

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Numéro de publication:

**0 215 699
B1**

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45)

Date de publication du fascicule du brevet:
21.06.89

(51)

Int. Cl.⁴: **H01J 29/38, H01J 9/12**

(21)

Numéro de dépôt: **86401835.3**

(22)

Date de dépôt: **19.08.86**

(54)

Scintillateur d'écran d'entrée de tube intensificateur d'images radiologiques, et procédé de fabrication d'un tel scintillateur.

(30)

Priorité: **23.08.85 FR 8512688**

(73)

Titulaire: **THOMSON-CSF, 51, Esplanade du Général de Gaulle, F-92800 Puteaux(FR)**

(43)

Date de publication de la demande:
25.03.87 Bulletin 87/13

(72)

Inventeur: **Rougeot, Henri, THOMSON-CSF
SCPI 19, avenue de Messine, F-75008 Paris(FR)**
Inventeur: **Vieux, Gérard, THOMSON-CSF
SCPI 19, avenue de Messine, F-75008 Paris(FR)**

(45)

Mention de la délivrance du brevet:
21.06.89 Bulletin 89/25

(74)

Mandataire: **Mayeux, Michèle et al, THOMSON-CSF
SCPI, F-92045 PARIS LA DEFENSE CEDEX 67(FR)**

(84)

Etats contractants désignés:
DE GB NL

(56)

Documents cités:

EP-A- 0 042 149

FR-A- 2 360 989

US-A- 3 838 273

US-A- 4 069 355

US-A- 4 100 445

**"Handbook of Optics", Mc Graw-Hill Book Comp.,
(1978)**

EP 0 215 699 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

La présente invention concerne un scintillateur d'écran d'entrée de tube intensificateur d'images radiologiques. Elle concerne également un procédé de fabrication d'un tel scintillateur.

Les tubes intensificateurs d'images radiologiques sont bien connus de l'art antérieur. Ils permettent de transformer une image radiologique en image visible, généralement pour assurer l'observation médicale.

Ces tubes sont constitués par un écran d'entrée, un système d'optique électronique et un écran d'observation.

L'écran d'entrée comporte un scintillateur qui convertit les photons X incidents en photons visibles. Ces photons visibles viennent ensuite frapper une photocathode, généralement constituée par un antimonure alcalin, qui, ainsi excité, génère un flux d'électrons. La photocathode n'est pas déposée directement sur le scintillateur mais sur une sous-couche conductrice de l'électricité qui permet de reconstituer les charges du matériau de la photocathode. Cette sous-couche peut par exemple être constituée d'alumine, d'oxyde d'indium ou d'un mélange de ces deux corps.

Le flux d'électrons issu de la photocathode est ensuite transmis par le système d'optique électronique qui focalise les électrons et les dirige sur un écran d'observation constitué d'un luminographe qui émet alors une lumière visible. Cette lumière peut ensuite être traitée, par exemple, par un système de télévision, de cinéma ou de photographie.

Le scintillateur de l'écran d'entrée est généralement constitué d'iodure de césium déposé par évaporation sous vide sur un substrat. L'évaporation peut avoir lieu sur un substrat froid ou chaud. Le substrat est généralement constitué par une calotte d'aluminium à profil sphérique ou hyperbolique. On dépose une épaisseur d'iodure de césium qui est généralement comprise entre 150 et 500 micro mètres.

L'iodure de césium se dépose naturellement sous forme d'aiguilles de 5 à 10 micromètres de diamètre. Son indice de réfraction étant de 1,8, on bénéficie d'un certain effet de fibre optique qui minimise la diffusion latérale de la lumière générée au sein du matériau.

Sur la figure 1, on a représenté de façon schématique un substrat en aluminium 1 portant quelques aiguilles 2 en iodure de césium. Le substrat en aluminium reçoit un flux de photons X symbolisés par des flèches verticales. On a représenté en pointillés sur la figure des exemples de trajets suivis dans les aiguilles d'iodure de césium par le rayonnement visible correspondant aux photons X incidents. Les trajets normaux, qui portent la référence 3, entraînent la production d'un signal lumineux à l'extrémité des aiguilles en iodure de césium. Il y a également diffusion latéralement de la lumière véhiculée par les aiguilles d'iodure de césium, comme cela est indiqué sur la figure par la référence 4.

