

SÍNTESIS DE CRISTALES DE LiF ACTIVADOS CON METALES

Valle García, Luis Salvador (1), Vallejo Hernández, Miguel Ángel (2)

1 [Licenciatura en Ingeniería Física, División de Ciencias e Ingenierías, Universidad de Guanajuato] | Dirección de correo electrónico: [vallegl2016@licifug.ugto.mx]

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

Resumen

En la actualidad es importante el uso de dosímetros termoluminiscentes debido a sus aplicaciones en medicina nuclear o en diferentes áreas donde el uso de la radiación es necesario. En este trabajo se sintetizaron cristales de fluoruro de litio (LiF) activados con cobre a diferentes concentraciones (0.00, 0.02, 0.04, 0.06 y 0.08 % mol) por el método de precipitación. Estos cristales fueron caracterizados por microscopía electrónica de barrido, en donde se analizó el tamaño del cristal. Con el análisis de absorbancia, se pudo observar el pico centrado en 250 nm que corresponde al cobre y otro centrado alrededor de 439 nm el cual pertenece al LiF. El estudio termoluminiscente exhibe un pico con rango entre los 100°C y 200°C.

Abstract

Nowadays is relevant the use of thermoluminescent dosimeter because its applications, for example in nuclear medicine or in different areas where the use of radiation is necessary. In this work lithium fluoride crystals (LiF) was synthesized and doped with copper at different concentrations (0.00, 0.02, 0.04, 0.06 and 0.08% mol) by precipitation method. These crystals were characterized by Scanning Electronic Microscopy (SEM) where analyzed the size of the crystals. With the analysis of absorbance, we could see the peak in 250 nm, that belong to copper and another centered in 439 nm whose belong to LiF. Thermoluminescence study exhibited a peak with a range between 100°C and 200°C.

Palabras Clave

Termoluminiscencia; Nanopartículas; Dosimetría

INTRODUCCIÓN

En los recientes años el estudio de materiales termoluminiscentes ha sido de gran relevancia en el área de dosimetría, estudios recientes muestran que el fluoruro de litio (LiF) es un excelente material termoluminiscente para ser usado como dosímetro [1], así mismo se ha observado que al introducir nanopartículas metálicas a la matriz de LiF se mejora la respuesta termoluminiscente de éste [2]. Lo que se hizo en este trabajo fue agregar nanopartículas de cobre (Cu) a la matriz del LiF para analizar su respuesta termoluminiscente y su absorbancia, como se tiene reportado en otros trabajos, el Cu-II presenta un pico de absorbancia centrado en 224 nm y el Cu-I presenta un pico centrado en 324 nm [3].

La termoluminiscencia es el fenómeno que se presenta en algunos materiales en los cuales, al ser expuestos a algún tipo de radiación y posteriormente al ser calentados emiten luz en el espectro visible. Esta luz es proporcional a la cantidad de radiación absorbida por el material, la cual se almacena en trampas dentro de la matriz cristalina y se describe en la siguiente ecuación:

$$I = -c \frac{dn}{dt}$$

Donde I es la intensidad termoluminiscente, c es una constante y dn/dt es el cambio en el número de trampas con respecto al tiempo [4].

Además de la termoluminiscencia en un material dosimétrico, la absorbancia es de suma importancia, ésta indica la cantidad de la radiación absorbida por una muestra y está definida como:

$$A = -\log\left(\frac{I_t}{I_0}\right) = \epsilon cl$$

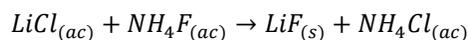
Dónde I_t es la cantidad de luz que pasa por la muestra e I_0 es la cantidad de luz que incide en la muestra; a su vez la absorbancia relaciona la concentración de la muestra cómo podemos apreciar, aquí ϵ se conoce como coeficiente de extinción molar, el cual es característico de cada sustancia, c es la concentración de la muestra y l es la distancia o el camino que recorre la luz incidente sobre la muestra [5].

El objetivo en este trabajo fue corroborar lo ya reportado en literatura acerca de la absorbancia del LiF y determinar el efecto de activar con cobre la matriz del cristal, tanto en su respuesta termoluminiscente como en su espectro de absorbancia; así mismo confirmar que, mediante el proceso de síntesis, resultan cristales cúbicos de LiF y obtener su tamaño mediante la microscopía electrónica de barrido (Scanning Electronic Microscopy, SEM).

MATERIALES Y MÉTODOS

Síntesis

Se hicieron los cálculos estequiométricos necesarios para obtener 5g de LiF, dada la siguiente reacción:



Se empleó el método de precipitación [1,2] para obtener el LiF, se colocaron 25 ml de fluoruro de amonio (NH_4F) en solución acuosa en un vaso de precipitado de plástico y en una bureta se colocaron 25 ml de cloruro de litio (LiCl), se dejó gotear constantemente la solución de LiCl sobre el precipitado con NH_4F mientras éste se agitaba para formar el precipitado. Una vez que se obtuvo el precipitado, se enjuagó con agua tridestilada 25 veces para eliminar el cloruro de amonio (NH_4Cl) remanente.

