



MX0500428

Energía Nuclear y Seguridad Radiológica: Nuevos Retos y Perspectivas  
XIV Congreso Anual de la SNM/XXI Reunión Anual de la SMSR  
Guadalajara, Jalisco, México, 10-13 de Septiembre, (2003), Memorias en CDROM

---

## **Caracterización Dosimétrica Termoluminiscente de la Perovskita, $\text{KMgF}_3$ , Activada con Lantano**

---

**Francisco Sepúlveda Martínez**  
Instituto Politécnico Nacional  
Escuela Superior de Física y Matemáticas  
Unidad Profesional "Adolfo López Mateos"  
Col. Lindavista 07738, México D.F.  
[sepulv@esfm.ipn.mx](mailto:sepulv@esfm.ipn.mx)

**Juan Azorín Nieto<sup>1</sup>, Teodoro Rivera Montalvo<sup>1</sup>, Claudio Furetta<sup>1,2</sup> y C. Sanipoli<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Depto. de Física. Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa.

09340 México D.F. México

<sup>2</sup>Physics Dept. Università di Roma "La Sapienza" Piazzale A. Moro 2, 0185 Roma, Italia

[azorin@xanum.uam.mx](mailto:azorin@xanum.uam.mx); [rivera@xanum.uam.mx](mailto:rivera@xanum.uam.mx); [furt@xanum.uam.mx](mailto:furt@xanum.uam.mx)

### **Resumen**

La nueva reglamentación del ICRP acerca de la Protección Radiológica permite a los diferentes grupos estudiar nuevos materiales termoluminiscentes altamente sensibles para aplicaciones dosimétricas (personal y ambiental). Este trabajo reporta los resultados experimentales relativos a las características termoluminiscentes de una nueva preparación de la fluoroperovskita activada con lantano embebida en politetrafluoretileno ( $\text{KMgF}_3:\text{LaF}_3 + \text{PTFE}$ ). Las principales propiedades termoluminiscentes investigadas fueron: la respuesta TL como una función de la dosis absorbida, la precisión obtenible en la medición de la dosis, la reproducibilidad de las lecturas TL y la dosis de umbral. Los resultados obtenidos se compararon con los requerimientos del protocolo ANSI para la dosimetría ambiental, resultando en un muy buen acuerdo con los rendimientos requeridos.

### **1. INTRODUCCIÓN**

Debido al interés creciente en la dosimetría termoluminiscente de la radiación para aplicaciones: ambientales, de personal y clínicas, se han estado realizando serios esfuerzos en la investigación con el fin de producir nuevos materiales termoluminiscentes de alto rendimiento.

Los compuestos ternarios que pertenecen al grupo de las fluoroperovskitas tienen la forma general AB, donde A y B corresponden a un metal alcalino y a un metal alcalino térreo, respectivamente. Estos compuestos, recientemente han acaparado la atención en dosimetría de la radiación, debido a su posible uso como dosímetros termoluminiscentes (TLD), si se dopan con los activadores adecuados.

El material  $\text{KMgF}_3$ , cuyo número atómico efectivo,  $Z_{\text{eff}}$ , es de 13.4, se propuso como un material TL, por primera vez en 1990 y mostró buenos resultados dosimétricos [1]. Posteriormente, durante los últimos años se han llevado a cabo varios estudios [2-10].

La finalidad de este trabajo es reportar las características dosimétricas del material termoluminiscente  $\text{KMgF}_3:\text{LaF}_3+\text{PTFE}$  al irradiarlo con partículas beta ( $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ ).

## 1.1 Preparación de Muestras

El dopado del material  $\text{KMgF}_3$  se obtuvo del fundido formado por  $\text{KF}$  y  $\text{MgF}_2$  en la razón estequiométrica por la técnica de Czochralski, usando un crisol de platino y bajo una atmósfera de gas argón. Las dimensiones típicas de los cristales formados son de 4-5 cm de largo y de 2-3 cm de diámetro. El dopado, en la forma de  $\text{LaF}_3$ , se consiguió agregándole al polvo inicial, antes del crecimiento del cristal, una cantidad apropiada de impurezas.

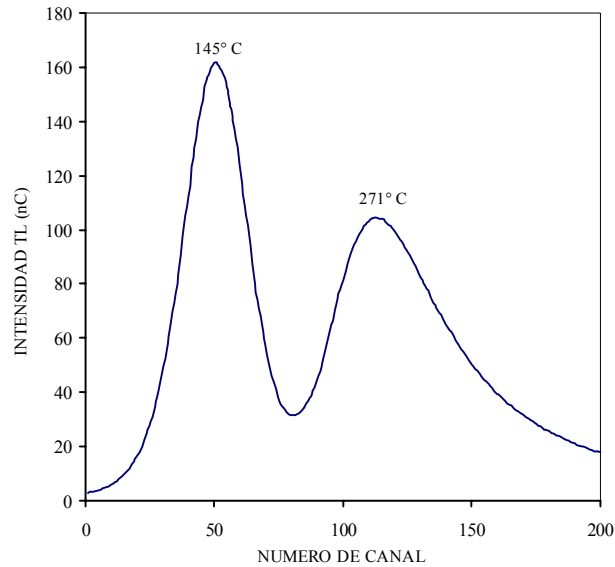
Debido al fenómeno de segregación durante el crecimiento del cristal, en general la concentración del dopante en el cristal no coincide con el del fundido y además, no es constante a lo largo del lingote por lo que el cristal se tuvo que reducir a polvo. Con el fin de obtener pastillas de  $\text{KMgF}_3:\text{LaF}_3 + \text{PTFE}$ , una mezcla de 2:1 de polvo del material TL y el polvo de resina de PTFE se comprimió en un molde de acero inoxidable a una presión aproximada de 0.1 Gpa, a temperatura ambiente. Las pastillas así obtenidas pesaron aproximadamente 20 mg., se trataron térmicamente para ser sinterizadas en un tiempo mayor a 5 horas en un horno con una atmósfera de nitrógeno, incrementando la temperatura hasta 400°C, un poco inferior al punto de fusión del PTFE. Después de la sinterización, las muestras se dejaron enfriar a temperatura ambiente. Entonces estuvieron listas para su evaluación TL.

Los materiales estudiados fueron:

$\text{KMgF}_3:\text{LaF}_3$  con una concentración de dopante respectivamente igual a 1.02 mol % (336 mg de  $\text{LaF}_3$ ), 2.04 mol % (672 mg de  $\text{LaF}_3$ ) y 4.12 mol% (1358 mg  $\text{LaF}_3$ ).

Las muestras con una masa promedio de  $(20\pm 3)$  mg, un diámetro de 5 mm y un espesor de 0.6 mm, se seleccionaron cuidadosamente con el fin de obtener una buena homogeneidad tanto en la masa ( $\pm 3\%$ ) como en la respuesta TL ( $\pm 5\%$ ).

Una curva de brillo típica del  $\text{KMgF}_3:\text{LaF}_3+\text{PTFE}$  (2.04 mol %) se muestra en la Figura 1. Dos picos bien resueltos se pueden observar: el primero a unos 418°K (145°C) y el otro a unos 544°K (271°C).

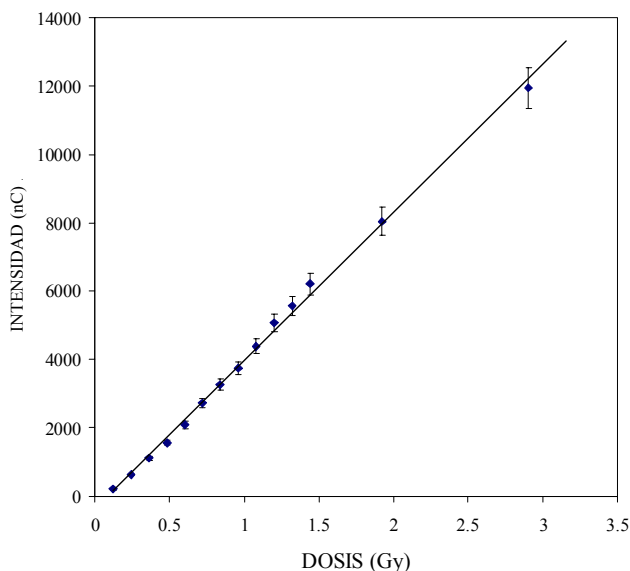


**Figura 1. Curva de brillo TL típica del  $\text{KMgF}_3:\text{LaF}_3$  + PTFE**

## 2. RESULTADOS EXPERIMENTALES

### 2.1 Respuesta TL vs Dosis

Antes de usar las muestras, se usó un procedimiento de recocido a  $400^\circ\text{C}$  por una hora se usó para borrar cualquier efecto previo de posible irradiación y para estabilizar la estructura de la trampa [9]. A las muestras recocidas se les permitió enfriarse a la temperatura ambiente fuera del horno. Después de lo cual, se inspeccionó la respuesta TL del material  $\text{KMgF}_3$ , como una función de la dosis, en un amplio rango de dosis beta: de 1 mGy a 3 Gy. La rapidez de calentamiento empleada fue de  $10^\circ\text{C/s}$ , con una temperatura de lectura máxima de  $400^\circ\text{C}$ . La Figura 2 muestra los resultados obtenidos. Cada punto experimental representa la respuesta promedio de más de cinco pastillas irradiadas. La respuesta TL se evalúa como el área total bajo la curva de brillo, después de la sub-tracción del fondo. Se puede observar una muy buena linealidad sobre todo el rango de las dosis liberadas.



**Figura 2. Respuesta TL del  $\text{KMgF}_3$  en función de la dosis debida a partículas beta**

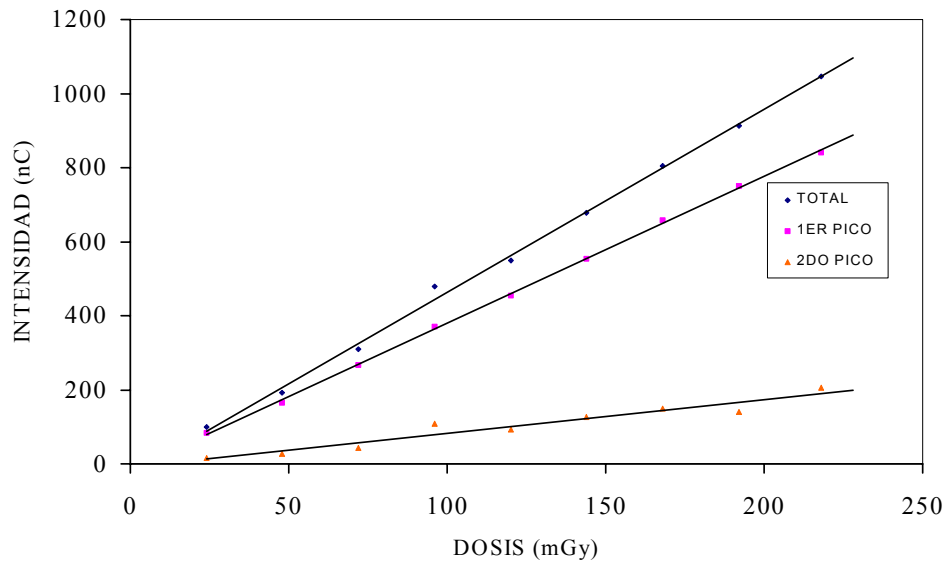
La Figura 3 muestra la contribución de los picos para la respuesta TL total, en el rango de 25 a 250 mGy, comparada con la respuesta TL total en el mismo rango de dosis.

