

Cristales de Fluoruro de Litio Puro

Velázquez Reyes Juan José (1), Dr. Vallejo Hernández Miguel Ángel (2)

¹ [Licenciatura en Ingeniería Física, Universidad de Guanajuato] | Dirección de correo electrónico:
[velazquezrj2012@licifug.ugto.mx]

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

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; Rayos X; Radiación;

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 una propiedad de los materiales que consiste en la conversión de energía de radiación a una energía de diferente longitud de onda (emisión de luz) al ser estimulado térmicamente [1,3]. El fenómeno de TL ocurre cuando un detector termoluminiscente (TLD) es expuesto a radiación la cual 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 uno de los niveles proporcionados por las impurezas en el cristal y sean “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 (dosímetro), es decir, indica la cantidad de radiación que un sujeto absorbió.

Diferentes técnicas como la descrita anteriormente (TL), son utilizadas para caracterizar materiales. Otras técnicas como difracción de rayos X nos proporcionan información morfológica de los materiales, ya que esta técnica es capaz de dar información acerca de la estructuras de la materia, esto debido a que los rayos X difractados por la estructura cristalina del sólido, son muy intensos en las direcciones correspondientes a interferencia constructiva y estos pueden ser detectados sobre una película fotográfica formando lo que se conoce como un patrón de Laue. Al analizar las posiciones relativas y las intensidades en diferentes puntos de este patrón, es posible deducir la estructura cristalina del material [5].

Otro método de caracterización es la fluorescencia de rayos X, la cual consiste en la interacción de un fotón altamente energético con la materia. Los átomos de la materia absorben la energía de este fotón, los electrones más cercanos al núcleo son expulsados en este proceso y es aquí cuando el

sistema queda en un estado inestable y para regresar a su estado fundamental los electrones de las capas exteriores llenan las vacantes de los electrones expulsados emitiendo así un fotón cuya longitud de onda específica es única para cada elemento mientras su intensidad es proporcional a la concentración del mismo elemento [6].

Otra técnica espectroscopia de caracterización de materiales es la absorción (UV-visible), la permite conocer las cantidades de la intensidad de luz absorbida por el compuesto al atravesar luz de diferente energía 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, transmite 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 [7].

Cada material TL tiene un número atómico efectivo (Z_{eff}) dependiendo de la estructura atómica del mismo. En el caso específico de un TLD utilizado en humanos se recomienda que el Z_{eff} sea cercano a 7.4 (Z_{eff} del tejido equivalente o tejido biológico).

Un material que cuenta con las características antes mencionadas es el Fluoruro de Litio (LiF), es un TLD y tiene un Z_{eff} 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 [9].

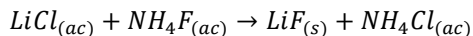
El objetivo de este trabajo, fue la fabricación y caracterización de cristales de LiF por medio del método de precipitación [10] utilizando diferentes razones de solvente (agua: alcohol) con el fin de modificar el tamaño de los cristales, y caracterizar su respuesta TL mediante las técnicas descritas anteriormente.

MATERIALES Y MÉTODOS

Síntesis del material

Para sintetizar 5g de fluoruro de litio sólido (por el método de precipitación) se hicieron los cálculos

estequiométricos correspondientes con base en la reacción siguiente:



Todo el proceso se realizó a temperatura ambiente. En la fabricación de las muestras se utilizaron como solventes: agua tridestilada (H₂O) y etanol (C₂H₅OH), 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 (NH₄F) y Cloruro de Litio (LiCl). La síntesis consistió en disolver los solutos en el solvente dividido 50% y 50%, una vez teniendo ambas soluciones se mezclan por medio de goteo a través de la bureta. Formando el precipitado, la solución es filtrada para separar los cristales, una vez separado se lavan 25 veces con agua tridestilada para eliminar remanentes contaminantes que pudieran estar presentes y finalmente se someten a un proceso de secado en el horno *Binder* a 70°C durante 2 horas.

Caracterización

Fluorescencia de Rayos X

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 aproximadamente 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.

Difracción de Rayos X

Se utilizó un difractor *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 30° a 70°, y un incremento de 0.020° cada 0.5 segundos.

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-visible

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

Termoluminiscencia

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 N₂. Como fuente de irradiación se utilizó un *Elity 70E Power portatil RX-70KUP* (Rayos X). Para irradiar las muestras se realizaron 20 disparos de 1.3s a 20 cm de distancia.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las figuras 1, 2 y 3, muestran los espectros de fluorescencia de rayos X de las muestras A, B y C respectivamente. En estas podemos observar curvas superpuestas las cuales caracterizan dos picos en el rango de energías. Comparando estos valores con los datos de *X-Ray Data Booklet* [11] se puede asegurar que corresponden a los elementos litio (Li) y flúor (F).

