

# Índice general

<b>Introducción</b>	<b>1</b>
<b>1. Marco teorico</b>	<b>3</b>
1.1. Propiedades del diamante . . . . .	3
1.2. Clasificación física del diamante . . . . .	5
1.3. Síntesis del diamante . . . . .	6
1.3.1. Síntesis del diamante HPHT . . . . .	7
1.4. Propiedades ópticas del diamante . . . . .	8
1.5. Propiedades termoluminiscentes . . . . .	9
1.5.1. Termoluminiscencia . . . . .	9
1.5.2. Modelo sencillo . . . . .	10
1.5.3. Cinética de primer orden . . . . .	14
1.5.4. Cinética de segundo orden . . . . .	18
1.5.5. Cinética de orden general . . . . .	21
1.6. Luminiscencia ópticamente estimulada (LOE o del ingles OSL) . . . . .	23
<b>2. Desarrollo experimental</b>	<b>28</b>
2.1. Descripción del diamante sintético fabricado por el método de HPHT tipo Ib	28
2.2. Características del equipo de termoluminiscencia riso TL/OSL modelo DA-20	29
2.3. Procedimiento experimental . . . . .	32
2.3.1. Características luminiscentes y dosimétricas . . . . .	32
2.3.2. Desvanecimiento termoluminiscente o Fading . . . . .	33
2.3.3. Reproducibilidad . . . . .	34
2.3.4. Método de Mckeever para el análisis de la curva de brillo (glow curve)	35
<b>3. Resultados y Análisis</b>	<b>37</b>
3.1. Propiedades TL del diamante HPHT tipo Ib expuesto a rayos X . . . . .	37
3.1.1. Curba de brillo del diamante HPHT tipo Ib . . . . .	37
3.1.2. Respuesta con la dosis . . . . .	45
3.1.3. Desvanecimiento termoluminiscente o Fading . . . . .	46
3.1.4. Reproducibilidad . . . . .	50
3.2. Análisis de la curva de brillo TL . . . . .	51
<b>4. Conclusiones</b>	<b>55</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>57</b>

# Introducción

El estudio reciente de la dosimetría en diamantes mono-cristalinos sintéticos, crecidos por la técnica de alta presión y alta temperatura (HPHT) ha tenido gran interés en las aplicaciones de la dosimetría de radiaciones. La importancia de este material reside en sus propiedades físicas y químicas, por ejemplo, es química inerte, resistente a la radiación, no tóxico y tiene un número atómico  $Z = 6$  equivalente al número atómico efectivo del tejido humano ( $Z_{\text{eff}} = 7,4$ ). Debido a estas propiedades es utilizado en aplicaciones de dosimetría clínica para la detección de diferentes fuentes de radiación ionizante (alfa, beta, gamma y rayos X) [1,2].

Las propiedades dosimétricas son estudiadas con las técnicas de termoluminiscencia (TL) y de luminiscencia ópticamente estimulada (LOE o OSL "optically stimulated luminescence"), la primera fue descubierta por el químico Sir Robert Boyle en 1663 [3], quien afirmó haber observado una extraña luminosidad al calentar un diamante en la oscuridad de su recámara. Este proceso de TL inicia con la exposición previa del material a una temperatura  $T_0$ , seguido de una estimulación térmica a una temperatura  $T > T_0$ , la cual generalmente es lineal y tiene por objeto la medición de la intensidad de luz emitida en función de la temperatura, obteniendo la curva de TL llamada curva de brillo (glow curve). Esta curva presenta distintos picos a diferentes temperaturas, los cuales se relacionan con trampas de electrones presentes en la muestra, que se hallan relacionados con los defectos en la estructura cristalina del diamante. El proceso en el cambio de ocupación de los diferentes estados de energía (trampas) localizados son explicados por las teorías de TL de cinética de primer orden, segundo orden y cinética de orden general. La segunda fue descubierta en 1985 por Huntley al estimular ópticamente una muestra de cuarzo [4]. La luminiscencia emitida durante la recombinación de los portadores de carga atrapados, se miden en la región del espectro diferente a la de los fotones de excitación, y esta intensidad luminiscente emitida por el material es proporcional a la dosis absorbida por la muestra.

En este trabajo se estudiaron las respuestas de las curvas de brillo obtenidas con la TL y OSL, para el análisis de cada una de las propiedades físicas y dosimétricas. Para esto se realizó la exposición del diamante con rayos X "blandos" los cuales permiten posteriormente obtener una respuesta termoluminiscente, permite determinar las propiedades TL del diamante

HPHT tipo Ib entre ellas los parámetros cinéticos correspondientes a la energía de activación (E), el factor de frecuencia (s) y las ventajas de utilizar la recombinación de electrón-hueco con la estimulación óptica. Las propiedades dosimétricas se analizan mediante los datos de linealidad de la dosis, reproducibilidad, desvanecimiento o fading de la señal TL y OSL a distintas dosis.

Los resultados obtenidos en este trabajo contribuyen con estudios que se han realizado en diamantes HPHT tipo Ib y que se considera, tiene una muy alta probabilidad de realizar dosimetría in situ, in vivo y en tiempo real, para su aplicación en técnicas avanzadas en radioterapia [5,6] y se relacionan con resultados obtenidos en trabajos desarrollados en la universidad de sonora [21-22]. Este trabajo brinda la oportunidad de describir y obtener un conocimiento más detallado de la termoluminiscencia y luminiscencia ópticamente estimulada en el equipo Riso TL-OSL del grupo de investigación en física de radiaciones de la universidad de Sonora de México y afianza los convenios a futuro con el grupo Finuas de la UPTC.

# 1 Marco teorico

## 1.1. Propiedades del diamante

El carbono es un elemento del grupo IV, con configuración electrónica  $1s^2 2s^2 2p^2$ , siendo el diamante y el grafito sus formas alotrópicas, la diferencia entre los orbitales atómicos s y p se hibridan formando enlaces  $sp^3$  tetraédricos, por tanto, cada átomo de C está unido a cuatro átomos de C vecinos mediante un enlace covalente para formar la estructura cristalina del diamante (Figura 1). Esta configuración adopta la forma cubica simple centrada en las caras (fcc), con dos átomos por celda unidad [7,8]. Además, en el grafito los átomos de C presentan la hibridación  $sp^2$ , en la que cada átomo de C está unido con tres átomos de C por un enlace covalente, formando estructuras laminares como se ilustra en la Figura 2.

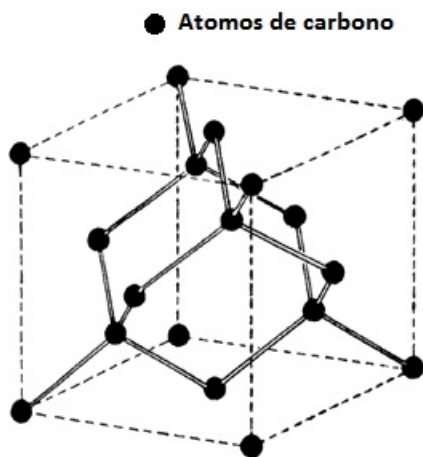


Figura 1. Estructura del diamante [8].

El diamante posee parámetro de red  $a_0 = 3.56725 \text{ \AA}$ , con una distancia entre átomos vecinos de C de  $1.5447 \text{ nm}$ . El grupo espacial de la estructura del diamante comprende un total de 48 operaciones de simetría, de estos, 24 pertenecen al grupo de puntos  $T_d$  y los 24 restantes a operaciones de rotación y reflexión asociados con una translación para el vector no primitivo de  $a_0/4(x + y + z)$  [9].

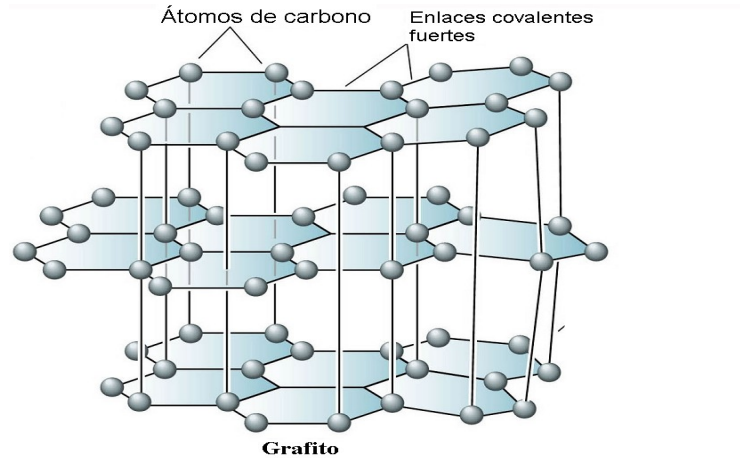


Figura 2. Estructura del grafito [10].

Los espectros de adsorción del diamante son característicos de las impurezas intrínsecas y extrínsecas. No hay un arreglo periódico de átomos en el cristal por las impurezas, dando lugar a estados localizados en la banda prohibida que pueden ser activados por luz infrarroja. Las propiedades del diamante son debidas a sus enlaces de C, algunas de las propiedades del diamante son [11]:

1. Posee dureza mecánica extrema ( $\sim 90$  GPa)
2. El valor más grande del módulo de Young ( $1.2 \times 10^{12}$  N/m<sup>2</sup>)
3. El menor valor del coeficiente de compresibilidad ( $8.3 \times 10^{-13}$  m<sup>2</sup>/N)
4. El más alto valor de conductividad térmica a temperatura ambiente ( $2 \times 10^3$  W/mK)
5. Muy bajo coeficiente de expansión térmica a temperatura ambiente ( $10^{-6}$  K)
6. Transparencia desde el ultravioleta profundo al lejano infrarrojo en el espectro electromagnético
7. Alta velocidad de propagación del sonido (17.5 km/s)
8. Buen aislante eléctrico (su resistividad a temperatura ambiente es  $\sim 10^{16}$   $\Omega$  cm)
9. El diamante puede doparse para cambiar su resistividad en el rango de  $10 - 10^6$   $\Omega$  cm, y convertirse en un material semiconductor con un ancho de banda de 5.4 eV.
10. Compatible biológicamente

11. Muy resistente a la corrosión químico [21].

## 1.2. Clasificación física del diamante

La espectroscopia de absorción permite dividir al diamante en dos grupos. El grupo I se basa en la cantidad de nitrógeno presente en el diamante, mientras que el grupo II no lo contiene. La mayoría de los diamantes en la naturaleza contiene nitrógeno, sin embargo, por la alta concentración del mismo, alrededor del 98 % son del tipo I. otros, con baja concentración de nitrógeno, menor a  $10^{17}\text{cm}^3$  son del tipo II. En este trabajo hemos usado un diamante del grupo I, clasificado como diamante sintético tipo Ib.

**El diamante tipo I:** Es transparente hasta una longitud de onda  $\lambda = 300 \text{ nm}$ ; Como ya se mencionó, el 98 % del diamante natural contiene nitrógeno, sin embargo el 74 % lo contiene en cantidades muy elevadas por arriba de 200 a 400 partes por millon (ppm), típicamente es alrededor de 500 ppm aunque se ha encontrado en cantidades muy elevadas superiores a 300 ppm [11,12].

**Tipo IaA:** El diamante tipo **IaA** significa que contiene dos átomos de nitrógeno sustitucionales vecinos (centro A). Si el centro A atrapa una vacancia V es posible que se forme el centro H3, este centro tiene una estructura simétrica constituido por N-V-N. El diamante natural puede contener 500 ppm de nitrógeno en forma de centros A y de 0.01- 0.1 ppm de átomos de nitrógeno dispersos. La absorción en el ultravioleta es apreciable con  $\lambda > 7.5 \mu\text{m}$  (7.8, 8.3, 9.1 y  $20.8 \mu\text{m}$ )

**Tipo IaB:** El diamante tipo IaB significa cuatro átomos de nitrógeno alrededor de una vacancia (centro B). Si el centro B atrapa una vacancia puede formarse el centro H4(4N-2V). La absorción en el infrarrojo es con  $\lambda = 7.5, 8.5, 9.1$  y  $12.8 \mu\text{m}$ .

