



PATENTE DE INVENCION.

B.1222-3.

311082

Memoria Descriptiva
sobre

"Procedimiento de estabilización de una
fuente termoiónica"

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad france
sa, residente en 29, rue de la Fédération, Paris
XV^e, Seine, Francia.

El invento tiene por objeto un proce
dimiento de estabilización de una fuente termoió
nica utilizable en espectrometría de masa.

Cuando se utiliza una fuente termo -
5. iónica sólida para efectuar un análisis por espec



- trometría de masa, se produce siempre una rápida disminución de la corriente iónica debido a la evaporación de la muestra estudiada. Esta disminución hace más difícil la interpretación de los diagramas que -
5. en el caso de la utilización de una fuente de gas, - donde tal fenómeno no resulta sensible. Por tal razón, ha parecido interesante reducir este fenómeno de decrecimiento por un efecto que evite la evaporación de la muestra a analizar provocada por los sobrecalentamientos.
- 10.

Con tal fin, la invención tiene por objeto un procedimiento de estabilización de una fuente termoiónica utilizable en espectrometría de masa que permite obtener una emisión termoiónica constante.

15. El procedimiento según el invento comprende el depósito sobre un filamento metálico que sirve de fuente de calor de una capa de sustancia - susceptible de suministrar por calentamiento una capa homogénea de superficie lisa, la calcinación lenta del filamento recubierto de dicha sustancia hasta la formación de una capa que se adhiere bien sobre -
20. el filamento, la carga del conjunto así obtenido con ayuda de una mezcla constituida por dicha sustancia y el producto a analizar por espectrometría de masa
25. y la calcinación del conjunto.

- La fuente termoiónica así preparada puede utilizarse para efectuar un análisis por espectrometría de masa; comprende un filamento de caldeo recubierto por una capa de sustancia estabilizadora, -
30. revestida por su parte por una capa de una mezcla de

3 1 1 0 8 2



la sustancia estabilizadora y del cuerpo a analizar.

- El estabilizador ha de ser refractario y poseer una mala conductibilidad térmica, a fin de resistir, sin fundirse, a las temperaturas elevadas a las que pasa el filamento en el curso del calentamiento. El estabilizador ha de cumplir la condición de que después de su aplicación sobre el filamento y después del calentamiento de éste, presente una capa homogénea de superficie lisa. Tiene como misión esencial la de estabilizar la temperatura.

Entre los productos que responden a estas condiciones, se pueden citar, a título de ejemplos no limitativos, los cuerpos siguientes utilizados aisladamente o en combinación:

- 15. Pirofosfato de titanio $Ti P O_{27}$
- Aluminato de magnesio $Mg Al O_{24}$
- Oxido de níquel NiO

- Otras numerosas sales metálicas pueden convenir igualmente para la realización del invento. Basta con que cumplan las condiciones siguientes: ser refractarias, tener una mala conductibilidad térmica y dar, una vez aplicadas sobre el filamento y calentadas, una capa homogénea de superficie lisa. Citemos, por ejemplo, las sales de calcio, de estroncio, de bario, de circonio, de torio y de hafnio.

- Un ejemplo no limitativo de aplicación del procedimiento según el invento para la preparación de una fuente termoiónica estabilizada es el que a continuación describiremos. El filamento metá-

311082



lico de caldeamiento está constituido por un metal -
de alto punto de fusión que puede ser, ventajosamente,
te, platino, renio o tungsteno.

- Se prepara el estabilizador bajo la forma
5. de gel y se dispone el mismo con ayuda de una espátu
la de platino sobre el filamento; se somete a conti-
nuación el conjunto a una primera calcinación por -
paso de una corriente eléctrica por el filamento, lo
cual eleva su temperatura por efecto Joule. El calen
10. tamiento ha de efectuarse con precaución, para que
la capa de estabilizador se adhiera bien sobre el fi
lamento después de la calcinación.

- A continuación se procede a la carga del
filamento recubierto con el estabilizador por una ca
15. pa de estabilizador mezclado al producto a analizar.

- Las cantidades puestas en juego han de -
ser pequeñas, pues una sobrecarga del filamento no -
resulta deseable. La calcinación se efectúa a conti-
nuación en las mismas condiciones que anteriormente.
20. Después de estas diversas operaciones, se presenta -
el filamento bajo la forma de una delgada capa de es
tabilizador que se adhiere perfectamente al metal y
cuyo grueso está comprendido entre 0,2 y 1 mm, sien-
do de preferencia igual a $1/2$ mm. La superficie de -
25. esta capa presenta al microscopio una apariencia ho-
mogénea, sin semejar, sin embargo, un vidrio.

- Describiremos a continuación una forma -
preferida de realización de la fuente preparada se-
gún la invención, aplicable en el caso en que la -
30. fuente así preparada se utilice para conducir un -

311082

27/10/65



análisis isotópico por espectrometría de masa. El filamento preparado como se ha indicado más arriba se instala en la fuente del espectrómetro y se calienta después muy progresivamente hasta restablecerse el vacío de la fuente. Es perjudicial un calentamiento rápido, ya que puede conducir a un desprendimiento de la capa estabilizadora depositada sobre el filamento.

5. Tan pronto se presenta correcto el vacío de la fuente, se estudia el comportamiento del espectro de masa y se observan en primer lugar las impurezas contenidas en el estabilizador que desaparecen rápidamente por ligera elevación de la temperatura. Las masas correspondientes a los elementos del producto a analizar aparecen a continuación y puede regularse muy fácilmente la emisión.

10. Permanece entonces estable durante todo el período del análisis (éste puede llegar a durar varias horas) sin que se produzca una disminución notable.

15. Una fuente termoiónica según la invención presenta la gran ventaja, en particular en el curso de un análisis por espectrometría de masa, de poder utilizar el producto analizado bajo forma sólida, lo cual no exige sino un mínimo de manipulación. Además, tal fuente permite efectuar análisis isotópicos de larga duración sin fluctuaciones superiores a las producidas por una fuente de gas.

N O T A

20. Descrita suficientemente la naturaleza -

30.



- del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha 27 de marzo de 1.964 bajo el número FV. 968.895 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de invención por 20 años, en España "Procedimiento de estabilización de una fuente termoiónica", caracterizándose por lo siguiente:
5. 15. 1ª.- "Procedimiento de estabilización de una fuente termoiónica", utilizable en espectrometría de masa, caracterizado por el hecho de comprender: el depósito sobre un filamento metálico de punto de fusión elevado de una capa de sustancia refractaria que posea mala conductibilidad susceptible de proporcionar por calentamiento una capa homogénea de superficie lisa; la calcinación lenta del filamento recubierto de dicha sustancia hasta la formación de una capa que se adhiere bien sobre el filamento; la
10. 20. 25. carga del conjunto así obtenido con ayuda de una mezcla constituida por dicha sustancia y el producto a analizar por espectrometría de masa, y la calcinación del conjunto.
30. 2ª.- Procedimiento de estabilización de una fuente termoiónica según la reivindicación 1ª, caracte-

311082



terizado porque dicha sustancia puede pertenecer al grupo constituido por el pirofosfato de titanio, el aluminato de magnesio y el óxido de níquel.

5. 3ª.- "Procedimiento de estabilización de una fuente termoiónica"; tal y como queda substantialmente descrito en la presente Memoria.

Esta memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

27 MAR. 1965

Madrid,
COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE,

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI