



**Recubrimiento Anti-multipactor****DESCRIPCIÓN**

- 5 La invención trata de un recubrimiento anti-multipactor depositado sobre un sustrato, que puede ser expuesto al aire y su procedimiento de obtención por métodos químicos simples. La invención comprende el uso de este recubrimiento en la fabricación de dispositivos de alta frecuencia.

**10 ESTADO DE LA TÉCNICA**

En dispositivos de alta potencia para el espacio, la emisión de electrones secundarios gobierna un efecto multipactor que es una avalancha de electrones resonante en vacío detectada en instrumentación espacial de microondas (MW) y radiofrecuencia (RF), en 15 estructuras de grandes aceleradores de partículas y sistemas de plasma toroidal termonuclear, los cuales se fabrican en un amplio variedad de geometrías y que trabajan en una frecuencia en el rango desde MHz hasta decenas de GHz. El mecanismo fundamental que subyace en este serio problema de la descarga multipactor es la emisión de electrones secundarios (SEE). El efecto Multipactor limita la potencia máxima que puede ser 20 transmitida en estos dispositivos de alta potencia que trabajan bajo condiciones de vacío.

El efecto Multipactor es un grave problema en campos de gran importancia tecnológica tales como dispositivos de alta potencia de RF para el espacio, grandes aceleradores de partículas, *klystrons* y otros tubos de vacío de RF de alta potencia. Las condiciones de 25 resonancia del multipactor pueden a veces ser inhibidas por un diseño adecuado de los parámetros relativos a campo electromagnético de RF; pero siempre quedan regiones críticas donde las condiciones de resonancia únicamente pueden ser evitadas utilizando superficies de baja emisión secundaria.

30 Se ha indicado que un punto clave para la futura fabricación de dispositivos avanzados para el espacio es el desarrollo de recubrimientos anti-multipactor, los cuales deben poseer baja conductividad eléctrica superficial para evitar las pérdidas de RF, gran resistencia a la exposición al aire y baja SEE. La rugosidad superficial puede ser un problema en las pérdidas de potencia en materiales metálicos debido a la resistencia superficial elevada o 35 altas pérdidas de inserción, o incluso llevar asociado una profundidad superficial pequeña a altas frecuencias. En el límite de altas frecuencias, la corriente inducida en un material se

localiza estrictamente en su superficie y la resistencia aumenta en el ratio del área de la superficie rugosa/ área del área proyectada (para rugosidad transversal 2D). A bajas frecuencias, la corriente inducida se distribuye de forma exponencial hacia el interior del material de acuerdo con la profundidad superficial y la resistencia superficial decrece siendo 5 el límite la resistencia dc. En una guía de onda con superficies conductoras metálicas, la atenuación de la potencia medida en dB (pérdidas de inserción o IL) es proporcional a la resistencia superficial en RF.

Se conocen bien varias técnicas para reducir el rendimiento de emisión de electrones 10 secundarios (SEY): modificación de la rugosidad superficial o acondicionado de la superficie [I. Montero et al “Novel types of anti-ecloud surfaces”, *ECLOUD12 Proceedings - CERN* (2012)]. Desde hace muchos años la plata se ha utilizado en diferentes dispositivos 15 electrónicos debido a su alta conductividad eléctrica, por ejemplo, en conectores de RF de alta calidad y dispositivos de RF que trabajan bajo condiciones de vacío. La plata posee un coeficiente de emisión secundaria (SEY) superior a 2 después de la exposición al aire. Sin embargo, para prevenir la descarga multipactor es obligatorio utilizar superficies con baja 15 SEY, menor de 1.1. Numerosas investigaciones han intentado solucionar estos problemas.

Recubrimientos rugosos aplicados a las superficies de plata pueden reducir 20 significativamente la emisión de electrones secundarios o SEY [M. A. Furman and M. T. F. Pivi, “Simulation of secondary electron emission based on a phenomenological probabilistic model”, *LBNL-52807, SLAC-PUB-9912* (2013)].

[“Multipactor supression by micro-structured gold/silver coatings for space applications”, 25 *Applied Surface Science*, en prensa disponible online el 20 Mayo de 2014], describe un método de preparación complicado y muy caro para eliminar el efecto multipactor en la instrumentación espacial que comprende recubrimientos microestructurados de oro/plata. En ese trabajo el SEY medido es alto (SEY =1.3) y se detecta la descarga multipactor.

30 El ataque químico del recubrimiento de la plata plana para incrementar su rugosidad y lograr un bajo SEY y bajas pérdidas de inserción es un método que ha sido descrito previamente. Sin embargo, el ataque químico de las superficies planas solo producen un decrecimiento moderado del SEY, permaneciendo éste siempre mayor que 1 , y un gran aumento de las pérdidas de inserción, además las propiedades mecánicas de la plata se deterioran después 35 de ese drástico proceso de ataque [“RF component and the method thereof for surface finishing” *WO 2009115083 A3 and V. Nistor, L. Aguilera, I.Montero, D.Raboso, L.A.*

Gonzalez, L. Soriano, L. Galán, U. Ulrich, D. Wolk, *Proceeding of MULCOPIM 2011, Valencia*].

La exposición al aire produce un aumento tan importante del SEY que los recubrimientos se  
5 pueden convertirse en inutilizables para las aplicaciones anti-multipactor, por ejemplo un aumento de 0.5 a 2. Recubrimientos de multicapas con un bajo SEY para prevenir interferencias como consecuencia de la emisión secundaria de electrones se encuentran entre las tecnologías más modernas (por ejemplo, US4559281A). Sin embargo, no se hace ninguna referencia al efecto de la exposición al aire.

10

Incluso escamas de grafeno han sido estudiadas para esta aplicación pero sus pérdidas de inserción teóricas (3.1dB) no son adecuadas para esta aplicación [*“Secondary electron emission under electron bombardment from graphene nanoplatelets”*, *Applied Surface Science* 01/(2014), 291, 74–77].

15

US20090261926A1 revela un método de reducir la probabilidad del efecto multipactor sobre superficies de dispositivos de RF. El método incluye la formación de una capa porosa de *Anomag* formada sobre la superficie del material y una capa conductora sobre la capa porosa. *Anomag* es una capa de óxido y por esta razón su resistividad es más alta que la capa metálica. En consecuencia, como era de esperar, las pérdidas de inserción son altas e inadecuadas para el funcionamiento normal de los dispositivos de RF de alta potencia.

