

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 641 845**

51 Int. Cl.:

G01T 3/06 (2006.01)

C09K 11/77 (2006.01)

G21K 4/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.04.2012 PCT/JP2012/058969**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.10.2012 WO12137738**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.04.2012 E 12768181 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.07.2017 EP 2695928**

54 Título: **Centelleador, detector de radiación, y método para detectar radiación**

30 Prioridad:

04.04.2011 JP 2011082995

24.06.2011 JP 2011140294

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

14.11.2017

73 Titular/es:

TOKUYAMA CORPORATION (50.0%)

1-1, Mikage-cho

Shunan-shi, Yamaguchi 745-8648, JP y

TOHOKU UNIVERSITY (50.0%)

72 Inventor/es:

FUKUDA, KENTARO;

KAWAGUCHI, NORIAKI;

YOSHIKAWA, AKIRA;

YANAGIDA, TAKAYUKI y

YOKOTA, YUI

74 Agente/Representante:

MANRESA VAL, Manuel

ES 2 641 845 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Centelleador, detector de radiación, y método para detectar radiación.

5 La presente invención se refiere a la utilización de un centelleador en un detector de radiaciones. Más específicamente, la presente invención se refiere a la utilización en entornos de altas temperaturas de un centelleador que comprende un cristal de tipo colquiriita; a la utilización de un detector de radiaciones en entornos de altas temperaturas; y a un procedimiento destinado a detectar radiaciones a altas temperaturas.

Antecedentes de la técnica:

10 Los centelleadores son sustancias que, cuando reciben el impacto de radiaciones tales como rayos α , rayos β , rayos γ , rayos X o neutrones, absorben las radiaciones para emitir fluorescencia. El centelleador se combina con un fotodetector, tal como un tubo fotomultiplicador, y dicha combinación se utiliza como detector de radiaciones.

15 El detector de radiaciones se utiliza ampliamente en diversos campos de aplicación, entre ellos campos de exploración de recursos tales como la anotación cronológica en yacimientos petrolíferos, campos médicos tales como la tomografía, campos industriales tales como la inspección destructiva, campos de seguridad tales como la inspección de pertenencias personales y campos académicos tales como la física de alta energía.

20 El detector de radiaciones utilizado en la anotación cronológica de pozos de yacimientos petrolíferos se instala dentro de un taladro de excavación y se utiliza para detectar rayos gamma o neutrones debajo de la excavación y predecir las propiedades de los estratos (documento de patente 1). Puesto que las temperaturas varían mucho durante su utilización debajo de las excavaciones, es necesario que los centelleadores utilizados en la anotación cronológica de los pozos en los yacimientos petrolíferos presenten unas características satisfactorias en una amplia gama de temperaturas inferiores a 0 °C hasta superiores a 200 °C (véase el documento no correspondiente a patente 1). Tal como se representa en la figura 1 del documento no correspondiente a patente 1, sin embargo, los centelleadores adolecían generalmente del problema de disminuir el rendimiento de la luz en entornos de altas temperaturas. Por ejemplo, el rendimiento lumínico a aproximadamente 110 °C a partir del óxido de bismuto y germanio (BGO) disminuye hasta aproximadamente un 16% en comparación con el rendimiento lumínico a temperatura ambiente. De un modo similar, el rendimiento lumínico del óxido de cadmio y tungsteno (CdWO_4) se reduce hasta aproximadamente un 20% a aproximadamente 150 °C. Incluso el yoduro de sodio con impurezas de talio (Tl:NaI) y el fluoruro de cesio (Café), cuyas características de emisión de luz se consideran relativamente satisfactorias en entornos de altas temperaturas, resultaron problemáticos, ya que su rendimiento lumínico disminuyó hasta aproximadamente un 70% y aproximadamente un 61%, respectivamente, en un entorno de alta temperatura a aproximadamente 140 °C. Martino *et al.* (véase el documento no correspondiente a patente 2) describen el LiCaAlF_6 con impurezas de lantánidos como un nuevo material potencialmente dosimétrico. Se preparó LiCaAlF_6 con impurezas de Eu como ejemplo específico.

Documentos de la técnica anterior:

35 Documentos de patente:

Documento de patente 1: Patente US n.º 5.539.225

Documentos no correspondientes a patentes:

40 Documento no correspondiente a patente 1: C.L. Melcher, "SCINTILLATORS FOR WELL LOGGING APPLICATIONS" ("Centelleadores para aplicaciones de anotación cronológica en pozos"), *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 40/41 (1989) 1214-1218. Documento no correspondiente a patente 2: Martino *et al.*, "Rare earth doped LiCaAlF_6 as a new potential dosimetric material" (" LiCaAlF_6 con impurezas de lantánidos como nuevo material potencialmente dosimétrico"), *OPTICAL MATERIALS*, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS B.V. AMSTERDAM, NL, vol.30, n.º 1, 24 de julio de 2007, páginas 69-71.

Resumen de la invención:

45 Problemas que resuelve la presente invención:

50 Se realizado la presente invención en vista los problemas mencionados anteriormente. Constituye un objetivo de la presente invención proporcionar la utilización de un centelleador en un entorno de altas temperaturas que resulte satisfactorio en el rendimiento lumínico en el entorno de altas temperaturas; la utilización de un detector de radiaciones en un entorno de altas temperaturas; y un procedimiento destinado a medir las radiaciones en entornos de altas temperaturas mediante la utilización del detector.

Medios para resolver los problemas:

5 Los presentes inventores prepararon diversos centelleadores y valoraron su rendimiento lumínico a altas temperaturas. Como resultado de ello, han descubierto que un centelleador que comprenda un cristal de tipo colquiriita con una composición química específica muestra un rendimiento lumínico satisfactorio a altas temperaturas. Dicho descubrimiento les ha permitido realizar la presente invención.

Según la presente invención, se proporciona la utilización de un centelleador para detectar radiaciones en un entorno de altas temperaturas no inferiores a 100 °C por centelleo, comprendiendo el centelleador un cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química siguiente



10 en la que M¹ representa por lo menos un elemento metálico alcalinotérreo seleccionado de entre el grupo que comprende magnesio (Mg), calcio (Ca), estroncio (Sr) y bario (Ba), M² representa por lo menos un elemento metálico seleccionado de entre el grupo que comprende aluminio (Al), galio (Ga) y escandio (Sc), y X representa por lo menos un elemento halógeno seleccionado de entre el grupo que comprende flúor (F), cloro (Cl), Bromo (Br) y yodo (I). En la utilización anterior, se prefiere que

- 15
- 1) el cristal del tipo colquiriita se representa mediante la fórmula química LiCaAlF₆;
 - 2) el cristal tipo colquiriita comprende por lo menos un elemento lantanoide seleccionado de entre el grupo que comprende Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm e Yb;
 - 3) el elemento lantanoide es Ce o Eu; y
 - 4) el porcentaje isotópico de ⁶Li es de un 20% o superior y su utilización comprende la detección de neutrones.

20 Según la presente invención, se proporciona asimismo la utilización de un detector de radiaciones destinado a detectar radiaciones en un entorno de altas temperaturas no inferiores a 100 °C mediante centelleo, comprendiendo el detector de radiaciones: el centelleador tal como se define en la presente memoria; y un fotodetector.

25 Según la presente invención, se proporciona además un procedimiento para detectar radiaciones por centelleo, que comprende: introducir radiaciones, a una temperatura elevada no inferior a 100 °C, en el centelleador tal como se define en la presente memoria para emitir fluorescencia; y detectar la fluorescencia mediante un fotodetector. En el procedimiento para detectar radiaciones se prefiere que las radiaciones comprendan neutrones.

Efectos de la presente invención:

30 Se puede utilizar el centelleador en un detector de radiaciones para detectar rayos X, rayos γ o neutrones. En comparación con los centelleadores convencionales, el centelleador disminuye muy poco el rendimiento lumínico, o más bien aumenta el rendimiento lumínico, incluso a 100 °C o temperatura superior, o incluso a una temperatura tan elevada como 200 °C. De este modo, se puede utilizar el centelleador como centelleador particularmente preferido para un detector de radiaciones utilizado en entornos con altas temperaturas, por ejemplo, en la anotación cronológica de pozos de yacimientos petrolíferos.

Breve descripción de los dibujos:

40 La [Figura 1] es una vista esquemática de un dispositivo destinado a la fabricación de un cristal que se utiliza para el centelleador utilizado en la presente invención, mediante el método Czochralski.
La [Figura 2] es una vista que representa un espectro de emisión obtenido cuando se irradió con rayos X muy penetrantes el centelleador del ejemplo 1
La [Figura 3] es una vista que representa el rendimiento lumínico del centelleador del ejemplo 1 en diversos entornos de temperatura.
La [Figura 4] es una vista que representa un sistema experimental utilizado cuando se obtienen los espectros de la altura del impulso al irradiar un centelleador con neutrones en diversos entornos de temperatura.
45 La [Figura 5] es una vista que representa los espectros de la altura del impulso obtenidos cuando se irradió con neutrones el centelleador del ejemplo 1 en diversos entornos de temperatura.
La [Figura 6] es una vista que representa un espectro de emisión obtenido cuando se irradió con rayos X muy penetrantes el centelleador del ejemplo 2.
La [Figura 7] es una vista que representa el rendimiento lumínico del centelleador del ejemplo 2 en diversos entornos de temperatura.
50 La [Figura 8] es una vista que representa los espectros de la altura del impulso obtenidos cuando se irradió con neutrones el centelleador del ejemplo 2 en diversos entornos de temperatura.
La [Figura 9] es una vista que representa un espectro de emisión obtenido cuando se irradió con rayos X muy penetrantes el centelleador del ejemplo comparativo 1.

