



383520
PATENTE DE INVENCION

SECCION TECNICA	Dossier 996
CLASIFICACION	
CLASE <u>G 01</u>	
SUBCLASE <u>N</u>	

383520

Memoria Descriptiva

sobre:

Perfeccionamientos en instalaciones de espectrometria.

.....

Solicitante: SOCIETE NATIONALE DES PETROLES D'AQUITAINE, entidad francia, residente en Tour Aquitaine, 92 Courbevoie, Francia.

.....

La presente invención se refiere a una instalación de espectrometría y más particularmente a un tubo de emisión de rayos X y de eletrones, és tos últimos por retrodifusión del ánodo.

5. Los tubos de rayos X de Crookes utilizan

10 SEP 1978



- 2 - 383520

- para la emisión de rayos X un filamento emisor de electrones por efecto termoeléctrico. Los electrones así emitidos son acelerados en un campo eléctrico lineal y bombardean un balance que emite a su vez una radiación X característica del blanco con un fondo continuo, tanto
5. más importante cuanto mayor sea la tensión de aceleración sea. Esta emisión se efectúa en un vacío elevado del orden de 10^{-5} Torr. Se conoce por otra parte el efecto de ionización en los gases, descrito en particular por Francis, en el cual un electrón dotado de una energía suficiente ioniza un gas provocando una multiplicación de la corriente tanto más importante cuanto mayor sea el campo eléctrico sea. La teoría de éste fenómeno se ha expuesto por Mac Affes.
10. Ya era conocido utilizar en espectrometría el fenómeno de retrodifusión en el cual un electrón bombardea un ánodo que emite un haz de electrones de energía más pequeña que depende a la vez de la naturaleza del ánodo y de la energía del electrón incidente. Como consecuencia de las variaciones aleatorias del flujo de electrones emitido, la corriente de electrones destinada a bombardear el ánodo no es estable.
15. Era conocido por otra parte regular la presión del gas en el tubo de emisión por medio de inyecciones de caudal regulable.
20. La presente invención tiene por objeto una instalación de espectrometría que comprende un tubo de emisión que funciona bajo un vacío de 10^{-2} a 10^{-3} mm de Hg de valor comparable al que reina en la cámara
25. del espectrometro y que permite la utilización simultánea
- 30.



nea de rayos X y de electrones retrodifundidos por el ánodo merced a la ausencia de ventana entre el recinto del tubo y la muestra a analizar.

5. La disposición particular del tubo permite alcanzar los fines propuestos por la invención merced a una construcción simple y fácil de realizar.

10. La instalación de espectrometría según la invención se caracteriza más particularmente por el tubo de emisión, cuya cubierta externa tubular contiene un tubo de cuarzo colocado concéntricamente y un cátodo y un ánodo centrados por medio del citado tubo de cuarzo, una virola tubular que cierra la extremidad abierta de la cubierta externa, el tubo de cuarzo y la virola están provistos en sus partes adyacentes al ánodo de aberturas laterales de igual eje, un conducto capilar para la introducción de un gas en las proximidades de las citadas aberturas, y órganos de condicionamiento del caudal del gas al flujo de electrones emitidos por el ánodo.

15. La servidumbre puede realizarse por medio de una electroválvula con reglaje proporcional colocada por encima sobre el conducto capilar y que está condicionada por uno de los parámetros electrónicos del tubo, tal como el potencial de la corriente, de forma que se asegure la estabilidad de la corriente de electrones emitida.

20. Según un modo de realización preferido de la invención, un amperímetro con estado entre el ánodo y el cátodo permite la medida del flujo de electrones emitida por el ánodo, accionando la corriente emitida
- 25.
- 30.



una electrotroválvula con reglaje proporcional colocada por encima sobre el citado conducto capilar, teniendo lugar, la dependencia en condiciones que conducen a la estabilización de la corriente.

5. Según una variante del modo de realización, un colector intercentra una parte del flujo de electrones emitido por el ánodo, condicionando la carga recogida por el colector la electroválvula de reglaje del caudal gaseoso en el tubo capilar.

10. Según otra variante del modo de realización, un detector de rayos X de baja energía mide el flujo de rayos X emitido por el ánodo y condiciona la electroválvula de reglaje de caudal gaseoso.

15. Según otra variante del modo de realización, un detector de rayos X, que recibe los rayos emitidos por la muestra analizada mide directamente el flujo de electrones y asegura el accionamiento de la citada electroválvula.