20

Por las razones expuestas anteriormente, se necesita desarrollar recubrimientos anti-multipactor con baja SEY, baja pérdidas de inserción y alta resistencia al aire o estabilidad 25 frente a su exposición al aire.

## DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

La invención se refiere a un material de baja emisión de electrones secundarios. Se trata de 30 un recubrimiento anti-multipactor rugoso, depositado sobre un sustrato que consiste de un metal o una mezcla de metales que puede ser expuesta al aire y todavía mantiene su baja SEY y sus bajas pérdidas de inserción.

Además, la invención trata del procedimiento de obtención del recubrimiento anti-multipactor 35 por métodos químicos simples. Este proceso aumenta la relación de aspecto de la altura con

respecto a la anchura de los poros lo cual mitiga el efecto multipactor. La principales ventajas de este nano-microtecnología son las siguientes:

- Es capaz de producir rugosidades superficiales desde la escala nanométricaa la micrométrica.
- 5 • La relación de aspecto de la rugosidad puede ser muy alta y controlada por las condiciones del proceso de preparación.
- La incorporación de especies químicas de la disolución es despreciable (contaminación).
- 10 • Es capaz de tratar fácilmente grandes áreas comparado con otras técnicas de la nanotecnología, obteniéndose un mayor control de las estructuras superficiales producidas de manera más económica.

Adicionalmente, la presente invención trata del uso del recubrimiento anti-multipactor depositado sobre un sustrato para la fabricación de dispositivos de alta potencia que 15 trabajan a alta frecuencia

Un primer aspecto de la presente invención trata de un recubrimiento anti-multipactor depositado sobre un sustrato que se caracteriza por lo siguiente

- comprende al menos dos capas metálicas de alta conductividad en contacto con 20 una conductividad eléctrica superior a  $4 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ ,
- posee un coeficiente de emisión secundaria menor de 1 en aire, y entre 0.4 y 0.9 para un rango de energía de los electrones incidentes entre 0 y 5000 eV.
- tiene una rugosidad superficial final con una relación de aspecto de los poros superior a 4, con una densidad de poros o huecos superior al 70 %.
- 25 - y tiene unas pérdidas de inserción entre 0.1 y 0.14 dB.

donde dicho sustrato consiste de un metal o una mezcla de metales.

En la presente invención el término “recubrimiento anti-multipactor” describe un 30 recubrimiento depositado sobre un sustrato que evita o reduce la emisión de electrones secundarios detectada en los dispositivos de alta potencia que trabajan a potencias del orden de 100 W en instrumentación espacial de RF. Esto significa que el recubrimiento anti-multipactor depositado sobre el sustrato evita o reduce la avalancha de electrones resonante en el vacío que se detectada en los dispositivos mencionados.

El recubrimiento anti-multipactor depositado sobre un sustrato de la presente invención tiene un SEY<1 en el aire, entre 0.4 y 0.9 para energías de electrones incidentes o primarios de 0 a 5000 eV.

5 Los recubrimientos antimultipactor depositados sobre un sustrato de la presente invención puede ser expuesta al aire manteniendo su bajo SEY incluso después de un largo tiempo de exposición al aire.

10 El término “relación de aspecto del hueco o poro” se utiliza en el presente documento para definir la rugosidad superficial final del recubrimiento anti-multipactor de la presente invención y se refiere a la forma geométrica de los huecos o poros superficiales, es decir la relación de la profundidad a la anchura del poro o pozo.

15 La relación de aspecto del hueco de la rugosidad del recubrimiento anti-multipactor es superior a 4, con densidad superficial de poros >70%.

20 El término “pérdidas de inserción” utilizado en este documento se refiere a la pérdida de la potencia de la señal debido a la presencia del recubrimiento anti-multipactor depositado sobre el sustrato del dispositivo de la presente invención. Por ejemplo, las pérdidas de inserción es una figura de mérito para los filtros electrónicos y este dato se especifica con el dispositivo (por ejemplo, un filtro); se define como el cociente del nivel de la señal cuando está presente el filtro a cuando no lo está. Esta relación se expresa en decibelios (dB).

25 El recubrimiento anti-multipactor depositada sobre un sustrato de la presente invención se caracteriza por una pérdida de inserción de 0.1 a 0.14 dB.

30 Así, un ejemplo preferido de la realización de la presente invención consiste de un recubrimiento anti-multipactor depositado sobre un sustrato donde el sustrato consta de un metal o una mezcla de metales seleccionados entre Ni dopado con P, Al, Cu y Ag.

En una realización preferida, el metal de alta conductividad eléctrica de cada capa que forma el recubrimiento anti-multipactor, esta seleccionado independientemente entre Au, Ag y Cu, mas preferiblemente es seleccionado independientemente entre Ag a Cu.

En otra realización preferida, el coeficiente de emisión secundaria del recubrimiento anti-multipactor descrito anteriormente varía entre 0.4 y 0.9 para una energía de los electrones incidentes en el rango de 0 a 5000 eV.

- 5 Un segundo aspecto de la presente invención trata de un proceso para obtener el recubrimiento anti-multipactor depositado sobre un sustrato descrito previamente donde dicho proceso comprende al menos los siguientes pasos:
- a) deposición de una capa de un metal de alta conductividad, con una conductividad eléctrica superior a  $4 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$  sobre un sustrato,
  - 10 b) ataque químico de la capa de un metal de alta conductividad depositada en el paso a) por una disolución ácida,
  - c) activación de la capa atacada obtenida en el paso b), y
  - d) deposición mediante reducción autocatalítica o *electroless* de un metal de alta conductividad de conductividad eléctrica mayor que  $4 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$  sobre
  - 15 la capa atacada y activada obtenida en el paso c), usando una disolución de iones de metal de alta conductividad y un agente reductor.

Preferentemente el paso a) trata de la deposición de una capa de metal de alta conductividad de Ag o Cu.

- 20 En una realización preferente o ejemplo la deposición se realiza por técnicas convencionales de deposición tales como técnicas químicas de deposición: deposición a partir de una disolución química, recubrimientos de espin, deposición química en fase de vapor, y deposición de capas atómicas y/o técnicas físicas tales como evaporación con cañón de 25 electrones, epitaxia de haces moleculares, depósito mediante laser pulsado, por pulverización catódica, deposición de arco catódico o deposición por espray eléctrico o *electrospray*.

