

# CRISTALES DE FLUORURO DE LITIO PURO

María Fernanda Badillo Ranero(1), Dr. Miguel Ángel Vallejo Hernández(2)

1 Ingeniería Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato | Dirección de correo electrónico: mf.badilloranero@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

El LiF ha sido uno de los materiales más investigados para su uso como dosímetro termoluminiscente. En este trabajo se ha utilizado el método de la precipitación para sintetizar los cristales puros y el efecto sobre la variación del cociente del agua:etanol como solvente. La microscopía electrónica de barrido (SEM) muestra la reducción del tamaño de los cristales. El estudio de la termoluminiscencia (TL) demuestra un pico intenso entre 180 y 200°C. Los resultados de la caracterización demuestran la relación del solvente y la eficacia de la reacción. Con el análisis de la absorbancia tenemos nuestro pico característico del LiF en un rango entre 225 y 300 nanómetros.

## Abstract

LiF has been one of the most investigated materials to use as thermoluminescent dosimeter. This work has used the precipitation method to synthesize pure LiF crystals and the effect over the variation of the ratio of water:ethanol as a solvent. The Scanning electron microscopy (SEM) show the reduction of the crystals size. The Thermoluminescence (TL) study demonstrated an intense peak between 180 and 200°C. The characterization results prove the relation of the solvent and the efficiency of the reaction. For the absorbance results we have the peaks of LiF between 225 and 330 nanometers.

### Palabras Clave

LiF cubica; Dosímetro; Cristales; Termoluminiscencia.

## INTRODUCCIÓN

La radiación es la emisión es la propagación de la energía en el vacío o a través de una atmósfera, en forma de ondas electromagnéticas o partículas. La radiación se divide en dos vertientes ionizante y no ionizante. Estos tipos de radiaciones pueden provenir de sustancias radiactivas o de fuentes artificiales. La radiación ionizante es aquella que contiene la energía suficiente para poder ionizar la materia [1].

En términos generales, un dosímetro se define como un dispositivo que permite estimar la dosis de radiación que se recibe durante un cierto intervalo de tiempo. En este trabajo, se sintetizaron dosímetros termoluminiscentes, los cuales se basan en el fenómeno producido por la radiación ionizante inducida sobre los electrones libres de un determinado mineral, los que pueden quedar atrapados en los defectos de la estructura cristalina [2].

Entre las diferentes técnicas dosimétricas, la dosimetría termoluminiscente es una de las más utilizadas en el mundo al ser un método eficaz y versátil para la detección de radiación.

La termoluminiscencia (TL) es un caso de luminiscencia en el cual un material, previamente irradiado, emite luz al ser calentado. Esta emisión no incluye la radiación del cuerpo negro. En este proceso se puede observar en algunos materiales que poseen defectos en su estructura cristalina. La siguiente ecuación describe la intensidad de la luz emitida ( $I$ ) siendo proporcional al número de trampas que se están desocupando al calentar el material. En la cual, se utiliza la derivada del número de trampas ( $n$ ) con respecto a el tiempo ( $t$ ) [3].

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

La absorbancia se basa en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez en la cantidad de luz absorbida la cual depende de forma lineal de la concentración, esto es lo que nos permite determinar la concentración. Frecuentemente la intensidad de un haz de luz incidente declina significativamente a medida que pasa a través del medio absorbente. Cuando esta relación se expresa como Ley de BOUGUERLAMBERT-BEER. La siguiente ecuación no permite calcular la absorbancia ( $A$ ) del material que comprende el logaritmo de la razón de la luz inicial emitida ( $P_0$ ) sobre la luz absorbida por el material ( $P$ ) [4].

$$A = \log \frac{P_0}{P}$$

El microscopio electrónico de barrido, denominado SEM por sus siglas en ingles “Scanning Electron Microscopy”, es uno de los instrumentos diseñado para estudiar la superficie de los sólidos a una alta resolución y a alta amplificación.

