



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO



FACULTAD DE CIENCIAS

SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS DE LA RESPUESTA
TERMOLUMINISCENTE DE HIDROXIAPATITA OBTENIDA A PARTIR DE
HUESO DE PESCADO Y DOPADA CON Nd_2O_3

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

LICENCIADO EN FÍSICA

PRESENTA:

Eduardo Guerrero Salgado

ASESORES:

Dr. Demetrio Mendoza Anaya

Dra. Alicia Lucrecia Lira Campos

TOLUCA, MÉXICO. MAYO 2021

ÍNDICE

| | |
|---|----|
| 1. INTRODUCCIÓN | 9 |
| 2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS | 12 |
| 2.1. Interacción radiación-materia | 12 |
| 2.2. Radiaciones no ionizantes | 13 |
| 2.3. Radiaciones ionizantes | 13 |
| 2.4. Radiación gamma | 14 |
| 2.4.1. Efecto fotoeléctrico | 15 |
| 2.4.2. Efecto Compton | 16 |
| 2.4.3. Producción de pares | 17 |
| 2.5. Aplicaciones de la radiación gamma | 18 |
| 2.6. Unidades de radiación | 19 |
| 2.6.1. Dosis absorbida | 20 |
| 2.6.2. Medición de la tasa de dosis | 21 |
| 2.7. Detectores de radiación | 21 |
| 2.7.1. Detectores activos | 22 |
| 2.7.2. Detectores pasivos | 23 |
| 2.8. Termoluminiscencia | 24 |
| 2.8.1. Cinética de primer orden | 26 |
| 2.8.2. Cinética de segundo orden | 27 |
| 2.8.3. Cinética de orden general | 28 |
| 2.8.4. Deconvolución de curvas TL | 30 |
| 2.9. Dosímetros termoluminiscentes | 32 |
| 2.10. Propiedades físicas y químicas de la hidroxiapatita | 33 |
| 2.11. Técnicas de caracterización | 34 |
| 2.11.1. Microscopia electrónica de barrido | 34 |
| 2.11.2. Espectroscopia por dispersión de energía de rayos X | 36 |
| 2.11.3. Difracción de rayos X | 36 |
| 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL | 39 |
| 3.1. Síntesis de la hidroxiapatita pura y dopada | 39 |
| 3.2. Caracterización de la hidroxiapatita | 41 |
| 3.3. Irradiación de la hidroxiapatita | 41 |

| | | |
|--------|--|----|
| 3.4. | Lectura de la señal termoluminiscente | 43 |
| 4. | RESULTADOS Y ANÁLISIS | 44 |
| 4.1. | Microscopia electrónica y EDS | 44 |
| 4.2. | Análisis por MEB y EDS del polvo después del tratamiento térmico | 45 |
| 4.2.1. | Análisis por MEB y EDS de Hap pura | 46 |
| 4.2.2. | Análisis por MEB y EDS del polvo dopado a 0.5%wt de Nd_2O_3 | 48 |
| 4.2.3. | Análisis por MEB y EDS del polvo dopado a 1%wt de Nd_2O_3 | 50 |
| 4.3. | Análisis por difracción de rayos X (DRX) del polvo antes y después del tratamiento térmico | 53 |
| 4.4. | Respuesta TL y dosis absorbida | 55 |
| 4.4.1. | Respuesta TL | 55 |
| 4.4.2. | Dosis absorbida | 62 |
| 4.5. | Deconvolución de curvas TL | 66 |
| 5. | CONCLUSIONES | 74 |
| 6. | RECOMENDACIONES | 76 |
| 7. | BIBLIOGRAFÍA | 77 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1. Clasificación de la radiación ionizante | 14 |
| Figura 2. Representación del efecto fotoeléctrico | 16 |
| Figura 3. Representación esquemática del efecto Compton..... | 17 |
| Figura 4. Representación de la producción de pares..... | 17 |
| Figura 5. Elementos básicos de un detector de ionización | 22 |
| Figura 6. Mecanismo del proceso de termoluminiscencia en un semiconductor | 25 |
| Figura 7. Deconvolución de una curva TL..... | 32 |
| Figura 8. Diagrama esquemático de un microscopio electrónico de barrido | 35 |
| Figura 9. Representación gráfica de la ley de Bragg..... | 37 |
| Figura 10. Esquema básico de un difractómetro de rayos X | 38 |
| Figura 11. Agitación magnética de los huesos de pescado. | 39 |
| Figura 12. Muestra obtenida a partir del pre-tratamiento térmico (400°C)..... | 40 |
| Figura 13. Características finales de las muestras obtenidas | 40 |
| Figura 14. Sistema que representa el método de recubrimiento por el método de dispersión y portamuestras utilizado para análisis (MEB)..... | 41 |
| Figura 15. Pastillas obtenidas después del sinterizado..... | 42 |
| Figura 16. Equipo irradiador Gamacell 220 | 42 |
| Figura 17. Morfología del hueso de pescado antes del tratamiento químico | 44 |
| Figura 18. (a) Vista general de la estructura del hueso de pescado, después del tratamiento con NaOH (b) vista de otra zona en la que se observan poros alargados en una misma dirección. | 45 |
| Figura 19. Hap pura tratada a 400°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 46 |
| Figura 20. Hap pura a 500°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 46 |
| Figura 21. Hap pura a 700°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 47 |
| Figura 22. Hap pura a 900°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 47 |
| Figura 23. Hap dopada 0.5% en peso de Nd ₂ O ₃ a 400°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 48 |
| Figura 24. Hap dopada 0.5% en peso de Nd ₂ O ₃ a 500°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 49 |
| Figura 25. Hap dopada a 0.5% en peso de Nd ₂ O ₃ a 700°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 49 |
| Figura 26. Hap dopada a 0.5% en peso de Nd ₂ O ₃ a 900°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000, c) micrografía ampliada a 1,000. | 50 |
| Figura 27. Hap dopada a 1% en peso de Nd ₂ O ₃ a 400°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 51 |
| Figura 28. Hap dopada a 1% en peso de Nd ₂ O ₃ a 500°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000 | 51 |

| | |
|--|----|
| Figura 29. Hap dopada a 1% en peso de Nd_2O_3 a 700°C , a) micrografía amplificada a 10,000, b) micrografía amplificada a 20,000 | 52 |
| Figura 30. Hap dopada a 1% en peso de Nd_2O_3 a 900°C , a) micrografía amplificada a 10,000, b) micrografía amplificada a 20,000 | 52 |
| Figura 31. Difractograma de rayos X de Hap sin dopante..... | 54 |
| Figura 32. Difractograma de rayos X de Hap con 0.5% en peso de Nd_2O_3 | 54 |
| Figura 33. Difractograma de rayos X de Hap con 1% en peso de Nd_2O_3 | 55 |
| Figura 34. Respuesta TL de la Hap pura tratada a 500°C | 56 |
| Figura 35. Respuesta TL de la Hap tratada a 500°C y 0.5% en peso de Nd_2O_3 | 56 |
| Figura 36. Respuesta TL de Hap tratada a 500°C y 1% en peso de Nd_2O_3 | 57 |
| Figura 37. Respuesta TL de la Hap pura tratada a 700°C | 57 |
| Figura 38. Respuesta TL de la Hap tratada a 700°C y 0.5% en peso de Nd_2O_3 | 58 |
| Figura 39. Respuesta TL de la Hap tratada a 700°C y 1% en peso de Nd_2O_3 | 59 |
| Figura 40. Respuesta TL de la Hap pura tratada a 900°C | 60 |
| Figura 41. Respuesta TL de la Hap tratada a 900°C y 0.5% en peso de Nd_2O_3 | 60 |
| Figura 42. Respuesta TL de la Hap tratada a 900°C y 1% en peso de Nd_2O_3 | 61 |
| Figura 43. Respuesta TL en función de la dosis absorbida | 63 |
| Figura 44. Respuesta TL en función de la dosis absorbida | 63 |
| Figura 45. Respuesta TL en función de la dosis absorbida..... | 64 |
| Figura 46. Deconvolución de la muestra a 700°C pura e irradiada a 100Gy..... | 67 |
| Figura 47. Deconvolución de la muestra a 700°C con 0.5% en peso de Nd_2O_3 e irradiada a 100Gy | 68 |
| Figura 48. Deconvolución de la muestra a 700°C con 1% en peso de Nd_2O_3 | 69 |
| Figura 49. Deconvolución de la muestra a 900°C pura | 70 |
| Figura 50. Deconvolución de la muestra a 900°C con 0.5% en peso de Nd_2O_3 | 71 |
| Figura 51. Deconvolución de la muestra a 900°C con 1% en peso de Nd_2O_3 | 72 |
| Figura 52. Distribución de trampas de electrones en el material de acuerdo a su profundidad..... | 73 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|--|----|
| Tabla 1. Porcentaje químico en peso presente en Hap pura a diferentes tratamientos térmicos. | 48 |
| Tabla 2. Porcentaje químico en peso presente de Hap dopada a 0.5% en peso de Nd ₂ O ₃ a diferentes tratamientos térmicos | 50 |
| Tabla 3. Porcentaje químico en peso presente de Hap dopada a 1% en peso de Nd ₂ O ₃ a diferentes tratamientos térmicos | 53 |
| Tabla 4. Intensidad TL promedio..... | 62 |
| Tabla 5. Datos de la deconvolución de la muestra a 700°C pura e irradiada a 100Gy | 67 |
| Tabla 6. Datos de la deconvolución de la muestra a 700°C y dopada con 0.5% en peso de Nd ₂ O ₃ e irradiada a 100Gy..... | 68 |
| Tabla 7. Datos de la deconvolución de la muestra a 700°C y con 1% en peso de Nd ₂ O ₃ e irradiada a 100Gy..... | 69 |
| Tabla 8. Datos de la deconvolución de la muestra a 900°C pura e irradiada a 100Gy..... | 70 |
| Tabla 9. Datos de la deconvolución de la muestra a 900°C y con 0.5% en peso de Nd ₂ O ₃ e irradiada a 100Gy..... | 71 |
| Tabla 10. Datos de la deconvolución de la muestra a 900°C y con 1% en peso de Nd ₂ O ₃ e irradiada a 100Gy..... | 72 |

DEDICATORIAS

“El conocimiento es la virtud de la experiencia adquirida”

A mis padres

Por todo el apoyo brindado en esta etapa de mi vida

A mi hermana

Por ser un motor de motivación

A mi familia

Por todo el apoyo brindado en todo momento

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al Dr. Demetrio Mendoza por haberme brindado la oportunidad de trabajar bajo su dirección, así también las asesorías dadas para la realización de esta tesis.

Agradezco también a la Dra. Alicia Lira por haberme brindado la confianza, tiempo, asesorías, sugerencias y comentarios para la realización de esta tesis.

Agradezco al Dr. Pedro González así mismo al Dr. Federico García, sus comentarios valiosos, las asesorías y las sugerencias en la realización de esta tesis.

Expreso también mi mas sincero agradecimiento al INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES así como a la Facultad de Ciencias de la UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO.

1. INTRODUCCIÓN

El estudio de la radiación ionizante y su interacción con la materia se inició con las observaciones del físico alemán Wilhem Conrad Roentgen quien, en 1895, descubrió un tipo de radiación desconocida a la cual denominó rayos X. Posteriormente, el científico francés, Henri Becquerel, descubrió accidentalmente que, al guardar algunas placas fotográficas junto con un mineral rico en uranio, éstas se revelaban como consecuencia de la exposición a tal radiación.

El uso de la radiación ionizante para diferentes fines se ha venido incrementando paulatinamente a través de los años. Entre los principales usos se pueden destacar las aplicaciones médicas, las aplicaciones nucleares así como su uso en actividades militares. Dentro de las aplicaciones médicas se pueden citar los tratamientos para reducción de actividad tumoral por medio de radiaciones ionizantes generadas en aceleradores lineales, radiofármacos (útiles también como trazas fluorescentes) o las emitidas por el ^{60}Co , áreas donde la física y la medicina están entrelazadas. En estos procesos es importante cuantificar la radiación absorbida por un ente orgánico para evitar daños irreversibles. Como se sabe, la transferencia de energía por radiación electromagnética hacia la materia, es modelada mediante ondas o partículas (Teoría de la dualidad onda-partícula) por lo que es posible cuantificarla mediante la respuesta radiativa proveniente de niveles electrónicos de algún ión en la zona de band-gap del material (Trampas de color).

Para cuantificar la dosis absorbida (dosimetría) por un ente expuesto a radiación ionizante (radiación X, beta y gamma) se pueden citar los dosímetros personales, los cuales toda persona ocupacionalmente expuesta (POE) debe portar, dada la exposición a radiaciones de altas energías. Entre los dosímetros personales disponibles comercialmente se encuentran los siguientes: dosímetros de película, dosímetros de termoluminiscencia (TLD), dosímetros radiofotoluminiscentes (RPL), sistemas de luminiscencia estimulados ópticamente (OSL) y dosímetros de lectura directa.

En particular, los dosímetros TLD se presentan en forma de pastillas colocadas en un soporte plástico que, mediante el procesamiento adecuado de calentamiento por debajo de su temperatura de incandescencia permiten conocer la dosis absorbida.

Este tipo de dosímetros personales han gozado de gran aceptación entre la comunidad científica y laboral ya que sus dimensiones y formas, permiten una gran adaptación a las diferentes actividades científicas o técnicas con exposición a fuentes de radiación ionizante además de prescindir de cables transmisores ya que es considerado un dosímetro pasivo o integrador.

INTRODUCCIÓN

Actualmente, se fabrican de manera comercial diversos sistemas dosimétricos termoluminiscentes (TLD: Thermoluminescent Dosimetry por sus siglas en inglés) para medir la radiación recibida por un sistema orgánico o inorgánico. De entre ellos se pueden mencionar el LiF:Mg, Ti , $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ y $\text{CaSO}_4\text{:Dy}$. Entre los diferentes tipos de dosímetros TL disponibles comercialmente, los más comunes son los de *LiF* (fluoruro de litio) los cuales son dopados con *Mg* y *Ti* durante el proceso de síntesis.

Sin embargo, el estudio sobre nuevos materiales termoluminiscentes es un área muy activa en la que coexisten dos corrientes: por un lado, se desea desarrollar nuevos materiales termoluminiscentes que puedan ser usados en dosimetría, y por otro, se busca entender mejor el proceso físico que sucede en el fenómeno de termoluminiscencia para mejorar su eficiencia. Uno de los materiales que recientemente ha llamado la atención por sus excelentes propiedades termoluminiscentes es la hidroxiapatita (Hap) que se destaca por su biocompatibilidad con tejido humano. La Hap, de fórmula química $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$, es un mineral rico en fósforo y calcio que, por tener una naturaleza similar a la composición inorgánica de huesos y dientes, lo hacen idóneo para aplicaciones dosimétricas.

La Hap, que puede ser obtenida mediante diferentes métodos de síntesis, además de ser propuesta como un prometedor dosímetro termoluminiscente (TLD), es utilizada en diferentes aplicaciones de gran potencial como la reparación de tejido óseo y dental, debido a su alto intercambio iónico y de absorción. En tal caso, su aplicación está orientada a detectar y cuantificar la dosis depositada por rayos X, radiación gamma y beta en diversos medios.

El objetivo del presente trabajo de tesis es determinar y analizar la respuesta TL de la Hap obtenida a partir de hueso de pescado, expuesta a radiación gamma de ^{60}Co . Para su análisis, se sintetizó Hap pura y Hap dopada con óxido de neodimio (Nd_2O_3). Para su caracterización se practicó microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS) y difracción de rayos X (DRX) a las muestras de Hap. Finalmente, se analizaron las respuestas TL de ambos materiales después de ser expuestos a un campo de radiación gamma.

La tesis consta de 6 capítulos. El presente trabajo ofrece una introducción y una breve descripción de la propuesta de estudio. En el capítulo 2 se presentan los fundamentos teóricos que sustentan el trabajo puntualizando la naturaleza de la radiación gamma, los principales mecanismos de interacción de radiación ionizante con la materia, la dosimetría termoluminiscente y los métodos de caracterización de materiales termoluminiscentes (MEB y DRX). En el capítulo 3, se describe la metodología de preparación para la obtención de hidroxiapatita pura y dopada con Nd_2O_3 , la preparación de pastillas y el proceso de irradiación de las

INTRODUCCIÓN

muestras de Hap a diferentes dosis. El capítulo 4, muestra los resultados experimentales para la caracterización de la Hap obtenidos por microscopía electrónica de barrido (MEB) y el análisis elemental por espectroscopía de difracción de rayos X (EDS), con el propósito de conocer la estructura químico-morfológica del material propuesto. Así mismo, se presenta el análisis de difracción de rayos X (DRX) para la identificación de las fases cristalinas presentes en el material y su abundancia. Finalmente, se muestra la respuesta termoluminiscente (TL) de las pastillas sometidas a diferentes dosis de irradiación así como la deconvolución de curvas TL. El capítulo 5, muestra las conclusiones del presente trabajo, en tanto que, en el capítulo 6, se muestran las perspectivas de trabajo en esta línea de conocimiento. Las referencias consultadas se ubican al final del documento.

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1. Interacción radiación-materia

Como ya se ha mencionado en el anterior capítulo, el estudio de la radiación y su interacción con la materia se inició con las observaciones del físico alemán Wilhem Conrad Roentgen quien, en 1895, descubrió un tipo de radiación de alta energía desconocida a la cual denominó rayos X. Posteriormente, el científico francés, Henri Becquerel, descubrió accidentalmente que al guardar algunas placas fotográficas junto con un mineral rico en uranio, éstas se revelaban como consecuencia de su exposición a tal radiación [1].

La radiactividad es un fenómeno característico de un átomo energético, en el que se libera un excedente de energía en forma de ondas o partículas (dualidad onda-partícula). La radiactividad se puede medir utilizando una unidad denominada becquerel (Bq). De esta manera, la radiación puede entenderse como “el transporte o propagación de la energía en forma de partículas u ondas. Si la radiación es debida a fuerzas eléctricas o magnéticas se llama radiación electromagnética” [1-2].

Cuando la radiación interactúa con la materia, ésta puede proporcionar energía suficiente a los átomos o moléculas componentes del material desencadenando diversos procesos. Dependiendo de la energía depositada, el material puede quedar en un estado excitado y/o ionizado [2].

La radiación electromagnética está constituida por fotones de diferente longitud de onda o frecuencia que abarca desde las ondas de radio, microondas, infrarrojo pasando por el visible (región espectral de la radiación electromagnética registrada por el ojo humano, denominada luz), ultravioleta (UV) hasta llegar a las radiaciones de alta energía como los rayos X, rayos γ , etc. [2]. En consecuencia, el campo de radiación puede ser clasificado en dos grandes grupos: radiaciones ionizantes (radiaciones de origen nuclear) y no ionizantes (radiaciones de más baja energía) [3].

La velocidad con la que la radiación electromagnética viaja en el vacío es la velocidad de la luz con un valor aproximado de 2.99×10^8 m/s. Por tanto, la energía de un fotón puede ser determinada si se conoce la longitud de onda (λ) o la frecuencia (ν) de la radiación registrada, con la relación [2]:

$$E = h \times \nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (2.1)$$

Donde h es la constante de Planck ($6.626 \times 10^{-34} J \cdot s$)

2.2. Radiaciones no ionizantes

La radiación no ionizante es un tipo de radiación que no posee la suficiente energía para liberar electrones de los átomos o moléculas del material con el que interacciona, es decir, no puede producir ionizaciones en el medio. La mayoría de este tipo de radiaciones no ionizantes se ubica en el espectro de radiación electromagnética, con una frecuencia entre 0 Hz y 1.666 THz [4].

La radiación no ionizante comprende: ondas de radio, microondas, radiación infrarroja, luz visible y radiación UV. Aunque la energía de este tipo de radiaciones no es suficiente para producir ionizaciones, sí produce estados de excitación en los átomos y moléculas del material con el que interacciona. Una parte de la energía absorbida por el sistema molecular es disipada en forma de calor al accionarse mecanismos no radiativos de relajamiento que recuperan el estado de equilibrio del sistema. Por ejemplo, cuando un ser vivo se expone por tiempos prolongados a la radiación UV o a luz láser (luz coherente producida por emisión estimulada), puede sufrir quemaduras que pudieran ser irreversibles [4].

2.3. Radiaciones ionizantes

La radiación ionizante se entiende como “aquella que es capaz de liberar electrones ligados a orbitales atómicos o moleculares del material con el que interacciona, en los cuales, la energía necesaria para realizar dicho proceso es del orden de 10 eV o mayores” [5]. Esta radiación, al tener energías iguales o superiores a los 10 eV, arranca electrones de los átomos del material, produciendo cargas: positiva, cuando el átomo o molécula se encuentra con deficiencia de un electrón, y carga negativa, cuando se absorbe un electrón [2].

