

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
07 de diciembre de 2017 (07.12.2017) WIPO | PCT

(10) Número de publicación internacional
WO 2017/207848 A1

(51) Clasificación internacional de patentes:
C23C 14/35 (2006.01) H01J 37/34 (2006.01)
G21K 5/00 (2006.01)

[ES/ES]; Pabellon de Brasil, Pº de las Delicias, s/n, 41013 Sevilla (ES).

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/ES2017/070369

(72) Inventores: **FORTIO GODINHO, Vanda Cristina**; INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE SEVILLA (ICMS), Avda. Americo vespucio, s/n, Isla De La Cartuja, 41092 Sevilla (ES). **CABALLERO-HERNANDEZ, Jaime**; INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE SEVILLA (ICMS), Avda. Americo vespucio, s/n, Isla De La Cartuja, 41092 Sevilla (ES). **FERNANDEZ CAMACHO, Asunción**; INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE SEVILLA (ICMS), Avda. Americo vespucio, s/n, Isla De La Cartuja, 41092 Sevilla (ES). **FERRER FERNANDEZ, Francisco Javier**; UNIVERSIDAD DE SEVILLA, Pabellon de Brasil, Pº de las Delicias, s/n, 41013 Sevilla (ES). **GOMEZ CAMACHO, Joaquin**; UNIVERSIDAD DE SEVILLA, Pabellon de Brasil, Pº de las Delicias, s/n, 41013 Sevilla (ES). **FERNANDEZ MARTÍNEZ, Be-**

(22) Fecha de presentación internacional:
30 de mayo de 2017 (30.05.2017)

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(30) Datos relativos a la prioridad:
P 201630711 31 de mayo de 2016 (31.05.2016) ES

(71) Solicitantes: **CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS (CSIC)** [ES/ES]; C/ Serrano, 117, 28006 Madrid (ES). **UNIVERSIDAD DE SEVILLA**

(54) Title: SOLID TARGET OF NOBLE GASES FOR NUCLEAR REACTIONS

(54) Título: BLANCO SÓLIDO DE GASES NOBLES PARA REACCIONES NUCLEARES

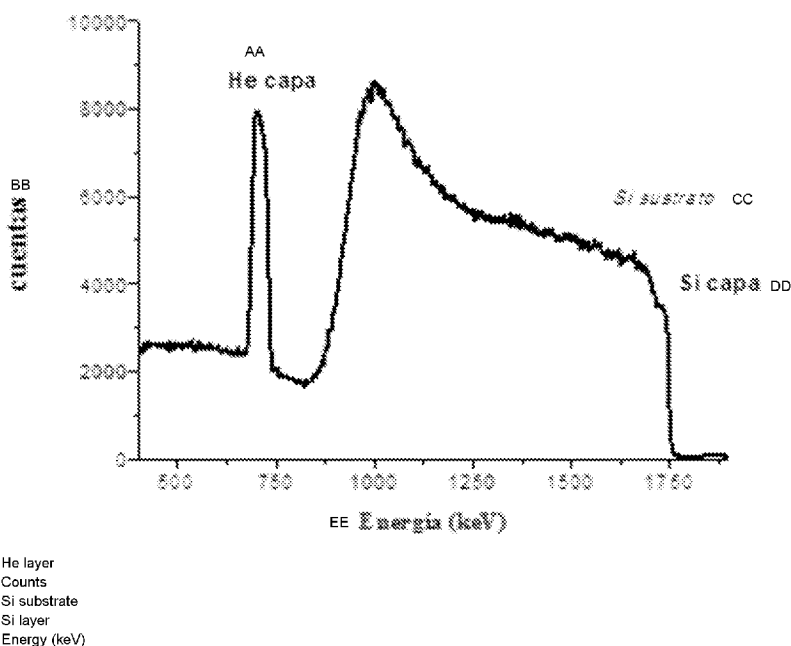


Fig. 2

(57) Abstract: The present invention relates to a solid noble-gas target for nuclear reactions, comprising a porous film of a material selected from among silicon, copper, cobalt, titanium, aluminium or tungsten, said film containing, within its pores, a gas selected from among helium and neon, pure or combined with one another and with argon. The invention also relates to the method for producing the solid target, as well as to its use in reverse kinematic and elastic scattering experiments.

(57) Resumen: Constituye un objeto de la presente invención un blanco sólido de gases nobles para reacciones nucleares que comprende una película porosa de un material que se selecciona entre silicio, cobre, cobalto, titanio, aluminio o wolframio, la cual contiene en sus poros un gas que se selecciona entre helio y neón, puros o combinaciones de los mismos entre sí y con argón. Constituyen otros

WO 2017/207848 A1

goña; UNIVERSIDAD DE SEVILLA, Pabellon de Brasil,
Pº de las Delicias, s/n, 41013 Sevilla (ES).

(74) **Mandatario: PONS ARIÑO, Ángel;** Glorieta de Rubén
Darío, 4, 28010 Madrid (ES).

(81) **Estados designados** (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible*): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) **Estados designados** (*a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europea (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publicada:

— *con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))*

BLANCO SÓLIDO DE GASES NOBLES PARA REACCIONES NUCLEARES

DESCRIPCIÓN

5 **SECTOR DE LA INVENCION**

Física nuclear y particularmente el estudio de las propiedades de los núcleos alejados de la línea de estabilidad

ESTADO DE LA TECNICA

- 10 Una de las herramientas experimentales más potentes para la investigación de las propiedades de los núcleos alejados de la línea de estabilidad (núcleos "exóticos") es el estudio de reacciones nucleares ya sea con protones [dispersión elástica (p,p), transferencia de un neutrón (p,d), transferencia de dos neutrones (p,t)], ya sea con iones de He [dispersión elástica ($^4\text{He}, ^4\text{He}$), transferencia de dos neutrones ($^4\text{He}, ^6\text{He}$) e
- 15 incluso transferencia de cuatro neutrones ($^4\text{He}, ^8\text{He}$)].

Nótese que los núcleos exóticos no pueden usarse como blanco en estas reacciones nucleares, debido a su vida corta y por ello estos experimentos se realizan utilizando como haces de iones los núcleos exóticos y como blanco el ion ligero (p, d, He). Puesto que el objeto de estudio es el proyectil, y no el blanco, se denomina a estos

20 experimentos de "cinemática inversa".

Para las reacciones con protones, dado que el hidrógeno es gas, suelen utilizarse láminas de polietileno $(\text{CH}_2)_n$ para tener un blanco de hidrógeno sólido que se introduce en la cámara de reacciones. El estudio de reacciones nucleares de núcleos exóticos con blancos sólidos de He, resultaría muy útil para obtener información de

25 estos núcleos complementaria a la obtenida con blancos de hidrógeno.

El uso de blancos de He es difícil ya que el He es un gas, y no forma moléculas sólidas como en el caso del H. A pesar de ello, se han hecho experimentos con blancos gaseosos, en los que hay que tener en cuenta la pérdida gradual de energía del haz, así como la dificultad de obtener una resolución angular aceptable, ya que no

30 se conoce a priori el punto donde ocurre la reacción. Se han utilizado también blancos de sólidos metálicos implantados con He en los que la cantidad de He queda limitada por la fluencia iónica utilizada para la implantación.

La utilización de blancos de H y de He aparece reflejada en el estado de la técnica desde 1939:

- N. P. Heydenburg; R. B. Roberts "Deuteron-Deuteron, Proton-Helium, and Deuteron-Helium Scattering" Physical Review vol. 56 (1939) 1092-1095

- 5 - N. P. Heydenburg; L. R. Hafstad y M. A. Tuve "The Scattering of Protons by Protons. III" Physical Review vol. 56 (1939) 1078-1091.

