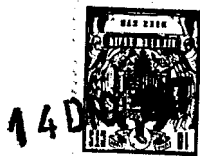


342250

PATENTE DE INVENCION

B.2211.3.



Memoria Descriptiva

sobre:

"Perfeccionamientos en la construcción de aparatos para la obtención de diagramas de difracción"

=.=.=.=.=.=.=.=.=.=

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, residente en 29, rue de la Fédération, Paris 15e, Francia.

=.=.=.=.=.=.=.=.=.=

El presente invento se refiere a la utilización y la adaptación de un detector de partículas de tipo conocido para la producción de diagramas de difracción de las diversas radiaciones por una estructura cristalina.

5.



14 DIC 1964

- Desde hace largo tiempo, la producción de diagramas de difracción de rayos X por un cristal se obtiene gracias a la utilización de un equipo de estructura simple. Se envía por intermedio de un colimador un haz de rayos X sobre la muestra que se desea analizar, mantenida en un soporte orientable. Los rayos difractados son registrados por una película fotográfica dispuesta según un arco, que normalmente interrumpe la dirección del haz inicial, y centrada sobre la muestra. Las figuras de difracción son registradas directamente sobre la película sensible a menos que se utilicen pantallas reforzadoras de sulfuro de cinc.
- Un inconveniente de los equipos clásicos para la producción de esquemas de difracción de rayos X es la duración relativamente grande del tiempo de instalación, que puede alcanzar varios días; este inconveniente resulta particularmente molesto cuando se desea estudiar estructuras cristalinas frágiles, susceptibles de modificación o incluso de destrucción bajo la acción de rayos penetrantes.
- El dispositivo objeto del presente invento permite establecer diagramas de difracción, por un cristal, de fotones X o gama, en un tiempo corto que puede reducirse a varios minutos solamente. Perfeccionamientos al respecto permiten obtener, sin dificultad, diagramas de difracción de sustancias particularmente sensibles a las radiaciones.
- Se utiliza un detector a gas que deriva del descrito en la patente francesa nº 1.401.288 de fecha 17 de abril de 1964.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



14 DIC. 1951

5. Tal aparato está constituido por un colimador, un porta-cristal orientable, un detector a gas que dispone de tres elementos paralelos, y un aparato de recepción de las imágenes que aparecen en el espacio electrodo auxiliar-ánodo. El detector a gas comprende un cátodo, un electro auxiliar en forma de enrejado y un ánodo transparente, la tensión cátodo-electrodo auxiliar está determinada para permitir la recogida de electrones a partir de rayos X o γ incidentes y la tensión electrodo auxiliar-ánodo es al menos igual a aquella para la cual dichos electrones provocan fenómenos de avalancha electrónica. Por último, la distancia cátodo-electrodo auxiliar se reduce también en el mayor grado posible, habida cuenta que determina el rendimiento del detector.
10. Según una de las formas de realización de este invento, se regula la tensión electrodo auxiliar-ánodo del detector a gas para que los fenómenos de avalancha electrónica determinen entre el electrodo auxiliar y el ánodo la aparición de chispas. Este detector funciona en este caso en la cámara de chispas. En estas condiciones, se reciben y registran las imágenes por medio de un aparato fotográfico.
15. En el caso en que se desee orientar directamente el cristal observando el esquema producido, basta cubrir el ánodo con una capa de material luminiscente con una persistencia de algunos segundos.
20. En esta forma de realización, es reducido el grado de cómputo máximo del número de chispas como consecuencia de la existencia de un tiempo muerto, no despreciable, tras la aparición de cada una de estas chis-
- 25.
- 30.



pas. Por otra parte, el detector que funciona en una cámara de chispas no efectúa ninguna discriminación de las partículas según la energía.

5. Si se trata de establecer el diagrama de difracción por medio de una sustancia cristalina frágil y compleja, diagrama que comprende varios millares de manchas, el aparato que acaba de describirse puede mejorarse.

10. Se prefiere en este caso utilizar el detector que constituye el objeto de la patente citada, como se explica en la solicitud de patente española nº 333.817, del 26 de Noviembre de 1966.