Para las muestras dopadas con cobre se siguió el mismo procedimiento de síntesis con la excepción de que a la solución de LiCl se le agregó cloruro cúprico (CuCl_2) en diferentes concentraciones, las cuales se muestran en la Tabla 1.

Después de obtener el precipitado se prosiguió a caracterizar el material

Tabla 1: Muestras de LiF

Muestra	% mol Cu
A	0.00
B	0.02
C	0.04
D	0.06
E	0.08

Caracterización

Absorbancia UV-Vis-NIR

Se midió la absorción del material en un espectrómetro *Cary 5000 UV-Vis-NIR* (Agilent technology, Santa Clara, CA, E. U.), el LiF se colocó en un compartimiento especial que es parte del espectrómetro y se analizó en un rango de 200 nm a 800 nm.

Termoluminiscencia

Para el análisis de termoluminiscencia se hicieron pastillas de 0.05 g a una presión de 2 toneladas durante 15 minutos, cada pastilla se sometió a un tratamiento térmico de 400°C en una *Mufla Terlab* (México) por dos horas y 100°C por una hora antes de ser irradiadas con un equipo *Elity 70E Power Portail RX-70KUP* (Rayos X, S. A. S., E. U.) con el cual se aplicaron 50 disparos a una distancia de 20 cm, luego pasaron a ser leídas en un equipo *Thermo Harshaw 3500* (Reino Unido) en una atmósfera inerte de nitrógeno desde una temperatura de precalentamiento de 50°C hasta una temperatura máxima de 300°C con un aumento de 10°C/s .

SEM

El análisis en SEM se hizo para obtener información acerca de la morfología de los cristales, este se llevó a cabo en el departamento de Química de la Universidad de Guanajuato en el *microscopio electrónico de barrido Zeiss EVOHD15LS* (Alemania).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados que se obtuvieron son los siguientes, las muestras se presentan en el mismo orden que en la Tabla 1. En la imagen 1 vemos los espectros de absorción del LiF activado con cobre, podemos apreciar que en las muestras C a E solo es visible el pico característico del cobre (en 250 nm) mientras que en las muestras A y B se puede observar el pico de absorción del LiF (entre 430 nm y 439 nm) y una pequeña banda de absorción centrada en 267 nm.

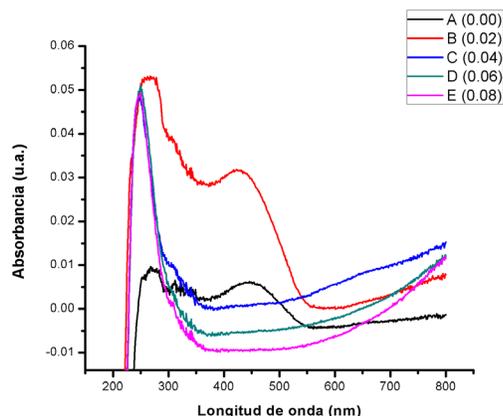


IMAGEN 1: Espectros de absorción del LiF activado con cobre

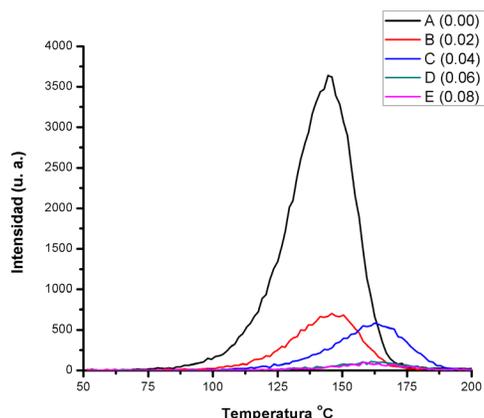


IMAGEN 2: Respuesta termoluminiscente del LiF activado con cobre

En la imagen 2 observamos las curvas de brillo de las muestras A-E en donde vemos que la respuesta termoluminiscente decae conforme se aumenta la cantidad de dopante y además que los picos presentan un corrimiento en la temperatura, a pesar de esto, todos se encuentran entre 100°C y 200°C.

