



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
G01T 1/02 (2021.02)

(21)(22) Заявка: 2020128833, 01.09.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.09.2020

Дата регистрации:
21.05.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 01.09.2020

(45) Опубликовано: 21.05.2021 Бюл. № 15

Адрес для переписки:

620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106,
Чайковский Станислав Анатольевич

(72) Автор(ы):

Лукьяшин Константин Егорович (RU),
Ищенко Алексей Владимирович (RU),
Чепусов Александр Сергеевич (RU),
Осипов Владимир Васильевич (RU),
Шитов Владислав Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт электрофизики
Уральского отделения Российской академии
наук (RU),
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования «Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина» (RU)

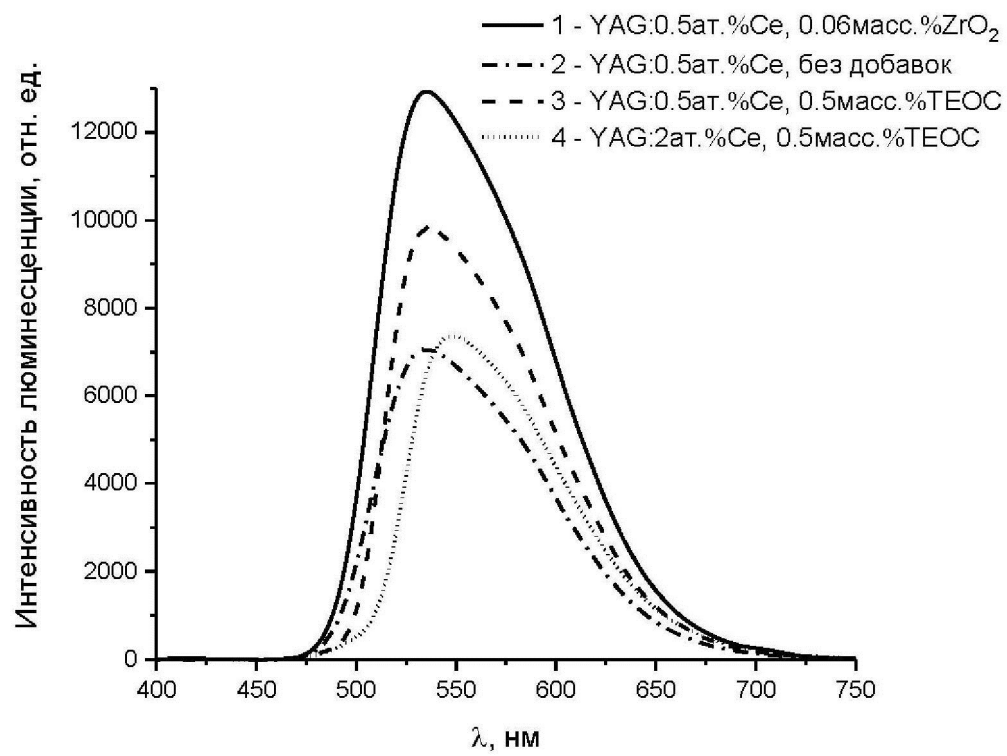
(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: V.V. Osipov, A.V. Ishchenko et. al.
"Fabrication, optical and scintillation properties
of transparent YAG:Ce ceramics". Optical
Materials, 2017, v. 71, pp. 98-102. US 9952491 B2,
24.04.2018. US 2018306933 A1, 25.10.2018. RU
2622124 C2, 13.06.2017.

(54) СОСТАВ И СПОСОБ СИНТЕЗА СЦИНТИЛЛЯЦИОННОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ НАНОПОРОШКА

(57) Реферат:

Группа изобретений относится к области сцинтилляционной техники, применяемой для регистрации ионизирующих излучений. Состав сцинтилляционной керамики на основе алюмоиттриевого граната, активированного ионами церия ($\text{Ce}^{3+}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$), изготовленной из смеси нанопорошков оксида иттрия, допированного ионами церия ($\text{Ce}:\text{Y}_2\text{O}_3$), оксида алюминия (Al_2O_3) и оксида иттрия (Y_2O_3), при

необходимости добавления последнего с целью сохранения стехиометрии, и содержащей спекающую добавку, при этом в качестве спекающей добавки содержит цирконий (Zr) в виде оксида циркония ZrO_2 с содержанием 0,05-0,15 мас.%. Технический результат – повышение быстродействия керамического сцинтиллятора без снижения интенсивности свечения. 2 н.п. ф-лы, 1 табл., 2 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
G01T 1/202 (2021.02)