Otras publicaciones relevantes que se pueden mencionar entre los años 1940 y 2000 son:

- 10 - G. Freier; E. Lampi; W. Sleator y J.H. Williams. "Angular Distribution of 1- to 3.5-MeV Protons Scattered by He" Physical Review vol. 75 (9) (1949) 1345-1347 en la cual la distribución angular de protones dispersados por ^4He se mide en el sistema laboratorio en el rango de 1 a 3,5 MeV y en un intervalo de ángulos entre 10° y 164° . La cámara de dispersión estaba rellena de helio gaseoso purificado por almacenamiento previo en una trampa de carbón activo, antes de hacerlo pasar a la cámara de vacío.

- 15 - A.C.L. Barnard; C. M; Jones y J.L. Weil. "Elastic Scattering of 2-11 MeV protons by He^4 " Nuclear Physics 50 (1964) 604-620 en la que las secciones eficaces para la dispersión elástica de protones por ^4He se midieron en un rango de energías de protones comprendido entre $2 \leq E_p \leq 11$ MeV usando un acelerador tándem.

- W. Bradfield-Smith; T. Davinson; A. DiPietro; A.M. Laird; A.N. Ostrowski;

- 20 A.C. Shotter; P.J. Woods; S. Cherubini; W. Galster; J.S. Graulich; P. Leleux;
L. Michel; A. Ninane; J. Vervier; J.Görres; M. Wiescher; J. Rahighi y J. Hinnefeld.
"Investigation of (α,p) reactions using a radioactive beam"; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 425 (1999). En esta publicación, la cámara del blanco consta de dos partes: una primera en vacío conectada al haz y la segunda, separada
25 de la primera por una ventana metálica, que se podía rellenar con gas helio a una presión de 66 mbar. El tener una cámara llena con gas en lugar de una celda permitía barrer rangos de energía más amplios.

- M.S. Smith y K.E. Rehm. "Nuclear Astrophysics Measurements with Radioactive Beams", Ann, Rev. Nucl. Part. Sci. (2001), 51: 91-130, artículo en el cual se describen
30 experimentos relevantes para astrofísica, en los cuales hidrógeno y helio aparecen como importantes blancos.

- Ya más recientemente, se han descrito blancos de He líquido que se presenta rellenando una celda compacta de aluminio, la cual se mantiene a temperatura por debajo del punto de ebullición del gas, que puede ser hidrógeno, deuterio o helio. [H. Ryuto; M. Kunibu; T. Minemura; T. Motobayashi; K. Sagara; S. Shimoura; M. Tamaki; Y. Yanagisawa y Y. Yano. “Liquid hydrogen and helium targets for radioisotope beams at RIKEN”; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 555 (2005), 1-5].
- 5 En 2014, J. Walshe; M. Freer; C. Wheldon; L. N. Achouri; , N. I. Ashwood; W. N. Catford; I. C. Celik; N. Curtis; F. Delaunay; B. Fernández-Domínguez; L. Grassi; Tz. Kokalova; M. Marqués; N. A. Orr; L. Prepolec; V. Scuderi; N. Soić y V. Tokić. “The thick target inverse kinematics technique with a large acceptance silicon detector array”; Journal of Physics: Conference Series 569 (2014) 012052, describen una técnica experimental para el estudio de la dispersión elástica usando un blanco gaseoso. El blanco es He gaseoso que rellena una cámara, ajustándose la presión de forma que el haz incidente se frena en el volumen gaseoso.
- 10 -R. Raabe; A. Andreyev; M. Huyse; A. Piechaczek; P. Van Duppen; L. Weissman; A. Wöhr; C. Angulo; S. Cherubini; A. Musumarra; D. Baye; P. Descouvemont; T. Davinson, A. Di Pietro; A. M. Laird; A. Ostrowski; A. Shotter; L. I. Galanina; y N. S. Zelenskaya. “2n-transfer contribution in the $^4\text{He}(^6\text{He},^6\text{He})^4\text{He}$ cross section at $E_{c.m.}=11.6$ MeV”, Phys. Rev. C 67, 044602 (2003). En esta publicación el blanco consiste en una lámina de Ta (0,7 μm de espesor) implantada con He a diferentes energías. El espesor másico total de He en la capa es $2,7 \times 10^{17}$ partículas/ cm^2 , si bien el contenido atómico de impurezas de H, ^{12}C y ^{16}O en esta muestra se encuentra en cantidades comparables a la cantidad de He.
- 15 -P. Ujic; A. Lagoyannis; T. J. Mertzimekis; F. de Oliveira Santos; S. Harissopulos; P. Demetriou; L. Perrot; Ch. Stodel; M.-G. Saint-Laurent; O. Kamalou; A. Lefebvre-Schuhl; A. Spyrou; M. A. Amthor; S. Grevy; L. Caceres; H. Koivisto; M. Laitinen; J. Uusitalo y R. Julin. “Alpha-particle capture reactions in inverse kinematics relevant to p-process nucleosynthesis” AIP Conference Proceedings 1377, (2011) 321 donde se estudia la reacción $^4\text{He}(^{78}\text{Kr},\gamma)^{82}\text{Sr}$ utilizando una lámina de $50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ de Al (0,2 μm) implantado con $1,3 \times 10^{17}$ partículas/ cm^2 de He.
- 20 25 30
- El desarrollo de blancos sólidos de helio, con un alto número de partículas de He y una baja cantidad de impurezas (H, C, O) mediante su incorporación en silicio, resultaría muy útil, ya que permitiría realizar experimentos de dispersión nuclear, utilizando los mismos sistemas de detección que se utilizan para los blancos sólidos de hidrógeno

(polietileno), con robustez y soportando un alto número de irradiaciones sin pérdida significativa de He como ya ha quedado demostrado en los blancos de Si:He ya sometidos a un alto número de irradiaciones (fluencia igual a 6×10^{17} partículas/cm²) sin pérdida significativa de He.

- 5 La preparación de estos materiales está reflejada en R. Schierholz; B.Lacroix; V. Godinho; J. Caballero-Hernández; M. Duchamp y A. Fernández. "STEM-EELS analysis reveals stable high-density He in nanopores of amorphous silicon coatings deposited by magnetron sputtering". Nanotechnology, Volume 26, Number 7(2015) 075703, en el cual se refieren detalles de la deposición por pulverización catódica
- 10 ("magnetron sputtering") en cuanto a materiales (en concreto, Si), acondicionamiento de alto vacío, ángulo, distancia, potencia, presión de He, etc. Se aportan los resultados del experimento en cuanto al producto obtenido, del que se menciona que tiene un 21% atómico de He y del que se calcula una porosidad del 22%. Se menciona también que la densidad de He en el interior de los poros es de 25 a 54 at/nm³ y se recogen
- 15 los valores del cálculo de la presión de He en el interior de los poros.

Sería igualmente deseable disponer de blancos sólidos autosoportados para reacciones nucleares que mejoren las prestaciones obtenidas con los dispositivos y materiales referidos en el estado de la técnica.

20 BREVE DESCRIPCION DE LA INVENCION

Se definen a continuación diferentes términos utilizados a lo largo de la descripción de la presente invención.

- En reacciones nucleares se define como blanco el núcleo atómico que al ser bombardeado por neutrones o partículas cargadas (proyectil), reacciona emitiendo una
- 25 o más partículas. Se define blanco sólido como un material sólido que contenga el núcleo atómico de interés.

Se define sustrato como el soporte físico sobre el cual se deposita el recubrimiento poroso.

