

ISTITUTO NAZIONALE DI FISICA NUCLEARE

Laboratori Nazionali di
Legnaro

INFN/TC-84/1
4 Gennaio 1984

A. Geuer-Richter : PREPARAZIONE DI FILMS SOTTILI PER
ESPERIMENTI DI FISICA NUCLEARE CON ACCELERATORI
DI PARTICELLE

Traduzione dal tedesco di
Ruggero PENGO
Laboratori Nazionali di Legnaro

Servizio Documentazione
dei Laboratori Nazionali di Frascati

PREPARAZIONE DI FILMS SOTTILI PER ESPERIMENTI DI FISICA NUCLEARE
CON ACCELERATORI DI PARTICELLE

Annemarie GEUER-RICHTER
Institut fuer Kernphysik der Universitaet zu K^öln (Gennaio 1981)

Traduzione dal tedesco di
Ruggero PENGO
Laboratori Nazionali di Legnaro dell'INFN

INDICE

Riassunto	3
I. Introduzione	3
II. Metodi generali della preparazione di Targets	4
1. Evaporazione sotto vuoto	4
1.1 Riscaldamento per effetto Joule	5
1.2 Riscaldamento per induzione	5
1.3 Riscaldamento per lievitazione	7
1.4 "Il metodo del tubicino"	7
1.5 Cannone elettronico	8
2. Altri metodi fisici	8
2.1 Sputtern	8
2.2 Laminazione	10
2.3 Targets in polvere	11
2.4 Sedimentazione e centrifugazione	11
2.5 Elettrospray	12
3. Metodi chimici	13
3.1 Elettrolisi	13
3.2 Riduzione dei composti chimici	14
3.3 Elettroforesi	15

4. <i>Nomenclatura e mezzi sussidiari nella preparazione dei targets</i>	15
4.1 <i>Target</i>	15
4.2 <i>Backing</i>	16
4.3 <i>Target sandwich</i>	16
4.4 <i>Target per plunger</i>	16
4.5 <i>Substrato</i>	16
4.6 <i>Release agent</i>	19
III. <i>Elementi e Gruppi di elementi</i>	20
<i>Metalli Alcalini (Li, Na, K, Rb, Cs)</i>	21
<i>Metalli Alcalino-Terrosi (Be, Mg, Ca, Sr, Ba)</i>	23
<i>Afnio</i>	27
<i>Antimonio</i>	29
<i>Boro</i>	30
<i>Cadmio</i>	32
<i>Cobalto</i>	35
<i>Cromo</i>	36
<i>Ferro</i>	37
<i>Gallio</i>	39
<i>Germanio</i>	40
<i>Indio</i>	42
<i>Ittrio</i>	42
<i>Manganese</i>	43
<i>Molibdeno</i>	44
<i>Nichel</i>	45
<i>Oro</i>	47
<i>Osmio</i>	48
<i>Palladio</i>	49
<i>Platino</i>	52
<i>Rame</i>	53
<i>Rutenio</i>	54
<i>Scandio</i>	55
<i>Selenio</i>	56
<i>Stagno</i>	57
<i>Tellurio</i>	58
<i>Terre Rare (La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu)</i>	58
<i>Titanio</i>	63
<i>Vanadio</i>	65
<i>Wolframio</i>	66
<i>Zinco</i>	68
<i>Zirconio</i>	70
IV. <i>Appendice</i>	71
V. <i>Bibliografia</i>	73

Riassunto

Verranno descritti i procedimenti di preparazione per gli elementi i cui isotopi sono studiati con maggiore frequenza, dove esistono acceleratori di particelle. Sono presi in considerazione i metalli alcalini ed alcalino-terrosi, quasi tutti gli elementi dei gruppi secondari, i lantanidi e alcuni elementi del Primo gruppo.

Non verranno invece trattati gli elementi gassosi o liquidi o radioattivi alla temperatura normale. poiché per essi sono necessarie apparecchiature speciali, che non sono disponibili nei piccoli laboratori.

I. Introduzione

Lo sviluppo di nuovi acceleratori e reattori come essenziali miglioramenti delle tecniche di misura nucleari ed atomiche ha portato negli ultimi trent'anni a molte nuove scoperte. Oltre a migliori strumenti di misura il risultato di un nuovo esperimento dipende essenzialmente dalla qualità dei films sottili utilizzati, sui quali viene focalizzato il fascio di particelle. Quindi le esigenze del cosiddetto target sono di natura molto diversa a seconda della richiesta sperimentale. Negli esperimenti di spettroscopia gamma, a differenza della spettroscopia di particelle, possono venire utilizzati anche films spessi dato il basso assorbimento del target. Per contro in misure di vita media lievi disuniformità del target possono inficiare l'esperimento.

La letteratura offre una svariata gamma di metodi sulla preparazione dei films sottili. D'altra parte sono disponibili per la maggior parte degli isotopi solo piccole quantità di sostanza (alcuni milligrammi, che sono pure molto costosi). Anche per l'alta purezza richiesta, la maggior parte dei metodi chimici e fisici non è in molti casi utilizzabile.

Per la grande importanza della preparazione dei targets, in quasi tutti i luoghi di ricerca esistono laboratori target con in parte la giusta attrezzatura richiesta. Anche se lo scambio di informazioni su nuovi metodi di preparazione è molto migliorato negli ultimi anni, tuttavia non vi è alcun testo in cui siano riassunti i metodi di preparazione per tutti gli elementi.

Questo lavoro riassume una grossa parte dei metodi di preparazione usati fino ad ora per molti elementi o gruppi di elementi. Si è tentato di dare tutte le informazioni disponibili e utili, al fine di preparare un determinato target. In alcuni casi rimangono ancora questioni aperte che però devono venir chiarite consultando la relativa bibliografia.

SISTEMA PERIODICO DEGLI ELEMENTI

Gli elementi contrassegnati da una X sono trattati in questo lavoro

Gruppe Ia												VIIa					VIIIa	
II												IIIa	IVa	Va	VIa	VIIa	VIIIa	He
X Li	X Be											X B	C	N	O	F	Ne	
X Na	X Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
X K	X Ca	X Sc	X Ti	X V	X Cr	X Mn	X Fe	X Co	X Ni	X Cu	X Zn	X Ga	X Ge	As	X Se	Br	Kr	
X Rb	X Sr	X Y	X Zr	Nb	X Mo	Tc	X Ru	Rh	X Pd	Ag	X Cd	X In	X Sn	X Sb	X Te	I	Xe	
X Cs	X Ba	X La	X Hf	Ta	X W	Re	X Os	Ir	X Pt	X Au	Hg	Tl	X Pb	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac	Rf	Ha														
		X Ce	X Pr	X Nd	Pm	X Sm												
		Th	Pa	U	Np	Pu	X Eu	X Gd	X Tb	X Dy	X Ho	X Er	X Tm	X Yb	X Lu			
							Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr			

II. Metodi generali di preparazione dei targets

1. Evaporazione sotto vuoto

Il più importante metodo di preparazione di targets è l'evaporazione. In un contenitore in cui è stato fatto il vuoto (pressione tipica 10⁻⁵ - 10⁻⁷ Torr) una sostanza viene evaporata per mezzo del surriscaldamento e il materiale viene condensato su di un substrato precedentemente preparato.

Il vuoto soddisfa a diverse funzioni: con esso l'ossidazione, che comparirebbe alle alte temperature, viene di molto rallentata, d'altra parte il punto di ebollizione della maggior parte dei metalli diminuisce drasticamente, come si può vedere dalle relative curve di tensione di vapore. Inoltre viene evitata la diffusione per urto con le molecole d'aria. In generale: migliore è il vuoto, minore è la contaminazione.

Complessivamente l'evaporazione è un metodo poco economico; spesso si raggiungono valori solo dell'uno per cento, anche se si può aumentare l'efficienza tramite disposizioni geometriche opportune.

Infine si deve considerare quale materiale è possibile usare come crogiolo per l'evaporazione della sostanza, per esempio se si possano formare leghe o legami chimici indesiderati e se eventualmente il materiale del crogiolo possa evaporare (ADAIR 1975). Si distinguono diversi metodi di riscaldamento.

1.1 Riscaldamento per effetto Joule.

Si riscalda un crogiolo o una 'barchetta' di un metallo ad alto punto di fusione per mezzo di un forte flusso di corrente. La fig.1 mostra alcuni tipi in uso.

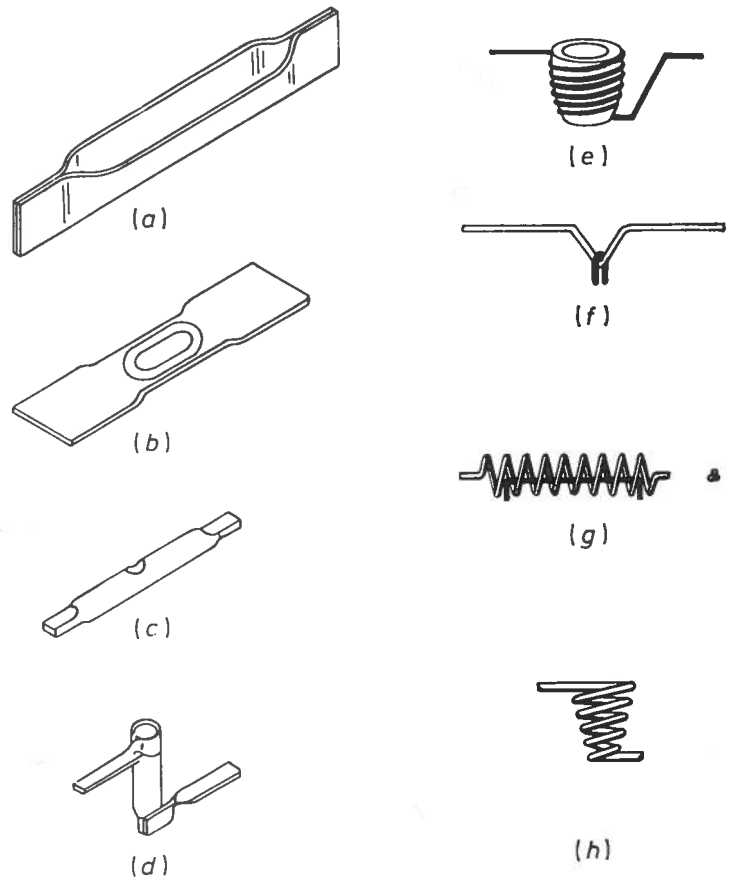


FIG. 1 - Sorgenti di evaporazione.
a), b) Crogioli o "barchette";
c) Crogioli chiusi;
d) Tubicini;
e) Crogioli di ceramica, riscaldati per mezzo di una spirale.
f), h) Sorgenti a filo di W, Ta, Mo.
(Muggleton 1979).

Per richieste speciali e per particolari caratteristiche dei materiali vengono qualche volta costruite sorgenti di evaporazione particolari. Una possibilità è mostrata qui di seguito. Quando l'evaporazione e la riduzione sono eseguite contemporaneamente, fuoriescono da un crogiolo aperto, a causa del contemporaneo sviluppo di gas, grossi pezzi di materiale. Al fine di limitare ciò, si può prendere dei tubicini di Tantalio aperti d'ambo i lati e praticare uno o più fori, quanto più piccoli possibile. Chiusa un'estremità, si riempie con l'ossido e con l'agente riducente e si chiude in egual modo anche l'altra estremità. Lo svantaggio è che tali crogioli possono venire utilizzati solo una volta; non si ha nessun controllo di quanta sostanza è stata evaporata a meno di tagliare il crogiolo (WIRTH 1980).

1.2 Riscaldamento indotto

Per mezzo di una tensione alternata ad alta frequenza si inducono su di un crogiolo di metallo o su di un metallo da evaporare, correnti turbolente che producono il riscaldamento. Un tale apparato è costoso e dispendioso; inoltre la velocità di evaporazione non può venire controllata. Questo procedimento si presta bene alla evaporazione di grosse quantità (MUGGLETON 1979).

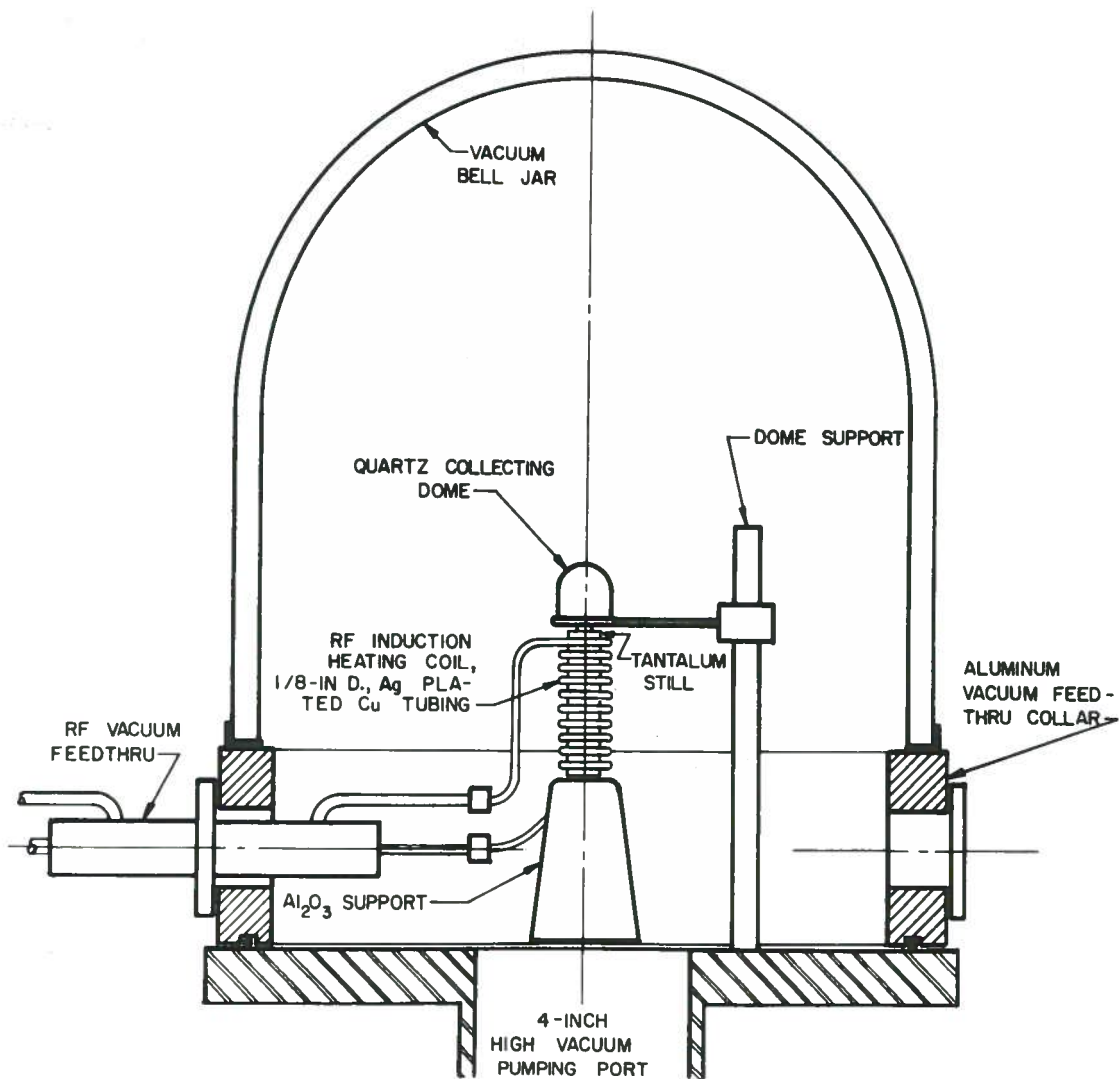


FIG. 2 - Schema di un evaporatore. Componenti importanti: campana da vuoto, sistema di pompaggio, passanti di corrente (Adair 1974).

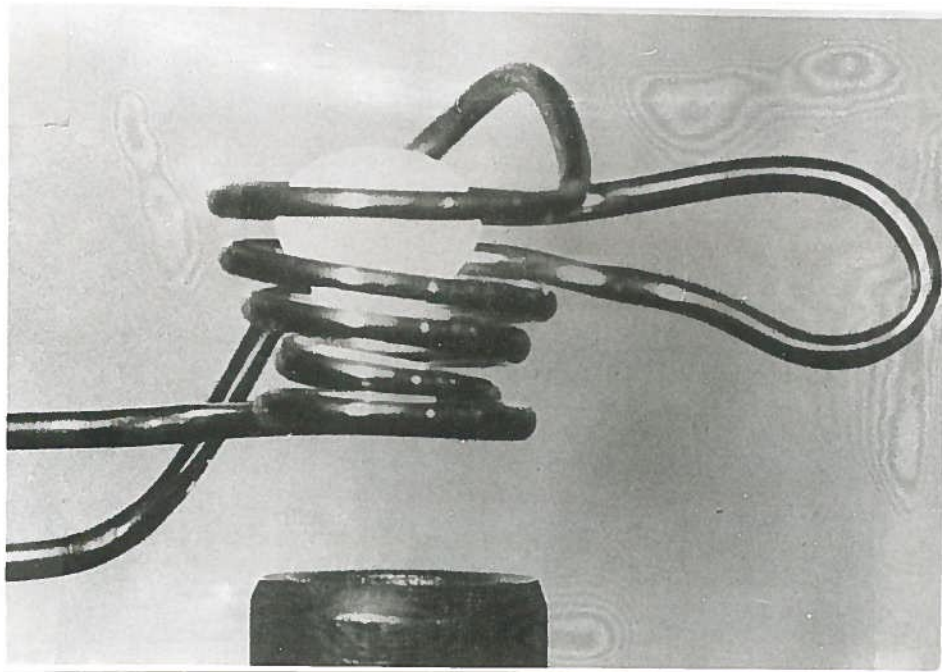


FIG. 3 - Spirale ad induzione con goccia metallica fusa (Audenhove 1974).

1.3 Riscaldamento per levitazione

Come per il riscaldamento per induzione, vengono create delle correnti turbolenti in un metallo che si trova in una spirale di induzione. Il campo magnetico ivi prodotto interagisce col campo ad alta frequenza; il metallo fuoriesce dal campo. Si usa una spirale le cui ultime spire sono contrapposte, c'è un punto lungo l'asse della spirale sul quale la goccia fusa si viene a trovare in equilibrio (AUDENHOVE 1965). Uno svantaggio di questo metodo è che non è possibile alcun controllo della velocità di evaporazione. A causa della perdita di volume è necessaria una continua regolazione e la goccia può oscillare e diventare instabile. Il metallo può evaporare in tutte le direzioni; la perdita di materiale è elevata (MUGGLETON 1979).

Nel caso in cui la spirale d'induzione sia raffreddata ad acqua, una parte del metallo si condensa su di essa e può essere riutilizzata. Tuttavia possono aver luogo contaminazioni.

Altrimenti non c'è alcuna contaminazione. Essa permette la realizzazione di films molto omogenei (AUDENHOVE 1974). La fig. 3 mostra la forma di una tale spirale ad induzione con la goccia fusa.

1.4 'Il metodo del tubicino'

In un cilindro di Tantalio attraversato da un flusso di corrente si trova isolato un tubicino contenente la sostanza da evaporare. È sottoposto ad alta tensione positiva e gli elettroni staccati dal materiale avvolgente sono accelerati su di esso e lo scaldano. Si possono raggiungere temperature maggiori per esempio in confronto al riscaldamento per effetto Joule. Il tubicino ha proprietà focalizzante, cioè è possibile un'evaporazione più economica, (WESTGAARD 1966).

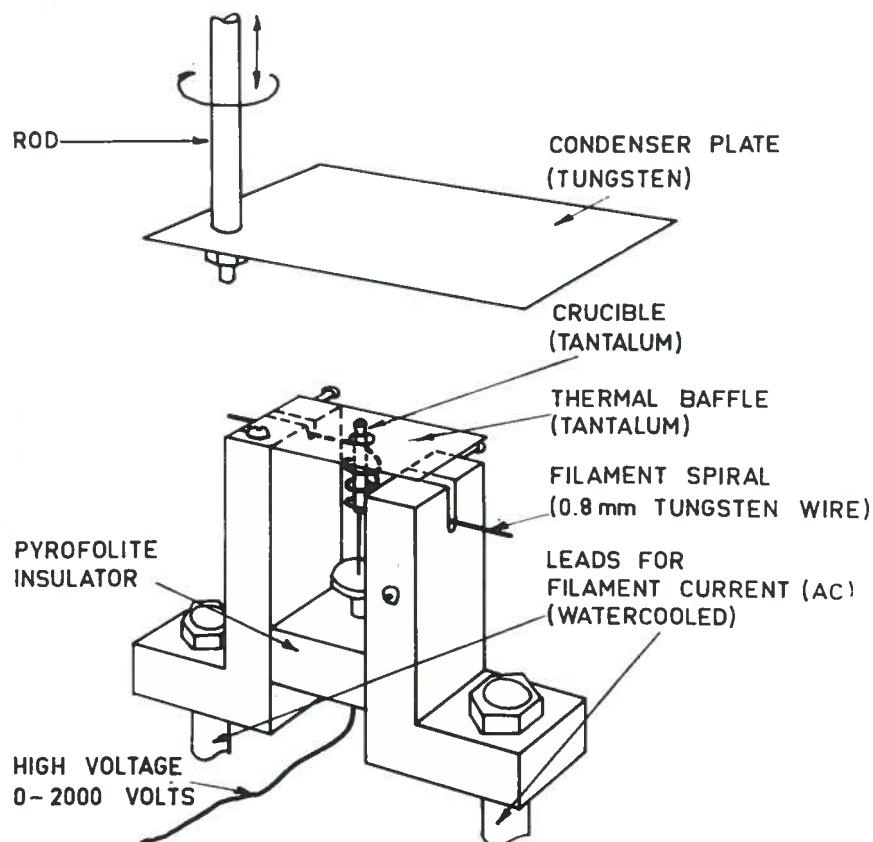


FIG. 4 - Costruzione dell'apparecchiatura sopra descritta (Westgaard 1966).

1.5 Cannone elettronico

Da un catodo surriscaldato ad alta tensione vengono emessi elettroni. Il fascio di elettroni viene focalizzato su una piccola superficie su di un crogiolo raffreddato ad acqua che in genere è fatto di Rame. Si raggiungono in generale temperature più alte se confrontate con i metodi di evaporazione convenzionali, cosicché questo metodo viene utilizzato per sostanze con alto punto di ebollizione. Svantaggi ci sono anche qui per materiali costosi, poiché l'evaporazione avviene in un grande angolo solido.

Esiste copiosa letteratura su questo tema, cosicché qui è sufficiente solo un breve richiamo. In (ARNISON 1965, MAIER-KOMOR 1975, MUGGLETON 1979) sono descritti e messi a confronto sistemi diversi. Due cannoni elettronici costruiti 'in casa' sono descritti in (KOBISK 1965, NICKEL 1979).

In (MAIER-KOMOR 1975) è descritta la dipendenza della diffusione elettronica dal numero atomico Z del materiale da evaporare e dall'angolo di caduta del fascio. Viene inoltre considerato in quali condizioni è utile un fascio pulsato.

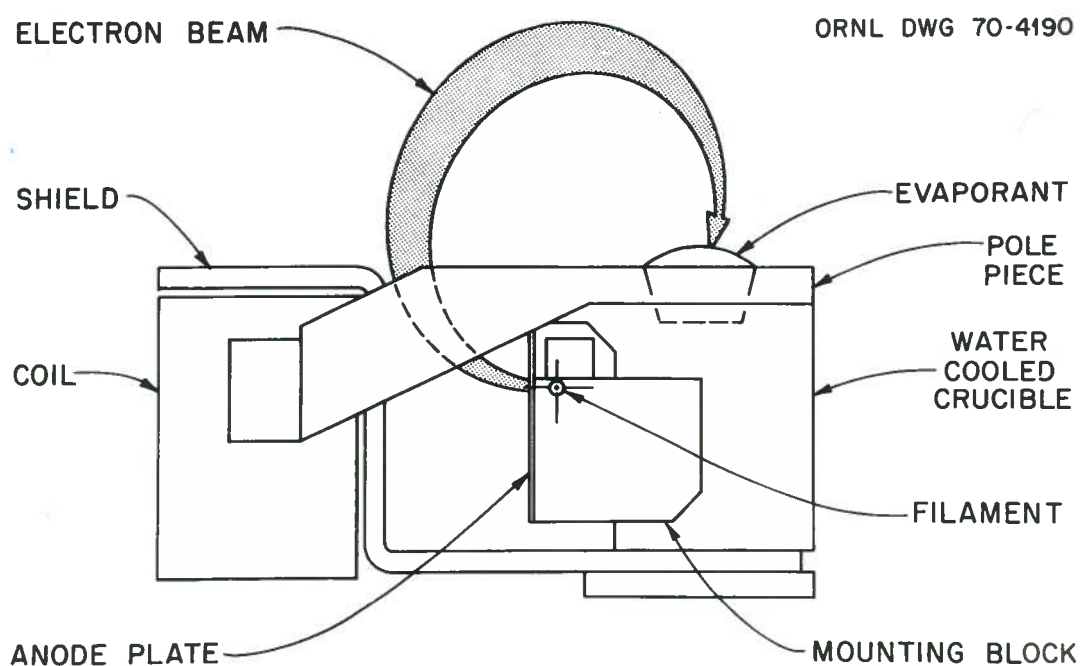


FIG. 5 - Schema di un cannone elettronico (Adair 1974).

