

30 ABR



Int. Cl. G 01 N

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

A favor de OUTOKUMPU OY, razón social finlandesa, domiciliada en OUTOKUMPU (Finlandia). - - - - -

Por: "METODO Y APARATO PARA ANALIZAR UNA MUESTRA LIQUIDA SEGUN EL PRINCIPIO DE FLUORESCENCIA DE LOS RAYOS X". - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un método y aparato para realizar un análisis químico de una muestra líquida según el principio de fluorescencia de los rayos X, especialmente en la dispersión de energía en los casos en que la resolución del detector de radiaciones puede ser inferior que las diferencias naturales de la energía de los rayos X entre los elementos presentes en la muestra, en cuyo caso la muestra se expone a una radiación primaria y el espectro de fluorescencia de rayos X excitado por esta

5

10

30 APR 1970



radiación o las partes deseadas del mismo, se miden con un detector por el método conocido per se con la precisión permitida por el detector.

5 En los analizadores de procesos que trabajan según el principio de fluorescencia de los rayos X, la práctica ha consistido generalmente en utilizar cabezales medidores sumergidos en la lechada o solución del proceso, utilizando filtros selectivos, en cuyo caso sólo puede determinarse un elemento con un cabezal medidor. Sería deseable
10 el empleo de detectores dispersores de energía pero es difícil con los actuales detectores semi-conductores refrigerados de nitrógeno líquido y por lo menos hasta ahora, estos últimos no han tenido éxito en las condiciones del proceso. Además, con frecuencia la resolución del detector con respecto al
15 nivel de energía es menor que las diferencias naturales de energía de rayos X entre los distintos elementos de la muestra en cuyo caso la interacción entre los elementos perturbaría la medición.

El objeto de la presente invención consiste en
20 eliminar los anteriores problemas y ofrecer un método y aparato con los cuales pueda realizarse este análisis con dispersión de la energía sumergiendo uno y el mismo cabezal medidor sólo una vez en la muestra a pesar del hecho de que ésta pueda contener elementos cuyas diferencias naturales
25 de energía de rayos X sean más pequeños que resolución del detector.

El método según la invención se caracteriza principalmente por cuanto se especifica en la reivindicación 1 anexa y las características de un aparato según la
30 invención se expone en la reivindicación 3.

30 APR



- 3 -

Por consiguiente, según la invención se emplea una serie de muestras de referencia adecuadamente seleccionadas colocadas en un cabezal medidor. Además, parte del cabezal medidor es móvil, de preferencia de modo que la parte que
5 contiene la serie de muestras de referencia pueda moverse en relación con el origen de las radiaciones de tal manera que la radiación primaria pueda dirigirse alternativamente a la muestra o a las muestras de referencia sucesivamente. Los impulsos o radiación secundaria, emitidos desde la muestra
10 o las muestras de referencia se analizan en forma conocida utilizando un analizador de altura de impulsos, pudiéndose calcular la composición química de la lechada o solución de las medidas de impulso de las distintas bandas de energía por solución del primer dígito, con respecto a las intensidades, del grupo
15 de ecuación lineal en un computador. Los coeficientes del grupo de la ecuación se obtienen de las medidas de las muestras de referencia, tomándose automáticamente las medidas bajo el control del computador. Generalmente la muestra de referencia contiene una combinación conocida adecuadamente seleccionada de elementos y las diversas muestras de referencia se
20 desvían entre sí con respecto a la calidad y/o cantidad de los elementos.

La invención se describe a continuación con más detalle en forma de ejemplo con referencia al dibujo anexo,
25 en el cual se representa un cabezal medidor según la invención, parcialmente en sección.

El detector de un aparato según la figura comprende un contador de proporcionalidad -1- con una fuente de radiación de isótopos -2- y su protector de radiaciones -3-
30 montado en la mirilla del contador. Este contador de

30 ABR



proporcionalidad ha sido montado a un cuerpo de soporte
-4-, al cual se han montado también preamplificadores y fuentes
de energía -5-, entradas eléctricas -6- y un motor gradual
-7-. Alrededor del cuerpo de soporte hay una cubierta -8-
5 accionada por el motor gradual y controlada por el
computador a la cual se ha montado una mirilla medidora
de plástico -9- y una serie de muestras de referencia -10-.
La cubierta, sostenida por los cojinetes -11-, puede girar
alrededor del cuerpo. El movimiento se transmite por medio
10 de un sistema de engranaje -12-.

