

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-29896

(P2005-29896A)

(43) 公開日 平成17年2月3日(2005.2.3)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C 2 3 C 14/24	C 2 3 C 14/24	2 G O 8 3
G 2 1 K 4/00	G 2 1 K 4/00	4 H O O 1
// C O 9 K 11/02	G 2 1 K 4/00	4 K O 2 9
	C O 9 K 11/02	A

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L 外国語出願 (全 29 頁)

(21) 出願番号	特願2004-197689 (P2004-197689)	(71) 出願人	591023136 アグファ・ゲヴェルト・ナムロゼ・ベン ノートチャップ
(22) 出願日	平成16年7月5日 (2004.7.5)		
(31) 優先権主張番号	03102003.5		
(32) 優先日	平成15年7月4日 (2003.7.4)		
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		
(31) 優先権主張番号	03102004.3		
(32) 優先日	平成15年7月4日 (2003.7.4)		
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		
		(74) 代理人	100103816 弁理士 風早 信昭
		(74) 代理人	100120927 弁理士 浅野 典子
		(72) 発明者	バート・エルツ ベルギー国モートゼール、セプテストラ ート 27 アグファ・ゲヴェルト・ナム ロゼ・ベンノートチャップ内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 原材料の蒸発のために使用されるるつぼのための改良されたアセンブリ

(57) 【要約】

二つのプレート又はカバーを与えられたるつぼを含むアセンブリであって、それらのうちの一つが穿孔パターンを与えられた最外プレート又はカバーであり、穿孔パターンが直列又は並列の一以上のスリット、及び前記カバー上に不規則に又は規則的に分布された、同じ又は異なる直径を有する開口からなる群から選択され、最外プレート又はカバーがさらに底部及び高さ“h”を有する周囲側壁を持つ前記るつぼをカバーし、前記るつぼが原材料を含有するものにおいて、第二のプレートが前記高さ“h”の2/3未満の前記最外カバープレートからの距離でるつぼの内部に装着されることを特徴とするアセンブリ。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

二つのプレート又はカバーを与えられたるつぼを含むアセンブリであって、それらのうちの 하나가穿孔パターンを与えられた最外プレート又はカバーであり、穿孔パターンが直列又は並列の一以上のスリット、及び前記カバー上に不規則に又は規則的に分布された、同じ又は異なる直径を有する開口からなる群から選択され、最外プレート又はカバーがさらに底部及び高さ“h”を有する周囲側壁を持つ前記るつぼをカバーし、前記るつぼが原材料を含有するものにおいて、第二のプレートが前記高さ“h”の2/3未満の前記最外カバープレートからの距離でるつぼの内部に装着されることを特徴とするアセンブリ。

【請求項 2】

前記第二プレートが前記高さ“h”の1/3未満の前記最外カバープレートからの距離でるつぼの内部に装着される請求項 1 に記載のアセンブリ。

【請求項 3】

前記第二プレートが前記高さ“h”の1/10以上の前記最外カバープレートからの距離でるつぼの内部に装着される請求項 1 に記載のアセンブリ。

【請求項 4】

前記るつぼ及び前記プレートが耐火材料から構成され、前記耐火材料がタンタル(Ta)、モリブデン(Mo)、ニオブ(Nb)、タングステン(W)及び耐熱性ステンレス鋼からなる群から選択される金属又は金属合金である請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載のアセンブリ。

【請求項 5】

前記アセンブリがガイドプレートをさらに与えられる請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載のアセンブリ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は加熱されたるつぼに存在する液化原材料からの蒸発によってスピード又は感度に優れた燐光体又はシンチレータ材料を製造するための解決策に関する。

【背景技術】

【0002】

物理蒸着(PVD)並びに化学蒸着(CVD)技術では、特別に設計された電気加熱るつぼの使用に加えて均一な燐光体又はシンチレータ被覆組成及び全表面にわたる均一な層厚さの蒸着を与える要因は例えばEP出願No. 03100723(2003年3月20日出願)及び04101138(2004年3月19日出願)に記載されているように支持体の位置における蒸気クラウドのプロファイルを決定する距離と関連する。

【0003】

るつぼと支持体の間の最短距離の平均値は好ましくは5~10cmの範囲である。この距離が大きすぎると材料の損失及びプロセスの低下した収率に導き、一方この距離が小さすぎると支持体の極めて高い温度に導くだろう。

【0004】

加熱容器中に存在する液化原材料の吐き出しによる燐光体又はシンチレータの不均一な蒸着を生じる“スポットエラー”又は“ピット”を避けるために注意を払うべきであることはEP出願03102003(2003年7月4日出願)において確立された。表面における望ましくない不均一性の物理的存在に加えて、スピード又は感度の差は診断像形成に使用するためのスクリーン、プレート又はパネルとしてのその使用に負担を与えるかもしれない。特にそれらの燐光体及びシンチレータとして直接放射線写真に、即発燐光体として増感スクリーンに又はコンピュータ放射線写真(CR)に使用される刺激性燐光体として貯蔵パネルに使用するために好適であるときにそうである。

【0005】

二つのプレート又はカバーを含むアセンブリであって、それらのうちの 하나가最外プレ

10

20

30

40

50

ート又はカバーであり、両方が少なくとも一部において、原材料を含有する底部及び周囲側壁を有するつぼの開放側をカバーする表面領域上に穿孔パターンを有するものであり、前記最外カバーはるつぼの前記開放側をカバーする前記カバーより前記るつぼから遠い距離に装着されており、両カバーは前記二つのプレート又はカバーの間の距離の少なくとも10倍の前記最外カバーへの距離からるつぼの底部に垂直な方向の軸を通して見たときにその内容物を観察することができないように互いに対して装着されるアセンブリが、その問題のための解決策として与えられた。

【0006】

しかしながら、燐光体プレートの全表面にわたってスピードの均一性を提供するだけでなく、燐光体プレート上に均一に分布された蒸着された燐光体の同じ被覆量に対して可能な最高に達成可能なスピードを提供することは永続的に続く要求である。

10

【発明の開示】

【0007】

それゆえ本発明の目的は特に真空チャンバーにおける真空条件においてCVD又はPVD技術を適用しながら望ましくない“スポット”又は“ピット”が製造される燐光体又はシンチレータのための支持体に到達することを防止することに加えて、最高の可能な感度を有するプレート又はパネルを与える、支持体上にシンチレータ又は燐光体材料を蒸発及び蒸着するためのツールを提供することである。

【0008】

上述の有利な効果は出発材料として原材料を含有する加熱されたるつぼと組み合わされたカバーの特別なアセンブリを利用することによって実現され、前記アセンブリは請求項1に述べられた特徴を有する。本発明の好ましい例の特徴は従属請求項に述べられている。