2. Altri metodi fisici

2.1 Sputtern

Lo sputtering è una tecnica che come l'evaporazione è praticata sotto vuoto. Ci sono due possibilità di sputtern:

a) Si produce una scarica di gas tra un catodo, composto di materiale del target, e un anodo. Nel campo elettrico interposto le particelle cariche positivamente (Ar^+) vengono accelerate verso il catodo ed estraggono da lì particelle che si depositano su di un substrato preparato in precedenza.

Questa possibilità é in ogni modo non molto buona poiché si deve preparare tutto il catodo di materiale del target ed é necessario molto materiale.

Si utilizza questo procedimento solo quando sono a disposizione films già pronti che si pongono al catodo per renderli più sottili.

b) Una soluzione migliore é l'utilizzo di una sorgente di ioni, dalla quale si ottiene un fascio di ioni accelerati. Questa viene focalizzata su di una superficie del diametro di un millimetro al massimo. D'altra parte questa apparecchiatura é molto costosa.

Gli ioni contaminano spesso il deposito per cui si usano in generale gas nobili, specialmente Argon. L'effetto della contaminazione é utilizzato per sputtering reattivo. Usando o mescolando Azoto, Ossigeno ed Idrogeno si ottiene come deposito il relativo composto.

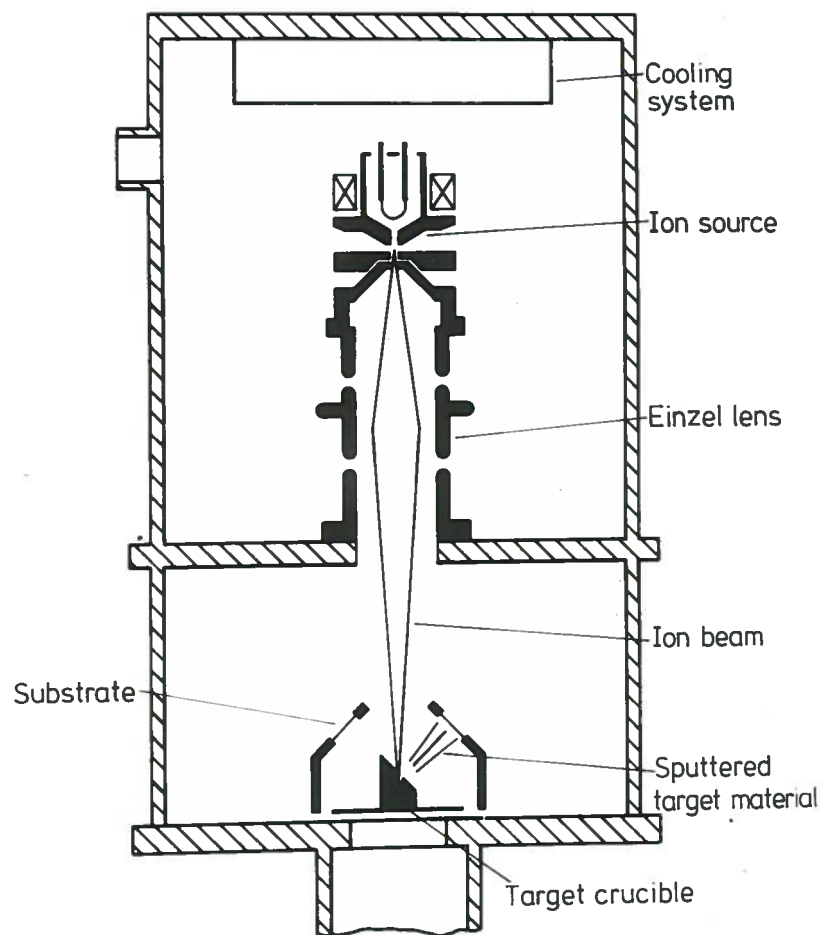


FIG. 6 - Schema di un apparecchiatura per sputtern. Le particelle estratte dalla sorgente vengono focalizzate sul target con delle lenti elettrostatiche (Muggleton 1979).

Ci sono alcune differenze importanti rispetto all'evaporazione sotto vuoto. Lo sputtering non dipende dalla tensione di vapore del materiale; si possono quindi preparare targets sottili da materiali ad alto punto di fusione e molti ossidi, carbonati etc.. Se la preparazione é eseguita abilmente é anche un processo economico. In generale si ha solo un riscaldamento trascurabile del substrato (MUGGLETON 1979).

I processi d'urto del materiale che fa da catodo sono molto complicati; uno ione per effetto della sua caduta può dar luogo ad una catena d'ur-

ti che non è limitata solo alla superficie. Gli atomi lasciano la superficie con un'energia intorno ai 10 eV e possono depositarsi come film sottile su di un substrato. Nell'articolo citato si trova una discussione sulla velocità di sputtering (numero di atomi emessi per ione incidente) in funzione dell'energia, della posizione del fascio, dell'angolo di caduta del fascio rispetto alla superficie del materiale e del materiale stesso. Inoltre vengono trattati la velocità di caduta, l'omogeneità e particolari caratteristiche del film (SCAIFE 1975).

Analogamente al cannone elettronico c'è un grande numero di articoli che in parte si possono trovare nella bibliografia citata. Si possono leggere descrizioni dell'apparecchiatura per sputtern in (SLETTEN 1972, BAUMANN 1979, BAUMANN 1977). Nell'ultimo articolo sono anche discusse le differenze tra un Duoplasmatron e una sorgente Penning.

2.2 Laminazione (rolling)

La maggior parte dei metalli, se chimicamente puri, è laminabile. Spesso è possibile acquistarli come films. Si possono senza grande difficoltà laminare nello spessore desiderato. Difficile è quando il materiale è fornito in polvere, come si ottiene per esempio da una precedente riduzione. Si può fondere la polvere in forma di perla, tenendo presente che punto di fusione e reattività chimica devono avere caratteristiche diverse (REYNOLDS 1965B).

La goccia metallica viene compressa fino a diventare una lamina sottile per mezzo di una pressa idraulica. Capita che vi siano delle disomogeneità nel metallo, così si verificano dei processi collaterali alla laminazione, che creano fori o screziature. In modo analogo contaminazioni come difetti locali possono condurre a fori nel film.

Il metodo più usato per laminare è il porre il pezzo metallico tra due superficie di acciaio non temprato e lucidato, e spingerlo tra due rulli che ruotano aumentando a gradi successivi la pressione tra di essi. Le lastre usate hanno spesso forma di V, cioè sono aperte su tre lati. Poiché le forze cui sono sottoposte sono grandissime, spesso saltano fuori e sono difficili da maneggiare. Si può ridurre ciò chiudendo il materiale da laminare tra due superficie saldate su tutti i lati. Se si vuole controllare lo stato del foglio dopo ogni passaggio, questo è un metodo che fa sprecare materiale poiché il metallo dopo ogni taglio diventa inutilizzabile.

I materiali teneri specialmente (per esempio Piombo e Stagno) hanno la caratteristica di rimanere appiccicati all'acciaio. Può essere d'aiuto il porre il pezzo di metallo da laminare tra due fogli di Teflon (ZELL 1980 B). Poiché il Teflon e il metallo frapposto si dilatano molto durante la laminazione, si può lavorare solo con pressioni molto piccole per evitare che il metallo si laceri. Le superficie laminanti non saldate favoriscono un miglior controllo.

Importanti presupposti per la riuscita del processo di laminazione sono la purezza del metallo, spesso riscaldato in gas inerte o vuoto, la pulizia del film e della superficie laminante che deve essere priva di polvere, olio o impronte. Come indicazione la riduzione dello spessore per ogni step di laminazione è di circa 5-15 per cento (KARASEK 1965).

La figura che segue mostra una tipica distribuzione di spessore di un film laminato. La determinazione dello spessore di un film laminato si determina di solito ritagliandolo in una superficie determinata (circa 1cm x 1cm), questa viene pesata e si ha subito il risultato in mg/cm^2 . Così facendo si ha solo un valore medio, come si vede dalla figura, il quale può essere affetto da un grosso errore.

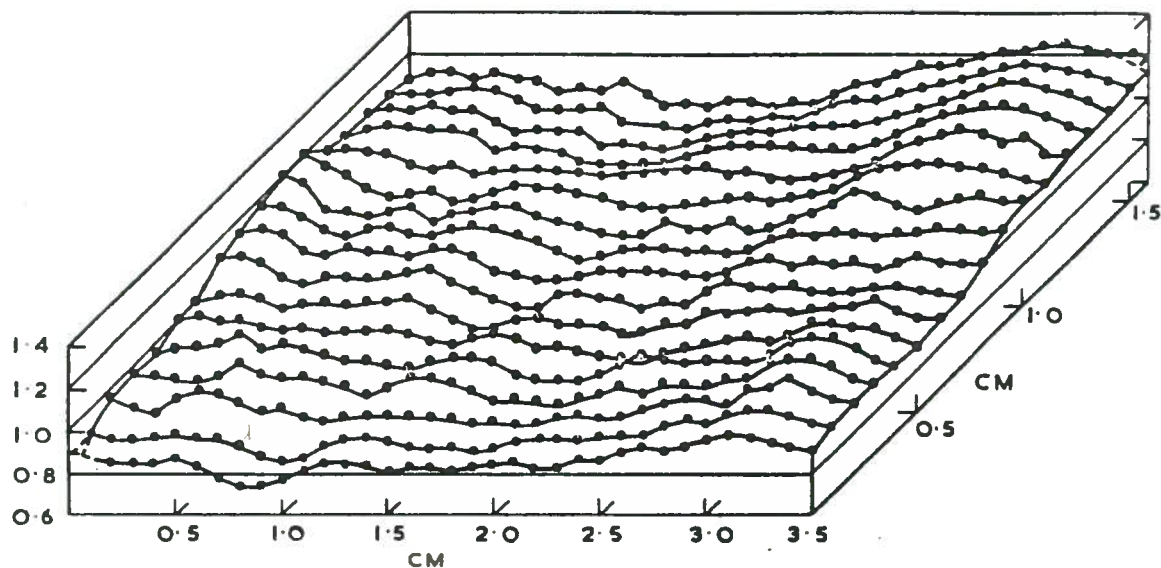


FIG. 7 - Struttura superficiale di un target di Sn-118 laminato. Lo spessore medio è di 2.4 mg cm^{-2} (Reynolds 1965 B).

Poiché con un micrometro si misura lo spessore massimo tra due superficie il suo valore è sempre maggiore di quello trovato pesandolo.

Ulteriori informazioni si possono trovare in (KARASEK 1972, ADAIR 1975, KELLNER 1977, MUGGLETON 1979).

2.3 Targets in polvere

Questo metodo si può usare per molti materiali forniti in forma di polvere. Si possono preparare targets nell'intervallo di $1-20 \text{ mg}/\text{cm}^2$ come 'sandwich' con grande omogeneità e buone caratteristiche metalliche. Il procedimento tipico si può riassumere come segue: un cilindro di vetro aperto d'ambo i lati (diametro ca. 3 cm) viene posto sopra un film d'alluminio di ca. $3 \text{ mg}/\text{cm}^2$. Si riempie con circa 10 ml di Cloroformio (HCCl_3). La polvere viene mescolata in 15 ml di Acetone (CH_3COCH_3) e introdotta nel cilindro. Le particelle si depositano per gravità sul film. La polvere si dispone uniformemente tra i bordi dei due strati organici. Dopo il pipettaggio e l'evaporazione della soluzione si copre il target con un secondo foglio di Alluminio di $3 \text{ mg}/\text{cm}^2$ e compresso con una pressione di 20 Ton. Non sono necessari altri mezzi organici di legame (KU 1974).

2.4 Sedimentazione e centrifugazione

Con questa tecnica si parte in ogni caso da una polvere fine, metallica o in forma di ossido. In entrambi i casi si prepara una sospensione, cioè

si distribuisce uniformemente la polvere in una soluzione. Allo scopo è molto utile un agitatore ad ultrasuoni. Si osserva un sedimento che si deposita lentamente su di un backing per effetto della forza di gravità. Per mezzo della centrifugazione la forza centrifuga ha in sostanza lo stesso effetto.

Con entrambi i metodi si preparano targets tra 1-60 mg/cm². Suggestimenti per la sedimentazione si trovano in (FODOR 1960, AUDENHOVE 1974, MUGGLETON 1979), per la centrifugazione in (SUZUKI 1970, RICHAUD 1979). Nell'ultima referenza si trovano anche schizzi per la costruzione di una centrifuga.

2.5 Elettrospray

L'idea fondamentale dell'elettrospray è la seguente: si rompe un legame chimico in Acetone o Metanolo. Un tubo capillare viene fatto terminare con un ugello che in condizioni normali è incompatibile con l'esistenza di un liquido. Si introduce un filo sottile il cui altro polo si trova collegato ad alta tensione positiva (3-10 kV). Un supporto è collegato a circa 1cm di distanza dallo spruzzo e collegato ad un polo negativo. A tensioni opportune le particelle cariche producono una finissima nebbia, mentre la soluzione si secca nel tragitto verso il backing. Le particelle si depositano sul backing (PARKER 1965 B). La fig. 8 mostra uno schizzo dell'apparecchiatura descritta sopra.

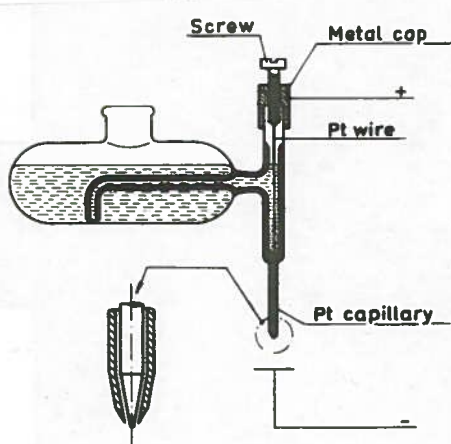


FIG. 8 - Schizzo dell'apparecchiatura descritta nel testo (Verdingh 1964).

Il vantaggio di questo metodo consiste nel fatto che sono necessarie solo piccole quantità di sostanze ed è possibile costruire targets di superficie larga (fino a 1000 cm²). Per la loro alta velocità le particelle hanno una grande adesione al supporto. Svantaggi ci sono nel fatto che si possono usare solo legami con determinati elementi e che non si possono avere targets 'selfsupporting'. Il tempo necessario è lungo (8-10 ore); è difficile mantenere costante la deposizione in questo lasso di tempo (MUGGLETON 1979).

Altre informazioni e descrizioni dell'apparecchiatura, come dettagli per particolari targets si possono leggere in (LAUER 1963, GLOVER 1965, PARKER 1965 A, VERDINGH 1965, VERDINGH 1972, AUDENHOVE 1974).

3. Metodi chimici

3.1 Elettrolisi

La maggior parte degli elementi del sistema periodico si può preparare con mezzi elettrolitici. Questo metodo viene utilizzato industrialmente per preparare rivestimenti multipli di metalli. In un laboratorio target sono utilizzabili solo determinati processi, poiché le richieste delle caratteristiche di spessore sono molto differenti. Mentre alcuni dei più importanti requisiti dei depositi industriali sono la buona adesione al substrato, durezza e superficie molto lucide, da un laboratorio target si richiede: alta purezza dell'elemento o isotopo, basso e più completo possibile consumo del materiale, buone caratteristiche della superficie e della struttura, e in certe condizioni la possibilità di staccarli dal backing.

Molte caratteristiche della stratificazione metallica si fondano sulla collocazione di atomi estranei e molecole nella struttura cristallina. I più importanti rappresentanti di questo gruppo sono altri atomi metallici e diversi composti organici. La maggior parte dei risultati è trovata empiricamente, i meccanismi di reazione sono fino ad ora sconosciuti. E' chiaro che un film così preparato non è utilizzabile come target. Si deve rinunciare il più possibile alla cosiddetta lucentezza e durezza.

Molte soluzioni elettrolitiche date nei libri di testo di Elettrochimica non sono da prendere immediatamente, poiché sono usate concentrazioni da 3 a 30g per litro. Dal momento che è disponibile solo una piccola quantità di isotopo (pochi milligrammi) le concentrazioni sono ridotte di circa un fattore 100. Di conseguenza si devono utilizzare altri valori di densità di corrente. Per le concentrazioni più alte i valori sono intorno a 30mA per cm^2 , per concentrazioni più basse si ottengono con questi valori dei depositi non del tutto consistenti. Per molti lavori di elettrolisi si lavora per la preparazione di targets con circa 10 mA per cm^2 e si ottengono risultati soddisfacenti (BURFORD 1965). Si possono trovare informazioni utili per molti metalli per l'elettrolisi in (YAFFE 1962, BURFORD 1965). Consigli particolari e ulteriore bibliografia si trovano in (PARKER 1965 B, VERDINGH 1965, MORGAN 1977, MUGGLETON 1979, PECK 1979).

La figura seguente mostra la disposizione di una tipica apparecchiatura per la preparazione elettrolitica di targets.

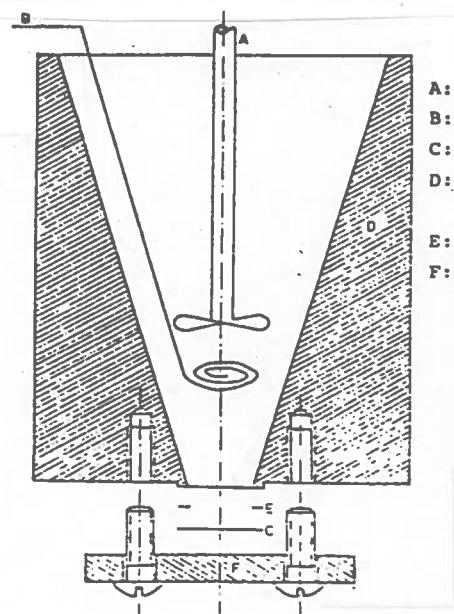


FIG. 9 - Tipica cella elettrolitica per la preparazione di targets (Gorodetzky 1965).

- A : Mescolatore di vetro;
- B : Anodo di Platino;
- C : Foglio di Rame;
- D : Cella conica di Plexiglass;
- E : Anello di Teflon;
- F : Disco di Ottone.

Come si toglie il backing

Il metallo più usato come catodo è il Rame. Per ottenere targets self-supporting, si pone alla fine dell'elettrolisi tutto il film sulla superficie di una soluzione di 'etching', facendo attenzione a che il film tocchi il liquido, altrimenti precipita. L'esperienza suggerisce il seguente accorgimento: si pone sotto il film un foglio di carta assorbente. Si aumenta così la superficie di appoggio. La carta così affonda mentre il target galleggia.

La soluzione di 'etching' per il Rame è così formata: 22g di acido Tricloroacetico (CCl_3COOH) in 250ml di acqua, 20ml 0.88 N di soluzione di ammonio (NH_4OH) e diluire in 500 ml di acqua. Questa soluzione può essere pericolosa per Fe, Ni, Se, Si, Ge, Sn, Ta. Se si usa acciaio come backing, si può togliere con acido solforico (H_2SO_4) e acido Nitrico (HNO_3).

Prima di eseguire l'etching, i films che hanno grandi tensioni interne, devono essere incollati perché altrimenti si arrotolano e possono affondare (BURFORD 1965).

3.2 Riduzione chimica

La maggior parte dei metalli (metalli alcalini, metalli alcalino-terrosi, terre rare) sono disponibili come isotopi arricchiti solo nella forma di ossidi stabili o di sali. La riduzione deve essere eseguita in laboratorio. I possibili procedimenti si possono così riassumere:

a) Riduzione contemporanea all'evaporazione

In questo processo detto di Riduzione-distillazione, l'ossido viene compresso in una pasticca dopo essere stato mescolato quanto più finemente possibile col suo agente riducente. In questo modo si riduce la quantità di gas (aria) inoltre il partner della reazione è a stretto contatto e vi è migliore conduzione di calore. Questa pasticca viene riscaldata con un procedimento convenzionale e dopo che si è raggiunta la temperatura di riduzione, a processo avvenuto, si evapora il metallo. È chiaro che tutti i componenti della reazione devono avere una tensione di vapore più bassa del metallo da evaporare (grosso modo due ordini di grandezza). Questo riduce la scelta dell'agente riducente. La lista più usata comprende: Tantalio, Zirconio, Torio, Alluminio, Lantanio e Carbonio. Poiché con il Carbonio si forma l'ossido in forma di gas, si deve stare attenti a che il crogiolo non contenga grosse quantità di materiale che possono spruzzare fuori. Si usano preferibilmente crogioli chiusi con solo pochi fori. Come per l'evaporazione normale si deve attuare particolare attenzione a che nessuno dei due partner possa fare lega col crogiolo causando contaminazioni non volute.

Si porta il substrato ad una determinata distanza dal crogiolo, così da poter evaporare grandi superficie nel modo desiderato.

Un'altra possibilità è un piccolo tubicino in cui la reazione ha luogo ad una distanza molto piccola da una superficie raffreddata e lucidata, sulla quale può crescere una stalagmite. Il metallo così ottenuto viene più volte laminato oppure sottoposto a successivi processi di arricchimento.

Descrizioni dettagliate e un numero di informazioni utili per diversi metalli si possono leggere in (KOBISK 1965 A, HEAGNEY 1976, KOBISK 1979).

b) Riduzione come procedimento separato

Il processo più semplice è la riduzione con gas d'idrogeno. Si pone l'ossido in polvere finissima in un crogiolo fatto di Carbonio, Quarzo o materiali simili. Si deve fare attenzione a che non possa avvenire la minima contaminazione del metallo. Questo crogiolo viene posto in un forno. Il forno è fornito di condutture per il flusso e riflusso del gas e permette di raggiungere temperature di 1000 o 2000 gradi Celsius. Per molti metalli è sufficiente riscaldare fino a 1000°C (FRISCHE 1973). La riduzione ha luogo per mezzo del flusso costante dell'idrogeno (HEAGNEY 1976).

Un'altra possibilità è l'elettrolisi. Non si usa un catodo sul quale formare il target, bensì un filo sottile, in genere di Platino, sul quale il metallo si può depositare in piccoli cristalli. Si può facilmente staccare dal filo e successivamente lavorarlo. Per Cadmio e Zinco si può avere un'efficienza del 60-85 per cento (BENNINK 1979 B). Ulteriori informazioni si trovano in (HEAGNEY 1976, HEAGNEY 1977).

3.3 Elettroforesi

Una polvere metallica o di ossido viene mescolata con un liquido organico polare come per esempio Alcole, per formare una sospensione stabile. Si immerge quindi un anodo calibrato nella soluzione e si applica una tensione di 300-800 Volt tra l'anodo e un backing conduttore (catodo). Le particelle in sospensione vengono ionizzate e si depositano sul backing (MUGGLETON 1979).

4. Nomenclatura e mezzi sussidiari nella preparazione dei targets.

Verranno qui chiariti i nomi usati in questo lavoro e le loro caratteristiche.

4.1 Target

Target vuol dire nella sua traduzione dall'inglese, bersaglio. È una descrizione visiva dell'uso sperimentale: si colpisce del materiale con particelle cariche e non, oppure con radiazione elettromagnetica. Le reazioni che hanno luogo sono argomento di Fisica atomica o nucleare.

Mentre nella fisica atomica la cosa più importante è la purezza dell'elemento, in fisica nucleare si usano isotopi altamente arricchiti di un elemento o di un composto.

I targets usati all'acceleratore di Colonia hanno uno spessore tipico di 0.1 - 3 mg/cm². Questa grandezza (massa diviso l'area) è la tipica misura usata in fisica nucleare, poiché il numero di reazioni è proporzionale alla quantità per unità d'area.

4.2 Backing

Non é sempre possibile preparare targets autoconsistenti (selfsupporting) ,cioé targets costituiti di un solo elemento.Si usa quindi un foglio portante,il cosiddetto backing,fatto in generale di un metallo.Carbonio o di un foglio di plastica.La scelta del backing é fatta in modo che il materiale usato non possa disturbare la reazione che si vuole studiare.

4.3 Sandwich-target

Questa denominazione indica in modo visivo ciò che vuol dire:si intende un target che é limitato da entrambe le parti da una superficie (backing). Questa tecnica viene spesso adottata per sostanze molto reattive o facilmente volatili,in genere si evaporano le due pareti sotto vuoto.Poiché i films evaporati hanno generalmente sempre piccoli buchi,anche questi targets devono essere mantenuti sotto vuoto o in gas inerte,affinché l'ossidazione possa essere rallentata.I films alle pareti devono essere come i backings il più sottili possibile.

4.4 Plunger-targets

Un sistema a Plunger é composto di un target vero e proprio che é stesso sopra un supporto speciale e un secondo film ad una distanza ben precisa,il quale deve fermare su di esso i nuclei di rinculo.Dal Doppler Shift tra il target e il film d'arresto dei nuclei di rinculo che decadono si può determinare la vita media dei livelli energetici.Poiché la distanza deve essere precisa,le due superficie devono essere estremamente piane; anche dislivelli di più di un micron rendono il target inutilizzabile. Esso deve essere inoltre il più sottile possibile e il più omogeneo possibile cosicché i nuclei di rinculo possono allontanarsi con una energia ben definita.