## 2.2. Precisión

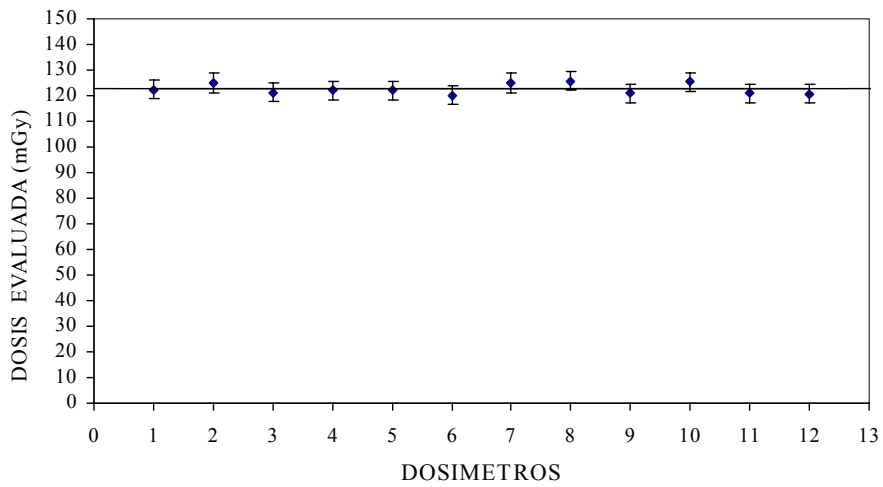
Si varios dosímetros se irradian a la misma dosis, algunas variaciones en la sensibilidad se pueden observar. Estas variaciones determinan la precisión con la cual una cierta dosis se puede medir. De acuerdo al procedimiento dado por el “American National standards Institute” [11], 12 dosímetros recibieron el recocido a  $400^\circ\text{C}$  durante una hora y entonces fueron irradiados a la dosis de 120 mGy. De acuerdo a los requisitos del ANSI para la precisión, se tiene que satisfacer la siguiente relación:

$$\frac{D_{\max} - D_{\min}}{D_{\min}} \% < 30\%$$

donde  $D_{\max}$  y  $D_{\min}$  son las lecturas TL máxima y mínima, expresadas en unidades de dosis. Los resultados se muestran en la Figura 4. Usando los valores  $D_{\min} = 120.03$  y  $D_{\max} = 125.74$  mGy se obtiene un parámetro de precisión igual a 4.4%, el cual es mucho menor que el 30% requerido.



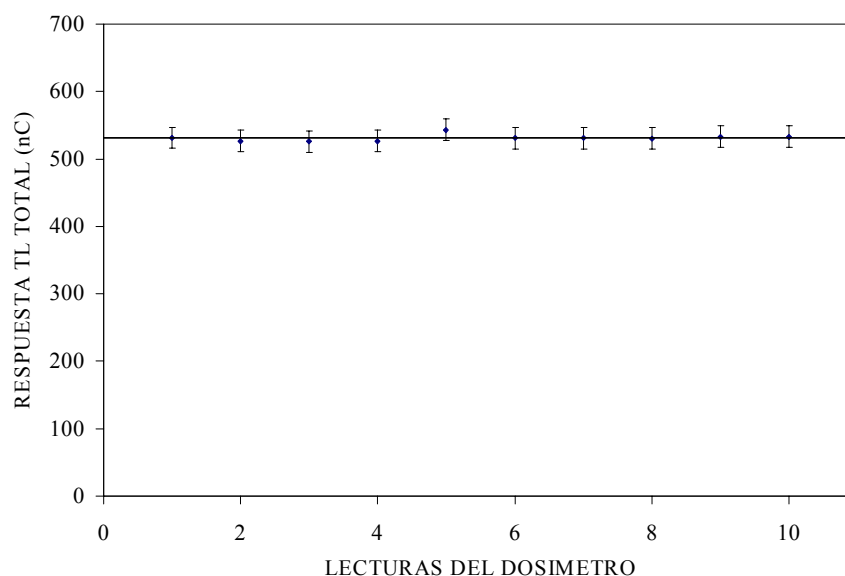
**Figura 3. Contribución de cada pico a la respuesta TL total**



**Figura 4. Prueba de uniformidad**

### 2.3. Reproducibilidad

La reproducibilidad se define como la medida de la uniformidad de la respuesta de un dosímetro. Para verificar este punto, 10 pastillas de  $\text{KMgF}_3$  se recocieron, se irradiaron a 120 mGy y se leyeron durante más de cinco ciclos repetidos. La desviación estándar asociada al promedio calculado de más de cinco ciclos repetidos, efectuados en el mismo dosímetro, fue menor al 5%. Además, el promedio obtenido de los diez dosímetros dio una desviación estándar menor al 1%, Ver (Figura 5). Este valor satisface el requisito ANSI, el cual permite una desviación estándar no mayor al 10%.



