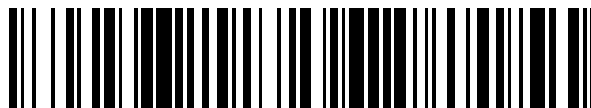


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 468 565**

21 Número de solicitud: 201231769

51 Int. Cl.:

**G01T 3/08** (2006.01)

**B81C 1/00** (2006.01)

**B81B 7/00** (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

**16.11.2012**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**16.06.2014**

56 Se remite a la solicitud internacional:

**PCT/ES2013/070778**

71 Solicitantes:

**CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES  
CIENTÍFICAS (CSIC) (100.0%)**

**Serrano nº 117  
28006 Madrid ES**

72 Inventor/es:

**GUARDIOLA SALMERÓN, Consuelo;  
LOZANO FANTOBA, Manuel;  
FLETA CORRAL, Celeste;  
PELLEGRINI, Giulio y  
QUIRION, David**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

54 Título: **DETECTOR LIQUIDO-SEMICONDUCTOR DE NEUTRONES**

57 Resumen:

Detector líquido-semiconductor de neutrones.

La presente invención se refiere a un detector líquido-semiconductor de neutrones caracterizado porque comprende una estructura híbrida constituida por una fase sólida y una fase líquida, donde la fase sólida comprende un sustrato de un material semiconductor que se caracteriza por presentar una serie de hendiduras a lo largo de la superficie de una de sus caras que constituyen un electrodo del detector, y donde la fase líquida se encuentra embebida en dichas hendiduras y se caracteriza por comprender al menos un compuesto conversor de neutrones que contiene al menos un isótopo capaz de capturar neutrones y producir en su lugar partículas cargadas adecuadas para ionizar el material semiconductor. Asimismo es objeto de la invención el proceso de fabricación de dicho detector y su uso.

ES 2 468 565 A1

**DETECTOR LIQUIDO-SEMICONDUCTOR DE NEUTRONES****DESCRIPCIÓN****5 Campo técnico de la invención**

La presente invención se refiere a un nuevo concepto para crear un detector de neutrones de alta eficiencia (>50%) combinando dos tecnologías que aúnan dos estados de la materia (sólido y líquido), a través de la tecnología MEMS (*Micro-Electro Mechanical Systems*, sistemas micro-electromecánicos) de fabricación de detectores de radiación de semiconductores y de la microfluídica. El detector resultante es un híbrido de semiconductor y líquido. La principal aplicación es la creación de detectores de neutrones de alta eficiencia para medicina nuclear y microdosimetría, exploración espacial, análisis industrial y seguridad nuclear, entre otros.

**15 Antecedentes de la invención**

La radiación es la forma de propagación de energía mediante ondas electromagnéticas (rayos X, rayos gamma, etc.) partículas subatómicas (protones, neutrones, partículas  $\alpha$ , electrones, etc.) en movimiento. La radiación se denomina "ionizante" o "no ionizante" dependiendo de su capacidad de arrancar o no electrones del medio a través del cual se propaga. Esta característica depende de la naturaleza intrínseca de la partícula (esto es, de si es un hadrón, un leptón, un fotón, un núcleo, etc.), del tipo de interacción con el medio (débil, fuerte o electromagnética), así como de la energía inicial de la partícula. Son radiaciones ionizantes las partículas con carga eléctrica (electrones, protones, partículas alfa, etc.), y los rayos X y gamma. No lo son las partículas neutras (neutrones, mesones neutros, y cierto tipo de ondas electromagnéticas como microondas, ondas radio, etc.).

La mayor parte de partículas cargadas, así como los fotones, forma parte de las radiaciones ionizantes, lo que permite detectarlas gracias a la ionización que producen cuando atraviesan la materia. Si el blanco sobre el cual interactúan está compuesto de un material adecuado, y éste está convenientemente integrado en un sistema de lectura electrónica, dicho dispositivo actuará como un detector de partículas. Tales blancos pueden encontrarse en fase sólida, líquida o gaseosa, dependiendo del tipo de partícula a identificar y de la aplicación. Tradicionalmente los materiales usados para ello han sido semiconductores, centelleadores y gases ligeros, respectivamente. Así, un detector de radiación es un dispositivo capaz de identificar la presencia de partículas, ya sean éstas de origen natural (radiación cósmica o procedentes de cadenas de desintegración primitivas) o artificial (desintegraciones nucleares provocadas, o partículas generadas en aceleradores de partículas). De este modo, por ejemplo, en un detector semiconductor, cuando una partícula cargada o un fotón lo atraviesan, la ionización que producen a su paso va generando pares electrón-hueco (portadores de carga), de forma tal que si aplicamos un campo eléctrico, éstos derivarán hacia los electrodos, generando un pulso de corriente en su recolección. A través de este pulso eléctrico se puede inferir la energía depositada por la partícula incidente (vía un circuito externo acoplado a una electrónica de lectura). Sin embargo, cuando una partícula neutra, como un neutrón, atraviesa el medio, no hay detección directa, puesto que estos no tienen carga que ionice dicha materia.

