ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217 276

(11) (B1)

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 27 03 79
(21) PV 2003-79

(51) Int. Cl.³ G 01 T 1/20

(40) Zveřejněno 26 03 82
(45) Vydáno 15 07 84

(75)
Autor vynálezu VAŠEK TIBOR ing., RICHTER OTAKAR prom. chem., FOJTÍK LADISLAV prom. geol., PRAHA

(54)

Způsob výroby optických a nebo scintilačních prvků

Vynález se týká způsobu výroby optických a nebo scintilačních prvků plastickou deformací krystalů, zejména alkalických halogenidů.

Scintilační počítač se stal běžným detektorem pro detekci různých typů radioaktivního záření a na scintilační prvky z anorganických materiálů jsou neustále kladeny stále větší a větší požadavky, zejména co do velikosti a mechanických vlastností.

Některé průmyslové požadavky vyžadují, aby použitý krystal překračovat 30 cm alespoň v jednom rozměru. Velkoplošné scintilační detektory jsou podle současného stavu techniky vyráběny z výchozího monokrystalu v podobě ingotu získaného pěstováním z taveniny. V těchto případech je zapotřebí ingotu o dostatečném průměru, který se pak rozřeže na desky požadované tloušťky. Jsou-li požadované rozměry scintilátoru větší, než lze získat z vypěstovaných ingotů, je možno vytvořit složený scintilátor z menších bloků uložených ve vhodném pojidle.

Z americké patentové literatury jsou známy pokusy vyrobit optický prvek z práškového fluoridu vápenatého lisováním za studena, nebo vyrobení scintilačního prvku lisovaného za tepla z polykrystalického agregátu, jako je například jemně rozdělený prášek iontové soli, které však nebyly úspěšné. V současné době je stále ještě obtížné vyrábět optické a nebo scintilační prvky velkých rozměrů a i v případě úspěchu mají vyrobené prvky značný stupeň křehkosti.

Skládané scintilátory mají značně sníženou scintilační charakteristiku v důsledku složené struktury. Ať je věnována sebevětší pozornost leštění plošek skládaných plátků před jejich slepováním do složeného výsledného produktu, není znám žádný prostředek, který by dovolil odstranění nežádoucích účinků fázového rozhraní. Nevýhodou je i to, že makrokrystalický scintilační prvek, ať už je tvořen monokrystalem, rozříznutým plátkem ingotu nebo polykrystalické tyče tažené pěstováním z taveniny, nebo mozaikou těchto rozříznutých plátků, má tendenci praskat účinkem tepelných nebo mechanických rázů podle ploch dokonalé štěpnosti.

Z francouzské literatury je znám také způsob výroby scintilačních detektorů získaných protlačováním makrokrystalu halogenidů alkalických kovů protlačovací zápustkou při teplotách vyšších než 300 °C. Nevýhodou tohoto způsobu je možné znečištění otěrem materiálu tvořícím protlačovací nástroje. Postup je kromě toho vhodný spíše pro scintilátory tvaru protáhlých hranolů a tyčí, pro výrobu velkoplošného scintilátoru by bylo třeba aplikovat extrémně vysoké lisovací tlaky.

Je znám i způsob výroby optických prvků, vyznačující se tím, že monokrystalický materiál alkalických halogenidů vykultivovaných kelimkovou metodou Czochralského a Bridgmana je jednou nebo dvojitě dopován RbCl a pro docílení vyšší pevnosti je kován za tepla při teplotě kolem 320 °C a tlaku 0,35 až 0,5 MPa. Tento tlak je dostatečný pro tlakem vyvolanou rekrystalizaci.

Před těmito nákladnými a pracnými způsoby výroby optických a nebo scintilačních prvků, vyžadujících poměrně značně komplikované a početné pracovní postupy, má řadu výhod způsob výroby optických nebo scintilačních prvků podle vynálezu. Podstatou vynálezu je, že výchozí krystalický materiál ve formě tělesa nebo více těles libovolného geometrického tvaru nebo dílků o minimálních rozměrech 1 mm^3, průhledných, s nezakaleným povrchem, se lisuje za teploty v rozmezí od 10 °C do 250 °C pod bodem tání krystalického materiálu, buď mezi dvěma, separátorem opatřenými, rovinnými nebo tvarovanými deskami nebo čelistmi, určujícími po dokončení lisování alespoň jeden rozměr konečného výrobku optického nebo scintilačního prvku, a/ nebo v prostoru zápustky nebo formy působením pístu nebo desky, opatřenými separátorem, určujícím všechny požadované rozměry konečného optického a/ nebo scintilačního prvku, s použitím tlaku, kterým se dosáhne konečného tvaru optického a/ nebo scintilačního prvku v rozmezí od 3 do 3 600 sekund.

Způsob výroby optických a/ nebo scintilačních prvků podle vynálezu má proti řadě známých způsobů výroby těchto prvků velkou výhodu v tom, že u velkoplošných krystalů se vyžaduje pro řadu aplikací rozměrová citlivost po ploše, tak zvaná radiální citlivost. Tato vlastnost se u běžně vyráběných krystalů dociluje jen velmi obtížně vlivem fyzikálních procesů při výrobě zpravidla nastává nerovnoměrné rozdělení nečistot. Uvedené požadavky podstatně lépe splňují scintilační prvky vyrobené podle předmětu vynálezu, kde během lisování dochází k homogenizaci scintilačního materiálu a tím se docílí mnohem lepší homogenita plošné citlivosti.

Preferované tvary scintilačních prvků jsou desky, tyče a podobně, u optických krystalů pak často tvary komplikovaných průřezů, polokoule, střechany, domy, jednoduché a sférické, to je nekulové čočky a podobně.

