



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007117436/28, 10.05.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
10.05.2007

(45) Опубликовано: 27.01.2009 Бюл. № 3

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: SU 1813779 A1, 07.05.1993. RU 2194736
C2, 20.12.2002. RU 2217467 C2, 27.11.2003. RU
2236434 C2, 20.09.2004.

Адрес для переписки:
620002, г.Екатеринбург, ул.Мира, 19, ГОУ ВПО
"УГТУ-УПИ", Центр интеллектуальной
собственности, Т.В. Марксу

(72) Автор(ы):

Кружалов Александр Васильевич (RU),
Иванов Владимир Юрьевич (RU),
Мильман Игорь Игоревич (RU),
Райков Дмитрий Вячеславович (RU),
Шульгин Борис Владимирович (RU),
Арбузов Валерий Иванович (RU),
Харитонов Игорь Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
"Уральский государственный технический
университет - УПИ имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДЛИТЕЛЬНОГО УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ПОСЛЕСВЕЧЕНИЯ
ЛЮМИНОФОРОВ НА ОСНОВЕ BeO и Li₂O-MgO-SiO₂-Ce

(57) Реферат:

Изобретение относится к способам получения
люминофоров оптических излучателей. Способ
включает облучение люминофора излучением, при
этом облучение проводят излучением
рентгеновского диапазона энергий или
электронами с энергией 10-300 КэВ и дозой 10-10⁴
Гр, после чего облучение прерывают, а для

регенерации снижающейся со временем
интенсивности люминесценции до требуемого
уровня интенсивности облучение вещества
люминофора ионизирующим излучением
повторяют многократно. Технический результат -
упрощение конструкции оптического излучателя,
повышение уровня радиационной и экологической
безопасности при его использовании. 4 ил., 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2007117436/28, 10.05.2007**(24) Effective date for property rights: **10.05.2007**(45) Date of publication: **27.01.2009 Bull. 3**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, ul.Mira, 19, GOU VPO
"UGTU-UPI", Tsentr intellektual'noj
sobstvennosti, T.V. Marksu**

(72) Inventor(s):

**Kruzhalov Aleksandr Vasil'evich (RU),
Ivanov Vladimir Jur'evich (RU),
Mil'man Igor' Igorevich (RU),
Rajkov Dmitrij Vjacheslavovich (RU),
Shul'gin Boris Vladimirovich (RU),
Arbuzov Valerij Ivanovich (RU),
Kharitonov Igor' Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
"Ural'skij gosudarstvennyj tekhnicheskij
universitet - UPI imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU)**

(54) **METHOD OF OBTAINING OF LONG ULTRA-VIOLET PERSISTENCE OF LUMINOPHORS ON BASIS OF BeO AND Li₂O-MgO-SiO₂-Ce**

(57) Abstract:

FIELD: physics, optics.

SUBSTANCE: invention concerns methods of obtaining of luminophors of optical radiators. The method includes an irradiation of luminophor radiation, thus spend an irradiation of X-ray gamut of energies or electrons with energy 10-300 keV and a dose 10-10⁴ Gy then an irradiation

interrupt, and for regeneration of a luminescent emission decreasing in due course to a demanded intensity level an irradiation of substance of a luminophor an ionising radiation iterate nonsinglely.

EFFECT: simplification of a construction of an optical radiator, increase of level of radiative and ecological safety at its use.

4 dwg

Изобретение относится к способу получения люминесцентных излучателей оптических фотонов ультрафиолетового диапазона длин волн, основанных на длительном послесвечении люминофоров, после прекращения их возбуждения ионизирующим излучением. Оно может быть использовано для настройки фотоприемных трактов в термолюминесцентной дозиметрии, ядерной спектроскопии, при проведении фотометрических исследований с помощью спектрофотометров, флуориметров и других оптических приборов.