El interés en la detección de neutrones con sensores activos ha aumentado considerablemente en los últimos años. En este campo, dos han sido los tipos de detectores utilizados principalmente: los detectores de gas de  $^3\text{He}$  y los centelleadores basados en  $^6\text{Li}$ . Sin embargo, ambos tipos de detectores comparten algunas características indeseables: por ejemplo, los de  $^3\text{He}$  son pesados y requieren costosas condiciones de operación (altas presiones, del orden de 10 bares, y voltajes en torno a 10 kV), y los centelleadores necesitan ser conectados a un pesado fotomultiplicador que trabaja a cientos de voltios, y precisan un embalaje hermético debido a la naturaleza higroscópica de tales cristales centelleadores. Además, ambos tipos de detectores tienen tiempos de lectura relativamente altos, por lo que no sirven para aplicaciones que requieran una alta tasa de contaje y, lo que es más importante, son materiales de suministro dificultoso: Tanto el  $^3\text{He}$  como el  $^6\text{Li}$  son caros, está pronosticado que las reservas de  $^3\text{He}$  se consuman en las próximas décadas [R.T. Kouzes *et al.*, Nucl. Instr. Meth. A 623 (2010) 1035–1045], y el  $^6\text{Li}$  requiere autorizaciones especiales para su exportación. Estos impedimentos no permiten la versatilidad que algunos entornos requieren y limitan el campo de aplicación de tales detectores. En contraste, los detectores de semiconductor (SD) poseen varias características que los hacen muy útiles para gran parte de los entornos donde se pueden encontrar neutrones (medicina nuclear y microdosimetría, exploración espacial, análisis industrial, y seguridad nuclear), como bajo peso y tamaño, compacidad, robustez y bajo consumo de batería, así como respuesta rápida e insensibilidad a campos electromagnéticos [S. M. Sze, *Physics of Semiconductor Devices*, 2<sup>nd</sup> Ed., John Wiley & Sons, 1981]. No obstante, la adaptación de un SD para detectar neutrones entraña ciertas complejidades inherentes a la física del neutrón [G.F. Knoll, *Radiation detection and measurements*, John Wiley and Sons, Inc., New York 2000]. Como se ha dicho anteriormente, puesto que los neutrones no interactúan con la materia por ionización directa, no pueden ser detectados de manera directa por medio de un semiconductor (SC). Para convertir un SD en un detector de neutrones es necesario usar un isótopo apropiado de un elemento (denominado "conversor") capaz de capturar neutrones y eyectar partículas cargadas (como producto de reacción de la captura) que sí ionizan el semiconductor y por tanto pueden ser detectadas. De esta manera, un detector semiconductor de neutrones consiste en un sensor de radiación cubierto o llenado por un conversor, o uno en el que los átomos del conversor forman parte de la estructura del material [N. Caruso, J. Phys.: Condensed Matter 22 (2010), doi: 10.1088/0953-

8984/22/44/443201; C. Guardiola *et al.*, Journal of Instrumentation 6 (2011), doi: 10.1088/1748-0221/6/11/P11001].

Los neutrones pueden ser clasificados *grosso modo* según su energía (E) en rápidos ( $E > 1$  eV) y lentos ( $E < 1$  eV). El objeto de esta invención se centra en la detección de neutrones lentos, aunque es válido también para el rango de neutrones rápidos. Los conversores con una alta sección-eficaz de captura de neutrones están basados en compuestos que contienen alguno de los siguientes isótopos: principalmente  ${}^6\text{Li}$ ,  ${}^{10}\text{B}$ ,  ${}^{113}\text{Cd}$ ,  ${}^{155}\text{Gd}$  y  ${}^{157}\text{Gd}$ ; aunque también son posibles otros isótopos de mucha menor abundancia natural, baja sección eficaz, e incluso gases nobles o elementos que pertenecen al grupo de las tierras raras, como por ejemplo:  ${}^3\text{He}$ ,  ${}^{135}\text{Xe}$ ,  ${}^{235}\text{U}$ ,  ${}^{238}\text{U}$ ,  ${}^{232}\text{Th}$ ,  ${}^{23}\text{Na}$ ,  ${}^{56}\text{Fe}$ ,  ${}^{91}\text{Zr}$ ,  ${}^{115}\text{In}$ ,  ${}^{197}\text{Au}$ , Hf, Co, Sm, Ti, Dy, Er, Eu, Mo, Yb. Conversores con compuestos que contienen algunos de estos isótopos también son posibles, como por ejemplo:  $\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{BF}_3$ ,  $\text{LiF}$ ,  $\text{H}_3\text{BO}_3$  y  $\text{Mo}_2\text{B}_5$ . Las reacciones nucleares de los isótopos más utilizados que se generan en la captura neutrónica se especifican en la Tabla I.