**Tipo Ib:** El diamante tipo Ib contiene átomos de nitrógeno sustitucionales aislados, el diamante tipo Ib contiene alrededor de 40 a 400 ppm de nitrógeno, el 80 % está en forma dispersa y el 20 % está en forma de agregados del mismo. En el diamante natural, la concentración

de átomos de nitrógeno dispersos puede ser alrededor de  $5 \times 10^{10} \text{cm}^{-3}$  y el diamante sintético del orden de  $10^{18} \text{cm}^{-3}$ . La absorción es con una longitud de onda  $\lambda \prec 500 \text{nm}$ , y picos de absorción en 0.275, 0.370, 7.4, 7.8, 8.8 y 9.1  $\mu\text{m}$ .

**Tipo Ic:** Aunque se encuentra clasificado como tipo I, no contiene nitrógeno. Contiene una alta concentración de dislocaciones, la absorción es con  $\lambda$  en infrarrojo menor a 900 nm. Exhibe fotoluminiscencia con un máximo localizado en  $\lambda = 370 \text{nm}$ .

**El diamante tipo II:** Su concentración de nitrógeno es muy baja y puede ser menor a  $10^{17} \text{cm}^{-3}$ . El diamante tipo II es el más puro y el más transparente, contiene tan solo algunas ppm de nitrógeno y otros defectos. En la naturaleza alrededor del 1-2 % no contiene trazas de defectos relacionados con el nitrógeno.

**Tipo IIa:** El diamante tipo IIa contiene nitrógeno por debajo de  $10^{10} \text{cm}^{-3}$ .

**Tipo IIb:** Su absorción óptica es debido al boro, el diamante natural no excede  $10^{17} \text{cm}^{-3}$  y en el sintético puede doparse hasta  $10^{20} \text{cm}^{-3}$  [21].

## 1.3. Síntesis del diamante

La creación del diamante cristalino en la naturaleza requiere de presiones y temperaturas muy altas; en la práctica el crecimiento del diamante se logra a partir del grafito utilizando presiones superiores 1000 atmósferas y temperaturas de 2000 °K, otro método de síntesis del diamante que no requiere altas presiones y temperaturas, es el método de depósito por vapor químico (DVQ) [13-15].

### 1.3.1. Síntesis del diamante HPHT

La técnica de síntesis del diamante HPHT se basan en el crecimiento de películas a partir de grafito, crecidos aplicando una presión hidrostática de cientos de Kbar y una temperatura del orden de 2000 °K sobre sustrato de grafito en periodos de tiempo de minutos y horas. En la Figura 3, se ilustra el diagrama de fase del carbono para las condiciones de crecimiento del diamante.

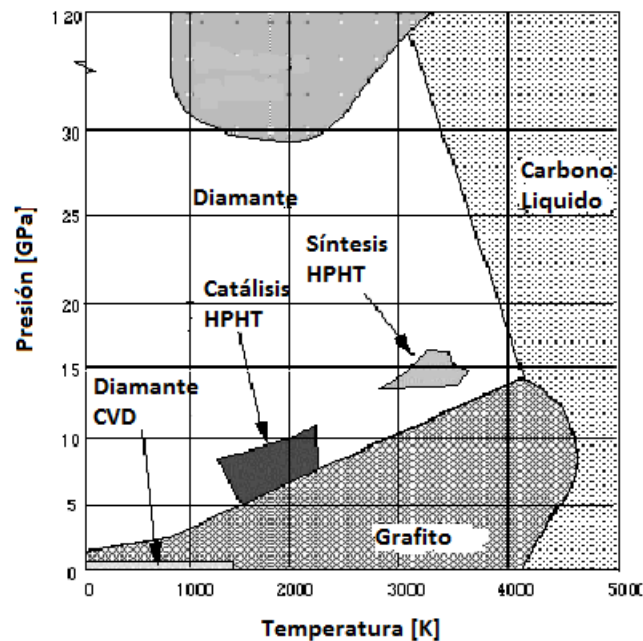


Figura 3. Diagrama de fase del Carbono [9].

En la práctica, se requiere relativamente altas condiciones de temperatura y presión para el crecimiento eficiente del diamante. Sin embargo, se ha encontrado que con la adición de elementos de Ge, P, Cu, Pd o de metales de transición como Fe, Mn, Co, Ru, Rd, Os, Ir, Ta y de aleaciones que contengan principalmente estos elementos, se consigue reducir los parámetros de presión y temperatura de 50-100 Kbar y 1500 °C. En la actualidad casi todos los diamantes HPHT se producen con una aleación de Ni-Fe como catalizador [15,16].



## 1.4. Propiedades ópticas del diamante

Las excelentes propiedades que posee el diamante como físicas, ópticas, químicas, térmicas, eléctricas, de superficie, entre otras. Las propiedades ópticas en particular desempeñan un papel importante en el estudio del diamante, en su caracterización y aplicaciones.

La característica principal del diamante se encuentran en su índice de refracción, que es el más alto entre las piedras naturales transparentes; la dispersión que posee, ya que el coeficiente de dispersión de una gema transparente está dado por la diferencia entre el coeficiente de refracción del violeta y el índice de refracción del rojo; el poder de reflexión dependerá del índice de refracción y del ángulo que se forme entre los rayos de luz y la superficie del diamante y la banda de transparencia óptica más amplia de todos los sólidos conocidos la cual se encuentra en el rango de  $0,22\ \mu\text{m}$  hasta el lejano infrarrojo ( $100\ \mu\text{m}$ ) [15,17, 22].

La banda prohibida de 5.49 eV le confiere ventajas en fenómenos luminiscentes, pues las transiciones electrónicas radiactivas requieren que tanto los estados electrónicos base y los excitados estén dentro de esta banda. Por tanto, su valor en la banda prohibida lo caracteriza como aislante y le confiere ventajas dosimétricas respecto a otros detectores de radiación del tipo termoluminiscente o de luminiscencia ópticamente estimulada, ya que es posible encontrar una gran variedad de impurezas que pueden formar en su estructura defectos asociados a trampas de electrones y que eventualmente se podrán recombinar radiactivamente con una intensidad luminiscente proporcional a la dosis de radiación incidente en el diamante. Estos defectos como los centros ópticos es la principal característica que determinan la eficiencia óptica del diamante, su abundancia representa un parámetro importante para su caracterización óptica.

Los centros ópticos forman los defectos intrínsecos como son las vacancias y los intersticios. Los defectos pueden originarse por impurezas presentes en la red cristalina del diamante natural o por introducción de impurezas en el crecimiento artificial de diamantes [18,19]. Algunos elementos que se utilizan como dopantes en el diamante y son conocidos por formar defectos ópticamente activos entre los que se encuentra: H, He, Li, B, N, Ne, P, Si, As, Ti, Cr, Ni, Co, Zn, Zr, Ag, W, Xe y Ti [8, 9, 15,]. Las impurezas que se estudian en el diamante HPHT tipo Ib, para este trabajo fueron principalmente nitrógeno y Níquel.

## 1.5. Propiedades termoluminiscentes

### 1.5.1. Termoluminiscencia

Todo lo mencionado en este apartado ha sido tomado de [21], la luminiscencia de un sólido, es la emisión de radiación como consecuencia de una absorción previa de la misma. En la que la radiación emitida es de una longitud de onda menor que la radiación absorbida. Es importante notar que la longitud de onda ( $\lambda$ ) de la luz emitida es característica del sólido y no de la radiación incidente.

La emisión luminosa puede ser fluorescente o fosforescente, dependiendo de la vida media característica ( $\tau_c$ ) entre la absorción de la energía de excitación y la emisión. La fluorescencia se observa inmediatamente en forma simultánea de la excitación con  $\tau_c \leq 10^{-8}s$ . Contrariamente, la fosforescencia está caracterizada por el retraso entre la absorción de la radiación y el tiempo máximo para alcanzar el nivel máximo de emisión con  $\tau_c > 10^{-8}s$  [20].

La excitación del sólido con algún tipo de radiación es una condición para la emisión de luz, el nombre que se le da a la emisión luminosa es por la fuente de excitación, puede ser por ejemplo por luz infrarroja y ultravioleta (fotoluminiscencia), por electrones (catodoluminiscencia) y por campo eléctrico (electroluminiscencia). La termoluminiscencia (TL) o luminiscencia térmicamente estimulada se clasificada como un fenómeno fosforescente, no es la excitación térmica de una emisión, y no es la emisión de luz de un cuerpo cuando es calentado a alta temperatura.

La TL es la emisión de luz de un material (semiconductor o aislante). El material debe ser expuesto a radiación ionizante (o no ionizante) y posteriormente estimulado con energía calorífica. Además, existe una importante propiedad de la TL, que no se puede deducir de esta afirmación y es que, una vez calentado el material para excitar la emisión de luz, no se puede hacer emitir de nuevo por termoluminiscencia simplemente enfriando la muestra y recalentado. Con el fin de reproducir la luminiscencia el material tiene que ser nuevamente expuesto a la radiación, posteriormente se eleva nuevamente la temperatura para volver a producir la emisión de luz.

La TL requiere la exposición de la muestra a una fuente de irradiación a temperatura ambiente  $T_o$ , y la posteriormente ser estimulada térmicamente a temperatura  $T > T_o$ ; obteniéndose después una curva de TL (glow curve) conocida como curva de brillo (temperatura en función

de la intensidad de emisión).

Desde de 1663 fué documentado, por Sir Robert Boyle la primera toma de TL en diamante natural. Sin embargo, en 1939, Johnson y posteriormente en 1949, Williams propone un modelo de bandas de energía para la luminiscencia en sólidos. No obstante, el primer modelo teórico de TL fue desarrollado por Randall y Wilkins en 1945, conjuntamente con los trabajos de Garlick y Wilkins en el mismo año, y posteriormente en 1948, por Garlick y Gibson [21-22].

### 1.5.2. Modelo sencillo

Todo lo mencionado en este apartado ha sido tomado de [21], La Figura 4, ilustra el modelo sencillo de dos niveles localizados para la TL, en este modelo se delimitan otros niveles de transición del proceso de la TL. El primero está situado entre el nivel de demarcación  $D_e$  y la banda de conducción (BC). El segundo se localiza entre el nivel de Fermi  $E_f$  y el nivel de demarcación  $D_h$ . El primero se denomina trampa  $N$  y el segundo centro de recombinación  $m$ . Los electrones serán atrapados en la trampa  $N$  con una energía menor que  $E_f$  y los huecos serán atrapados en el centro de recombinación  $m$  con energía mayor que  $E_f$ . En un estado de equilibrio termodinámico, la trampa  $N$  arriba de  $E_f$  está vacía, mientras que el centro de recombinación  $m$  debajo de  $E_f$  está ocupado por electrones.

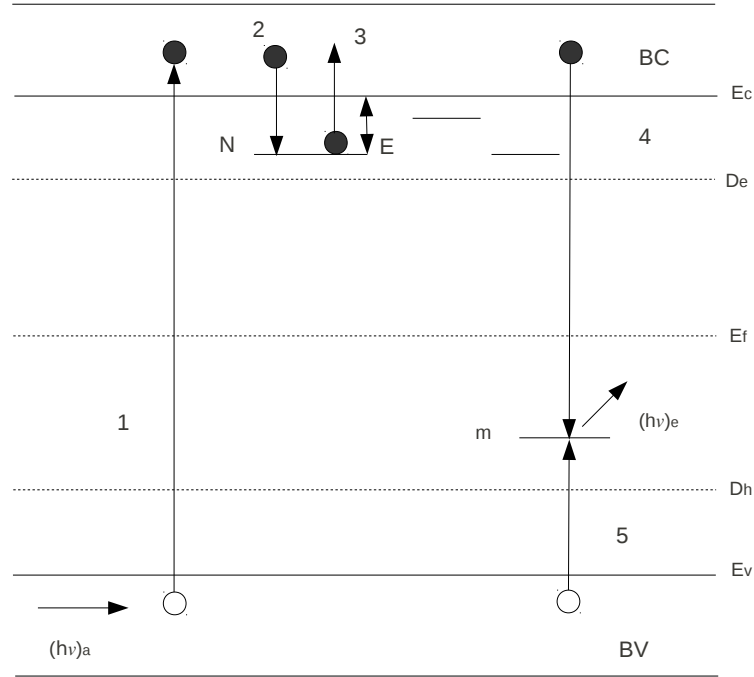


Figura 4. Transiciones electrónicas en semiconductores y aislantes (cristalinos).

Después de la exposición del material a radiación ionizante, el sistema es perturbado del estado de equilibrio termodinámico. Si la radiación absorbida por el material  $(h\nu)_a$  es mayor a la energía de la banda prohibida  $E_C - E_V$ , causara la expulsión (ionización) de un electrón de la banda de valencia (*BV*), creando electrones libres en la *BC* y huecos libres en la *BV* (transición 1).

