



UNIVERSIDAD  
**NACIONAL**  
DE COLOMBIA

---

***Síntesis y características físicas del compuesto LiF dopado con LaF<sub>3</sub>, NdF<sub>3</sub> y CeF<sub>3</sub>.***

**Ian Mitchel Rossi Rincón.**

Universidad Nacional de Colombia.  
Facultad de Ciencias, Departamento de Física.  
Bogotá, Colombia  
2023





UNIVERSIDAD  
**NACIONAL**  
DE COLOMBIA

---

***Synthesis and physical characteristics of the LiF compound doped with LaF<sub>3</sub>,  
NdF<sub>3</sub> and CeF<sub>3</sub>.***

**Ian Mitchel Rossi Rincón.**

Universidad Nacional de Colombia.  
Facultad de Ciencias, Departamento de Física.  
Bogotá, Colombia  
2023



***Síntesis y características físicas del compuesto LiF dopado con LaF<sub>3</sub>, NdF<sub>3</sub> y CeF<sub>3</sub>.***

**Ian Mitchel Rossi Rincón.**

Tesis presentada como requisito parcial para optar por el título de:  
**Magister en Ciencias Físicas.**

Director:

Jairo Roa Rojas, PhD.



Codirectora:

María Cristina Plazas, PhD.



Línea de Investigación: Física de Nuevos Materiales.

Grupos de Investigación:

Grupo de Física de Nuevos Materiales.

Grupo de Física Médica.

Universidad Nacional de Colombia.  
Facultad de Ciencias, Departamento de Física.  
Bogotá, Colombia  
2023



Dedico este trabajo a mis padres, hermano,  
pareja, tíos, tías, primos, primas y amigos

## **Agradecimientos.**

Agradezco a todos los integrantes del Grupo de Física Medica, el Grupo de Física de Nuevos Materiales, el Grupo de Semiconductores y Energía Solar, a los técnicos de los equipos de Difracción, SEM y espectroscopia UV, al taller de Mecánica Fina de Física, Al Dr. Jairo Roa, la Dra. María Cristina Plazas, al Dr. Gerardo Gordillo y a el estudiante de Doctorado Oscar Torres, todos integrantes de la Universidad Nacional de Colombia, por su apoyo y guía se logra obtener estos resultados. Muchas gracias.



## Resumen.

### ***Síntesis y características físicas del compuesto LiF dopado con LaF<sub>3</sub>, NdF<sub>3</sub> y CeF<sub>3</sub>.***

La importancia de este trabajo se basa en encontrar la mejor respuesta termoluminiscente de la síntesis por el método de reacción de estado sólido del compuesto LiF con incorporaciones de NdF<sub>3</sub>, CeF<sub>3</sub> y LaF<sub>3</sub>. De esta manera, se encuentran por medio de los difractogramas la coexistencia de dos fases de manera independiente del LiF y las incorporaciones de NdF<sub>3</sub>, LaF<sub>3</sub> y CeF<sub>3</sub> del 2%, 6% y 12% respectivamente, variando entre ellas la intensidad y el ancho de los picos característicos, de tal manera que la intensidad de los picos tiene relación directa con la respuesta termoluminiscente, donde la absorción de radiación implica una disminución de la intensidad de la señal. Se encuentran los coeficientes de electrones retrodispersados para el LiF de  $\eta = 46.7\%$ , para la incorporación del 2% de NdF<sub>3</sub> es de  $\eta = 6.0\%$ , para la incorporación del 6% de LaF<sub>3</sub> es de  $\eta = 25.8\%$  y para el CeF<sub>3</sub> es de  $\eta = 21.4\%$ . Este factor es importante para la absorción y almacenamiento de radiación ionizante. De esta manera se encuentra solamente respuesta termoluminiscente bajo radiación rayos X de 1KeV para el caso de la incorporación del NdF<sub>3</sub> obteniendo la mejor respuesta para el caso del 2% y un pico máximo de emisión 2 $\mu$ A, LiF un pico máximo de emisión de 74nA. Por último, se encuentran respuestas TL máximas bajo radiación UV-C de 25nA para el LiF, 310nA para el 2% NdF<sub>3</sub>, 152nA para el 6% LaF<sub>3</sub> y de 47nA para el 2% CeF<sub>3</sub>.

**Palabras Clave:** Dosimetría, detectores TLD, semiconductores.

**Abstract.*****Synthesis and physical characteristics of the LiF compound doped with LaF<sub>3</sub>, NdF<sub>3</sub> and CeF<sub>3</sub>.***

The importance of this work is based on finding the best thermoluminescent response of the synthesis by the solid state reaction method of the LiF compound with incorporations of NdF<sub>3</sub>, CeF<sub>3</sub> and LaF<sub>3</sub>. This way, the coexistence of two phases independently of LiF and the incorporations of NdF<sub>3</sub>, LaF<sub>3</sub> and CeF<sub>3</sub> of 2%, 6% y 12% respectively, varying between them the intensity and width of the characteristic peaks. respectively, are found by means of the diffractograms, varying between them the intensity and width of the characteristic peaks, in such a way that the intensity of the peaks is directly related to the thermoluminescent response, where the absorption of radiation implies a decrease in the intensity of the signal. The coefficients of backscattered electrons for LiF are found to be  $\eta = 46.7\%$ , for the incorporation of 2% NdF<sub>3</sub> it is  $\eta = 6.0\%$ , or the incorporation of 6%, LaF<sub>3</sub> it is  $\eta = 25.8\%$  and for CeF<sub>3</sub> it is  $\eta = 21.4\%$ . This factor is important for the absorption and storage of ionizing radiation. In this way, only thermoluminescent response is found under 1KeV X-ray radiation for the case of NdF<sub>3</sub> incorporation, obtaining the best response for the case of 2% and a maximum emission peak of 2 $\mu$ A, LiF a maximum emission peak of 74nA. Finally, maximum TL responses under UV-C radiation of 25nA for LiF, 310nA for 2% NdF<sub>3</sub>, 152nA for 6% LaF<sub>3</sub> and 47nA for 2% CeF<sub>3</sub> were found.

**Keywords:** Dosimetry, TLD detectors, semiconductors



## Contenido

<b>Resumen.</b> .....	<b>ix</b>
<b>Abstract.</b> .....	<b>x</b>
<b>Tabla de figuras.</b> .....	<b>14</b>
<b>Lista de tablas.</b> .....	<b>17</b>
<b>INTRODUCCIÓN.</b> .....	<b>18</b>
<b>1. Estado del arte.</b> .....	<b>20</b>
<b>2. Física de los materiales termoluminiscentes.</b> .....	<b>23</b>
<b>3. Aspectos Físicos de la caracterización.</b> .....	<b>27</b>
3.1. Difracción de rayos x. ....	27
3.2. SEM Y EDX .....	28
3.3. Reflectancia difusa. ....	30
3.4. Termoluminiscencia. ....	31
<b>4. Aspectos experimentales.</b> .....	<b>32</b>
4.1. Materiales y síntesis.....	32
4.2. Síntesis de Fluoruro de Litio (LiF) incorporando Fluoruro de Neodimio (NdF <sub>3</sub> ). ....	33
4.3. Síntesis de Fluoruro de Litio (LiF) incorporando Fluoruro de Lantano (LaF <sub>3</sub> ). ....	36
4.4. Síntesis de Fluoruro de Litio (LiF) incorporando Fluoruro de Cerio (CeF <sub>3</sub> ). ....	37
<b>5. Análisis de resultados.</b> .....	<b>39</b>
5.1. Caracterización estructural y cristalina (DRX). ....	39
5.1.1. Efectos estructurales de la incorporación de NdF <sub>3</sub> en LiF. ....	39
5.1.2. Efectos estructurales de la incorporación de LaF <sub>3</sub> en LiF. ....	42
5.1.3. Efectos estructurales de la incorporación de CeF <sub>3</sub> en LiF. ....	43
5.2. Caracterización morfológica y composición (SEM - EDX). ....	44
5.2.1. Efectos morfológicos y composición LiF con incorporación de NdF <sub>3</sub> . ....	45
5.2.2. Efectos morfológicos y composición LiF con incorporación de LaF <sub>3</sub> . ....	53
5.2.3. Efectos morfológicos y composición LiF con incorporación de CeF <sub>3</sub> . ....	59
5.3. Caracterización óptica (Reflectancia difusa). ....	65
5.4. Respuesta de la emisión de termoluminiscencia bajo radiación rayos X y UV. ....	68
5.4.1. Respuesta de la emisión de termoluminiscencia bajo radiación rayos X y UV del compuesto LiF incorporando NdF <sub>3</sub> . ....	69
5.4.2. Respuesta de la emisión de termoluminiscencia bajo radiación UV del compuesto LiF incorporando LaF <sub>3</sub> . ....	72

5.4.3. Respuesta de la emisión de termoluminiscencia bajo radiación UV del compuesto LiF incorporando CeF <sub>3</sub> .....	73
<b>6. Conclusiones y recomendaciones. ....</b>	<b>75</b>
6.1. Conclusiones y recomendaciones LiF con incorporaciones de NdF <sub>3</sub> . ....	75
6.2. Conclusiones y recomendaciones LiF con incorporaciones de LaF <sub>3</sub> . ....	75
6.3. Conclusiones y recomendaciones LiF con incorporaciones de CeF <sub>3</sub> . ....	76
<b>7. Anexos. ....</b>	<b>77</b>
<b>8. BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>90</b>

### Tabla de figuras.

Figura 1 Transición de energía en la a) Emisión de Fluorescencia. b) Emisión de termoluminiscencia – Recombinación de electrones. c). Emisión de termoluminiscencia – Recombinación de huecos.....	24
Figura 2 Curva de emisión (Glow Curve) del LiF dopado con NdF <sub>3</sub> .....	27
Figura 3 Diagrama equipo de microscopia electrónica de barrido.....	28
Figura 4 Harshaw 4500 lector TLD.....	31
Figura 5 Proceso de síntesis. a) Masa de los reactivos. b) Homogenización de los compuestos. c) Molde 9mm para empastillado. d)Proceso de prensado. e) Tratamiento térmico.....	33
Figura 6 Pastillas de LiF con dopaje de NdF <sub>3</sub> .....	34
Figura 7 Tiempos de tratamientos térmicos.....	35
Figura 8 Tratamiento térmico muestras a) Muestra #1, b) Muestra # 11, c) Muestra # 12 y d) Muestra # 13. Diámetros de 3mm y altura 1.05mm.....	36
Figura 9 Pastillas de LiF con dopaje de LaF <sub>3</sub> .....	37
Figura 10 Pastillas de LiF con dopaje de CeF <sub>3</sub> .....	38
Figura 11 Patrón de difracción de LiF incorporando NdF <sub>3</sub> .....	41
Figura 12 Patrón de difracción de LiF incorporando LaF <sub>3</sub> .....	42
Figura 13 Patrón de difracción de LiF incorporando CeF <sub>3</sub> .....	43
Figura 14 Software Image J Análisis escala de grises para imágenes SEM BSE LiF con incorporación de LaF <sub>3</sub> .....	45
Figura 15 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 20 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% NdF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6%NdF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12NdF <sub>3</sub> .....	46
Figura 16 Imágenes SEM electrones retrodispersados – barra de escala 20 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% NdF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6% NdF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12NdF <sub>3</sub> .....	48
Figura 17 Intensidad señal electrones BSE LiF con incorporaciones de NdF <sub>3</sub> .....	49
Figura 18 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF.....	50
Figura 19 Volumen de interacción en el LiF.....	51
Figura 20 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 2% de NdF <sub>3</sub> .....	52
Figura 21 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 2% de NdF <sub>3</sub> .....	53
Figura 22 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 20 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% LaF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6%LaF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12LaF <sub>3</sub> .....	54
Figura 23 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 20 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% LaF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6%LaF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12LaF <sub>3</sub> .....	55
Figura 24 Intensidad señal electrones BSE LiF con incorporaciones de LaF <sub>3</sub> .....	56
Figura 25 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 6% de LaF <sub>3</sub> .....	58
Figura 26 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 6% de LaF <sub>3</sub> .....	59
Figura 27 Imágenes SEM Electrones secundarios – 20 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% CeF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6% CeF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% CeF <sub>3</sub> .....	60

Figura 28 Imágenes SEM Electrones retrodispersados – 20 $\mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% CeF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6% CeF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% CeF <sub>3</sub> .....	61
Figura 29 Intensidad señal electrones BSE LiF con incorporaciones de CeF <sub>3</sub> .....	62
Figura 30 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 2% de CeF <sub>3</sub> .....	64
Figura 31 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 2% de CeF <sub>3</sub> .....	64
Figura 32 Propiedades ópticas (a) Reflectancia difusa LiF: 2%, 6% y 12% NdF <sub>3</sub> (b) coeficiente de absorción.....	66
Figura 33 Intensidad de Absorción en función del porcentaje de incorporación de NdF <sub>3</sub> ..	66
Figura 34 Propiedades ópticas (a) Reflectancia difusa LiF: 2%, 6% y 12% LaF <sub>3</sub> (b) coeficiente de absorción (c) cálculo del gap. ....	67
Figura 35 Intensidad de Absorción en función del porcentaje de incorporación de LaF <sub>3</sub> ...	67
Figura 36 Propiedades ópticas (a) Reflectancia difusa LiF: 2%, 6% y 12% CeF <sub>3</sub> (b) coeficiente de absorción (c) cálculo del gap. ....	68
Figura 37 Intensidad de Absorción en función del porcentaje de incorporación de CeF <sub>3</sub> ..	68
Figura 38 a) Curva emisión del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de NdF <sub>3</sub> irradiada con rayos X, b) Máximos picos de emisión en función del porcentaje de incorporación. ....	70
Figura 39 a) Curva emisión del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de NdF <sub>3</sub> irradiada con lampara UV, b) Máximos picos de emisión en función del porcentaje de incorporación....	71
Figura 40 a) Curva emisión del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de LaF <sub>3</sub> irradiada con lampara UV, b) Máximos picos de emisión en función del porcentaje de incorporación....	73
Figura 41 a) Curva emisión del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de CeF <sub>3</sub> irradiada con lampara UV, b) Máximos picos de emisión en función del porcentaje de incorporación....	74
Figura 42 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 100 $\mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% NdF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6%NdF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12NdF <sub>3</sub> . ....	78
Figura 43 Imágenes SEM electrones retrodispersados – barra de escala 100 $\mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% NdF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6% NdF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12NdF <sub>3</sub> . ....	79
Figura 44 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 100 $\mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% LaF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6% LaF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12LaF <sub>3</sub> . ....	80
Figura 45 Imágenes SEM electrones retrodispersados - 100 $\mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% LaF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6% LaF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12LaF <sub>3</sub> .....	81
Figura 46 Imágenes SEM Electrones secundarios – 100 $\mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% CeF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6% CeF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% CeF <sub>3</sub> .....	82
Figura 47 Imágenes SEM Electrones retrodispersados – 100 $\mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% CeF <sub>3</sub> , c) 94% LiF 6% CeF <sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% CeF <sub>3</sub> .....	83
Figura 48 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 6% de NdF <sub>3</sub> .....	84
Figura 49 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 6% de NdF <sub>3</sub> .....	84
Figura 50 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 12% de NdF <sub>3</sub> .....	85
Figura 51 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 12% de NdF <sub>3</sub> .....	85
Figura 52 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 2% de LaF <sub>3</sub> .....	86
Figura 53 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 2% de LaF <sub>3</sub> .....	86

Figura 54 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 12% de LaF <sub>3</sub> .....	87
Figura 55 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 12% de LaF <sub>3</sub> .....	87
Figura 56 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 6% de CeF <sub>3</sub> .....	88
Figura 57 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 6% de CeF <sub>3</sub> .....	88
Figura 58 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 12% de CeF <sub>3</sub> .....	89
Figura 59 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 12% de CeF <sub>3</sub> .....	89



## Lista de tablas.

Tabla 1 Porcentajes de dopajes y tratamientos térmicos para el LiF y NdF <sub>3</sub> .....	34
Tabla 2 Porcentajes de dopajes y tratamientos térmicos para el LiF y LaF <sub>3</sub> .....	36
Tabla 3 Porcentajes de dopajes y tratamientos térmicos para el LiF y CeF <sub>3</sub> .....	38
Tabla 4 Influencia de la incorporación del NdF <sub>3</sub> en el LiF en los Coeficientes de electrones retrodispersados .....	51
Tabla 5 Medidas EDX del LiF incorporando NdF <sub>3</sub> .....	52
Tabla 6 Influencia de la incorporación del LaF <sub>3</sub> en el LiF en los Coeficientes de electrones retrodispersados .....	57
Tabla 7 Medidas EDX del LiF incorporando LaF <sub>3</sub> .....	57
Tabla 8 Influencia de la incorporación del CeF <sub>3</sub> en el LiF en los Coeficientes de electrones retrodispersados .....	63
Tabla 9 Medidas EDX del LiF incorporando CeF <sub>3</sub> .....	65
Tabla 10 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% NdF <sub>3</sub> irradiado con R-X. ....	70
Tabla 11 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% NdF <sub>3</sub> Radiación UV .....	71
Tabla 12 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% LaF <sub>3</sub> Radiación UV.....	72
Tabla 13 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% CeF <sub>3</sub> Radiación UV .....	73

## INTRODUCCIÓN.

Los detectores de radiación ionizante son usados en una gran variedad de campos como la geología, la física de altas energías, la astrofísica, la protección radiológica y la física médica [1]–[5]. Una aplicación donde se utilizan estos detectores se puede encontrar en el personal de monitoreo de radiación, los pacientes sometidos a radiación y en el monitoreo de ambientes siendo estos casos de física médica [6] y así mismo, este fenómeno físico de los detectores es aplicado en la datación de edades de antigüedad de distintos tipos de elementos de patrimonio histórico en el caso de la geología [7]. El uso de dispositivos de detección de radiación es de vital importancia para poder mitigar los riesgos y evaluar los beneficios al momento de utilizar radiación ionizante. Por ende, la caracterización de materiales con posibles aplicaciones en detección de radiación bajo diferentes condiciones ambientales es esencial.

Uno de los fenómenos físicos en los que se basan estos detectores es la luminiscencia, donde es el efecto de absorción de energía a causa de la radiación incidente en cierto material seguido de la emisión de luz en el espectro visible. La longitud de onda de la luz emitida es característica fundamental del material y de la radiación ionizante incidente, hay que aclarar que esta emisión de luz no solamente es del visible, si no, además puede emitir en el infrarrojo o ultravioleta, sin embargo, el fenómeno de luminiscencia se enfoca solamente en el estudio de la emisión del espectro visible [8].

En términos del tiempo que tarda el efecto de luminiscencia en aparecer al momento en que se irradia un material, se tienen dos casos que pueden suceder; el primero de manera casi simultánea (en periodos de tiempo menores de los nanosegundos) en que sea irradiado el material, o tiempos posteriores a la radiación ionizante (hasta millones de años). En el segundo caso tenemos que mencionar que el proceso de luminiscencia debe ser estimulado de alguna manera física como por ejemplo excitación óptica o ultravioleta (fotoluminiscencia), radiación nuclear, rayos x, rayos gama u otro tipo de radiación (radioluminiscencia), eléctricamente (electroluminiscencia), térmicamente (termoluminiscencia) y otros casos adicionales [8].

De esta manera entramos en el campo de la termoluminiscencia, donde se entiende como el efecto físico de ciertos materiales semiconductores o aislantes que son sometidos a ciertos valores de radiación ionizante, siendo esto uno de los casos para producir termoluminiscencia, donde parte de esta radiación es absorbida y otra es emitida en forma de luz en el espectro visible casi de manera simultánea, seguido de esto se procede a elevar la temperatura del material para poder estimularlo y obtener el proceso de luminiscencia. Finalmente, la caracterización del espectro de luminiscencia luego de la excitación térmica está fuertemente ligado con la radiación

ionizante a la cual se sometió el material inicialmente y la estructura de bandas del material.

Uno de los tipos de detectores de radiación ionizante basados en el fenómeno de la termoluminiscencia son los dosímetros termoluminiscentes (TLD por sus siglas en inglés), ya que debido a la radiación ionizante a la que se someten, estos absorben parte de la energía por radiación (debido al atrapamiento de electrones en niveles de energía generados por dopaje de materiales entre el estado de valencia y el estado de conducción), donde estos niveles de atrapamiento son bien conocidos como trampas. Luego estos dosímetros son sometidos a tratamientos térmicos para la excitación de los electrones en los niveles de atrapamiento y seguido de un proceso de emisión de fotones que son característicos del dosímetro y de la radiación ionizante a la que fue sometido.

En medicina son muy usados los dosímetros termoluminiscentes, entre ellos, el fluoruro de litio (LiF-TLD) fosforescente es uno de los materiales más importantes para dosimetría de radiación debido a que es un material estable químicamente a ácidos, alcalinos, vapor de agua, orgánicos y solventes [9]. Adicionalmente, la fluorita es altamente usada en el campo de la dosimetría, como consecuencia de que la respuesta de radiación es asociada para huesos y no tejidos. La forma estructural de la fluorita puede alojar fácilmente diferentes tipos de impurezas o dopajes lo que es el principal factor para la generación de trampas o estados intermedios en el gap del material [10].

Por tal motivo, en este trabajo se plantea la idea de encontrar las condiciones óptimas para la síntesis por el método de reacción de estado sólido incorporando en el LiF tres tipos diferentes de dopaje de  $\text{LaF}_3$ ,  $\text{NdF}_3$  y  $\text{CeF}_3$ , determinando las propiedades ópticas, morfológicas y estructurales adecuadas para evaluar las posibles aplicaciones de termoluminiscencia y además contribuir con el desarrollo de nuevos materiales para dosimetría termoluminiscente.

## 1. Estado del arte.

Los dosímetros más comunes en el mercado son de fluoruro de litio ( $LiF:Mg^+,Ti^+$ ) conocidos como TLD o MTS (cambia según el fabricante), el óxido de berilio ( $BeO:Li^+,Al^+$ ) y el sulfato de calcio ( $CaSO_4:Dy^+,Tm^+$ ), donde tienen en común su uso en aplicaciones de dosimetría bajo el método de termoluminiscencia [11]. El estudio de los dosímetros en función de la temperatura se ha analizado en [12] donde investiga los dosímetros  $LiF(TLD-100)$  y el  $CaF_2:Mn$  para lograr determinar la influencia de la temperatura del ambiente sobre la respuesta de la termoluminiscencia utilizando radiación gamma, se encuentra que a bajas temperaturas  $223^{\circ}K$  hasta  $373^{\circ}K$  no hay respuesta de termoluminiscencia con radiación.

Tiempo después, en 1971 se publica un estudio del efecto de la termoluminiscencia para un dosímetro  $LiF(TLD-100)$  entre las temperaturas  $77^{\circ}K - 500^{\circ}K$  y una exposición de radiación de  $50 \cdot 10^5 R$ , en donde encuentra alrededor de diez picos característicos consecuencias de los estados trampa del dosímetro, donde el primer pico aparece en la temperatura más baja  $\sim 145^{\circ}K$  y emite un espectro de TL de  $\sim 250nm$  y el máximo de los picos un espectro de  $\sim 400nm$ , por otro lado la TL de las trampas a  $\sim 145^{\circ}K$  es cerca de 20 veces más intenso que el efecto de TL de las trampas a  $\sim 190^{\circ}K$ , por ultimo todos los picos exceptuando el de  $\sim 145^{\circ}K$  presentan un comportamiento no lineal con respecto a la exposición de radiación [13].

Luego en el año 2003 hay una investigación [14] en donde se evalúan la respuesta de dosímetros TL en un campo de fotones usando detectores en base del compuesto  $LiF:Mg, Cu, Na, Si$  fabricados por el Instituto de Investigación de Energía Atómica de Korea (KAERI), llegando a la conclusión de una eficiencia óptima para evaluar y controlar los niveles de dosis del personal que trabaja en el rango de energía de campos de fotones. Cabe destacar como se puede empezar a entender que es de suma importancia la caracterización estructural, morfológica y óptica del material y además los rangos de mayor eficiencia o respuesta lineal ante la radiación ionizante.

En el 2007 reportan en un artículo el estatus y retos en ese momento de la dosimetría termoluminiscente [6], en el resaltan la necesidad de búsqueda y desarrollo de nuevos materiales de alta eficiencia para almacenar información sobre la exposición de radiación ionizante y tengan propiedades termoluminiscentes, en especial para dosimetría de partículas de alta energía. También mencionan como es necesario evaluar la eficiencia de los detectores radiados en ambientes de altas temperaturas, encontrando en el caso del dosímetro comercial TLD-800 una respuesta tiene una alta eficiencia termoluminiscente entre los rangos de  $400^{\circ}C - 600^{\circ}C$  ante radiación gamma.

En el 2009 una publicación italiana [15] nos informa sobre el progreso del semiconductor CdTe y CdZnTe para aplicación de detección de radiación con aplicaciones astrofísicas y médicas. En este trabajo cabe resaltar la necesidad del desarrollo de nueva instrumentación para la investigación en astrofísica, donde esta instrumentación puede estar expuesta a altos niveles de radiación propios del ambiente donde trabajen o inclusive de su estructura interna, por ende, se destaca el semiconductor CdTe y CdZnTe como unos candidatos aptos para la detección de radiación debido a la sensibilidad de las medidas y su eficiencia en radiación de altas energías.

En el 2011 se reporta en India sobre la eficiencia del tetraborato de litio ( $Li_2B_4O_7$ ) para uso de dosimetría TL en el campo médico, en donde se sintetizan nanocristales de borato de litio bajo el método de combustión y se concluye su eficiencia para altas dosis de radiación gamma [16].

Dos años después se tiene otra investigación en el mismo país tenemos una investigación de vidrios de fluoroborofosfato de calcio con distintos niveles de dopaje de óxido de manganeso [17] donde fueron irradiados a dosis de rayos gamma entre los 250 – 1000 Gy y registra picos característicos de termoluminiscencia cerca de los 300°C, adicionalmente encuentran un estado de saturación de la respuesta termoluminiscente a medida que se aumenta el nivel de dopaje, sin embargo se llega la conclusión de una mejora de la respuesta lineal y sensibilidad para altas dosis de radiación.

En el siguiente año (2014) en India nuevamente, hay un estudio del dopaje de Tulio en fosforo de borato de Zinc bajo el método de estado sólido encontrando una alta sensibilidad y respuesta lineal entre los niveles de dosis de radiación 10mGy – 1000 Gy concluyendo la potencialidad de este material para aplicación de dosimetría de radiación [18].

En el 2016 una publicación india [19] muestra la síntesis y caracterización de un fosforo de  $CaSO_4:Dy,Mn$  sometido a radiación gamma de una fuente de Cs-137 desde los niveles de dosis de 10μGy – 100Gy donde concluye la alta sensibilidad y potencial para reemplaza el dosímetro comúnmente usado de  $CaSO_4:Dy$ .

En el 2017 en Reino Unido publican un trabajo sobre dopaje  $SiO_2:GeO_3$  bajo el método modificado de deposición química de vapor sometiéndolo una fuente de radiación de rayos X de 80KeV obteniendo una mayor resolución de la respuesta termoluminiscente a comparación del dosímetro comercial TLD-200 [20].

Para el 2018, un trabajo en México e India expone la respuesta TL del tetraborato de litio ( $Li_2B_4O_7$ ) dopado con cobre y sometido bajo radiación de rayos X, rayos gamma y una fuente de Cs-137, las muestras se obtuvieron bajo el método de solución asistida. Finalmente se obtienen respuestas termoluminiscentes de los materiales mostrando una respuesta lineal de la dosis y la termoluminiscencia para radiación gamma y X.

En el trabajo de [11] estudia varios dosímetros TL con dos tratamientos térmicos diferentes en un rango de temperaturas entre los  $50^{\circ}\text{C}$  y los  $230^{\circ}\text{C}$ , donde se especifica que los tratamientos térmicos hacen referencia a una medida del material con ciertos valores de temperatura antes y durante la exposición a radiación. En él estudia los dosímetros de la familia LiF - Harhsaw (TLD-600, TLD-700), los LiF de la Universidad de Krakow (MTS-600, MTS-700), los de  $\text{BeO}$  y los más comúnmente usados  $\text{CaSO}_4$  con dos tipos de dopaje ( $Dy$  y  $Tm$ ), en ellos cabe destacar de su investigación que cierto número de pico (el quinto) en todas las muestras LiF aumenta entre un 20% y un 30% a  $110^{\circ}\text{C}$  seguido de un decrecimiento, sumando a esto una alta dependencia térmica en altas temperaturas.

El estudio de la influencia del dopaje sobre otros materiales para aplicaciones de termoluminiscencia han sido reportados con una alta frecuencia en el recorrido de los años 2020 y 2021 [10], [21]–[26], mencionando los más recientes, encontramos como el dopaje de óxido de disprosio en borato de litio y aluminio [27] siendo la síntesis obtenida bajo el método de reacción de estado solida a alta temperatura, donde se aplicó un dopaje del 0.1% al 0.5% de la concentración molar del material, los resultados obtenidos son un aumento considerable en el gap del material pasando de 3 eV a 4.3 eV sin embargo se evidencia que el material sufre una saturación de parte del dopaje y el gap baja nuevamente hasta llegar a 3.5 eV en el material de mayor dopaje, por otro lado el efecto de la termoluminiscencia nos indican que todas las muestras fueron irradiadas a 150Gy y tienen un pico característico en  $90^{\circ}\text{C}$ , sin embargo la intensidad de termoluminiscencia del material sufre también una saturación a medida que se aumenta la concentración molar del compuesto.

Lo que podemos llegar a deducir sobre la importancia de una investigación de nuevos materiales como sería el dopaje del compuesto LiF debido a sus resultados de alta sensibilidad en dosimetría médica [28].

## 2. Física de los materiales termoluminiscentes.

La termoluminiscencia es la emisión de luz (ya que el material puede emitir en distintas longitudes de onda, en el estudio se enfoca en el visible) de un aislante o semiconductor cuando es calentado, teniendo en cuenta que antes de elevar la temperatura del aislante o semiconductor este es sometido a una absorción de energía por radiación [8]. La termoluminiscencia se genera teniendo en cuenta los siguientes criterios, primero que el material sea semiconductor o aislante, el segundo que se exponga durante cierto tiempo a un valor de radiación y por último la estimulación térmica para la emisión de luz. El fenómeno de luminiscencia se subdivide en varios campos los cuales se diferencian en el método de que se utiliza para la emisión, por ejemplo, la fotoluminiscencia (excitación óptica o luz ultravioleta) radioluminiscencia (excitación por radiación nuclear, rayos gamma, partículas beta) entre otros.

La emisión de luz tiene unos tiempos características  $\tau_c$  luego de la absorción por radiación, estos tiempos característicos son importantes para clasificar el proceso de luminiscencia, donde se separa en fluorescencia ( $\tau_c < 10^{-8}s$ ) y fosforescencia ( $\tau_c > 10^{-8}s$ ). La diferencia entre la fluorescencia y fosforescencia se puede encontrar en el estudio del efecto de la temperatura sobre el decaimiento de la luminiscencia, donde la fluorescencia tiene una independencia térmica no siendo el caso para la fosforescencia, adicionalmente la termoluminiscencia se clasifica como el proceso de fosforescencia para tiempos  $\tau_c$  mayores a los minutos (períodos largos de emisión) [8].

En general la emisión de luminiscencia se puede entender como la transferencia de energía de una fuente (en nuestro caso una fuente que genera radiación ionizante) hacia un material el semiconductor, donde los electrones ligados de la banda de valencia son excitados y pasan a la banda de conducción, luego se produce un decaimiento en niveles intermedios donde quedan atrapados los electrones. Cuando a estos materiales se introducen dopajes o impurezas tipo aceptador (donador) se crean niveles de energía entre las bandas de conducción y valencia del material y cercanos a la banda de conducción (valencia).