(21)(22) Application: **2020128833, 01.09.2020**

(24) Effective date for property rights:
01.09.2020

Registration date:
21.05.2021

Priority:

(22) Date of filing: **01.09.2020**

(45) Date of publication: **21.05.2021** Bull. № 15

Mail address:

**620016, g. Ekaterinburg, ul. Amundsena, 106,
Chajkovskij Stanislav Anatolevich**

(72) Inventor(s):

**Lukiashin Konstantin Egorovich (RU),
Ishchenko Aleksei Vladimirovich (RU),
Chepusov Aleksandr Sergeevich (RU),
Osipov Vladimir Vasilevich (RU),
Shitov Vladislav Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Institute of Electrophysics of the Ural Branch
of the Russian Academy of Sciences (RU),
Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Professional Education
«Ural Federal University named after the first
President of Russia B.N.Yeltsin» (RU)**

(54) **COMPOSITION AND METHOD FOR SYNTHESIS OF SCINTHILLATION CERAMICS BASED ON NANOPOWDER**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: group of inventions relates to the field of scintillation technology used to register ionizing radiation. Disclosed is the composition of scintillation ceramics based on yttrium alumina garnet doped with cerium ions ($\text{Ce}^{3+}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) made of a mixture of nanopowders of yttrium oxide doped with cerium ions ($\text{Ce}:\text{Y}_2\text{O}_3$), aluminum oxide (Al_2O_3), and yttrium oxide

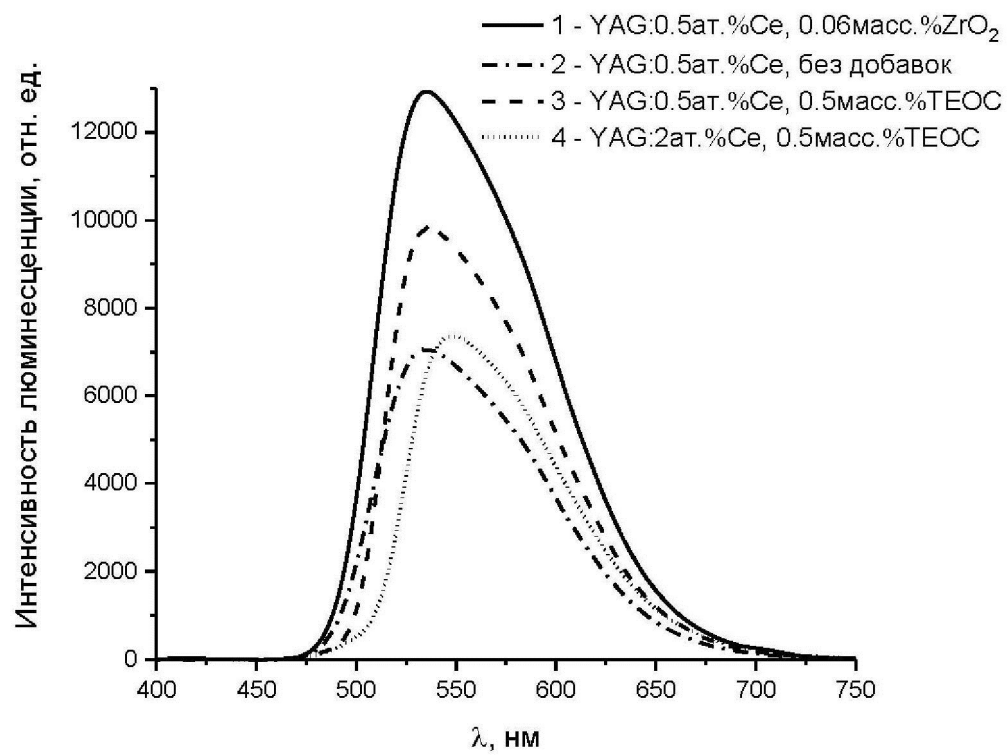
(Y_2O_3). Yttrium oxide is added to maintain stoichiometry, if necessary. The composition contains a sintering additive. Zirconium (Zr) is used as a sintering additive in the form of zirconium oxide ZrO_2 with the content of 0.05-0.15 wt. %.

EFFECT: increased speed of the ceramic scintillator without reducing the glow intensity.

2 cl, 2 dwg, 1 tbl

1 C 1
2 7 4 8 2 7 4
R U

R U
2 7 4 8 2 7 4
C 1



Фиг. 1

Изобретение относится к области сцинтилляционной техники, применяемой для регистрации ионизирующих излучений. В частности, изобретение предназначено для создания преобразующих рентгеновское излучение в видимый свет люминесцирующих экранов, используемых в медицине, дефектоскопии, регистрации быстропротекающих процессов в ядерной физике и физике высоких энергий, дозиметрии рентгеновского и корпускулярного излучения.

Состав сцинтилляционной керамики

Известны керамические материалы со структурой граната, активированные церием, широко используемые в качестве сцинтилляторов. Так в работе [1] показаны следующие материалы: $\text{Y}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$, $\text{Gd}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ и $\text{Lu}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}$ с содержанием в них 0,8 ат. % Се. Быстродействие данных сцинтилляторов составляет 35-43 нс при максимальном световыходе 13700 фотон/МэВ (Се:YAGG), 15500 фотон/МэВ (Се:GAGG) и 18700 фотон/МэВ (Се:LuAGG). Данные составы сложны в синтезе и требуют введения спекающей добавки в виде тетраэтилортосиликата (ТЭОС) в количестве 0,8-1,2 вес. % и дисперсанта в количестве 0,8-1,5 вес. %. Стоит отметить, что использование спекающей добавки ТЭОС приводит к снижению интенсивности свечения и ухудшению временных характеристик для сцинтилляционной керамики.

Наиболее близким к заявляемому составу сцинтилляционной керамики (прототипом) является сцинтиллятор на основе алюмоиттриевого граната активированного 1, 3 и 5 ат. % ионами церия и с добавкой 0,14 мас. % оксида кремния в качестве спекающей добавки [2]. Световой выход сцинтилляторов составил 20800, 18980 и 17940 фотон/МэВ для керамик с содержанием церия 1, 3 и 5 ат. %, соответственно. Однако данный сцинтиллятор уступает NaI(Tl) в световыходе – 0,32, 0,29 и 0,27 отн.ед. для керамик с содержанием церия 1, 3 и 5 ат. %, соответственно. При этом высокая концентрация церия приводит к снижению интенсивности свечения. Нужно заметить, что сцинтиллятор NaI(Tl) обладает одним из самых высоких значений световыхода, являясь эталоном, но в то же время он обладает рядом недостатков, среди них: сравнительно большое время высвечивания, гигроскопичность, хрупкость, недолговечность, которые ограничивают сферы его применения.

Технической задачей представляемого изобретения является повышение быстродействия керамического сцинтиллятора без снижения интенсивности свечения.

Решение поставленной задачи заключается в том, что предлагаемая сцинтилляционная керамика на основе алюмоиттриевого граната, активированного ионами церия ($\text{Ce}^{3+}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$), изготавливается на основе нанопорошков и дополнительно содержит примесь циркония (Zr), вводимую в виде оксида циркония при его синтезе. При этом сцинтиллятор имеет стехиометрический состав $(\text{Y}+\text{Ce}+\text{Zr}):\text{Al}=3:5$. Сцинтилляционную керамику изготавливали из смеси нанопорошков следующего состава: оксид иттрия, легированный ионами церия, и оксид алюминия ($\text{Ce}:\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$) – 99,95-99,85 мас. %, оксид циркония (ZrO_2) – 0,05-0,15 мас. %. Содержание ионов церия может варьироваться (0,001 – 20 ат. %) в зависимости от желаемых характеристик, которые требуется получить в сцинтилляторе.

Введение примеси циркония в алюмоиттриевый гранат, активированный церием, уменьшает постоянную времени затухания люминесценции и увеличивает интенсивность свечения.

Способ синтеза сцинтилляционной керамики

Аналогом способа синтеза керамического алюмоиттриевого граната (ИАГ) является работа Ikesue A. [3], в которой методом твердофазного синтеза получается ИАГ. В

качестве исходного сырья использовали нанопорошки оксида иттрия и оксида алюминия с содержанием примесей в них менее 100 масс. ppm, полученные методом осаждения и пиролиза соответствующих химических соединений. Для синтеза ИАГ порошки смешивали в стехиометрической пропорции. Итоговую смесь перемешивали в среде этилового спирта в течение 12 часов с использованием шариков из оксида алюминия. Предварительно в смесь добавляли спекающую добавку ТЭОС в количестве 0,5 мас.%, которая соответствует 0,14 мас.% оксида кремния (SiO_2) после термической обработки смеси в процессе синтеза. Далее смесь высушивали, и порошок прессовали в диски изостатическим давлением 140 МПа. Компакты спекали в вакууме ($1,3 \times 10^3$ Па) при температурах от 1600 до 1850°C. Наилучшие образцы синтезированы при 1800°C.

