



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1429601 A1

(51)5 C 30 B 11/02, 29/12

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ  
ВЕДОМСТВО СССР  
(ГОСПАТЕНТ СССР)

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4071294/26

(22) 26.05.87

(46) 07.03.93. Бюл. № 9

(72) А.М.Кудин, А.Н.Панова, Е.К.Моргацкий  
и В.В.Уфланова

(56) Авторское свидетельство СССР  
№ 1039253, кл. С 30 В 11/02, 29/12, 1981.

Авторское свидетельство СССР  
№ 176565, кл. С 30 В 11/02, 29/12, 1962.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СЦИНТИЛЛЯЦИОННОГО МАТЕРИАЛА

(57) Изобретение относится к технологии получения сцинтилляционного материала на основе щелочно-галогидных монокристаллов, может быть использовано в химической промышленности и обеспечивает улучшение спектрометрических характери-

Изобретение относится к технологии получения сцинтилляционных материалов на основе щелочно-галогидных монокристаллов и может быть использовано на предприятиях химической промышленности.

Цель изобретения — улучшение спектрометрических характеристик материала за счет снижения концентрации продуктов неполного сгорания органических примесей.

В таблице приведены спектрометрические характеристики сцинтилляционного материала  $\text{NaI(Tl)}$ , полученного предлагаемыми и известными способами.

**Пример 1.** Соль иодистого натрия загружают в ампулу диаметром 90 мм и длиной 400 мм, снабженную отдельным отсеком для активатора. Ампулу помещают в печь шахтного типа и вакуумируют до остаточного давления  $10^{-4}$  мм рт.ст. Температуру в печи повышают от комнатной до  $600^\circ\text{C}$  за

2

стик материала за счет снижения концентрации продуктов неполного сгорания органических примесей. Способ включает загрузку исходного сырья в ампулу, ее вакуумирование при нагреве, плавление и направленную кристаллизацию расплава. При нагреве в ампулу в качестве окислительного газа вводят кислород до давления 0,2–0,7 атм. Повторное вакуумирование ведут после выдержки расплава. Кислород в ампулу можно вводить в виде кислородсодержащей соли, разлагающейся при нагреве, например  $\text{NaIO}_3$ . Из кристаллов получены детекторы диаметром 63 мм и длиной 250 мм, которые обеспечивают повышение светового выхода в 1,5–2,0 раза в сравнении с известными. 1 з.п. ф-лы, 1 табл.

4 ч и выдерживают соль в ампуле при постоянном вакуумировании и температуре  $600^\circ\text{C}$  в течение 20 ч для полной дегидратации соли. Затем ампулу помещают в камеру плавления ростовой печи. Температуру в камере плавления устанавливают равной  $750^\circ\text{C}$ , что на  $100^\circ\text{C}$  выше температуры плавления иодистого натрия, поэтому плавление соли начинается через несколько минут после помещения ампулы в печь и продолжается приблизительно 45 мин (при указанной загрузке иодистого натрия). Заполняют ампулу газообразным кислородом до давления 0,2 атм и проводят выдержку до полного расплавления соли. Вакуумируют ампулу с расплавом до остаточного давления  $10^{-1}$  мм рт.ст. Из отдельного отсека ампулы вводят в расплав активатор — иодистый таллий в количестве 0,3% от массы иодистого натрия (при выращивании неактивированных кристаллов операция "добавление

(19) SU (11) 1429601 A1

активатора" отсутствует). Включают механизм перемещения ампулы из камеры плавления в камеру кристаллизации через водоохлаждаемую диафрагму со скоростью 2 мм/ч, осуществляя, таким образом выращивание. Монокристаллы, полученные по предлагаемому способу, имеют следующие размеры: диаметр 80 мм, длина 120 мм. Из них изготавливают детекторы диаметром 30 мм, длиной 90 мм.

Процессы выращивания монокристаллов по способу, описанному в примере 1, проводят по различной загрузке соли иодистого натрия в ампулу: 4 и 8 кг (для изготовления детекторов размером 63 x 250 мм), а также при различном давлении кислорода в ампуле: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,6; 0,7 и 0,8 атм. Сцинтилляционные параметры детекторов размером 30 x 90 мм и 63 x 250 мм на основе монокристаллов NaI(Tl), выращенных согласно примеру 1, приведены в примерах 1-7 таблицы.