En la Figura 1 encontramos los procesos de fluorescencia y fosforescencia. En la Figura 1 a) se puede ver el proceso de fluorescencia, donde básicamente existe la excitación de un electrón por radiación, pasando de la banda de valencia a la de conducción (proceso i), luego el electrón vuelve a la banda de valencia (proceso ii), este proceso tiene un tiempo característico  $\tau_c < 10^{-8}s$  y emite un fotón luminiscente. Para Figura 1 b), consecuencia de introducir impurezas aceptadoras al material, luego de irradiar, se crea un par electrón – hueco, donde los electrones son excitados y pasan a la banda de conducción (proceso i), a su vez los huecos se

mueven y pasan a los niveles de energía cercanos a la banda de valencia (consecuencia de las impurezas de tipo donoras) seguido de esto caen en las trampas de las impurezas aceptadoras (proceso ii), donde pueden permanecer tiempos largos desde los minutos a los años (esto es un factor determinante en el método de datación en arqueología (M.J. Aitken, S.J. Fleming, 1972)), seguido de este proceso para poder invertir el proceso de radiación ionizante se procede a calentar el material, de esta manera se genera una excitación térmica pasando el electrón de las trampas a la banda de conducción (proceso iii), seguido de un decaimiento del electrón a la banda de valencia o niveles de energía generados por las impurezas donoras donde se recombinan con los huecos, a causa de esto se genera un fotón (proceso iv). Luego dependiendo si el proceso de recombinación se realiza ya sea en los niveles de energía cercanos a la banda de valencia o en la banda de valencia se conocen como procesos de recombinación por liberación de electrón (Figura 1 b) o por liberación de hueco (Figura 1 c). Ya sea cualquiera de los dos tipos de recombinación de pares, el fotón emitido es del rango del espectro visible para el estudio de luminiscencia.

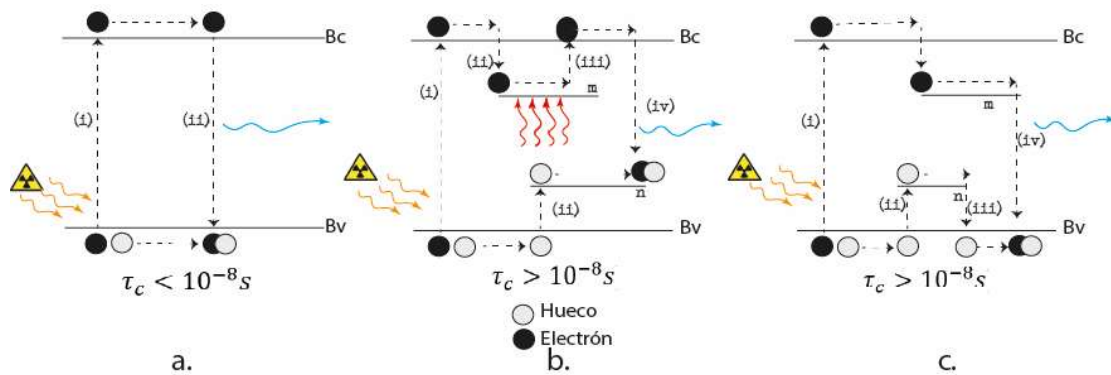


Figura 1 Transición de energía en la a) Emisión de Fluorescencia. b) Emisión de termoluminiscencia – Recombinación de electrones. c). Emisión de termoluminiscencia – Recombinación de huecos.

El tiempo medio de atrapamiento de electrones en niveles intermedios se puede deducir desde argumentos de la termodinámica como

$$\tau = s^{-1} \exp(E/kT) \quad (1)$$

Donde  $s$  es un valor constante,  $E$  es el valor de energía de la diferencia que hay entre el nivel de atrapamiento y el de la banda de conducción,  $k$  la constante de Boltzmann y  $T$  la temperatura. Esto nos indica que el tiempo característico de las trampas tienen una dependencia exponencial de la temperatura a la que se somete el semiconductor.

El proceso de lectura del espectro de termoluminiscencia es básicamente la amplificación de fotones que son emitidos durante el calentamiento del material y



por medio de un fotomultiplicador, esto es básicamente un dispositivo que consta de un cátodo que recibe el fotón emitido, luego por el proceso fotoeléctrico este fotón expulsa un electrón que se dirige por medio de campos eléctricos hacia una serie de placas conocidas como dinodos, estas placas se encargan de aumentar la cantidad de electrones así aumentando la señal emitida inicialmente y al final ser recolectadas en el ánodo para su procesamiento.

Luego a medida que se calienta el material, hay una mayor probabilidad de generar excitación térmica y esto conlleva a un mayor número de electrones escapen de los niveles de energía de atrapamiento aumentando así la producción de fotones y a su vez de la intensidad de la señal recibida por el fotomultiplicador. Este proceso llega a un máximo donde básicamente los electrones casi en su totalidad son expulsados de las trampas así disminuyendo la generación de fotones.

Luego asumiendo que el electrón es térmicamente excitado y pasa de los niveles de atrapamiento a la banda de conducción, la probabilidad de que este electrón caiga nuevamente a un nivel de atrapamiento es mucho menor de que decaiga a la banda de conducción. Luego la intensidad de la emisión de fosforescencia para algún tiempo es proporcional a la tasa de recombinación de pares, por ende, la intensidad de emisión de fotones es solamente dependiente de la transición de electrones entre los niveles de atrapamiento y la banda de conducción, es decir se puede denotar de la siguiente forma

$$I(t) = -C \frac{dn}{dt} = C \frac{n}{\tau} \quad (2)$$

Donde C es una constante de proporcionalidad, n el número de electrones atrapados en los niveles intermedios. Integrando obtenemos

$$I(t) = I_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (3)$$

donde  $\tau$  esta dado por la ecuación ( 1 ), t es el tiempo e  $I_0$  es la intensidad para  $t = 0s$ . Luego tenemos la relación de la intensidad de fosforescencia para una temperatura constante en función del tiempo, luego el espectro de decaimiento de la intensidad es una exponencial de primer orden.

Sin embargo, sabemos que no solamente hay un nivel (energía) de atrapamiento en el material, si no una gran variedad de ellos, por ende, es bueno pensar ahora en la que luego de liberar un electrón de estos niveles cuales son las probabilidades de que este decaiga en otro nivel de atrapamiento o recombine en niveles inferiores o en su defecto en la banda de valencia. La recombinación no solamente es

proporcional el número de electrones atrapados, si no adicionalmente al número de huecos para realizar la recombinación, si hay igual número de huecos y electrones tenemos que la intensidad en función del tiempo es de la forma

$$I(t) = -C \frac{dn}{dt} = \alpha n^2 \quad (4)$$

donde  $\alpha$  es una constante a cierto valor de temperatura. Integrando obtenemos

$$I(t) = I_0(n_0 \alpha t + 1)^{-2} \quad (5)$$

Este decaimiento es de segundo orden, donde  $\alpha$  esta relacionando con el tiempo de atrapamiento de los electrones  $\tau$  y describe la posibilidad relativa de que los electrones sean atrapados nuevamente en niveles intermedios y también la posible recombinación de pares.

Analizando la ecuación ( 1 ) tenemos dos posibles casos que nos permite inducir conclusiones interesantes tales como:

- Para casos donde la energía entre la banda de conducción y el nivel de atrapamiento y la temperatura del material son tales que se tienen tiempos de atrapamiento pequeños, se puede deducir que la luminiscencia se mantiene de manera simultánea al proceso de radiación.
- Para casos donde la energía  $E$  es mucho mayor que  $kT$ , entonces el tiempo de atrapamiento tiene a valores muy grandes lo que nos indica que el fenómeno de luminiscencia nunca será observado.

Del segundo caso se resalta que se puede inducir el fenómeno de luminiscencia sometiendo al material a una rata lineal creciente de temperatura tal que induce la cantidad de procesos de recombinación así aumentando la producción de fotones y obteniendo una mayor producción de fotones.

El espectro obtenido de la emisión de fotones del semiconductor es conocido como *Curva Glow* o *Curva de Emisión* Figura 2. La característica de esta curva es que está compuesta por una cierta serie de gaussianas características de los niveles de atrapamiento del material. En el caso de la Figura 2 tenemos la curva de emisión del compuesto LiF dopado con  $NdF_3$  y expuesto a radiación de rayos x de 250 rad en un cuarto a temperatura ambiente, la rata de temperatura usada es de  $\beta = 3^\circ C s^{-1}$ , de este espectro se puede identificar 2 tipos de picos que están ligados con 5 tipos de niveles de atrapamiento de electrones del material, mediante un proceso de deconvolución se puede obtener la información de los valores de energía de cada nivel de atrapamiento así como sus  $\tau$  característicos.

Hay que tener en cuenta que la lectura de la termoluminiscencia es de tipo destructiva, en términos que los electrones (huecos) atrapados en los niveles de energía entre las bandas de conducción y valencia van a ser liberados y por ende los niveles desocupados, luego la información de la cantidad de radiación que fue sometida el material en un principio para el llenado de estos niveles quedara borrada en una buena parte, sin embargo, es una herramienta que permite el uso de una cierta cantidad de veces del mismo material, teniendo en cuenta realizar un proceso de “borrado” de información para cada vez que se piense utilizar.

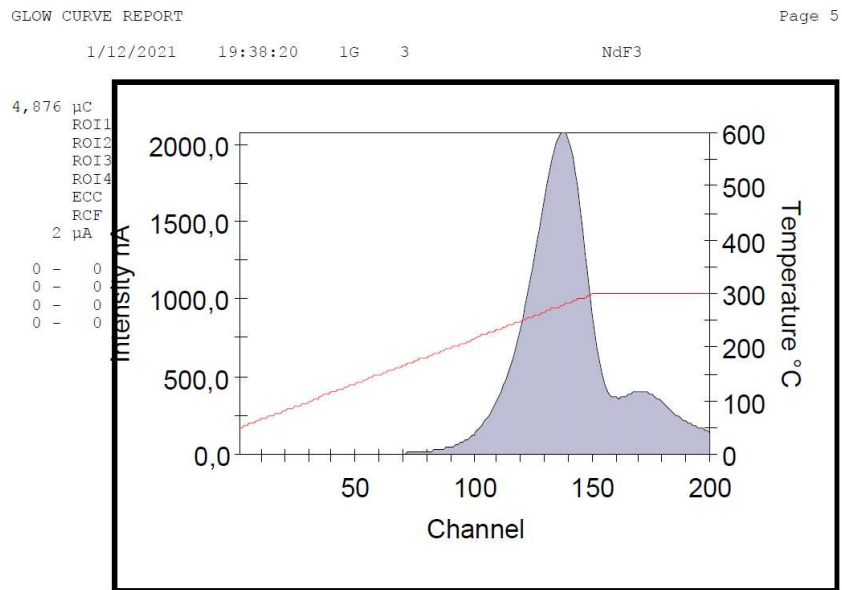


Figura 2 Curva de emisión (Glow Curve) del LiF dopado con NdF<sub>3</sub>.

### 3. Aspectos Físicos de la caracterización.

#### 3.1. Difracción de rayos x.

La difracción de rayos X es una técnica de caracterización que permite evidenciar las fases cristalinas de cierta composición (si esta las tiene), de esta manera se puede inferir aspectos cualitativos como cuantitativos entre los cuales tipo, tamaño de grano, fases secundarias, micro deformaciones y su respectiva estructura cristalina [29].

### 3.2. SEM Y EDX

La microscopía electrónica de barrido es una técnica de caracterización que nos permite visualizar y calcular algunas propiedades morfológicas superficiales de ciertos materiales, donde la morfología de un material es la distribución o formas que toma el material de manera superficial (cuadrados, esferas o algún tipo de geometría en algunos casos no hay geometría clara) [29]. De las imágenes SEM se puede calcular la distribución de tamaños de granos que se forman en mi muestra o los cambios de la morfología como consecuencia de cambios físicos en el proceso de síntesis.

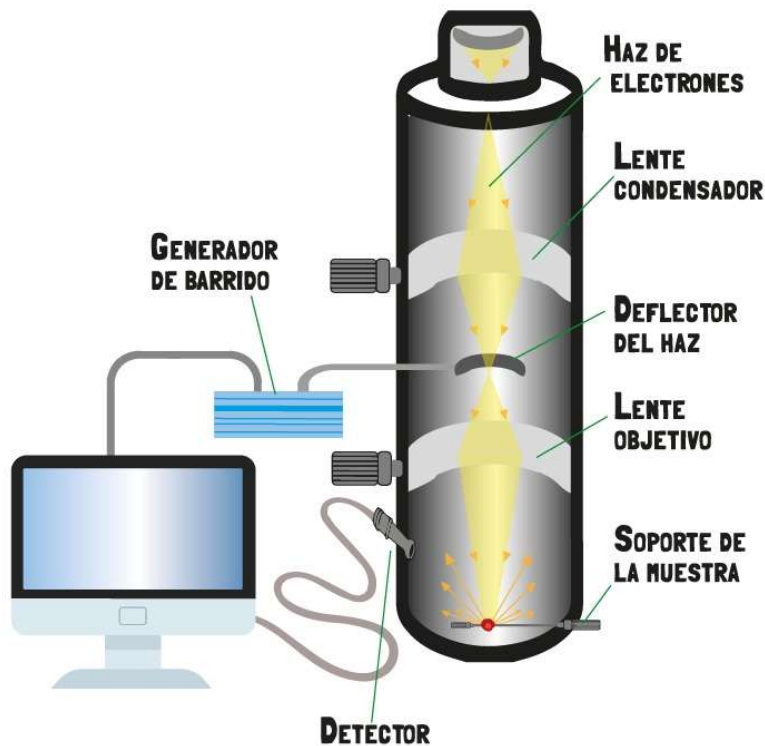


Figura 3 Diagrama equipo de microscopía electrónica de barrido.

Un esquema básico del equipo de microscopía electrónica de barrido se puede encontrar en la Figura 3, donde encontramos primero en la parte superior una fuente de electrones (las imágenes SEM son generadas por la interacción de los electrones con la materia, por ende, dependemos de un haz de electrones en un principio). Este haz de electrones es generado en un filamento el cual se le aplica voltaje entre

10KeV y 20KeV, luego este haz es redirigido por medio de un campo eléctrico hacia dos lentes electromagnéticas (bobinas) las cuales se encargan redireccionar el flujo de electrones con la finalidad de obtener un haz de electrones puntuales sobre la muestra para la generación de la imagen SEM. Por otro lado, tenemos normalmente son tres tipos de detectores para estos equipos (los cuales dependen de la interacción física entre los electrones y la materia), un primer detector para el caso de electrones secundarios, un segundo detector para el caso de electrones retrodispersados y un tercer caso para fotones del rango de los rayos X. Luego tenemos la adquisición de datos que son visualizados por medio de un software y obtener las imágenes a escala micrométrica.

El microscopio electrónico consta de tres tipos de detectores, los cuales son el detector de electrones secundarios, el detector de electrones retrodispersados y el último detector de fotones de energía.

La imagen que se forma en el software es a causa de los electrones que salen de la muestra luego de ser bombardeados por el haz del equipo, una característica importante es que la imagen es un barrido superficial de nuestra muestra, luego debemos recalcar que esta imagen obtenida es en dos dimensiones, la ilusión de profundidad es un efecto óptico de la imagen mas no de la muestra. Otro aspecto importante es que la imagen se presenta en una escala de grises, siendo de esta manera los contrastes claros, una señal de una alta recolección de electrones dispersados por la muestra y los tonos más oscuros una baja o cero emisiones de electrones dispersados. Este aspecto es bastante importante en este trabajo ya que una cualidad que tienen los materiales termoluminiscentes es tener una gran cantidad de niveles de atrapamiento lo cual aumenta la probabilidad de guardar información sobre la exposición a radiación debido al atrapamiento de electrones.

Los electrones secundarios son electrones de baja energía (energía más baja que la de los electrones retrodispersados) que son dispersados de la muestra por el haz de electrones del equipo. En este caso, hay tres tipos de electrones secundarios, el primero son los generados por la superficie de la muestra en el primer momento de interacción entre el haz y la materia, el segundo es generado al momento en que el haz de electrones sale de la muestra luego de tener varios cambios de dirección y el último la posibilidad de que el haz interactúe con otro material externo luego de recorrer la muestra. Una característica importante de los electrones secundarios es que nos da información sobre la morfología de la muestra \*morfología superficial).

Los electrones retrodispersados son electrones de alta energía (aproximadamente de los órdenes del haz de electrones con que se bombardea la muestra). En este sentido el haz de electrones interactúa con la muestra (se conoce como el volumen de interacción) y luego salen para ser recolectados por el detector de electrones retrodispersados, de esta manera como se mencionó anteriormente, la imagen que obtenemos de este detector es importante porque puede inferir que capacidad tiene

nuestro material se absorber grandes volúmenes de energía obteniendo así unos tonos más oscuros y una mejor capacidad de guardar información.

Las imágenes SEM de los electrones retrodispersados (BSE) puede dar información sobre la composición del material (distintas fases), la topografía del material, la distribución de la masa y la cristalografía [29]. Para ello es importante definir el coeficiente de electrones retrodispersados  $\eta$  como:

$$\eta = \frac{N_{BSE}}{N_B} \quad (6)$$

Donde  $N_B$  es el número de electrones del haz y  $N_{BSE}$  es el número de electrones retrodispersados recolectados por el sensor.

Usando el software de simulación CASINO y el método de Monte Carlo, se puede obtener el coeficiente BSE de nuestro material y de esta manera poder tener un valor característico para la eficiencia de los materiales en emisión termoluminiscente.

### 3.3. Reflectancia difusa.

A partir de las curvas de reflectancia difusa se determinó el coeficiente de absorción ( $\alpha$ ) y el gap de energía óptico ( $E_g$ ) usando las relaciones 7 y 8.

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{\alpha}{s}; \text{ entonces } \alpha = s * F(R) \quad (7)$$

$$[F(R) hv]^2 = A (hv - E_g) \quad (8)$$

Donde R es la reflectancia difusa de la muestra,  $\alpha$  el coeficiente de absorción y s el coeficiente de dispersión [30].

A partir del cálculo del coeficiente de absorción cerca del borde de la banda de conducción es posible determinar la energía de Urbach, que proporciona información de la microestructura del material, considerando que la formación de defectos estructurales y la interacción electrón-fonón generan estados de colas de bandas que absorben fotones con energías  $h\nu$  menores que  $E_{gap}$ . El coeficiente de absorción cerca del borde de la banda de conducción ( $\alpha_U$ ) tiene una dependencia exponencial con la energía de Urbach ( $E_{Urb}$ ), dada por la Ecuación 8.

$$\alpha_U(h\nu) = \alpha_0 e^{\frac{h\nu - E_I}{E_{Urb}}} \quad (9)$$

Donde  $E_I$  y  $\alpha_0$  son constantes. Entonces, la energía de Urbach ( $E_U$ ) se puede calcular realizando la gráfica  $\ln \alpha_U$  vs  $h\nu$ , en la zona cercana a  $\lambda_c$  y ajustándola a una recta, luego, el inverso de la pendiente corresponde al valor de  $E_{Urb}$ .

### 3.4. Termoluminiscencia.

La luminiscencia estimulada térmicamente o termoluminiscencia es el efecto de la emisión de fotones por medio de excitación térmica. Estos fotones son emitidos por el decaimiento o recombinación de pares de electrón-hueco que estaban en niveles de energía (trampas) intermedios entre la banda de conducción y la de valencia [31].

El equipo de caracterización usado es el Harshaw 4500 que este compuesto de una plancha térmica para el proceso de calentamiento de los cristales, así mismo como un tubo fotomultiplicador que recolecta los fotones que emite la muestra al ser calentada y genera la señal.

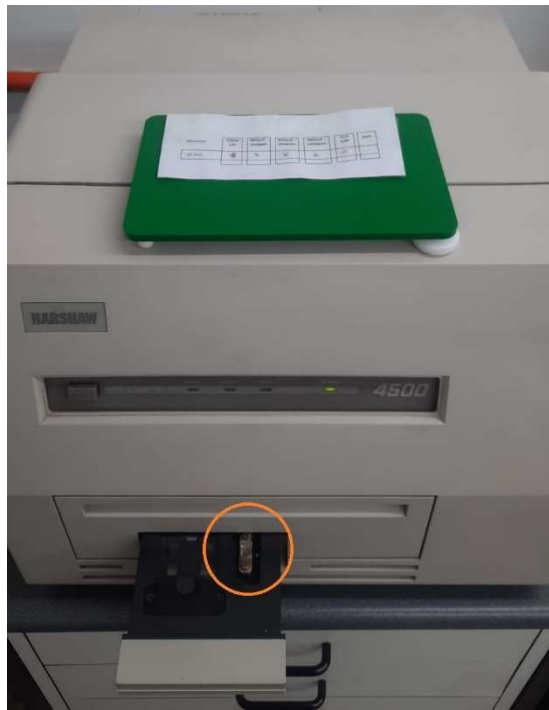


Figura 4 Harshaw 4500 lector TLD.

La probabilidad de generar fotones por medio de la excitación térmica aumenta proporcionalmente a medida que la temperatura incrementa, luego el aumento del

número de electrones que escapan de los niveles de energía de atrapamiento causa una mayor producción de fotones que son recolectados por el fotomultiplicador del equipo. Este procedimiento es procesado en el software de adquisición (Thermo WinREMS) para evaluar la cantidad de radiación que almaceno nuestra muestra generando así una curva de intensidad luminosa en función de la temperatura conocida como la Curva Glow o Curva de Emisión como se evidencio en el reporte generado por el software que se evidencia en Figura 2 Curva de emisión (Glow Curve) del LiF dopado con NdF<sub>3</sub>.

#### 4. Aspectos experimentales.

En este capítulo se describe todos los aspectos experimentales para la fabricación de pastillas de LiF con incorporaciones independientes de NdF<sub>3</sub>, CeF<sub>3</sub> y LaF<sub>3</sub>. Entre ellos encontramos la información respecto a la composición usada para las incorporaciones, la ruta de síntesis por el método de reacción de estado sólido y el resultado obtenido.

##### 4.1. Materiales y síntesis.

Para el desarrollo completo de este trabajo se sigue una serie de etapas que garantice el cumplimiento de los objetivos. De esta manera el primer objetivo es la obtención de los compuestos por medio del método de reacción de estado sólido LiF incorporando diferentes concentraciones de LaF<sub>3</sub>, NdF<sub>3</sub> y CeF<sub>3</sub> por medio de la técnica de reacción de estado sólido.

Partiendo del reactivo fluoruro de litio (LiF, Sigma Aldrich, 99.98%) se incorporan tres reactivos de manera independiente y a un valor constante de masa molar y porcentajes de dopaje del 2%, 6% y 12% de fluoruro de cerio (CeF<sub>3</sub>, Sigma Aldrich, 99.99%), así mismo de fluoruro de neodimio (NdF<sub>3</sub>, Sigma Aldrich, 99.99%) y por último de fluoruro de lantano (LaF<sub>3</sub>, Sigma Aldrich, 99.99%).



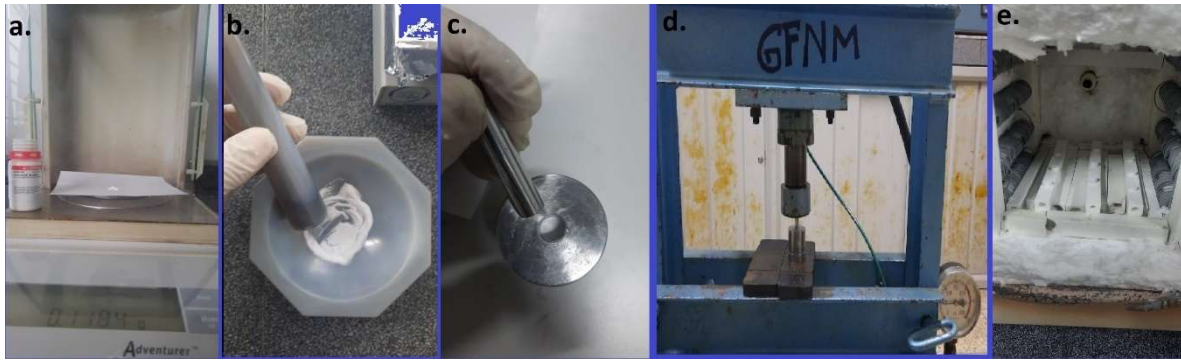


Figura 5 Proceso de síntesis. a) Masa de los reactivos. b) Homogenización de los compuestos. c) Molde 9mm para empastillado. d)Proceso de prensado. e) Tratamiento térmico.

En este orden de ideas se plantea una ruta de síntesis por el método de reacción de estado sólido partiendo de una relación de masas entre el fluoruro de litio y el reactivo que se planea incorporar, como se evidencia en la Figura 5 a) la masa de fluoruro de cerio requerida para el dopaje. Luego de esto tenemos el proceso de homogenización del fluoruro de litio y su respectivo dopaje por medio de un mortero como se puede ver en la Figura 5 b). El siguiente paso es el empastillado del compuesto homogenizado, de esta manera optamos por dos moldes cilíndricos de diámetros de 9mm y se realiza una serie adicional de pastillas en un molde de 3mm de diámetro para la serie con incorporaciones de  $\text{NdF}_3$  (esto para realizar cálculos de emisión de termoluminiscencia), luego un proceso de prensado a una presión de 50kN, este paso se puede ver en la Figura 5 c)-d). Por último, en la Figura 5 e) se puede evidenciar el proceso térmico al cual se someten las pastillas obtenidas, la temperatura usada para el recocido es de 550°C y 650°C durante un intervalo de tiempo entre 12 horas y 18 horas.

#### 4.2. Síntesis de Fluoruro de Litio ( $\text{LiF}$ ) incorporando Fluoruro de Neodimio ( $\text{NdF}_3$ ).

En la Tabla 1 encontramos las concentraciones usadas para la elaboración de las pastillas con dos tratamientos térmicos distintos, uno de 550°C y el otro de 650°C. Adicionalmente en esta serie de muestras se trabajó con una masa molar total de 0.03 moles y sobre este valor se realizaron los cálculos de porcentajes de incorporación del  $\text{NdF}_3$ .

Masa Molar Total	# Muestra	LiF	Masa LiF (g)	$\text{NdF}_3$	Masa $\text{NdF}_3$ (g)	Masa Total (g)	Tratamiento o Térmico
	1	100%	0,778	0%	-	0,778	550 °C

<b>0,03 moles</b>	5	98%	0,763	2%	0,121	0,883	650°C
	6	94%	0,732	6%	0,362	1,094	
	7	88%	0,685	12%	0,724	1,409	
	11	98%	0,763	2%	0,121	0,883	
	12	94%	0,732	6%	0,362	1,094	
	13	88%	0,685	12%	0,724	1,409	

Tabla 1 Porcentajes de dopajes y tratamientos térmicos para el LiF y NdF<sub>3</sub>.

La ruta de síntesis usada está basada en el proceso de reacción de estado sólido, las etapas de síntesis son , de esta manera en la tabla anterior evidenciamos las masas utilizadas para la elaboración de cada pastilla, donde tenemos que para la muestra #1 es una pastilla de solo LiF, es decir nuestra pastilla está totalmente compuesta del fluoruro de litio, seguido tenemos en las pastillas #5 y #11 tenemos un 98% de composición de fluoruro de litio y un 2% de fluoruro de neodimio, en el caso de las pastilla #6 y #12 tenemos un 94% de LiF y un 6% de NdF<sub>3</sub> y en las pastillas #7 y #13 tenemos un 88% de LiF y un 12% de NdF<sub>3</sub>. Para todas las pastillas se tiene una masa molar de 0,03 moles y sobre este valor y los porcentajes de incorporación se calcularon las masas que se debían utilizar.

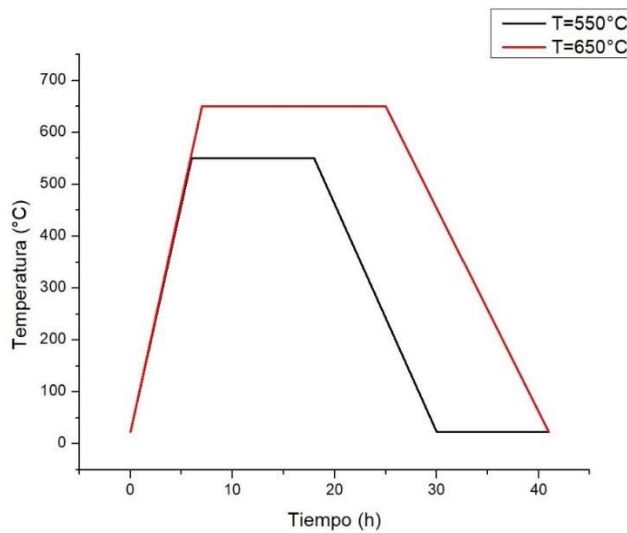
Después de tener las masas de cada pastilla se realizó la homogenización por presión usando un mortero con un tiempo de 2 horas para cada pastilla. Seguido encontramos el empastillado y prensado en moldes de 9mm trabajando una presión de 50kN. Las muestras de la serie 1,5,6 y 7 se pueden ver en la Figura 6 donde es claro como el tamaño de cada pastilla aumenta considerablemente, siendo consecuencia de las diferencias de densidad entre el LiF y el NdF<sub>3</sub> (la densidad del LiF es de  $2.64 \text{ g/cm}^3$  mientras que para el NdF<sub>3</sub> es de  $6.65 \text{ g/cm}^3$ ).



Figura 6 Pastillas de LiF con dopaje de NdF<sub>3</sub>.

En el paso del tratamiento térmico, se trabaja una temperatura de 550°C para la serie de muestras 1,5,6 y 7 mientras que para la serie de muestras 11,12 y 13 fue

de 650°C. Se utilizó un horno controlado electrónicamente que se puede ver en la Figura 8. Los tiempos a los que se expusieron las muestras 1,5,6 y 7 son de 6 horas para alcanzar la temperatura de 550°C, luego se mantuvieron durante 12 horas a esta temperatura y finalmente se dejaron durante 12 horas para llegar nuevamente a la temperatura ambiente. Para el caso de las muestras 11, 12 y 13 se tardó 7 horas para alcanzar la temperatura de 650°C, seguido se dejan a esa temperatura durante 18 horas y finalmente se dejan 16 horas para alcanzar la temperatura ambiente. En la Figura 7 se puede encontrar la gráfica de las ratas de temperatura en función del tiempo para las pastillas de LiF con incorporaciones de NdF<sub>3</sub>, se aclara que estas ratas de temperaturas se usaron también para las incorporaciones de fluoruro de lantano LaF<sub>3</sub> y de fluoruro de cerio CeF<sub>3</sub>.



*Figura 7 Tiempos de tratamientos térmicos.*

De las muestras #1, #11, #12 y #13 se sintetizaron en un molde de 3mm de diámetro para obtener unas pastillas de menor tamaño, la razón es que para esta serie de pastillas se evalúa la emisión de termoluminiscencia y con esto poder tener una primera percepción de su potencial para aplicaciones en dosimetría, estas muestras se pueden encontrar en la Figura 8 donde se tiene que la muestra inferior es la de LiF y la siguiente es con incorporaciones al 2%, 6% y 12% respectivamente.



Figura 8 Tratamiento térmico muestras a) Muestra #1, b) Muestra # 11, c) Muestra # 12 y d) Muestra # 13. Diámetros de 3mm y altura 1.05mm.

#### 4.3. Síntesis de Fluoruro de Litio (LiF) incorporando Fluoruro de Lantano (LaF<sub>3</sub>).

En la Tabla 2 encontramos las concentraciones usadas para la elaboración de las pastillas con dos tratamientos térmicos distintos, uno de 550°C y el otro de 650°C. Adicionalmente en esta serie de muestras se trabajó con una masa molar total de 0.03 moles y sobre este valor se realizaron los cálculos de porcentajes de incorporación del LaF<sub>3</sub>.

Masa Molar Total	# Muestra	LiF	Masa LiF (g)	LaF <sub>3</sub>	Masa LaF <sub>3</sub> (g)	Masa Total (g)	Tratamiento Térmico
0,03 moles	1	100%	0.778	0%	-	0,778	550 °C
	8	98%	0.508	2%	0.078	0,587	
	9	94%	0.488	6%	0.235	0.722	
	10	88%	0.457	12%	0.470	0.927	
	14	98%	0.508	2%	0.078	0.587	650°C
	15	94%	0.488	6%	0.235	0.722	
	16	88%	0.457	12%	0.470	0.927	

Tabla 2 Porcentajes de dopajes y tratamientos térmicos para el LiF y LaF<sub>3</sub>.

La ruta de síntesis usada está basada en el proceso de reacción de estado sólido, de esta manera en la tabla anterior evidenciamos las masas utilizadas para la

elaboración de cada pastilla, seguido de esto tenemos el proceso de homogenización por presión usando un mortero con un tiempo de 2 horas para cada pastilla, luego continua el empastillado en moldes de 8mm y finalmente es prensado a una misma presión para todas las pastillas de 50kN. Las muestras de la serie 1,8,9 y 10 se pueden ver en la Figura 9 donde la variación del tamaño de cada pastilla es consecuencia de las diferencias de densidad entre el LiF y el LaF<sub>3</sub> (la densidad del LiF es de  $2.64 \text{ g/cm}^3$  mientras que para el LaF<sub>3</sub> es de  $5.94 \text{ g/cm}^3$  pero no tan notable como el caso de la incorporación de fluoruro de neodimio).