La radiación ionizante se clasifica en dos grupos como se muestra en la Figura 1, considerando carga eléctrica y masa de las partículas [5]:

$$\begin{array}{l}
 \text{partículas neutras} \left\{ \begin{array}{l} \text{fotones } x, \gamma \\ \text{neutrones} \end{array} \right. \\
 \\
 \text{partículas cargadas} \left\{ \begin{array}{l} \text{ligeras } (M = m_e) \quad e^-, e^+ \\ \text{pesadas } (M \gg m_e) \left\{ \begin{array}{l} \text{iones ligeros } H, \dots, Ne \\ \text{iones pesados } Na, \dots, \text{ fragmentos de fisión} \\ \text{"exóticas"} \quad \mu^\pm, \pi^\pm, \bar{p}, \dots \end{array} \right. \end{array} \right.
 \end{array}$$

Figura 1. Clasificación de la radiación ionizante

Las partículas con carga eléctrica, como los electrones y los iones ligeros, pueden ionizar medio material y se les denomina partículas directamente ionizantes, mientras que las partículas que son neutras, como los neutrones se les denominan partículas indirectamente ionizantes al igual que los fotones de alta frecuencia, aunque estos últimos carecen de masa y carga [5]. En consecuencia, las radiaciones ionizantes pueden penetrar medios materiales debido a su alto nivel energético; ausencia de masa y, en especial, a la ausencia de carga [2].

2.4. Radiación gamma

Tomando en cuenta que el presente trabajo de tesis tiene como objetivo analizar la respuesta TL inducida por la radiación gamma en la Hap. A continuación, se presenta una descripción más detallada de este tipo de radiación ionizante [3].

La radiación gamma puede explicarse como la liberación de energía electromagnética por un proceso de desexcitación nuclear cuya frecuencia oscila entre 10^{20} y 10^{24} Hz. La liberación de un rayo gamma por un núcleo atómico pesado no modifica la estructura del átomo, sólo interactúa con algún nivel energético accesible al sistema. Un rayo gamma al interactuar con la materia presenta una alta probabilidad de inducir fenómenos como el efecto fotoeléctrico, dispersión Compton o producción de pares, dependiendo de su energía [7]. No obstante, al ser de naturaleza eléctricamente neutra, el proceso de interacción con la materia le permite tener una alta penetración, tanto que solamente puede ser detenida por materiales de alta densidad molecular, por ejemplo: hormigón, plomo, además del agua [3]. Como se ha mencionado, los fotones gamma son emitidos desde un núcleo debido a transiciones nucleares presentando una interacción con la materia tan energética que llega a ionizar átomos o moléculas del medio [6].

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

En este sentido, la radiación gamma es útil en ciertos tratamientos oncológicos debido a la alta penetración que logra en tejido por lo que es preciso delimitar la zona a irradiar para no provocar daño celular y/o limitar la producción de ionizaciones innecesarias [3].

Las radiaciones gamma (α) o beta (β) están clasificadas también como radiaciones ionizantes de más alta energía que los rayos gamma, por lo que, su interacción con la materia es corpuscular. Por tanto, este tipo de radiaciones son usadas en tratamientos oncológicos a nivel superficial como cáncer de piel [3].

2.4.1. Efecto fotoeléctrico

El efecto fotoeléctrico es aquel en el que un electrón de las capas internas (electrón fuertemente ligado al núcleo) de los átomos que forman el material, es liberado por radiación gamma incidente. En este proceso, la mayor parte de la energía del fotón incidente es utilizada para vencer la energía de amarre del electrón, I_B , en tanto que, la fracción restante la adquiere el electrón liberado en forma de energía cinética, T . Debido al mecanismo por el cual se libera el electrón, comúnmente este es denominado fotoelectrón [7].

Dada una frecuencia ν del fotón incidente, E_ν , y tomando en cuenta la conservación de la energía de Einstein, se tiene la siguiente ecuación [7]:

$$E_\nu = h\nu = I_B + T$$

Implicando que la energía cinética adquirida por el electrón liberado sea:

$$T = h\nu - I_B \quad (2.2)$$

La sección eficaz (probabilidad de ocurrencia) del efecto fotoeléctrico, con un rango de energía que incluye a los rayos X (alrededor de 90 keV), se obtiene mediante las siguientes relaciones:

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

$$\sigma \approx \frac{Z^5}{(hv)^2} \text{ para } E_\gamma < m_e c^2 \quad \text{y} \quad \sigma \approx \frac{Z^5}{hv} \text{ para } E_\gamma > m_e c^2 \quad (2.3)$$

Cuando la energía de los fotones es del orden de 1 MeV, el efecto fotoeléctrico es insignificante ya que este es producido en el rango de 0.01 MeV a 0.09 MeV [6].

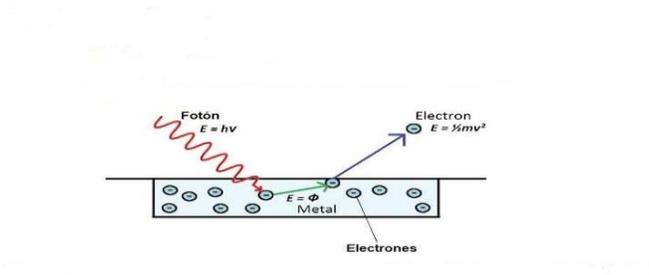


Figura 2. Representación esquemática del efecto fotoeléctrico

En el efecto fotoeléctrico cuando un fotón de cierta energía, incide sobre la superficie de un material logrando emitir un electrón proveniente de una capa interna del sistema atómico, queda un hueco en ésta. El sistema se vuelve a estabilizar cuando un electrón perteneciente a una capa más externa llena la vacancia emitiendo un fotón de rayos X característico de la transición de decaimiento [6].

2.4.2. Efecto Compton

En la dispersión de Compton, un fotón gamma o un fotón de rayos X interacciona con un electrón de las últimas capas electrónicas de un átomo del material (electrón libre). La interacción entre el fotón incidente y el electrón libre estacionario genera una dispersión inelástica. En este proceso, el fotón incidente pierde cierta cantidad de energía, y es dispersado en una dirección diferente a la de incidencia. Una parte de la energía que pierde el fotón incidente es cedida al electrón liberado para que éste adquiera movimiento (Figura 3) [6].

Dado que el fotón incidente tiene energía $E = hv$ y el electrón liberado adquiere un momentum $p = \frac{E}{c}$, la frecuencia del fotón dispersado en un ángulo θ (ν') puede ser calculada mediante la relación momentum – energía desde la aproximación del electrón en reposo considerando la frecuencia del fotón incidente (ν):

$$\nu' = \frac{\nu}{1 + \frac{h\nu}{mc^2}(1 - \cos\theta)} \quad (2.4)$$

donde m es la masa del electrón en reposo [19].

El rango de energía para producir dispersión de Compton va desde 0.1 hasta 10 MeV [6].

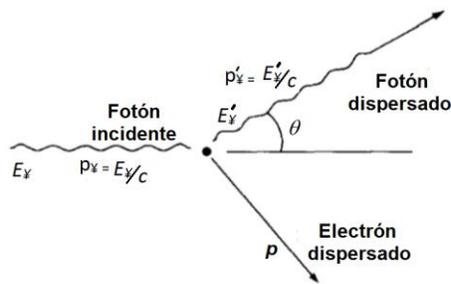


Figura 3. Representación esquemática del efecto Compton

2.4.3. Producción de pares

El efecto de creación de pares tiene lugar con fotones de alta energía y genera un proceso de materialización de energía. El fenómeno consiste en la desaparición del fotón en el campo del núcleo atómico, y la consecuente creación de un par positrón-electrón como se esquematiza en la Figura 4 [8].

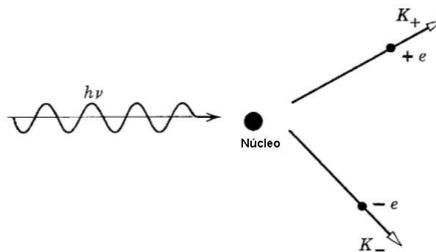


Figura 4. Representación de la producción de pares

El principio de conservación de la energía para la producción de pares se expresa de la forma:

$$h\nu = E_- + E_+ = (m_0c^2 + K_-) + (m_0c^2 + K_+) = K_- + K_+ + 2m_0c^2 \quad (2.5)$$

donde E_- y E_+ son las energías relativistas totales y están asociadas al electrón y positrón generados. En tanto que, K_- y K_+ son las energías cinéticas del electrón y positrón, respectivamente.

2.5. Aplicaciones de la radiación gamma

La radiación gamma, al ser una radiación ionizante de alta energía, permite esterilizar ciertos productos para garantizar que se encuentren libres de contaminación por bacterias, por lo que este tipo de radiación es comúnmente requerida, por ejemplo, para esterilizar condimentos alimenticios, material quirúrgico, material farmacéutico, etc. [9].

Ya que, la radiación gamma interacciona a nivel atómico, afecta principalmente la estructura del ADN de las bacterias y de las moléculas componentes, lo cual impide su proliferación asegurando que el producto se encuentre libre de microorganismos dañinos. Este mismo principio es utilizado en otras áreas como en la industria, la investigación y la medicina [9].

En agroindustria alimentaria la esterilización, basada en irradiación con rayos gamma (γ) a alimentos y semillas, es importante para producir semillas de siembra adaptables al entorno climático de cada región [3]. La esterilización de alimentos, respaldada por la International Plant Protection Convention (IPPC) y el Codex Alimentarius, consiste en someter el producto a una exposición a radiación ionizante (comúnmente rayos gamma γ) a partir de una fuente emisora (^{60}Co), variando la dosis de exposición desde 1 Gy hasta 1000 Gy, lo cual permite una esterilización completa creando un ambiente inerte, libre de bacterias y garantizando, al mismo tiempo, la duración del producto [10].

En medicina, la principal aplicación de la radiación ionizante se centra en los tratamientos oncológicos, mediante la irradiación de tejidos específicos (radioterapia). En tanto que, en medicina nuclear, la energía liberada por la desexcitación radioactiva de radiofármacos inestables es empleada para el diagnóstico y tratamiento de ciertas patologías oncológicas [3].

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Por tanto, precisar la dosis absorbida por cualquier ente sometido a diferentes tipos de radiación ionizante, permite obtener un conocimiento más profundo del comportamiento molecular del objeto irradiado a diferentes dosis suministradas [10].

2.6. Unidades de radiación

La cuantificación de la radiación ionizante absorbida debe tener una unidad específica de medición. Dichas unidades son reguladas y publicadas por la ICRU (International Commission on Radiation Units and Measurements) [8].

La exposición es referida comúnmente a la producción de rayos γ , los cuales inciden sobre la superficie de ciertos materiales en diferentes zonas, ionizando el medio en el que interactúan, es decir, produciendo iones y electrones. El grado de ionización producida por los rayos γ en medios expuestos puede ser obtenido en función de los iones o electrones generados [11].

Una unidad que es utilizada para cuantificar la exposición a radiación ionizante es el Roentgen, abreviada como R, el cual tiene un valor aproximado de:

$$1 R = 2.58 * 10^{-4} \text{coul/kg}$$

El Roentgen se define como “la producción de 1 unidad electrostática de carga de un signo por interacción de radiación gamma en 0.001293 g de aire” [22].

La ICRU define la exposición a radiación ionizante, X, mediante la relación:

$$X = \frac{\Delta q}{\Delta m} \quad (2.6)$$

donde Δq es la suma de las cargas eléctricas de todos los iones de un signo, “producidas en un volumen de aire cuya masa es Δm ” [11].

En el SI, la unidad de exposición es denotada como X, la cual es definida como “la producción de 1 coulomb de carga en 1kg de aire” y su equivalencia en términos de Roentgens es la siguiente [11].

$$1 \text{ X} = 3,876 \text{ R}$$

2.6.1. Dosis absorbida

La dosimetría se ocupa de la medida de la dosis absorbida por un material o un tejido como consecuencia de su exposición a radiaciones ionizantes, operación que se realiza con unos detectores específicamente calibrados llamados dosímetros. El interés final es obtener la dosis de radiación absorbida por el material irradiado [11].

La dosis absorbida (D) se define como la energía absorbida (ΔE_D) por unidad de masa (Δm), y depende de la naturaleza y características del campo de radiación, del material o tejido irradiado, y demás procesos complejos de interacción materia-radiación [11]:

$$D = \frac{\Delta E_D}{\Delta m} \quad (2.7)$$

La unidad de dosis absorbida es el *rad*. Un *rad*, que es el acrónimo en inglés para la dosis de radiación absorbida (radiation absorbed dose), es igual a una dosis absorbida de 0.01 joule/kg [11],

$$1 \text{ rad} = 0.01 \frac{\text{J}}{\text{kg}} = 100 \frac{\text{ergs}}{\text{g}} \quad (2.8)$$

En el SI, la unidad de dosis absorbida es el Gray abreviado como Gy. Esta unidad es definida como una dosis absorbida de 1 joule/kg [11],

$$1 \text{ Gy} = 1 \frac{\text{J}}{\text{kg}} \quad (2.9)$$

A partir de la definición de rad, podemos establecer su equivalencia con el Gy [11]:

$$1\text{Gy} = 100 \text{ rads} \quad (2.10)$$

2.6.2. Medición de la tasa de dosis

Cuando los átomos de un medio interactúan con radiación ionizante, estos pueden fusionarse o fisionarse, por lo que se requiere de equipos que puedan cuantificar tales procesos. La radiación emitida como resultado de la interacción, se puede calcular a partir de la energía depositada en el medio [6].

2.7. Detectores de radiación

El ser humano, aunque tiene sus sentidos ampliamente desarrollados, posee importantes limitaciones en cuanto a la detección de eventos que ocurren a su alrededor por diversas causas ajenas a él, lo cual imposibilita detectar campos de radiación ionizante, por lo que la necesidad de dispositivos que puedan detectar dicha radiación es vital para poder trabajar lo menos posible expuesto a ella [12].

La detección de radiación ionizante se basa en la evaluación de los efectos que provocan las radiaciones ionizantes al interactuar con la materia. Las radiaciones depositan energía en la materia, principalmente a través de la ionización y excitación de sus átomos, produciendo efectos como la emisión de luz (luminiscencia), un cambio de temperatura (calorimetría) o bien, efectos químicos, siendo todos ellos indicadores de la presencia de radiación. La mayoría de los detectores de radiación presentan un comportamiento similar. La radiación entra en el detector e interactúa con los átomos de éste, en consecuencia, la radiación cede toda o parte de su energía a los electrones ligados de estos átomos, produciéndose la liberación de un gran número de electrones y/o transiciones electrónicas de relativamente baja energía. En el caso de la liberación de electrones, éstos pueden ser colectados y analizados mediante un circuito electrónico. Para la detección de la radiación se utilizan equipos que están formados por el detector propiamente dicho, y el procesador de información. El detector forma la señal de la energía y la transforma mediante un transductor (convertidor de electrones a fotones y viceversa), en señal digital para que pueda ser analizada por el observador [12].

Dependiendo del tiempo de respuesta, los detectores pueden clasificarse en activos (o de respuesta inmediata) y los pasivos (o de respuesta retardada) [12].

2.7.1. Detectores activos

En estos sistemas, cuando la radiación de alta energía atraviesa el material aislante que contiene, provoca la ionización de sus átomos liberando electrones, generando de esta manera, iones positivos, rompiendo la rigidez dieléctrica del aislante convirtiéndolo en un conductor. Midiendo la corriente eléctrica generada, se puede determinar la intensidad de radiación. Este tipo de detectores a su vez se clasifican en gaseosos, comúnmente llamados detectores de radiación, contadores proporcionales, contadores Geiger-Müller, detectores de centelleo y los detectores basados en semiconductores [12].

Un **detector de ionización** es un dispositivo utilizado para medir la ionización generada a partir de partículas o radiaciones ionizantes que interactúan con el gas contenido en la cámara de ionización en donde se producen los pares electrón-ión. La cámara de ionización contiene electrodos (ánodo⁺ y cátodo⁻), los cuales se encuentran a una alta diferencia de potencial HV (High Voltage) que caracteriza su capacitancia C. Cuando una partícula ioniza el gas dentro de la cámara, se producen iones que se desplazan hacia uno de los electrodos de signo contrario por interacción coulombiana, produciéndose una corriente como lo indica la Figura 5. La corriente fluye a través de un resistor R y es susceptible de ser medida por medio de un electroscopio o un amplificador (A) [6].

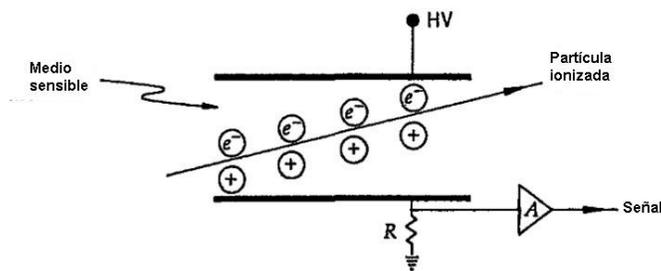


Figura 5. Elementos básicos de un detector de ionización

El **contador proporcional** es una cámara de ionización en la que se aumenta la tensión entre los electrodos, por lo que las velocidades que alcanzan los electrones

ionizados producen iones secundarios por colisión con otros átomos del gas. Por tanto, se logra una amplificación de la interacción radiación-materia. Este tipo de detectores se emplean para la detección de partículas alfa y beta. En estos detectores, para una energía específica de la partícula ionizante, la amplitud del impulso eléctrico obtenido es mayor que aquella producida en las cámaras de ionización, por lo que se les puede emplear para el conteo de eventos. La amplitud de los impulsos generados en el contador guarda proporcionalidad con la energía de las partículas ionizantes, por lo que es frecuente su empleo en espectrometría ya que también funciona como un selector de energías [7].

El **detector Geiger ó Geiger-Müller** presenta una operatividad igual a la de un contador proporcional sólo que se incrementa la tensión en los electrodos para que todos los impulsos eléctricos desencadenados por la ionización secundaria presenten la misma amplitud. Cada partícula que pasa por el detector produce un pulso eléctrico que permite contar las partículas (normalmente de forma eléctrica) con la energía suficiente para penetrar las paredes del contador sin diferenciar su energía [6].

Un **detector de centelleo** se basa también en el hecho de que la ionización es producida por diferentes fuentes de radiación ionizante en un medio gaseoso, produciendo iones que, cuando son desexcitados producen luz, lo cual proporciona información sobre la trayectoria seguida por la partícula. Este tipo de producción de luz es semejante a la que producen las descargas eléctricas desencadenadas por los rayos cuando ionizan el aire, por lo que es posible describir la trayectoria mediante la traza visible desplegada. En un detector de centelleo los fotones de luz son captados por un tubo fotomultiplicador el cual convierte dicha señal en un pulso eléctrico al mismo tiempo que la amplifica [6].

El **detector semiconductor**, a diferencia de la cámara de ionización que contiene un gas, es un tipo de detector basado en un elemento semiconductor de alta resistividad (Ge o Si). Las principales ventajas del detector semiconductor son: elevada eficiencia de detección por unidad de volumen, mayor resolución energética, menor tiempo muerto y, por tanto, mayor tiempo de recolección de cargas a menor volumen. Las desventajas son: alta conductividad en comparación con los gases, lo que se traduce en ruido que tiende a enmascarar la medición de las partículas ionizantes de más baja energía, y defectos en su estructura cristalina que produce la recombinación de los portadores, por tanto, la pérdida de alguno de estos datos resta eficiencia a la detección [6].

2.7.2. Detectores pasivos

Estos sistemas se caracterizan por el hecho de que una vez que la radiación interacciona con el material que contienen, éstos almacenan la información generada para posteriormente ser liberada (o revelada) cuando recibe algún tipo de estimulación física o química. Debido a su forma y dimensiones, los detectores pasivos presentan la ventaja de que pueden ser colocados en zonas específicas que se deseen censar para posteriormente, determinar la dosis de radiación absorbida o analizar los cambios estructurales generados en el material. Entre los varios sistemas de detección pasivos se pueden destacar dos: las placas fotográficas y los detectores termoluminiscentes [7-11].

La **placa fotográfica** una vez expuesta a la radiación ionizante forma una imagen latente pero estable y duradera. Para conseguir una imagen visible esa película radiográfica debe revelarse mediante un procedimiento básicamente fotográfico, el cual se denomina revelado o procesado de la película radiográfica. El procesado o revelado de la película radiológica se basa en una serie de reacciones químicas similares a las producidas en el revelado de cualquier película fotográfica. En la actualidad este proceso se realiza de forma automatizada en las denominadas Procesadoras de Película Radiográfica [7-11].