**Figura 5. Prueba de reproducibilidad**

### 2.4. Sensibilidad Relativa

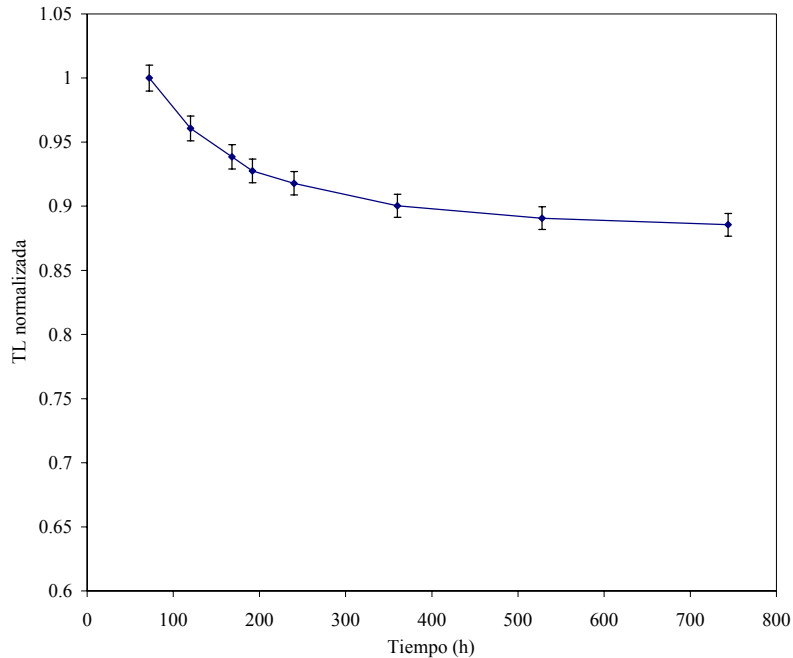
Los dosímetros TLD-100 de Harshaw se usaron como material de referencia. En este caso los cristales de  $\text{LiF:Mg,Ti}$  no se trataron como los dosímetros activados con Lantano. Los TLD-100 se borraron a  $400^\circ\text{C}/1$  hr y se enfriaron rápidamente a temperatura ambiente. Después de enfriados, le siguió un segundo borrado a  $100^\circ\text{C}$  durante 2 horas. Tabla I, También se muestra la comparación de los resultados con los dosímetros de  $\text{CaSO}_4:\text{Eu}$ .

**Tabla I. Sensibilidad comparativa del  $\text{KMgF}_3:\text{LaF}_3+\text{PTFE}$  (2.04 mol % )**

Material TL	Sensibilidad relativa con respecto a	
	$\text{CaSO}_4:\text{Eu}$	TLD-100
$\text{KMgF}_3:\text{LaF}_3$	0.4	6.1
$\text{CaSO}_4:\text{Eu}$	1.0	15.3
TLD-100	0.1	1.0

## 2.4. Desvanecimiento

Un experimento de desvanecimiento se efectuó durante un periodo de unas 800 horas. Las muestras, después de la irradiación, se almacenaron sin luz a la temperatura ambiente. Los resultados del experimento, dados en la Figura 6, muestran un comportamiento muy similar para todas las muestras: la pérdida de TL es no mayor al 10%.



**Figura 6. Comportamiento del desvanecimiento de una muestra de  $\text{KMgF}_3$  a la temperatura ambiente y sin luz. Respuesta normalizada a dosímetros irradiados el mismo día de la lectura.**

## 2.5. Dosis Umbral

El umbral de detección, el cual se define como la dosis más pequeña que se puede distinguir significativamente de la dosis cero, se puede tomar como tres veces la desviación estándar de la lectura de dosis cero, expresada en unidades de dosis absorbida.

La determinación de la dosis de umbral ha sido obtenida usando 12 pastillas. Las pastillas recibieron el recocido estándar y, después de enfriarse a la temperatura ambiente, se leyeron. La Tabla II muestra estos resultados. El valor promedio de las lecturas, expresadas en unidades de dosis absorbida, es de 0.467 mGy, con una desviación estándar asociada igual a 0.0936 mGy. De acuerdo a la definición previa, los resultados del umbral de dosis son iguales a unos 0.294 mGy, el cual es mucho menor que el límite de 1 mGy requerido por el protocolo ANSI.