Eventualmente, los electrones libres en la *BC* serán atrapados en la trampa *N* (transición 2), y los huecos libres en la *BV* serán atrapados en el centro de recombinación *m* (transición 5). Por lo que existirá una concentración en igual cantidad de electrones y huecos atrapados en los dos niveles de energía localizados en la banda prohibida (*BP*) y permanecerán en un estado meta-estable. Los portadores de carga permanecerán en los estados meta-estables por un tiempo determinado  $\tau$  y dependerá del tipo de defecto y la temperatura del material. Sin embargo, los electrones atrapados en la trampa *N*, con la estimulación térmica (transición 3), podrán tener la energía necesaria para escapar del nivel, de donde la probabilidad por unidad de tiempo de liberar al electrón desde la trampa *N*, depende exponencialmente de la

temperatura, según el factor de Boltzmann [3, 23, 24].

$$p = s e^{-\frac{E}{kT}}, \quad (1.1)$$

donde:

$E$  = Energía de activación (eV)

$k$  = Constante de Boltzman ( $1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$ )

$T$  = Temperatura absoluta (K)

$s$  = Factor de frecuencia ( $\text{s}^{-1}$ )

La energía de activación  $E$ , es la energía requerida para liberar un electrón del estado meta-estable (la trampa  $N$ ), y también es llamada la profundidad de la trampa. El valor de la  $E$  es la diferencia de energía entre la trampa  $N$  y la BC. La trampa  $N$  físicamente es una barrera de potencial, y  $s$  es el producto del número de veces que el electrón golpea las paredes de la barrera de potencial y el coeficiente de reflexión. Es del orden de la frecuencia vibracional del cristal,  $10^{12}(1/\text{s})$ . La rapidez de desatrapamiento de los electrones con la excitación térmica y suponiendo el posible reatrapamiento de los mismos hacia la trampa  $N$  es

$$\frac{dn}{dt} = -n s e^{-\frac{E}{kT}} + n_c(N - n) A_n, \quad (1.2)$$

donde:

$dn/(dt)$  = Es la rapidez de cambio en el número de electrones liberados por unidad de tiempo.

$n$  = La concentración de electrones atrapados en las trampas  $N$  ( $\text{cm}^{-3}$ )

$n_c$  = La concentración de los electrones libres en la BC ( $\text{cm}^{-3}$ )

$N$  = La concentración total de trampas de electrones ( $\text{cm}^{-3}$ )

$A_n$  = La probabilidad de reatrapamiento en la trampa  $N$  ( $\text{cm}^{-3}\text{s}^{-1}$ )

La estimulación térmica perturba al sistema de su estado meta-estable y posteriormente liberando un electrón de la trampa  $N$ , así como también logra atraparse o alcanzar un centro de recombinación  $m$  (transición 4). Desde la estimulación térmicamente, el material llegara a la condición de equilibrio térmico, haciéndolo con la emisión de luz (TL) o cediendo el exceso de energía a la red cristalina. Si la interacción electrón-hueco en el centro de recombinación  $m$  es radiactiva habrá emisión de luz (TL). La intensidad de luz emitida esta dada por

$$I(t)\alpha - \frac{dm}{dt}, \quad (1.3)$$

donde

$m$  = la concentración de huecos atrapados en el centro de recombinación ( $\text{cm}^{-3}$ )

$A_m$  = la probabilidad de recombinación ( $\text{cm}^{-3}\text{s}^{-1}$ ).

El flujo de los electrones libres en la BC esta dada por

$$\frac{dn_c}{dt} = -\frac{dn}{dt} + \frac{dm}{dt} \quad (1.4)$$

$$\frac{dn_c}{dt} = n s e^{-\frac{E}{kT}} - n_c(N - n) A_n - A_m m n_c \quad (1.5)$$

Con la suposición de cuasiequilibrio .

$$\left| \frac{dn_c}{dt} \right| \ll \left| \frac{dn}{dt} \right| \quad (1.6)$$

$$\left| \frac{dn_c}{dt} \right| \ll \left| \frac{dm}{dt} \right| \quad (1.7)$$

La concentración de electrones libres en la BC es

$$n_c = \frac{n s e^{-\frac{E}{kT}}}{m A_m + (N - n) A_n} \quad (1.8)$$

La intensidad de emisión de luz (TL) es

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} = \frac{n s e^{-\frac{E}{kT}}}{m A_m + (N - n) A_n} m A_m \quad (1.9)$$

Definiendo la sección transversal de reatrapamiento-recombinación como

$$\sigma = \frac{A_n}{A_m} \quad (1.10)$$

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} = n s e^{-\frac{E}{kT}} \left[ 1 - \frac{\sigma (N - n)}{\sigma (N - n) + m} \right] \quad (1.11)$$

Es la ecuación general de una trampa N para la intensidad de TL [20, 22].

### 1.5.3. Cinética de primer orden

Todo lo mencionado en este apartado ha sido tomado de [21], el modelo de cinética de primer orden fue propuesto por Randall y Wilkins en 1945 [26], prediciendo, que los electrones son liberados por estimulación termica y transportado a la BC, este se recombina inmediatamente con un hueco emitiendo un fotón. Es decir, el re-atrapamiento de los portadores de carga es insignificante durante la etapa de calentamiento de la muestra, esto es:

$$m A_m \gg (N - n) A_n \quad (1.12)$$

$$\sigma = 0$$

Por lo que de la ecuación 1.11, la intensidad de luz se representa como

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} = n s e^{-\frac{E}{kT}} \quad (1.13)$$

Por otro lado, considerando la condición de neutralidad de carga para una trampa N y un centro de recombinación m se tiene que la rapidez de recombinación está dada por

$$\frac{dm}{dt} = \frac{dn}{dt} + \frac{dn_c}{dt} \quad (1.14)$$

Y de la posición de cuasiequilibrio, ya mencionada anteriormente

$$\left| \frac{dn_c}{dt} \right| \ll \left| \frac{dn}{dt} \right| \quad (1.15)$$

Por tanto se obtiene que

$$\frac{dm}{dt} = \frac{dn}{dt} \quad (1.16)$$

De esta forma, la intensidad de emisión de luz TL está dada por

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = n s e^{-\frac{E}{kT}} \quad (1.17)$$

La ecuación (1.17) es diferencial y describe el transporte (flujo) de portadores de carga en la red en un proceso de primer orden, en donde  $n$  es la densidad de ocupación (electrones en la trampa N). Las curvas de TL calculadas o graficadas a partir de la ecuación 1.17 son conocidas como curvas de TL de primer orden. Donde  $-dn/dt$  representa la rapidez de cambio del número de portadores de carga por unidad de tiempo, además  $s$  es una constante característica de la trampa y del material termoluminiscente, y  $E$  es la energía de activación requerida para liberar a un portador de carga atrapado (profundidad de trampa). La  $I(t)$  es el número de fotones por unidad de volumen y por unidad de tiempo ( $I(t) = \text{cm}^3\text{s}^{-1}$ ).



Para obtener el número de fotones, por unidad de volumen y por unidad de tiempo, en una situación física en la cual la liberación de electrones se logra mediante una estimulación térmica, es obtenida mediante la relación:

$$-\frac{dn}{dt} = n s e^{-\frac{E}{kT}} \quad (1.18)$$

Utilizando la rapidez de calentamiento lineal en la muestra como

$$\frac{dT}{dt} = \beta \quad (1.19)$$

$$T = T_i + \beta t \quad (1.20)$$

Integrando

$$\int_{n_0}^n \frac{dn}{n} = -\frac{s}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \quad (1.21)$$

$$n(t) = n_0 \exp \left[ -\frac{s}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right] \quad (1.22)$$

Donde  $n$  es el número de electrones desatrapados durante el estímulo calórico. Suponiendo que todos los electrones se recombinan radiactivamente con un centro de recombinación cercano a la BV, la intensidad  $I$  de la luz emitida (es proporcional a la razón de desatrapamiento), esto es

$$I(t) = -c \frac{dn}{dt} \quad (1.23)$$

$$I(T) = n_0 s e^{-\frac{E}{kT}} \exp \left[ -\frac{s}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right] \quad (1.24)$$

Para el grafico de la  $I$  en función de la temperatura  $T$ , representa la curva de brillo (glow curve). Solo depende de dos parámetros  $E$  y  $s$ . la ecuación 1.24 es la expresión obtenida por Randall-Wilkins para el primer pico de TL y la forma de la curva de brillo es una campana asimétrica con una intensidad máxima a una temperatura característica  $T_{max}$ .

La curva de brillo, Figura 5, generalmente puede incluir varias curvas traslapadas que a su vez pueden tener las características de un proceso de primer o segundo orden separadamente. Sin embargo, cada pico o banda en la curva de brillo es debido a un tipo de trampa y en principio puede involucrar la existencia de distintos centros de recombinación (con distinta profundidad). Necesitamos conocer la energía de activación de los centros de recombinación, para ello, es necesario encontrar el máximo de temperatura  $T_{max}$

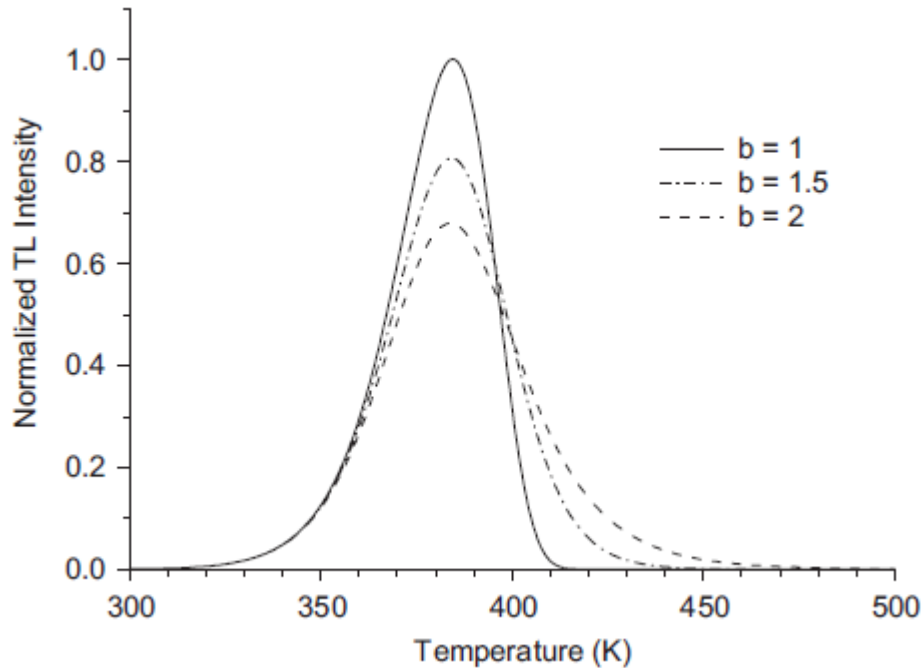


Figura 5. Comparación de las curvas TL para cinéticas orden uno, dos y general [21].

Considerando que

$$\frac{dI(t)}{dT} = 0 \quad \text{en} \quad T = T_{max}$$

Cuya derivada logarítmica en los límites de T es

$$\left[ \frac{d \ln(I)}{dT} \right]_{T=T_{max}} \quad (1.25)$$

Entonces, el logaritmo de la expresión de Randall y Wilkins para la cinética de primer orden es

$$I(T) = n_0 s e^{-\frac{E}{kT}} \exp \left[ -\frac{s}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right] \quad (1.26)$$

$$\ln I(T) = \ln(c n_0 s) + \left[ -\frac{E}{kT} + \left( -\frac{s}{\beta} \right) \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right] \quad (1.27)$$

Evaluando en  $T = T_{max}$

$$\frac{E \beta}{k T_{max}^2} = s e^{-\frac{E}{k T_{max}}} \quad (1.28)$$

Podemos determinar la energía de activación E, si conocemos el factor de frecuencia s.