A causa delle tensioni interne film duri e fragili non si possono preparare come selfsupporting.In questo caso si evapora il target su di un film sottile che a sua volta si può stendere.In generale si usa come backing lo stesso materiale usato per il film stopper,spesso Oro o Bismuto.

4.5 Substrato

Substrato significa nella sua traduzione più stretta ciò che sta sotto. In questo lavoro sarà usato intendendo come substrato la superficie sulla quale é depositato il preparato per il target.Eccetto che per i targets laminati viene usato un substrato per tutti i targets.per tutti i tipi di evaporazione,per lo sputtering etc..La dizione backing verrà usata solo quando il film di sostegno viene adoperato durante l'esperimento.

Per la qualità del film é molto importante la struttura del substrato.

Le figure seguenti mostrano in modo semplice il processo.Un atomo ospite può muoversi sulla superficie,e se ha sufficiente energia può evaporare via di nuovo.I singoli componenti si sommano fino a formare un film uniforme.

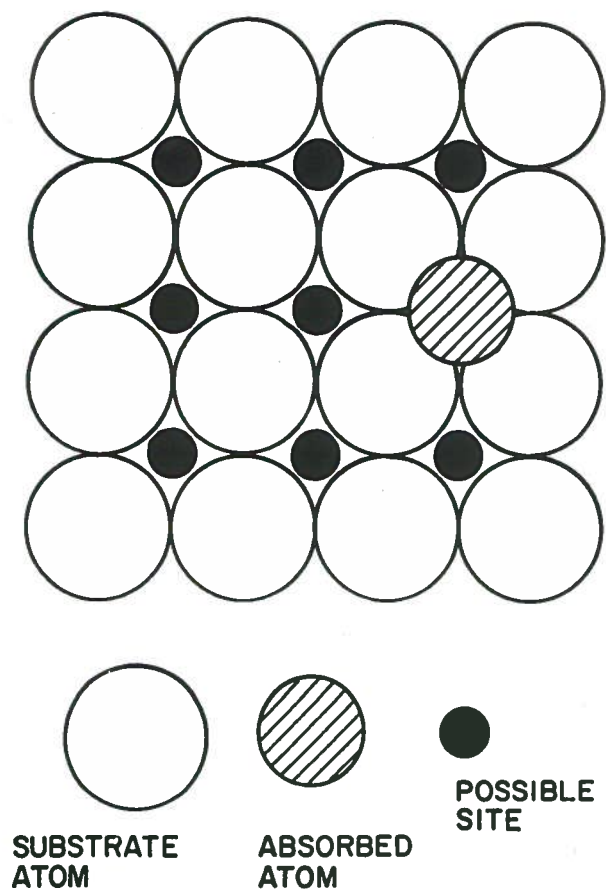


FIG. 10 - Possibili disposizioni di atomi che si depositano su di una data superficie (Ramsay 1974).

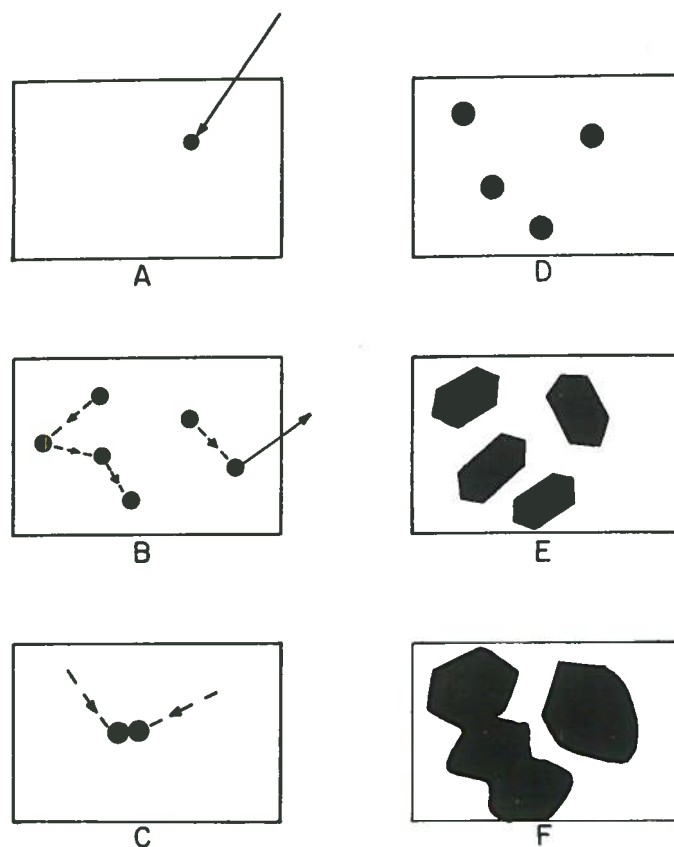


FIG. 11 - Crescita ideale di un film (Ramsay 1974). A: Atomo in caduta; B: Movimento sulla superficie di evaporazione; C: Urto; D: "Germinazione"; E: Crescita; F: Formazione della superficie.

Per la crescita di un film sono importanti la struttura cristallina e la costante cristallina del substrato, specialmente quando si vogliono ottenere films uniformi. In molti casi si ottengono risultati soddisfacenti con l'uso di substrati amorfi.

Circa la metà dei metalli ha struttura cubica; la stessa struttura hanno pure molti sali solubili in acqua, che potrebbero essere usati come substrato.

La tabella Tab.1 mostra una rassegna di alcuni metalli e dei rispettivi substrati. Ulteriori informazioni sono elencate più avanti in questo lavoro sotto i singoli elementi.

Un altro fattore importante è la temperatura del substrato. A temperature molto basse (all'incirca relative all'Azoto liquido) gli atomi non possono più muoversi sulla superficie e possono cercare un posto conveniente nel cristallo. Il film presenta quindi un grande disordine ed è poco stabile.

Un substrato si riscalda per l'energia cinetica delle particelle che lo colpiscono. Questo aumento di temperatura è per altro molto piccolo. Esso è di circa 1.5 gradi Celsius (valore massimo) per uno strato di 1 mg/cm² di Argento su vetro. Un aumento maggiore è dovuto al calore prodotto dalla sorgente di evaporazione. Questo effetto è per diverse ragioni non desidera-

to. Si può fare in modo che il tempo di evaporazione sia mantenuto piccolo oppure si possono usare schermi di calore che portino via una grossa quantità di calore. Un'altra possibilità è quella di usare un substrato con una grande capacità termica, per esempio un blocco di Rame o un substrato raffreddato ad acqua.

Elemento	Struttura	Substrato	Struttura
Al	cubico a facce centr.	Lensodel	amorfo
Sb	rombico	CsJ	cubico a spigoli centr.
Be	esagonale	BaCl ₂	ortorombico
Pb ')	cubico a facce centr.	KCl	cubico facce centr.
B	esagonale	B ₂ O ₃	rombico
Cd	esagonale	ZnCl ₂	esagonale
Ca	cubico a facce centr.	Esadecilamin	amorfo
Cr	cubico a spigoli cen.	KCl	cubico a facce cen.
Fe	cubico a spigoli cen.	Cu	cubico a facce cen.
Er	esagonale	Al ₂ O ₃	esagonale
Ge	diamante	BaCl ₂	ortorombico
Au ')	cubico a facce cen.	Lensodel	amorfo
Ho	esagonale	CaJ ₂	esagonale
In	tetragonale	Formvar	amorfo
K	cubico a spigoli cen.	Esadecilamin	amorfo
Co	esagonale	Al ₂ O ₃	esagonale
C	esagonale	Lensodel	amorfo
Cu	cubico a facce cen.	Lensodel	amorfo
Li	cubico a spigoli cen.	Esadecilamin	amorfo
Mg	esagonale	Zapon	amorfo
Mn	cubico	Al ₂ O ₃	esagonale
Mo	cubico a spigoli cen.	NaCl	cubico a facce cen.
Nd	esagonale	BaJ ₂	rombico
Ni	cubico a facce cen.	Cu	cubico facce cen.
Os	esagonale	NaCl	cubico a facce cen.
Pd	cubico a facce cen.	CsJ	cubico a spigoli cen.
Pm	esagonale	Al ₂ O ₃	esagonale

Rh	cubico a facce cen.	KJ	cubico a facce cen.
Rn	esagonale	Al_2O_3	esagonale
Sc	esagonale	Al_2O_3	esagonale
Ag ')	cubico a facce cen.	Lensodel	amorfo
Si	Diamante	KCl	cubico a facce cen.
Te	esagonale	CaJ_2	esagonale
Ti	esagonale	CaJ_2	esagonale
V	cubico a spigoli cen.	KJ	cubico a facce cen.
Bi	rombico	CsJ	cubico a spigoli cen.
Y	esagonale	CaJ_2	esagonale
Yb	cubico a facce cen.	Cu	cubico a facce cen.
Sn	tetragonale	Lensodel	amorfo

Tabella 1: Con i substrati sopraelencati si possono preparare films di metalli selfsupporting (RAMSAY 1974). Per convenienza sono state elencate anche le strutture cristalline (ALFA 1979, HOLLEMAN-WIBERG 1971).

Nella letteratura si usano spesso substrati riscaldati (si vedano a proposito i singoli elementi). Si aumenta in questo modo la possibilità di movimento dell'atomo. Importante è tuttavia che il substrato abbia lo stesso coefficiente di dilatazione del target, altrimenti si creano grosse tensioni tra le due superficie al momento del raffreddamento (RAMSAY 1974).

Gursky fornisce in proposito una tabellina (GURSKY 1976). Sono elencate temperature opportune e spessori minimi con cui si possono preparare films in forma di selfsupporting.

4.6 Release agent

Si intende con questo termine le sostanze che vengono poste tra vetro e target per la preparazione di targets selfsupporting.

La maggior parte è solubile in acqua. Si distingue tra sali come NaCl $BaCl_2$, KCl che vengono evaporati sul vetrino e sostanze igroscopiche organiche come Betaina, Lensodel (nella letteratura inglese noto col nome di Tee-pol).

Si versa una goccia di questa soluzione sul vetrino e si spalma con un dito o un fazzoletto di carta finché la superficie si presenta opaca e asciutta. Un grosso problema è talvolta l'umidità dell'aria. In alcuni giorni è impossibile preparare il substrato. I vetri si devono toccare solo ai bordi; anche il sudore delle mani rende il preparato inutilizzabile.

Nel caso in cui il target non possa venir in contatto con l'acqua, si possono usare sostanze non solubili in acqua. Sostituti sono il Formvar C5H8O2, solubile in Cloroformio $HCCL_3$ e Toluolo C_7H_8 , come esadecilamin

$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{NH}_2$, solubile in Esano C_6H_{14} .

Una tabella al riguardo con le relative temperature di fusione ed ebollizione cosiccome le soluzioni si trova in (MUGGLETON 1979).

Un'ulteriore difficoltà per le soluzioni organiche è costituita dalla loro instabilità termica. Nel caso in cui siano necessarie alte temperature per l'evaporazione e per lungo tempo, anche il substrato viene riscaldato, gran parte per irraggiamento dalla sorgente e i films si rompono. Per la maggior parte di essi non è più possibile staccarli.

Nel caso in cui venga impiegato un vetrino grande, si incide il film con un coltello o bisturi, in modo da ottenere i films nella grandezza adatta al telaio.

Il distacco del target è così ottenuto:

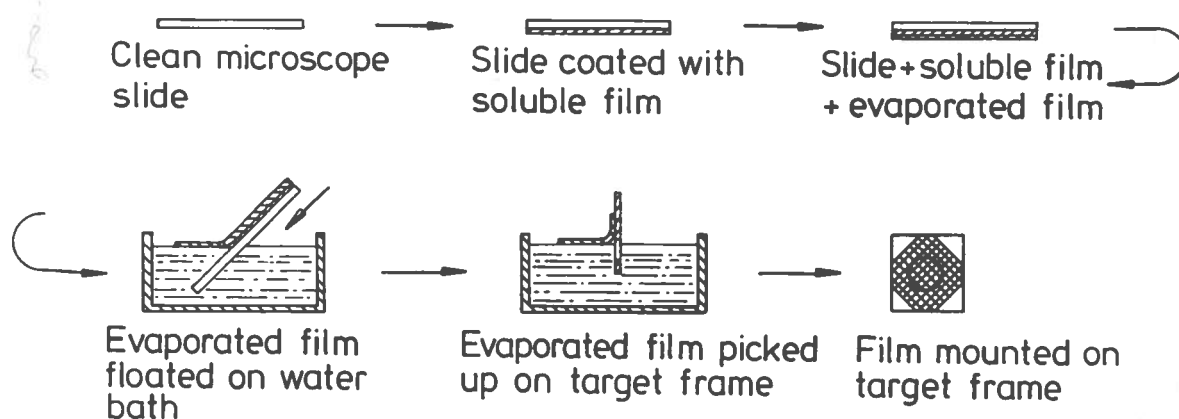


FIG. 12 - Sequenza per la preparazione di targets selfsupporting (Muggleton 1979).

III. Elementi e Gruppi di Elementi

In questa parte verranno descritte le possibilità di preparazione dei singoli elementi tentando di fornire la più completa bibliografia possibile.

Le informazioni generali come punto di fusione e di ebollizione così come le caratteristiche degli elementi sono prese, se non altrimenti specificato, da (HOLLEMAN-WIBERG 1971, SLOAN 1974).

Le tabelle danno informazioni sulle caratteristiche specifiche dei diversi targets che sono spiegate nel testo.

La bibliografia dovrebbe servire, oltre alle brevi informazioni contenute nel testo, come possibilità per il lettore interessato che si trovi a voler approfondire un problema.

L'abbreviazione E-gun (in inglese Electron Gun) sta ad indicare il cannone elettronico.

Metalli alcalini

Il gruppo dei metalli alcalini é formato dagli elementi Litio (Li), Sodio (Na), Potassio (K), Rubidio (Rb), Cesio (Cs) e Francio (Fr), che non verrà qui trattato essendo un prodotto radioattivo dell'Attinio. I metalli alcalini sono fortemente reattivi con l'acqua e in parte anche con l'ossigeno, e la reattività cresce dal Li al Cs. In generale sono molto teneri e hanno punti di fusione e di ebollizione molto bassi rispetto ai corrispondenti elementi alcalino terrosi.

Elemento	Punto di fusione C	Punto di ebollizione a 760 Torr	Punto di ebollizione a 10 ⁻⁶ Torr
Li	179	1240	307
Na	97.8	881.3	124
K	63.5	753.8	60
Rb	38.9	696	37
Cs	28.4	708	22

Tab.2 Alcuni dati riguardanti i metalli alcalini

Standard: Evaporazione

Problemi: a) Reazioni violente con aria e acqua
b) Le normali atmosfere di Argon protettive contengono ancora troppo vapore acqueo
c) In parte é possibile evaporare solo loro composti.

Analogamente a quanto accade per i metalli alcalino terrosi a causa dell'ossidazione veloce la conservazione e il trasporto del target é molto difficile. Si consigliano sistemi appositi di trasporto sotto vuoto, si veda a proposito (GALLANT 1974, SAPIR 1979).

Particolari sui singoli elementi

Litio

Il Litio é tenero, di colore argenteo e fonde velocemente in aria umida ossidi e nitrati. In commercio il Litio é spesso disponibile sotto petrolio. Strati di ossidi attaccati si sciolgono immergendo brevemente in Metanolo, come il Litio stesso. L'ossido o i resti d'acqua o d'olio formati nella campana d'evaporazione si eliminano riscaldando brevemente aldisopra del punto di fusione del Litio e raffreddando velocemente. Quindi si riscalda con attenzione in modo che il materiale non schizzi via (MAXMAN 1964, BOHNHOFF 1980). Si esegue l'evaporazione da crogioli di Al₂O₃ o BeO o di Tantalo o di acciaio inossidabile.

Targets spessi si ottengono oltre che per evaporazione anche con l'elettrospray: si spruzzano da alcuni $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ fino a parecchi mg/cm^2 su backing di Acciaio o di Platino (VERDINGH 1965).

Tab.I: Tabella riassuntiva relativa al Litio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	100-1500	-	vetro+ Esadecil.	Tantalio chiuso	evaporare molto lentamente
2	"	parecchi mg/cm^2	Au	-	Acciaio inox	-
3	Lamina- zione	più di 200	-	-	-	Proteggere con olio di paraffina

1) MAXMAN 1964 2) SAPIR 1979 3) FRISCHKE 1973

Sodio

Il Sodio é di colore argenteo e cosi' tenero che si può tagliare con un coltello. E' stabile con l'ossigeno asciutto, ma si ossida molto velocemente in presenza di umidità anche bassa. Analogamente al Calcio si evapora da crogioli di Ta o di quarzo, dove con degassamenti fatti con attenzione si eliminano gli agenti contaminanti (MAXMAN 1967).

Potassio

Il Potassio é cosi' reattivo che l'idrogeno prodotto durante l'ossidazione s'incendia. Il Potassio puro si può evaporare in modo analogo al Litio e al Sodio da crogioli di Quarzo, Molibdeno e Tantalio, tenendo presente che il rientro in aria e la conservazione dei targets é tuttavia difficile. Si preparano targets self-supporting tra $0.1 - 1.5 \text{ mg}/\text{cm}^2$ (MAXMAN 1964) con l'aiuto di Esadecilamina ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{NH}_2$), solubile in Esano.

Per films sottili si usa anche per i restanti metalli alcalini aloidi come KBr, KJ che non reagiscono o reagiscono poco con l'acqua. Evaporando lentamente si ottengono targets su backings di Carbonio tra $10-300 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ (MAXMAN 1964).

Rubidio

Il Rubidio é cosi' reattivo che si possono preparare targets solo dai suoi composti. Si possono evaporare (SAETTEL 1979) $120 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ di RbCl da un crogiolo di Quarzo o di Tantalio su backing di Carbonio. I composti RbOH, Rb_2CO_3 non si possono evaporare da crogioli di W. Quarzo o Carbonio perché fanno lega con essi.

Hulstman describe la preparazione di Acetato di Rubidio da Rb_2SO_4 . Si ottengono films di $50-120 \mu g/cm^2$ di $Rb-CH_3COO$ su backing di Carbonio (HULSTMAN 1974) usando CO_2 e Argon in assenza di umidità.

Cesio

I composti del Cesio si possono far sedimentare facilmente. In questo modo si sono depositati $50 mg/cm^2$ su 3 micron di Mylar rispettivamente del $CsCO_3$, $CsCl$ e CsJ , tenendo presente che il carbonato deve essere conservato sotto vuoto (RICHAUD 1979).

Allen describe la preparazione di targets di Cs su backing in alto vuoto (10-10 Torr) con l'uso di una sorgente di ioni (ALLEN 1965).

Metalli alcalino terrosi

Il gruppo dei metalli alcalino terrosi comprende gli elementi Berillio (Be), Magnesio (Mg), Calcio (Ca), Stronzio (Sr), Bario (Ba) e Radio (Ra). Il Radio è radioattivo e non verrà trattato nel seguito. L'attività chimica di questi metalli aumenta all'aumentare del numero atomico. La Tabella 3 mostra i loro punti di fusione e di ebollizione.

Elemento	Punto di fusione (°C)	Punto di ebollizione 760 Torr	Punto di ebollizione 10 ⁻⁶ Torr
Be	1285	2970	878
Mg	650	1105	247
Ca	845	1420	357
Sr	771	1385	309
Ba	726	1696	627

Tab.3: Caratteristiche fisiche dei metalli alcalino-terrosi

Standard: Evaporazione

Problemi: a) Riduzione

- b) I metalli puri reagiscono velocemente con l'aria umida, cosicché devono essere trattati in atmosfera inerte o in speciali sistemi di trasporto da vuoto, come descritto specialmente in (SAPIR 1979).

Escluso il Berillio i metalli alcalino terrosi non sono stabili in aria. Quindi nella maggior parte dei casi devono venire ridotti. Gli elementi dal Ca al Ba formano composti come carbonati che si decompongono per riscaldamento in vuoto o anche in aria nei propri ossidi. La Tabella Tab.4 dà una sintesi degli agenti riducenti possibili.

Elemento	Agente ridcente	Temperatura di riduzione	Ref.
Mg	La	800-1200	1
	Ta	1800	2
	Zr	-	9
	Al	800-1100	3.4
Ca	Ta	1650	5,6
	Zr	1200	7,8
	Ti, La, Th, Y	-	7
Sr	La	900-1200	1
Ba	La	900-1200	1
	Th	-	10
	Al, Si	1200	11
	C	-	12

Tab.4 : Agenti riducenti dei metalli alcalino-terrosi.

Be: Stabile in aria, è per la maggior parte presente come metallo

Mg: La riduzione con Al dà luogo facilmente a contaminazioni

Ca: Il carbonato CaCO_3 si trasforma in CaO e CO_2 a 600-850 °C (6). Per riduzione con La spruzza facilmente (7).

Sr: Trasformazione di $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ in SrCO_3 con $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Il carbonato diventa a 850 °C in un tubo di Ta SrO e CO_2 (1).

- 1) HEAGNEY 1976 2) MAXMAN 1964 3) KOBISK 1965 A
 4) SAVER 1965 5) MAXMAN 1967 6) STINSON 1974
 7) THOMAS 1975 8) MAIER 1979 A 9) SZALAY 1967
 10) ZELL 1980 B 11) HOLLEMAN-WIBERG 1971
 12) HODDE 1980.

Particolari relativi ai singoli elementi

Berillio

La polvere di Berillio e l'ossido sono molto velenosi, cosicché si devono attuare speciali misure per l'evaporazione, per evitare la contaminazione dell'apparecchiatura. Maxman ha avvolto il crogiolo con un cilindro di vetro (MAXMAN 1967).

In generale il Be é facile da evaporare, se si usano BeO, C, W o Tantalio come materiali per il crogiolo. I crogioli vengono 'bagnati' dal Berillio.

Il Berillio in polvere si ossida se riscaldato in BeO. Non viene intaccato dall'acqua, perché forma uno strato di idrossido.

Il Berillio é grigio acciaio, molto fragile e duro. A 400°C di color rosso sangue é tenero ed é possibile laminarlo. In ogni modo si deve riscaldare ad ogni laminazione successiva. Dopo averlo ridotto del 50 % si consiglia di temperarlo a 700-750°C per una mezz'ora (KARASEK 1979).

Tab. II: Tabella riassuntiva relativa al Berillio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	10-100	C	-	Ta	Evaporare il Be e il BaCl_2 senza rientro in aria
1	"	20-200	-	vetro+BaCl	Ta	
2	E-Gun	75-100	Cu	-	C	Raffreddare il Cu per evitare che il Be evapori
3	Laminazione	1000	-	-	-	A 375°C in sandwich di Mo tra acciaio

1) MAXMAN 1967 2) PARKER 1967 3) KARASEK 1979

Magnesio

Il magnesio é di color argenteo lucido e diventa velocemente bianco opaco a contatto dell'aria. Si può laminare. In generale si evapora da crogioli di Al_2O_3 , C, W, Mo e Ta. Contemporaneamente si riduce il MgO (cfr. Tab.2). Il target preparato si conserva in un essicatore, perché altrimenti forma l'idrossido.

Tab.III: Tabella riassuntiva relativa al Magnesio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	40	-	vetro+Zapon		
2	"	10-250	C	-		MgO mescolato ad acqua Lasciare asciugare la pasta nel crogiolo. Si evapora Mg a 1800°C
3	Evapor.	100-500				
4	"	300				
5	"	?	Bi	Mylar		Possibile backing di Ni
6	E-Gun	?	meno di 1mg/cm ²			
7	Lamina- zione	più di 50				Buona efficienza per riduz. con Ta Molte laminazioni successive
8	"	100-10000				preceduto dalla ridu- zione

1) GALLANT 1972 2) MAXMAN 1967 3) FRISCHKE 4) TAKAYANAGI 1966
5) HEAGNEY 1975 6) SZALAY 1967 7) KARASEK 1965 8) FRIEBEL 1975

Tab.IV: Tabella riassuntiva relativa al Calcio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	100-1500	-	vetro+ Esadecil.		Staccare in Esano. proteggere il substr. dal calore d'irragg.
2	"	250	Mylar			
3	"	fino a 100	C			
4	"	"	Au			
5	"	5-500	C			
6	"	500- 10000	-	lamina di Ni o Cr		Evaporare riscald. i materiali contamin. In atmosfera di Argon
7	Lamina- zione	ca.1000				
8	Lamina- zione	più di 1000				Proteggere dall'ossi- dazione in olio di paraffina(FRISCHKE 1973)

1) MAXMAN 1964 2) SAUER 1965 3) SLETTEN 1974 4) STINSON 1974
5) THOMAS 1975 6) GALLANT 1975 7) KOBISK 1965 A 8) FRIEBEL 1975

Calcio

Il Calcio é bianco argenteo e reagisce in aria molto velocemente. Con l'acqua reagisce lentamente, riscaldandolo invece reagisce vivamente. L'evaporazione con il cannone elettronico é inadatta. Eventualmente i resti del Calcio in un crogiolo di Tantalio non devono essere evaporati perché possono dar luogo ad una lega di Ta con Ca che evapora molto bene (MAXMAN 1964). Per evaporazione su Carbonio si devono coprire i bordi del substrato, perché altrimenti il target si arrotola (THOMAS 1975).