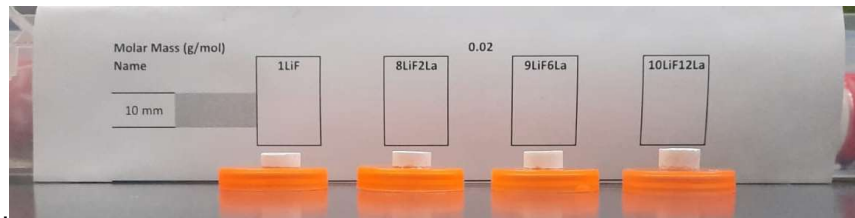


Figura 9 Pastillas de LiF con dopaje de LaF<sub>3</sub>.

En el paso del tratamiento térmico, se trabaja una temperatura de 550°C para la serie de muestras 1,8, 9 y 10 mientras que para la serie de muestras 14,15 y 16 fue de 650°C, para ello se utilizó un horno controlado electrónicamente que se puede ver en la Figura 5 e). Los tiempos a los que se expusieron las muestras 1, 8, 9 y 10 son de 6 horas para alcanzar la temperatura de 550°C, luego se mantuvieron durante 12 horas a esta temperatura 550°C y finalmente se dejaron durante 12 horas para llegar nuevamente a la temperatura ambiente. Para el caso de las muestras 14, 15 y 16 se dejan durante 7 horas para alcanzar la temperatura de 650°C, seguido se dejan a esa temperatura durante 18 horas a una temperatura de 650°C y finalmente se deja caer la temperatura durante 16 horas para alcanzar la temperatura ambiente. En la Figura 7 se puede encontrar la gráfica de las ratas de temperatura en función del tiempo para las pastillas de LiF con dopaje de LaF<sub>3</sub>.

#### 4.4. Síntesis de Fluoruro de Litio (LiF) incorporando Fluoruro de Cerio (CeF<sub>3</sub>).

En la Tabla 3 encontramos las concentraciones usadas para la elaboración de las pastillas con dos tratamientos térmicos distintos, uno de 550°C y el otro de 650°C. Adicionalmente en esta serie de muestras se trabajó con una masa molar total de 0.03 moles y sobre este valor se realizaron los cálculos de porcentajes de incorporación del CeF<sub>3</sub>.

Masa Molar Total	# Muestra	LiF	Masa LiF (g)	CeF <sub>3</sub>	Masa CeF <sub>3</sub> (g)	Masa Total (g)	Tratamiento Térmico
0,03 moles	1	100%	0.778	0%	-	0,778	550 °C
	2	98%	0.763	2%	0.118	0,881	
	3	94%	0.732	6%	0.355	1.086	
	4	88%	0.685	12%	0.710	1.394	
	17	98%	0.763	2%	0.079	0.881	650°C
	18	94%	0.732	6%	0.237	1.086	
	19	88%	0.685	12%	0.473	1.394	

Tabla 3 Porcentajes de dopajes y tratamientos térmicos para el LiF y CeF<sub>3</sub>.

La ruta de síntesis usada está basada en el proceso de reacción de estado sólido, de esta manera en la tabla anterior evidenciamos las masas utilizadas para la elaboración de cada pastilla, seguido de esto tenemos el proceso de homogenización por presión usando un mortero con un tiempo de 2 horas para cada pastilla, luego continua el empastillado en moldes de 8mm y finalmente es prensado a una misma presión para todas las pastillas de 50kN. Las muestras de la serie 1, 2, 3 y 4 se pueden ver en la donde la variación del tamaño de cada pastilla es consecuencia de las diferencias de densidad entre el LiF y el CeF<sub>3</sub> (la densidad del LiF es de  $2.64 \text{ g/cm}^3$  mientras que para el LaF<sub>3</sub> es de  $6.16 \text{ g/cm}^3$  pero no tan notable como el caso de la incorporación de fluoruro de neodimio.

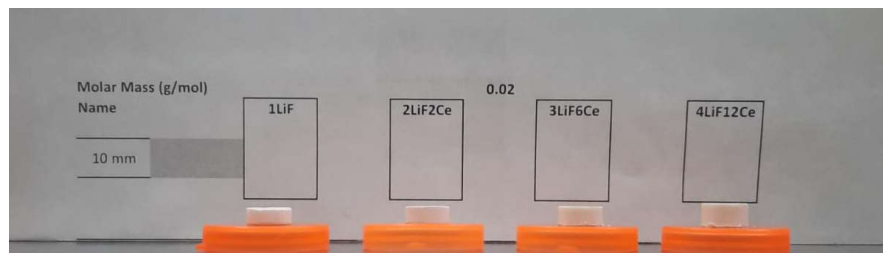


Figura 10 Pastillas de LiF con dopaje de CeF<sub>3</sub>.

En el paso del tratamiento térmico, se trabaja una temperatura de 550°C para la serie de muestras 1, 2, 3 y 4 mientras que para la serie de muestras 17, 18 y 19 fue de 650°C, para ello se utilizó un horno controlado electrónicamente que se puede ver en la Figura 5 e). Los tiempos a los que se expusieron las muestras 1, 2, 3 y 4 son de 6 horas para alcanzar la temperatura de 550°C, luego se mantuvieron durante 12 horas a esta temperatura 550°C y finalmente se dejaron durante 12 horas para llegar nuevamente a la temperatura ambiente. Para el caso de las muestras 17, 18 y 19 se dejan durante 7 horas para alcanzar la temperatura de 650°C, seguido se dejan a esa temperatura durante 18 horas a una temperatura de

650°C y finalmente se deja caer la temperatura durante 16 horas para alcanzar la temperatura ambiente. En la Figura 7 se puede encontrar la gráfica de las ratas de temperatura en función del tiempo para las pastillas de LiF con dopaje de CeF<sub>3</sub>.

## 5. Análisis de resultados.

En este capítulo encontraremos los análisis de los cambios estructurales, morfológicos, de composición, ópticos y la respuesta termoluminiscente al incorporar NdF<sub>3</sub>, CeF<sub>3</sub> y LaF<sub>3</sub> a la estructura del LiF de manera independiente por medio de la técnica de reacción de estado sólido. Las muestras analizadas en este capítulo son las que se expusieron a una mayor temperatura y tiempo de recocido siendo de 650 °C durante 18 horas, debido a que la síntesis de estas muestras presentó mejores resultados en la caracterización.

### 5.1. Caracterización estructural y cristalina (DRX).

Los materiales termoluminiscentes son capaces de ceder en forma de luz, una porción de la energía que absorben cuando son irradiados por radiación ionizante, dicha emisión de luz se da al calentarlos posterior al haber sido irradiados, la intensidad de la luz emitida es directamente relacionada con la dosis de radiación recibida por el material, por ello estos son utilizados como dosímetros. Existen diferentes tipos de materiales termoluminiscentes, que básicamente constan en esencia de un material base dopado con impurezas de ciertos átomos que les permiten aumentar sus propiedades termoluminiscentes como el Fluoruro de Litio dopado con Magnesio y Cerio entre otros [32]. En este proceso con el fin de realizar modificar la sensibilidad de respuesta óptica del LiF al ser expuesto a un campo de radiaciones ionizantes incorporándole dopantes o impurezas estructurales de manera controlada tales como Nd, La y Ce (provenientes de a partir de Fluoruros).

#### 5.1.1. Efectos estructurales de la incorporación de NdF<sub>3</sub> en LiF.

Como se observa las señales marcadas en los recuadros verdes un cambio significativo en la intensidad de picos y un leve corrimiento de posición en el pico encerrado en verde alrededor de 24° lo cual podría atribuirse a la inclusión, sustitución o interacción de una sal sobre la otra o posiblemente la difusión o intercambio de algún átomo sobre el otro ya que se genera un corrimiento hacia bajos ángulos lo que se atribuye a un aumento del tamaño de la celda lo que se puede ser causa de la sustitución o alteración de la celda unidad ya que de acuerdo en los procesos de difusión de átomos o moléculas pueden llevar a fragilización de una red cristalina, por el efecto de difusión y transporte de dislocaciones de átomos

o moléculas a lo largo de una red hacia las zonas de fragilización por efectos de temperatura, tamaño de elementos incrustados sobre la red.

Ya que estos átomos pueden interaccionar con dislocaciones estructurales reproduciéndolas o aumentando la dislocación y en otros casos promoviendo la aparición de las mismas principalmente en los intersticios o en la superficie de la red, en algunas ocasiones se da es la causa de un fallo sobre la estructura al llegar a una concentración crítica definida para cada material, para los perfiles de  $\text{NdF}_3$ , se observa una concentración del 12%. Por otro lado, para el pico DRX de  $24^\circ$  en la síntesis con una incorporación de 2% de  $\text{NdF}_3$  no se observa en el perfil se atribuye a una mayor incrustación en la estructura sobre la estructura de  $\text{LiF}$ , mientras que en la incorporación del 12% se observa más marcado la fase de  $\text{NdF}_3$  que podría estarse observando una incrustación inversa (hablando del pico DRX alrededor de  $24^\circ$ ).



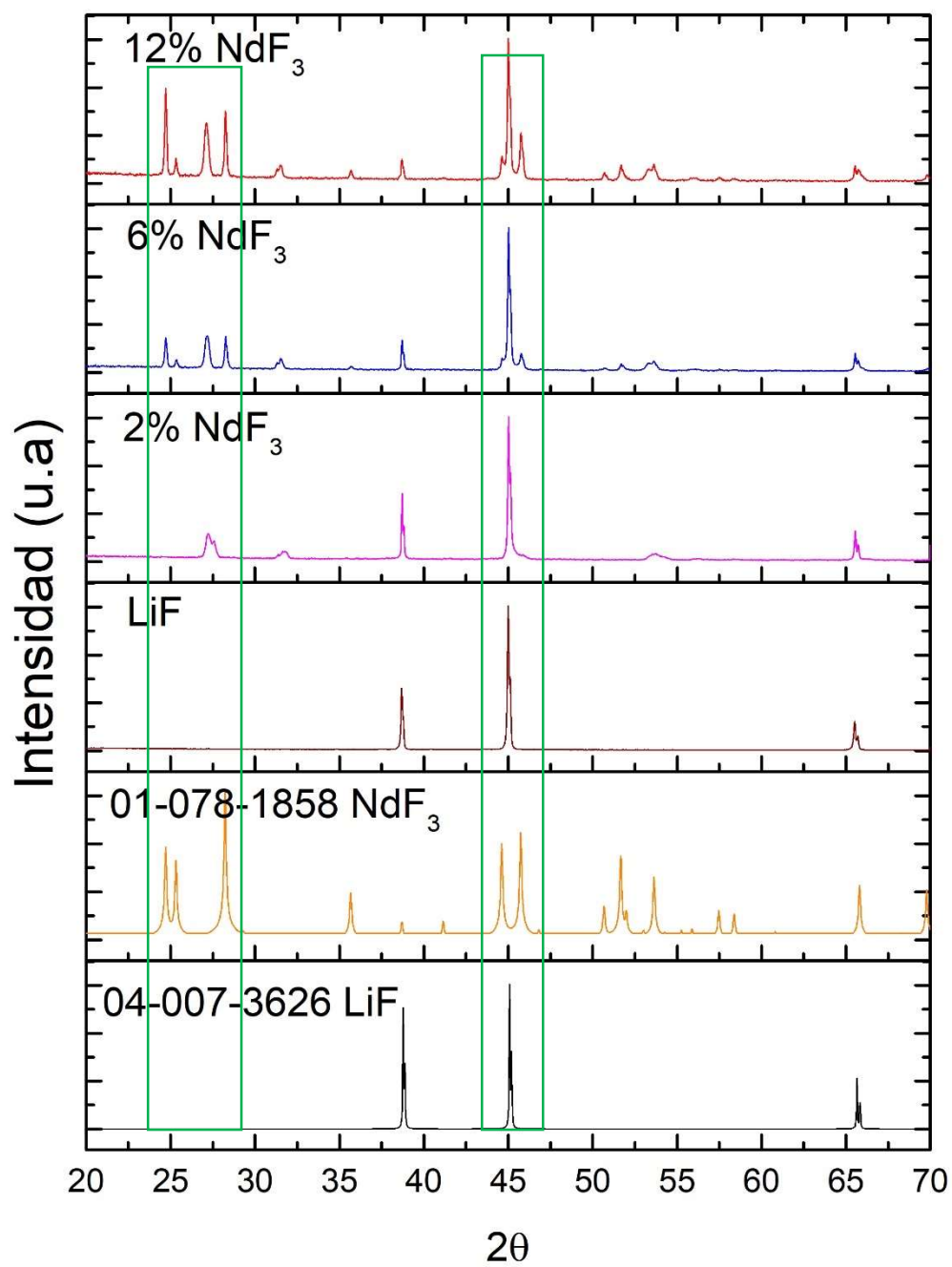


Figura 11 Patrón de difracción de LiF incorporando  $\text{NdF}_3$ .

### 5.1.2. Efectos estructurales de la incorporación de $\text{LaF}_3$ en $\text{LiF}$ .

En el caso de la incorporación de  $\text{LaF}_3$  se observa que a medida que aumenta el porcentaje se tiene una mayor eficiencia en la incrustación e intensidad de la fase de  $\text{LaF}_3$ , esto se puede evidenciar en como los picos cerca de los  $25^\circ$  se vuelven cada vez más intensos. Por otro lado, la alteración de la forma e intensidad del pico principal del  $\text{LiF}$  alrededor de  $45^\circ$  indica que si se está generando una dislocación o cambio en la estructura que puede ser por la difusión de átomos y moléculas nuevas en la estructura o posibles sustituciones.

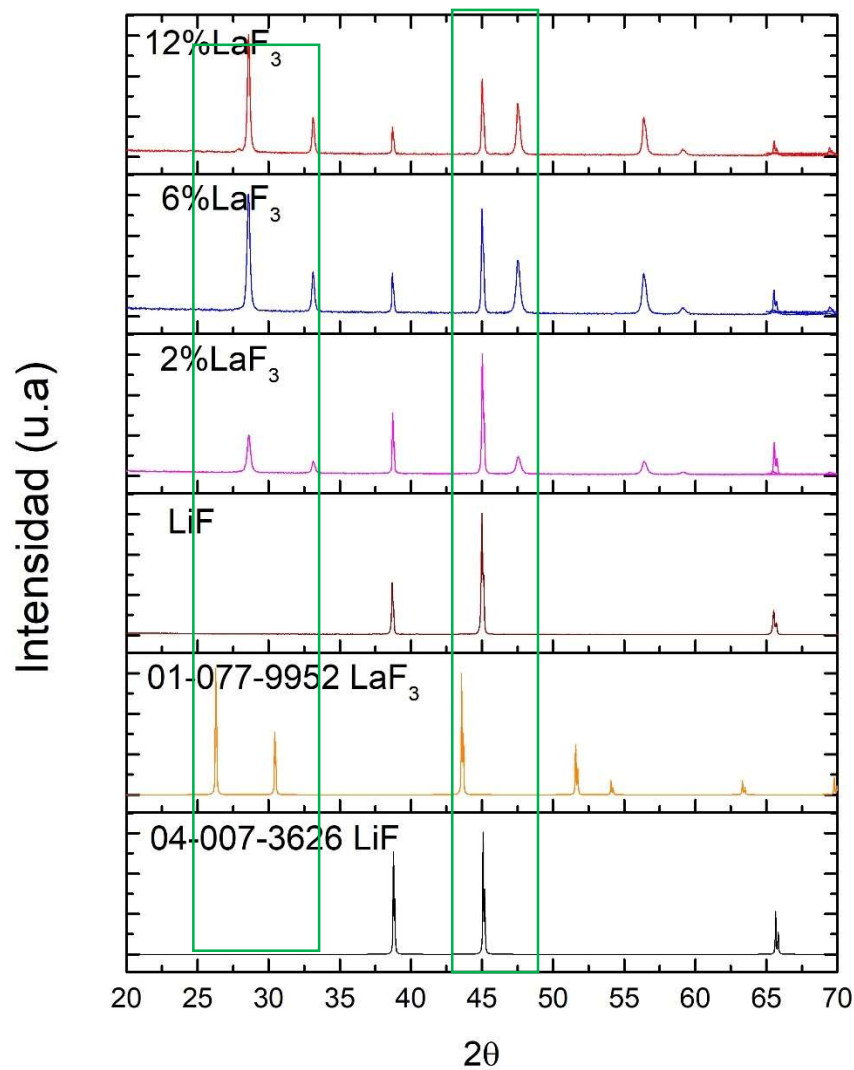


Figura 12 Patrón de difracción de  $\text{LiF}$  incorporando  $\text{LaF}_3$ .

### 5.1.3. Efectos estructurales de la incorporación de $\text{CeF}_3$ en LiF.

De manera similar a los ensayos de  $\text{NdF}_3$  y  $\text{LaF}_3$ , para el  $\text{CeF}_3$  se observa un aumento de la intensidad de los picos del LiF alrededor de  $45^\circ$ , en cambio el pico correspondiente de  $\text{CeF}_3$  alrededor de  $25^\circ$  no se observa en la mezcla, lo que nos permite intuir que se realizó de manera más eficiente la incrustación de  $\text{CeF}_3$  que el Nd, pero el efecto es mayor para el 6% y 12% para el  $\text{CeF}_3$ . Se puede evidenciar la presencia de las fases de LiF y  $\text{CeF}_3$  sin importar los porcentajes de incorporación.

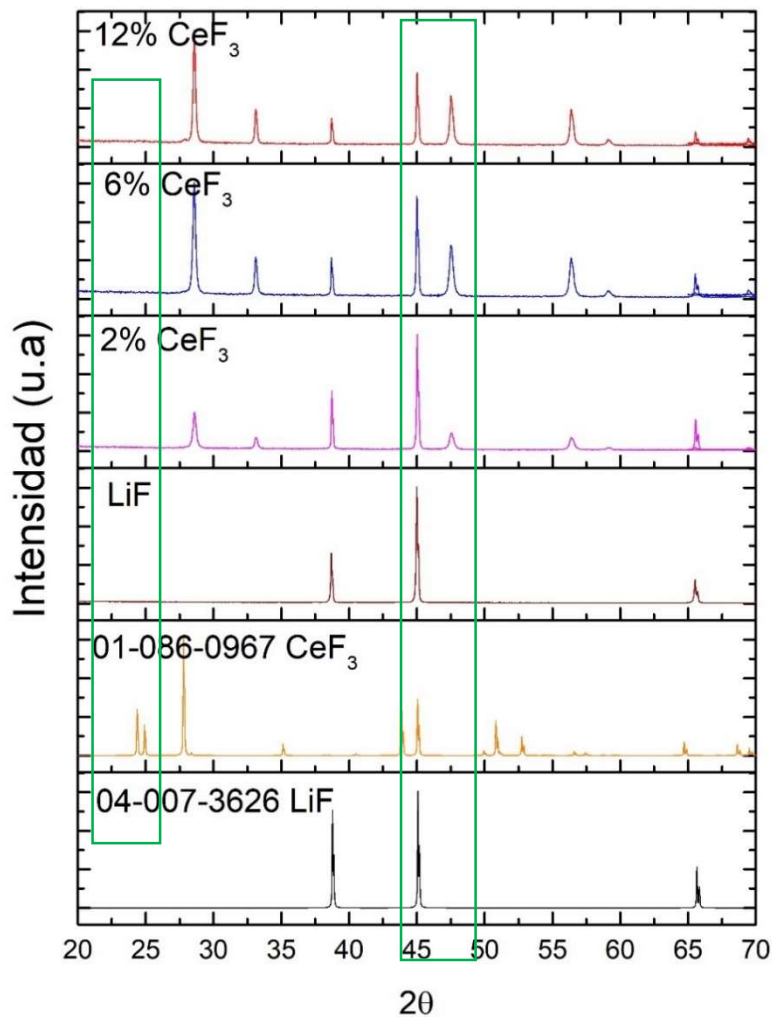


Figura 13 Patrón de difracción de LiF incorporando  $\text{CeF}_3$

## 5.2. Caracterización morfológica y composición (SEM - EDX).

En esta sección encontraremos las imágenes SEM de electrones secundarios y retrodispersados del compuesto LiF con las incorporaciones independientes de  $\text{NdF}_3$ ,  $\text{LaF}_3$  y  $\text{CeF}_3$  y porcentajes de incorporación para cada uno de 2%, 6% y 12%. Por otro lado, las imágenes presentadas están a una escala de 20  $\mu\text{m}$  mientras que en los anexos podemos encontrar las imágenes a una escala de 100  $\mu\text{m}$ .

Usando el software de análisis de imagen Image J, se hace un análisis de las imágenes SEM BSE de las muestras de fluoruro de litio con incorporaciones de fluoruro de neodimio, fluoruro de lantano y fluoruro de cerio. Este análisis consta de una distribución de escala de grises que encontramos en la Figura 14, de tal manera tenemos que la cero detección de electrones BSE se da cuando la intensidad es cero (píxeles negros), mientras que la máxima detección de electrones BSE es cuando la intensidad se focaliza cerca del 255 (la escala de grises va del cero al 255 siendo negro y blanco los extremos respectivamente). A esta distribución de grises están fuertemente relacionados con el coeficiente  $\eta$  de electrones retrodispersados, para ello se procede a normalizar la variable de la escala de grises y el pico máximo de intensidad obtenido de las imágenes BSE. De esta manera, podremos evaluar la influencia de la incorporación del material en la señal de los electrones BSE o en otras palabras en su coeficiente de electrones retrodispersados. Por último, se realiza una simulación Monte Carlo por medio del software CASINO buscando las trayectorias y volúmenes de interacción de los electrones secundarios y retrodispersados de cada material dependiendo de los elementos que lo componen y su coeficiente de electrones retrodispersados.

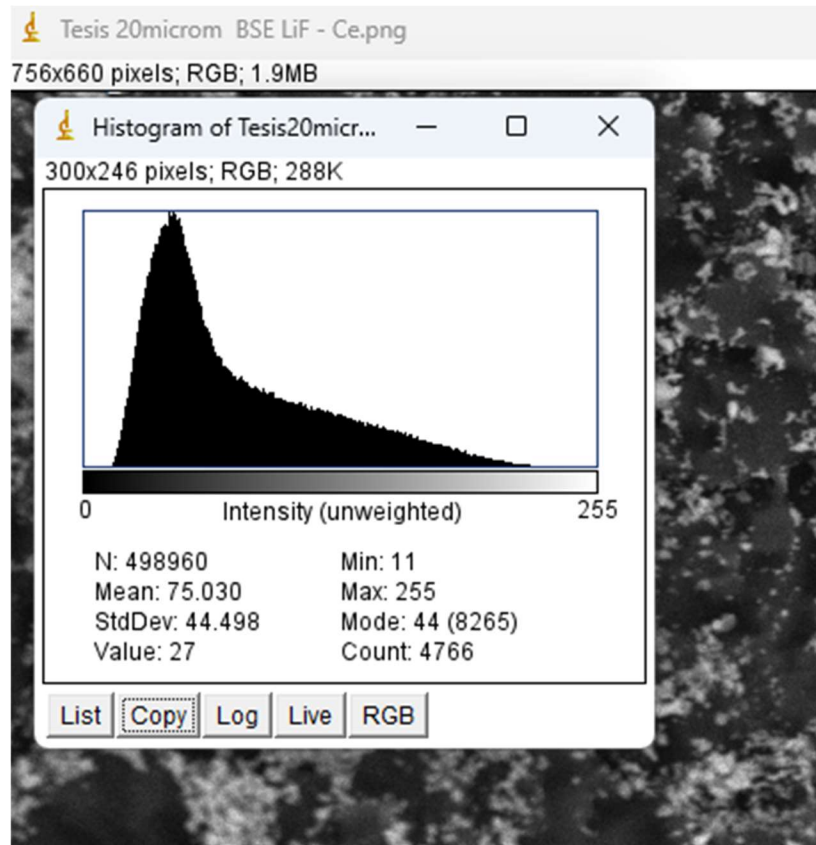


Figura 14 Software Image J Análisis escala de grises para imágenes SEM BSE LiF con incorporación de  $\text{LaF}_3$

Así mismo, encontraremos los resultados de EDX realizadas donde se puede reconocer los elementos químicos que componen la muestra, así como sus respectivos pesos. De esta manera, se pueden corroborar con los resultados de esta caracterización donde podremos evaluar los porcentajes del peso molar de cada átomo dependiendo los pesos de los elementos que componen a las muestras y así evidenciar los porcentajes teóricos y los experimentales calculados por medio de la fluorescencia de rayos x, de esta manera corroboramos los porcentajes de dopajes que se buscaban sintetizar en pastillas por medio del método de reacción de estado sólido para el caso del LiF con sus respectivas incorporaciones. Se debe aclarar que la técnica de EDX tiene una limitante para átomos de muy bajo número atómico, ya que esta técnica es funcional para átomos del nivel de energía k que no son de valencia, en el caso del Litio solo tiene un nivel y por ende su respuesta es muy baja o nula.

### 5.2.1. Efectos morfológicos y composición LiF con incorporación de $\text{NdF}_3$ .

En la Figura 15 encontramos la imagen SEM de los electrones secundarios a una escala de  $20 \mu\text{m}$  del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de  $\text{NdF}_3$ , en la imagen a)

encontramos una distribución rectangular que varía de  $5\ \mu\text{m}$  a  $10\ \mu\text{m}$  del compuesto LiF sin incorporaciones, esto nos indica la distribución cubica del compuesto y adicionalmente se tiene que la diferencia de tamaño de granos se debe al método de síntesis.

En la parte B de la imagen encontramos como el  $\text{NdF}_3$  empieza a rodear al LiF, esta característica se halló en los difractogramas, en donde encontramos que en las muestras con incorporaciones de  $\text{NdF}_3$  se conservaban las dos fases de los materiales usados, así como un ensanchamiento en los picos lo que indicaba unas dislocaciones en las estructuras del LiF, estas dislocaciones se pueden asociar en las imágenes de SEM al aumento de  $\text{NdF}_3$  y como este empieza a envolver los granos de LiF al punto de adicionarse a las estructuras de manera desorganizada. Para el caso de los porcentajes de incorporación de 6% y 12% vemos como el Neodimio empieza a incrustarse de manera no uniforme alrededor de las estructuras del LiF.

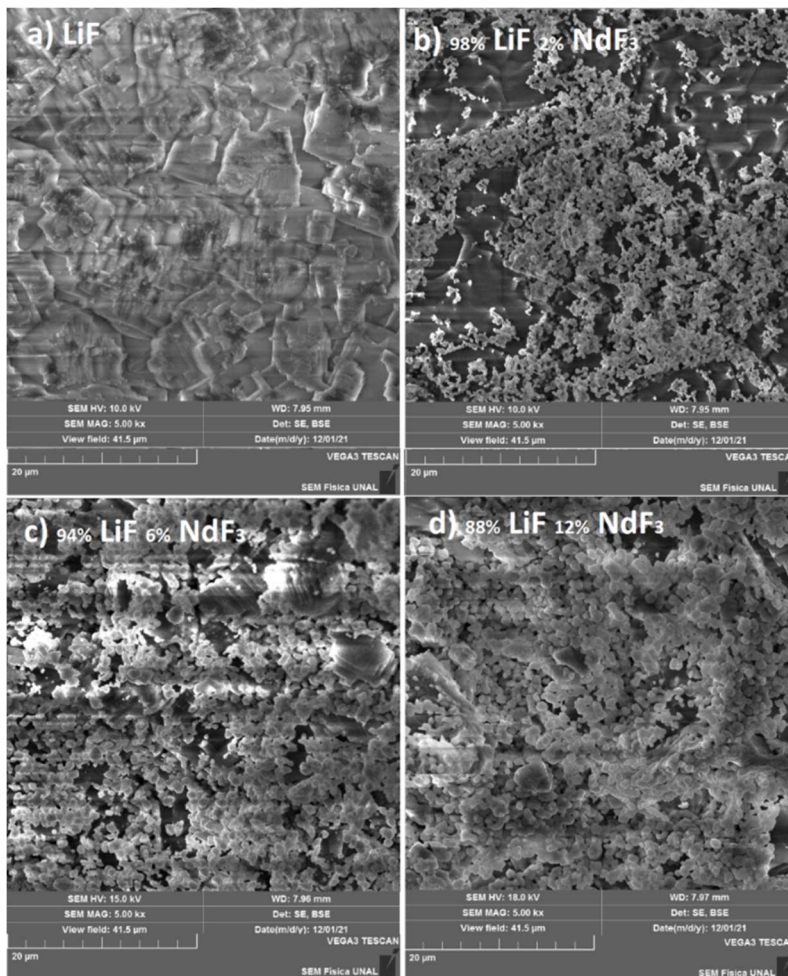


Figura 15 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala  $20\ \mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2%  $\text{NdF}_3$ , c) 94% LiF 6%  $\text{NdF}_3$  y d) 88% LiF 12%  $\text{NdF}_3$ .

En la Figura 16 encontramos las imágenes SEM de los electrones retrodispersados a una escala de  $20\ \mu\text{m}$  del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de  $\text{NdF}_3$ , una característica importante es que entendiendo que esta imagen se forma con los electrones generados por el equipo y de alta energía, son electrones que viajan por la muestra y son recolectados luego por el detector, luego si analizamos en escala de grises podemos evidenciar como para el compuesto LiF tenemos una baja recolección de estos electrones por su escala gris, sin embargo al momento de adicionar un 2% de  $\text{NdF}_3$  podemos ver disminuye la cantidad de pixeles grises para así dar espacio a una gran cantidad de vacíos de detección (manchas negras) y esto va disminuyendo a medida que se aumenta el porcentaje de incorporación. Un aspecto importante de estos cambios de grises el hecho de el atrapamiento de electrones en niveles intermedios (un atrapamiento o pérdida de energía máximo en el 2%) y después una disminución de esta señal a medida que aumenta el dopaje, este resultado se verifica en la respuesta de termoluminiscencia donde el material presenta una alta respuesta de emisión TL en el dopaje del 2% y luego un decaimiento progresivo.

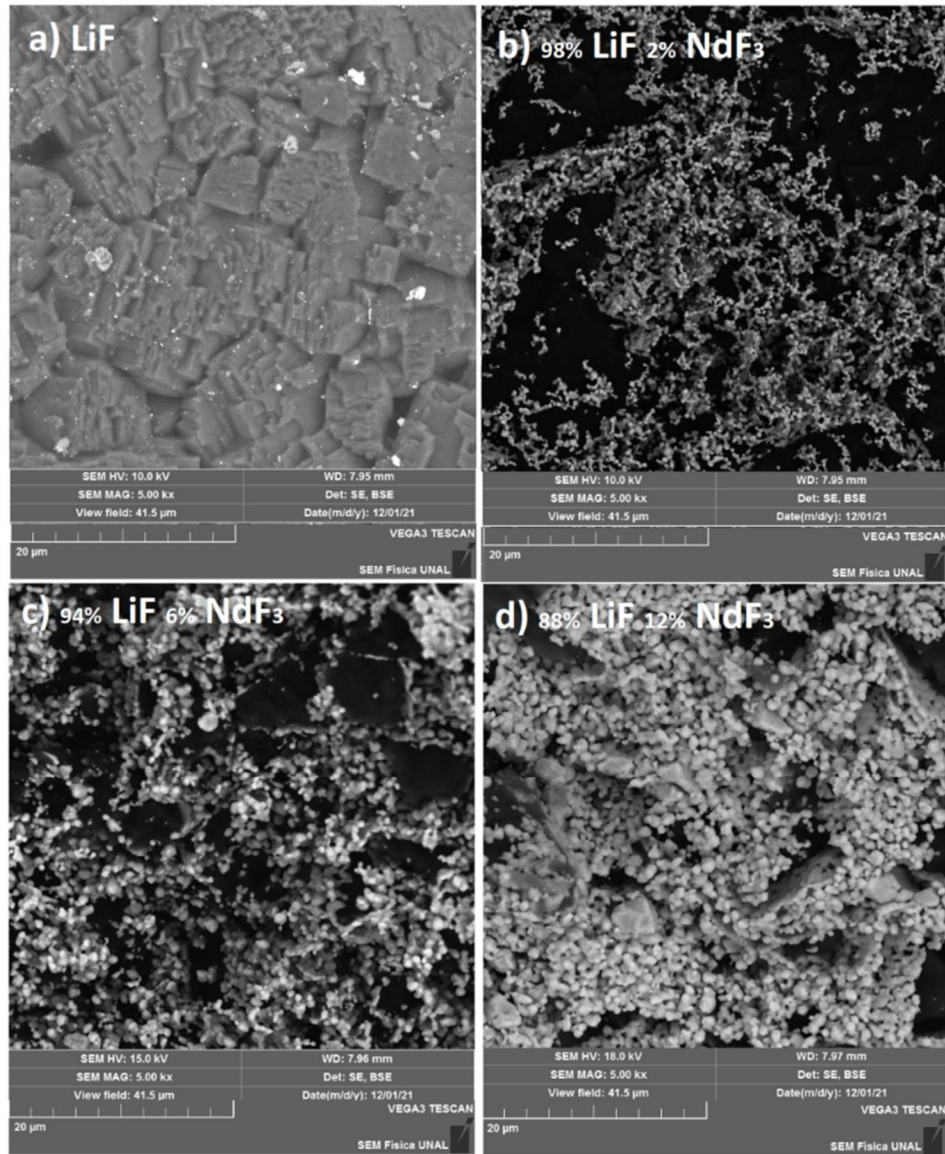


Figura 16 Imágenes SEM electrones retrodispersados – barra de escala 20 µm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% NdF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6% NdF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% NdF<sub>3</sub>.



