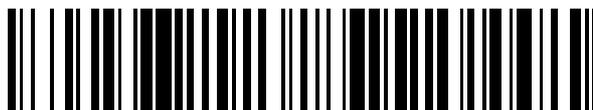


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 478 090**

51 Int. Cl.:

**H01J 35/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.06.2011 E 11169419 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.04.2014 EP 2533267**

54 Título: **Tubo de rayos X y analizador de fluorescencia de rayos X que utiliza radiación de excitación selectiva**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**18.07.2014**

73 Titular/es:

**OUTOTEC OYJ (100.0%)  
P.O. Box 86  
02201 Espoo , FI**

72 Inventor/es:

**SIPIÄ, HEIKKI**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 478 090 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Tubo de rayos X y analizador de fluorescencia de rayos X que utiliza radiación de excitación selectiva

**Campo técnico**

5 La presente invención versa en general sobre la tecnología de analizadores de fluorescencia de rayos X. La invención versa especialmente sobre la tarea de someter a la muestra a analizar a una radiación de excitación de un intervalo de energía seleccionado.

**Antecedentes de la invención**

10 El uso de un análisis de fluorescencia de rayos X para detectar y medir la presencia de metales preciosos como el oro y/o metales del grupo del platino, en una muestra requiere que la radiación de excitación sea suficientemente energética, porque dichos metales tienen sus picos característicos de fluorescencia de rayos X relativamente lejos en el eje de energía. En realidad, pasa lo mismo con todos los constituyentes de la muestra que tengan energía de fluorescencia de rayos X suficientemente elevadas, pero los metales preciosos tienen importancia particular porque la fluorescencia de rayos X es una técnica analítica importante que ha de usarse para clasificar menas a escala industrial.

15 Tradicionalmente, se usa un tubo de rayos X en un analizador de fluorescencia de rayos X para producir la radiación de excitación deseada. Se hace que los electrones emitidos desde un cátodo aceleren y hagan impacto en un ánodo. Cuando los electrones acelerados interactúan con los átomos del ánodo, se produce una radiación de rayos X de alta intensidad con energías características del material del ánodo. Además, se produce lo que se denomina radiación de frenado, que es radiación de rayos X con una distribución continua de energías. La radiación de frenado de energía más alta se produce a energías más altas que los picos característicos, correspondiendo la energía de corte de radiación de frenado a la tensión usada para acelerar los electrones (por ejemplo, un tubo de rayos X que use una tensión de aceleración de 60 kV puede producir fotones de radiación de frenado de energía no mayor que 60 keV). Para analizar elementos pesados como los metales preciosos mencionados más arriba mediante fluorescencia de rayos X, normalmente se necesita para la excitación la parte más energética de la radiación de frenado. Se conocen pocos materiales anódicos, o ninguno, que tengan energías características lo suficientemente elevadas que pudieran ser usadas como radiación de excitación y que evitasen el solapamiento con las energías características de los elementos que han de medirse.

20 En un análisis de fluorescencia de rayos X en el que se necesite una radiación de excitación muy energética, el extremo inferior de la radiación de frenado (y, en realidad, hasta los picos característicos del material anódico) es únicamente una molestia. Los fotones de la radiación de excitación son dispersados por el material de la muestra, y un número muy significativo de ellos se abre camino hasta el detector, creando un ruido de fondo de espectro continuo. Especialmente, la electrónica de procesamiento de señales acoplada a un detector de energía dispersiva es sobrecargada innecesariamente por la radiación dispersa de excitación que no lleva ninguna información significativa del material de la muestra.

35 En la Fig. 1 se ilustra esquemáticamente un analizador XRF de la técnica anterior. La configuración del analizador ilustrado usa un tubo de rayos X del tipo denominado de ventana lateral. Los electrones se desprenden de un cátodo 101 y son acelerados hacia un ánodo 102 con una alta tensión acoplada entre los electrodos. En consecuencia, se genera un haz de rayos X 103 que sale del tubo de rayos X a través de una ventana 104 en su lateral. Se necesita una unidad 105 de calentamiento para calentar el cátodo 101, y una unidad 106 de enfriamiento aleja por transferencia el calor generado en el ánodo 102 por aquella parte de la energía de los electrones acelerados que no salió del tubo de rayos X en forma de rayos X. Se coloca un filtro 107, al que convencionalmente se denomina filtro primario, en la trayectoria del haz de rayos X 103 para dar forma a su espectro de energía. El haz filtrado de la radiación 108 de excitación hace impacto en la muestra 109, cuya composición de elementos ha de analizarse. En consecuencia, se produce radiación fluorescente 110. Un detector 111 recibe parte de la radiación fluorescente 110 y produce una señal de medición, que se procesa adicionalmente en la electrónica 112 de procesamiento.

45 Suponiendo que el analizador esté construido para analizar elementos pesados en la muestra 109, el propósito principal del filtro primario 107 es absorber aquella parte del haz generado de rayos X 103 que es demasiado suave para ser usada como radiación de excitación o, más específicamente, los de los rayos X generados que se solaparían con los picos característicos del o de los materiales de la muestra a analizar. La Fig. 2 ilustra una comparación esquemática del haz generado originalmente de rayos X 103 y del haz filtrado de la radiación 108 de excitación. Primordialmente, la larga "cola" que en el diagrama superior representa el extremo suave de la radiación de frenado falta en el diagrama inferior. Sin embargo, también disminuye la intensidad total de los rayos X de energía máxima. Esta comparación subraya un importante inconveniente de las soluciones de la técnica anterior: eliminar por filtrado simplemente los rayos X más suaves también afectará inevitablemente a la intensidad de los rayos X deseados, más intensos. Para producir una intensidad suficientemente elevada de la radiación de excitación en la disposición de la Fig. 1, debe operarse el tubo de rayos X con potencia muy alta, lo que significa, por ejemplo, usar cantidades de energía relativamente grandes tanto en la unidad 105 de calentamiento como en la unidad 106 de enfriamiento.

La publicación JP 6 188092 A, de la técnica anterior, da a conocer una estructura de ánodo estratificado para garantizar un pozo pequeño en un dispositivo de rayos X de formación de imágenes. Otra publicación de la técnica anterior, el documento US 2008/084966 A1, da a conocer una estructura de ánodo estratificado en la que la radiación de frenado procedente de una primera capa crea una radiación característica en una segunda capa. Otra publicación de la técnica anterior, el documento US 2002/191747 A1, da a conocer una estructura de ánodo estratificado con capas de cobre y molibdeno. Otra publicación de la técnica anterior, el documento US 6 829 329 B1, da a conocer una geometría de ánodo de tipo sombrero, que debería reducir el fondo continuo causado por las partes internas del ánodo.