L'ossido di Calcio può essere evaporato col cannone elettronico. Si é ottenuto lo spessore di $80-250 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ tra strati di Carbonio ($25 \mu\text{g}/\text{cm}^2$). Per spessori maggiori si verificano grosse tensioni interne (NICKEL 1979).

Stronzio

Lo Stronzio si può evaporare facilmente con il cannone elettronico. Di uso comune sono crogioli di W, Mo, Ta. Bagna ma non forma lega con questi metalli ad alto punto di fusione. Generalmente assomiglia molto al Calcio tenendo presente che reagisce molto in aria. I metodi di preparazione sono simili a quelli descritti per il Calcio.

Per evaporazione su vetro ($5 \text{ mg}/\text{cm}^2$) si possono staccare ad ossidazione avvenuta pezzi delle dimensioni del target; l'ossido é difficilissimo da evaporare da solo (SAUER 1965).

Bario

Il Bario é ancora più reattivo dello Stronzio. E' di colore bianco argenteo e tenero come il Piombo. Si evapora da crogioli di W, Mo, Ta. Fa reazione con materiali ceramici.

Targets selfsupporting non sono realizzabili, però un sandwich con entrambi le facce evaporate d'Oro é relativamente stabile in aria (WIRTH 1980, ZELL 1980 B). Altrimenti é necessaria un'apparecchiatura in atmosfera inerte o sotto vuoto.

Il Cloruro di Bario é facile da evaporare su Rame, Tantalio o vetro, tenendo presente che occorre riscaldare con prudenza, altrimenti il materiale spruzza molto violentemente (ERNE 1965, MAXMAN 1967). Targets spessi si possono ottenere ($20 \text{ mg}/\text{cm}^2$) per sedimentazione di BaCl_2 su Piombo oppure da $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ su Alluminio (RICHAUD 1979).

Afnio

L'Afnio é un metallo laminabile e molto lucente. Il suo punto di fusione é a 2222°C , quello di ebollizione a 5167°C (760 Torr) e 2250°C (10^{-6} Torr). Forma un sottile strato di ossido.

Standard: a) Evaporazione con cannone elettronico
b) Sputtern

- Problemi: a) Alto punto di ebollizione
 b) Riduzione del HfO_2

Kobisk suggerisce un metodo di purificazione (secondo van Arkel-de Boer, cfr. anche Zr,Ti), col quale si possono purificare quantità 1-10 g di ossido di Hf e di composti non volatili. La contaminazione è inferiore a 100 ppm (KOBISK 1965 A).

Tab.V: Tabella riassuntiva relativa all'Afnio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	E-Gun	fino a 100	C.3-5	-	-	Possibili spessori maggiori
2	"	500	-	Cu a 70-80°C		
3	Sputtern	100-300	C.10-30			
4	Lamina- zione	50000				
5	Evapor. di HfO_2 con LASER					Velocità di evapor. di 1 mg/sec

- 1) MAIER-KOMOR 1974 2) MEENS 1979 B 3) SLETTEN 1972
 4) ZELL 1980 B 5) MAIER-KOMOR 1979

Per la laminazione si possono usare cristalli singoli, che si possono preparare col metodo di van Arkel-de Boer. A Colonia si sono laminati isotopi di Afnio così come sono forniti da Oak Ridge. Si deve eseguire la laminazione in un'unica direzione. Poiché lascia facilmente l'impronta nell'acciaio da laminazione, si deve cambiare spesso posizione del foglio. Il materiale usato era molto duro e i bordi si sono quindi tagliuzzati (ZELL 1980 B).

Riduzione del HfO_2

1. PENG 1979

La riduzione viene eseguita con Magnesio come agente riducente. Il miscuglio di HfO_2 e Mg viene compresso in una pasticca e messo in un crogiolo di Ta, il quale è riempito con pezzettini di Nichel. Nel vuoto il Nichel si fonde all'aumentare della temperatura e il cilindro viene tappato. A 1000°C avviene la riduzione che dura per 20 minuti. Tagliato il cilindro si lava via con acido cloridrico l'ossido di Magnesio, si lascia asciugare il restante Afnio che viene pressato e fuso in una pasticca. Non si riscontra nessuna contaminazione. L'efficienza è dell'ordine di 70-80 %.

2.MEENS 1979 B

Con un metodo simile a quello descritto sopra si esegue la riduzione col Calcio,aggiungendo al miscuglio della reazione del Sodio come catalizzatore. I prodotti sono posti in un tubo di acciaio,che é sigillato in atmosfera di Argon.Questo tubo viene introdotto in un'altro tubo di acciaio per il pericolo di esplosione e riscaldato per un'ora a 1300 °C.

Dopo aver aperto il tubo si risciacqua come sopra con acido cloridrico diluito,al fine di allontanare i depositi eccetto l'Afnio.Dopo diversi lavaggi con acqua e alla fine con Etanolo si lascia asciugare l'Afnio e si comprime fino ad ottenere una pasticca.Non si può laminare probabilmente a causa di contaminazioni.L'efficienza é del 64 %.

Antimonio

L'Antimonio si presenta in diverse forme.L'Antimonio 'grigio' cristallino cui siamo abituati é bianco argenteo,lucido,a fogli,fragile e facile da ridurre in polvere.Si ottiene dell'Antimonio 'nero' se si evapora su una superficie raffreddata.La conversione all'Antimonio 'grigio' avviene sopra 0 °C.

Il punto di fusione é di 630.5 °C,punto di ebollizione é 1440 °C (760 Torr) o 345 °C (10-6 Torr).Non cambia a temperatura normale in aria.

Standard: a) Evaporazione da Mo,Ta,Al₂O₃
b) Sputtern

Problemi: a) Fragilità
b) E' difficile l'evaporazione col cannone elettronico
c) E' difficile preparare films sottili (HEAGNEY 1975)

Evaporazione

Films selfsupporting di Antimonio tra 2 - 7 mg/cm² si preparano usando nell'evaporazione come substrato dei fogli di Alluminio.Il deposito di Sb si può togliere facilmente meccanicamente.La distanza tra evaporando e substrato di 4 cm comporta una efficienza di ca. 2.5 per cento (BONHOFF 1980).

La preparazione di films più sottili particolarmente uniformi di Antimonio richiede un'altra tecnica.Condas ha eseguito evaporazioni su anelli di Nichel da un crogiolo di Mo.Gli anelli vengono riscaldati in precedenza finché l'Antimonio evapora.In questo modo si ottengono films estremamente omogenei in funzione del diametro dell'anello e della distanza dal substrato.Sono state inoltre studiate le caratteristiche ottiche del cristallo (CONDAS 1962).

Films sottili si possono ottenere usando Cloruro di Antimonio SbCl₃ evaporato da un crogiolo di Ta.Spessori maggiori di quelli dati in tabella non si ottengono per le troppe tensioni nel backing di Carbonio (MAXMAN 1967).

Tab.VI: Tabella riassuntiva relativa all'Antimonio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	2000-7000	-	Al	Mo	
2	Lamina- zione	30000-40000	-	-	-	
3	Evapor. di SbCl_3	10-250	C,25	-	Ta	Distanza evapo- rando-substrato di 5 cm

1)BOHNHOFF 1980 2) ZELL 1980 3) MAXMAN 1967

Laminazione

L'Antimonio é cosi' fragile che si impianta nel materiale tra cui si lamina.Come polvere si può comprimerlo tra due fogli di acciaio e successivamente laminarlo;limiti inferiori sono di 30-40 mg/cm^2 . L'Acciaio viene riscaldato fino a 300°C e laminato a caldo,cosicché si possono raggiungere i 20 mg/cm^2 ,o forse anche meno (ZELL 1980 B).

Elettrolisi

Si scioglie l'ossido di Antimonio Sb_2O_3 in una soluzione di 7.3 g di acido citrico,1.4 g di KOH 2 20 ml di acqua.Con una densità di corrente di 4 - 8 mA/cm^2 si ottiene un'efficienza del 60 per cento.Come backing si può usare Rame,Oro,Nichel o Ferro.Tracce di Sb_2O_3 danno luogo ad un precipitato spugnoso (BURFORD 1965).

Boro

Il Boro é un semimetallo con punto di fusione di 2040°C.punto di ebollizione di 2550°C (760 Torr) e 1548°C (10⁻⁶ Torr).Per evaporazione per effetto Joule si usano crogioli di Carbonio: durante l'evaporazione si forma Carburo di Boro B_4C .

- Standard: a) Evaporazione da crogioli di C
(SAFFORD 1956)
b) Evaporazione con cannone elet-
tronico
c) Sputtern

Tab.VII: Tabella riassuntiva relativa al Boro.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	120	C.40			
2	E-Gun	20-100	-	Silicato di Boro+Teepol	Ta	Tracce di Ta nel Target
3	"	20-400	-	vetro+B ₂ O ₃	Au	Crogiolo raffreddato ad acqua
4	"	30-150	-	vetro+NaCl	Ta	substrato a 170°C
5	"	30-300	-	Pyrex+BaCl ₂	Ta	
6	"	30	-	vetro+B ₂ O ₃	-	Backing selfsupporting
7	"	50+ .4%	-	Al.Quarzo	B	Nessuna contaminazione
8	"	fino a 1500	-	Cu.Ni(etching)	-	Substrato a 300-350 °C
9	"	1000-2000	-	vetro+B ₂ O ₃	-	Rientro in aria dopo completo raffredd.
10	Sputtern	10	-	-		
11	"	più di 40	-	vetro+Betaina	-	Prima fondere la polvere
12	Sospensione	200-ca.400	-	vetro+Teepol	-	

- 1) FRISCHKE 1971 2) MUGGLETON 1961 3) ERSKINE 1963 4) ARNISON 1966
 5) MAXMAN 1967 6) BOHNHOFF 1980 7) AUDENHOVE 1963 8) FRIEBEL 1974
 9) PFEIFFER 1980 10) BAUMANN 1978 11) HODDE 1980 12) WOODBURN 1973

- Problemi: a) Punto di fusione molto alto: si formano composti col materiale del crogiolo
 b) Durante l'evaporazione spruzza
 c) Film non omogenei

Si evapora il Boro da materiali per crogioli usati cosicché si hanno sempre contaminazioni. Si sono individuate tracce di Carbonio fino a 50 %, per un crogiolo di W circa il 3 % e anche tracce di Tantalio (MUGGLETON 1961).

Audenhove ha ottenuto film di Boro estremamente puri per evaporazione da crogioli di Boro, con cannone elettronico ed evaporazione in una spira ad induzione. Il procedimento molto dispendioso è descritto in (AUDENHOVE 1963, AUDENHOVE 1967).

In generale oggi si usa il cannone elettronico. Si deve fare attenzione alla buona focalizzazione e a riscaldare lentamente fino a 2300°C: a temperature maggiori aumentano di molto gli spruzzi (MAXMAN 1967).

L'uso di Teepol come release agent comporta qui delle difficoltà, perché l'alta temperatura decompone la sostanza rendendo difficile il distacco. Una soluzione molto diffusa è quella di lasciare ossidare in aria un deposito di Boro evaporato e poi evaporarvi sopra il Boro nello spessore desiderato. L'ossido di Boro si scioglie in acqua calda (ERSKINE 1963). Questo effetto rende però anche impossibile evaporare il Boro in films multipli, quando il film è ancora molto sottile, perché gli strati in mezzo contengono ossidi che si sciolgono in acqua (MUGGLETON 1961).

Talvolta si usa un substrato riscaldato al fine di ridurre le tensioni interne (FRIEBEL 1974). In una serie di esperimenti si è stabilito che la temperatura migliore era di 170°C e che essa permette di ottenere films selfsupporting e uniformi di circa 3 cm² (ARNISON 1966). Con una temperatura di molto superiore (300-500°C) si è potuto raggiungere lo spessore di 1500 μgcm² (FRIEBEL 1974).

Con lo sputtern si possono preparare films due o tre volte più sottili rispetto ad altri metodi e che sono meccanicamente stabili e duttili (BAUMAN 1978).

Infine sono da menzionare due altri metodi di preparazione di targets di Boro. Il primo permette di raggiungere spessori di alcuni mg/cm² di Boro per mezzo di una sospensione colloidale per evaporazione del solvente (WOODBURN 1973). Il secondo è quello di preparare i targets per elettrospray con o senza backing, dove il Boro è in forma di acido borico (H₃BO₃) o di altri composti (LAUER 1963, VERDINGH 1965).

Altre informazioni di carattere generale si trovano in HILL 1956, CSIMAS 1979, RIEL 1979 (difficoltà generali), AUDENHOVE 1974, ESCHBACH 1972.

Cadmio

Il Cadmio è un metallo bianco argenteo, molto tenero. Il suo punto di fusione è a 320.9°C e quello di ebollizione a 765.3 °C (760 Torr) e 120°C (10⁻⁶ Torr). A temperatura normale il Cadmio è stabile in aria. A temperature più alte si ossida velocemente (MECKBACH 1963) o prende fuoco e brucia in aria (HOLLEMAN-WILBERG 1971).

Standard: a) Evaporazione da W, Mo, Ta
b) Elettrolisi
c) Laminazione

Problemi: a) Condensa difficilmente sulla maggior parte delle superficie (REYNOLDS 1965 A)
b) E' facilmente volatile sotto vuoto (HOLLAND 1961)
c) E' fornito generalmente in forma di ossido

Tab.VIII: Tabella riassuntiva relativa al Cadmio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	200	C,10-15	vetro+ CsJ	Ta.di costru- zione partic.	Efficienza del 90 %
2	"	fino a 50	-	Plastica+ Oro(meno di $\mu\text{g}/\text{cm}$)	-	Stabile meccani- camente
3	"	-	-	vetro+CdCl 15 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	W	Possibile come target per Plunger
4	Lamina- zione	Più di 1000				Fondere sotto vuoto a 1000°C
5	Evapor.di CdS	-	-	-	Ta	Costruzione speciale del tubo

1) REYNOLDS 1975 2) MECKBACH 1963 3) GALLANT 1977 4) REYNOLDS 1965 B
5) ERNE 1965

Evaporazione

La condensazione del vapore di Cd é uno dei problemi maggiori che ha luogo solo ad alte densità di vapore o su di un substrato che ha una tensione di vapore molto bassa (HOLLAND 1961), cioè si deve ricorrere ad un buon raffreddamento del substrato. Anche piccolissime tracce di grasso limitano il deposito (ZELL 1980 B).

Risultati molto buoni si ottengono per evaporazione su Oro (MECKBACH 1963, REYNOLDS 1965 A) o su di un substrato sul quale si sia evaporato un sale a cristalli esagonali, per esempio CsJ (RAMSAY 1974, REYNOLDS 1975), ZnCl_2 (RAMSAY 1974), CdCl_2 (GALLANT 1977).

Reynolds ha eseguito l'evaporazione da un tubicino speciale ottenendo un deposito di Cd uniforme alla pressione di 5×10^{-5} Torr, raffreddando lentamente. Il distacco dal vetrino si esegue al solito in acqua (REYNOLDS 1975).

Laminazione

La laminazione del Cadmio non comporta grossi problemi. Reynolds descrive la preparazione: si fonde della polvere di Cadmio a 1000°C in un tubo di Silicio chiuso e in cui é stato fatto il vuoto, creando così delle piccole gocce di condensazione sulle pareti più fredde. Queste si possono laminare fino a spessori di 1 mg/cm^2 (REYNOLDS 1965 B). Anche la polvere di

Cadmio compressa in una pasticca può essere laminata (ZELL 1980 B). Meens ha raggiunto lo spessore di 1 mg/cm^2 (MEENS 1979 A) :é da ritenere che films più sottili non si possano ottenere senza problemi.

Composti del Cadmio

CdS

Il solfuro di Cadmio si può evaporare senza difficoltà usando tubicini di Tantalio (ERNE 1965).

CdO

Richaud ha ottenuto targets di ossido per centrifugazione (RICHAUD 1979).

Durante lo sputtern del Cadmio con ioni di Argon il Cadmio reagisce con il gas residuo formando CdO. Questi strati di ossido si possono staccare dal vetro con NH_4OH diluito o sciolti in acidi deboli (HOLLAND 1961).

Riduzione di CdO

La riduzione é fatta elettroliticamente: i cristalli di Cd si depositano su di un filo di Platino. Questi cristalli si lasciano facilmente sciogliere; dopo un lavaggio in acqua distillata vengono asciugati in atmosfera di gas inerte.

1. 25 mg di CdO in 10 ml di soluzione di ammoniaca al 25 % .Densità di corrente 6 mA/cm^2 . Elettrodi: due fili di Platino (BENNINK 1979 B).

2. CdO in acido solforico 4 Normale, diluizione con acqua fino al volume voluto. Densità di corrente 0.5 mA/cm^2 . Elettrodi: due fili di Platino. All'analisi del target non si é trovata traccia del Platino; il contenuto di Zolfo era inferiore a 400 ppm (GALLANT 1977).

Elettrolisi per la preparazione di target (BURFORD 1965)

1. CdSO come prodotto finale

Il solfato viene sciolto in H_2SO_4 0.01 N. La densità di corrente durante il primo mezzo minuto é di 30 mA/cm^2 e si porta poi a $4-6 \text{ mA/cm}^2$. L'efficienza é di circa 85 %. La preparazione di targets selfsupporting non é possibile; come backing si può usare Cu, Ni, Pt e Au.

2. CdO come prodotto finale

Il CdO viene sciolto in un miscuglio di 9 g di NaCN, 1.5 g NaOH e 100 ml d'acqua. Ad una densità di corrente di $6-10 \text{ mA/cm}^2$ si ottiene un'efficienza dell' 85 %. Come backing si può usare ancora Cu, Ni, Pt e Au.

Per targets selfsupporting si usa acciaio; lo spessore minimo di Cadmio in questo caso é di 5 mg/cm^2 .

Cobalto

Il Cobalto é un metallo di colore grigio lucente con un punto di fusione a 1492°C e un punto di ebollizione a 3100°C (760 Torr) e 990°C (10⁻⁶ Torr).

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W
 b) Evaporazione con il cannone elettronico
 c) Sputtern

Problemi: a) Fa lega con i metalli ad alto punto di fusione ed anche col W.

Usando crogioli di W il Cobalto fa lega completamente dopo due o tre evaporazioni. Si deve quindi sempre lavorare con un eccesso di Cobalto.

Rose ha ovviato a questo problema, fondendo dello Zirconio in crogioli di Carbonio, creando probabilmente Carburo di Zirconio (ZrC). Questo strato non viene bagnato dal Cobalto: non si riscontrò alcuna contaminazione nel target (ROSE 1965).

Maxman suggerisce inoltre che si possono preparare per evaporazione anche fogli spessi privi di tensioni interne, se si fa uso di un substrato di Nichel riscaldato (300 °C), sul quale sia stato evaporato del BaCl₂ (MAXMAN 1967).

L'efficienza del metodo di evaporazione per levitazione é bassa, tuttavia si può ottenere il 50 % del materiale che si condensa su una serpentina raffreddata ad acqua. In questo modo non si é stabilito nessun valore nominale di contaminazione (AUDENHOVE 1965).

Tab.IX: Tabella riassuntiva relativa al Cobalto.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Eff. Joule	fino 2000	Al.C	-	C+Zr	Nessuna contamin. Efficienza 40 %
2	"	100-1000	-	Al.170	-	Sciogliere Al in NaOH
3	"	10-150	C	-	W	-
4	"	-	-	vetro+ Betaina	W	-
5	Lievitazione	50-100	-	50mm Ø		Omogeneità 1.7 %
6	Sputtern	100-300	C.10-30			
7	Laminazione	più di 1300				Si lamina bene. Possi spessori inferiori

1) ROSE 1965 2) HARCHOL 1966 3) MAXMAN 1967 4) BOHNHOFF 1980
 5) AUDENHOVE 1965 6) SLETTEN 1972 7) PFEIFFER 1980

Il Cobalto si può laminare bene, tuttavia non si è trovato alcun limite inferiore.

Si deve anche menzionare che è possibile l'attuazione del metodo dell'elettrospray, col quale si possono raggiungere diversi spessori. Poiché il target non è costituito da Cobalto metallico si rimanda alla relativa bibliografia (VERDINGH 1965).

Si rimanda poi al libro di Fischer, pag. 626 (FISCHER 1954) per l'elettrolisi del Cobalto.

Cromo

Il Cromo è un metallo di color argento brillante con punto di fusione a 1890°C e punto di ebollizione di 2300°C (760 Torr) e 977 (10⁻⁶ Torr).

Standard: a) Evaporazione per effetto Joule
b) Evaporazione con cannone elettronico
c) Elettrolisi
d) Sputtern

Problemi: a) Riduzione
b) Fragilità del film
c) Films molto spessi e molto sottili
sono di difficile preparazione

Riduzione

Poiché spesso gli isotopi arricchiti di Cromo sono forniti sotto forma di Cr₂O₃, si deve eseguire molto spesso la riduzione in casa. Essa può essere separata ma anche contemporanea all'evaporazione.

Bouchard usa un crogiolo di Tantalio il quale funge anche da agente riducente. Non si può usare il crogiolo per più di tre volte (BOUCHARD 1974). Allo stesso modo in un crogiolo di Tantalio, ma con Torio (20 mg Cr₂O₃ e 60 mg Th) la riduzione è stata eseguita da Pfeiffer. Durante i 10 minuti in cui si riscalda a 2100°C la riduzione è completata e si evapora il Cromo (PFEIFFER 1980).

Sono possibili molti agenti riducenti. Usando il Torio si ottiene a 1800°C una perla con l'80% di efficienza, che non si può laminare ma che però è ottima per l'evaporazione (FRIEBEL 1974). In un tubo inserito in un forno si può ridurre a 1400°C con idrogeno se tenuto per molte ore (FRIEBEL 1977).

Per informazioni generali sui metodi di riduzione vedi (HEAGNEY 1976).

L'evaporazione del Cromo è senza problemi. Poiché è molto fragile, il distacco può essere difficile. Friebel usa un substrato riscaldato per ridurre le tensioni interne.

Si può evaporare oltre che sui substrati soliti anche su vetro+KCl (HODDE 1980).

Tab.X: Tabella riassuntiva relativa al Cromo.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	E-Gun	115-165	-	vetro+NaCl	Ta	Contemporanea riduzione con Ta
2	Evapor.	500-3000	-	Etching con Rame	Ta	Contemporanea riduzione con Zr pasticca
3	"	1000-4000	-	"	Ta	Area di 2.6 cm ²
4	"	380	Au	vetro+Be-taina+Au	W	Contemporanea riduzione con Th
2	Laminazione	700	-	-	-	Ridotto in precedenza con Idrogeno
3	"	1000-2000	-	-	-	Area di 2 cm ²
5	Elettrolisi	30000	-	Etching di Rame	-	

1) BOUCHARD 1974 2) FRIEBEL 1977 3) FRIEBEL 1974 4) PFEIFFER 1980
5) FREER 1970

Il Cromo ridotto con l'aiuto dei metalli non può essere laminato a causa delle impurità introdotte che lo rendono fragile. Migliori risultati si ottengono riducendolo con l'idrogeno. La polvere così ottenuta viene fusa con l'aiuto del cannone elettronico e si può laminare con relativa facilità. I films ottenuti per laminazione devono spesso essere riscaldati durante il processo di laminazione (FRIEBEL 1974, 1977). Si consiglia la tempra anche prima che il target di Cromo sia staccato dal supporto se ottenuto per evaporazione o elettrolisi. Dati suggeriti sono un periodo di tre ore a 300-400°C. Si deve fare attenzione a che non ci sia alcun contatto termico col foglio, ma di usare calore irraggiato perché il target rimane talvolta attaccato al materiale (WIRTH 1980).

Elettrolisi

La quantità di Cromo necessaria per elettrolisi è molto grande. Friebel dà 2 g di CrO per 15 ml di soluzione acquosa (FRIEBEL 1977), Bouchard 2.5 g di CrO₃ per 10 ml di soluzione acquosa (BOUCHARD 1974). Si presenta molto difficile la preparazione di films sottili selfsupporting per elettrolisi. Una descrizione della preparazione del bagno e le condizioni di lavoro si trovano in (KUEHN 1972, FREER 1970). Generalità anche sul precipitato di Cromo si trovano in (FISCHER 1954, pag. 638-647).

Ferro

Il ferro è un metallo bianco argenteo, duttile con punto di fusione a 1539°C e punto di ebollizione a 2735°C (760 Torr) e 998°C (10-6 Torr). È stabile in aria secca.

Tab.XI: Tabella riassuntiva relativa al Ferro.