В настоящее время распространение получили радиолюминесцентные излучатели (РЛИ) оптических фотонов, представляющие собой фиксированное в пространстве и времени сочетание радиоактивных веществ и люминофора. Основой способа получения оптических фотонов в РЛИ является превращение энергии ионизирующего излучения в веществе люминофора, освобождающейся при распаде радионуклида, в энергию излучения оптического диапазона. Конструкция РЛИ изолирована от внешней среды герметизацией и имеет выходное окно для вывода оптических фотонов. Интенсивность радиолюминесцентного излучения регулируется активностью, типом используемого радионуклида, а его спектральный состав - природой радиолюминофора и примеси активаторного иона. В литературе описаны способы получения радиолюминесцентных излучателей (Г.А. Михальченко. Радиолюминесцентные излучатели. М.: Энергоатомиздат, 1988) с использованием твердых, жидких и газообразных сред, преобразующих в реальном времени энергию ионизирующего излучения в энергию оптических фотонов различного спектрального диапазона. Вместе с тем, РЛИ обладают и рядом существенных недостатков, главными из которых являются:

1. Биологическая опасность при долговременных применениях;

2. Потенциальная опасность радиоактивного заражения окружающей среды при разгерметизации в процессе изготовления, эксплуатации, хранения или в результате террористических атак.

3. Дестабилизация радиолюминесцентных характеристик из-за твердофазных химических взаимодействий между радиоактивным веществом и кристаллофосфором, стимулируемых высокой мощностью дозы (0,1-1,0 Гр/с).

Следует отметить, что на практике в подавляющем числе случаев использование РЛИ для поверки и калибровки оптико-электронных приемников носит эпизодический характер, время непосредственной работы с ними несоизмеримо меньше назначенного срока эксплуатации источника. Таким образом, большую часть своего ресурса РЛИ находятся в положении хранения, требующего соблюдения норм и правил хранения радиоактивных источников, что создает дополнительные материальные затраты при организации работ с использованием РЛИ. Поэтому является актуальным создание источников оптических фотонов, способных в определенных случаях заменить РЛИ, без использования в них радиоактивных элементов.

Другой способ получения длительного послесвечения, положенный в основу создания нерадиоактивных люминесцентных излучателей, основан на способности некоторых люминофоров испускать оптические фотоны после прекращения их возбуждения. В приведенной ниже таблице представлены технические данные по химическому составу некоторых светоаккумулирующих люминофоров с длительным послесвечением, их обозначению, спектральной области и времени послесвечения

(www.luminophor.ru/new/phLongAfter.htm).

Таблица			
Область люминесценции	Тип люминофора	Химическая формула	Период послесвечения
Зеленая	FV-540-1	ZnS:Cu	1-2 часа
Зеленая	FV-530D	SrAl ₂ O ₄ :Eu, Dy	8-10 часов*
Бирюзовый	AV-490D	(Ca,Sr)Al ₂ O ₄ :Eu,Dy	8-10 часов
Фиолетово-голубой	FV-440D	CaAl ₂ O ₄ :Eu, Dy	8-10 часов

* По сложившейся в технической литературе терминологии послесвечение светоизлучающих люминофоров 8-10 часов считается длительным или сверхдлительным

Новейший эффективный светоизлучающий люминофор «Пента Л-1» (ТУ 2149-044-

40245042-2003, www.kraspenta.ru) представляет собой порошок бледного желто-зеленого цвета с размером частиц 1-200 микрон. Спектр возбуждения излучения: видимый или УФ свет, спектр излучения от 420 до 530 нм, период послесвечения до 8 часов.

Из приведенных выше примеров следует, что известные способы возбуждения люминесценции люминофоров позволяют использовать ее в качестве источника оптических фотонов.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к предлагаемому следует считать способ возбуждения длительной люминесценции люминофора «Пента Л-1», т.е. путем предварительного облучения материала фотонным излучением видимого или ультрафиолетового диапазона.

Основным недостатком данного способа является малое время периода послесвечения, невозможность получения свечения в ультрафиолетовом диапазоне длин волн, применение люминофора в виде порошка и невозможность его компактирования из-за сильного поглощения возбуждающего излучения в плотном материале.

Решение поставленной технической задачи достигается благодаря тому, что для возбуждения длительной люминесценции фосфора используется ионизирующее излучение: рентгеновское или электронное с энергиями 10-300 КэВ и дозой 10-10⁴ Гр. Для регенерации снижающейся со временем интенсивности люминесценции, облучение вещества люминофора излучателем ионизирующим излучением повторяют многократно.

Нижняя граница энергии ионизирующего излучения обусловлена необходимостью возбуждения достаточного количества объемных слоев люминофора за счет проникающей способности возбуждающего излучения.

Верхняя граница энергии ионизирующего излучения обусловлена необходимостью объемного возбуждения люминофора толщиной 1-2 мм, не приводя при этом к химической деструкции материала люминофора, образованию новых дефектов, способных изменить требуемые свойства материала.