- Se define espesor másico de gas como el espesor del material usado como blanco en
- 30 unidades de masa por unidad de superficie. La unidad utilizada serán átomos de material por centímetro cuadrado. La razón para ello es que en la interacción de partículas cargadas con la materia, existe una relación funcional con la densidad del medio.

Se define porcentaje atómico (% at) como el porcentaje de átomos de un determinado elemento respecto al número total de átomos.

Se define proporción entre el gas y el material de la película porosa como la relación entre el número de átomos del gas y el número de átomos del material de la película porosa.

Se define recubrimiento autosoportado como el recubrimiento sin sustrato que se puede manipular.

En un primer aspecto constituye el objeto de la presente invención un blanco sólido de gases nobles para reacciones nucleares que comprende una película porosa de un material que se selecciona entre silicio, cobre, cobalto, titanio, aluminio o wolframio, la cual contiene en sus poros un gas que se selecciona entre helio y neón, puros o combinaciones de los mismos entre sí y con argón.

Para poder obtener el mejor comportamiento como blanco para reacciones nucleares, la película porosa presenta un espesor másico de gas comprendido entre 50×10^{15} at/cm² y 10000×10^{15} at/cm² con una proporción entre el gas y el material de la película porosa comprendida entre 0,05 y 0,50 y la presencia de impurezas se mantiene igual o por debajo del 5% at para el O del 1% at para el C.

En una forma de realización preferente, la película porosa es de silicio o cobalto y tiene un espesor másico referido a estos elementos comprendido entre 1000 y 20000×10^{15} at/cm². En una realización aún más preferente, el gas contenido en los poros de la película es helio. Constituye un segundo aspecto del objeto de la presente invención el procedimiento de preparación del blanco sólido sobre sustrato o autosoportado definido anteriormente. Este procedimiento comprende las siguientes etapas:

La deposición de estas capas porosas se ha realizado mediante pulverización catódica ("magnetron sputtering") utilizando un blanco de un material que se selecciona entre Silicio, Cobre, Cobalto, Titanio, Aluminio, Wolframio en una atmosfera de He, Ne, puros o e combinaciones de los mismos entre sí o con Ar. Previamente a la deposición se hace vacío en la cámara con calentamiento de las paredes para alcanzar vacíos residuales en el rango de 5×10^{-5} a 10^{-4} Pa. Para la producción de recubrimientos con diferente espesor másico de gas se han empleado mezclas con diferentes fracciones de $X/(X+Ar)$, de 0,2 a 1 X, siendo X el gas: He, Ne o mezcla de ambos manteniendo constante la presión total en 4,9 Pa y una distancia sustrato-blanco entre 5 y 10 cm. Se utiliza una fuente de radio frecuencia o una fuente dc, preferentemente a una

potencia de 50 a 300 W. El espesor del recubrimiento se controla ajustando el tiempo de deposición y la potencia aplicada. En una forma preferente de realización, la etapa de deposición tiene una duración comprendida entre 30 minutos y 5 horas.

5 Por último constituye un tercer objeto de la invención el uso de los blancos sólidos en experimentos de dispersión elástica y en experimentos de cinemática inversa.

Los recubrimientos empleados como blancos sólidos en experimentos de dispersión elástica se depositan sobre sustratos de silicio monocristalino ó sustratos de carbono vidriado. Los recubrimientos autosoportados utilizados como blanco en experimentos de cinemática inversa se depositaron previamente sobre sustratos de cloruro sódico.

10 La transferencia del recubrimiento de este sustrato al bastidor, en el cual permanece autosoportado, se hace sumergiendo el cloruro sódico con el recubrimiento en agua destilada. El recubrimiento que se despega del sustrato, se queda flotando, y se recupera con el bastidor.

15 BREVE DESCRIPCION DE LAS FIGURAS

Figura 1: a) Detalle de la microestructura porosa de la capa de silicio; b) difracción de electrones del recubrimiento mostrando su carácter amorfo.

Figura 2: Espectro de retrodispersión de protones del recubrimiento

Figura 3: Micrografía de barrido del recubrimiento autosoportado

20 **Figura 4:** Imagen del recubrimiento en el bastidor

Figura 5: Espectro de retrodispersión de protones del recubrimiento autosoportado

Figura 6: a) Esquema de blanco sólido de Si:He recubierto por Au; b) espectro de retrodispersión de protones sobre el blanco sólido y c) sección eficaz de la dispersión elástica ${}^4\text{He}(\text{H},\text{H}){}^4\text{He}$ entre 0,6 y 3,0 MeV a 165° .

25 **Figura 7:** a) Dispositivo experimental de dispersión hacia adelante de iones de ${}^6\text{Li}^{++}$ de 6 MeV de energía y ángulo de dispersión 30° en muestras Si:He y b) Espectro de dispersión hacia adelante de iones de ${}^6\text{Li}^{++}$ de 6 MeV de energía y ángulo de dispersión 30° en muestra Si:He autosoportada

30 MODO DE REALIZACION DE LA INVENCION

A continuación se describen una serie de ejemplos a modo ilustrativo de la invención.

Ejemplo 1. Fabricación del blanco sólido de He con espesor másico de metal comprendido entre $1000 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ y $3000 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ y espesor másico de gas comprendido entre $50 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ y $1500 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$

5 El blanco sólido que posteriormente se utiliza en reacciones nucleares de dispersión elástica, se prepara utilizando la técnica de magnetrón sputtering en una cámara de vacío, utilizando un blanco inicial para sputtering de silicio puro (Kurt J. Lesker 99,999%) de 5 cm de diámetro, en una atmosfera de He. Previamente a la deposición se hace vacío en la cámara con calentamiento de las paredes para alcanzar vacíos residuales en el rango de $1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$. El recubrimiento se deposita a una presión de 4,9
10 Pa, en flujo dinámico, medida en un medidor de presión de capacitancia y utilizando una fuente de radio frecuencia a una potencia de 50W. La distancia entre el blanco inicial para sputtering y el portamuestras es de 5 cm y se deposita el recubrimiento durante 4 horas en sustratos de silicio monocristalino con orientación (100).

15 La microestructura del recubrimiento ha sido estudiada por microscopía electrónica de transmisión (TEM). En la figura 1 se presenta una micrografía del recubrimiento donde se puede apreciar la estructura porosa de poros elipsoidales con diámetros entre 2 y 30 nm. La difracción de electrones (ED) muestra que el recubrimiento poroso es amorfo.

20 La composición y el espesor másico de la muestra fueron analizados por espectrometría de retrodispersión de protones (Figura 2). El recubrimiento presenta un espesor másico total de $4250 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ y se compone de $2750 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ de Si y $1400 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ de He con una incorporación de O de $100 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$.

25 Ejemplo 2. Fabricación del blanco sólido de He autoportado con espesor másico de metal comprendido entre $3000 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ y $20000 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ y espesor másico de gas comprendido entre $1500 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$ y $10000 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$

30 El blanco sólido autoportado que posteriormente se utiliza en reacciones nucleares de cinemática inversa, se prepara utilizando la técnica de magnetrón sputtering en una cámara de vacío, utilizando un blanco inicial para sputtering de silicio puro (Kurt J. Lesker 99,999%) de 5 cm de diámetro, en una atmosfera de He. Previamente a la deposición se hace vacío en la cámara con calentamiento de las paredes para alcanzar vacíos residuales en el rango de $4 \times 10^{-4} \text{ Pa}$. El recubrimiento se deposita a una presión de 4,9 Pa, en flujo dinámico, medida en un medidor de presión de

capacitancia y utilizando una fuente de radio frecuencia a una potencia de 150W. La distancia entre el blanco inicial para sputtering y el portamuestras es de 10 cm y se deposita el recubrimiento durante 5 horas sobre sustratos de cloruro sódico y silicio.