### **Sumario de la invención**

Según una realización ventajosa de la invención, se presentan un tubo de rayos X y un analizador de fluorescencia de rayos X en los que se puede producir con buena eficiencia un haz de radiación de excitación muy energética. Según otra realización ventajosa de la invención, se presentan un tubo de rayos X y un analizador de fluorescencia de rayos X en los que puede disminuirse la contribución de la radiación de excitación dispersa a la radiación detectada y analizada. Según otra realización ventajosa de la invención, se presentan un tubo de rayos X y un analizador de fluorescencia de rayos X que son aplicables al análisis industrial preciso de fluorescencia de rayos X de metales preciosos, por ejemplo, en la minería y en la industria de procesamiento de menas.

Se logran los objetivos de la presente invención usando soluciones estructurales que disminuyen la cantidad de radiación de frenado más suave que alcanza la muestra a analizar. Estas incluyen el uso de una capa delgada del material anódico pesado encima de un bloque de material atenuador más ligero, y un filtro primario configurado para atenuar el extremo más suave de la radiación de excitación hasta los picos característicos del material anódico. Es ventajoso disponer la dirección de propagación de los electrones acelerados, el haz de excitación y el haz de fluorescencia a ángulos esencialmente rectos entre sí para aprovechar los efectos de polarización. Un filtro secundario de rayos X de tipo paso bajo entre la muestra a analizar y el detector reduce adicionalmente la recepción no deseada de radiación de excitación dispersa en el detector. Otra solución estructura adicional es usar un detector de estado sólido a base de germanio, en el que la capa de detección de germanio es lo bastante delgada en la dirección de propagación de los rayos X fluorescentes como para dejar que la mayor parte de la radiación de excitación dispersa la atraviese.

Las características novedosas que son consideradas características de la invención son expuestas en particular en las reivindicaciones adjuntas. Sin embargo, la propia invención, tanto en cuanto a su construcción como a su procedimiento de operación, junto con los objetos y las ventajas adicionales de la misma, se entenderá mejor con la siguiente descripción de realizaciones específicas cuando sea leída en conexión con los dibujos adjuntos.

No ha de interpretarse que las realizaciones ejemplares de la invención presentadas en la presente solicitud de patente planteen limitaciones a la aplicabilidad de las reivindicaciones adjuntas. El verbo "comprender" es usado en la presente solicitud de patente como una limitación abierta que no excluye la existencia también de características no enumeradas. Las características enumeradas en las reivindicaciones dependientes son libremente combinables de forma mutua, a no ser que se afirme explícitamente otra cosa.

### **Breve descripción de los dibujos**

La Fig. 1 ilustra un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X de la técnica anterior, la Fig. 2 ilustra espectros de rayos X de excitación antes y después del filtro primario en el aparato de la Fig. 1, la Fig. 3 compara la emisión de fotones de radiación de frenado en dos casos, la Fig. 4 ilustra partes de un tubo de rayos X según una realización de la invención, la Fig. 5 ilustra partes de un tubo de rayos X según otra realización de la invención, la Fig. 6 ilustra una estructura alternativa de ánodo, y la Fig. 7 ilustra un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X según una realización de la invención.

### **Descripción detallada de la invención y sus realizaciones**

La Fig. 3 ilustra una comparación entre dos electrones que han sido acelerados con la misma tensión de aceleración y que hacen impacto en el mismo ánodo, cuya superficie receptora de electrones se ilustra como 301. El electrón 302 a la izquierda de la Fig. 3 pierde toda su energía cinética en un único evento de interacción con un átomo o un núcleo del material anódico. En consecuencia, se emite un único fotón de radiación de frenado, siendo la energía del fotón emitido esencialmente igual a la energía cinética que tenía el electrón 302 en el momento de hacer impacto en el ánodo. Este es el límite alto de energía del fotón emitido. En cambio, el electrón 303 a la derecha de la Fig. 3 interactúa varias veces con átomos del material anódico, emitiendo cada vez un fotón de radiación de frenado o eyectando un electrón del átomo. Sin embargo, dado únicamente la suma de las energías de estos fotones y electrones es igual a la energía cinética del electrón 303, cada fotón individual tiene necesariamente una energía significativamente menor. Estos fotones se convierten en constituyentes de la "cola" de los rayos X más suaves que es claramente visible, por ejemplo, en el espectro superior de la Fig. 2.

Sabiendo que el material anódico tiene cierta densidad espacial de electrones y que cada electrón tiene cierta sección transversal de interacción con los electrones acelerados incidentes, puede mostrarse que la probabilidad de que un electrón acelerado incidente alcance cierta profundidad 304 en el material anódico sin interactuar ni siquiera una vez con un átomo o un núcleo del material anódico es muy pequeña (menor cuanto más profunda se dibuje la profundidad 304 en el material anódico). Este mismo hecho puede expresarse con palabras diferentes, de modo que una mayoría significativa (la magnitud relativa de la cual se determina por la definición de la profundidad 304) de la radiación de frenado más energética procede de partes del ánodo que no son más profundas que la profundidad 304 desde la superficie 301 receptora de electrones. Simplificando solo un poco, podemos decir que toda la radiación de frenado intensa útil proviene de la capa de material anódico entre la superficie 301 receptora de electrones y la profundidad 304.

Como experimento teórico podríamos considerar qué ocurriría si el ánodo consistiese realmente en un papel metálico delgado, es decir, solo en la capa entre la superficie 301 receptora de electrones y la profundidad 304. Como primera consecuencia habría un número de electrones (aún muy energéticos) que emergerían desde detrás del ánodo (en la Fig. 3, hacia abajo desde la superficie ficticia a la profundidad 304). Los electrones energéticos en vuelo libre constituyen radiación beta, que, como tal, es ionizante y capaz de crear radiación de frenado de manera controlada deficientemente. Además, incluso una cantidad significativa de la radiación de frenado generada dentro del papel metálico del ánodo escaparía desde detrás del ánodo. Así, si solo se usado un papel metálico delgado como ánodo, habría que tener cuidado para evitar que los electrones energéticos y los fotones de radiación emitidos en su lado posterior causasen efectos no deseados.

Como segunda consecuencia, mantener el ánodo suficientemente frío podría plantear un problema. Solo aproximadamente un uno por ciento de la energía cinética de los electrones incidentes puede acabar utilizándose en forma de rayos X. El resto se convierte en calor, que hay que transportar lejos del papel metálico del ánodo. De hecho, se usan ánodos muy delgados, incluso de tipo papel metálico, en algunos tubos de rayos X de tipo ventana terminal, pero especialmente la gestión del calor requerido limita normalmente su posible potencia operativa a niveles relativamente modestos. Si se hace tal ánodo de papel metálico lo suficientemente grueso como para garantizar que no lo atravesase ningún electrón energético, no se logra selectividad alguna en el intervalo de energía de los rayos X creados, debido también a que tendrán lugar todas las interacciones del tipo mostrado a la derecha de la Fig. 3.

