contenido en el mismo, cuando el volumen de la muestra aumenta o disminuye por efecto de la aplicación de un campo magnético externo. Una cámara digital, que se fija a un soporte, unido al mecanismo de un tornillo sin fin vertical apoyado en una plataforma móvil, que al girar regula la altura de dicha cámara y permite observar y seguir en tiempo real el nivel del líquido en el capilar (menisco) y cuya señal de salida se envía a un monitor, provisto de un nivel de referencia horizontal generado por un circuito electrónico. Un motor paso a paso, cuyo eje transmite el movimiento de giro al tornillo sin fin, controlado por un circuito electrónico, que permite realizar el movimiento de giro paso a paso en sentidos opuestos. El movimiento es controlado por un circuito electrónico y un programa informático, que registra los pasos realizados por el motor. Un pie telescópico que permite regular la altura del portamuestras sobre su base, constituida por una plataforma móvil normal a dicho pie.

2. Dispositivo para la medida directa de la magnetostricción de volumen de materiales magnéticos, según reivindicación anterior, **caracterizado** porque el recipiente portamuestras está formado por:

Un recipiente rígido, fabricado en material no ferromagnético, con una tapa roscada, provista de una junta estanca.

Dos tubos, que comunican el interior del recipiente con el exterior, fabricados en material no ferromagnético, provistos de llaves de paso, unidos al recipiente mediante soldadura y/o adhesivos y que permiten la inyección de líquido y la evacuación del aire del interior del recipiente.

Un tercer tubo, que comunica el interior del recipiente con el exterior, fabricado en material no ferromagnético provisto en su extremo de un capilar de vidrio transparente, de diámetro interior uniforme, unido al recipiente mediante soldadura y/o adhesivos.

3. Procedimiento para la medida directa de la magnetostricción de volumen de muestras de materiales magnéticos, según reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque se coloca la muestra en el recipiente portamuestras y se rellena con un líquido hasta que se detecta el menisco en el capilar. El recipiente portamuestras se coloca entre las piezas polares de un electroimán de modo que el capilar quede visible. La altura de la cámara digital se varia, mediante un programa informático que controla los pasos del motor que mueve el tornillo sin fin, hasta hacer que el menisco, que forma el líquido en el capilar, sea tangente al nivel de referencia del monitor. La posición de la cámara queda registrada en el programa informático. Después se aplica el campo magnético externo y si se produce una variación de la altura del menisco del líquido en el capilar, la altura de la cámara digital se hace variar mediante los pasos del motor, que mueve el tornillo sin fin, hasta que dicho menisco vuelve a ser tangente al nivel de referencia electrónico en el monitor. Los pasos realizados por el motor para volver a ajustar el menisco del líquido en el capilar al nivel de referencia electrónico, son grabados por el programa informático de control, permitiendo, a partir de la relación entre el paso del motor y el paso del tornillo sin fin, medir la variación de la altura de dicho menisco.

4. Procedimiento para la medida directa de la magnetostricción de volumen de muestras de materiales magnéticos, según reivindicación anterior, **caracterizado** porque la medida de la variación de la altura del menisco del líquido en el capilar de diámetro interior uniforme, permite obtener una medida directa de la variación de volumen de la muestra o muestras contenidas en el recipiente.

La medida de las variaciones de volumen de la muestra o muestras contenidas en el recipiente, al que se la aplica un campo magnético externo, en función del campo magnético aplicado, da la medida directa de la magnetostricción de volumen de dichas muestras.