Los **detectores termoluminiscentes** se caracterizan por ser capaces de ceder en forma de luz parte de la energía ionizante absorbida. La emisión de luz se producirá al calentar el detector TL después de la irradiación a temperaturas por debajo de la incandescencia. La intensidad de la luz emitida está directamente relacionada con la dosis de radiación recibida por el material por lo que dichos materiales son utilizados como dosímetros. Existen una gran variedad de materiales termoluminiscentes, todos ellos constan, en esencia, de un material base cristalino dopado con impurezas de ciertos átomos o iones (como el ion Dy^{3+}), los más usados son los de $LiF:Mg, Ti$, $Li_2B_4O_7$ y $CaSO_4:Dy$. Las impurezas en el material base, dan lugar a la existencia de niveles energéticos ubicados en el band-gap del material base. Estos niveles energéticos son denominados trampas en los cuales quedan atrapados los electrones excitados de las impurezas por el paso de la radiación dejando huecos o agujeros en su banda de valencia. Cuando se calienta el material, estos electrones regresan a su estado basal emitiendo luz en el proceso de relajamiento [7-11].

Tomando en cuenta que en el presente trabajo se analiza el fenómeno de termoluminiscencia para desarrollar un dosímetro. A continuación, se presenta con mayor detalle, una descripción de este fenómeno físico [7-11].

2.8. Termoluminiscencia

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La termoluminiscencia (TL) o luminiscencia térmicamente estimulada (TSL) es un fenómeno en el cual la producción de luz visible a partir del calentamiento de ciertos materiales por debajo de su temperatura de incandescencia libera los electrones atrapados en los defectos de la estructura cristalina del material, en forma de radiación electromagnética, lo cual puede proporcionar la cantidad de dosis suministrada [13].

Cuando los sólidos cristalinos son irradiados a diferentes dosis, internamente experimenta ionizaciones liberándose electrones, los cuales generan los llamados portadores de carga, estos son: electrones y huecos (aquí un hueco es un ion deficiencia del electrón liberado). Los portadores de carga tienen una amplia gama de movimiento dentro del cristal hasta que los portadores son atrapados en estados meta-estables, lo cual considera a la distribución como un sistema en equilibrio [14].

Para liberar a los electrones y huecos, es necesario proporcionarles cierta cantidad de energía en forma de calor, lo cual permite al material regresar a su estado original. La recombinación de electrones y agujeros permite a los fotones emitir en el espectro de la luz visible [14].

T. Rivera en su artículo termoluminiscencia en dosimetría médica, trata de explicar el modelo de termoluminiscencia mediante la siguiente descripción: “Un modelo que trata de explicar el posible mecanismo para la emisión de TL es el modelo de la teoría de bandas de un semiconductor (Figura 6), teniendo en cuenta la existencia de tres elementos principales (centros de recombinación (RC), entes móviles (EM) o portadores de carga (PC), y las trampas (T)). Además, el modelo de la teoría de bandas supone la existencia de estados de energía excitada en la banda prohibida (BP), que desempeñan el papel de las trampas o centros de recombinación. Los electrones son libres de viajar desde la banda de valencia (BV) hacia la banda de conducción (BC), por su parte, los agujeros quedan en la banda de valencia y son libres de viajar en la banda de valencia” [15].

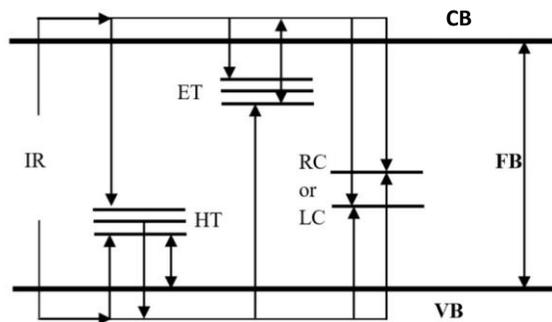


Figura 6. Mecanismo del proceso de termoluminiscencia en un semiconductor

2.8.1. Cinética de primer orden

En 1945, Randall y Wilkins [16] propusieron un método que relacionaba cada pico de una curva de brillo a partir de la recombinación de electrones cuando este es mayor al reatrapamiento, en trampas cercanas a la banda de conducción. La emisión TL es directamente proporcional a la temperatura de calentamiento y los electrones liberados en las trampas se recombinan con lo que surgen huecos en la banda de valencia [16].

Cuando un fotón se emite a partir de un proceso de TL, la intensidad I , es directamente proporcional a la tasa de recombinación, es decir [17]:

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} \quad (2.11)$$

Donde dn es la diferencial de los portadores de carga retenidos en las trampas en un tiempo determinado dt .

Considerando que los portadores de carga escapan de sus trampas y denotando esta como ρ mientras que los portadores de carga que son retenidos en las trampas cercanas a la banda de conducción son denotados como n , tenemos que [17]:

$$\rho = \frac{-dn/dt}{n} \quad (2.12)$$

Separando variables de la ecuación de primer orden, tenemos que

$$-\rho dt = \frac{dn}{n} \quad (2.13)$$

Integrando y resolviendo ambos lados de la ecuación

$$\ln \frac{n}{n_0} = -\rho t \longrightarrow n = n_0 \exp(-\rho t) \quad (2.14)$$

Donde n_0 es la población inicial de trampas ocupadas a temperatura $T=T_0$.

El decaimiento que se observa en la ecuación (2.14) de los n portadores de carga atrapados indica que la intensidad tendrá el mismo comportamiento, por lo que el suministro de temperatura en un proceso TL tendrá a decaer exponencialmente. Entonces sustituyendo el valor de la intensidad (ecuación 2.11) con el valor encontrado, tenemos que [17]:

$$I(t) = n\rho = n_0\rho \exp(-\rho t) \quad (2.15)$$

Que indica que la intensidad decae exponencialmente en un proceso TL [17].

Por lo que la intensidad TL está dada mediante la siguiente expresión:

$$I = I_0 \exp(-\rho t) \quad (2.16)$$

Cuando las condiciones iniciales son $I=I_0$ en $t=0$, implica que

$$I_0 = n_0 \rho \quad (2.17)$$

Las curvas de brillo correspondientes a temperaturas mínimas tienden a ser anchas, mientras que las curvas angostas corresponden a temperaturas máximas. Cada pico corresponde a una trampa, la cual caracteriza la liberación de electrones de la banda de conducción hacia la banda de valencia [16-17].

Las cinéticas de primer orden hacen referencia en la que la recombinación es predominante [16-17].

2.8.2. Cinética de segundo orden

En 1948, Garlick y Gibson [16] trataron el caso en que una carga es recapturada y recombinada en un centro TL, en la que la recaptura predomina sobre la recombinación, lo cual indica que la proporcionalidad de centros de recombinación disponibles es directamente enlazada a los centros de recaptura [16].

La probabilidad de que esta recombinación suceda en la que es directamente proporcional a los centros disponibles, es dada mediante la siguiente relación [17]:

$$\rho = \frac{-dn/dt}{n^2} \quad (2.18)$$

Separando las variables de la ecuación de segundo orden, tenemos que [17]:

$$-\rho dt = \frac{dn}{n^2} \quad (2.19)$$

Resolviendo la ecuación, tenemos que la solución es de la forma hiperbólica, lo cual implica que el decaimiento de n tiende a ser hiperbólica [17].

$$n = \frac{n_0}{1+n_0 \rho t} \quad (2.20)$$

Sustituyendo el valor de n en la ecuación (2.11), con $I = c\rho n^2$, tenemos que [17]:

$$I = \frac{I_0}{(1+at)^2} \quad (2.21)$$

Cuando las condiciones iniciales son $I=I_0$ para n_0 , y $c=1$, donde I es el valor de la luminiscencia y donde a tiene un valor de [17]:

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

$$a = (I_0\rho)^{1/2}$$

La distribución estadística de los electrones atrapados en estados metaestables se puede considerar como una distribución en equilibrio; es decir, como una distribución de Boltzmann (González, 1999). Por tanto, la probabilidad p , de que un portador de carga escape de la trampa está dado por:

$$p = s \exp(-E/kT) \quad (2.22)$$

Donde:

s factor de frecuencia

E energía de activación

T temperatura (K)

k constante de Boltzmann; $1.38 \times 10^{-23} \text{J} \cdot \text{K}^{-1}$, $8.617 \times 10^{-5} \text{eV} \cdot \text{K}^{-1}$

2.8.3. Cinética de orden general

Para tratar casos intermedios cuando las cinéticas de primer y segundo orden no son viables, existe la llamada cinética de orden general, que considera los niveles energéticos de captura como únicos [16].

La probabilidad en la que un portador de carga escape de una trampa, denotado por ρ , es dada por [17]:

$$\rho = s \cdot \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (2.23)$$

En donde s es el factor de frecuencia, E es la energía de activación, T es la temperatura (K) y k es la constante de Boltzmann ($1.38 \times 10^{-23} \text{J} \cdot \text{K}^{-1}$) [17].

La liberación de electrones ocurre con cierta rapidez, la cual es expresada como [17]:

$$\frac{dn}{dt} = -n\rho \quad (2.24)$$

En donde, de nuevo, n es la concentración de los portadores de carga atrapados en la trampa [17].

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Como la intensidad de la luz emitida I es proporcional a la rapidez de recombinación, la rapidez de liberación de electrones es expresada mediante la siguiente relación:

$$I = csn \exp(-E/kT) \quad (2.25)$$

De donde se obtiene

$$\frac{dn}{n} = -s \exp(-E/kT) dt \quad (2.26)$$

Si la temperatura de un material TL se eleva de manera lineal, β , se obtiene:

$$\beta = \frac{dT}{dt} \quad (2.27)$$

Sustituyendo dt en (Ec 2.26), e integrando la ecuación, se obtiene:

$$n = n_0 \exp\left(-\int_{T_0}^T \frac{s}{\beta} \exp(-E/kT) dT\right) \quad (2.28)$$

Esta expresión representa a los n portadores de carga atrapados en función de la temperatura [17].

Si para un segundo orden, se considera que existe un reatrapamiento:

$$I = s'n^2 \exp(-E/kT) \quad (2.29)$$

En donde $s' = s/n_0$.

$$I = sn_0 \exp(-E/kT) \left[1 + \frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T e^{-E/kT'} dT'\right] \quad (2.30)$$

Tomando en cuenta una cinética de orden general, se tiene:

$$I = -\frac{dn}{dt} = s'n^b \exp(-E/kT) \quad (2.31)$$

En donde $s' = \frac{s}{n_0^{b-1}}$.

Entonces se obtiene que:

$$I = sn_0 \exp(-E/kT) [(b-1) \frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp(-E/kT) dT' + 1]^{-\frac{b}{b-1}} \quad (2.32)$$

La primera exponencial es responsable del crecimiento inicial de la señal, la cual representa la rapidez de la liberación de portadores de carga a medida que la temperatura aumenta y la segunda exponencial es la responsable de decaimiento

de la señal como consecuencia de la disminución de portadores de carga en las trampas [17].

2.8.4. Deconvolución de curvas TL

La deconvolución es un método general que permite el ajuste de una curva compleja, como la suma de componentes elementales. Este método es aplicable a ciertas curvas TL con varios picos. Para este estudio (Chen, 1984), presenta la ecuación (2.32) para una cinética de orden general, en la forma siguiente

$$I(T) = \frac{s^* n_0^b \exp\left(-\frac{E}{kT}\right)}{\left[1 + \frac{s^*(b-1)n_0^{b-1}}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right]^{\frac{b}{b-1}}} \quad (2.33)$$

En el cual T_0 representa la temperatura inicial en kelvin, T es la temperatura en kelvin (variable independiente), k es la constante de Boltzmann y β representa la rapidez de calentamiento en ks^{-1} [17].

De acuerdo a la ecuación (2.32), los parámetros a determinar son: s^* que representa el factor pre-exponencial $\left[\frac{\text{cm}^3(b-1)}{\text{s}}\right]$, la población de electrones atrapados n_0 [cm^{-3}], el orden cinético b y la energía de activación E [eV] [17].

Es importante observar que cada uno de los parámetros a determinar en la expresión analítica de Chen [18] para un pico, no están relacionados en forma explícita con la posición y la altura del pico. Por lo que López [19] propuso la siguiente expresión:

$$I(T) = \frac{s n_0 \exp\left(-\frac{E}{kT}\right)}{\left[1 + \frac{s(b-1)}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right]^{\frac{b}{b-1}}} \quad (2.34)$$

Donde $s = s^* n_0^{(b-1)}$. Además puede apreciarse que la ecuación propuesta por [19] se encuentra en términos del factor de frecuencia s , el número de electrones atrapados inicialmente n_0 , el orden cinético b y la energía de activación E [17].

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

$$I(T) = \frac{I_m \exp\left(\frac{E}{kT_m} - \frac{E}{kT}\right)}{\left[1 + \left(1 - \frac{1}{b}\right) \frac{E}{kT_m^2} \int_{T_0}^T \exp\left(\frac{E}{kT_m} - \frac{E}{kT'}\right) dT'\right]^{\frac{b}{b-1}}} \quad (2.35)$$

La ecuación (2.29) se encuentra en términos de la temperatura, indicando que el pico alcanza su máxima intensidad TL, I_m en T_m con un orden cinético b y energía de activación E [17].

$$I(T) = \frac{I_m \exp(W(T-T_m))}{\left[\frac{1}{b} + \left(1 - \frac{1}{b}\right) \exp(W(T-T_m))\right]^{\frac{b}{b-1}}} \quad (2.36)$$

Donde:

$$W = \frac{E}{kT_m^2} \quad (2.37)$$

Como se aprecia en la ecuación (2.36), es una expresión aproximada a la ecuación (2.35), obtenida de aproximar el integrando con su serie de Taylor truncada hasta el término de primer orden. Debido a la relación gráfica que presenta la expresión (2.36) con los parámetros T_m e I_m , permite dar buenas estimaciones iniciales de tales parámetros a partir de la TL de los resultados experimentales [17].

Por otra parte, los parámetros b y E se conocen a partir de su rango en la gráfica, b gobierna los semianchos izquierdo y derecho de los picos en la curva TL, sus variables oscilan entre 0.5 y 3.0. el valor de los factores s , s^* y n_o puede determinarse en función de los parámetros T_m , I_m , b y E [20].

La figura (7) muestra un ejemplo de la deconvolución de la curva TL inducida por la radiación gamma en un dosímetro TL, en la que se tomaron cinco curvas sencillas de primer orden [21].

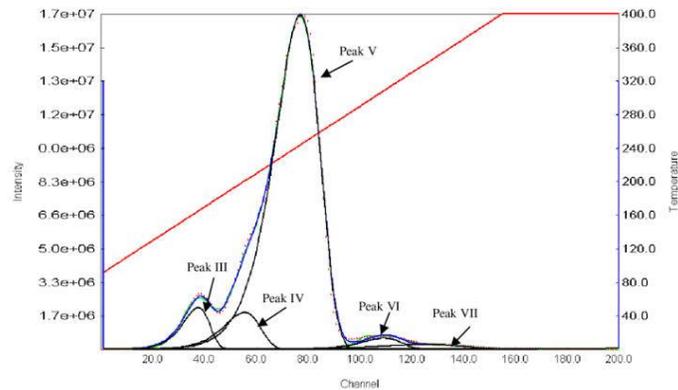


Figura 7. Deconvolución de una curva TL

2.9. Dosímetros termoluminiscentes

Los dosímetros termoluminiscentes (DTL) son dispositivos cuya finalidad es medir la dosis absorbida de un ente expuesto a radiación ionizante (rayos X, betas y gammas), los cuales almacenan la energía recibida y posteriormente mediante un proceso adecuado de calentamiento por debajo de la temperatura de incandescencia liberan la energía depositada en forma de luz, lo cual permite conocer la dosis absorbida. La luminiscencia emitida se incrementa conforme la dosis recibida se incrementa [15].

Los DTL son utilizados ampliamente para medir la dosis absorbida por un ente expuesto a radiación ionizante altamente energético, adaptándose a las diferentes formas y tamaños requeridos para las diferentes aplicaciones, además de que se considera que los DTL son dosímetros pasivos o integradores, por lo que prescinden de cables siendo consecuentemente versátiles y aceptados entre la comunidad científica. Este tipo de dosímetros son altamente utilizados para detectar radiación a nivel personal, tales como los POE (personal ocupacionalmente expuesto) y/o en su defecto adaptados a las diferentes partes del cuerpo, como lo son los dosímetros tipo pulsera o anillo [15].

Como fue mencionado al principio de este escrito, actualmente se conocen, comercializan y aplican diversos sistemas dosimétricos para medir la radiación recibida por un material o persona; de éstos, se puede mencionar el LiF: Mg, Ti (TLD-100), $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ y CaSO_4 : Dy. Sin embargo, el estudio sobre nuevos materiales termoluminiscentes es un área muy activa, en el que se destacan dos vertientes: por un lado, se desea desarrollar nuevos materiales termoluminiscentes que puedan aplicarse en dosimetría, y por otro, entender mejor el proceso físico que sucede en el fenómeno de termoluminiscencia. Uno de los materiales que recientemente han llamado la atención por sus propiedades termoluminiscentes es la hidroxiapatita,

en la que se destaca su bio-compatibilidad con el cuerpo humano. La hidroxiapatita (Hap), con fórmula química $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$, es un mineral rico en fósforo y calcio, que por tener una naturaleza similar a la parte inorgánica de huesos y dientes, lo hacen idóneo para aplicaciones dosimétricas [15].

2.10. Propiedades físicas y químicas de la hidroxiapatita

El hueso humano tiene como función principal “soportar el cuerpo, proteger órganos” así como servir también “como depósito para calcio y fósforos” [22,23]. El hueso está constituido por dos componentes principales: una orgánica y otra inorgánica. La componente orgánica compuesta de colágeno se presenta en forma de fibras que recubren el hueso mientras que la componente inorgánica dentro de la cual se encuentra la hidroxiapatita (Hap) está formada “aproximadamente por el 70% en peso del hueso”, estas dos componentes principales aportan al hueso elasticidad, dureza y rigidez [24].

La hidroxiapatita puede definirse como “un mineral y material biológico a la vez”, el cual se caracteriza por ser un biocristal que está formado “por átomos de calcio, fósforo e hidrógeno” con fórmula química $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$ [25].

En los últimos decenios se han empleado diferentes rutas de síntesis para producir hidroxiapatita con resultados satisfactorios como biomaterial de implante óseo; sus principales ventajas son las excelentes biocompatibilidad y bioactividad. Aquí destacan los procedimientos químicos, como las reacciones en estado sólido, los métodos hidrotérmicos, la precipitación y el proceso sol-gel. Estos métodos permiten obtener grandes cantidades de hidroxiapatita, con morfología y tamaño de partícula controlado, además de alta pureza; aunque se requieren equipos de laboratorio que pueden ser sofisticados, además de requerirse precursores químicos. Por otro lado, la hidroxiapatita se puede obtener a partir de huesos de diferentes especies de animales (bovino) e inclusive de materiales naturales (coral); en este caso no hay un control de la morfología de la hidroxiapatita y pureza química, sin embargo no se requieren precursores químicos, ni equipos sofisticados [25]. En este trabajo se utilizó huesos de pescado, el cual es un material de desecho al que se le busca dar un valor agregado, al utilizarlo como precursor de la hidroxiapatita. Cabe decir que para incrementar sus propiedades termoluminiscentes se le incorporó durante la síntesis Nd_2O_3 como dopante.

La Hap también tiene otra diversidad de aplicaciones, por ejemplo para ser utilizado y aprovechado en pastas dentales para tratamientos contra la caries, por sus propiedades catalíticas es también utilizado en la fabricación de filtros de aire

de vehículos, la presencia de Hap ayuda a absorber de manera eficiente las emisiones de CO. También es aplicado en recubrimientos y revestimientos odontológicos así como aleaciones de implantes y rellenos ortopédicos [26].

La luminiscencia es otra de las propiedades que ha mostrado la hidroxiapatita y que en años recientes ha tratado de aprovecharse en física de radiaciones, específicamente para detectar y cuantificar campos de radiación ionizante a través del fenómeno de termoluminiscencia. Al respecto, existen publicaciones científicas donde han reportado el comportamiento termoluminiscente de este biocerámico. La mayoría de estos estudios se han realizado en Hap obtenida por métodos químicos de síntesis, en varios de ellos se utilizaron tierras raras como dopantes para incrementar las propiedades luminiscentes del material cuando es expuesto a la radiación ionizante. Como se ha mencionado, en este trabajo se sintetizó Hap a partir de hueso de pescado y se dopó con Nd_2O_3 para modificar sus propiedades termoluminiscentes cuando es expuesto a la radiación gamma emitida por una fuente de ^{60}Co [13].