Vzhledem k tomu, že uvažovaný materiál, jako například chlorid sodný, jodid sodný, případně dotovaný thaliem, ať pro výrobu optických, tak i scintilačních prvků při teplotách od 10 °C do 250 °C pod bodem tání použitého krystalického materiálu, vykazuje nízkou plasticitu, je nutno docílit souhru tlaku a času. V případě uplatňování nižších tlaků se vyžaduje delší doba lisování, řádově několik minut až hodin. V případě použití vysokého tlaku se lisovací doba zkracuje, je ovšem zapotřebí mít k dispozici vhodné zařízení pro docilování vysokých tlaků. Volba optimálního tlaku a času je proto kompromisem mezi únosnou dobou lisování a zařízením schopným vyvinout velmi vysoké tlaky. Volba vhodného tlaku a lisovací doby rovněž závisí na tvaru použité zápustky nebo formy a tvaru výlisku a musí být stanovena pro každý konkrétní případ.

Čištění povrchu krystalického materiálu se provádí například propláchnutím nebo krátkodobým ponořením do acetonu, případně do benzenu. Tím se docílí potřebný průhledný a nezkalený povrch výchozího krystalického materiálu. Tuto úpravu je nejlépe provádět v suchém boxu a až v době lisování odebírat z boxu tak, aby krystalický materiál nepřicházel do styku s okolní vlhkou atmosférou.

Vzhledem k tomu, že během lisování dochází k přilepování výlisků k rovinným nebo tvarovaným deskám nebo čelistím, případně k čelu zápustky nebo formy, pístu nebo desky, je třeba používat vhodného separátoru pro snadnější oddělování výrobku po vylisování. Jako separátoru lze použít například slídové fólie, tenké molybdénové fólie pokryté grafitem, nebo jiný tenký materiál odolávající pracovním teplotám, který nekoroduje.

Způsob výroby optických a/ nebo scintilačních prvků plastickou deformací krystalů lze uplatnit i na celistvý krystalický materiál, například na těleso nebo více těles libovolného geometrického tvaru, tak zvaný ingot a/ nebo kombinovanou hmotu vícero ingotů ze scintilačního materiálu, například jodidu sodného dopovaného thaliem, podrobeny tlaku, například mezi dvěma rovinnými nebo tvarovanými deskami nebo čelistmi pro docílení požadovaného tvaru o velkém průměru a malé výšce, v průběhu několika desítek sekund až řádově desítek minut. Způsob podle vynálezu může být uplatňován s výhodou i pro ingot a/ nebo kombinovanou hmotu vícero ingotů ze scintilačního materiálu bezprostředně po vytavení z kelímku, to je ohřátých na teplotu kolem 600 °C.

Způsob výroby optických a/ nebo scintilačních prvků plastickou deformací krystalů byl prakticky odzkoušen na řadě případů, z nichž pro názornost uvádíme dva příklady.

V prvém případě byly výchozím materiálem pro lisování kousky čerstvě naštípaného monokrystalu jodidu sodného dopovaného thaliem. Kousky byly velikosti asi 1 cm^3, výchozí množství odpovídalo požadovanému objemu. Cílem bylo vylisování vzorku o průměru 30 mm a výšce 10 mm. Ocelová zápustka byla vyhřátá na teplotu 640 °C. Lisovací síla hydraulického lisu přibližně 1 000 N působila na výlisek ve vyhřáté zápustce po dobu asi 120 sekund. Jako seprátoru bylo použito slídového kotouče. Získaný výlisek byl po vylisování temperován za účelem odstranění vnitřního pnutí a po opracování zapouzdřen. Byly změřeny základní parametry srovnatelné s monokrystalickým vzorkem stejného rozměru plasticky nedeformovaným. Zjištěné parametry luminiscenční účinnosti získaného výlisku byly asi o 10 % nižší než u standardního monokrystalického materiálu.

Ve druhém případě byl vyroben scintilační detektor o průměru přibližně 6 cm a výšce 1 cm lisováním ingotu uchyceného mezi dvě ploché čelisti v ručním lise. Ingot scintilačního materiálu jodidu sodného dopovaného thaliem byl i s čelistmi ohřát v pícce na teplotu přibližně 600 °C a po vyjmutí z pícky byl rozlisován pomocí ručního lisu na desku. Po vyjmutí scintilačního detektoru z čelistí byl výlisek temperován a po úpravě změřen. Dosažené parametry relativní luminiscenční účinnosti a rozlišovací schopnosti byly jen o 10 až 20 % horší než u standardního monokrystalu, což je obvykle dostatečné pro běžné druhy aplikací.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby optických a/ nebo scintilačních prvků plastickou deformací krystalů, zejména alkalických halogenidů, například chloridu sodného nebo jodidu sodného, případně dotovaného thaliem, vyznačující se tím, že výchozí krystalický materiál ve formě tělesa nebo více těles libovolného geometrického tvaru nebo dílků o minimálních rozměrech 1 mm^3, průhledných, s nezakaleným povrchem, se lisuje za teploty v rozmezí od 10 °C do 250 °C pod bodem tání krystalického materiálu, buď mezi dvěma, separátorem opatřenými, rovinnými nebo tvarovanými deskami nebo čelistmi, určujícími po dokončení lisování alespoň jeden rozměr konečného výrobku optického a/ nebo scintilačního prvku, a/ nebo v prostoru zápustky nebo formy působením pístu nebo desky, opatřenými separátorem, určujícím všechny požadované rozměry konečného optického a/ nebo scintilačního prvku, s použitím tlaku, kterým se dosáhne konečného tvaru optického a/ nebo scintilačního prvku v rozmezí od 3 do 3 600 sekund.