5 La microestructura del recubrimiento ha sido estudiada por microscopia electrónica de barrido en la muestra depositada sobre silicio monocristalino que se presenta en la figura 3.

El recubrimiento depositado sobre cloruro sódico se transfirió al bastidor sumergiendo el cloruro sódico con el recubrimiento en agua destilada. El recubrimiento se despegaba del sustrato de cloruro sódico, se queda flotando y se recupera con el bastidor.
10 Posteriormente se deja secar al aire.

La composición y el espesor másico de la muestra fueron analizados por espectrometría de retrodispersión de protones (Figura 5). El recubrimiento presenta un espesor másico total de 14000×10^{15} at/cm² y se compone de 9100×10^{15} at/cm² de Si y 4200×10^{15} at/cm² de He con una incorporación de O de 700×10^{15} at/cm².

15

Ejemplo 3. Estudio de la sección eficaz de la dispersión elástica ${}^4\text{He}(\text{H},\text{H}){}^4\text{He}$ entre 0,6 y 3,0 MeV a 165° utilizando un blanco sólido de He

En este ejemplo se describe el estudio de la sección eficaz de la dispersión elástica ${}^4\text{He}(\text{H},\text{H}){}^4\text{He}$ empleando como blanco sólido de He un recubrimiento poroso de silicio
20 que contiene He.

El recubrimiento se prepara utilizando la técnica de magnetron sputtering en una cámara de vacío, utilizando un blanco inicial para sputtering de silicio puro (Kurt J. Lesker 99, 999%) de 5 cm de diámetro, en una atmosfera de He. Previamente a la deposición se hace vacío en la cámara con calentamiento de las paredes para
25 alcanzar vacíos residuales en el rango de 4×10^{-4} Pa. El recubrimiento se deposita a una presión de 4,9 Pa, en flujo dinámico, medida en un medidor de presión de capacitancia y utilizando una fuente de radio frecuencia a una potencia de 150W. La distancia entre el blanco inicial para sputtering y el portamuestras es de 5 cm y se deposita el recubrimiento durante 30 minutos sobre sustratos de silicio monocristalino.

30 El análisis por espectrometría de retrodispersión de protones del recubrimiento (Figura 6 b) presenta un espesor másico total de 2200×10^{15} at/cm² y se compone de 1500×10^{15} at/cm² de Si y 700×10^{15} at/cm² de He.

Sobre el blanco sólido, preparado según se define en los párrafos anteriores, se depositó una capa fina de oro, utilizada como patrón interno para medida de las dosis. En la deposición de esta capa se utilizó un metalizador Emitech K550 en una atmosfera de Ar con una descarga de 10mA durante 90s. Se ha elegido Au como material en la superficie ya que la sección eficaz del proceso Au(H,H)Au es conocida (Rutherford) en todo el rango de energías estudiado. Se eligen las concentraciones de Au, Si y He indicadas para tener capas lo suficientemente delgadas para evitar pérdidas importantes o dispersión en energía del haz de protones y lo suficientemente gruesas como para obtener señales visibles de los elementos.

10 El blanco sólido utilizado queda esquematizado en la figura 6 (a). Consiste en un sistema de dos capas apiladas sobre un sustrato. La capa más externa es una fina película de Au de $1,1 \times 10^{15}$ at/cm². La siguiente capa consiste en una capa porosa de Si con He.

El blanco sólido se coloca en una cámara en vacío a 5×10^{-4} Pa de presión. Se hace incidir un haz de protones (H⁺) con energías comprendidas en el rango de 0,6 a 3,0 MeV en pasos de 0.1 MeV. Los protones dispersados por el Au, el Si y el He de la muestra tienen diferentes energías. La energía de estos protones es medida utilizando un detector de Si tipo "Passivated Implanted Planar Silicon" (PIPS) colocado a un determinado ángulo de dispersión. A partir de la medida de las intensidades de las señales de Au y He se puede calcular la sección eficaz de la dispersión ⁴He(H,H)⁴He para un determinado ángulo y energía del H⁺ incidente, por comparación con la sección eficaz del proceso Au(H,H)Au utilizando la fórmula

$$\sigma_{\text{He}}(E) = \sigma_{\text{Au,Ruth}}(E) \cdot (A_{\text{He}}/A_{\text{Au}}) \cdot ((Nt)_{\text{Au}}/(Nt)_{\text{He}})$$

25 donde $\sigma_{\text{Au,Ruth}}(E)$ es la sección eficaz Rutherford de los protones sobre Au a una energía dada E, $(A_{\text{He}}/A_{\text{Au}})$ es el cociente de las áreas de las señales de He y Au respectivamente y $((Nt)_{\text{Au}}/(Nt)_{\text{He}})$ son el espesor másico de Au y He respectivamente.

30 Cambiando la energía del haz de H⁺ incidente es posible obtener curvas de sección eficaz para un determinado ángulo (Figura 6c)

Ejemplo 4. Dispersión elástica ${}^4\text{He}({}^6\text{Li}, {}^6\text{Li}){}^4\text{He}$ como base para experimentos de cinemática inversa ${}^4\text{He}({}^{11}\text{Li}, {}^{11}\text{Li}){}^4\text{He}$

En este ejemplo se utiliza un blanco sólido de He autosoportado que comprende una capa porosa de Si con He, para estudiar por cinemática inversa la sección eficaz del proceso ${}^6\text{Li}({}^4\text{He}, {}^4\text{He}){}^6\text{Li}$. Este ejemplo se presenta para ilustrar que sería posible utilizar el blanco sólido de He descrito a continuación en experimentos de cinemática inversa para estudios de reacciones nucleares con isotopos radioactivos como es el caso del ${}^{11}\text{Li}$.

El blanco sólido autosoportado que se utiliza para estudiar reacciones nucleares mediante cinemática inversa, se prepara utilizando la técnica de magnetron sputtering en una cámara de vacío, utilizando un blanco inicial para sputtering de silicio puro (Kurt J. Lesker 99,999%) de 5 cm de diámetro, en una atmosfera de He. Previamente a la deposición se hace vacío en la cámara con calentamiento de las paredes para alcanzar vacíos residuales en el rango de 4×10^{-4} Pa. El recubrimiento se deposita a una presión de 4,9 Pa, en flujo dinámico, medida en un medidor de presión de capacitancia y utilizando una fuente de radio frecuencia a una potencia de 150W. La distancia entre el blanco inicial para sputtering y el portamuestras es de 10 cm y se deposita el recubrimiento durante 5 horas sobre sustratos de cloruro sódico. El recubrimiento depositado sobre coluro sódico se transfirió al bastidor sumergiendo el cloruro sódico con el recubrimiento en agua destilada. El recubrimiento se despegas del sustrato de cloruro sódico, se queda flotando y se recupera con el bastidor. Se deja secar al aire.

El blanco sólido autosoportado utilizado queda esquematizado en la figura 7 (a). Consiste en una capa autosoportada de Si:He colocada en un bastidor. El espesor másico de los elementos en la capa es de 9100×10^{15} at/cm² de Si y 4200×10^{15} at/cm² de He (medidos por p-EBS).