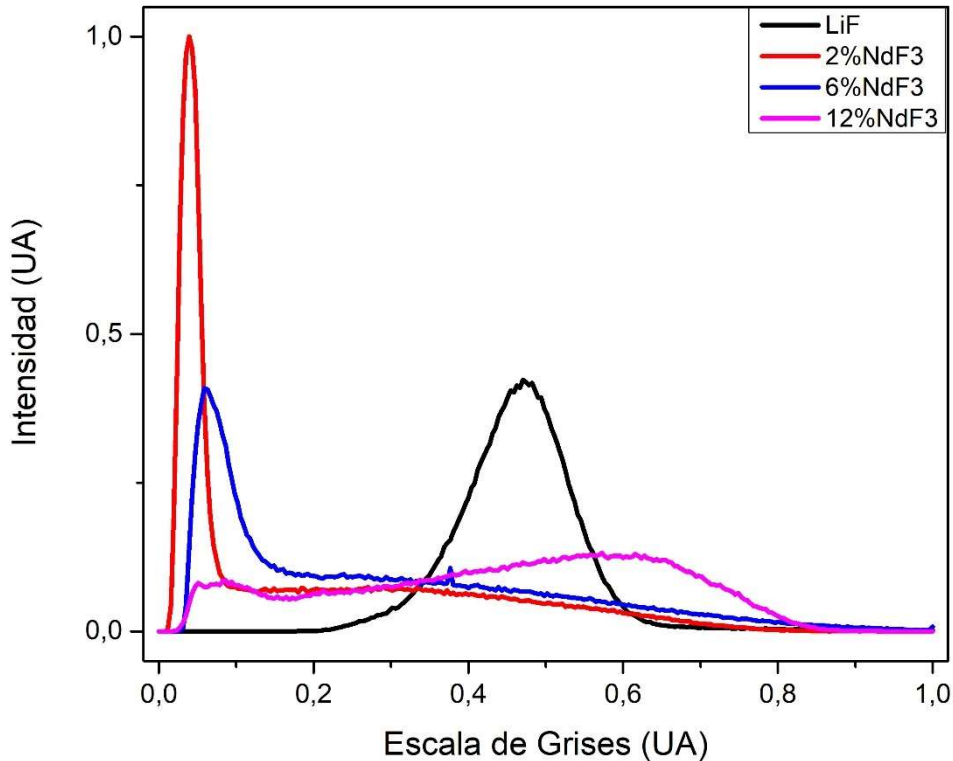


Figura 17 Intensidad señal electrones BSE LiF con incorporaciones de  $\text{NdF}_3$ .

Este resultado se corrobora con el análisis de escala de grises de las imágenes SEM-BSE del material, como podemos ver en las curvas de la Figura 17, en la cual partiendo del espectro del fluoruro de litio vemos que cuando incorporamos un 2% de fluoruro de neodimio obtenemos un corrimiento hacia la izquierda (mayor absorción de electrones retrodispersados, es decir un bajo  $\eta$ ) y una mejor eficiencia, sin embargo, cuando el porcentaje aumenta al 6% y 12% vuelve a tenerse un corrimiento hacia la derecha y deformación en la distribución de la señal (esto implica una mayor cantidad de fases en el material así mismo como una gran variedad de coeficientes de dispersión y una eficiencia menor en la señal). Realizando una deconvolución a estos espectros podemos encontrar los coeficientes  $\eta$  presentes en nuestras muestras, el cual se relaciona con la media ( $\mu$ ) de cada distribución normal de la deconvolución. Ya que en algunos casos tendremos dos o tres distribuciones normales se calcula el  $\eta$  promedio dependiendo del peso de la intensidad de la señal de cada pico.

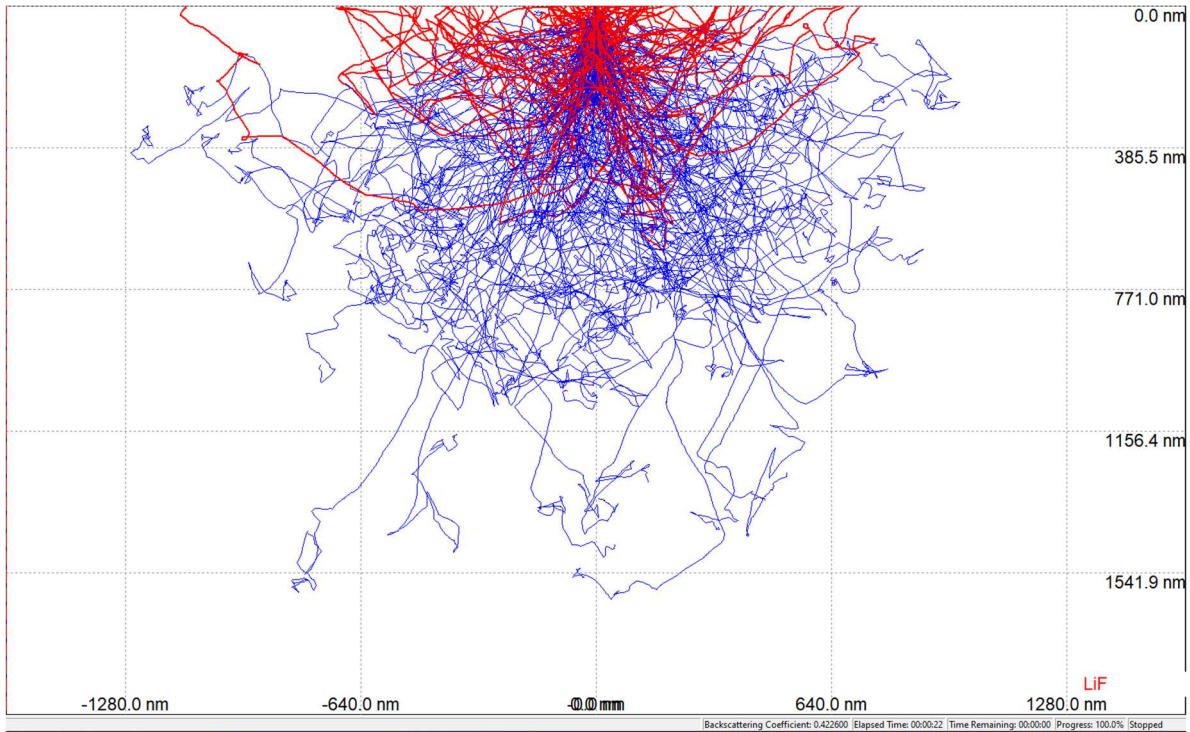


Figura 18 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF.

En la Tabla 4 podemos encontrar los diferentes valores de los coeficientes de electrones retrodispersados para el caso de LiF con incorporaciones de  $\text{NdF}_3$ , de los cuales destacamos una única fase en las pastillas de LiF con un  $\eta = 46.7\%$ , el cual se ve altamente influenciado cuando se aplica las incorporaciones de fluoruro de neodimio bajando este coeficiente a  $\eta_{prom} = 6.0\%$  para el caso de la incorporación del 2% y aumentando para los casos del 6% y 12% a  $\eta_{prom} = 10.4\%$  y  $\eta_{prom} = 13.6\%$  respectivamente. Este resultado es de gran importancia porque en una primera instancia nos indica el aumento de fases (dos fases para las incorporaciones del 2% y 6%) y tres fases para el caso del 12%. Por otro lado, de la Figura 17 se puede notar un aumento de señal del 236% cuando al LiF se incorpora un 2% de  $\text{NdF}_3$ , seguido de un decaimiento de señal del orden de la señal de LiF y terminando en una disminución de señal a un 96% para el caso del 6% y del 31% para el caso del 12%.

En la Figura 18 encontramos la simulación CASINO – Monte Carlo de la interacción entre el haz de electrones y la muestra, los parámetros de simulación es un haz de 20keV, el número de electrones del haz es de 10000 y un ángulo de interacción de cero grados. Se puede identificar los recorridos los electrones retrodispersados de color rojo y los electrones secundarios de color azul. De esta simulación se puede inferir el coeficiente de electrones retrodispersados BSE  $\eta = 46.7\%$  para el LiF, lo cual nos indica una característica importante que es el atrapamiento de energía del

material. En la Figura 19 encontramos el volumen de interacción de los electrones sobre la muestra de LiF obtenido de la simulación, donde encontramos que el 90% de los electrones del haz no alcanzan una profundidad mayor de  $156\text{nm}$  y solo un 5% alcanza una profundidad máxima de  $963\text{nm}$ .

% de incorporación $\text{NdF}_3$ al LiF	Altura Máx	$\mu_1(\%)$	$\mu_2(\%)$	$\mu_3(\%)$	$\eta_{prom}$
0% $\text{NdF}_3$	0.43	$46.7 \pm 0.1$	–	–	46.7%
2% $\text{NdF}_3$	1.00	$3.9 \pm 0.1$	$32.7 \pm .02$	–	6.0%
6% $\text{NdF}_3$	0.41	$6.0 \pm 0.1$	$25.6 \pm 0.1$	–	10.4%
12% $\text{NdF}_3$	0.13	$7.1 \pm 0.1$	$36.1 \pm 0.2$	$57.8 \pm 0.1$	13.6%

Tabla 4 Influencia de la incorporación del  $\text{NdF}_3$  en el LiF en los Coeficientes de electrones retrodispersados.

Se realizaron las simulaciones de todas las incorporaciones las cuales se pueden encontrar en el anexo del documento, sin embargo, nos centraremos en la de más bajo  $\eta_{prom} = 6.0\%$  que es cuando se incorpora un 2% de  $\text{NdF}_3$ , en la Figura 20 podemos encontrar la simulación con un  $\eta = 6.8\%$ , lo que nos indica una baja emisión de electrones retrodispersados o una gran absorción de estos electrones. Por otro lado, en la Figura 21 podemos evidenciar como el 90% de los electrones que interactúan en la muestra alcanzan una profundidad de  $1.06\mu\text{m}$ , es decir 679% de mayor profundidad de interacción que en el caso del LiF, esto es un resultado importante porque nos corrobora como mejora la absorción de energía para el caso del 2% de fluoruro de neodimio.

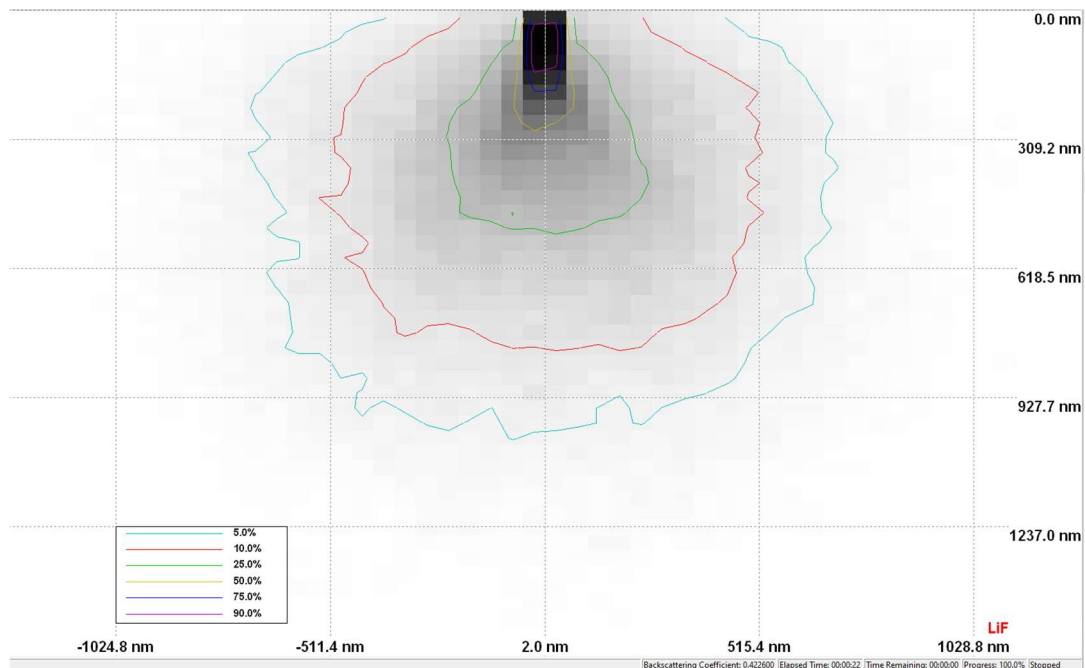


Figura 19 Volumen de interacción en el LiF.

La composición elemental del LiF incorporando  $\text{NdF}_3$  al 2%, 6% y 12% se puede encontrar en la Tabla 5, donde evidenciamos que los valores calculados teóricamente para realizar las incorporaciones se pueden corroborar en las medidas de EDX, de esta manera podemos asegurar que el porcentaje que se esperaba incorporar se encuentra dentro de los rangos esperados.

Peso experimental %.		Composición elemental %.		
LiF	$\text{NdF}_3$	F	Nd	Li
100	0	$99.96 \pm 0.4$	-	$0.04 \pm 0.03$
98	2	$98.17 \pm 1.6$	$1.83 \pm 0.35$	-
94	6	$94.12 \pm 1.05$	$5.88 \pm 0.82$	-
88	12	$86.72 \pm 5.15$	$13.28 \pm 1.18$	-

Tabla 5 Medidas EDX del LiF incorporando  $\text{NdF}_3$ .

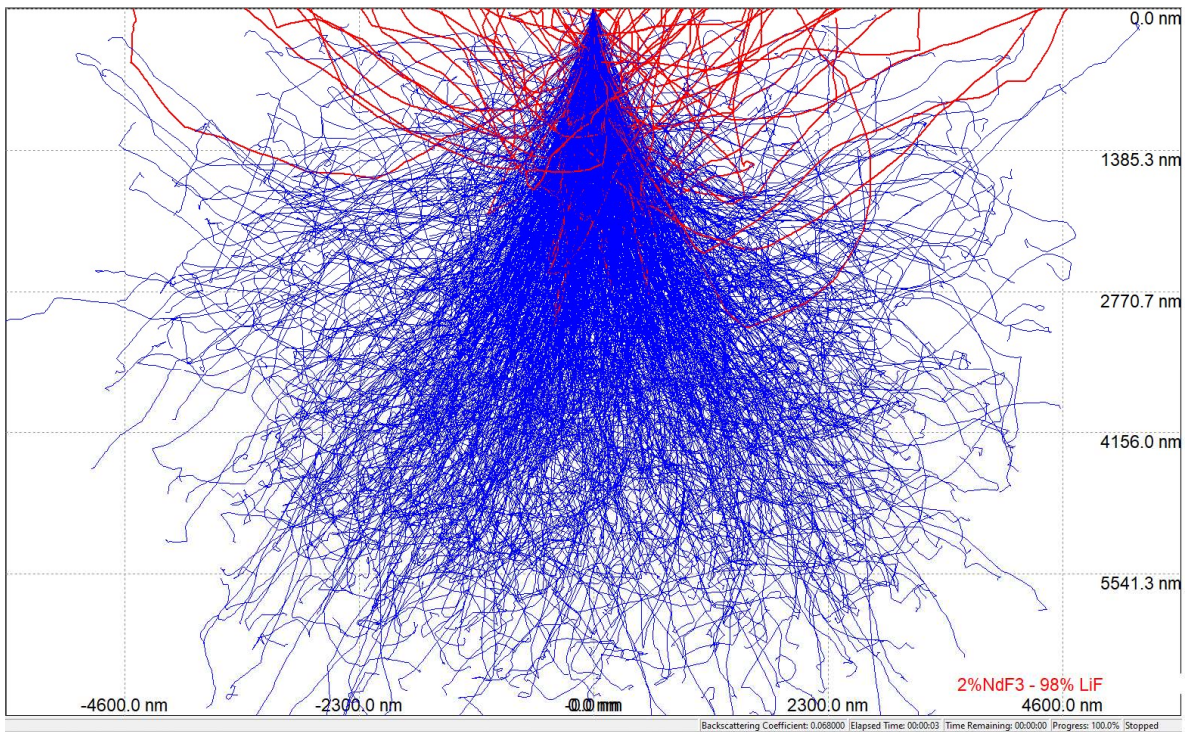


Figura 20 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a  $0^\circ$  en LiF con incorporación de 2% de  $\text{NdF}_3$ .

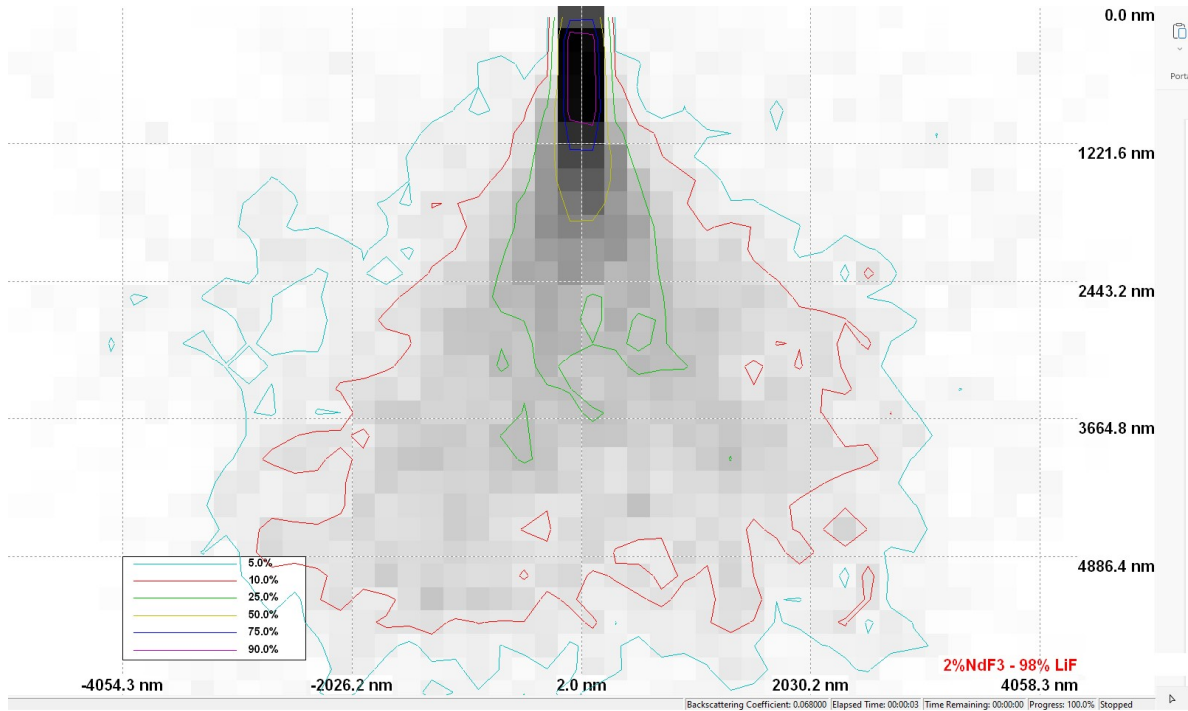


Figura 21 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 2% de NdF<sub>3</sub>.

### 5.2.2. Efectos morfológicos y composición LiF con incorporación de LaF<sub>3</sub>.

En la Figura 22 encontramos la imagen SEM de los electrones secundarios a una escala de 20  $\mu\text{m}$  del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de LaF<sub>3</sub>, en la imagen a) encontramos una distribución rectangular que varía de 5  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$  del compuesto LiF sin incorporaciones, esto nos indica la distribución cubica del compuesto y adicionalmente se tiene que la diferencia de tamaño de granos se debe al método de síntesis.

En la parte B de la imagen encontramos como el LaF<sub>3</sub> empieza a recubrir al LiF, esta característica se halló en los difractogramas, en donde encontramos que en las muestras con incorporaciones de LaF<sub>3</sub> se conservaban las dos fases de los materiales usados, así como un ensanchamiento y desplazamiento hacia ángulos mayores en algunos picos, lo que indicaba unas dislocaciones en las estructuras del LiF, estas dislocaciones se pueden asociar en las imágenes de SEM al aumento de LaF<sub>3</sub> y como este empieza a envolver los granos de LiF al punto de adicionarse a las estructuras de manera desorganizada. Para el caso de los porcentajes de incorporación de 6% y 12% vemos como el fluoruro de lantano empieza a incrustarse de manera no uniforme alrededor de las estructuras del LiF y empezando a predominar su estructura.

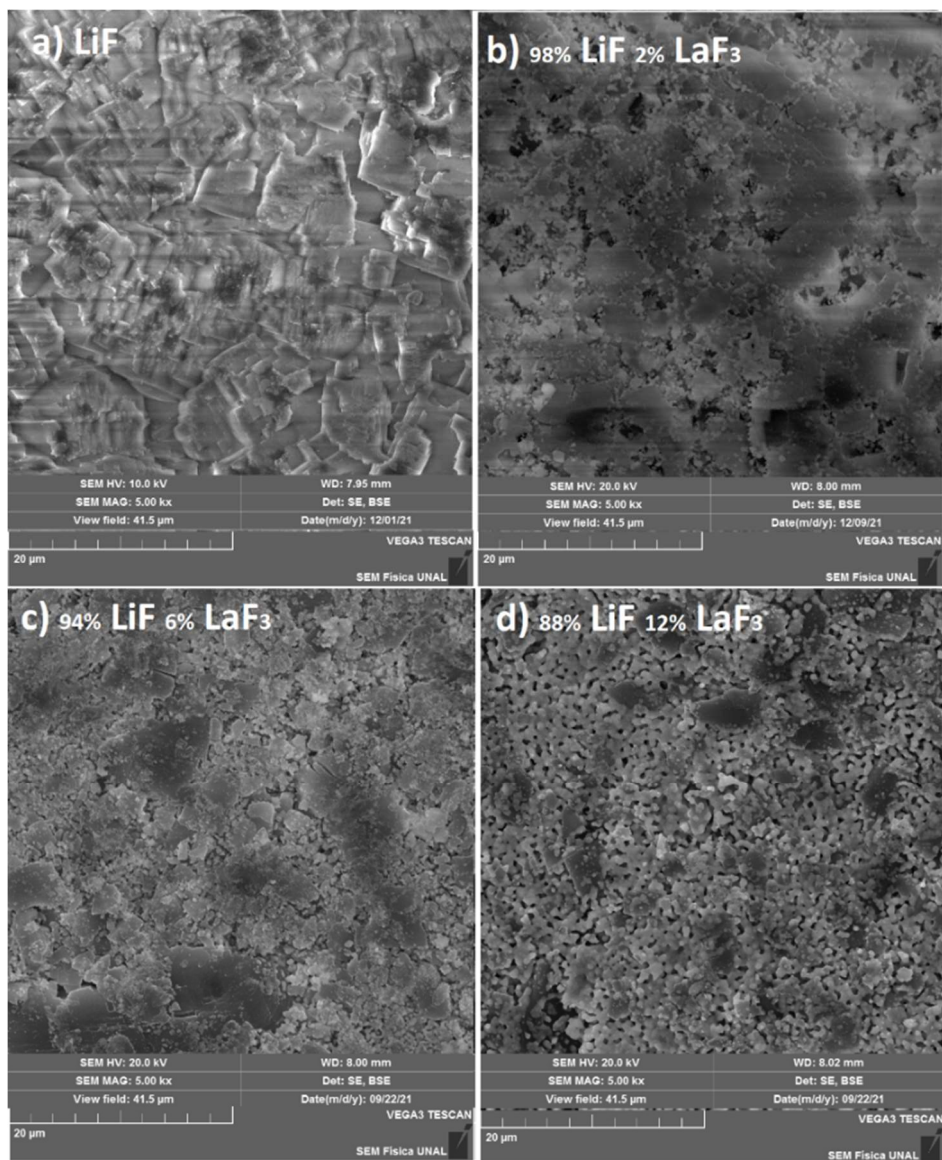


Figura 22 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 20 µm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% LaF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6%LaF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12LaF<sub>3</sub>.

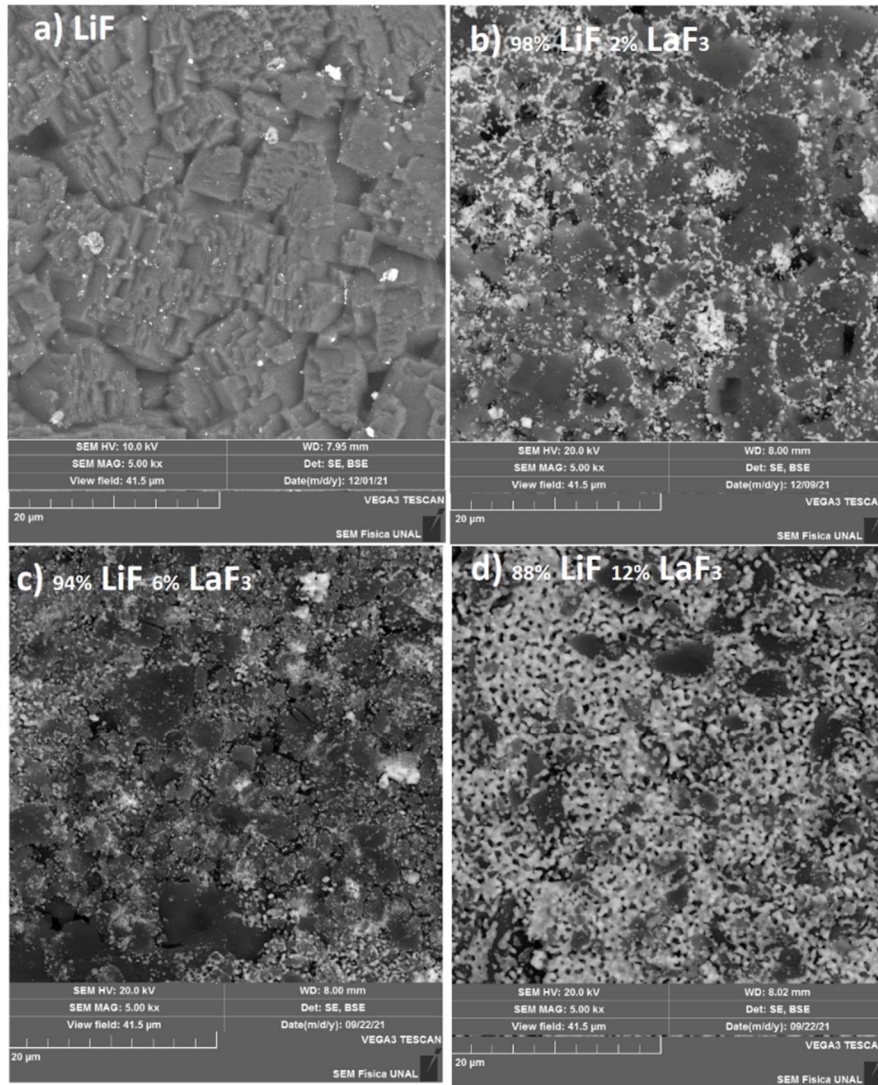


Figura 23 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 20  $\mu\text{m}$ . a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% LaF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6%LaF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12LaF<sub>3</sub>.

En la Figura 23 encontramos las imágenes SEM de los electrones retrodispersados a una escala de 20  $\mu\text{m}$  del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de LaF<sub>3</sub>, una característica importante es que entendiendo que esta imagen se forma con los electrones generados por el equipo y de alta energía, son electrones que viajan por la muestra y son recolectados luego por el detector, luego si analizamos en escala de grises podemos evidenciar como para el compuesto LiF tenemos una baja recolección de estos electrones por su escala gris, sin embargo al momento de adicionar un 2% de LaF<sub>3</sub> podemos ver el aumento de pixeles más claros, lo que significa una mejora en la señal, es decir una mayor cantidad de electrones BSE, sin embargo este efecto se ve drásticamente afectado cuando la incorporación es del 6%, ya que empezamos a encontrar una mayor cantidad de tonos oscuros o vacíos de detección (manchas negras). Un aspecto importante de estos cambios de intensidad es el hecho de el atrapamiento de electrones en niveles intermedios (un

atrapamiento o pérdida de energía máximo en el 6%) y después una disminución de esta señal a medida que aumenta el dopaje, este resultado se verifica en la respuesta de termoluminiscencia donde el material presenta una alta respuesta de emisión TL en el dopaje del 6% y luego un decaimiento.

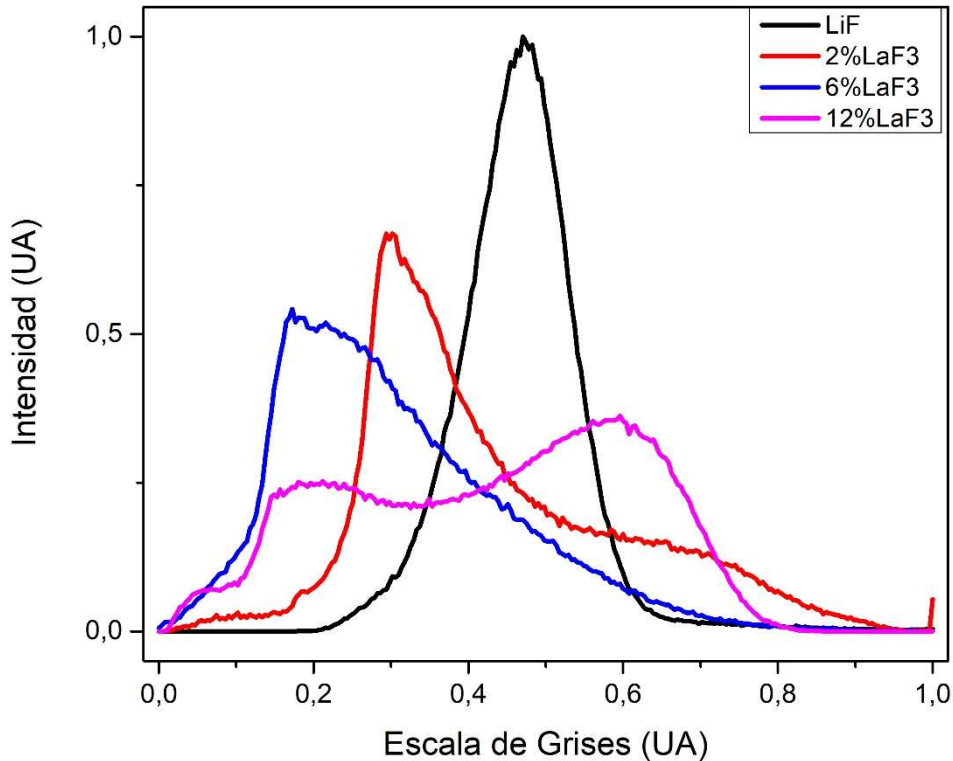


Figura 24 Intensidad señal electrones BSE LiF con incorporaciones de LaF<sub>3</sub>.