En las figuras 4, 5 y 6, se muestran los espectros de DRX, que corresponden a las muestras A, B y C respectivamente. Todos los espectros muestran una fase cristalina cúbica, descrita por los tres picos centrados en 38, 45 y 65°.

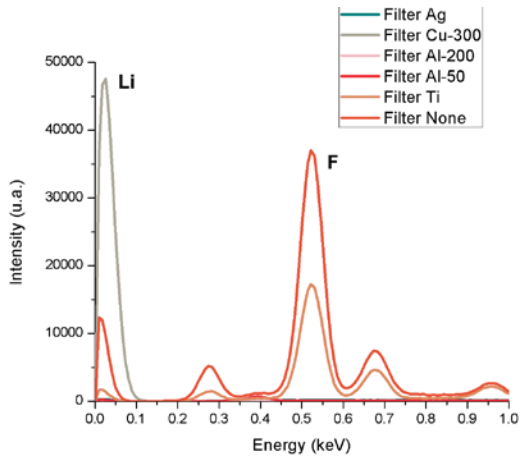


Figura 1: Espectro por Fluorescencia de Rayos X, muestra LiF 1:0 (muestra A).

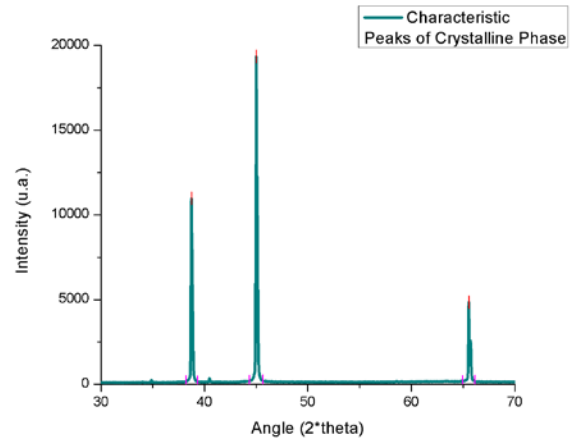


Figura 4: Fase Cristalina de la muestra LiF 1:0 (muestra A).

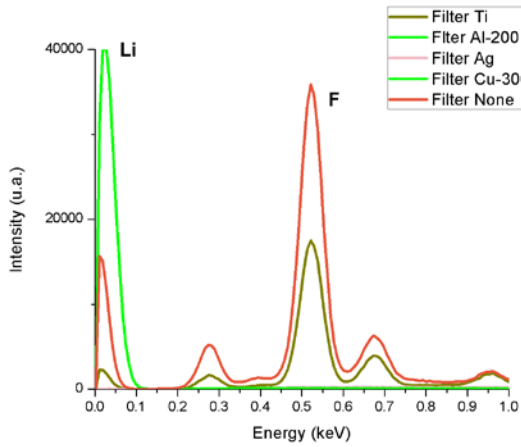


Figura 2: Espectro por Fluorescencia de Rayos X, muestra LiF 1:1 (muestra B).

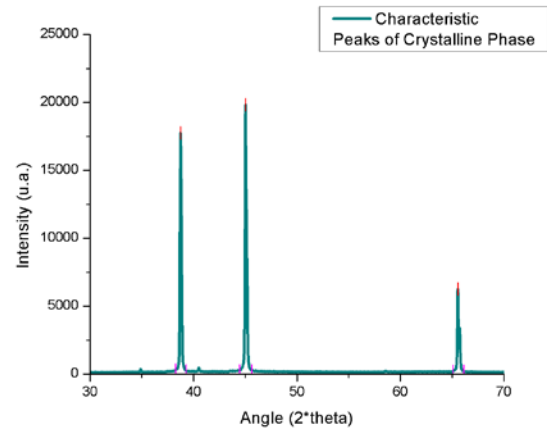


Figura 5: Fase Cristalina de la muestra LiF 1:1 (muestra B).

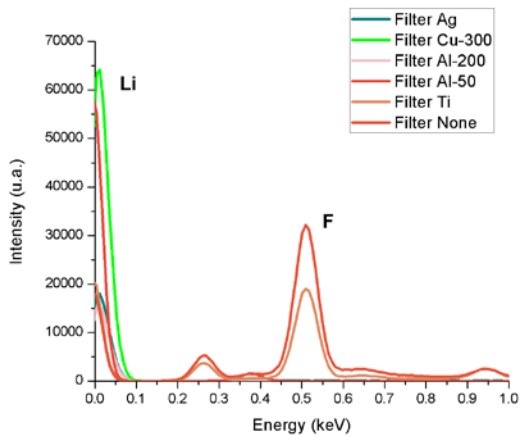


Figura 3: Espectro por Fluorescencia de Rayos X, muestra LiF 0:1 (muestra C).