#### 1.5.4. Cinética de segundo orden

Todo lo mencionado en este apartado ha sido tomado de [21], Garlick y Gibson en 1948, suponen que existen igual probabilidad de que los portadores de carga se re-atrapen y desatrapen con la estimulación térmica. La cinética de segundo orden describe físicamente que el reatrapamiento de electrones es predominante, es decir.

$$m A_m \ll (N - n) A_n, \quad (1.29)$$

donde los electrones excitados térmicamente son re-atrapados antes de recombinarse en un centro con un hueco. Por tanto, la intensidad de emisión de luz TL es

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} = \frac{n s e^{-\frac{E}{kT}}}{m A_m + (N - n) A_n} m A_m \quad (1.30)$$

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} = \frac{n s e^{-\frac{E}{kT}}}{(N - n) A_n} m A_m \quad (1.31)$$

Si la trampa N está lejos de la saturación, es decir que  $N \gg n$

$$I(t) = -\frac{dm}{dt} = \frac{n s e^{-\frac{E}{kT}}}{N A_n} m A_m. \quad (1.32)$$

y con la condición de  $m = n$ .

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = \frac{n^2 s e^{-\frac{E}{kT}}}{N A_n} A_m \quad (1.33)$$

Donde  $-dn/dt$  es proporcional a  $n^2$  (una reacción de segundo orden). A partir de

$$s' = s \frac{A_m}{N A_n} \quad (1.34)$$

Se obtiene que la emisión de luz TL esta dada por

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = n^2 s' e^{-\frac{E}{kT}} \quad (1.35)$$

La ecuación 1.35 es la cinética de segundo orden (Garlick y Gibson). Que es conocida también como cinética biomolecular ( $I = -dn/dt \propto n^2$ ) . por otro lado, si suponemos que

$$A_m = A_n \quad (1.36)$$

Es decir que

$$s' = \frac{s}{N} \quad (1.37)$$

En donde  $s'$  es el factor pre-exponencial con  $[s'] = \text{cm}^3\text{s}^{-1}$ . Para lograr obtener el número de fotones por unidad de volumen y por unidad de tiempo, cuando existe un reatrapamiento de portadores de carga después del estímulo térmico.

$$-\frac{dn}{dt} = s' n^2 e^{-\frac{E}{kT}} \quad (1.38)$$

Por ello, se considera nuevamente una razón de calentamiento lineal

$$\frac{dT}{dt} = \beta \quad (1.39)$$

$$T = T_i + \beta t \quad (1.40)$$

Integrando

$$\int_{n_0}^n \frac{dn}{n^2} = -\frac{s'}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \quad (1.41)$$

Con solución

$$n(T) = n_0 \left[ 1 + \frac{n_0 s'}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right]^{-1} \quad (1.42)$$

Ahora, sustituyendo la ecuación 1.42 en 1.35, la intensidad de misión de luz para la situación física donde existe el reatrapamiento de portadores de carga después del estímulo térmico es

$$I(T) = \frac{n_0^2 s' e^{-\frac{E}{kT}}}{\left[ 1 + \frac{n_0 s'}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right]^2} \quad (1.43)$$

Físicamente existe igual número de centros y huecos susceptibles a recombinarse simultáneamente con el estímulo térmico, pero hay un reatrapamiento después del estímulo calórico. Una curva de brillo simétrica generalmente es característica de un proceso termoluminiscente con una cinética de segundo orden. La banda de TL correspondiente a una cinética de primer orden decae más rápidamente que la curva de una cinética de segundo orden [20], como se observa en el Figura 5.

### 1.5.5. Cinética de orden general

Todo lo mencionado en este apartado ha sido tomado de [21], May y Partridge en 1964, obtuvieron una expresión empírica para las situaciones experimentales de procesos intermedios en el orden de cinética para los electrones recombinados con estímulo calórico. Al igual, que para la primer y segundo orden en la cinética de recombinación asumen que el

nivel de energía de las trampas es único. El número de portadores de carga  $n$  en el nivel de energía es proporcional a  $n^b$ . Por lo que, la razón de probabilidad de escape de la trampa  $N$  es.

$$\frac{dn}{dt} = n^b s' e^{-\frac{E}{kT}}, \quad (1.44)$$

donde  $[s'] = \text{cm}^{3(b-1)}\text{s}^{-1}$ , y  $b$  es el parámetro de cinética de orden general y está definido entre 1 y 2, así que  $\frac{dn}{dt} \propto n^b$  es la expresión de  $TL$  para la cinética de orden general. Por tanto, si  $b = 1$  obtenemos la ecuación de Garlick y Gibson y si  $b = 2$ , la ecuación de Randall y Wilkins.

$$\frac{dn}{n^b} = s' e^{-\frac{E}{kT}} dt \quad (1.45)$$

Utilizando una razón de calentamiento lineal igual que para los casos de cinéticas de primer y segundo orden e integrando la ecuacion anterior se obtiene.

$$\int_{n_0}^n \frac{dn}{n^b} = -\frac{s'}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \quad (1.46)$$

Haciendo que  $s'' = s'(b-1)$ , hallamos que

$$n(T) = n_0 \left[ 1 + \frac{s''(b-1)}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right]^{\frac{1}{(b-1)}} \quad (1.47)$$

Por lo que, la intensidad de emisión de luz,  $I(t)$  para la cinética de orden general esta dada por

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = s' n^b e^{-\frac{E}{kT}} \quad (1.48)$$

$$I(t) = s'' n_0 e^{-\frac{E}{kT}} \left[ 1 + \frac{s''(b-1)}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right]^{\frac{1}{(b-1)}}, \quad (1.49)$$

donde  $s'' = s' n_0^{(b-1)}$  es el factor pre-exponencial equivalente a  $[s''] = s^{-1}$ . Sin embargo,  $s' = \text{cm}^{3(b-1)} \text{s}^{-1}$  cambia con el orden de  $b$  y es difícil de interpretar físicamente. El factor  $e^{-\frac{E}{kT}}$  aumenta con la temperatura y el factor  $\left[ 1 + \frac{s''(b-1)}{\beta} \int_{T_i}^T e^{-\frac{E}{kT'}} dT' \right]^{1/(b-1)}$ , disminuye cuando aumenta la temperatura.

La ecuación 1.49, para la  $TL$  es la cinética de orden general es empírica, en el sentido de que no existe un modelo físico para explicar el orden general en la cinética, tan solo para la cinética de primer y segundo orden tiene una interpretación física satisfactoria. Para el flujo de los portadores de carga durante la irradiación y la estimulación calorífica en los niveles localizados (trampas de electrón y hueco) en la banda prohibida y en las bandas des-localizadas (BV y BC) [23].

## 1.6. Luminiscencia ópticamente estimulada (LOE o del ingles OSL)

Todo lo mencionado en este apartado ha sido tomado de [22], las primeras mediciones OSL fueron hechas en cuarzos usando un láser de argón (514.5 nm) por Huntley [4, 25]. La luminiscencia emitida durante la recombinación de los portadores de carga atrapados se mide usualmente en una región del espectro diferente a la de los fotones de excitación y esta intensidad luminiscente emitida por el material es proporcional a la dosis de radiación.

Para la descripción fenomenológica de la OSL solo se hará mención al modelo más simple de una trampa y un centro de recombinación (figura 1.8).

Para este sistema se considera que:

$$n_c + n = m_v + m, \quad (1.50)$$



donde

$n_c$  = concentración de electrones en la BC

$n$  = la concentración de electrones en las trampas.

$m_v$  = la concentración de huecos en la BV

$m$  = la concentración de trampas de los huecos (centros de recombinación)

Si se considera equilibrio térmico al momento de la excitación con la radiación, esto es que  $n_c$  y  $m_v$  sean cero, entonces se puede decir que al inicio de la estimulación óptica se tiene  $n_o = m_o$  donde el cero indica que es la condición inicial o de equilibrio ( $t = 0$ ).

Durante la estimulación óptica de los electrones que se encuentran en las trampas, no ocurren transiciones a la BV y a cualquier tiempo  $t$  durante el periodo de estimulación óptica la condición de neutralidad de las cargas se denotara como  $n_c + n = m$ , a partir de aquí se tiene que la razón de cambio de las concentraciones de  $n$ ,  $m$  y  $n_c$ , esto es :

$$\frac{dn_c}{dt} = -\frac{dn}{dt} + \frac{dm}{dt} \quad (1.51)$$

Donde la parte derecha de la ecuación 1.51 se puede re-escribir como:

$$\frac{dn}{dt} = np - n_c A(N - n) \quad (1.52)$$

$$\frac{dm}{dt} = n_c A_m = n_c / \tau, \quad (1.53)$$

donde,  $p$  es la razón de estimulación o factor de frecuencia ( $s^{-1}$ ) de los electrones en sus trampas, y se relaciona con la incidencia del flujo de fotones  $\phi$  y a la foto-ionización de la sección transversal del material como  $\sigma$ :

$$p = \phi \sigma \quad (1.54)$$

Desde la ecuación 1.52,  $A$  es la probabilidad de atrapamiento ( $\text{cm}^3\text{s}^{-1}$ );  $A_m$  es la probabilidad de recombinación ( $\text{cm}^3\text{s}^{-1}$ );  $N$  es la concentración total de trampas de electrones ( $\text{m}^{-3}$ ) y  $\tau = 1/A_m$ , es el tiempo de vida de la recombinación de los electrones libres(s) [4, 22].

Considerando las condiciones de cuasiequilibrio

$$\frac{dn_c}{dt} \ll \frac{dn}{dt} \text{ y } n_c \ll n, m \quad (1.55)$$

A partir de las anteriores condiciones de cuasiequilibrio se obtiene

$$\frac{dm}{dt} = \frac{dn}{dt} \quad (1.56)$$

Para la segunda consideración de cuasiequilibrio al introducir en este modelo se presentara un bajo re-atrapamiento de electrones, esto representaría que  $n_c A(N - n) \ll np$  y  $n_c A(N - n) \ll n_c A_m$ , por tanto se obtiene:

$$I_{OSL} = -\frac{dm}{dt} = -\frac{dn}{dt} = np \quad (1.57)$$

Cuya solución se expresa como:

$$I_{OSL} = n_0 p e^{-tp} = I_0 e^{-\frac{t}{\tau_d}} \quad (1.58)$$

Donde  $I_0$  representa la intensidad OSL inicial en  $t = 0$  y  $\tau_d$  es el decaimiento constante de la señal OSL. Este es el modelo de primer orden gráficamente se observara como un decaimiento exponencial de la señal OSL respecto al tiempo de estimulación óptica de la muestra, tal como se observa en el la Figura 6.

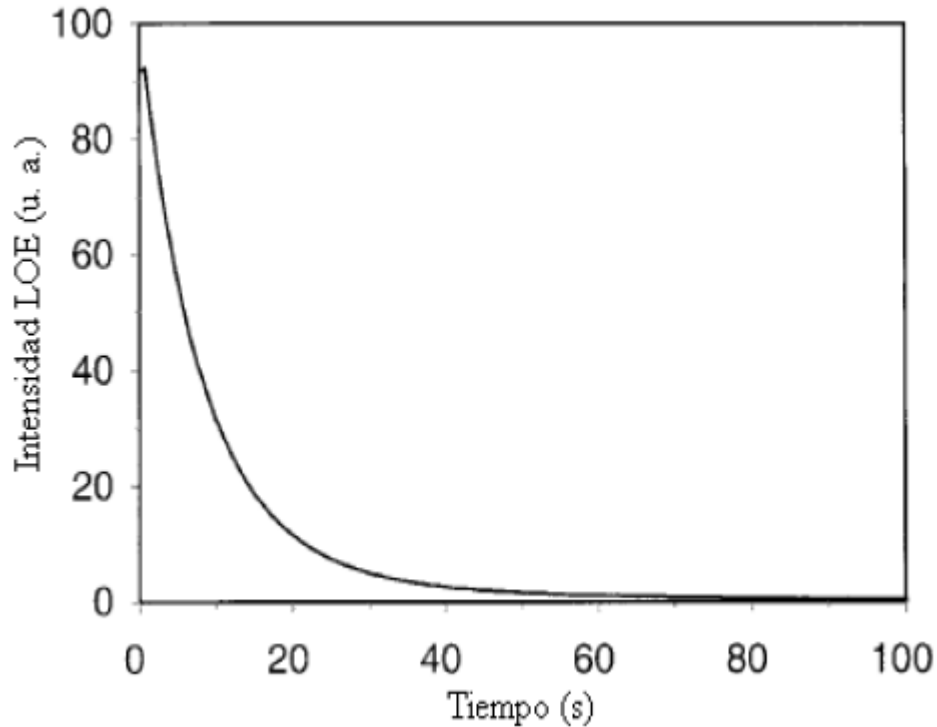


Figura 6. decaimiento exponencial de la curva OSL [23]

Smith y Rhodes en 1994, observaron en una muestra de cuarzo irradiado curvas de decaimiento OSL no exponenciales [23]. Estas curvas se interpretaron en términos de la participación de tres trampas separadas con diferente fotoionización de sección transversal a la longitud de onda usada para la estimulación óptica y se ajustaron de acuerdo a los valores de su constante de decaimiento. Por tanto, un modelo que represente el número de trampas y centros es algo complicado, pero se examinara bajo el modelo de una trampa y un centro para buscar las condiciones en las cuales se observan las curvas de OSL no exponenciales.