Este resultado se corrobora con el análisis de escala de grises de las imágenes SEM-BSE del material, como podemos ver en las curvas de la Figura 24, en la cual partiendo del espectro del fluoruro de litio vemos que cuando incorporamos un 2% de fluoruro de lantano obtenemos un corrimiento hacia la izquierda (mayor absorción de electrones retrodispersados, es decir un bajo  $\eta$ ) y una menor eficiencia, cuando el porcentaje aumenta al 6% y 12% vuelve a tenerse un corrimiento hacia la izquierda y derecha respectivamente, así mismo, una deformación en la distribución de la señal (esto implica una mayor cantidad de fases en el material y una gran variedad de coeficientes de dispersión y una eficiencia menor en la señal). Realizando una deconvolución a estos espectros podemos encontrar los coeficientes  $\eta$  presentes en nuestras muestras, el cual se relaciona con la media ( $\mu$ ) de cada distribución normal de la deconvolución. Ya que en algunos casos tendremos dos o tres distribuciones normales se calcula el  $\eta$  promedio dependiendo del peso de la intensidad de la señal de cada pico.



En la Tabla 6 podemos encontrar los diferentes valores de los coeficientes de electrones retrodispersados para el caso de LiF con incorporaciones de LaF<sub>3</sub>, de los cuales destacamos una única fase en las pastillas de LiF con un  $\eta = 46.7\%$ , el cual se ve altamente influenciado cuando se aplica las incorporaciones de fluoruro de lantano bajando este coeficiente a  $\eta_{prom} = 36.7\%$  para el caso de la incorporación del 2% LaF<sub>3</sub>, seguido de los casos del 6% y 12% a  $\eta_{prom} = 25.8\%$  y  $\eta_{prom} = 43.7\%$  respectivamente. Este resultado es de gran importancia porque en una primera instancia nos indica el aumento de fases (dos fases para las incorporaciones). Por otro lado, de la Figura 24 se puede notar una disminución de señal del 67% cuando al LiF se incorpora un 2% de LaF<sub>3</sub>, seguido de un decaimiento de señal del orden de 54% para el caso del 6% LaF<sub>3</sub> y finalizando con un 36% para el caso del 12% LaF<sub>3</sub>.

% de incorporación LaF <sub>3</sub> al LiF	Altura Máx	$\mu_1$ (%)	$\mu_2$ (%)	$\eta_{prom}$
0% LaF <sub>3</sub>	1.00	46.7 ± 0.1	–	46.7%
2% LaF <sub>3</sub>	0.66	32.0 ± 0.2	50.2 ± 2.7	36.7%
6% LaF <sub>3</sub>	0.54	19.9 ± 0.5	33.5 ± 2.3	25.8%
12% LaF <sub>3</sub>	0.36	24.4 ± 0.8	56.8 ± 0.5	43.7%

*Tabla 6 Influencia de la incorporación del LaF<sub>3</sub> en el LiF en los Coeficientes de electrones retrodispersados.*

Se realizaron las simulaciones de todas las incorporaciones las cuales se pueden encontrar en el anexo del documento, sin embargo, nos centraremos en la de más bajo  $\eta_{prom} = 25.8\%$  que es cuando se incorpora un 6% de LaF<sub>3</sub>, en la Figura 25 podemos encontrar la simulación con un  $\eta = 28.5\%$ , lo que nos indica una baja emisión de electrones retrodispersados o una gran absorción de estos electrones. Por otro lado, en la Figura 26 podemos evidenciar como el 90% de los electrones que interactúan en la muestra alcanzan una profundidad de 765nm, es decir 496% de mayor profundidad de interacción que en el caso del LiF, esto es un resultado importante porque nos corrobora como mejora la absorción de energía para el caso del 6% de fluoruro de lantano.

Peso experimental %.		Composición elemental %.		
LiF	LaF <sub>3</sub>	F	La	Li
100	0	99.96 ± 0.4	-	0.04 ± 0.03
98	2	97.10 ± 0.22	2.76 ± 0.46	0.13 ± 0.03
94	6	93.47 ± 3.62	6.47 ± 0.94	0.05 ± 0.03
88	12	88.84 ± 5.64	11.09 ± 1.14	0.07 ± 0.03

*Tabla 7 Medidas EDX del LiF incorporando LaF<sub>3</sub>.*

La composición elemental del LiF incorporando  $\text{LaF}_3$  al 2%, 6% y 12% se puede encontrar en la Tabla 7Tabla 5, donde evidenciamos que los valores calculados teóricamente para realizar las incorporaciones se pueden corroborar en las medidas de EDX, de esta manera podemos asegurar que el porcentaje que se esperaba incorporar se encuentra dentro de los rangos esperados.

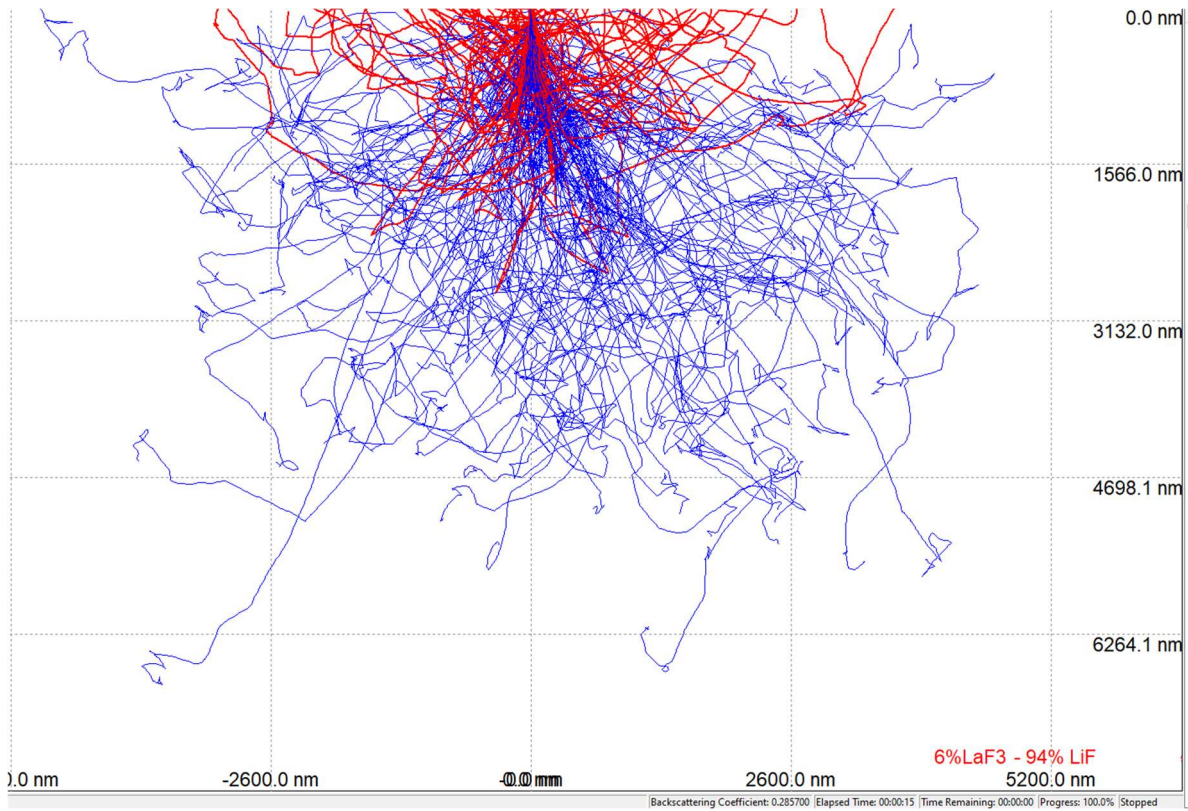


Figura 25 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 6% de  $\text{LaF}_3$

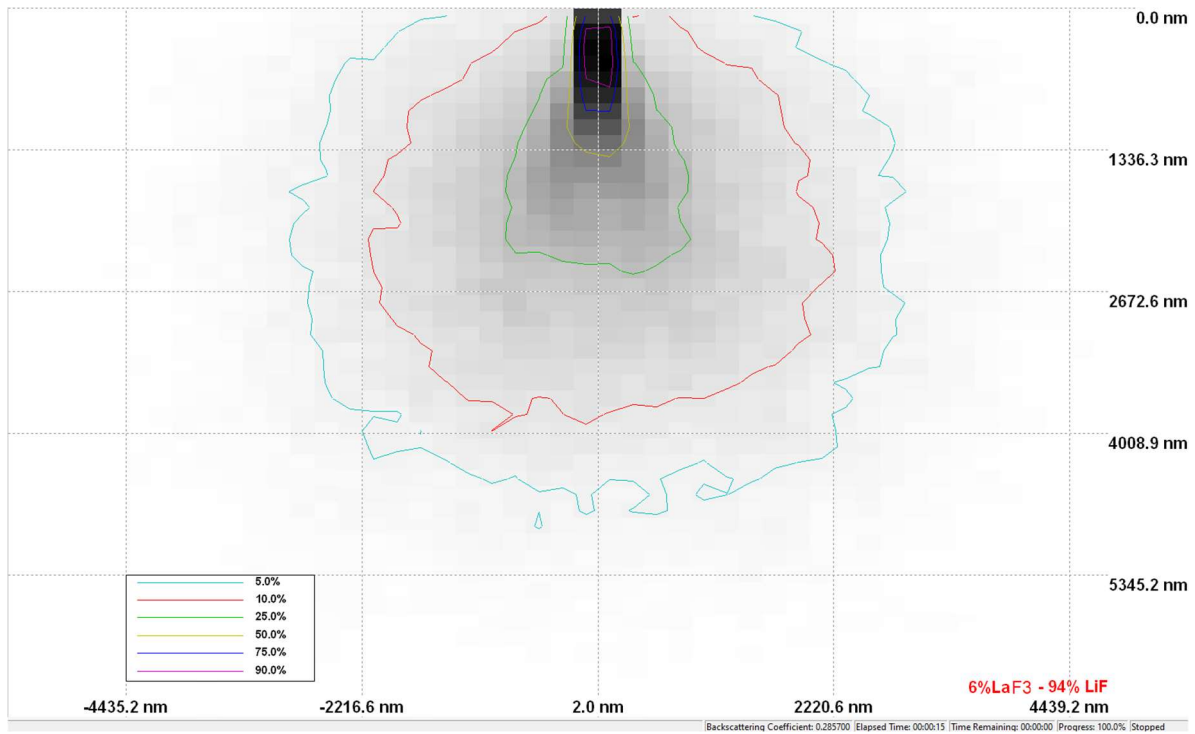


Figura 26 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 6% de  $\text{LaF}_3$ .

### 5.2.3. Efectos morfológicos y composición LiF con incorporación de $\text{CeF}_3$ .

En la Figura 27 encontramos la imagen SEM de los electrones secundarios a una escala de  $20 \mu\text{m}$  del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de  $\text{CeF}_3$ , en la imagen a) encontramos una distribución rectangular que varía de  $5 \mu\text{m}$  a  $10 \mu\text{m}$  del compuesto LiF sin incorporaciones, esto nos indica la distribución cubica del compuesto y adicionalmente se tiene que la diferencia de tamaño de granos se debe al método de síntesis.

En la parte B de la imagen encontramos como el  $\text{CeF}_3$  empieza a recubrir al LiF, esta característica se halló en los difractogramas, en donde encontramos que en las muestras con incorporaciones de  $\text{CeF}_3$  se conservaban las dos fases de los materiales usados, así como un ensanchamiento, lo que indicaba unas dislocaciones en las estructuras del LiF, estas dislocaciones se pueden asociar en las imágenes de SEM al aumento de  $\text{CeF}_3$  y como este empieza a envolver los granos de LiF al punto de adicionarse a las estructuras de manera desorganizada. Para el caso de los porcentajes de incorporación de 6% y 12% vemos como el fluoruro de cerio empieza a incrustarse de manera no uniforme alrededor de las estructuras del LiF sin generar estructura clara.

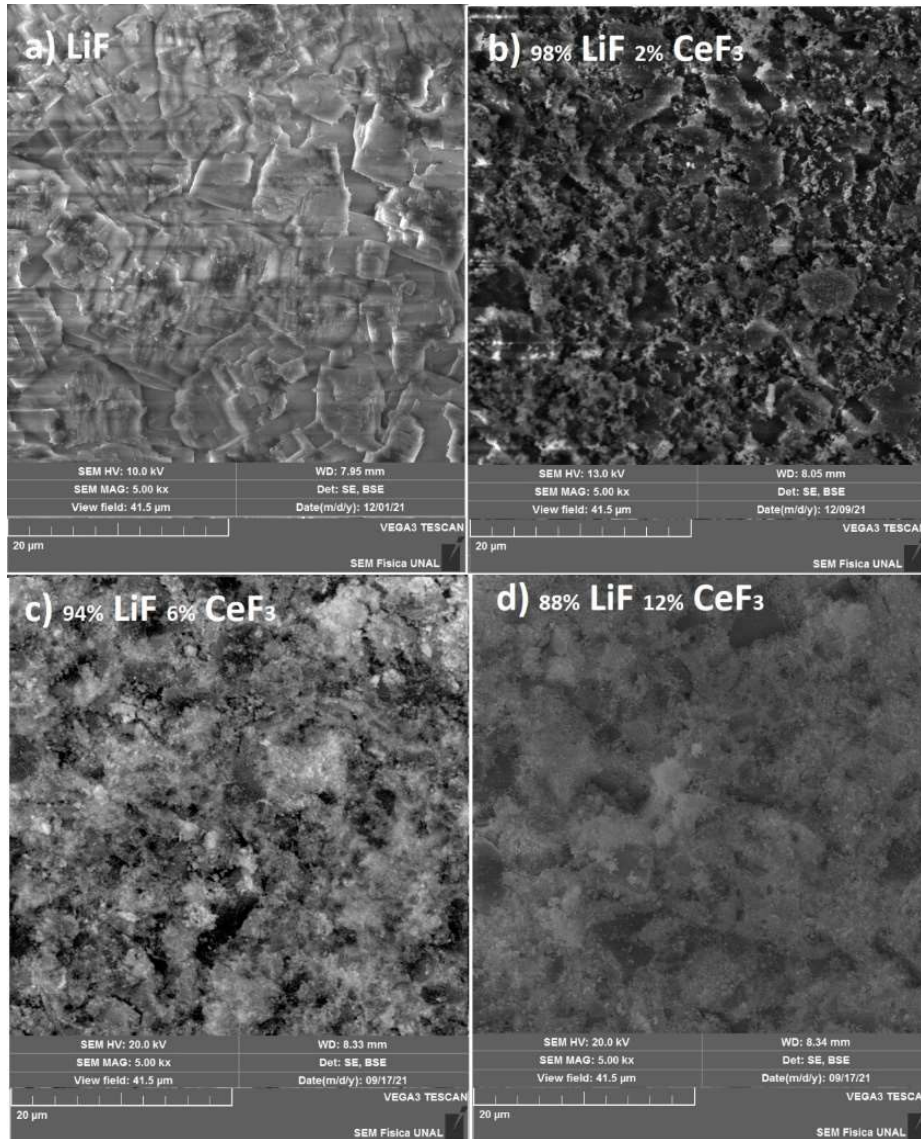


Figura 27 Imágenes SEM Electrones secundarios – 20 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% CeF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6% CeF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% CeF<sub>3</sub>.

En la Figura 28 encontramos las imágenes SEM de los electrones retrodispersados a una escala de 20 μm del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de CeF<sub>3</sub>, una característica importante es que entendiendo que esta imagen se forma con los electrones generados por el equipo y de alta energía, son electrones que viajan por la muestra y son recolectados luego por el detector, luego si analizamos en escala de grises podemos evidenciar como para el compuesto LiF tenemos una baja recolección de estos electrones por su escala gris, sin embargo al momento de adicionar un 2% de CeF<sub>3</sub> podemos ver el aumento de pixeles más oscuros, lo que significa una disminución en la señal del recolector de electrones BSE, es decir una menor cantidad de electrones BSE (bajo coeficiente BSE), sin embargo este efecto se ve afectado cuando la incorporación es del 6%, ya que empezamos a encontrar una mayor cantidad de tonos claros. Un aspecto importante de estos cambios de

intensidad es el hecho de el atrapamiento de electrones en niveles intermedios (un atrapamiento o pérdida de energía máximo en el 2%) y después un aumento de esta señal a medida que aumenta el dopaje al 6%, este resultado se verifica en la respuesta de termoluminiscencia donde el material presenta una alta respuesta de emisión TL en el dopaje del 12%.

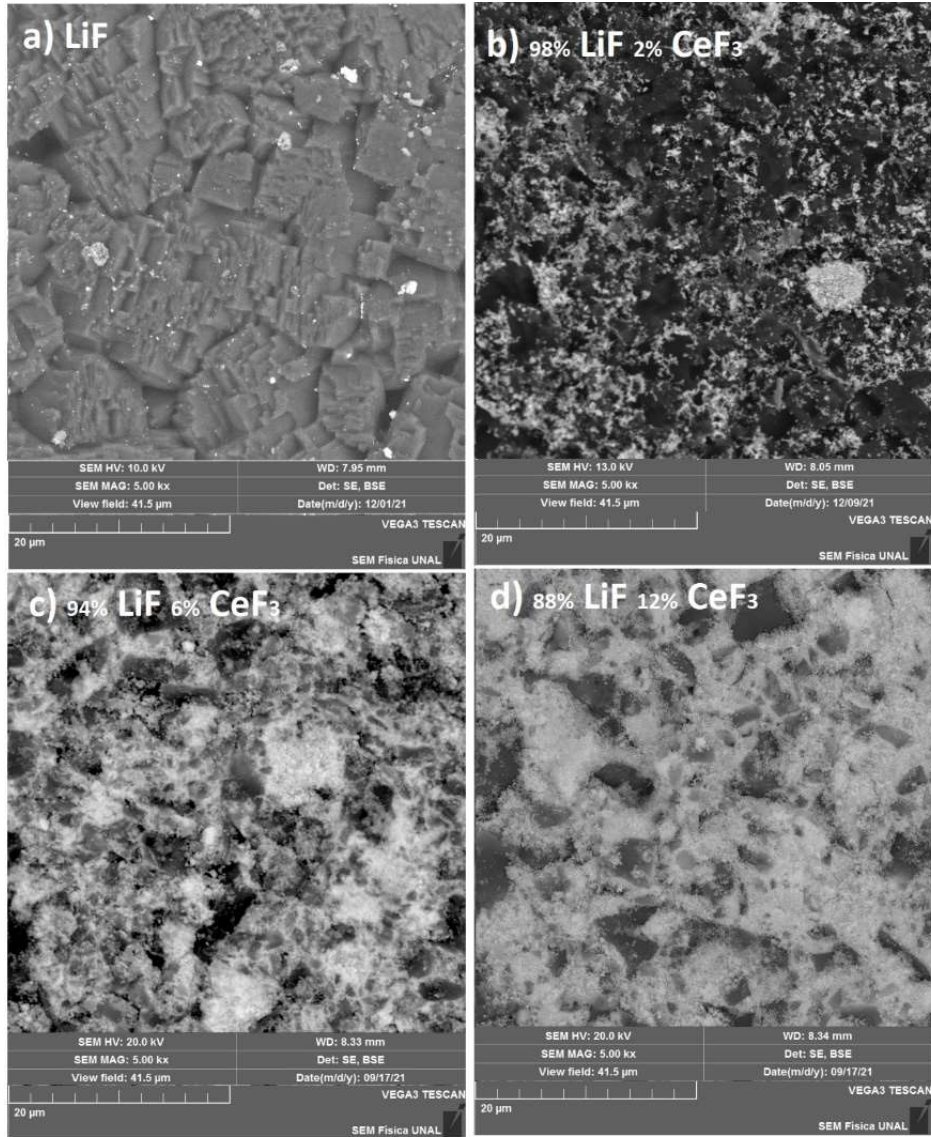


Figura 28 Imágenes SEM Electrones retrodispersados – 20 µm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% CeF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6% CeF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% CeF<sub>3</sub>.

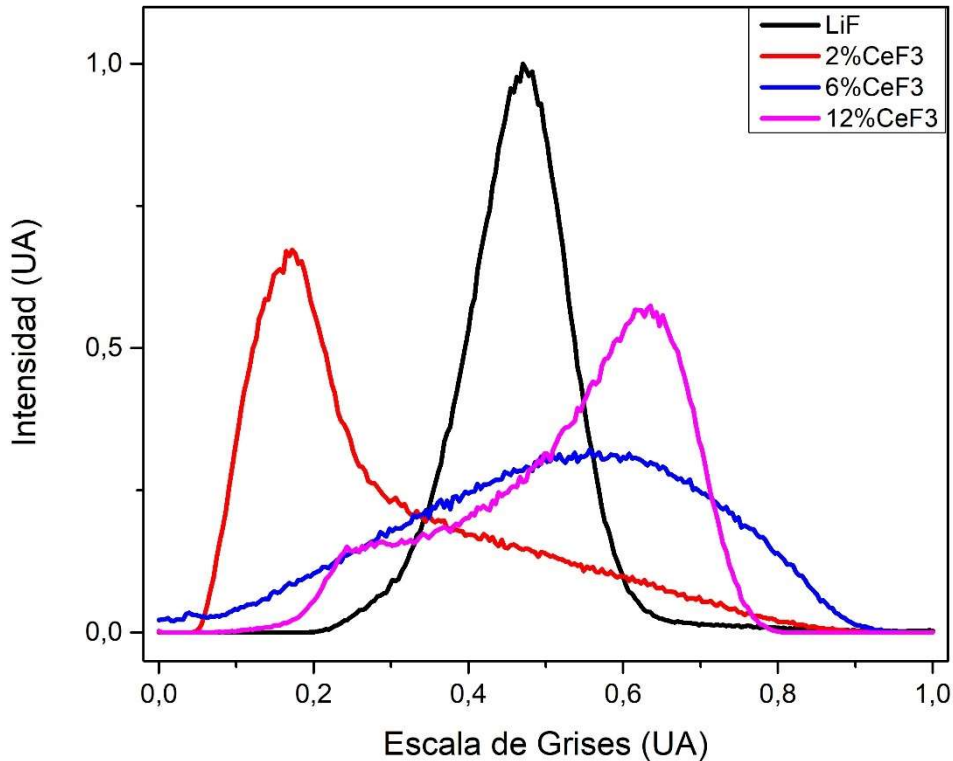


Figura 29 Intensidad señal electrones BSE LiF con incorporaciones de  $CeF_3$ .

Este resultado se corrobora con el análisis de escala de grises de las imágenes SEM-BSE del material, como podemos ver en las curvas de la Figura 29, en la cual partiendo del espectro del fluoruro de litio vemos que cuando incorporamos un 2% de fluoruro de cerio obtenemos un corrimiento hacia la izquierda (mayor absorción de electrones retrodispersados, es decir un bajo  $\eta$ ) y una menor eficiencia, cuando el porcentaje aumenta al 6% y 12% vuelve a tenerse un corrimiento hacia la derecha y una deformación en la distribución de la señal (esto implica una mayor cantidad de fases en el material así mismo como una gran variedad de coeficientes de dispersión y una eficiencia menor en la señal). Realizando una deconvolución a estos espectros podemos encontrar los coeficientes  $\eta$  presentes en nuestras muestras, el cual se relaciona con la media ( $\mu$ ) de cada distribución normal de la deconvolución. Ya que tendremos dos distribuciones normales se calcula el  $\eta$  promedio dependiendo del peso de la intensidad de la señal de cada pico.

En la Tabla 8 podemos encontrar los diferentes valores de los coeficientes de electrones retrodispersados para el caso de LiF con incorporaciones de  $CeF_3$ , de los cuales destacamos una única fase en las pastillas de LiF con un  $\eta = 46.7\%$ , el cual se ve altamente influenciado cuando se aplica las incorporaciones de fluoruro

de cerio bajando este coeficiente a  $\eta_{prom} = 21.4\%$  para el caso de la incorporación del 2%  $CeF_3$ , seguido de los casos del 6% y 12% a  $\eta_{prom} = 53.1\%$  y  $\eta_{prom} = 56.6\%$  respectivamente. Este resultado es de gran importancia porque en una primera instancia nos indica el aumento de fases (dos fases para las incorporaciones). Por otro lado, de la Figura 24 se puede notar una disminución de señal al 67% cuando al LiF se incorpora un 2% de  $CeF_3$ , seguido de un decaimiento de señal del orden de 32% para el caso del 6%  $CeF_3$  y finalizando con un 57% para el caso del 12%  $CeF_3$ .

<b>% de incorporación <math>CeF_3</math> al LiF</b>	<b>Altura Máx</b>	<b><math>\mu_1</math>(%)</b>	<b><math>\mu_2</math>(%)</b>	<b><math>\eta_{prom}</math></b>
0% $CeF_3$	1.00	$46.7 \pm 0.1$	–	46.7%
2% $CeF_3$	0.67	$16.7 \pm 0.2$	$37.0 \pm 1.7$	21.4%
6% $CeF_3$	0.32	$44.3 \pm 0.2$	$65.6 \pm 4.3$	53.1%
12% $CeF_3$	0.57	$32.8 \pm 0.5$	$67.2 \pm 3.7$	56.6%

*Tabla 8 Influencia de la incorporación del  $CeF_3$  en el LiF en los Coeficientes de electrones retrodispersados.*

Se realizaron las simulaciones de todas las incorporaciones las cuales se pueden encontrar en el anexo del documento, sin embargo, nos centraremos en la de más bajo  $\eta_{prom} = 21.4\%$  que es cuando se incorpora un 2% de  $CeF_3$ . En la Figura 30 podemos encontrar la simulación con un  $\eta = 19.5\%$ , lo que nos indica una baja emisión de electrones retrodispersados o una gran absorción de estos electrones. Por otro lado, en la Figura 31 encontramos la simulación del volumen de interacción y en el vemos como el 90% de los electrones que interactúan en la muestra alcanzan una profundidad de  $465nm$ , es decir 386% de mayor profundidad de interacción que en el caso del LiF, esto es un resultado importante porque nos corrobora como mejora la absorción de energía para el caso del 2% de fluoruro de cerio.

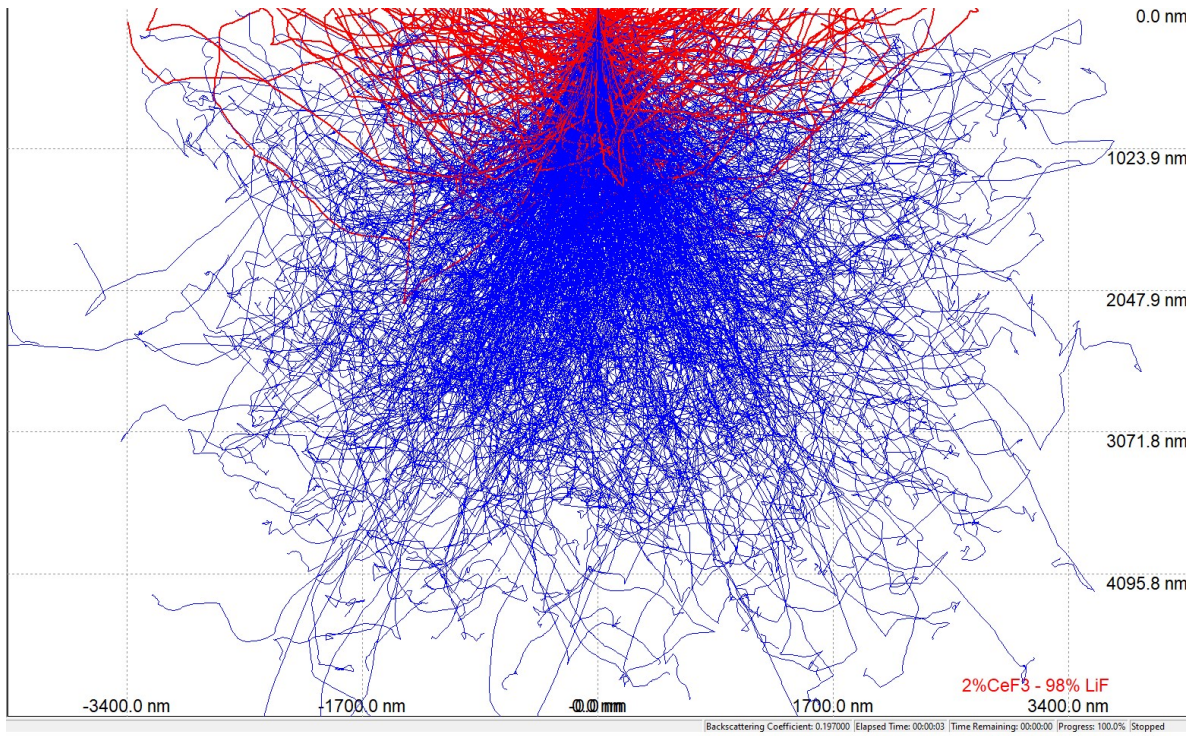


Figura 30 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a  $0^\circ$  en LiF con incorporación de 2% de  $CeF_3$

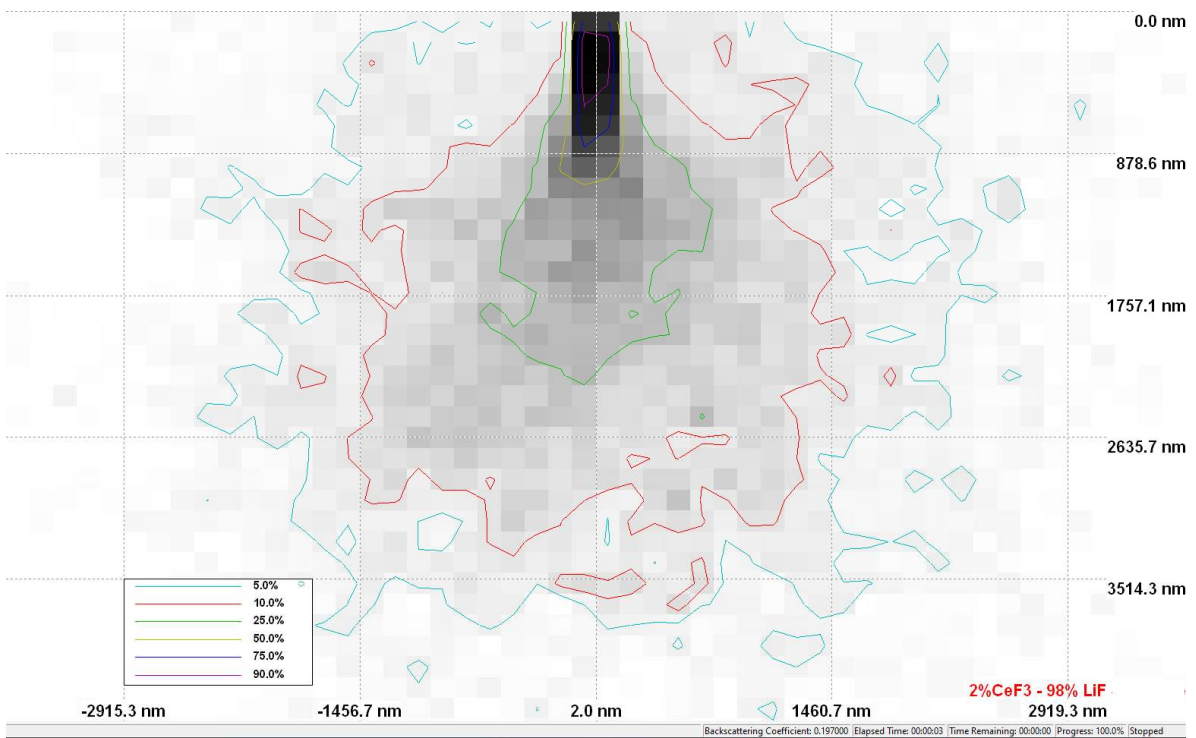


Figura 31 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 2% de  $CeF_3$



La composición elemental del LiF incorporando  $\text{CeF}_3$  al 2%, 6% y 12% se puede encontrar en la Tabla 9Tabla 5, donde evidenciamos que los valores calculados teóricamente para realizar las incorporaciones se pueden corroborar en las medidas de EDX, de esta manera podemos asegurar que el porcentaje que se esperaba incorporar se encuentra dentro de los rangos esperados.

Peso experimental %.		Composición elemental %.		
LiF	$\text{CeF}_3$	F	Ce	Li
100	0	$99.96 \pm 0.4$	-	$0.04 \pm 0.03$
98	2	$97.30 \pm 0.32$	$2.66 \pm 0.40$	$0.04 \pm 0.03$
94	6	$92.08 \pm 5.52$	$7.85 \pm 0.87$	$0.08 \pm 0.03$
88	12	$87.02 \pm 1.12$	$12.93 \pm 1.22$	$0.05 \pm 0.03$

Tabla 9 Medidas EDX del LiF incorporando  $\text{CeF}_3$ .