La résolution du tube dépend de la capacité des aiguilles d'iodure de césium à bien canaliser la lumière. Elle dépend de l'épaisseur de la couche d'iodure de césium. Une augmentation d'épaisseur entraîne

une détérioration de la résolution. Mais, par ailleurs, plus l'épaisseur d'iodure de césium est importante, plus les rayons X sont absorbés. Il faut donc trouver un compromis entre l'absorption des rayons X et la résolution.

Un autre facteur qui joue sur la résolution du tube est le traitement thermique que doit subir l'écran d'entrée lors de sa fabrication. Ce traitement a lieu immédiatement après l'évaporation sous vide de l'iodure de césium. Il assure la luminescence de l'écran du fait du dopage de l'iodure de césium par des ions de sodium ou de thallium par exemple. Ce traitement thermique consiste généralement à porter l'écran à la température d'environ 340°C, pendant une heure environ, en le plaçant dans une atmosphère d'air sec ou d'azote.

Le problème qui se pose est, qu'au cours de ce traitement thermique absolument obligatoire, les aiguilles du scintillateur subissent une certaine coalescence et s'agglomèrent entre elles, comme cela a été représenté schématiquement sur la figure 2. Cette coalescence entraîne une diffusion latérale de la lumière plus importante, voir les flèches en pointillés portant le repère 4, et la résolution se trouve détériorée.

Pour supprimer la coalescence qui se produit lors du traitement thermique, on a proposé, dans l'art antérieur, de réaliser le scintillateur de l'écran d'entrée en évaporant alternativement de l'iodure de césium pur et de l'iodure de césium dopé avec un matériau réfractaire. On espérait que des aiguilles ainsi constituées par des couches alternées d'iodure de césium pur et d'iodure de césium dopé avec un matériau réfractaire n'entreraient pas en contact lors du traitement thermique. Cette solution n'a pas donné les résultats souhaités.

La présente invention propose de résoudre le problème posé par le traitement thermique de la façon suivante. Selon l'invention, les aiguilles d'iodure de césium du scintillateur sont enrobées par un matériau réfractaire, transparent ou réfléchissant, et d'indice optique voisin ou inférieur à celui de l'iodure de césium. Du fait de cet enrobage, on n'observe pas de coalescence des aiguilles lors du traitement thermique ultérieur à l'enrobage, qui assure la luminescence de l'écran.

L'invention a aussi pour objet des procédés de fabrication d'un tel scintillateur.

La description suivante est illustrée par :

- les figures 1 et 2, deux schémas montrant un scintillateur d'écran d'entrée de tube intensificateur d'images radiologiques, selon l'art antérieur ;
- la figure 3, un schéma montrant un scintillateur d'écran d'entrée de tube intensificateur d'images radiologiques, selon l'invention ;
- la figure 4, deux courbes montrant l'amélioration de la fonction de transfert de modulation (F.T.M.), apportée par l'invention.

Les figures 1 et 2 ont été décrites dans l'introduction et la description.

La figure 3 représente de façon schématique un scintillateur d'écran d'entrée de tube intensificateur d'images radiologiques selon l'invention. Comme sur

les figures 1 et 2, on a représenté un substrat 1, en aluminium par exemple, portant quelques aiguilles en iodure de césium. Selon l'invention, des aiguilles 2 sont enrobées par un matériau réfractaire 5, transparent et d'indice optique voisin ou inférieur à celui de l'iodure de césium.

Les aiguilles sont donc enrobées par un matériau qui vient s'insérer dans les interstices entre les aiguilles et qui agit comme une barrière mécanique en conservant les aiguilles isolées les unes des autres lors du traitement thermique ultérieur, destiné à assurer la luminescence de l'écran.

Ce matériau doit être réfractaire, c'est-à-dire avoir un point de fusion aussi élevé que possible pour ne pas être affecté par le traitement thermique. Il doit être transparent ou réfléchissant pour ne pas absorber la lumière. Enfin, ce matériau doit avoir un indice optique voisin ou inférieur à celui de l'iodure de césium de façon à conserver un effet de fibres optiques.