El aparato funciona del modo siguiente. Cuando la
cubierta se halla en la posición de medida, la mirilla -9-
de la cubierta queda centrada con la fuente de radiaciones.
Con lo cual la radiación primaria excita a los átomos de
15 la lechada o líquido a medir que está en el exterior y la
radiación fluorescente transmitida por los átomos produce en el
contador -1- impulsos eléctricos que son recogidos por el
electrodo central y ampliados y conducidos después a la
unidad electrónica conectada al aparato y al computado, en
20 el cual los resultados de las medidas se registran en la memoria.
Después de esto, el ordenador facilita una señal al motor
gradual que mueve la muestra de referencia num. 1 a la posición
de medida y se miden los elementos de la referencia y se
registran en la memoria. El procedimiento prosigue midiendo
25 sucesivamente las muestras de referencia. El computador
calcula los coeficientes necesarios de los resultados
obtenidos de la medida de referencia. Al utilizarlos, las
intensidades de fluorescencia de los diversos elementos se
calculan de las intensidades de los impulsos de los canales de
30 las medidas de la muestra. El programa matriz de corrección



pasado al computador puede calcular ahora, con estas intensidades, la composición química de la lechada o solución:

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser llevada a la práctica en otras formas de realización que difieran sólo en detalle de la indicada únicamente a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse estos procedimientos y aparatos con los medios, componentes y accesorios más adecuados, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las siguientes reivindicaciones.

A todos los efectos pertinentes se hace constar con la presente solicitud de patente de invención que se invoca la prioridad de 30 de abril de 1.974 correspondiente a la patente finlandesa No. 1332/74.

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de Invención, haciendo constar que a los efectos pertinentes se invoca el Artículo 57 del Estatuto:

1.- Método para realizar un análisis químico de una muestra de líquido según el principio de fluorescencia de los rayos X, especialmente en la dispersión de energía en el caso en que la resolución del detector de radiación pueda ser inferior a las diferencias naturales de la energía de los rayos X entre los elementos presentes en la muestra, en cuyo caso la muestra se expone a una radiación primaria y se excita el espectro de fluorescencia de los rayos X con esta radiación o se miden partes del espectro con un detector por un método conocido per se con la precisión permitida por

mge



el detector, caracterizado porque además se miden las intensidades de una serie de muestras de referencia elegidas de un modo similar utilizando el detector y, sobre las bases de los valores de intensidad obtenidos, se formula un grupo de ecuación preferiblemente lineal del cual se calculan las intensidades de fluorescencia de las diversas sustancias.

2.- Método según la reivindicación 1, c a r a c t e r i z a d o porque las intensidades en las bandas de energía seleccionadas se miden utilizando un analizador de altura de impulsos per se.

3.- Aparato para realizar el método según la reivindicación 1, que comprende un cabezal medidor sumergible en la muestra, con una fuente de radiación (2) para producir la radiación primaria y un detector (1) para detectar la radiación de fluorescencia emitida desde el objetivo de la radiación primaria c a r a c t e r i z a d o porque el cabezal medidor ha sido montado con una serie de muestras de referencia (10) y los medios (7, 12) para cambiar la posición mutua entre la fuente de radiación y las muestras de referencia de modo que las muestras de referencia sean expuestas sucesivamente a la radiación primaria.

4.- Aparato según la reivindicación 3, c a r a c t e r i z a d o porque la fuente de radiación (2) ha sido montada a una parte central provista de protectores (3) y las muestras de referencia (10) se han montado en un aro que rodea dicha parte central, siendo dicho aro giratorio con relación a la parte central.

5.- Aparato según la reivindicación 4, c a r a c t e r i z a d o porque como mínimo en un punto del aro hay una

mCe

30 ABR 1955



- 7 -

mirilla medidora (9) a través de la cual puede medirse el espectro de fluorescencia de la muestra a analizar.

5 6.- Aparato según la reivindicación 4 ó 5 caracterizado porque el detector (1) está también situado en dicha parte central.

7.- Aparato según una de las reivindicaciones 4-6- caracterizado porque la parte del aro que contiene las muestras de referencia (10) gira por medio de un motor gradual (7).