Нижняя граница дозы облучения связана с минимальным уровнем послесвечения люминофора, пригодного для обнаружения оптико-электронными приемниками.

Верхняя граница дозы облучения связана с насыщением излучательной способности люминофоров.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в следующем.

В предлагаемом способе материал люминофора облучается при комнатной температуре рентгеновским или электронным излучением в выбранном диапазоне энергий и доз. Образовавшиеся под действием излучения свободные заряды, электроны и дырки будут захватываться ловушками, обусловленными собственными или примесными дефектами, всегда присутствующими в материале люминофора. Для получения послесвечения требуемой длины волны в люминофор специально вводят активаторную примесь. Среди ловушек, захвативших свободные заряды, будут и такие, энергетическая глубина которых относительно невелика, и они будут термически нестабильны при комнатной температуре. Такие ловушки спонтанно во времени будут терять захваченные носители, рекомбинация которых с зарядами противоположного знака сопровождается люминесценцией. Длительность послесвечения регулируется дозой облучения, а спектральный состав природой материала фосфора. Интенсивность свечения и его регенерацию можно задавать на любом уровне многократным облучением ионизирующим излучением.

В результате применения описанного способа удается получить компактный, автономный, нерадиоактивный, регенерируемый люминесцентный излучатель оптических фотонов, в том числе и ультрафиолетового диапазона длин волн с длительностью послесвечения более одного года. Излучатель может иметь форму пластины с площадью поверхности около 1 см² и толщиной 1 мм, что делает удобным его размещение в малогабаритные и труднодоступные места оптических систем.

Реализация предлагаемого способа получения сверхдлительного ультрафиолетового послесвечения люминофоров на основе BeO и Li₂O-MgO-SiO₂-Ce - стекла иллюстрируется представленными ниже чертежами.

1. Образцы и оборудование

Для проверки работоспособности предлагаемого метода использовались образцы промышленно выпускаемой керамики на основе BeO и стекол Li₂O-MgO-SiO₂-Ce. Образцы представляли собой плоскопараллельные пластинки толщиной около 1 мм и площадью поверхности около 1 мм². Облучение проводилось с помощью рентгеновского аппарата типа УРС-55 или импульсного электронного ускорителя типа Мира-2Д, снабженного трубкой с выпуском электронов. Интегральное свечение регистрировалось фотоэлектронным умножителем типа ФЭУ-142, спектральный состав свечения измерялся с помощью монохроматора ДМР-4.

2. Методика реализации предлагаемого способа

2.1. На фиг.1 приведены зависимости интенсивности фосфоресценции BeO от времени для трех значений доз (5·10², кривая 1; 5·10³, кривая 2 и 5·10³ Гр, кривая 3) после окончания предварительного облучения рентгеновским излучением (40кВ, 10 мА, W). Видно из фиг.1, что с ростом дозы облучения увеличивается интенсивность и длительность послесвечения. Область с особенно медленным затуханием фосфоресценции, при t>10⁵с экстраполируется уравнением:

$$I(t)=3,1 \cdot 10^4 / t^{0,38},$$

где I(t) - интенсивность люминесценции, имп/с; t - время после окончания облучения, с.

Анализ уравнения для I(t) показывает, что измеряемая интенсивность фосфоресценции, на порядок превышающая собственный фон использованного фотоприемника, равный 10-20 имп/с, может быть обнаружена спустя 2 года после облучения. На практике этот период уверенной регистрации послесвечения BeO был равен приблизительно одному году.

2.2. На фиг.2 приведены спектры фосфоресценции (кривая 2) и рентгенолюминесценции (кривая 1) BeO. Видно, что фосфоресценция происходит в области ультрафиолетового диапазона длин волн. Сходство спектров излучения при рентгенолюминесценции и фосфоресценции показывает идентичность механизмов их возникновения.

2.3. На фиг.3 приведен спектр фосфоресценции литиевого стекла, легированного церием Li₂O-MgO-SiO₂-Ce. В этом случае спектральный диапазон длительной люминесценции также соответствует ультрафиолетовому диапазону и определяется свечением ионов церия, как это подтверждается данными по рентгенолюминесценции.

2.4. На фиг.4 приведен фрагмент изменения интенсивности свечения во времени Li₂O-MgO-SiO₂-Ce стекла спустя 48 часов после возбуждения электронным пучком дозой 10 Гр. Видно, что интенсивность свечения в 100-200 раз превышает собственный фон фотоэлектронного умножителя.