Ref.	Metodo	Spessore μg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Eff. Joule	-	-	Cu. 10 μm 200-300°C	-	Target lucidissimi
2	"	50-200	-	vetro+BaCl ₂ a 300 C	-	Evaporare BaCl ₂ e Fe senza rientro in aria
-	"	10-150	C.10-150	-	W	
3	Riduzione- evapor.	100-300	-	vetro+BaJ ₂	-	Agente riducente Al. Temperatura di riduzione di 1600°C
4	Laminazione	200-ca.4000				Molto fragile se combinato (più di 1%)
5	Sputtern	60	-	vetro+NaCl		Stabile meccanicamente; films duttili

1) HODDE 1980 2) MAXMAN 1967 3) RIEL 1974 4) FRISCHKE 1973
5) BAUMANN 1978

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W
b) Evaporazione con cannone elettronico
c) Laminazione
d) Elettrolisi

Problemi: a) Alto punto di evaporazione
b) E' spesso in forma di ossido; riduzione
c) Grosse tensioni interne in films evaporati e ottenuti con elettrolisi
d) Formazione di ruggine

Se il Ferro é in forma di metallo si lascia evaporare molto bene in films sottili. I risultati migliori sembrano ottenuti con un substrato riscaldato. Con questo vengono ridotte le tensioni interne che inevitabilmente si creano (HODDE 1980).

Se le contaminazioni del Ferro sono piccole (inferiori al 1 %) é possibile pure la laminazione; in ogni modo si consiglia di riscaldarlo tra una laminazione e l'altra (FRISCHKE 1973).

Durante l'evaporazione con contemporanea riduzione con l'Alluminio come agente riducente, Riel ha mescolato del Molibdeno per rallentare la reazione altrimenti violenta. Dopo questo trattamento si deve raffreddare il target molto lentamente, per migliorarne le qualità meccaniche (RIEL 1974).

Per mezzo dello sputtern é possibile preparare target di Ferro molto sottili e resistenti. L'uso di Betaina o di Lensodel come release agent non dà buoni risultati come con l'evaporazione di NaCl (BAUMANN 1978).

Con la riduzione del Ferro elettroliticamente oppure per riduzione con Idrogeno in un forno a tubo a 1000°C si ottengono pure buoni risultati. La polvere così ottenuta si può fondere facilmente e venire poi laminata (FRISCHKE 1973).

Elettrolisi del Ferro

Si danno qui di seguito alcuni dati tipici ed importanti per l'elettrolisi:

a) (BURFORD 1965):

Si scioglie $\text{Fe}(\text{OH})_3$ in acido ossalico ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$). Per raggiungere un pH di 6-7 si aggiunge NH_4OH . La soluzione viene diluita con Ossalato di Ammonio ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$) nel volume desiderato. Durante l'elettrolisi il pH cresce; lo si mantiene costante con l'aggiunta di acido ossalico.

Burford ha ottenuto un'efficienza di oltre 95 % con una densità di corrente di 5-10 mA/cm².

Come catodo si usa Rame. Prima di togliere chimicamente il Rame, si scalda tutto il foglio sotto vuoto. Si consiglia almeno 20 minuti di riscaldamento in vuoto a 580-620°C.

b) (GORODETZKY 1965):

Si sciolgono 7.1 mg di Fe_2O_3 in 3 ml di acido cloridrico 2 molare. La soluzione viene alla fine fatta evaporare e il resto sciolto in 16 ml di soluzione satura $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Poiché i risultati migliori si sono raggiunti con un pH di 7, si aggiusta o con HCl 0.1 molare o con NH_4OH 0.1 molare.

Durante il processo elettrolitico di 20 minuti si mantiene la velocità di deposito a $25 \pm 5 \mu\text{m}/\text{cm}^2/\text{mA}$. Lo spessore più sottile raggiunto è di 20 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. Il deposito di Ferro è più piccolo di un fattore 14 rispetto a quello previsto teoricamente.

c) (PFEIFFER 1980)

Pfeiffer parte da una soluzione simile a quella di Gorodetzky. Per un tempo di elettrolisi di 8-10 ore si ottengono con una densità di corrente di 0.1 A/cm² molti targets, spessi 0.5-2.0 mg/cm² con una superficie di 6 cm². Come catodo si prende il Rame e come anodo il Tantalio.

Reynolds ha preparato mediante elettrolisi targets per Plunger con spessore di 2 mg/cm² usando Oro come backing (REYNOLDS 1979).

Gallio

Il Gallio è un metallo bianco argenteo, fragile con punto di fusione di 29.8°C, punto di ebollizione a 2070°C (760 Torr) e 742°C (10⁻⁶ Torr). A causa di una sottile pellicola di ossido non è solubile in acqua ed è stabile in aria secca.

Standard: Evaporazione con cannone elettronico da crogioli di Al_2O_3 , BeO e Quarzo.

Problemi: a) Il Gallio può restare fluido fino a 0°C (RIEL 1977).
b) Non condensa sul Carbonio
c) Fa lega con metalli ad alto punto di fusione
d) I non-metalli non vengono 'bagnati'

Esistono molti composti con l'Ossigeno; si consiglia l'evaporazione di Ga_2O , perché in esso il contenuto di ossigeno è basso. Il composto è stabile.

Si deve quasi sempre ridurre il Ga_2O_3 . Inoltre si riscalda a 500°C il Ga_2O_3 in un crogiolo di W lentamente per farlo degassare e quindi di colpo portarlo a 1275°C . A questa temperatura evapora la maggior parte del Ga_2O che si deposita facilmente sul substrato costituito da Quarzo e $40 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ di BaCl_2 . In tre ore si raggiungono spessori del film di $700 \mu\text{g}/\text{cm}^2$. Si deve raffreddare molto lentamente; il target deve restare sotto vuoto tutta la notte. Per spessori sopra i $500 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ le tensioni interne fanno arrotolare il target al momento del distacco. I films di Ga_2O possono essere conservati in aria per anni (RIEL 1977).

Il Ga_2O_3 può venir ridotto in atmosfera di Idrogeno a 500°C (HEAGNEY 1976) oppure trasformare in CO in Ga_2O . In questo caso il consumo di isotopo è molto maggiore rispetto al metodo descritto sopra (RIEL 1977).

Germanio

Il Germanio è un metallo grigio-bianco lucente con punto di fusione a 958.5°C e punto di ebollizione a 2690°C (760 Torr) o $957 (10^{-6} \text{ Torr})$. È enormemente fragile; a temperature normali rimane inalterato in aria.

Standard: a) Evaporazione per mezzo del cannone elettronico
b) Evaporazione da crogioli di W.Mo.Ta coi quali Ge fa lega, come pure da crogioli di C, Quarzo, Al_2O_3

Problemi: a) Fragile, per cui non è possibile laminarlo
b) Presenza di 'spessori critici' (BARNA 1972)
c) Spruzza durante l'evaporazione
d) Intacca il crogiolo di Cu raffreddato ad acqua del cannone elettronico (esperienza personale)
e) I targets prodotti per elettrolisi e sputtern sono spesso contaminati (BARNA 1972).

Tab.XII: Tabella riassuntiva relativa al Germanio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	10-150	C	-	Ta	Substrato a 300°C
	"	10-150	-	Ni+BaCl ₂	Ta	
2	"	120	C	-	Ta	Raffredda. con Cu Evapor.lentamente
3	"	500	Au.2000	-	C	
4	E-Gun	5000- 15000		Pyrex+	C	
5	Sedimentazione	4000	Mylar 3 μm			

1) MAXMAN 1967 2) SAETTEL 1979 3) ZELL 1980 A 4) BARNA 1972
5) RICHAUD 1979

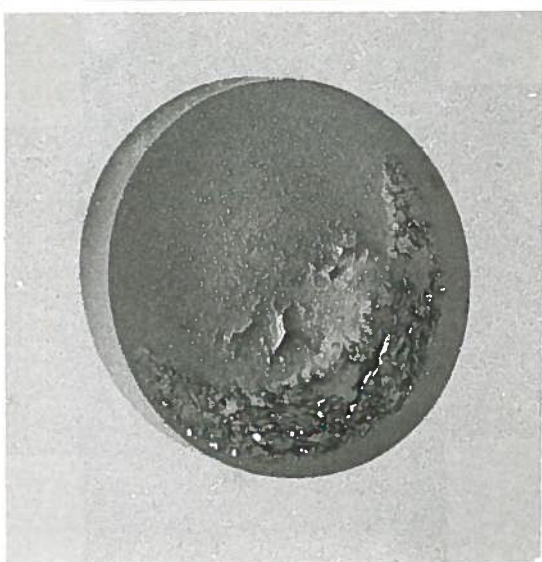


FIG. 13 - Film di Germanio evaporato su Oro ancora sul vetrino. Se i fogli d'Oro sono intatti lo strato di Ge si stacca per effetto termico.

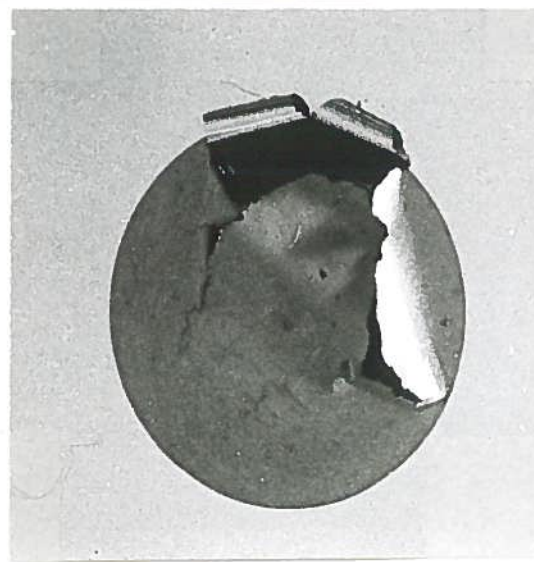


FIG. 14 - Strato di Ge come sopra su Oro. Questa volta anche il foglio di Oro si è staccato, probabilmente per un raffreddamento inadeguato.

Films selfsupporting si ottengono evaporando su fogli di Nichel su cui é evaporato BaCl₂. In questo caso il substrato viene riscaldato a 300°C per mezzo di una lampada a raggi infrarossi. Il BaCl₂ e il Ge vengono evaporati in successione senza fare il rientro in aria, tenendo presente che l'uso di una maschera durante l'evaporazione del Ge facilita il distacco dal substrato. Prima di eseguire il rientro in aria occorre raffreddare il target a 70°C (MAXMAN 1967). Se si evaporano spessori maggiori (più di 1 mg/cm²) il Germanio spesso si stacca in fogli all'improvviso. Di ciò sono responsabili le tensioni interne dovute a coefficienti di espansione termica diversi del film e del substrato, così pure a condizioni di crescita e struttura del Germanio che si condensa (BARNA 1972).

Barna é riuscito ad ottenere dei targets di Germanio selfsupporting tra 5-15 mg/cm² col metodo seguente: lascia degassare un crogiolo di Carbo-

nio a 2000°C e introduce il Germanio. Come substrato ha usato vetro Pyrex con un sottile strato di collodio come release agent. Il collodio riduce le tensioni interne tra il condensato e il substrato. Con l'aiuto di un misuratore di spessore si è impostata la velocità di evaporazione a 10-20 mg/h. A circa 6-7 mg/cm² e periodicamente ogni 2 mg/cm² il film si è spezzato in più parti. A questi spessori critici si riduce la velocità di evaporazione a 0.5-1 mg/h. Se il substrato non era stato riscaldato il film si inarca dopo aver sciolto il collodio. cosicché si scelse di riscaldare il substrato a 50-90°C durante l'evaporazione (BARNA 1972).

A Colonia si sono prodotti films per Plunger (0.5 mg/cm²) molto uniformi, raffreddando il backing di Oro (2 mg/cm²) con un blocco di Rame (17 g) (ZELL 1980 A).

Richaud ha ottenuto (RICHAUD 1979) per sedimentazione su di un foglio di Mylar di 3 ug un target di Ge selfsupporting di 4mg/cm².

Sono possibili altri metodi di preparazione come per l'elettrolisi e sputtern, tuttavia i films sono molto contaminati (BARNA 1972).

Indio

L'Indio è un metallo bianco argento, molto lucente e così tenero che si può tagliare con un coltello. Il punto di fusione è a 156.2 °C, quello di ebollizione a 2075°C (760 Torr) e 597°C (10⁻⁶ Torr). Si riduce molto facilmente, cosicché la preparazione per elettrolisi da una soluzione acida (solfato) non presenta difficoltà particolari. L'ossido può essere ridotto per riscaldamento in corrente d'Idrogeno.

Si può evaporare anche da crogioli di Mo e W. Poiché bagna il Wolframio e il Rame, si deve usare il Molibdeno invece del Rame per l'uso del cannone elettronico.

Particolari riguardanti l'elettrolisi dell'Indio si trovano in (FISCHER 1954, pag. 243, 254, 432 e segg.).

Ittrio

L'Ittrio è un metallo duttile di colore bianco argento con punto di fusione a 1509°C, di ebollizione a 3337°C (760 Torr) e 973 (10⁻⁶ Torr).

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W,
Ta, Al₂O₃
b) Evaporazione con cannone elettronico
c) Laminazione

Problemi: Reagisce con l'acqua

Tab.XIII: Tabella riassuntiva relativa all'Ittrio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	più di 200 meno di 200	C	Ni+BaCl		Substrato riscaldato Crogioli di W Etching con NaOH
2	"	più di 200		Al		
3	Lamina- zione	più di 700				

1) MAXMAN 1967 2) HARCHOL 1966 3) ADAIR 1975

I metodi di evaporazione descritti sono del tutto analoghi a quelli dello Scandio.

Maxman ha evaporato su una lastrina di Nichel lucidata, riscaldata a 250°C dapprima del BaCl_2 e quindi velocemente dell'Ittrio. Poiché durante il distacco in acqua si formano facilmente dei fori nel target, si sono potuti preparare dei fogli solo più spessi di $200 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ (MAXMAN 1967).

In modo analogo a quello descritto per lo Scandio, Harchol ha preparato dei targets selfsupporting di Ittrio sciogliendo il backing di Alluminio in NaOH (HARCHOL 1966).

Manganese

Il Manganese metallico è grigio argenteo, duro e molto fragile. Fonde a 1247°C e bolle a 2030°C (760 Torr) e 572°C (10-6 Torr). Viene intaccato dall'acqua senza formare uno strato di passivazione.

Standard: a) Evaporazione

Problemi: a) Bagna facilmente il materiale del crogiolo
b) Reagisce con l'acqua
c) A spessori maggiori di $70 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ i fogli si rompono con facilità (HARCHOL 1966)

Maxman ha ottenuto $10-150 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ di spessore per evaporazione da Carbonio. I targets selfsupporting si ottengono evaporando su Alluminio sul quale c'è uno strato di BaCl_2 , mantenendo la temperatura a 250°C (MAXMAN 1967).

Gursky dà come temperatura ottimale per backing di Carbonio 100°C (GURSKY 1976).

Fogli selfsupporting nell'intervallo tra $0.1-1 \text{ mg/cm}^2$ si ottengono evaporando un foglio di Alluminio di $170 \text{ } \mu\text{g/cm}^2$. Alla fine si toglie l'Alluminio con NaOH e si sciacqua brevemente in acqua (HARCHOL 1966).

Si può preparare il Manganese per elettrolisi dal MnSO_4 con un backing di Nichel (PARKER 1960, PARKER 1965 B).

Molibdeno

Il Molibdeno é un metallo duro, fragile ed é duttile solo se purissimo, con un punto di fusione a 2610°C e un punto di ebollizione a 4600°C (760 Torr) e 1822°C (10^{-6} Torr). E' stabile in aria perché forma uno strato di passivazione. E' spesso usato come materiale per crogioli dato il suo alto punto di fusione.

Standard: a) Cannone elettronico
b) Sputtern
c) Laminazione

Problemi: a) A causa del suo alto punto di fusione non é possibile la evaporazione per effetto Joule
b) E' necessario degassare con attenzione durante l'evaporazione
c) Per laminarlo deve essere molto puro

Evaporazione col cannone elettronico

Per formare dei films selfsupporting si consiglia di riscaldare il substrato (vetro+CsJ, $T=420^\circ\text{C}$). Dopo l'evaporazione si deve raffreddare molto lentamente (12-24 ore), poiché altrimenti il distacco dal substrato avviene non senza danneggiare il Molibdeno (NICKEL 1979).

Laminazione

Il Molibdeno si può laminare fino a 0.5 mg/cm^2 se le contaminazioni sono molto basse. Se si fonde per 15 minuti, i Carburi e i Nitruri si concentrano sulla superficie fusa e si possono eliminare prima della laminazione. Il metallo così puro può essere laminato fino a $170 \text{ } \mu\text{g/cm}^2$ (KELLNER 1974).

Karasek ha riscaldato della polvere di Mo a 1100°C in atmosfera d'Idrogeno. Quindi la pasticca é stata fusa in atmosfera di Elio-Argon e quindi laminato a caldo a 1000°C . Si sono raggiunti spessori di $200 \text{ } \mu\text{g/cm}^2$. Una descrizione dettagliata del processo di laminazione si trova in (KARASEK 1972).

Sandwich di polvere

Target spessi da 1-20 mg/cm² sono stati preparati da Ku come segue: la polvere di Mo viene sciolta in 10 ml di Acetone e versata in 15 ml di Cloroformio. La polvere viene fatta sedimentare su di un foglio di Alluminio dello spessore di 12 µm. Il liquido viene pipettato via e il resto si secca a temperatura ambiente. Il sedimento viene coperto con un secondo foglio di Alluminio e compresso con una pressione di 20 Tonnellate. I due fogli rimangono attaccati senza legante; i targets così preparati sono molto stabili (KU 1974).

Evaporazione di Mo₂O₃

Si può evaporare il triossido di Molibdeno (punto di fusione a 795 °C di ebollizione a 900 °C a 10⁻⁶ Torr) per effetto Joule. E' solubile in acqua e viene evaporato su backing di Carbonio. Si elimina l'acqua assorbita riscaldando con attenzione. Quando inizia ad evaporare non si deve aumentare la temperatura perché altrimenti spruzzano dal crogiolo grossi pezzi di Mo₂O₃ (MAXMAN 1967).

Tab.XIV: Tabella riassuntiva relativa al Molibdeno.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	E-Gun	fino a 100	C	-	-	Fascio pulsato
2	E-Gun	più di 100	-	vetro+KJ o NaCl	-	Substrato a 300°C
3	E-Gun	100-300	-	vetro+CrJ	-	Substrato a 420°C
4	E-Gun	1000-2000	Au, Pt	-	W	Ripetute evapor.
5	Sputtern	fino a 90	-	vetro+NaCl	-	-
6	Lamina- zione	170	-	-	-	Pulire con E-Gun
7	"	200	-	-	-	Laminaz. a caldo
8	"	1000-4000	-	-	-	Fondere il Mo co E-Gun. per Plunger ; facile da stendere
9	Centrif.	4000	Pb, 25 µm	-	-	-
10	In polvere	1000- 20000	Al, 2x12 µm	-	-	tenuto compresso senza collante
11	Evapor. di MoO ₃	a piacere	C	-	BN	Riflettore di Ta contro il calore

- 1) MAIER-KOMOR 1975 2) GURSKY 1976 3) NICKEL 1979 4) TREHAN 1963
 5) BAUMANN 1978 6) KELLNER 1974 7) KARASEK 1972 8) ZELL 1980 A
 9) RICHAUD 1979 10) KU 1974 11) MAXMAN 1967

Nichel

Il Nichel é un metallo bianco argento con punto di fusione a 1452 °C, di ebollizione a 2840 °C (760 Torr) e 1072 °C (10⁻⁶ Torr). E' un elemento duttile e duro che si può ben laminare. E' stabile in aria .

Standard: a) Evaporazione da W, Al₂O₃, C
 b) Evaporazione da cannone elettronico
 c) Sputtern
 d) Laminazione
 e) Elettrolisi

Problemi: a) Il materiale evaporato di spessore maggiore 1 mg/cm² si stacca in fogli (FRISCHKE 1971)
 b) Piccole contaminazioni 0.1-1 % compromettono la possibilità di poterlo laminare
 c) Forma delle leghe con metalli ad alto punto di fusione

Evaporazione

A causa del suo alto punto di fusione si consiglia di usare, se evaporato per effetto Joule, uno schermo di materiale che riflette il calore come il Tantalio. Per ottenere films selfsupporting si evapora su di un substrato di Nichel dapprima del BaCl₂ e poi il Nichel e si scioglie in acqua dopo averlo lasciato raffreddare lentamente (MAXMAN 1967).

Altrimenti si può evaporare su di una lastra di Rame molto lucida, che è stata cosparsa il più finemente possibile con lensodel. Per evitare che sul release agent organico avvenga il cracking, si deve raffreddare la lastra con acqua (KELLNER 1973).

Laminazione

Il Nichel si può laminare bene, però per eguagliare le tensioni interne del film si deve riscaldare frequentemente (REYNOLDS 1965 B). Con la lamina-

Tab.XV: Tabella riassuntiva relativa al Nichel.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	fino a 1000	-	-	W	Efficienza 10 %
2	"	50-500	-	Ni, 400°C	Al2O3	Release agent
		10-100	C		Al2O3	BaCl
3	E-Gun	fino a 2000	Au, Pt		W	Efficienza 20-30 %
4	"	-		Cu	-	Etching di Cu
5	"	100-200	-	Cu+Lensodel	-	Raffreddare il substrato
6	Sputtern	40	-	Vetro+NaCl	-	Meccanic. più stabile dei films evapor.; Beta na e Lensodel sconsigli.
7	Laminazione	450-750	-	-	-	Possibile per Plunger target

1) FRISCHKE 1971 2) MAXMAN 1967 3) TREHAN 1963 4) REYNOLDS 1965 A
 5) KELLNER 1973 6) BAUMANN 1978 7) FRIEBEL 1974

zione si possono preparare targets per Plunger, stendibili con facilità (FRIEBEL 1974) sul telaio.

Elettrolisi

Si scioglie NiSO_4 in 20 ml di NH_4OH concentrato, 1.2 g di $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ e 100 ml di H_2O . Con una densità di corrente di 8-10 mA/cm^2 si ottiene un'efficienza del 95 %. Come backing si possono usare Cu, Au, Pt o Ta. I fogli selfsupporting più spessi di 5 mg/cm^2 devono essere riscaldati ogni 5 mg/cm^2 per 20 minuti a 580-620 °C. Inoltre si utilizzano spesso nuove soluzioni elettrolitiche (BURFORD 1965).

Si possono avere films selfsupporting a partire da 300 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. L'etching del catodo di Rame avviene in generale nei modi descritti (FINKE 1972). Durante l'elettrolisi è importante agire in assenza di polvere, perché si possono formare facilmente dei buchi nel film. Una descrizione di un metodo alquanto diverso da quello descritto prima si trova in (ARNISON 19967).

Oro

L'Oro supera per duttilità e facilità alla laminazione tutti gli altri metalli. Fonde a 1063°C e bolle a 2700 °C (760 Torr) e 947°C (10-6 Torr). Poiché chimicamente è molto 'nobile' ed inoltre è monoisotopico è sufficiente acquistare nella maggior parte dei casi dei fogli d'Oro. Industrialmente si possono preparare fogli fino a 20 mg/cm^2 selfsupporting e con un foglio di protezione è relativamente facile preparare spessori di 200 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. Questi fogli così sottili sono tuttavia difficili da trattare.

La lavorazione stessa di target d'Oro è limitata per la maggior parte per ragioni di costi alla laminazione oppure a tecniche d'evaporazione per scopi speciali come l'assoluta uniformità del film per target per Plunger (ZELL 1980 A).

Standard: a) Evaporazione
b) Laminazione
c) Sputtern
d) Elettrolisi

Problemi: a) I fogli ottenuti per evaporazione contengono facilmente buchi (esperienza personale)
b) Bagna e reagisce col Tantalio, bagna talvolta W, Mo.

Se la sorgente di evaporazione diventa troppo calda, si verificano spruzzi ad alta velocità di evaporazione, che causano buchi nel film (MAXMAN 1967). Altrimenti l'Oro è facile da evaporare, tenendo presente che non è strettamente necessario coprire il vetrino con un release agent. Il distacco

Tab.XVI: Tabella riassuntiva relativa all'Oro.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	a piacere	-	Pyrex+ Lensodel	Mo	
2	"	2000	-	vetro	C	Target per Plunger
3	"	70	-	vetro	Mo	Substrato a 100°C
4	"	100-300	-	-	-	-

1) MAXMAN 1967 2) ZELL 1980 A 3) GURSKY 1976 4) SLETTEN 1972

in acqua viene facilitato se si strofina della Betaina ai bordi del vetrino (ZELL 1980 A, BOHNHOFF 1980).

Se si usa il cannone elettronico sono da preferire crogioli di Al_2O_3 , BN, C.

Informazioni sul processo di sputtern si trovano in (HOLLAND 1961, pag.145) e per l'elettrolisi in (FISCHER 1954, pag.614).

Osmio

L'Osmio é un metallo grigio-blu, fragile con un punto di fusione a 3050 °C e un punto di ebollizione a 5020 °C (760 Torr) e 2430 °C (10⁻⁶ Torr).

La chimica dell'Osmio é essenzialmente determinata dal suo tetraossido OsO_4 , che é molto velenoso e che si può formare già a temperatura ambiente. In condizioni normali é volatile (DANIEL 1974). Il punto di fusione é a 40 °C, di ebollizione a 130 °C (760 Torr) (AVIDA 1967).