El blanco sólido autosoportado se coloca en una cámara en vacío a 5×10^{-4} Pa de presión. Se hace incidir un haz de iones de ${}^6\text{Li}$ con energía de 6,0 MeV. Los diferentes elementos de la muestra, dispersan el haz de iones de Li con diferentes energías por tener diferentes masas estos elementos. Además, los iones de ${}^6\text{Li}$ al interaccionar con el blanco sólido autosoportado son capaces de arrancar átomos de la muestra. Se mide la energía de los iones dispersados y arrancados en el blanco sólido autosoportado con un detector de Si tipo PIPS a 30° de ángulo de dispersión como se muestra en la figura 7 (a). El espectro del experimento de dispersión se muestra en la

figura 7 (b). En él se pueden ver, (de mayor a menor energía) las señales correspondientes a los iones de Li dispersados en el Si de la muestra (5110 keV), iones de He retrocedidos (arrancados) de la muestra por los iones de Li (4045 keV), iones de Li dispersados en el He de la muestra (3225 keV) e iones de Si retrocedidos (arrancados) de la muestra por los iones de Li (2365 keV). La relación de alturas entre los picos de Li dispersados por el He de la muestra y el Si de la muestra (0,03) se ajusta a la predicción de los modelos teóricos vigentes para una muestra con una relación He/Si= 0,45. Estos modelos toman secciones eficaces ya conocidas y aceptadas. Estos datos demuestran la posibilidad de utilizar el blanco sólido de He autosoportado descrito en experimentos de dispersión de iones de pesados. Si bien en este ejemplo se han utilizado iones de ${}^6\text{Li}$, el blanco sólido autosoportado podría ser del mismo modo utilizado en experimentos de cinemática inversa con haces de iones exóticos como ${}^6\text{He}$, ${}^8\text{He}$, ${}^{11}\text{Li}$, ${}^7\text{Be}$, ${}^{11}\text{Be}$, ${}^{10}\text{C}$ y ${}^{11}\text{C}$.

REIVINDICACIONES

- 1.- Blanco sólido de gases nobles para reacciones nucleares que comprende una película porosa de un material que se selecciona entre Si, Cu, Co, Ti, Al y W, la cual contiene en sus poros un gas que se selecciona entre He y Ne puros o combinaciones de los mismos entre sí y con Ar, caracterizado porque la película porosa presenta un espesor másico de gas comprendido entre $50 \times 10^{15} \text{at/cm}^2$ y $10000 \times 10^{15} \text{at/cm}^2$ con una proporción entre el gas y el material de la película porosa comprendida entre 0,05 y 0,50 y también caracterizado porque el contenido de impurezas de O es igual o inferior al 5% y el contenido de impurezas de C es igual o inferior al 1%.
- 5
- 10 2.- Blanco sólido según la reivindicación 1, caracterizado porque la película porosa es de silicio o cobalto y tiene un espesor másico referido a esos elementos comprendido entre 1000 y $20000 \times 10^{15} \text{at/cm}^2$.
- 3.- Blanco sólido según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque el gas contenido en los poros de la película es He.
- 15 4.- Procedimiento de preparación de un blanco sólido según se define en las reivindicaciones 1 a 3 que comprende:
- establecimiento de condiciones de vacío comprendidas entre 5×10^{-5} y 10^{-4} Pa en una cámara con calentamiento en las paredes
 - deposición mediante pulverización catódica en la cámara de la etapa anterior de la
- 20 película porosa de un material que se selecciona entre Si, Cu, Co, Ti, Al y W en una atmósfera de He y Ne puros o combinaciones de los mismos entre sí y con Ar a una presión de 4,9 Pa y a una distancia entre sustrato y blanco inicial para sputtering de 5 a 10 cm, utilizando una fuente que se selecciona entre radio frecuencia o de corriente continua.
- 25 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, donde la potencia de la fuente está comprendida entre 50 y 300 W.
- 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 4 y 5, donde la etapa de deposición tiene una duración comprendida entre 30 minutos y 5 horas.
- 7.- Uso de un blanco sólido según se define en las reivindicaciones 1 a 3 en
- 30 experimentos de dispersión elástica.

- 8.- Uso según la reivindicación 7 donde los blancos sólidos se depositan sobre sustratos de silicio monocristalino.
- 9.- Uso según la reivindicación 7, donde los blancos sólidos se depositan sobre sustratos de carbono vidriado.
- 5 10.- Uso de un blanco sólido según se define en las reivindicaciones 1 a 3 en experimentos de cinemática inversa.
- 11.- Uso según la reivindicación 10 donde se utilizan recubrimientos autoportados como blancos sólidos.
- 10 12.- Uso según la reivindicación 11 donde los revestimientos autoportados se depositan previamente sobre sustratos de NaCl.

