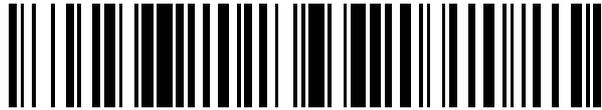


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 561 952**

21 Número de solicitud: 201431277

51 Int. Cl.:

**G01N 3/18** (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

22 Fecha de presentación:

**01.09.2014**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**01.03.2016**

Fecha de la concesión:

**29.06.2016**

45 Fecha de publicación de la concesión:

**06.07.2016**

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD REY JUAN CARLOS (100.0%)  
C/ Tulipán s/n  
28933 Móstoles (Madrid) ES**

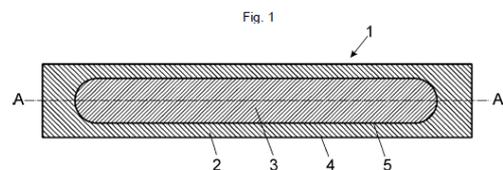
72 Inventor/es:

**LÓPEZ SÁNCHEZ, Raúl;  
RICO GARCÍA, Álvaro;  
DEL OLMO NAVARRO, Francisco Javier y  
RODRÍGUEZ PÉREZ, Jesús**

54 Título: **Probeta de calibración en temperatura de equipos analizadores dinamomecánicos**

57 Resumen:

Probeta de calibración en temperatura de equipos analizadores dinamomecánicos, que consiste en un contenedor (2), de material con capacidad flexible que permite deformaciones entre 1  $\mu\text{m}$  y varios milímetros y soporta intervalos de temperatura de trabajo de  $-200^{\circ}\text{C}$  a  $+800^{\circ}\text{C}$ ; con un contenido (3) de material con un punto de fusión o solidificación o transición en alguna propiedad termomecánica claramente definidos y conocidos, y que además le permite al conjunto de la probeta cambiar su comportamiento termomecánico para obtener una o varias señales agudas, definidas y sin derivas importantes durante al menos 10 ensayos; un recubrimiento exterior (4) de material homogéneo y de baja emisividad y que soporta tanto las temperaturas como los esfuerzos a los que se somete la probeta; y un recubrimiento interior (5) de material que elimina o minimiza las posibles aleaciones, amalgamas, oxidaciones o demás afectaciones del contenedor (2) provocadas por parte del contenido (3).



ES 2 561 952 B2

## DESCRIPCIÓN

Probeta de calibración en temperatura de equipos analizadores dinamomecánicos

### 5 OBJETO DE LA INVENCION

La invención, tal como expresa el enunciado de la presente memoria descriptiva, se refiere a una probeta de calibración en temperatura para equipos analizadores dinamomecánicos (DMA), la cual aporta, a la función a que se destina, ventajas y características innovadoras que se describirán en detalle más adelante y que suponen una destacable novedad frente a los sistemas actualmente conocidos para el mismo fin.

Más en particular, el objeto de la invención se centra en una probeta cuya finalidad es la de servir como sistema de calibración de los equipos analizadores dinamomecánicos y que, de forma innovadora, está constituida por un cuerpo contenedor con un contenido interior, un sistema de sellado y un recubrimiento exterior, cada uno de ellos, de materiales con propiedades determinadas, elegidos y configurados de tal modo que el conjunto es capaz de cambiar su rigidez y/o resistencia mecánica de manera brusca a una temperatura dada, permitiendo obtener en el equipo una, o varias señales agudas en la fuerza medida durante el ensayo dentro del horno en los DMA, haciendo que dicho análisis de calibración en temperatura sea trazable, económico, estable en el tiempo, preciso y más sencillo que utilizar los sistemas actualmente conocidos para el mismo fin, ya que, entre otras ventajas, no requiere cambio de mordazas ni realizar adaptaciones sobre el horno. Además, la probeta no presenta historia térmica y es reutilizable.

25

### CAMPO DE APLICACIÓN DE LA INVENCION

El campo de aplicación de la presente invención se enmarca dentro del sector de los sistemas de calibración de equipos que miden simultáneamente fuerza, desplazamiento y temperatura (Máquinas de ensayo universales con horno, analizadores dinamomecánicos –DMA– , termomecánicos –TMA–, Heat deflection temperature –HDT–, etc.).

