

# SÍNTESIS DE MATERIALES TERMOLUMINISCENTES

Moreno Hernández Ana Isabel (1), Dr. Vallejo Hernández Miguel Ángel (2)

1 [Bachillerato General, Escuela de Nivel Medio Superior Centro Histórico León] | Dirección de correo electrónico:  
[ana.isa.moreno@hotmail.com]

2 [Departamento de Ingeniería Física, Universidad de Guanajuato, Campus León, División de Ciencias e Ingenierías, Loma del Bosque 103, Colonia Lomas del Campestre, 37150 León, Gto., México] | Dirección de correo electrónico: [miguel.vallejo@ugto.mx]

## Resumen

Se muestra el proceso de síntesis de cristales de Fluoruro de Litio puro (LiF) por el método de precipitación, así como su activación con diferentes concentraciones de Plata ( $Ag^{3+}$ ). Se caracterizaron las muestras bajo las técnicas de Absorción en UV-Vis, Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Por último, se analizó la termoluminiscencia (TL) de las muestras.

## Abstract

Lithium Fluoride produced in single crystals by the precipitation method using different concentrations of silver in the sample for the activation process with heavy metals. Absorption UV-Vis, X-ray diffraction (XRD) and SEM have made the characterization. One of the properties of the crystals was Thermoluminescence (TL).

### Palabras Clave

Caracterización; Cristales; Difracción; Absorción;

## INTRODUCCIÓN

### Termoluminiscencia

La determinación de la cantidad de energía absorbida por un material, generalmente conocido como la dosis, ha sido de interés desde hace muchos años. En el año 1663, Robert Boyle fue el primero en reportar el fenómeno de termoluminiscencia (TL) en un pedazo de diamante natural. En 1953, Daniels desarrolló las bases físicas del fenómeno [1].

La termoluminiscencia es una propiedad de algunos materiales de convertir energía de radiación a diferente longitud de onda (emisión de luz) al ser estimulado térmicamente [1].

El fenómeno de TL ocurre cuando un dosímetro termoluminiscente (TLD) es expuesto a radiación, la exposición del TLD hace que los electrones sean excitados, los cuales pasan de la banda de valencia a la banda de conducción y en este proceso caigan en una de las trampas proporcionadas por las impurezas en el cristal y sean “atrapados”, hasta que se suministre 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 [2], a esto se le conoce como curva de brillo. Un material termoluminiscente puede ser utilizado como detector de radiación (dosímetro), es decir, indica la cantidad de radiación que un sujeto absorbió [1].

Los detalles del mecanismo por medio del cual se lleva a cabo el fenómeno de termoluminiscencia (TL) en algún mineral dado, no son del todo conocidos, en general se tiene conocimiento de esto solamente para cristales crecidos en el laboratorio con un estricto control en la adición de las impurezas. Esto se debe a que la TL es fuertemente dependiente de la mínima variación del contenido de éstas, así como del historial térmico al que son sometidos los minerales [3].

### Fluoruro de Litio

Desde 1964, cuando Cameron fue el primero en reportar el uso del LiF para la dosimetría termoluminiscente, este material se ha convertido en uno de los más extensamente usados en radiación dosimétrica para propósitos clínicos. Muchas publicaciones han mostrado la respuesta del LiF en varios campos de radiación y un extenso rango de dosis, así como también el efecto de diferentes elementos usados como activadores [4-8].

Por otro lado, las características de los cristales de LiF y el efecto de Termoluminiscencia son altamente dependientes del método de preparación. El método de precipitación es muy utilizado para producir materiales termoluminiscentes [4].

### Activación con metales pesados

El término “metales pesados” es un poco ambiguo. En general, si hablamos de metales pesados podemos mencionar algunas características:

- Densidad 3.5-7g/cm<sup>3</sup>
- Peso atómico alto >22.99
- Metales de transición comunes
- Número atómico alto >20
- Ti, Hf, As y Bi, además de Se y Te
- Aleaciones densas utilizadas para la detección de radiación
- Pb, Cd, Hg
- Tierras raras [9]

Cuando se utiliza el término activación con metales pesados, se hace referencia a contaminar la muestra con un material de distinta especie, en este caso un metal pesado, lo cual propicia o genera la emisión de radiación, principalmente visible, después de una excitación previa [10].

