

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 599 977**

51 Int. Cl.:

C23C 14/06 (2006.01)

C23C 14/16 (2006.01)

G01T 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.06.2015 PCT/EP2015/064751**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.01.2016 WO16008713**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.06.2015 E 15731384 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.09.2016 EP 2997174**

54 Título: **Procedimiento para la producción de convertidores de neutrones**

30 Prioridad:

14.07.2014 EP 14176907

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.02.2017

73 Titular/es:

**HELMHOLTZ-ZENTRUM GEESTHACHT
ZENTRUM FÜR MATERIAL- UND
KÜSTENFORSCHUNG GMBH (100.0%)
Max-Planck-Strasse 1
21502 Geesthacht, DE**

72 Inventor/es:

**STÖRMER, MICHAEL;
HORSTMANN, CHRISTIAN;
NOWAK, GREGOR;
KAMPMANN, REINHARD y
HEDDE, JOHN**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 599 977 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de convertidores de neutrones

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de convertidores de neutrones.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10 En la actualidad, los neutrones se emplean en la investigación básica y en la caracterización de materia biológica y condensada. Por sus propiedades intrínsecas, esta sonda versátil hace posibles estudios de resolución temporal y espacial en monocristales, capas magnéticas y membranas de polímero, especialmente de células biológicas, mediante difracción, reflectometría, dispersión en ángulos pequeños, espectroscopía y tomografía. Cuando la energía cinética de los neutrones se reduce a energía térmica mediante moderadores y selectores, la longitud de onda de DeBroglie de los neutrones equivale con suficiente exactitud a las distancias atómicas en los cuerpos
15 sólidos. De este modo, la estructura de un cuerpo sólido puede investigarse con gran precisión por medio de procesos de dispersión. En los intervalos de baja energía, los neutrones permiten obtener conclusiones sobre los estados de energía interna del cuerpo sólido. Para esta aplicación se necesita una detección de los neutrones con resolución espacial.

20 Los sistemas detectores empleados normalmente usan el gas ^3He a alta presión para la detección de los neutrones. Estos presentan una gran eficiencia de detección (hasta el 95 %) para una baja aceptación de tasa de cuentas. Los tubos de recuento de ^3He y los denominados detectores gaseosos de ^3He de cámara proporcional multialámbrica (MWPC) tienen, en el mejor de los casos, una resolución espacial en el intervalo milimétrico y solo se emplean para la producción de detectores de neutrones homogéneos y de gran superficie con gran coste. Sin embargo, esta
25 tecnología es el estado de la técnica, ya que hasta ahora no ha habido ninguna potente fuerza motora en busca de alternativas.

Debido a la limitada disponibilidad de ^3He y a las crecientes necesidades de detectores de neutrones, en los últimos tiempos ha aumentado continuamente la investigación y el desarrollo de materiales detectores alternativos. Una
30 alternativa conocida a los detectores gaseosos de ^3He son los detectores sólidos de ^{10}B . El isótopo ^{10}B tiene una sección transversal de absorción de neutrones relativamente elevada y, con ello, una eficacia de absorción del 70 % en comparación con la del isótopo ^3He en un amplio intervalo de energía de 10^{-2} a 10^{-4} eV; esto corresponde a una banda de longitudes de onda de 0,286 nm a 0,286 pm.

35 Además, el empleo de detectores sólidos de ^{10}B promete una mejora de la resolución espacial de la detección de neutrones en comparación con el detector gaseoso convencional de ^3He . Los detectores sólidos de ^{10}B pueden constar de una base (sustrato) o una película con ^{10}B .

Para la realización, pueden establecerse los siguientes requisitos para el convertidor (esto es, un sistema de capas y
40 sustrato):

- la mejor adherencia posible de la película a chapas delgadas (sustrato) de un material transparente a los neutrones como aluminio o una aleación de aluminio,
- una alta transmisión del sustrato para neutrones térmicos y fríos,
- 45 - una buena estabilidad del sistema con respecto a la carga de radiación y en caso de esfuerzos tanto mecánicos como térmicos.

