

Síntesis de Materiales Termoluminiscentes

Taboada Padilla Marian Areli (1), Dr. Vallejo Hernández Miguel Ángel (2), Q. Torres Pérez Fernando (3)

1 [Bachillerato General, ENMS Centro Histórico León, Universidad de Guanajuato] | Dirección de correo electrónico: [mar_elig6@hotmail.com]

2 [Departamento de Ingeniería Física, División de Ciencias e Ingenierías, Campus León, Universidad de Guanajuato] | Dirección de correo electrónico: [miguel.vallejo@ugto.mx]

3 [Colegio de Nivel Medio Superior, ENMS Centro Histórico León, Universidad de Guanajuato] | Dirección de correo electrónico: [f.torresperez@ugto.mx]

Resumen

Se reporta el proceso de síntesis de cristales de Fluoruro de Litio puro (LiF) por el método de precipitación, utilizando diferentes razones de solvente (agua: alcohol). Se caracterizaron los cristales usando las técnicas de Fluorescencia de Rayos X (PRX), Difracción de Rayos X (DRX), Absorción en UV-Vis y Termoluminiscencia (TL). Se encontró que la modificación en las razones de solvente modifica el tamaño de los cristales y a su vez las respuestas TL de los mismos.

Abstract

Lithium fluoride (LiF) produced in single crystals by the precipitation method using different ratios of solvent (water: alcohol) is reported. The characterization it has been made by X-Ray Fluorescence (PRX), X-ray diffraction (XRD), Absorption UV-Vis and Thermoluminescence (TL). It is found that the modification of the ratios of solvent modifies the size of the crystal and changes the answer TL.

Palabras Clave

Termoluminiscencia; Radiación; Dosímetro; Materiales; Fluoruro de Litio.

INTRODUCCIÓN

En el año de 1663, Robert Boyle fue el primero en reportar el fenómeno de termoluminiscencia (TL) en un pedazo de diamante natural, y en 1953, Daniels desarrolló las bases físicas del fenómeno TL [1,2]. La termoluminiscencia es la propiedad de algunos materiales de convertir energía de radiación a una de diferente longitud de onda, generalmente en el espectro visible. Este fenómeno, se clasifica como un fenómeno de fosforescencia y consiste en la emisión de luz de un material semiconductor o aislante, previamente expuesto a radiación ionizante o no ionizante, y posteriormente estimulado con energía, es importante diferenciarlo de la fluorescencia, que es la emisión de luz durante o inmediatamente después de la radiación [1,3]. El fenómeno de TL ocurre cuando un material termoluminiscente es expuesto a radiación la cual hace que los electrones sean excitados, por lo que pasan de la banda de valencia a la banda de conducción y en este proceso caen en uno de los niveles proporcionados por las impurezas en el cristal y son “atrapados” hasta que se suministra energía (en general calor) para liberarlos. El calentamiento del cristal eleva los electrones atrapados de nuevo a la banda de conducción y cuando regresan a la banda de valencia se emite un fotón de luz visible. La luz total emitida es una medida del número de los electrones atrapados y por lo tanto de la radiación total absorbida [4] y se le conoce como curva de brillo. Un material termoluminiscente puede ser utilizado como detector de radiación (TLD), también llamado dosímetro, es decir, indica la cantidad de radiación que un sujeto absorbió.

Cada material TL tiene un número atómico efectivo (Z_{ef}) dependiendo de la estructura atómica del mismo, lo ideal para que un material sea utilizado como dosímetro es que el Z_{ef} sea lo más cercano al Z_{ef} del sujeto u objeto a monitorear, ya que de esa forma se puede asegurar que la radiación absorbida por el sujeto es prácticamente la misma que absorbió el TLD. En el caso específico de un

TLD utilizado en humanos se recomienda que su Z_{ef} sea cercano a 7.4 (que es el Z_{ef} del tejido equivalente o tejido biológico), para mayor precisión en las mediciones dosimétricas[1].

Un material que cuenta con las características antes mencionadas es el Fluoruro de Litio (LiF), ya que es un TLD que tiene un Z_{ef} de 8.14 lo cual es cercano al del tejido equivalente. A su vez trabajos recientes han mostrado que modificando la razón de los solventes en la fabricación de cristales de LiF cambian el tamaño de los cristales, debido a la solubilidad de la solución precursora en la síntesis [5].