- 30 El paso b) describe el ataque de la capa de metal de alta conductividad del paso a) por una disolución ácida de tal forma que la rugosidad superficial final se caracteriza con una relación de aspecto de los poros superior a 2 y una densidad de huecos superior a 60%.

El ataque de la superficie metálica plana es un paso requerido para crecer sobre ella una capa conductora metálica con la adecuada rugosidad y resistencia mecánica.

En una realización preferida la disolución acida del paso b) comprende ácido nítrico, ácido acético y ácido fluorhídrico y agua desionizada o una mezcla de estos.

5 Preferentemente la disolución ácida consiste de ácido nítrico, ácido acético y ácido fluorhídrico y agua desionizada con una relación estequiométrica de 1:1:1:1.

Preferentemente la disolución ácida consiste de ácido nítrico y fluorhídrico y agua desionizada con una relación estequiométrica de 1:1:1.

10 El paso c) trata de la activación de la capa atacada obtenida en el paso b).

En una realización preferente esta activación se realiza añadiendo una disolución acuosa de  $\text{SnCl}_2$  o  $\text{PdCl}_2$ .

15 Más preferiblemente la disolución acuosa de  $\text{SnCl}_2$  en un rango de concentraciones de 0.05 – 1.2% en peso para la capa atacada obtenida en el paso b). La limpieza en agua desionizada se realiza posteriormente. Incluso más preferentemente, el rango de concentraciones de la disolución acuosa de  $\text{SnCl}_2$  es 0.06 - 0.09%, en peso. Los iones de Sn reducen las especies de plata a plata metálica y el proceso de deposición de plata 20 continua porque la plata es autocatalítica para su propia deposición.

El paso d) trata de la deposición mediante reducción autocatalítica o *electroless* de un metal de alta conductividad sobre la capa depositada y activada en el paso c) usando una disolución de iones metálicos de alta conductividad y un agente reductor.

25 El proceso de depósito *electroless* se basa en reacciones químicas de reducción y no necesita la aplicación de ningún potencial eléctrico externo. Por lo tanto, el método *electroless* no requiere ningún contacto eléctrico al sustrato, este hecho aumenta la flexibilidad del procesado. En el depósito *electroless* basta sumergir el sustrato en la 30 disolución de depósito que contenga el agente reductor y los iones de plata. De este modo se obtiene un recubrimiento con una cobertura conformada.

En una realización preferentemente el metal de alta conductividad utilizado en el paso d) del recubrimiento *electroless* es seleccionado entre Au, Ag y Cu, más preferentemente se 35 selecciona entre Ag y Cu.

En otra realización preferente el paso d) del depósito electroless se realiza baja la agitación continua y utilizando un baño a temperatura entre 30 – 80°C preferentemente entre 40- 70 °C.

5 Preferentemente, la disolución de los iones metálicos de alta conductividad del paso d) es una disolución acuosa de AgNO<sub>3</sub>. Más preferiblemente esta disolución acuosa tiene una concentración de 0.02 M.

10 En otra realización preferida, el agente reductor del paso d) se selecciona entre trielatanolamina, dietanolamina o monoetanolamina, mas preferiblemente un agente reductor tal como trielatnolamina se añade lentamente gota a gota. En el caso de usar Ag la trietanolamina se añade lentamente manteniendo una agitación constante de la disolución, hasta que el óxido inicialmente formado o el precipitado de hidróxido (solución con un color marróns e redisuelve (disolución incolora) obteniéndose plata metálica.

15 15 El último aspecto de la invención se refiere al uso del recubrimiento antimultipactor depositado sobre un sustrato descrito anteriormente para la fabricación de dispositivos de alta potencia operando a potencias mayores de 0.1 kW funcionando a altas frecuencias desde MHz hasta las decenas de GHz.

20 20 Preferentemente el dispositivo es un dispositivo de MW o RF para el espacio, termonuclear o instrumentación de grandes aceleradores de partículas funcionando a alta potencia mayor que 0.1 kW, entre 0.1 kW y 100 kW, mas preferiblemente entre 0.1 kW y 50 kW.

25 25 A menos que se defina de otra forma, todos los términos técnicos o científicos utilizados aquí tienen el mismo sentido a como se entienden comúnmente por un experto ordinario en el campo específico al cual pertenece esta invención. Métodos y materiales similares o equivalentes a los descritos aquí pueden ser usados en la práctica de la presente invención. A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no 30 pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

35

## BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Fig. 1. a) Foto de un filtro de la banda Ku y b) Foto de un filtro de la banda Ku.

5 Fig. 2. Imagen de microscopia electrónica de barrido (SEM) de la sección transversal del recubrimiento plano de plata depositado sobre un sustrato de Ni(P)/Al.

Fig. 3. Imágenes SEM de un recubrimiento de Ag y un esquema de la capa de las estructuras de Ag depositada sobre el sustrato Ni(P)/Al.

10

Fig. 4. Curvas SEY de una muestra de filtro de la banda Ku con la rugosidad óptima tal como se ha medido en la parte corrugada del filtro antes y después del tratamiento antimultipactor.

15

Fig. 5. Dependencia del SEY con la energía incidente o primaria y el Angulo de incidencia de los electrones para un rango de energía de 0-1000eV, a los ángulos de incidencia entre -40° y +40°, antes y después del tratamiento antimultipactor.

## EJEMPLO

20

Preparación del un filtro de la banda Ku del tipo “waffle-iron” y su caracterización.

25

Se ha desarrollado un tratamiento de deposición química para crear la rugosidad superficial apropiada del orden sub-micrométrico de un recubrimiento de plata de un filtro de la banda Ku del tipo *waffle-iron*. *de un Ag plating of the waffle-iron type filters.*

En la Fig.1- a se muestra una foto de un filtro de la banda Ku y en la en la Fig.1b se muestra una foto de un filtro de la banda Ku, 1 indica la parte interna.

30

Una muestra de Al recubierta de plata de 2 cm<sup>2</sup> fue atacada en un vaso de teflón de 50 ml con una disolución de HNO<sub>3</sub>, HF y agua desionizada 1:1:1: durante 10 s. la muestra se limpió en agua desionizada y se trató en una disolución de SnCl<sub>2</sub> (0.03g) y agua desionizada (50 ml) durante 1h.