Tabla I. Isótopos conversores para neutrones

Material	Reacción de captura neutrónica
${}^{10}\text{B}$	${}^{10}\text{B} + n \rightarrow \alpha (1.47\text{MeV}) + {}^7\text{Li} (0.84\text{MeV}) + \text{g} (0.48\text{MeV})$ 94%
	${}^{10}\text{B} + n \rightarrow \alpha (1.78\text{MeV}) + {}^7\text{Li} (1.01\text{MeV})$ 6%
${}^6\text{Li}$	$n + {}^6\text{Li} \rightarrow {}^3\text{H} (2.72\text{MeV}) + \alpha (2.05\text{MeV})$
${}^{113}\text{Cd}$	${}^{113}\text{Cd} + n \rightarrow {}^{114}\text{Cd} + \text{g} (0.56\text{MeV}) + e^-$
${}^{155}\text{Gd}$	${}^{155}\text{Gd} + n \rightarrow {}^{156}\text{Gd} + \text{g} (0.09, 0.2, 0.3\text{MeV} \dots) + e^-$
${}^{157}\text{Gd}$	${}^{157}\text{Gd} + n \rightarrow {}^{158}\text{Gd} + \text{g} (0.08, 0.18, 0.28\text{MeV} \dots) + e^-$

Los detectores de neutrones basados en semiconductores con geometría planar [J. K. Shultis and D.S. McGregor, IEEE Trans. Nucl. Sc., Vol. 53, (3) 2006, 1659-1665] tienen una eficiencia más baja comparada con otras soluciones tecnológicas, tales como los detectores con perforaciones (que superan las restricciones geométricas planares incrementando la superficie de contacto entre el convertidor y el detector de semiconductor con patrones de perforaciones dentro del mismo). Hace veinticinco años, R.A. Muminov y L.D. Tsvang apuntaron que la eficiencia de detección de neutrones podía alcanzar hasta un 40%, e incluso más, si se distribuían canales rectangulares a lo largo de la superficie del SD [R.A. Muminov and L.D. Tsvang, At. Energy, vol. 62, No. 4, 265-267, 1987]. Sin embargo, desde entonces han sido pocos los grupos de investigación que han sido capaces de fabricar tales microestructuras en SD para detección neutrónica. En particular, el grupo liderado por el Dr. D.S. McGregor ha trabajado intensamente en este tema usando  ${}^6\text{LiF}$  como convertidor con considerables mejoras durante los últimos años, llegando a reportar eficiencias de detección para neutrones térmicos del 12% para sensores con trincheras sinusoidales [D.S. McGregor *et al.*, Nuclear Instruments And Methods in Physics Research A 608 (2009), 125-131] y hasta un 42% cuando acopla dos detectores basados en estructuras perforadas [S.L. Bellinger *et al.*, IEEE Trans. Nucl. Sci. 59, (1) 2012, 167-173, doi:10.1109/TNS.2011.2175749]. Este último grupo de investigación tiene al menos dos patentes relevantes sobre detectores de semiconductores perforados, pero todo el dispositivo en su conjunto es "sólido" [D.S. McGregor y R. Klann, US 7164138; D.S. McGregor *et al.*, US 7855372]. Existe otra patente con similitudes, reportada por H.C. Climent [H.C. Climent, US 2012/0132819]. No obstante, durante años se ha sugerido que la eficiencia de tales dispositivos podría alcanzar hasta un 50%, hecho que muestra que todavía esta problemática permanece incompletamente resuelta y que es preciso proponer nuevos prototipos que supongan mejoras sustanciales. Recientemente C. Guardiola *et al.* [Journal of Instrumentation, doi:10.1088/1748-0221/7/06/T06003] han presentado un estudio donde reportan los parámetros óptimos para una de tales estructuras perforadas, pero con valores realistas de acuerdo con las técnicas actuales de fabricación de MEMS.

El detector objeto de la presente invención alcanza, e incluso supera, tales expectativas. Partiendo de la idea de Muminov y Tsvang de incorporar perforaciones o hendiduras dentro del semiconductor, se ha desarrollado un nuevo concepto de detector: si se llenan dichas hendiduras de compuestos líquidos sintetizados con alguno de los isótopos-conversores arriba citados, los productos de reacción de la captura neutrónica pueden alcanzar fácilmente el SD y ser detectados. Además, los líquidos permiten –dada la capacidad de control sobre su síntesis– mayores posibilidades de combinación de parámetros de diseño para su acoplo con el SD. Es decir, el objeto de la presente invención es un concepto innovador en la física de detectores de partículas: un detector de neutrones híbrido líquido-semiconductor. Las ventajas que supone incorporar líquidos basados en conversores son numerosas, como se explica a continuación, y permite además una versatilidad en los diseños de los SD que los contienen muy ventajosa, reduciendo ciertos parámetros de ligadura intrínsecos en el uso tradicional de conversores sólidos que dificultan su incorporación a hendiduras micrométricas. Ejemplos de técnicas usadas para ello son: depósito, evaporación (*Physical Vapor Deposition* (PVD) o *Chemical Vapor Deposition* (CVD)), condensación o simples métodos manuales [D.S. McGregor *et al.*, *op. cit.*; Bellinger *et al.*, *op. cit.*; R.J. Nikolic *et al.*, Proceedings of SPIE, vol. 6013 (2005)]. Todas estas técnicas son costosas económicamente, están aún por mejorar, o bien son difíciles de reproducir y de incorporar a un proceso industrial.