Le procédé utilisé pour réaliser cet enrobage détermine la nature du matériau utilisé comme on va le voir dans la suite de la description. Ainsi, le matériau d'enrobage 5 peut être un oxyde d'un métal ou d'un non-métal, une résine polymérisable du type silicone, un composé organo-métallique, etc...

Sur la figure 4, les courbes 6 et 7 montrent, en fonction de la fréquence spatiale, en paires de lignes par centimètre que la fonction de transfert de modulation (F.T.M.), en pourcentage, est plus élevée dans le cas du scintillateur selon l'invention, courbe 7, que dans le cas d'un scintillateur selon l'art antérieur, courbe 6. L'invention permet donc d'obtenir une haute résolution et une F.T.M. élevée.

Divers procédés peuvent être utilisés pour réaliser l'écran selon l'invention. L'un de ces procédés est un dépôt chimique en phase vapeur, couramment appelé C.V.D. pour "chemical vapour deposition". Ce procédé est couramment utilisé dans le domaine des semi-conducteurs pour déposer un matériau en couche mince sur un substrat plan. Selon l'invention, on utilise ce procédé pour déposer un matériau en couche mince sur un substrat essentiellement vertical constitué par chaque aiguille du scintillateur. Il faut souligner que la difficulté de réalisation de l'enrobage des aiguilles provient du fait que les interstices entre aiguilles ont une grande longueur par rapport à leur diamètre, leur longueur étant approximativement mille fois plus grande que leur diamètre.

Le matériau d'enrobage déposé par ce procédé peut être tout oxyde d'un métal ou d'un non-métal qui soit réfractaire, transparent - ou réfléchissant, et d'indice optique voisin ou inférieur à celui de l'iodure de césium. Le matériau d'enrobage utilisé peut avoir l'une des formules suivantes : Si O , Si O_2 , Si O_x avec $1 < x < 2$, $\text{Al}_2 \text{O}_3$, $\text{Sb}_2 \text{O}_5$...

Diverses variantes du procédé C.V.D. peuvent être utilisées. Selon ces variantes, l'activation du procédé C.V.D. est réalisée de différentes façons.

Ainsi, l'activation du procédé C.V.D. peut être réalisée par excitation thermique : c'est le C.V.D. haute température. Il comporte une mise sous vide initiale, suivie par une mise à la pression atmosphé-

rique. On réalise un dépôt réactif en phase vapeur en utilisant un mélange de gaz tels que du silane Si H_4 , de l'oxygène, et de l'oxyde d'azote $\text{N}_2 \text{O}$. Les molécules du mélange se recombinent pour former de la silice Si O_2 qui se dépose sur les aiguilles d'iodure de césium. Il est également possible de déposer du nitrure de silicium $\text{Si}_3 \text{N}_4$ par le même type de procédé. Le C.V.D. haute température impose d'utiliser une température supérieure à 300°C .

L'activation du procédé C.V.D. peut aussi être réalisée par excitation plasma, vers 100°C , ou par excitation photonique, vers 100°C aussi. Dans le cas de l'excitation photonique, la couche d'enrobage peut être du nitrure de silicium $\text{Si}_3 \text{N}_4$. L'activation du procédé C.V.D. peut aussi être réalisée par l'utilisation d'un procédé haute température plus basse pression (Technique LPCVD).

Un autre procédé pour réaliser l'écran selon l'invention peut être l'enrobage par diffusion d'une solution colloïdale à l'intérieur des interstices entre aiguilles. On peut utiliser une solution colloïdale de Si O_2 , ou d' $\text{Al}_2 \text{O}_3$, $\text{Sb}_2 \text{O}_5$, Sn O_4 , par exemple.

L'enrobage par diffusion est suivi d'un traitement thermique qui provoque le dépôt du matériau d'enrobage, par exemple Si O_2 dans le cas d'une solution colloïdale de Si O_2 . Ce traitement thermique peut être réalisé en même temps que le traitement thermique destiné à provoquer la luminescence des aiguilles d'iodure de césium.