La generación de radiación de frenado depende del número atómico del material que es bombardeado con los electrones acelerados. Una forma aproximada de esta dependencia puede expresarse con la fórmula

$$N(E) = \frac{KZ(E_0 - E)}{E}, \quad (1)$$

en la que  $N(E)$  es el número de fotones de radiación de frenado de energía  $E$  creados por unidad de tiempo,  $K$  es lo que ha dado en llamarse constante de Kramers,  $Z$  es el número atómico del material que es bombardeado con los electrones acelerados y  $E_0$  es la energía cinética inicial de los electrones en el momento en que hacen impacto en el ánodo. Podemos definir un parámetro  $\Delta E$  para que, para el uso como radiación de excitación en un analizador de fluorescencia de rayos X que sea capaz de acelerar electrones hasta la energía máxima  $E_0$ , solo se desee la radiación de frenado más intensa, estando su energía  $E$  en el intervalo

$$E_0 - \Delta E < E \leq E_0. \quad (2)$$

Si el ánodo está fabricado de un bloque macizo de un material que tiene un número atómico  $Z_1$ , el número  $N_1$  de fotones de radiación de frenado a la energía no deseada máxima  $E_0 - \Delta E$  es

$$N_1(E_0 - \Delta E) = \frac{KZ_1\Delta E}{\Delta E} = KZ_1. \quad (3)$$

Sin embargo, si el ánodo estuviese fabricado de un bloque macizo de un material que tiene un número atómico  $Z_2$  que sea, digamos, la tercera parte del número atómico  $Z_1$ , el número  $N_2$  de fotones de radiación de frenado a la energía no deseada máxima  $E_0 - \Delta E$  sería

$$N_2(E_0 - \Delta E) = \frac{KZ_2\Delta E}{\Delta E} = KZ_2 = K\frac{Z_1}{3} = \frac{N_1}{3}; \quad (4)$$

en otras palabras, solo la tercera parte del número  $N_1$  de fotones de radiación de frenado con el material anódico más pesado. La misma expresión es válida para todas las energías de los fotones de radiación de frenado no deseados menores que  $E_0 - \Delta E$ .

La expresión aproximada de la Fórmula (1) predice que con un valor decreciente de la energía  $E$ , el número de los fotones de radiación de frenado aumenta monótonamente. Esta no es una contradicción grave con los espectros de energía observados de este tipo vistos, por ejemplo, en la Fig. 2, porque, en primer lugar, la expresión aproximada no es válida para energías que sean mucho menores que  $E_0$ . En segundo lugar, la declinación hacia la derecha en la curva de intensidad está causada por el hecho de que cuanto energético es un fotón de radiación de frenado, más fácilmente se atenúa en el medio que debe atravesar antes de hacerse observable.

La observación de que la intensidad en la que un material anódico produce fotones de radiación de frenado es proporcional a su número atómico puede combinarse con la observación anterior según la cual toda la radiación de frenado intensa útil proviene de la capa de material anódico entre la superficie receptora de electrones y cierta profundidad relativamente pequeña. En consecuencia, si se fabrica un ánodo que comprenda al menos dos materiales diferentes, cubriendo una capa de material más pesado un material más ligero sobre la superficie receptora de electrones, puede lograrse un grado significativo de selectividad en el intervalo de energía de los rayos X creados. Ya se logra una reducción útil en la intensidad de la radiación de frenado más suave creada (no deseada) con la triple diferencia en  $Z$  ilustrada en el ejemplo anterior, pero el efecto se vuelve más significativo a medida que la diferencia en  $Z$  se vuelve mayor.

La Fig. 4 ilustra partes de un tubo de rayos X según una realización de la invención. El tubo de rayos X comprende un cátodo, que actúa como fuente de electrones, aunque no se muestra por separado en la Fig. 4. Además, el tubo de rayos X comprende un ánodo 401 con una superficie 402 receptora de electrones. En la representación esquemática de la Fig. 4, la superficie receptora de electrones es la superficie del ánodo que está orientada oblicuamente hacia arriba. Suponemos que el cátodo está situado en la parte superior no mostrada del tubo de rayos X, de modo que las líneas de campo que representan el campo eléctrico acelerador de electrones entre el ánodo y el cátodo son esencialmente verticales. El tubo de rayos X puede comprender una o más lentes electrostáticas que dan forma al campo eléctrico entre el cátodo y el ánodo y, en consecuencia, guían a los electrones acelerados en su recorrido hacia el ánodo 401. Las flechas que apuntan directamente hacia abajo representan el movimiento de los electrones acelerados.

El tubo de rayos X que se ilustra esquemáticamente en la Fig. 4 es del tipo de ventana lateral. Comprende una ventana 403 orientada hacia la superficie 402 receptora de electrones del ánodo 401. El hecho de que la ventana 403 esté orientada hacia la superficie 402 receptora de electrones debería interpretarse en el sentido de que al menos algunos de los rayos X generados en la superficie misma del ánodo 401, en la que hacen impacto los electrones, tienen una trayectoria de propagación directa hacia la ventana 403, y desde la misma, sin tener que pasar por partes estructurales tales como el resto del ánodo. Las flechas que apuntan hacia la derecha en la Fig. 4 representan las trayectorias de propagación de los rayos X generados.

En la superficie 402 receptora de electrones del ánodo 401 hay una capa 404 de material anódico. Aunque grosor de la capa 404 pueda ser muy pequeño en comparación con la masa y las dimensiones del ánodo 401 en su conjunto, aquí, la expresión "material anódico" se usa para describir a la capa 404; en esta capa se generará la radiación de frenado, que debería constituir la radiación de excitación deseada, para cuya producción se usará el tubo de rayos X. Más profundo en el ánodo 401 que la capa 404 de material anódico —significando "más profundo" más lejos en la dirección de llegada de los electrones—, el ánodo 401 comprende un bloque 405 de material atenuador. El número atómico del material atenuador es menor que una tercera parte del número atómico del material anódico. En otras palabras, el bloque 405 está fabricado de un material más ligero que la capa 404.

Es importante hacer notar que en esta descripción la expresión "material atenuador" no se refiere a la capacidad de dicho material para atenuar los rayos X, sino a su capacidad de ralentizar electrones con suavidad (es decir, no tan abruptamente como los materiales más pesados) para que solo se genere relativamente poca radiación de frenado. Podemos considerar los papeles de los dos materiales con referencia también a la Fig.3.