Standard: a) Evaporazione col cannone elettronico
b) Sputtern

Problemi: a) Punto di ebollizione molto alto
b) Formazione con facilità del velenoso OsO_4
c) Fragilità
d) Films inomogenei per elettrolisi (WIRTH 1969)

Per l'evaporazione col cannone elettronico si devono tenere presenti alcune raccomandazioni. Dopo l'introduzione di una pasticca di Osmio nel crogiolo di Cu raffreddato ad acqua la campana sotto vuoto deve essere pulita più volte facendovi fluire Argon, per ridurre la restante parte di Ossigeno. Anche la pasticca deve essere compressa sotto Argon. Dopo l'evapo-

razione si lascia raffreddare per quattro ore, si esegue il rientro in Argon e si conservano i targets in essicatore (WIRTH 1969).

Si è dimostrato economico l'evaporare con Laser al Nd, poiché è necessario poco materiale (meno di 1 mg è possibile) ed è possibile un'alta efficienza. Poiché questa apparecchiatura non è disponibile in tutti i laboratori, si rimanda alla relativa bibliografia (MAIER-KOMOR 1979).

Restano da menzionare due ulteriori metodi. Si possono preparare targets di Os per centrifugazione (RICHAUD 1979) e per elettrospray da una sorgente Os in forma di OsO_4 . In questo articolo è descritto in modo completo la preparazione del biossido partendo dall'elemento. Come backing si è usato un sottile foglio di Alluminio (AVIDA 1967).

Tab.XVII: Tabella riassuntiva relativa all'Osmio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu g/cm^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	E-Gun	1-20	C, 100	-	-	Evapora quando il colore è bianco lucente
2	"	fino a 100	C, 3-5	-	-	Possibili più spessi
3	Sputtern	-	-	-	-	Descrizione apparecchiatura
4	LASER	10	C, 10	-	-	Bianco molto lucente omogeneità migliore del 10 %

- 1) WIRTH 1969 2) MAIER-KOMOR 1974 3) BELSER 1956
4) MAIER-KOMOR 1979

Palladio

Il Palladio è un metallo bianco argenteo, duttile con punto di fusione a $1552^\circ C$, di ebollizione a $2930^\circ C$ (760 Torr) e $992^\circ C$ (10^{-6} Torr).

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W
b) Evaporazione col cannone elettronico
c) Sputtern

Problemi: a) Fa lega coi metalli ad alto punto di fusione

A causa della facilità a formare leghe si deve eseguire velocemente l'evaporazione.

Il Palladio è stato laminato da Reynolds fino a $1 mg/cm^2$, riscaldandolo però più volte (REYNOLDS 1965 B).

Anche col metodo della centrifugazione si sono preparati targets di 15-20 mg/cm² su di un backing di 3µm di spessore (RICHAUD 1979).

A Colonia si sono laminati fogli di Palladio selfsupporting (0.8 mg/cm²) che sono stati adoperati come target per il Plunger (ZELL 1980 B).

Piombo

Il Piombo é un metallo grigio-bluastro, tenero e duttile con punto di fusione a 327.4°C e punto di ebollizione a 1751 °C (760 Torr) e 427°C (10-6 Torr). Si ossida in aria molto velocemente; forma con l'ossigeno nell'acqua una pellicola di idrossido, mentre non é attaccato dall'acqua distillata o priva d'aria.

Standard: a) Evaporazione da crogioli di Mo, W e Ta;
b) Evaporazione con cannone elettronico
c) Sputtern
d) Laminazione

Problemi: a) Si ossida in aria (da conservare in essiccatore)
b) Velenoso
c) Riduzione dal PbNO₃

Evaporazione

Un metodo per preparare dei targets di Piombo selfsupporting é descritto da Imbusch. Si prepara una rete di Nichel su un supporto raffreddato ad Azoto liquido. Immediatamente prima di fare il vuoto si pone una goccia di Metanolo sulla rete che a quella temperatura congela immediatamente. Il Piombo evaporato condensa su questo 'dito freddo'. Aumentando la temperatura il Metanolo evapora e il foglio di Piombo si può staccare dalla rete, senza che si verifichino tensioni meccaniche nel target (IMBUSCH 1967).

Meens ha tentato di preparare dei fogli di Piombo senza buchi; a questo scopo ha eseguito degli esperimenti in cui sono stati studiati substrati preparati in diversi modi, diverse geometrie dei crogioli e distribuzione degli spessori dei films in funzione del tipo di crogiolo. Si é ottenuto un target di Piombo dello spessore di 1.8 mg/cm² con una superficie priva di buchi di 100 cm² evaporando su Rame che era stato trattato un'ora con una scarica ionica di Argon (MEENS 1977).

Targets selfsupporting sono stati preparati da Bennink evaporando il Piombo su di un vetrino coperto di Formvar. Il recipiente era stato pulito più volte in Argon. Il target di Piombo viene staccato in acqua deionizzata. Dopo essere stato fissato sul telaietto il Formvar viene sciolto bagnandolo

Tab.XVIII: Tabella riassuntiva relativa al Piombo.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	30	-	Rete di Ni+ Metanolo		Congelare il Metanolo con LN2
2	Evapor.	50	-	vetro+Zapon		
3	Evapor.	fino a 100	-	vetro+Lensodel		Sciogliere il in Argon
4	Evapor.	300-2000	-	vetro+Formvar	W	
5	Evapor.	1800	Cu			Scarica ionica di Argon
6	Evapor.	700-1000	C.2x20			Molto stabile con sandwich sotto fascio
7	Lamina- ziome	5000	-			Laminarlo tra due fogli di Teflon

1) IMBUSCH 1967 2) GALLANT 1972 3) WIRTH 1980 4) BENNINK 1977
5) MEENS 1977 6) MARX 1979 7) ZELL 1980 B

più volte con Cloroformio. La quantità ottenuta su Carbonio e Ossigeno è di circa $4 \mu\text{g}/\text{cm}^2$. Si può probabilmente ridurre conservando il target in Argon (BENNINK 1977).

Ad Heidelberg si è trovato in una serie di prove eseguite tra le altre con Piombo, che usando Lensodel invece di Betaina si trovano meno contaminazioni da Carbonio, Azoto e Ossigeno nel Target (WIRTH 1968).

Laminazione

Per laminare il Piombo, lo si è posto tra due fogli sottili di Teflon e questi in mezzo a due lamine di acciaio. In questo modo si è evitato che il Piombo restasse incollato all'acciaio: però anche tra il Teflon si lacera ai bordi. Sono stati raggiunti spessori di $5 \text{ mg}/\text{cm}^2$.

Nel laboratorio di Colonia i targets di Piombo vengono conservati in un essiccatore in cui è fatto il vuoto e poi posti in un congelatore. L'umidità dell'aria viene completamente congelata e i films conservano per molti mesi una superficie lucida (ZELL 1980 B).

Riduzione del nitrato di Piombo

Gli isotopi arricchiti di Piombo vengono spesso forniti in forma di nitrati.

Il nitrato di Piombo può essere ridotto in un crogiolo di Carbonio con idrogeno a 400-600 °C (HEAGNEY 1976).

Bennink descrive un processo di elettrolisi dove si può ottenere il Piombo da un deposito di 5-100 mg con un'efficienza del 60-70 per cento. Gli elettrodi sono costituiti da un filo di Platino. Si sciolgono 100 mg di Piombo in 10 ml di acido formico al 5 % (HCOOH). Con una densità di corrente di ca. 6 mA/cm² si formano dei cristalli di Piombo al catodo che vengono lavati in acqua distillata e asciugati in Argon (BENNINK 1979 B).

Platino

Il Platino è un metallo nobile duttile e di colore grigio bianco con punto di fusione a 1769 °C, di ebollizione a 3830 °C (760 Torr) e 1492 °C (10-6 Torr).

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W
b) Evaporazione col cannone elettronico (ottimo)
c) Sputtern

Problemi: a) Allo stato fuso fa lega con molti metalli

Nell'evaporazione del Platino gioca un ruolo molto importante per la crescita e la struttura cristallina la temperatura del substrato. Targets selfsupporting tra 100 e 300 µg/cm² sono stati preparati evaporando il Platino su di un vetrino (T=250-300 °C) coperto di KJ e servendosi del cannone elettronico. Innalzando la temperatura al di sopra dell'intervallo dato non si ottengono risultati migliori, mentre al di sotto di 200 °C si peggiora significativamente. L'uso di CsJ come release agent porta a fogli di qualità peggiore (GURSKY 1979).

Si possono preparare fogli selfsupporting meccanicamente stabili anche per mezzo dell'elettrolisi. Si scioglie il Pt (5 mg) in 2 ml di Acqua Regia (1 parte di HNO₃ concentrato e 3 parti HCl concentrato) e quindi si lascia evaporare completamente.

Il resto viene sciolto in una soluzione di 10 mg di KCl in 10 ml di H₂O. Aggiungendo KOH si deve raggiungere pH=9. Usando fogli di Rame come catodo (1-2 cm²) e fili di Platino come anodo si ottiene con una densità di corrente di 250 mA/cm² per 15 minuti lo spessore di 6 µg/cm². per 90 minuti 300 µg/cm² di spessore di films di Platino. L'etching del Rame si esegue al solito modo. L'efficienza è intorno al 20 %: è quindi maggiore che per evaporazione (SAETTEL 1977).

Tab.XIX: Tabella riassuntiva relativa al Platino.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	E-Gun	100-300	-	KJ		Substrato a 250-300°C vuoto 5×10^{-5} Torr Frequenti riscaldamenti durante il processo Superficie 1-2 cm ²
2	Sputtern	100-300	C, 10-30			
3	Lamina- zione	più di 1000				
4	Elettro- lisi	più di 60				

1) GURSKY 1979 2) SLETTEN 1972 3) REYNOLDS 1965 B
4) SAETTEL 1977

Rame

Il Rame é un metallo rosso vivo, relativamente tenero e duttile con un punto di fusione a 1083 C, di ebollizione a 2350°C (760 Torr) e 857°C (10-6 Torr). Si ossida a contatto dell'aria lentamente per formare Cu_2O .

Standard: a) Evaporazione da Mo.W
b) Evaporazione col cannone elettronico
c) Sputtern
d) Laminazione

Il Rame appartiene agli elementi con i quali é facile preparare target , perché é duttile e si può staccare dal substrato senza fatica (MAXMAN 1967)

Per l'elettrolisi si scioglie CuSO_4 in H_2SO_4 1N e 1 ml di HNO per 100 ml di soluzione. Con una densità di corrente di 5-10 mA/cm^2 si ottiene

Tab.XX: Tabella riassuntiva relativa al Rame.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	50-500	-	vetro+ Lensodel o BaCl_2	Ta	Spessori inferiori possibili su backing
2	Sputtern	100-300	C	-		
3	Elettro- lisi	più di 1000		Acciaio		

1) MAXMAN 1967 2) SLETTEN 1972 3) BURFORD 1965

un'efficienza di più del 95 %. Come backing si possono usare Ni.Pt.Au oppure Ta. Per targets selfsupporting si usa acciaio che viene poi sciolto in H_2SO_4/HNO_3 (BURFORD 1965).

Targets dei composti del Rame si ottengono per mezzo dell'elettrospray. Si ottengono spessori da pochi $\mu g/cm^2$ fino a $2 mg/cm^2$ su backing (VERDINGH 1965).

Rutenio

Il Rutenio è un metallo fragile, duro, di colore bianco argento, con punto di fusione a $2450^\circ C$, di ebollizione a $4150^\circ C$ (760 Torr) e $1990^\circ C$ (10-6 Torr).

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W
b) Evaporazione col cannone elettronico
c) Sputtern
d) Elettrolisi

Problemi: a) Non è possibile la laminazione
b) Spesso contaminato con l'Osmio

Maier-Komor ha preparato circa $100 \mu g/cm^2$ di Ru su $3-5 \mu g/cm^2$ di Carbonio in fogli usando (MAIER-KOMOR 1975) un fascio di elettroni pulsato. Poiché il Rutenio è molto costoso e non è possibile laminarlo, si ricorre all'elettrolisi per ottenere spessori di Targets elevati. Per pulirlo si riscalda fino al colore rosso per un'ora, al fine di volatilizzare le contaminazioni da Osmio. Il Rutenio che qualche volta si presenta come ossido, viene ridotto con l'Idrogeno (MORGAN 1977).

Elettrolisi

1. (MORGAN 1977)

Morgan parte per l'elettrolisi dal $RuCl_3 \cdot xH_2O$. Questo viene preparato facendo fondere in un crogiolo di Si 10 mg di Ru, purissimo KOH e KNO_3 . Il rapporto dei pesi è di 3:25:3.

La massa fusa verde raffreddata, viene sciolta in acqua tiepida e diluita a 20 ml. Questa soluzione giallo-arancio viene messa in acido cloridrico concentrato cosicché la soluzione totale sia 0.1 Normale. Al contrario se si aggiungesse acido cloridrico nella soluzione si formerebbe un complesso insolubile di idrossido di Rutenio che non si scompone nell'elettrolisi.

A $60^\circ C$ e con una densità di corrente di $20 mA/cm^2$ si formano dopo tre ore targets di $3 mg/cm^2$ su backing d'Oro. Per ridurre i fori e le tensioni nel foglio, si è posto l'anodo di Platino ortogonale rispetto al catodo di Rame, che viene eliminato chimicamente alla fine dell'elettrolisi.

2. (BENNINK 1976, BENNINK 1980)

Si fondono 5 mg di Ru con 5 mg di KOH e 10 mg di KNO in un crogiolo di Platino. La massa fusa viene sciolta nella minor quantità d'acqua possibile e mescolata ad acido cloridrico fumante. Si forma $\text{RuNOCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Si diluisce fino al volume desiderato. Ad una densità di corrente di 10-20 mA/cm² e temperatura di 50°C si deposita il Ru su di un catodo di Cu, che alla fine verrà chimicamente allontanato per ottenere targets selfsupporting.

Scandio

Lo Scandio é un metallo tenero, di colore bianco argenteo e laminabile a freddo. Il punto di fusione é a 1539°C, quello di evaporazione a 2832 °C (760 Torr) e 837 °C (10⁻⁶ Torr). Sublima facilmente ed é stabile in aria a temperatura ambiente.

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W, Al₂O₃ e BeO
b) Evaporazione col cannone elettronico
c) Laminazione

Problemi: a) Reagisce con l'acqua
b) Fa lega col Tantalio
c) L'evaporazione su di un substrato di vetro fa rompere i films più spessi di 70 µg/cm² (HARCHOL 1966)

Films di Scandio selfsupporting sono stati preparati da Maxman solo in spessori maggiori di 400µg/cm², perché lo Scandio reagisce con l'acqua. Come substrato si é usato Nichel coperto da BaCl₂ riscaldato a 275-300°C. Lo Scandio é stato evaporato il più velocemente possibile. Al fine di non produrre fori nei films si deve staccare il BaCl₂ il più velocemente possibile (MAXMAN 1967).

Targets selfsupporting di spessori compresi tra 100-1000 µg/cm² sono stati ottenuti da Harchol evaporando su di un foglio di Alluminio commerciale (170 µg/cm²). Questo era stato sostenuto da opportune lastrine di Rame allentato e raffreddato. L'Alluminio é stato staccato con NaOH e solo brevi lavaggi con acqua furono necessari (HARCHOL 1966).

Tab.XXI: Tabella riassuntiva relativa allo Scandio.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	10-150 400	C	Ni+BaCl	Ta	Substrato riscaldato
2	"	100-1000		Al		Etching con NaOH
3	Lamina- zione	1000	-	-	-	

1) MAXMAN 1967

2) HARCHOL 1966

3) ADAIR 1975

Selenio

L'unica forma metallica del Selenio é grigia. Il suo punto di fusione si trova a 220°C, quello di ebollizione a 648.8°C (760 Torr) e 125°C (10⁻⁶ Torr).

- Standard: a) Evaporazione da W, Mo
b) Evaporazione con cannone elettronico
c) Sputtern
- Problemi: a) Contamina l'apparecchiatura da vuoto
b) E' volatile sotto fascio all'aumentare della temperatura
c) E' fragile

I targets di Selenio selfsupporting oppure quelli con backing non sono in genere duraturi se colpiti da particelle cariche a causa del basso punto di ebollizione e del conseguente aumento della temperatura.

Buon successo si ottiene sotto fascio se si applica il backing da entrambe le parti. Si evapora da due crogioli distinti, possibilmente senza fare il rientro in aria. Se si usa Alluminio come strato protettivo non si riscontra nessun cambiamento dopo diverse ore di esperimento (BENNINK 1979 A, GALLANT 1974).

Caratteristica del Selenio é la sua fragilità a temperatura ambiente; Se si immerge in acqua distillata a 80°C diventa tenero e puo' essere laminato. Anche il distacco dei films evaporati dal substrato é facilitato a questa temperatura (GALLANT 1976).

Il Seleniuro di Piombo PbSe

Il seleniuro di Piombo é grigio metallico con punto di fusione a 1065°C; sublima sotto vuoto. Si puo' preparare da sali, se si mescolano Piombo e l'isotopo di Selenio opportuno in quantità stechiometriche e si fondono in un contenitore di quarzo a 1200 °C. Nella bibliografia seguente (GALLANT 1974) viene evaporato su di un backing.

Tab. XXII: Tabella riassuntiva relativa al Selenio.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	120	C		Ta	
2	"	a piacere	Al, 20		Ta	Sandwich Al/Se/Al
3	"		Al, 70		Mo	"
	Evapor. di PbSe		C, Al		Mo	Durevoli sotto fascio

1) SAETTEL 1979 2) BENNINK 1979 A 3) GALLANT 1974

Stagno

Lo Stagno é un metallo bianco argenteo,fortemente lucido con un punto di fusione a 232°C,di ebollizione a 2337°C (760 Torr) e 807°C (10⁻⁶ Torr).Si può laminare bene ed é stabile in aria a temperature normali.

Standard: a) Evaporazione da Mo,W
 b) Evaporazione con cannone elettronico
 c) Sputtern
 d) Laminazione

Problemi: a) Bagna i crogioli di Mo

La preparazione di targets di Stagno é priva di problemi.Si può applicare molto bene lo sputtern,ma é così veloce che non si può controllare la velocità di deposizione (WIRTH 1980). Per l'elettrolisi si scioglie SnSO₄,7.5 g di acido ossalico,3.3 g di ossalato d'ammonio e 1.3 g di Cloridrato di idrossilamina in 100 ml d'acqua.Con una densità di corrente di 5 mA/cm² si ottiene un'efficienza superiore a 95 %.La soluzione elettrolitica attacca il deposito. Se si ha un catodo di Rame.al fine di ottenere targets selfsupporting, si può eliminare lo strato di Rame con acido cromico (BURFORD 1965).

La riduzione di SnO si esegue con Idrogeno in un crogiolo di Carbonio tra 600°C e 1000°C (HEAGNEY 1976).

Tab.XXIII: Tabella riassuntiva relativa allo Stagno.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	150-500		Pyrex+BaCl Pyrex+Lensodel	Mo	
2	Lamina- zione	10-250 più di 1000	C			Precedente riduzione
3	Elettro- lisi	a piacere	Cu,Au, Pt,Ni			Efficienza più 95 %
4	Centrif.	500-15000	Polieti- lene 100µm			

1) MAXMAN 1967 2) MEENS 1979 A 3) BURFORD 1965 4) RICHAUD 1979

Tellurio

Il Tellurio si annovera tra i non metalli, anche se si presenta in stati simili a quelli dei metalli. E' una polvere marrone, che per fusione cristallizza in una forma bianco argento di lucentezza metallica. E' molto fragile, di bassa durezza e si può facilmente ridurre in polvere. Il suo punto di fusione è a 452°C, quello di ebollizione a 1087°C (760 Torr) e 207 °C (10-6 Torr).

Standard: Evaporazione da Ta, W, Mo

Problemi: a) Fa lega col materiale del crogiolo
b) Materiale molto fragile

Per evaporazione su backing di Carbonio si ottengono films di lucentezza metallica, su backing di Alluminio invece da grigio pallido a nero. La temperatura necessaria è così bassa che non è visibile il color rosso del crogiolo.

Per evaporazione da crogiolo di Molibdeno si sono ottenuti spessori fino a 11 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$; le contaminazioni del Mo nel target erano inferiori al 1%. Si ottenne un'efficienza del 2% con un'evaporazione durata 10 minuti (BOHNHOFF 1980).

Méens ha preparato targets di Te selfsupporting da 60-1000 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. L'evaporazione è stata eseguita su vetro coperto di Teepol. I fogli sono molto fragili e sembra più opportuno evaporare su di un film di collodio.

Usando il Piombo come backing si presentano problemi particolari perché il Tellurio reagisce con il Piombo. Quindi si possono mescolare quantità stechiometriche di Te e Pb, posti in un crogiolo di Quarzo sotto vuoto a 1000°C per 24 ore e ottenere PbTe. Il PbTe ha un punto di fusione più alto del Tellurio e si può evaporare senza problemi su Piombo sottile. Si possono anche preparare PbTe selfsupporting usando un substrato di Rame (MEENS 1980).

Anche per mezzo della centrifugazione si possono preparare targets di Tellurio e sono realizzabili spessori di 0.1-60 mg/cm^2 . Questo è descritto in dettaglio in (SUZUKI 1970, RICHAUD 1979).

Le Terre Rare

Gli elementi del gruppo dei Lantanidi (numero atomico Z=57-71) si differenziano chimicamente molto poco gli uni dagli altri, pertanto verranno trattati qui di seguito tutti insieme. I 14 elementi che vengono dopo il Lantanio (La) sono indicati come Lantanidi o Terre Rare. Vi fanno parte il Cerio (Ce), il Praseodimio (Pr), il Neodimio (Nd), il Promezio (Pm), il Samario (Sm), l'Europio (Eu), il Gadolinio (Gd), il Terbio (Tb), il Disprozio (Dy), l'Olmio (Ho), l'Erbio (Er), il Tullio (Tm), l'Itterbio (Yb) e il Lutezio (Lu).

I Lantanidi sono metalli di color argento splendente. non nobili. che reagiscono in aria e sono reattivi, sono agenti riducenti molto forti. Scompongono l'acqua e gli acidi producendo Idrogeno molecolare e reagiscono facilmente all'aumentare della temperatura con H_2 , O_2 , Cl_2 e N_2 .

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W, Ta, Al O
b) Evaporazione degli ossidi da crogioli di Ir
c) Laminazione sotto 1 mg/cm^2
(ADAIR 1975)

Problemi: a) Riduzione
b) Contaminazioni dall'agente riducente
c) I metalli si incendiano spontaneamente durante la laminazione
(WESTGAARD 1966)
d) Conservazione dei Targets in essiccatore oppure in atmosfera inerte.

L'evaporazione dei metalli puri é senza problemi (HODDE 1980. MEENS 1979).

Elementi (Me)		Ossidi (Me ₂ O ₃)	
Fusione (°C)	Ebollizione 760 (10 ⁻⁶) Torr	Fusione 760(10 ⁻⁴ Torr)	Ebollizione
La 920	3454 (1212)	2250 (ca.1400)	
Ce 795	3257 (1150)	1692 (-)	
Pr 935	3212 (920)	2125 (ca.1400)	
Nd 1024	3127 (871)	2272 (ca.1400)	
Pm 1168	2730 (-)	-	-
Sm 1072	1752 (460)	2350 (-)	
Eu 826	1597 (360)	2056 (ca.1600)	
Gd 1312	3233 (900)	2310 (-)	
Tb 1256	3041 (950)	2387 (1300)	
Dy 1407	2335 (750)	2340 (ca.1400)	
Ho 1461	2572 (770)	2370 (-)	
Er 1497	2510 (775)	2400 (ca.1600)	
Tm 1545	1732 (554)	- (ca.1500)	
Yb 824	1193 (590)	2346 (ca.1500)	
Lu 1652	3315 (-)	- (ca.1400)	

Tab.5: Riassunto dei dati fisici più significativi dei Lantanidi e dei rispettivi ossidi.

Un problema frequente nella preparazione dei targets é la riduzione degli ossidi, che quasi sempre si presentano nella forma Me_2O_3 (Me=metallo). Un'eccezione é per esempio CeO_2 . Inoltre i metalli si ossidano molto rapidamente in aria umida. Questo é valido in specialmodo per La e Ce (HEAGNEY 1972), pertanto molte operazioni come la laminazione e il trasporto al punto di misura devono essere attuate in atmosfera inerte asciutta (He, Ar). Anche gli elementi meno sensibili come Nd e Sm, che si possono trattare in aria, devono essere conservati sotto vuoto. La Tabella 6 dà un riassunto sui possibili agenti riducenti.