35

Se requirió un proceso de depósito por *electroless* para la preparación del recubrimiento de plata microestructurada de la superficie de los filtros. El proceso fue realizado en un vaso de

precipitados de 50 ml conteniendo  $\text{AgNO}_3$  (0.25 g) y agua desionizada (5 ml) de 16.8 Mohms.cm, se añadieron gotas de trietanolamina consecutivamente a la disolución con una agitación fuerte y la disolución adquirió un color marrón claro, se continuó añadiendo trietanolamina hasta que la disolución se volvió transparente, entonces se añadió más agua desionizada hasta obtener 40 ml a 40°C. Las muestras pre-tratadas (de forma prismática o plaquitas de 20x20x2 mm) se colocaron en el centro del vaso de precipitados, con su lado pequeño paralelo a la base del vaso, durante 30 min.

La Fig.2 muestra una imagen SEM de la sección transversal del recubrimiento de plata 10 plano depositada sobre el sustrato de Ni/Al.

Se observa un espesor homogéneo de plata a lo largo de la superficie de la muestra. Hay que destacar la buena adhesión entre las capas.

15 La Fig. 3- a y b muestran imágenes SEM del recubrimiento de Ag y c) muestra un esquema de la estructura de la capa de plata depositada sobre el sustrato de Ni(P)/Al.

La rugosidad superficial de gran relación de aspecto se produce por el crecimiento continuo 20 de plata sobre la superficie previamente atacada del recubrimiento de plata estándar sobre el dispositivo de aleación de aluminio. Las regiones oscuras-negras representan una densidad de poros o huecos del 51%. La superficie 3D mostrada en esta figura es una simulación realista obtenida por el software de microscopía AFM. En el insertado de la parte superior derecha se indica la estructura de las capas de este recubrimiento anti-multipactor.

25 Se realizaron medidas de SEY en una cámara de ultra-alto vacío ( $<10^{-9}$  hPa) equipada con dos cañones de electrones, en el rango de energías de 0 - 5000 eV, un cañón de iones y un espectrómetro o analizador de energía hemisférico. La energía de los electrones que son emitidos por la muestra se determina usando este analizador siendo la fuente de excitación es una fuente de rayos x de Mg K $\alpha$  ( $h\nu=1253.6$  eV). La muestra se situa en frente de los 30 cañones de electrones programables para las medidas de SEY y se puede posicionar y rotar delante de ellos y del espectrómetro de electrones para el análisis de la composición o de la contaminación, utilizando dos manipuladores micrométricos XYX $\theta$ , uno de ellos es un criostato de helio líquido para enfriar la muestra y también se puede calentar ( $<1200$  K).

35 Las medidas SEY se realizaron mediante un sistema de adquisición automática controlada con un ordenador la muestra está conectada a un electrómetro de precisión (muestras

conductivas). El haz de electrones se pulsa por un mediante una adecuada polarización o *bias* en el electrodo *wehnelt*. La corriente del haz primario puede ser medida por una caja de Faraday conectada al sistema.

5 El coeficiente SEY se define como  $\sigma = (I_0 - I_s)/I_0$ .

La corriente  $I_0$  es siempre negativa mientras que  $I_s$  puede ser positiva o negativa dependiendo de la energía primaria y de los valores SEY de la muestra. Se utilizan corrientes bajas de electrones incidentes ( $I_0 < 5\text{nA}$ ) para evitar la contaminación a la modificación de la 10 superficie.

No se necesitan muestras testigo porque los filtros se pueden medir directamente en este sistema de medida.

15 La Fig. 4 muestra las curvas SEY de una muestra de filtro con una rugosidad óptima en la parte corrugada del filtro antes y después del tratamiento multipactor.

Hay que señalar que la SEY del filtro recubierto está por debajo de 1 en los pilares para todo el rango de energía primaria.

20 La Fig. 5 muestra la variación del SEY con la energía primaria y el ángulo de incidencia de los electrones incidiendo con la superficie del filtro con energías primarias en el rango 0-1 keV a ángulos de incidencia ( $\theta$ ) de  $-40^\circ$  hasta  $+40^\circ$  antes y después del tratamiento anti-multipactor.

25 Se obtiene un decrecimiento significativo del SEY después del tratamiento anti-multipactor comparado con el filtro sin tratar. El SEY aumenta con el ángulo de incidencia de los electrones primarios. La variación es menor para el recubrimiento anti-multipactor y mayor para la plata plana de la muestra de referencia. Hay que señalar que el recubrimiento 30 microestructurado (filtro recubierto) alcanza una SEY constante en función del ángulos de incidencia, y  $\text{SEY} > 1$  para todo el rango de energías.

La dependencia con el ángulo de incidencia de las curvas SEY se ajusta bien mediante la ecuación de Furman y Pivi.

35

$$\text{SEY}(\theta) = 1 + \alpha (1 - \cos^\beta \theta)$$

Un buen ajuste de SEY ( $\theta$ ) (electrones secundarios y retrodispersados) se alcanza con un valor de la constante  $\alpha = 9626.4$  y  $\beta$  variando de  $2.82 \cdot 10^{-5}$  a  $4.75 \cdot 10^{-5}$  para el rango de energías de 200 a 900 eV.

5

Las pérdidas de retorno de las muestras de los filtros de la banda Ku recubiertos así como las pérdidas de inserción fueron medidas en TESAT Spacecom utilizando un equipo analizador de redes. Los parámetros S se obtuvieron para cada dispositivo DUT (acrónimo del inglés *Device Under Test*) antes y después del tratamiento.

10

Las pérdidas de inserción que se produjeron fueron bajas, siendo 0.14 dB.

El test Multipactor se realizó en el Laboratorio Europeo de Alta Potencia de Valencia.

Documento de referencia: *ECSS Space Engineering - T1TuHipact.ioll design and*

15 *t.est RCSS-E-20-01A.*

El filtro se instaló en una cámara de vacío donde una fuente radiactiva de radiación  $\beta$  de  $^{90}\text{S}$  y una lámpara de UV se emplearon simultáneamente durante los tests. Se utilizaron dos sondas de electrones durante el test. Hay que mencionar que el sistema de detección así como la fuente radiactiva y la fibra óptica de radiación UV se situaron cerca del área crítica de la muestra filtro.