El objetivo de este trabajo, fue la fabricación y caracterización de cristales de LiF por medio del método de precipitación [6] utilizando diferentes razones de solvente (agua: alcohol) con el fin de modificar el tamaño de los cristales, y caracterizar su respuesta TL. La caracterización se realizó utilizando: Fluorescencia de rayos X (PRX), Difracción de rayos X (DRX), Absorción y Termoluminiscencia TL.

MATERIALES Y MÉTODOS

Síntesis

La síntesis se realizó por medio del método de precipitación. Todo el proceso se realizó a temperatura ambiente. En la fabricación de las muestras se utilizaron como solventes: agua tridestilada (H_2O) y etanol (C_2H_5OH), con tres diferentes razones; 1:0 , 1:1 , 0:1, (dichas muestras realizadas con las razones antes descritas las llamaremos A, B y C respectivamente). Como solutos se utilizaron: Fluoruro de Amonio (NH_4F) y Cloruro de Litio (LiCl). La normalidad de la solución fue de 3.12 N. El proceso de la síntesis por precipitación se realizó con cristalería para laboratorio especializada así como vasos de precipitado especiales para laboratorio hechos de plástico para resistir el NH_4F . La síntesis consistió en

disolver los solutos en el solvente dividido 50% y 50%, (tenemos que recordar que el NH_4F se disuelve en el vaso de plástico), una vez teniendo ambas soluciones se mezclan por medio de goteo, cabe mencionar que este proceso tiene que ser lento. Formado el precipitado, la solución es filtrada para separar los cristales, una vez separado se lava 25 veces con agua tridestilada para eliminar remanetes contaminantes que pudieran estar presentes y se ponen a secar a 70°C durante 2 horas.

Caracterización

-Fluorescencia de Rayos X (PRX)

Se realizó para el análisis elemental de las muestras basándose en los rayos X característicos de cada elemento utilizando un fluoroscopio PANalytical Epsilon3^{XLE} por ~ 50min. Las muestras fueron preparadas colocando una película de papel sobre un aro especial, el cual contenía los cristales que se encontraban recubiertos por otra película de papel y otro aro especial. Las muestras se analizaron con 6 filtros diferentes y sus respectivos medios (Ag-aire, Cu300-aire, Al200-aire, Al50-aire, Ti-He, none-He).

-Difracción de Rayos X (DRX)

Se realizó con el fin conocer la fase de la estructura cristalina de nuestro material. Dicho proceso se rige por la ley de Bragg "*El ángulo de interferencia es igual al ángulo de difracción*" $n\lambda = 2d \cdot \text{sen}(\theta)$. Se utilizó un difractómetro *Brunker D2 Phaser* el cual puede medir un rango de 2θ desde 3° hasta 140° , utilizando un voltaje de 30kV y una corriente de 10mA. La muestra se preparó colocando nuestros cristales sobre una oblea de silicio (Si) de manera que los cristales estuvieran en una línea donde se encontraba el detector. Se analizó cada muestra durante 20 min. usando para el valor de 2θ un rango de 30° a 70° , y un incremento de 0.020° cada 0.5 seg.

Para realizar el estudio de los resultados, utilizamos el software *Diffracc.Commander*. Como parámetro de interpretación de base de datos, se utilizó el software complementario "*Diffracc-EVA*", donde se hacen comparaciones entre los espectros que existen en la literatura y los espectros arrojados por las muestras.

-Absorción UV-Vis

Se midió la absorción de nuestro material utilizando un espectrometro *Cary 5000 UV-Vis-NIR Spectrophotometer*. Las muestras se colocaron dentro de un contenedor especial. Se analizaron en un rango de 200 a 1100 nm.

