

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
 【部門区分】第 3 部門第 3 区分
 【発行日】平成 25 年 5 月 9 日 (2013.5.9)

【公表番号】特表 2009-525359 (P2009-525359A)
 【公表日】平成 21 年 7 月 9 日 (2009.7.9)
 【年通号数】公開・登録公報 2009-027
 【出願番号】特願 2008-552493 (P2008-552493)
 【国際特許分類】

C 0 9 K 11/00 (2006.01)
 G 0 1 T 1/20 (2006.01)
 C 0 9 K 11/08 (2006.01)
 C 0 9 K 11/61 (2006.01)
 C 0 4 B 35/622 (2006.01)

【 F I 】

C 0 9 K 11/00 E
 G 0 1 T 1/20 B
 C 0 9 K 11/08 A
 C 0 9 K 11/61 C P F
 C 0 4 B 35/00 E

【誤訳訂正書】
 【提出日】平成 25 年 3 月 25 日 (2013.3.25)
 【誤訳訂正 1】
 【訂正対象書類名】特許請求の範囲
 【訂正対象項目名】全文
 【訂正方法】変更
 【訂正の内容】
 【特許請求の範囲】
 【請求項 1】

下記を含有する焼結された立方晶ハロゲン化物のシンチレーターを作製する方法：

6 6 2 k e V で 7 % から 2 % までのパルス波高分解能を有する多結晶性の焼結された立方晶ハロゲン化物のシンチレーターを生成するのに効果的な、圧力、温度、滞留時間および粒径の加工条件下で、立方晶ハロゲン化物および少なくとも一つの活性化剤の粉末混合物を圧縮する；その際、前記加工温度が、周囲温度からセ氏度で立方晶ハロゲン化物の融点の 9 0 % に至るまで、圧力が、3 0 , 0 0 0 p s i から 2 0 0 , 0 0 0 p s i まで、圧縮滞留時間が、5 分 から 1 2 0 分 まで、そして平均立方晶ハロゲン化物粒径が、6 0 マイクロメートルから 2 0 0 0 マイクロメートルまでの範囲である。

【請求項 2】

前記立方晶ハロゲン化物が、ナトリウム、カリウム、セシウム、ルビジウムのハロゲン化物から選択される二成分系の立方晶ハロゲン化物である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記立方晶ハロゲン化物が、ヨウ化ナトリウムである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記活性化剤が、タリウム、セシウム、およびナトリウムのハロゲン化物から選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記活性化剤が、ヨウ化タリウムである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記活性化剤の濃度が、重量 0 . 0 0 5 % から 5 . 0 % までの範囲である、請求項 1

に記載の方法。

【請求項 7】

前記加工温度が 20 から 30 までの範囲であり、前記圧力が 100,000 psi から 200,000 psi までの範囲であり、前記滞留時間が 5 分 から 10 分 までの範囲であり、そして前記平均粒径が 60 マイクロメートルから 90 マイクロメートルまでの範囲である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記温度が 90 から 150 までの範囲であり、前記圧力が 100,000 psi から 150,000 psi までの範囲であり、前記滞留時間が 5 分 から 10 分 までの範囲であり、そして前記平均粒径が 90 マイクロメートルから 120 マイクロメートルまでの範囲である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記温度が 250 から 450 までの範囲であり、前記圧力が 30,000 psi から 60,000 psi までの範囲であり、前記滞留時間が 50 分 から 60 分 までの範囲であり、そして前記平均粒径が 200 マイクロメートルから 275 マイクロメートルまでの範囲である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記圧縮が、冷間一軸圧縮、温間一軸圧縮、もしくは熱間一軸圧縮によって行われる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

前記一軸圧縮が、熱間圧縮である、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

前記圧縮が、冷間等方圧縮、温間等方圧縮、もしくは熱間等方圧縮によって行われる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 13】

前記活性化剤が、混合物の全体にわたって均一に分布する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

前記活性化剤が、制御された勾配にしたがって混合物の全体にわたって変化する濃度百分率を有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 15】

前記混合物が、第一および第二の異なる活性化剤濃度、および／もしくは、第一および第二の異なる粒径範囲分布を有する、少なくとも第一および第二のブレンドを含有し、この第一および第二のブレンドが、シンチレーターの寸法に沿って、活性化剤濃度および／もしくは結晶サイズの制御された勾配を有するシンチレーター本体を生成するために、あとに続く焼結用にあらかじめ選択された順序で圧縮鑄型に充填される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 16】