30

## ANTECEDENTES DE LA INVENCION

5 Como es sabido, los equipos de análisis dinamomecánico son sistemas para la medida de temperatura, desplazamiento y fuerza durante la realización de esfuerzos cíclicos con el objeto de determinar las propiedades termomecánicas de los materiales. Estos equipos son habitualmente utilizados en el ámbito de los laboratorios de caracterización de materiales para el estudio de la variación de las propiedades termomecánicas con la temperatura y/o frecuencia en materiales estructurales.

10 Dichos equipos constan de un horno y una micromáquina de ensayos que permite el registro continuo de la fuerza, el desplazamiento y la temperatura a la que se ve sometida la probeta durante el ensayo.

15 Los DMA son ampliamente utilizados en laboratorios de caracterización de materiales. Un problema habitual se presenta cuando es necesario calibrar un equipo en temperatura debido a la imposibilidad de interactuar con el horno durante su uso, y a la inexistencia en el mercado de patrones de DMA certificados en temperatura con la suficiente precisión. La forma particular de las probetas necesarias para el ensayo y las características de estanqueidad del horno obligan a utilizar sistemas indirectos de calibración (como por ejemplo la introducción de termopares por resquicios del horno) de todo punto inapropiados porque cambian las condiciones del horno y el ajuste del cierre. La consecuencia de los sistemas indirectos de calibración mediante termopares adicionales alarga los periodos de calibración debido a su dificultad de reproducibilidad, e imposibilita establecer controles de calidad con la suficiente precisión.

25 Todo lo anterior tiene como consecuencia un aumento de los costes asociados a los ensayos, aumento de las incertidumbres de los resultados proporcionados y dificultades operativas, siendo la principal razón de las frecuentes observaciones de las auditorías en laboratorios acreditados por las diferentes entidades nacionales de acreditación.

30 Normas como la ASTM1867-13 abordan la calibración en temperatura de estos equipos a través de sistemas que muchas veces no pueden ser utilizados en todos los equipos de las diferentes casas comerciales (tubos de silicona rellenos de un líquido normalmente inflamable). Además, suelen ser sistemas artesanales que presentan una alta variabilidad en los resultados de las medidas, tienen problemas de derrames dentro del horno (con el

consiguiente daño al equipo), y las señales de respuesta obtenidas son pequeñas. Habitualmente se evita utilizar estos sistemas por las dificultades operativas que presentan.

5 Otras normas, como la AITM 1-0003, intentan solucionar la calibración en temperatura mediante patrones poliméricos (policarbonato y polisulfona) que son difícilmente accesibles con certificado trazable –los certificados, escasamente disponibles, no tienen trazabilidad a organismos internacionales-. Utilizar patrones poliméricos obliga a que las probetas sean de un único uso y, aunque está globalmente aceptada este tipo de calibración, el sistema sigue presentado problemas graves como el constante suministro de patrones certificados (que  
10 solo pueden venir de ejercicios de intercomparación muy amplios y costosos), la deriva propia de las propiedades de los materiales poliméricos (caducidad e incertidumbre adicional) y que la historia térmica de los polímeros dificulta su almacenamiento y reproducibilidad. El elevado coste de utilizar una probeta por ensayo y tener que desecharla, hace que los controles de calidad se reduzcan al mínimo.

15

El objetivo de la presente invención es, pues, proporcionar una solución al problema de la calibración de los DMA en temperatura, utilizando probetas diseñadas específicamente para realizar actividades de aseguramiento de calidad, como son las calibraciones, verificaciones, controles de calidad y ajustes de los DMA en temperatura.

20

### **EXPLICACIÓN DE LA INVENCION**

De forma concreta, lo que la invención preconiza es una probeta que, como se ha apuntado anteriormente, está constituida por un cuerpo contenedor (metálico o polimérico), un  
25 contenido interior (metálico, polimérico o compuesto orgánico) y un recubrimiento exterior metálico con propiedades determinadas. El conjunto es capaz de cambiar sus propiedades mecánicas de manera brusca a una temperatura determinada y reproducible, permitiendo obtener en el software de análisis de los equipos DMA un pico agudo en la señal de las variables registradas (p.ej. en el módulo elástico de pérdidas).