20

【0009】

本発明のさらなる利点及び具体例は以下の記述及び図面から明らかになるだろう。

【0010】

図面の簡単な記述

図1は改良されたるつぼ構成の3D図を示し、図中、(1)は折り曲げられたタンタルるつぼを表わし、(2)はるつぼの容器、(3)は(るつぼの両側に存在する)リップ、(4)は内部に(5)スリットを有するカバープレートを示す。ガイドプレート(6)はさらに蒸気流を支持体の方に向ける。

30

図2は(図1から位置Aで切断した)側面図を示す。

図3は(図1から位置Bで切断した)正面図を示す。

図4は内部に位置された折り曲げられたタンタルプレート(7)を有する本発明るつぼ構成のための(位置Aで切断した)側面図を示す。

図5は図4のように内部に位置された折りたたまれたタンタルプレート(7)を有する同じ発明のるつぼ構成のための(位置Bで切断した)正面図を示す。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明によれば、二つのプレート又はカバーを与えられたるつぼを含むアセンブリであって、それらのうちの 하나가穿孔パターンを与えられた最外プレート又はカバーであり、穿孔パターンが直列又は並列の一以上のスリット、及び前記カバー上に不規則に又は規則的に分布された、同じ又は異なる直径を有する開口からなる群から選択され、最外プレート又はカバーがさらに底部及び高さ“h”を有する周囲側壁を持つ前記るつぼをカバーし、前記るつぼが原材料を含有するものにおいて、第二のプレートが前記高さ“h”の2/3未満の前記最外カバープレートからの距離でるつぼの内部に装着されることを特徴とするアセンブリが提供される。前記最外カバーにおいて最も好ましいものは直列又は並列の一以上のスリットが前記カバー上に規則的に分布される穿孔パターンである。最も好ましいものは規則的な部位で中断された又は中断されない一つの長いスリットの存在であり、さらに最も好ましいものはるつぼの最も長い側又は長さとは平行な一つの長いスリットであ

40

50

る。

【0012】

本発明によるアセンブリのより好ましい例では前記アセンブリは前記高さ“h”の1/3未満の前記最外カバープレートからの距離であるつぼの内部に装着された前記第二プレートを有する。

【0013】

本発明によれば前記アセンブリでは、前記第二プレートは前記高さ“h”の1/10以上の前記最外カバープレートからの距離であるつぼの内部に装着される。前記第二プレートが前記高さ“h”の1/10未満の前記最外カバープレートからの距離であるつぼの内部に装着される場合、カバープレートと第二の内部に装着されたプレートの間の距離は小さすぎ、結果として低下した蒸着収率を生じるだろう。

10

【0014】

本発明によれば前記アセンブリの一例では、前記底部、前記最外カバー及び前記第二プレートは互いに対して平行に配置される。

【0015】

本発明によれば前記アセンブリの別の例では、前記第二プレートは少なくとも一つの方向において前記最外カバーに対して平行でない。

【0016】

るつぼの寸法に関して、一つの例では本発明によるアセンブリはその最大寸法の10~90%及びその最小寸法の1~90%の範囲の組み合わせられた寸法を有するスリットを有する。

20

【0017】

本発明による別のより好ましい例では、前記スリットはその最大寸法の20~80%及びその最小寸法の5~50%の範囲の組み合わせられた寸法を有し、さらに必要によって、スリットはその最大寸法の40~60%及びその最小寸法の5~15%の範囲の組み合わせられた寸法を有する。

【0018】

カバープレートの材料組成は物理的影響に対して抵抗性を有するべきであり、その材料は耐火材料であるべきであることは明らかである。望ましい耐火材料はMo, Nb, Ta及びWからなる材料の群から選択される。耐火カバー材料として使用するために好適な材料の究極の選択はほとんどその取扱い性(manutention)に依存する。なぜならばカバーは蒸発される原材料の容器、ポート又はるつぼ上へのカバーとして使用するために好適であるために所望の形にもたらされるべきだからである(例えばいわゆる“ニップ領域”又はローラ又は他の“平滑化手段”又は“曲げ手段”における所望の厚さのプレートの折り曲げ又は弯曲による変形)。

30

【0019】

本発明によるアセンブリはタンタル(Ta)、モリブデン(Mo)、ニオブ(Nb)、タングステン(W)及び耐熱性ステンレス鋼からなる群から選択された金属又は金属合金である耐火材料から構成されるつぼ及びカバープレートを与えられる。耐火材料として金属又は金属合金は前記金属又は金属合金のシリサイド層又はカーバイド層でカバーされたものが有用でありうる。組成がるつぼ及び少なくとも一つのカバーに対して異なることは除外されないが、一つの例では本発明によるアセンブリは前記るつぼ及び前記プレートが同じ耐火材料から構成されるアセンブリである。前記アセンブリについて本発明による特に好ましい例では、前記(耐火)材料はタンタルである。

40

【0020】

さらなる例では本発明によるアセンブリは前記るつぼ及び前記プレートが電極対の間に装着されるように装着される。その方法では加熱はEP出願03102003(2003年7月4日出願)に述べられているように行われ、そこでは前記電極対は互いに対して対向して位置される側壁の外部部位で電極クランプを介して前記るつぼと接続されるものとして記載され、前記部位はるつぼの側壁におけるリップとして延び、前記クランプは前記

50

るつぼを加熱するための電極と接続可能であり、そこに開示されているような改良は少なくとも5%低下したるつぼ壁とクランプの間の前記リップの各々の横断面積と関連する。同じ手段は本発明に開示されたようにアセンブリ構成では有利に適用される。少なくとも5%の前記減少は各クリップに穿孔を与えることによってるつぼ壁と電極クランプの間の前記リップの各々の横断面積の減少によって実現されることができ。装着された内部プレートのレベルに関して、蒸着工程前の加熱工程の開始時に、原材料の表面レベルが内部に装着されたプレートより高くなりうることは明らかである。これは内部加熱及び溶融に有利でありうる。通常適用されるような電気抵抗加熱による蒸発方法では、前記るつぼはその底部のその内部表面積とその内部側壁の高さによって決定されるその全体積の最大80%まで原材料で満たされることが有利である。そこでは電気加熱は通常、前記原材料の溶融温度を少なくとも10 越える温度まで行う。