Предлагаемый способ синтеза отличается от аналога тем, что:

1. Для синтеза используют нанопорошок с узким распределением наночастиц по размерам (10-15 нм).
2. Нанопорошок получают методом лазерной абляции мишени.
3. В качестве спекающей добавки используют оксид циркония.
4. Оксид циркония используют в виде нанопорошка со средним размером частиц 10-15 нм.

5. Навеска нанопорошков (оксид алюминия, оксид иттрия, оксид иттрия активированного церием, оксид циркония) в стехиометрии алюмоиттриевого граната с соотношением $(\text{Y}+\text{Ce}+\text{Zr}):\text{Al}=3:5$ осуществляют в муфельной атмосферной печи при температуре 600°C.

6. Давление прессования составляет 200 МПа.

7. Наилучшие образцы синтезированы при температуре спекания 1600°C.

Прототипом изобретения является патент US №9952491 авторов Ikesue A. и Endo T. [4], в котором для синтеза берутся порошки исходного материала, состоящие из порошка Y_2O_3 , порошка Al_2O_3 и порошка CeO_2 . Порошки перемешиваются в среде этанола (этилового спирта) с использованием шаровой мельницы. В качестве спекающей добавки применяют вещество, содержащее атомы кремния (Si). Кроме того, в качестве вспомогательного вещества для спекания могут быть использованы SiO_2 , CaO и MgO , ТЭОС (тетраэтилортосиликат). Затем из полученной суспензии удаляют этанол, и порошок исходного материала сушат. Высушенный порошок просеивают для удаления крупных частиц. При этом получают порошок исходного материала, состоящий из вторичных частиц, имеющих размер от нескольких микрометров до нескольких сотен микрометров, включая первичные частицы Y_2O_3 , Al_2O_3 и CeO_2 , имеющие размер от нескольких десятков нанометров до нескольких сотен нанометров. После этого дополнительно добавляют соответствующее количество порошка Y_2O_3 , имеющего относительно большой размер частиц от нескольких микрометров до нескольких десятков микрометров.

Далее порошок исходного материала сжимают и формируют, а затем обжигают. Спекание может проводиться в различных средах: в атмосфере кислорода в обычной печи для спекания, в вакууме, в нейтральной атмосфере, такой как азот, или в восстановительной атмосфере, такой как водород. Температура спекания - 1500-1750°C. Кроме того, можно использовать способ спекания горячим прессом или способ спекания горячим изостатическим прессованием. После спекания проводят отжиг в атмосфере кислорода при температурах 1000- 1400°C

Предлагаемый в заявке способ синтеза отличается тем, что:

1. Для синтеза используют нанопорошок с узким распределением наночастиц по

размерам (10-15 нм).

2. Для синтеза используют нанопорошки оксида иттрия допированного ионами церия ($\text{Ce:Y}_2\text{O}_3$), оксид алюминия (Al_2O_3) и оксида иттрия (Y_2O_3) при необходимости с целью сохранения стехиометрии.

3. Нанопорошки получают методом лазерной абляции мишени.

4. Ионы церия (Ce^{3+}) уже встроены в решётку оксида иттрия.

5. В качестве спекающей добавки используют оксид циркония (ZrO_2).

6. В качестве спекающей добавки не используют оксид кремния и ТЭОС.

7. Оксид циркония (ZrO_2) используют в виде нанопорошка со средним размером частиц 10-15 нм.

8. Навеску нанопорошков (оксид алюминия, оксид иттрия, оксид иттрия активированного церием, оксид циркония) в стехиометрии алюмоиттриевого граната с соотношением $(\text{Y}+\text{Ce}+\text{Zr}):\text{Al}=3:5$ осуществляют в муфельной атмосферной печи при температуре 600°C.

9. Не используют методы спекания горячим прессом или метод спекания горячим изостатическим прессованием.

Предлагаемый способ синтеза позволяет избежать применения дорогостоящего и сложного оборудования, как в методах с применением горячего изостатического прессования [5], снизить температуру спекания с 1750°C до 1600-1700°C, упростить процедуру смешивания порошков и избежать проведения промежуточных физико-химических анализов. Не используется спекающая добавка ТЭОС, которая приводит к снижению интенсивности свечения и уменьшению быстродействия для сцинтилляционной керамики, что показано в данной заявке. Представленные отличия, несомненно, являются достоинствами, упрощающими и удешевляющими процесс изготовления керамики и улучшающими его характеристики.