前記混合物が、比較的大きい第一の立方晶ハロゲン化物平均粒径を有する立方晶ハロゲン化物と活性化剤との第一ブレンドを 25 % から 75 % までと、および、第一の立方晶ハロゲン化物平均粒径の 30 % に至るまでの比較的小さい第二の立方晶ハロゲン化物平均粒径を有する立方晶ハロゲン化物と活性化剤との第二ブレンドを 25 % から 75 % までとを含むことができる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 17】

前記比較的大きい第一の立方晶ハロゲン化物平均粒径が、200 マイクロメートルから 250 マイクロメートルまでの範囲であり、そして前記第二の比較的小さい平均立方晶ハロゲン化物粒径が、30 マイクロメートルから 50 マイクロメートルまでの範囲である、請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】

水分および／もしくは他の揮発性不純物を除去するために、圧縮に先立って、前記混合物を前処理することをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 19】

前記前処理が、不活性雰囲気下もしくは真空下で前記混合物をあらかじめ加熱することによって行われる、請求項 18 に記載の方法。

【請求項 20】

シンチレーターにおける機械的な内部応力を減少させるのに十分な温度で、前記多結晶性の焼結された立方晶ハロゲン化物のシンチレーターを焼鈍することをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 21】

請求項 1 に記載の方法にしたがって製造されたシンチレーター。

【請求項 22】

7 % から 20 % までのパルス波高分解能を有する、請求項 21 に記載のシンチレーター。

【請求項 23】

請求項 1 の方法にしたがって製造され、そして光学的に光検出器に接続したシンチレーターを含有する放射線検出器。

【請求項 24】

前記シンチレーターがヨウ化ナトリウムを含有し、そして前記活性化剤がヨウ化タリウムを含有する、請求項 23 に記載の放射線検出器。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0031

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0031】

一軸圧縮 (UP) : 一軸圧縮は、粉末を固体部品へと高密度化するために使われる標準のセラミック製作技術であり、ここでは、しばしば水圧式プレスで一方向に圧力を印加する。一軸圧縮は、冷間一軸圧縮 (cold uniaxial pressing; CUP)、温間一軸圧縮 (warm uniaxial pressing; WUP)、もしくは熱間圧縮 (hot pressing) でよい。WUPでは、CUP 鑄型は、圧力の印加前に、そして印加中に加熱する。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0034

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0034】

熱間圧縮 : 代わりに、先に記載したプロセス段階のいずれかと組み合わせて、粉末は、昇温した温度で外部圧力の印加によって熱間圧縮してよい。熱間圧縮は、力を粉末に印加する、もしくは昇温して、たとえば 200 を超える温度で、一軸的に前もって形成した粉末に印加する圧粉プロセスである。熱の付与によってより低い力で同一の圧粉レベルが達成されるので、圧力は、冷間一軸圧縮に比べて通常は幾分低い。

【誤訳訂正 4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0035

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0035】

一つの実施態様において、粉末は適切な鑄型、たとえば、黒鉛鑄型に入れ、そして一軸圧力を鑄型に印加する。この間、望む密度および光学的透明性を有する焼結体を得られるまで、すなわち理論密度の少なくとも 93 % の密度を求めて、十分な滞留時間のあいだに

、10～45，000 p s i の圧力で、100から600 で、粉末は誘導加熱によって加熱する。一つの実施態様において、焼結体は、他のプロセス段階（たとえば、理論密度の少なくとも99．90％の密度用のHIPプロセス）によってさらに加工する。一つの実施態様において、粉末の圧粉体は、30から45，000 p s i で300から500 で6．5時間、熱間圧縮する。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0036

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0036】

一つの実施態様において、粉末は、理論密度の少なくとも95％の閉鎖気孔状態まで、そして100 から立方晶ハロゲン化物の融点の90％の範囲の温度で真空熱間圧縮してもよい。一つの実施態様において、粉末は、カプセル化するか、もしくは密閉容器に入れ、そして約20マイクロメートルの真空で、そして1200 p s i の圧力で、100 から600 の範囲で約1時間、窒化ホウ素でコートした黒鉛鑄型の中で熱間圧縮する。温度と圧力は、次に100マイクロメートル未満の真空下、約5，000から25，000 p s i で、500 から600 （もしくは、シンチレーター物質の融点の約90％に至るまで）に上昇してもよい。これらの条件を約1から4時間維持し、これに続いて圧力を戻し、そして生じたシンチレーター本体の炉を冷却する。