La [Figura 10] es una vista que representa el rendimiento lumínico del centelleador del ejemplo comparativo 1 en diversos entornos de temperatura.

La [Figura 11] es una vista que representa los espectros de la altura del impulso obtenidos cuando se irradió con neutrones el centelleador del ejemplo comparativo 1 en diversos entornos de temperatura.

5

Modo de poner en práctica la invención:

El centelleador utilizado en la presente invención comprende un cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química siguiente



10 en la que M¹ representa por lo menos un elemento metálico alcalinotérreo seleccionado de entre Mg, Ca, Sr y Ba, M² representa por lo menos un elemento metálico seleccionado de entre Al, Ga y Sc, y X representa por lo menos un elemento halógeno seleccionado de entre F, Cl, Br y I (al que de ahora en adelante se hará referencia simplemente como "cristal de tipo colquiriita"). El cristal de tipo colquiriita es un cristal hexagonal que pertenece al grupo de simetría espacial P31c y se puede identificar fácilmente mediante la técnica de difracción de rayos X en
15 polvo.

El término "colquiriita" se refiere a un compuesto natural de LiCaAlF₆ que presenta una estructura cristalina característica. El tipo colquiriita al que se hace referencia en la presente memoria comprende un compuesto que presenta una estructura cristalina similar a la de la colquiriita en la que algunos elementos del compuesto se han sustituido por otros elementos.

20 El centelleador que comprende el cristal de tipo colquiriita mencionado anteriormente disminuye solo ligeramente el rendimiento lumínico en entornos de altas temperaturas. Por lo tanto, se puede utilizar de un modo particularmente preferido como centelleador en entornos de altas temperaturas, por ejemplo, en un detector de radiaciones utilizado en entornos de altas temperaturas tales como la anotación cronológica de pozos en yacimientos petrolíferos.

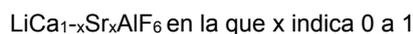
25 En la presente invención, los entornos de altas temperaturas se refieren a entornos en los que la temperatura del centelleador alcanza 100 °C o más. En relación con los entornos de altas temperaturas, el límite superior de temperatura no se encuentra limitado, excepto si supera la temperatura de fusión del centelleador. Sin embargo, para evitar las fluctuaciones en las características de la emisión de luz del centelleador y las fluctuaciones en las características del funcionamiento de un fotodetector para detectar la emisión de luz del centelleador, el límite superior de temperatura se ajusta preferentemente a 200 °C o menos. Cuando se utiliza el centelleador en un
30 entorno en el que la temperatura ambiente para el centelleador supera los 200 °C, se prefiere proporcionar un mecanismo de enfriamiento para que la temperatura del centelleador sea de 200 °C o inferior.

En el centelleador, el cristal de tipo colquiriita más preferido es un cristal de tipo colquiriita en el que los elementos de halógenos sean F, ya que dicho cristal carece de propiedades delicuescentes y presenta una estabilidad química excelente. En el cristal de tipo colquiriita que presenta F como elementos halógenos, algunos de los F pueden ser encontrados sustituidos por Cl, Br o I para mejorar las propiedades del centelleador, tal como el rendimiento lumínico.

35

Del cristal de tipo colquiriita con F como elementos halógenos, además, el cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química

40



es el preferido, ya que facilita la preparación de un cristal grande y puede aumentar el rendimiento lumínico cuando se utiliza como centelleador.

45

Además, el LiCaAlF₆ con la fórmula química mencionado anteriormente en la que x es 0 es el más preferido como centelleador para la detección de neutrones. Ello se debe a que el LiCaAlF₆ presenta un número atómico efectivo pequeño y, de este modo, puede disminuir la sensibilidad a los rayos γ y que constituyen un ruido de fondo en la detección de neutrones. En la presente invención, el número atómico efectivo es un indicador definido por la ecuación siguiente:

$$\text{Número atómico efectivo} = (\sum W_i Z_i^4)^{1/4}$$

en la que W_i representa la fracción de masa del elemento i -ésimo entre los elementos que constituyen el centelleador y Z_i representa el número atómico del elemento i -ésimo entre los elementos que constituyen el centelleador.

- 5 En el centelleador, el cristal del tipo colquiriita comprende preferentemente por lo menos un elemento lantanoide seleccionado de entre el grupo que comprende Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm e Yb.

10 El elemento lantanoide actúa como activador de la emisión de luz al incidir las radiaciones y puede aumentar el rendimiento lumínico del centelleador. El centelleador que comprende el cristal de tipo colquiriita con cualquiera de los elementos lantanoides se puede utilizar preferentemente incluso en entornos de altas temperaturas que superen excepcionalmente los 200 °C.

15 De los elementos lantanoides, el Ce es uno de los elementos particularmente preferidos. Mediante la incorporación de Ce al cristal de tipo colquiriita se puede obtener un centelleador con una disminución particularmente pequeña en el rendimiento lumínico en un entorno de altas temperaturas. Puesto que la emisión de luz atribuida al Ce presenta una vida útil de fluorescencia corta, se puede obtener, además, un centelleador con una respuesta rápida excelente.

20 Tal como se describirá posteriormente, un centelleador que comprende el cristal de tipo colquiriita representado, por ejemplo, por la fórmula química LiCaAlF_6 y que contiene Ce, presenta la característica extremadamente rara de que su rendimiento lumínico es mayor en un entorno de altas temperaturas superando los 200 °C que en un entorno de temperaturas normales. De este modo, se puede utilizar adecuadamente el centelleador incluso en unas condiciones de altas temperaturas que superen los 200 °C.

25 De los elementos lantanoides, el Eu es asimismo un elemento particularmente preferido. Mediante la incorporación de Eu al cristal de tipo colquiriita se puede obtener un centelleador con una disminución mínima en el rendimiento lumínico en un entorno de altas temperaturas y obtener un rendimiento lumínico muy grande.

30 Por ejemplo, un centelleador que comprenda el cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química LiCaAlF_6 y que contenga Eu puede mantener un 50% del rendimiento lumínico que se obtiene en un entorno de temperaturas normales, incluso en un entorno de altas temperaturas de 300 °C. De este modo, se puede utilizar adecuadamente el centelleador incluso en entornos de altas temperaturas de 200 °C a 300 °C.

35 El contenido del elemento lantanoide se encuentra comprendido preferentemente entre el 0,01 y el 0,5% en moles basándose en el cristal del tipo colquiriita. Cuando se ajusta el contenido a un 0,01% en moles o superior, se puede aumentar el rendimiento lumínico del centelleador. Cuando se ajusta el contenido a un 0,5% en moles o inferior, se pueden evitar problemas con el centelleador, tales como la opacidad. Se puede ajustar adecuadamente el contenido del elemento lantanoide, tal como se describirá posteriormente, mediante la proporción de mezcla de un haluro del elemento lantanoide para añadir a una mezcla de material en la producción del centelleador.

40 El centelleador no se encuentra limitado en lo que se refiere a las radiaciones que se van a detectar y se pueden utilizar para detectar radiaciones tales como rayos X, rayos α , rayos β , rayos γ y o neutrones. Puesto que se puede incorporar el isótopo ${}^6\text{Li}$ al cristal, en particular, el centelleador presenta su efecto máximo en la detección de neutrones entre las radiaciones. Es decir, el isótopo ${}^6\text{Li}$ es muy eficiente en la realización de una reacción de captura de neutrones y puede detectar fácilmente los neutrones que han incidido en el centelleador mediante su reacción de captura de neutrones. De este modo, el cristal de tipo colquiriita que comprende el isótopo ${}^6\text{Li}$ resulta particularmente preferido como centelleador de la detección de neutrones.

45 Cuando el centelleador se utiliza como centelleador para la detección de neutrones, el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$ es preferentemente del 20% o superior. El porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$ se refiere a la proporción de abundancia del isótopo ${}^6\text{Li}$ con respecto a todos los elementos de litio y afecta a la eficiencia de la detección de neutrones. Es decir, los neutrones incidentes en el centelleador se detectan provocando una reacción de captura de neutrones con el isótopo ${}^6\text{Li}$, tal como se ha indicado anteriormente. Por lo tanto, cuanto mayor sea el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$, mejor será la eficiencia en la detección de neutrones cuando el centelleador se utiliza como centelleador para la detección de neutrones.

50 Se puede ajustar el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$, según corresponda, controlando el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$ contenido en un haluro de litio (que de ahora en adelante se denominará LiX), tal como LiF, utilizado como material inicial.

55 En el caso del Li natural, el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$ es únicamente de aproximadamente el 7,6%. Sin embargo, están comercialmente disponibles y pueden obtenerse fácilmente materiales en los que el isótopo ${}^6\text{Li}$ se encuentra enriquecido para aumentar el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$. En la presente invención, los ejemplos de procedimiento para ajustar el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$ son un procedimiento que utiliza un material que presenta el isótopo ${}^6\text{Li}$ enriquecido para el porcentaje isotópico pretendido de ${}^6\text{Li}$ y un procedimiento que comprende preparar para utilizar

un material que presenta ${}^6\text{Li}$ enriquecido previamente para el porcentaje isotópico pretendido ${}^6\text{Li}$ o superior, y mezclar el material enriquecido con un material de uso general que presenta el porcentaje isotópico natural para ajustar el porcentaje isotópico.

5 En la presente invención, la eficiencia del cristal de tipo colquiriita resultante en la detección de neutrones se puede aumentar suficientemente estableciendo el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$ a un 20% o superior. Para mejorar aún más la eficiencia en la detección, el porcentaje isotópico de ${}^6\text{Li}$ se ajusta preferentemente a un 50% o superior y más preferentemente a un 90% o superior.

