

P.- 34.085

B. 1883.3 JF/MD



335818

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 19 de Enero de 1967, con el nº 335.818

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, establecida en 29, rue de la Fédération, París, Francia, por:

* UN PROCEDIMIENTO DE DOSIFICACION DEL ISOTOPO 6 DEL LITIO
EN UNA MUESTRA *

La presente invención conjunta de Georges Bruno, Jacques Decharge, André Perrin y Georges Surget, tiene por objeto un procedimiento de dosificación del isótopo 6 del litio, utilizable especialmente para determinar el contenido de litio 6 de una muestra, así como un dispositivo que permite poner en práctica dicho procedimiento o un procedimiento análogo.

Se utilizan ya diversos procedimientos para determinar el contenido de una muestra en isótopo 6 del litio. Estos procedimientos presentan diversos inconvenientes: el em-



pleo del espectrógrafo de masas (único procedimiento utiliz-
 zable hasta ahora cuando no se dispone más que de una mues-
 tra muy pequeña), no permite más que determinar la propor-
 ción relativa de los isótopos 6 y 7 del litio. El método
 5 que utiliza el bombardeo por neutrones, que da origen a
 una partícula α y a un núcleo de tritio, exige que el li-
 tio haya sido previamente separado de los otros elementos
 que pueden estar asociados con él en la muestra y puesto
 en una forma química susceptible de ser incorporada a una
 10 emulsión nuclear.

La invención se dirige a realizar un procedimiento
 que permita efectuar directamente la dosificación del isó-
 topa 6 del litio, cualesquiera que sean los otros elementos
 presentes, y propone con este fin utilizar la reacción nu-
 15 clear $6\text{Li} + d \rightarrow 2\alpha$ que suministra dos partículas α
 emitidas en coincidencia de tiempo y que presentan una
 energía elevada y una correspondencia angular precisa.
 Con este fin, la invención propone un procedimiento que
 comprende: el bombardeo de una muestra, cuyo contenido de
 20 litio 6 está por determinar, por un pincel de deuterones;
 la detección de las partículas α que son emitidas simultá-
 neamente por la muestra en dos direcciones que presentan
 una correlación angular precisa con relación al pincel
 para corresponder a partículas emitidas en oposición por
 25 el blanco en el sistema del "centro de masa" de las dos
 partículas α emitidas, es decir, haciendo abstracción de
 la energía aportada por los deuterones y que presentan una
 energía comprendida en una región determinada; y la medi-
 ción de la intensidad de dicho pincel.

30 En un modo de puesta en práctica de la invención, las

335818



dos direcciones elegidas son simétricas con relación al pincel y corresponden a partículas α emitidas a 90° del pincel incidente en el sistema del centro de masa. Cuando los deuterones utilizados presentan una energía del orden de
5 7 700 keV, (para la cual la sección de captura por el litio 6 presenta un máximo de exposición), se efectúa entonces de preferencia la detección de las partículas α de energía determinada emitidas simultánea y simétricamente bajo un ángulo del orden de 85° con relación al pincel incidente.
10 te.

La invención propone igualmente un dispositivo de dosificación que comprende un recinto estanco de recepción de la muestra cuyo contenido de litio 6 está por determinar, un dispositivo colimador que permite dirigir sobre la muestra
15 un pincel de deuterones sensiblemente paralelos, dos detectores de partículas α dispuestos en dos direcciones que presentan una correlación angular precisa con relación al pincel incidente y asociados a dos cadenas de medida asociadas cada una a uno de los detectores, un dispositivo
20 de coincidencia que suministra a un órgano de recuento un impulso en el momento de la detección simultánea por las dos cadenas de dos partículas α de energía determinada que provienen de la reacción ${}^6\text{Li} + d \rightarrow 2\alpha$, y un dispositivo de medida de la intensidad de dicho pincel
25 de deuterones.

La invención consiste igualmente en otras disposiciones ventajosamente utilizables en unión con las precedentes, pero que pueden serlo independientemente. Todas estas disposiciones aparecerán mejor en la lectura de la
30 descripción que sigue de un modo de puesta en práctica de



la invención, dado a título de ejemplo no limitativo.

La descripción se refiere a los dibujos que la acompañan, en los cuales:

5 - la figura 1 muestra un esquema de un dispositivo de dosificación según la invención, que comprende un diagrama de bloque de los circuitos,

,10 - la figura 2, similar a la figura 1, muestra una variante de puesta en práctica de la invención, no representándose la parte del diagrama de bloque idéntica a la de la figura 1.