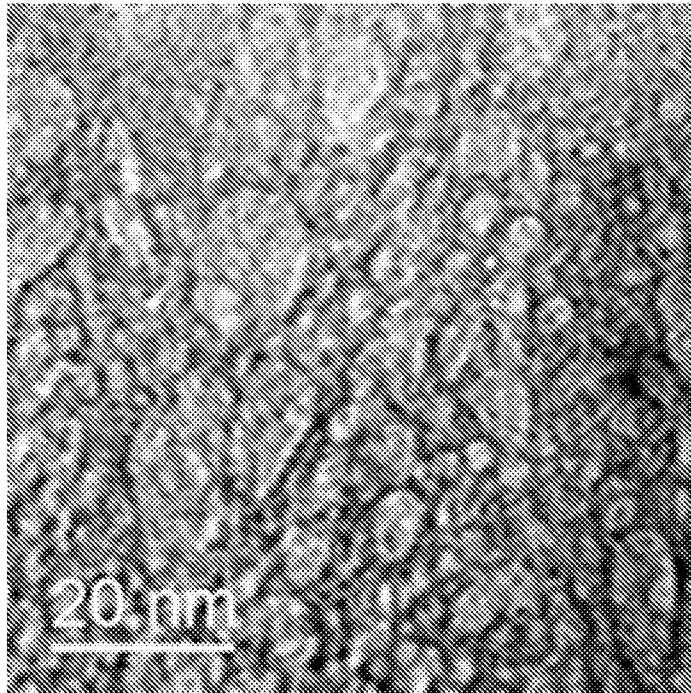


Fig. 1a

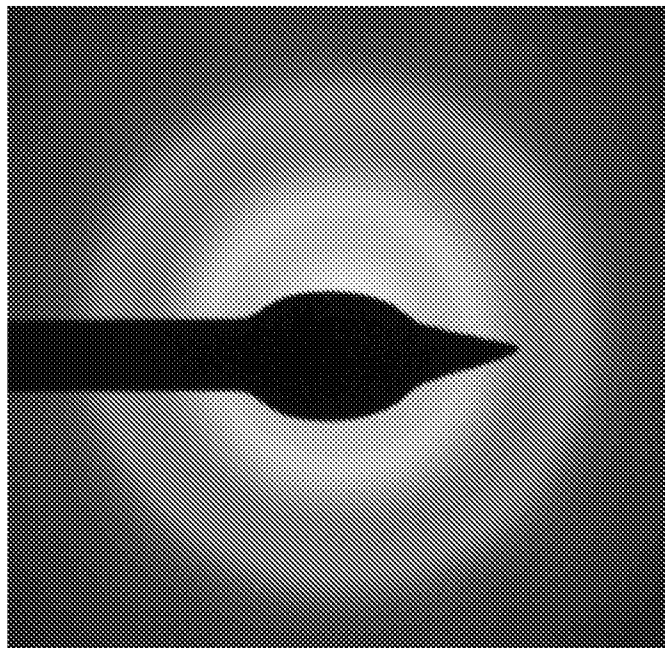


Fig. 1b

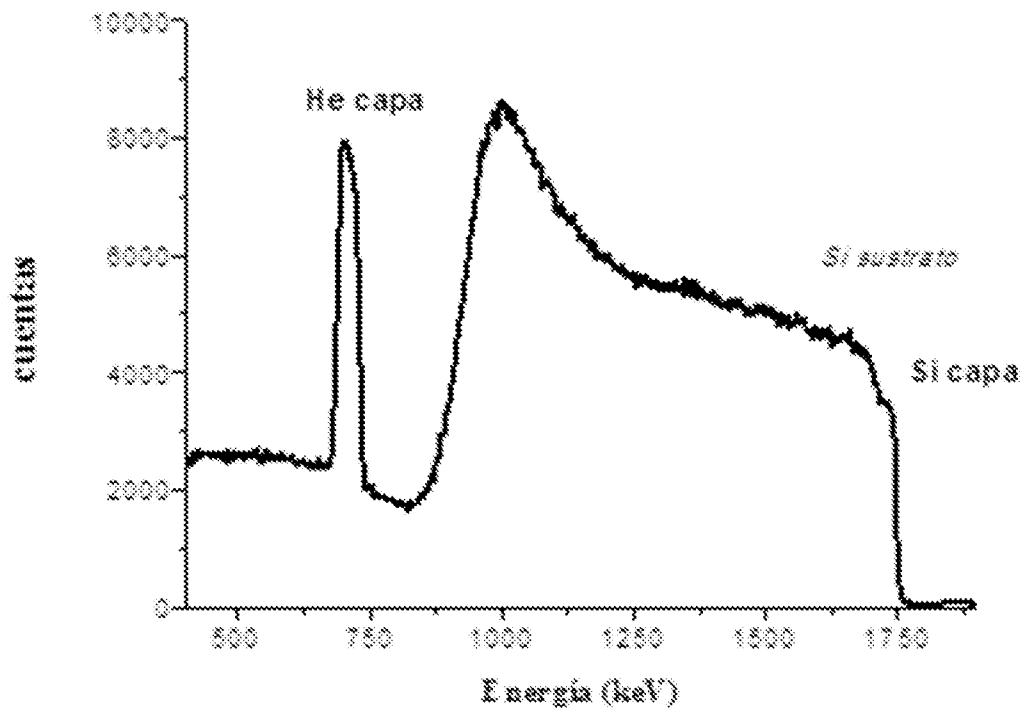


Fig. 2

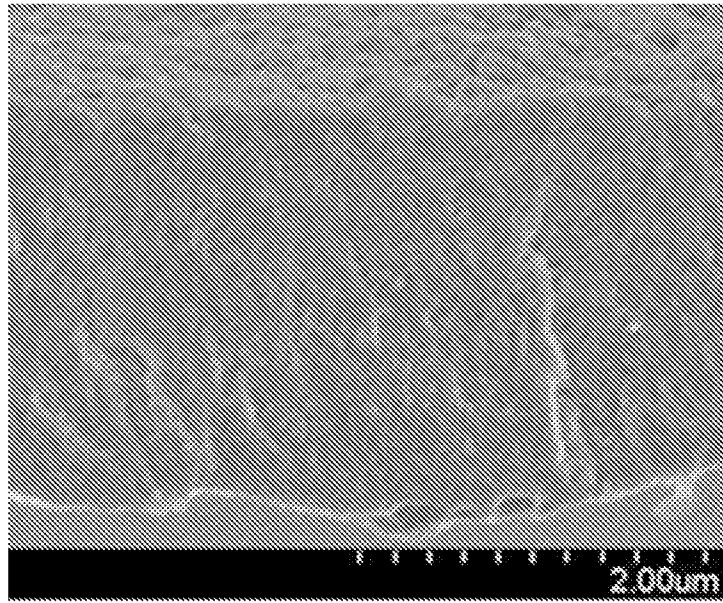


Fig. 3

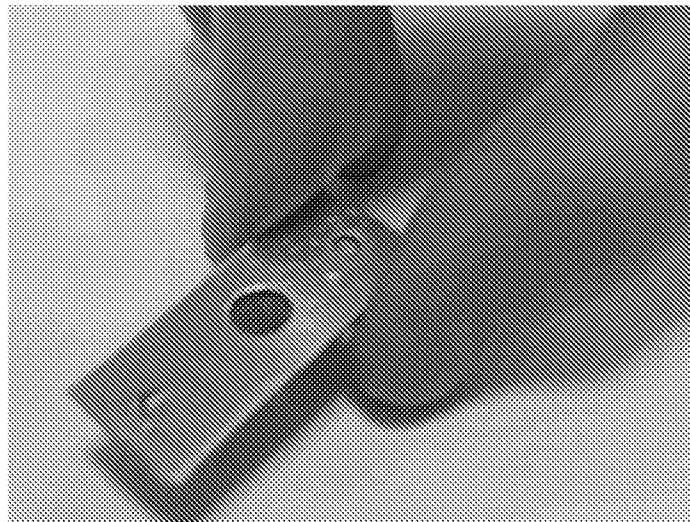


Fig. 4

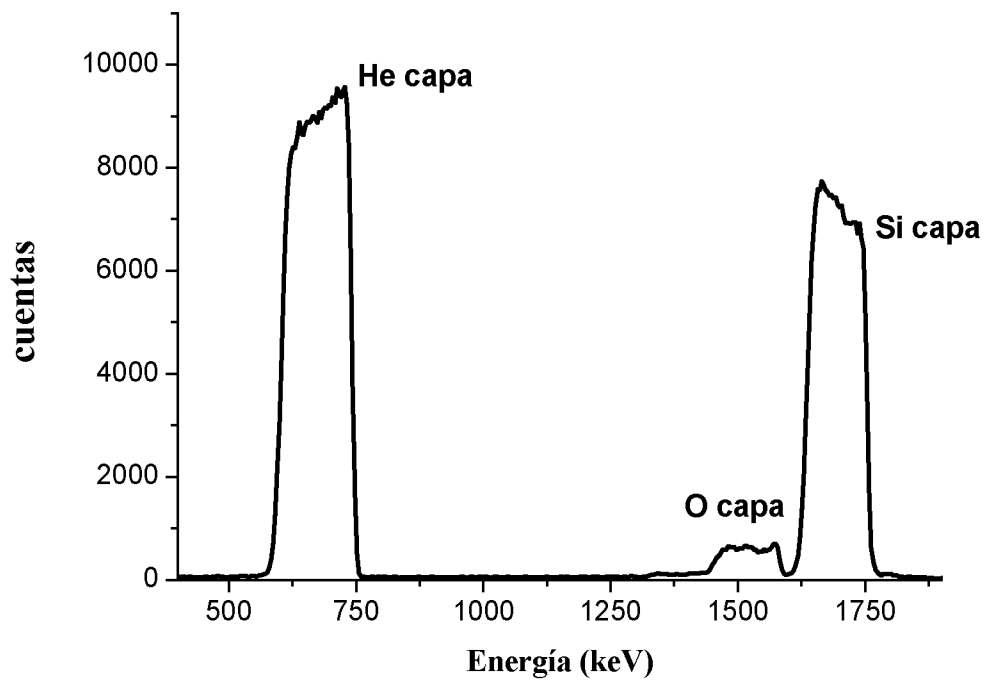


Fig. 5

5/8

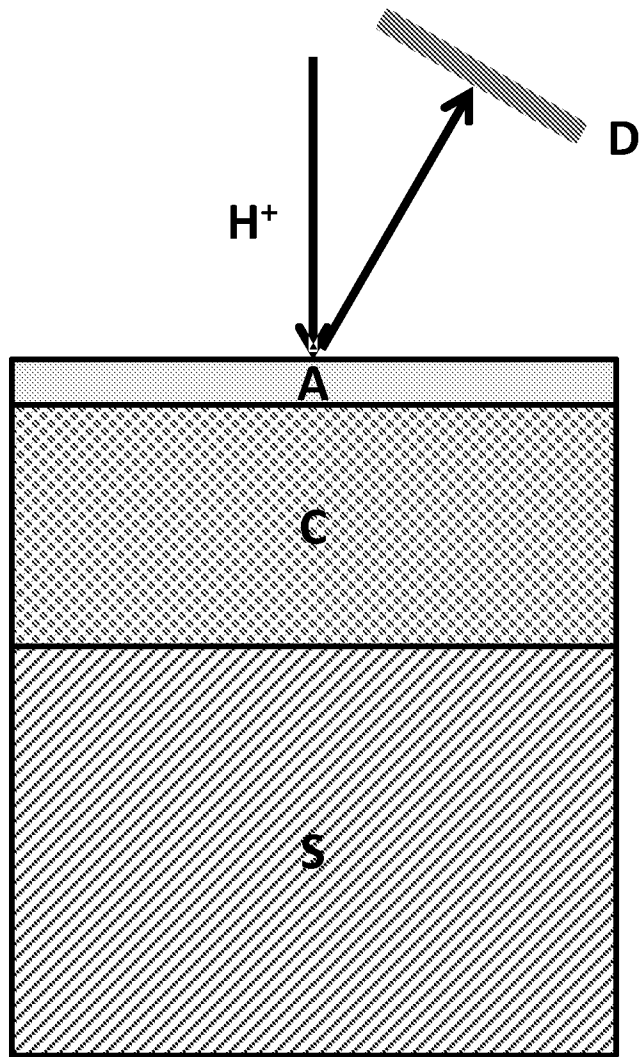


Fig. 6 a

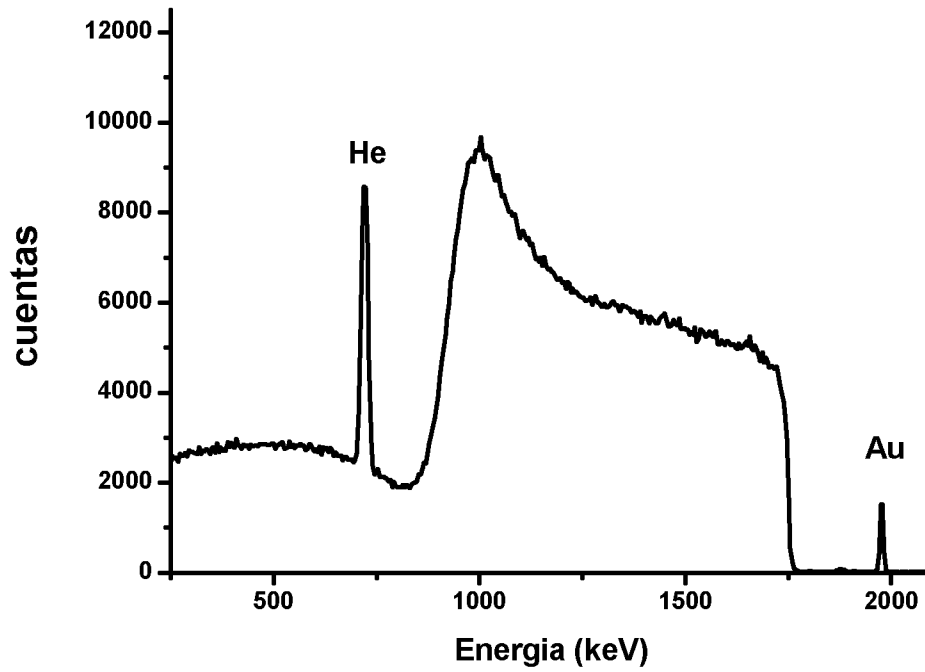


Fig. 6 b

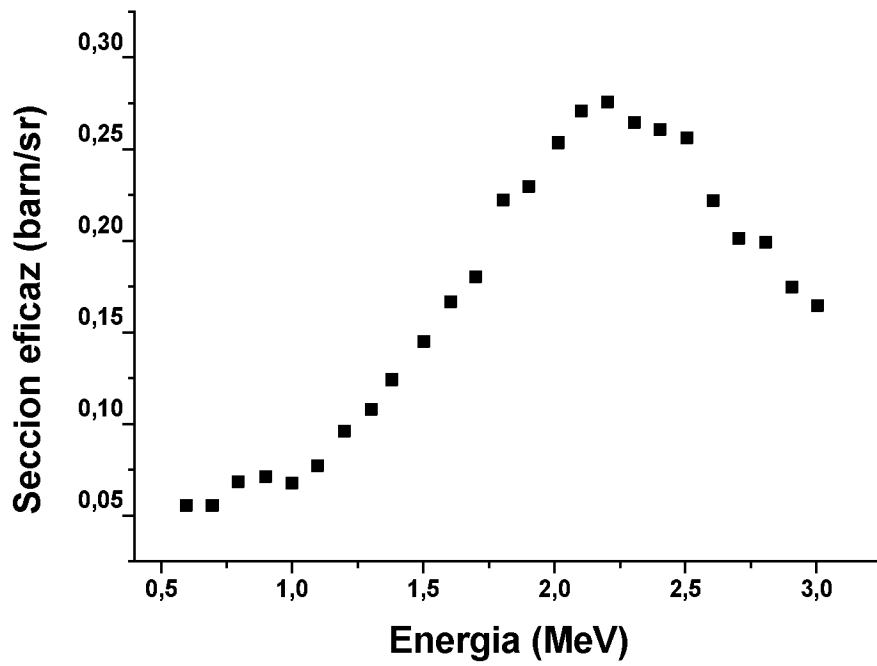


Fig. 6 c

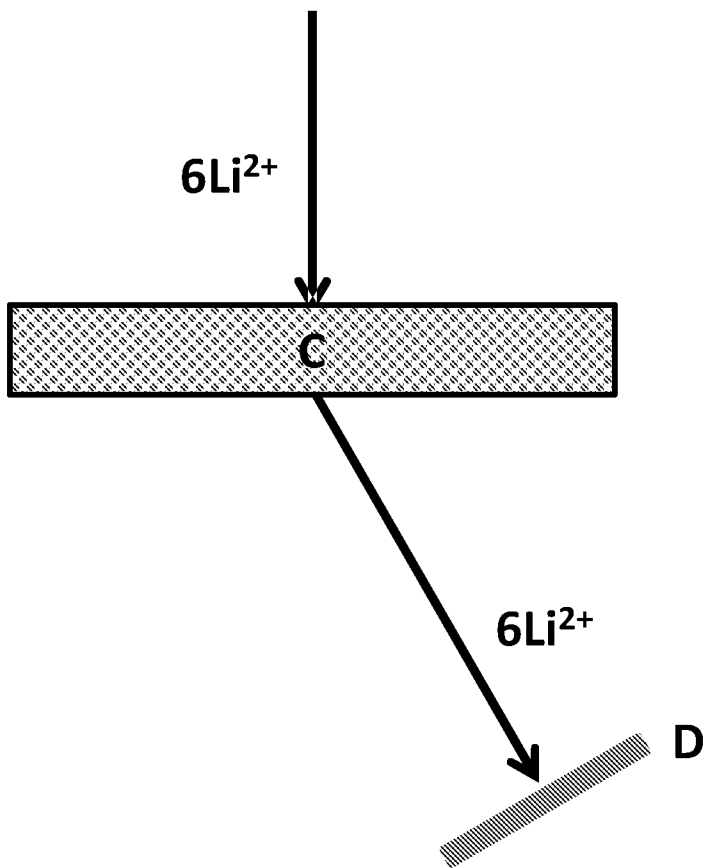


Fig. 7 a

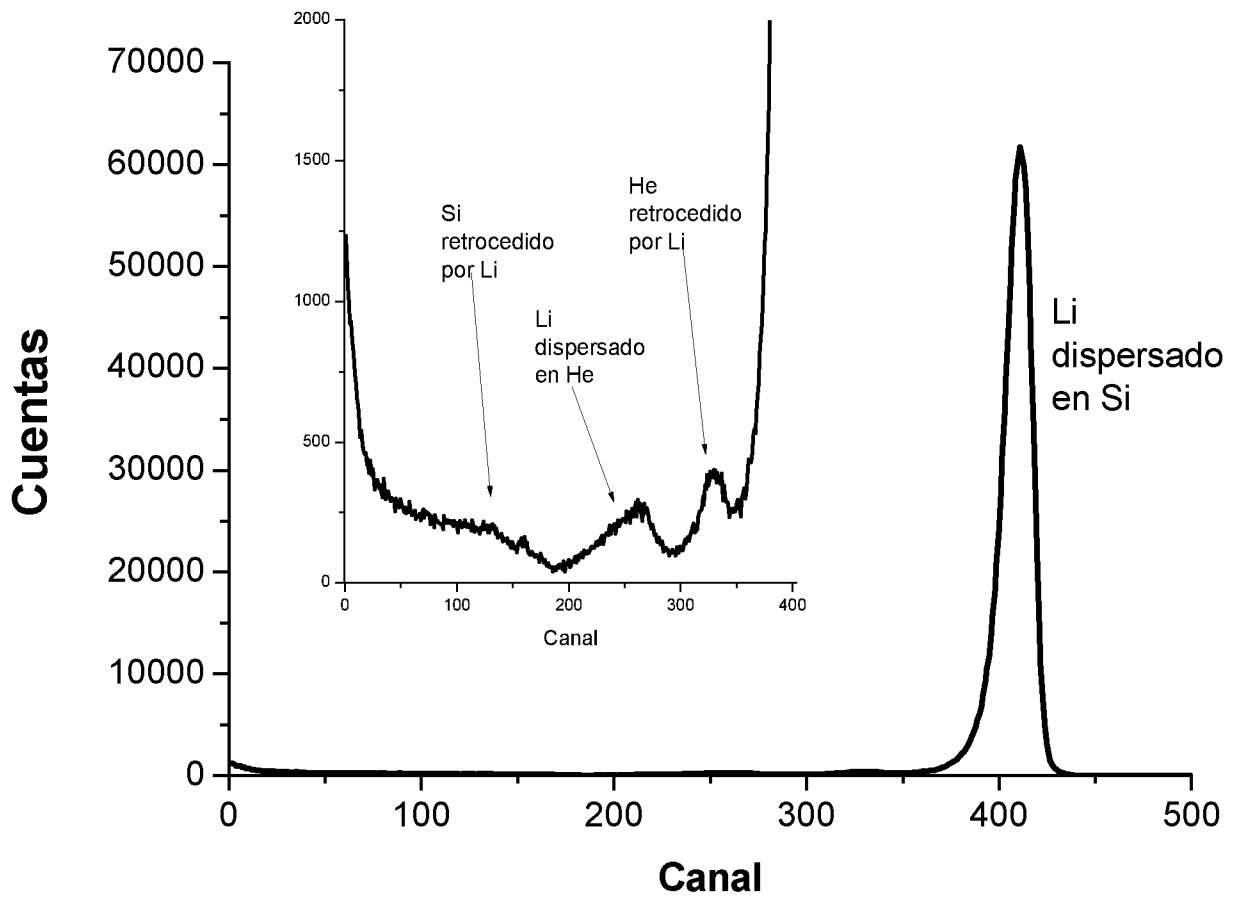


Fig. 7 b

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/ES2017/070369

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

See extra sheet

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C23C, G21K, H01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPODOC, INVENES

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	STEM–EELS analysis reveals stable high-density He in nanopores of amorphous silicon coatings deposited by magnetron sputtering. 28/01/2015, Vol. 26, Pages 075703 (10pp), ISSN 0957-4484/15/075703, <DOI: doi:10.1088/0957-4484/26/7/075703>	1-12
A	GODINHO V et al.. On the formation of the porous structure in nanostructured a-Si coatings deposited by dc magnetron sputtering at oblique angles. NANOTECHNOLOGY, 20140813 IOP, BRISTOL, GB. 13/08/2014, Vol. 25, N° 35, Pages 355705, ISSN 0957-4484, <DOI: doi:10.1088/0957-4484/25/35/355705>	1-12

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance.

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure use, exhibition, or other means.

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
06/09/2017

Date of mailing of the international search report
(07/09/2017)

Name and mailing address of the ISA/

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)
Facsimile No.: 91 349 53 04

Authorized officer