20. La parte activa del cátodo frío puede hacerse de aluminio de elevada pureza, mientras que la parte activa del ánodo se hace de metal apropiado tal como el tungsteno, el rhenio, el molibdeno, el niobio, el tantalio, el platino.

25. La invención será mejor comprendida por medio de la descripción que sigue de un modo de realización ilustrado por las dos figuras adjuntas.

La figura 1, representa el esquema del tubo emisor de electrones,

30. La figura 2, representa el esquema de un conjunto emisor de rayos X que comprende el citado tubo



5. aprieta por medio de la brida 19. El conector 17 porta dos aletas 16a y 16b que están conectadas por una parte por el conector 17 con una fuente alterna de calentamiento de filamento y por otra parte a una lámpara 16, lo que permite la utilización de éste dispositivo sobre un generador de tensión clásico.

10. Un colector de electrones 20, dispuesto sobre un vástago aislante 20a recibe una fracción del haz electrónico emitido por el ánodo 12, cuando se aplica una tensión al cátodo 2.

15. La corriente con elevada impedancia, recogida por 20, se convierte en tensión de baja impedancia por el conjunto electrónico 21, con condensador vibrante por ejemplo. La tensión que sale de 21 se aplica a un comparador 22 cuya corriente de salida acciona un motor 23 que actúa sobre el reglaje de la microválvula 15.

20. El funcionamiento de éste dispositivo es el siguiente:

El campo eléctrico aplicado entre el cátodo 5 y el ánodo 12, distantes de 2 a 3 cm, provoca la emisión de electrones arrancados al cátodo de aluminio 2.

25. El conducto 14 alimenta el espacio entre cátodo y ánodo con gas tal como argón, nitrógeno e incluso aire seco. Por descompresión a la salida del capilar 14, hay barrido continuo de éste espacio donde la presión reinante se establece en función del volumen del espacio anular comprendido entre los tubos

30.

- 7 - 383520



4 y 8 y el espacio interelectrodos y de la presión que reina en el recinto con vacío que rodea el tubo generador de electrones.

5. Los electrones arrancados al cátodo 5 reencuentran moléculas de gas y las ionizan, lo que crea un efecto multiplicador. El conjunto de los electrones bombardea el ánodo 12. Una parte de los electrones se retrodifundida directamente, otra parte penetra ligeramente en la pastilla 12 y es retrodifundida con parte de energía, 10. lo que amplía el espectro de energía de los electrones.

Otra parte proporciona energía a la pastilla 12, que provoca simultáneamente la emisión de electrones secundarios y de rayos X característicos del elemento que constituye la pastilla. Hay por otra parte calentamiento y volatilización parcial del material de la pastilla. 15.

Una parte del haz de electrones se recoge por el colector 20.

20. La corriente con elevada impedancia se transforma en tensión con baja impedancia por el amplificador con condensador vibrante 21 que emite una tensión al comparador 22, la cuál, por un sistema de relés acciona, en función de la tensión diferencia, un motor 23 con dos sentidos de marcha.

25. Este motor acciona el puentado de una microválvula 15, que regula el caudal del gas en el capilar 14.

Se establece de éste modo el haz de electrones emitido.

30. Se puede medir la corriente de electrones que



circula entre el cátodo 5 y el ánodo 12 por medio de un microamperímetro cuya corriente de salida se transforma en tensión y se aplica a la entrada del comparador 22.

5. Se puede medir igualmente el flujo de rayos X emitido por el ánodo 12 en forma de rayos X de baja energía, dada la baja tensión de alimentación del orden de 10 kilovoltios.

10. Este flujo se mide por integración del número de descargas provocadas en un contador con gas o un contador sólido, y la tensión resultante se aplica al comparador 22 .

15. Igualmente, se puede medir el flujo de rayos X emitido por un blanco colocado sobre el trayecto de los electrones, cuando este blanco comprende bien una rejilla, bien una matriz de composición constante.

La figura 2 representa el montaje del tubo emisor en un espectrómetro de rayos X.

20. Una cámara de vacío 24 denominada cámara de difracción, está unida a una segunda cámara de vacío 25, denominada cámara de emisión, en la cuál reina una presión absoluta de algunas 10^{-3} Torr, obtenido por medio de una bomba de difusión de mercurio
25. 27 cebada por una bomba con paletas 28 y unida a la cámara 25 por el conducto 26.