Los cristales de LiF se impurifican con diferentes activadores, incluyendo tierras raras como Eu, Tb y Dy, y algunos metales de transición tales como Cu y Ag [11].

## Caracterización

Una técnica espectroscópica de caracterización de materiales es la absorción (UV-visible-NIR), que permite conocer las cantidades de la intensidad de luz absorbida por el compuesto al atravesar luz de diferentes longitudes de onda (nm) y que está directamente relacionada con la concentración de la sustancia, esto es debido a que, sobre un cierto rango de longitud de onda, un compuesto químico absorbe o emite radiación electromagnética. Estos procesos de absorción conllevan diferencias de energía debido a las transiciones de los niveles energéticos en el sistema que son únicas para cada sustancia [12].

La difracción de rayos X nos proporciona información morfológica de los materiales, ya que esta técnica es capaz de dar información acerca de la estructura de la materia. Al analizar las posiciones relativas y las intensidades en diferentes puntos de este patrón, es posible deducir la estructura cristalina del material [13].

Otra técnica de identificación de materiales es el Microscopio Electrónico de Barrido, en éste se utiliza un haz de electrones para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto. Es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de sólidos [14].

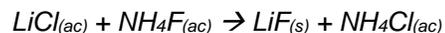
El objetivo de este trabajo fue la síntesis de cristales de LiF activados con Ag en diferentes concentraciones por medio del método de precipitación, así como la caracterización de la muestra utilizando SEM, UV-Vis-NIR y XRD. Finalmente, el análisis de su respuesta a la Termoluminiscencia (TL).

## MATERIALES Y MÉTODOS

### Síntesis del material

Para sintetizar 3 g de Fluoruro de Litio puro se utilizó el método de precipitación, que consiste en la preparación de una solución con los reactivos precursores que nos formarán nuestro sólido deseado.

Se hicieron los cálculos estequiométricos correspondientes con base en la reacción siguiente:



Todo el proceso se realizó a temperatura ambiente. Para la obtención de nuestro precipitado puro tuvieron que realizarse 25 lavadas a la muestra con agua tridestilada (H<sub>2</sub>O), después de eso, se sometió a una temperatura de 70° C por 4 horas para su secado.

Para las muestras contaminadas con Ag, el reactivo utilizado fue el Nitrato de Plata (AgNO<sub>3</sub>) para concentraciones de 0.02%mol Ag, 0.06%mol Ag y 0.1%mol Ag. Se realizaron los cálculos necesarios. Las técnicas de lavado y secado fueron idénticas y en las mismas condiciones.

## Caracterización

### Absorción UV-visible-NIR

La absorción de nuestros cristales de LiF se midió utilizando un espectrómetro Cary 5000 UV-Vis-NIR Spectrophotometer. Se analizó la muestra en un rango de 200 a 800 nm.

### Difracción de Rayos X (XRD)

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 los 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 10° a 80°.

### Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Las muestras fueron analizadas con un Microscopio Electrónico de Barrido Zeiss, EVOHD15LS (Alemania).

### Termoluminiscencia

Después de obtener los polvos en la síntesis del material, se hicieron pastillas para ser irradiadas y medir su respuesta termoluminiscente.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 1 muestra los espectros de absorción de cada una de las muestras, se puede observar la diferencia entre LiF puro y el LiF activado con  $Ag^{3+}$ , ya que las muestras activadas con  $Ag^{3+}$  presentan una banda de absorción en un intervalo de 200 a 400 nm, dicha banda de absorción corresponde a la  $Ag^{3+}$ , esta banda también es conocida como fenómeno del Plasmon [11].

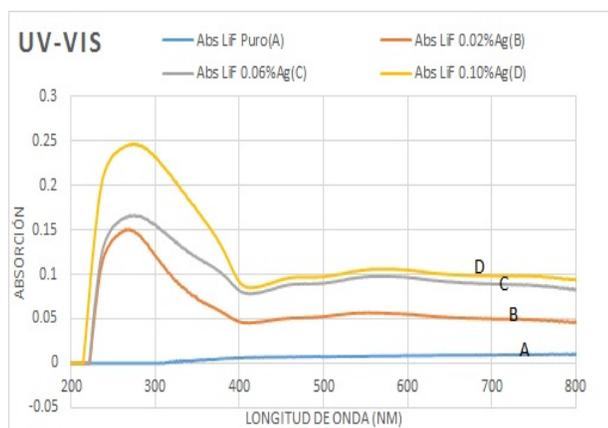


FIGURA 1: Absorción en las muestras LiF puro (A), LiF 0.02%molAg (B), LiF 0.06%molAg (C) y LiF 0.1%molAg (D).

