

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

Zveřejněná podle §31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2014-763

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

C30B 33/10 (2006.01)

C30B 29/24 (2006.01)

C09K 11/77 (2006.01)

H01L 31/18 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **07.11.2014**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **06.01.2016**

(Věstník č. 1/2016)

(71) Přihlašovatel:
CRYTUR, spol.s r.o., Turnov, CZ

(72) Původce:
Ing. Aleš Kolouch, Ph.D., Velký Osek, CZ
RNDr. Petr Horodyský, Ph.D., Moravany, CZ

(74) Zástupce:
PatentCentrum Sedlák a Partners s.r.o., Husova 5,
370 01 České Budějovice

(54) Název přihlášky vynálezu:
**Způsob úpravy povrchu monokrystalického
scintilátoru a monokrystalický scintilátor s
povrchem upraveným podle tohoto způsobu**

(57) Anotace:
Způsob úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru z materiálu hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem a monokrystalický scintilátor upravený tímto způsobem se týká úprav povrchu scintilátorů pomocí leptání v kyselinách za řízených podmínek. Způsob zahrnuje po finálním mechanickém opracování leptání v kyselině fluorovodíkové za řízené teploty po předem definovanou dobu, následně opláchnutí ulpívající kyseliny ze scintilátoru a osušení. Nakonec je provedeno čištění povrchu ve vakuu argonovými ionty.

CZ 2014 - 763 A3

Způsob úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru a monokrystalický scintilátor s povrchem upraveným podle tohoto způsobu

Oblast techniky

Vynález se týká úpravy scintilačního materiálu na bázi hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem pro zvýšení jeho detekční citlivosti a scintilační účinnosti.

Dosavadní stav techniky

Při opracovávání krystalického materiálu dochází vlivem působení nástrojů k uvolňování tepla od přítomného tření. Uvolněné teplo mění krystalickou strukturu na povrchu obrobku, která má nepříznivý vliv na fyzikální a chemické parametry materiálu. Miniaturní vady vytvořené při opracování ovlivňují fyzikální parametry, jako je například citlivost na dopadající záření. Rovněž v narušené vrstvě se může hromadit molekulární a atomární znečištění.

Je známo z vynálezu CZ 263772 B1 upravování povrchu perovskitu a granátu, které se provádí za pomoci kyseliny chlorovodíkové, dusičné a fosforečné. Materiál je již ve formě polotovaru chemicky upravován kyselinou, následně je provedeno finální mechanické opracování, načež se znova provádí povrchová úprava kyselinou. Nevýhody řešení spočívají v tom, že úprava povrchu kyselinou je dvojfázová, časově, technologicky a materiálově náročná.

Úkolem vynálezu je vytvořit způsob úpravy monokrystalického scintilátoru na bázi hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem, který by se aplikoval na finální výrobek, který by trval relativně kratší dobu, který by podstatně vylepšoval vlastnosti výrobku, a který využíval pouze jeden druh kyseliny.

Podstata vynálezu

Vytčený úkol je vyřešen vytvořením způsobu úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru z materiálu hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem podle tohoto vynálezu.

Vynález zahrnuje způsob úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru z materiálu hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem. Součástí takového způsobu je mechanická úprava povrchu scintilátoru a alespoň jedno leptání v kyselině za řízené teploty po předem stanovenou dobu.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že leptání se provádí po finálním mechanickém opracování scintilátoru v lázni kyseliny fluorovodíkové o koncentraci v rozmezí od 80 % do 99 %, při teplotách v rozmezí od 20 °C do 80 °C, po dobu od 1 hodiny do 20 hodin pro alespoň částečné odstranění Beilbyho vrstvy, načež je scintilátor opláchnut od ulpívajících zbytků kyseliny a poté je osušen.

Scintilátor se opracuje do požadované velikosti, tvaru a lesku povrchu. V průběhu těchto opracování dochází k poškození a změnám na povrchu scintilátoru, tzv. vznik Beilbyho vrstvy. Dostatečně koncentrovaná kyselina fluorovodíková za správně navozených podmínek rozleptává povrchové vrstvy monokrystalu a obnažuje nepoškozenou strukturu scintilátoru. Odstranění Beilbyho vrstvy zvyšuje citlivost scintilátoru na dopadající záření s energií nižší než 5 keV. Rovněž provedená úprava povrchu pozitivně ovlivňuje světelnou účinnost zdrojů scintilace nacházejících se v monokrystalu.