15. Se determina en tal caso la tensión electrodo auxiliar-ánodo del detector a gas para evitar la formación de chispas entre los electrodos. La imagen debida a los fenómenos de avalanchas electrónicas es tomada de nuevo por el fotocátodo de un amplificador de imágenes antes de ser enviada al fotocátodo de un tubo de tomas de televisión.

20. El cátodo de este aparato está preferentemente constituido por una ventana de berilio, cuerpo que absorbe poco los rayos X.

25. Puestas a un lado estas disposiciones principales, el invento se relaciona igualmente con diversas disposiciones secundarias mencionadas a continuación y relativas a dos formas de realización del invento.

30. Para hacer mejor comprender las características técnicas del presente invento, se describe un detector a gas del tipo que se cita en la patente mencionada, así como dos aparatos conforme al presente invento.



La figura 1, representa en sección el detector a gas ya mencionado.

5. La figura 2, representa un aparato según el invento, destinado a producir diagramas de difracción de rayos X, y que comprende un detector a gas que funciona en cámara de chispas.

10. La figura 3, representa un segundo aparato conforme al invento, destinado a producir diagramas de difracción de rayos X y que comprende un detector a gas que funciona en régimen de avalancha.

15. Un detector a gas del tipo conocido ya citado comprende un recinto estanco constituido por un manguito cilíndrico 2, cuyo extremo superior está encerrado por una luna transparente 4 y cuyo extremo inferior está constituido por un cátodo metálico delgado 6: una hoja de aluminio por ejemplo. Esta lámina delgada se halla sostenida por una placa 10 horadada de orificios paralelos que desempeña la misión de colimador, pudiendo ser la placa de plomo o de acero inoxidable.

20. En el interior del recinto lleno de un gas se hallan dispuestos, por encima del cátodo y paralelamente al mismo, un enrejado metálico de finas mallas 12 y un ánodo 14 transparente de superficie conductora (constituída por una red de mallas finas o formadas de vidrio cubierto por un depósito conductor por ejemplo).

25. Si el detector está lleno de un gas noble, no puede obtenerse la imagen de una fuente radiactiva; en cambio, si se añade una cantidad apropiada de vapor orgánico que absorbe las radiaciones ultravioletas del gas, pueden producirse descargas, incluso chispas en presen-

30.

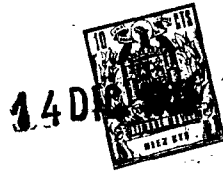


cia de dicha fuente de energía, si se quese determine acertadamente el valor de la tensión del enrejado-ánodo.

5. El aparato de la figura 2 tiene por elemento esencial un detector a gas 20 que se deriva del representado en la figura 1. Es ya conocido el recinto cilíndrico estanco 22, cuyo fondo inferior comprende el cátodo 24 en tanto que la parte superior 25 es transparente. Según la característica principal de este tipo de detector, comprende tres electrodos paralelos. El cátodo ya mencionado, que puede estar formado por una lámina delgada de berilio, particularmente útil en el caso en que se destine el aparato a producir diagramas de difracción de rayos X a causa de su escasa absorción. Un electrodo auxiliar en forma de enrejado 26 y un ánodo 28 transparente, generalmente constituido por un revestimiento conductor transparente de óxido de estaño por ejemplo, depositado sobre un soporte de vidrio.

10. Se observará que el detector no comprende ni colimador en las proximidades del cátodo ni depósito emisor sobre éste.

15. En estas condiciones, los rayos serán detectados por ionización del gas de llenado. Este es solo parcialmente el caso del detector de partículas representado en la figura 1. Este se halla regulado para funcionar en cámara de chispas, es decir, que la tensión electrodo auxiliar-ánodo está determinada para que los fenómenos de avalancha, provocados entre estos electrodos, den lugar a la aparición de chispas. Estos se aplica así mismo al detector 20 (figura 2).