10 En la presente invención, el cristal de tipo colquiriita se puede encontrar tanto en una forma de cristal único como en forma policristalina. Sin embargo, se prefiere un único cristal para obtener un centelleador con un alto rendimiento lumínico, sin que implique una pérdida debida a la transición no radiactiva atribuida a un defecto reticular o la disipación de luz del centelleo en la junta intergranular.

15 El centelleador que comprende el cristal único es un cristal transparente incoloro o ligeramente coloreado, y resulta muy transparente a la luz de centelleo. Dicho cristal presenta asimismo una estabilidad química satisfactoria y, cuando se utiliza de un modo ordinario, su rendimiento no disminuye a corto plazo. Además, su resistencia mecánica y su procesabilidad resultan satisfactorias y se pueden procesar fácilmente en una forma pretendida y utilizarse.

20 El procedimiento de producción del centelleador que comprende el cristal único no se encuentra limitado y el cristal se puede producir mediante un procedimiento de realización de cristales de conocimiento público. Preferentemente, el cristal se realiza mediante el método Czochralski o el método *micro-pulling-down*. Mediante la adopción del método Czochralski o del método *micro-pulling-down*, se puede producir un cristal único con cualidades excelentes, por ejemplo, la transparencia. Con el método *micro-pulling-down*, el cristal único se puede producir directamente en una forma específica y se puede producir en un tiempo breve. Por otro lado, con el método Czochralski se puede producir un gran cristal único de varias pulgadas de diámetro a un bajo coste.

25 Se ofrecerá una descripción de un procedimiento general para producir el centelleador que comprende el cristal único de tipo colquiriita mediante el método Czochralski.

30 En primer lugar, se cargan en un crisol 1 unas cantidades predeterminadas de materiales. No existe limitación alguna en lo que se refiere a la pureza de los materiales, pero preferentemente es del 99,99% o superior. Al utilizar dichos materiales de alta pureza, se puede aumentar la pureza del cristal resultante, de tal modo que se mejoran las características tales como el rendimiento de la luz. Los materiales utilizados pueden ser materiales pulverulentos o particulados, o se pueden utilizar tras sinterizarlos o solidificarlos por fusión de antemano.

35 Como materiales, según el cristal de tipo colquiriita, se utiliza una mezcla realizada mezclando, según el caso, LiX, haluros de metales alcalinotérreos (por ejemplo, MgF_2 , CaF_2 , SrF_2 y BaF_2), haluros de elementos metálicos (por ejemplo, AlF_3 , GaF_3 y ScF_3), y haluros de elementos lantanoides (por ejemplo, CeF_3 , PrF_3 y NdF_3).

40 La proporción de mezcla de LiX, el haluro del metal alcalinotérreo y el haluro del elemento metálico en la mezcla de material se ajusta a una relación molar de 1:1:1. Sin embargo, en la producción del cristal de tipo colquiriita mediante el procedimiento de crecimiento en estado fundido, tal como el método Czochralski o el método *micro-pulling-down*, tanto el LiX como el haluro del elemento metálico se pueden utilizar aproximadamente entre el 1 y el 10% por encima de la proporción anterior, ya que se volatilizan fácilmente. Sus volatilizaciones son completamente distintas en función de las condiciones de fabricación (temperatura, atmósfera, procedimiento, etc.) para el cristal. Por lo tanto, es conveniente investigar de antemano los volúmenes de volatilización del LiX y del haluro del elemento metálico, y determinar la proporción de mezcla de los materiales.

45 La cantidad de elemento lantanoide incorporado en el cristal de tipo colquiriita se puede ajustar opcionalmente mediante la proporción de mezcla del haluro del elemento lantanoide añadido a la mezcla de material. Dicha proporción de mezcla se establece preferentemente entre el 0,1 y el 5% en moles con respecto al cristal del tipo colquiriita. Cuando se ajusta la proporción de mezcla a un 0,1% en moles o superior, se puede aumentar el rendimiento lumínico. Cuando se ajusta la proporción de mezcla a un 5% en moles o inferior, se pueden evitar problemas tales como la opacidad del cristal único.

50 A continuación, se instalan el crisol 1 cargado con los materiales, un calentador 2, un aislante térmico 3 y una plataforma móvil 4 tal como se representa en la figura 1. Un crisol adicional con un orificio realizado en el fondo se puede montar encima del crisol 1 y suspenderse fijándose al calentador 2 o similar, con lo que se puede construir una estructura de crisol doble.

55 Se monta un germen cristalino 5 en el extremo frontal de un dispositivo de control de diámetro automático 6. Se puede utilizar un metal, tal como el platino, excelente en lo que se refiere a la resistencia a la corrosión a altas temperaturas en lugar del germen cristalino. Sin embargo, se prefiere el uso de un cristal único que presente una

estructura cristalina idéntica o similar a la del cristal de tipo colquiriita por producir, ya que se puede evitar la policristalización o la formación de grietas en el cristal.

5 El dispositivo de control de diámetro automático comprende una célula de carga destinada a medir el peso del cristal y un sistema de circuito desinado a alimentar el peso medido hacia una salida de calentador. Utilizando dicho dispositivo de control de diámetro automático se puede producir un cristal con el diámetro previsto de un modo estable y con una precisión elevada.

10 A continuación, utilizando una bomba de vacío, el interior de una cámara 7 se vacía hasta $1,0 \times 10^{-3}$ Pa o inferior. A continuación, se introduce un gas inerte, por ejemplo, argón de gran pureza, en la cámara para que se realice el intercambio gaseoso. No se encuentra limitada la presión dentro de la cámara tras el intercambio gaseoso, sino que es generalmente la presión atmosférica. Mediante este intercambio gaseoso, se puede eliminar el agua que se adhiere a los materiales iniciales o al interior de la cámara, y se puede evitar el deterioro del cristal provocado por dicha agua.

15 Para evitar una influencia adversa debida al agua que no se puede eliminar incluso mediante el intercambio gaseoso anterior, se prefiere utilizar un depurador muy reactivo con agua. Como depurador se puede utilizar preferentemente tetrafluometano o un compuesto similar. El depurador se mezcla con el gas inerte mencionado anteriormente y se introduce la mezcla en la cámara.

20 Tras realizar el intercambio gaseoso, los materiales se calientan mediante una bobina de alta frecuencia 8 y el calentador 2 hasta que se funden. El procedimiento de calentamiento no se encuentra limitado y, por ejemplo, se puede utilizar un procedimiento de calentamiento por resistencia utilizando, según corresponda, un calentador de carbono o similar, en lugar del método de calentamiento por inducción utilizando la bobina de alta frecuencia y el calentador.

25 A continuación, la masa fundida de material fundido se pone en contacto con el germen cristalino. La salida del calentador se ajusta de tal modo que una parte de la masa fundida en contacto con el germen cristalino se alcanza la temperatura de solidificación. A continuación, bajo el control del dispositivo de control de diámetro automático 6, se hace ascender el cristal resultante, con la velocidad de tracción ajustada automáticamente. La plataforma móvil 4 se puede desplazar hacia arriba o hacia abajo, según corresponda, para ajustar el nivel de líquido. Se tira continuamente del cristal, ajustándose la salida de la bobina de alta frecuencia cuando corresponda. Cuando el cristal crece hasta la longitud pretendida, se corta el cristal de la superficie del líquido y se enfría durante el transcurso de un período suficiente para evitar la formación de grietas en el cristal. Como resultado de ello, se puede obtener un cristal único.

Se puede realizar el recocido del cristal producido para eliminar algún defecto del cristal debido a una deficiencia en los átomos de flúor o a la deformación térmica.

40 El cristal único resultante presenta una procesabilidad satisfactoria y se puede procesar del modo pretendido para su utilización como centelleador. En el procesamiento del cristal, se puede utilizar sin limitación alguna un cortador tal como una sierra de hoja o una sierra helicoidal, una afiladora o pulidora, que son de conocimiento público.

45 No se encuentra limitada la forma del centelleador. Preferentemente, sin embargo, dicho centelleador presenta una superficie de salida óptica opuesta a un fotodetector, que se describirá posteriormente, y la superficie de salida óptica se ha pulido ópticamente. Al disponer de dicha superficie de salida óptica, el centelleador puede introducir eficientemente la luz generada de este modo en el fotodetector.

50 La forma de la superficie de salida óptica no se encuentra limitada y se puede seleccionar y utilizar apropiadamente una forma apta para aplicaciones, tal como una forma cuadrangular que unas dimensiones comprendidas entre varios milímetros y varios cientos de milímetros por lado, o una forma circular con un diámetro comprendido entre varios milímetros y varios cientos de milímetros. El espesor del centelleador en la dirección de incidencia de la radiación difiere según la radiación por detectar, pero generalmente está comprendida entre varios cientos de micrómetros y varios cientos de milímetros.

55 Preferentemente, se aplica una película reflectora de la luz que comprende aluminio o teflón (marca registrada) a una superficie del centelleador que no se encuentra opuesta al fotodetector. De este modo, se puede evitar la disipación de la luz generada por el centelleador.

60 El centelleador se combina con un fotodetector, con lo que se puede realizar un detector de radiaciones para entornos de altas temperaturas. Es decir, la luz emitida por el centelleador tras la irradiación con radiaciones se convierte en una señal eléctrica mediante el fotodetector, por lo que la presencia o falta y resistencia de las radiaciones se puede tomar como señal eléctrica.