Además, los recubrimientos deben presentar una alta homogeneidad en cuanto al grosor de las capas, composición química y relación de isótopos y las menos impurezas posibles. Otro objetivo de la invención es una alta eficiencia
50 cuántica de las capas convertidoras para la detección de neutrones en caso de una radiación incidente con ángulos pequeños con respecto a la superficie. En general, los recubrimientos con ^{10}B para detectores sólidos deben poderse producir económicamente.

El documento US 6.771.730 desvela un convertidor de neutrones semiconductor con una capa de carburo de boro que contiene el isótopo ^{10}B . El carburo de boro se generó por deposición química de vapor asistida por plasma, abreviada PECVD, sobre una capa semiconductor de silicio.

El documento WO 2013/002697 A1 describe un procedimiento para la producción de un componente convertidor de neutrones que comprende una capa de carburo de boro. En el procedimiento se aplica el carburo de boro sobre un

sustrato transparente a los neutrones igualmente mediante deposición química de vapor asistida por plasma.

Sin embargo, los recubrimientos conocidos no satisfacen en todos los puntos los requisitos de calidad o económicos mencionados anteriormente, especialmente cuando deben recubrirse chapas grandes.

5

Por ejemplo, en C. Höglund y col., J. Appl. Phys. 111, 104908 (2012) se consigue una mejor adherencia a través de un tratamiento térmico y una mayor tasa de recubrimiento. Para la mejor adherencia se asumen una mayor variación del grosor de las capas y mayores costes de producción.

10 RESUMEN DE LA INVENCION

El objetivo de la presente invención es poner a disposición un procedimiento para la producción de convertidores de neutrones que satisfaga los requisitos descritos anteriormente para el convertidor (película + sustrato): en particular, presentar un recubrimiento continuo y homogéneo de un material con ^{10}B en el intervalo de algunos micrómetros y tener muy buena adherencia y una estabilidad térmica y mecánica excelente en condiciones de irradiación prolongada.

15

Este objetivo se consigue mediante un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1.

20 De acuerdo con la invención, un sustrato metálico se pule intensamente en una primera etapa y, en una segunda etapa, se recubre con carburo de boro o una película de boro mediante pulverización catódica.

Preferentemente, el lijado fino tiene lugar con el uso de papeles de lija, pero también puede llevarse a cabo con una pasta pulidora: una emulsión de polvo metálico, líquido de lijado y granos de papel de lija. En el lijado se erosionan las capas de material superiores mediante granos abrasivos aglutinados (de SiC, Al_2O_3 , diamante o CBN). La granulación del papel de lija empleado o de la pasta de lijado se encuentra preferentemente en el intervalo de 800 a 2.500, en lo que cuando la granulación es más fina se habla de pulido. Al igual que el lijado, el proceso de pulido metalográfico se basa en el efecto erosivo y de arranque de virutas de los medios de pulido, pero la abrasión es algo menor que en el lijado, ya que se trabaja con granulaciones muy finas.

30

Preferentemente, el sustrato metálico se lija finamente primero y después se pule en etapas sucesivas con el uso de papeles de lija y/o pastas de lijado con una granulación cada vez más fina.

Preferentemente, para el lijado fino se usan papeles o pastas de SiC o Al_2O_3 .

35

Cuando se usa un papel de lija, preferentemente el lijado fino tiene lugar también con el uso de un líquido de lijado, como lijado húmedo. Preferentemente, el líquido de lijado se elige de entre el grupo que consta de acetona, un alcohol como metanol, etanol, propanol o butanol y agua. Preferentemente, como líquido de lijado se usa etanol o agua. Cuando se usa una pasta pulidora, el líquido de lijado también se elige de entre el grupo que consta de acetona, un alcohol como metanol, etanol, propanol o butanol y agua.