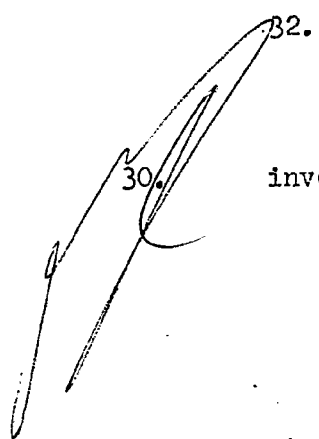
30. Un calibre de Pirani 29 permite medir la presión absoluta. Un conducto capilar 30 está unido por una parte a una microválvula regulable 31 y el tubo emisor 32 descrito en la figura 1. Este tubo emi-



te un flujo de electrones y de rayos X suaves que bom-
 barden una muestra 33 que excita por fluorescencia X
 los elementos pasados y que emiten el espectro de rayos
 X de los elementos ligeros. Los espectros X caracterís-
 5. ticos de los elementos que componen en la muestra, tras
 paso a través de ranuras de Soller 34, se difractan so-
 bre un cristal analizador 35 móvil en rotación alrededor
 de su eje al mismo tiempo que el contador con flujo ga-
 seoso 36 en montaje geniométrico de relación 1/2.

10. El ángulo de difracción permite caracterizar
 los diferentes elementos a analizar en la muestra 33
 y la intensidad de las rayas recogidas permite el ánali-
 sis cuantitativo.

15. Al mismo tiempo que la muestra 33, el detector
 37 recibe una parte de flujo de rayos X y de electrones
 y emite una señal al integrador 38. La magnitud eléctri-
 ca actúa sobre el servomecanismo 39 con característica
 negativa que regula la electroválvula 31. En particular
 si el flujo que sale del tubo 32 tiende a aumentar, la
 20. señal emitida por 37 aumenta, haciendo aumentar la mag-
 nitud eléctrica que sale de 38. El servomecanismo, de
 característica negativa, tiende a hacer disminuir el cau-
 dal de la microválvula 31 lo que reduce el flujo que
 sale del tubo 32, Inversamente una disminución del flujo
 25. produce el efecto inverso y se llega a una estabiliza-
 ción del flujo de electrones y de rayos X que salen de



NOTA

Descrita suficientemente la naturaleza del
 invento, así como la manera de realizarlo en la práctica

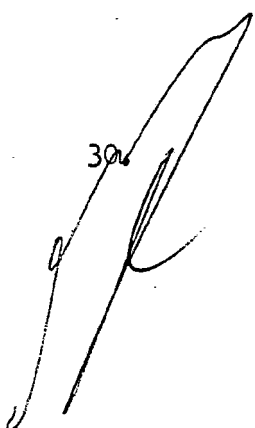


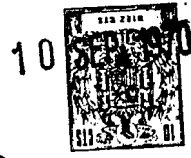
debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

5. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con el número 69 31060 de 12 de septiembre de 1969, acciéndose 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
10. que se solicita PATENTE DE INVENCION, por 20 años en España sobre: PERFECCIONAMIENTOS EN INSTALACIONES DE ESPECTROMETRIA, caracterizándose por lo siguiente:

15. 1.- Perfeccionamientos en instalaciones de espectrometria, del tipo que están constituida por una cámara de vacío, un tubo de emisión de electrones y de rayos X, un porta muestras, un dispositivo con ranuras, un cristal analizador y un contador, una bomba de vacío y medios de introducción de un gas en el interior del tubo, caracterizados porque el tubo de emisión
20. está constituido por una cubierta tubular externa contiene un tubo de cuarzo colocado concéntricamente y un cátodo y un ánodo centrados por medio del citado tubo de cuarzo. una vista tubular que cierra la extremidad abierta de la cubierta externa, estando provistos el tubo
25. de cuarzo y la virola en sus partes adyacentes al ánodo de aberturas laterales de igual eje, un conducto capilar para la introducción de un gas en la proximidad de las citadas aberturas y órganos que condicionan el caudal del gas al flujo de electrones emitido por el ánodo.

2.- Perfeccionamientos según la reivindicación





- 11
383520

1. caracterizados porque una electroválvula con reglaje proporcional colocada por encima sobre el citado conducto capilar está condicionada por uno de los parámetros electrónicos del tubo, teniendo lugar la servidumbre en condiciones que conducen a la estabilización de la corriente electrónica emitida.

5. 3.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1 caracterizados porque la electroválvula con reglaje proporcional está en dependencia de la corriente emitida entre el ánodo y el cátodo del tubo.