Приведенные фигуры показывают возможность получения сверхдлительного ультрафиолетового послесвечения люминофоров малогабаритных, регенерируемых излучателей оптических фотонов на основе BeO и Li₂O-MgO-SiO₂-Ce, не связанной с применением радиоактивных изотопов

Краткое описание чертежей.

Фиг.1. Зависимости интенсивности фосфоресценции BeO от времени для трех значений доз (5·10², кривая 1; 5·10³, кривая 2 и 5·10³ Гр, кривая 3) после окончания предварительного облучения рентгеновским излучением (40 кВ, 10 мА, W).

Фиг.2. Спектры фосфоресценции (2) и рентгенолюминесценции (1) BeO.

Фиг.3. Спектр фосфоресценции литиевого стекла, легированного церием Li₂O-MgO-SiO₂-Ce.

Фиг.4. Изменение интенсивности свечения во времени Li₂O-MgO-SiO₂-Ce стекла спустя 48 часов после возбуждения электронным пучком дозой 10 Гр.

Формула изобретения

Способ получения длительного ультрафиолетового послесвечения люминофоров оптических излучателей на основе BeO и Li₂O-MgO-SiO₂-Ce, включающий облучение люминофора излучением, отличающийся тем, что облучение проводят излучением

рентгеновского диапазона энергий или электронами с энергией 10-300 КэВ и дозой $10-10^4$ Гр, после чего облучение прерывают, а для регенерации снижающейся со временем интенсивности люминесценции до требуемого уровня интенсивности облучение вещества люминофора ионизирующим излучением повторяют многократно.