10

【0021】

るつぼアセンブリ内のエネルギーの損失はこの最初の加熱工程でさらに避けられてもよい。その工程では蒸着工程が開始できるとすぐに取り去る、閉鎖カバー又は“シャッター”として非穿孔カバーを本発明のアセンブリに与えてもよい。さらなる工程では内部装着されたプレートのレベルが原材料のレベルの上に及ぶことは除外されない：前記原材料の溶融温度を20 ~ 100 越える温度まで電気加熱が行われる間、前記るつぼはその底部のその内部表面積とその内部側壁の高さによって決定されるその全体積の最大50%まで原材料で満たされてもよい。

【0022】

溶融原材料のレベルに対して内部装着されたプレートのレベルの変化を避けるための二つの方法がある。一つの方法は蒸着工程を行いながら内部装着されたプレートのレベルを変化することを利用する。もう一つの方法は補給工程を利用し、そこでは原材料はEP出願No. 03100723 (2003年3月20日出願)に開示されているように粉末又は錠剤としてるつぼに加えられる。そこでは燐光体又はシンチレータプレートの厚さ方向の組成の変化が全く望まれないときであっても、原材料は前述のように物理蒸着工程中に消耗されることは明らかであると述べられている。それゆえ、るつぼの“補給”はさらなる蒸着工程中の均一性を維持するため、粉末の形で、粒子又は結晶の形で又はケーキとなった粉末又は粒子混合物を含有する芳香剤 (pastilles) の形での原材料成分の添加によって与えられる。そうでなければドーパント (ユウロピウム) 濃度の差は被覆工程がさらに続いている間に現れるかもしれない。るつぼを“補給する”ための方法は例えばUS-A 4430366, DE-A 19852362及びUS-A 2003/0024479に記載されている。利用可能な補給ユニットの例は前記EP出願No. 03100723 (2003年3月20日出願)に、特に図8及び9に示され、そこでは他の図にも適用可能である非限定的な例として、材料供給の源 (26) 及び原材料供給のためのガイド機構 (27) が真空蒸着チャンバーに装着される。

20

30

【0023】

るつぼ又はポートに含まれる原材料に関して、前記原材料はアルカリハライド、アルカリ土類ハライド、土類金属のハライド、オキシド又はオキシハライド、ランタノイド系元素の群のハライド、オキシド又はオキシハライド及びそれらの組合せから選択される。さらに、これらの原材料は冷却された支持体上に後で蒸発及び蒸着するために設計された高い処理温度 (少なくとも300、より好ましくは少なくとも450、最も好ましくは700-900までの範囲) で溶融すべきであることは明らかである。例えばるつぼに含有される原材料及びるつぼ材料の“混合溶融”結晶の形成は明らかに認識されるべきではない。蒸着された層中のるつぼ材料の存在は望ましくない汚染の源であるからである。物理的に不活性であることに加えて、カバー材料並びにるつぼ材料は化学的に不活性であるべきであること、接触する原材料とるつぼ材料の間の化学反応が不可能であるべきであることは明らかであり、そうでなければ冷却された支持体上への蒸着化合物の組成は制御下にないだろうし、かかる制御できない組成に加えて、蒸着された層の均一性も制御外であるだろう。均一性のため、特に蒸着された燐光体又はシンチレータ層全体のドーパント

40

50

分布の均一性のため、WO 00/16904 (2000年6月19日出願)及びEP出願No. 03104842及び03104859 (ともに2003年12月19日出願)及びEP出願No. 04100675, 04100678及び04100679 (全て2004年2月20日出願)に開示された方法に従うことが推奨される。例えばEP出願No. 03104842のようなそれらの公開されていない出願では、支持体及び貯蔵燐光体層を含む光刺激性燐光体スクリーン又はパネルに使用するための貯蔵燐光体を製造するための方法が開示され、所望の燐光体組成を与えるため、特に粒子サイズに関して最適な感度を有するCsBr:Eu²⁺を作るために前記マトリックス成分と活性化剤成分を化学量論比で混合する工程で開始して、ドーパント又は活性化剤は非晶質及び結晶燐光体に同様に均一に混入される。EP出願No. 03104859では高エネルギー放射線によって作られた被写体の像を記録及び再現するための像形成方法に使用するために好適な粉末燐光体又は蒸着された針状燐光体のような燐光体を与えるためにCsX:Eu刺激性燐光体及びスクリーン又はパネルの製造方法が開示されており、前記CsX:Eu刺激性燐光体はその結晶構造には酸素が本質的に存在しないものであり、XはBr, Cl及びそれらの組合せからなる群から選択されるハロゲン化物を表わし、前記方法は組成としてCs_xEu_yX_{x+y} (式中、yに対するxの比は0.25の値であり、2であり、XはCl, Br及びI及びそれらの組合せからなる群から選択されたハロゲン化物である)を有する化合物又は化合物の組合せとCsXを混合し、前記混合物を450以上の温度で加熱し、前記混合物を冷却し、所望により前記CsX:Eu燐光体をアニール及び回収する工程を含む。

10

20

【0024】

EP出願No. 04100675では、高い相対感度のために刺激性燐光体スクリーン又はパネルの被覆された層に使用するために好適な貯蔵燐光体粒子が燐光体粒子の表面において及びそれらの内部容積において前記燐光体を構成する成分として均一に混入されるドーパント又は活性化剤要素及びマトリックス成分を有利に含有し、そこでは2:1より大きいアスペクト比を有する粒子が好ましく、前記アスペクト比は前記粒子の2つの最大サイズの比として規定され、前記サイズは互いに垂直な3次元をとり、前記二つの最大サイズの一方は10µmより小さい。

【0025】

EP出願No. 04100678では、CsX:Eu刺激性燐光体及びスクリーン又はパネルの製造方法が記載され、前記スクリーン又はパネルは高エネルギー放射線によって作られた被写体の像を記録及び再現するための像形成方法に使用するために好適な粉末燐光体又は蒸着された針状燐光体のような前記燐光体を与えられ、前記CsX:Eu刺激性燐光体はそれらの結晶構造において酸素を本質的に含まず、XはBr, Cl及びそれらの組合せからなる群から選択されるハロゲン化物を表わし、前記方法は組成としてCs_xEu_yX_{x+y} (式中、yに対するxの比は0.25の値を越え、2であり、XはCl, Br及びI及びそれらの組合せからなる群から選択されたハロゲン化物である)を有する出発化合物又はそれらの組合せを利用し、前記混合物を450以上の温度で加熱し、前記混合物を冷却し、所望により前記CsX:Eu燐光体をアニール及び回収する工程をさらに含む。

