



10109

410109

PATENTE DE INVENCION

Dossier 1389.

Int. CI <sup>2</sup> : H 01 J

F.E. 25-2-75

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PERFECCIONAMIENTOS EN TUBOS DE GAS DE EMISION DE ELECTRONES PARA ESPECTROMETRIA DE RAYOS X POR EXCITACION DIRECTA.

=====

*Solicitante:*

SOCIETE NATIONALE DES PETROLES D'AQUITAINE, entidad francesa, residente en Tour Aquitaine, 92 - COURBEVOIE, Francia.

=====

La presente invención se refiere a unos perfeccionamientos en tubos de gas de emisión de electrones, por ejemplo para la espectrometría de rayos X por excitación directa de muestras.

5.

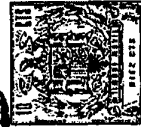
Entre los tubos utilizados para la espectrometría de



rayos X, se pueden distinguir los tubos que trabajan en vacío pulsado del orden de  $10^{-5}$  mm Hg y los tubos de gas donde la presión es del orden de  $10^{-1}$  a  $10^{-3}$  mm Hg.

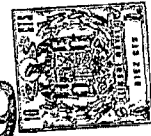
5. Los tubos bajo vacío provistos de filamento calentado necesitan una instalación de vacío pulsado y su rendimiento de emisión es pequeño habida cuenta de la energía eléctrica gastada para arrancar los electrones del filamento. Dichos tubos de fluorescencia son o bien sellados y provistos de una ventana, o bien desmontables de modo a poder introducir la muestra en el recinto bajo vacío. Bajo estos dos aspectos presentan los inconvenientes siguientes:
10. la presencia de una ventana impide el paso de los electrones retrodifundidos y de los fotones X blandos de gran longitud de onda solo utilizable para el análisis de los elementos de pequeña masa atómica, mientras que la introducción de la muestra en un recinto bajo vacío no permite analizar más que las materias no susceptibles de dar lugar a un desgasificado.
15. La muestra que sirve de ánodo en estas condiciones está expuesta al bombardeo de electrones intenso y corre el riesgo de fundir, alterando así la composición en la superficie de muestra.

- Se conocen igualmente los tubos de gas, de cátodo frío de emisión mixta de electrones y de rayos X duros, desprovistos de ventana y que funcionan bajo vacío parcial de  $10^{-1}$  a  $10^{-3}$  mm Hg de valor comparable al del vacío que reina en la cámara de espectrometría. La excitación de la muestra es de origen mixto ya que la muestra recibe simultáneamente un haz de rayos X y de electrones retrodifundido por el ánodo. Durante la retrodifusión de electrones por el ánodo se produce el arrancamiento de los iones del metal del ánodo que se depositan sobre la muestra. Tal efecto de metalización es desfavorable, ya que crea una película absorbente para los rayos X emitidos por la muestra que falsea el resultado del análisis espectrométrico. Por lo demás para pequeñas longitudes de ondas los gastos importantes de energía transmitida a la muestra y necesaria para la excitación de sus rayas características peligran deteriorar una muestra sensible al calor.
- 20.
- 25.
- 30.



La finalidad de la presente invención es un tubo de gas de

- emisión directa de electrones desprovisto de ventana, de rendimiento de emisión elevada que permite paliar los inconvenientes citados. Se caracteriza más particularmente por la disposición en el interior del recinto del tubo de un cátodo constituido por un disco metálico y de un ánodo en forma de rejilla, siendo alineados los dos electrodos en el eje del tubo, estando provisto dicho recinto en la prolongación del citado eje cerca del ánodo de una abertura destinada a la propagación del haz de electrones por inercia hacia el blanco.
- 5.
10. El tubo según la invención permite la excitación directa de la muestra por emisión directa de los electrones a excepción de toda emisión de fotones. El espectro de energía de los electrones directos no retrodifundidos al ser más estrecho que el de los electrones retrodifundidos se obtiene una economía de energía ya que el flujo necesario para la excitación de una raya dada de la muestra es mucho más pequeño. Se obtiene así un rendimiento de emisión mucho más elevado y se evita el deterioro térmico de la muestra. Por lo demás al estar horadado el ánodo, la muestra no se encuentra expuesta a ninguna trayectoria directa que tenga como origen los hilos de la rejilla del ánodo que reciben el impacto de los electrones.
- 15.
20. Una parte la muestra no recibirá más que unos pocos iones anódicos y la metalización parásita será así evitada; por otra parte la difusión por la muestra de las rayas características del metal del ánodo que molesta para el análisis de algunos elementos es igualmente suprimida. El tubo según la invención permite obtener un rendimiento de emisión elevado que puede alcanzar el 80% contrariamente al tubo clásico de fluorescencia (relación de energía absorbida a la energía emitida del orden de  $10^{-4}$ ). Presenta con respecto a los tubos de emisión directa conocidos ventajas múltiples; funciona sin vacío pulsado, bajo un vacío parcial del orden de  $10^{-1}$  a  $10^{-3}$  mm Hg, y la muestra que no forma parte de la óptica electrónica no debe ser necesariamente conductora.
- 25.
- 30.