65 El tipo del fotodetector no se encuentra limitado, pero se prefiere utilizar un tubo fotomultiplicador para entornos de

altas temperaturas que resulte excelente en sus características en entornos de altas temperaturas. Los ejemplos de dicho tubo fotomultiplicador para entornos de altas temperaturas son la serie R4177, la serie R3991A, la serie R1288A, la serie R1288AH, la serie R6877A, la serie R9722A, la serie R4607 y la serie R5473 producidas por HAMAMATSU PHOTONICS K.K.

5 Otra forma de realización del detector de radiaciones para entornos de altas temperaturas comprende una forma de realización en la que el centelleador se instala en un entorno de altas temperaturas, un fotodetector se instala en una posición separada del centelleador y una guía de luz conecta ópticamente el centelleador y el fotodetector. Según esta forma de realización, únicamente el centelleador se puede instalar en el entorno de altas temperaturas, mientras que el fotodetector se puede instalar en un entorno de bajas temperaturas. De este modo, no existe necesidad alguna de utilizar el tubo fotomultiplicador mencionado anteriormente en entornos de altas temperaturas, y se puede seleccionar y utilizar sin limitación un fotodetector en uso general. Además, la forma de realización anterior permite alejar el espacio de instalación del fotodetector de una unidad de medición, de tal modo que la forma de realización puede ser preferentemente apta para realizar mediciones particularmente en un espacio estrecho.

Se puede utilizar cualquier material como guía de luz sin limitación alguna, siempre que pueda transmitir la luz emitida desde el centelleador hasta el fotodetector. Preferentemente, sin embargo, se utiliza fibra óptica teniendo en cuenta la eficiencia de transmisión de la luz y el grado de libertad de la instalación.

20 No se encuentra limitado el procedimiento de fabricación de un detector de radiaciones. Por ejemplo, se instala el centelleador, con su superficie de salida óptica muy próxima a una superficie de detección óptica del fotodetector, y una fuente de alimentación y un circuito de lectura de la señal se conectan al fotodetector, con lo que se puede realizar un detector de radiaciones. El circuito de lectura de la señal comprende generalmente de un preamplificador, un amplificador formador, un analizador de altura de impulsos multicanal y un osciloscopio.

En la forma de realización que utiliza la guía de luz, la superficie de salida óptica del centelleador se aproxima a una superficie del extremo de la guía de luz, la superficie de detección óptica del fotodetector se aproxima a la otra superficie del extremo de la guía de luz, y una fuente de alimentación y un circuito de lectura de la señal se conectan al fotodetector, con lo que se puede realizar un detector de radiaciones.

35 No se encuentran limitados los usos del detector de radiaciones en entornos de altas temperaturas, pero dicho detector de radiaciones se puede utilizar preferentemente como detector de radiaciones para la anotación cronológica de pozos de yacimientos petrolíferos, empleándose en entornos de altas temperaturas.

Además, se dispone una pluralidad de centelleadores, cada uno recubierto con la película reflectora de la luz mencionada anteriormente, y se utilizan fotodetectores sensibles a la posición como fotodetectores, con lo que se puede proporcionar resolución de la posición al detector de radiaciones.

40 Ejemplos:

A continuación, se describirá la presente invención haciendo referencia concretamente a sus ejemplos, pero la presente invención no se encuentra limitada en modo alguno por dichos ejemplos. Además, no todas las combinaciones de las características descritas en los ejemplos resultan esenciales para los medios en la solución de los problemas de los que se hace cargo la presente invención.

45 Ejemplo 1

[Producción del centelleador]

Se realizó un cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química LiCaAlF_6 y que contenía Ce como elemento lantanoide del modo descrito a continuación utilizando un aparato productivo de cristal mediante el método de Czochralski representado en la figura 1. Se ajustó el porcentaje isotópico de ^6Li a un 95%.

50 Se utilizaron como materias primas polvos de fluoruro de alta pureza de LiF , CaF_2 , AlF_3 y CeF_3 , cada uno con una pureza del 99,99% o superior. Como LiF se utilizó un producto comercialmente disponible con un porcentaje isotópico de ^6Li del 95%. El crisol 1, el calentador 2 y el aislante térmico 3 utilizados se realizaron con carbono de alta pureza.

55 En primer lugar, se pesaron el LiF , CaF_2 , AlF_3 y CeF_3 de tal modo que su proporción de mezcla (relación molar) resultó de 1,01:1:1,03:0,02, y se mezclaron exhaustivamente para preparar una mezcla de material. El peso total de la mezcla de material resultante resultó de 3 kg. La mezcla de material se cargó en el crisol 1 y el crisol cargado 1 se instaló en la plataforma móvil 4, tras lo que el calentador 2 y el aislante térmico 3 se instalaron secuencialmente alrededor del crisol 1. A continuación, se utilizó un cristal único de LiCaAlF_6 , que se había procesado con la forma

60

de un paralelepípedo rectangular de 636.330 mm³, como germen cristalino 5, y se montó en el extremo frontal del dispositivo de control de diámetro automático.

5 Se vació el interior de la cámara 6 al vacío hasta $5,0 \times 10^{-4}$ Pa utilizando un dispositivo de vaciado al vacío constituido por una bomba de vacío giratoria sellada con aceite y una bomba de difusión de aceite. A continuación, se introdujo un gas mixto de tetrafluometano y argón en la cámara 7 hasta alcanzar la presión atmosférica para realizar el intercambio gaseoso.

10 Se aplicó una corriente de alta frecuencia a la bobina de alta frecuencia 8 para calentar los materiales mediante calentamiento por inducción, fusionándolos de este modo. Se desplazó el germen cristalino 5 hasta que una superficie de 6x6 mm² del cristal de siembra 5 entró en contacto con la superficie líquida de la masa fundida de material. La salida del calentador se ajustó de tal modo que una parte de la masa fundida en contacto con el germen cristalino alcanzó la temperatura de solidificación. A continuación, bajo el control del dispositivo de control de diámetro automático 6, el diámetro del cristal resultante se aumentó gradualmente hasta 55 mm, tras lo que se tiró del cristal hacia arriba, manteniéndose su diámetro en un valor constante de 55 mm.

15 Durante el proceso de extracción del cristal, el escalón móvil 4 se elevó de tal modo que el nivel de líquido permaneció a una altura constante y se tiró continuamente del cristal, ajustándose la salida de la bobina de alta frecuencia de manera que el diámetro del cristal fuese constante. Cuando el cristal creció hasta una longitud de aproximadamente 80 mm, el cristal se separó de la superficie del líquido y se enfrió durante aproximadamente 48 horas para obtener un cristal único con un diámetro de 55 mm y una longitud de aproximadamente 80 mm.

20 Se pulverizó una parte del cristal único y se sometió el polvo resultante a medición por difracción de rayos X. Se descubrió que el cristal único era LiCaAlF₆ monocristalino, uno de los cristales de tipo colquiriita.

25 Independientemente, utilizando un polvo obtenido pulverizando una parte del cristal único, se preparó una disolución mediante el método de fusión alcalina y se sometió la disolución a espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo para medir el contenido de Ce. El contenido Ce resultó de un 0,04% en moles basándose en el cristal del tipo colquiriita.

30 Basándose en estas conclusiones, el cristal único producido en el presente ejemplo era un cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química LiCaAlF₆, que contenía un 0,04% en moles de Ce y que presentaba un porcentaje isotópico de ⁶Li del 95%.

35 Se cortó el cristal de tipo colquiriita resultante con una sierra helicoidal provista de un alambre de acero adiamantado. A continuación, se esmerilaron todas las superficies del cristal con una pulidora y se pulieron ópticamente para procesarse en una forma con unas dimensiones de 10 mm x 6 mm x 0,5 mm. De este modo se obtuvo el centelleador de la presente invención.

40 [Valoración de las características de emisión de luz en entornos con diversas temperaturas: irradiación con rayos X muy penetrantes]

En relación con el centelleador resultante, se determinaron las características de emisión de luz tras la irradiación con rayos X muy penetrantes mediante el procedimiento siguiente:

45 En primer lugar, se instaló el centelleador dentro de un dispositivo para medir un espectro de emisión. Se instaló un calentador y un termopar para medir la temperatura del centelleador en contacto directo con el centelleador.

50 A continuación, utilizando un tubo de rayos X sellado (A-41L-W producido por Toshiba Electron Tubes and Devices Co., Ltd.) que presentaba tungsteno como anticátodo, se irradió el centelleador con rayos X muy penetrantes. El voltaje del tubo y la corriente del tubo al generar los rayos X muy penetrantes desde el tubo de rayos X sellado resultaron de 60 kV y 40 mA, respectivamente. Los rayos ultravioleta generados por la superficie de salida ultravioleta del centelleador se recogieron mediante un espejo colector de luz y se monocromatizaron con un espectroscopio (BUNKOUKEIKI Co., Ltd.). Se registraron las intensidades de emisión a diversas longitudes de onda en el intervalo comprendido entre 200 y 400 nm para obtener el espectro de emisión de luz generado por el centelleador. El espectro de emisión obtenido a temperatura ambiente se representa en la figura 2.

55 Las mediciones anteriores confirmaron que el centelleador del presente ejemplo presentaba un pico de emisión de luz a una longitud de onda de 289 nm tras irradiar con rayos X muy penetrantes y actuaba como centelleador.

A continuación, se calentó el centelleador utilizando el calentador y se midieron las intensidades de emisión en entornos a distintas temperaturas con unas temperaturas del centelleador de 30 °C, 83 °C, 130 °C y 200 °C. Los resultados se presentan en la figura 3. En la figura 3, la ordenada representa la intensidad de emisión a 289 nm,

la longitud de onda pico del espectro de emisión, expresándose la intensidad de emisión a 30 °C como 1. La figura 3 representa cómo el centelleador del presente ejemplo no disminuyó en el rendimiento lumínico incluso en un entorno de altas temperaturas a 200 °C y resulta efectivo como centelleador en entornos de altas temperaturas.