Para el caso en que  $N \gg n$  y  $R = A/A_m \gg n/(N - n)$ , (donde se presenta el reatrapamiento de los electrones o llamado como en TL de cinética de segundo orden) se obtiene como

$$I_{OSL} = \frac{n^2 p}{N R} = -\frac{dn}{dt} \quad (1.59)$$

Al integrar la ecuación anterior se tendrá

$$I_{OSL} = I_o \left( 1 + \frac{n_o p t}{N R} \right)^{-2}, \quad (1.60)$$

donde  $I_0 = n_o^2 p / N R$ ). Para el caso genera de  $I_0$  se obtiene:

$$I_{OSL} = I_o \left( 1 + \frac{n_o p t}{N R} \right)^{\frac{b}{b-1}} \quad (1.61)$$

Finalmente, es importante destacar que los resultados que se obtengan de la OSL se determinan por foto-ionización de la sección transversal de las trampas del material bajo estudio. Ya que generalmente no todas las trampas pueden ser desalojadas totalmente por estimulación óptica. Esto se ha observado en recientes investigaciones [3-28], donde una lectura termoluminiscente registrada inmediatamente después de la OSL presenta algunos picos de TL que no pudieron ser desalojados totalmente por esta técnica dosimétrica.

En este trabajo se irradiara un diamante HPHT tipo Ib con rayos X a diferentes dosis, para observar sus principales características dosimetrías y estudiar las curvas de brillo con las técnicas de TL y OSL, para obtener sus energías de activación, factor de frecuencia y comparar la eficiencia de las dos técnicas en dosimetría.

## 2 Desarrollo experimental

### 2.1. Descripción del diamante sintético fabricado por el método de HPHT tipo Ib

El diamante sintético HPHT tipo Ib (Sumicrystal, UP-3510), fue adquirido a la empresa ProDiamond, Alemana. Este diamante tiene las siguientes características, es un monocristal de color amarillo transparente con unas dimensiones de  $3.5 \times 3.5 \times 1 \text{ mm}^3$ , como se observa en la Figura 2.1, del cual no se tienen las condiciones de crecimiento del diamante. Además el diamante se le dio un tratamiento térmico de  $800^\circ\text{C}$  por una hora en una atmósfera de nitrógeno.

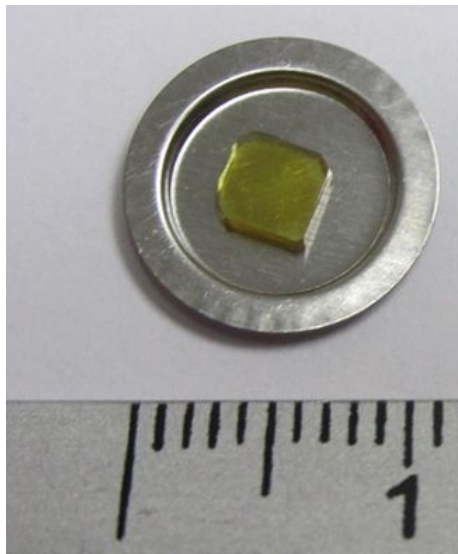


Figura 2.1. Muestra de diamante HPHT tipo Ib.

## 2.2. Características del equipo de termoluminiscencia riso TL/OSL modelo DA-20

### Características del equipo:

1. El equipo Riso TL/OSL (Figura 2.2), cuenta con una fuente de radiación de rayos X blandos que varia hasta 1mA, 50 kV, 50 W (Fig. 2.1), donde el voltaje puede variarse de 4-50 kV, el cual a su máxima potencia (1 mA, 50 kV) suministra una tasa de dosis de 2 Gy/s y a su mínima potencia (0.25 mA, 10 kV) 10 mGy/s, está fabricado de un filamento de tungsteno. El tubo de rayos X se encuentra almacenado dentro de una cámara de vacío y cuenta con un intercambiador de muestras automático para evitar la irradiación de otras muestras dentro del equipo . El equipo se fabricó en acero y está cubierto de plomo para mantener el nivel de radiación externo al mínimo, en la Figura 2.3 se muestra el esquema de radiación y detección. También cuenta con un software pre-programado el cual realiza eficientemente el diseño de las secuencias de experimentación.

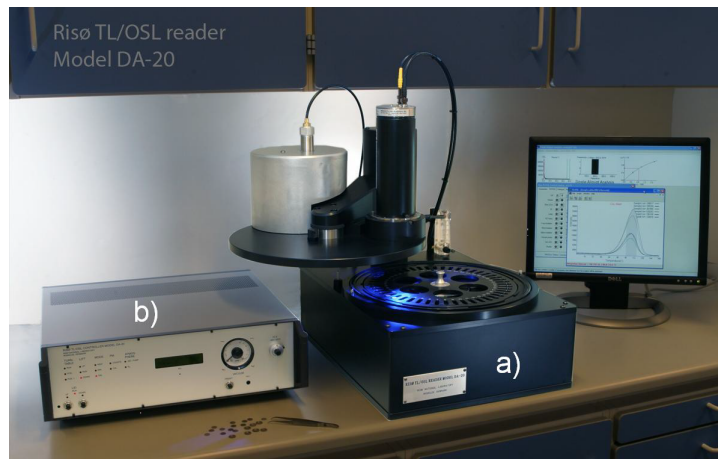


Figura 2.2. Esquema físico del equipo Riso TL/OSL, donde (a) sistema de irradiación y detección TL/OSL, (b) controlador del sistema de detección y radiación.[29].

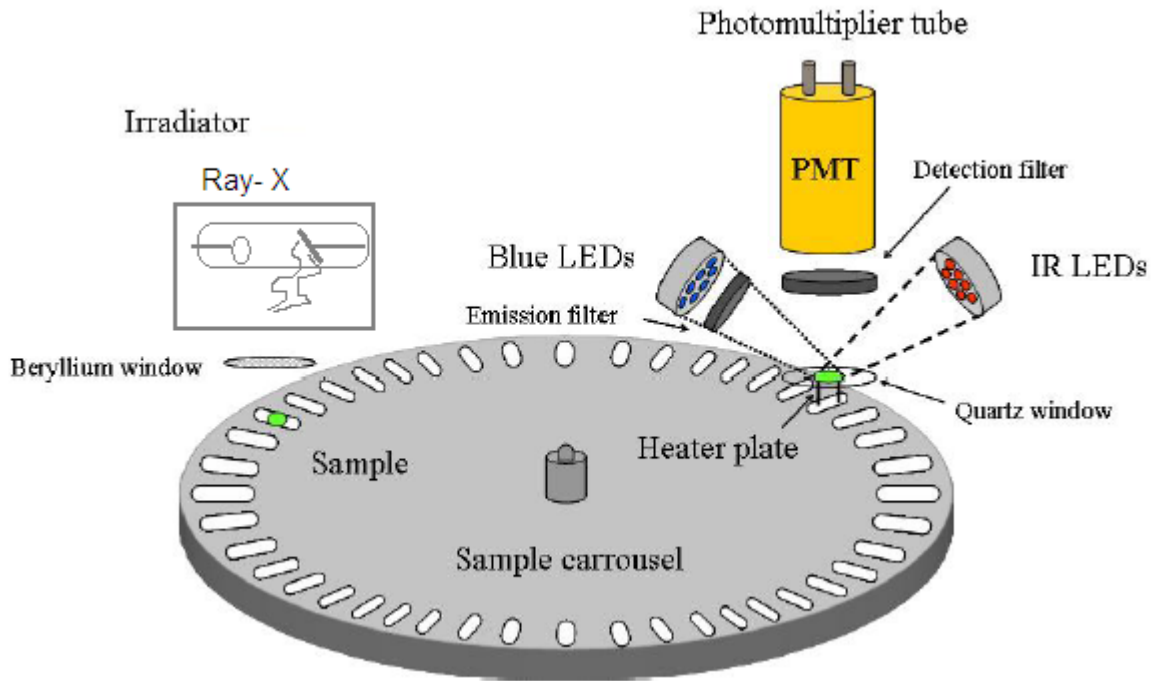


Figura 2.3. Esquema del equipo Riso TL/OSL [29].

**2. Este equipo cuenta con dos sistemas de lecturas luminiscentes:**

- a) Lecturas termoluminiscentes que se realizan por medio de una resistencia formada por una aleación de níquel y kanthal, para logra mantener el control de la temperatura, tiene un termopar que se encuentra soldado a la resistencia de 0.5 mm de diámetro y utiliza un sistema de enfriamiento con un flujo de nitrógeno. Esta resistencia logra alcanzar una temperatura de 700 °C a una velocidad de calentamiento entre 0.1 y 5 °C/s.
- b) La estimulación óptica, para el equipo se realiza utilizando diodos emisores de luz (LEDs) de infrarrojo o de luz azul. La estimulación con LEDs azules tienen un longitud de onda de 470 nm y máximo de potencia 50 mW/cm<sup>2</sup>, liberados a la muestra que se encuentra a 30 mm de distancia al momento de realizar la lectura dosimétrica. Esta fuente de estimulación óptica contiene un total de 28 LEDs localizados en un anillo situado entre el sistema de calentamiento y el tubo fotomultiplicador.

La estimulación con diodos laser infrarrojo tiene un máximo de potencia de 145 mW/cm<sup>2</sup> y emite a una longitud de onda de 870 nm, la estimulación óptica es realizada con 21 LEDs de infrarrojo situados a 17 mm de distancia respecto a la posición de la muestra así logrado proveer un área de iluminación uniforme de aproximadamente 1 cm<sup>2</sup>. La Figura 2.4 muestra

el diagrama de combinación de las dos fuentes de estimulación óptica en el equipo Riso y el de luminiscencia térmicamente estimulada.

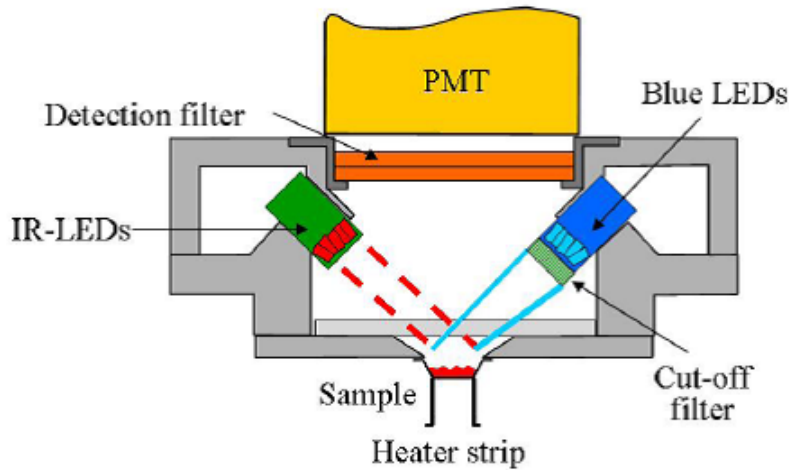


Figura 2.4. Diagrama del equipo Riso TL/OSL, para la estimulación óptica de la muestra [29].

Respecto a la detección de la luminiscencia emitida por la muestra en estudio, el uso de filtros adecuados, dependiendo de la longitud de onda de estimulación, que permiten diferencia entre la luz de estimulación y el de la luz emitida por la muestra. Para este trabajo se utilizó el filtro BG-39 el cual tiene un rango de transmisión 330-680 nm (Figura 2.5).

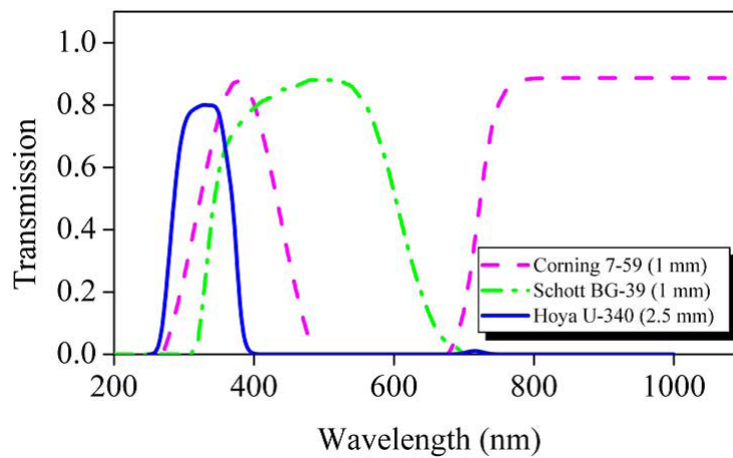


Figura 2.5. Características de transmisión de los filtros del equipo Riso TL/OSL [29].