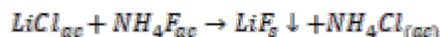
La manera en la que este microscopio puede obtener imágenes de tan altas resoluciones es por el haz de electrones de alta energía el cual es enfocado a la muestra. El microscopio hace un barrido que analiza la muestra de un punto a otro. Al interactuar los electrones incidentes con los átomos de la muestra, se libera un haz de electrones en cada uno de los puntos de la superficie. Para facilitar la acumulación de electrones en la muestra, se añade una capa metálica de oro para lograr que la muestra conduzca. Los electrones emitidos son captados por un detector que luego da lugar a una señal eléctrica [5].

El fluoruro de litio es uno de los materiales termoluminiscentes más estudiado. En trabajos anteriores se ha visto que el fluoruro de litio es un material termoluminiscente. Este compuesto cristaliza en una red cúbica centrada en las caras. Es poco soluble en el agua lo que hace posible que se pueda realizar síntesis por el método de precipitación [6,7].

Lo que se pretende en este trabajo es ver la relación que existe entre del tamaño de los cristales y la influencia del cosolvente etanol:agua. Se espera que a medida que al aumentar la razón de etanol con respecto a la del agua, el tamaño de partícula se espera que disminuya.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Por medio de la siguiente reacción se realizaron los cálculos estequiométricos correspondientes con una base de cinco gramos para así obtener las cantidades correspondientes de la materia prima necesaria para llevar a cabo la reacción.



El método que se utilizó en este estudio fue la síntesis por precipitación. Los métodos de precipitación de materiales termoluminiscentes más utilizados son el de precipitación, evaporación, el método Czochralski, zona flotante, deposición química de vapor, rocío pirolítico y sol-gel [8].

Para comenzar, se realizó una disolución de cloruro de amonio con una disolución de dos cosolventes agua y etanol a distintas concentraciones. Esta solución fue vertida por un goteo constante a otra solución de fluoruro de amonio y así formar el precipitado. Se realizaron veinticinco lavados del producto obtenido y se dejó secar el precipitado para así obtener un polvo.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Absorbancia

Se midió la absorbancia de nuestro material utilizando un espectrómetro Cary 5000 UV-Vis-NIR Spectrophotometer.

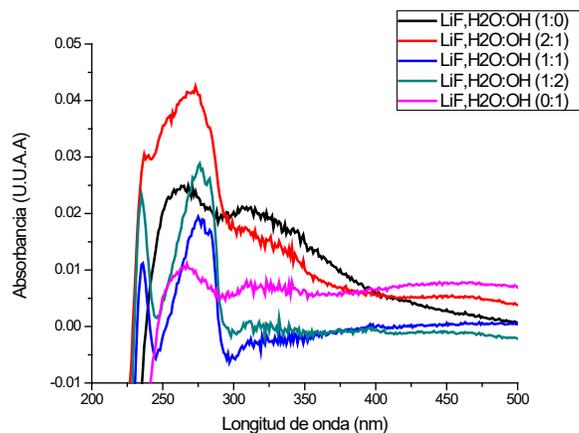


IMAGEN 1.- Espectro de absorción de las cinco diferentes síntesis con las distintas razones del cosolvente etanol:agua.

Como podemos observar en el espectro anterior, tenemos nuestro pico característico del LiF en un rango entre 225 y 300 nanómetros.

### TLD

La preparación de las muestras para poder realizar las pruebas de termoluminiscencia para dosímetros. El cual consiste en realizar las pastillas de cada síntesis por medio de una prensa a dos toneladas. Cada pastilla debía contener la misma cantidad de masa o muy parecidas para así poder tener un análisis más confiable.

Se realizaron diferentes tratamientos térmicos para así poder obtener una mejor respuesta termoluminiscente a tres diferentes temperaturas (400,500 y 600), se realizó en un Horno (Mufla) Termolab (México).

Después se irradiaron las muestras utilizando una Fuente de Rayos X, Elity 70E Power Portatil- RX-70KUP (C.I. Dental XRay S.A.S., USA). Para irradiar las muestras se realizaron 50 disparos de 1.3s a 15 cm de distancia. Para conocer los niveles de radiación absorbida en las muestras por medio de curvas de brillo, se utilizó un Lector de Dosimetría Termoluminiscente Harshaw 3500 (Reino Unido), bajo una atmósfera de N<sub>2</sub>. El equipo se precalienta a una temperatura de 50°C, con una velocidad de 10°C/s con un máximo de temperatura de 300°C la cual fue utilizada para la adquisición de la curva de brillo.