5 [Valoración de las características de emisión de luz en entornos con diversas temperaturas: irradiación con neutrones]

En relación con el centelleador resultante, se determinaron las características de emisión de luz tras la irradiación con neutrones mediante el procedimiento siguiente:

10 En primer lugar, tal como se representa en la figura 4, se instaló un calentador 9 y un termopar 10 para medir la temperatura de un centelleador en contacto directo con un centelleador 11 y un tubo fotomultiplicador 12 (H6521 producido por HAMAMATSU PHOTONICS K.K.) y se instaló un fotodetector en una posición opuesta a la superficie de salida óptica del centelleador. La distancia entre la superficie de salida óptica del centelleador y la superficie de detección óptica del tubo fotomultiplicador se fijó en 10 mm.

15 Se conectó una fuente de alimentación y un circuito de lectura de señal al tubo fotomultiplicador. Como circuito de lectura de señal se conectó un amplificador formador y un analizador de altura de impulsos multicanal desde el lado del tubo fotomultiplicador. El detector de neutrones resultante se cubrió con una lámina negra 13 como blindaje de la luz, de tal modo que se impidió que una luz distinta de la luz procedente del centelleador entrara en el tubo fotomultiplicador. A continuación, se aplicó un voltaje elevado de 1400 V al tubo fotomultiplicador utilizando la fuente de alimentación conectada al tubo fotomultiplicador.

20 Se irradió el centelleador con neutrones de una fuente de radiación sellada de ²⁵²Cf con una radioactividad de aproximadamente 3,7 MBq una vez se moderaron los neutrones mediante un bloque de polietileno 15 que presentaba un espesor de 100 mm. Los impulsos de luz emitidos producidos por el centelleador en la entrada de los neutrones se convirtieron en señales eléctricas en impulsos mediante el tubo fotomultiplicador. Las señales eléctricas se introdujeron en el analizador de altura de impulsos multicanal a través del amplificador formador. Se analizaron las señales eléctricas introducidas en el analizador de altura de impulsos multicanal para preparar un espectro de la altura del impulso.

Utilizando el calentador 9 y el termopar 10 conectado a un regulador de temperatura, el centelleador se calentó a temperaturas de 25 °C, 100 °C, 200 °C y 300 °C, y los espectros de la altura del impulso se prepararon en distintos entornos de temperatura.

30 Los espectros de la altura del impulso resultantes se representan en la figura 5. La abscisa del espectro de la altura del impulso representa el valor de la altura del impulso de la señal eléctrica por impulsos, en particular, el rendimiento luminoso del centelleador. En este caso, el valor de altura del impulso se expresó como un valor relativo con respecto al valor de altura de impulso del pico del espectro de la altura del impulso en el entorno de una temperatura normal de 25 °C tomada como 100. La ordenada representa una frecuencia (impactos/segundo) con la que se midió la señal eléctrica que muestra cada valor de altura de impulso.

35 Los picos formados como resultado de la detección de neutrones se confirmaron en la figura 5, que representa cómo el sistema del presente ejemplo resultó satisfactorio en la detección de neutrones y cualquiera de los entornos de temperatura. Además, el centelleador del presente ejemplo presentó, en los entornos de altas temperaturas a 200 °C y 300 °C, unos rendimientos lumínicos del 155% y el 230% con respecto a los de un entorno a temperatura normal, demostrando de este modo disponer de la característica excelente de aumentar el rendimiento lumínico en entornos de altas temperaturas.

Ejemplo 2

[Producción del centelleador]

45 Se realizó un cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química LiCaAlF_6 y que contenía Eu como elemento lantanoide. Se ajustó el porcentaje isotópico de ⁶Li a un 95%.

50 Se obtuvo un cristal único del mismo modo que en el ejemplo 1, con la excepción que la proporción de mezcla (relación molar) del LiF, CaF₂, AlF₃ y EuF₃ era de 1,01:1:1,03:0,02. En relación con el cristal único resultante, se realizó la medición por difracción de rayos X y la medición por espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo del mismo modo que en el ejemplo 1. El cristal único producido en el presente ejemplo era un cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química LiCaAlF_6 , que contenía un 0,04% en moles de Eu y que presentaba un porcentaje isotópico de ⁶Li del 95%.

Se procesó el cristal de tipo colquiriita resultante en una forma que presentaba unas dimensiones de 10 mm x 6

mm x 0,5 mm del mismo modo que en el ejemplo 1 para obtener el centelleador de la presente invención.

[Valoración de las características de emisión de luz en entornos con diversas temperaturas: irradiación con rayos X muy penetrantes]

5 Se midieron las características de emisión de luz del centelleador del mismo modo que en el ejemplo 1, con la excepción de que el intervalo de las longitudes de onda para realizar la medición se fijó en 300 a 500 nm.

El espectro de emisión obtenido a temperatura ambiente se representa en la figura 6. Se confirmó que el centelleador del presente ejemplo presentaba un pico de emisión de luz muy fuerte a una longitud de onda de 374 nm tras irradiar con rayos X muy penetrantes y actuaba como centelleador.

10 A continuación, se calentó el centelleador utilizando el calentador y se midieron las intensidades de emisión en entornos a distintas temperaturas con unas temperaturas del centelleador de 27 °C, 49 °C, 108 °C, 140 °C y 200 °C. Los resultados se presentan en la figura 7. En la figura 7, la ordenada representa la intensidad de emisión a 374 nm, la longitud de onda pico del espectro de emisión, expresándose la intensidad de emisión a 27 °C como 1. La figura 7 representa cómo en entornos de altas temperaturas a 140 °C y 200 °C, el centelleador del presente ejemplo mantenía el 81% y 70%, respectivamente, del rendimiento lumínico obtenido a 27 °C y resulta efectivo como centelleador en entornos de altas temperaturas.

15 [Valoración de las características de emisión de luz en entornos con diversas temperaturas: irradiación con neutrones]

20 Se midieron las características de emisión de luz en diversos entornos de temperatura tras la irradiación con neutrones del mismo modo que en el ejemplo 1, con la excepción que se utilizó como centelleador un cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química LiCaAlF_6 , que comprendía un 0,04% en moles de Eu y que presentaba un porcentaje isotópico de ^6Li del 95%.

25 Los espectros de la altura del impulso resultantes se representan en la figura 8. La abscisa del espectro de la altura del impulso representa el valor de la altura del impulso de la señal eléctrica por impulsos, en particular, el rendimiento luminoso del centelleador. En este caso, el valor de altura del impulso se expresó como un valor relativo con respecto al valor de altura de impulso del pico del espectro de la altura del impulso en un entorno de temperatura normal de 25 °C tomada como 100. La ordenada representa una frecuencia (impactos/segundo) con la que se midió la señal eléctrica que muestra cada valor de altura de impulso.

30 Los picos formados como resultado de la detección de neutrones se confirmaron en la figura 8, que representa cómo el sistema del presente ejemplo resultó satisfactorio en la detección de neutrones en cualquiera de los entornos de temperatura. Además, el centelleador del presente ejemplo presentó, en los entornos de altas temperaturas a 200 °C y 300 °C, unos rendimientos lumínicos del 75% y el 50%, respectivamente, con respecto a los de un entorno a temperatura normal, demostrando de este modo que provocaban descensos muy pequeños en el rendimiento lumínico en entornos de altas temperaturas.

Ejemplo comparativo 1

[Producción del centelleador]

40 El cristal de Li disponible comercialmente (GS-20 producido por Saint-Gobain K.K.) se procesó en una forma con unas dimensiones de 10 mm x 6 mm x 0,5 mm del mismo modo que en el ejemplo 1 para obtener un centelleador.

[Valoración de las características de emisión de luz en entornos con diversas temperaturas: irradiación con rayos X muy penetrantes]

45 Se midieron las características de emisión de luz del centelleador del mismo modo que en el ejemplo 1, con la excepción de que el intervalo de las longitudes de onda para realizar la medición se fijó en 300 a 500 nm. El espectro de emisión obtenido a temperatura ambiente se representa en la figura 9. El centelleador de cristal de Li presentó unas emisiones que alcanzaron un pico a una longitud de onda de 390 nm tras la irradiación con rayos X muy penetrantes.

50 A continuación, se calentó el centelleador utilizando el calentador y se midieron las intensidades de emisión en distintos entornos de temperatura a unas temperaturas del centelleador de 20 °C, 90 °C, 140 °C y 200 °C. Los resultados se presentan en la figura 10. En la figura 10, la ordenada representa la intensidad de emisión a 390 nm, la longitud de onda pico del espectro de emisión, expresándose la intensidad de emisión a 20 °C como 1. La figura 10 representa el centelleador de cristal de Li de conocimiento público utilizado en el presente ejemplo comparativo,

los rendimientos lumínicos en entornos de altas temperaturas a 140 °C y 200 °C disminuyeron hasta un 32% y un 11%, respectivamente, con respecto al rendimiento lumínico obtenido a 20 °C, y cómo dicho centelleador resulta difícil de aplicar como centelleador en entornos de altas temperaturas.

5 [Valoración de las características de emisión de luz en entornos con diversas temperaturas: irradiación con neutrones]

Se midieron las características de emisión de luz en diversos entornos de temperatura tras la irradiación con neutrones del mismo modo que en el ejemplo 1, con la excepción que se utilizó como centelleador el cristal de Li mencionado anteriormente.