Un autre procédé pour réaliser l'écran selon l'invention est l'enrobage sous vide par une résine polymère du type silicone ou tout matériau polyimide. Le durcissement du matériau d'enrobage se produit soit à la température ambiante, soit à chaud.

Un dernier procédé consiste à réaliser l'enrobage par diffusion d'un composé organo-métallique dans les interstices entre les aiguilles. On peut citer comme exemple d'un tel composé le tétraméthoxy-silane, le tétra-éthoxy-silane ou le silicium tétra-acétate. Ce composé organo-métallique doit subir un traitement à haute température ou une hydrolyse à l'air.

Revendications

1. Scintillateur d'écran d'entrée de tube intensificateur d'images radiologiques, constitué par la juxtaposition d'aiguilles (2) en iodure de césium, caractérisé en ce que ces aiguilles (2) sont enrobées par un matériau (5) réfractaire, transparent et d'indice optique voisin ou inférieur à celui de l'iodure de césium.

2. Scintillateur selon la revendication 1, caractérisé en ce que le matériau d'enrobage (5) des aiguilles (2) est un oxyde d'un métal ou d'un non métal.

3. Scintillateur selon la revendication 1, caractérisé en ce que ce matériau d'enrobage a l'une des formules suivantes : Si O , Si O_2 , Si O_x avec $1 < x < 2$, $\text{Al}_2 \text{O}_3$, $\text{Sb}_2 \text{O}_5$, $\text{Si}_3 \text{N}_4$, Sn O_4 .

4. Procédé de fabrication d'un scintillateur d'écran d'entrée de tube intensificateur d'images radiologiques, constitué par la juxtaposition d'aiguilles (2) en iodure de césium, caractérisé en ce que :
- on enrobe les aiguilles (2) par un matériau (5) ré-

fractaire, transparent ou réfléchissant, et d'indice optique voisin ou inférieur à celui de l'iodure de césium ;

- on réalise ensuite le traitement thermique qui assure la luminescence de l'écran.

5. Procédé de fabrication d'un scintillateur selon la revendication 4, caractérisé en ce que le matériau d'enrobage (5) des aiguilles (2) est déposé par dépôt chimique en phase vapeur.

6. Procédé de fabrication d'un scintillateur selon la revendication 4, caractérisé en ce que le matériau d'enrobage (5) des aiguilles (2) est déposé par dépôt chimique en phase vapeur, activé par excitation thermique, ce matériau d'enrobage étant de la silice SiO_2 ou du nitrure de Silicium Si_3N_4 .

7. Procédé de fabrication d'un scintillateur selon la revendication 4, caractérisé en ce que le matériau d'enrobage (5) des aiguilles (2) est déposé par dépôt chimique en phase vapeur, activé par excitation plasma ou par excitation photonique ou par l'utilisation de basse pression et haute température.

8. Procédé de fabrication d'un scintillateur selon la revendication 4, caractérisé en ce que le matériau d'enrobage (5) est déposé par diffusion d'une solution colloïdale à l'intérieur des interstices entre aiguilles (2), suivie par un traitement thermique provoquant le dépôt du matériau d'enrobage.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la solution colloïdale utilisée a l'une des formules suivantes : SiO_2 , Al_2O_3 , Sb_2O_5 , SnO_4 .

10. Procédé de fabrication d'un scintillateur selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'enrobage des aiguilles (2) d'iodure de césium est fait sous vide par une résine polymère du type silicone ou tout matériau polyimide, le durcissement du matériau d'enrobage étant réalisé ultérieurement soit à la température ambiante, soit à chaud.

11. Procédé de fabrication d'un scintillateur selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'enrobage des aiguilles (2) d'iodure de césium est fait par diffusion, entre les aiguilles, d'un composé organométallique subissant ensuite un traitement à haute température ou une hydrolyse à l'air.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'on utilise l'un des composés organométalliques suivants : tétra-méthoxy-silane, ou tétra-éthoxy-silane, ou silicium tétra-acétate.