Общее описание представленного способа синтеза сцинтилляционной керамики

Сцинтилляционная керамика синтезируется из смеси нанопорошков оксида алюминия и оксида иттрия, активированного церием, методом твердофазного реакционного спекания.

Для получения высокопрозрачной, беспористой сцинтилляционной керамики необходимо использовать наноразмерный порошок оксида алюминия (Al_2O_3), оксида иттрия (Y_2O_3) и оксида иттрия с содержанием Ce 0,001 – 20 ат.%. Концентрация церия обусловлена целесообразностью: менее 0,001 не имеет смысла, т.к. интенсивность свечения приближается к нулю, а более – также приводит к снижению интенсивности свечения из-за эффекта концентрационного тушения люминесценции. Нанопорошки приготавливают из доступного на рынке высокочистого (не менее 99,99%)

коммерческого сырья (оксид иттрия, оксид алюминия, оксид церия) методом лазерной абляции мишени [6]. Этот метод заключается в испарении твёрдой мишени излучением импульсно-периодического CO_2 -лазера и конденсации паров в потоке несущего газа.

Особенностью метода является возможность синтеза сложных по составу наноразмерных материалов (диаметр частиц 10–15 нм). В частности, для синтеза нанопорошков оксида иттрия, активированного церием $\text{Ce}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$, проведено сухое смешивание оксидов иттрия и церия в необходимой пропорции, и во время испарения соответствующей мишени ионы иттрия замещаются ионами церия в кристаллической решётке оксида.

Порошки синтезировали в метастабильных фазах, и для их перевода в основные

фазы осуществляли атмосферный отжиг в муфельных электропечах с карбидкремневыми нагревателями при температуре 1200 и 900°C в течение 3 часов для нанопорошков Al_2O_3 и Y_2O_3 , 1 ат. % $\text{Ce}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ соответственно. Далее порошки подвергали седиментации в среде изопропилового спирта для удаления крупных частиц и осколков мишени. После седиментации порошки выпаривали в ротационном вакуумном испарителе.

Для синтеза $\text{Ce}:\text{YAG}$ с необходимой концентрацией церия использовали нанопорошки Al_2O_3 , Y_2O_3 , 0,001 – 20 ат. % $\text{Ce}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ в необходимой стехиометрической пропорции ($\text{Y}:\text{Al}=3:5$). Поочерёдно осуществляли навеску необходимых нанопорошков в муфельной атмосферной печи при температуре 600°C.

Малая концентрация церия может достигаться смешиванием чистого беспримесного оксида иттрия с оксидом иттрия активированного определённым количеством церия. Например, концентрация церия 0,5 ат. % в керамике достигалась путём смешивания чистого нанопорошка оксида иттрия и нанопорошка оксида иттрия с 1 ат. % церия в пропорции 1:1 во время приготовления смеси порошков в стехиометрии YAG (во время навески).

Смешивание нанопорошков проводили на шаровой мельнице с наклонной осью в пластиковой ёмкости в среде этилового спирта в течение 48 часов. Состав и диаметр керамических шаров: YSZ (оксид циркония, стабилизированный иттрием), 10 мм. Массовое соотношение порошок : шары : спирт составляло 1 : 4 : 8. Далее смесь выпаривали в ротационном вакуумном испарителе, затем осуществляли её атмосферный отжиг при температуре 600°C в течение 3 часов для удаления остатков спирта.

Компактирование нанопорошков в цилиндры диаметром 14 и толщиной около 2,4 мм осуществляли методом одноосного статического прессования давлением 200 МПа в металлической пресс-форме до плотности 40–50% от теоретической плотности YAG ($4,55 \text{ г/см}^3$) либо методом холодного изостатического прессования при давлении 200 МПа в герметичной латексной оболочке; предварительно порошок формовали методом одноосного статического прессования в металлической пресс-форме давлением 16 МПа.

Перевод скомпактированной смеси нанопорошков в структуру граната осуществляли методом реакционного твердофазного синтеза во время спекания. Спекание компактов проводили в вакуумной печи при температуре 1600 – 1700°C и остаточном давлении 10^{-5} – 10^{-6} мбар с выдержкой 20 часов. Скорость нагрева варьируется в диапазоне 0,7–5°/мин, скорость охлаждения – 20°/мин. Компакты в печи располагали горизонтально на вольфрамовых подложках.