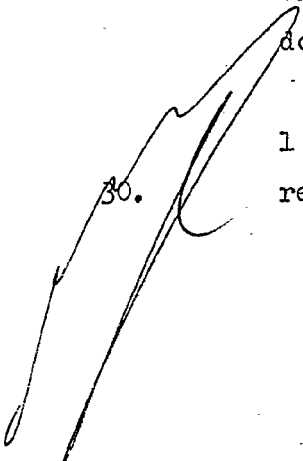
10. 4.- Perfeccionamientos según la reivindicación 2, caracterizados porque la electroválvula está en dependencia de la carga de un colector que intercepta una parte constante del flujo de electrones emitido por el tubo.

15. 5.- Perfeccionamientos según la reivindicación 2, caracterizados porque la electroválvula está en dependencia de la señal eléctrica emitida por un detector de rayos X emitidos por el ánodo del tubo.

20. 6.- Perfeccionamientos según la reivindicación 2 caracterizados porque la electroválvula está en dependencia de la señal emitida por el detector de rayos X que recibe los rayos X emitidos por la muestra analizada.

25. 7.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la parte activa del cátodo está realizada con aluminio de elevada pureza.

30. 8.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1 caracterizados porque la parte activa del ánodo está realizada de un metal elegido entre el grupo consti-



383520



tuido por el tungsteno, el rhenio, el molibdenio, el niobio, el tantalio y el platino.

- 5. 9.- Perfeccionamientos en instalaciones de espectrometria , tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, y en los dibujos adjuntos.

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

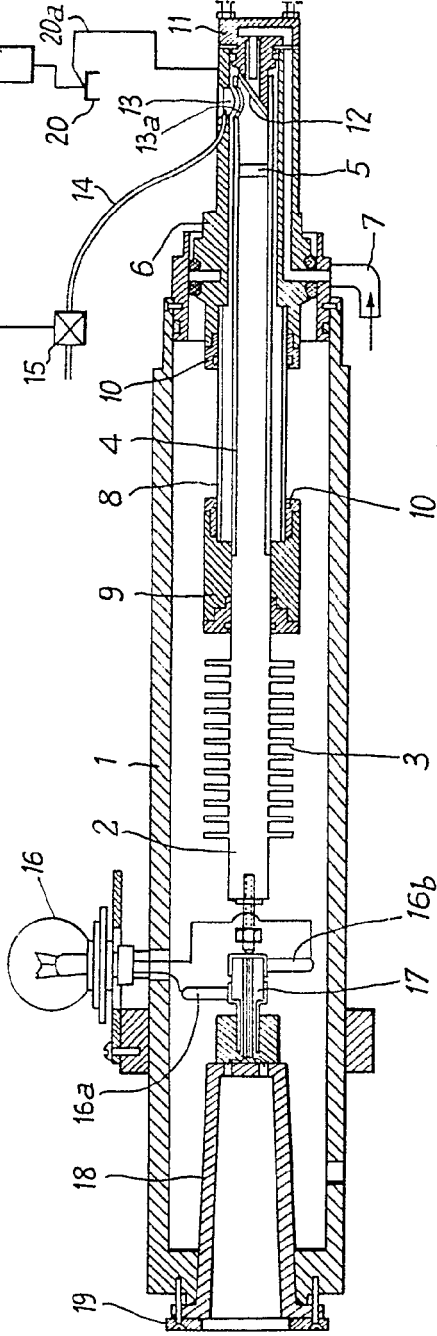
Madrid, 10 SEP. 1970

SOCIETE NATIONALE DES PETROLES D' AQUITAINE.