La figura 2 representa los espectros de difracción de rayos X (XRD) de las muestras de LiF puro, LiF 0.02%mol Ag, LiF 0.06%molAg y LiF 0.10%mol Ag. Todas las muestras presentan una fase cristalina cúbica descrita por los tres picos representativos en los ángulos de  $38.7^\circ$ ,  $45^\circ$  y  $65.7^\circ$ . Asimismo, estos picos coinciden con los picos de Fluoruro de Litio ya difractado con rayos X.

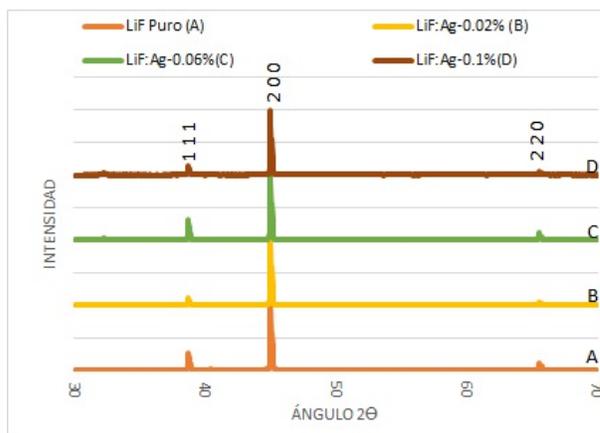


FIGURA 2: Difracción de Rayos X para cada una de las muestras LiF puro (A), LiF 0.02%molAg (B), LiF 0.06%molAg (C) y LiF 0.1%molAg (D).

La figura 3 muestra una imagen de LiF puro la cual fue obtenida por medio de un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) donde podemos observar que nuestro polvo obtenido en el precipitado está formado por cristales pequeños con un tamaño promedio de  $5\mu m$  por lado. Por otro lado, la figura 4 muestra cristales de LiF activados con  $Ag^{3+}$ .

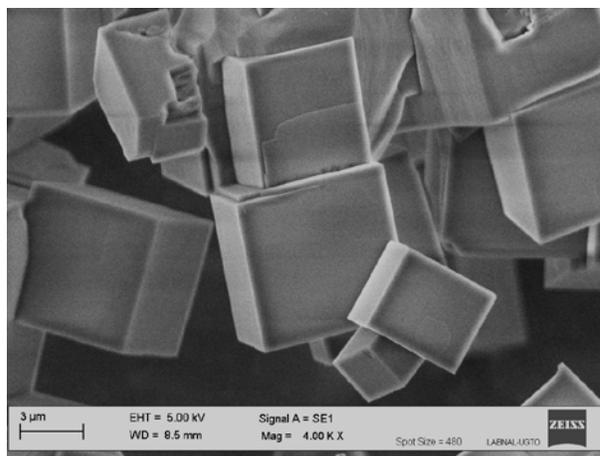


FIGURA 3: Cristales de LiF puro con Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).

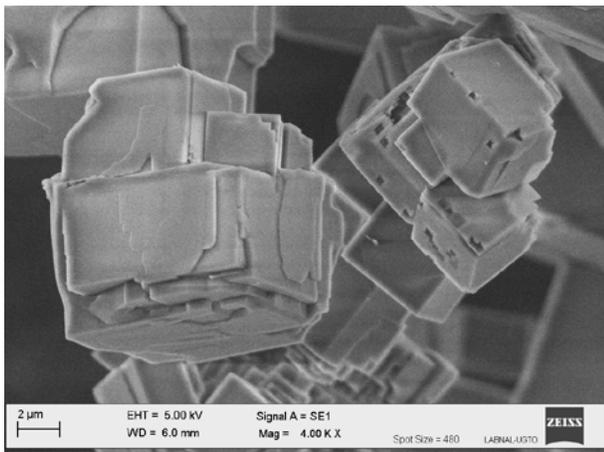


FIGURA 4: Cristales de LiF 0.10%molAg con Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).

La figura 5 muestra la respuesta termoluminiscente de LiF activado con Plata.