**Tabla II. Evaluación de la dosis umbral**

<b>DOSIS UMBRAL</b>		
Dosímetro	Lectura (nC)	Dosis evaluada (mGy)
1	1.65	0.491
2	1.89	0.562
3	1.74	0.517
4	1.06	0.315
5	1.18	0.351
6	1.74	0.517
7	1.93	0.574
8	1.04	0.309
9	1.33	0.395
10	1.66	0.494
11	1.82	0.541
12	1.84	0.547

## 3. CONCLUSIONES

La perovskita del tipo  $\text{KMgF}_3$  activada con iones de lantano muestra una curva compuesta por dos picos bien resueltos. La respuesta TL como una función de la dosis absorbida es lineal al menos de 1 mGy a unos 3 Gy. Otras características, como la precisión y la reproducibilidad de la respuesta TL, son muy buenas y reúnen los requisitos del protocolo ANSI.



Por el número atómico de este material, intermedio entre el del tejido equivalente y el de los materiales TL de alto número atómico; debido a la posibilidad de obtener pastillas sólidas; y por los resultados descritos anteriormente, se muestra que este material, dopado con iones de Lantano, representa un éxito real en la investigación para materiales dosimétricos eficientes. La sensibilidad de este material TL, el notable desempeño de su respuesta, aunada a otras propiedades, hacen de la fluoroperovskita un material muy promisorio para los propósitos de la dosimetría TL.

## REFERENCIAS

1. Furetta C., Bacci C., Rispoli B., Sanipoli C. and Scacco A. Luminescence and dosimetric performances of  $\text{KMgF}_3$  crystals doped with metal impurity ions. *Rad. Prot. Dos.* 33(1/4), **Vol.1**, 107-110, 1990.
2. Bacci C., Fioravanti S., Furetta C., Missori M., Ramogida G., Rossetti R., Sanipoli C. and Scacco A. Photoluminescence and thermally stimulated luminescence in  $\text{KMgF}_3:\text{Eu}^{2+}$  crystals. *Rad. Prot. Dos.* **47(1/4)**, 277-280, 1993.
3. Scacco A., Furetta C., Bacci C., Ramogida G. and Sanipoli C. Defects in  $\gamma$ -irradiated  $\text{KMgF}_3:\text{Ti}^+$ . *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res.* **B91**, 223-226, 1994
4. Furetta C., Ramogida G., Scacco A., Martini M. and Paravisi S. Spectroscopy of complex defects in crystals of  $\text{KMgF}_3:\text{Ti}^+$ . *J. Phys. Chem.Solids* **55(11)**, 1337-1345, 1994
5. Kitis G., Furetta C., Sanipoli C. and Scacco A. Thermoluminescence properties of  $\text{KMgF}_3$  doped with Pb, Cr and Ag. *Rad. Prot. Dos.* **65(1/4)**, 93-96, 1996
6. Gambarini G., Martini M., Scacco A., Rafflaglio C. and Sichirollo A.E. TL dosimetry in high fluxes of thermal neutrons using variously doped LiF and  $\text{KMgF}_3$ . *Rad. Prot. Dos.* **70(1/4)**, 175-180, 1997
7. Kitis G., Furetta C., Sanipoli C. and Scacco A. " $\text{KMgF}_3:\text{Ce}$ , an ultra-high sensitivity thermoluminescent material. *Rad. Prot. Dos.* **82(2)**, 151-152, 1999
8. Furetta C., Sanipoli C. and Kitis G. Thermoluminescent kinetics of the Perovskite  $\text{KMgF}_3$  activated by Ce and Er impurities. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 34, 857-861, 2001
9. Furetta C., Santopietro F., Sanipoli C. and Kitis G. Thermoluminescent (TL) properties of the perovskite  $\text{KMgF}_3$  activated by Ce and Er impurities. *Appl. Rad. Isot.* **55**, 533-542, 2001
10. Le Masson N.J.M., Bos A.J.J., Van Eijk C.W.E., Furetta C. and Chaminade J.P. "Optically and thermally stimulated luminescence of  $\text{KMgF}_3:\text{Ce}^{3+}$ . To be published on *Rad. Prot. Dos.*
11. American National Standards Institute. *Performance, testing and procedural specifications for thermoluminescent dosimetry.* (Environmental applications). New York, NY, American Standards Institute, Ins.; ANSI N545, 1975