30

Para ello, el contenedor está compuesto preferentemente de aleaciones metálicas ligeras (Cu, Al, Al-Mg, Ti,...) o materiales poliméricos (Teflón,...), sin transiciones térmicas en la zona de interés y que tengan la flexibilidad necesaria como para permitir desplazamientos o deformaciones desde 1  $\mu\text{m}$  hasta varios milímetros, siendo 10 mm una medida típica.

35 Asimismo, el contenedor es de un material capaz de resistir las temperaturas del ensayo en

el intervalo de trabajo comprendido entre  $-200^{\circ}\text{C}$  a  $+800^{\circ}\text{C}$ . Dado el amplio rango de temperatura en el que funcionan estos equipos, es necesario el uso de diferentes probetas calibradas a diferentes temperaturas, para conseguir el ajuste del equipo en todo el intervalo de trabajo, siendo habitualmente exigido un mínimo de 3 y un máximo de 5 puntos de calibración.

Es de relevancia que la transmisión de calor esté favorecida a través del contenedor, aunque puedan utilizarse contenedores de baja conductividad térmica para algunas necesidades concretas y por necesidades de compatibilidad entre los diferentes materiales de la probeta de calibración.

En cuanto al contenido, será habitualmente de uno o varios metales lo más puros posible (In, Sn, Zn, etc.), o de una aleación de metales (Aleación Gallistan, Wood's metal, etc.) o un polímero (policarbonato, polisulfona, etc.) o un compuesto orgánico (Alcohol etílico, Benceno, etc.) con alguna transición o cambio de fase (p.ej. Fusión) o cambio en alguna propiedad termomecánica (p.ej. Tg) que esté claramente definida y sea conocida, bien por ser una propiedad inherente al material o bien por estar certificada con trazabilidad. Este contenido es el responsable, en todo caso de que el conjunto (probeta de calibración) cambie su comportamiento termomecánico con la temperatura, proporcionando una, o varias, señales lo más agudas, definidas y sin derivas temporales durante un número razonable de ensayos (al menos 10). Una señal clara para identificar esta transición es la derivada de la tangente de pérdidas respecto a la temperatura.

Por su parte, el recubrimiento exterior es de un material homogéneo y soporta tanto las temperaturas como los esfuerzos a los que se somete a la probeta. Su función es homogeneizar las propiedades superficiales del material contenedor (color, resistencia a la oxidación, dureza,..) y conseguir controlar variables que influyen en la transferencia de calor entre la atmosfera del horno y el contenedor. Contenedores y recubrimientos de aluminio, níquel o platino (entre otros) tienen compatibilidades y propiedades apropiadas para este fin.

Existe un sellado que impide el contacto del contenido interior con la atmósfera exterior.

Finalmente, teniendo en cuenta la situación que se produce cuando dos materiales con cierta afinidad química se encuentran en contacto, podrá existir un recubrimiento interior, cuando fuera preciso, para eliminar o minimizar las posibles reacciones indeseables entre

contenido y contenedor, como son las aleaciones, amalgamas y oxidaciones. La función del recubrimiento es actuar de barrera física entre los dos materiales, impidiendo, o al menos limitando el contacto directo entre los dos componentes que forman contenedor y contenido. Procesos como deposiciones electroquímicas, deposiciones químicas, pavonados, sputtering, soldaduras o proyecciones térmicas son los sistemas que preferentemente se utilizarán a la hora de realizar recubrimientos o sellados, permitiendo depositar capas controladas de materiales como níquel, cromo, platino y óxidos cerámicos, entre otros, siendo cada uno de ellos apropiados para un fin buscado.

5 10 La probeta así configurada resulta válida para calibración, verificación o control de calidad de la medida de temperatura en un rango contenido entre los  $-200^{\circ}\text{C}$  y los  $+800^{\circ}\text{C}$ , presentando las siguientes ventajas esenciales:

- Evita modificaciones en el equipo durante el proceso de calibración. No requiere el cambio de mordazas, ni debe introducirse dentro del horno nada más que la probeta, lo que supone una reducción del tiempo necesario para el desarrollo de los ensayos.