10 Los espectros de la altura del impulso resultantes se representan en la figura 11. La abscisa del espectro de la altura del impulso representa el valor de la altura del impulso de la señal eléctrica por impulsos, en particular, el rendimiento luminoso del centelleador. En este caso, el valor de altura del impulso se expresó como un valor relativo con respecto al valor de altura de impulso del pico del espectro de la altura del impulso en un entorno de temperatura normal de 25 °C tomada como 100. La ordenada representa una frecuencia (impactos/segundo) con la que se midió la señal eléctrica que muestra cada valor de altura de impulso.

15 La figura 11 representa cómo se confirmaron con satisfactoriamente los picos formados como resultado de la detección de neutrones en entornos de altas temperaturas a 200 °C o inferiores, pero que, en un entorno de altas temperaturas a 300 °C, se observaron disminuciones en el rendimiento lumínico y no se confirmaron los picos formados como resultado de la detección de neutrones. Además, con el centelleador del presente ejemplo comparativo, el rendimiento lumínico en el entorno de altas temperaturas a 200 °C se redujo hasta el 40% del rendimiento lumínico obtenido en el entorno de temperatura normal. Ello demuestra que el uso del centelleador de cristal de Li en entornos de altas temperaturas resulta difícil.

Definición de las referencias alfabéticas o numéricas:

- 1. Crisol
- 2. Calentador
- 25 3. Aislante térmico
- 4. Plataforma móvil
- 5. Germen cristalino
- 6. Dispositivo de control de diámetro automático
- 7. Cámara
- 30 8. Bobina de alta frecuencia
- 9. Calentador
- 10. Termopar
- 11. Centelleador
- 12. Tubo fotomultiplicador
- 35 13. Lámina negra
- 14. Fuente de radiación sellada de ²⁵²Cf
- 15. Bloque de polietileno

REIVINDICACIONES

- 5 1. Uso de un centelleador para detectar radiaciones en un entorno de altas temperaturas no inferiores a 100 °C por centelleo, comprendiendo el centelleador un cristal de tipo colquiriita representado por la fórmula química siguiente
- $$\text{LiM}^1\text{M}^2\text{X}_6$$
- 10 en el que M¹ representa por lo menos un elemento metálico alcalinotérreo seleccionado de entre el grupo que comprende magnesio (Mg), calcio (Ca), estroncio (Sr) y bario (Ba), M² representa por lo menos un elemento metálico seleccionado de entre el grupo que comprende aluminio (Al), galio (Ga) y escandio (Sc), y X representa por lo menos un elemento halógeno seleccionado de entre el grupo que comprende flúor (F), cloro (Cl), Bromo (Br) y yodo (I).
- 15 2. Uso según la reivindicación 1, en el que el cristal del tipo colquiriita está representado por la fórmula química LiCaAlF₆.
3. Uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que el cristal tipo colquiriita contiene por lo menos un elemento lantanoide seleccionado de entre el grupo que comprende cerio (Ce), praseodimio (Pr), neodimio (Nd), samario (Sm), europio (Eu), Gadolinio (Gd), terbio (Tb), disprosio (Dy), holmio (Ho), erbio (Er), tulio (Tm) e Iterbio (Yb).
- 20 4. Uso según la reivindicación 3, en el que el elemento lantanoide es Ce o Eu.
5. Uso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el cristal de tipo colquiriita presenta un porcentaje isotópico de ⁶Li del 20% o superior y en el que el uso comprende la detección de neutrones.
- 25 6. Uso de un detector de radiaciones destinado a detectar radiaciones en un entorno de altas temperaturas no inferiores a 100 °C mediante centelleo, comprendiendo el detector de radiaciones:
- el centelleador tal como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5; y un fotodetector.
- 30 7. Procedimiento para detectar radiaciones por centelleo, que comprende:
- introducir radiaciones, a una temperatura elevada no inferior a 100 °C, en el centelleador según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, para emitir fluorescencia; y detectar la fluorescencia mediante un fotodetector.
- 35 8. Procedimiento para detectar radiaciones según la reivindicación 7, en el que las radiaciones son neutrones.