De los electrones acelerados que hacen impacto en la superficie 402 receptora de electrones del ánodo 401, algunos pierden toda su energía cinética en una sola interacción con un átomo o un núcleo del material anódico (es decir, con un átomo o un núcleo que forma parte de la capa 404), como el electrón 302 de la Fig. 3. Otros prosiguen a través de la capa 404 al interior del bloque 405 de material atenuador. Si la capa 404 es sumamente delgada, puede haber un número significativo de electrones que no interactúen en absoluto en la capa 404 y, en consecuencia, que sigan manteniendo su plena energía cinética cuando entren en el bloque 405. Por otro lado, si la capa 404 es muy gruesa, su poder de detención puede hacerse tan grande que casi todos los electrones pierdan su energía cinética ya en el material anódico, experimentando incluso varias interacciones, antes de que pudieran proseguir desde la capa 404 de material anódico al interior del bloque 405 de material atenuador. En algún punto entre estos extremos hay un grosor óptimo de la capa 404, de modo que se genere en ella una mayoría significativa de la radiación de frenado intensa deseada, pero la mayor parte de aquellos electrones que no pierdan una gran mayor parte de su energía cinética ya en una interacción dejan el material anódico y prosiguen al material atenuador debajo de él.

Para concretar los grosores de la placa, podemos considerar la tarea de analizar el contenido de oro de una muestra. El oro presenta tres líneas K-alfa publicadas, con energías que oscilan entre aproximadamente 68,8 keV y

aproximadamente 66,4 keV. La energía de excitación usada para el análisis de fluorescencia de rayos X del oro debe ser superior al borde de absorción del oro, que es de aproximadamente 80,7 keV. No hay ningún material anódico que tuviera líneas características útiles tan altas, por lo que, como energía de excitación, debe usarse la radiación de frenado intensa. Si la tensión de aceleración del tubo de rayos X es 110 kV, los electrones que hacen impacto en el ánodo tendrán la energía inicial de 110 keV. Si el material anódico es wolframio, los electrones han perdido una media de 30 keV de su energía tras penetrar 8 micrómetros en el ánodo. En otras palabras, a más profundidad de 8 micrómetros en el material anódico, solo se encontrarán electrones con energías inferiores a 80 keV. Estos no pueden generar una radiación de frenado que fuera lo suficientemente intensa como para excitar las líneas K-alfa del oro, de modo que solo darán origen a una radiación más suave inútil que solo sobrecargaría el sistema de detección.

Con los valores numéricos ejemplares y los materiales mencionados más arriba, podemos así deducir que una buena selección para el grosor de la capa 404 sería de 8 micrómetros de wolframio. Para detener electrones de 80 keV, se necesitan al menos 55 micrómetros de berilio. Naturalmente, el bloque de berilio puede hacerse más grueso, si ello es necesario, por ejemplo, para facilitar un enfriamiento más efectivo del ánodo o para hacer al ánodo estructuralmente más fuerte. Además, o alternativamente, el ánodo puede comprender otras capas y estructuras fabricadas de otros materiales debajo del bloque de material atenuador, si son ventajosas, por ejemplo, para disponer un enfriamiento efectivo o para hacer el ánodo suficientemente resistente estructuralmente.

Comparando con la Fig. 3, podemos suponer que la línea límite entre el material anódico y el material atenuador se encuentra a una profundidad 304. Dado que el número atómico del material atenuador es menos de una tercera parte del número atómico del material anódico, ello dará origen a menos de la tercera parte de la radiación de frenado más suave que se crearía si todo el ánodo estuviera fabricado del material anódico.

Como ejemplo podemos considerar que el material anódico sea molibdeno (con su número atómico  $Z=42$ ) y el material atenuador es aluminio ( $Z=13$ ). Como ejemplo adicional, podemos considerar el uso de erbio ( $Z=68$ ) como material anódico, y aluminio ( $Z=13$ ) como material atenuador, en cuyo caso el número atómico del material atenuador es menor que un quinto del del material anódico. Aún puede lograrse una reducción más ventajosa de la radiación de frenado más suave seleccionando un material aún más ligero, tal como carbono ( $Z=6$ ) o berilio ( $Z=4$ ), como material atenuador. Con berilio como material atenuador, es fácil alcanzar una situación en la que el número atómico del material atenuador es inferior a una décima parte del número atómico del material anódico. Ya se cumple este criterio usando molibdeno como material anódico, pero se logra una relación muy ventajosa de números atómicos combinando berilio ( $Z=4$ ) como material atenuador con wolframio ( $Z=74$ ) como material anódico, en cuyo caso la radiación de frenado más suave se reducirá en un factor de 18,5 en comparación con la radiación de frenado que causaría un ánodo macizo de wolframio. Se cree que pueden lograrse ventajas significativas con una solución según la invención si el número atómico del material anódico es mayor o igual que 42 (que es el número atómico del molibdeno).

Como regla general, podemos suponer que el grosor de la capa de material anódico en la dirección de propagación de los electrones desde el cátodo hasta el ánodo es lo bastante grande como para ralentizar los electrones hasta la energía que iguala el borde de absorción del elemento a analizar en la muestra. En aplicaciones típicas, el grosor de la capa de material anódico está entre 4 y 8 micrómetros, y el grosor del bloque de material atenuador es mayor que 50 micrómetros. Si se usan otras estructuras en el ánodo detrás del bloque de material atenuador, el grosor del bloque de material atenuador está normalmente entre 50 y 100 micrómetros.

El grosor combinado de la capa de material anódico y del bloque de material atenuador en la dirección de propagación de los electrones desde el cátodo hasta el ánodo debería ser mayor que la profundidad de penetración máxima en la pila combinada de dicha capa de material anódico y dicho bloque de material atenuador a la tensión de aceleración nominal del tubo de rayos X. En otras palabras, con el suficiente grosor del bloque de material atenuador, debería verificarse que todos los electrones se detienen en el ánodo para evitar radiación beta, potencialmente dañina, al otro lado del ánodo.