El dispositivo representado en la figura 1 está destinado a determinar el contenido de ${}^6\text{Li}$ de un blanco que puede contener por otra parte átomos cualesquiera, entre ellos ${}^7\text{Li}$. Para ello utiliza la reacción nuclear:



Esta reacción se caracteriza por la emisión en coincidencia de tiempo de dos partículas α de energía elevada, bien determinada para una energía dada de los deuterones incidentes. Estas partículas son emitidas en dos direcciones
20 que son opuestas en el sistema del centro de masa, pero que forman un ángulo cualquiera con la dirección de la velocidad de arrastre del centro de gravedad. La velocidad y la dirección de estas partículas α se obtienen uniendo el origen del vector velocidad de arrastre con el extremo del
25 vector velocidad relativa; así, las dos partículas α son siempre emitidas en un plano que contiene la dirección del haz incidente, pero en direcciones que forman en general ángulos diferentes con él; estos dos ángulos presentan evidentemente una correlación angular precisa con relación al
30 pincel incidente, correlación que depende de la energía de



13 FEB.

los deuterones incidentes. Es evidentemente posible en principio efectuar la medida eligiendo arbitrariamente una dirección cualquiera de emisión de las partículas α en el sistema del centro de masa. Los órganos de detección se colocaran entonces en un mismo plano que contiene el haz incidente, pero no simétricamente con relación a él. Las partículas α no son emitidas simétricamente con relación al haz incidente más que en un solo caso, cuando en el sistema del centro de masa las partículas α son emitidas a 90° con relación a la velocidad de arrastre. Es la posición de los detectores correspondientes a estas partículas α lo que se elige en el modo de puesta en práctica representado en las figuras 1 y 2; La identificación de ${}^6\text{Li}$ en el blanco se efectuará entonces por detección de las partículas α emitidas simultánea y simétricamente con relación al pincel de deuterones incidentes, que presentan una energía comprendida en una región de energía determinada.

Si se suponen conocidas la masa total del depósito que constituye el blanco y su superficie, la comparación de los resultados de la medida con los suministrados por un blanco de referencia, de contenido conocido, proporcionará la masa de ${}^6\text{Li}$ por unidad de superficie del blanco. Con el fin de liberar la medida de las variaciones posibles de la intensidad del pincel de deuterones en el transcurso de una medición o durante el cambio de blanco, es necesario medir la intensidad de este pincel por un procedimiento cualquiera, por ejemplo por utilización de un integrador de corriente unido a una jaula de Faraday que recoge el pincel que ha atravesado el blanco.

El dispositivo representado en la figura 1 lleva en



el interior de una cámara 4 bajo vacío el blanco 6 a estudiar. Este blanco está constituido por un depósito delgado de la muestra cuyo contenido está por determinar, sobre un soporte delgado de carbono o de materia plástica.

5

Un dispositivo colimador 8, asociado a un acelerador no representado, permite dirigir sobre el blanco un pincel de deuterones paralelo, eliminando las trayectorias marginales. Este colimador lleva varios diafragmas sucesivos con el fin de producir un pincel muy fino y que presente una superficie de impacto sobre el blanco bien determinada.

10

Es preferible utilizar un acelerador que comunique a los deuterones una energía del orden de 700 keV: es éste en efecto el valor para el cual la sección eficaz de captura del litio 6 presenta un máximo y este máximo es grande, lo que reduce la variación de sección eficaz en el espesor del blanco para los espesores corrientes ($1^2/00$ para un depósito de 50^{\sim}g/cm^2).

15

20

Dos órganos detectores 10 y 10' se disponen simétricamente con relación al pincel de deuterones. Estos órganos se disponen de manera que detectan las partículas α emitidas a 90° del pincel incidente en el sistema del centro de masa; cuando los deuterones incidentes presentan una energía del orden de 700 keV, estos órganos se colocan ventajosamente a 85° alrededor del pincel: en efecto, para este ángulo la distribución angular de las partículas α emitidas presenta un extremo bastante plano, lo que limita la incidencia de los errores de posicionamiento sobre los resultados de la medición.

25

30

335818



Se pueden utilizar ventajosamente como órganos de-
tectores, detectores de unión de silicio de gran superficie,
colocados a una decena de centímetros del punto de impacto
sobre el blanco. Para limitar y estabilizar la corriente
5 inversa de estos detectores, los mismos son refrigerados
ventajosamente por células de efecto Peltier no representa-
das.