30

40

【0026】

EP出願No. 04100679では、CsX:Eu刺激性燐光体及びスクリーン又はパネルの製造方法が記載され、それらのスクリーン又はパネルは高エネルギー放射線によって作られた被写体の像を記録及び再現するための像形成方法に使用するために好適な粉末燐光体又は蒸着された針状燐光体のような前記燐光体を与えられ、前記CsX:Eu刺激性燐光体はそれらの結晶構造において酸素を本質的に含まず、XはBr, Cl及びそれらの組合せからなる群から選択されるハロゲン化物を表わし、前記方法は組成としてCs_xEu_yX_{x+y} (式中、yに対するxの比は0.25の値を越え、2であり、XはCl, Br及びI及びそれらの組合せからなる群から選択されたハロゲン化物である)を有する化合物又はそれらの組合せとCsXを混合し、前記混合物を450以上

50

の温度で加熱し、前記混合物を冷却し、所望により前記 Cs X : Eu 燐光体をアニール及び回収する工程をさらに含む。

【0027】

光刺激性燐光体は酸化アルミニウム、二酸化シリコン、及び/又は酸化ジルコニウムの如き金属酸化物をセシウム 1 mol あたり 0.5 mol 以下の量で含有してもよい。さらに少量の Cs 以外のアルカリ金属 (Li, Na, K, Rb) 及びアルカリ土類金属 (Mg, Ca, Sr, Ba) の各々を示されているようにそれぞれ 10 ppm 未満及び 2 ppm 未満の量で Cs Br : Eu マトリックスに存在させてもよい。Eu 以外の希土類元素の各々及び他の元素の各々を通常の条件下ではそれぞれ 20 ppm 未満及び 10 ppm 未満の量で同じ Cs Br : Eu マトリックスにさらに存在させてもよい。

10

【0028】

本発明によるアセンブリはそのさらに有利な例ではガイドプレートを与えられる。図 1, 2 及び 4 に示されたガイドプレート (6) は支持体の方へ蒸気流を向け、(もし支持体に蒸着されないなら) 材料の損失を避ける。

【0029】

実施例

本発明をその好ましい例と関連して以下に記載するが、本発明をそれらの例に限定することを意図しないことは理解されるだろう。

【0030】

比較例 1

この比較例は光刺激性 Cs Br : Eu 像形成プレートを得るために行われる従来技術の方法を記載する。

20

【0031】

Cs Br : Eu 光刺激性燐光体層は原材料として Cs Br 及び Eu O Br の混合物から出発して支持体の中心を通り支持体に垂直な軸のまわりに回転する陽極酸化アルミニウム支持体上に熱蒸着によって真空チャンバー内で蒸着された。

【0032】

支持体は 280 μm の厚さ、18 cm の幅及び 24 cm の長さを有する陽極酸化アルミニウムであった。アルミニウム支持体はモータによってその軸のまわりに制御された方法で回転する支持体ホルダーに対して装着された。アルミニウムは 1 分あたり 12 回転の角速度で回転していた。支持体は 240 の抵抗加熱された加熱プレートによって加熱された。

30

【0033】

Cs Br / Eu O Br = 99.5% / 0.5% 重量% 比率の Cs Br 及び Eu O Br の混合物を蒸発させるための原材料混合物として使用された。

【0034】

混合物は折り曲げられたタンタルるつぼ (1) に置かれた。るつぼの容器 (2) は 150 mm の長さ、60 mm の幅及び 35 mm の深さを有していた。るつぼ及び電極を接続するため、るつぼはるつぼの両側に 25 mm の長さ及び 60 mm の幅を有するリップ (3) を有していた。るつぼ (1) は 60 mm × 200 mm の寸法を有するカバープレート (4) でカバーされ、さらに 100 mm の長さ及び 7 mm の幅を有する一つのスリット (5) をその中に有していた。るつぼ (1) は蒸気流を支持体の方へ案内するガイドプレートをさらに与えられた。容器と支持体の距離は約 15 cm であった。るつぼは回転する支持体の縁によって規定される円の円周内に置かれた。

40

【0035】

真空圧力下 (真空チャンバー中へのアルゴンガスの連続入口と前記アルゴンガスを排気するための連続ポンピングの間の平衡として 2×10^{-1} Pa の圧力が維持された) でかつ蒸気源の十分に高い温度 (タンタルカバーで保護された熱電対で測定すると 710) で、得られた蒸気は回転する支持体の方へ向けられ、その上に蒸着された。

【0036】

50

211 mg/cm² の被覆量を有する CsBr : Eu 刺激性燐光体層が支持体上に蒸着された。

【0037】

刺激性燐光体層は UV 放射線下で青いルミネセンスを示す。

【0038】

スクリーンの感度は以下の方法で測定された：スクリーンは 80 kVp で約 50 mR の線量で均一に露光された。読み出しは飛点走査装置でなされた。走査装置では、走査光源は 685 nm で放出する 30 mW ダイオードレーザーであった。誘電層で両側を被覆された 3 mm BG-39 (Schott の登録商標) フィルターが使用され、刺激光をスクリーン放出光から効率的に分離した。走査平均レベル (SAL) は光刺激管におけるスクリーンフィールドによって生成される平均信号として測定された。この平均信号は Agfa 粉末像形成プレートによって生成される信号と比較された。Agfa 粉末像形成プレートと比較すると 436% の感度を得られ、顕著なスピードの増加を表している！

10

【0039】

本発明例 2 - 9

るつぼカバー (4) 及びるつぼ (1) の間に 46 mm の幅を有する更に折りたたまれたタンタルプレート (7) が図 4 及び 5 に示されているように固定された以外、比較例 1 と同じ実験を行った。この内部タンタルプレート (7) は図 4 及び 5 に示すように容器中に来るような方法で折りたたまれた。

【0040】

本発明例 2 - 9 ではるつぼの上側と内部プレートとの距離は以下の表 1 に示すように変化させた。

20

【0041】

【表 1】

表 1

実施例 No.	るつぼの上部と内部 Ta プレート (7) の 間の距離	針状燐光体でのプレ ートの被覆量 (mg/cm ²)	粉末燐光体プレートに 対する感度 % SAL 増 加
1 (比較)	内部プレートなし	211	436
2	30mm	223	416
3	20mm	224	609
4	20mm	227	580
5	20mm	224	617
6	10mm	224	651
7	10mm	230	676
8	10mm	220	605
9	10mm	206	610

30

40

【0042】

るつぼにおけるより均一な温度分布 (るつぼが均一に輝くのが視覚的に観察された) を別として、るつぼの上部から内部プレート 7 への距離が表 1 中の数字から結論づけられるように減少するとき、内部タンタルプレート (7) の存在は蒸着されたプレートの感度を増加する。

50

【 0 0 4 3 】

るつぼの上部と内部タンタルプレート(7)の間の距離が小さくなると、内部タンタルプレートのないプレート感度に対して優れたかつ顕著に改良されたスピードを明らかに与え、針状燐光体と粉末燐光体の間のスピード差をさらに増加させる。