15 - La probeta se puede diseñar y fabricar a medida, pero habitualmente es una probeta en forma de paralelepípedo que es la forma habitual.

- Precisión. La realización de ensayos en las mismas condiciones (reproducibilidad) proporciona valores que se diferencian  $0.1^{\circ}\text{C}$  o menos de un ensayo a otro

20 - Deriva temporal. No presenta deriva temporal por su uso o almacenamiento en condiciones habituales del laboratorio, durante un número de ensayos, al menos 10, o un periodo de tiempo prefijado, al menos 1 año.

- Durabilidad. Permite al menos 10 usos, pudiendo superar los 100 usos, dependiendo de la combinación de materiales utilizados y de la temperatura de calibración para la que fue diseñado

25 - Sus propiedades termomecánicas no varían con la repetición de ensayos. No tiene historia térmica.

- Rango de temperatura: dentro del rango de  $-200^{\circ}\text{C}$  a  $800^{\circ}\text{C}$  se pueden diseñar probetas para diferentes temperaturas, por ejemplo, en intervalos de  $50^{\circ}\text{C}$  para cubrir el rango de funcionamiento del equipo que interese.

30 Por último, cabe destacar que la probeta descrita es reutilizable, reduciendo el coste de los ensayos y el impacto ambiental al disminuir el consumo de materiales. La certificación de las probetas puede realizarse mediante una propiedad inherente a los materiales o bien

mediante estudios de intercomparación entre grupos homogéneos de laboratorios (probetas de referencia certificadas). La probeta de calibración descrita como patrón en temperatura para equipos analizadores dinamomecánicos representa una contribución innovadora de características estructurales y constitutivas desconocidas hasta ahora para el fin al que se destina.

## **DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, se acompaña a la presente memoria descriptiva, como parte integrante de la misma, de un juego de planos, en los que con carácter ilustrativo y no limitativo se ha representado lo siguiente:

Figura número 1.- Muestra una vista en sección, según un corte B-B señalado en la figura 2, de un ejemplo de probeta de calibración en temperatura de equipos analizadores dinamomecánicos, objeto de la invención, apreciándose en ella las principales partes y elementos que la componen.

Figura número 2.- Muestra una vista en sección, según el corte A-A señalado en la figura 1, del ejemplo de la probeta de la invención.

Figura número 3.- Muestra un ejemplo de termograma de la probeta. En el eje de ordenadas de la izquierda se representa la tangente de pérdidas ( $\tan \delta$ ) y en el de la derecha se representa su derivada frente a la temperatura. En el eje de abscisas se representa la temperatura en grados centígrados.

## **REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION**

A la vista de las mencionadas figuras y de acuerdo con la numeración adoptada, se puede observar en ellas un ejemplo preferido, pero no limitativo, de la probeta de calibración en temperatura de equipos analizadores dinamomecánicos preconizada, la cual comprende las partes y elementos que se indican y describen en detalle a continuación, siendo la configuración siguiente un ejemplo de realización preferente, no excluyente, de otras combinaciones con los límites ya definidos.

Tal como se observa en la figura 1, la probeta (1) en cuestión se configura a partir de un contenedor (2) en forma de cuerpo paralelepípedo de dimensiones 60x10x2 mm, de aluminio, con un contenido (3) interior de indio, un recubrimiento exterior (4) al contenedor (2) de níquel, y un recubrimiento interior (5) situado entre el contenido (3) y el contenedor (2) de alúmina; conformando una probeta con una capacidad flexible que permite los desplazamientos, habitualmente precisados en ésta técnica, de 15  $\mu\text{m}$  y que proporciona señales agudas en el entorno de los 165°C, (valor modulado por la rampa de calentamiento impuesta en el equipo, entre otras variables del ensayo). El contenido (3) será de indio, cuyo punto de fusión y solidificación está claramente definido y es conocido, siendo además capaz de permitir al conjunto de la probeta cambiar su comportamiento termomecánico a una temperatura determinada, para obtener una, o varias, señales agudas, definidas y sin derivas importantes durante un número razonable de ensayos (por encima de 10); el recubrimiento exterior (4), de níquel, ha sido elegido por proporcionar un acabado superficial homogéneo y de baja emisividad que soporta tanto las temperaturas como los esfuerzos a los que se somete la probeta; y el recubrimiento interior (5), de alúmina, es capaz de minimizar las posibles aleaciones, amalgamas, oxidaciones y demás afectaciones indeseables del contenedor (2) (aluminio) provocadas por parte del contenido (3) (indio). Puede observarse en la Fig.3 el termograma de la probeta en su realización preferente, no limitante, descrita con dos transiciones termomecánicas, siendo una de ellas la que en la realización preferente se indica.