5

10

15

20

25

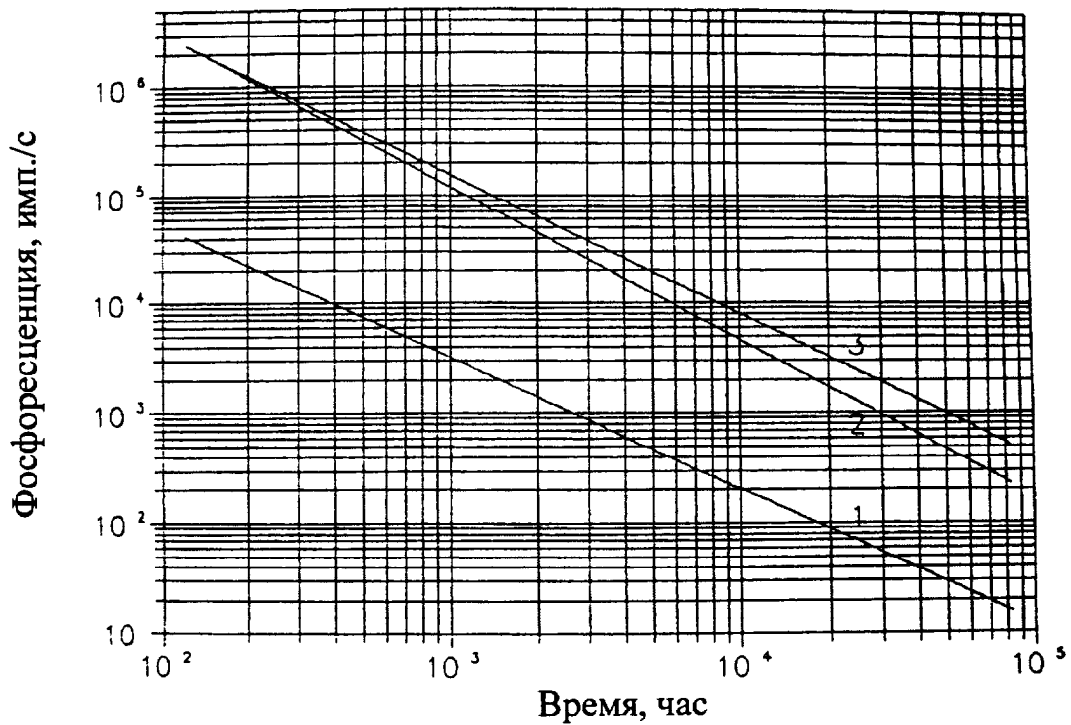
30

35

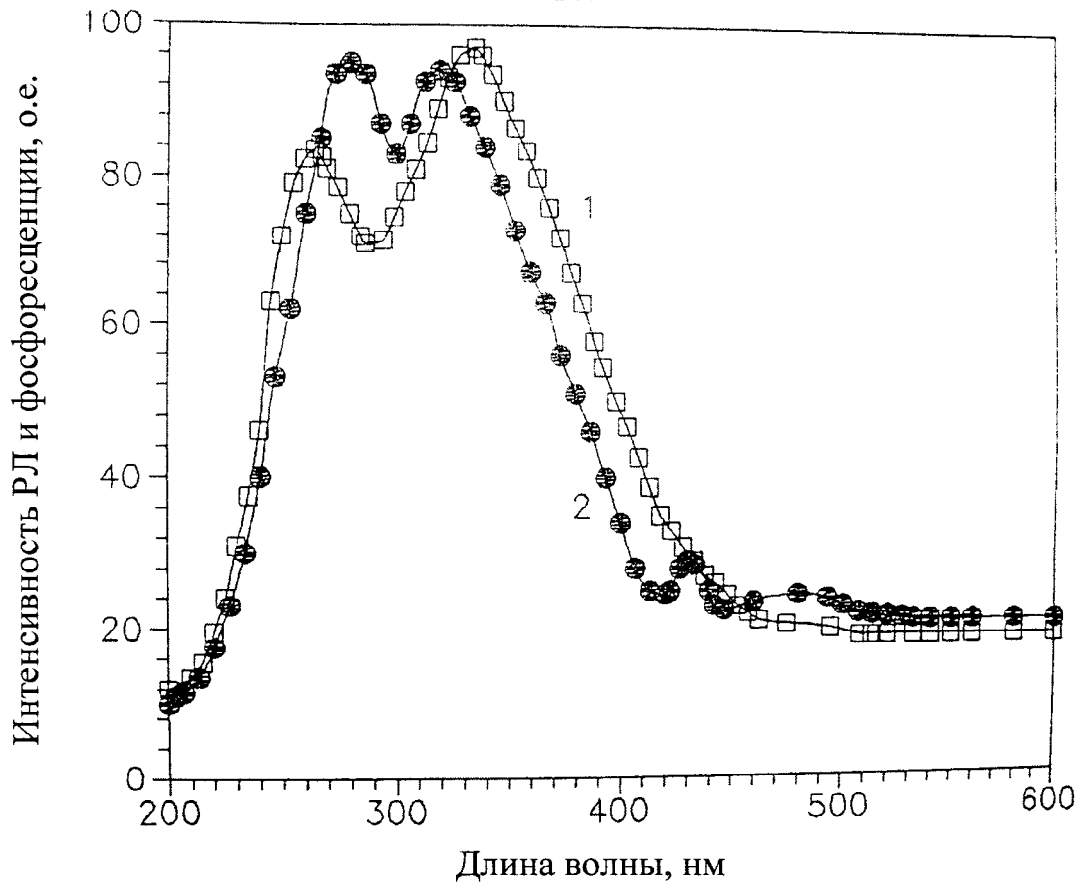
40

45

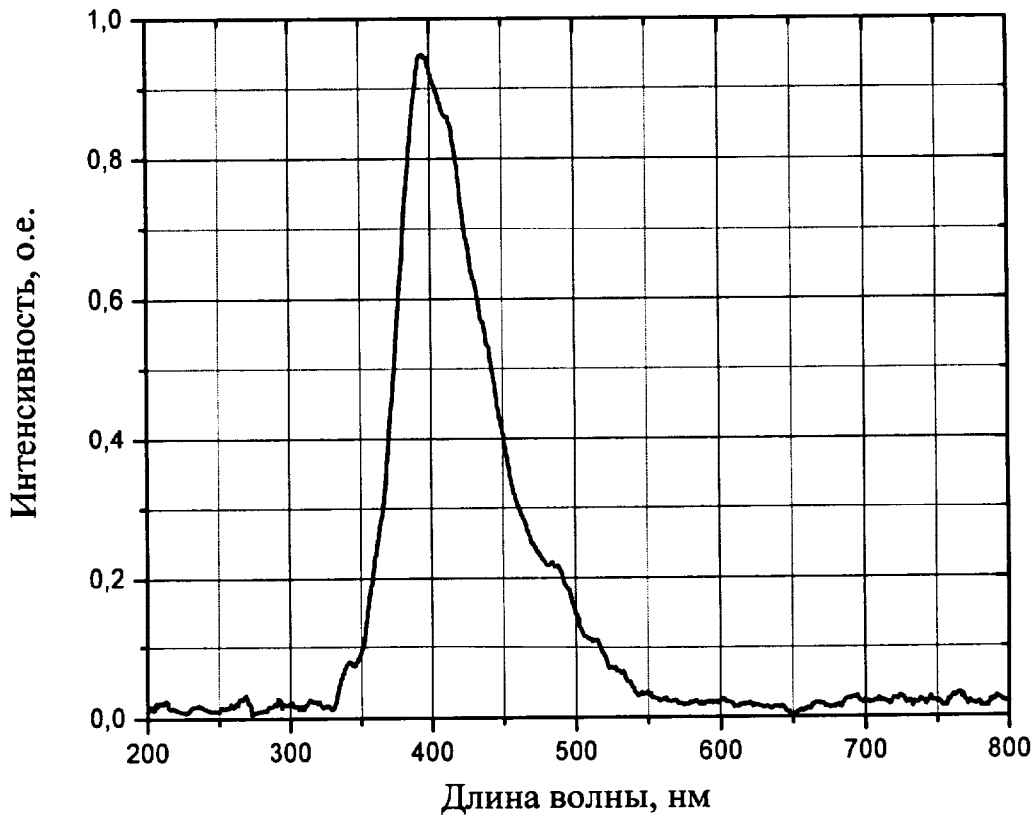
50