40

El sustrato metálico es transparente a los neutrones y preferentemente se elige de entre el grupo que consta de aluminio o una aleación de aluminio, como una aleación de titanio y aluminio.

45 Después del lijado fino, preferentemente el sustrato metálico se lava. A continuación, el sustrato metálico pulido y en su caso lavado puede recubrirse con una capa adhesiva como una capa de titanio. Preferentemente, la capa adhesiva se genera por pulverización catódica. Sin embargo, el pretratamiento consigue una adherencia entre la capa convertidora y el sustrato metálico que en la mayoría de los casos hace innecesaria la capa adhesiva.

50 Finalmente, el sustrato metálico se recubre mediante pulverización catódica con carburo de boro o una película de boro. Como carburo de boro se usa preferentemente B_4C enriquecido con ^{10}B . El recubrimiento puede llevarse a cabo con o sin un adhesivo como titanio. El grosor de la capa de recubrimiento está preferentemente en el intervalo de 100 nm a 10 μm , con mayor preferencia de 250 nm a 5 μm y con la mayor preferencia de 500 nm a 3 μm .

55 La pulverización catódica tanto del adhesivo como de la capa convertidora se lleva a cabo preferentemente con fuentes fijas de pulverización catódica por magnetrón, donde los sustratos se mueven con respecto a los cátodos para generar un recubrimiento homogéneo sobre una gran superficie. Preferentemente, el flujo de partículas está orientado horizontalmente, para minimizar la contaminación sobre el sustrato y la diana de la pulverización catódica. Las tasas de recubrimiento están preferentemente en el intervalo de 0,1 a 1,0 nm/s. Preferentemente, el

recubrimiento tiene lugar con una presión de argón que puede ser tan baja como de 1 μbar . Más detalles sobre recubrimientos y procedimientos, en particular de la pulverización catódica por magnetrón se encuentran en la publicación de Milton Ohring, *Materials Science of Thin Films*, Academic Press, Londres, 1992, a la cual se hace aquí referencia en su totalidad.

5

Mediante la aplicación del procedimiento de acuerdo con la invención, pueden producirse convertidores de neutrones con una superficie de recubrimiento uniforme de hasta varios metros cuadrados, por ejemplo, en el intervalo de 1 a 100 m^2 . Las capas producidas experimentalmente sobre sustratos metálicos con una superficie de recubrimiento de 0,5 a 1,0 m^2 se caracterizaron por medio de un detector de prueba desarrollado especialmente. Se

10 pudo demostrar una alta eficiencia cuántica.

Los recubrimientos obtenidos presentan una alta homogeneidad en cuanto al grosor de las capas, composición química y relación de isótopos, así como pocas impurezas como oxígeno y nitrógeno. De manera sorprendente, los recubrimientos producidos de acuerdo con la invención presentan buena adherencia sobre chapas delgadas de

15 aluminio o de una aleación de aluminio, incluso en recubrimientos de gran superficie o gruesos, de hasta 5 μm .

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de convertidores de neutrones, en el que un sustrato metálico transparente a los neutrones de aluminio o de una aleación de aluminio se pule mediante lijado fino en una primera etapa y, en una segunda etapa, se recubre con carburo de boro mediante pulverización catódica.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el lijado fino tiene lugar con el uso de papeles de lija.
- 10 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** se usan papeles de lija con una granulación en el intervalo de 1.000 a 2.500.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 2 o 3, **caracterizado porque** el lijado fino tiene lugar adicionalmente con el uso de un líquido de lijado.
- 15 5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado porque** el líquido de lijado se elige de entre el grupo que consta de acetona, un alcohol y agua.
6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** como alcohol se usa etanol.
- 20 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el sustrato metálico transparente a los neutrones se compone de aluminio o de una aleación de titanio y aluminio.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** como carburo de boro para el recubrimiento se usa B₄C enriquecido con ¹⁰B.
- 25 9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado porque** el carburo de boro comprende el 95 % de ¹⁰B.