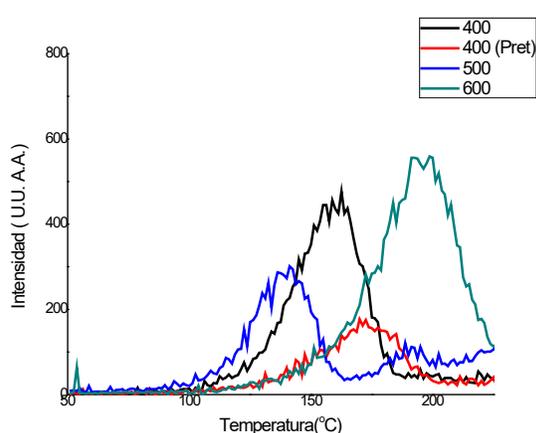


IMAGEN 2.- Curva de brillo para la muestra LiF:H<sub>2</sub>O:OH (1:0).

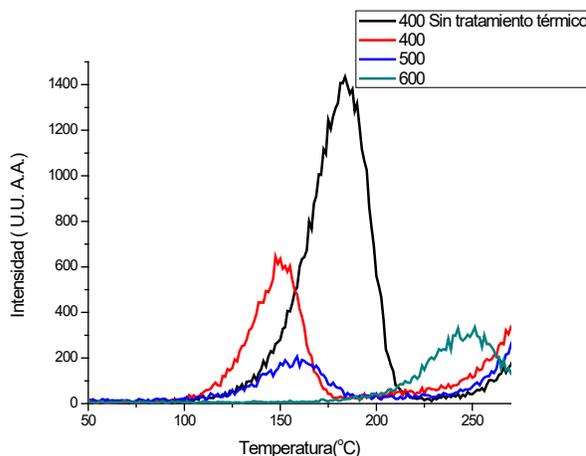
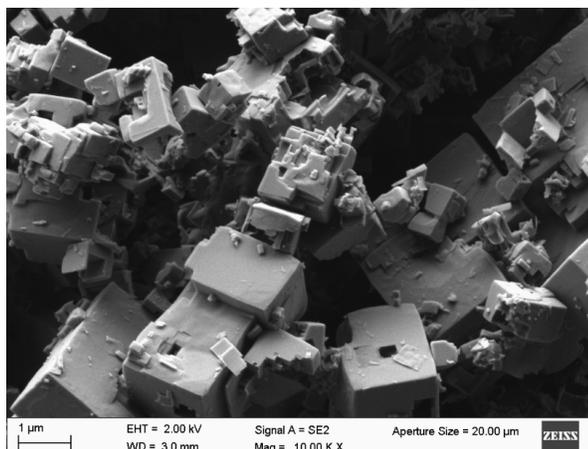


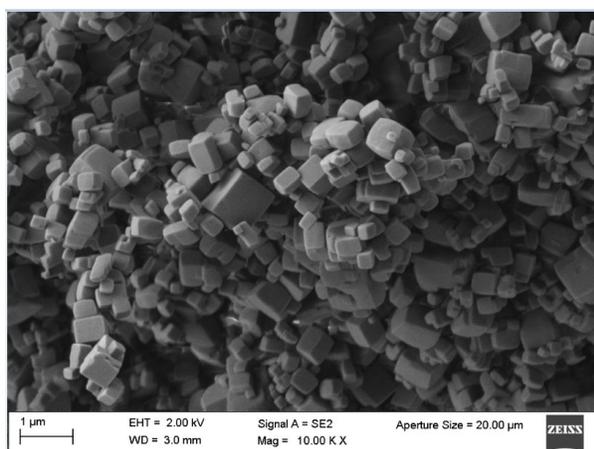
IMAGEN 3.- Curva de brillo para la muestra LiF:H<sub>2</sub>O:OH (0:1).

En las imágenes anteriores, podemos observar la curva de brillo de nuestro material. Como se muestra en la Imagen 2 vemos como la intensidad más alta fue la que tiene un tratamiento térmico a 600°C, con un pico en 200°C. En la Imagen 3 podemos ver que para la síntesis con la mayor proporción de alcohol la que tiene mejor respuesta es la que no tiene tratamiento térmico el cual tiene un pico en 180°C.

