



## Irradiación de películas de HfO<sub>2</sub> con radiación UV

A. Mayer-González<sup>1</sup>, A. Peláez-Rodríguez<sup>1</sup>, T. Rivera-Montalvo<sup>1</sup>, J. Guzmán-Mendoza<sup>1</sup>, M. García-Hipólito<sup>2</sup>, C. Falcony-Guajardo<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional, Legaria 694. Colonia Irrigación, C.P. 11500, México D.F.

<sup>2</sup>Instituto de Investigación en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito Exterior, Ciudad Universitaria, Coyoacán 04510, D.F.

<sup>3</sup>Departamento de Física, CINVESTAV-IPN, A.P. 14-740, México, 07360 D.F.

### Resumen.

Se prepararon películas de Óxido de Hafnio mediante la técnica de rocío pirolítico ultrasónico. Las películas se depositaron sobre sustratos de vidrio a temperaturas de 300, 400, 500 y 600°C, utilizando cloruros como reactivos precursores. Se prepararon soluciones 0.05 M de HfCl<sub>2</sub>O.8H<sub>2</sub>O empleando agua desionizada como disolvente. Para el análisis termoluminiscente, las películas se sometieron a un proceso de borrado inicial precalentándolas a 50°C y llevando a cabo un barrido continuo de temperatura hasta 350°C. Posteriormente las películas se irradiaron de forma individual durante 5 minutos con luz ultravioleta, utilizando una lámpara Long Wave UVL-21. Las características termoluminiscentes se obtuvieron con un equipo lector TLD 4000, bajo las mismas condiciones a las del borrado, obteniéndose las curvas de brillo de cada película, siendo la depositada a 500°C la que mostró mejor resultado.

### Introducción.

La luminiscencia puede clasificarse con el tiempo entre la absorción de energía y la emisión en forma de luz, si el tiempo es menor de 10<sup>-8</sup> segundos es llamada fluorescencia, mientras que si es mayor a 10<sup>-4</sup> segundos es llamada fosforescencia. [2]. La fosforescencia y la termoluminiscencia se deben a un mismo proceso, la única diferencia es la temperatura fija y cambiante respectivamente, del material que emite, durante el tiempo en el cual se lleva a cabo la emisión [3]. El mecanismo general para explicar el fenómeno TL es el siguiente; al irradiar el material, su estructura sufre alteraciones por la ionización; en este proceso se liberan electrones de la red y se generan dos tipos de entes móviles: electrones y agujeros, ambos portadores de carga, que pueden viajar por el cristal hasta quedar atrapados por defectos en la red. Estos permanecen atrapados hasta que se proporciona al material la energía suficiente para liberarlos, volviendo a su estado natural antes de la irradiación. Cuando esto ocurre, se desprenden del exceso de energía que adquirieron, emitiendo fotones de luz visible. Si la energía que se le proporciona al cristal para que los entes móviles vuelvan a su estado original es térmica, se produce el fenómeno de TL (Schulman 1965). A la energía necesaria para liberar a los entes atrapados se le denomina energía de activación o profundidad de la trampa [1]. Si la intensidad de luz es graficada como una función de la

temperatura (o el tiempo) la gráfica resultante se denomina curva de brillo. Las curvas de brillo tienen uno o más máximos llamados picos de brillo y están en función de los diferentes niveles de energía de las trampas. Los fósforos termoluminiscentes eficientes tienen una alta concentración de electrones y agujeros o trampas, provenientes de una estructura con defectos e impurezas [4].

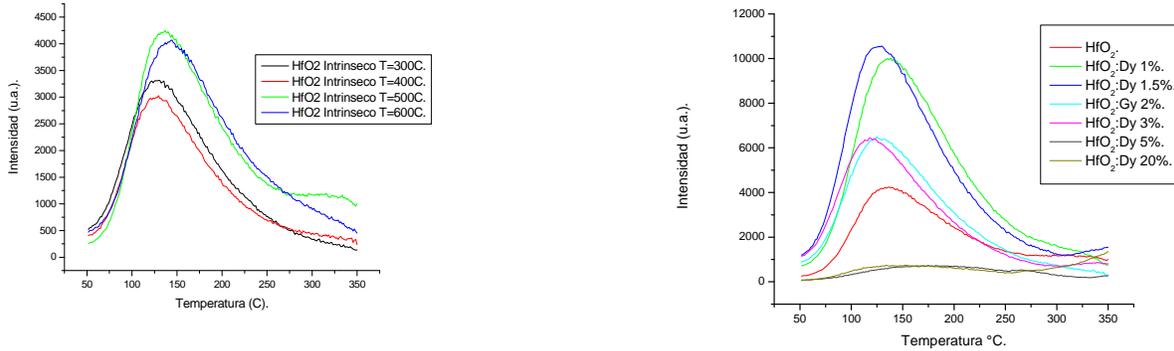
### Procedimiento Experimental.

Para medir las características termoluminiscentes, se cortaron las películas depositadas a 300, 400, 500 y 600°C en dimensiones de 0.5 por 0.5 cm, , sometiéndolas a un proceso de borrado inicial con un equipo lector TLD 4000, barriendo estas en un intervalo continuo de temperatura de 50°C hasta 350°C, posteriormente cada una de las películas fue irradiada de forma individual con luz UV proveniente de una lámpara Long Wave UVL-21, durante un tiempo de 5 minutos; las diferentes curvas de brillo se obtuvieron en el mismo equipo en el cual se efectuó el borrado, bajo condiciones iguales a las de este; posteriormente, se tomó la serie de la película que reportó una mayor intensidad, dejando constante entonces la temperatura de depósito y variando la cantidad de material dopante, en 1, 1.5, 2, 3, 5, y 20% atómico de Disproscio con respecto a la cantidad de Hafnio , estas fueron sometidas al mismo tratamiento que las intrínsecas, obteniendo de igual manera la distintas curvas de brillo.