Los líquidos son un estado de agregación de la materia con unas características que los hacen muy útiles para los detectores objeto de la presente invención. En primer lugar, presentan unas cualidades de penetración altamente beneficiosas para su introducción por técnicas de microfluídica en los SD perforados. Los líquidos aglutinan una serie de principios físicos que, convenientemente direccionados (controlando sus parámetros de síntesis), pueden ser ventajosamente usados para su acoplo a los SD con hendiduras. Tales propiedades físicas son la capilaridad, la cohesión, la adherencia, la viscosidad, y la tensión superficial. Además, dada la capacidad de penetración de los líquidos, cabe subrayar las siguientes habilidades: (a) los líquidos pueden penetrar orificios, aberturas, y hendiduras de tamaño micrométrico con mayor facilidad relativa que los conversores sólidos, (b) pueden permanecer en aberturas amplias, (c) pueden ser extendidos en capas finas, incluso micrométricas y (d) son fácilmente absorbidos y/o distribuidos ante discontinuidades o irregularidades en el recipiente/dispositivo que los contiene. Es decir, si se sintetizan los conversores de neutrones en estado líquido, éstos añadirían las ventajas de las propiedades intrínsecas de los líquidos, propiciando una forma más viable, sencilla, y económica de incorporarlos a los semiconductores que la otorgada hasta ahora por conversores en estado sólido.

### **Breve descripción de la invención**

La invención consiste en un nuevo concepto de detector de neutrones de alta eficiencia. La innovación reside en la combinación de un sustrato de un material semiconductor con sus componentes pertinentes (unión p-n, contacto óhmico, electrodos, contacto eléctrico) para que sea un detector sensible a radiación/partículas, con hendiduras a lo largo de su superficie y un conversor de neutrones en estado líquido embebido en ellas.

Es, por tanto, un primer objeto de la invención un detector líquido-semiconductor de neutrones caracterizado porque comprende una estructura híbrida constituida por una fase sólida y una fase líquida. La fase sólida está constituida por un sustrato de un material semiconductor que se caracteriza por presentar una serie de hendiduras a lo largo de su superficie, las cuales constituyen uno de los electrodos del detector. La fase líquida se encuentra embebida en dichas hendiduras y se caracteriza por comprender al menos un compuesto conversor de neutrones que contiene al menos un isótopo capaz de capturar neutrones y producir en su lugar partículas cargadas adecuadas para ionizar el material semiconductor.

Tal detector híbrido es viable, conjugando la tecnología MEMS de detectores de semiconductores, técnicas de microfluídica y nociones básicas de fluidos y reología, y la química de conversores de neutrones líquidos. Estos últimos deben sintetizarse de forma tal que optimicen la eficiencia de detección neutrónica del diseño. Es decir, los parámetros de síntesis del líquido-conversor (tales como densidad, composición, viscosidad, concentración, etc.) deben estar en tal correlación con los parámetros de diseño del sustrato-semiconductor (dimensiones de las geometrías de hendidura) que la eficiencia de detección de neutrones sea máxima. No se ha encontrado ninguna referencia bibliográfica ni patente previa que haya propuesto o realizado semejante dispositivo.

Es un objeto adicional de la invención un procedimiento para la fabricación de dicho detector, el cual se caracteriza por que comprende:

- (a) preparar la fase sólida constituida por un sustrato de un material semiconductor mediante el grabado de una serie de hendiduras a lo largo de su superficie, las cuales constituyen uno de los electrodos del detector;
- (b) introducir la fase líquida que comprende al menos un compuesto conversor de neutrones en las hendiduras de la fase sólida.

En una realización particular de la invención, el proceso puede comprender una etapa adicional de confinamiento de la fase líquida en las hendiduras de la fase sólida mediante encapsulación. Alternativamente, en otra realización particular del proceso, éste puede comprender una etapa inicial (previa o simultánea a la etapa de preparación de la fase sólida) de síntesis de la fase líquida. Esta etapa de preparación de la fase líquida puede comprender la disolución del compuesto conversor de neutrones en al menos un disolvente (preferentemente seleccionado entre diglima (eter 2-metoxietilo), THF (tetrahidrofurano), acetonitrilo, y dibromoetano) y/o la adición del compuesto conversor de neutrones a una matriz adherente (preferentemente seleccionada entre PVC y cianocrilato). Finalmente, es un objeto adicional de la invención el uso del detector para detectar neutrones.

### **Breve descripción de las figuras**

**Figura 1.** Ejemplos de algunas de las figuras geométricas de hendiduras que pueden crearse en el semiconductor.

**Figura 2.** Diagrama esquemático del proceso global.

### **Descripción detallada de la invención**

La novedad de la presente invención reside en la combinación de los estados sólido y líquido: por un lado un semiconductor (puede ser de varios tipos, e.g. Si, Ge, SiC, CdTe, CdZnTe, GaAs, B<sub>4</sub>C, entre otros) que hará de detector-sensible y, por otro, el líquido que actuará como conversor de neutrones en partículas cargadas a