El hecho de que se genere menos radiación de frenado en el material atenuador más ligero no cambia el hecho fundamental de que toda la energía cinética de todos los electrones acelerados debe ser alejada por irradiación o bien absorbida finalmente en el ánodo en forma de calor. Usar un tubo de rayos X según una realización de la invención a escala industrial, por ejemplo para analizar menas en una mina o en una instalación de tratamiento de menas, normalmente exige operar el tubo de rayos X con una potencia relativamente elevada. A su vez, esto significa que debe disponerse el enfriamiento del ánodo, por ejemplo, construyendo una circulación de agua en el ánodo. También puede usarse un ánodo giratorio para evitar generar continuamente calor en un único punto muy concentrado en el ánodo. Como tales, hace mucho tiempo que se conocen el enfriamiento del ánodo y la rotación del ánodo en tubos de rayos X, por lo que no es preciso explicarlos adicionalmente aquí. Puede combinarse cualquier forma de enfriamiento de ánodo y/o de movimiento de ánodo con las características estructurales típicas de realizaciones de la presente invención.

La invención no está limitada a tubos de rayos X del tipo ventana lateral. La Fig. 5 ilustra esquemáticamente un tubo de rayos X de tipo ventana terminal, que comprende un cátodo (no mostrado por separado), por ejemplo en la forma

de un conductor con forma de anillo situado de forma cilíndricamente simétrica en torno al eje central del tubo de rayos X. El tubo de rayos X también comprende un ánodo 501, con una superficie 502 receptora de electrones que en la Fig. 5 está hacia abajo. De nuevo, decir que la ventana está orientada hacia la superficie receptora de electrones significa que al menos algunos de los rayos X generados inmediatamente en la superficie receptora de electrones tienen una trayectoria de propagación directa y sin obstáculos hacia la ventana 503 y fuera de la misma. Las líneas de campo eléctrico entre el cátodo y el ánodo están curvadas y, en consecuencia, también siguen trayectorias curvadas los electrones acelerados, según se ilustra mediante las flechas curvadas en la Fig. 5.

Sobre la superficie 502 receptora de electrones del ánodo 501 hay una capa 504 de material anódico. A mayor profundidad en el ánodo 501 que dicha capa 502 de material anódico, considerada en la dirección de llegada de los electrones (hacia arriba), el ánodo 501 comprende un bloque 505 de material atenuador. Exactamente como en las realizaciones descritas anteriormente con referencia a la Fig. 4, el número atómico del material atenuador es inferior a un tercio del número atómico del material anódico. El número atómico del material atenuador puede ser menor que un quinto, o menos que un décimo, o incluso (como en el caso de una capa de wolframio sobre berilio) menor que un 1/18 del número atómico del material anódico.

No es preciso que la capa de material anódico cubra toda la superficie receptora de electrones del ánodo; tampoco es preciso que el ánodo esté constituido únicamente de la capa de material anódico y el bloque de material atenuador. Como ejemplo, la Fig. 6 ilustra esquemáticamente un ánodo 601 cuya superficie receptora de electrones es su superficie superior. Una capa 604 de material anódico cubre únicamente parte de la superficie receptora de electrones. A mayor profundidad en el ánodo que la capa de material anódico, y también en zonas alrededor de la capa de material anódico, el ánodo comprende un bloque 605 de material atenuador, con su número atómico menor que un tercio del número atómico del material anódico. En este caso, el bloque 605 de material atenuador reside en un soporte 606 en forma de copa fabricado de algún otro material. El soporte también podría tener forma de plato y estar situado completamente por debajo del bloque 605 de material atenuador, o podría tener cualquier otra forma que se descubriera que es adecuada para soportar el ánodo. Hacer que solo una parte de la superficie receptora de electrones esté cubierta con una capa de material anódico puede ser una buena solución, por ejemplo, en casos en los que una parte mayor de la superficie anódica recibe realmente electrones acelerados, pero solo de una parte menor de ella hay una trayectoria de propagación directa y sin obstáculos hacia la ventana y fuera de la misma, y más allá, a la trayectoria óptica del haz de rayos X usado para la excitación. Los principios ilustrados esquemáticamente en la Fig. 6 y/o explicados más arriba pueden ser aplicados fácilmente en todo tipo de tubos de rayos X según realizaciones de la invención.

Una estructura anódica con tres capas o más, como, por ejemplo, la ilustrada en la Fig. 6, puede resultar muy ventajosa, porque permite seleccionar los materiales para las diferentes partes del ánodo según sus propiedades específicas y sus tareas en el ánodo. El propio material anódico (la capa 604 en la Fig. 6) debería ser seleccionado lo suficientemente pesado como para que cree la radiación de frenado intensa deseada. El material atenuador que lo sigue (el bloque 605 en la Fig. 6) debería tener un número atómico tan pequeño como sea posible, para lograr la mayor reducción posible en la generación de radiación de frenado más suave no deseada. Sin embargo, tal material muy ligero puede tener otras características desventajosas, como una conductividad térmica inferior a la óptima, precio elevado, resistencia estructural insuficiente o —como en el caso del berilio— toxicidad. Para detener a los electrones que atraviesan la capa de material anódico, puede bastar con tener un bloque de material atenuador con un grosor de solo algunas decenas de micrómetros. La o las capas y la o las estructuras restantes del ánodo pueden estar fabricadas de materiales que tengan la suficiente resistencia estructural, conductividad térmica y otras características ventajosas que son necesarias. Una manera ejemplar de construir un ánodo podría ser usar un cuerpo de cobre o aluminio en el que haya formados canales de enfriamiento; soldar a baja o alta temperatura, o unir de otra forma, una capa de berilio de 50 - 100 micrómetros de grosor sobre una superficie plana de dicho cuerpo; y cubrir al menos parte de la superficie de berilio con un papel metálico de wolframio de 4 - 8 micrómetros de grosor.

La Fig. 7 ilustra esquemáticamente un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X según una realización de la invención. Como fuente de rayos X de excitación, comprende un tubo 700 de rayos X según una realización de la invención, es decir, dotado de un ánodo 702 en el que una capa de material anódico es seguida por un bloque de material atenuador, siendo el número atómico de dicho material atenuador menor que un tercio del número atómico del material anódico. Además, el dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X ilustrado en la Fig. 7 comprende un detector 710 de radiación fluorescente. En lo que sigue se describen con más detalle diversos aspectos del dispositivo y ciertas características opcionales ventajosas.

En general, es ventajoso que el dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X comprenda un bastidor de soporte para mantener una relación espacial conocida entre el tubo de rayos X y una muestra a analizar, y entre la muestra y el detector. La relación espacial conocida permite tener en cuenta factores tal como la divergencia de la radiación en diversas direcciones y el ángulo espacial cubierto por la diana y el detector, para que puedan aplicarse las correlaciones apropiadas de cálculo al procesar los resultados de las mediciones. En la Fig. 7 el bastidor de soporte está ilustrado esquemáticamente con el indicador de referencia 713. También se ilustra una pared separadora 714, que tiene el propósito de impedir que cualquier radiación de excitación se propague hacia el detector 710.