【 0 0 4 4 】

本発明の好ましい例を詳細に記載したが、特許請求の範囲に規定された発明の範囲から逸脱せずに多数の変更をなしうるものが当業者には明らかであるだろう。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 4 5 】

【 図 1 】改良されたるつぼ構成の3D図を示し、図中、(1)は折り曲げられたタンタルるつぼを表し、(2)はるつぼの容器、(3)は(るつぼの両側に存在する)リップ、(4)は内部に(5)スリットを有するカバープレートを示す。ガイドプレート(6)はさらに蒸気流を支持体の方に向ける。

10

【 図 2 】(図1から位置Aで切断した)側面図を示す。

【 図 3 】(図1から位置Bで切断した)正面図を示す。

【 図 4 】内部に位置された折り曲げられたタンタルプレート(7)を有する本発明るつぼ構成のための(位置Aで切断した)側面図を示す。

【 図 5 】図4のように内部に位置された折りたたまれたタンタルプレート(7)を有する同じ発明のるつぼ構成のための(位置Bで切断した)正面図を示す。

【 符号の説明 】

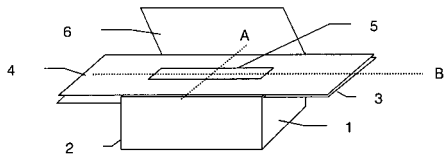
20

【 0 0 4 6 】

- 1 折り曲げられたタンタルるつぼ
- 2 るつぼの容器
- 3 リップ(るつぼの両側に存在)
- 4 カバープレート
- 5 カバープレート中のスリット
- 6 ガイドプレート

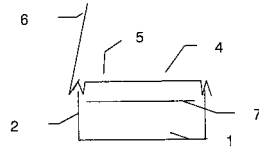
【 図 1 】

Fig. 1.



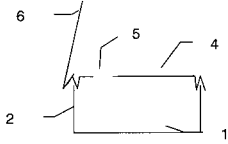
【 図 4 】

Fig. 4.



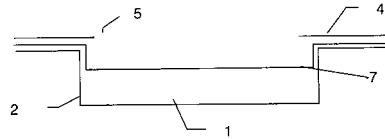
【 図 2 】

Fig. 2.



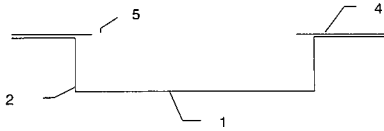
【 図 5 】

Fig 5.



【 図 3 】

Fig. 3.



フロントページの続き

(72)発明者 ヨハン・ラモッテ

ベルギー国モートゼール、セプテストラート 27 アグファ・ゲヴェルト・ナームロゼ・ベンノ
ートチャップ内

Fターム(参考) 2G083 AA02 AA03 AA08 BB01 CC10 DD01 EE03
4H001 CA08 XA17 XA35 XA53 XA55 YA63
4K029 AA07 BA41 CA01 DB05 DB12 DB13

【外国語明細書】

TITLE

IMPROVED ASSEMBLY FOR CRUCIBLE USED FOR EVAPORATION OF RAW MATERIALS

[DESCRIPTION]

FIELD OF THE INVENTION

The present invention relates to a solution for manufacturing phosphor or scintillator materials, excellent in speed or sensitivity, by evaporation from from liquefied raw materials present in heated crucible(s).

BACKGROUND OF THE INVENTION

In physical vapour deposition (PVD) as well as in chemical vapour deposition (CVD) techniques, factors providing deposition of homogeneous phosphor or scintillator coating compositions and homogeneous layer thicknesses over the entire surface thereof, besides use of especially designed electrically heated crucible(s) are related with the distance determining the profile of the vapour cloud at the position of the substrate, as has e.g. been described in EP-Applications Nos. 03 100 723, filed March 20, 2003 and 04 101 138, filed March 19, 2004.

Average values of shortest distances between crucible(s) and substrate are preferably in the range of from 5 to 10 cm. Too large distances would lead to loss of material and decreased yield of the process, whereas too small distances would lead to too high a temperature of the substrate.

It has been established in EP-Application 03 102 003, filed July 4, 2003 that care should be taken in order to avoid "spot errors" or "pits", resulting in uneven deposit of phosphors or scintillators, due to spitting of the liquefied raw materials present in the heated container(s). Besides physical presence of an undesired unevenness at the surface, differences in speed or sensitivity may indeed lay burden on its use as a screen, plate or panel for use in diagnostic imaging, especially when those phosphors

are suitable for use in direct radiography as scintillators, in intensifying screens as prompt emitting phosphors or in storage panels as stimuable phosphors, used in computed radiography (CR).

An assembly comprising two plates or covers, one of which being an outermost plate or cover, and both, at least in part having a perforation pattern over a surface area covering an open side of a crucible having a bottom and surrounding side walls containing raw materials, wherein said outermost cover is mounted at a distance farther from the said crucible than said cover covering said open side of a crucible, and wherein both covers are mounted versus each other, so that, when viewed through an axis in a direction perpendicular to the bottom of the crucible from a distance to said outermost cover of at least 10 times the distance between said two plates or covers, its contents cannot be observed, has been offered as a solution for that problem.

It is however an ever lasting demand, not only to provide homogeneity in speed over the whole surface of the phosphor plate, but also to provide the highest attainable speed possible for the same coating amount of evenly distributed vapor deposited phosphor layers on a phosphor plate.

OBJECTS AND SUMMARY OF THE INVENTION

Therefore it is an object of the present invention to provide a tool, besides preventing undesired "spots" or "pits" from reaching the substrate or support for phosphors or scintillators to be prepared while applying CVD or PVD techniques especially in vacuum conditions in a vacuum chamber, in order to vaporise and deposit scintillator or phosphor materials on substrates, providing plates or panels having the highest possible sensitivity.

The above-mentioned advantageous effects have been realized by making use of a particular assembly of covers in combination with

heated crucibles containing raw materials as starting materials, wherein said assembly has the specific features set out in claim 1. Specific features for preferred embodiments of the invention are set out in the dependent claims.

Further advantages and embodiments of the present invention will become apparent from the following description and drawings.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

Fig. 1 shows a 3D view of the improved crucible configuration, wherein (1) represents the folded tantalum crucible; (2) the container of the crucible, (3) the lip (present at both sides of the crucible), (4) the cover plate with (5) the slit therein. The guiding plate (6), further directs the vapour stream towards the substrate.

Fig. 2 shows a side view (cut through position A from Fig. 1)

Fig. 3 shows a front view (cut through position B from Fig. 1)

Fig. 4 shows a side view (cut through position A) for the inventive crucible configuration with internally positioned, folded tantalum plate (7).