El filtro se mantuvo en vacío alrededor de 60 h antes de comenzar el test. No se detectó ninguna descarga llegándose a alcanzar la máxima potencia en el test de 15000 W. Una vez 25 que el perfil fue completado, la potencia de RF fue progresivamente aumentada hasta alcanzar de nuevo 15000 kW. El Test Multipactor indicó que no se produjo la descarga Multipactor, incluso a la máxima potencia alcanzable en el sistema de medida (15 kW) sin producirse ninguna descarga.

REIVINDICACIONES

1. Recubrimiento anti-multipactor depositado sobre un sustrato caracterizado por que
- comprende al menos dos capas metálicas de alta conductividad en contacto con una conductividad eléctrica superior a  $4 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$ ,
  - posee un coeficiente de emisión secundaria menor de 1 en aire, y entre 0.4 y 0.9 para un rango de energía de los electrones incidentes entre 0 y 5000 eV.
  - tiene una rugosidad superficial final con una relación de aspecto de los poros superior a 4, con una densidad de poros o huecos superior al 70%.
  - y tiene unas pérdidas de inserción entre 0.1 y 0.14 dB.

10

donde el sustrato consiste de un metal o una mezcla de metales.

15

2. Recubrimiento anti-multipactor de acuerdo con la reivindicación 1, donde el sustrato consiste de un metal o una mezcla de metales seleccionados entre el Ni dopado con P, Al, Cu and Ag.

20

3. Recubrimiento anti-multipactor de acuerdo con cualesquiera de las reivindicaciones 1 y 2, donde el metal de alta conductividad de cada capa se selecciona independientemente entre Ag y Cu.

25

4. Procedimiento de obtención del recubrimiento anti-multipactor depositado sobre un sustrato, de acuerdo con cualesquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde el proceso comprende al menos los siguientes pasos:

30

- a) deposición de una capa de un metal de alta conductividad, con una conductividad eléctrica superior a  $4 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$  sobre un sustrato,
- b) ataque químico de la capa de un metal de alta conductividad depositada en el paso a) por una disolución ácida,
- c) activación de la capa atacada obtenida en el paso b), y
- d) deposición por reducción catalítica o *electroless* de un metal de alta conductividad de conductividad eléctrica mayor que  $4 \times 10^7 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$  sobre la capa atacada y activada obtenida en el paso c), usando una disolución de iones de metal de alta conductividad y un agente reductor.

35

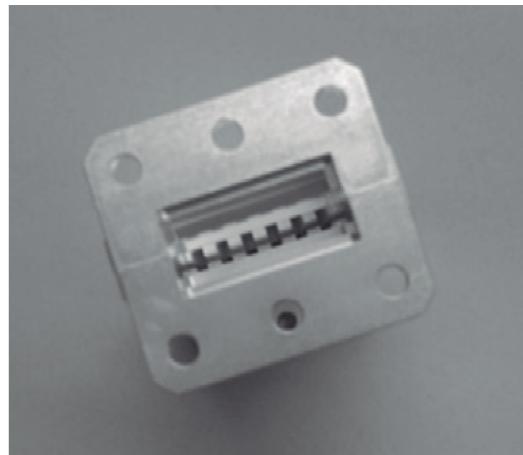
5. Procedimiento de obtención, de acuerdo con la reivindicación anterior, donde la capa de metal de alta conductividad del paso a) está hecha de Ag o Cu.

6. Procedimiento de obtención, de acuerdo con cualesquiera de las reivindicaciones 4 o 5, donde la deposición del paso a) se realiza por técnicas convencionales de deposición tales como chapado, deposición a partir de una disolución química, recubrimiento por espin, deposición química en fase de vapor, deposición por capas atómicas, y/o técnicas de deposición física tales como, evaporación por cañón de electrones, epitaxia de haces moleculares, deposición con láser pulsado, pulverización catódica, deposición por arco catódico y deposición por deposición por espray eléctrico o *electrospray*.
- 10 7. Procedimiento de obtención, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, donde la disolución ácida del paso b) comprende ácido fluorhídrico, ácido nítrico, ácido acético, agua desionizada o una mezcla de estos.
- 15 8. Procedimiento de obtención, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 7, donde el paso c) se realiza añadiendo una disolución acuosa de  $\text{SnCl}_2$  o  $\text{PbCl}_2$ .
- 20 9. Procedimiento de obtención, de acuerdo con cualquiera de las reclamaciones de 4 a 8, donde el paso c) se realiza añadiendo una disolución acuosa de  $\text{SnCl}_2$  en un rango de concentraciones entre 0.05 -1.2 % en peso a la capa atacada obtenida en el paso b).
- 25 10. Procedimiento de obtención, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 9, donde el metal de alta conductividad usado durante el paso d) del método de depósito *electroless* es seleccionado entre Ag o Cu.
- 30 11. Procedimiento de obtención, de acuerdo a cualesquiera de las reivindicaciones 4 a 10 donde el paso d) del método de depósito *electroless* se realiza bajo una agitación continua y usando un baño de temperatura entre 30 – 80 °C.
12. Procedimiento de obtención, de acuerdo con cualesquiera de las reivindicaciones 4 a 11, donde la disolución de iones de metal de alta conductividad del paso d) es una disolución acuosa de  $\text{AgNO}_3$ .

13. Procedimiento de obtención, de acuerdo con cualesquiera de las reivindicaciones 4 a 12 donde el agente reductor del paso d) se selecciona entre trietanolamina, dietanolamina o monoetanolamina.
- 5 14. Uso del recubrimiento antimultipactor depositado sobre un sustrato de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 para la fabricación de dispositivos de alta potencia, operando a potencias superiores a 0.1 kW funcionando a altas frecuencias, desde el rango de MHz hasta decenas de GHz.
- 10 15. Uso de acuerdo con la reivindicación anterior, donde el dispositivo es un dispositivo de micro-ondas, un dispositivo de RF para el espacio, instrumentación termonuclear o instrumentación de grandes aceleradores.