## 2.3. Procedimiento experimental

### 2.3.1. Características luminiscentes y dosimétricas

#### **Luminiscencia térmicamente estimulada y luminiscencia ópticamente estimulada.**

Las curvas de emisión termoluminiscentes fueron obtenidas en el equipo Riso TL/OSL modelo TL-DA-20, con la previa exposición del diamante sintético HPHT tipo Ib a radiación ionizante, con un tubo de rayos X “suaves” con una corriente de 0.75 mA y un voltaje de 35 kV, obtenido una tasa de dosis de 0.624 Gy/s. Se realizaron las irradiaciones en secuencias de 0.624 a 37.44 Gy, una vez terminada la primera irradiación de la muestra se realizaba la lectura termoluminiscente desde temperatura ambiente hasta 450 °C con una razón de calentamiento de 5 °C/s, luego se espera a que se realice el enfriamiento de la muestra con un flujo de nitrógeno hasta alcanzar nuevamente la temperatura ambiente, posteriormente es llevada para ser nuevamente irradiada a una dosis diferente y se realiza nuevamente el mismo procedimiento de lectura, este procedimiento de lectura es realizado para cada dosis.

Para observar características en el material debidas a portadores de carga que puedan recombinar a temperatura ambiente se tuvo que realizar, una vez finalizada la irradiación, se midió la emisión de luz inmediatamente después de la irradiación llamada AFTERGLOW (AG), esta es obtenida por el tubo fotomultiplicador a temperatura ambiente durante 5 minutos (300 segundos), luego se realiza nuevamente la lectura termoluminiscente para observar las recombinaciones que se realizaron a temperatura ambiente y detectar la emisión de luz inmediatamente después de la irradiación, posteriormente se realiza el enfriamiento durante un minuto de la muestra y es nuevamente irradiada a la misma dosis, luego se realiza la medida de la señal de AG posteriormente la señal de la luminiscencia ópticamente estimulada (OSL) con los LEDs de infrarrojo y es observada la señal por el tubo fotomultiplicador durante 1 minuto, posteriormente se realiza la lectura TL para observar el desvanecimiento termoluminiscente en los dos métodos anteriores mencionados como se observa en la Figura 2.6. Este procedimiento se realiza hasta una dosis de 37.44 Gy para obtener la información de las principales trampas presentes en la muestra y su comportamiento dosimétrico.

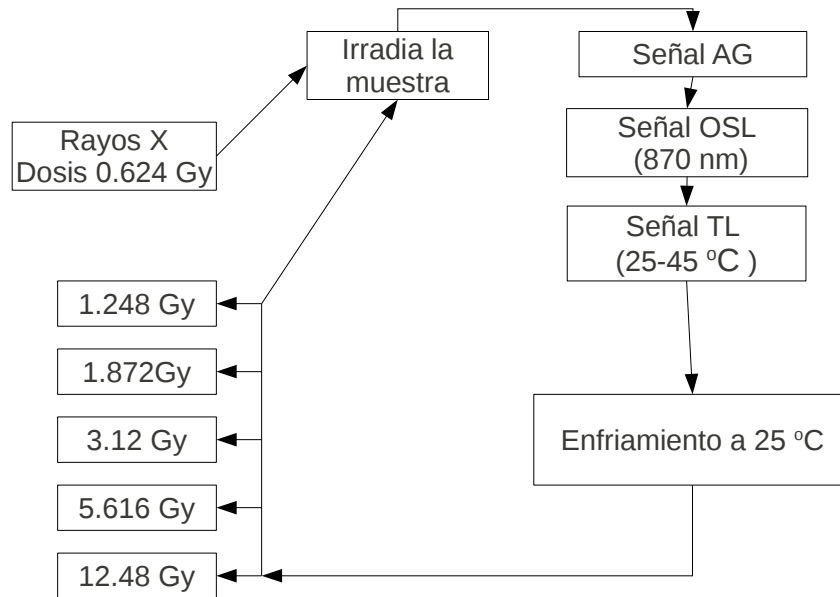


Figura 2.6. Diagrama del procedimiento experimental para la obtención de las curvas de AG, OSL y TL.

### 2.3.2. Desvanecimiento termoluminiscente o Fading

El desvanecimiento de la señal termoluminiscente o llamado fading, se realizó la irradiación del diamante HPHT tipo Ib durante 3 segundos, obteniendo una dosis de 1.87 Gy, posteriormente se almacena la muestra dentro del equipo Riso TL/OSL modelo TL-DA-20 manteniendo el laboratorio oscuro y a temperatura ambiente para posteriormente realizar la lectura dosimétrica. Se realizan 11 ciclos de espera desde 1 minuto hasta 24 horas, y posterior a cada ciclo se realizó la lectura termoluminiscente para observar el fading en TL y OSL para el diamante HPHT tipo Ib, como se observa en la Figura 2.7.

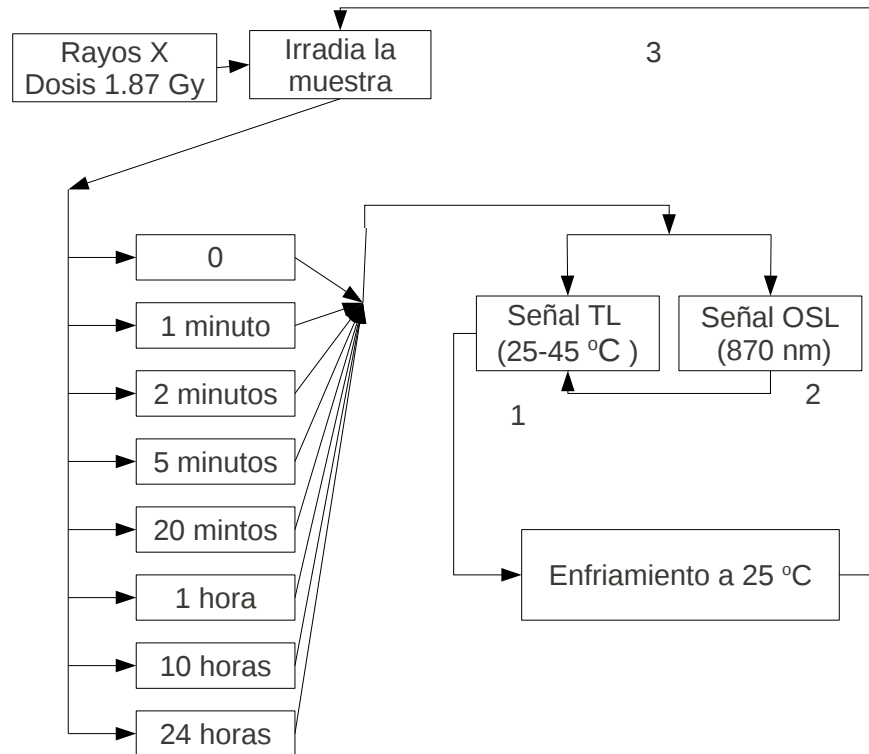


Figura 2.7. Diagrama del procedimiento experimental para la obtención del fading con OSL y TL.

### 2.3.3. Reproducibilidad

La reproducibilidad en la señal termoluminiscente, El procedimiento experimental es observado en la Figura 2.8, al irradiar el diamante HPHT tipo Ib durante 3 segundos con rayos X a una tasa de dosis de 0.624 Gy/s, y posteriormente se realiza la lectura dosimétrica TL, OSL y AG. Este ciclo se repite 10 veces para poder observar la reproducibilidad del diamante con la misma dosis.

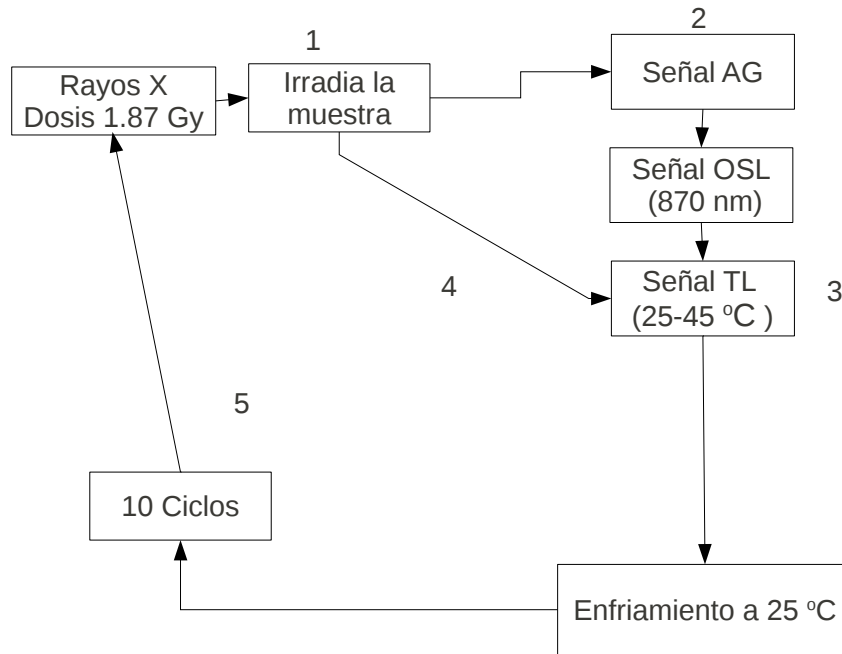


Figura 2.8. Diagrama de la toma de la reproducibilidad en el diamante.

#### 2.3.4. Método de Mckeever para el análisis de la curva de brillo (glow curve)

El método de Mckeever (Figura 2.9) es utilizado para determinar con mayor precisión el número de trampas presentes en el material dosimétrico la posición de su máximo en la curva de brillo TL, al igual que su energía de activación ( $E$ ) y su factor de frecuencia ( $s$ ). En este trabajo de desarrollo este procedimiento para la muestra de diamante HPHT tipo Ib, que consistió en realizar la previamente exposición del material a una dosis de 1.872 Gy para cada ciclo, posteriormente registrar una señal TL parcial seguido de una TL total hasta 450 °C. La primera TL parcial o también llamada  $T_{stop}$  se realizó hasta 30 °C, para obtener el registro de la señal TL para el primer pico observado en la región de 25-30°C, esta region es la responsable de recombinacion de electrones-huecos inmediatamente después de la radiación (AG), posteriormente se realizan pasos de aumento en la  $T_{stop}$  cada 5 °C hasta llegar a 450 °C.

## 2.3 Procedimiento experimental

---

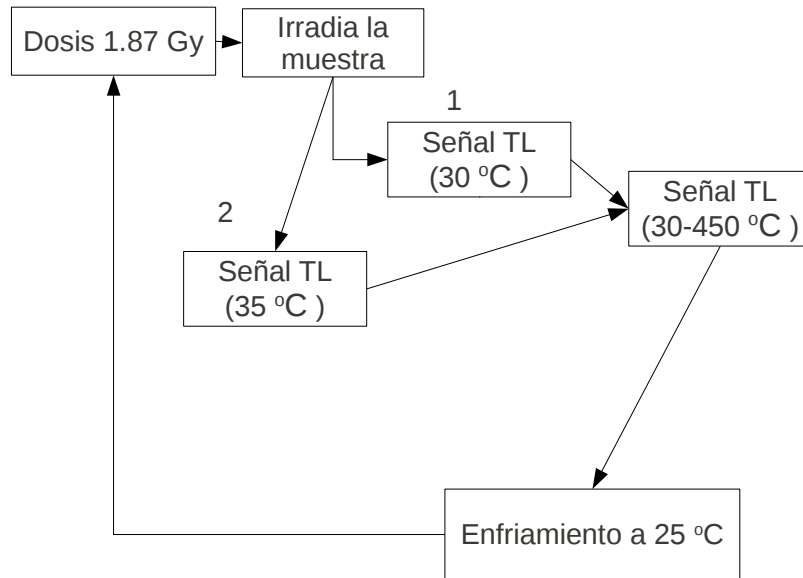


Figura 2.9. Diagrama del método de McKeever.