### Resultados.

Para el análisis termoluminiscente (TL) se obtuvieron las curvas de brillo de la Figura 1.

El pico más intenso lo presenta la película depositada a 500°C mostrando una intensidad de 4247 u.a. a una temperatura de 137°C; estudiaremos ésta usando el método basado en el análisis del gráfico de la curva de brillo, para lo cual obtendremos el parámetro  $\mu$  llamado factor de geometría simétrica, el cual se define como  $\frac{\delta}{\omega}$ , donde  $\delta = T_2 - T_M \dots(1)$  y  $\omega = T_2 - T_1 \dots(2)$ , donde  $T_M$  es la temperatura en la máxima intensidad,  $T_1$  es la temperatura de la intensidad media previa al máximo y  $T_2$  la posterior al máximo.



**Figura 1.** Curvas de brillo de las películas depositadas a diferentes temperaturas.

Dados dichos parámetros se deduce que si  $|0.52 - \mu| - |0.42 - \mu| \dots (3)$  es menor que cero, se tiene una cinética de segundo orden, mientras que si es mayor que cero se obtiene una cinética de primer orden [2]. Dado que en la curva a analizar obtenemos que  $T_M=410^\circ\text{K}$ ,  $T_1=371^\circ\text{K}$  y  $T_2=485^\circ\text{K}$ , sustituyendo en (1) obtenemos entonces que  $\delta=75^\circ\text{K}$  y de (2)  $\omega=114$ , por lo tanto  $\mu=0.657$ , obteniendo así de (3)  $-0.1$ , lo cual nos indica que la curva presenta una tendencia a una cinética de segundo orden, dado esto podemos obtener la Energía de activación con la ecuación propuesta por Halperin y Braner para este caso [4].  $E = 2kT_M \left(1.76 \frac{T_M}{\omega} - 1\right) \dots (4)$  Donde k es la constante de Boltzman; calculando así que dicha energía es de  $0.37\text{eV}$ , dados los parámetros anteriores se puede obtener el “factor de frecuencia” “s”, el cual determina la frecuencia del intento de escape de la carga atrapada, para lo cual tenemos:  $s = \beta \frac{E}{kT_M^2} \exp\left(\frac{E}{kT_M}\right) \left[\frac{2kT_M}{E} + 1\right]^{-1} \dots (5)$ , con  $\beta = 10 \frac{^\circ\text{K}}{\text{s}}$ , sustituyendo entonces los datos en la ecuación (5) obtenemos que el factor de frecuencia  $s=7584.77\text{s}^{-1}$ . Ahora para las películas cuya temperatura de depósito se mantuvo constante se obtuvieron las curvas de brillo comparativas variando el porcentaje del material dopante (Figura 2).

**Figura 2.** Curvas de brillo de las películas depositadas a  $500^\circ\text{C}$  a diferentes concentraciones atómicas de Disproso con respecto a la cantidad de Hafnio.

En esta se puede observar que la curva de brillo con mayor intensidad (10568 u.a.) es aquella que posee un 1.5% atómico de Disproso con respecto a la cantidad de Hafnio; en consecuencia analizaremos ésta, con el mismo método usado en el caso anterior, por el análisis de la gráfica tenemos que:  $T_M=403.5^\circ\text{K}$ ,  $T_1=361.3^\circ\text{K}$  y  $T_2=468.7^\circ\text{K}$ , sustituyendo los datos en (1) y (2) obtenemos que  $\delta = 66.2$  y  $\omega = 107.4$  por lo que al usar (3) obtenemos  $-0.1$  lo cual determina una cinética de segundo orden, usando entonces (4) obtenemos que la energía de activación es de  $0.39\text{eV}$ , una vez calculados estos parámetros y usando la ecuación (5) podemos determinar que el factor de frecuencia  $s=17022.1\text{s}^{-1}$ .

**Conclusiones:**

Como características termoluminiscentes, la película depositada a  $500^\circ\text{C}$  muestra una mayor intensidad en su curva de brillo, presentando una cinética de segundo orden, una profundidad de las trampas o energía de activación de  $0.37\text{eV}$  y un factor de frecuencia de  $7584.77\text{s}^{-1}$ , debido a que a esta temperatura de depósito se obtuvo la mejor respuesta en cuanto a intensidad, se vario entonces la cantidad de dopante, donde se obtuvo que la película que presentó una mayor intensidad fue aquella que posee un 1.5% atómico de Disproso con respecto al Hafnio, esta presenta de igual manera una cinética de segundo orden, sin embargo la energía de activación aumentó a  $3.9\text{eV}$  al igual que el factor de frecuencia que pasó a ser de  $17022.1\text{s}^{-1}$ .

**Referencias.**

[1] Juan Azorín Nieto, Estudios de las propiedades termoluminiscentes y ópticas de los principales materiales dosimétricos. Tesis de Doctorado.  
 [2] Claudio Furetta, Handbook of Thermoluminescence, Ed. World Scientific (2003).  
 [3] D. R. Vij Luminescence of solids, Ed. Plenum (1993).  
 [4] Claudio Furetta, Pao-Shan Weng, Operational Thermoluminescence dosimetry, Ed. World Scientific (1998).