La utilización de un ánodo en forma de rejilla presenta numero-

5.

Sas ventajas. Su misión es atraer los electrones en dirección al eje del manguito del tubo y de permitir el paso del haz de electrones a través de la rejilla sin pérdida de energía. El campo eléctrico creado entre el cátodo y el ánodo no es debido más que al potencial entre estos electrones y, en ausencia de todo cuerpo conductor en el espacio recorrido por el haz, la irradiación es perfectamente rectilínea y las trayectorias son paralelas.

10.

Esto tiene como consecuencia que la superficie de una muestra incluso importante es irradiada de forma homogénea evitando sobre-calentamientos locales susceptibles de alterar la superficie de muestra. Como consecuencia de la propagación de los electrones en haz paralelo las velocidades de electrones no son modificadas localmente. Así pues el espectro de energía emitido al ser estrecho, el rendimiento de excitación de una raya característica permanece elevado.

15.

La elección de la transmitancia de la rejilla permite controlar, para una energía eléctrica dada, la intensidad del flujo de irradiación transmitido, en especial en función de la fragilidad térmica de la muestra.

El cuadro siguiente presenta unos valores hallados haciendo variar la transmitancia por la elección de la rejillas apropiadas.

20.

Tipo de rejilla	caudal del tubo ( bajo 3 kV)	intensidad transmitida	tiempo de la muestra
níquel diámetro del hilo : 0,5 mm superficie mallada: 0,3 mm <sup>2</sup> transmitancia : 50%	5mA	2,55mA	235°C
Acero diámetro del hilo : 62,5 $\mu$ superficie mallada: 15 $\mu$ transmitancia : 40%	5mA	1,1mA	100°C

25.

30.

La elección de la dimensión de la superficie de la rejilla permite adaptar ésta a la dimensión de la superficie irradiada de muestra sin



modificar las características electricas y energéticas del haz emitido.

El tubo según la invención permite así una gran flexibilidad de empleo de un material sujeto por lo demás a las características fijas de alimentación en energía.

5. Las otras ventajas del nuevo tubo aparecerán con la descripción que sigue de las diferentes formas de realización.

10. La figura 1 presenta en forma esquemática la disposición de electrodos en el interior del manguito aislante 1. El cátodo 2 es un disco o pastilla hecha de metal de fuerte poder electroemisivo y que resiste perfectamente a la erosión ionica tal como aluminio, el ánodo 3 es una rejilla de metal tal como rodio, renio o platino conectada a la masa. El haz de electrones emitido por el cátodo se dirige hacia el ánodo-rejilla y se propaga por inercia hacia la muestra aplicada sobre su contorno. El haz de rayos X emitido por la muestra como consecuencia de la excitación de las rayas ca-

15. racterísticas de los elementos que la componen es tratado a continuación según los métodos clásicos de la espectrometría que ponen en práctica un colimador, un cristal y un contador dispuesto en goniometro. La figura 2 presenta los detalles de construcción del tubo según la forma preferente de la invención. El manguito está compuesto por dos partes 1 a y 1 b que deslizan una en el interior de la otra. En la porción extrema del manguito interno.