**FIG. 1.**

**1a**



**1b**

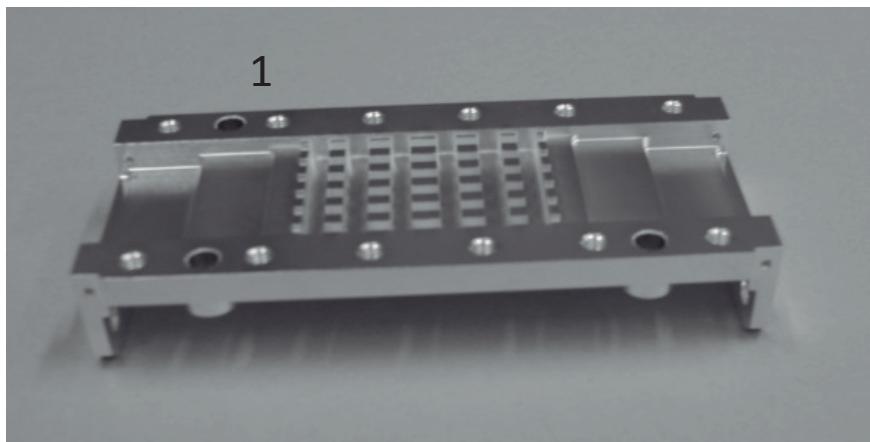
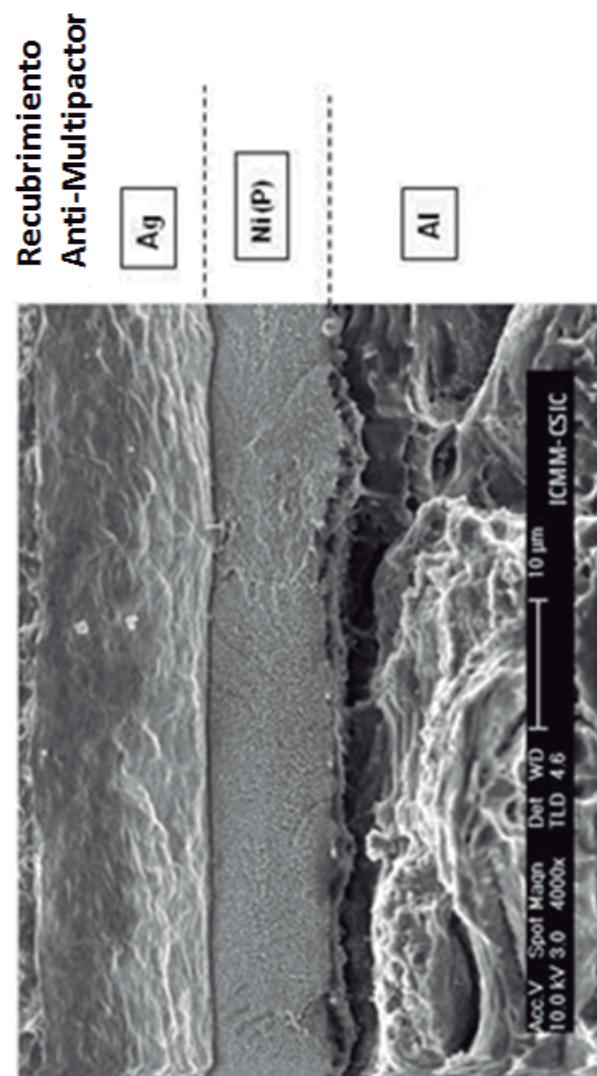
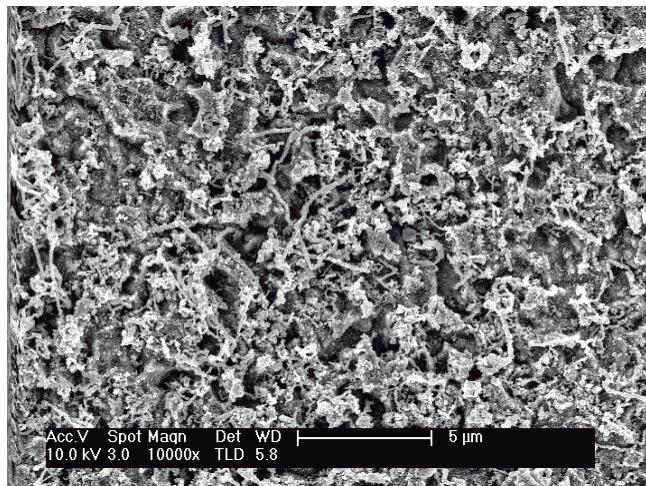