Fig. 5 shows a front view (cut through position B) for the same inventive crucible configuration with internally positioned, folded tantalum plate (7) as in Fig. 4.

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

According to the present invention an assembly comprising a crucible provided with two plates or covers is provided, wherein one thereof is an outermost plate or cover provided with a perforation pattern, selected from the group consisting of one or more slits, in series or in parallel, and of openings having same or different

diameter, randomly or regularly distributed over said cover, moreover covering said crucible having a bottom and surrounding side walls having a height "h" and wherein said crucible contains raw materials, characterized in that a second plate is mounted internally in the crucible at a distance from said outermost cover plate of less than $2/3$ of said height "h". Most preferred in said outermost cover is a perforation pattern, wherein one or more slits, in series or in parallel, are regularly distributed over said cover. Most preferred is presence of one long slit, whether or not interrupted at regular sites and even most preferred is one long slit, parallel with the longest side or length of the crucible.

In a more preferred embodiment the assembly according to the present invention said assembly has said second plate mounted internally in the crucible at a distance from said outermost cover plate of less than $1/3$ of said height "h".

According to the present invention in said assembly, said second plate is mounted internally in the crucible at a distance from said outermost cover plate, being not less than $1/10$ of said height "h". In that case the distance between the cover plate and the second, internally mounted plate would be too small, resulting in a decreasing depositing yield.

According to the present invention in one embodiment of said assembly, said bottom, said outermost cover and said second plate are arranged in parallel versus each other.

According to the present invention in another embodiment of said assembly said second plate is not parallel versus said outermost cover, at least in one direction.

With respect to the dimensions of the crucible, in one embodiment the assembly according to the present invention has slits having a combined dimension in a range between 10 and 90 % of its largest dimension and between 1 and 90 % of its smallest dimension.

In another, more preferred embodiment according to the present invention, said slits have a combined dimension in a range between 20 and 80 % of its largest dimension and between 5 and 50 % of its smallest dimension and even slits having a combined dimension in a range between 40 and 60 % of its largest dimension and between 5 and 15 % of its smallest dimension are applied, depending on the needs.

It is clear that material compositions of covering plates as well as of the crucibles should be resistant to physical influences, in that the materials should be refractory materials. Desired refractory materials are chosen therefore and are selected from the group of materials consisting of Mo, Nb, Ta and W. An ultimate choice of a suitable material for use as a refractory cover material mostly depends on its manutention as the cover should be brought into the desired form (e.g. deformation by folding or bending of plates of the desired thickness in a so-called "nip-zone" or between rollers or other "flattening means" or "bending means") in order to be suitable for use as a cover onto a container, boat or crucible of raw materials to be vaporized.

An assembly according to the present invention is thus provided with crucible and cover plates, composed of a refractory material, being a metal or metal alloy selected from the group consisting of tantalum (Ta), molybdene (Mo), niobium (Nb), tungsten (W) and heat-resistant stainless steel. As a refractory material a metal or metal alloy, covered with a silicide layer or a carbide layer of said metal or metal alloy may also be useful. It is thus not excluded that the composition would be different for the crucible and at least one of the covers, but in one embodiment the assembly according to the present invention, is an assembly wherein said crucible and said plates are composed of the same refractory material. So in a more particularly preferred embodiment according to the present invention for said assembly, said (refractory) material is tantalum.

In a further embodiment the assembly according to the present invention is mounted so that said crucible and said plates are mounted between an electrode pair. In that way heating proceeds as set out in EP-Application 03 102 003, filed July 4, 2003, wherein said electrode pair has been described as being connected with said crucible via electrode clamps at exterior sites of side walls located opposite with respect to each other, wherein said sites are extending as lips at side walls of the crucible, and wherein said clamps are connectable with electrodes for heating said crucible, wherein the improvement as disclosed therein is related with the cross-section of each of said lips between between crucible wall and clamp which is reduced with at least 5 %. Same measure is advantageously applied in the assembly configuration as disclosed in the present invention. Said reduction with at least 5 % can be realized by reduction of the cross-section of each of said lips between between crucible wall and electrode clamp, by providing each lip with perforations. With respect to the level of the mounted internal plate, it is clear that at the start of the heating procedure, followed by the vaporizing step, the surface level of the raw materials may be higher than the internally mounted plate. This may be in favor of initial heating and melting. In an evaporation method by electric resistance heating as normally applied, said crucible is advantageously filled with raw materials up to at most 80 % of its total volume, determined by its inner surface of its bottom and height of its inner side walls. Therein electric heating normally proceeds up to a temperature exceeding the melting temperature of said raw materials with at least 10°C.

Loss of energy within the crucible assembly may further be avoided in this initial heating procedure in that the assembly of the present invention may be provided with a non-perforated cover as a closing cover or "shutter", which is taken away as soon as the vapor deposition step can start. In a further step it is not excluded that the level of the internally mounted plate extends above the level of raw materials: said crucible may be filled with raw materials up to at most 50 % of its total volume, determined by its inner surface of its bottom and height of its inner side walls

while electric heating proceeds up to a temperature exceeding the melting temperature of said raw materials in the range from 20°C up to 100°C above the melting temperature of said materials.

There are two ways or methods in order to avoid changes of the level of the internally mounted plate versus the level of the molten raw materials. One method makes use of varying the level of the internally mounted plate while the vaporizing step is proceeding. Another method makes use of a replenishing step, wherein the raw materials are added as powders or tablets to the crucible, as has been disclosed in EP-Application No. 03 100 723, filed March 20, 2003. Therein it has been told that even when no change in composition in the thickness direction of the phosphor or scintillator plate is desired, it is clear that the raw material containing crucible(s) become exhausted during the physical vapour deposition process, set forth hereinbefore. Therefore "replenishment" of the crucible(s) is provided, e.g. by addition of raw material components in powdery form, in form of grains or crystals or in form of pastilles containing caked powder or grain mixtures, in favor of maintaining homogeneity during the further evaporation process as otherwise, differences in dopant (Europium) concentrations may appear while the coating process is running further on. Methods in order to "replenish" the crucible(s) have e.g. been described in US-A 4,430,366, in DE-A 1 98 52362 and in US-A 2003/0024479. An example of an available replenishing unit has been illustrated in the said EP-Application No. 03 100 723, filed March 20, 2003, as can be seen more particularly in the Figures 8 and 9, wherein, as a non-limitative example, also applicable in the other Figures, a source of material supply (26) and a guiding mechanism for raw material supply (27) have been mounted in the vacuum deposition chamber.