- El haz de rayos X 30 producido por una fuente de energía, no representada, es enviado por intermedio de un colimador 32 hacia un cristal 34 mantenido en una posición correcta por un porta-muestras 36. Por debajo del centro del cátodo 24, se dispone el pozo de plomo 40 que recoge el haz directo después de haber atravesado la muestra y evita la aparición de una mancha central sobre el esquema. En 42 se ha representado un rayo X difractado que forma un ángulo α con el eje del aparato, teniendo lugar la formación de los electrones por ionización. Ciertos rayos X no son detectados mientras que otros producen la formación de un ión en un punto cualquiera de su trayectoria entre cátodo y electrodo auxiliar. Tal rayo puede por tanto provocar la aparición de una mancha sobre una distancia igual a $e \operatorname{tg} \alpha$ si e es la distancia cátodo-electrodo auxiliar. Se mejora pues la resolución del aparato reduciendo lo más posible el espesor de este espacio de detención, \bar{e} . La importancia de esta reducción, fija evidentemente el valor de la tensión cátodo-electrodo auxiliar, y el rendimiento de detención del detector.

El aparato está completado por un cono fotogr \acute{a} fico 44 y un aparato fotogr \acute{a} fico 46.

- En el caso de un aparato de este tipo realizado por el solicitante, las distancias respectivas entre, por una parte, el cátodo y el electrodo auxiliar, así como, por otra parte, entre el electrodo auxiliar y el ánodo son más de 2 mm y del doble, en tanto que las tensiones entre estos dos grupos de electrodos son 100 V aproximadamente y 8000 aproximadamente (valores poco cr \acute{i})



14 DIC 1964

5. ticos). El gas de llenado es xenón asociado a metilal, estando comprendida la presión parcial del primero entre 650 y 750 mm de mercurio si bien la del segundo es 15 o 20 veces más pequeña. El tiempo muerto del aparato es de 3,5 milisegundos aproximadamente.
- Conviene hacer observar que el solicitante ha producido con ayuda del aparato de la figura 2 manchas de Laue utilizando como generador de radiaciones una fuente radiactiva (radiación γ).
10. En el caso de la obtención de esquemas de difracción por estructuras cristalinas frágiles y complejas, diagramas que comprenden millares de manchas, el tiempo de "pose" -o tiempo de exposición de la estructura a los rayos X- puede disminuirse considerablemente utilizando un detector a gas del tipo representado (figura 1) en el cual la tensión electrodo auxiliar-ánodo está determinada para que solo se produzcan fenómenos de avalancha electrónica en este espacio, quedando eliminada la formación de chispas. La imagen de resplandores dibidos a dichos fenómenos de avalancha se amplifica antes de ser enviada al cátodo de un tubo de tomas de televisión.
15. En estas condiciones, el detector a gas funciona en régimen proporcional y puede efectuarse una verdadera discriminación según la energía, gracias a fotomultiplicadores que reciben la luz de estas avalanchas electrónicas y que regulan, por sus niveles de salida, la abertura del tubo amplificador de imágenes.
20. El aparato de la figura 3 funciona como acaba de explicarse.
- 25.
- 30.



Se observará que los elementos idénticos representados en las figuras 2 y 3 están designados por las mismas referencias numéricas.

5. El detector a gas utilizado es del mismo tipo que el de la figura 2, y la única diferencia entre ambos concierne al modo de ajuste.

10. De la misma forma que en la figura 2, el haz de rayos X 30 producido por una fuente de suministro de energía, no representada, es enviado en dirección a la muestra 34 que ha de analizarse, a través de un colimador 32. Los rayos difractados 42 son enviados hacia el cátodo, hallándose protegido el centro de éste por un pozo 40.

15. La imagen formada por los resplandores debidos al fenómeno de avalancha se transmite al tubo de tomas de televisión 48 por el amplificador de imágenes multifásicas de emisión secundaria 50. La imagen observada queda formada sobre el fotocátodo 52 del amplificador por un objetivo 54, la imagen que debe ser enviada a la cámara 48 aparece sobre la pantalla 56 del tubo, y un solenoide 58 de concentración rodea el tubo amplificador 50.

