



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2008113499/28, 07.04.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
07.04.2008

(45) Опубликовано: 10.07.2009 Бюл. № 19

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **ЧЕРЕПАНОВ А.Н., ИВАНОВ В.Ю.,**
КОРОЛЕВА Т.С., ШУЛЬГИН Б.В.
«ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ ОБЪЕМНЫХ,
ВОЛОКОННЫХ И НАНОРАЗМЕРНЫХ
КРИСТАЛЛОВ LiF И NaF».
ЕКАТЕРИНБУРГ, ФЕДЕРАЛЬНОЕ
АГЕНСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ ГОУ
ВПО «УРАЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ - УПИ», 2006, С.53-60. RU
2066464 C1, 10.09.1996. GB 1348102 A,
13.03.1974. RU 2297648 C1, 20.04.2007.

Адрес для переписки:
620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
ГОУ ВПО "УГТУ-УПИ", центр
интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Жукова Лия Васильевна (RU),
Черепанов Александр Николаевич (RU),
Примеров Николай Витальевич (RU),
Корсаков Александр Сергеевич (RU),
Шульгин Борис Владимирович (RU),
Чазов Андрей Игоревич (RU),
Жуков Владислав Васильевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное общеобразовательное
учреждение высшего профессионального
образования "Уральский государственный
технический университет-УПИ" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВОЛОКОННЫХ СЦИНТИЛЛЯТОРОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к
сцинтилляционным материалам, конкретно к
волоконным сцинтилляторам,
предназначенным для измерения
ионизирующих излучений. Способ получения
волоконных сцинтилляторов, включающий
разогрев материала сцинтиллятора с
последующим формированием структуры
волокна, характеризующийся тем, что разогрев
материала сцинтиллятора осуществляют при
температуре 170-180°C, давлении 120-140
кг/см², при этом формирование волокна
проводят методом экструзии со скоростью 1,5-
2,0 м/час, а в качестве материала

сцинтиллятора используют галогениды
металлов при следующем соотношении
ингредиентов, мас. %:

хлорид серебра	18,0-20,0
бромид серебра	79,4-80,5
иодид серебра	0,1-0,5
иодид одновалентного таллия	0,5-1,0

Технический результат - получение методом
экструзии из кристаллов на основе твердых
растворов галогенидов серебра,
легированных Тl, гибких и длинных
волоконных сцинтилляторов, обладающих
максимумом спектра свечения на длине
волны 550 нм.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2008113499/28, 07.04.2008**

(24) Effective date for property rights:
07.04.2008

(45) Date of publication: **10.07.2009 Bull. 19**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, K-2, ul. Mira, 19, GOU
VPO "UGTU-UPI", tsentr intellektual'noj
sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Zhukova Lija Vasil'evna (RU),
Cherepanov Aleksandr Nikolaevich (RU),
Primerov Nikolaj Vital'evich (RU),
Korsakov Aleksandr Sergeevich (RU),
Shul'gin Boris Vladimirovich (RU),
Chazov Andrej Igorevich (RU),
Zhukov Vladislav Vasil'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obshcheobrazovatel'noe
uchrezhdenie vysshego professional'nogo
obrazovanija "Ural'skij gosudarstvennyj
tekhnikeskij universitet-UPI" (RU)**

(54) METHOD OF MAKING FIBRE SCINTILLATORS

(57) Abstract:

FIELD: physics; measurement.

SUBSTANCE: invention relates to scintillation materials, specifically to fibre scintillators, meant for measuring ionising radiation. The method of making fibre scintillators involves heating scintillator material with subsequent formation of a fibre structure, and is characterised by that the scintillator material is heated to 170-180°C at pressure 120-140 kg/cm². The fibre is formed using

an extrusion method at a rate of 1.5-2.0 m/hr. The scintillator material used is in form of metal halides with the following ratio of ingredients, wt %: silver chloride 18.0-20.0; silver bromide 79.4-80.5; silver iodide 0.1-0.5; thallium (I) iodide 0.5-1.0.

EFFECT: obtaining TII doped, flexible and long fibre scintillators with fluorescence spectrum maximum at 550 nm wavelength using a method of extrusion from crystals based on solid solutions of silver halides.

RU 2 361 239 C1

RU 2 361 239 C1

Изобретение относится к сцинтилляционным материалам, конкретно, к волоконным сцинтилляторам, предназначенным для измерения ионизирующих излучений.