Los resultados de dosimetría y de los parámetros de factor de frecuencia y energía de activación, se obtuvieron y compararon con resultados publicados en algunos artículos [30-34].

## **3 Resultados y Análisis**

Como se mencionó en el capítulo anterior la exposición de rayos X y lecturas AG, TL y OSL del diamante HPHT tipo Ib se realizaron en el equipo Riso TL/OSL. Los espectros fueron tomados a temperatura ambiente en el laboratorio de Física de Radiaciones del Departamento de Investigación en Física "DIFUS" de la Universidad de Sonora (México). Y se compararon con trabajos obtenidos en la universidad de Sonora [21-22].

### **3.1. Propiedades TL del diamante HPHT tipo Ib expuesto a rayos X**

En esta primera sección, el objetivo es exponer claramente las propiedades termoluminiscentes (TL), así como evaluar las propiedades dosimétricas del diamante HPHT tipo Ib.

#### **3.1.1. Curva de brillo del diamante HPHT tipo Ib**

El proceso de termoluminiscencia se inicia posterior a la radiación de la muestra con rayos X a una tasa de dosis de 0.624 Gy/s a temperatura ambiente en el equipo Riso TL/OSL, seguidamente se toma la lectura TL de la muestra, el cual es estimulado térmicamente liberando todos los portadores de carga atrapados en las trampas (bandas de energía del material) para posteriormente recombinarse radiactivamente con un centro de recombinación, emitiendo fotones. El tubo fotomultiplicador del equipo mide la intensidad de luz emitida en función de la temperatura de calentamiento de la muestra, proporcionando una curva llamada comúnmente "curva de brillo" (glow curve). Este proceso se repite para cada grupo de trampas que contenga la muestra, dando lugar a varios puntos o picos de máxima intensidad de la emisión luminosa en la curva TL, los cuales se conocen comúnmente como picos TL y son característicos de la cantidad de dosis proporcionada como también de las características de las impurezas del material.

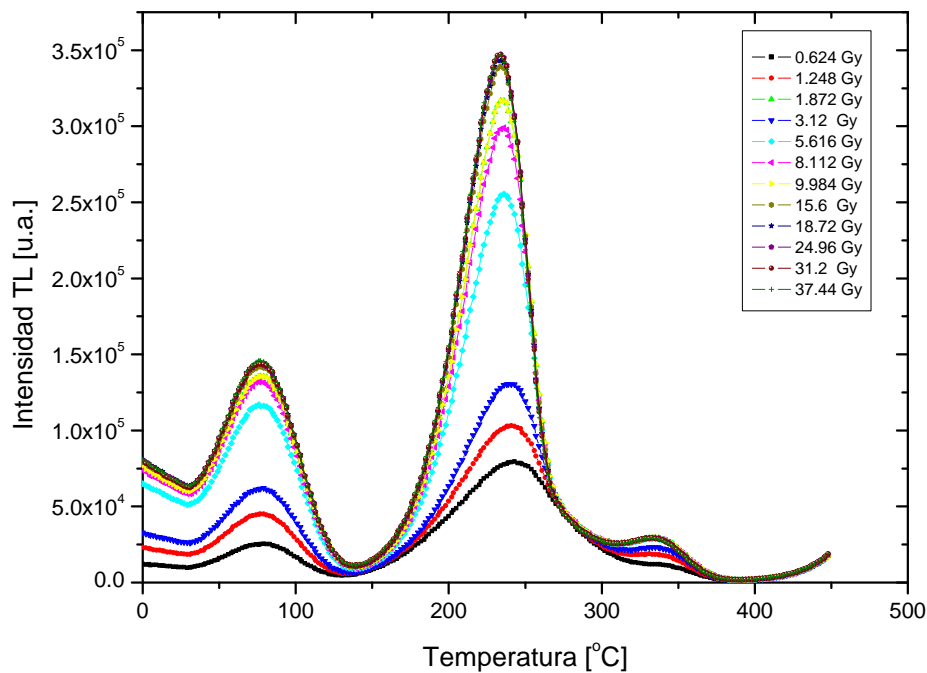


Figura 3.1. Curvas de brillo TL para dosis entre 0.624-37 Gy, inmediatamente después de la irradiación.

En la Figura 3.1 se observa la curva de brillo del diamante HPHT tipo Ib, irradiada a diferentes dosis, leída desde temperatura ambiente hasta 450 °C a una tasa de calentamiento de 5°C/s. La curva de brillo termoluminiscente fue obtenida inmediatamente después de la radiación para observar la respuesta TL completa y así evitar posibles recombinaciones que puedan resultar a temperatura ambiente. En el rango de temperatura empleado, la curva mostrada exhibe tres picos localizados alrededor de **77 °C**, 239 °C y 337 °C respectivamente, en donde el tercer pico presenta una intensidad menor comparada con los otros dos. Otros autores [28,29] han reportado que la curva de brillo TL presenta cuatro picos entre los rangos de 49-89 °C y de 420 °C, con la diferencia de que los picos de menor intensidad son los de mayor temperatura.

Las intensidades para cada pico que se observan en la muestras, está relacionado con el número de portadores de cargas atrapados y por el número de defectos en el material. En los materiales termoluminiscentes las emisiones TL son esencialmente procesos relacionados con la presencia de impurezas (dopantes) que han sido introducidas natural o artificialmente en

la red cristalografica del material. Estas impurezas generan niveles de energía específicos o trampas en la banda de energías prohibidas, “estos niveles de energia para el diamante se obtendrán con mayor precisión con el método de Mckeever”, situada entre la banda de valencia y la banda de conducción que no existen en el red de un material puro. Estos nuevos niveles pueden ser ocupados por los portadores de carga, electrones y/o huecos, liberados durante la irradiación.

En la Figura 3.2 se observan las curvas de brillo TL para la muestra de diamante irradiada con rayos X a dosis desde 0.624 Gy hasta 37.44 Gy, las cuales seran utilizadas para este trabajo, en estografico se que la intensidad de la señal aumenta proporcionalmente con la dosis, al tiempo que se produce un corrimiento en la posición del pico TL en el rango de dosis empleado. Este crecimiento en la intensidad es evidente debido a que a medida que aumenta la dosis, se encontraran las trampas de electrones cerca de la saturación, es decir que el material absorbe más energía y que un mayor número de electrones pueden quedar atrapados en las trampas intrínsecas del material. Por tanto, cuanto más electrones se recombinen, más fotones van a emitir, aumentando así la intensidad. Obtendremos para el segundo pico en la región de 239 °C, que tienden a desplazarse uno respecto al otro lo que representaría dos picos de TL debido al corrimiento que se observa en la banda de 132 – 282 °C al variar la dosis “esto se observara con mayor precisión con el método de Mckeever para ver la existencia de otro posible pico TL en esta region”, también se observa que con el aumento de la dosis, la intensidad de los picos TL se superponen a dosis superiores de 9.984 Gy, que representa la saturación de las trampas o defectos que contiene el diamante HPHT tipo Ib.



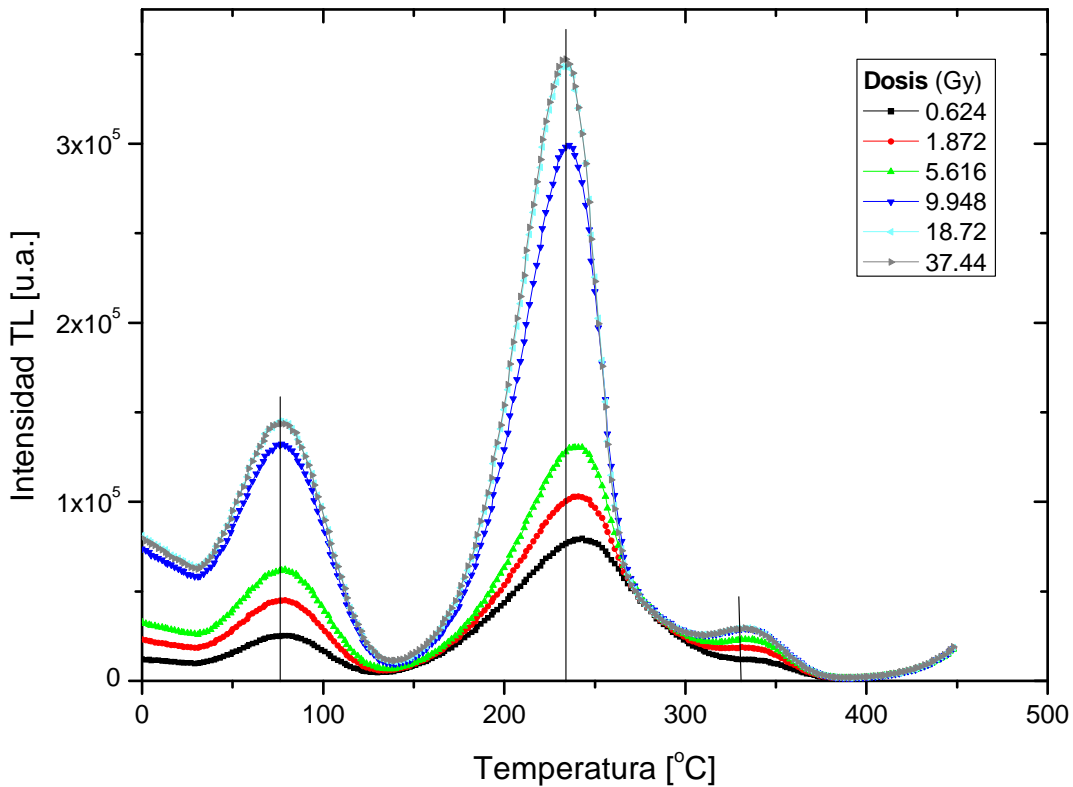


Figura 3.2. Curvas de brillo TL para dosis entre 0.624-31.2 Gy, inmediatamente después de la irradiación.

Para el análisis de la curva TL, en cada uno de los picos serán abordados con las técnicas de AG, OSL y TL, con los cuales se estudiara el comportamiento de la curva TL posterior a la irradiación y sus propiedades dosimétricas. Para el primer pico TL ubicado en el rango de  $32^\circ\text{C}$  a  $132^\circ\text{C}$ , fue necesario realizar la medida de la luminiscencia emitida directamente después de la radiación conocida como AFTERGLOW (AG), para observar si las características de este son debido a la emisión de luz posterior a la irradiación o que la muestra presenta centros de recombinación a temperatura ambiente, en la figura 3.3 se presenta la señal AG obtenida luego del proceso de irradiación, la cual fue tomada por el tubo fotomultiplicador sin ninguna clase de proceso de estimulación, durante un tiempo de 5 minutos. Esta presenta un comportamiento de decaimiento exponencial con diferentes intensidades para cada valor de dosis aplicada a la muestra.

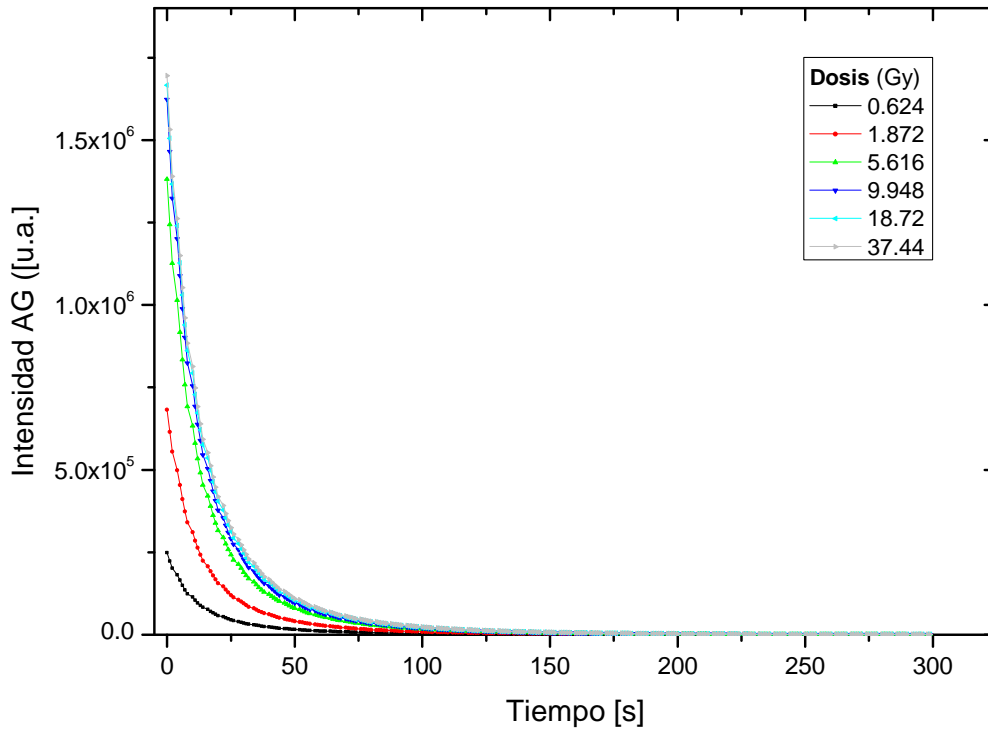


Figura 3.3. Curva de afterglow para un rango de dosis 0.624-36.4 Gy.