detectar por el semiconductor. El compuesto conversor de neutrones puede estar sintetizado con alguno de los isótopos descritos en el apartado de "Antecedentes de la invención", entre los cuales se encuentran el  $^6\text{Li}$ ,  $^{10}\text{B}$ ,  $^{113}\text{Cd}$ ,  $^{155}\text{Gd}$ ,  $^{157}\text{Gd}$ ,  $^3\text{He}$ ,  $^{135}\text{Xe}$ ,  $^{235}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$ ,  $^{23}\text{Na}$ ,  $^{56}\text{Fe}$ ,  $^{91}\text{Zr}$ ,  $^{115}\text{In}$ ,  $^{197}\text{Au}$ , Hf, Co, Sm, Ti, Dy, Er, Eu, Mo, o el Yb. De manera particular, el compuesto conversor puede ser seleccionado de un grupo que consiste preferentemente en  $\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{BF}_3$ , LiF,  $\text{H}_3\text{BO}_3$ ,  $\text{Mo}_2\text{B}_5$ ,  $\text{B}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Na}_2[\text{B}_{12}\text{H}_{12}]$ ,  $\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}$  y  $\text{B}_{10}\text{H}_{14}$ . Tal combinación posibilita llenar las hendiduras del semiconductor, puesto que en principio los líquidos pueden penetrar, permear, anegar, distribuirse, y adaptarse a cuan diversas formas geométricas sean grabadas en el semiconductor.

En una realización particular de la invención, el proceso de fabricación del detector puede comenzar con la fabricación de la parte sólida del dispositivo. Dicho proceso tiene lugar en una sala blanca, donde se manufactura el detector de un material semiconductor correspondiente a la parte sensible o detector del dispositivo. Para ello, adicionalmente al material semiconductor se añaden los componentes necesarios que confieren al mismo la capacidad para detectar radiación/partículas, como por ejemplo electrodos, capas aislantes, contactos, y uniones p-n, entre otros. Para ello, es posible hacer uso de técnicas estándares de fabricación MEMS, creando los anteriores componentes por medio de dopaje (difusión o implantación iónica), ataque químico, oxidación, y depósito de capas de materiales entre otros [G. Pellegrini et al., Nuclear Instruments & Methods in Physics Research A (2012), <http://dx.doi.org/10.1016/j.nima.2012.05.087>]. En esta parte del proceso, una parte fundamental es el grabado de las hendiduras en el semiconductor, que pueden ser desde trincheras paralelas, agujeros, o hendiduras sinusoidales (algunos ejemplos son mostrados en la Figura 1). Cualesquiera otras combinaciones de figuras geométricas pueden darse también. Cabe subrayar que el diseño de tales hendiduras geométricas puede ser hecho de forma tal que por consideraciones básicas de teoría de física de fluidos, faciliten la introducción y fluidez posterior de los líquidos. Las hendiduras constituyen en todo o en parte uno de los electrodos del detector, si bien dicho detector puede comprender al menos un segundo electrodo. Este segundo electrodo puede crearse en la misma cara del detector en la que se hayan grabado las hendiduras o en la cara opuesta a las mismas, y puede tener geometría planar o tridimensional (ver Figura 1).

Paralelamente, se sintetizan los conversores líquidos con los parámetros óptimos según las dimensiones del sustrato de semiconductor, es decir: concentración, densidad, viscosidad, porcentajes de los elementos que forman el compuesto, etc., y que repercuten en propiedades tales como la adherencia, tensión superficial, cohesión, capilaridad, etc., que harán más fácil su acoplo posterior al semiconductor. Cabe la posibilidad de combinar las dimensiones de fabricación del sustrato de material semiconductor, es decir, aquellas referentes a la celda unidad que constituye la base de la geometría seleccionada (trinchera, agujero, serpentín, etc.), de forma bastante precisa con los valores característicos del líquido conversor, si se correlacionan ambos conjuntos de parámetros con, por ejemplo, simulaciones previas de Monte Carlo o estimaciones analíticas [C. Guardiola et al., Journal of Instrumentation, doi: 10.1088/1748-0221/7/06/T06003].

A continuación, se procede a introducir el conversor líquido en el sustrato sólido constituido por el material semiconductor, preferentemente silicio. Dependiendo de la combinación material semiconductor-líquido conversor, podrá utilizarse, por ejemplo, instrumentación básica de microfluídica como micromanipuladores, micropipetas comerciales o fabricadas de capilares de vidrio de borosilicato (pudiendo usarlas de forma manual o mecanizarlas con sistemas de acoplamiento conjunto), bombas de vacío, etc. Pueden aplicarse también otras posibilidades para introducir el líquido en el sustrato sólido constituido por el material semiconductor, como por ejemplo: anegar el sustrato sólido en el líquido conversor; depositar simplemente éste sobre el sustrato sólido y dejar que penetre de forma natural o aplicar una combinación de parámetros de temperatura y presión, por ejemplo  $T = 25\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $P = 30\text{ mbar}$ ; sumergir el sustrato sólido en el líquido y aplicar ultrasonidos, por ejemplo con una frecuencia de 24 kHz; usar una centrifugadora y estufas, etc. Dependiendo de qué geometrías se hayan grabado en el sustrato sólido y de los conductos adjuntos para la inclusión del líquido-conversor (así como para generar un flujo de corriente inicial según principios básicos de la reología), una u otra de las técnicas citadas será más o menos práctica, reduciendo exponencialmente el gasto económico y el tiempo respecto a las técnicas de PVD y CVD comentadas en el apartado de "Antecedentes de la invención". De manera general, puede estimarse una reducción en los costes de hasta dos órdenes de magnitud y una reducción en el tiempo de en torno a un orden de magnitud.