Patentsprüche

1. Szintillatoreingangsschirm für eine Röntgenbildverstärkerröhre, bestehend aus der Nebeneinanderstellung von Zäsiumjodidnadeln (2), dadurch gekennzeichnet, daß diese Nadeln mit einem feuerfesten, transparenten Material (5) mit einem optischen Index nahe dem oder kleiner als der des Cäsiumjodids überzogen sind.

2. Szintillator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Überzugsmaterial (5) der Nadeln (2) ein Metall- oder ein Nichtmetalloxid ist.

3. Szintillator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Überzugsmaterial einer der folgenden Formeln entspricht: SiO , SiO_2 , SiO_x mit $1 < x < 2$, Al_2O_3 , Sb_2O_5 , Si_3N_4 , SnO_4 .

4. Verfahren zur Herstellung eines Szintillatoreingangsschirms für eine Röntgenbildverstärkerröhre, bestehend aus der Nebeneinanderstellung von Zäsiumjodidnadeln (2), dadurch gekennzeichnet, daß:

- die Nadeln (2) mit einem feuerfesten, transparenten oder reflektierenden Material (5) mit einem optischen Index nahe dem oder kleiner als der des Zäsiumjodids überzogen werden;

- anschließend die Wärmebehandlung erfolgt, welche die Lumineszenz des Schirms sicherstellt.

5. Verfahren zur Herstellung eines Szintillators nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Überzugsmaterial (5) der Nadeln (2) durch chemische Beschichtung aus der Dampfphase erfolgt.

6. Verfahren zur Herstellung eines Szintillators nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Überzugsmaterial (5) der Nadeln (2) durch chemische Beschichtung aus der Dampfphase bei Aktivierung durch thermische Anregung erfolgt, wobei dieses Überzugsmaterial aus Siliziumoxid SiO_2 oder Siliziumnitrid Si_3N_4 besteht.

7. Verfahren zur Herstellung eines Szintillators nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Überzugsmaterial (5) der Nadeln (2) durch chemische Beschichtung aus der Dampfphase bei Aktivierung durch Plasmaanregung oder durch Photonenanregung oder durch Anwendung niedrigen Drucks und hoher Temperatur erfolgt.

8. Verfahren zur Herstellung eines Szintillators nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Überzugsmaterial (5) durch Diffusion einer kolloidalen Lösung in den Zwischenräumen zwischen den Nadeln erfolgt, worauf das Niederschlagen des Überzugsmaterials aufgrund einer Wärmebehandlung erfolgt.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die verwendete kolloidale Lösung einer der folgenden Formeln entspricht: SiO_2 , Al_2O_3 , Sb_2O_5 , SnO_4 .

10. Verfahren zur Herstellung eines Szintillators nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Überziehen der Nadeln (2) mit Cäsiumjodid durch ein polymeres Harz vom Silikontyp oder jedem anderen Polyimidmaterial unter Vakuum erfolgt, wobei die Aushärtung des Überzugsmaterials später bei Umgebungstemperatur oder erhöhter Temperatur erfolgt.

11. Verfahren zur Herstellung eines Szintillators nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Überziehen der Nadeln (2) mit Cäsiumjodid durch Diffusion einer organo-metallischen Verbindung zwischen die Nadeln erfolgt, die anschließend einer Hochtemperaturbehandlung oder einer Hydrolyse an der Luft unterzogen wird.

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß eine der folgenden organo-metallischen Verbindungen verwendet wird: Tetramethoxysilan oder Tetraethoxysilan oder Siliziumtetraacetat.

Claims

1. A scintillator input screen for an X-ray picture intensifier tube, constituted by caesium iodide nee-

dies (2) arranged in juxtaposition, characterized in that said needles (2) are coated with a refractory transparent material (5) having an optical index close to or smaller than the optical index of caesium iodide.

2. A scintillator according to claim 1, characterized in that the coating material (5) of the needles (2) is an oxide of a metal or a non-metal.

3. A scintillator according to claim 1, characterized in that the coating material corresponds to one of the following formulae: SiO , SiO_2 , SiO_x with $1 < x < 2$, Al_2O_3 , Sb_2O_5 , Si_3N_4 , SnO_4 .