With respect to those raw material(s) contained in the crucibles or boats, said raw materials are selected from the group consisting of alkali halides, earth alkali halides, halides, oxides or oxihalides of earth metals; halides, oxides or oxihalides of the group of elements of the lanthanide series and combinations thereof.

It is further clear that these raw materials should melt at the designed high process temperatures (in the order of at least 300°C, more preferably at least 450°C and even most preferably in the range up to 700-900°C) in order to be vaporized and deposited afterwards onto a cooled substrate support. Formation of e.g. "mixed melt" crystals of crucible material and raw materials contained in the crucibles should clearly not be appreciated, as presence of crucible material in deposited layers would be a source of undesired contamination. Besides being physically inert, it is clear that the cover material as well as the crucible material should be chemically inert, in that chemical reactions between contacting raw materials and crucible materials should be made impossible, as otherwise the composition of the deposition product onto the cooled substrate would not be under control. Besides such an uncontrollable composition, homogeneity or uniformity of the deposited layers should be out of control. It is recommended, in favor of homogeneity, and, more particularly, in favor of homogeneity of dopant distribution throughout the deposited phosphor or scintillator layer to follow the methods which have been disclosed in WO 00/16904, filed June 19, 2000; and in EP-Applications Nos. 03 104 842 and 03 104 859, both filed December 19, 2003 and in EP-Applications Nos. 04 100 675, 04 100 678 and 04 100 679, all of those last three applications having been filed February 20, 2004. In those unpublished EP-Applications, as in EP-Application Nos. 03 104 842 a method has been disclosed for manufacturing a storage phosphor for use in a photostimulable phosphor screen or panel comprising a support and a storage phosphor layer, wherein a dopant or activator is incorporated more homogeneously in amorphous and in crystalline phosphors as well, starting with a mixing step of said matrix component and activator component in stoichiometric ratios in order to provide a desired phosphor composition; and more particularly in order to prepare a CsBr:Eu²⁺ phosphor having an optimised sensitivity with respect to its particle size. In EP-Application No. 03 104 859 a method for producing CsX:Eu stimulative phosphors and screens or panels has been disclosed in order to provide phosphors

as powder phosphors or vapour deposited needle-shaped phosphors suitable for use in image forming methods for recording and reproducing images of objects made by high energy radiation, wherein said CsX:Eu stimuable phosphors are essentially free from oxygen in its crystal structure, and wherein X represents a halide selected from the group consisting of Br, Cl and combinations thereof, and wherein the method further comprises the steps of mixing CsX with a compound or combinations of compounds having as a composition $Cs_xEu_yX'_{x+\alpha y}$, wherein the ratio of x to y exceeds a value of 0.25, wherein $\alpha \geq 2$ and wherein X' is a halide selected from the group consisting of Cl, Br and I and combinations thereof; heating said mixture at a temperature above 450 °C; cooling said mixture, and optionally annealing and recovering said CsX:Eu phosphor.

In EP-Application No. 04 100 675 it has been established that storage phosphor particles suitable for use in coated layers of stimuable phosphor screens or panels, in favour of high relative sensitivity, advantageously contain at the surface of the phosphor particles and in their inner volume, as components composing the said phosphor, a matrix component and a dopant or activator element that is homogeneously incorporated, wherein preference is given to particles having an aspect ratio of more than 2:1, said aspect ratio being defined as a ratio of 2 largest sizes of said particles, said sizes being taken in 3 dimensions perpendicular to each other, provided that one of said 2 largest sizes is smaller than 10 μ m.

In EP-Application No. 04 100 678 a method for producing CsX:Eu stimuable phosphors and screens or panels has been described wherein said screens or panels have been provided with said phosphors as powder phosphors or vapour deposited needle-shaped phosphors suitable for use in image forming methods for recording and reproducing images of objects made by high energy radiation, wherein said CsX:Eu stimuable phosphors are essentially free from oxygen in their crystal structure, and wherein X represents a halide selected from the group consisting of Br, Cl and combinations

thereof, and wherein the method further makes use of starting compounds or combinations of starting compounds having as a composition $Cs_xEu_yX'_{x+\alpha y}$, wherein the ratio of x to y exceeds a value of 0.25, wherein $\alpha \geq 2$ and wherein X' is a halide selected from the group consisting of Cl, Br and I and combinations thereof; heating said mixture at a temperature above 450 °C; cooling said mixture, and optionally annealing and recovering said CsX:Eu phosphor.

In EP-Application No. 04 100 679, a method for producing CsX:Eu stimuable phosphors and screens or panels has been described wherein those screens or panels are provided with said phosphors as powder phosphors or vapour deposited needle-shaped phosphors suitable for use in image forming methods for recording and reproducing images of objects made by high energy radiation, wherein said CsX:Eu stimuable phosphors are essentially free from oxygen in their crystal structure, and wherein X represents a halide selected from the group consisting of Br, Cl and combinations thereof, and wherein the method further comprises the steps of mixing CsX with a compound or combinations of compounds having as a composition $Cs_xEu_yX'_{x+\alpha y}$, wherein the ratio of x to y exceeds a value of 0.25, wherein $\alpha \geq 2$ and wherein X' is a halide selected from the group consisting of Cl, Br and I and combinations thereof; heating said mixture at a temperature above 450 °C; cooling said mixture, and optionally annealing and recovering said CsX:Eu phosphor.

The stimuable phosphor may contain a metal oxide such as aluminum oxide, silicon dioxide, and/or zirconium oxide in an amount of 0.5 mol or less per one mole of cesium. Moreover minor amounts of alkali metals other than Cs (Li, Na, K, Rb) and each of alkaline earth metals (Mg, Ca, Sr, Ba) may be present, but as has been shown, in amounts of less than 10 ppm and less than 2 ppm, respectively, in the CsBr:Eu matrix. Each of rare earth elements other than Eu and each of other elements may further be present in same CsBr:Eu matrix

in amounts, but in normal conditions, in amounts of less than 20 ppm and less than 10 ppm, respectively.

The assembly according to the present invention is, in a further advantageous embodiment thereof provided with a guiding plate. The guiding plate (6), shown in Figures 1, 2 and 4 further directs the vapour stream towards the substrate and avoids losses of material (if not deposited onto the substrate support).

Examples

While the present invention will hereinafter be described in connection with preferred embodiments thereof, it will be understood that it is not intended to limit the invention to those embodiments.

Comparative Example 1

This example describes the state-of-the art method performed in order to obtain a photostimulable CsBr:Eu imaging plate.

A CsBr:Eu photostimulable phosphor layer was deposited in a vacuum chamber via thermal vapour deposition on an anodized aluminum support that rotates around an axis perpendicular to and going through the centre of the support starting from a mixture of CsBr and EuOBr as raw materials.