-Termoluminiscencia (TL)

Para conocer el nivel de radiación absorbida en las muestras por medio de curvas de brillo, se utilizó un *Thermo Harshaw 3500*, bajo una atmósfera de N_2 . Como fuente de irradiación se utilizó un *Elity 70E Power portali RX-70KUP* (Rayos X). Para irradiar las muestras se realizaron 20 disparos de 1.3 s a 20 cm de distancia.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

-Fluorescencia de Rayos X (PRX)

Debido a los detectores del equipo utilizado no se detectaron los elementos de bajo peso atómico (H, He, entre otros), los detectores muestran respuesta a partir del Nitrogeno. En las figuras: 1,2 y 3 se muestran los espectros de fluorescencia de rayos X que corresponden a las muestras A, B y C respectivamente, los espectros arrojan las siguientes las energías correspondientes a cada elemento, en nuestro caso las especificaciones F (0.67 KeV) corroboran que nuestros cristales son de LiF. El caso específico del Li, el equipo detectó la señal de 0.05KeV, lo que puede corresponder a este elemento, ya que es su señal característica [7] (ver Fig 1,2 y 3). Cabe mencionar que el Cl (2.6 KeV) [7] que aparece es debido a los aros especiales para medir, que contienen una alta

concentración de Cl. Otra información importante que nos proporciona este tipo de técnica es un análisis preliminar en el que se determinó la composición porcentual de las muestras. Esta se puede observar en la tabla 1.

Tabla 1: Muestra los porcentajes preliminares de las muestras obtenidas de la PRX.

Muestra	%F	%Cl
A	97.901	2.099
B	99.999	0.001
C	99.885	0.115

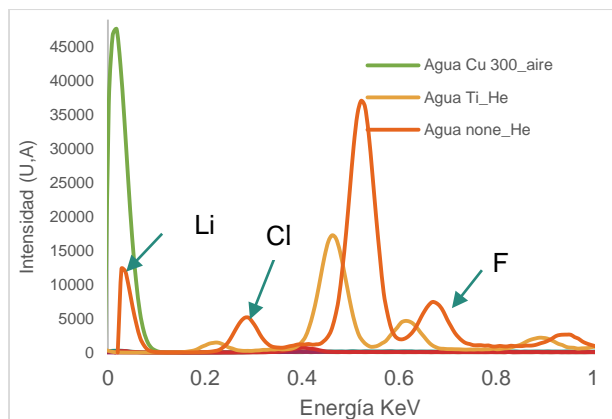


Fig 1. Espectro de PRX muestra A

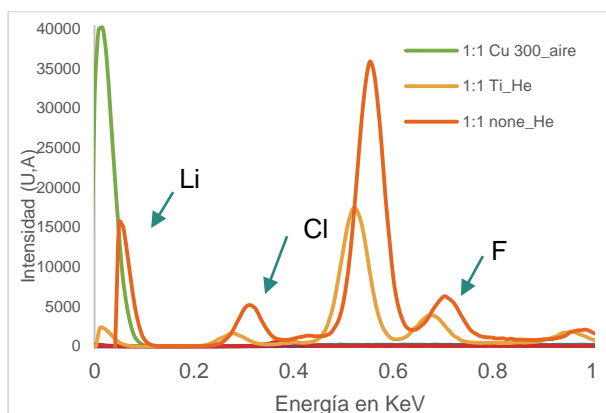


Fig 2. Espectro de PRX muestra B

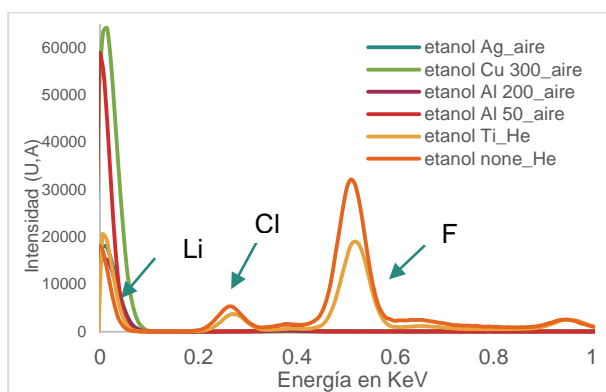


Fig 3. Espectro de PRX muestra C

-Difracción de Rayos X (DRX)

En la figura 4 se muestran los espectros de DRX, que corresponden a las muestras A, B y C respectivamente, todos los espectros muestran una fase cristalina cubica, descrita por los tres picos centrados en 38, 45 y 65°. [8]

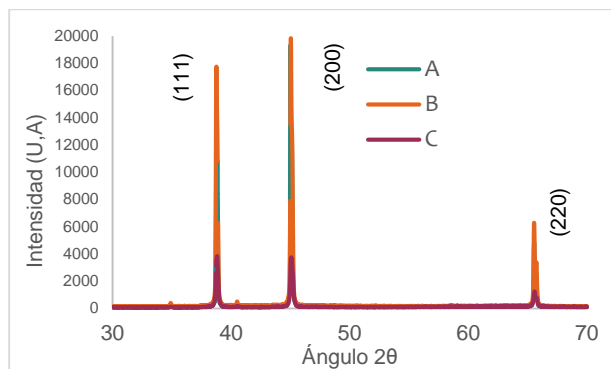


Fig. 4. Espectro de DRX muestras A, B y C.