V jiném výhodném provedení způsobu úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru z materiálu hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem podle tohoto vynálezu je teplota kyseliny v lázni od 20 °C do 50 °C a doba leptání je v rozmezí od 10 hodin do 20 hodin. Pomalé leptání po dostatečně dlouhou dobu zvyšuje citlivost scintilátoru na dopadající záření o energii do 5 keV.

V dalším jiném výhodném provedení způsobu úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru z materiálu hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem podle tohoto vynálezu je teplota kyseliny v lázni v rozmezí od 50 ~~°C~~ do 80 °C a doba leptání je od 1 ~~hodiny~~ do 10 ~~hodin~~. Vysoká teplota kyseliny v lázni urychluje proces odbourávání Beilbyho vrstvy, takže je opracování citlivého a účinnějšího scintilátoru urychleno. To je vhodné zejména pro masovou produkci.

V jiném dalším výhodném provedení způsobu úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru z materiálu hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem podle tohoto vynálezu je po vyjmutí z lázně scintilátor opláchnut deionizovanou vodou. Následně je scintilátor usušen proudem vzduchu. Poslední úpravou odstraňující zbytky nečistot je čištění argonovými ionty ve vakuu.

Vynález rovněž zahrnuje monokrystalický scintilátor, jehož povrch byl upraven podle výše uvedeného způsobu.

Podstata vynálezu u monokrystalického scintilátoru spočívá v tom, že je jeho povrch pravidelně členitý dle růstových proužků monokrystalu. Tím, že povrch scintilátoru je pravidelně členitý a je tvořen očištěným materiálem, je zvýšena jeho citlivost na dopadající záření i o nízkých energetických úrovních. Jak monokrystal při svém růstu začleňuje více a více atomů do své struktury vznikají růstové kroužky, které jsou v pravidelných rozestupech a téměř identické.

V jiném dalším výhodném provedení monokrystalického scintilátoru podle tohoto vynálezu má pravidelné členění vlnitý tvar s periodou v rozmezí od 10 ~~μm~~ do 20 μm o výšce od nejvyššího k nejnižšímu bodu vln v rozmezí od 1 ~~μm~~ do 5 μm. Vlnitý tvar zvyšuje úhel pro výstup světla od zdroje scintilace, čímž se zvyšuje celkový světelný výtěžek ze scintilátoru. Díky pravidelnosti tvaru a vzoru je výtěžek světla mnohonásobně lepší než u broušených povrchů.

Mezi výhody vynálezu řadíme, relativně rychlou úpravu povrchu scintilátorů, použití jednoho druhu kyseliny na koncový produkt, kompletní odstranění Beilbyho vrstvy,

zvýšení citlivosti na dopadající záření a zvýšení výtěžku světla generovaného scintilátorem.

Příklady uskutečnění vynálezu

Rozumí se, že jednotlivá uskutečnění vynálezu jsou představována pro ilustraci, nikoli jako omezení vynálezu na výčet zde uvedených příkladů provedení. Odborníci znalí stavu techniky najdou nebo budou schopni zjistit za použití rutinního experimentování mnoho ekvivalentů ke specifickým uskutečněním vynálezu, která jsou zde speciálně popsána. I tyto ekvivalenty budou zahrnuty v rozsahu následujících patentových nároků.

Detail struktury povrchu je pravidelně vlnitý podle růstových kroužků monokrystalu, které vystoupily z povrchu v průběhu leptání Beilbyho vrstvy. Perioda mezi vlnami je 20 μm a výška mezi nejspodnějším a nejvyšším bodem vlny je 5 μm .

Příklad 1:

Z monokrystalu YAP (YAlO_3) s obsahem 0,1 % ceru (Ce) byl vyroben scintilátor ve tvaru disku o průměru 10 mm a tloušťce 0,5 mm. Výsledný polotovar byl leptán v kyselině fluorovodíkové o koncentraci 95 % při teplotě 20 °C po dobu 20 h. Po leptání byl scintilátor oplachován v deionizované vodě a osušen proudem vzduchu při pokojové teplotě. Poté následovalo vakuové čištění ionty argonu po dobu 20 min. Tento scintilátor byl následně použit pro detekci elektronů s energií 0,5 keV, kde vykazoval měřitelnou scintilaci.