Gada uno de los órganos detectores 10 y 10' de la
figura 1 está asociado a una cadena de detección y de selec-
10 ción de energía 12 ó 12'. La cadena 12 comprende sucesiva-
mente un preamplificador de carga 14, un amplificador lineal
16 y un selector de amplitud mono-canal 18. Este selector
18 no suministra una señal de salida más que cuando la ener-
gía de la partícula α correspondiente que ha hecho impacto
15 en el detector se encuentra en una región de energía deter-
minada, que no varía más que ligeramente en función de la
energía de los deuterones incidentes; esta gama de energía
se situará alrededor de 11 MeV para deuterones de 700 KeV.

Los dos selectores de amplitud 18 y 18' alimentan
20 un selector de coincidencia 20 que comprende un circuito
"EY" para no suministrar un impulso a una escala de recuen-
to 22 más que cuando recibe simultáneamente señales prove-
nientes de las dos cadenas.

El circuito de medición del pincel de deuterones,
25 utilizado para liberar al dispositivo de las variaciones
de intensidad, comprende una jaula de Faraday 23, colocada
detrás del blanco 6, y un integrador de corriente 24. El
integrador 24 proporciona así el valor total acumulado de
las cargas llevadas por los deuterones que recibe. Un ani-
30 llo de guarda, no representado, se dispone ventajosamente



antes o por encima de la jaula de Faraday 23 para evitar las perturbaciones de las mediciones por electrones secundarios.

Si el blanco 6 es suficientemente delgado, no
5 aporta prácticamente ninguna modificación a la intensidad del pincel de deuterones y no ha de efectuarse ninguna corrección. Se puede obtener sin dificultad por este procedimiento una precisión del orden de 1 % sobre la medida de las cargas.

10 A título de ejemplo, se ha realizado un dispositivo correspondiente al esquema de la figura 1; este dispositivo utiliza un blanco 6 constituido por una capa delgada (25 a 50 μ g/cm²) de la muestra sobre un soporte de carbono que presenta la misma masa por unidad de superficie.

15 Los dos órganos detectores 10 y 10' son detectores de unión de silicio de 200 mm². La superficie de impacto del pincel es del orden de 2 mm². Con un blanco de este género el debilitamiento del haz de deuterones es del orden de 10⁻⁴.

La densidad de corriente admisible sin deterioro,
20 del orden de 25 nA/mm² para un blanco medio fijo, que presenta una masa de 50 a 100 μ g/cm², puede aumentarse por el empleo de un blanco giratorio: adoptando el valor anterior y limitándose a un grado de recuento mínimo de un golpe por segundo, se puede calcular el contenido mínimo de ⁶Li detectable,
25 que resulta ser del orden de 0,1 μ g/cm². El contenido de ⁶Li de la muestra puede determinarse por comparación con un blanco patrón sobre el que se deposita una capa delgada de ⁶Li puro medida seguidamente por métodos conocidos
(medición interferométrica de espesor o medición de las
30 partículas α difundidas por ⁶Li depositado sobre una



13 FEB 1964

hoja de oro).

Según una variante de la invención, el selector mono-canal 18 y el selector de coincidencias 20 son completados por un circuito representado con trazos en la figura 1. En este montaje, destinado a eliminar el ruido de fondo, la salida del amplificador 16 alimenta un selector multi-canal 26 de análisis de la señal recibida del amplificador.

Este selector 26 no analiza los impulsos amplificados recibidos del amplificador 16 más que si recibe al mismo tiempo una orden de apertura de puerta proveniente del selector de coincidencias 20. Este circuito suplementario puede montarse en el caso en que se desee dosificar con precisión trazas de ^6Li en presencia de cantidades importantes de otros elementos y en particular si se desea utilizar grados de recuento inferiores a un golpe por segundo.

La figura 2 muestra una variante del dispositivo según la invención, que se diferencia del de la figura 1 por la utilización de otro circuito de medición del flujo de deuterones focalizados sobre el blanco. En la figura 2 no se han representado más que los elementos esenciales para su comprensión y en particular los que difieren de los elementos de la figura 1. Los órganos correspondientes de las dos figuras llevan el mismo número de referencia, afectado del índice a en la figura 2.

El procedimiento puesto en práctica en el dispositivo de la figura 2 para medir el flujo de deuterones consiste en medir la intensidad del haz de deuterones difundidos por una hoja delgada 30, de un material tal como el

335818



oro, interpuesta en el pincel, después o por debajo del blanco 6a por ejemplo. Un detector 32, que puede estar constituido por un detector de unión similar a los detectores 10a, recibe los deuterones difundidos bajo un ángulo β . Este ángulo es de preferencia bastante elevado, pues la variación del grado de recuento en función del ángulo es rápida para los ángulos β pequeños. En consecuencia, si se adoptase un ángulo β pequeño, podrían cometerse errores importantes si el pincel no fuera rigurosamente estable en posición.