Como cualquier material, las características y propiedades de la hidroxiapatita y por lo tanto su respuesta favorable ante alguna aplicación, depende del tamaño de partícula, morfología, porosidad, pureza química, cristalinidad. Por tal razón, antes de cualquier aplicación, la Hap debe ser analizada físico-químicamente a través de diferentes técnicas analíticas. De las técnicas más utilizadas para determinar las características morfológicas y cristalinas de la Hap son la microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía por dispersión de energía de rayos X (EDS) y la difracción de rayos X (DRX) [13].

2.11. Técnicas de caracterización

2.11.1. Microscopía electrónica de barrido

El microscopio electrónico de barrido (MEB), comúnmente conocido también como Scanning Electronic Microscope, es un instrumento utilizado en laboratorios de investigación el cual permite analizar la composición químico-estructural de materiales orgánicos e inorgánicos, con diversas formas y tamaños, que van desde los nanómetros (nm) hasta un micrómetro (μm) [27-28].

El funcionamiento y posterior adquisición de imágenes diversas en el MEB son producidas por la emisión de haces de electrones emitidos desde una fuente que interactúan con la muestra (Figura 8); las interacciones producidas son conocidas comúnmente como: elásticas e inelásticas, estas a su vez permiten la observación y la posterior caracterización del material analizado [27].

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Las interacciones elásticas son producidas cuando un electrón incidente sobre la superficie de la muestra se desvía debido a ciertos electrones que contienen energía similar. Cuando los electrones incidentes sobre la muestra interactúan se pierde cierta cantidad de energía, a su vez estos electrones son dispersados elásticamente a más de 90° , comúnmente conocidos como electrones retrodispersados (BSE). Las interacciones inelásticas son producidas mediante diferentes interacciones entre los electrones incidentes, los electrones y los átomos componentes de la muestra. La intensidad de esta señal varía proporcionalmente con el número atómico de la muestra. Por esta razón se utilizan para obtener un mapa con información sobre la composición superficial de la muestra [27].

Otra señal que se genera debido al haz incidente y la muestra se producen cuando un electrón del haz pasa muy cerca del núcleo de un átomo de la muestra lo que se conoce como electrones secundarios, proporcionando la suficiente energía a uno o varios de los electrones interiores para saltar fuera de la muestra. Estos electrones secundarios son de muy baja energía, por lo que deben encontrarse muy cerca de la superficie para poder escapar; por lo que proporcionan una valiosa información topográfica de la muestra, y son los utilizados principalmente en microscopía de barrido [27-28].

El haz incidente sobre la superficie produce otros diferentes tipos de señales, además de los “electrones retrodispersados y secundarios, entre los cuales se pueden incluir rayos X característicos y otros fotones de diferentes energías” [28].

En el MEB, un haz de electrones irradia la superficie de la muestra que puede ser un barrido vertical para producir imágenes o enfocado en un punto específico para realizar análisis químico mediante espectroscopía por dispersión de energía de rayos X (EDS) [28].

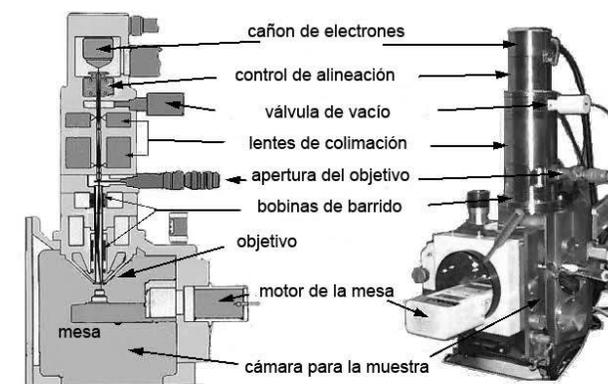


Figura 8. Diagrama esquemático de un microscopio electrónico de barrido

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

La microscopía electrónica de barrido es utilizada ampliamente en las ciencias materiales; mediante la observación es posible conocer “la estructura y topografía cristalográfica de materiales estructurales, partículas nano-estructuradas, nanotubos, catalizadores”, identificar problemas y causas sobre la fractura de superficies [29].

2.11.2. Espectroscopia por dispersión de energía de rayos X

La espectroscopia por dispersión de energía de rayos X, también conocida como EDS, consiste en una sonda que se acopla a un MEB, por medio del cual es posible realizar un análisis químico característico del material y así conocer su composición y su distribución [30]. Al suceder el proceso de generación de electrones retrodispersados, el exceso de energía también puede ser balanceada mediante la emisión de rayos X; éstos son característicos de cada elemento de la muestra, por lo que se utilizan para obtener información sobre la composición de la muestra. Los rayos X característicos generados son separados en un espectro de energía, por medio del cual un software analiza el espectro de energía proporcionando composición química y distribución [30].

2.11.3. Difracción de rayos X

W. L. Bragg observó que cuando un haz de rayos X incide sobre la superficie de un cristal, experimenta una difracción a un cierto ángulo θ (Figura 9). Los haces que inciden y se difractan en un cristal reflejan cierta cantidad de radiación, este tipo de haces que se difractan aparecen solo “cuando las reflexiones en los planos atómicos paralelos interfieren” [31].

Los haces que inciden y posteriormente se difractan generan “una serie de planos paralelos con una distancia igual a d ”. En estos planos generados el haz incide con un ángulo θ y posteriormente se refleja con un ángulo θ , por lo que “los rayos reflejados por dos planos adyacentes es $2d \sin \theta$ ”. Un haz que incide sobre la superficie de una muestra tiene una cierta longitud de onda λ , al ser una onda constructiva puede modelarse en función de \sin o \cos , por medio de lo cual solamente es válida para n valores enteros ($n=0,1,2,3,\dots$), el cual es conocido como número cuántico [31].

Esta interferencia constructiva puede ser expresada mediante la expresión:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.38)$$

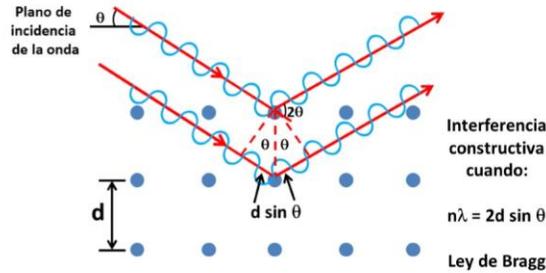


Figura 9. Representación gráfica de la ley de Bragg

Los rayos X se pueden definir como una forma de radiación electromagnética, debido a su elevada energía se considera penetrante, así mismo la longitud de onda de los rayos X es mucho menor que la de la luz visible [32].

El fenómeno físico de difracción de rayos X se puede entender de la siguiente manera: “los rayos X que interactúan con objetos ordenados, tales como materiales cristalinos, son dispersados a diferentes ángulos, los cuales proporcionan patrones de difracción que son característicos de cada material”. La dispersión a diferentes ángulos de los rayos X que interactúan con objetos ordenados precede a causa de que los electrones que se encuentran ligados a los átomos en diferentes distancias interatómicas tienden a ser parecidos [33].

Para conocer las fases cristalinas presentes en un material se emplea un difractómetro de rayos X, el cual consta de dos ejes de giro independientes, uno que consta de un haz de rayos X que incide sobre la muestra a analizar y otro que da lectura a los rayos X difractados (Figura 10). Mediante este tipo de mediciones es posible conocer en que ángulo, un haz de rayos X es difractado y con qué intensidad, este instrumento de medición actúa en consideración a la ley de Bragg [34].

Para analizar una muestra en el difractómetro de rayos X, la muestra debe ser pulverizada, posteriormente colocada en un portamuestras y fijada dentro del difractómetro para realizar la medición, este dispositivo permite conocer en que ángulos ocurre tal fenómeno (difracción) [32].

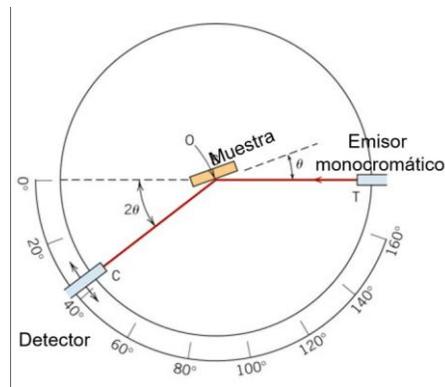


Figura 10. Esquema básico de un difractómetro de rayos X

El haz de rayos X, que se caracteriza por ser monocromático, se dirige hacia la muestra, la cual se encuentra inclinada a cierto ángulo. Posteriormente el detector inicia su movimiento mediante una escala graduada a cierta velocidad angular constante, el cual tiene un tamaño de paso aproximada de 0.03° (en 2θ) para este estudio y el cual cubre un intervalo de 10° a 80° en este trabajo. El ángulo 2θ es conocido como “ángulo de difracción, el cual se selecciona experimentalmente” [32].

El detector como función primordial está la de obtener los ángulos a los cuales ocurre difracción del material analizado, los cuales son provistos en un ordenador, llamados **difractogramas**, mediante los cuales los picos de mayor intensidad visibles corresponden a difracciones, que se corresponden con la ley de Bragg [35].

Como cada material tiene un patrón de difracción característico, el cual es almacenado en un banco de datos; esto permite conocer y comparar con cristales que ya han sido analizados para estudiar sus fases cristalinas [35].

El método empleado por la difracción de rayos X tiene como fin principal conocer la estructura cristalina presente en materiales, así mismo la calidad de los materiales empleados en diferentes sectores de la industria [32-33].

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1. Síntesis de la hidroxiapatita pura y dopada

Se preparó una solución con 20gr de hidróxido de sodio (NaOH) y 500ml de agua destilada en un vaso de precipitados, el cual fue sometido a agitación magnética (200 rpm) hasta diluirse la solución, esta solución será utilizada para eliminar el material orgánico adherido al hueso de pescado.

Se agregaron un lote de huesos de pescado (Mojarra, *Diplodus Vulgaris*) a un vaso de precipitados junto con 450ml de solución (NaOH). Para eliminar cualquier adherencia ajena al hueso (colágeno), esta fue sometida a agitación magnética durante un periodo de tiempo de 60 min, hasta que la adherencia de material orgánico fue eliminada en su mayor parte de la superficie (Figura 11).



Figura 11. Agitación magnética de los huesos de pescado.

Se realizó la limpieza de los huesos de pescado con agua destilada para eliminar residuos de la solución (NaOH) así como restos de material orgánico presentes en los huesos, sometiéndose a agitación magnética en intervalos de 10 min cada periodo (10 periodos), cambiando el agua destilada en cada periodo.

Una vez que los huesos han sido limpiados, son puestos a secar a temperatura ambiente durante un intervalo de tiempo aproximado de 48 hrs. Posteriormente es sometida a un pre-tratamiento térmico a 400 °C durante 2 hrs para eliminar material residual orgánico presente.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Una vez que los huesos han sido pre-tratados térmicamente se dejan enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente. A continuación, las muestras obtenidas son molidas en un mortero de ágata obteniéndose una muestra solida granular.



Figura 12. Muestra obtenida a partir del pre-tratamiento térmico (400°C)

Se prepara un lote de tres muestras de Hap (400°C), cada una con 4gr. Se agrega cada muestra a un vaso de precipitados con 20ml de agua destilada, a cada una de las muestras se le incorpora Nd_2O_3 por impregnación clásica en cantidades de 0, 0.5 y 1% en peso respectivamente.

Se somete a agitación magnética cada lote con una temperatura promedio de 70°C, hasta que el agua destilada se evapore, quedando solamente el sistema Hap – Nd_2O_3 .

Las muestras finales fueron divididas en tres lotes (B a 0%, C a 0.5% y D a 1% en peso respectivamente de Nd_2O_3) de las cuales se obtienen cuatro muestras de cada lote de 1 gr cada una (12 muestras), las cuales se someten a tratamiento térmico a 500°C, 700°C y 900°C (a excepción de 3 muestras de 400°C) durante 2 Hrs aproximadamente, dejándose enfriar lentamente hasta alcanzar la temperatura ambiente.

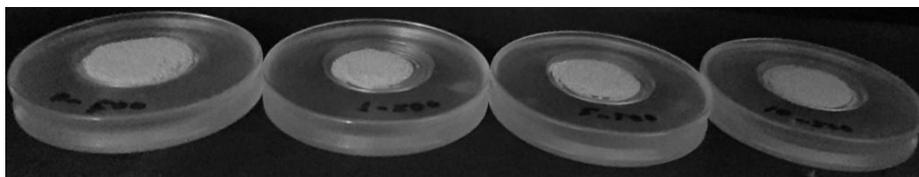


Figura 13. Características finales de las muestras obtenidas

3.2. Caracterización de la hidroxiapatita

Para caracterizar el material, se analizó una muestra de cada lote (12 muestras) en el MEB para conocer las características morfológicas y la composición químico-elemental de la Hap mediante una sonda acoplada espectroscópica por dispersión de rayos X (EDS) acoplada al MEB.

Se colocó cada muestra en polvo en un porta-muestras de aluminio adheridas con cinta de aluminio. Para evitar que las muestras se cargaran eléctricamente y se distorsionara la imagen en el momento de realizar el análisis por MEB, se le colocó un recubrimiento de oro por 60s a 50 atm, por el método de dispersión, mediante el equipo Denton Vacuum Desk II.

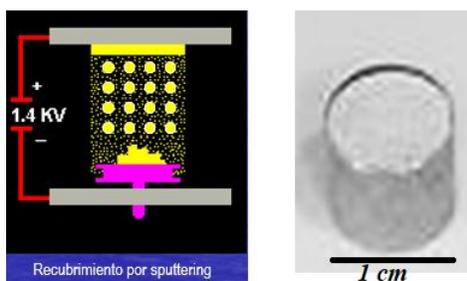


Figura 14. Sistema que representa el método de recubrimiento por el método de dispersión y portamuestras utilizado para análisis (MEB)

El microscopio fue operado en alto vacío a 20KV, con una distancia de trabajo de 10mm.

Posteriormente se analizó cada muestra (12 muestras) en el difractómetro de rayos X (DRX) marca Bruker, modelo D8 Discover, las cuales se analizaron para conocer su composición y estructura cristalina en el intervalo de 10° a 80° (en 2θ), con tamaño de paso de 0.03° (en 2θ), a 40 kV y 40 mA.

3.3. Irradiación de la hidroxiapatita

Previo a la irradiación y para facilitar la manipulación de las muestras con polvo, se prepararon pastillas, haciendo una mezcla muestra-teflón en una proporción 2:1. Se obtuvieron pastillas de 5 ± 0.5 mm de diámetro aproximadamente y de 1 ± 0.05

DESARROLLO EXPERIMENTAL

mm de grosor de cada una de las muestras, las cuales fueron obtenidas empleando una matriz de acero inoxidable y de una prensa hidráulica marca DIC. Posteriormente se realizó un proceso de sinterizado variando la temperatura aproximadamente en 10°C, comenzando en 40°C hasta 400°C, después se mantuvo durante una hora para dar una mayor consistencia a las pastillas.



Figura 15. Pastillas obtenidas después del sinterizado

Para la irradiación se tomaron 5 pastillas por cada lote tratados a diferentes temperaturas (500°C, 700°C y 900°C) y se irradiaron utilizando una fuente de radiación gamma de ^{60}Co en un Gamacell 220, con una razón de dosis de 23.603 Gy/h en las instalaciones del ININ. Cada pastillero fue sometido a diferentes dosis de radiación con ^{60}Co cubriendo un rango de 1 Gy a 200 Gy.



Figura 16. Equipo irradiador Gamacell 220

3.4. Lectura de la señal termoluminiscente

La señal termoluminiscente inducida por la radiación gamma se realizó en un analizador de termoluminiscencia Harshaw System modelo 4000. La señal se adquirió haciendo que el sistema realizara un calentamiento controlado en un intervalo de 30°C a 330°C con una razón de calentamiento de 5° C/s. Las lecturas termoluminiscentes se adquirieron en presencia de N₂, para tener un ambiente inerte y así evitar señales espurias.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

4.1. Microscopia electrónica y EDS

Mediante la caracterización realizada por MEB, se pudo conocer la microestructura del hueso de pescado; se observó que está recubierto por un cartílago fibroso asociado con el colágeno (Figura 17), el cual está presente en la mayoría del sistema esquelético del hueso de pescado.

Mediante el análisis químico realizado a los huesos de pescado por dispersión de energía de rayos X (EDS), se encontraron los siguientes elementos químicos presentes en las muestras, los cuales fueron: carbono (C), oxígeno (O), fósforo (P), azufre (S), calcio (Ca) y magnesio (Mg). El porcentaje en peso presente de cada elemento químico en los huesos de pescado es distribuido de la siguiente forma: C ($58.38 \pm 12.04\%$), O ($27.56 \pm 3.09\%$), P ($4.73 \pm 3.21\%$), S ($0.46 \pm 0.14\%$), Ca ($8.54 \pm 6.12\%$) y Mg ($0.32 \pm 0.37\%$).

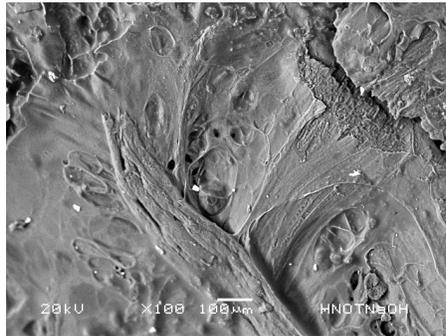


Figura 17. Morfología del hueso de pescado antes del tratamiento químico

Después del tratamiento químico con NaOH, las muestras volvieron a analizarse en el MEB. Se pudo observar que la solución de NaOH eliminó la adherencia de cartílago “colágeno”, observándose la estructura interna del hueso de pescado, el cual se caracteriza por apariencia porosa (Figura 18a). Esta porosidad no es homogénea, ya que se puede observar poros de diferente tamaño, e incluso hay presencia de poros alargados en una dirección preferencial, según se observa en la Figura 18b.

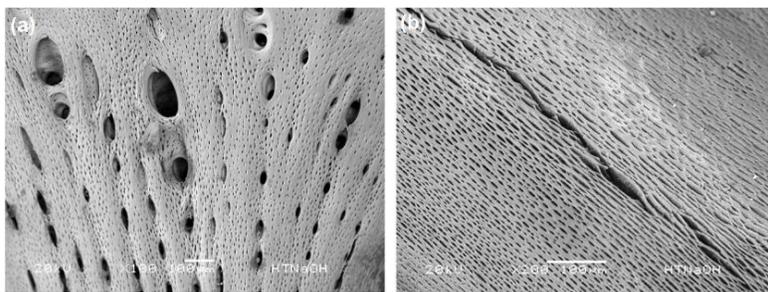


Figura 18. (a) Vista general de la estructura del hueso de pescado, después del tratamiento con NaOH (b) vista de otra zona en la que se observan poros alargados en una misma dirección.

Mediante el análisis químico elemental realizado a los huesos de pescado por medio de espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS), se encontraron los siguientes elementos químicos en peso presentes en las muestras caracterizadas, los cuales fueron: carbono (C), oxígeno (O), sodio (Na), magnesio (Mg), fósforo (P) y calcio (Ca). El porcentaje presente en peso de cada elemento químico en los huesos de pescado tratados químicamente es como sigue: C ($35.10 \pm 3.14\%$), O ($29.88 \pm 4.45\%$), Na ($1.05 \pm 0.19\%$), Mg ($0.44 \pm 0.04\%$), P ($10.19 \pm 0.77\%$) y Ca ($23.32 \pm 2.62\%$). Comparando el porcentaje de cada elemento químico en peso presente en las muestras tratadas y no tratadas con NaOH, podemos ver que la cantidad de carbono (C) disminuye en 23.28% respecto de la muestra no tratada con NaOH, mientras que el oxígeno (O) 2.32%, fósforo (P) 5.46% y calcio (Ca) 14.78% aumenta con respecto de la muestra no tratada con NaOH en los porcentajes antes mencionados.

Se puede ver que el azufre (S) presente en la muestra no tratada con NaOH desaparece con el tratamiento químico y se adiciona sodio (Na), mientras que el magnesio tiene un aumento de 0.12% respecto de la muestra no tratada químicamente a la tratada químicamente.

4.2. Análisis por MEB y EDS del polvo después del tratamiento térmico

Mediante el análisis químico por espectroscopía de dispersión de rayos X (EDS), realizada a cada muestra obtenida de cada lote (12 muestras), las cuales fueron inicialmente pre-tratadas térmicamente a 400°C y posteriormente tratadas térmicamente a 500°C , 700°C y 900°C , los valores encontrados de los elementos

RESULTADOS Y ANÁLISIS

químicos presentes en cada muestra se expresan en las tablas (1, 2 y 3), las cuales están separadas por % de adición del dopante Nd_2O_3 .