The support was anodized aluminum having a thickness of 280 μm , a width of 18 cm and a length of 24 cm. The aluminum support was mounted, against a substrate holder, rotating in a controlled way by means of a motor, around its axis. The aluminum was rotating with an angular speed of 12 rotations per minute. The support was heated by means of a resistively heated heating plate at 240°C.

A mixture of CsBr and EuOBr, in a CsBr/EuOBr 99.5%/0.5% ratio by weight percentage was used as a raw material mixture to become vaporized.

The mixture was placed in a folded tantalum crucible (1). The container (2) of the crucible had a length of 150 mm, a width of 60 mm and a depth of 35 mm. In order to connect the crucible and the electrodes, the crucible had a lip (3) with a length of 25 mm and a width of 60 mm at both sides of the crucible. The crucible (1) was covered with a cover plate (4) having as dimensions 60 mm x 200 mm further having one slit (5) therein with a length of 100 mm and a width of 7 mm. The crucible (1) was further provided with a guiding plate, guiding the vapour stream towards the substrate. The distance between the container and the substrate was about 15 cm. The crucible was placed at the circumference of a circle described by an edge of the rotating substrate.

Under vacuum pressure (a pressure of 2×10^{-1} Pa was maintained as an equilibrium between a continuous inlet of argon gas into the vacuum chamber and continuous pumping in order to evacuate said argon gas) and at a sufficiently high temperature of the vapour source (710°C, measured with a thermocouple protected with a tantalum cover) the obtained vapour was directed towards the rotating substrate and was deposited thereon.

A CsBr:Eu stimuable phosphor layer having a coverage of 211 mg/cm² was deposited onto the support.

The stimuable phosphor layer shows a blue luminescence under UV radiation.

The sensitivity of the screen was measured in the following way: the screen was homogeneously exposed with a dose of ca. 50 mR at 80 kVp. Read-out was done with a flying spot scanner. In the scanner, the scanning light source was a 30 mW diode laser emitting

at 685 nm. A 3-mm BG-39[®] (trade name of Schott) filter coated at both sides with a dielectrical layer was used in order to efficiently separate the stimulation light from the screen emission light. The scan-average level (SAL) was determined as the average signal produced by the screen field in the photomultiplier tube. This average signal was compared with the signal generated by an Agfa powder imaging plate. A sensitivity of 436 % compared with the Agfa powder imaging plate was obtained, representing a remarkable speed increase!

Inventive Example 2 - 9

Same experiments were performed as in the comparative Example 1, except that between the crucible cover (4) and the crucible (1) an additional folded tantalum plate (7) having a width of 46 mm was fixed as shown in Figures 4 and 5. This internal tantalum plate (7) was folded in such a way that it comes into the container, as shown in Figures 4 and 5.

In the inventive examples 2 to 9 the distance between the upper side of the crucible and the internal plate was varied as shown in Table 1 hereinafter.

Table 1

Example No.	Distance between top of crucible and internal Ta- plate (7)	Coverage of plate with needle-shaped phosphor (mg/cm ²)	Sensitivity % SAL increase versus powder phosphor plate

1 (comp.)	No internal plate	211	436
2	30mm	223	416
3	20mm	224	609
4	20mm	227	580
5	20mm	224	617
6	10mm	224	651
7	10mm	230	676
8	10mm	220	605
9	10mm	206	610

Apart from a more homogeneous temperature distribution in the crucible (observed visually as the crucible glows up homogeneously), presence of the internal tantalum plate (7) makes the sensitivity of the deposited plate increase, when the distance from the top of the crucible to the internal plate 7 decreases as can be concluded from the figures in the Table 1.

A smaller distance between the top of crucible and the internal tantalum plate (7) clearly provides an excellent and remarkably improved speed with respect to the plate sensitivity without internal tantalum plate and makes speed differences between needle-shaped phosphors and powder phosphors further increase.

Having described in detail preferred embodiments of the current invention, it will now be apparent to those skilled in the art that numerous modifications can be made therein without departing from the scope of the invention as defined in the appending claims.

PARTS LIST

- (1) folded tantalum crucible
- (2) container of the crucible
- (3) lip (present at both sides of the crucible)
- (4) cover plate
- (5) slit in the cover plate

(6) guiding plate

[CLAIMS]

1. An assembly comprising a crucible provided with two plates or covers, wherein one thereof is an outermost plate or cover provided with a perforation pattern, selected from the group consisting of one or more slits, in series or in parallel, and of openings having same or different diameter, randomly or regularly distributed over said cover, moreover covering said crucible having a bottom and surrounding side walls having a height "h" and wherein said crucible contains raw materials, characterized in that a second plate is mounted internally in the crucible at a distance from said outermost cover plate of less than $2/3$ of said height "h".
2. Assembly according to claim 1, wherein said second plate is mounted internally in the crucible at a distance from said outermost cover plate of less than $1/3$ of said height "h".
3. Assembly according to claim 1, wherein said second plate is mounted internally in the crucible at a distance from said outermost cover plate, not less than $1/10$ of said height "h".
4. Assembly according to any one of the claims 1 to 3, wherein said crucible and said plates are composed of a refractory material, being a metal or metal alloy selected from the group consisting of tantalum (Ta), molybdene (Mo), niobium (Nb), tungsten (W) and heat-resistant stainless steel.
5. Assembly according to any one of the claims 1 to 10, wherein said assembly is further provided with a guiding plate.

[ABSTRACT]

An assembly for vaporizing raw materials in order to prepare vapor deposited phosphor materials comprises a crucible provided with two plates or covers, wherein one thereof is an outermost plate or cover provided with a perforation pattern, selected from the group consisting of one or more slits, in series or in parallel, and of openings having same or different diameter, randomly or regularly distributed over said cover, moreover covering said crucible having a bottom and surrounding side walls with a height "h" and wherein said crucible contains raw materials, is characterized in that a second plate is mounted internally in the crucible at a distance from said outermost cover plate being less than $\frac{2}{3}$ of said side wall height "h".

Fig. 1.

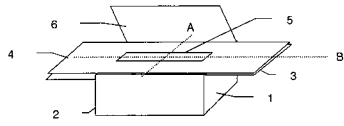


Fig. 4.

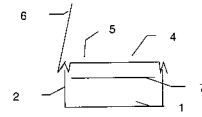


Fig. 2.

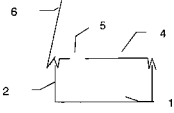


Fig. 5.

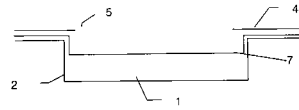


Fig. 3.