Elemento	Agente riducente	Temperatura di riduzione	Ref.
Ce	Th	1600	2
Pr	Th	1600	2
Nd	Th	1600	2
	Th	1750-1850	1
Sm	La	1300-1400	1
	Zr	1100	3
Eu	Zr	1400	2
	Al	-	4
Gd	Th	1800	2
	Th	2000-2200	1
	Zr	-	4
Tb	Th	1800	2
Dy	Th	1700	1, 2
Ho	Th	1700	2
Er	Th	1750	1, 2
	Zr	-	4
Tm	-	-	-
Yb	La	1100-1200	1
	Al	-	4
Lu	Th	2300-2400	1
	Th	1800	2
	Zr	-	4

Tabella 6: Possibili agenti riducenti per gli ossidi dei Lantanidi. La bibliografia é:

- 1) WESTGAARD 1966
- 2) EDER 1976
- 3) LANG 1976
- 4) KOBISK 1965 A

La tabella 7 dà un riassunto sugli agenti riducenti coi rispettivi punti di fusione e di ebollizione.

Il Lantanio é adatto alla riduzione dei soli Samario e Itterbio, perché ha un punto di ebollizione relativamente basso e presenta solo pochi elementi contaminanti (minori dell'1 % (WESTGAARD 1966)). In generale si preferisce il Torio che per la sua bassa tensione di vapore é adatto come agente riducente alle alte temperature. Il Torio é però radioattivo, cosicché non deve evaporare per non contaminare l'impianto di evaporazione. Lo Zirconio

Elemento	Punto di fusione (C)	Punto di ebollizione a 10 ⁻⁴ Torr (°C)
Al	600	1010
Al ₂ O ₃	2045	1550
La	920	1388
La ₂ O ₃	2250	1400
Th	1700	1925
ThO ₂	3200	2100
Zr	1852	1987
ZrO ₂	2700	2200

Tabella 7: Agenti riducenti con i rispettivi ossidi

ha una tensione di vapore ancora più bassa del Torio e non è radioattivo. Tuttavia i crogioli usati non si possono pulire (ZELL 1980 B).

Un metodo alternativo è quello di trasformare gli ossidi in Fluoruri e ridurre questi con Litio oppure con Calcio (FRISCHKE 1973).

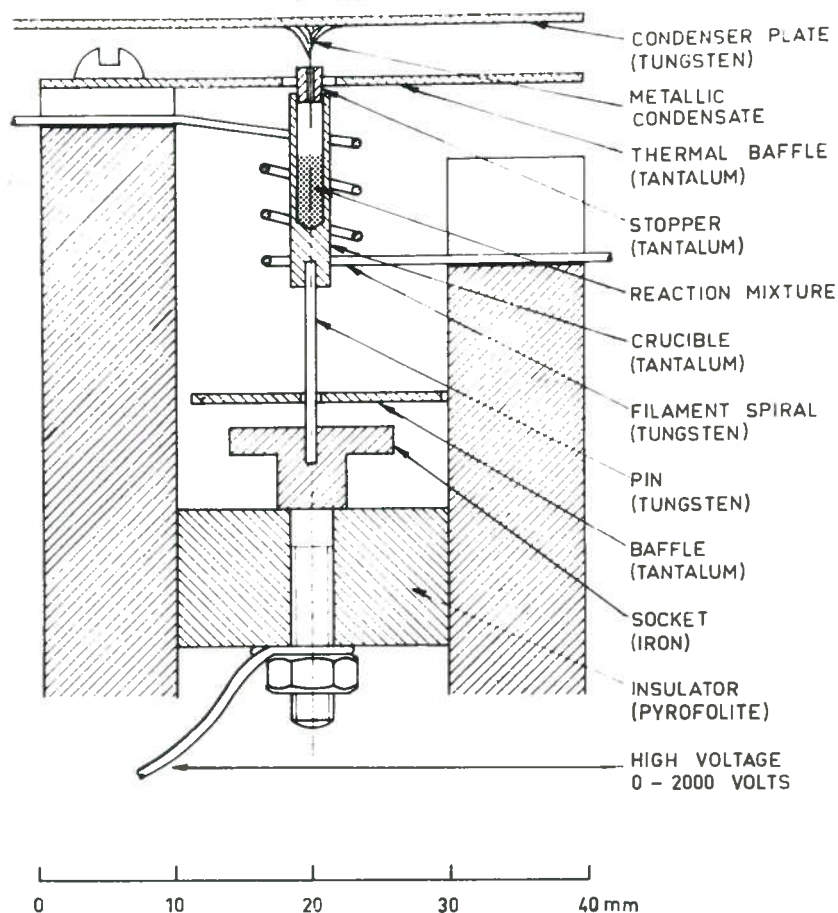


FIG. 15 - Schema di un'apparecchiatura per la riduzione delle Terre Rare, cfr. anche Cap. II. 1. 4. Il condensato a forma di stalagmite è solo schizzato (Westgaard 1966).

Metodi di preparazione per i singoli elementi

La:Sedimentazione 4 mg/cm² (RICHAUD 1979)

Ce:Cannone elettronico,1-2.5 mg/cm² su di un quarzo coperto con 2000 Angstrom di Ni;temperatura del substrato a 160 °C (BONETTI 1975).Il Ce fa lega col Wolframio,quindi sono da preferire crogioli di Ta.

Bennink ha sviluppato un metodo per trasformare CeO₂ arricchito isotopicamente in Ce₂O₃e ridurre poi questo con un'efficienza del 70-80 % (BENNINK 1979 C).

Pr:Evaporare su backing di Al,spessore del target 0.1-1 mg/cm².Si elimina l'Al con NaOH (HARCHOL 1966)

Cannone elettronico,1-2.5 mg/cm² in modo analogo al Ce,temperatura del substrato 175 °C (BONETTI 1975).

Nd:Laminazione possibile fino a 0.5 mg/cm² (ZELL 1980 A). Si può evaporare l'ossido su backing di Carbonio (NICKEL 1979).

Sletten ha ottenuto targets di Nd su backing di C con 10 kV di ioni Argon, spessore 100-300 µg/cm² (SLETTEN 1972).

Targets spessi,5-20 mg/cm² si preparano per sedimentazione (RICHAUD 1979) oppure per centrifugazione dell'ossido su Alluminio.spessore 0.1-60 mg/cm² (SUZUKI 1970).

Pm:A causa della sua radioattività (Pm-145,T 1/2 =17.7 anni) si hanno a disposizione solo piccole quantità,pertanto si consigliano metodi di preparazione analoghi a quelli per gli Attinidi,per esempio elettrospray.

Sm:Con il cannone elettronico si possono evaporare 20-200 µg/cm² su backings di Carbonio di Sm elementare (BENNINK 1979 C) e in modo analogo l'ossido (NICKEL 1979).Il Sm ridotto é laminabile fino a 500 µg/cm² (WESTAGAARD 1966),300-400 µg/cm² (FRIEBEL 1975),tenendo presente però che a causa della facilità a prendere fuoco deve essere trattato in atmosfera inerte.Per esperienza personale si sa che si può lavorare anche in aria, limitando le cariche statiche.

Per mezzo della sedimentazione si possono preparare targets con gli ossidi su fogli di Mylar 1mg/cm² (RICHAUD 1979) oppure su Alluminio 0.1-60 µg/cm² (SUZUKI 1970).

Eu:Con l'evaporazione da crogioli ben isolati termicamente (Ta.W) si ottengono 10-300 µg/cm² di Eu su backing di C (MAXMAN 1967),Questo metodo in sostanza riproduce quelli per il Ca e gli altri metalli reattivi.

La centrifugazione su Al permette di ottenere targets di spessori tra 0.1- 60 mg/cm² (SUZUKI 1970).

Gd:L'ossido si può evaporare su backing di C (NICKEL 1979).

La laminazione di Gd permette di ottenere films di 1-1.5 mg/cm²

(WESTAGAARD 1966); è possibile la sedimentazione su Mylar 5 mg/cm² (RICHAUD 1979).

Tb: Oltre alla sedimentazione, 5 mg/cm² (RICHAUD 1979), si possono raggiungere 0.1-0.3 mg/cm² con lo sputtern su C come backing (SLETTEN 1972).

Dy: A causa della sua reattività è necessario l'uso di atmosfera inerte. Con questa si possono laminare fogli di 0.5 mg/cm² (FRIEBEL 1975). La sedimentazione permette di ottenere 10-25 mg/cm² (RICHAUD 1979).

Ho: Si ottengono targets selfsupporting maggiori di 100 µg/cm² evaporando su film di Al ed eliminando l'Al con NaOH (HARCHOL 1966).

Er: A causa della sua alta reattività deve essere trattato in atmosfera inerte (FRIEBEL 1975).

Tm: Lo sputtern su backing di C produce targets da 0.1-0.3 mg/cm² (SLETTEN 1972). Target a sandwich formati da due fogli di Alluminio tra i quali è compressa della polvere di Tm, sono stati preparati da Ku nell'intervallo di 1-20 mg/cm² (KU 1974).

Lu: L'ossido può essere sedimentato su Mylar, nello spessore di 1-10 mg/cm² (RICHAUD 1979).

Elettroforesi

Un altro metodo di preparazione è dato dalla elettroforesi. La polvere di ossido è messa in sospensione di Acetone. Applicando una tensione tra un anodo di Nichel e un backing di Oro come catodo si possono preparare targets di ossidi di Pr, Eu, Tb, Dy, Tm di spessori da 5mg/cm² (BJØRNHOLM 1959).

Titanio

Il Titanio è un metallo bianco argento, non nobile, con punto di fusione a 1668 °C, di ebollizione a 3262 °C (760 Torr) e 1235 °C (10⁻⁶ Torr). Similmente al Cromo forma velocemente a contatto dell'aria uno strato sottile di passivazione.

Standard: a) Evaporazione da crogioli di Ta, Carbonio
TiC
b) Evaporazione col cannone elettronico
c) Laminazione

Problemi: a) In generale è fornito come TiO₂ e quindi è necessaria la riduzione
b) Con contaminazioni anche minime il Ti non si può laminare né ridurre in pastiglie.

Evaporazione

Nonostante l'alto punto di ebollizione del Titanio, Chaudhri é riuscito per evaporazione per effetto Joule a preparare dei targets selfsupporting con omogeneità migliore del 95 % su di una superficie di 4 x 4 cm. Il crogiolo di Ta era stato riscaldato fino a 1600 °C per degassarlo. Aumentando la temperatura il Titanio evapora molto velocemente. I films sono staccati in acqua tiepida dopo essere stati tagliati nelle dimensioni opportune; appena galleggiano i pezzi devono essere pescati immediatamente per evitare che si arrotolino e/o vadano a fondo (ANWAR CHAUDHRI 1968).

Méens ha sfruttato la caratteristica del Titanio di assorbire ad alte temperature o pressioni l'Idrogeno. Si evapora il Titanio col cannone elettronico mentre si introduce del deuterio. Si sono usati diversi backings: Au da 1 mg/cm², Ni 250-450 µg/cm², Cu 800 µg/cm². I targets con backings di Oro e Nichel si possono stendere facilmente sui telai e sono utilizzabili nei sistemi Plunger (MEENS 1976).

Riduzione del TiO

La riduzione del TiO si esegue per evaporazione con Tantalio ad alte temperature (MAXMAN 1967) oppure in modo analogo all'Afnio con Magnesio come agente riducente (PENG 1979). Durante la riduzione si creano facilmente delle contaminazioni. Anche se il Titanio é facile da laminare, non é possibile nemmeno farne una pasticca se sono presenti piccole quantità di atomi estranei (ZELL 1980 B).

Processo di purificazione (di van Arkel-de Boer)

Il metodo di Arcel-de Boer (ARCEL 1925) é applicabile a Titanio, Zirconio e Afnio. Maier descrive l'apparecchiatura necessaria in proposito (vedi Fig. 17). Dapprima si riduce il TiO₂ con Ca oppure CaH₂ in atmosfera inerte a 900 °C in un crogiolo di Mo. Dopo averla lavata con HCl e acqua la polvere di Ti viene asciugata in vuoto (N.d.T.). Il Ti reagisce a 200 °C con

Van Arkel-de Boer Process

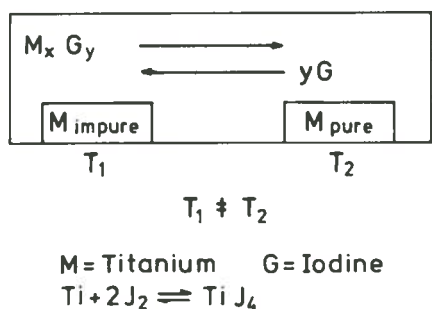


FIG. 16 - Schema del processo chimico di van Arkel-de Boer (Maier 1979B).

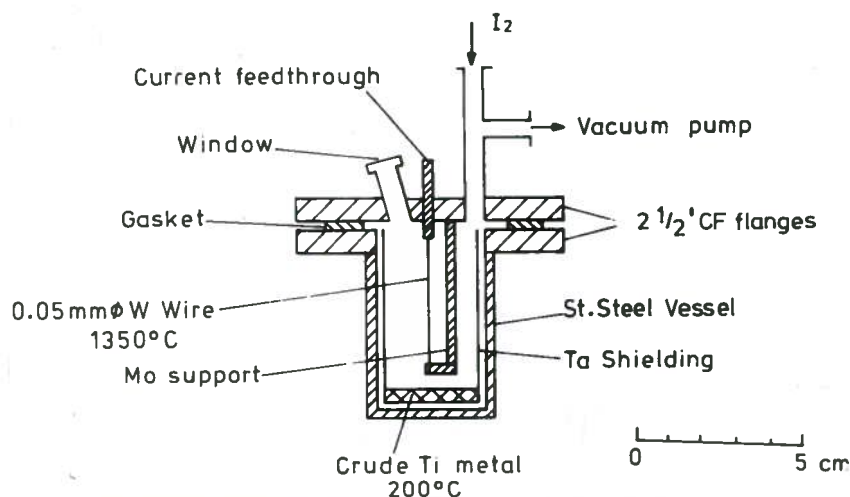


FIG. 17 - Apparecchiatura per l'esecuzione del processo di purificazione di van Arkel-de Boer (Maier 1979B).

dello Iodio introdottovi, formandovi un composto volatile



Per diffusione il TiJ_4 giunge su di un filo di Wolframio riscaldato a 1350 C, dove il composto decade nelle sue componenti secondo l'equazione di sopra e il Titanio condensa sul filo di W. Lo Iodio liberato è disponibile per nuove reazioni con Titanio contaminato.

Né TiO , TiO_2 né O_2 vengono trasportati nelle circostanze descritte. Particolari dettagliati si trovano in (MAIER 1979 B).

Laminazione

Il Titanio così purificato viene laminato dopo aver tagliato il filo di Wolframio. Si possono raggiungere spessori di $300 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ e inferiori con Titanio puro (KARASEK 1965).

Tab. XXIV: Tabella riassuntiva relativa al Titanio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	70-250	-	Vetro+ Lensodel	Ta	
2	"	10-250	C	-		Riduzione del TiO_2 con crogioli di Ta
3	E-Gun	più di 50		vetro+KJ		Substrato a 230-260 °C
4	"	250-300	Au, Ni, Cu			Substrato a 200 °C
5	Lamina- zione	più di 500	-			Purificazione col metodo van Arcel-de Boer
6	Sandwich di polvere	-	Al, 2x12 μm			TiO_2 tra fogli di Al (v. Molibdeno)

1) ANWAR CHAUDHRI 1968 2) MAXMAN 1967 3) GURSKY 1976
4) MEENS 1976 A 5) KARASEK 1965 6) KU 1974

Vanadio

Il Vanadio è un metallo grigio acciaio, non fragile che si può laminare a freddo. Il suo punto di fusione è di 1712 °C, quello di evaporazione ca. 3500 °C (760 Torr) e 1332 °C (10⁻⁶ Torr). Il punto di fusione aumenta considerevolmente anche per contaminazioni piccole da Carbonio. Il Vanadio rimane bianco per settimane in aria e non viene attaccato da acidi deboli per uno strato sottile di passivazione.

Standard: a) Evaporazione da crogioli di W.Mo
b) Evaporazione col cannone elettronico
c) Sputtern
d) Laminazione

Problemi: a) Fa lega col Wolframio
b) Piccole contaminazioni peggiorano di molto la possibilità di laminare

Con 80 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ di KJ su vetro si ottengono films molto uniformi. L'uso di BaJ. 500 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$, dà risultati di molto peggiori (RAMSAY 1974).

L'evaporazione con cannone elettronico non presenta nessun problema (THOMAS 1976).

In modo analogo al Titanio la possibilità di laminare il Vanadio dipende essenzialmente dalle contaminazioni. Karasek ha potuto laminare fogli di Vanadio commerciali riscaldandoli spesso, solo fino a 1 mg/cm^2 . Se si comprime e si fondono ad arco cristalli di Vanadio con accoppiata laminazione e tempra si possono raggiungere tuttavia 300 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. Le contaminazioni da Ossigeno e Azoto erano rispettivamente 200 ppm e 30 ppm (KARASEK 1979).

Il processo di van Arkel-de Boer dovrebbe essere utilizzabile anche per VJ ; cfr. Titanio (ARDEL 1925).

Tab.XXV: Tabella riassuntiva relativa al Vanadio.

Ref.	Metodo	Spessore $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	10-200	C			Evaporare velocem. in eccesso di Vanadio così da evitare la evap. della lega V-W.
2	"	25		vetro+BaCl ₂		
3	Lamina- zione	più di 300		vetro+KJ		Riscaldamento frequente a 10 ⁻⁷ Torr 800°C per 30 sec.

1) MAXMAN 1967 2) RAMSAY 1974 3) KARASEK 1979

Wolframio

Il Wolframio é un metallo bianco lucente con punto di fusione a 3380 °C, punto di ebollizione a 5700 °C (760 Torr) e 2407 °C (10⁻⁶ Torr). Possiede un'enorme robustezza meccanica ed é stabile in aria a temperatura ambiente.

Standard: a) Evaporazione con cannone elettronico
b) Sputtern

Problemi: a) Il Wolframio ha il più alto punto
di fusione tra i metalli.

A causa del suo alto punto di fusione, il Wolframio assieme al Molibdeno e al Tantalio, viene usato come materiale per crogioli per evaporare altri metalli. Esso può essere evaporato col cannone elettronico da un crogiolo raffreddato.

Targets selfsupporting da $0.2-0.5 \text{ mg/cm}^2$ vengono preparati per evaporazione su di un backing di Ferro di 2 mg/cm^2 . Al fine di ottenere uno strato di Wolframio uniforme, si mantiene il substrato ad una temperatura di 630°C . Questa temperatura viene ottenuta per irraggiamento termico di un blocco di Wolframio riscaldato distante ca. 8 cm. Dopo l'evaporazione il backing di Ferro viene tolto chimicamente (etching) in acido cloridrico al 15% (6 ore). Dopo un lavaggio in acqua distillata il target viene steso su di un frame. Il restante Ferro nel target è inferiore al 5% (NICKEL 1979).

Ellsworth ha lavorato parimenti con un substrato riscaldato. Ha usato un foglio di acciaio coperto di NaCl a $200-300^\circ\text{C}$. La struttura del target è influenzata dalla velocità di evaporazione. Il vuoto deve essere migliore di 4×10^{-6} Torr, le contaminazioni da gas residuo rendono il film fragile e conservabile meno a lungo.

E' possibile conservare i targets in aria per molti mesi senza peggioramenti essenziali (ELLSWORTH 1977).

Film molto sottili di W sono stati preparati su backing di C. evaporando con cannone elettronico con fascio pulsato. Il pulsamento è fatto togliendo l'alta tensione ed è controllato da un misuratore di spessore. Si ottengono films omogenei mantenendo costante la velocità di evaporazione (MAIER-KOMOR 1974).

Laminazione del Wolframio

Partendo da fogli di Wolframio commerciali (ca. 100 mg/cm^2) si sono potuti preparare a passi di laminazione di 5-10% di riduzione, targets dello spessore di 5 mg/cm^2 . La temperatura durante la laminazione era di $200-300^\circ\text{C}$. Ad ogni riduzione dello spessore di 50-60% si è riscaldato il foglio sotto vuoto per 30 minuti a 900°C . A questa temperatura non avviene nessuna ricristallizzazione che rende il foglio fragile, le tensioni vengono ridotte senza che la struttura di laminazione cambi (KARASEK 1979).

Evaporazione del Triossido di Wolframio

Il triossido di Wolframio WO_3 può essere evaporato da un crogiolo di Platino o di Wolframio oppure col cannone elettronico. Un crogiolo di Wolframio riduce lentamente l'ossido. Al fine di degassare il materiale, si deve riscaldare molto lentamente.

Con velocità di evaporazione basse Maxman ha evaporato film di WO_3 da $10-250 \text{ } \mu\text{g/cm}^2$ su backing di Carbonio usando un tubicino di Platino. L'os-

sido si forma riscaldando un filo di Wolframio in atmosfera di O₂. Questa tecnica si presta a tutti gli usi, se l'Ossigeno é fornito in forma di isotopo arricchito (MAXMAN 1967).

Gallant ha preparato targets selfsupporting di WO₃ per mezzo di evaporazioni su vetro cosparso di Zapon ad una temperatura del substrato di 180 °C. Lo Zapon é poi stato sciolto in Metanolo (GALLANT 1972).

Tab.XXVI: tabella riassuntiva relativa al Wolframio.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	E-Gun	200-500		Fe, 630°C		Area target 3 cm ² vuoto migliore di 4x10 ⁻⁶ Torr Fogli omogenei con fascio pulsato
2	"	100-300		Acciaio+NaCl 200-300°C		
3	"	100	C, 3-5			
4	Lamina- zione	5000				

1) NICKEL 1979 2) ELLSWORTH 1977 3) MAIER-KOMOR 1974
4) KARASEK 1979

Zinco

Lo Zinco é un metallo bianco-blu. con punto di fusione a 419.4°C, di ebollizione a 908.5°C (760 Torr) e 177°C (10⁻⁶ Torr). E' molto fragile a temperatura ambiente, diventa tenero e duttile a 100-150°C e fragile sopra i 200°C. Lo Zinco é stabile in aria. perché si ricopre con uno strato sottile di protezione incolore di ossido di Zinco o di carbonato.

Standard: a) Evaporazione da crogioli di Mo, W o Ta
b) Evaporazione con cannone elettronico
c) Elettrolisi

Problemi: a) Condensa difficilmente sulla maggior parte delle superficie (REYNOLDS 1965 A)
b) Lo sputtering é così veloce che non é possibile controllarlo (WIRTH 1980)
c) Spruzza durante l'evaporazione
d) Bagna molti metalli (HOLLAND 1961 p.114)

Evaporazione

L'evaporazione dello Zinco e del Cadmio presentano problemi analoghi. In letteratura vengono trattati contemporaneamente. In generale lo Zinco già esistente come metallo é facile da evaporare come trattato qui di

seguito durante la riduzione di ZnO contemporanea all'evaporazione. Qualche volta si usa l'ossido perché l'isotopo è disponibile solo in questa forma oppure è meno costoso.

Si possono preparare targets per Plunger molto uniformi per riscaldamento per effetto Joule. Si mescola ZnO con Carbonio come agente riducente in rapporto di peso di 4:1 e compresso in una pasticca, perché altrimenti spruzza durante l'evaporazione. Il backing d'Oro evaporato su vetro viene raffreddato con un blocco di Rame e l'irraggiamento termico del crogiolo viene ridotto mediante un diaframma, poiché lo Zinco non condensa su di un substrato. L'evaporazione ha luogo lentissimamente durante alcuni minuti. La CO₂ che si libera mostra la velocità di evaporazione (ZELL 1980 A).

Films selfsupporting si preparano su vetro, coperto in precedenza di Betaina. Per focalizzare sono adatti imbuti di vetro cosparsi di Lensodel fissati tra il substrato e il crogiolo. Se si deve evaporare su Carbonio, questo deve essere sottoposto a scarica ionica per 10 minuti a 10-2 Torr altrimenti non ha luogo alcuna condensazione di Zinco (WIRTH 1980).

Tentativi di evaporare lo Zinco su Mylar hanno dato scarsi risultati. Buoni risultati si possono conseguire se si evaporano in precedenza sottili strati di Bismuto o Berillio (0.1 mg/cm²) (HEAGNEY 1975).

Elettrolisi

Se abbisognano targets spessi (maggiori di 1 mg/cm²) e se si dispone di Zinco in forma di ossido, è vantaggioso ridurre ZnO elettroliticamente e quindi laminarlo, tranne l'uso dei materiali descritti sopra per la riduzione. Partendo da 30 mg di Zinco metallico si mescolano 2 ml di H₂SO₄, 1 ml di HCl, 1 ml di NH₄OH e 24 ml di acqua. Si usano elettrodi di Platino; la densità di corrente è di 0.5 mA/cm² (PECK 1979).

Se il materiale fornito è solfato di Zinco si mescolano per ogni mg di Zn, 1 mg (NH₄)₂SO₄ e 400 mg KCN in 100 ml di H₂O. Con densità di corrente di 2 mA/cm si sono raggiunte efficienze superiori a 95 % su backing di Cu. Pt ed Oro (BURFORD 1965).

Si possono trovare metodi di riduzione elettrolitica di ZnO in (HEAGNEY 1976, HEAGNEY 1977, BENNINK 1979 B).