4. A method for manufacturing a scintillator input screen for an X-ray picture intensifier tube, constituted by caesium iodide needles (2) arranged in juxtaposition, characterized in that

– the needles (2) are coated with a refractory, transparent or reflecting material (5) having an optical index close to or smaller than the optical index of caesium iodide,

– a thermal treatment is subsequently carried out, which ensures the luminescence of the screen.

5. A method for manufacturing a scintillator according to claim 4, characterized in that the coating material (5) for the needles (2) is deposited by chemical vapour deposition.

6. A method for manufacturing a scintillator according to claim 4, characterized in that the coating material (5) for the needles (2) is deposited by chemical vapour deposition, activated by thermal excitation, with the coating material consisting of silica SiO_2 or silicium nitride Si_3N_4 .

7. A method of manufacturing a scintillator according to claim 4, characterized in that the coating material (5) for the needles (2) is deposited by chemical vapour deposition, activated by plasma excitation or by photonic excitation or by the application of low pressure and high temperature.

8. A method of manufacturing a scintillator according to claim 4, characterized in that the coating material (5) is deposited by diffusion of a colloidal solution in the interstices between the needles (2), followed by a thermal treatment adapted to cause the deposition of the coating material.

9. A method according to claim 8, characterized in that the adopted colloidal solution corresponds to one of the following formulas: SiO_2 , Al_2O_3 , Sb_2O_5 , SnO_4 .

10. A method of manufacturing a scintillator according to claim 4, characterized in that the coating of the caesium iodide needles (2) is carried out under vacuum by means of a polymeric resin of the silicon type or any kind of a polyimide material, the hardening of the coating material being carried out later either at ambient temperature or in the presence of heat.

11. A method of manufacturing a scintillator according to claim 4, characterized in that the caesium iodide needles (2) are coated by diffusing an organo-metallic compound in between the needles, subsequently followed by a treatment at high temperature or by a hydrolysis at open air.

12. A method according to claim 11, characterized in that one of the following organo-metallic com-

pounds is applied tetramethoxysilane or tetraethoxysilane or silicium tetraacetate.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