После вакуумного спекания образцы имели черный цвет из-за дефицита кислорода в структуре. Для восполнения дефицита образцы отжигали в воздушной атмосфере при температуре 1300°C в течение 5–15 часов.

Далее полученные образцы сцинтилляционной керамики шлифовали и полировали с использованием полировального круга и алмазных паст (при чистовой полировке использовали пасту АСМ 1/0) по отработанной технологии. Контроль качества поверхности осуществляли с применением оптического микроскопа.

Изготовлено несколько десятков образцов сцинтилляционной керамики с содержанием Ce 0,001 – 20 ат. %, оксида циркония (ZrO_2) – 0,05–0,15 мас. %. В качестве примеров приведены образцы со схожими параметрами для более показательного сравнения.

Пример 1.

Получение сцинтилляционной керамики состава 0,5 ат.%Ce:YAG с добавкой 0,06 мас.% нанопорошка (10-15 нм) оксида циркония (ZrO_2).

Приготовление керамики описано выше (раздел «Общее описание представленного способа синтеза сцинтилляционной керамики») за исключением добавления спекающей добавки оксида циркония в виде нанопорошка во время навески порошков в печи, которая составила 0,06 мас.%. При этом строго соблюдается стехиометрическое соотношение $(Y+Ce+Zr:Al)=3:5$. Температура спекания составила 1600 °C/20 часов.

Навеска порошков составила (г):

Оксид циркония – 0,003.

Оксид иттрия – 1,425.

Оксид иттрия с церием – 1,4252.

Оксид алюминия – 2,1442.

Суммарная масса – 4,9974.

Характеристики сцинтилляционной керамики следующие: относительный световыход – 1,0 отн. ед. (Фиг.1, кривая 1), постоянная времени затухания (Фиг.2, кривая 1): быстрая компонента 58 нс, медленная компонента – 331 нс (интенсивность менее 0,01 отн. ед.).

Пример 2.

Получение сцинтилляционной керамики состава 0,5 ат.%Ce:YAG без добавок.

Приготовление керамики аналогично Примеру 1 за исключением отсутствия добавки оксида циркония. Температура спекания составила 1600°C/20 часов.

Навеска порошков составила (г):

Оксид иттрия – 1,4448.

Оксид иттрия с церием – 1,4354.

Оксид алюминия – 2,1626.

Суммарная масса – 5,0428.

Характеристики сцинтилляционной керамики следующие: относительный световыход – 0,54 отн. ед. (Фиг.1, кривая 2); постоянная времени затухания (Фиг.2, кривая 2): быстрая компонента 80 нс, медленная компонента 782 нс (интенсивность 0,01 отн. ед.).

Пример 3.

Получение сцинтилляционной керамики состава 0,5 ат.%Ce:YAG с добавкой 0,5 мас.% ТЭОС (0,14 мас.% SiO_2).

Приготовление керамики описано выше (раздел «Общее описание представленного способа синтеза сцинтилляционной керамики») с дополнительным введением добавки оксида кремния в виде ТЕОСа (0,5 мас.%), которую добавляли в замес во время смешивания порошков в этиловом спирте за 4 часа до выпаривания. Также при приготовлении керамики использовали просеивание замеса через сито 200 меш после его выпаривания и отжига, и дополнительный отжиг 600°C/3 часа. Температура спекания составила 1700°C/20 часов.

Навеска порошков составила (г):

Оксид иттрия – 1,7417 г.

Оксид иттрия с церием – 1,7385 г.

Оксид алюминия – 2,6127 г.

Суммарная масса – 6,0929 г.

Характеристики сцинтилляционной керамики следующие: относительный световыход – 0,85 отн. ед. (Фиг.1, кривая 3); постоянная времени затухания (Фиг.2, кривая 3): быстрая компонента 114 нс, медленная компонента 1400 нс (интенсивность 0,1 отн. ед.).

Пример 4.

Получение сцинтилляционной керамики состава 2 ат.%Ce:YAG с добавкой 0,5 мас.% ТЭОС (что соответствует 0,14 мас.% SiO₂).

Приготовление керамики аналогично Примеру 3 за исключением содержания церия – 2 ат.%. Температура спекания составила 1700°C/20 часов.

Навеска порошков составила (г):

Оксид иттрия – 1,7468.

Оксид иттрия с церием – 1,7468.

Оксид алюминия – 2,6036.

Суммарная масса – 6,0972.