4.2.1. Análisis por MEB y EDS de Hap pura

En la figura 19a, podemos ver la micrografía magnificada a 10,000 en la cual podemos distinguir la aglomeración de partículas de hidroxiapatita (Hap) las cuales presentan una forma cuasi-esférica mientras que en la figura 19b ésta se encuentra magnificada a 20,000. El tamaño promedio de las partículas es aproximadamente de $0.21\mu\text{m} \pm 0.02$.

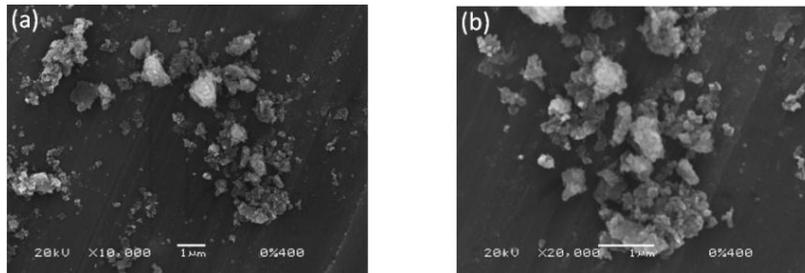


Figura 19. Hap pura tratada a 400°C , a) micrografía amplificada a 10,000, b) micrografía amplificada a 20,000

En la figura 20, se observan partículas de Hap las cuales se encuentran aglomeradas en su conjunto. Así mismo se observa una caracterización en las partículas con tendencia esférica, debido al tratamiento térmico dado. El tamaño de partículas es aproximadamente de $0.28\mu\text{m} \pm 0.05$.

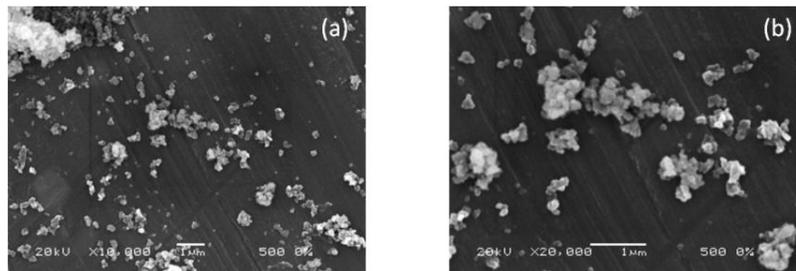


Figura 20. Hap pura a 500°C , a) micrografía amplificada a 10,000, b) micrografía amplificada a 20,000

RESULTADOS Y ANÁLISIS

En la figura 21, se puede observar partículas de Hap aglomeradas en conjuntos. El tratamiento térmico dado caracterizó las partículas de Hap, las cuales presentan una forma esférica, y mejor definición en tamaño y forma. El tamaño de las partículas es aproximadamente de $0.23\mu\text{m} \pm 0.04$, disminuyendo el tamaño de partículas en un 17.9% respecto de la Hap tratada térmicamente a 500°C .

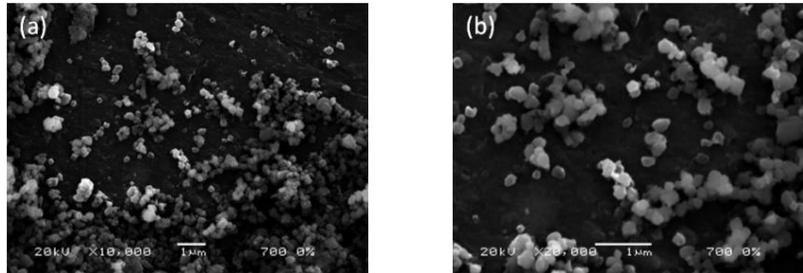


Figura 21. Hap pura a 700°C , a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000

En la figura 22, se puede observar las partículas de Hap con una tendencia esférica definida, debido al tratamiento térmico dado estas presentan una mayor caracterización en forma y tamaño. El tamaño promedio de las partículas es aproximadamente de $0.30\mu\text{m} \pm 0.07$, aumentando el tamaño de las partículas en un 30.4% respecto de la Hap tratada térmicamente a 700°C .

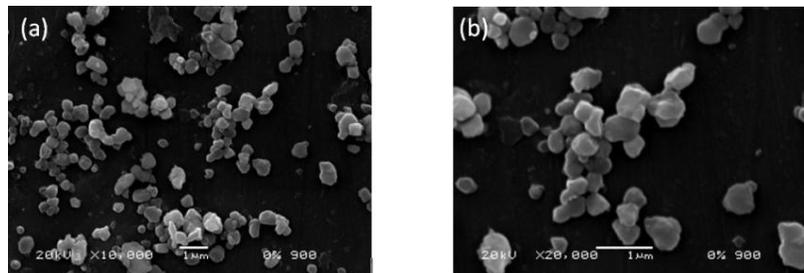


Figura 22. Hap pura a 900°C , a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000

En la tabla 1, se observan los porcentajes químicos en peso presentes en los lotes de Hap, tratados térmicamente a diferentes temperaturas (400°C , 500°C , 700°C y 900°C) analizados por medio de EDS (espectroscopia por dispersión de energía de rayos X), en donde se aprecia que la composición química no presenta una

RESULTADOS Y ANÁLISIS

variación considerable en su distribución manteniéndose una estabilidad consistente.

Tabla 1. Porcentaje químico en peso presente en Hap pura a diferentes tratamientos térmicos.

| Elemento | Hap pura | | | |
|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| | Temperatura | | | |
| | 400°C | 500°C | 700°C | 900°C |
| Carbono (C) | 7.23 ± 0.11% | 6.85 ± 0.38% | 5.87 ± 0.47% | 6.90 ± 0.31% |
| Oxígeno (O) | 33.31 ± 0.50% | 34.66 ± 0.26% | 32.58 ± 0.64% | 35.32 ± 1.21% |
| Sodio (Na) | 1.37 ± 0.02% | 1.39 ± 0.03% | 1.29 ± 0.19% | 1.59 ± 0.19% |
| Magnesio (Mg) | 0.53 ± 0.05% | 0.13 ± 0.8% | 0.20 ± 0.01% | 0.09 ± 0.01% |
| Fosforo (P) | 17.54 ± 0.10% | 16.94 ± 0.26% | 17.02 ± 0.28% | 16.96 ± 0.21% |
| Calcio (Ca) | 40 ± 0.34% | 40 ± 0.37% | 43.02 ± 0.90% | 39.20 ± 1.08% |

4.2.2. Análisis por MEB y EDS del polvo dopado a 0.5% en peso de Nd₂O₃

La figura 23, muestra las micrografías correspondientes a la Hap pre-tratada térmicamente a 400°C y posteriormente dopada a 0.5% en peso de Nd₂O₃, en las que se puede apreciar las partículas de Hap con forma cuasi-esférica, con tamaño promedio de las partículas aproximadamente de 0.19µm ± 0.02.

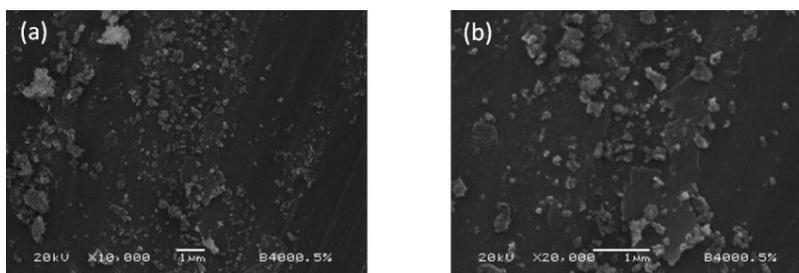


Figura 23. Hap dopada 0.5% en peso de Nd₂O₃ a 400°C, a) micrografía amplificada a 10,000, b) micrografía amplificada a 20,000

La figura 24 muestra las micrografías correspondientes a Hap tratada térmicamente a 500°C y dopada a 0.5% en peso de Nd₂O₃. La caracterización de la Hap indica la formación de partículas con tendencia cuasi-esférica, con tamaño de las partículas de 0.23µm ± 0.02; es decir, el tamaño de las partículas es mayor con respecto a la Hap tratada térmicamente a 400°C.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

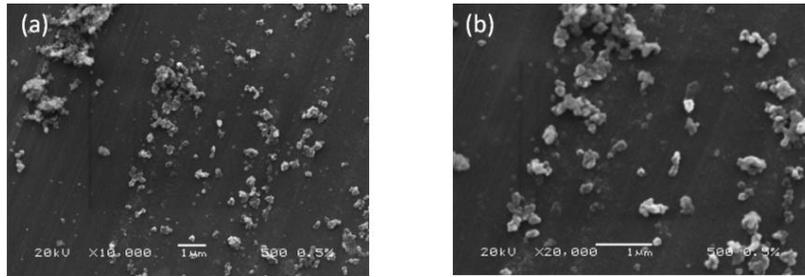


Figura 24. Hap dopada 0.5% en peso de Nd₂O₃ a 500°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000

La figura 25 muestra las micrografías correspondientes a la Hap tratada térmicamente a 700°C dopada a 0.5% en peso de Nd₂O₃. Se puede observar la formación de partículas de Hap con tendencia esférica. El tamaño de las partículas es aproximadamente de $0.37\mu\text{m} \pm 0.03$, aumentando un 60.9% respecto de la Hap tratada térmicamente a 500°C.

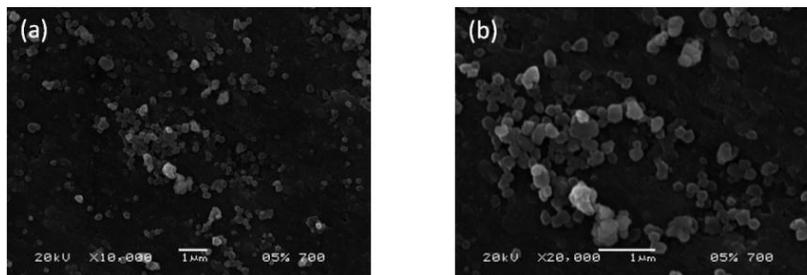


Figura 25. Hap dopada a 0.5% en peso de Nd₂O₃ a 700°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000

En la figura 26 se puede observar las partículas de Hap tratadas térmicamente a 900°C y dopadas a 0.5% en peso de Nd₂O₃. Se pueden observar las partículas de Hap con tendencia esférica y una mejor caracterización en forma y tamaño precedida por el tratamiento térmico dado. El tamaño promedio de las partículas es de $0.30\mu\text{m} \pm 0.04$, disminuyendo el tamaño de las partículas 18.9% respecto de la Hap tratada térmicamente a 700°C.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

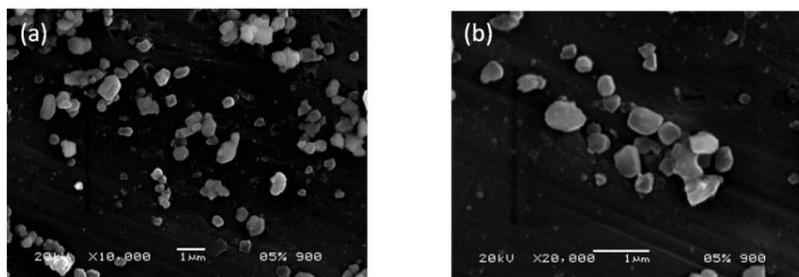


Figura 26. Hap dopada a 0.5% en peso de Nd_2O_3 a 900°C , a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000, c) micrografía ampliada a 1,000.

En la tabla 2, se aprecian los valores promedio obtenidos mediante el análisis por dispersión de energía de rayos X (EDS) de los elementos químicos en peso presentes en las muestras de Hap. Los valores promedio muestran que los datos obtenidos se mantienen dentro de un rango constante, en lo que se puede observar que el tratamiento térmico dado a los diferentes lotes de Hap dopada con Nd_2O_3 no sufrió modificaciones.

Tabla 2. Porcentaje químico en peso presente de Hap dopada a 0.5% en peso de Nd_2O_3 a diferentes tratamientos térmicos

| Hap dopada a 0.5% en peso de Nd_2O_3 | | | | |
|--|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Elemento | Temperatura | | | |
| | 400°C | 500°C | 700°C | 900°C |
| Carbono (C) | 8.63 ± 0.54% | 6.42 ± 0.04% | 6.59 ± 0.97% | 6.61 ± 0.47% |
| Oxígeno (O) | 33.83 ± 0.46% | 32.97 ± 0.21% | 33.35 ± 0.57% | 34.29 ± 1.45% |
| Sodio (Na) | 1.42 ± 0.06% | 1.47 ± 0.02% | 1.36 ± 0.12% | 1.55 ± 0.09% |
| Magnesio (Mg) | 0.34 ± 0.10% | 0.46 ± 0.17% | 0.19 ± 0.01% | 0.32 ± 0.05% |
| Fosforo (P) | 16.97 ± 0.30% | 17.07 ± 0.24% | 16.62 ± 0.96% | 17.05 ± 0.52% |
| Calcio (Ca) | 38.05 ± 0.46% | 40.86 ± 0.19% | 41.02 ± 0.37% | 39.78 ± 1.05% |
| Neodimio (Nd) | 0.73 ± 0.01% | 0.72 ± 0.13% | 0.85 ± 0.12% | 0.35 ± 0.11% |

4.2.3. Análisis por MEB y EDS del polvo dopado a 1% en peso de Nd_2O_3

En la figura 27, se observan las micrografías correspondientes a la Hap tratada térmicamente a 400°C y dopada a 1% en peso con Nd_2O_3 . Se observa la formación de partículas con tendencia cuasi-esférica; el tamaño promedio de las partículas es aproximadamente de $0.18\mu\text{m} \pm 0.02$.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

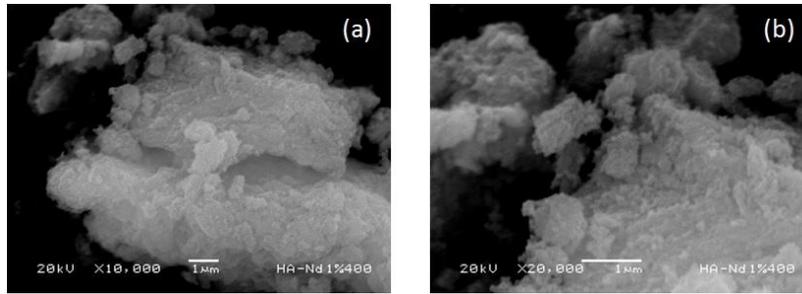


Figura 27. Hap dopada a 1% en peso de Nd₂O₃ a 400°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000

En la figura 28, se observan las micrografías correspondientes a la Hap tratada térmicamente a 500°C y dopada con 1% en peso de Nd₂O₃. Se observa la formación de partículas de Hap con tendencia cuasi-esférica; el tamaño promedio de las partículas es aproximadamente de $0.23\mu\text{m} \pm 0.03$, siendo mayor respecto a la muestra tratada a 400°C.

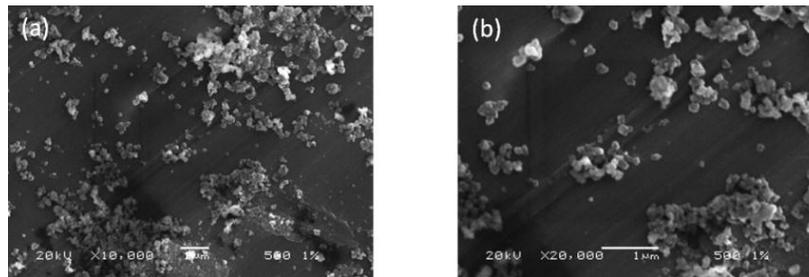


Figura 28. Hap dopada a 1% en peso de Nd₂O₃ a 500°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000

En la figura 29, se observa partículas de Hap tratadas térmicamente a 700°C y dopada a 1% en peso con Nd₂O₃. Se observa la formación de partículas con tendencia esférica; se observa una mejor caracterización de partículas en forma y tamaño debido al tratamiento térmico dado. El tamaño promedio de las partículas es aproximadamente de $0.40\mu\text{m} \pm 0.04$, aumentando el tamaño de las partículas en un 73.9% respecto de la Hap tratada térmicamente a 500°C.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

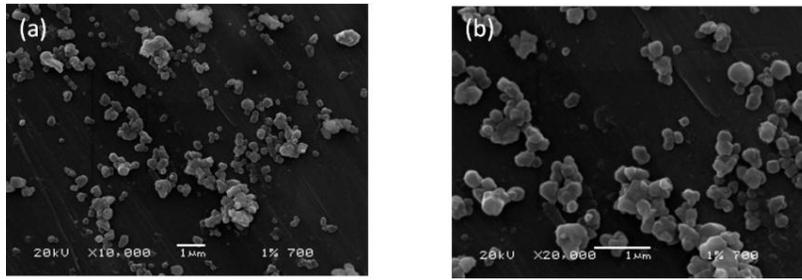


Figura 29. Hap dopada a 1% en peso de Nd₂O₃ a 700°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000

En la figura 30, se observan partículas de Hap tratadas térmicamente a 900°C y dopada con 1% en peso de Nd₂O₃. Se observa la formación de partículas con tendencia esférica, con un tamaño promedio aproximado de $0.37 \mu\text{m} \pm 0.03$, disminuyendo el tamaño de las partículas en un 7.5% respecto de la Hap tratada térmicamente a 700°C.

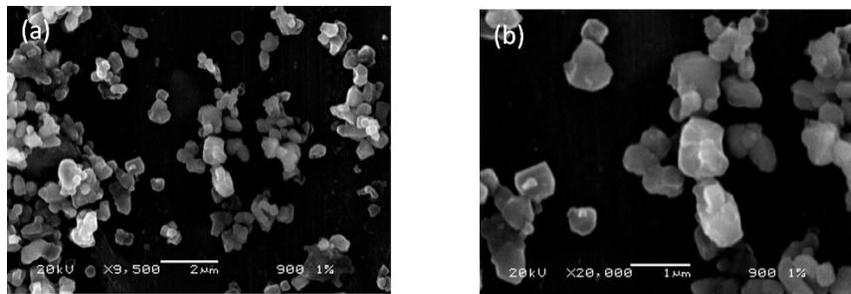


Figura 30. Hap dopada a 1% en peso de Nd₂O₃ a 900°C, a) micrografía ampliada a 10,000, b) micrografía ampliada a 20,000

En la tabla 3, se observan los valores obtenidos mediante dispersión de energía de rayos X (EDS) de los elementos químicos en peso presentes en las muestras de Hap. Los valores promedio indican que se mantienen dentro de un rango constante sin presentar cambios aparentes, en donde el tratamiento térmico dado a los diferentes lotes de Hap dopada con Nd₂O₃ no modifico la distribución química.

Tabla 3. Porcentaje químico en peso presente de Hap dopada a 1% en peso de Nd_2O_3 a diferentes tratamientos térmicos

| Hap dopada a 1% en peso de Nd_2O_3 | | | | |
|--|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Elemento | Temperatura | | | |
| | 400°C | 500°C | 700°C | 900°C |
| Carbono (C) | 18.93 ± 2.14% | 20.89 ± 5.09% | 16.40 ± 0.21% | 17.07 ± 1.04% |
| Oxígeno | 48.72 ± 0.86% | 47.06 ± 2.41% | 48.91 ± 0.21% | 48.61 ± 0.93% |
| Sodio | 1.28 ± 0.09% | 1.30 ± 0.11% | 1.28 ± 0.08% | 1.08 ± 0.03% |
| Magnesio | 0.44 ± 0.04% | 0.45 ± 0.02% | 0.43 ± 0.02% | 0.46 ± 0.05% |
| Fosforo | 10.22 ± 0.48% | 10.13 ± 1% | 10.14 ± 0.23% | 10.57 ± 0.12% |
| Calcio | 20.17 ± 0.72% | 19.83 ± 1.63% | 22.44 ± 0.40% | 21.81 ± 0.12% |
| Neodimio | 0.21 ± 0.03% | 0.30 ± 0.02% | 0.36 ± 0.06% | 0.37 ± 0.02% |

4.3. Análisis por difracción de rayos X (DRX) del polvo antes y después del tratamiento térmico

En la figura 31, podemos ver el difractograma de las muestras de hidroxiapatita (Hap) tratadas térmicamente a 400°C, 500°C, 700°C y 900°C sin adición de dopante. En el difractograma correspondiente a muestra de 400°C podemos observar que la hidroxiapatita en forma cristalina ya está presente.