Tab. XXVII: Tabella riassuntiva relativa allo Zinco.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	Evapor.	500		vetro+Au	Ta	Target per Plunger
2	Lamina- zione	1000				

1) ZELL 1980 A

2) MEENS 1979 A

Zirconio

Lo Zirconio é un metallo, se nella sua forma chimica pura, relativamente tenero con punto di fusione a 1855°C, di ebollizione a 4750°C (760 Torr) e 1702 (10-6 Torr).

Standard: a) Evaporazione con cannone elettronico
b) Laminazione

Problemi: a) Riduzione dell'ossido
b) Lo sputtering avviene con difficoltà
c) Fa lega col Wolframio
d) Si ossida velocemente

E' possibile laminare targets per Plunger che si possono stendere sul frame senza difficoltà. Se si fonde lo Zirconio col cannone elettronico e si distillano le contaminazioni (si perde circa il 20 %), si possono laminare films fino a 170 µg/cm² (KELLNER 1974). In alternativa alla fusione a zone si può purificare lo Zirconio col metodo di van Arkel-de Boer (vedi Titanio). Si forma a tal fine ZrJ a 350°C che si deposita a 1200°C su di un filo di Wolframio. Lo Zirconio così purificato si può laminare fino a 300 µg/cm² (KOBISK 1965 A, KARASEK 1965).

Per esperienza personale non si é potuto preparare nessun target utilizzabile per mezzo dello sputtern. Anche dopo ore di impatto con ioni di Argon i films erano così sottili che sciolti in acqua si rompevano nell'asciugarsi.

Riduzione

Targets puri isotopici di Zirconio (anche Hf, Ti) vengono per la maggior parte forniti come ossidi. Friebel ha ottenuto con la cosiddetta 'riduzione bomba' col Calcio come agente riducente efficienze fino all' 80 % (FRIEBEL 1977 A)

Tab. XXVIII: Tabella riassuntiva relativa allo Zirconio.

Ref.	Metodo	Spessore µg/cm ²	Backing	Substrato	Crogiolo	Note
1	E-Gun	ca. 100	C			Con fascio pulsato e evapor. lenta
2	Laminazione	300	-			Purificazione col met. van Arcel-de Boer
3	"	170				Purificazione con fusione a zone
Target in forma di ZrO ₂						
4	Evapor.	50-200	-	vetro+BaCl		Target come ossido nessuna riduzione
5	E-Gun	10-150 100	C C			ZrO ₂ non é stabile sotto fascio

1) MAIER-KOMOR 1975 2) KARASEK 1965 3) KELLNER 1974
4) MAXMAN 1967 5) SAETTEL 1979

IV. Appendice

Nel seguito viene data una raccolta di cataloghi, testi e articoli d'importanza particolare, che possono essere d'aiuto per particolari richieste.

1. Informazioni generali di Fisica e Chimica

Alfa-Catalog 1979-80 (Ventron GMBH, Karlsruhe, Zeppelinstr. 7)

E. Angerer, Technische Kunstgriffe bei physikalischen Untersuchungen (13 Aufl. Braunschweig, Vieweg Verl., 1964)

J. D'Ans. e. Lax, Taschenbuch fuer Chemiker und Physiker (Springer Verl., 1967)

M. von Ardenne, Tabellen zur angewandten Kernphysik (Herlin, VEB Verl. der Wiss., 1962).

K. A. Gescheidner, L. R. Eyring, Handbook on the Physics and Chemistry of rare earth, Vol. 1 (North-Holland Publ. Co., Amsterdam, 1978), p. 173-233.

A. F. Holleman, E. Wiberg, Lehrbuch der anorganischen Chemie (Gruyter & Co., 1971, Berlin 71, 80 Auflage).

Metal Finishing Guibook (Metal and Plastics Publications, 1 University Plaza, Hackensack, NJ 07601, USA)

H. Remy, Lehrbuch der anorganischen Chemie, Bd. 1, 2 (Leipzig Ak. Ver. ges, 12 Aufl., 1965).

2. Tecniche del vuoto e films sottili

R. W. Berry, P. M. Hall, M. T. Harris, Thin Film Technology (Van Nostrand - Reinold, New York, 1968).

K. L. Chopra, Thin Film Phenomena (McGraw-Hill Inc., New York, 1969), p. 23-43.

L. Holland, Vacuum Deposition of Thin Films (Chapman & Hall Ltd., London, 1961).

K. D. Leaver, B. N. Chapman, Thin Films (Wykehan Publ. Ltd., London, 1971).

L. I. Maissel, R. Glang, Handbook of Thin Film Technology (McGraw-Hill Inc., New York, 1970).

C. F. Powell, J. H. Oxley and J. M. Blocher, Vapour Deposition (Wiley, New York, 1966).

Sloan Notebook (Sloan Technology Corp., 535 E. Montecito St., Santa Barbara, Ca 93103, 1974).

3. Metodi elettrochimici

A. Brenner, Electrodeposition of Alloys (Academic Press, New York, 1963).

H. W. Dettner und J. Elze, Handbuch der Galvanotechnik (Hanser Verl., München, 1963).

H. Fischer, Elektrolytische Abscheidung und Elektrokristallisation von Metallen (Springer Verl., Berlin, Göttingen, Heidelberg, 1954).

F. Lowenheim, Modern Electroplating (2nd Ed., Wiley, New York, 1963).

W. J. Mc Tegart, The Electrolytic and Chemical polishing of Metals (Pergamon, London, 1959).

G. Milazzo, Electrochemistry (Elsevier, Amsterdam, 1973).

T. M. Rodgers, Handbook of Practical Electroplating (McMillan, New York, 1959).
J. M. West, Electrodeposition and Corrosion Processes (Van Nostrand, Princeton, 1965).

4. Terre Rare

C. A. Hampel, Rare Metals Handbook (2nd Ed., Reinhold Publ. Corp., London, 1961).
F. H. Spedding and A. H. Daane, The Rare Hearths (J. Wiley & Sons, New York, London, 1961).

5. Determinazione del peso con diversi metodi d'indagine

H. L. Adair and E. H. Kobisk, Target Preparation and Thickness Measurement, Proc. 1975 NTDS 1-40 (★)
F. A. Hove, A Critical Survey of Methods for Determination of Film Thickness Applicable of Nuclear Targets, Proc. 1965, 123-7 (★)
P. Maier-Komor, A Rapid and Accurate Method for Measuring the Thickness of Extremely Thin Targets, Proc. 1976 INTDS 150-163 (★)
J. S. Merritt, Some Mass Measurements Problem, Proc. 1974 INTDS 86-94 (★)
H. Moret, Thickness Measurements and Mass Determination of Evaporated Layers, Proc. 1965 128-134 (★)
C. J. Robinson and M. A. Baker, A Simple and Inexpensive Method of Measuring Thin Film Thickness, Journ. Phys. E: Sci. Instr., 11, 625 (1978).
D. M. Thomson, The Alpha Ray Energy Loss Method of Target Thickness Measurement, Proc. 1975 INTDS 44-51 (★)
K. F. Wylie and G. R. Hagee, Routine Mass Thickness and Nonuniformity Determinations of Thin Films, Nucl. Instr. and Meth. 32, 201 (1965).

(★) vedi Bibliografia

V. Bibliografia

Verranno adottate le seguenti abbreviazioni:

- Proc. 1965 Proceedings of the Seminar on the Preparation and Standardisation of Isotopic Targets and Foils, Harwel, Atomic Energy Research Establishment (AERE-R 5097, 1965), Ed. by M. L. Smith.
- Proc. 1974 NTDS Nuclear Target Development Society, Proceedings of the 1974 Annual Conference held at Chalk River, Ontario, Canada.
- Proc. 1975 NTDA Fourth National International Conference of the Nuclear Target Development Society 1975, Argonne, Ill., Ed. by G. E. Thomas and F. J. Karasek.
- Proc. 1976 INTDS Fifth National Conference of the International Nuclear Target Development Society, Proceedings, Los Alamos, NM, 1976, Ed. by J. C. Gursky and J. G. Povelites.
- Proc. 1977 INTDS Proceedings of the Sixth Annual Conference of the International Nuclear Target Development Society, Lawrence Berkeley Laboratory, University of California 1977, Ed. by G. Steers.

Conferenze ed ulteriori informazioni cui si è fatto riferimento:

- Proc. 1971 Pubblicato in Nuclear Instruments & Methods, Vol. 102 (1972), Ed. by E. H. Kobisk.
- Proc. 1978 Pubblicato in Nuclear Instruments & Methods, Vol. 167 (1979), Ed. by H. J. Maier and P. Maier-Komor.
- INTDS Newsletter, Jan. 1979, Ed. by W. D. Riel.
- INTDS Newsletter, Jul. 1979, Ed. by G. E. Thomas.
- INTDS Newsletter, Feb. 1980, Ed. by J. van Audenhove.
- INTDS Newsletter, Aug. 1980, Ed. by J. van Audenhove.

- ADAIR 1975 H. L. Adair and E. H. Kobisk, Proc. 1975, NTDS, 1-40.
- ALFA 1979 Alfa Catalog 1979-80 (Ventron GMBH, Larlsruhe)
- ALLEN 1963 F. G. Allen and G. W. Gobelli, Rev. Sci. Instr. 34, 184 (1963).
- ANWAR CHAURI 1968 M. Anwar Chaudri, Nuclear Instr. Meth. 62, 316 (1968).
- ARCEL 1925 A. E. van Arcell and J. H. da Boer, Z. Anorg. Allg. Chem. 148, 345 (1925).
- ARNISON 1965 G. T. J. Arnison, Proc. 1965, 17-22.
- ARNISON 1966 G. T. J. Arnison and R. J. Gilmour, Nucl. Instr. Meth. 45, 178 (1966).
- ARNISON 1967 G. T. J. Arnison, Nucl. Instr. Meth. 45, 357 (1967).
- AUDENHOVE 1963 J. van Audenhove, H. L. Eschbach and H. Moret, Nucl. Instr. Meth. 24, 465 (1963).
- AUDENHOVE 1965 J. van Audenhove, Proc. 1965, 115-122.

- AUDENHOVE 1967 J. van Audenhove and J. Joyeux, Nucl. Instr. Meth. 57, 157 (1967)
- AUDENHOVE 1974 J. van Audenhove, V. Verdingh, H. Eschbach and P. de Bievre, Proc. 1974 NTDS, 119-150.
- AVIDA 1967 R. Avida and A. Mustachi, Nucl. Instr. Meth. 50, 351 (1967).
- BARNA 1972 A. Barna, P. B. Barna, J. F. Pcza and I. Pozsgai, Nucl. Instr. Meth. 102, 549 (1972).
- BAUMANN 1977 H. Baumann and H. L. Wirth, Proc. 1977 INTDS, 121-128.
- BAUMANN 1978 H. Baumann, B. Schdhrrer and H. Wirth, Jahresbericht. Max-Plank-Institut für Kernphysik, Heidelberg 1978, 51-52.
- BAUMANN 1979 H. Baumann and H. L. Wirth, Nucl. Instr. Meth. 167, 71 (1979).
- BELSER 1956 R. B. Belser and W. H. Hicklin, Rev. Sci. Instr. 27, 293 (1956).
- BENNINK 1976 A. H. Bennink, K. V. I. Groningen, Annual Report 1976.
- BENNINK 1977 A. H. Bennink, Nucl. Instr. Meth. 146, 591 (1977).
- BENNINK 1979A A. H. Bennink, T. W. Tiuntjer and J. B. Reynolds, INTDS Newsletter, Jul. 1979, 12.
- BENNINK 1979B A. H. Bennink, INTDS Newsletter, Jul. 1979, 13.
- BENNINK 1979C A. H. Bennink and T. W. Tuimtjer, INTDS Newsletter, Jul. 1979, 11.
- BENNINK 1980 A. H. Bennink, Comunicazione privata, Groningen 1980.
- BJØRNHOLM 1959 S. Bjørnholm, P. H. Dam, H. Nordby and N. O. Roy Poulsen, Nucl. Instr. Meth. 5, 196 (1959).
- BOHNHOFF 1980 B. Bohnhoff, Comunicazione privata, Köln 1980.
- BONETTI 1975 C. Bonetti, Proc. 1975 NTDS, 231-239.
- BOUCHARD 1974 C. A. Bouchard, Proc. 1974 NTDS, 74
- BURFORD 1965 F. A. Burford, J. H. Freeman and J. B. Reynolds, Proc. 1965, 66-77.
- CONDAS 1962 G. A. Condas, Rev. Sci. Instr. 33, 987 (1962).
- SCIHAS 1979 L. Csihas, Nucl. Instr. Meth. 167, 171 (1979).
- EDER 1976 E. Eder, H. U. Friebel, D. Friscke, R. Grossmann and H. J. Maier, Jahresbericht, Beschleunigerlaboratorium der Universität und der Techn. Universität Technologisches Labor. der LMU, München 1976, 178-184.
- ELLSWORTH 1977 C. E. Ellsworth, Proc. 1977 INTDS, 79-80.
- ERNE 1965 F. C. Erné, Proc. 1965, 30-32.
- ERSKINE 1963 J. R. Erskine and D. S. Gemell, Nucl. Instr. Meth. 24, 397 (1963).
- ESCHBACH 1972 H. L. Eschbach, Nucl. Instr. Meth. 102, 469 (1972).

- FISCHER 1954 H. Fischer, Elektrolytische Abscheidung und Elektrokristallisation von Metallen (Springer Verlag, 1954).
- FODOR 1960 G. Fodor and B. L. Cohen, Rev. Sci. Instr. 31, 73 (1960).
- FREER 1970 C. M. Freer, Nucl. Instr. Meth. 86, 311 (1970).
- FRIEBEL 1974 H. U. Friebel, D. Frischke, R. Grossmann and H. J. Maier, Jahresbericht Beschleunigerlaboratorium München 1974, 192-196.
- FRIEBEL 1975 H. U. Friebel, D. Frischke, R. Grossmann and H. J. Maier, Jahresbericht Beschleunigerlaboratorium München 1975, 184-190.
- FRIEBEL 1977 H. U. Friebel, D. Frischke, R. Grossmann and H. J. Maier, Proc. 1977 INTDS, 105-114.
- FRIEBEL 1977A H. U. Friebel, D. Frischke, R. Grossmann, H. J. Maier and E. Eder, Jahresbericht Beschleunigerlaboratorium München 1977, 146-151.
- FRISCHKE 1971 D. Frischke, H. J. Maier, A. Simbal and D. Proetel, Jahresbericht Beschleunigerlaboratorium München 1971, 92-94.
- FRISCHKE 1973 D. Frischke, R. Grossmann and H. J. Maier, Jahresbericht Beschleunigerlaboratorium München 1973, 161-165.
- GALLANT 1972 J. L. Gallant, Nucl. Instr. Meth. 102, 477 (1972).
- GALLANT 1974 J. L. Gallant, Proc. 1974 NTDS, 169.
- GALLANT 1975 J. L. Gallant, Proc. 1975 NTDS, 52-59.
- GALLANT 1976 J. L. Gallant, Proc. 1976 NTDS, 192.
- GALLANT 1977 J. L. Gallant and D. Yaraskavitch, Proc. 1977 INTDS, 141-147.
- GLOVER 1965 K. U. Glover and P. S. Robinson, Proc. 1965, 50-57.
- GORODETZKY 1965 S. Gorodetzky and R. S. Drouin, Proc. 1965, 77-85.
- GURSKY 1976 J. C. Gursky, Proc. 1976 INTDS, 198-200.
- GURSKY 1979 J. C. Gursky and J. A. òRourke, Nucl. Instr. Meth. 167, 145 (1979).
- HARCHOL 1966 M. Harchol, Nucl. Instr. Meth. 40, 158 (1966).
- HEAGNEY 1972 J. M. Heagney, Nucl. Instr. Meth. 102, 451 (1972).
- HEAGNEY 1975 J. M. Heagney and J. S. Heagney, Proc. 1975 NTDS, 41.
- HEAGNEY 1976 J. M. Heagney and J. S. Heagney, Proc. 1976 INTDS, 92-99.
- HEAGNEY 1977 J. M. Heagney and J. S. Heagney, Proc. 1977 INTDS, 35-36.
- HILL 1956 H. A. Hill, Rev. Sci. Instr. 27, 1086 (1956).
- HODDE 1980 H. Hodde, Comunicazione privata, Bonn 1980.
- HOLLAND 1961 L. Holland, Vacuum Deposition of Thin Films (Chapman & Hall, London, 1961).
- HOLLEMAN-WIBERG 1971 - A. F. Holleman and E. Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie (Gruyter & Co., Berlin, 1971), 80 Auflage.
- HULSTMAN 1974 L. Hulstman, R. D. Vis and J. Block, Nucl. Instr. Meth. 120, 537 (1974).

- IMBUSCH 1967 A. Imbusch, Rev. Sci. Instr. 38, 974 (1967).
- KARASEK 1965 F. J. Karasek, Proc. 1965, 111.
- KARASEK 1972 F. J. Karasek, Nucl. Instr. Meth. 102, 457 (1972).
- KARASEK 1979 F. J. Karasek, Nucl. Instr. Meth. 167, 165 (1979).
- KELLNER 1973 E. Kellner, P. Maier-Komor, and M. K. Nacke, Jahresbericht Beschleunigerlaboratorium München 1973, 160-161.
- KELLNER 1974 E. Kellner, P. Maier-Komor and M. K. Nacke, Jahresbericht Beschleunigerlaboratorium München 1974, 197-198.
- KELLNER 1977 E. Kellner and P. Maier-Komor, Proc. 1977 INTDS, 27-34.
- KOBISK 1965 E. H. Kobisk, Proc. 1965, 5-10.
- KOBISK 1965A E. H. Kobisk, Proc. 1965, 103-107.
- KU 1974 T. H. Ku and P. J. Karol, Nucl. Instr. Meth. 121, 537 (1974).
- KUEHN 1972 P. R. Kuehn, F. R. o'Donnell and E. H. Kobisk, Nucl. Instr. Meth. 102, 403 (1972).
- LANG 1976 G. Lang and H. L. Wirth, Jahresbericht MPI Heidelberg 1976, 43-44.
- LAUER 1963 K. F. Lauer and V. Verdingh, Nucl. Instr. Meth. 21, 161 (1963).
- MAIER 1979A H. J. Maier and K. Kutschera, Nucl. Instr. Meth. 167, 91 (1979).
- MAIER 1979B H. J. Maier, Nucl. Instr. Meth. 167, 167 (1979).
- MAIER-KOMOR 1974 P. Maier-Komor, Proc. 1974 NTDS, 70-73.
- MAIER-KOMOR 1975 P. Maier-Komor, Proc. 1975 NTDS, 207-220.
- MAIER-KOMOR 1979 P. Maier-Komor, Nucl. Instr. Meth. 167, 73 (1979).
- MARX 1979 D. Marx, F. Nickel and W. Thalheimer, Nucl. Instr. Meth. 167, 151 (1979).
- MAXMAN 1964 S. H. Maxman, Rev. Sci. Instr. 35, 1572 (1964).
- MAXMAN 1967 S. H. Maxman, Nucl. Instr. Meth. 50, 53 (1967).
- MECKBACH 1963 W. Meckbach, Rev. Sci. Instr. 34, 188 (1963).
- MEENS 1976 A. Méens, Proc. 1976 INTDS, 100-105.
- MEENS 1977 A. Méens, Proc. 1977 INTDS, 173-180.
- MEENS 1979A A. Méens, INTDS Newsletter, Jan. 1979, 14.
- MEENS 1979B A. Méens, Nucl. Instr. Meth. 167, 173 (1979).
- MEENS 1980 A. Méens, INTDS Newsletter, Feb. 1980, 11.
- MORGAN 1977 T. L. Morgan, Proc. 1977 INTDS, 139-140.
- MUGGLETON 1961 A. H. F. Muggleton and F. A. Howe, Nucl. Instr. Meth. 13, 211 (1961).
- MUGGLETON 1979 A. F. H. Muggleton, Journ. Phys. E: Sci. Instr. 12, 781 (1979).
- NICKEL 1979 F. Nickel, W. Hartmann and D. Marx, Nucl. Instr. Meth. 167, 175 (1979).

- PARKER 1960 W. C. Parker, M. de Croes and K. Sevier, Nucl. Instr. Meth. 7, 22 (1960).
- PARKER 1965A W. C. Parker and W. Gullholmer, Proc. 1965, 48-49.
- PARKER 1965B W. C. Parker and H. Slätis Siegbahn, Alpha-Beta and Gamma Ray Spectroscopy (North-Holland, 1965), Vol. 1, 379-407.
- PARKER 1967 R. H. Parker and R. F. Frazer, Nucl. Instr. Meth. 53, 330(1967).
- PECK 1979 A. A. Pack, INTDS Newsletter, Jul. 1979, 16.
- PENG 1979 Y. K. Peng, INTDS Newsletter, Jan. 1979, 16.
- PFEIFFER 1980 J. Pfeiffer, Comunicazione privata, Jülich 1980.
- RAMSAY 1974 D. Ramsay, Proc. 1974 INTDS, 151-158.
- REYNOLDS 1965A J. B. Reynolds and D. Borehan, Proc. 1965, 11-16.
- REYNOLDS 1965B J. B. Reynolds, Proc. 1965, 108-110.
- REYNOLDS 1975 J. B. Reynolds and T. Morgan, Proc. 1975 INTDS, 100.
- REYNOLDS 1979 J. B. Reynolds, INTDS Newsletter, Jan. 1979, 15.
- RICHAUD 1979 J. R. Richaud, Nucl. Instr. Meth. 167, 97 (1979).
- RIEL 1974 W. D. Riel, Proc. 1974 INTDS, 167.
- RIEL 1977 W. D. Riel, Proc. 1977 INTDS, 101-104.
- RIEL 1979 W. D. Riel, Nucl. Instr. Meth. 167, 179 (1979).
- ROSE 1965 A. Rose, Nucl. Instr. Meth. 35, 165 (1965).
- SAETTEL 1977 M. A. Saettel, Proc. 1977 INTDS, 129-137.
- SAETTEL 1979 M. A. Saettel, INTDS Newsletter, Jul. 1979, 4.
- SAFFORD 1956 G. J. Safford, Rev. Sci. Instr. 27, 972 (1956).
- SAPIR 1979 L. Sapir, Nucl. Instr. Meth. 167, 161 (1979).
- SAUER 1965 J. M. Sauer, Rev. Sci. Instr. 36, 1374 (1965).
- SCAIFE 1975 W. A. Scaife, P. R. Hanley and K. H. Purser, Proc. 1975 INTDS, 75-99.
- SLETTEN 1972 G. Sletten and P. Knudson, Nucl. Instr. Meth. 102, 459 (1972).
- SLETTEN 1974 G. Sletten, Proc. 1974 INTDS, 47-58.
- SLOAN 1974 Sloan Notebook (Sloan Technology Corp., 535 E. Montecito St., Santa Barbara, Ca 93103, USA).
- STINSON 1974 J. D. Stinson, Proc. 1974 INTDS, 100-104.
- SUZUKY 1970 T. Suzuki, S. Baba, H. Umezawa and H. Amano, Nucl. Instr. Meth. 87, 311 (1970).
- SZALAY 1967 A. Szalay and E. Somorjai, Nucl. Instr. Meth. 49, 355 (1967).
- TAKAYANAGI 1966 S. Takayanagi, M. Katsuba, K. Katori and R. Chiba, Nucl. Instr. Meth. 45, 345 (1966).
- THOMAS 1975 G. E. Thomas, Proc. 1975 INTDS, 255-267.
- THOMAS 1976 G. E. Thomas and P. J. Dusza, Proc. 1976 INTDS, 164-173.

TREHAN 1963	P. N. Trehan, Nucl. Instr. Meth. <u>27</u> , 471 (1963).
VERDINGH 1964	V. Verdingh and K. F. Lauer, Nucl. Instr. Meth. <u>31</u> , 355 (1964).
VERDINGH 1965	V. Verdingh, Proc. 1965, 58-65.
VERDINGH 1972	V. Verdingh, Nucl. Instr. Meth. <u>102</u> , 497 (1972).
WESTGAARD 1966	L. Westgaard and S. Bjørnholm, Nucl. Instr. Meth. <u>42</u> , 77 (1966).
WIRTH 1968	H. Wirth and G. Lang, Jahresbericht MPI Heidelberg 1968, 109.
WIRTH 1969	H. Wirth and G. Lang, Jahresbericht MPI Heidelberg 1969, 106.
WIRTH 1980	Comunicazione privata, Heidelberg 1980.
WOODBURN 1973	E. H. Woodburn, S. Kundu and W. Del Bianco, Nucl. Instr. Meth. <u>111</u> , 611 (1973).
YAFFE 1962	L. Yaffe, Annual Rev. Nucl. Sci. <u>12</u> , 153 (1962).
ZELL 1980A	K. O. Zell, A. Dewald and A. Geuer, INTDS Newsletter, Feb. 1980, 12-13.
ZELL 1980B	K. O. Zell, Comunicazione privata, Köln 1980.

Vorrei ringraziare il Prof. Dr. P. von Brentano per scelta del tema e il costante interesse a questo lavoro. Un grazie va anche al Dr. K. O. Zell per le fruttuose discussioni e numerosi consigli.

Un grazie particolare alla Signora E. Kroppen per la preparazione delle figure, la Signora K. Monke e il Signor R. Richter per la battitura e per aiuti particolari.