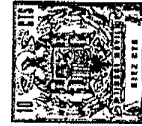
20. 1 ha sido montado un cátodo 2 fijado sobre un soporte fileteado de longitud regulable 3 y bloqueado con ayuda de unas tuercas 4 sobre la contera del manguito 1 a. Las conexiones electricas 12 son dispuestas en el interior de un manguito aislante flexible 5. El soporte del cátodo puede ser prolongado por un radiador de aletas de enfriamiento. El manguito externo 1 b está provisto cerca de su abertura de un ánodo 7 en forma de rejilla conecta-

25. do a masa, un anillo 6 que sirve para bloquear el ánodo en el interior de una garganta prevista sobre la cara interna del manguito 1 b.

30. Los dos manguitos están provistos respectivamente de un circuito capilar 8 para la introducción de un gas de caudal regulable y de una salida



- 9 que asegura así una presión constante o regulable en el interior del tubo. Una junta tórica 10 aplicada entre los dos manguitos permite la obtención de una buena estanquidad. La distancia entre los electrodos es regulable por deslizamientos de dos manguitos porta-electrodos o por enroscado de uno en el interior del otro. La distancia puede ser regulada de antemano, o puede igualmente ser reajustada sin desplazar el tubo con ayuda de un dispositivo tal como a rosca micrométrica. Un tercer electrodo tal como la rejilla de mando 1 b bloqueada en posición por el anillo 6 y conectada a una tensión regulable da posibilidades de regulación suplementaria.
- 5.
10. Una de las ventajas del tubo según la invención reside en el hecho de que puede ser ajustado en la abertura circular prevista en cada espectrometro clásico para el montaje del tubo. En la figura 3 se ha representado el tubo de fluorescencia clásico provisto de la ventana o abertura colocada en el sentido transversal con respecto al eje del tubo 1 y de su base cilíndrica 3. La brida 4' asegura la estanquidad durante el montaje sobre el espectrometro.
- 15.
20. La disposición del tubo 1 según la invención unido a su base 3 por medio de un soporte 5, según la figura 3 b, en el sentido transversal con respecto al eje de la base cilíndrica 3 permite el montaje del nuevo tubo sobre los espectrometros existentes sin ninguna modificación del espectrometro.
25. El tubo según la invención puede ser utilizado no solo para el análisis espectrometrico por rayos X, sino también para el análisis estructural por difracción (red de una fase cristalina o la estructura de un líquido) o por difusión (medida de dimensiones de partículas, miscelios etc.).
- N O T A -
30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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



bajo el número y fecha siguiente: nº 71 47290 de 29 de Diciembre de 1971,

acogiéndose 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 una Patente de Invención por 20 años en España sobre: PERFECCIONAMIENTOS EN TUBOS DE GAS DE EMISION DE ELECTRONES PARA ESPECTROMETRIA DE RAYOS X POR EXCITACION DIRECTA; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Perfeccionamientos en tubos de gas de emisión de electrones para espectrometría de rayos X por excitación directa, caracterizados porque dichos tubos están constituidos por al menos un manguito aislante de forma cilíndrica que contiene un cátodo en forma de disco conectado a una fuente de alta tensión y un ánodo en forma de rejilla conectada a masa, estando provisto el manguito de una abertura destinada a desembocar en la cámara del espectrometro, encontrándose el cátodo, el ánodo y la abertura alineados en eje del manguito.
10. 2.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque cada electrodo es llevado por un manguito aislante, ajustándose los dos manguitos uno en el otro con interposición de una junta de estanquidad de modo que la distancia entre los electrodos sea regulable.
15. 3.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque cerca de la abertura del tubo que desemboca en la cámara del espectrometro, está colocado un conducto capilar que sirve para la introducción de un gas de caudal regulable en el tubo.
20. 4.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque dichos tubos son fijados sobre un soporte solidario de una base cilíndrica de modo que el eje del manguito que constituye la cubierta externa del tubo sea perpendicular al eje de la base cilíndrica del tubo.
25. 5.- Perfeccionamientos en tubos de gas de emisión de electrones para espectrometría de rayos X por excitación directa, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria y dibujos adjuntos.
- 30.



410109 - 8 -



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

Madrid, 28 DIC. 1972

SOCIETE NATIONALE DES PETROLES  
D'AQUITAINE.