A. GOMEZ ACEBO Y MODER
p. p. Firmado: F. Hernández Rúa

397500

Fig. 1



397500

REVUE

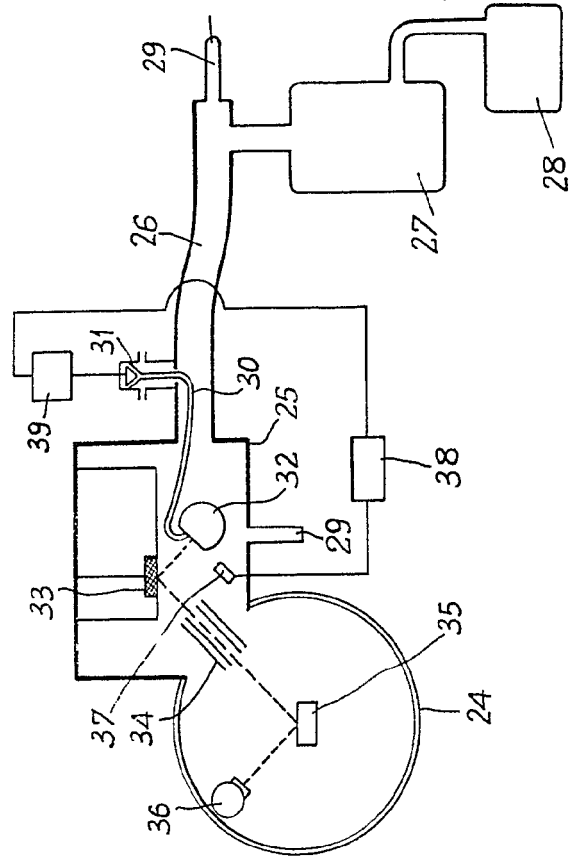


Fig. 2

[Handwritten signature and notes]

393520

FIG. 1

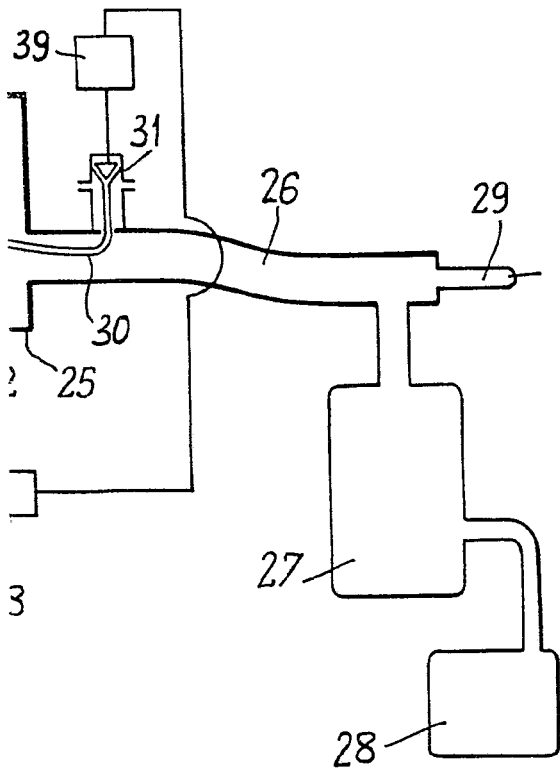
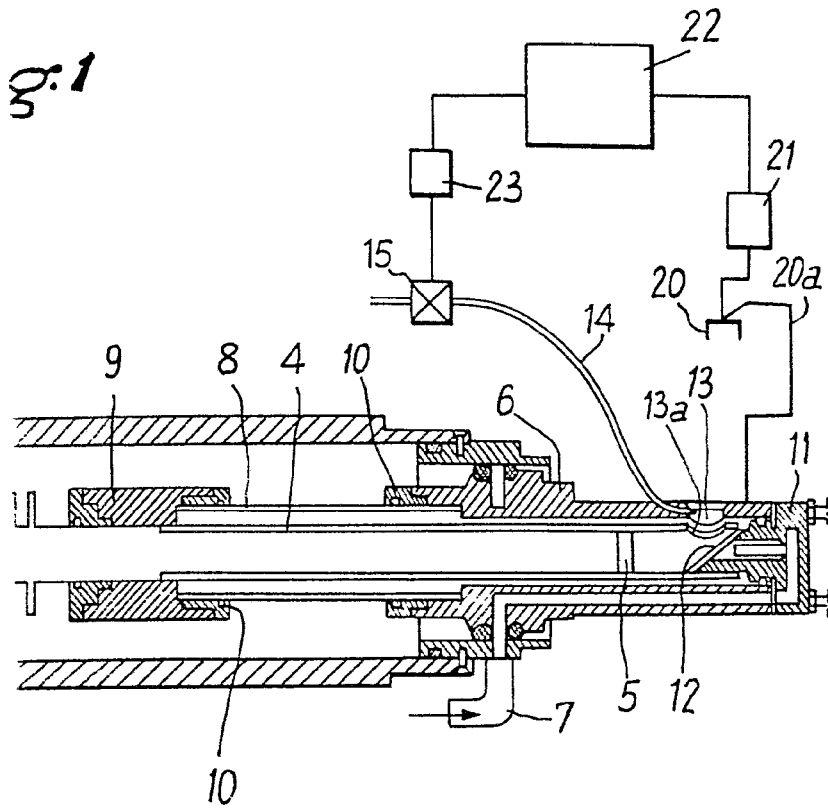


Fig. 2

México

GÓMEZ ASEO Y RODET
S. de R. C. Firmado: F. Hernández Ruiz