Характеристики сцинтилляционной керамики следующие: относительный световыход – 0,60 отн. ед. (Фиг.1, кривая 4); постоянная времени затухания (Фиг.2, кривая 4): быстрая компонента 80 нс, медленная компонента 1400 нс (интенсивность 0,05 отн. ед.).

На Фиг.1 представлены спектры импульсной катодолюминесценции (ИКЛ) образцов примеров 1-4 с составами YAG: 0,5 ат.% Ce, 0,06 мас.% ZrO₂; YAG: 0,5 ат.% Ce; YAG: 0,5 ат.% Ce, 0,5 мас.% ТЭОС; YAG: 2 ат.% Ce, 0,5 мас.% ТЭОС, соответственно. На Фиг.2 представлены кривые затухания ИКЛ образцов примеров 1-4 с составами YAG: 0,5 ат.% Ce, 0,06 мас.% ZrO₂; YAG: 0,5 ат.% Ce; YAG: 0,5 ат.% Ce, 0,5 мас.% ТЭОС; YAG: 2 ат.% Ce, 0,5 мас.% ТЭОС соответственно. Можно наблюдать, что наилучшие показатели по интенсивности и по быстродействию – у образца с добавкой оксида циркония (образец примера № 1). Добавка ТЭОС в керамику приводит к ухудшению обоих показателей (образец примеров №№3 и 4). При этом быстродействие сцинтиллятора без каких-либо добавок (пример №2) выше (Фиг.2, кривая 2), чем у образцов с добавкой ТЭОС. При введении ТЭОС (0,5 мас.%) интенсивность свечения снижается. При дальнейшем увеличении концентрации церия до 2 ат.% интенсивность снижается ещё больше (Фиг.1, кривая 4) и становится соизмеримой с интенсивностью свечения образца без спекающих добавок №2 (Фиг.1, кривая 2).

Для наглядности и удобства сравнения всех вышеперечисленных величин они приведены в Таблице №1.

Таблица №1

Параметр	Пример 1	Пример 2	Пример 3	Пример 4
Интенсивность свечения, отн.ед.	1	0,54	0,85	0,6
Постоянная времени затухания: быстрая компонента, нс	58	80	114	80
Постоянная времени затухания: медленная компонента, нс	331	782	1400	1400

Сравнив сцинтилляционные характеристики синтезированных образцов керамики, можно прийти к заключению, что спекающая добавка ТЭОС приводит к ухудшению основных характеристик сцинтиллятора (интенсивность свечения и постоянной времени затухания), в то время как добавка оксида циркония приводит к заметному улучшению данных характеристик (постоянная времени затухания быстрой компоненты уменьшается с 80 до 58 нс, а интенсивность медленной компоненты снижается на два порядка по сравнению с образцом с добавкой ТЭОС).

Литература

1. M. Mori, J. Xu, G. Okada et. al. «Comparative study of optical and scintillation properties of Ce:YAGG, Ce:GAGG and Ce:LuAGG transparent ceramics» // Journal of the Ceramic Society of Japan, 2016, v.124, №5, pp. 569-573.

2. V.V. Osipov, A.V. Ishchenko, V.A. Shitov, R.N. Maksimov, K.E. Lukyashin et. al. «Fabrication, optical and scintillation properties of transparent YAG:Ce ceramics» // Optical Materials, 2017, v. 71, pp. 98-102.

3. A. Ikesue, I. Furusato and K. Kamata. «Fabrication of Polycrystal line, Transparent YAG Ceramics by a Solid-State Reaction Method» // Journal of the American Ceramic Society, 1995, v.78, №1, pp 225–228.

4. Phosphor, wavelength conversion element, light source device, and projector; патент: US 09952491/ SEIKO EPSON CORPORATION, - заявка 15363709, дата подачи заявки 29.11.2016

5. A. Ikesue, Y. Aung. «Synthesis of Yb:YAG Ceramics Without Sintering Additives and their Performance» // Journal of the American Ceramic Society, 2016, v.100, №1, pp.26-30.