【誤訳訂正6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0037

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0037】

等方圧縮（TP）：等方圧縮は、前もって形成した粉末が圧力容器に含まれる液体中の柔軟な被覆で覆い隠されるプロセスである。この液体に及ぼす圧力を増加し、これにより、同時に総ての方向から生成物に印加される圧力を増加させる。圧力は部品の面の総てにわたって加わり、複雑な形が製作されることになり、そして部品内の圧力勾配が減少する。この段階では、粉末の圧粉体もしくは粉末は、カプセル化するか、もしくは密閉容器に入れ、そして理論密度の>93％に密度を増加するために、約50，000と100，000 p s i の間で等方的に印加してよい。このプロセスは、冷間等方圧縮（cold isostatic pressing）、温間等方圧縮（warm isostatic pressing）、もしくは熱間等方圧縮（hot isostatic pressing）（CIP、WIPもしくはHIP）のいずれかでよい。

【誤訳訂正7】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0039

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0039】

WIPプロセスにおける使用に適切な容器は、シリコンゴム、金属などで作られた柔軟な気密性の容器を含む。一つの実施態様において、圧粉体は、焼結された結晶の広範囲高密度化と光学的な透明性の進展とをもたらすのに十分な時間で、真空で、もしくは加湿水素雰囲気のような還元性雰囲気で、40 から200 の温度まで、炉の中、たとえば黒鉛炉もしくはタングステン炉の中で加熱してよい。一つの実施態様において、圧力媒体は、ゴムの袋に含まれたシンチレーターの試料を入れた高温オイルもしくはオイル／水混合物のような温液体を含有する。第二の実施態様において、乾燥袋等方圧縮（dry bag isopress）は、シンチレーター試料を含むために使われ、加熱空気が圧力

媒体として使われる。一つの実施態様において、温間等方圧縮は、1 時間から約 30 時間のあいだである。第二の実施態様において、温間等方圧縮は、15 時間のあいだ 45 , 000 p s i の圧力で、そして 100 の炉温度で行う。

【誤訳訂正 8】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0041

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0041】

一つの実施態様において、熱間等方圧力は、望みの光学的透明性および理論的な密度の > 99 % の密度を得るために、十分な滞留時間で、300 から 600 の間の温度である。

【誤訳訂正 9】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0056

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0056】

実施例 1 - 5

これらの実施例では、シグマアルドリッチ社 (Sigma Aldrich) から得た純度 99.999 % のヨウ化ナトリウム粉末の 20 g の試料は、粉末を乾燥することにより前処理し、水分と揮発性不純物を除去し、以下に述べる手順のあいだ乾燥雰囲気下に保った。試料の粒径分布は、下の表 1 に記載した。試料はタリウムを含まなかった。試料を金型に入れ、真空ホットプレスで熱間圧縮し、そして次の実験計画にしたがった圧力下で焼結した。最初は周囲温度の試料を 6.6 / 分の加熱上昇速度で、300 の加工第一温度まで加熱し、表 1 に示したような第一滞留時間のあいだ、第一温度で保持した。次に、試料を焼鈍のために、240 の第二温度まで 4 / 分の冷却下降速度で冷却させ、そして 15 分の第二滞留時間のあいだ第二温度に保った。最後に、試料を 6.6 / 分の冷却下降速度で冷却し、周囲温度に戻した。初期昇温の最後の 15 分間に表 1 に示したように焼結圧力に至るまで圧力をかけ、そして第一温度および滞留時間の条件のあいだ維持し、その後圧力を常圧に下げた。生成したシンチレーター本体を光学的な透明性と色とを目視で評価し、結果を下の表 1 にまとめた。実施例 1 ~ 5 の生成したシンチレーター本体の写真は、表 1 に示したように、図 2 から 6 にそれぞれ表わした。

【誤訳訂正 10】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0058

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0058】

実施例 6

この実施例では、0.2 % のヨウ化タリウムを含み、約 10 マイクロメートルから約 592 マイクロメートルの粒径を有するヨウ化ナトリウム 20 g を周囲温度、110 , 000 p s i で、5 分間、冷間圧縮した。生成したシンチレーター本体は図 7 に示すが、これは半透明、黄色であった。