Para reducir adicionalmente la probabilidad de que los rayos X de excitación hagan impacto en el detector, resulta ventajoso (aunque no obligatorio) disponer las posiciones, las direcciones y las relaciones espaciales del tubo de rayos X, la muestra y el detector de modo que se pueda utilizar la manera natural en la que la polarización de los rayos X depende de factores direccionales en un analizador de fluorescencia de rayos X. La dirección de propagación del haz de excitación, es decir, la dirección del haz 703 fuera del tubo 700 de rayos X y hacia la muestra 109 a analizar, mantiene un ángulo esencialmente recto con respecto a la dirección de propagación de los electrones acelerados dentro del tubo 700 de rayos X. El aparato de la Fig. 7 tiene un tubo de rayos X de tipo ventana lateral, en el que la dirección de propagación de los electrones acelerados dentro del tubo de rayos X es la misma que la dirección lineal central desde el cátodo 101 hasta el ánodo 702. El haz de excitación filtrado es mostrado por separado en la Fig. 7 con el indicador de referencia 708, pero su dirección de propagación es la misma que la del haz 703 de excitación antes del filtrado.

La dirección de propagación del haz de fluorescencia desde la muestra 109 hasta el detector 710 de radiación fluorescente mantiene un ángulo esencialmente recto con respecto a dicha dirección de propagación del haz de excitación. La radiación fluorescente emerge de la muestra en todas las direcciones libres, y en algunos casos la trayectoria de la radiación fluorescente puede implicar filtros difrangentos que cambian la dirección de la radiación fluorescente. Resulta ventajoso definir la dirección de propagación del haz de fluorescencia desde la muestra al detector, mencionada más arriba, como la dirección inicial de un rayo que se origine en el centro de la zona de muestra iluminada con el haz de excitación y que, tras atravesar la trayectoria de la radiación fluorescente, haga impacto en el punto central del detector 710.

Cuando se hayan seleccionado las direcciones de la manera explicada más arriba, habrá cierta distribución en polarizaciones en el haz de excitación, con una intensidad máxima a cierta polarización "más favorable". Se produce una dispersión de la radiación de excitación desde la muestra, de modo que la radiación con dicha polarización más favorable tiene un mínimo de intensidad dispersa en la dirección de propagación del haz de fluorescencia. Así, simplemente seleccionando las direcciones del haz de la manera apropiada, puede disminuirse la cantidad de radiación de excitación dispersa que hace impacto en el detector.

Aunque no es obligatorio, también resulta ventajoso hacer que el dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X comprenda un filtro primario 707 en la trayectoria de propagación del haz de excitación entre el tubo 700 de rayos X y la muestra 109. El filtro primario 707 está configurado esencialmente para absorber picos de rayos X característicos del material anódico del tubo de rayos X. Por ejemplo, si el material anódico es wolframio, resulta ventajoso que el filtro primario 707 comprenda gadolinio. Para otros materiales anódicos, pueden encontrarse materiales correspondientemente coincidentes para el filtro primario 707 comparando las características de atenuación de los rayos X de los posibles materiales de filtro con las energías de los picos característicos de los materiales anódicos. El uso de efectos de polarización ha sido explicado exhaustivamente en la patente estadounidense número US 6.049.589, del mismo inventor.

Para reducir adicionalmente la cantidad de radiación de excitación que acabaría haciendo impacto en el detector, resulta ventajoso —pero no obligatorio— hacer que el dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X comprenda un filtro secundario 712 de rayos X de tipo paso bajo entre la muestra 109 a analizar y el detector 710. De manera análoga al caso del filtro primario específico para el material del ánodo, es posible optimizar la composición de materiales del filtro secundario 712 para un material o materiales particulares que han de analizarse en la muestra, así como para energías particulares de la radiación de excitación. Por ejemplo, para analizar oro en la muestra con radiación de excitación procedente de un ánodo de wolframio, podrían seleccionarse plomo y/o bismuto como materiales del filtro secundario 712. También es posible implementar un filtro de rayos X de tipo paso bajo para que el mecanismo de filtrado no sea la atenuación, sino la difracción, debido a que los ángulos de refracción de los rayos X dependen de la energía de los rayos X.

Como otra característica opcional adicional que puede usarse para reducir el efecto de sobrecarga de la radiación de excitación dispersa en la electrónica 711 de procesamiento, puede usarse como detector 710 del dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X un detector de germanio lo suficientemente delgado. De esta forma, parte de la radiación de excitación energética que, pese a todas las contramedidas, alcance el detector atravesará la capa del detector sin dar origen a ruido de fondo en los intervalos de energía significativos. Hacer el detector de germanio suficientemente delgado significa que el detector tiene una capa de detección fabricada de germanio, y que una dimensión de la capa del detector en la dirección de propagación de los rayos X fluorescentes desde la muestra que ha analizarse es menor que el grosor de germanio necesario para absorber alguna cantidad predeterminada, como el 50%, de los rayos X a las energías del haz de excitación. Esta definición depende, naturalmente, de la tensión de aceleración usada en el tubo de rayos X, que determina la energía máxima del haz de excitación. Además, la definición de una capa de detector suficientemente delgada depende del grosor de la capa de material anódico y del tipo de los filtros primario y secundario (si los hay) que estén en uso, todo lo cual tiene un efecto tanto sobre la cantidad como en el espectro de energía de la radiación de excitación que alcanza el detector.

Las realizaciones ejemplares que se han descrito más arriba no son limitantes. Por ejemplo, aunque el concepto de un bastidor de soporte ha sido presentado en singular y en la Fig. 7 se representa esquemáticamente un solo bastidor de soporte, es posible, naturalmente, que las estructuras usadas para mantener una relación espacial

5 conocida entre el tubo de rayos X y una muestra a analizar, y entre dicha muestra a analizar y el detector, consistan en varias entidades mecánicas diferentes. No es preciso que las relaciones espaciales conocidas sean fijas; de hecho, en muchos casos es ventajoso que exista la posibilidad de mover el tubo de rayos X y/o el detector con respecto a la muestra, lo que aumenta la flexibilidad en la disposición de la medición. Pueden usarse accesorios regulables para implementar la movilidad, o las partes de soporte para al menos uno del tubo de rayos X, la muestra y el detector pueden estar equipadas con accionadores para su movimiento y control automáticos. Los cambios en las relaciones espaciales pueden ser introducidos manualmente mediante teclado en la electrónica de procesamiento, o puede haber sensores que detecten automáticamente las relaciones espaciales y que, en consecuencia, proporcionen a la electrónica de procesamiento la información apropiada.