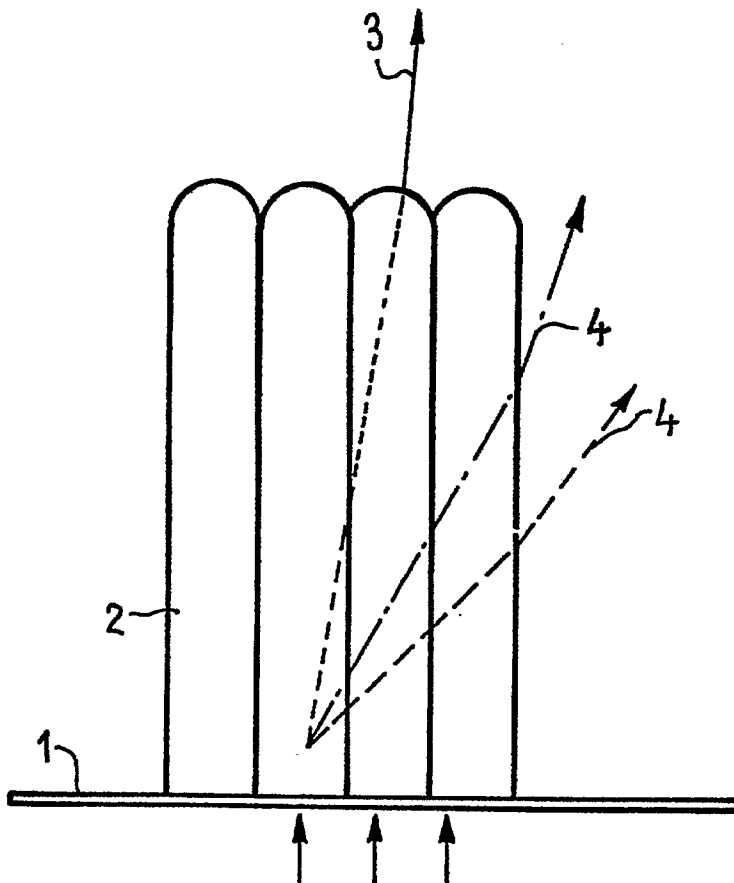
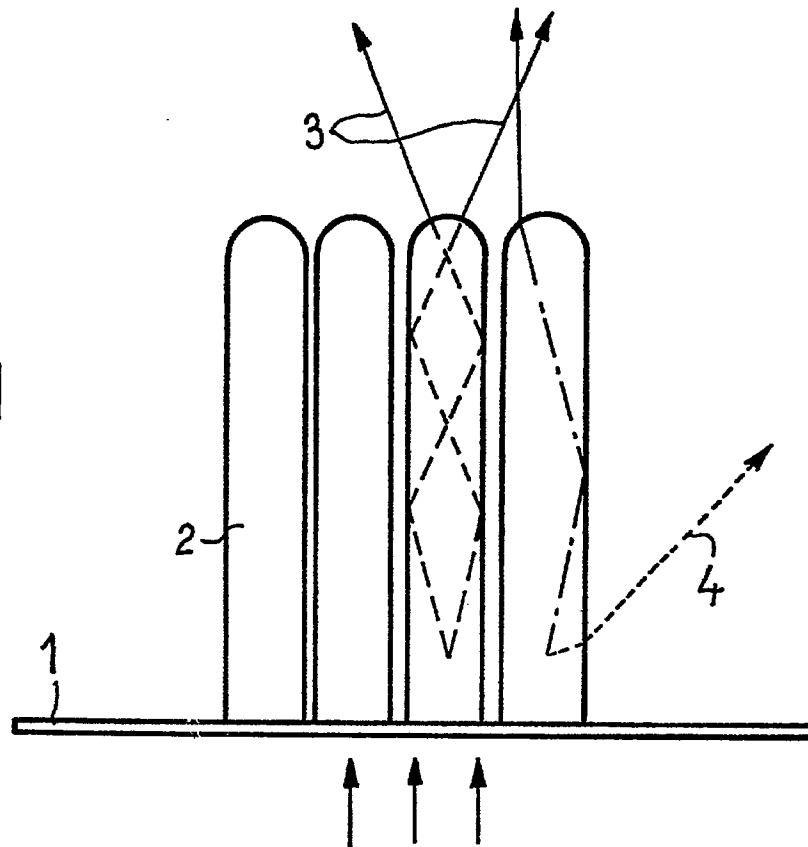
50

55

60

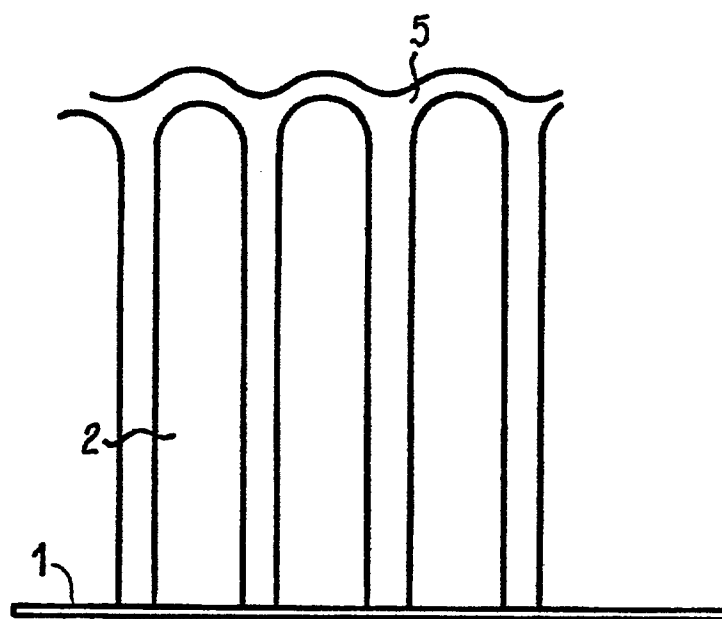
65

FIG_1



FIG_2

FIG_3



FIG_4