J. GOMEZ AGEBO Y MUDEY  
Por el Encargado de la Gesta Excmo. Sr. D. Gómez

A large, stylized handwritten signature in dark ink, written over the typed name and title of the signatory.

A small, circular handwritten mark or signature located at the bottom left corner of the page.



Fig.1

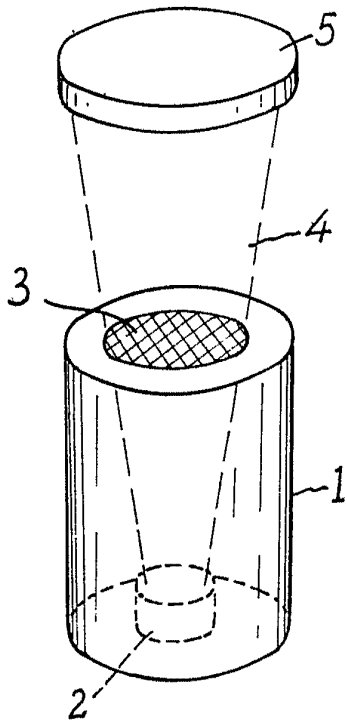
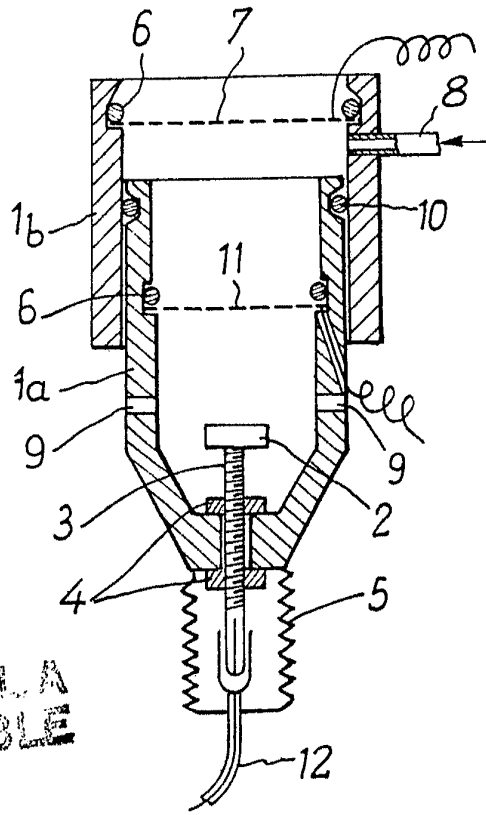


Fig.2



ESCALA VARIABLE

Fig.3a

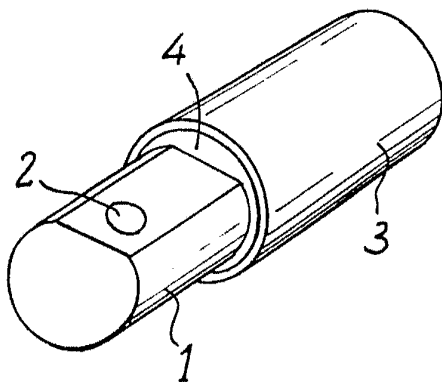
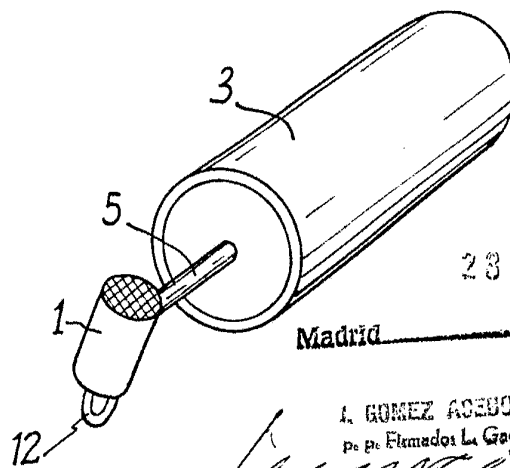


Fig.3b



23 DIC. 1972

Madrid

A. GÓMEZ ACEBO Y CAJA  
por los Firmados La Gracia Encarnación