10 Otra posible modificación concierne al número de ánodos, tubos de rayos X, filtros y detectores que pueden usarse en el dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X. Por ejemplo, la fluorescencia inducida por la radiación de excitación de un solo tubo de rayos X puede ser detectada con dos o más detectores, o un tubo de rayos X puede tener un ánodo giratorio en la superficie receptora de electrones, de la cual hay tramos de dos o más materiales anódicos, para que el espectro de energía del haz de excitación varíe a medida que gira el ánodo. Puede usarse  
15 más de un filtro tanto en el lado primario como en el secundario, y también puede aplicarse a los filtros una rotación automática u otro tipo de cambio.

Una ventaja que puede lograrse con la invención es una mejor selectividad natural en la generación de la radiación de excitación. Dado que se necesitan menos filtrado y otras medidas tales que causan inevitablemente la atenuación también de las energías deseadas de la radiación de excitación, puede producirse la misma cantidad de radiación de  
20 excitación útil con menos energía usada para operar el tubo de rayos X. O, alternativamente, con una cantidad dada de energía para operar un tubo de rayos X, puede producirse una cantidad de radiación de excitación útil mayor que en dispositivos analizadores de la técnica anterior. La cantidad reducida de radiación de fondo que llega al detector y queda registrada también significa que puede hacerse que los análisis de muestras por fluorescencia de rayos X sean más precisos y/o que se necesita menos potencia de procesamiento de señales para operar el analizador que  
25 en soluciones de la técnica anterior.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X que comprende un tubo de rayos X y un detector de radiación fluorescente, de los cuales el tubo de rayos X comprende un cátodo, un ánodo con una superficie (402) receptora de electrones y una ventana (403) que está orientada hacia la superficie del ánodo receptora de electrones;
- 10 **caracterizado porque** el ánodo del tubo de rayos X comprende:
- sobre la superficie del ánodo receptora de electrones, una capa (104) de material anódico, y
  - con más profundidad en el ánodo que dicha capa de material anódico, en la dirección de llegada de los electrones, un bloque de material atenuador (405) para ralentizar los electrones y que únicamente se genere una pequeña radiación de frenado;
- en el que el número atómico de dicho material atenuador es menor que la tercera parte del número atómico del material anódico.
- 15 2. Un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X según la reivindicación 1 en el que:
- el dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X comprende un bastidor de soporte para mantener una relación espacial conocida entre el tubo de rayos X y una muestra a analizar y entre dicha muestra a analizar y el detector,
  - una dirección de propagación del haz de excitación fuera del tubo de rayos X y hacia dicha muestra a analizar mantiene un ángulo esencialmente recto con respecto a la dirección de propagación de los electrones acelerados dentro del tubo de rayos X, y
  - una dirección de propagación del haz de excitación desde dicha muestra a dicho detector de radiación fluorescente mantiene un ángulo esencialmente recto con respecto a dicha dirección de propagación del haz de excitación.
- 20 3. Un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2 que comprende un filtro primario entre el tubo de rayos X y la muestra, estando configurado dicho filtro primario esencialmente para absorber picos característicos de rayos X del material anódico del tubo de rayos X.
- 25 4. Un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X según la reivindicación 3 en el que el material anódico del tubo de rayos X es wolframio y el filtro primario comprende gadolinio.
5. Un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 que comprende un filtro secundario de rayos X de tipo paso bajo entre la muestra a analizar y dicho detector.
- 30 6. Un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en el que dicho detector tiene una capa de detección fabricada de germanio, y una dimensión de la capa de detección en la dirección de propagación de los rayos X fluorescentes desde la muestra a analizar es menor que el grosor del germanio necesario para absorber el 50% de los rayos X a las energías del haz de excitación.
- 35 7. El uso de un tubo de rayos X para la generación de rayos X en un dispositivo analizador de fluorescencia de rayos X, tubo de rayos X que comprende:
- un cátodo,
  - un ánodo con una superficie receptora de electrones,
  - una ventana que está orientada hacia la superficie del ánodo receptora de electrones,
  - sobre la superficie del ánodo receptora de electrones, una capa de material anódico, y
  - con más profundidad en el ánodo que dicha capa de material anódico, en la dirección de llegada de los electrones, un bloque de material atenuador;
- 40 en el que el número atómico de dicho material atenuador es menor que la tercera parte del número atómico del material anódico.