En las muestras de 500°C, 700°C y 900°C, podemos observar que para la Hap cristalina aumenta el número de cuentas registradas en el difractograma conforme aumenta la temperatura del tratamiento térmico dado y disminuye el tamaño de la partícula de Hap (700°C y 900°C); haciendo una búsqueda en la base de datos del ICCD (International Centre for Diffraction Data), se encuentra que la tarjeta que se ajusta al patrón experimental correspondiente al No. 01-080-3960, que corresponde a la fase cristalina de Hap.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

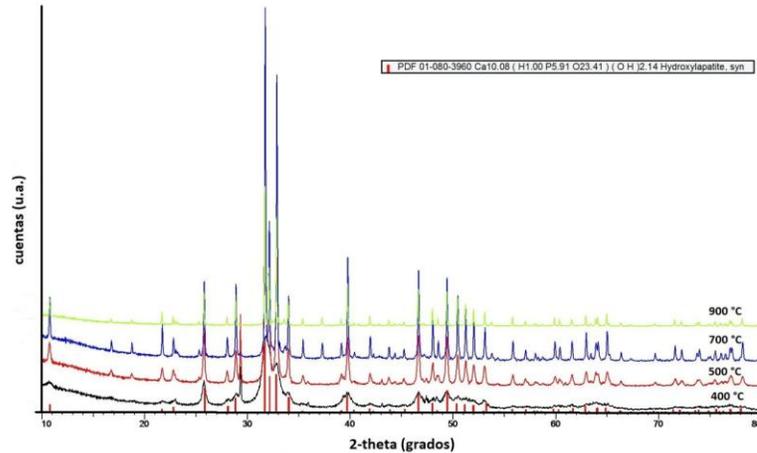


Figura 31. Difractograma de rayos X de Hap sin dopante.

En la figura 32, podemos ver los patrones de difracción de rayos X correspondientes a la Hap pre-tratada térmicamente a 400°C y tratada a 500°C, 700°C y 900°C, dopadas en una proporción de 0.5% en peso de Nd_2O_3 .

Al igual que las muestras sin dopar, los difractogramas registrados (Figura 33) se ajustan al patrón experimental correspondiente a la tarjeta No. 01-080-3960, correspondiente a la fase cristalina de Hap. Así mismo la presencia de Nd_2O_3 no afecta la cristalinidad del material, observándose un aumento en el número de cuentas conforme aumenta el tratamiento térmico dado y disminuye el tamaño de la partícula (700°C y 900°C).

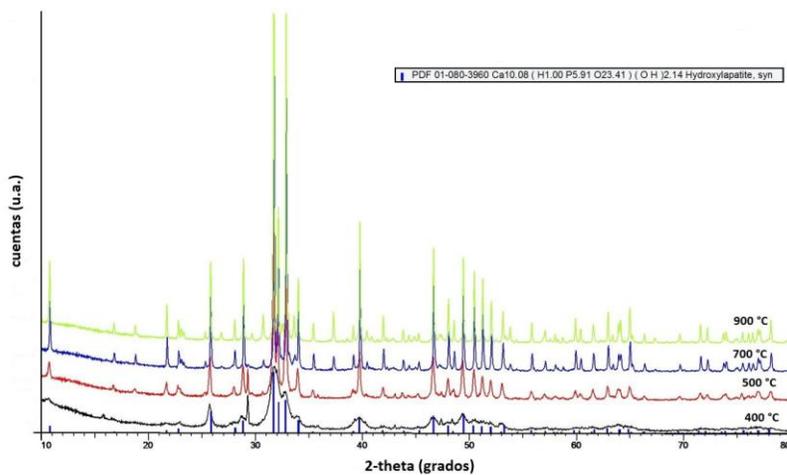


Figura 32. Difractograma de rayos X de Hap con 0.5% en peso de Nd_2O_3

RESULTADOS Y ANÁLISIS

En la figura 33, se puede observar la Hap pre-tratada térmicamente a 400°C y posteriormente tratada a 500°C, 700°C y 900°C, las cuales fueron adicionadas en una proporción de 1% en peso de Nd₂O₃.

La presencia de Nd₂O₃ no afecta la cristalinidad del material como se puede apreciar (Figura 34). Así mismo los patrones registrados se ajustan igualmente al patrón experimental correspondiente a la tarjeta No. 01-080-3960, observándose un aumento en el número de cuentas conforme aumenta el tratamiento térmico dado y disminuye el tamaño de la partícula (700°C y 900°C).

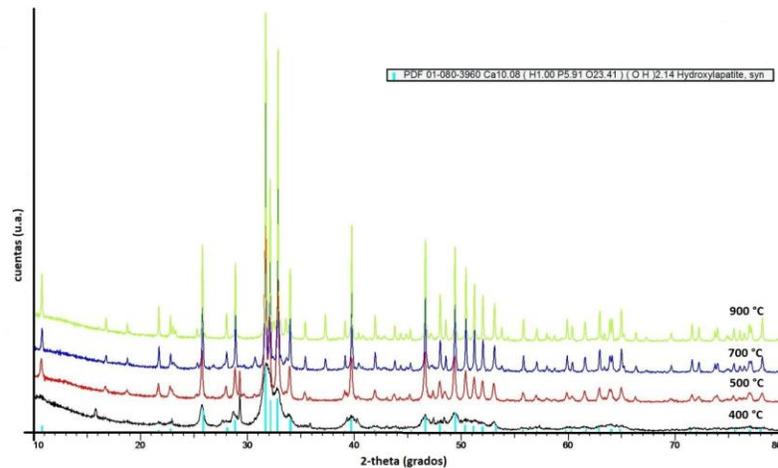


Figura 33. Difractograma de rayos X de Hap con 1% en peso de Nd₂O₃

4.4. Respuesta TL y dosis absorbida

Los resultados obtenidos de la respuesta TL de las pastillas sometidas a diferentes dosis de irradiación con una fuente de radiación gamma de ⁶⁰Co y las dosis absorbidas por dichas pastillas son mostradas en los siguientes apartados.

4.4.1. Respuesta TL

4.4.1.1. Respuesta TL de la muestra tratada a 500°C

La figura 34, muestra la respuesta TL de la Hap pura tratada a 500°C, la cual fue sometida a diferentes dosis de irradiación. Se puede observar el crecimiento de la señal a partir de los 80°C con una tendencia exponencial hasta los 330°C, sin

RESULTADOS Y ANÁLISIS

mostrar decaimiento. Para las pastillas irradiadas a 200 Gy, presenta un máximo en 330°C con un máximo de intensidad de 8781.8 cuentas.

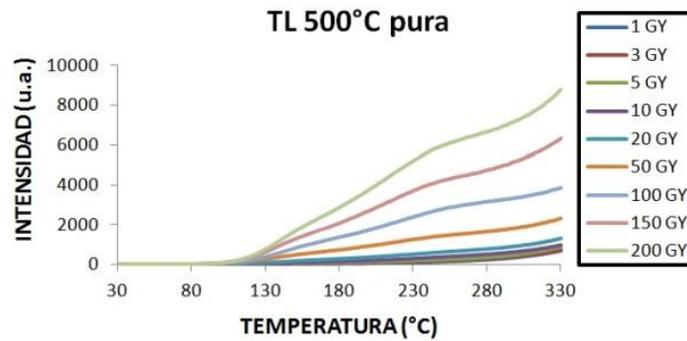


Figura 34. Respuesta TL de la Hap pura tratada a 500°C.

La figura 35, muestra la respuesta TL de la Hap tratada a 500°C y con 0.5% en peso de Nd_2O_3 , la cual fue sometida a diferentes dosis de irradiación. Así como en el análisis anterior, el crecimiento de la señal se observa a partir de los 80°C con un crecimiento exponencial sin decaimientos aparentes. Para las pastillas irradiadas a 200 Gy, el máximo se localiza en 330°C con un máximo de 12332.2 cuentas.

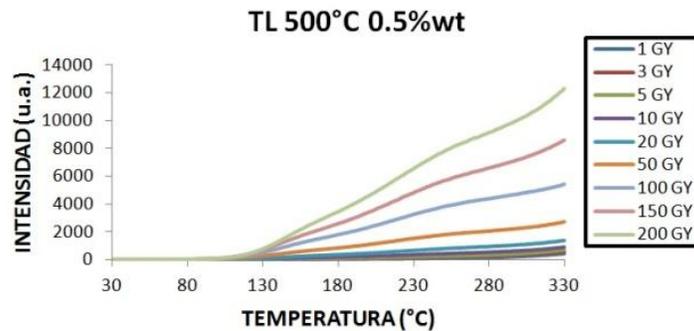


Figura 35. Respuesta TL de la Hap tratada a 500°C y 0.5% en peso de Nd_2O_3 .

La figura 36, muestra la respuesta TL de la Hap tratada a 500°C y con 1% en peso de Nd_2O_3 , la cual fue sometida a diferentes dosis de irradiación. En ella se puede observar que el crecimiento de la señal comienza en 80°C con una tendencia exponencial sin decaimientos aparentes. Para las pastillas irradiadas a 200Gy, se observa un máximo en 330°C con un máximo de 11433.8 cuentas.

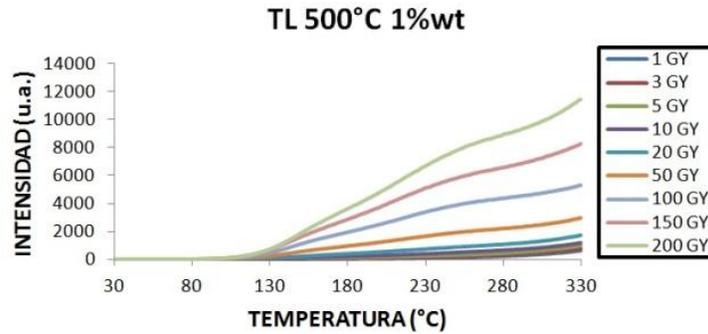


Figura 36. Respuesta TL de Hap tratada a 500°C y 1% en peso de Nd₂O₃

La respuesta TL de la Hap tratada a 500°C sin dopante respecto a la respuesta TL de Hap tratada a 500°C y con 1% en peso de Nd₂O₃, presenta un aumento en el pico máximo de 2645 cuentas. Sin embargo la respuesta TL de la Hap tratada a 500°C y con 0.5% en peso de Nd₂O₃ respecto a la Hap tratada a 500°C y con 1% en peso de Nd₂O₃ presenta una disminución aparente de 898 cuentas. Así mismo se observa una aumento de 30.2% en la intensidad respecto de la muestra sin dopante.

4.4.1.2. Respuesta TL de la muestra tratada a 700°C

La figura 37, muestra la respuesta TL de la Hap tratada pura a 700°C. Las pastillas fueron sometidas a diferentes dosis de irradiación obteniéndose las curvas de brillo correspondientes. Para las pastillas irradiadas a 200Gy se observa que el crecimiento de la señal se da a partir de los 80°C, con un decaimiento en 180°C. Así mismo presentan dos máximos en 170°C y 203°C, con dos picos de intensidad de 3298.75 cuentas y 3147.5 cuentas, respectivamente. Es importante remarcar la diferente forma de la respuesta TL, respecto de las muestras tratadas a 500°C.

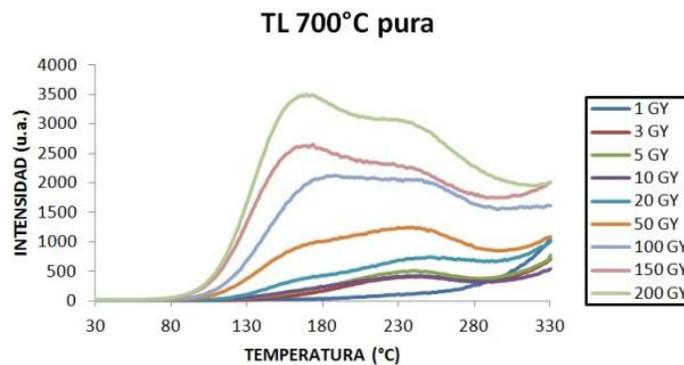


Figura 37. Respuesta TL de la Hap pura tratada a 700°C

RESULTADOS Y ANÁLISIS

La figura 38, muestra la Hap tratada a 700°C con una adición de dopante de 0.5% en peso de Nd_2O_3 sometida a diferentes dosis de irradiación. Mediante el análisis correspondiente se puede observar que el crecimiento de la señal se da a partir de 80°C con un decaimiento en 180°C. Para las pastillas irradiadas a 200Gy, se encuentra dos máximos localizados en 159°C y 210°C, con dos picos de intensidad de 3812.5 cuentas y 3214 cuentas. En este caso se observa un corrimiento a menor temperatura para el primer pico y un ligero corrimiento a mayor temperatura, para el segundo pico, respecto de la muestra Hap pura tratada a 700°C.

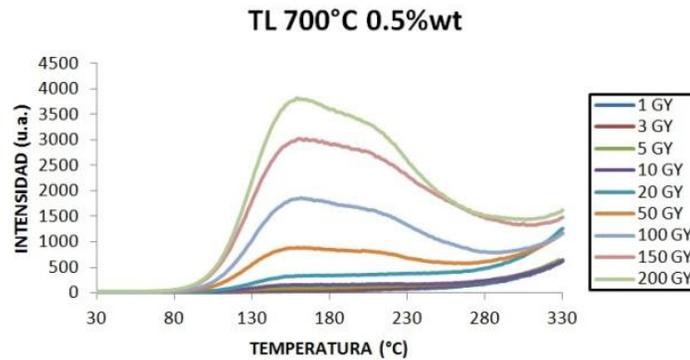


Figura 38. Respuesta TL de la Hap tratada a 700°C y 0.5% en peso de Nd_2O_3

La figura 39, muestra la Hap tratada a 700°C con una adición de dopante en 1% en peso de Nd_2O_3 , obteniéndose las curvas de brillo correspondientes. El crecimiento de la señal se da a partir de los 80°C, alcanzando un máximo en 165°C (4769.66 cuentas) para la muestra irradiada a 200Gy, con un decaimiento de la señal, que se prolonga hasta los 280°C. Respecto de la Hap pura y la Hap con 0.5% en peso de Nd_2O_3 , en este caso es más notorio el cambio en la forma de la curva TL, principalmente en el pico máximo localizado en 165°C.

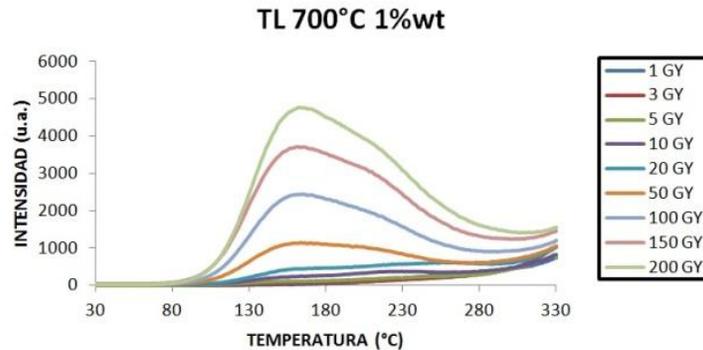


Figura 39. Respuesta TL de la Hap tratada a 700°C y 1% en peso de Nd₂O₃

Analizando y comparando la información obtenida de las curvas de brillo (Figura 37,38 y 39), se encuentra que el crecimiento de la señal y la intensidad adquirida tienden a aumentar, tomando en cuenta que el conteo máximo pasa de 3298.75 cuentas a 4769.66, con un aumento de 44.6% respecto de la muestra sin dopante, es decir, la adición del dopante incrementa la intensidad de la señal.

4.4.1.3. Respuesta TL de la muestra tratada a 900°C

La figura 40 muestra la respuesta TL, en el intervalo de 30°C a 330°C de la Hap pura tratada a 900°C, sometida a diferentes dosis de irradiación. El crecimiento de la señal se da a partir de los 80°C, alcanzando un máximo en 165°C con 10414.4 cuentas; a partir de ahí, comienza a decrecer hasta el final del intervalo de lectura que fue de 330°C, con un decaimiento a 183°C. Al igual que se sucedieron cambios en la forma de la curva de las muestras de Hap puras tratadas a 500°C y 700°C, en la muestra de Hap pura tratada a 900°C también presenta importantes cambios: un solo pico máximo localizado en 165°C de mayor intensidad y más ancho.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

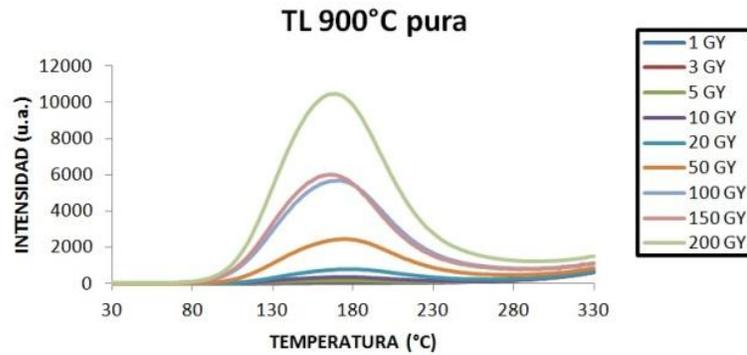


Figura 40. Respuesta TL de la Hap pura tratada a 900°C.

La figura 41, muestra a la Hap tratada a 900°C y 0.5% en peso de Nd_2O_3 , la cual fue sometida a diferentes dosis de irradiación; se puede observar la forma de las curvas características en el intervalo de 30°C a 330°C. El crecimiento de la señal se da a partir de los 80°C con un máximo en 183°C (con un máximo de conteo de 17636.8 cuentas). Respecto de la muestra de Hap pura tratada a 900°C, en este caso se observa un corrimiento a mayor temperatura del pico máximo y un incremento en la intensidad TL.

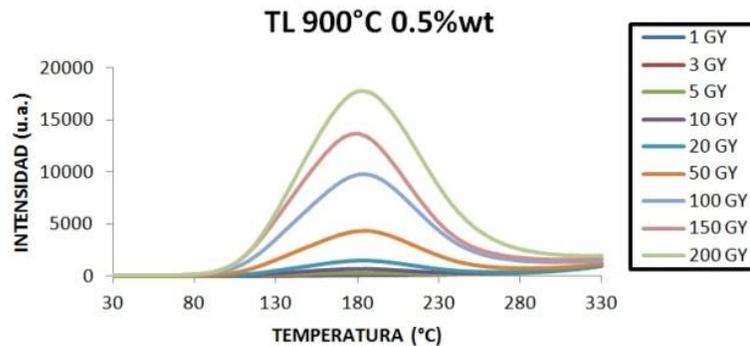


Figura 41. Respuesta TL de la Hap tratada a 900°C y 0.5% en peso de Nd_2O_3

La figura 42, muestra a la Hap tratada a 900°C y 1% en peso de Nd_2O_3 , sometida a diferentes dosis de irradiación; se puede observar curvas características en el intervalo de 30°C a 330°C. El crecimiento de la señal se da a partir de 80°C, alcanzando un pico máximo en 183°C (con 24360.2 cuentas en ese punto), a partir del cual comienza un decremento de la señal, que se prolonga hasta el final del intervalo de lectura; cabe decir que este decremento es más abrupto, respecto de

RESULTADOS Y ANÁLISIS

las muestras de Hap pura y con 0.5% en peso de Nd_2O_3 . También se debe notar que la intensidad del pico máximo para esta muestra es mucho mayor respecto de todas las muestras antes analizadas.

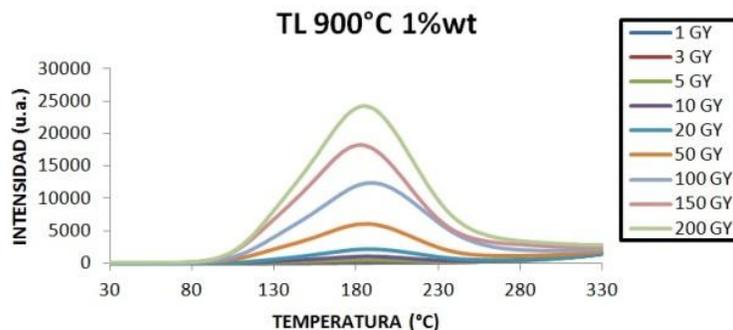


Figura 42. Respuesta TL de la Hap tratada a 900°C y 1% en peso de Nd_2O_3

Comparando las curvas de brillo adquiridas (Figura 40,41 y 42) se encuentra que la intensidad registrada tiene una tendencia de aumento al pasar de 10414.4 cuentas a 24260.2 cuentas con un aumento en la intensidad de 132.9% respecto de la muestra sin dopar, es decir, el aumento en la adición del dopante mejora la intensidad de señal TL.