### 5.3. Caracterización óptica (Reflectancia difusa).

Las propiedades ópticas de los compuestos LIF: ce, La y Nd fueron estudiadas a partir de la reflectancia difusa, con las cuales se encontraron los coeficientes de absorción, energía de Urbach y el cálculo del gap de energía  $E_g$  [30]. Las cuales se pueden correlacionar con algunas propiedades vistas en la termoluminiscencia.

#### 5.3.1. Influencia de la incorporación del $\text{NdF}_3$ en LiF sobre los efectos ópticos.

La Figura 32 muestra el espectro de reflectancia difusa del compuesto LiF con incorporaciones de  $\text{NdF}_3$  a 2%, 6% y 12 %, las cuales fueron sintetizadas a una temperatura de 650 °C durante 18 horas.

La existencia de la absorción característica de los iones Nd picos, donde sus intensidades aumentan con el aumento del contenido de  $\text{NdF}_3$  % en moles. Se sabe que los niveles de transición de energía varían con el contenido de mol % de  $\text{NdF}_3$ .

Esta variación se atribuyó tanto a la covalencia como a la asimetría de las estructuras locales de Nd- $\text{F}_3$  en el material, las intensidades de se encuentra que las bandas de absorción de la Figura 32 aumentan con el contenido de  $\text{NdF}_3$ . Los picos de absorción presentes en todos los espectros ópticos, se atribuyen a la transición entre el estado fundamental ( $4f^9$ ) y los estados de mayor energía en la configuración electrónica  $4f^8$  de  $\text{Nd}^{3+}$ . Las transiciones se asignan de acuerdo con estudios anteriores y se muestran en todas las bandas de energía de absorción.

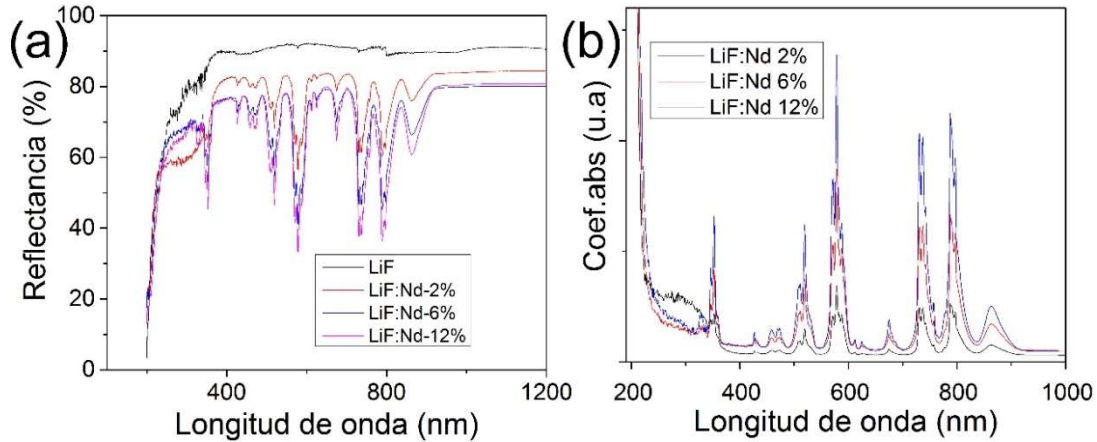


Figura 32 Propiedades ópticas (a) Reflectancia difusa LiF: 2%, 6% y 12% NdF<sub>3</sub> (b) coeficiente de absorción.

La incorporación de NdF<sub>3</sub> en la estructura del LiF aumenta la absorción de fotones en el material para ciertas longitudes de onda específicas, como se muestra en la Figura 33, proporcionalmente al aumentar la cantidad de NdF<sub>3</sub> en las muestras, con lo cual le podríamos atribuir las buenas propiedades termoluminiscentes en el espectro de emisión visible

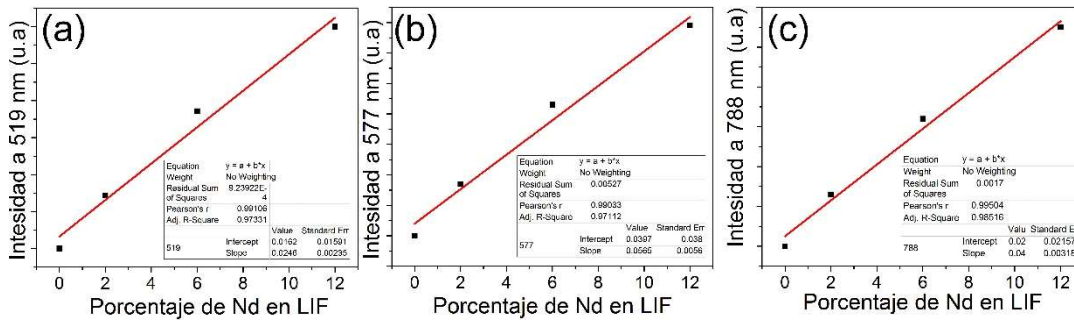


Figura 33 Intensidad de Absorción en función del porcentaje de incorporación de NdF<sub>3</sub>

### 5.3.2. Influencia de la incorporación del LaF<sub>3</sub> en LiF sobre los efectos ópticos.

La Figura 34 muestra el espectro de reflectancia difusa del compuesto LiF con incorporaciones de LaF<sub>3</sub> a 2%, 6% y 12 %, las cuales fueron sintetizadas a una temperatura de 650 °C durante 18 horas.

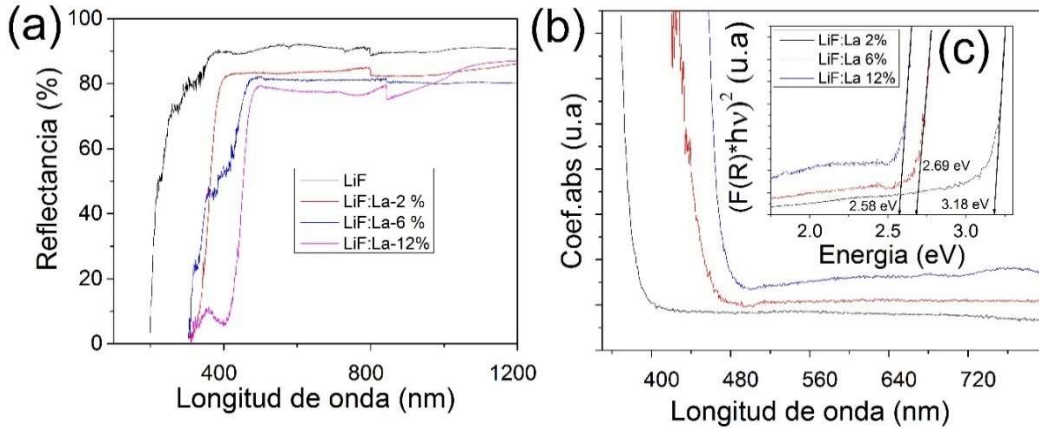


Figura 34 Propiedades ópticas (a) Reflectancia difusa LiF: 2%, 6% y 12%  $\text{LaF}_3$  (b) coeficiente de absorción (c) cálculo del gap.

La incorporación de  $\text{LaF}_3$  en la estructura del LiF aumenta la absorción de fotones en el material para ciertas longitudes de onda específicas, como se muestra en la Figura 35.

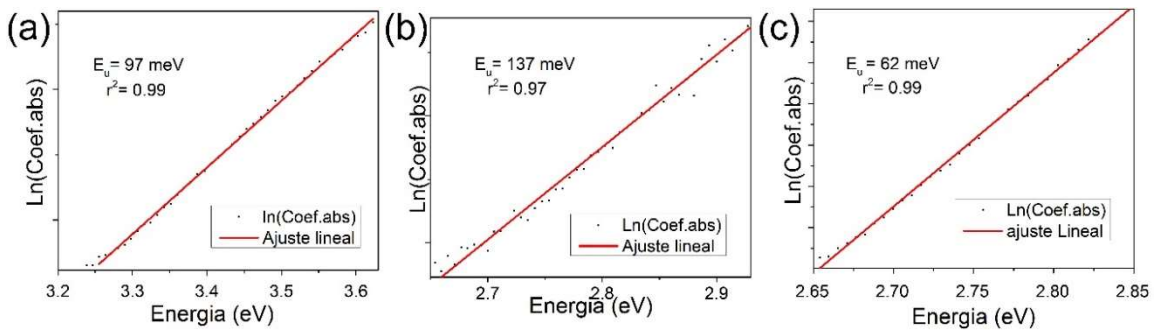


Figura 35 Intensidad de Absorción en función del porcentaje de incorporación de  $\text{LaF}_3$ .

### 5.3.3. Influencia de la incorporación del $\text{CeF}_3$ en LiF sobre los efectos ópticos.

La Figura 36 muestra el espectro de reflectancia difusa del compuesto LiF con incorporaciones de  $\text{CeF}_3$  a 2%, 6%, y 12 %, las cuales fueron sintetizadas a una temperatura de 700 °C durante 6 horas.

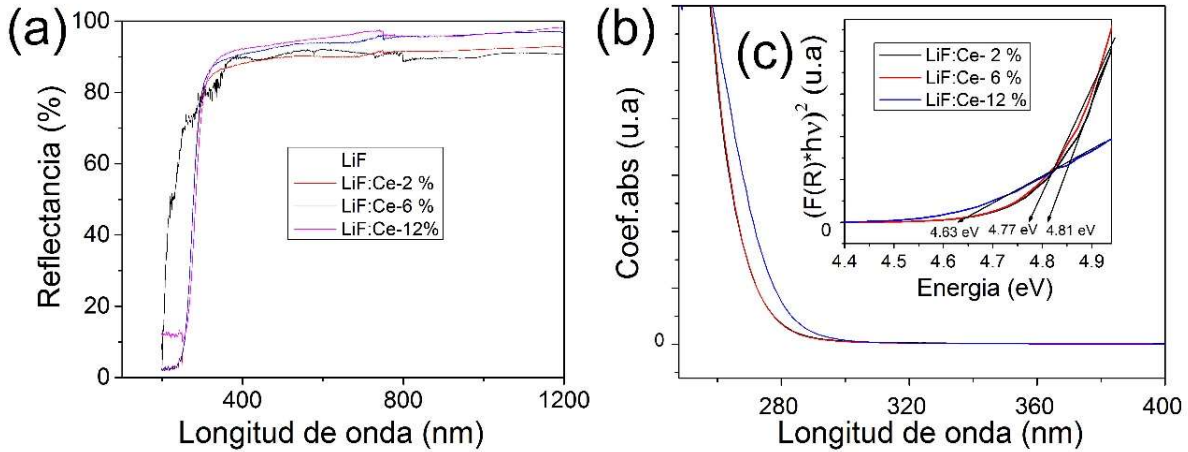


Figura 36 Propiedades ópticas (a) Reflectancia difusa LiF: 2%, 6% y 12%  $\text{CeF}_3$  (b) coeficiente de absorción (c) cálculo del gap.

La incorporación de  $\text{CeF}_3$  en la estructura del LiF desplaza el Gap hacia valores de menor energía disminuyendo así el Gap del material al aumentar la cantidad de cerio en la estructura pasando de 4.81 eV para 2% de cerio, hasta 4.63 eV para 12 % de cerio. Adicionalmente el cálculo del coeficiente de absorción permite encontrar la energía de Urbach la cual es una medida del desorden estructural de las muestras como se muestra en la Figura 37.

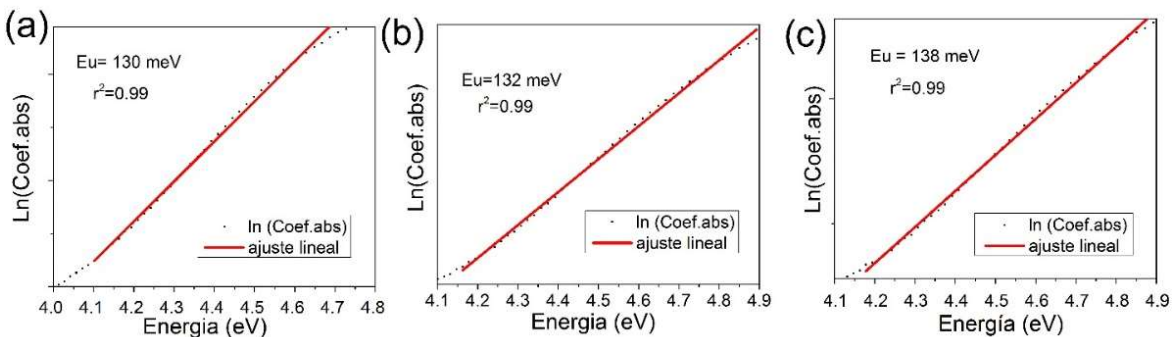


Figura 37 Intensidad de Absorción en función del porcentaje de incorporación de  $\text{CeF}_3$ .

#### 5.4. Respuesta de la emisión de termoluminiscencia bajo radiación rayos X y UV.

En este capítulo encontraremos la respuesta termoluminiscente del material LiF incorporando distintos porcentajes molares de  $\text{NdF}_3$ ,  $\text{LaF}_3$  y  $\text{CeF}_3$  de manera independiente. Las pastillas se irradiaron con el equipo de difracción durante 5 minutos y para la respuesta a irradiación UV se utilizó una lampara Sylvania G15W

T8 que es una lámpara germicida tubular de 15 Watts de potencia y genera radiación UV a 255nm, las muestras fueron irradiadas durante 3 horas continuas.

Luego de irradiar las muestras a diferentes energías utilizamos el equipo Harshaw 4500 y el software de adquisición. Cabe resaltar que el equipo Harshaw 4500 consta de un crisol para calentar nuestra muestra, sin embargo, se hicieron pruebas con las muestras de mayor tamaño y debido a sus dimensiones la conducción térmica era menor que la de nuestra muestra de menor dimensión lo que causaba que no hubiera un efecto considerable en términos de la excitación térmica de nuestro material, por ende, se toma la decisión que para evaluar la respuesta termoluminiscente de estos materiales sintetizados.

#### 5.4.1. Respuesta de la emisión de termoluminiscencia bajo radiación rayos X y UV del compuesto LiF incorporando NdF<sub>3</sub>.

En la Figura 38 encontramos las curvas de emisión del compuesto de LiF: 2%, 6% y 12% de NdF<sub>3</sub> el cual se irradia con una fuente de rayos X del equipo DRX durante 5 minutos, con radiación Cu K $\alpha$   $\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$  con energía del orden de 1 KeV.

Es evidente como crece la respuesta termoluminiscente en el compuesto de LiF:2% NdF<sub>3</sub> y después decae un 50% y 75% para las muestras con incorporaciones de 6% y 12% respectivamente, esto se puede evidenciar en la figura b) como crece el máximo pico de emisión en función del porcentaje teniendo un máximo de 2  $\mu A$  para la síntesis con el 2% de NdF<sub>3</sub>.

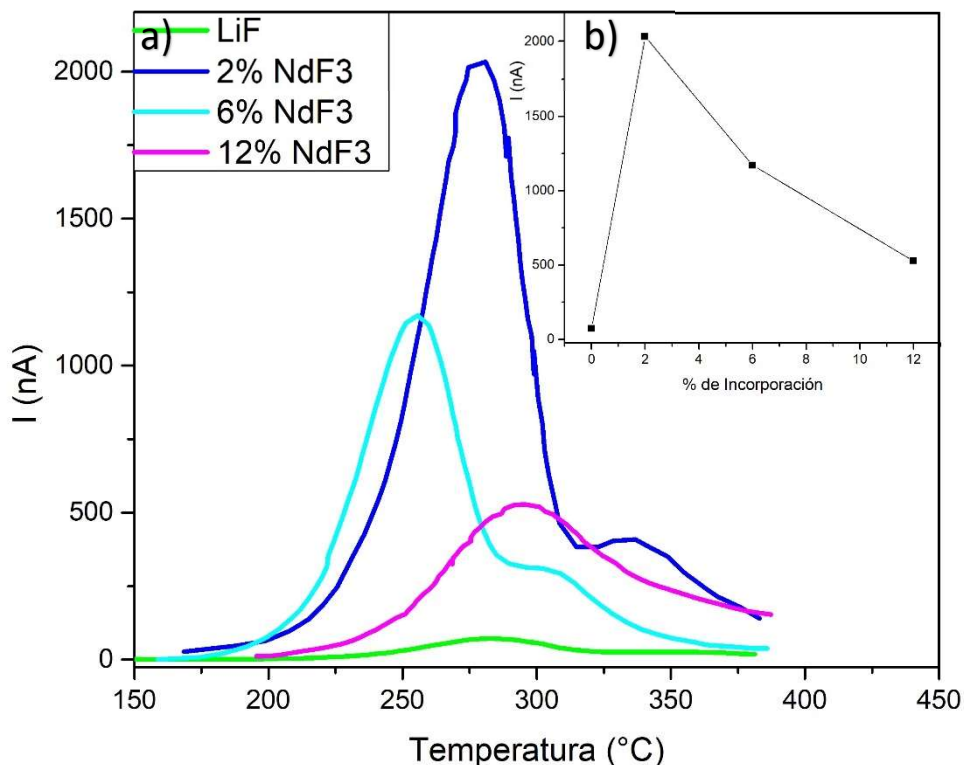


Figura 38 a) Curva emisión del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de NdF<sub>3</sub> irradiada con rayos X, b) Máximos picos de emisión en función del porcentaje de incorporación.

Compuesto	Máximo pico emisión (nA)	Temperatura emisión (°C)
LiF	74	283
LiF: 2% NdF <sub>3</sub>	2039	279
LiF: 6% NdF <sub>3</sub>	1173	255
LiF: 12% NdF <sub>3</sub>	529	294

Tabla 10 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% NdF<sub>3</sub> irradiado con R-X.

En la Tabla 10 encontramos los valores máximos de intensidad de cada compuesto, así como la temperatura de emisión, en donde se puede evidenciar como crece la respuesta TL en un 2700% aproximadamente para la incorporación del 2% y sigue conservando la emisión cerca de los 280 °C, sin embargo, decae abruptamente a medida que se aumenta el porcentaje de incorporación.

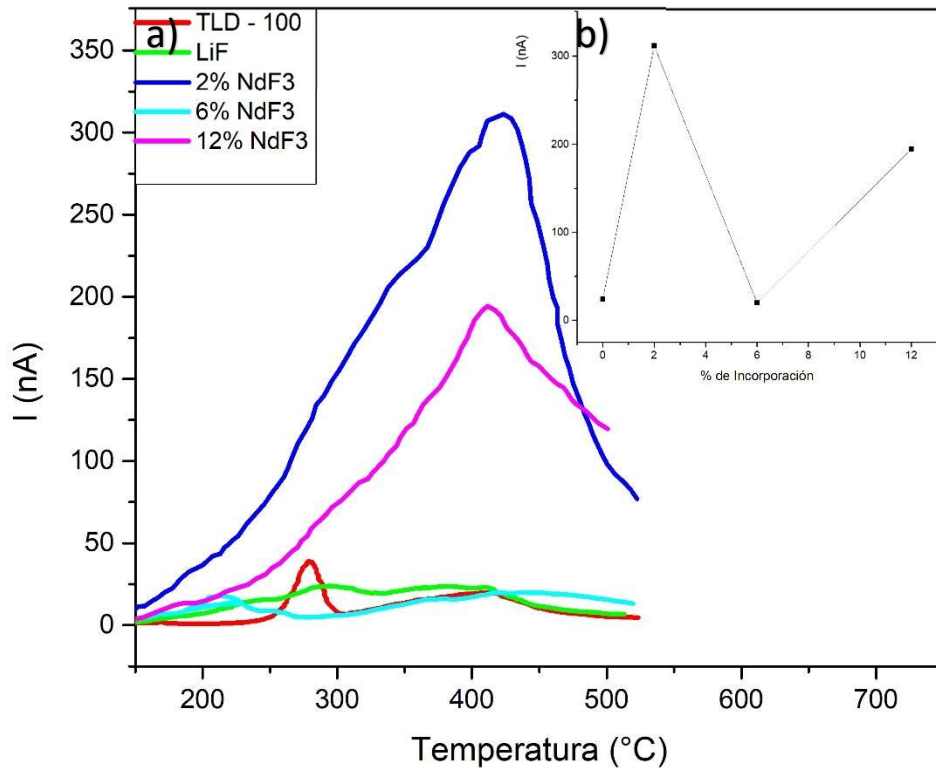


Figura 39 a) Curva emisión del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de NdF<sub>3</sub> irradiada con lampara UV, b) Máximos picos de emisión en función del porcentaje de incorporación.

En el caso de la exposición a radiación UV adicionamos al espectro un material termoluminiscente comercial de nombre TLD-100 (LiF: Mg, Ti), aunque el material de fabrica no viene recomendado para este tipo de radiación se quería comparar con la respuesta obtenida con los materiales con dopaje. El resultado obtenido es una alta respuesta en la señal cuando el porcentaje es del 2% seguido de unas respuestas menores (inclusive al material LiF sin incorporaciones) para los porcentajes de 6% y 12%.

Compuesto	Máximo pico emisión (nA)	Temperatura emisión (°C)
TLD-100	40	280
LiF	25	296
LiF: 2% NdF <sub>3</sub>	310	423
LiF: 6% NdF <sub>3</sub>	17	215
LiF: 12% NdF <sub>3</sub>	194	411

Tabla 11 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% NdF<sub>3</sub> Radiación UV

En la Tabla 11 encontramos los valores máximos de intensidad de cada compuesto, así como la temperatura de emisión, en donde se puede evidenciar como crece la respuesta TL en un 775% aproximadamente y sigue conservando la emisión cerca de los 286 °C, sin embargo, para el caso de 2%, decae abruptamente la señal de TL en un 68% cuando el porcentaje de incorporación es del 6%.

#### 5.4.2. Respuesta de la emisión de termoluminiscencia bajo radiación UV del compuesto LiF incorporando LaF<sub>3</sub>.

En el caso de la exposición a radiación UV adicionamos al espectro un material termoluminiscente comercial de nombre TLD-100 (LiF: Mg. Ti), aunque el material de fabrica no viene recomendado para este tipo de radiación se quería comparar con la respuesta obtenida con los materiales con dopaje.

En la Figura 40 el resultado obtenido es una alta respuesta en la señal cuando el porcentaje es del 6% seguido de unas respuestas menores (inclusive al material LiF sin incorporaciones) para los porcentajes de 2% y 12%. También podemos ver como el LiF tiene una menor respuesta a radiación UV que el TLD-100 aunque con las incorporaciones de LaF<sub>3</sub> esta respuesta mejora notablemente.

Compuesto	Máximo pico emisión (nA)	Temperatura emisión (°C)
TLD-100	40	280
LiF	25	296
LiF: 2% LaF <sub>3</sub>	49	435
LiF: 6% LaF <sub>3</sub>	152	433
LiF: 12% LaF <sub>3</sub>	75	437

*Tabla 12 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% LaF<sub>3</sub> Radiación UV*

En la Tabla 12 encontramos los valores máximos de intensidad de cada compuesto, así como la temperatura de emisión, en donde se puede evidenciar como crece la respuesta TL en un 608% aproximadamente y la emisión cerca de los 433 °C. Para los casos de incorporaciones de 2% y 12% se tiene un crecimiento del pico máximo de emisión del 196% y 300% respectivamente. En este caso podemos evidenciar como la incorporación de LaF<sub>3</sub> mejora notablemente la respuesta termoluminiscente a medida que se aumenta el porcentaje molar llegando a un máximo en el 6% y seguido por un decaimiento, sin embargo, es importante mencionar que este compuesto no genero respuesta TL bajo radiación de rayos X.



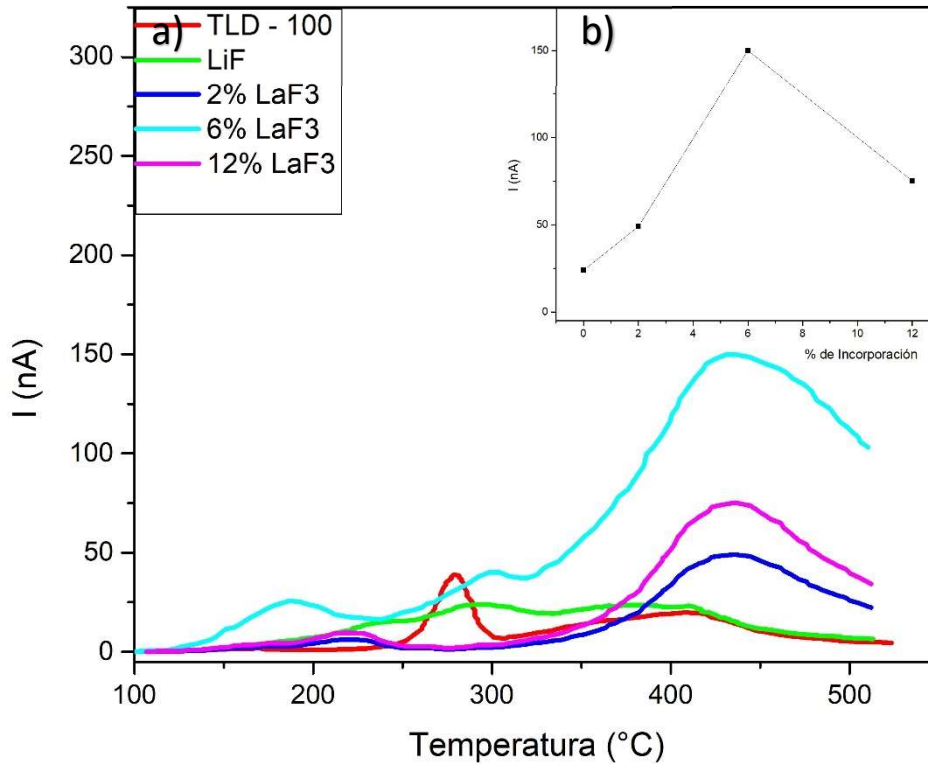


Figura 40 a) Curva emisión del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de LaF<sub>3</sub> irradiada con lampara UV, b) Máximos picos de emisión en función del porcentaje de incorporación.

#### 5.4.3. Respuesta de la emisión de termoluminiscencia bajo radiación UV del compuesto LiF incorporando CeF<sub>3</sub>.

En la Figura 41 el resultado obtenido es una baja respuesta en la señal TL cuando el porcentaje es del 2% seguido de unas respuestas menores (aunque del orden de la respuesta TL del TLD-100) para los porcentajes de 6% y 12%. También podemos ver como el LiF tiene una menor respuesta a radiación UV que el TLD-100 aunque con las incorporaciones de LaF<sub>3</sub> esta respuesta se acerca a la respuesta del TLD-100.

Compuesto	Máximo pico emisión (nA)	Temperatura emisión (°C)
TLD-100	40	280
LiF	25	296
LiF: 2% CeF <sub>3</sub>	47	424
LiF: 6% CeF <sub>3</sub>	5	410
LiF: 12% CeF <sub>3</sub>	39	353

Tabla 13 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% CeF<sub>3</sub> Radiación UV

En la Tabla 13 Máximos picos de emisión LiF: 2%, 6% y 12% CeF<sub>3</sub> Radiación UV encontramos los valores máximos de intensidad de cada compuesto, así como la temperatura de emisión, en donde se puede evidenciar como crece la respuesta TL a un 188% aproximadamente y aumenta la temperatura de emisión cerca de los 424 °C para la incorporación del 2%, para los casos de incorporaciones de 6% y 12% se tiene un decrecimiento del pico máximo de emisión del 20% seguido de un crecimiento del 156% respectivamente. En este caso podemos evidenciar como la incorporación de CeF<sub>3</sub> mejora notablemente la respuesta termoluminiscente a medida que se aumenta el porcentaje molar a 2% aunque esa respuesta no se puede comparar con las obtenidas con las incorporaciones de NdF<sub>3</sub> y LaF<sub>3</sub>.

Por otro lado, es importante mencionar que este compuesto no genero respuesta TL bajo radiación de rayos X.

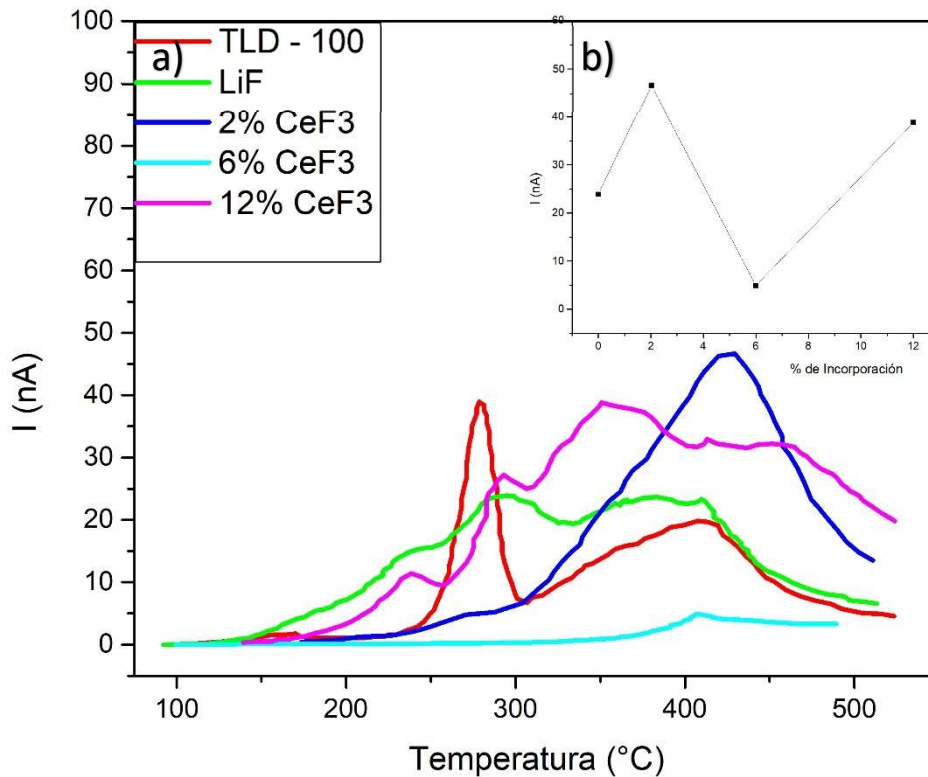


Figura 41 a) Curva emisión del compuesto LiF: 2%, 6% y 12% de CeF<sub>3</sub> irradiada con lampara UV, b) Máximos picos de emisión en función del porcentaje de incorporación

## 6. Conclusiones y recomendaciones.

Esta sección se divide en tres partes, cada una referente a las conclusiones de cada incorporación realizada al LiF.

### 6.1. Conclusiones y recomendaciones LiF con incorporaciones de NdF<sub>3</sub>.

Se encuentran por medio de los difractogramas la coexistencia de dos fases (LiF y NdF<sub>3</sub>) para las incorporaciones del 2% y 6%, por otro lado, se evidencia la presencia de una tercera fase para la incorporación del 12% que se infiere en el análisis de las imágenes SEM-BSE. La presencia de dislocaciones en la estructura del LiF es evidente a causa del aumento del ancho de los picos y su leve corrimiento.

La creación de estructuras de NdF<sub>3</sub> alrededor de los granos de LiF se evidencia en las imágenes SEM de electrones secundarios y aumenta a medida que el porcentaje de incorporación es mayor, se calcula por medio de las imágenes BSE la disminución al 12% de los coeficientes de electrones retrodispersados  $\eta$  siendo para el LiF un valor de  $\eta = 46.7\%$  y para el caso de incorporación del 2% del  $\eta = 6.0\%$ , este resultado es visible en la gran cantidad de decaimientos del espectro de reflectancia difusa, lo que puede concluirse en una gran variedad de centros de recombinación los cuales son importantes para las aplicaciones termoluminiscentes.

Se encuentra un aumento del 2700% en la respuesta termoluminiscente del material LiF: 2% NdF<sub>3</sub> comparándolo solo con el compuesto LiF bajo una exposición de radiación de rayos x de los órdenes de 1 KeV durante 5 minutos y con un máximo pico de emisión de 2 $\mu$ A. La respuesta a radiación UV de los órdenes de energía de 5eV durante 3 horas tuvieron mejor resultado en los compuestos de LiF: 2% NdF<sub>3</sub>.