FIG. 2

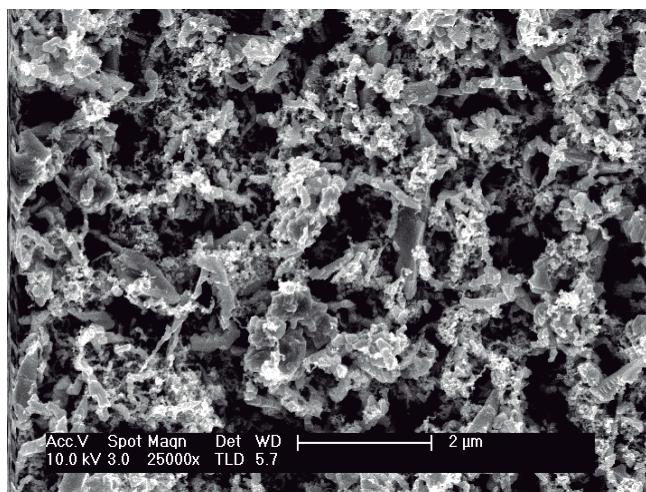


**FIG. 3**

**3a**



**3b**



3c

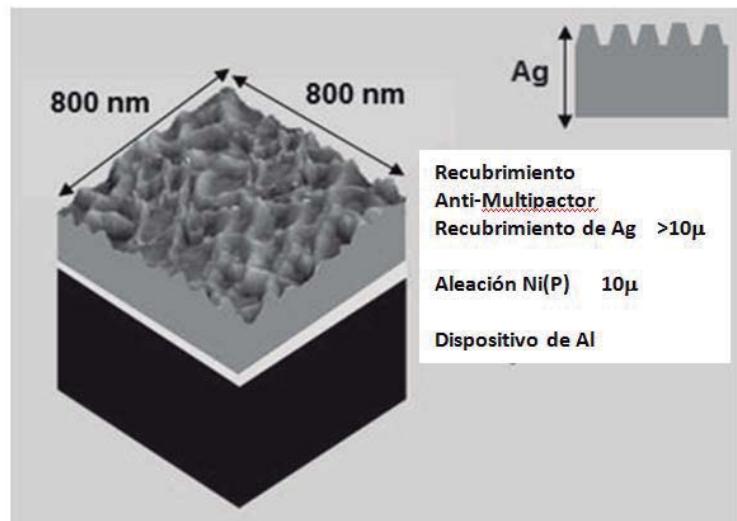


FIG. 4

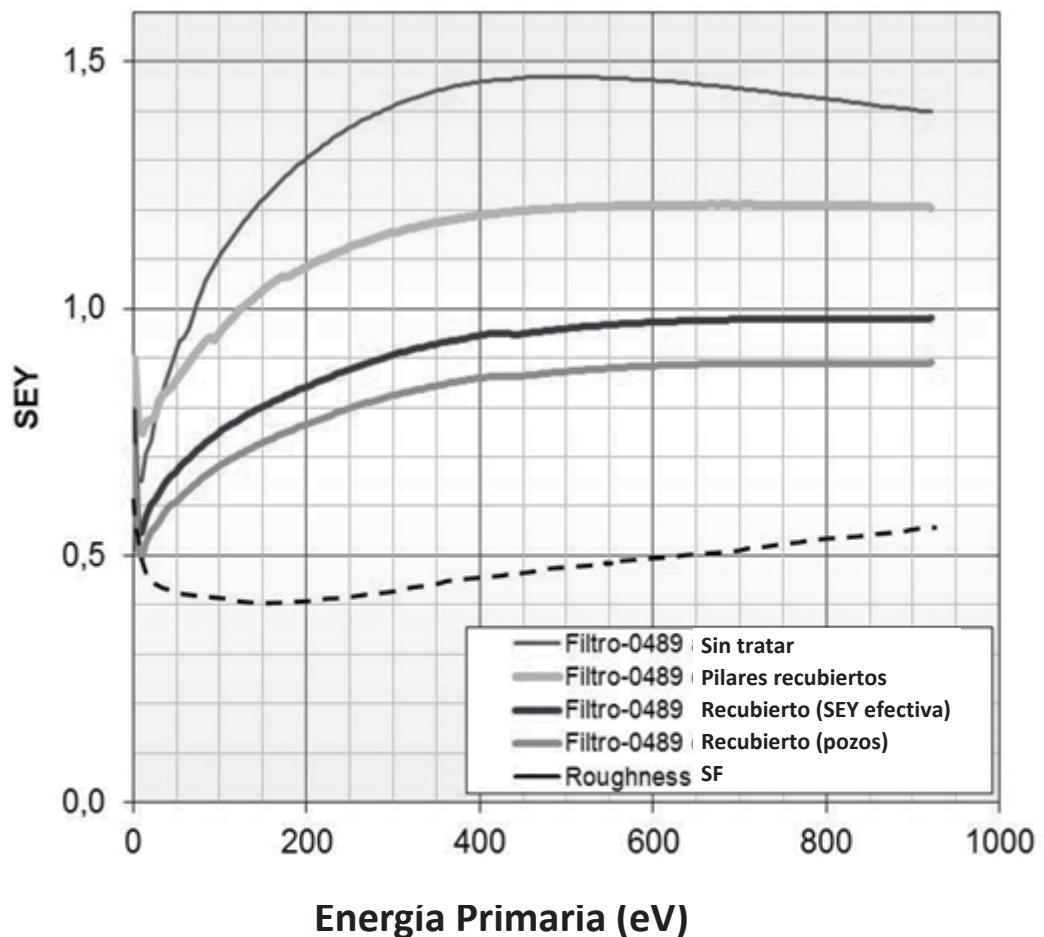
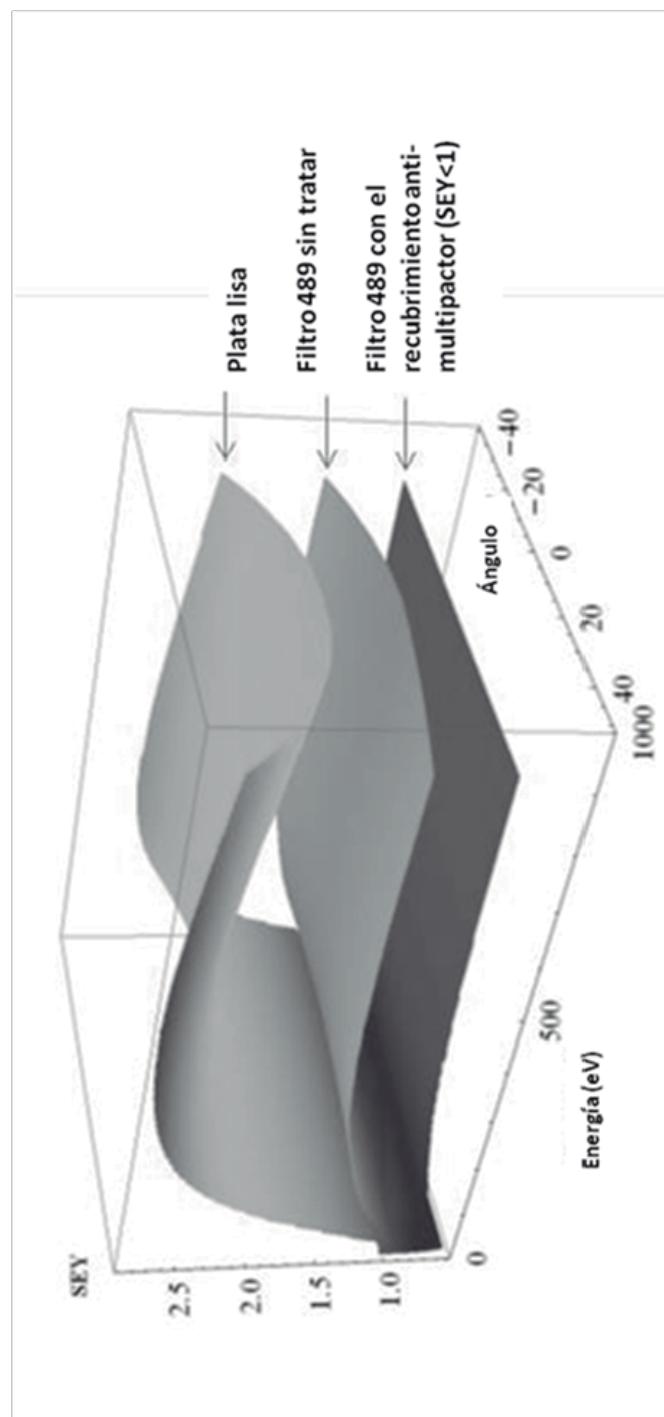