Los resultados aquí obtenidos mostraron dos parámetros que influyen de manera definitiva en la sensibilidad termoluminiscente de la hidroxiapatita pura y dopada. En primer lugar la temperatura de tratamiento de la Hap, en la que se observó una respuesta diferente para las muestras tratadas a 500, 700 y 900°C; siendo diferente la forma de la curva TL y la intensidad de la señal, la cual aumento con la temperatura de tratamiento. Esto se puede explicar asumiendo que al aumentar la temperatura de tratamiento, hay una reestructuración en la red cristalina del material en la que como consecuencia se crean defectos que funcionan como trampas de los portadores de carga producidos durante la irradiación del material. El segundo parámetro es el Nd_2O_3 como dopante, en el que de acuerdo a los resultados, su presencia no modifica la forma de la curva TL, pero si influye en la intensidad de la respuesta TL, haciéndose más intensa al aumentar la concentración del dopante; esto indica que en este caso, el dopante promueve la creación de defectos o centros de atrapamiento de portadores de carga en la red cristalina de la hidroxiapatita. Un comportamiento similar ya ha sido reportado por otros autores: por ejemplo, J. Anjaih et. al. [37] utilizó Nd como dopante en sistemas $\text{Li}_2\text{O}-\text{MO}-\text{B}_2\text{O}_3$ ($\text{MO} = \text{ZnO}, \text{CaO}, \text{CdO}$) a los que irradió con rayos X reportando un ligero corrimiento de los picos máximos en la curva TL y un

RESULTADOS Y ANÁLISIS

incremento en la intensidad de la señal, sin que se generaran nuevos picos máximos. J F S bitencourt, et. al. [38] sintetizó Al_2O_3 dopada con Mg y Nd e irradió con radiación UV para obtener la respuesta termoluminiscente inducida por irradiación; ellos reportan que la presencia de Nd en el Al_2O_3 aumenta la concentración de trampas en el material, pero no hay un cambio apreciable en el tipo de trampas.

4.4.2. Dosis absorbida

Para conocer la intensidad promedio de la respuesta TL (área bajo la curva) y su respectiva desviación, se obtuvieron los promedios correspondientes de las lecturas realizadas a cada lote de pastillas (5 pastillas por muestra) sometidas a diferentes dosis de irradiación cubriendo un intervalo de dosis de 1 Gy a 200 Gy. Los valores promedio se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 4. Intensidad TL promedio

| DOSIS (Gy) | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 500-0 | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 500-05 | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 500-1 | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 700-0 | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 700-05 | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 700-1 | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 900-0 | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 900-05 | INTENSIDAD TL PROMEDIO (*10 ³) 900-1 |
|------------|--|---|--|--|---|--|--|---|--|
| 1 | 6.63 ± 0.81 | 4.62 ± 0.65 | 6.12 ± 0.49 | 8.43 ± 0.41 | 5.48 ± 0.23 | 9.82 ± 0.26 | 6.65 ± 0.77 | 11.79 ± 2.28 | 14.86 ± 3.49 |
| 3 | 8.15 ± 0.62 | 6.66 ± 0.61 | 9.19 ± 0.70 | 12.23 ± 0.71 | 6.86 ± 0.07 | 10.05 ± 1.64 | 7.45 ± 0.84 | 13.17 ± 2.65 | 18.85 ± 2.44 |
| 5 | 10.63 ± 0.52 | 9.79 ± 0.65 | 12.64 ± 0.43 | 15.98 ± 0.75 | 8.08 ± 0.83 | 13.20 ± 0.32 | 9.12 ± 0.68 | 14.76 ± 2.07 | 20.77 ± 2.03 |
| 10 | 14.32 ± 0.46 | 14.98 ± 0.82 | 18.34 ± 0.46 | 13.07 ± 0.41 | 9.35 ± 0.76 | 14.54 ± 0.43 | 12.29 ± 0.49 | 21.56 ± 2.28 | 30.88 ± 2.13 |
| 20 | 22.89 ± 2.13 | 25.90 ± 1.70 | 30.73 ± 0.40 | 23.67 ± 0.22 | 19.25 ± 1.10 | 22.53 ± 1.96 | 20.57 ± 1.29 | 34.88 ± 3.98 | 49.33 ± 3.46 |
| 50 | 50.17 ± 1.68 | 60.63 ± 2.09 | 65.28 ± 0.73 | 40.96 ± 2.57 | 32.64 ± 2.13 | 36.94 ± 2.83 | 53.25 ± 2.32 | 92.33 ± 6.56 | 122.39 ± 10.13 |
| 100 | 92.40 ± 5.98 | 129.87 ± 3.05 | 128.28 ± 2.41 | 73.90 ± 0.85 | 55.33 ± 2.96 | 67.64 ± 3.43 | 113.69 ± 6.58 | 196.84 ± 12.29 | 252.51 ± 19.57 |
| 150 | 142.95 ± 2.91 | 188.66 ± 7.13 | 193.1 ± 4.84 | 90.77 ± 1.80 | 93.07 ± 6.70 | 102.30 ± 4.84 | 154.48 ± 14.03 | 247.53 ± 16.75 | 358.21 ± 39.21 |
| 200 | 197.76 ± 7.43 | 259.66 ± 9.23 | 256.04 ± 18.35 | 114.96 ± 9.39 | 108.06 ± 10.46 | 126.27 ± 3.08 | 197.79 ± 9.75 | 359.53 ± 20.08 | 463.63 ± 37.20 |

A continuación se graficaron los valores promedio obtenidos de la dosis-área bajo la curva (intensidad promedio TL) para las muestras irradiadas en un intervalo de 1 hasta 200Gy.

En la figura 43, se observan los datos obtenidos con un comportamiento lineal para las pastillas irradiadas en función de la dosis absorbida, es decir, los datos de la

RESULTADOS Y ANÁLISIS

respuesta TL de la Hap pura y dopada a partir de huesos de pescado es similar. Se debe notar que la velocidad de crecimiento de la intensidad TL es muy similar para las muestras con Nd_2O_3 , siendo mayor respecto de la Hap pura.

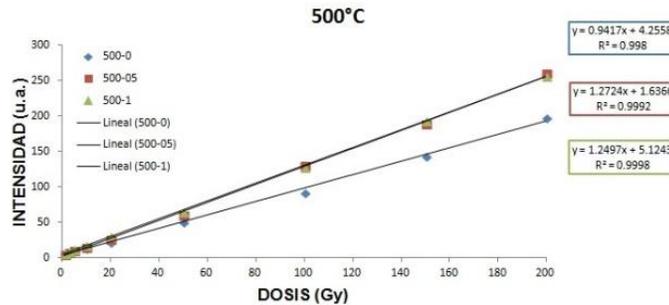


Figura 43. Respuesta TL en función de la dosis absorbida

En la figura 44, se presenta gráficamente la respuesta TL en función de la dosis absorbida, para las muestras de Hap pura y dopada con 0.5% y 1% en peso respectivamente de Nd_2O_3 y tratadas a 700°C; se aprecia también un comportamiento lineal entre la respuesta termoluminiscente y la dosis recibida. Es de destacar que aunque la forma de las curvas y la intensidad TL es diferente para cada muestra, la velocidad de crecimiento de la señal es similar para las tres diferentes muestras.

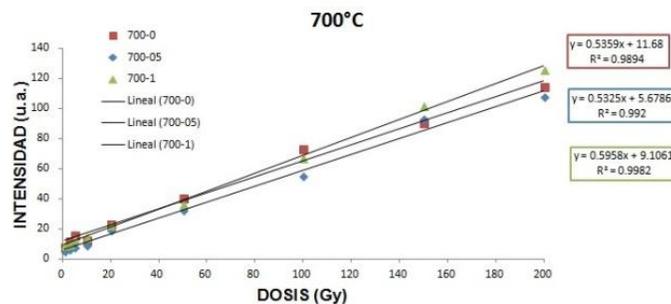


Figura 44. Respuesta TL en función de la dosis absorbida

En la figura 45 se presenta de manera gráfica la relación entre la respuesta termoluminiscente y la dosis recibida, para las muestras de Hap pura y dopada con 0.5% y 1% en peso de Nd_2O_3 tratadas a 900°C. Se puede apreciar que la velocidad

RESULTADOS Y ANÁLISIS

de crecimiento de la señal TL es menor para la Hap pura, en tanto que la muestra de Hap dopada con 1% en peso presenta la mayor velocidad de crecimiento.

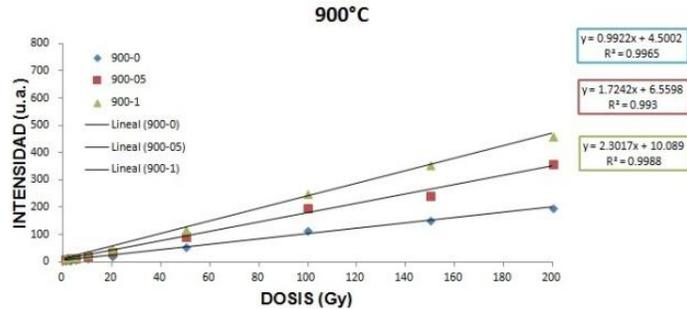


Figura 45. Respuesta TL en función de la dosis absorbida

Realizando un ajuste por mínimos cuadrados para encontrar la solución matemática que describe el comportamiento observado anteriormente (Figura 43, 44 y 45), se puede hacer uso de la ecuación de la recta, la cual es descrita mediante la siguiente relación $y = mx + b$, en donde $x=D$ (dosis-Gy) y $y=I$.

Para el ajuste realizado a las respuestas TL promedio en función de la dosis absorbida para 500 °C (3 rectas), las ecuaciones de primer grado que describen el comportamiento lineal son las siguientes:

Para 500°C pura, la ecuación que describe el comportamiento lineal, tiene la forma:

$$I = 0.94D + 4.25$$

Para 500°C y 0.5% en peso de Nd_2O_3 , la ecuación que describe el comportamiento lineal, tiene la forma:

$$I = 1.27D + 1.63$$

Para 500°C y 1% en peso de Nd_2O_3 , la ecuación que describe el comportamiento lineal, tiene la siguiente forma:

$$I = 1.24D + 5.12$$

Para el ajuste de la respuesta TL a partir de la dosis suministrada a los tres lotes de pastillas tratadas térmicamente a 700°C y sometidas a diferentes dosis, las ecuaciones de primer grado que describen dicho comportamiento son descritas a continuación:

RESULTADOS Y ANÁLISIS

Para 700°C pura, la ecuación que describe el comportamiento lineal es descrita de la siguiente forma:

$$I = 0.5359D + 11.68$$

Para 700°C y 0.5% en peso de Nd₂O₃, la ecuación que describe el comportamiento lineal es descrita a continuación:

$$I = 0.5325D + 5.6786$$

Para 700°C y 1% en peso de Nd₂O₃, la ecuación que describe el comportamiento lineal es descrita a continuación:

$$I = 0.5958D + 9.1061$$

Para el ajuste de la respuesta TL en función de la dosis absorbida aplicado a los tres lotes de pastillas tratadas térmicamente a 900°C, las ecuaciones de primer grado que describen el comportamiento lineal son mostradas a continuación:

Para 900°C pura, la ecuación que describe el comportamiento lineal, es descrita de la siguiente forma:

$$I = 0.99D + 4.50$$

Para 900°C y 0.5% en peso de Nd₂O₃, la ecuación que describe el comportamiento lineal, es descrito mediante la siguiente forma:

$$I = 1.72D + 6.55$$

Para 900°C y 1% en peso de Nd₂O₃, la ecuación que describe el comportamiento lineal, es descrita mediante la siguiente forma:

$$I = 2.30D + 10.08$$

En las ecuaciones que describen el comportamiento lineal, el valor R² (coeficiente de correlación) de los valores obtenidos en las ecuaciones anteriores es aproximado a 0.99, es decir, en las ecuaciones presentadas la regresión es útil (las muestras están correlacionadas aproximadamente de forma perfecta), por tanto, es posible determinar valores para I y esto indica una reproducibilidad de la respuesta TL de Hap sintetizada a partir de huesos de pescado pura y dopada sometidas a un campo de irradiación gamma (⁶⁰Co).

Diversos estudios de obtención de Hap muestran que la respuesta de la señal TL está directamente relacionada con el método de síntesis.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

Por ejemplo, Mendoza-Anaya y colaboradores [13] encontraron que la síntesis de Hap por el método sólido-sólido y por el método hidrotermal tratadas durante 48 hrs a una temperatura de 250°C, en ambos casos existen dos diferencias. En el método sólido-sólido existe una curva de crecimiento a partir de 70°C con dos máximos localizados en 130°C y 280°C en un intervalo de 2.5 a 1000Gy. En tanto que, por el método hidrotermal existe una curva de crecimiento con dos máximos localizados en 143°C y 250°C cubriendo un intervalo de linealidad de respuesta TL de 10 a 100Gy.

En la obtención de Hap dopada con 0.1% de EuCl_2 , incorporando el dopante por el método de impregnación clásica y pretratadas durante 2 hrs, mostraron que para la muestra sinterizada a 700°C e irradiada a 100Gy ocurre un máximo localizado en 185°C mientras que para la muestra de 900°C se encuentra un máximo localizado en 186.6°C [39]. Este resultado presenta un comportamiento similar a la muestra tratada a 900°C y dopada con 0.5%wt de Nd_2O_3 irradiada a 100Gy la cual presenta un máximo en 183°C.

Sin embargo se puede observar la que Hap pura obtenida a partir de escamas de pescado [40], presenta dos máximos de intensidad TL. Para la muestra tratada a 700°C ocurre un máximo localizado en 170°C con 3800 cuentas, en tanto que, para la muestra tratada a 900°C ocurre un máximo localizado en 170°C aproximadamente y 7200 cuentas. Como se pudo apreciar en la figura 37 y 40, los máximos ocurrieron en 170°C-203°C y 165°C, la principal diferencia encontrada es la intensidad registrada siendo mayor en 900°C con 10414.4 cuentas [40].

La obtención de Hap por diferentes métodos y síntesis así como su origen tiene una implicación en la respuesta TL cuando es irradiada con radiación gamma. Así mismo, como pudo apreciarse el uso de Tierras Raras (TR) como dopante de dosímetros aportan una estabilidad a la señal inducida por irradiación gamma considerando además el método de síntesis empleado. Por lo que se induce que el uso de Hap con dopantes aporta mayores trampas o defectos al material, permitiendo así tener una mejor respuesta TL.

4.5. Deconvolución de curvas TL

Como se mencionó anteriormente, los parámetros más importantes que deben ser determinados en una deconvolución a partir de una curva TL son: la temperatura a la que sucede el máximo de cada pico T_{max} , el orden cinético b , la población de electrones atrapados n_o y la energía de activación E .

RESULTADOS Y ANÁLISIS

Para realizar la deconvolución de curvas TL se empleó un software matemático implementado y diseñado en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares. Se consideraron las curvas de las muestras tratadas a 700°C y 900°C (irradiadas a 100Gy), respectivamente, mientras que la muestra tratada a 500°C carece de una forma definida en la parte final, por lo que no fue deconvolucionada.

La figura 46 muestra la deconvolución de la curva TL de la Hap tratada a 700°C pura e irradiada a 100Gy en la que se puede observar 4 picos TL. El corrimiento de los picos conforme aumenta la temperatura indica que esta se corresponde a una cinética de segundo orden. Para fines dosimétricos, se observa que los picos 3 y 4 tienen temperaturas superiores a 200°C, los cuales son útiles en aplicaciones dosimétricas.

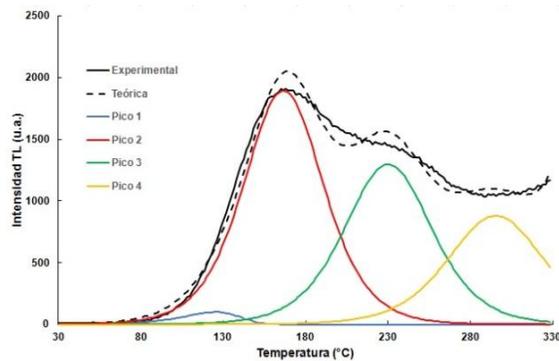


Figura 46. Deconvolución de la muestra a 700°C pura e irradiada a 100Gy

La tabla 5 muestra los parámetros de los picos de las curvas TL inducida por la radiación gamma. De acuerdo a los datos obtenidos en la deconvolución, se puede ver que la intensidad TL máxima ocurre en el pico 2 con 1896 cuentas y con una temperatura de 168°C además de una energía de activación de 1.03eV. Se observa también una alta energía de activación en los picos 2,3 y 4 indicando así que la señal inducida por TL es estable.

Tabla 5. Datos de la deconvolución de la muestra a 700°C pura e irradiada a 100Gy

| Pico | T_{max} (°C) | I_{max} (u.a.) | b | E (eV) | n_0 (cm ⁻³) |
|------|----------------|------------------|------|----------|---------------------------|
| 1 | 127 | 100 | 1.05 | 0.83 | 847 |
| 2 | 168 | 1896 | 2 | 1.03 | 2.29×10^4 |
| 3 | 232 | 1297 | 2 | 1.23 | 1.72×10^4 |
| 4 | 297 | 881 | 2 | 1.43 | 1.24×10^4 |

RESULTADOS Y ANÁLISIS

La figura 47 muestra la deconvolución de la curva TL de Hap tratada a 700°C con 0.5% en peso de Nd₂O₃ e irradiada a 100Gy, en la que se pueden observar 4 picos TL característicos. El posicionamiento de los picos conforme aumenta la temperatura indica que esta se corresponde a una cinética de segundo orden. Se observa también que los picos 3 y 4 están ubicados a temperaturas superiores a 200°C los cuales son útiles para aplicaciones dosimétricas.

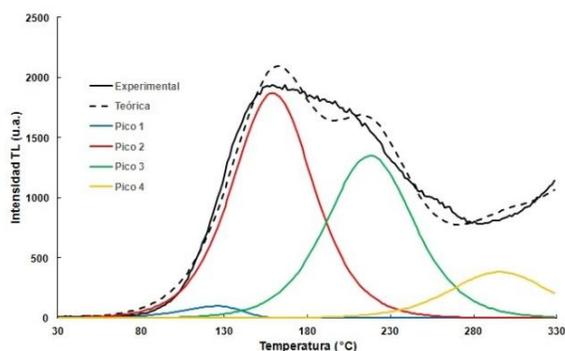


Figura 47. Deconvolución de la muestra a 700°C con 0.5% en peso de Nd₂O₃ e irradiada a 100Gy

La tabla 6 muestra los parámetros de los picos de las curvas TL inducidas por la radiación gamma. De acuerdo a los datos obtenidos se puede ver que la intensidad TL máxima ocurre en el pico 2 con 1870 cuentas, a una temperatura de 161°C con una energía de activación de 1eV. Se observa que la energía de activación E es mayor en los picos 2,3, y 4 indicando así una estabilidad en la señal TL inducida.

Tabla 6. Datos de la deconvolución de la muestra a 700°C y dopada con 0.5% en peso de Nd₂O₃ e irradiada a 100Gy.

| Pico | T_{max} (°C) | I_{max} (u.a.) | b | E (eV) | n_o (cm ⁻³) |
|------|----------------|------------------|-----|----------|---------------------------|
| 1 | 127 | 100 | 1 | 0.8 | 882 |
| 2 | 161 | 1870 | 2 | 1 | 2.26×10^4 |
| 3 | 219 | 1350 | 2 | 1.20 | 1.76×10^4 |
| 4 | 297 | 384 | 2 | 1.40 | 5.74×10^4 |

La figura 48 muestra la deconvolución de la curva TL de la Hap tratada a 700°C y con 1% en peso de Nd₂O₃ irradiada a 100Gy en la que se pueden observar 4 picos TL. La ubicación de los picos conforme aumenta la temperatura indica que se comportan como una cinética de segundo orden.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

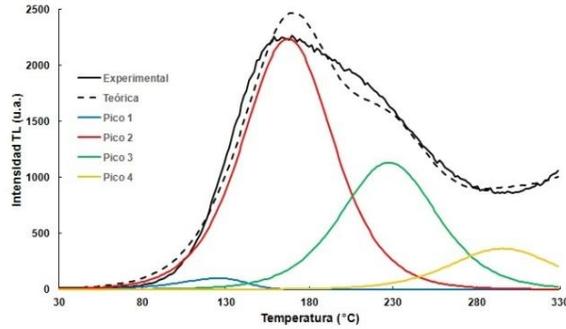


Figura 48. Deconvolución de la muestra a 700°C con 1% en peso de Nd_2O_3

En la tabla 7 se muestra los parámetros de los picos de las curvas TL inducidas por radiación gamma. Se puede apreciar que la intensidad máxima TL se presenta en el pico 2 con 2237 cuentas a una temperatura de 169°C y con una energía de activación de 0.94eV. Se observa que la energía de activación E es mayor en los picos 2, 3 y 4 indicando así una estabilidad de la señal TL inducida.