**Пример 2.** Соль иодистого натрия загружают в ампулу диаметром 90 и длиной 400 мм. Ампула снабжена отдельным отсеком для активатора и отдельным отсеком для примеси иодноватокислого натрия. Ампулу помещают в печь общеизвестной конструкции шахтного типа и вакуумируют до остаточного давления  $10^{-1}$  мм рт.ст. Температуру в печи повышают от комнатной до  $600^{\circ}\text{C}$  за 4 ч и выдерживают соль в ампуле при постоянном вакуумировании и температуре  $600^{\circ}\text{C}$  в течение 20 ч. Затем ампулу помещают в камеру плавления ростовой печи. Из отдельного отсека ампулы вводят в соль примесь иодноватокислого натрия, которая разлагается в ампуле на иодистый натрий и кислород, при этом примесь вводят в таком количестве, что давление кислорода в ампуле составляет 0,3 атм. Расплавляют иодистый натрий в атмосфере кислорода и проводят повторное вакуумирование ампулы до остаточного давления  $10^{-1}$  мм рт.ст. Затем вводят в расплав активатор — иодистый таллий в количестве 0,3% от массы

иодистого натрия в ампуле и выращивание ведут аналогично примеру 1.

Процессы выращивания монокристаллов NaI(Tl) проводят при давлении кислорода в ампуле 0,3 и 0,5 атм. Данные приведены в примерах 8 и 9 таблицы.

Из результатов, приведенных в таблице, следует, что улучшение спектрметрических характеристик детекторов на основе монокристаллов NaI(Tl) достигается при давлении кислорода в ампуле 0,2-0,7 атм (примеры 2-6), а за пределами заявляемых режимов (примеры 1 и 7) не достигается поставленная цель. Как следует из той же таблицы, улучшение сцинтилляционных параметров в большей степени достигается для детекторов большего размера. Для детекторов размером 63 x 250 мм реализация предлагаемого способа обеспечивает повышение светового выхода в 1,5-2,0 раза по сравнению с известными.

Аналогичные результаты получены при получении сцинтилляционного материала на основе кристаллов CsI(Tl) по предлагаемому способу.

#### Формула изобретения

1. Способ получения сцинтилляционного материала на основе щелочно-галоидных монокристаллов, включающий загрузку исходного сырья в ампулу, ее вакуумирование при нагреве, введение окислительного газа, выдержку, повторное вакуумирование, плавление и направленную кристаллизацию расплава, отличающийся тем, что, с целью улучшения спектрметрических характеристик материала за счет снижения концентрации продуктов неполного сгорания органических примесей, в качестве окислительного газа используют кислород, который вводят в ампулу до давления 0,2-0,7 атм в процессе плавления исходного сырья, а повторное вакуумирование ведут после выдержки расплава.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что кислород в ампулу вводят в виде кислородсодержащей соли, разлагающейся при нагреве.

При- мер	Размер детекто- ра (ди- аметр × длина), мм	Примесь, вводимая для сжигания органических примесей	Давление в ампуле, атм	Световой выход У.Б.С.В.	Собственное энергети- ческое раз- решение, X
1	63×250	O <sub>2</sub>	0,8	2,1	10,1
2	63×250	O <sub>2</sub>	0,7	3,0	8,6
3	63×250	O <sub>2</sub>	0,6	3,0	7,1
4	63×250	O <sub>2</sub>	0,4	3,1	10,1
5	30×90	O <sub>2</sub>	0,3	2,4-2,7	7,9-8,6
6	30×90	O <sub>2</sub>	0,2	2,5-2,7	8,6-9,5
7	30×90	O <sub>2</sub>	0,1	1,9-2,3	10,7-10,9
8	30×90	NaIO <sub>3</sub>	0,3	2,5-2,7	8,3-9,5
9	30×90	NaIO <sub>3</sub>	0,5	2,4-2,8	8,9-9,3
10	63×250	Воздух	1,0	1,3-1,7	12,0-14,0
11	63×250	Воздух + O <sub>2</sub>	1,0	1,5-2,4	8,5-11,7
12	30×90	Воздух	1,0	1,8-2,2	9,0-10,7
13	30×90	Воздух + O <sub>2</sub>	1,0	1,9-2,3	8,9-10,2

Пр и м е ч а н и е: Примеры 1-9 даны по предлагаемому способу, примеры 10-13 по известному.

Редактор Е.Зубиетова

Составитель Н.Кузина  
Техред М.Моргентал

Корректор О.Густи

Заказ 1956

Тираж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул.Гагарина, 101