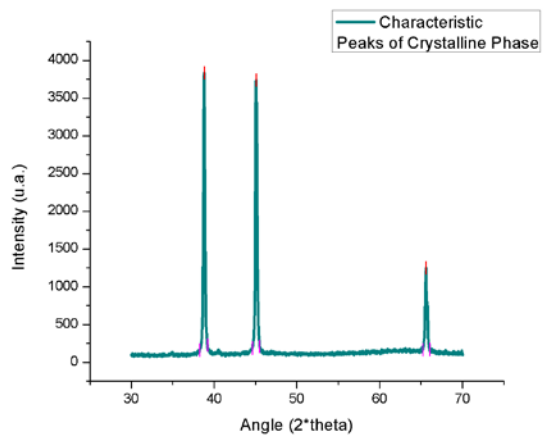


Figura 6: Fase Cristalina de la muestra LiF 0:1 (muestra C).

En la figura 7 se observa 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.

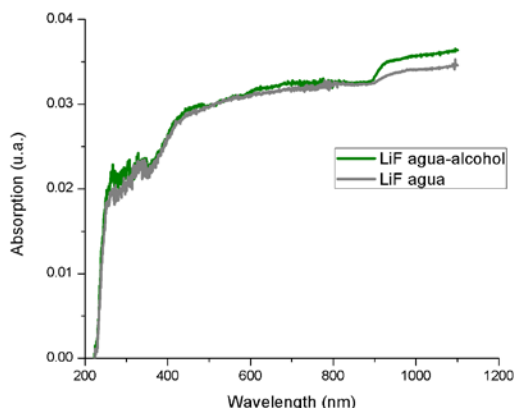


Figura 7: Absorción de la muestra A (verde-grisáceo) y la muestra B (verde) en el rango UV-Visible

La figura 8, muestra las curvas de brillo, de las muestras A y B. Donde 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 [1,8].

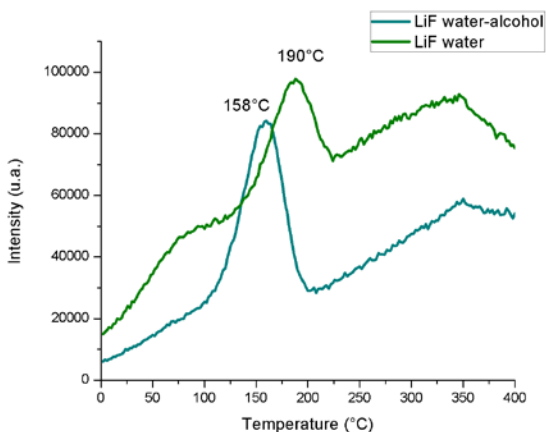


Figura 8: Curvas de brillo de la muestra A (verde) y la muestra B (verde-azulado).

CONCLUSIONES

La utilización de cristales de LiF hechos 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] 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] Pedro Ramón González Martínez. (1995). Optimización de la preparación y estudio de las propiedades termoluminiscentes del LiF:Mg,Cu,P para dosimetría de la radiación ionizante. *Facultad de Química Universidad Nacional Autónoma de México*.
- [3] Miranda Suarez, Federico. (2006) Verificación del sistema de planteamiento en tratamiento de cáncer con TLD-100. Tesis (Ingeniería en Energía). Iztapalapa, Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Iztapalapa.
- [4] Martin, J.E. *Physics for radiation protection*. 2ª ed. Weinheim: WILEY-VCH, 2006.
- [5] Raymond A. Serway & John W. Jewett Jr. (2009). *Física para Ciencias e Ingenierías con Física Moderna Vol. 2 (7a ed)*. México, D.F.: Cenage Learning.
- [6] Carmen Oralia Meléndez Pizarro & Alejandro Alberto Camacho Dávila. (2009). *Espectroscopia de Fluorescencia de Rayos X. Aventuras del Pensamiento*, 2-4.
- [7] 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/>
- [8] E.J. Yukihara, E.D. Milliken, L.C. Oliveira, V.R. Orante-Barrón, L.G. Jacobsohn & M.W. Blair. (2011). Systematic development of new thermoluminescence and optically stimulated luminescence materials. *Journal of Luminiscence*, 133(2013), 203-210.
- [9] Najlaa D. Alharbi, Numan Salah, Sami S. Habib and Esam Alarfaj. (2012). Synthesis and characterization of nano and microcrystalline cubes of pure and Ag-doped LiF. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 46(2013) 035305.
- [10] Juan Azorín. (2013). Preparation methods of thermoluminescent material for dosimetric applications: An overview. *Applied Radiation and Isotopes*, 83(2014), 187-191.
- [11] A. Thompson, D. Atwood, E. Gullikson, M. Howells, J. Kortright, A. Robinson, J. Underwood, Kwang-Je Kim, J. Kirz, I. Lindau, P. Planetta, H. Winick, G. Williams, J. Scofield. (2001). *X-Ray Data Booklet (2a ed)*. Berkeley, California. Editado: A. Thompson and D. Vaughan.