

Propiedades Termoluminiscentes de ZrO_2 Mesoporosa dopada con Itrio y Europio

D. Serrano¹, E. Rubio¹, M. Eduardo Espinosa², D. Mendoza-Anaya²
y V. Rodríguez-Lugo^{1*}

¹Centro Universitario de Vinculación, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Ciudad Universitaria, C.P. 72570 Puebla, México. ²Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Km 36.5 Carretera México – Toluca, Ocoyoacac, Edo. De México. C.P. 52045, México.
efainrubio@yahoo.com.mx.

1. Introducción

En la última década se han llevado a cabo avances significativos en la capacidad de fabricar sólidos porosos, aunque fueron descubiertos antes de 1990 [1], llamaron la atención hasta 1992 cuando un grupo de investigadores de la compañía Mobil describieron por primera vez la familia de materiales mesoporosos de sílice (SiO_2) M41S [2]. A partir de esta fecha se ha logrado un progreso importante en el uso de técnicas supramoleculares para sintetizar materiales periódicos mesoestructurados [3]. Las fases obtenidas presentan arreglos porosos con empaquetamiento hexagonal a nivel mesoscópico (desde 2 hasta 50nm), esto ha permitido la generación de materiales mesoporosos compuestos por óxidos de silicio, fosfatos de zinc, óxidos de circonio, entre otros, con propiedades específicas tales como estabilidad térmica, química, mecánica y conductividad eléctrica. Todas estas propiedades los hacen sumamente adecuados para diversas aplicaciones, como son catálisis, óptica [4], micro-electrónica, sensores de radiación, semiconductores y metales etc. Los mesoporosos compuestos acompañados con tierras raras tales como europio (Eu), disprosio (Dy), neodimio (Nd), además de Itrio (Y), influyen fuertemente en la señal Termoluminiscente. Así en el presente trabajo, las muestras obtenidas en la síntesis por el método sol-gel, fueron analizadas por diferentes técnicas como; la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Microscopía Electrónica de Transmisión (MET), Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR). A continuación la muestra es sometida a radiación gamma para cuantificar campos de radiación ionizante, y esto lo llevamos a cabo para determinar el parámetro Termoluminiscente.

2. Objetivo General

Sintetizar, Caracterizar ZrO_2 Mesoporosa (MSP) dopada con Itrio e Europio y estudio de su señal Termoluminiscente.

3. Metodología

La circonia mesoporosa se preparó, mezclando H_2O y $CTACl$, y se ajustó el pH a 3 con HCl . La mezcla se mantuvo en agitación constante durante toda la reacción. Posteriormente, se agregó una mezcla de CH_3CH_2OH , $Zr(OCH_2CH_2CH_3)_4$, se incorporó como dopante Y_2O_3 y sal de Eu, La mezcla se mantuvo a una temperatura de $\sim 70^\circ C$ por 4 horas. Para eliminar la humedad se coloca en una estufa a una temperatura de $60^\circ C$ durante 24 hrs, obteniendo un polvo seco de color blanco. En una etapa final, las muestras se trataron térmicamente a $350^\circ C$ durante 48hrs, para eliminar el material orgánico presente

(tensoactivo). Todas las muestras se caracterizaron por Microscopia Electrónica de Barrido, Microscopia Electrónica de Transmisión MET, DRX, FTIR y Termoluminiscencia (TL).

4. Resultados

Imágenes de MEB de las muestras de circonia mesoporosa dopada con itrio y europio, antes del tratamiento térmico, se muestran en la Figura 2, en la micrografía 2a observamos la muestra dopada con Itrio, se observa una estructura en forma de placa, con superficie lisa de aproximadamente 50 μm , Podemos observar en la micrografía 2b de la misma muestra, otra zona presentando partículas con morfología cúbica de alrededor de 3 a 4 μm y unas cuantas partículas pequeñas compactas aglomeradas. La micrografía 2c muestra la circonia dopada con europio podemos observar una apariencia rugosa y porosa, sobre la cual se encuentran partículas submicrométricas aglomeradas compactas que le dan esa apariencia de rugosidad, en la 2d observamos un sólido aglomerado con capas aproximado de 30 μm , con superficie rugosa, y al rededor presenta partículas compactas de 2 a 3 μm .

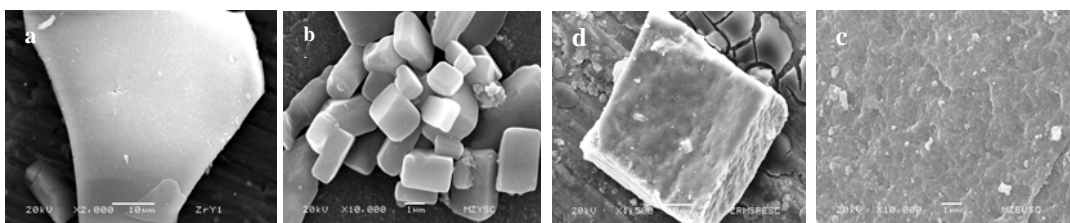


Fig. 2. a y b) Circonia mesoporosa dopada con itrio sin tratamiento térmico, c y d) circonia mesoporosa dopada con europio sin tratamiento térmico.