5 Гибкие и длинные сцинтилляционные волоконно-оптические кабели необходимы для использования в комплексах и системах радиационного мониторинга с целью обнаружения делящихся материалов и радиоактивных веществ в недоступных для обычных детекторов каналах, щелях, лабиринтах, трубах и т.д., а также для регистрации нейтрино при глубоководных измерениях.

10 Известен способ микровытягивания из расплава люминесцентных (сцинтилляционных) кристалловолокон на основе LiF или NaF, активированных ураном (U), либо скандием (Sc), либо стронцием (Sr) в количестве 0,1 моль.% [А.Н.Черепанов, В.Ю.Иванов, Т.С.Королева, Б.В.Шульгин. Люминесценция объемных, волоконных и наноразмерных кристаллов LiF и NaF. Екатеринбург, Федеральное агентство по образованию ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет - УПИ», 2006, с.33-78]. Способ включает разогрев шихты в тигле до температуры плавления с последующим пропусканием расплава сквозь капилляр, затем следует кристаллизация затравки на игле и ее передвижение вдоль оси капилляра тигля со скоростью от 0,1 до 0,86 мм/мин. Недостатки способа и получаемых им волокон: небольшая скорость роста волокна и длина (несколько см). Волокна имеют непостоянный диаметр по длине, что приводит к потерям сцинтилляционного излучения, и их невозможно изогнуть.

25 Наиболее близким техническим решением является способ получения кристаллических волоконных сцинтилляторов методом лазерного разогрева на основе NaF:Cu и NaF:U, Cu, который включает локальный разогрев лазерным лучом монокристаллического либо поликристаллического стержня при одновременном растягивающем воздействии на него с оптимальной скоростью движения заготовки и волокна, что обеспечивает формирование структуры волокна [А.Н.Черепанов, В.Ю.Иванов, Т.С.Королева, Б.В.Шульгин. Люминесценция объемных, волоконных и наноразмерных кристаллов LiF и NaF. Екатеринбург, Федеральное агентство по образованию ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет - УПИ», 2006, с.53-60].

35 Но и этим методом полученные волоконные сцинтилляторы имеют форму, только близкую к цилиндрической, при этом волокна вытягивают короткими (до 5 см) с малой скоростью роста $\approx 0,8$ мм/мин. Они не подлежат изгибу, т.к. ломаются. Кроме того, способ лазерного разогрева является непроизводительным и энергозатратным.

40 Задачей изобретения является разработка производительного и энергосберегающего способа получения гибких и длинных нанокристаллических волоконных сцинтилляторов, обладающих максимумом спектра свечения на длине волны 550 нм и имеющих цилиндрическую форму по всей длине волокна.

45 Поставленная задача решается за счет того, что разогрев материала сцинтиллятора осуществляют при температуре 170-180°C, давлении 120-140 кг/см², при этом формирование волокна проводят методом экструзии со скоростью 1,5-2,0 м/час, а в качестве материала сцинтиллятора используют галогениды металлов при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:

50 хлорид серебра	18,0-20,0
бромид серебра	79,4-80,5
Иодид серебра	0,1-0,5
Иодид одновалентного таллия	0,5-1,0

Новые волоконные сцинтилляторы получают из сцинтилляционных кристаллов на основе твердых растворов галогенидов серебра, легированных иодидом
 5 одновалентного таллия. Содержание в кристаллах TlI и AgI обеспечивает сцинтилляционные свойства волокон. Они пластичны и не обладают эффектом
 спайности, в отличие от указанных в прототипе кристаллов NaF и LiF. Поэтому из них
 получают методом экструзии, т.е. выдавливанием монокристаллической заготовки
 10 через фильеру, длинные, до 50 м и более, гибкие волоконные сцинтилляторы, имеющие строго цилиндрическую форму по всей длине волокна, что обеспечивает прохождение сцинтилляционного излучения по волокну практически без потерь. Подобные волокна невозможно получить из известных сцинтилляционных кристаллов LiF, NaF, CsI и других, в том числе из оксидных сцинтилляторов.

Новые волокна допускают многократный изгиб до радиуса 5 мм без изменения
 15 оптических свойств, что объясняется их нанокристаллической структурой. Кроме того, способ экструзии, по сравнению с методами микровытягивания и лазерного разогрева, является энергосберегающим и производительным, т.к. скорость получения волокна 1,5-2,0 м/час, а в прототипе около 0,04 м/час.