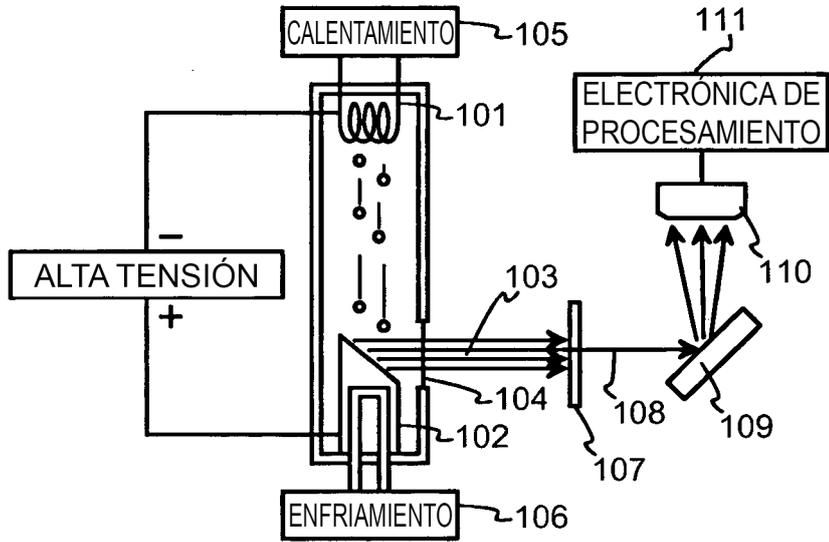


Fig. 1  
TÉCNICA ANTERIOR

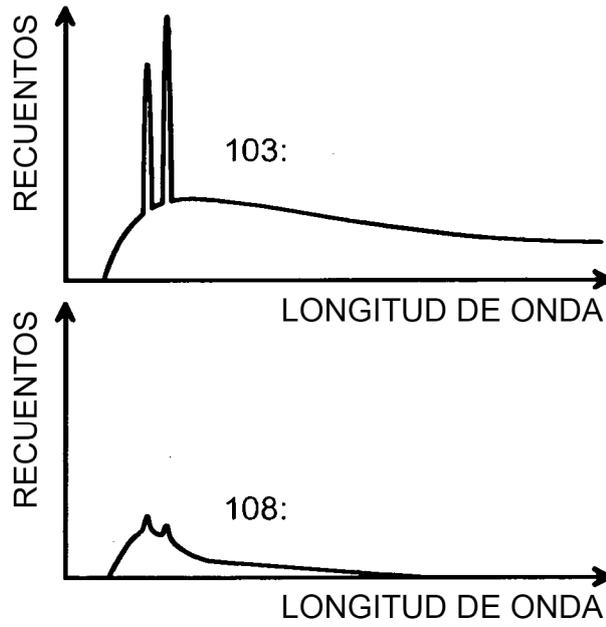


Fig. 2  
TÉCNICA ANTERIOR

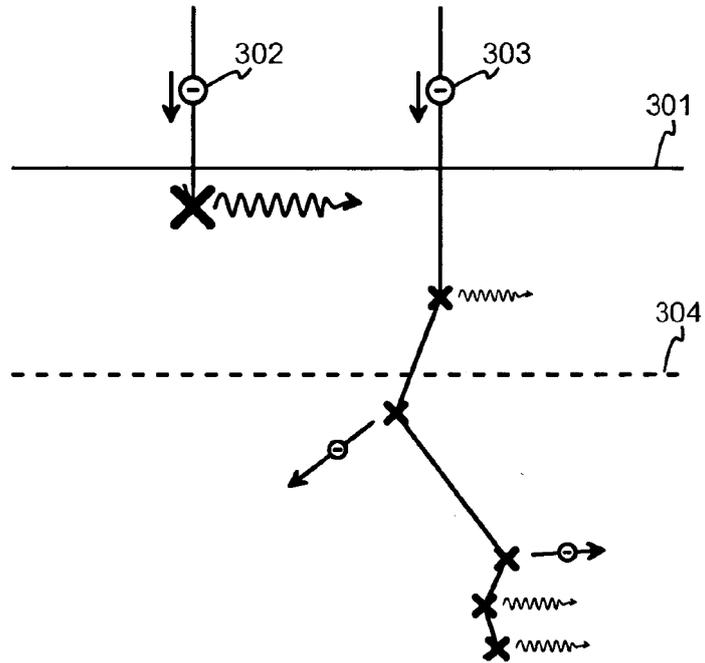


Fig. 3

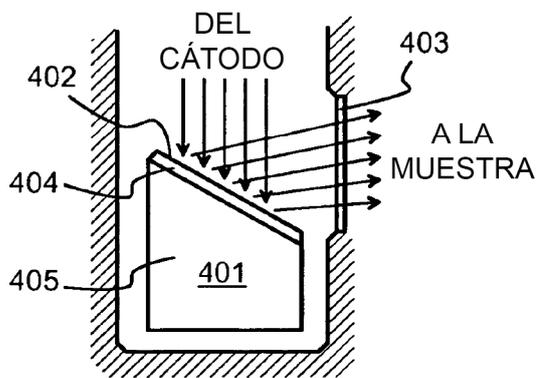


Fig. 4

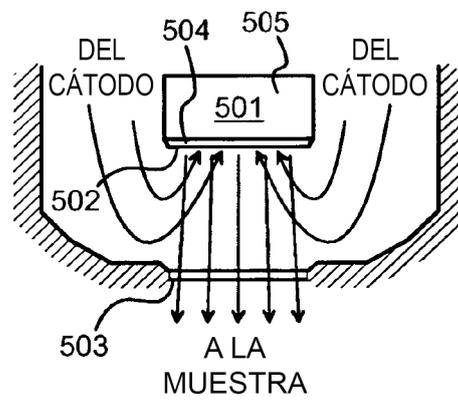


Fig. 5

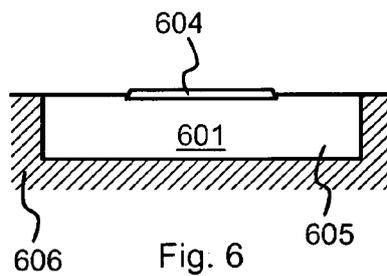


Fig. 6

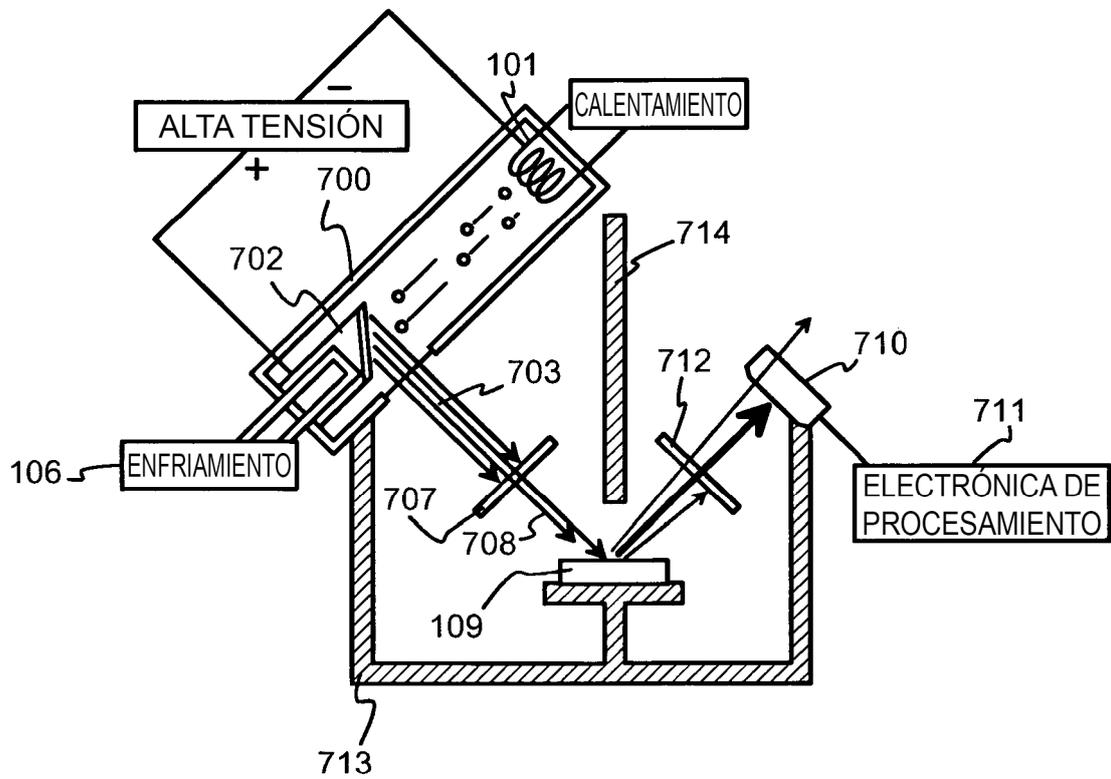


Fig. 7