Finalmente, en una realización preferida de la invención, el proceso puede comprender una etapa adicional de encapsulación del dispositivo en conjunto con un material que puede ser preferentemente, pero no exclusivamente, PDMS, metacrilato, o vidrio entre otros, de manera que el conversor quede confinado en las hendiduras del sustrato sólido de material semiconductor. Existe la posibilidad de que esta encapsulación no sea imprescindible, en aquellos casos en que el líquido solidifique parcialmente dentro de las hendiduras, quedando en un estado semi-viscoso y adherido a la pared del semiconductor.

En la figura 2 se muestra de manera simplificada el diagrama del proceso en su conjunto. En esta figura se muestran las siguientes etapas:

- (1) Pre-cálculos (opcionales) de simulaciones Monte Carlo o analíticos para acotar los parámetros de las etapas (2) y (3);
- (2) Fabricación del sustrato sólido constituido por un material semiconductor;
- (3) Síntesis del líquido-conversor;
- (4) Conversor líquido;

- (5) Conversor líquido (4) en disolvente;
- (6) Conversor líquido (4) o conversor líquido (4) en disolvente (5), en matriz;
- (7) Introducción del líquido-conversor en el sustrato sólido constituido por el material semiconductor;
- (8) Encapsulado.

5

El conversor líquido estará compuesto en su versión más sencilla por un elemento conversor de neutrones en fase líquida, e.g.  $[C_8mim]_2[B_{12}H_{12}]$  o  $[C_8mim]_2[B_{12}H_{12}]$ . Pueden utilizarse también compuestos de boro que al ser diluidos en un disolvente adecuado actúan como conversores líquidos, como por ejemplo:  $B(OH)_3$ ,  $Na_2[B_{12}H_{12}]$ ,  $C_2B_{10}H_{12}$ ,  $B_{10}H_{14}$ , etc. Todos estos compuestos pueden sintetizarse con boro natural o enriquecido en su isótopo  $^{10}B$ . Cualquier otro compuesto que contenga boro o cualquier otro conversor de neutrones (como los citados en el apartado de "Antecedentes de la invención") y que pueda ser disuelto puede ser utilizado también. Los disolventes que facilitan la introducción del conversor en las hendiduras pueden ser por ejemplo, entre otros, diglima (eter 2-metoxietilo), THF (tetrahidrofurano), acetonitrilo, y dibromoetano. Adicionalmente, el conversor puede llevar además una matriz adherente que le confiera al conjunto ciertas propiedades de adhesión para "contener" el conversor en un estado de agregación de la materia transitorio (sólido-líquido), lo cual permite disponer de un mayor control sobre las propiedades del mismo. La matriz adherente puede ser por ejemplo PVC o cianoacrilato, entre otros. Así, dependiendo de la complejidad del diseño del semiconductor, una u otra combinación de conversor, disolvente, y matriz de adhesión será más o menos óptima y funcional.

10

15

El estado final del conversor puede quedar absolutamente líquido, como por ejemplo el caso del  $[C_8mim]_2[B_{12}H_{12}]$ , o bien el disolvente que lo contiene puede evaporarse y dejar el conversor en un estado de mesofase sólido-líquido dentro de las trincheras como en el caso del  $[B_{12}H_{12}]$  en una matriz de PVC y disuelto en THF.

20

## 25 EJEMPLO

En el ejemplo de realización se tomará como material semiconductor el silicio. Por lo tanto, se procede a la fabricación de la fase sólida del detector con técnicas estándares MEMS en una sala blanca con obleas de silicio de alta resistividad tipo-n ( $\rho > 1 \text{ k}\Omega\text{-cm}$ ). En este caso, la oblea se procesa de tal manera que contenga varios detectores sólidos de  $0.5 \text{ cm}^2$  de área activa y en cada uno de ellos se grabará con un Alcatel 601E un diseño de trincheras paralelas a lo largo de una de las caras de dicho sustrato, como una de las combinaciones de los casos presentados en la Figura 1.

30

Para este ejemplo, el diseño tiene los siguientes parámetros para las dimensiones de las trincheras: altura  $h=250 \mu\text{m}$ , longitud  $L=5 \mu\text{m}$ , ancho  $W=20 \mu\text{m}$ . A continuación las trincheras se recubren con una fina capa de polisilicio que se dopa con boro (p+) para crear la unión p-n. Posteriormente, las trincheras se pasivan con una delgada capa de óxido de silicio ( $< 400 \text{ nm}$ ) y se deposita una capa de aluminio ( $< 500 \text{ nm}$ ) para suministrar el contacto eléctrico para la polarización y la electrónica de lectura. Nótese que las cavidades o hendiduras no son totalmente cerradas, es decir, quedan las aperturas abiertas para el posterior llenado del líquido conversor, y que las capas que recubren las trincheras han de ser lo suficientemente delgadas para no entorpecer el paso de los productos de la reacción de los neutrones con el conversor. El contacto óhmico se realiza mediante una implantación de fósforo (n+) en el dorso de la oblea de silicio que se metaliza después con una capa de aluminio.