La Fig. 3, presenta la circonia mesoporosa dopada con itrio e europio, después del tratamiento térmico, la micrografía 3a, se aprecia una superficie de apariencia rugosa, sobre la que se encuentran partículas aglomeradas submicrométricas, y unas cuantas partículas compactas de diferentes tamaños sobre la superficie de la muestra, en la 3b, se observa una placa semejante a un rectángulo aproximadamente de 200 μm , la superficie presenta partículas del orden de 3 μm de diámetro.

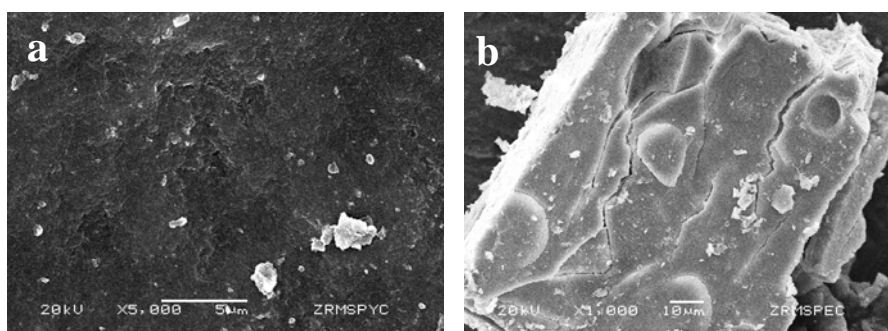


Fig. 3. a) Circonia mesoporosa dopada con itrio, b) circonia mesoporosa dopada con europio, las dos muestras tratadas térmicamente.

La adición del dopante a la circonia mesoporosa, no provocó un cambio en la superficie, pues conserva la apariencia de rugosidad. Sin embargo, se observa, que en algunas zonas de la muestra hay una morfología con formas mas definidas encontradas sobre la superficie de ambas muestras. Por espectroscopia infrarroja, resulta evidente la presencia de grupos funcionales por la presencia del tensoactivo y al ser

calcinada se va la parte orgánica del material. En DRX, observamos un patrón de difracción de rayos X, nos indica que la estructura de la muestra de la circonia mesoporosa dopada calcinada es amorfa. La microscopía electrónica de transmisión indica que la ZrO₂ MSP sintetizada presenta dos tipos distintos de dominios, uno con mesoporos aleatorios con un intervalo amplio y un segundo dominio donde se encuentra periodicidad de la estructura mesoporosa provocada por el arreglo del tensoactivo que funciona como templete de la ZrO₂. Finalmente el análisis a la muestra por Termoluminiscencia, nos presentan resultados promisorios para ser considerados como un material que puede ser utilizado en Dosimetría TL a altas dosis de radiación.

5. Conclusiones

- Se concluye, que ha sido posible obtener un sistema homogéneo, de ZrO₂ MSP/Y e Eu, por medio de la técnica sol-gel.
- El análisis por microscopía electrónica de Transmisión mostró la presencia de mesoporos aleatorios en la muestra alrededor de ~ 4.5 nm, sin embargo al ser tratada la muestra térmicamente los poros se observan en forma de rosquillas y el diámetro del poro disminuye aproximadamente a ~ 2.7 nm. Proporcionándole al material una mejora considerable en el comportamiento TL.
- El espectro de infrarrojo, confirma que a la temperatura de 350 °C el material orgánico (tensoactivo), se eliminó de la muestra, permitiendo la formación de poros como se muestra en TEM.
- La difracción de rayos X, mostró que la muestra de circonia mesoporosa calcinada a 350 °C durante 48, presenta una estructura amorfa, presentando un comportamiento TL.
- Las muestras de circonia mesoporosa dopada y sin dopar fueron, más sensibles a la radiación gamma, debido a que este tipo de radiaciones es mucho más penetrante en comparación con las radiaciones UV
- Los resultados obtenidos permiten concluir que el comportamiento TL de la circonia muestra una dependencia de la concentración del dopante y los poros presentes en el material, debido a que se introducen nuevos niveles energéticos, y a la cantidad de defectos en las paredes de los poros.

6. Bibliografía

- [1] Di Renzo F; Cambo H, and Dutartre R; “28-Year old síntesis of michelle-templated mesoporous silica”, Microporous Mesoporous Mater. 10 (1997) pp.283-286
- [2] Beck J.S; Vartuli J.C; Roth W.J; Leonowicz M.E; Kresge C.T; Schmitt K.D; Chu, C.T-W; Olso D.H; Sheppard E.W; McCullen S.B; Higgins J.B. and Schlenker J.L. “A new family of mesoporous molecular sieves prepared with liquid cristal templates”. J. Am. Chem. Soc. 114(1992) pp.10834-10843
- [3] Abdelhamid Sayari. “Mesoporous Materials”. “The Chemistry of Nanostructured Materials”. Department of Chemistry and Centre for Catalysis Research and Innovation (2003) 39-59
- [4] Griselda A; Eimer; Liliana B; Pierella y Oscar A. and Anunziata. “Materiales Mesoporosos del tipo M41S: Preparación y Caracterización”. Centro de investigación y Tecnología Química (2002) 961-966