Fig. 1

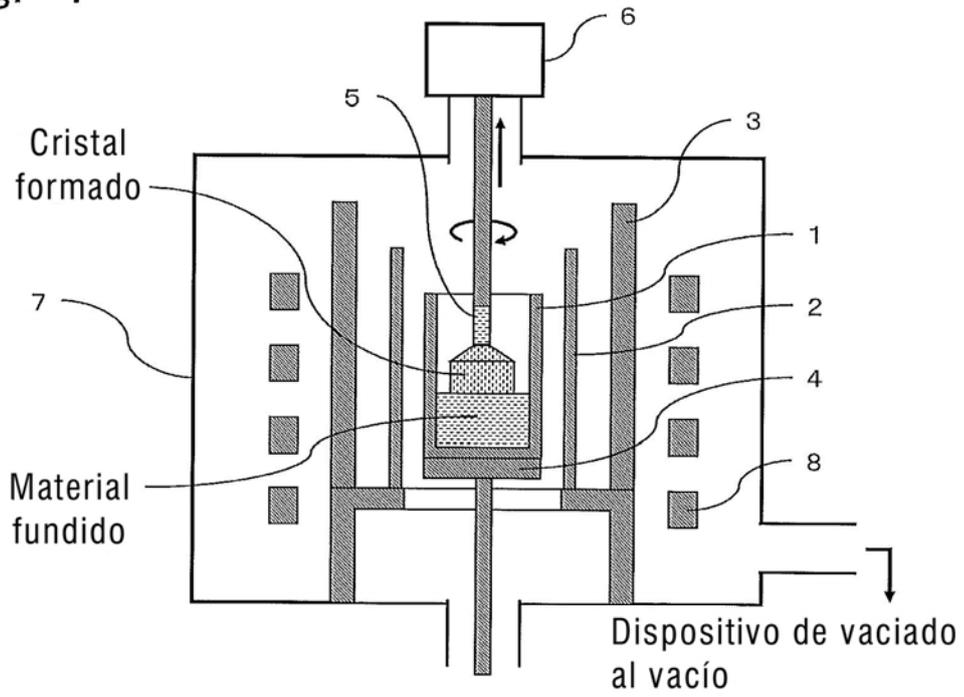


Fig. 2

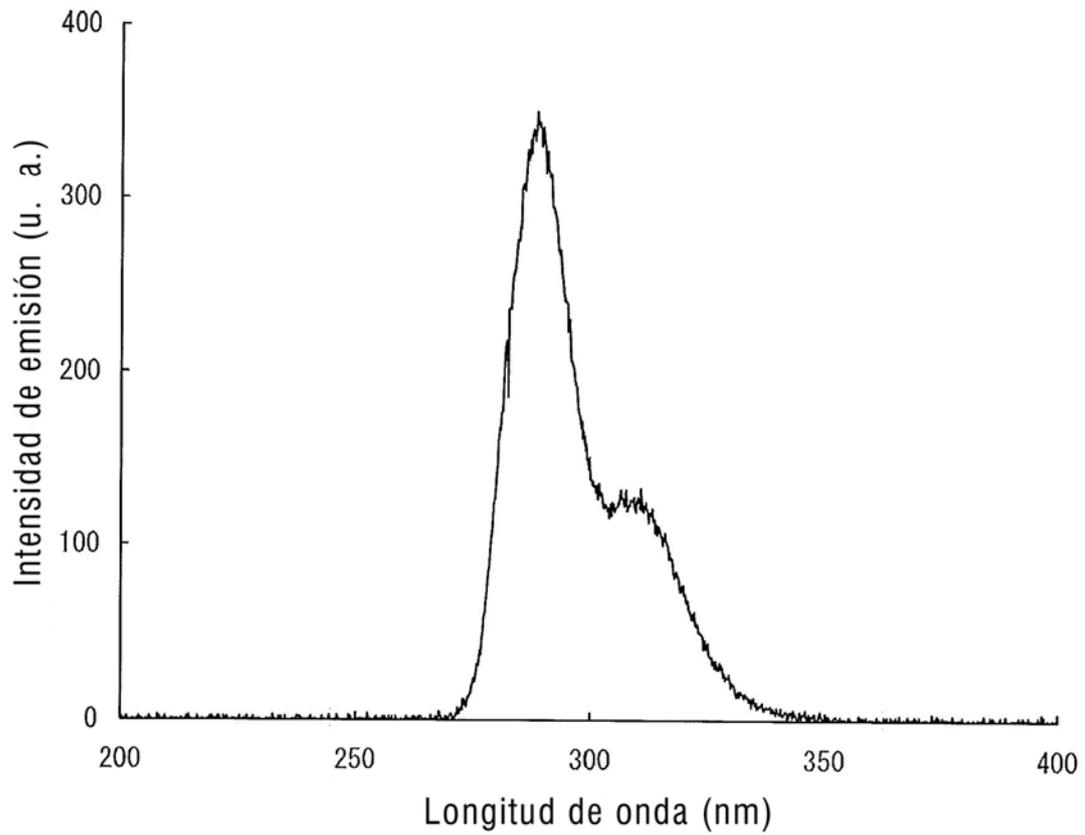


Fig. 3

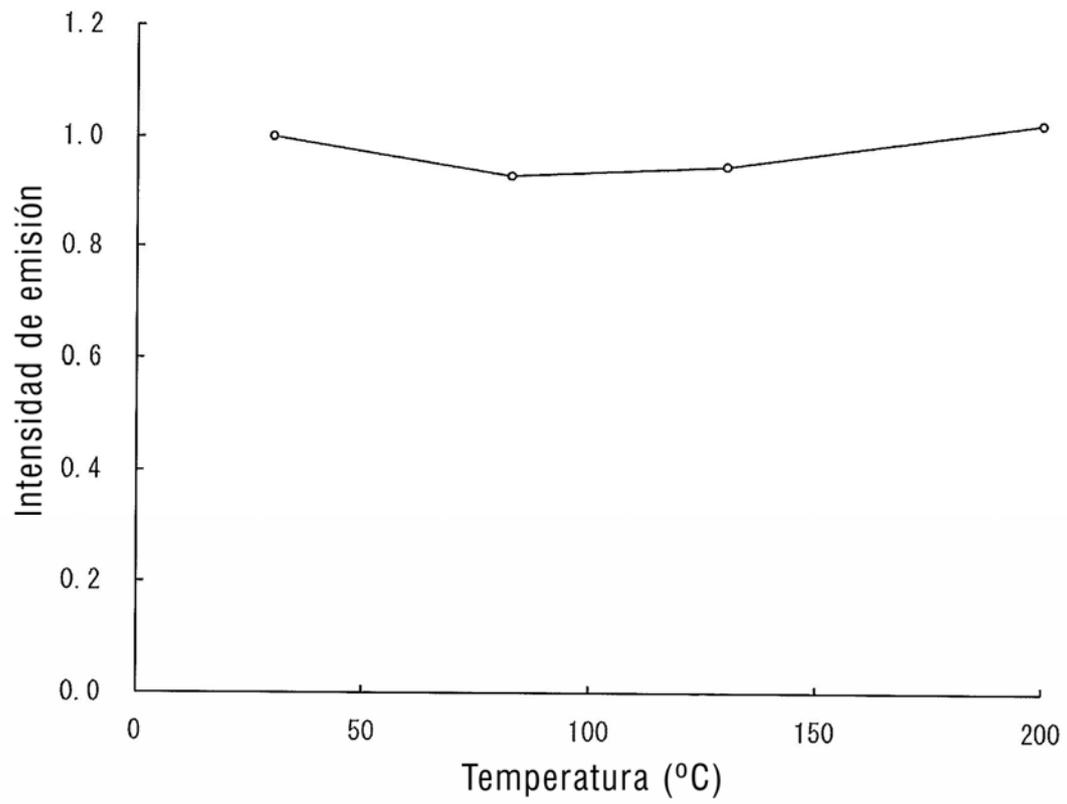
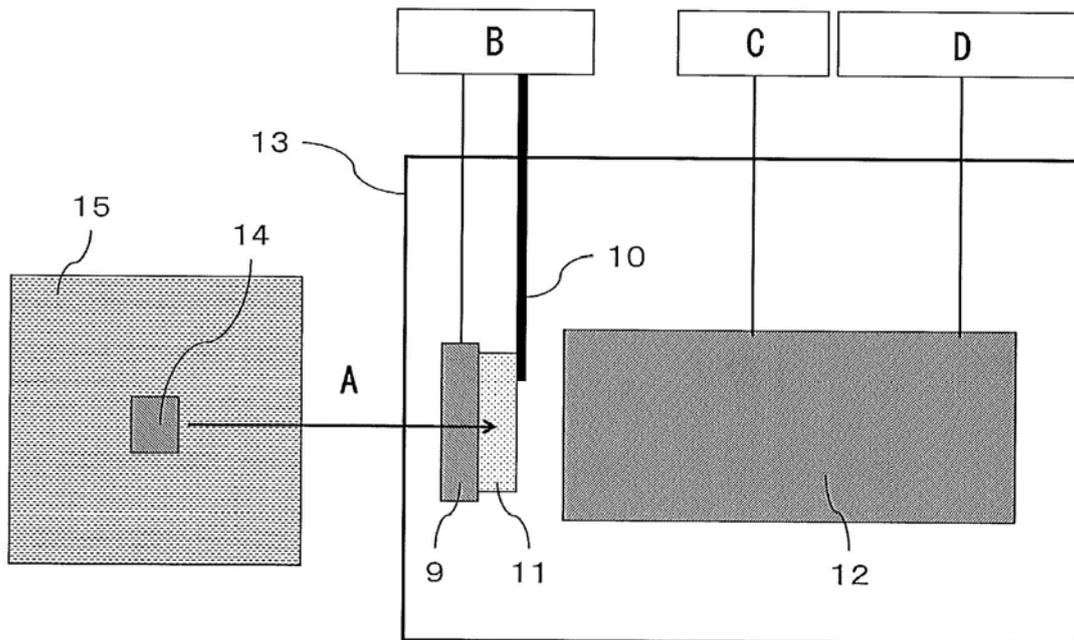


Fig. 4



- A: Neutrones
- B: Regulador de temperatura
- C: Fuente de alimentación
- D: Circuito de lectura de señal