El procedimiento de uso de esta probeta no es diferente a la medida habitual de una probeta en un equipo de DMA. En este caso, se ha introducido la probeta en el horno del equipo soportándola con las mordazas. Se programa en el equipo el procedimiento de ensayo con las siguientes condiciones : Temperatura de inicio de ensayo ( $T_0$ ), 80°C, rampa de temperatura elegida ( $v_e$ ), 5°C/min, temperatura de fin del ensayo ( $T_f$ ), 190°C, imposición de amplitud de desplazamiento (15 $\mu\text{m}$ ) con frecuencia de ensayo (1Hz). Como se observa en la figura 3, con las condiciones descritas en el párrafo anterior, se obtiene una señal aguda en la derivada de la tangente de delta a 168.8°C con una reproducibilidad de 0.1°C durante el calentamiento y de 135.9°C  $\pm$ 0.1°C durante el enfriamiento.

## REIVINDICACIONES

1.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES DINAMOMECÁNICOS, **caracterizada** porque se configura a partir de un contenedor (2),  
5 con un contenido (3) interior, un recubrimiento exterior (4) al contenedor (2) y un recubrimiento interior (5) situado entre el contenido (3) y el contenedor (2); en que dicho contenedor (2) está hecho de un material con una capacidad flexible que permite deformaciones entre 1  $\mu\text{m}$  y 10 milímetros y que trabaja en el intervalo de  $-200^{\circ}\text{C}$  a  $+800^{\circ}\text{C}$ ; en que el contenido (3) está hecho de un material con un punto de fusión, solidificación o  
10 transición en alguna propiedad termomecánica claramente definidos y conocidos, y que además le permite al conjunto de la probeta cambiar su comportamiento termomecánico para obtener una o varias señales cuya derivada presenta una variación tipo pulso; en que el recubrimiento exterior (4) es de un material homogéneo y de baja emisividad y que soporta tanto las temperaturas como los esfuerzos a los que se somete la probeta; y en que  
15 el recubrimiento interior (5) es de un material que elimina o minimiza las posibles aleaciones, amalgamas, oxidaciones o demás afectaciones del contenedor (2) provocadas por parte del contenido (3).

2.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES  
20 DINAMOMECÁNICOS, según la reivindicación 1, **caracterizada** porque el contenedor (2) es un cuerpo paralelepípedo y con los bordes redondeados o agudos.

3.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES  
25 DINAMOMECÁNICOS, según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizada** porque el contenedor (2) es metálico o polimérico.

4.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES  
DINAMOMECÁNICOS, según la reivindicación 3, **caracterizada** porque el contenedor (2)  
30 es de un metal o aleación ligera.

5.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES  
DINAMOMECÁNICOS, según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, **caracterizada** porque  
el contenido (3) es de un metal, aleación metálica, polímero o compuesto orgánico con una  
transición conocida y definida en una propiedad termodinámica, como puede ser un cambio  
35 de fase.

6.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES DINAMOMECÁNICOS, según la reivindicación 5, **caracterizada** porque el contenido (3) es de un material con alta pureza química.

5

7.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES DINAMOMECÁNICOS, según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, **caracterizada** porque el recubrimiento exterior (4) es metálico, polimérico o cerámico.

10 8.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES DINAMOMECÁNICOS, según la reivindicación 7, **caracterizada** porque el recubrimiento exterior (4) tiene de 20 a 100  $\mu\text{m}$  de espesor.

15 9.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES DINAMOMECÁNICOS, según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, **caracterizada** porque el recubrimiento interior (5) es un recubrimiento cerámico.