Tabla 7. Datos de la deconvolución de la muestra a 700°C y con 1% en peso de Nd_2O_3 e irradiada a 100Gy.

| Pico | T_{max} (°C) | I_{max} (u.a.) | b | E (eV) | n_o (cm ⁻³) |
|------|----------------|------------------|------|----------|---------------------------|
| 1 | 127 | 100 | 1.05 | 0.74 | 948 |
| 2 | 169 | 2237 | 2 | 0.94 | 2.97×10^4 |
| 3 | 229 | 1131 | 2 | 1.14 | 1.60×10^4 |
| 4 | 297 | 364 | 2 | 1.34 | 5.67×10^3 |

La figura 49 muestra la deconvolución de la curva TL de Hap tratada a 900°C pura e irradiada a 100Gy. Se pueden observar 3 picos TL característicos, de los cuales, los picos 2 y 3 tienen un comportamiento que corresponde con una cinética de segundo orden. Es importante resaltar la intensidad del pico 2, siendo este el que tiene la principal aportación en la respuesta termoluminiscente.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

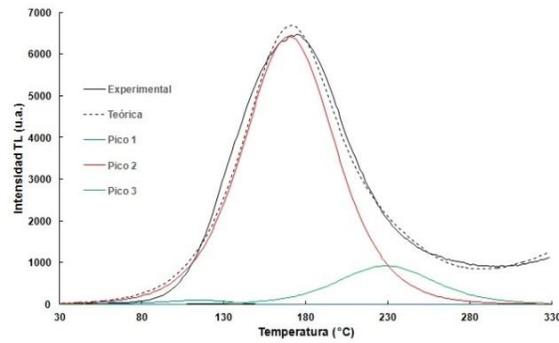


Figura 49. Deconvolución de la muestra a 900°C pura

En la tabla 8 se muestran los parámetros de los picos de las curvas TL inducidas por radiación gamma. Se puede observar que la intensidad TL máxima ocurre en el pico 2 con 6423 cuentas a una temperatura de 171°C y una energía de activación de 0.91eV. Observándose una mayor energía de activación E en los picos 2 y 3, indicando así una mayor estabilidad en la señal TL inducida.

Tabla 8. Datos de la deconvolución de la muestra a 900°C pura e irradiada a 100Gy.

| Pico | T_{max} (°C) | I_{max} (u.a.) | b | E (eV) | n_o (cm ⁻³) |
|------|----------------|------------------|------|----------|---------------------------|
| 1 | 117 | 100 | 1.10 | 0.71 | 954 |
| 2 | 171 | 6423 | 2 | 0.91 | 8.82×10^4 |
| 3 | 230 | 923 | 2 | 1.11 | 1.34×10^4 |

En la figura 50 se muestra la deconvolución de la curva TL de la muestra tratada a 900°C con 0.5% en peso de Nd₂O₃ e irradiada a 100Gy. Se observan tres picos TL con un corrimiento y diferentes intensidades conforme aumenta la temperatura; en este caso, solo los picos 2 y 3 corresponden a curvas con una cinética de segundo orden.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

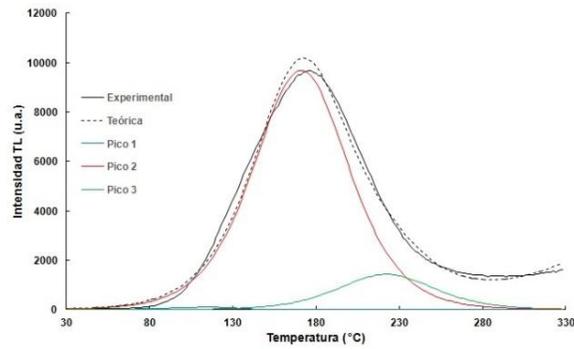


Figura 50. Deconvolución de la muestra a 900°C con 0.5% en peso de Nd_2O_3

En la tabla 9 se muestran los parámetros obtenidos de los picos de las curvas TL inducidas por radiación gamma. Se observa que la intensidad TL ocurre en el pico 2 con 9682 cuentas a una temperatura de 173°C y con una energía de activación de 0.90eV. Observándose también una energía de activación mayor en los picos, indicando así una estabilidad en la señal TL inducida.

Tabla 9. Datos de la deconvolución de la muestra a 900°C y con 0.5% en peso de Nd_2O_3 e irradiada a 100Gy.

| Pico | T_{max} (°C) | I_{max} (u.a.) | b | E (eV) | n_o (cm ⁻³) |
|------|----------------|------------------|------|----------|---------------------------|
| 1 | 117 | 100 | 1.05 | 0.70 | 950 |
| 2 | 173 | 9682 | 2 | 0.90 | 1.36×10^5 |
| 3 | 224 | 1430 | 2 | 1.10 | 2.06×10^4 |

La figura 51 muestra la deconvolución de la curva TL de la muestra tratada a 900°C con 1% en peso de Nd_2O_3 e irradiada a 100Gy. Se observa que la curva principal está compuesta por 3 picos TL. Al igual que en el caso anterior, en este caso solo los picos 2 y 3 corresponden a curvas con una cinética de segundo orden.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

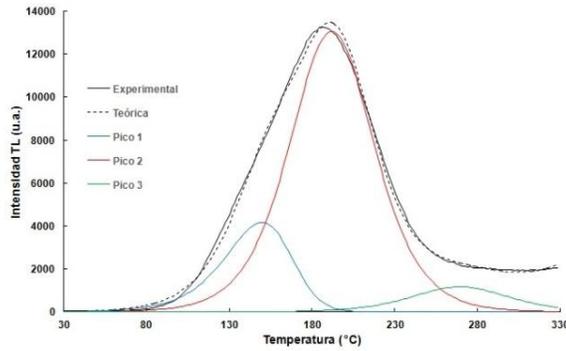


Figura 51. Deconvolución de la muestra a 900°C con 1% en peso de Nd_2O_3

La tabla 10 muestra los parámetros obtenidos de los picos de las curvas TL inducidos por radiación gamma. Se observa que la máxima intensidad TL ocurre en el pico 2 con 13057 cuentas con una temperatura de 194°C además de que su energía de activación es de 1.10eV. Por lo que se conduce que a mayor energía de activación, mayor será la estabilidad de la señal inducida.

Tabla 10. Datos de la deconvolución de la muestra a 900°C y con 1% en peso de Nd_2O_3 e irradiada a 100Gy.

| Pico | T_{max} (°C) | I_{max} (u.a.) | b | E (eV) | n_o (cm ⁻³) |
|------|----------------|------------------|------|----------|---------------------------|
| 1 | 151 | 4170 | 1.29 | 0.90 | 4.12×10^4 |
| 2 | 194 | 13057 | 2 | 1.10 | 1.66×10^5 |
| 3 | 271 | 1165 | 2 | 1.30 | 1.71×10^4 |

Tomando en cuenta los datos obtenidos de los parámetros de los picos de las curvas TL (Tabla 5, 6, 7, 8, 9 y 10) se puede graficar la distribución de las trampas de electrones en el material (Figura 52) en donde se relaciona la profundidad (energía de activación eV) con la temperatura en que sucede dicho evento. Estos eventos son producidos como se mencionó en el capítulo 2, debido a las impurezas o defectos en el material, provocando consecuentemente la aparición de valores energéticos.

El diagrama de niveles de energía presentado en la Figura 52, muestra que, las trampas más profundas se encuentran para las muestras a 700°C pura y 700°C con 0.5% en peso de Nd_2O_3 así como para las muestras de 700°C a 1% en peso de Nd_2O_3 y 900°C a 1% en peso de Nd_2O_3 . Puede verse también que la concentración de electrones para las dos trampas más profundas que se corresponde con la muestra de 700°C pura con una energía de activación E de 1.43 y 700°C a 0.5% en peso de Nd_2O_3 con energía de activación E de 1.40 existe un aumento considerable de 335.9%.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

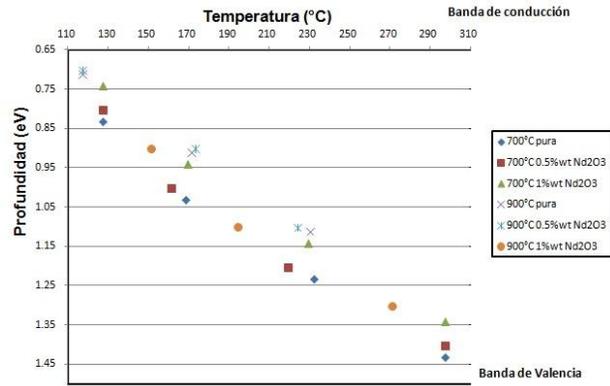


Figura 52. Distribución de trampas de electrones en el material de acuerdo a su profundidad

5. CONCLUSIONES

1. El método de obtención de hidroxiapatita (Hap) a través de desechos orgánicos, en este caso a partir de huesos de pescado, proporciona una manera simple, económica y de fácil acceso para la obtención y generación de material de trabajo que puede ser utilizada en dosimetría termoluminiscente, además de proporcionar valor agregado.
2. El análisis por dispersión de energía de rayos X (EDS), realizada a los huesos de pescado tratados y no tratados químicamente con NaOH (hidróxido de sodio) indica un cambio en la composición química del material, haciendo evidente una disminución en la concentración de Carbono (C) en la muestra tratada con NaOH, indicando una importante disminución del componente orgánico.
3. Mediante el análisis por microscopía electrónica de barrido (MEB), realizado a las diferentes muestras tratadas térmicamente (500°C, 700°C y 900°C) se observó el crecimiento o formación de partículas con tendencia esférica (en el orden de micrómetros) dependiente de la temperatura, en donde: a mayor temperatura mayor diámetro de partícula y mejor cristalinidad.
4. El análisis por difracción de rayos X (DRX) realizado a las 12 muestras indica la formación de hidroxiapatita (Hap) con pureza cristalina, encontrándose una única fase presente, es decir, no se detectó la presencia de otras fases cristalinas ajenas a la Hap. También se observó que la presencia del dopante (Nd_2O_3) en las muestras no afecta la cristalinidad de la Hap. Así mismo existe una pequeña relación entre el tamaño de la partícula y el aumento de la señal TL registrada cuando ocurre la difracción.
5. Los resultados muestran que la radiación gamma inducida por una fuente de ^{60}Co indujo una señal termoluminiscente en la Hap obtenida a partir de hueso de pescado y en las muestras dopadas con Nd_2O_3 .
6. Mediante la lectura TL realizada a las pastillas irradiadas con una fuente de irradiación gamma de ^{60}Co , se observó que la respuesta TL es apreciable a partir de los 3 Gy con un incremento lineal de la señal en función de la dosis recibida por el material. Se observó también que la forma de la curva termoluminiscente tiene diferentes picos máximos, dependiendo del tratamiento térmico y de la concentración de dopante incorporado durante la formación de Hap. En las muestras con 0.5% en peso (muestra a 700°C) de Nd_2O_3 en la curva TL se observó la presencia de dos máximos de emisión localizados en 159°C y 210°C. En tanto que en las muestras de 1% en peso de Nd_2O_3 (muestra a 900°C) se observó un solo máximo de emisión localizado

CONCLUSIONES

en 165°C, siendo consistente tanto en la muestra pura como en las muestras dopadas; es importante notar que la intensidad de la señal TL se incrementó al aumentar la concentración del Nd₂O₃ como dopante, debido a los iones de TR₃⁺ distribuidos en la muestra.

7. En la integral del área bajo la curva se observó un comportamiento con tendencia lineal en los lotes analizados indicando que los datos obtenidos de la respuesta TL de Hap pura y dopada obtenida a partir de hueso de pescado y sometida a un campo de irradiación gamma de ⁶⁰Co pueden ser reproducibles, es decir, el coeficiente de correlación presentado R² es aproximado a 1, implicando que es útil para encontrar valores para I.
8. Se concluye que el uso de Hap adicionada con Nd₂O₃ como principal dopante influye en la respuesta TL aumentando considerablemente la intensidad en un 132.9% (En el caso de la muestra tratada a 900°C pura y dopada con 1% en peso de Nd₂O₃).
9. En los análisis realizado a la deconvolución de las muestras tratadas a 700° y 900°C e irradiadas a 100Gy, se observó que la curva principal está compuesta por varias curvas simples que siguen una distribución de Boltzmann indicando así que existen diferentes trampas o defectos en el material y por consecuencia diferentes energías de amarre en el material, siendo más profundas aquellas que se corresponden a la muestra tratada a 700°C (pura y dopada con 0.5% y 1% en peso respectivamente de Nd₂O₃).

6. RECOMENDACIONES

1. El aprovechamiento de materiales de desecho, así como de materiales reutilizables muestran una forma de obtener herramientas de trabajo accesibles y económicas. Así mismo la obtención de Hap a partir de residuos de desecho (huesos de pescado) por medio de la síntesis mostrada en esta tesis, como se mencionó anteriormente evidencia una manera fácil, económica y accesible de obtener material de trabajo a bajo costo.
2. El dopamiento de materiales TL con pequeñas impurezas, en este caso utilizando Nd_2O_3 , es importante pues se busca aumentar el número de trampas y centros de recombinación presentes en el material y así aumentar la respuesta TL y su grado de detección de la radiación.
3. Es de destacar que la Hap y su propuesta como dosímetro TL tiene un futuro prometedor, dada la alta respuesta TL inducida en la señal registrada en diversos artículos publicados, sintetizada por diferentes métodos. Además de que la Hap al tener una biocompatibilidad con el cuerpo humano y tener una similitud con la parte inorgánica de huesos y dientes, es un serio candidato para ser utilizado como sensor de radiación, formando también parte de los dosímetros pasivos.
4. La Hap cuenta además con otras aplicaciones que son destacables fuera de la dosimetría de radiación, entre ellos: como pasta dental, relleno de cavidades, así como esterilizador de implantes (combinado con ZnO) por sus propiedades antisépticas.

7. BIBLIOGRAFÍA

1. Radiación: efectos y fuentes, Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente, 2016.
2. González G., Rabin C., Para entender las radiaciones, DIRAC, primera edición, 2011.
3. Medina Sandra M., Reyes Pedro J., Radiaciones ionizantes y sus efectos sobre la materia, Ciencia e Ingeniería Neogranadina, núm. 12, julio, 2002, pp. 31-39.
4. Cuaderno preventivo: radiaciones no ionizantes, Secretaria de Medi Ambient i Salut Laboral de la UGT de Catalunya, 2008.
5. Brosed A., Fundamentos de Física Medica, volumen 1, servicios editoriales ADI, 2011.
6. Das A., Ferbel T., introduction to nuclear and particle physics, 2nd edition, World Scientific Publishing, 2003.
7. Lilley J., Nuclear Physics: principles and applications, 2001
8. Eisberg R., Resnick R., Quantum Physics of atoms, molecules, solids, nuclei and particles, 2nd edition, John Wiley & Sons, 1985.
9. Instituto de Ciencias Nucleares, UNAM, servicios de irradiación, 2002.
10. Rangel Urrea W., Aplicación de la irradiación gamma, director de servicios tecnológicos, ININ, 2008.
11. Lamarsh J. R., Baratta A. J., Introduction to Nuclear Engineering, 3th edition, Prentice Hall, 2001.
12. Alcaraz Baños M., Magnitudes y Unidades Radiológicas, 19100012, 2000.
13. D. Mendoza-Anaya; R. Pérez-Hernández; P. R. González-Martínez; R. Estrada-Guerrero; P. Salas Castillo, desarrollo de materiales con aplicaciones dosimétricas, ININ, MX0500374.
14. Azorín Nieto J., la termoluminiscencia y sus aplicaciones, UAM, Departamento de Física, 2009.
15. Rivera T., Termoluminiscencia en dosimetría médica, XII International Symposium/XXII National Congress on Solid State Dosimetry, September 5th to 9th, 2011. Mexico City.
16. Furetta C., Weng P., Operational Thermoluminescence Dosimetry, 1998, Uto-Print.
17. González Martínez P.R. Fundamentos teóricos sobre el fenómeno de termoluminiscencia (TL), Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Departamento de Física, 1999.

REFERENCIAS

18. Chen R. Kinetics of Thermoluminescence Glow Peaks in: Thermoluminescence and Thermoluminescence Dosimetry. Ed. By Y. S. Horowitz, CRC Press, Florida, 1984.
19. López, E., J., Ajuste del Método de Chen de Orden Cinético General Aproximado a la Podgorsak, a Datos Experimentales de Dosímetros TL. Informe Técnico-Científico No. DSICGI-03-04/A, ININ, 1994.
20. Mendoza Anaya D., SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE SISTEMAS DOSIMÉTRICOS PREPARADOS VIA SOL-GEL, Universidad Autónoma de Querétaro, Facultad de Ingeniería, junio 2002.
21. Horowitz Y., S., Yossian D., Computerised Glow Curve Deconvolution Application; Application to Thermoluminescence Dosimetry. Nuclear Technology Publishing. P. O. Box No. / Ashford, Kent TN23, England, 1995.
22. Hall Brian K., Bones and Cartilage: Developmental and Evolutionary Skeletal Biology, first edition, Elsevier, 2005.
23. Thirumalai J., Introductory Chapter: The Testament of Hydroxyapatite: New Prospects in Regenerative Medicinal Treatments, 2018
24. Hernández R., Palma R., Piña B Ma., *Hidroxiapatita y sus aplicaciones*, Revista Mexicana de Física 45 suplemento 1, 1999, pp. 144-147,
25. Vallim Marcus A., THE TL AND OSL STUDY OF HYDROXYAPATITES FOR DOSIMETRIC APPLICATIONS, INAC 2009, Rio de Janeiro, RJ, Brazil.
26. García M., Reyes J., la hidroxiapatita, su importancia en los tejidos mineralizados y su aplicación biomédica, Tip Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas, vol. 9, núm. 2, diciembre, 2006, pp. 90-95, UNAM.
27. Weillie Zhou, Robert P. Apkarian, Zhong Lin Wang, and David Joy, Fundamentals of Scanning Electron Microscopy, Appl. Phys. Lett., 87 (2005) 172505.
28. Goldstein J., Newbury D., Echlin P., Joy D., Lyman C., Lifshin E., Sawyer L., Michael J., Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis, 3th edition, Kluwer Academic, 2003, ISBN:0-30647292-9.
29. Ipohorski M., una Mirada al microscopio electrónico de barrido, N° 4 MATERIALES - Microscopio Electrónico de Barrido.
30. Sorrivias de Lozano, V., Morales, A., Yañez, M.J., Principios y práctica de la Microscopía Electrónica, 1ra. Ed. E-book, 2014
31. Kittel C., Introducción a la física del estado sólido, cuarta edición, 1995.
32. Callister William D., Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales, séptima edición, Reverte, 2007.
33. Mendoza Anaya D., La difracción delatora, APPS NUCLEARES, Año 4, numero 7, enero-junio, 2018, ININ.
34. Waseda Y., Matsubara E., Shinoda k., X-Ray Diffraction Crystallography, first edition, 2011.

REFERENCIAS

35. Mendoza Anaya D., González Martínez P., Falcón Bárcenas T., Castaño V. M., Dosimetría termoluminiscente en un difractómetro de rayos X, XII Congreso Nacional sobre Dosimetría de Estado Sólido, pp. 205-209, MX0000346.
36. Suryanarayana C., Grand Norton M., X-Ray Diffraction; A Practical Approach, Plenum Press, 2002.
37. J. Anjaiah, C. Laxmikanth, Cephas John Lyobha, N. Veeraiyah, P. Kistaiah. Influence of Nd³⁺ ions on TL characteristics of Li₂O-MO-B₂O₃ (MO = ZnO, CaO, CdO) glass system. *J Theor Appl Phys* 9 (2015), pp. 119–125.
38. J F S Bitencourt, K A Gonçalves¹, S H Tatumi^{2,4}, P J B Marcos, UV Thermoluminescence and Phosphorescence Properties of Mg²⁺ and Nd³⁺ Doped Nanostructured Al₂O₃, *J. Phys.: Conf. Ser.* (2010) 249 012052
39. Patricia Montes de Oca Valdés, Mario Lara Garduño, Demetrio Mendoza Anaya, Claudia E. Gutiérrez Wing, Pedro R. González Martínez, Gerardo Villa-Sánchez., Hap:EuCl₂ sintetizada a partir de escamas de pescado: un prometedor dosímetro de radiación gamma, Congreso Técnico-Científico ININ-SUTIN, diciembre 2019.
40. Montes de Oca Valdés Patricia., ANALISIS DE LA RESPUESTA TERMOLUMINISCENTE INDUCIDA POR LA RADIACION GAMMA EN HIDROXIAPATITA OBTENIDA A PARTIR DE ESCAMAS DE PESCADO, UAEM, Facultad de Ciencias, julio 2019.