La electrónica asociada al detector 32 comprende un pre-amplificador de carga 34, un amplificador lineal 36, un selector mono-canal 38 y una escala de recuento 40. El selector mono-canal está previsto para no suministrar un impulso a la escala 40 más que cuando el detector 32 recibe una partícula cuya energía está en una región dada, correspondiente a la energía de los deuterones difundidos; esta energía puede determinarse fácilmente conociendo las características del pincel incidente y de la hoja 30. Incluso con un detector 32 de pequeña superficie y una hoja 30 fina, se puede llegar a grados de recuento suficientemente elevados para que el error estadístico sea despreciable: se llega así a una precisión superior a la permitida por el dispositivo de la figura 1.

La invención no se limita evidentemente solo a los modos de puesta en práctica que han sido representados y descritos y debe entenderse que el alcance de la presente patente se extiende a las variantes de todas o de parte de las disposiciones descritas que quedan en el marco de las equivalencias.

335818



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 24 de Enero de 1.966 con el nº P.V. 47.025 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1.º.- Procedimiento de dosificación del isótopo 6 del litio en una muestra, que comprende el bombardeo de una muestra cuyo contenido de litio 6 está por determinar por un pincel de deuterones; la detección de las partículas α que son emitidas simultáneamente por la muestra en dos direcciones que presentan una correlación angular con relación al pincel tales que corresponden a partículas emitidas en oposición en el sistema del centro de masa y que presentan una energía comprendida en una región determinada; y la medición de la intensidad de dicho pincel.

2.º.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual las dos direcciones elegidas son simétricas con relación al pincel y corresponden a partículas α emitidas a 90º del pincel en el sistema del centro de masa.

3.º.- Procedimiento según la reivindicación 2, en el cual los deuterones presentan una energía del orden de 700 keV y la detección de las partículas α se efectúa bajo un ángulo del orden de 85º con el pincel de deuterones.



4^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, en el cual la detección de las partículas α se efectúa en una región de energía que se extiende alrededor de 11 MeV.

5 5^a.- Dispositivo de dosificación del isótopo 6 del litio en una muestra, que comprende un recinto estanco de recepción de la muestra cuyo contenido de litio 6 está por determinar, un dispositivo colimador que permite
10 dirigir sobre la muestra un pincel de deuterones sensiblemente paralelo, dos detectores de partículas α dispuestos en dos direcciones que presentan una correlación angular precisa con relación al pincel incidente y asociados a dos cadenas de medición asociadas cada una a uno de los detectores, un dispositivo de coincidencia que suministra a un órgano de recuento un impulso en el momento
15 de la detección simultánea por las dos cadenas de dos partículas α de energía determinada provenientes de la reacción ${}^6\text{Li} + d \longrightarrow 2 \alpha$, y un dispositivo de medición de la intensidad de dicho pincel de deuterones.

20 6^a.- Dispositivo según la reivindicación 5, en el cual cada detector está asociado a una cadena de detección y de selección de energía que comprende sucesivamente un amplificador y un selector de amplitud mono-canal, alimentando los dos selectores un selector de coincidencias que
25 suministra un impulso a una escala de recuento cuando recibe señales simultáneas de las dos cadenas.

 7^a.- Dispositivo según las reivindicaciones 5 ó 6, en el cual dicho dispositivo de medición de la intensidad del pincel de deuterones está constituido por una jaula de
30 Paraday dispuesta, después de la muestra, en la alineación

335818



de dicho pincel, y por un integrador de corriente unido a la jaula de Faraday.

5 8^a.- Dispositivo según las reivindicaciones 5 ó 6, en el cual dicho dispositivo de medición de la intensidad del pincel de deuterones comprende un elemento difusor dispuesto sobre la trayectoria del pincel, un detector que recibe los deuterones difundidos, un selector de amplitud mono-canal y un órgano de recuento.

10 9^a.- Dispositivo según las reivindicaciones 6, 7 u 8, que comprende un selector multi-canal alimentado por uno de los amplificadores y que no analiza las señales recibidas de ellos más que cuando recibe una señal de apertura de puerta proveniente del detector de coincidencias.

15 10^a.- Un procedimiento de dosificación del isótopo 6 del litio en una muestra.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

20 Esta Memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola cara.

13 FEB 1967
Madrid,

P.A.
Alberto de Elzabár
Por el Excmo.