N O T A

25. Descrita suficientemente la naturaleza 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 so

30. licidad de patente presentada en Francia con el número

14 DIC



PV. 87.486 de 14 de Diciembre de 1966, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita

5. Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PERFECCIONAMIENTOS EN LA CONSTRUCCION DE APARATOS PARA LA OBTENCION DE DIAGRAMAS DE DIFRACCION", caracterizándose por lo siguiente:

10. 1.- Perfeccionamientos en la construcción de aparatos para la obtención de diagramas de difracción, mediante un cristal, de fotones X i gama, caracterizándose porque cada aparato se constituye de un colimador, un porta-cristal orientable, un detector a gas que posee tres electrodos paralelos: un cátodo, un electrodo
15. auxiliar en forma de enrejado y un ánodo transparente, determinándose la tensión cátodo-electrodo auxiliar para permitir la recogida de electrones a partir de rayos X incidentes y siendo la tensión electrodo auxiliar-ánodo al menos igual a aquella por la cual dichos electrones desencadenan fenómenos de avalancha electrónica, re-
20. duciéndose también lo más posible la distancia cátodo-electrodo auxiliar, y un aparato de recepción de las imágenes que aparecen en el espacio electrodo auxiliar-ánodo.

25. 2.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la tensión electrodo auxiliar-ánodo del detector a gas se regula para que los fenómenos de avalancha determinen entre el electrodo auxiliar y el ánodo la aparición de chispas, registrándose las
30. imágenes que aparecen por medio de un aparato fotogr^áfi



- co.
5. 3.- Perfeccionamientos según la reivindicación 2, caracterizados porque el ánodo del detector se cubre con una capa de producto luminiscente que posee una persistencia del orden del segundo.
10. 4.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la tensión electrodo auxiliar-ánodo del detector a gas se determina para evitar la formación de chispas entre estos electrodos, siendo proyec-tada la imagen debida al fenómeno de avalancha electróni-ca sobre el fotocátodo de un amplificador de imágenes antes de ser enviada al fotocátodo de un tubo de tomas de televisión.
15. 5.- Perfeccionamientos según las reivindicacio-nes 2, 3 o 4, caracterizados porque el cátodo se consti-tuye de una ventana de berilio.
20. 6.- Perfeccionamientos en la construcción de aparatos para la obtención de diagramas de difracción, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria y en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

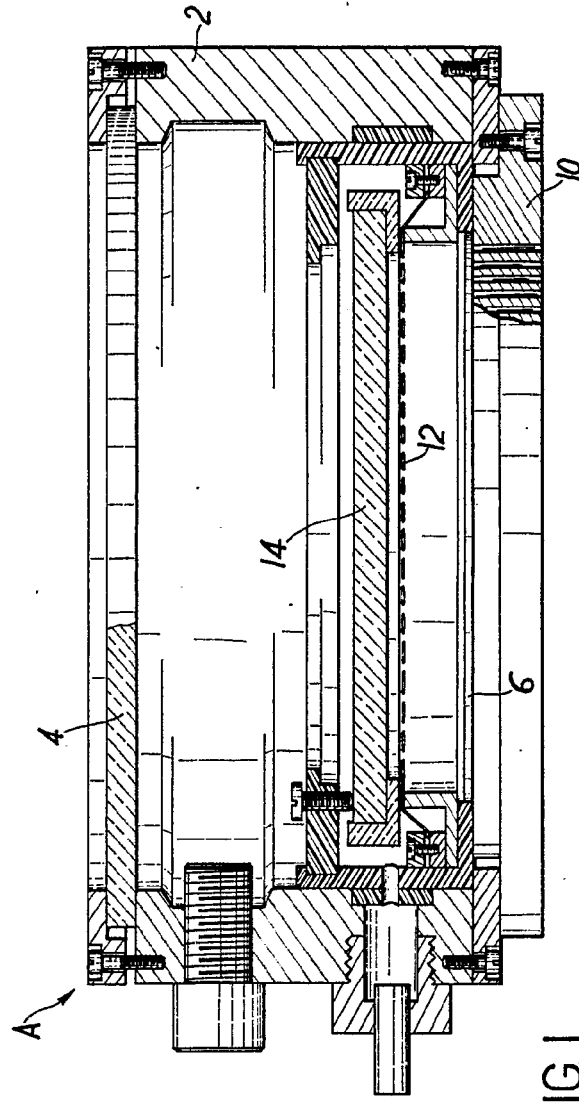
14 DIC. 1967

Madrid,

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE.