Fig. 5

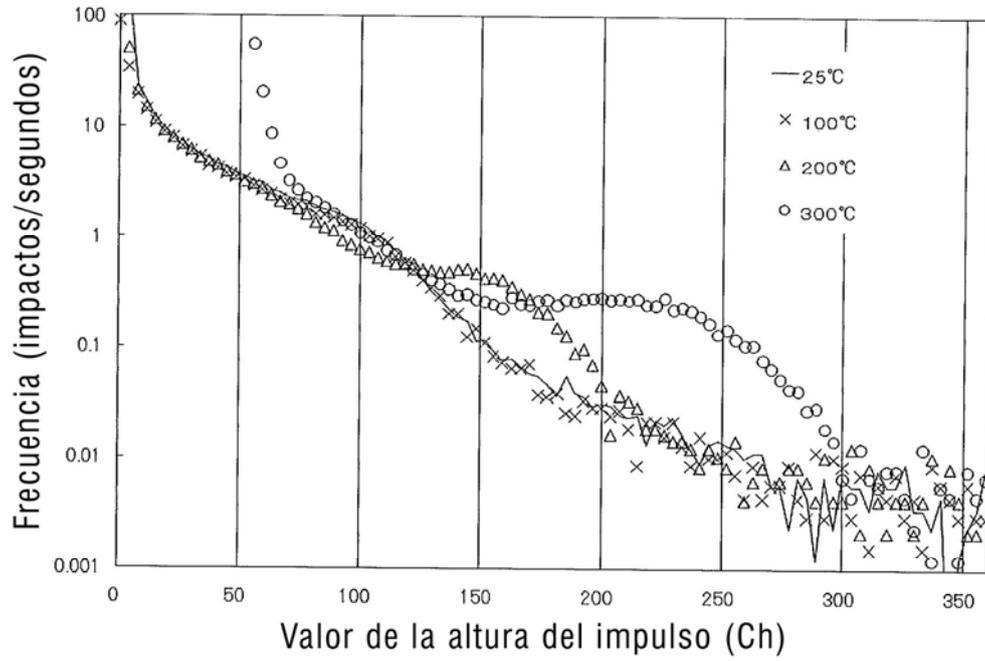


Fig. 6

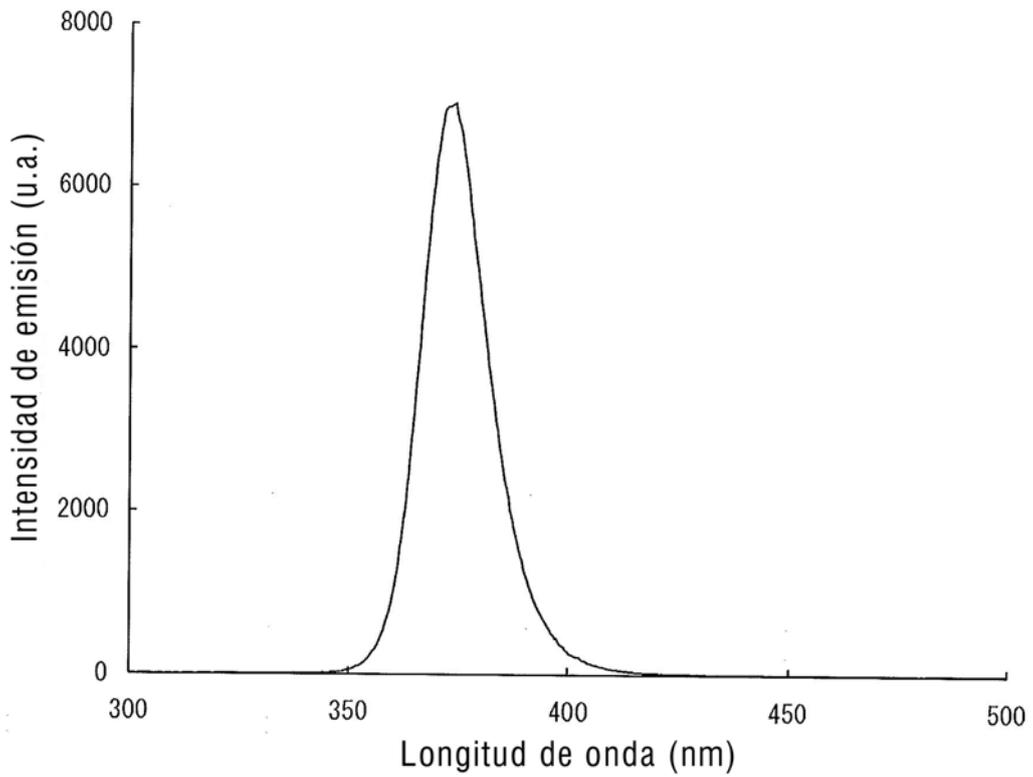


Fig. 7

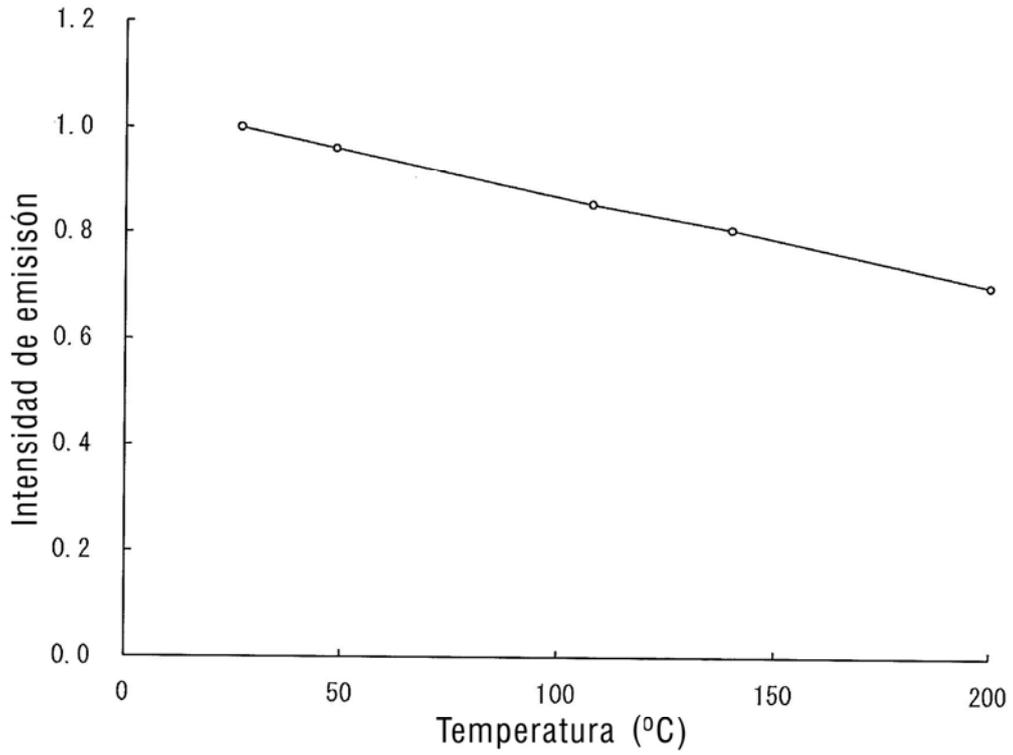


Fig. 8

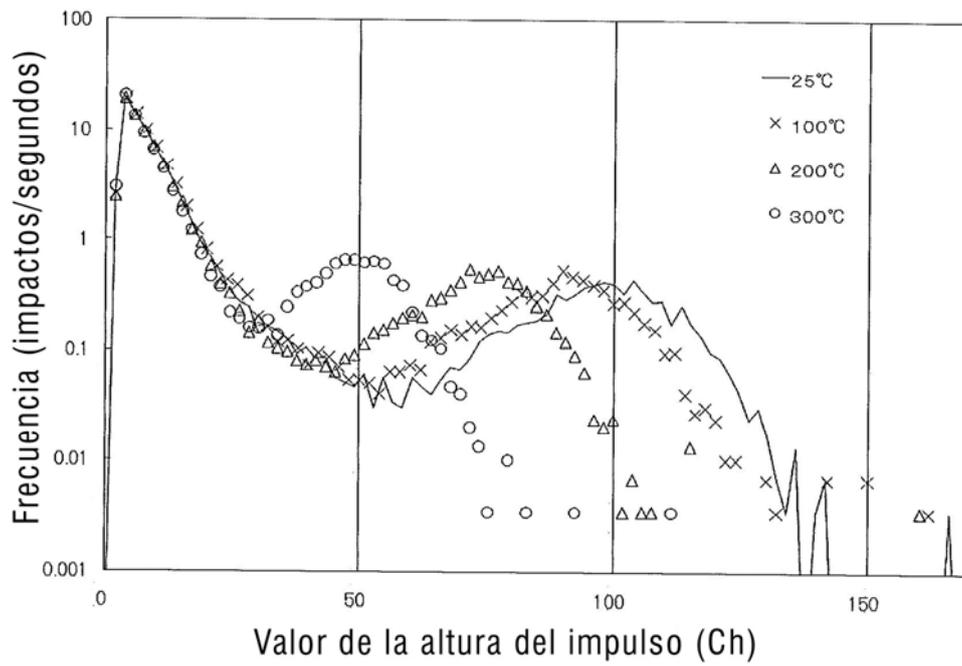


Fig. 9

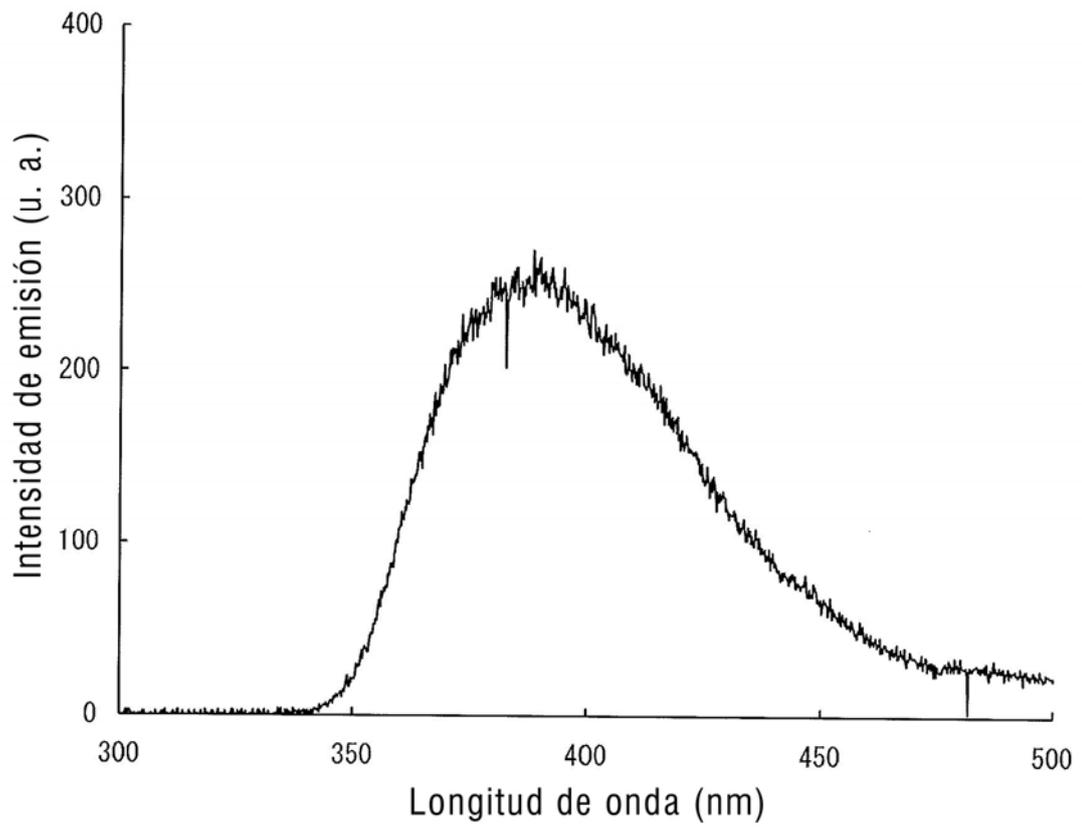


Fig. 10

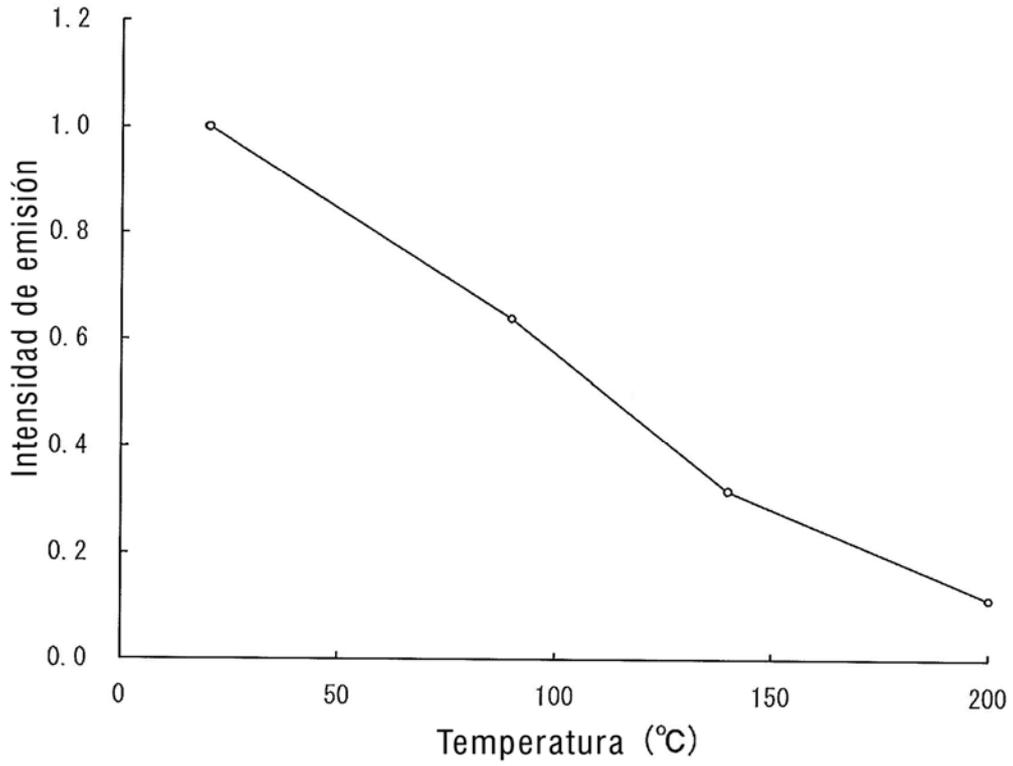


Fig. 11