335818

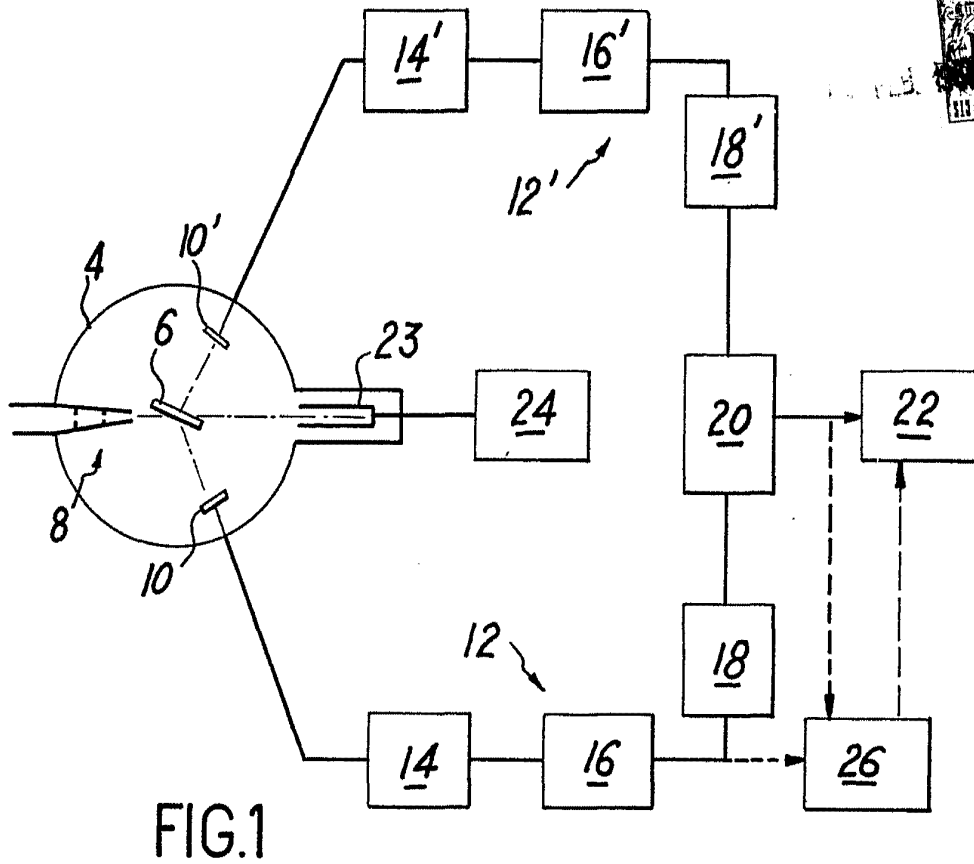


FIG. 1

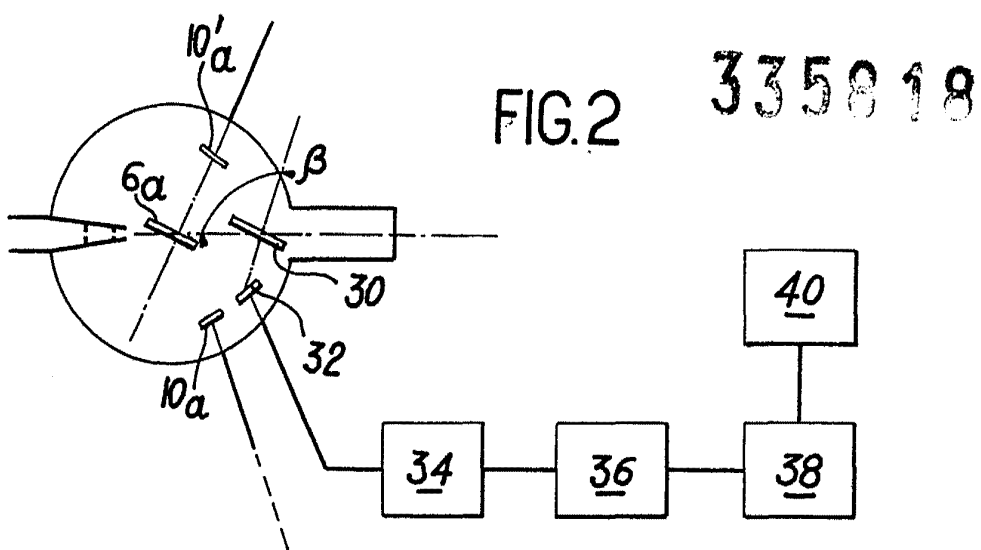


FIG. 2

335818

Alberto de Elizabete
Per Rosas