J. Peces Aguado

Telephone No. 91 3496870

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/ES2017/070369

C (continuation).		
DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of documents, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>GODINHO V et al.. A new bottom-up methodology to produce silicon layers with a closed porosity nanostructure and reduced refractive index;A new bottom-up methodology to produce silicon layers with a closed porosity nanostructure and reduced refractive index. NANOTECHNOLOGY, 20130614 IOP, BRISTOL, GB. 14/06/2013, Vol. 24, N° 27, Pages 275604, ISSN 0957-4484, <DOI: doi:10.1088/0957-4484/24/27/275604></p>	1-12

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES2017/070369

CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/35 (2006.01)

G21K5/00 (2006.01)

H01J37/34 (2006.01)

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional nº

PCT/ES2017/070369

A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

Ver Hoja Adicional

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y CIP.

B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C23C, G21K, H01J

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

EPODOC, INVENES

C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones nº
Y	STEM–EELS analysis reveals stable high-density He in nanopores of amorphous silicon coatings deposited by magnetron sputtering. 28/01/201 , Vol. 26, Páginas 075703 (10pp), ISSN 0957-4484/15/075703, <DOI: doi:10.1088/0957-4484/26/7/075703>	1-12
A	GODINHO V et al. On the formation of the porousstructure in nanostructured a-Si coatings deposited by dc magnetron sputtering at oblique angles. NANOTECHNOLOGY, 20140813 IOP, BRISTOL, GB. 13/08/2014, Vol. 25, Nº 35, Páginas 355705, ISSN 0957-4484, <DOI: doi:10.1088/0957-4484/25/35/355705>	1-12

En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos

Los documentos de familias de patentes se indican en el anexo

* Categorías especiales de documentos citados:	"T"	documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.
"A" documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.	"X"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.
"E" solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.	"Y"	documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.
"L" documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).	"&"	documento que forma parte de la misma familia de patentes.
"O" documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.		
"P" documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.		

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional.
06/09/2017

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional.
07 de septiembre de 2017 (07/09/2017)

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional
OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS
Paseo de la Castellana, 75 - 28071 Madrid (España)
Nº de fax: 91 349 53 04

Funcionario autorizado
J. Peces Aguado
Nº de teléfono 91 3496870

INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL

Solicitud internacional n°

PCT/ES2017/070369

C (Continuación).		DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES
Categoría *	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones n°
A	<p>GODINHO V et al.. A new bottom-up methodology to produce silicon layers with a closed porosity nanostructure and reduced refractive index;A new bottom-up methodology to produce silicon layers with a closed porosity nanostructure and reduced refractive index. NANOTECHNOLOGY, 20130614 IOP, BRISTOL, GB. 14/06/2013, Vol. 24, N° 27, Páginas 275604, ISSN 0957-4484, <DOI: doi:10.1088/0957-4484/24/27/275604></p>	1-12

CLASIFICACIONES DE INVENCIÓN

C23C14/35 (2006.01)

G21K5/00 (2006.01)

H01J37/34 (2006.01)