10 8.- Aparato según una de las reivindicaciones 3-7 en el cual el cabezal medidor tiene la forma de tubo con una sección sustancialmente circular, caracterizado porque la parte de la cubierta (8) del tubo ha sido montada axialmente con los cojinetes (11) a una parte central
15 estacionaria y las muestras (10) se han colocado sustancialmente a la misma altura a intervalos entre sí en una parte de la cubierta del tubo.

20 9.- Aparato según una de las reivindicaciones 6-8 caracterizado porque los preamplificadores con su fuente de energía (5) conectada al detector (1) han sido montados también a la parte central no giratoria del cabezal medidor.

25 10.- Aparato según una de las reivindicaciones 3-9 caracterizado porque el cabezal medidor ha sido conectado a un computador o a cualquier otra unidad calculadora dígita.

11.--"METODO Y APARATO PARA ANALIZAR UNA MUESTRA LIQUIDA SEGUN EL PRINCIPIO DE FLUORESCENCIA DE DOS RAYOS X".

afc



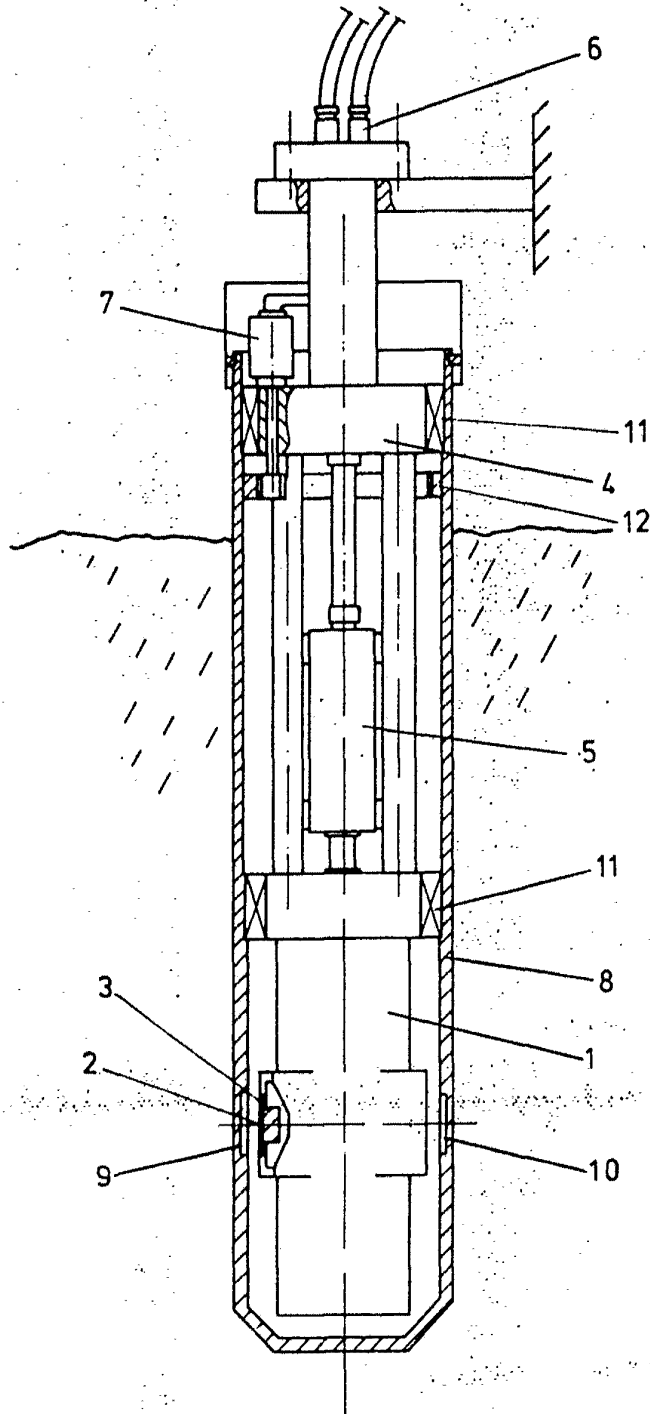
Consta la presente memoria descriptiva de ocho
hojas mecanografiadas y de una lámina de dibujos.

Barcelona para Madrid, a 30 de Abril de 1.975

OUTOKUMPU OY
p.a.

MANUEL DE RAFAEL
P. P.

ME jn



MADRID. a
P. a.

10 500 1974
[Handwritten signature]