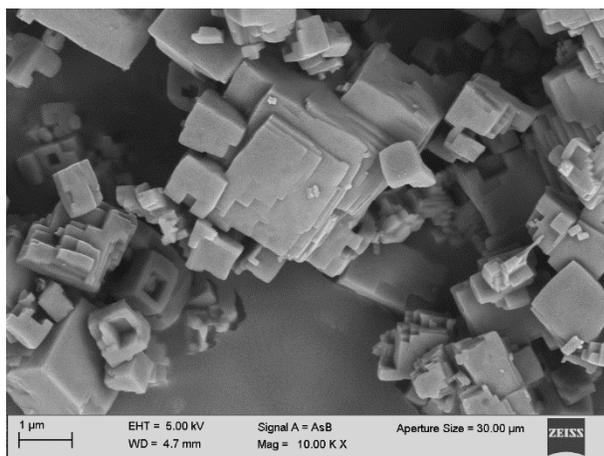


IMAGEN 3: Imágenes SEM de cristales LiF activados con cobre (muestra A)

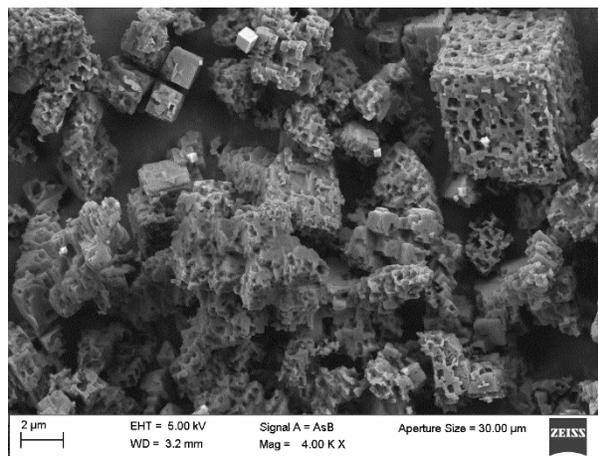


IMAGEN 4: Imágenes SEM de cristales LiF activados con cobre (muestra E)

En las imágenes 3 y 4 podemos apreciar el tamaño de los cristales en las muestras A y E (sin dopante y con la mayor cantidad de dopante), los cuales están en orden de micrómetros, también se pueden ver las partículas de cobre inmersas en las matrices de los cristales las cuales se aprecian en la imagen 4 como cubos más claros sobre los cristales de LiF.

CONCLUSIONES

Se obtuvieron los espectros de absorción del LiF y se observó que las muestras activadas con cobre absorben alrededor de los 250 nm, lo cual corresponde a la radiación UV. Al irradiar con rayos X no se obtuvo la respuesta

que se esperaba de las muestras dopadas, esto puede ser debido a que, como ya mencionamos, el cobre absorbe en UV y su emisión no es en el espectro visible. Además, el método de síntesis da como resultado cristales con estructuras cúbicas de orden micrométrico, como era de esperarse. A la hora de obtener el precipitado se presentan complicaciones en el lavado lo cual llega a hacer que se tengan pérdidas de material o que éste se llegue a contaminar.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece al departamento de química de la Universidad de Guanajuato, al Dr. Ricardo Navarro y a la Dra. Paulina por su ayuda con el análisis SEM. Al Dr. Pablo Cerón por ayudarme con el análisis termoluminiscente y la interpretación de datos. A la Mtra. Angélica Hernández, por su ayuda con el equipo Cary 5000. A la Ing. Física Janet Elías por su apoyo y asesoramiento durante todo el verano. A mis compañeros en verano y a mis amigos por hacer de esta experiencia aún más placentera, a mi familia por apoyarme durante este tiempo.

REFERENCIAS

- [1] Vallejo, M. A., Rivera, E., Azorín, J. C., Bernal, J., Camacho, C., Navarro, R., Encarnación, E. K., Díaz-Torres, L. A. & Sosa, M. A. (2017). Effect of Synthesis Temperature on Morphological and Luminescent Properties of Lithium Fluoride Crystals. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 17(20), 1-5.
- [2] Vallejo, M. A., Sosa, M. A., Rivera, E., Azorín, J. C., Bernal, J., Navarro, R., Encarnación, E. K. & Díaz-Torres, L. (2016) Effect of Crystal Size and Ag Concentrations on the Thermoluminescent Response of Pure and Ag-Doped LiF Cubes. *World Scientific Publishing Company* 17(4), 1-9, 10.1142/S1793291016500417.
- [3] Phillips, H. A., Denton, M. B., Rozsa, K. & Apai, P. (1990) Absorption and emission of copper radiation in a low and a high voltage internal anode hollow cathode discharge. *Spectrochimica acta* 45B (7), 621-631.
- [4] Furetta, C. & Weng, P. S. (1998). *Operational Thermoluminescence Dosimetry*, World Scientific Publishing, USA.
- [5] Plummer, D. T., Barrera, L. A. & Corredor, C. (1981). *Colorimetría y Espectrofotometría*. En Plummer, D. T., Barrera, L. A. & Corredor, C. (Ed.), *Bioquímica Práctica* (pp 94-97), Bogotá: McGraw-Hill Latinoamérica.