Для данного состава сцинтилляционных волокон режимы экструзии (температура,
 20 давление, скорость) взаимосвязаны и обеспечивают получение нанокристаллической структуры волокна. Если экструдировать волокно при температуре ниже 170°C, то следует применять давление выше 140 кг/см² вследствие повышенной вязкости материала, при этом скорость экструзии становится менее 1,5 м/час, а получаемое
 25 волокно является хрупким, т.к. имеет микрокристаллическую структуру, в случае разогрева выше 180°C и давлении ниже 120 кг/м² скорость экструзии становится более 2 м/час. При таких режимах также ухудшаются механические свойства волокна - оно становится хрупким.

30 **Пример 1.** Монокристаллическую заготовку диаметром 10 мм высотой 30 мм и составом, мас. %:

хлорид серебра	18,0
бромид серебра	80,5
35 Иодид серебра	0,5
Иодид одновалентного таллия	1,0

поместили в контейнер, разогрели до 170°C и при давлении 140 кг/см² провели
 40 экструзию волокна со скоростью 1,5 м/час.

Получили 12 м гибкого сцинтилляционного волокна диаметром 0,5 мм по всей
 длине. В волокне наблюдается полоса люминесценции с максимумом на длине
 волны 550 нм. Волокно имеет нанокристаллическую структуру с размером зерна до 90
 нм, что обуславливает пластичность и прочность волокна.

45 **Пример 2.** Методом экструзии получили 12 м гибкого сцинтилляционного волокна диаметром 0,5 мм по всей длине при следующих режимах: температура разогрева монокристаллической заготовки 180°C, давление 120 кг/см², скорость экструзии 2,0 м/час.

Состав волоконного сцинтиллятора, мас. %:

50 хлорид серебра	20,0
бромид серебра	79,4
Иодид серебра	0,1
Иодид одновалентного таллия	0,5

Структура волокна нанокристаллическая с размером зерна от 30 до 60 нм. Максимум спектра свечения наблюдается при $\lambda=550$ нм.

5 Пример 3. При температуре 175°C и давлении 130 кг/см² получили гибкое волокно диаметром 0,5 мм и длиной 12 м, при скорости выдавливания через фильеру 1,7 м/час. Форма волокна - цилиндрическая. Состав волоконного сцинтиллятора, мас. %:

	хлорид серебра	19,0
	бромид серебра	80,0
10	Иодид серебра	0,3
	Иодид одновалентного таллия	0,7

Волокно данного состава обладает нанокристаллической структурой с размером зерна до 80 нм. Полоса люминесценции имеет максимум на длине волны $\lambda=550$ нм.

15 Пример 4. При режимах, указанных в примере 2, вытянули методом экструзии волоконный сцинтиллятор состава, мас. %:

	хлорид серебра	19,00
	бромид серебра	80,65
20	иодид серебра	0,05
	иодид одновалентного таллия	0,30

Полоса люминесценции выражена слабо.

25 Пример 5. При режимах, указанных в примере 1, вытянули методом экструзии волоконный сцинтиллятор состава, мас. %:

	хлорид серебра	20,0
	бромид серебра	77,5
	иодид серебра	1,0
30	иодид одновалентного таллия	1,5

При таком составе максимум спектра люминесценции смещается в более длинноволновую область спектра.

35 Технический результат позволяет получать методом экструзии из кристаллов на основе твердых растворов галогенидов серебра, легированных ТП, гибкие и длинные волоконные сцинтилляторы, обладающие максимумом спектра свечения на длине волны 550 нм, которые востребованы для изготовления сцинтилляционных волоконно-оптических систем радиационного мониторинга и для других применений.

40 Формула изобретения

Способ получения волоконных сцинтилляторов, включающий разогрев материала сцинтиллятора с последующим формированием структуры волокна, отличающийся тем, что разогрев материала сцинтиллятора осуществляют при температуре 170-180°C, 45 давлении 120-140 кг/см² при этом формирование волокна проводят методом экструзии со скоростью 1,5-2,0 м/ч, а в качестве материала сцинтиллятора используют галогениды металлов при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:

	хлорид серебра	18,0-20,0
50	бромид серебра	79,4-80,5
	иодид серебра	0,1-0,5
	иодид одновалентного таллия	0,5-1,0