35

40

Paralelamente a este proceso y en función de los parámetros anteriores de las dimensiones de las trincheras que hemos grabado en el sustrato sólido, se sintetiza un líquido-conversor de un compuesto enriquecido en  $^{10}B$  con 1.95 gramos de  $[C_8mim]_2[B_{12}H_{12}]$  disuelto en 4.7 ml de acetonitrilo, con densidad= $0.94 \text{ g/cm}^3$  y concentración molar 0.5 M.

45

Después se procede a introducir el conversor líquido en el sustrato sólido. Para ello, en este ejemplo, en la primera trinchera del sustrato sólido (la cual ha sido alargada hasta el borde del sustrato sólido) se deposita aproximadamente unos 500  $\mu\text{l}$  de líquido-conversor con una micropipeta estándar, y en la última trinchera (que también ha sido extendida hasta el otro extremo del sustrato sólido) se usa un conducto de extracción de vacío de forma tal que se genera un flujo de corriente que propicia el llenado de todas las trincheras intermedias. El proceso dura unos pocos segundos y al finalizar, se retira la extracción de vacío, el líquido permanece dentro de las trincheras, inmerso en el sustrato sólido, sin derrames laterales.

50

55

Finalmente se encapsula el dispositivo en conjunto con una sencilla tapa-soporte de PDMS.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Detector líquido-semiconductor de neutrones caracterizado por que comprende una estructura híbrida constituida por una fase sólida y una fase líquida, donde la fase sólida comprende un sustrato de un material semiconductor que se caracteriza por presentar una serie de hendiduras a lo largo de la superficie de una de sus caras que constituyen un electrodo del detector, y donde la fase líquida se encuentra embebida en dichas hendiduras y se caracteriza por comprender al menos un compuesto conversor de neutrones que contiene al menos un isótopo capaz de capturar neutrones y producir en su lugar partículas cargadas adecuadas para ionizar el material semiconductor.
- 10 2. Detector de acuerdo a la reivindicación 1, donde el isótopo es seleccionado de un grupo que consiste en  ${}^6\text{Li}$ ,  ${}^{10}\text{B}$ ,  ${}^{113}\text{Cd}$ ,  ${}^{155}\text{Gd}$ ,  ${}^{157}\text{Gd}$ ,  ${}^3\text{He}$ ,  ${}^{135}\text{Xe}$ ,  ${}^{235}\text{U}$ ,  ${}^{238}\text{U}$ ,  ${}^{232}\text{Th}$ ,  ${}^{23}\text{Na}$ ,  ${}^{56}\text{Fe}$ ,  ${}^{91}\text{Zr}$ ,  ${}^{115}\text{In}$ ,  ${}^{197}\text{Au}$ , Hf, Co, Sm, Ti, Dy, Er, Eu, Mo y Yb.
- 15 3. Detector de acuerdo a la reivindicación 1 o 2, donde el compuesto conversor es seleccionado de un grupo que consiste en  $\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{BF}_3$ , LiF,  $\text{H}_3\text{BO}_3$ ,  $\text{Mo}_2\text{B}_5$ ,  $\text{B}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Na}_2[\text{B}_{12}\text{H}_{12}]$ ,  $\text{C}_2\text{B}_{10}\text{H}_{12}$  y  $\text{B}_{10}\text{H}_{14}$ .
- 20 4. Detector de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde el material semiconductor es seleccionado de un grupo que consiste en Si, Ge, SiC, CdTe, CdZnTe, GaAs y  $\text{B}_4\text{C}$ .
- 5 5. Detector de acuerdo a una cualquier de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que comprende al menos un segundo electrodo localizado en la misma cara o en la cara opuesta a las hendiduras.
- 25 6. Detector de acuerdo a la reivindicación 5, donde dicho segundo electrodo presenta geometría planar o tridimensional.
7. Procedimiento para la fabricación de un detector de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que comprende:
- 30 (a) preparar la fase sólida constituida por un sustrato de un material semiconductor mediante el grabado de una serie de hendiduras lo largo de su superficie, las cuales constituyen un electrodo del detector;
- (b) introducir la fase líquida que comprende al menos un compuesto conversor de neutrones en las hendiduras de la fase sólida.
- 35 8. Procedimiento, de acuerdo a la reivindicación 7, caracterizado por que comprende una etapa adicional de confinamiento de la fase líquida en las hendiduras de la fase sólida mediante encapsulación.
9. Procedimiento, de acuerdo a la reivindicación 7, caracterizado por que comprende una etapa inicial, previa o simultánea a la etapa de preparación de la fase sólida, de síntesis de la fase líquida, la cual comprende la disolución del compuesto conversor de neutrones en al menos un disolvente y/o la adición del compuesto conversor de neutrones a una matriz adherente.
- 40 10. Procedimiento, de acuerdo a la reivindicación 9, donde dicho disolvente es seleccionado de un grupo que consiste en diglima(eter 2-metoxietilo), THF (tetrahydrofurano), acetonitrilo, y dibromoetano.
- 45 11. Procedimiento, de acuerdo a la reivindicación 9, donde dicha matriz adherente es seleccionada entre PVC y cianocrilato.
12. Uso de un detector de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 para detectar neutrones.
- 50 13. Uso de un detector de acuerdo a una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en medicina nuclear.