J. GOMEZ A EBO Y MODEY

Pr. Firmados F. Hernández Rota



4 DIC 1957

ESCALA
VARIABLE

4 DIC 1957

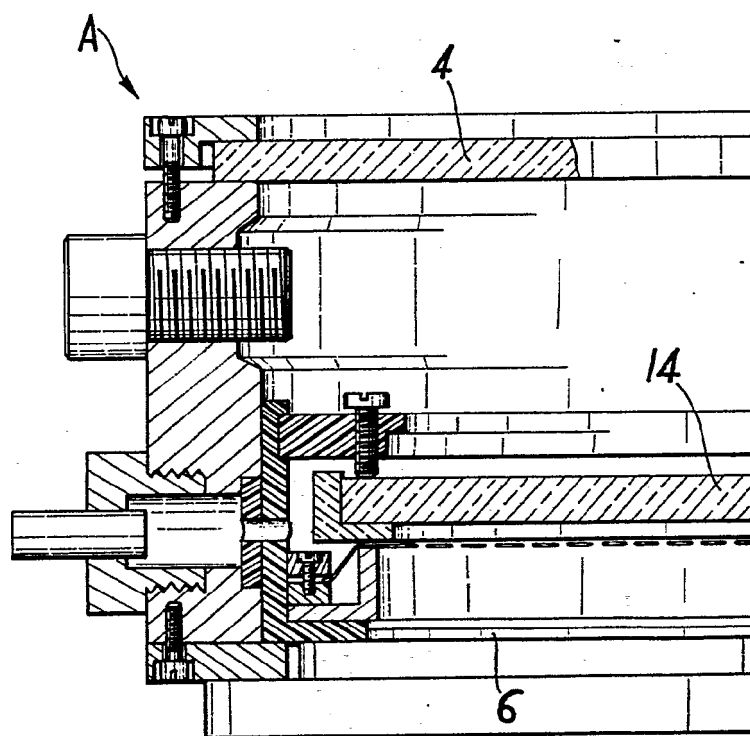
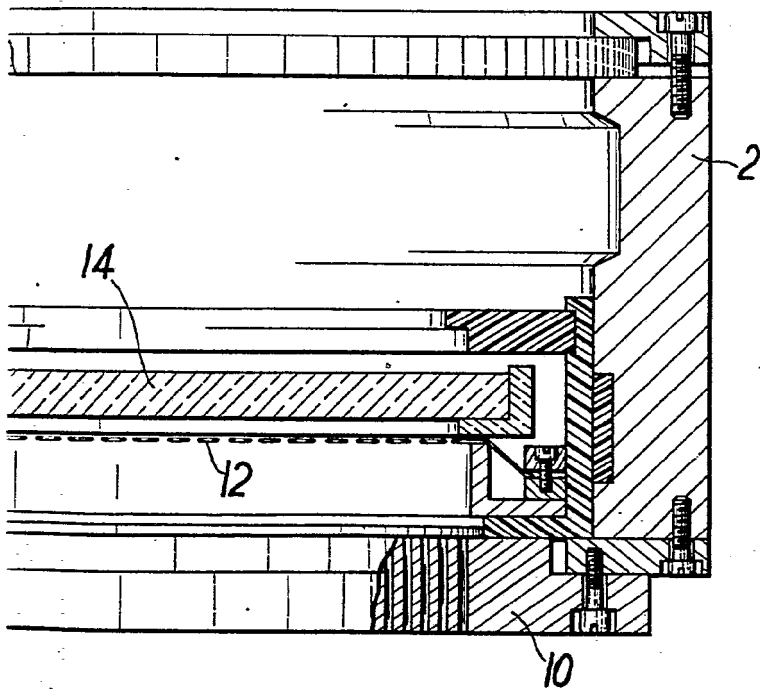


FIG. 1



14 DIC 1967



ESCALA
VARIABLE

[Handwritten signature]
14 DIC 1967