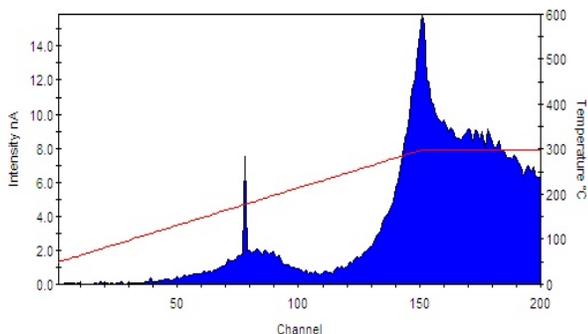


FIGURA 5: Curvas de brillo de las pastillas de LiF 0.10%molAg

## CONCLUSIONES

El Fluoruro de Litio es el material termoluminiscente por excelencia, pero hoy en día tenemos el reto de encontrar materiales termoluminiscente nuevos y mejores, por lo tanto, después de la realización de la síntesis y caracterización de LiF:Ag<sup>3+</sup> observamos que tiene una mejor respuesta (TL) en comparación con la muestra pura, esto hace que LiF:Ag<sup>3+</sup> sea una excelente opción para ser utilizado como TLD.

## REFERENCIAS

- [1] Cinthia M. Papp, Arnulfo Ortiz & Guillermo Álvarez. (2012). Construcción de un fantoma antropomórfico para mediciones de dosis en manos en procedimientos de braquiterapia. Fundación Escuela de Medicina Nuclear, Instituto Balseiro, Universidad de Cuyo, 21-22, 25.
- [2] N. Salah, N. D. Alharbi, S. S. Habib and Lochab, Nucl. Meas. Meth. Phys. Res. B358, 201 (2015).
- [3] Martínez, P. R. (1999). *TESIUAMI*. Recuperado el 19 de Junio de 2016, de Fechamiento geológico y arqueológico por termoluminiscencia: <http://148.206.53.84/tesiuami/UAMI10748.pdf>
- [4] S. Shoushan, Radiat. Prot. Dosimetry 25, 133 (1988).
- [5] P. Bilski, M. Budzanowski and P. Olko, Radiat. Prot. Dosimetry 65, 195 (1996).
- [6] Horowitz and Y. S. Horowitz, Radiat. Prot. Dosimetry 33, 267 (1990).
- [7] J. I. Lee, J. L. Kim, A. S. Pradhan, B. H. Kim, K. S. Chung and H. S. Choe, Radiat. Meas. 43, 303 (2008).
- [8] Y. M. Nam, J. L. Kim and S. Y. Chang, Radiat. Prot. Dosimetry 84, 321 (1999).
- [9] Hodson, M. E. (10 de Noviembre de 2003). Heavy metals-geochemical bogey men? *ELSEVIER*, 341-343.
- [10] Lee, J. I., Kim, J. L., Pradhan, A. S., Kim, B. H., Chung, K. S., & Choe, H. S. (2008). Role of dopants in LiF TLD materials. *Radiation Measurements*, 43(2), 303-308.
- Apellidos, A. A. (Año). Título. Ciudad: Editorial. Ejemplo: Cardenosa, G., (2004). *Breast Imaging* (1st ed.) Philadelphia, PA: Lippincott Williams & Wilkins. (Estilo "Referencias", arial narrow 9 pts. justificado ambos lados, Color: gris oscuro)
- [11] Miguel A. Vallejo, M. A.-T. (2 de Febrero de 2016). Effect of Crystal Size and Ag Concentration on the Thermoluminescent Response of Pure and Ag-Doped LiF Cubes. *World Scientific*, 11, 9. Recuperado el 6 de Julio de 2016, de 10.1142/S1793292016500417
- [12] Filip M. Sanda, Macocian E. Victor, Toderas A. Monica, & Caraban Alina. (2012). Base theory for UV-Vis spectrophotometric measurements, HURO 1001/121/2.2.2. Recuperado de <http://www.huro-cbc.eu/>
- [13] Raymond A. Serway & John W. Jewett Jr. (2009). *Física para Ciencias e Ingenierías con Física Moderna Vol. 2* (7a ed). México, D.F.: Cengage Learning
- [14] Pineda A. Nayely. (2016). *Microscopía Electrónica de Barrido*. 17/06/16, de Centro De Investigación De Materiales Avanzados. Sitio web: <http://mty.cimav.edu.mx/sem/>