Se recomienda realizar un estudio del LiF: NdF<sub>3</sub> con bajas concentraciones por medio del método de reacción de estado sólido teniendo una prensa térmica para poder mejorar el proceso síntesis así mismo como realizar pruebas en películas delgadas para evaluar las diferencias de síntesis. Así mismo se aconseja irradiar con energías más altas para poder hacer un estudio sobre viabilidad y eficiencia en que rangos se encontraría.

### 6.2. Conclusiones y recomendaciones LiF con incorporaciones de LaF<sub>3</sub>.

Se encuentran por medio de los difractogramas la coexistencia de dos fases (LiF y LaF<sub>3</sub>) para las incorporaciones del 2%, 6% y 12% que se infiere en el análisis de las imágenes SEM-BSE. La presencia de dislocaciones en la estructura del LiF es evidente a causa del aumento del ancho de los picos y su leve corrimiento con

respecto al patrón de  $\text{LaF}_3$ , lo que implica dislocaciones en la red y cambios de estructura.

La creación de estructuras de  $\text{LaF}_3$  alrededor de los granos de LiF se evidencia en las imágenes SEM de electrones secundarios y aumenta a medida que el porcentaje de incorporación es mayor. Se calcula por medio de las imágenes BSE los coeficientes de electrones retrodispersados, encontrando una disminución al 78% siendo para el LiF un valor de  $\eta = 46.7\%$  y para el caso de incorporación del 2% con un coeficiente  $\eta = 36.7\%$ , sin embargo, el resultado más bajo del coeficiente de electrones retrodispersados se obtiene para la incorporación del 6% llegando a un valor de  $\eta = 25.8\%$ , este resultado es visible en el decaimiento del espectro de reflectancia difusa, donde se encuentran que el valor del gap varía entre 2.58eV a 3.18eV a medida que se aumenta el porcentaje de incorporación. Lo que puede concluirse en una gran variedad de centros de recombinación los cuales son importantes para las aplicaciones termoluminiscentes.

Para la respuesta TL bajo radiación UV se encuentra que de las 3 incorporaciones realizadas la mejor respuesta TL es para el caso del 6% de  $\text{LaF}_3$  siendo de 152nA y la del LiF de 25nA. No se logra obtener respuesta TL bajo radiación de rayos X del orden de 1KeV.

Se recomienda realizar un estudio del LiF:  $\text{LaF}_3$  con bajas concentraciones por medio del método de reacción de estado sólido teniendo una prensa térmica para poder mejorar el proceso síntesis así mismo como realizar pruebas en películas delgadas para evaluar las diferencias de síntesis. Así mismo se aconseja irradiar con energías más altas para poder hacer un estudio sobre viabilidad y eficiencia en que rangos se encontraría.

### 6.3. Conclusiones y recomendaciones LiF con incorporaciones de $\text{CeF}_3$ .

Se encuentran por medio de los difractogramas la coexistencia y aumento de señal de dos fases (LiF y  $\text{CeF}_3$ ) para las incorporaciones del 2%, 6% y 12%, esto también se infiere en el análisis de las imágenes SEM-BSE. La presencia de dislocaciones en la estructura del LiF es evidente a causa del aumento del ancho de los picos y aumento de la intensidad del  $\text{CeF}_3$  a medida que se aumenta el porcentaje de incorporación. Por otro lado, la pérdida de dos picos alrededor de los 25 grados puede ser causa de dislocaciones en la red y cambios de estructura.

La creación de estructuras de  $\text{CeF}_3$  alrededor de los granos de LiF se evidencia en las imágenes SEM de electrones secundarios y aumenta a medida que el porcentaje de incorporación es mayor. Se calcula por medio de las imágenes BSE los coeficientes de electrones retrodispersados, encontrando una disminución al 78% siendo para el LiF un valor de  $\eta = 46.7\%$  y para el caso de incorporación del 2% del  $\eta = 21.4\%$ , sin embargo cuando se aumenta el porcentaje de incorporación este valor aumenta drásticamente inclusive siendo mayor que el LiF, donde para el 6%

obtenemos un coeficiente de  $\eta = 53.1\%$  y para el caso del 12% de incorporación del  $\eta = 56.6\%$  este resultado es visible en los decaimientos del espectro de reflectancia difusa, donde se encuentran que el valor del gap varía entre 4.63eV a 4.81eV a medida que se aumenta el porcentaje de incorporación. Lo que puede concluirse en una gran variedad de centros de recombinación los cuales son importantes para las aplicaciones termoluminiscentes.

Para la respuesta TL bajo radiación UV se encuentra que de las 3 incorporaciones realizadas la mejor respuesta TL es para el caso del 2% de  $\text{CeF}_3$  siendo de 47nA y la del LiF de 25nA. No se logra obtener respuesta TL bajo radiación de rayos X del orden de 1KeV.

Se recomienda realizar un estudio del LiF:  $\text{CeF}_3$  con bajas concentraciones por medio del método de reacción de estado sólido teniendo una prensa térmica para poder mejorar el proceso síntesis así mismo como realizar pruebas en películas delgadas para evaluar las diferencias de síntesis. Así mismo se aconseja irradiar con energías más altas para poder hacer un estudio sobre viabilidad y eficiencia en que rangos se encontraría.

## 7. Anexos.

En esta sección encontraremos las imágenes SEM de electrones secundarios y retrodispersados del compuesto LiF con las incorporaciones independientes de  $\text{NdF}_3$ ,  $\text{LaF}_3$  y  $\text{CeF}_3$  y porcentajes de 2%, 6% y 12% respectivamente a una escala de 100  $\mu\text{m}$ .

También encontraremos las simulaciones CASINO Monte Carlo de los electrones secundarios y retrodispersados y sus respectivos volúmenes de interacción del compuesto LiF con incorporaciones de  $\text{NdF}_3$  al 6% y 12%, de  $\text{LaF}_3$  al 2% y 12% y de  $\text{CeF}_3$  al 6% y 12%.

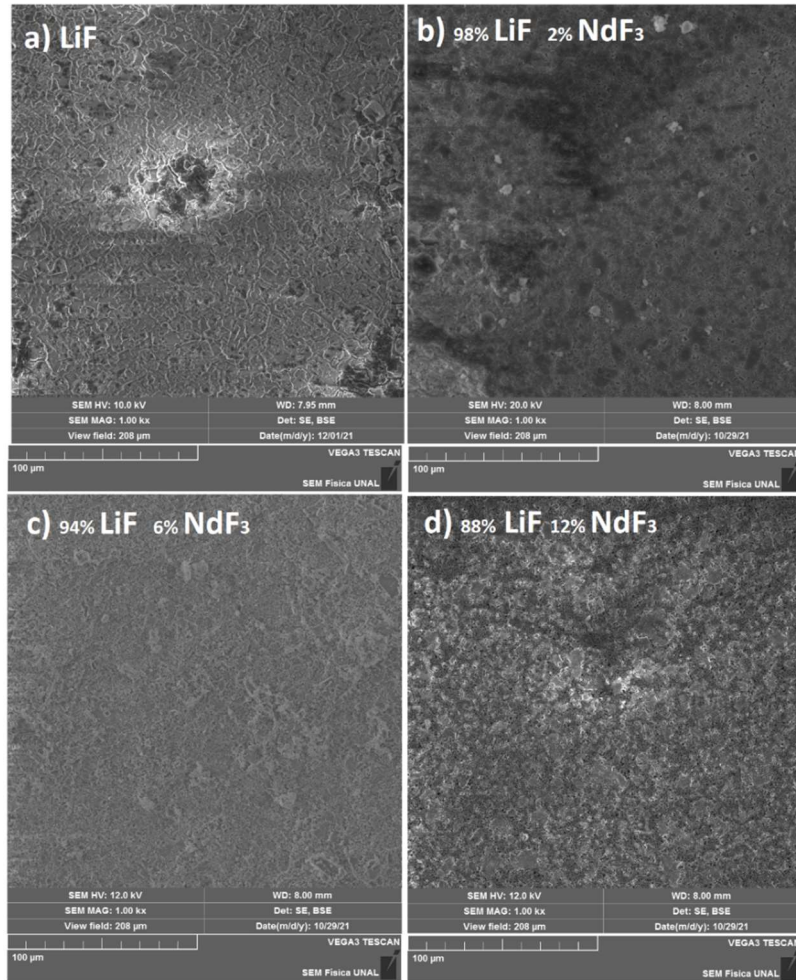


Figura 42 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 100 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% NdF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6%NdF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12NdF<sub>3</sub>.

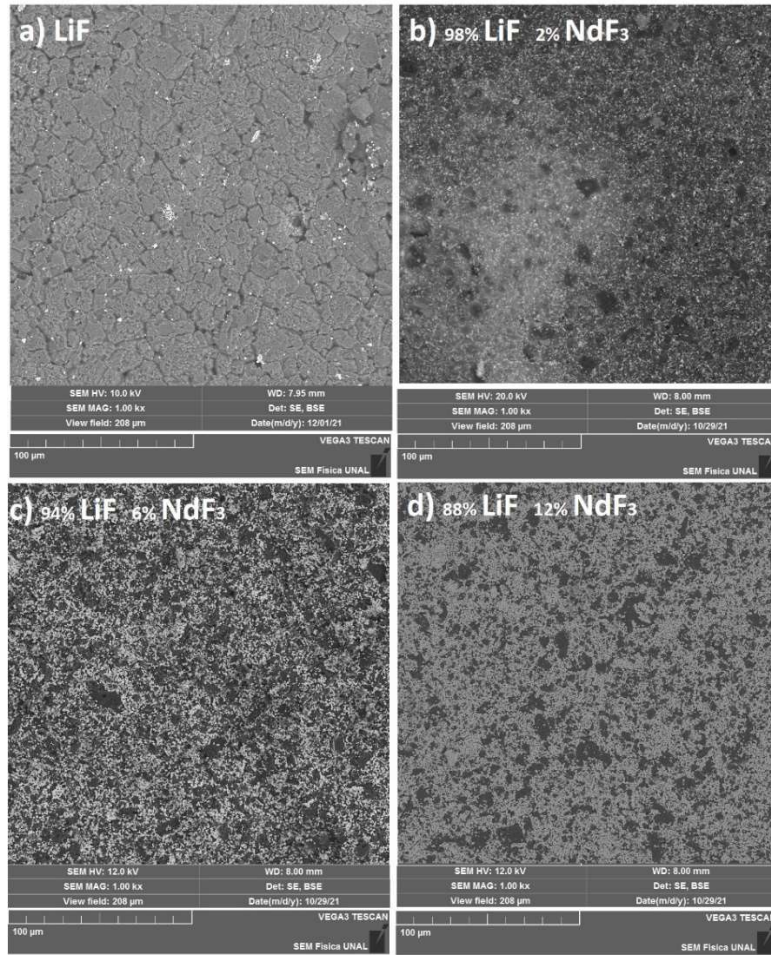


Figura 43 Imágenes SEM electrones retrodispersados – barra de escala 100 µm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% NdF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6% NdF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% NdF<sub>3</sub>.

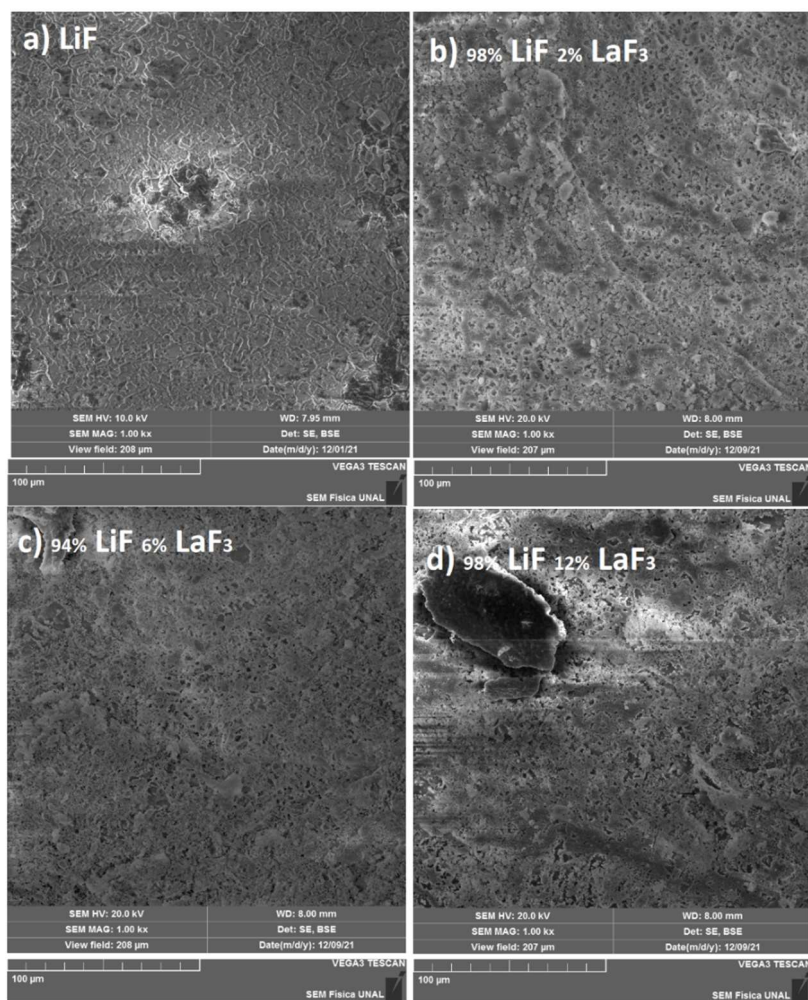


Figura 44 Imágenes SEM electrones secundarios – barra de escala 100 µm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% LaF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6% LaF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% LaF<sub>3</sub>.



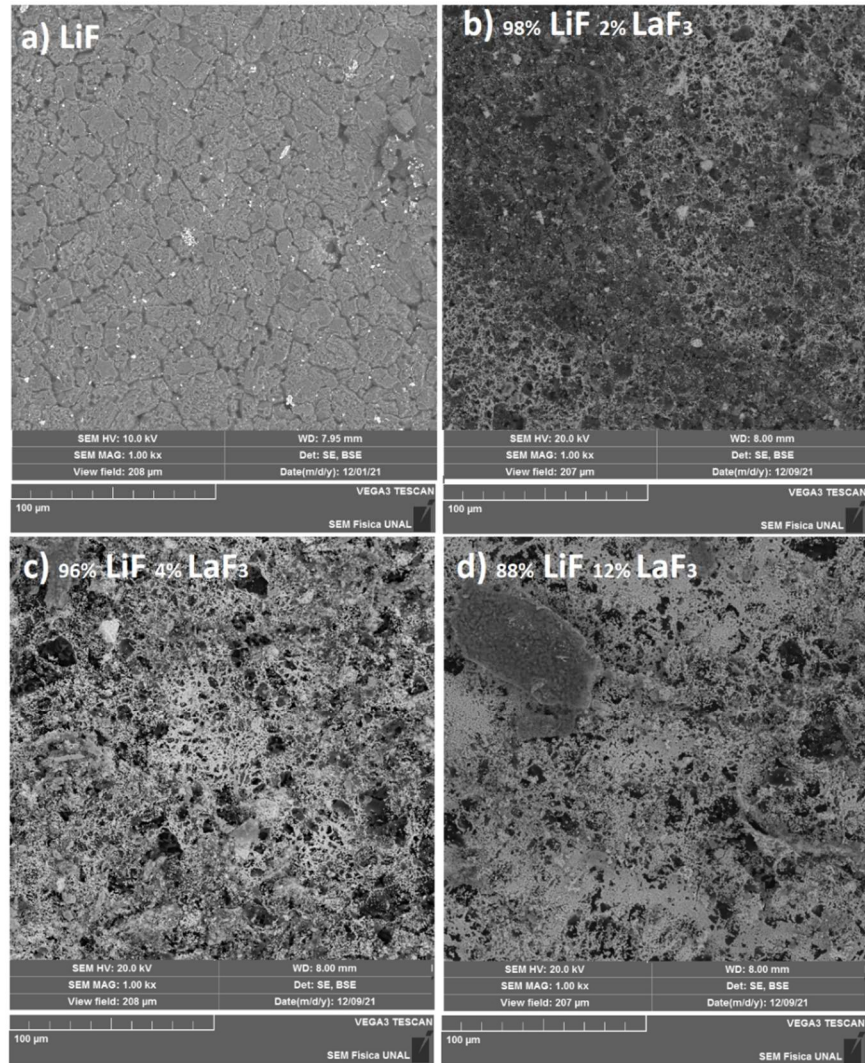


Figura 45 Imágenes SEM electrones retrodispersados - 100 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% LaF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6% LaF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12LaF<sub>3</sub>.

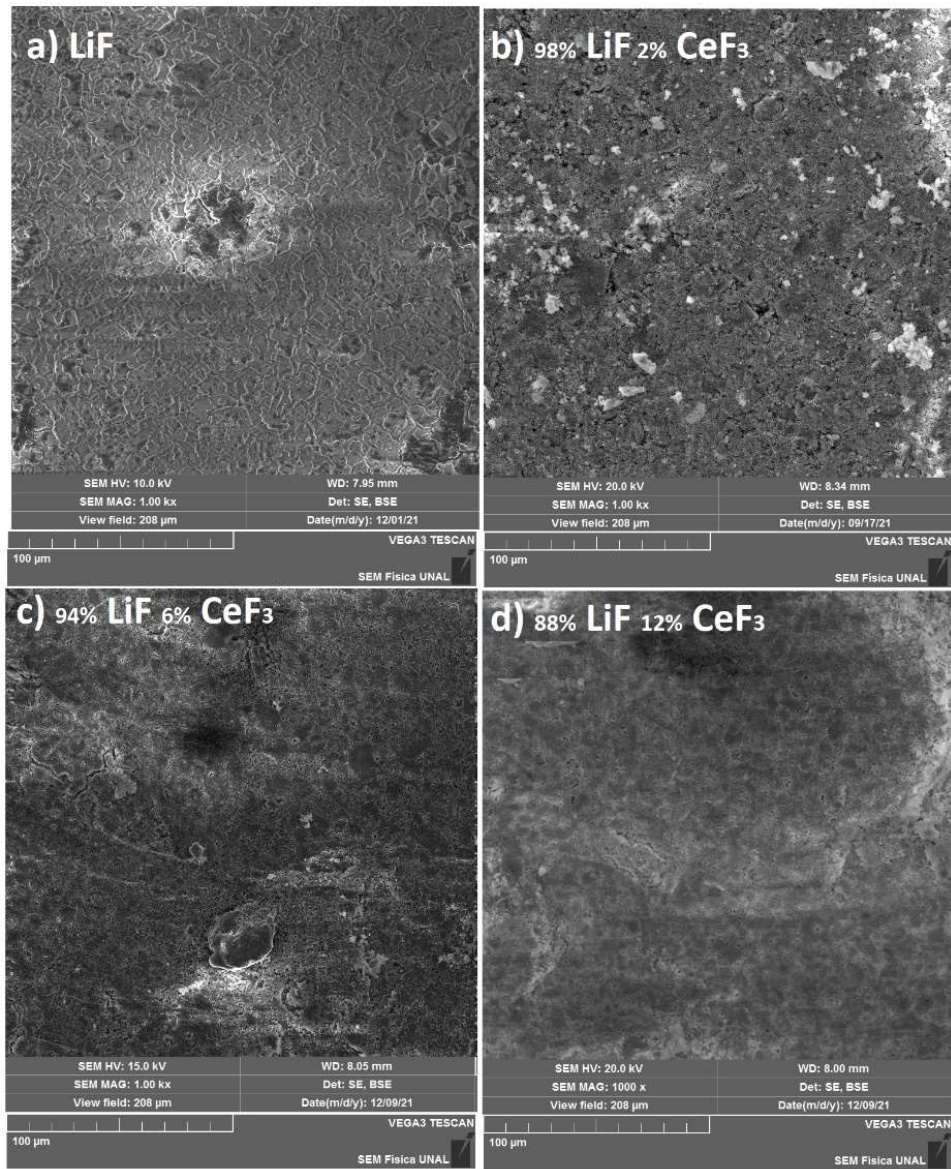


Figura 46 Imágenes SEM Electrones secundarios – 100 μm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% CeF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6% CeF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% CeF<sub>3</sub>.

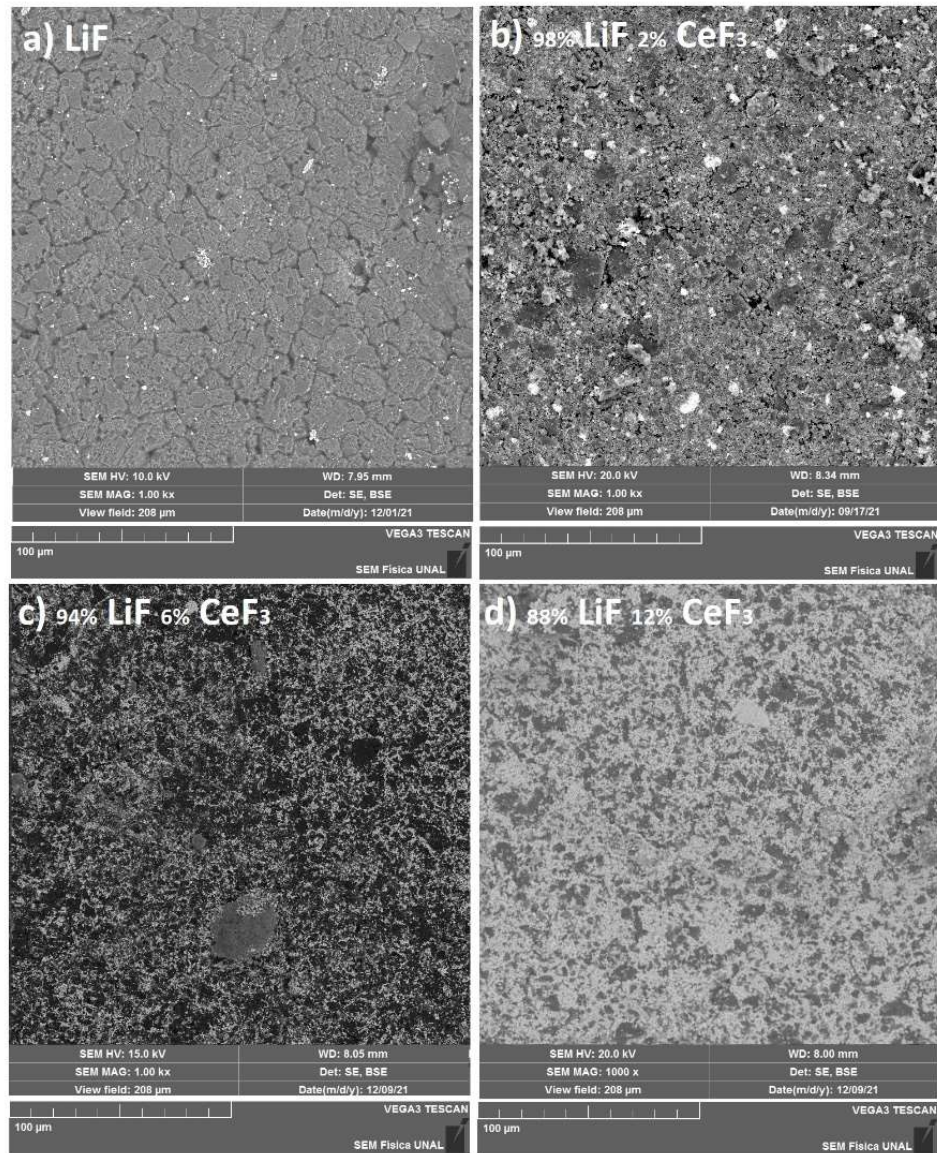


Figura 47 Imágenes SEM Electrones retrodispersados – 100 µm. a) 100% LiF, b) 98% LiF 2% CeF<sub>3</sub>, c) 94% LiF 6% CeF<sub>3</sub> y d) 88% LiF 12% CeF<sub>3</sub>.

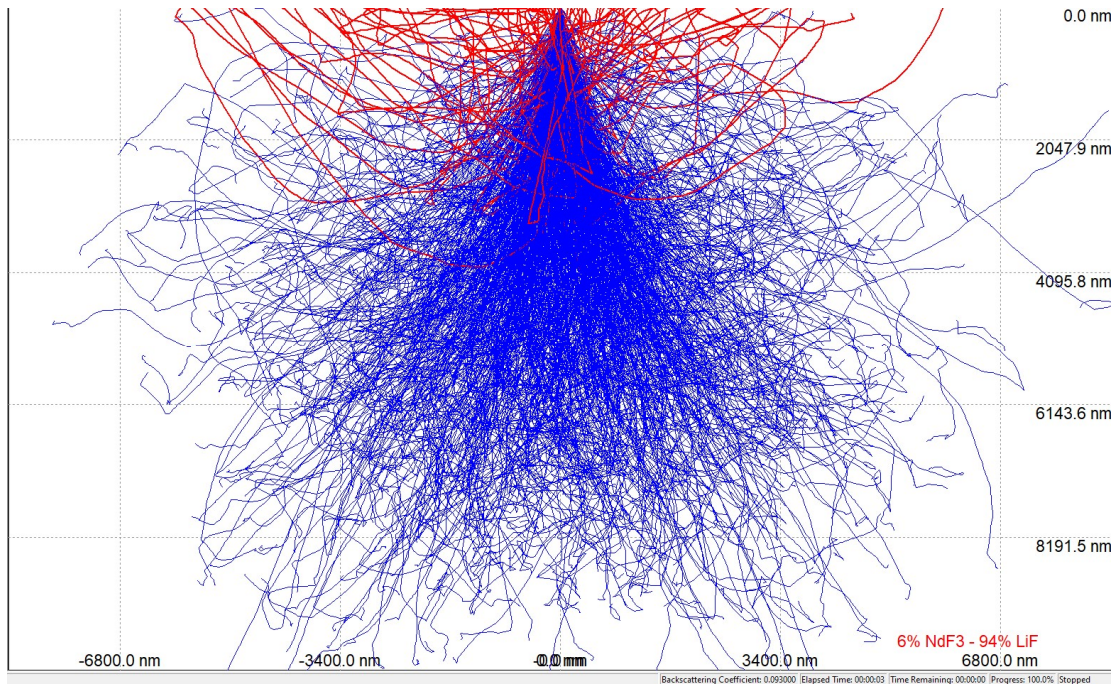


Figura 48 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 6% de NdF<sub>3</sub>

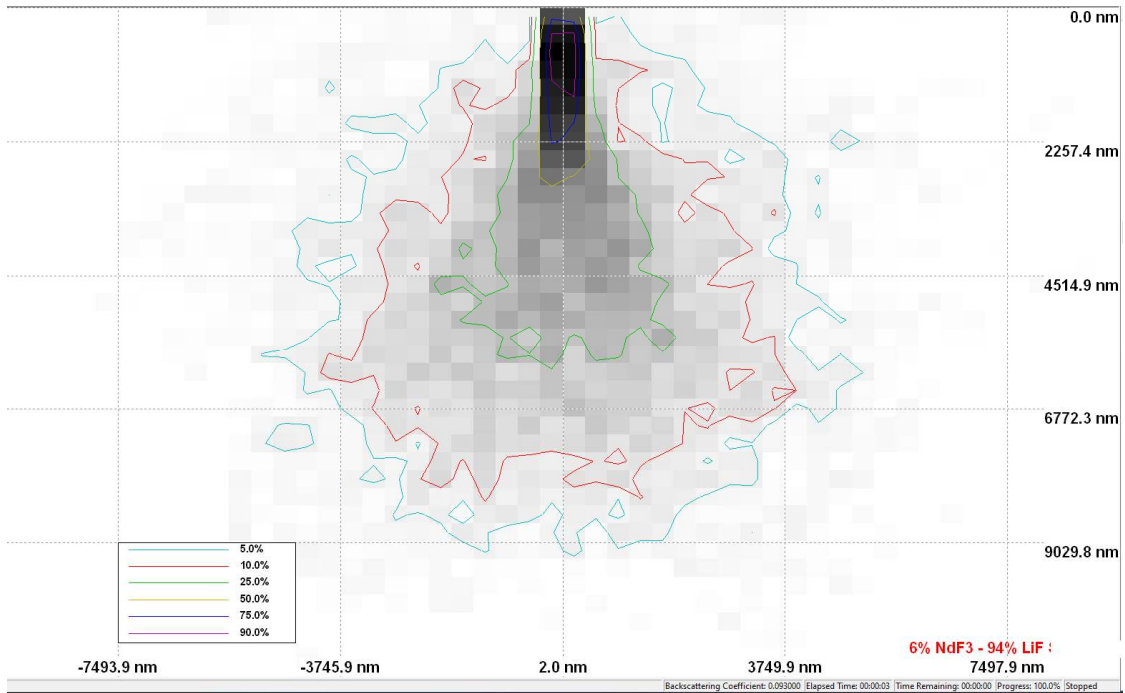


Figura 49 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 6% de NdF<sub>3</sub>

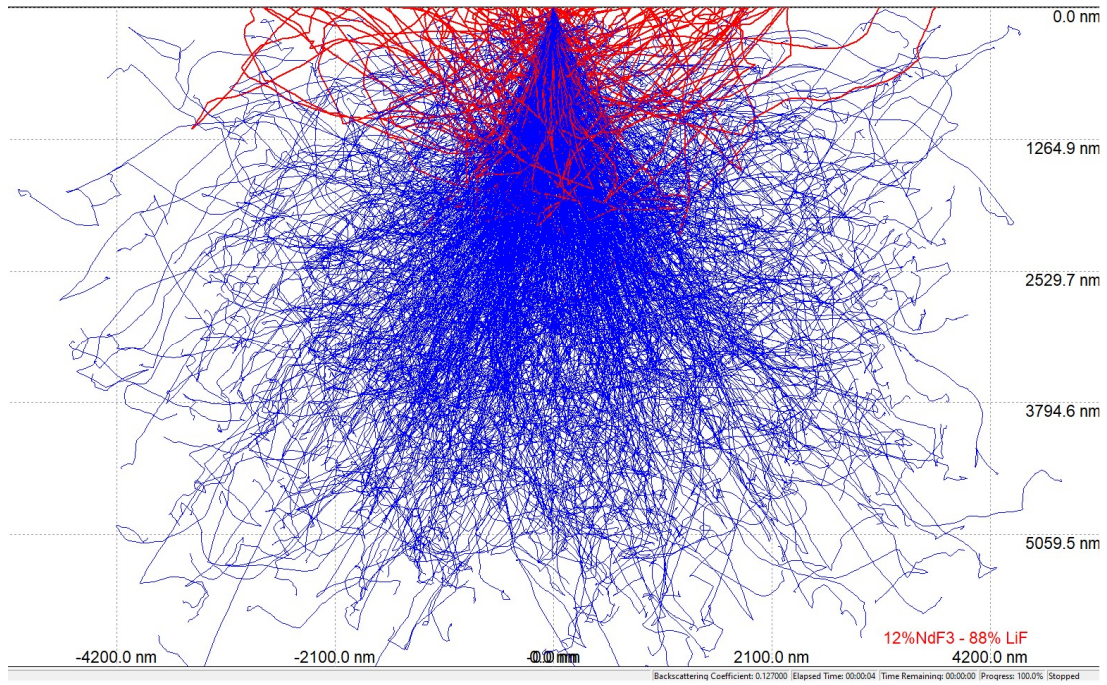


Figura 50 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a  $0^\circ$  en LiF con incorporación de 12% de  $\text{NdF}_3$