FIG. 5





OFICINA ESPAÑOLA  
DE PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA

②1 N.º solicitud: 201431344

②2 Fecha de presentación de la solicitud: 16.09.2014

③2 Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤1 Int. Cl.: **H01J23/36** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑥6 Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	NISTOR VALENTIN; GONZÁLEZ LUIS A; AGUILERA LYDYA; MONTERO ISABEL; GALÁN LUIS; WOCHNER ULRICH; RABOSO DAVID. Multipactor suppression by micro-structured gold/silver coatings for space applications. Applied Surface Science. 20.05.2014. Vol 315 págs 445-453. ISSN 0169-4332	1-11,14,15
Y	FR 2512435 A (LVOVSKY GOSUDARTSTVENNY UNIVERSITET) 11.03.1983, todo el documento.	12,13
A	FUENTES; RODRIGUEZ G G; GARCIA R J; GALAN M; MONTERO L; DE SEGOVIA I; J L. Spectroscopic investigations of Cr, CrN and TiCr anti-multipactor coatings grown by cathodic-arc reactive evaporation. Applied Surface Science. 07.06.2007. Vol 253, pg 7627-7631. ISSN 0169-4332	1-15

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe 18.12.2015	Examinador L. J. García Aparicio	Página 1/5
--	-------------------------------------	---------------

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

H01P, H01J

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

INVENES, EPODOC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 18.12.2015

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-15 Reivindicaciones	SI NO
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones Reivindicaciones 1-15	SI NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

**Base de la Opinión.-**

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

**1. Documentos considerados.-**

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	NISTOR VALENTIN; GONZÁLEZ LUIS A; AGUILERA LYDYA; MONTERO ISABEL; GALÁN LUIS; WOCHNER ULRICH; RABOSO DAVID. Multipactor suppression by micro-structured gold/silver coatings for space applications. Applied Surface Science. 20.05.2014. Vol 315 págs 445-453. ISSN 0169-4332	20.05.2014
D02	FR 2512435 A (LVOVSKY GOSUDARTSTVENNY UNIVERSITET)	11.03.1983
D03	FUENTES; RODRIGUEZ G G; GARCIA R J; GALAN M; MONTERO L; DE SEGOVIA I; J L. Spectroscopic investigations of Cr, CrN and TiCr anti-multipactor coatings grown by cathodic-arc reactive evaporation. Applied Surface Science. 07.06.2007. Vol 253, pg 7627-7631. ISSN 0169-4332	07.06.2007

**2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**

El estado de la técnica más cercano al objeto de la solicitud está representado por el documento D1, que divulga un recubrimiento antimultipactor que cuenta con al menos dos capas metálicas (véase la figura 4) de alta conductividad en contacto superior a 4x107 S.m-1 (el oro y la plata tienen una conductividad superior a la indicada), tiene también un coeficiente de emisión secundaria menor de 1 (véase figura 8) y tiene una rugosidad superficial final con relación de aspecto de los poros alta, y unas pérdidas de inserción entre 0.1 y 014 dB (tabla 2).

No se especifica en el documento D1 que la relación de aspecto de los poros es superior a 4, sin embargo, en principio parece un factor de ajuste además de ser el resultado de características técnicas que como tal no han sido reivindicadas.

Por lo tanto la materia de esta reivindicación carece de Actividad Inventiva según lo establecido en el art 8.1 de la LP11/86.

**Reivindicación 2<sup>a</sup>**

En D1 el sustrato consiste en un metal o mezcal de metales seleccionados entre Ni, dopado con P, Al, Cu, Ag (véase figura 4).

Por lo tanto carecería de actividad inventiva según lo establecido en el Art. 8.1 de la LP 11/86.

**Reivindicación 3<sup>a</sup>**

El metal de alta conductividad es Ag (figura 4) por lo tanto carece de actividad Inventiva.

**Reivindicación 4<sup>a</sup>**

El proceso descrito en D1 divulga los siguientes pasos: deposición, (inherente a la descripción), ataque químico (plata), activación (implícito), y deposición de otra capa de metal de alta conductividad (deposición de Oro).

Por lo tanto, esta reivindicación carece de actividad inventiva.

**Reivindicación 5<sup>a</sup>**

En el documento D1 la capa de metal es Ag.

**Reivindicación 6<sup>a</sup>**

La deposición de la primera capa, por el hecho de realizarse por alguna de las técnicas convencionales es algo evidente para un técnico en la materia.

**Reivindicación 7<sup>a</sup>**

en el documento D1 (punto 2.3) se divultan algunos de los compuesto empleado en la disolución ácida.

**Reivindicación 8<sup>a</sup>**

El empleo de dichos compuestos para la activación de la capa atacada previamente es algo conocido en el sector de la técnica.

**Reivindicación 9<sup>a</sup>**

la concentración de Sn Cl<sub>2</sub> en la disolución acuosa, en principio no reviste actividad inventiva alguna, formando parte de la actividad de selección de un técnico en la materia.

**Reivindicación 10<sup>a</sup>**

El documento D1 no divulga que el método de depósito es seleccionado entre Ag y Cu.

**Reivindicación 11<sup>a</sup>**

la temperatura y forma de depósito del segundo metal de alta conductividad en principio sería evidente para un técnico en la materia realizarlo de la materia especificada, no derivándose de la forma particular reivindicada característica alguna que vaya más allá del directamente esperado.

**Reivindicación 12<sup>a</sup>**

No se divulga en D1 el empleo de AgNO<sub>3</sub> como disolución acuosa, siendo una mera opción de diseño para un técnico en la materia, tal y como se divulga en D2

**Reivindicación 13<sup>a</sup>**

En D1 no se divulga el uso de trietanolamina, dietanolamina o monoetanolamina. Sin embargo es algo conocido e.g. en el documento D2.

**Reivindicación 14<sup>a</sup> y 15<sup>a</sup>**

El uso del recubrimiento anti-multipactor para dispositivos de alta potencia, operando a altas frecuencias, es algo divulgado en el documento D1 y por lo tanto carece de actividad inventiva.