20 10.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES DINAMOMECÁNICOS, según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, **caracterizada** porque el recubrimiento interior (5) es un recubrimiento polimérico.

11.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES DINAMOMECÁNICOS, según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, **caracterizada** porque el recubrimiento interior (5) es metálico o de una aleación metálica.

25

12.- PROBETA DE CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA DE EQUIPOS ANALIZADORES DINAMOMECÁNICOS, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, **caracterizada** porque el recubrimiento interior (5) tiene un espesor de entre 5 $\mu\text{m}$  y 400 $\mu\text{m}$ .

Fig. 1

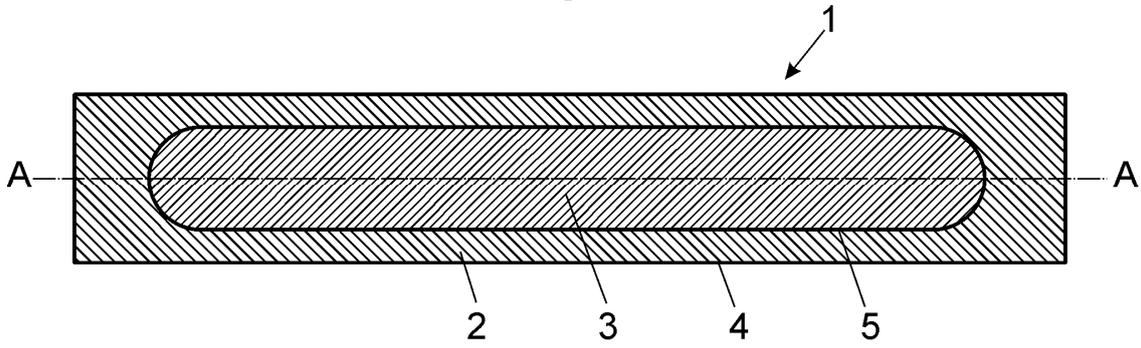


Fig. 2

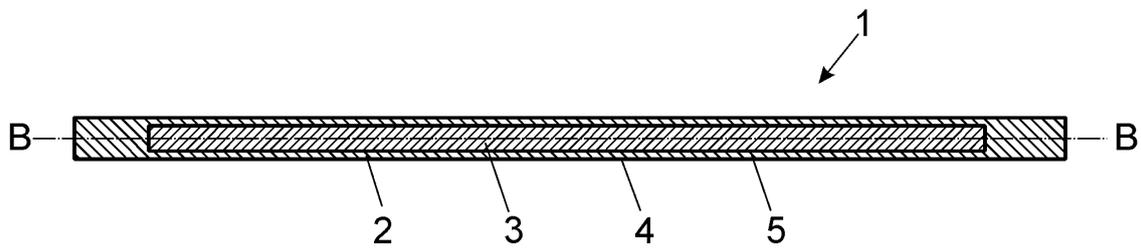
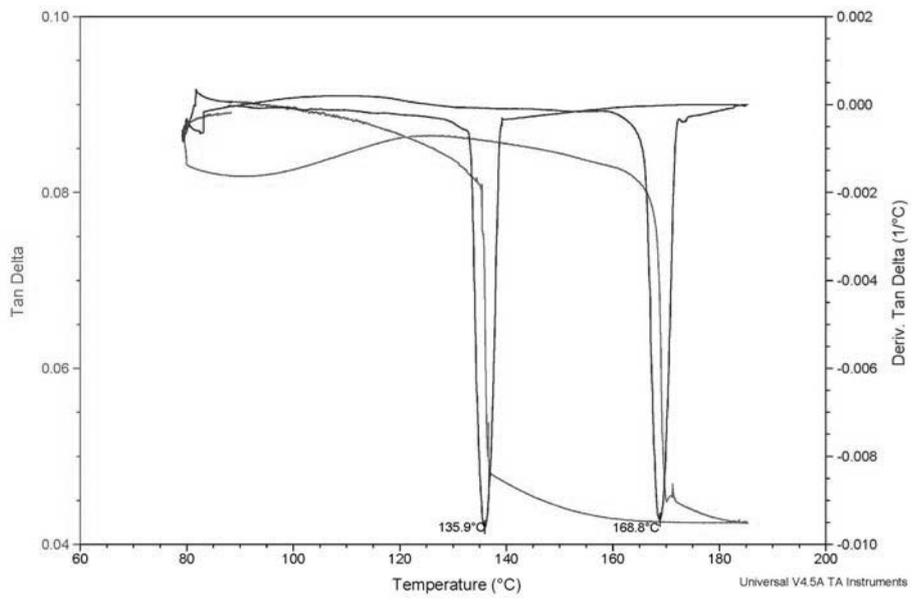