Na rozdíl od jednostranně broušeného scintilátoru, který byl čištěn standardním postupem, tj. vyvářením ve směsi HCl (hm. koncentrace 35%) a HNO_3 (hm. koncentrace 65%) po dobu 15 min, a který při takto nízké energii elektronů nevykazoval měřitelnou scintilaci.

Příklad 2:

Z monokrystalu YAP (YAlO_3) s obsahem 0,1 % ceru (Ce) byl vyroben scintilátor ve tvaru disku o průměru 10 mm a tloušťce 0,5 mm. Výsledný polotovar byl leptán v kyselině fluorovodíkové o koncentraci 95 % při teplotě 60 °C po dobu 1 hod. Po leptání byl scintilátor oplachován v deionizované vodě a sušen proudem vzduchu při pokojové teplotě. Poté následovalo vakuové čištění ionty argonu po dobu 20 min. Tento scintilátor byl následně použit pro detekci elektronů s energií 3 keV.

Ve srovnání s jednostranně broušeným scintilátorem, který byl čištěn standardním postupem, tj. vyvářením ve směsi HCl (hmot. koncentrace 35%) a HNO_3 (hmot. koncentrace 65%) po dobu 15 min, vykazoval scintilátor nově leptaný v HF 2,5x vyšší scintilační účinnost.

Příklad 3:

Z monokrystalu YAP (YAlO_3) s obsahem 0,1 % ceru (Ce) byl vyroben scintilátor ve tvaru disku o průměru 10 mm a tloušťce 0,5 mm. Výsledný polotovar byl leptán v kyselině fluorovodíkové o koncentraci 95 % při teplotě 20 °C po dobu 1 hod. Po leptání byl scintilátor oplachován v deionizované vodě a sušen proudem vzduchu při pokojové teplotě. Poté následovalo vakuové čištění ionty argonu po dobu 20 min. Tento scintilátor byl následně použit pro detekci elektronů s energií 10 keV.

Ve srovnání se scintilátorem s jednostranně broušeným povrchem, který byl čištěn standardním postupem, tj. vyvářením ve směsi HCl (hmot. koncentrace 35%) a HNO_3 (hmot. koncentrace 65 %) po dobu 15 min, vykazoval scintilátor leptaný v HF 1,3x vyšší scintilační účinnost.

V následující tabulce jsou uvedeny hodnoty světelného výstupu jednotlivých scintilátoru s upravenými vrstvami odlišnými způsoby:

Povrchová úprava scintilátoru	Světelný výstup
Všechny strany leštěné	8%
1 strana broušená, ostatní leštěné	15%
Leptaný vzorek	24%

Průmyslová využitelnost

Způsob úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru z materiálu hlinitoytritého perovskitu aktivovaného cerem a monokrystalický scintilátor upravený tímto způsobem naleznou uplatnění v aplikacích zabývajících se detekcí záření s nižší energií, nebo o nižší intenzitě, kde je potřeba scintilátoru s vyšší účinností a citlivostí.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob úpravy povrchu monokrystalického scintilátoru z materiálu hlinitoytritického perovskitu aktivovaného cerem, zahrnující mechanické opracování a alespoň jedno leptání v kyselině za řízené teploty po předem stanovenou dobu, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že leptání se provádí po finálním mechanickém opracování scintilátoru v lázni kyseliny fluorovodíkové o koncentraci v rozmezí od 80 % do 99 %, při teplotách v rozmezí od 20 °C do 80 °C, po dobu od 1 hod do 20 hod pro alespoň částečné odstranění Beilbyho vrstvy, načež je scintilátor opláchnut od ulpívajících zbytků kyseliny fluorovodíkové a poté je scintilátor osušen.
2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že teplota kyseliny v lázni je v rozmezí od 20 °C do 50 °C a doba leptání je od 10 hod do 20 hod.
3. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že teplota kyseliny v lázni je v rozmezí od 50 °C do 80 °C a doba leptání je od 1 hod do 10 hod.
4. Způsob podle některého z nároků 1 až 3, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že po osušení je monokrystalický scintilátor uložen do vakua, kde je povrch scintilátoru očištěn argonovými ionty.
5. Monokrystalický scintilátor s povrchem upraveným způsobem podle některého z nároků 1 až 4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že jeho povrch je pravidelně členitý dle růstových proužků monokrystalu.
6. Monokrystalický scintilátor podle nároku 5, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že pravidelná členitost má vlnitý tvar s periodou v rozmezí od 10 μm do 20 μm o výšce vln od nejvyššího k nejnižšímu bodu v rozmezí od 1 μm do 5 μm .