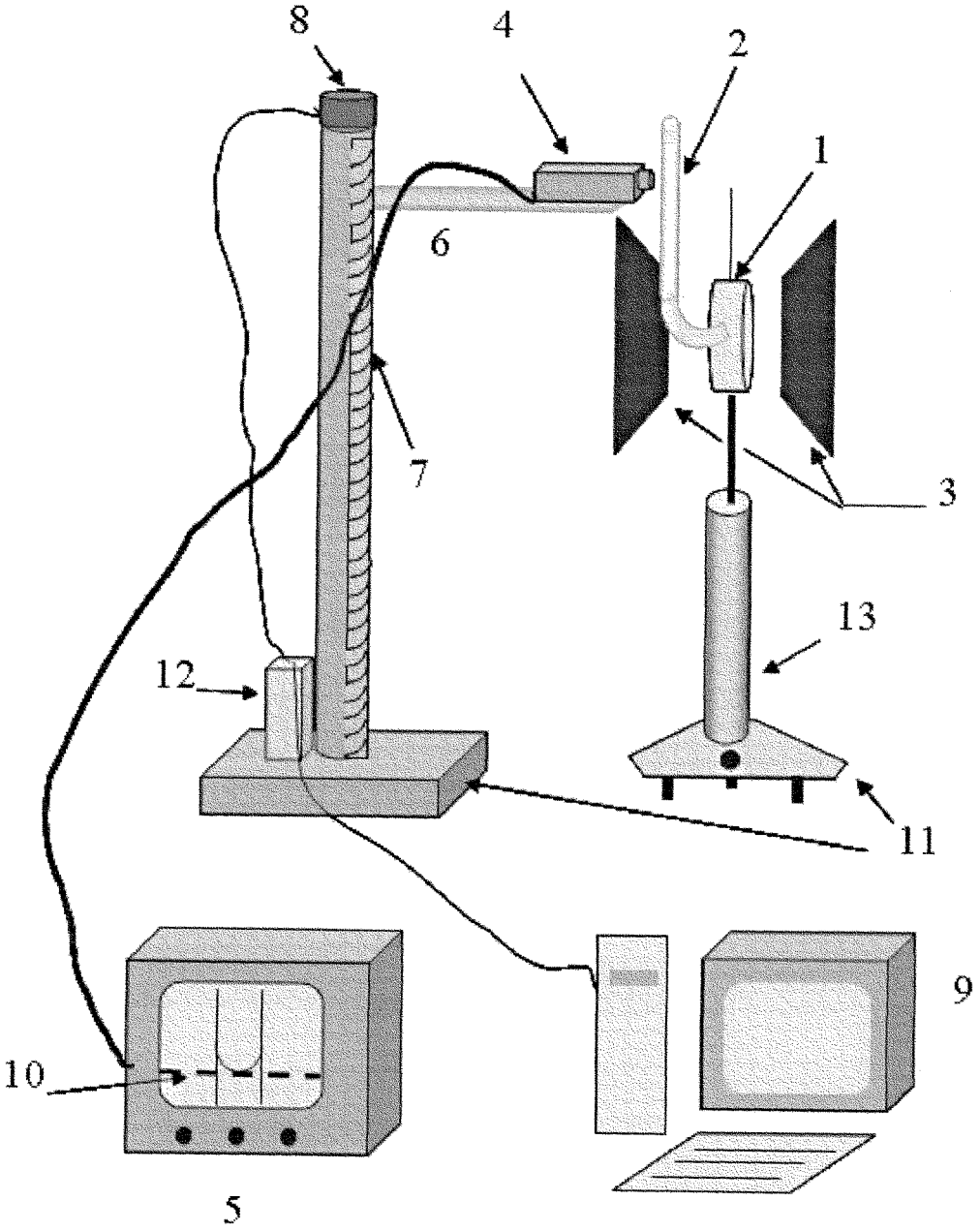

FIGURA 1

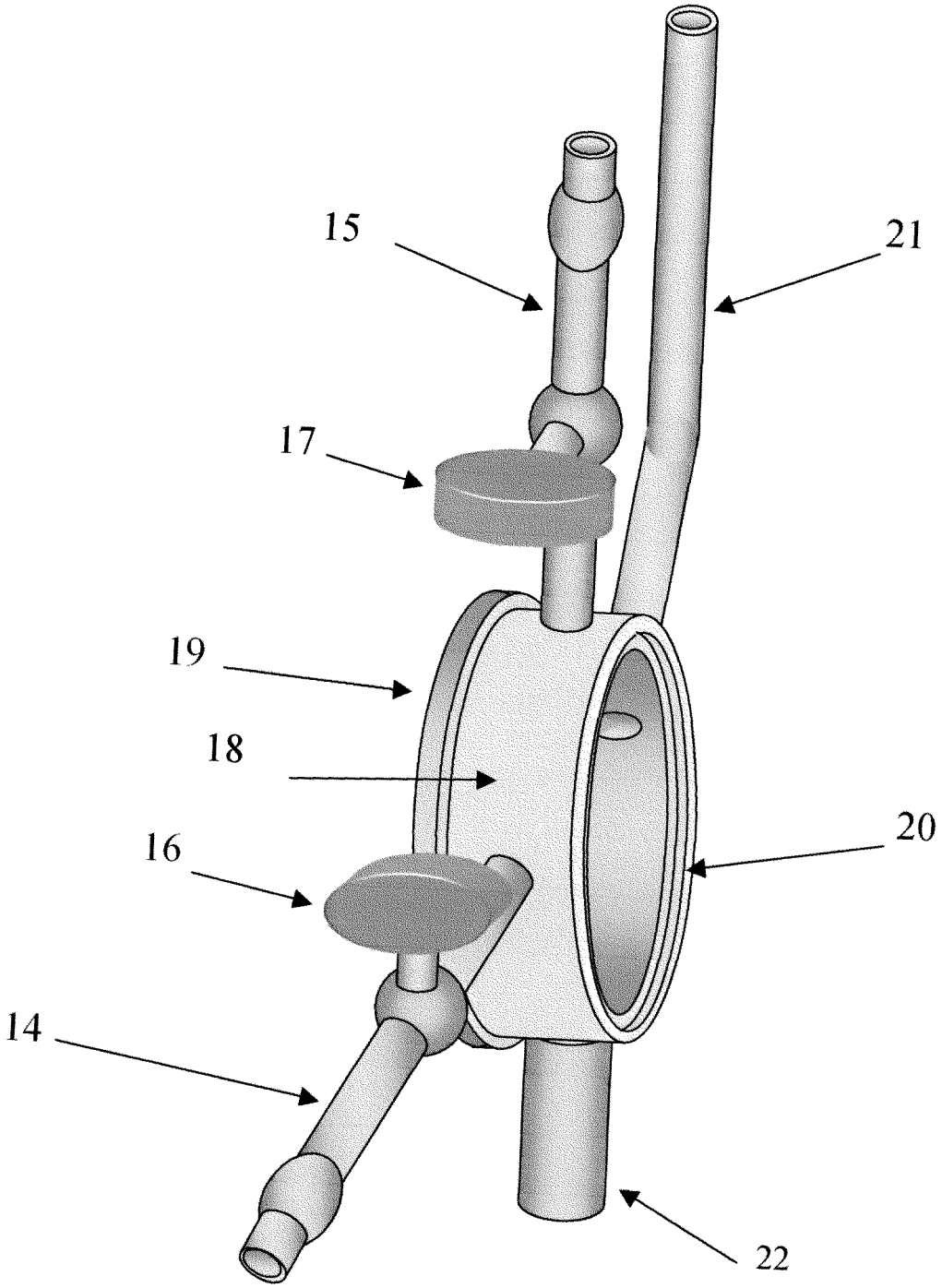

FIGURA 2

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) ES 2 278 482

(21) Nº de solicitud: 200402858

(22) Fecha de presentación de la solicitud: **26.11.2004**

(32) Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

(51) **Int. Cl.:** ***G01R 33/18*** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	Joint European Magnetic Symposia-JEMS04. 5-10 Septiembre 2004, Dresden, Germany. (Proceedings JEMS04 vol. 290-291, part I). New experimental procedure for measuring volume magnetostriction on powder samples. Autores: RIVERO G.; MULTIGNER M.; VALDES J.; CRESPO P.; MARTINEZ A.; HERNANDO A.	1-4
A	JP 59182377 A (SHIMADZU CORP) 17.10.1984, resumen.	1,2
A	US 4501489 A (GOULARD et al.) 26.02.1985, resumen; columna 1, líneas 55-68; columna 2, líneas 1-3; reivindicación 2.	1

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	Examinador	Página
09.07.2007	B. Tejedor Miralles	1/1