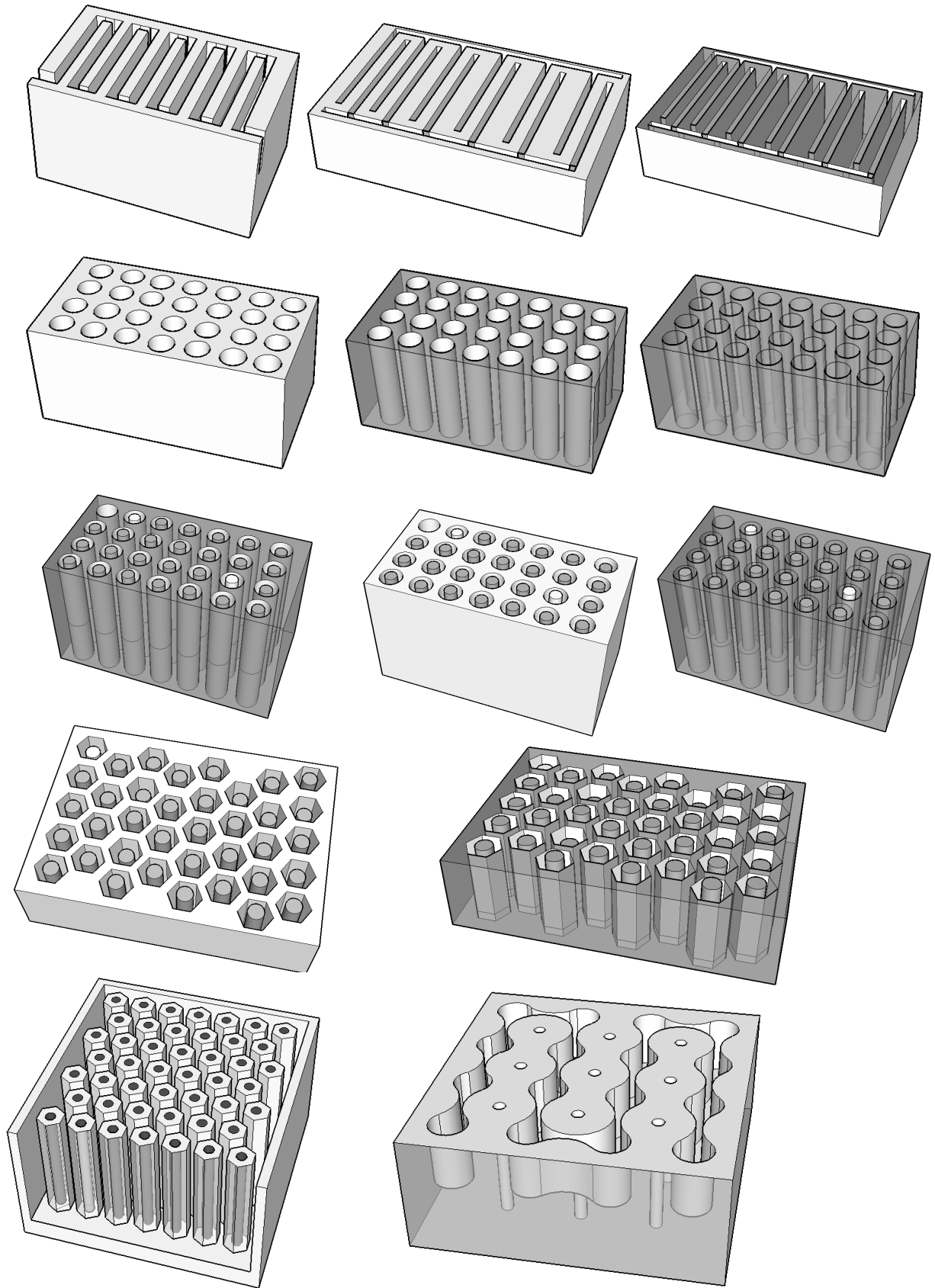


FIG. 1



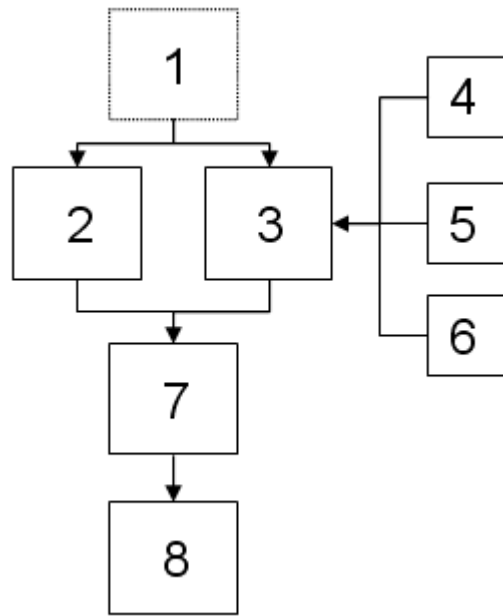


FIG. 2