### SEM



**IMAGEN 4.- Imagen de SEM de la muestra de LiF:H<sub>2</sub>O:OH (1:0).**



**IMAGEN 5.- Imagen de SEM de la muestra de LiF:H<sub>2</sub>O:OH (0:1).**

Las Imágenes 4 y 5 fueron tomadas utilizando un microscopio electrónico Zeiss, EVOHD15LS (Alemania). En las Imágenes 4 y 5 se corrobora que nuestra hipótesis sobre la presencia de más alcohol si reduce el tamaño considerablemente. Para la Imagen 4, la cual representa la síntesis únicamente con agua como solvente, el tamaño promedio de los policristales es de 350 nm; por otro lado, la Imagen 5, que representa la síntesis en su totalidad de alcohol como solvente, el tamaño de los policristales es de 180 nm en promedio.

Las mediciones que se realizaron sobre el tamaño de los policristales fueron tomando un círculo de radio de cinco centímetros en el centro de las imágenes de SEM.

## CONCLUSIONES

El tamaño del cristal si disminuye con respecto a el aumento de la razón entre los cosolventes agua:etanol. Como podemos observar en las imágenes de SEM, se ve un drástico cambio en el tamaño, además se alcanza a apreciar una morfología más limpia y estructurada en la muestra con más alcohol.

## AGRADECIMIENTOS

Se agradece a la Universidad de Guanajuato: así como también a el laboratorio nacional de microscopia electrónica tanto a su encargado el Dr. Ricardo Navarro como al técnico la Dra. Paulina por su ayuda con la toma de imágenes de las muestras. Al igual que a el laboratorio de termoluminiscencia, así como al encargado el Dr. Pablo Víctor Cerón. Así como a la técnica encargada del laboratorio de física medica la M.C Angelica Hernández.

Y un agradecimiento muy especial a la Ing. Janet Alejandra Elías por estar al pie del cañón en cada paso, así como a mi asesor el Dr. Miguel Ángel Vallejo Hernández por su apoyo.

## REFERENCIAS

- [1] May, C.E., Partridge, J.A., 1964. TL kinetics of alpha-irradiated alkali halides. *J. Chem. Soc.* 40, 1401–1409.
- [2] Ayyapan, P., Gopalakrishnan, A.K., Rao, S.M., Nambi, K.S., 1981. Development of lithium fluoride (Mg, Dy) phosphor for thermoluminescent dosimetry. *Indian J. Pure Appl. Phys.* 19, 323.
- [3] Volanti DP; Rosa LV; Paris EC; Paskocimas CA; Pizani PS; Varela JA; Longo E. (2009). The role of the Eu<sup>3+</sup> ions in structure and photoluminescence properties of SrBi<sub>2</sub>Nb<sub>2</sub>O<sub>9</sub> powders. *Optical Materials* 31: 995-999.
- [4] Kristianpoller N; Shmilevich A; Weiss D; Chen R; Khaidukov N. (2001). Study of optical and dosimetric properties of doped fluoride crystals. *Optical Materials* 16: 105–110.
- [5] Azorin, J. C. (2007). Desarrollo y caracterización del TiO<sub>2</sub>:Mn para ser empleado como dosímetro TL en aplicaciones médicas de radiaciones ionizantes. (Tesis doctoral). Ciudad de México: Instituto Politécnico Nacional.
- [6] Azorin, J., Gutierrez, A., Niewiadomski, T., & González, P. (1990). Dosimetric characteristics of LiF: Mg, Cu, P TL phosphor prepared at ININ, México. *Radiation Protection Dosimetry*, 33(1-4), 283-286.
- [7] N.D. Alharbi, N. S. (2013). Synthesis and carcterization of nano- and microcrystalline cubes of pure and Ag.doped LiF. *Journal of Physics D: Applied Physics* (46), 035305.
- [8] Azorin, J. (2014). Preparation methods of thermoluminescent materials for domestic applications: and overview. *Applied Radiation and Isotopes* (83), 187-191.