Fig.3





- ②<sup>1</sup> N.º solicitud: 201431277  
 ②<sup>2</sup> Fecha de presentación de la solicitud: 01.09.2014  
 ③<sup>2</sup> Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤<sup>1</sup> Int. Cl.: **G01N3/18** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ <sup>6</sup> Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	C. LOTTI, S.V. CANEVAROLO. "Temperature calibration of a dynamic-Mechanical Thermal Analyser". Polymer Testing 17(1998) 523-530. Elsevier Science Ltd.	1-12
A	N.M. ALVES et al. "Analysis of the thermal environment inside the furnace of a dynamic mechanical analyser". Polymer Testing 22 (2003) 471-481. Elsevier Science Ltd.	1-12
A	US 7027146 B1 (SMITH IAN et al.) 11.04.2006, columna 5, línea 4 – columna 16, línea 50.	1-12
A	US 2012123372 A1 (MELIK DAVID HARRY et al.) 17.05.2012, párrafos [0003]-[0290].	1-12

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  
15.12.2014

Examinador  
B. Tejedor Miralles

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, bases de texto completo, bases de literatura no patente, internet

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 15.12.2014

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-12	<b>SI</b>
	Reivindicaciones	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-12	<b>SI</b>
	Reivindicaciones	<b>NO</b>

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	C.LOTTI, S.V. CANEVAROLO	1998
D02	N.M. ALVES et al.	2003
D03	US 7027146 B1 (SMITH IAN et al.)	11.04.2006
D04	US 2012123372 A1 (MELIK DAVID HARRY et al.)	17.05.2012

**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 como estado de la técnica más cercano al objeto de la invención el documento D01 (entre paréntesis las referencias al documento citado).

Dicho documento divulga una probeta de calibración en temperatura de equipos analizadores dinamo-mecánicos con un contenedor de polipropileno o teflón y un contenido a elegir entre distintas sustancias (D01: páginas 525-528).

Se diferencia de la primera reivindicación en que la probeta no dispone de un recubrimiento interior del contenido ni de un recubrimiento exterior del contenedor.

El efecto técnico que se obtiene con los recubrimientos es: con el recubrimiento interior evitar las posibles amalgamas, oxidaciones del contenedor afectado por el contenido y con el recubrimiento exterior homogeneizar las propiedades superficiales del material contenedor y controlar las posibles influencias en la transferencia de calor entre la atmósfera del horno y el contenedor.

Así, el problema técnico planteado es cómo disponer de una probeta de calibración de equipos analizadores dinamo-mecánicos que no varíe sus propiedades termo-mecánicas con la repetición de ensayos.

No se ha encontrado en el estado de la técnica más próximo al objeto de la invención todas las características técnicas de la primera reivindicación. Por lo tanto, la primera reivindicación cumpliría con los requisitos de novedad y actividad inventiva según los artículos 6.1 y 8.1 de la ley de patentes 11/1986.

## Reivindicaciones dependientes:

En ninguno de los documentos citados, que reflejan el estado de la técnica anterior más próximo al objeto de la solicitud, se han encontrado presentes todas las características técnicas que se definen en la reivindicación 1 de la solicitud. Asimismo, se considera que las características diferenciales no parecen derivarse de una manera evidente de ninguno de los documentos citados, ni de manera individual ni mediante una combinación evidente entre ellos. Por todo lo anterior, se concluye que la reivindicación 1 y las reivindicaciones dependientes satisfarían los requisitos de novedad y actividad inventiva según los artículos 6.1 y 8.1 de la ley de patentes 11/1986. No obstante, algunas de las características técnicas de las reivindicaciones dependientes son conocidas en el estado de la técnica.