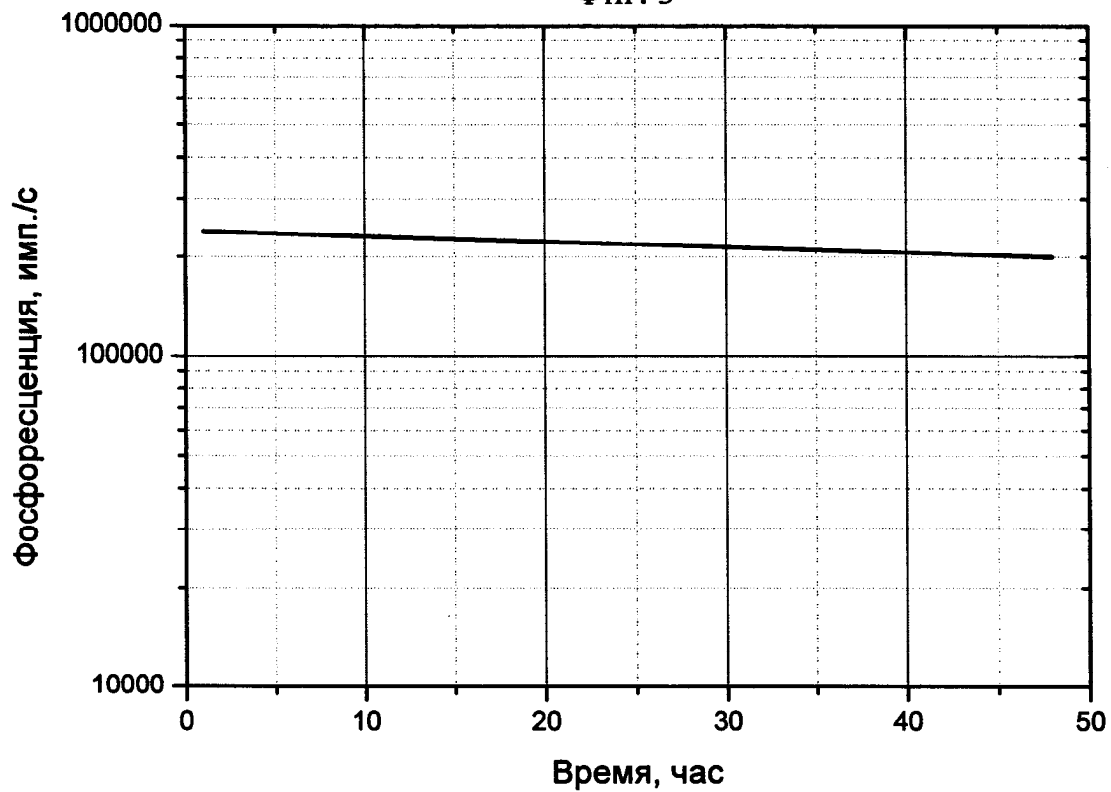
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: 11.05.2009

Дата публикации: 20.01.2011

RU 2 345 274 C1

RU 2 345 274 C1