-Absorción UV-Vis

En la figura 5 se observan los espectros de absorción de las muestras A y B, dichos espectros son característicos de LiF puro, y no presentan alguna otra absorción de algún contaminante.

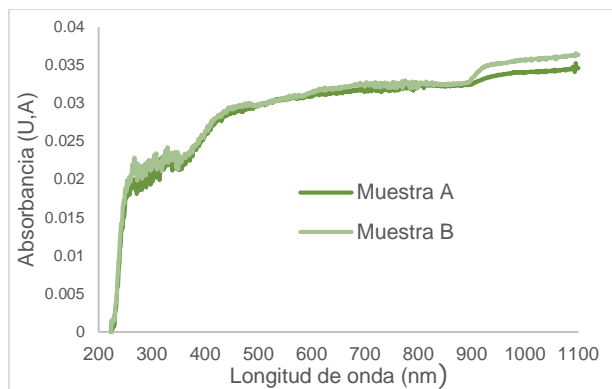


Fig. 5. Espectro de Absorción LiF .Muestras A y B

-Termoluminiscencia (TL)

En la figura 6, se observan las curvas de brillo, de las muestras A y B. Se puede ver claramente que las curvas están centradas en un rango de 100 a 200°C. La curva de brillo característica para TLD puede encontrarse entre los 180 y 250°C [1].

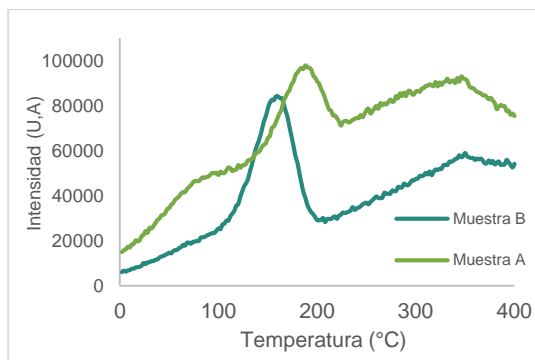


Fig. 6. Curvas de brillo LiF .Muestras A y B

CONCLUSIONES

La utilización de cristales de LiF sintetizados por el método de precipitación para la fabricación de TLD resulta ser conveniente, ya que dicho material muestra buena respuesta para absorber la radiación.

REFERENCIAS

- [1] Paap,M.C.; Ortíz,A. & Álvarez,G.(2012). Construcción de un fantoma antropomórfico para mediciones de dosis en manos en procedimientos de braquiterapia. Tesis de maestría, p. 20-27.
- [2] Gonzáles,M,P(1995).Optimización de la preparación y estudio de las propiedades termoluminiscentes del LiF:Mg,Cu,P para dosimetría de la radiación ionizante. Tesis de maestría en ciencias nucleares.
- [3] Miranda,S,F (2006).Verificación del sistema de planeamiento en tratamiento de cáncer con TLD-100. Tesis de Licenciatura.
- [4] Martín,J,E (2006) Physic for radiation protection(2nd ed.) Wheinheim:WILEY-VCH.
- [5] Najjaa,D,A; Numan,S; Sami,S H;Esam,A Synthesis and characterization of nano- and microcrystalline cubes of pure and Ag-doped LiF; 46(2013)
- [6] Azorín, J. (2013) Preparation methods of thermoluminescent materials for dosimetric applications: An overview. Applied Radiation and Isotopes; 83(2014), 187-191
- [7] Center for X-ray Optics and Advanced Light Source (2009). X-RAY DATA BOOKLET.Table1-3. 29/06/15. Recuperado de <http://xdb.lbl.gov/>
- [8] Base de datos "Difrac-Eva"