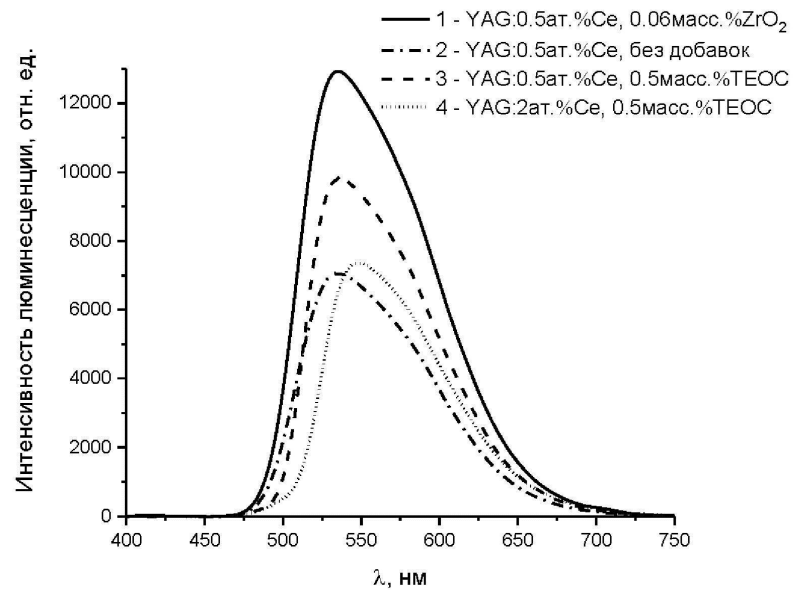
6. V.V. Osipov, Yu.A. Kotov et al. «Laser synthesis of nanopowders» // Las. Phys., 2006, v. 16, pp.116-125.

(57) Формула изобретения

1. Состав сцинтилляционной керамики на основе алюмоиттриевого граната, активированного ионами церия ($\text{Ce}^{3+}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$), изготовленной из смеси нанопорошков оксида иттрия, допированного ионами церия ($\text{Ce}:\text{Y}_2\text{O}_3$), оксида алюминия (Al_2O_3) и оксида иттрия (Y_2O_3), при необходимости добавления последнего с целью сохранения стехиометрии, и содержащей спекающую добавку, отличающийся тем, что в качестве спекающей добавки содержит цирконий (Zr) в виде оксида циркония ZrO_2 с содержанием 0,05-0,15 мас. %.

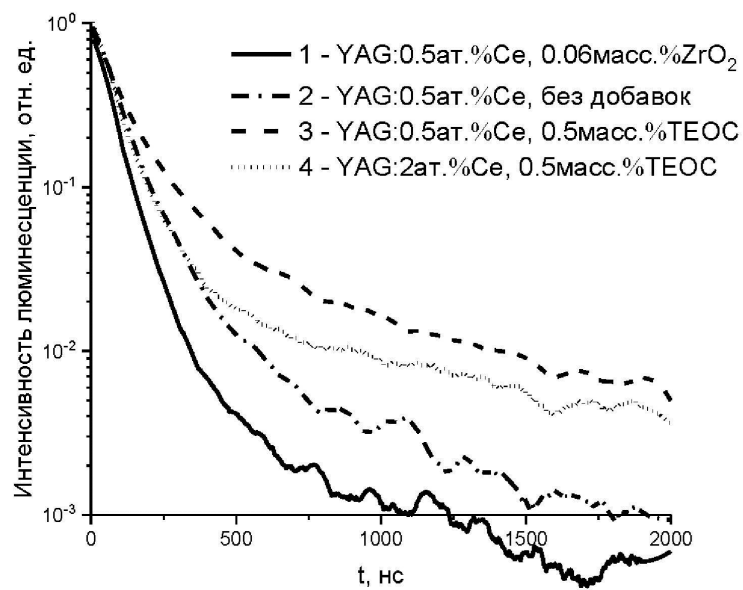
2. Способ синтеза сцинтилляционной керамики на основе алюмоиттриевого граната, активированного ионами церия ($\text{Ce}^{3+}:\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$), изготовленной из смеси порошков оксида иттрия, допированного ионами церия ($\text{Ce}:\text{Y}_2\text{O}_3$), оксида алюминия (Al_2O_3) и оксида иттрия (Y_2O_3), при необходимости добавления последнего с целью сохранения стехиометрии, включающий перемешивание в среде этанола, добавление спекающей добавки, удаление этанола просушкой, компактирование и спекание, отличающийся тем, что используют оксиды алюминия, иттрия и оксид иттрия, допированного ионами церия, в виде нанопорошков со средним размером 10-15 нм, полученных методом лазерной абляции, при этом допирование оксида иттрия ионами церия происходит на стадии получения нанопорошков, в качестве спекающей добавки используют оксид циркония (ZrO_2) в виде нанопорошка со средним размером частиц 10-15 нм, навеску порошков производят в муфельной печи при температуре 600°C.

1



Фиг. 1

2



Фиг. 2