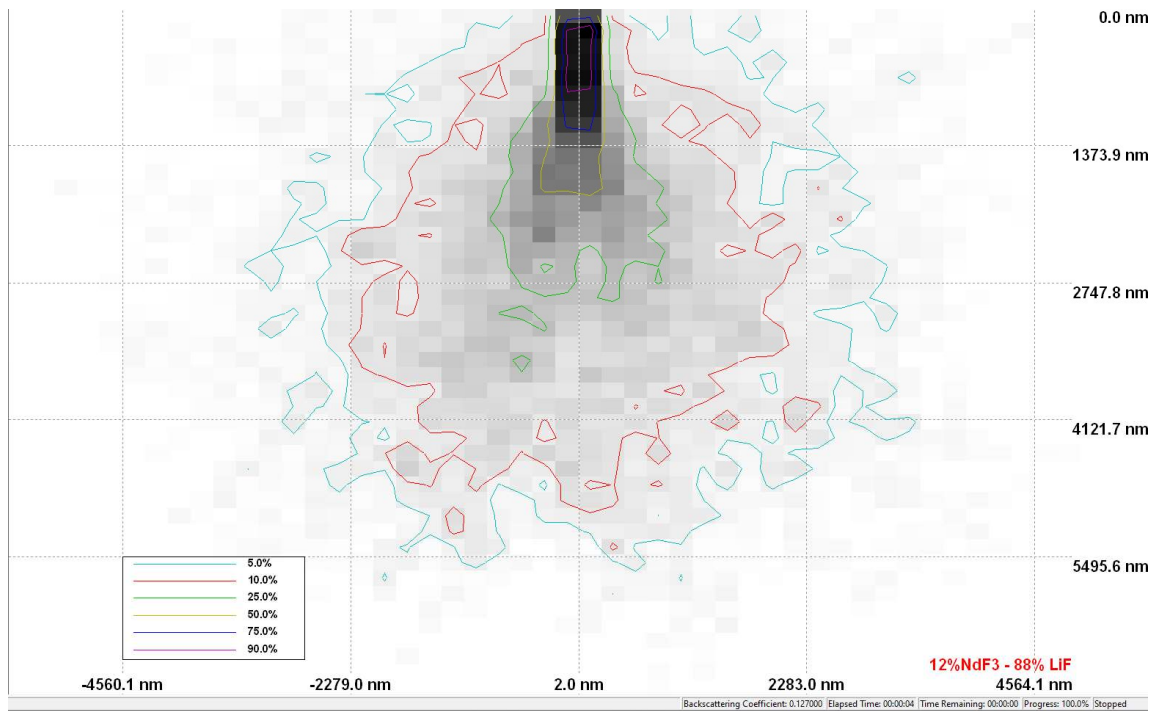


Figura 51 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 12% de  $\text{NdF}_3$

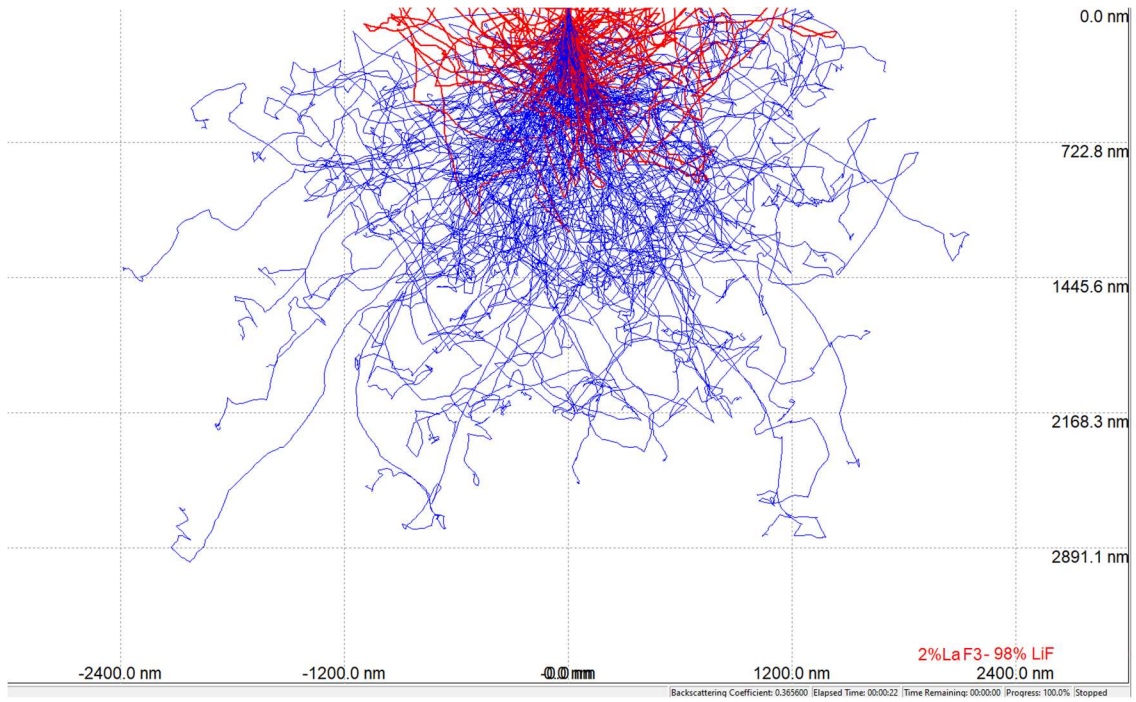


Figura 52 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a 0° en LiF con incorporación de 2% de LaF<sub>3</sub>

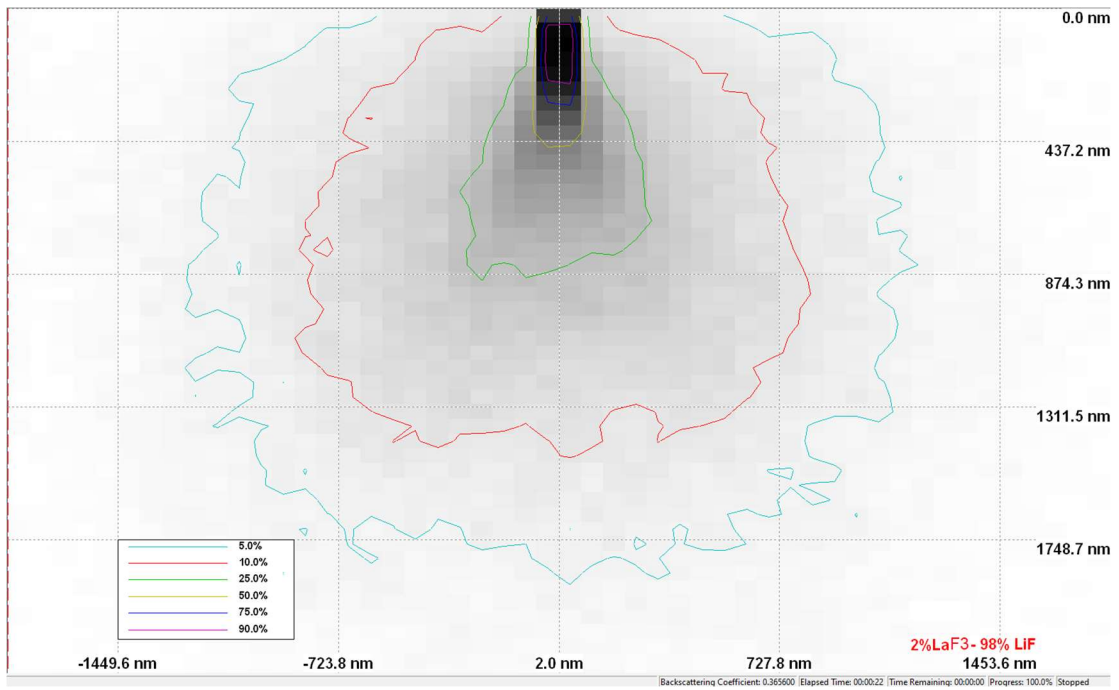


Figura 53 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 2% de LaF<sub>3</sub>

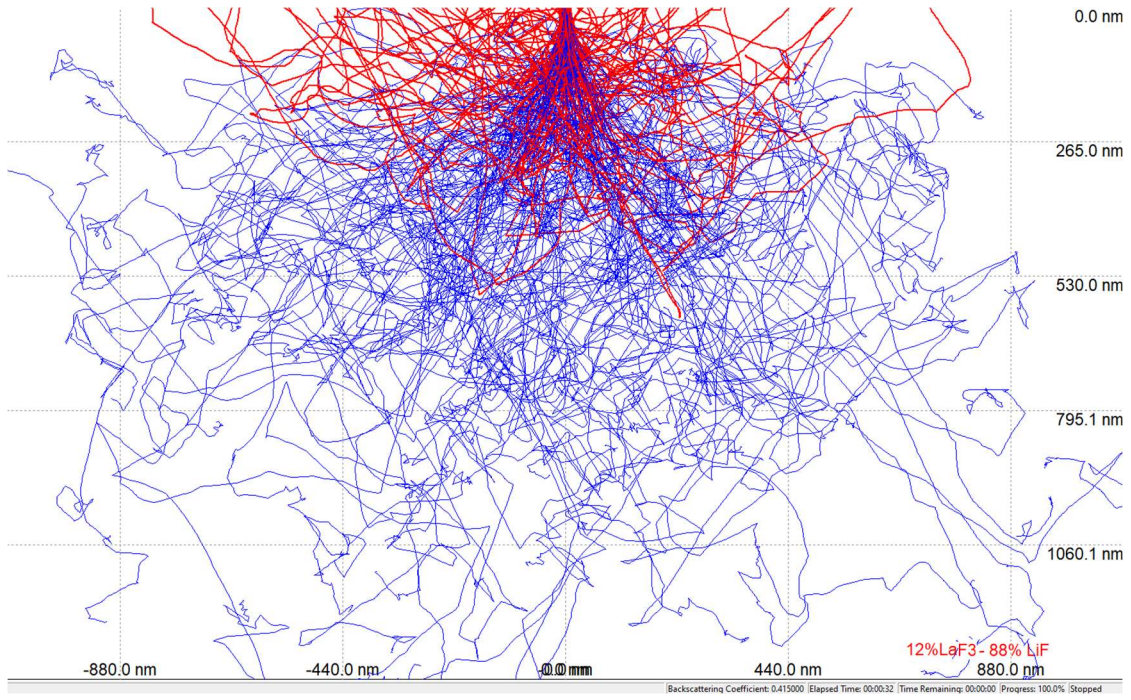


Figura 54 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a  $0^\circ$  en LiF con incorporación de 12% de  $\text{LaF}_3$

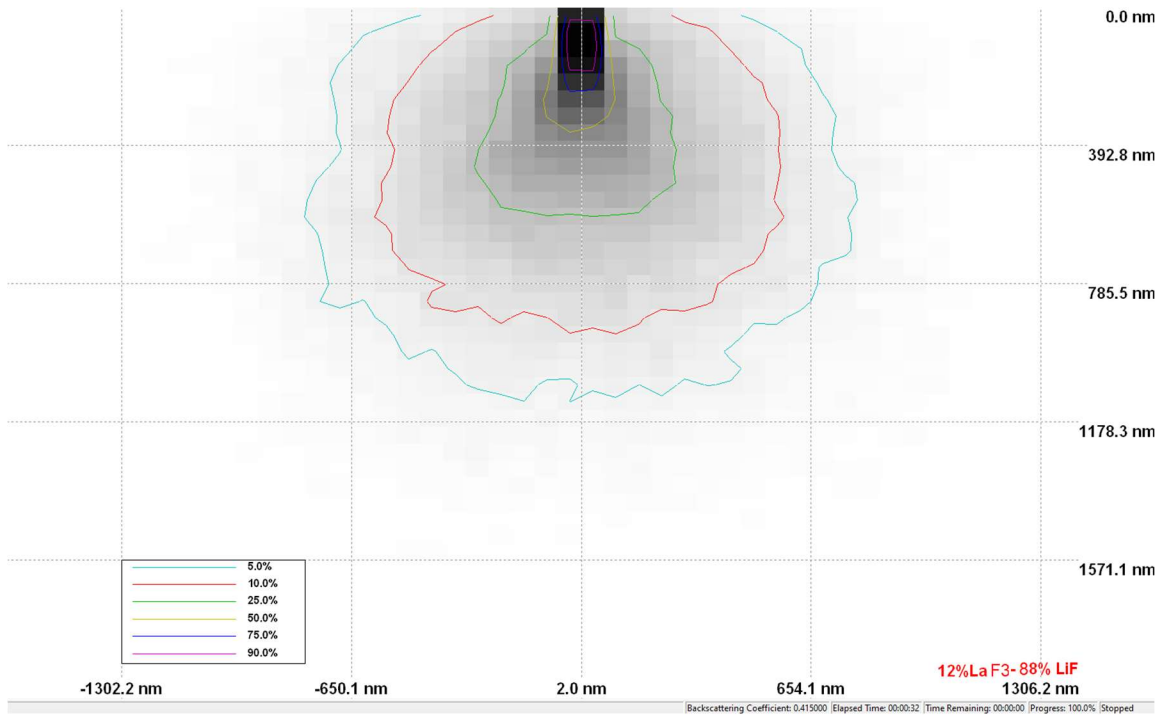


Figura 55 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 12% de  $\text{LaF}_3$

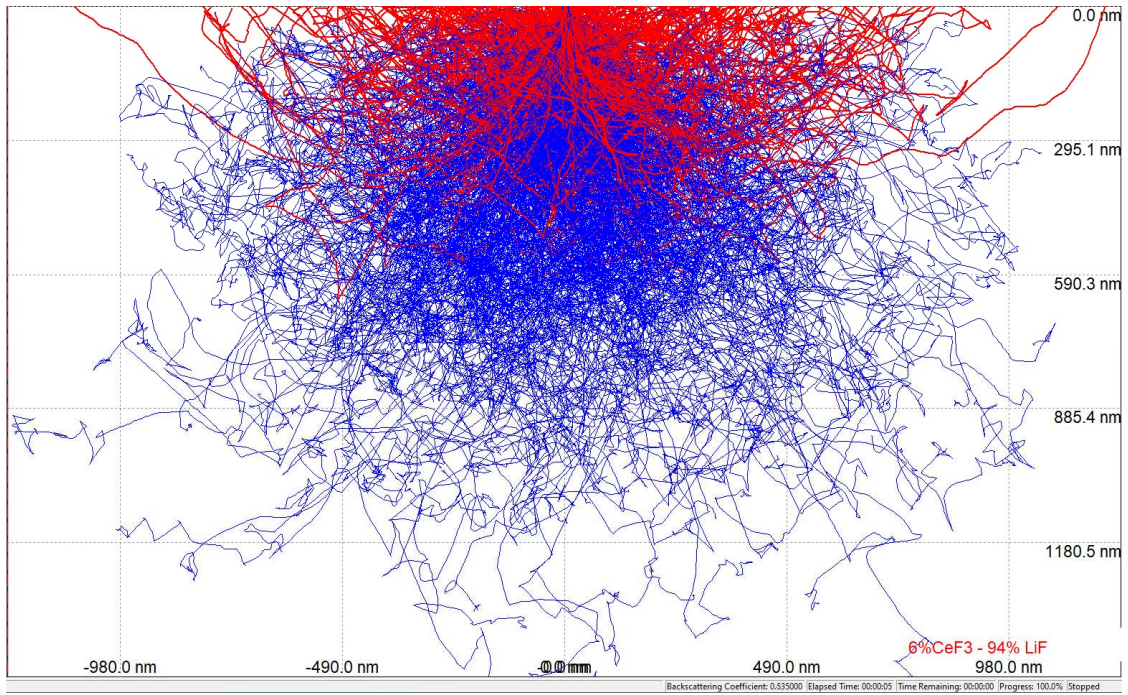


Figura 56 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a  $0^\circ$  en LiF con incorporación de 6% de  $CeF_3$

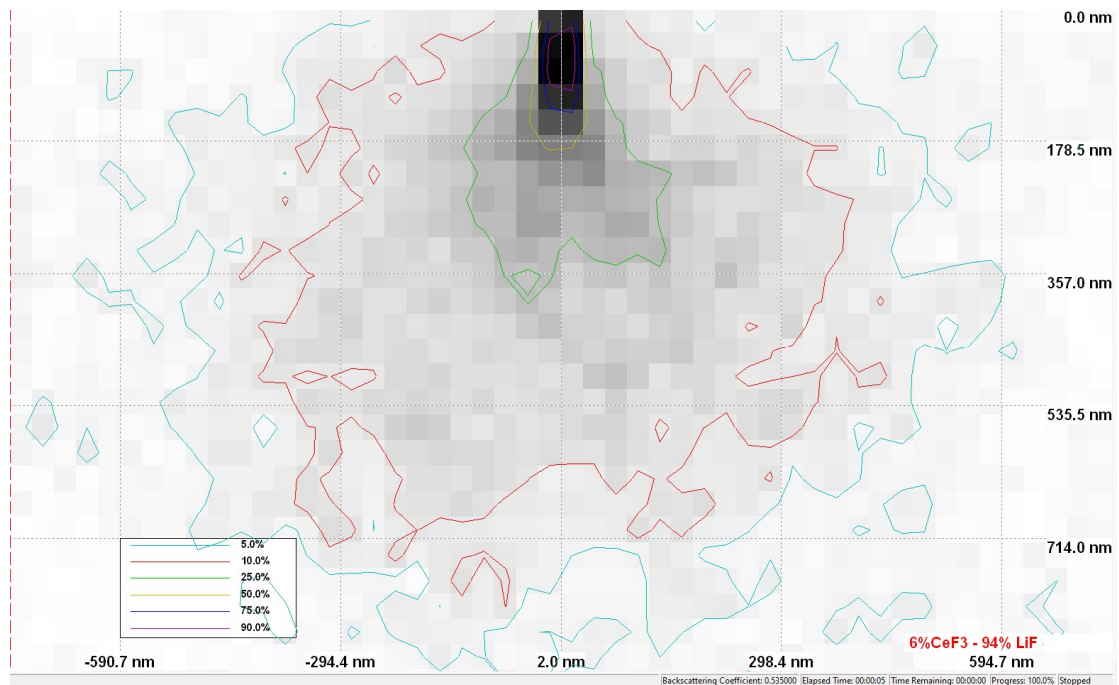


Figura 57 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 6% de  $CeF_3$



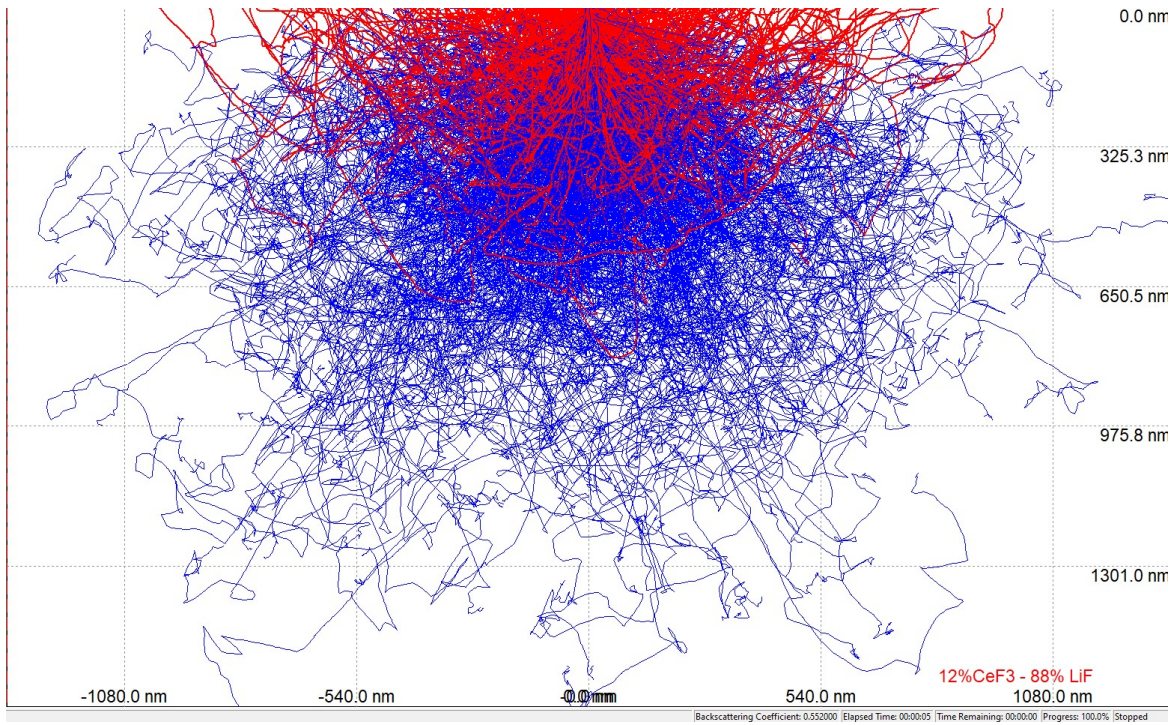


Figura 58 Simulación CASINO – MONTE CARLO de electrones SE y BSE en el LiF a 20 KeV a  $0^\circ$  en LiF con incorporación de 12% de  $CeF_3$

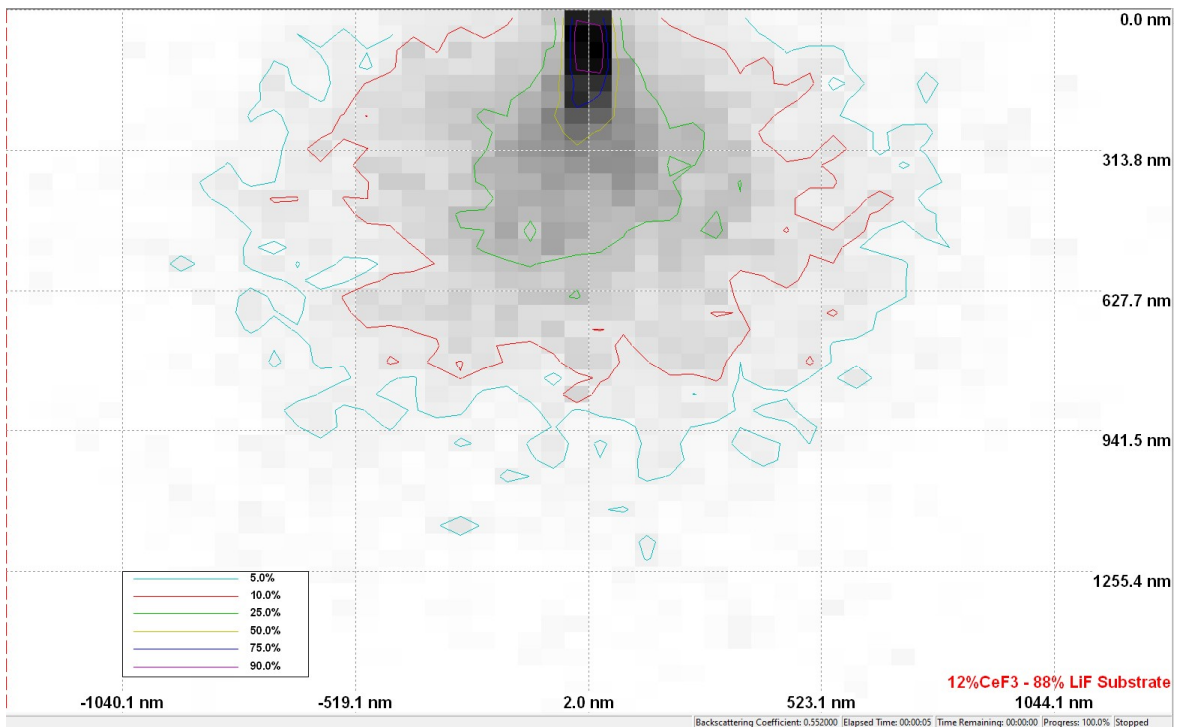


Figura 59 Volumen de interacción en el LiF con incorporación del 12% de  $CeF_3$

## 8. BIBLIOGRAFÍA

- [1] M. Chakraborty and M. S. J. Hashmi, "High energy radiation detection materials: fabrication and applications," *Advances in Materials and Processing Technologies*, vol. 5, no. 2, pp. 279–294, 2019, doi: 10.1080/2374068X.2019.1575714.
- [2] A. T. McCay, T. L. Harley, P. L. Younger, D. C. W. Sanderson, and A. J. Cresswell, "Gamma-ray spectrometry in geothermal exploration: State of the art techniques," *Energies (Basel)*, vol. 7, no. 8, pp. 4757–4780, 2014, doi: 10.3390/en7084757.
- [3] S. del Sordo, L. Abbene, E. Caroli, A. M. Mancini, A. Zappettini, and P. Ubertini, "Progress in the development of CdTe and CdZnTe semiconductor radiation detectors for astrophysical and medical applications," *Sensors*, vol. 9, no. 5, pp. 3491–3526, 2009, doi: 10.3390/s90503491.
- [4] J. H. D. Wong *et al.*, "Characterization of a novel two dimensional diode array the magic plate as a radiation detector for radiation therapy treatment," *Med Phys*, vol. 39, no. 5, pp. 2544–2558, 2012, doi: 10.1118/1.3700234.
- [5] G. Alzen and G. Benz-Bohm, "Kinderradiologie - besonderheiten des strahlenschutzes," *Dtsch Arztebl*, vol. 108, no. 24, pp. 407–414, 2011, doi: 10.3238/arztebl.2011.0407.
- [6] V. Kortov, "Materials for thermoluminescent dosimetry: Current status and future trends," *Radiat Meas*, vol. 42, no. 4–5, pp. 576–581, 2007, doi: 10.1016/j.radmeas.2007.02.067.
- [7] A. G. Wintle and D. J. Huntley, "Thermoluminescence dating of sediments," *Quat Sci Rev*, vol. 1, no. 1, pp. 31–53, 1982, doi: 10.1016/0277-3791(82)90018-X.
- [8] S. W. S. McKeever, *Thermoluminescence of Solids*. Cambridge University Press, 1985. doi: 10.1017/CBO9780511564994.
- [9] T. Nakajima, Y. Murayama, T. Matsuzawa, and A. Koyano, "Development of a new highly sensitive LiF thermoluminescence dosimeter and its applications," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 157, no. 1, pp. 155–162, 1978, doi: 10.1016/0029-554X(78)90601-8.
- [10] H. Yazan, Z. G. Portakal-Uçar, S. Akça, M. Topaksu, P. D. Townsend, and N. Can, "Thermoluminescence of Ce and Nd co-doped CaF<sub>2</sub> phosphors after beta irradiation," *J Lumin*, vol. 234, no. October 2020, p. 117949, 2021, doi: 10.1016/j.jlumin.2021.117949.
- [11] P. Konstantinidis, E. Tsoutsoumanos, G. S. Polymeris, and G. Kitis, "Thermoluminescence response of various dosimeters as a function of irradiation temperature," *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 177, no. September, p. 109156, 2020, doi: 10.1016/j.radphyschem.2020.109156.
- [12] S. G. Gorbics, F. H. Attix, and J. A. Pfaff, "Temperature stability of CaF<sub>2</sub>:Mn and LiF(TLD-100) thermoluminescent dosimeters," *Int J Appl Radiat Isot*, vol. 18, no. 9, pp. 625–630, Sep. 1967, doi: 10.1016/0020-708X(67)90063-4.

- [13] E. B. Podgoršak, P. R. Moran, and J. R. Cameron, "Thermoluminescent behavior of LiF (TLD-100) from 77° to 500°K," *J Appl Phys*, vol. 42, no. 7, pp. 2761–2767, 1971, doi: 10.1063/1.1660620.
- [14] H. Jung, K. J. Lee, and J. L. Kim, "A personal thermoluminescence dosimeter using LiF:Mg,Cu,Na,Si detectors for photon fields," *Applied Radiation and Isotopes*, vol. 59, no. 1, pp. 87–93, 2003, doi: 10.1016/S0969-8043(03)00120-9.
- [15] S. del Sordo, L. Abbene, E. Caroli, A. M. Mancini, A. Zappettini, and P. Ubertini, "Progress in the development of CdTe and CdZnTe semiconductor radiation detectors for astrophysical and medical applications," *Sensors*, vol. 9, no. 5, pp. 3491–3526, 2009, doi: 10.3390/s90503491.
- [16] L. Singh, V. Chopra, and S. P. Lochab, "Synthesis and characterization of thermoluminescent Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> nanophosphor," *J Lumin*, vol. 131, no. 6, pp. 1177–1183, 2011, doi: 10.1016/j.jlumin.2011.02.035.
- [17] B. J. R. Swamy *et al.*, "Thermoluminescence study of MnO doped borophosphate glass samples for radiation dosimetry," *J Non Cryst Solids*, vol. 368, no. 1, pp. 40–44, 2013, doi: 10.1016/j.jnoncrsol.2013.02.020.
- [18] O. Annalakshmi *et al.*, "Thermoluminescence dosimetric characteristics of thulium doped ZnB<sub>2</sub>O<sub>4</sub> phosphor," *J Lumin*, vol. 146, pp. 295–301, 2014, doi: 10.1016/j.jlumin.2013.09.042.
- [19] S. Bahl, S. P. Lochab, and P. Kumar, "CaSO<sub>4</sub>: Dy,Mn: A new and highly sensitive thermoluminescence phosphor for versatile dosimetry," *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 119, pp. 136–141, 2016, doi: 10.1016/j.radphyschem.2015.10.004.
- [20] D. A. Bradley *et al.*, "Developments in production of silica-based thermoluminescence dosimeters," *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 137, pp. 37–44, 2017, doi: 10.1016/j.radphyschem.2016.01.013.
- [21] T. Matsuo *et al.*, "Photoluminescence, scintillation, and dosimetric properties of Ce-codoped MgF<sub>2</sub>:Tb ceramics," *J Lumin*, vol. 231, no. August 2020, p. 117803, 2021, doi: 10.1016/j.jlumin.2020.117803.
- [22] M. Mehrabi, M. Zahedifar, Z. Saeidi, R. Gheisari, and S. Hasanloo, "Effect of using ultrasonic waves in synthesis on the size, shape and luminescence properties of NaCl:Ce<sup>3+</sup> crystals for clinical dosimeter application," *Mater Chem Phys*, vol. 263, no. January, p. 124374, 2021, doi: 10.1016/j.matchemphys.2021.124374.
- [23] A. A. Saray, P. Kaviani, and D. Shahbazi-Gahrouei, "Dosimetric characteristics of lithium triborate (LiB<sub>3</sub>O<sub>5</sub>) nanophosphor for medical applications," *Radiat Meas*, vol. 140, no. June 2020, p. 106502, 2021, doi: 10.1016/j.radmeas.2020.106502.
- [24] M. F. Churbanov *et al.*, "Cascade sensitization of mid-infrared Ce<sup>3+</sup> luminescence by Dy<sup>3+</sup> ions in selenide glass," *J Lumin*, vol. 231, no. July 2020, p. 117809, 2021, doi: 10.1016/j.jlumin.2020.117809.

- [25] A. R. Kadam, G. C. Mishra, and S. J. Dhoble, "Thermoluminescence study and evaluation of trapping parameters CaTiO<sub>3</sub>: RE (RE=Eu<sup>3+</sup>, Dy<sup>3+</sup>) phosphor for TLD applications," *J Mol Struct*, vol. 1225, p. 129129, 2021, doi: 10.1016/j.molstruc.2020.129129.
- [26] H. A. Thabit, N. A. Kabir, N. M. Ahmed, S. Alraddadi, and M. S. Al-Buriahi, "Synthesis, structural, optical, and thermoluminescence properties of ZnO/Ag/Y nanopowders for electronic and dosimetry applications," *Ceram Int*, vol. 47, no. 3, pp. 4249–4256, 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2020.10.002.
- [27] P. O. Ike, D. E. Folley, K. K. Agwu, M. L. Chithambo, S. Chikwembani, and F. I. Ezema, "Influence of dysprosium doping on the structural, thermoluminescence and optical properties of lithium aluminium borate," *J Lumin*, vol. 233, no. December 2020, p. 117932, 2021, doi: 10.1016/j.jlumin.2021.117932.
- [28] J. Azorin, "Preparation methods of thermoluminescent materials for dosimetric applications: An overview," *Applied Radiation and Isotopes*, vol. 83, pp. 187–191, 2014, doi: 10.1016/j.apradiso.2013.04.031.
- [29] J. I. Goldstein *et al.*, "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis."
- [30] L. L. Noto *et al.*, "Photoluminescence and thermoluminescence properties of BaGa<sub>2</sub>O<sub>4</sub>," *Physica B Condens Matter*, vol. 535, pp. 268–271, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.physb.2017.07.059.
- [31] A. R. Kadam, G. C. Mishra, and S. J. Dhoble, "Thermoluminescence study and evaluation of trapping parameters CaTiO<sub>3</sub>: RE (RE=Eu<sup>3+</sup>, Dy<sup>3+</sup>) phosphor for TLD applications," *J Mol Struct*, vol. 1225, p. 129129, 2021, doi: 10.1016/j.molstruc.2020.129129.
- [32] M. K. Shoushtari, M. Zahedifar, and E. Sadeghi, "Preparation and thermoluminescent dosimetry features of high sensitivity LiF:Mg,Ce phosphor," *Nucl Instrum Methods Phys Res A*, vol. 887, no. April, pp. 128–132, 2018, doi: 10.1016/j.nima.2018.01.043.