Posteriormente se realizó la medida termoluminiscente hasta una temperatura de  $450^\circ\text{C}$ , observando en las Figuras 3.4(a) y 3.4(b), que se halla una pérdida de la señal termoluminiscente en comparación a la Figura 3.2, para el primer pico observado en la región de  $32^\circ\text{C}$  a  $92^\circ\text{C}$ , encontrándose que el primer pico no se logra recombinar totalmente a temperatura ambiente, lo cual representa que en la muestra se hallan trampas de electrones poco profundas, lo que conlleva a que se recombinen a temperatura ambiente algunos electrones atrapados en las trampas y los que no lograr recombinarse necesitaran una temperatura mayor.

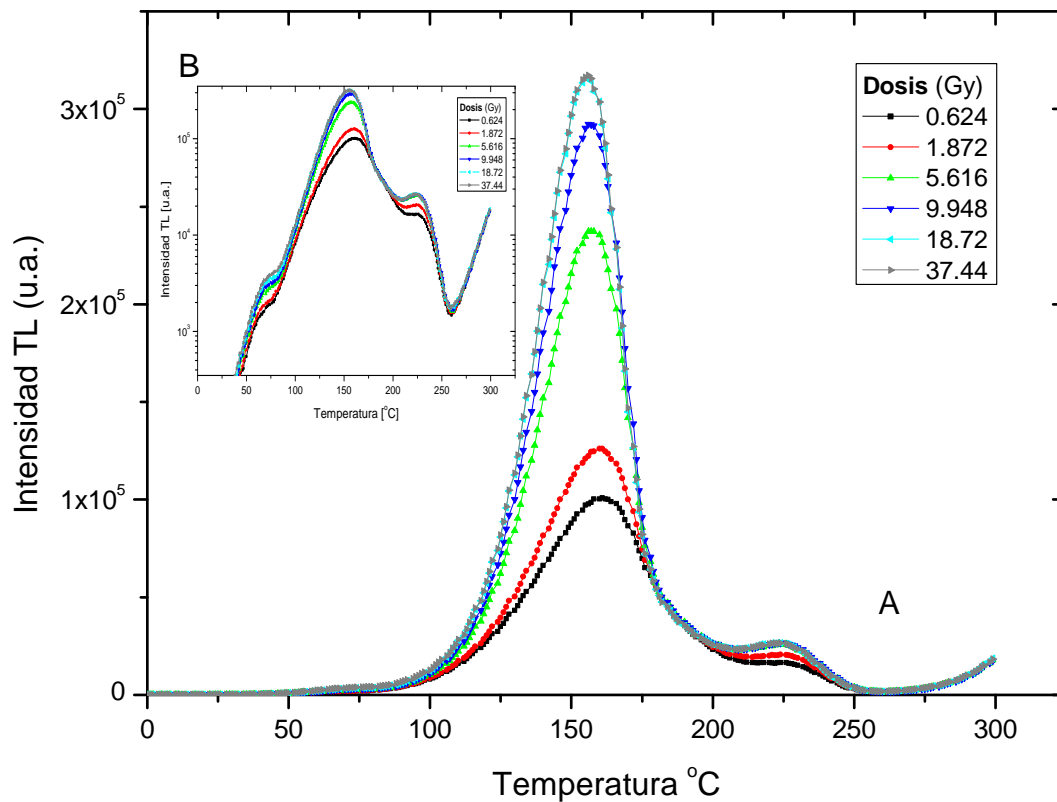


Figura 3.4 (a) Evolucion de la curva de brillo TL despues de la señal AG (b) comparacion señal TL en escala semi-logarítmica.

Para el segundo pico de la señal TL de la Figura 3.2, es foto-estimulado la muestra con diodos laser de infrarrojo (870 nm) en el equipo Riso TL/OSL y con un filtro óptico (BG-39), para evitar el registro de la luz de estimulación de los LEDs de infrarrojo como se sellalo en el capitulo dos "ver figura 2.4", después de haber sido expuesto a dosis entre 0.624 - 37.44 Gy y haber registrado la señal AG durante 300 segundos. La Figura 3.5 presenta los resultados obtenidos con la luminiscencia ópticamente estimulada (OSL), obteniendo las curvas para cada dosis las cuales representan un decaimiento decreciente en todo el rango del tiempo de estimulación, el comportamiento de este grafico señala que los electrones atrapados en la BC disminuyen con el tiempo debido a que logran recombinarse con una trampa o hueco, con la estimulación óptica y la intensidad varia con el aumento de la dosis que fue suministrada a la muestra.

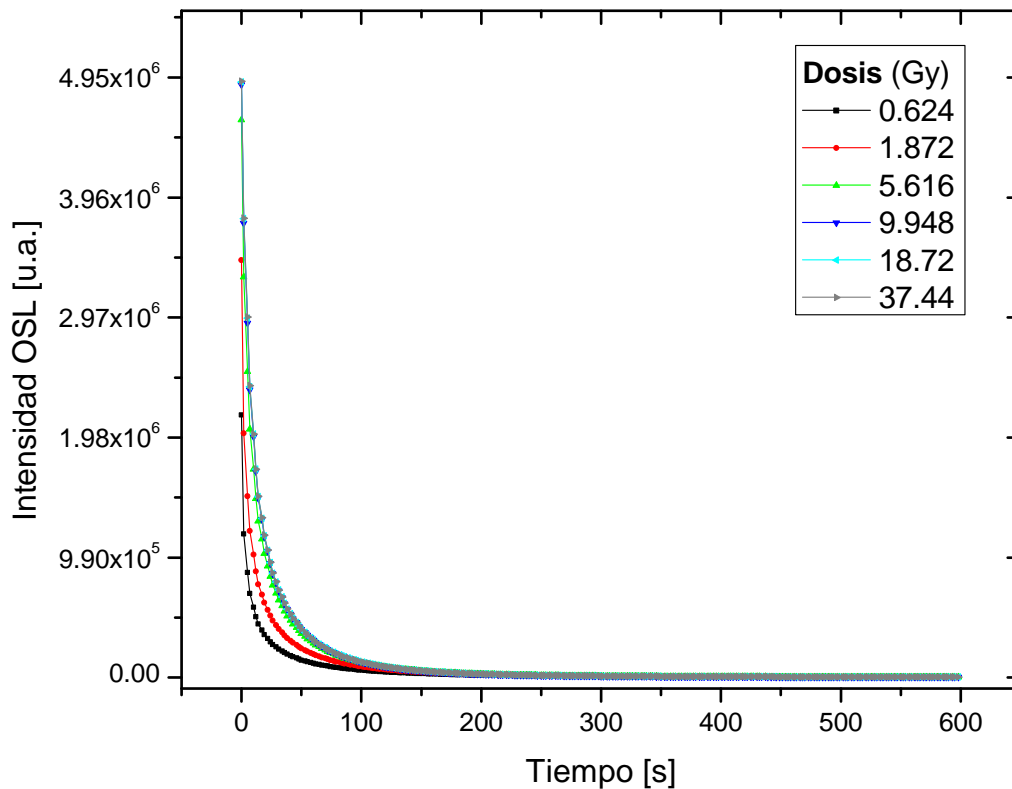


Figura 3.5. Representación gráfica de la intensidad OSL en función del Tiempo para la muestra de diamante HPHT tipo Ib, estimulada con infrarrojo (870 nm).

Para cada medición se registró la lectura termoluminiscente antes y después de la OSL; para registrar que picos o regiones de la señal TL se logran recombinar con la técnica de OSL, Ver Figura. 3.6, se obtiene que con la previa excitación del diamante con diodos laser de infrarrojo no logra recombinar en su totalidad los electrones que se encuentran ubicados en las trampas localizadas en la banda de conducción, para el pico de  $292^{\circ}\text{C}$ , obteniendo que para el pico de máxima temperatura ubicado en la región entre  $300 - 380^{\circ}\text{C}$  no logra ser recombinado con la estimulación de diodos laser de infrarrojo, por tanto para esta región se podría foto-estimular con una longitud de onda diferente, que nos pudiera recombinar la totalidad de electrones y posibles reatrapamientos que puedan ocurrir en el proceso de estimulación óptica de infrarrojo.

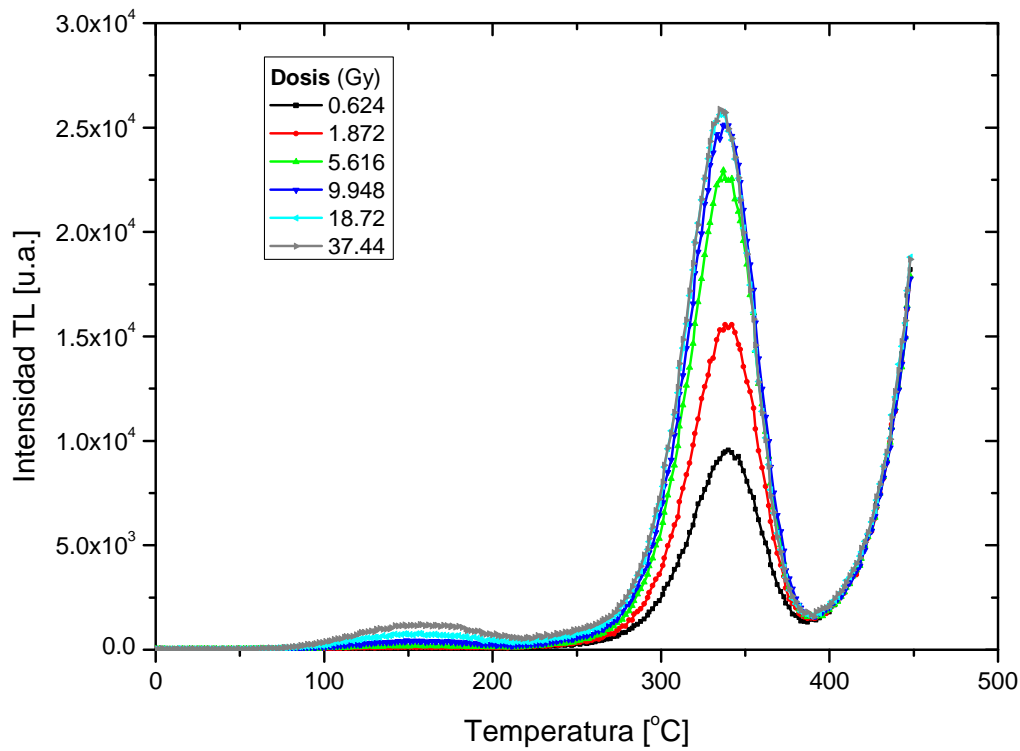


Figura 3.6. Representación gráfica de la intensidad TL en función de la temperatura, posterior a la OSL.

La Figura 3.7 comparamos las tres técnicas (TL, OSL y AG) utilizadas en este trabajo y nos señala que tipo de técnica que podremos utilizar para cada pico TL. Primero la señal TL (negra) inmediatamente después de irradiar a una dosis de 0.624 Gy, posteriormente se puede observar que para la curva roja de la señal TL después de haber tomado la lectura AG, donde se puede ver que la banda entre (30 – 100 °C) es desalojada o desvanecían por las recombinaciones de los portadores de carga a temperatura ambiente durante 5 minutos y la tercera señal TL (azul) posterior a la AG y la OSL, donde se puede observar que con las técnicas de AG y OSL logran desalojar o recombinar la mayoría de las trampas de electrones cercanas a la banda de conducción con los huecos en la banda de valencia, con lo que se admitiría que estas dos técnicas permiten la dosimetría in situ y en vivo, como se han publicado en algunos artículos [30-33] y las comprobaremos con algunas propiedades dosimétricas en la siguientes secciones.

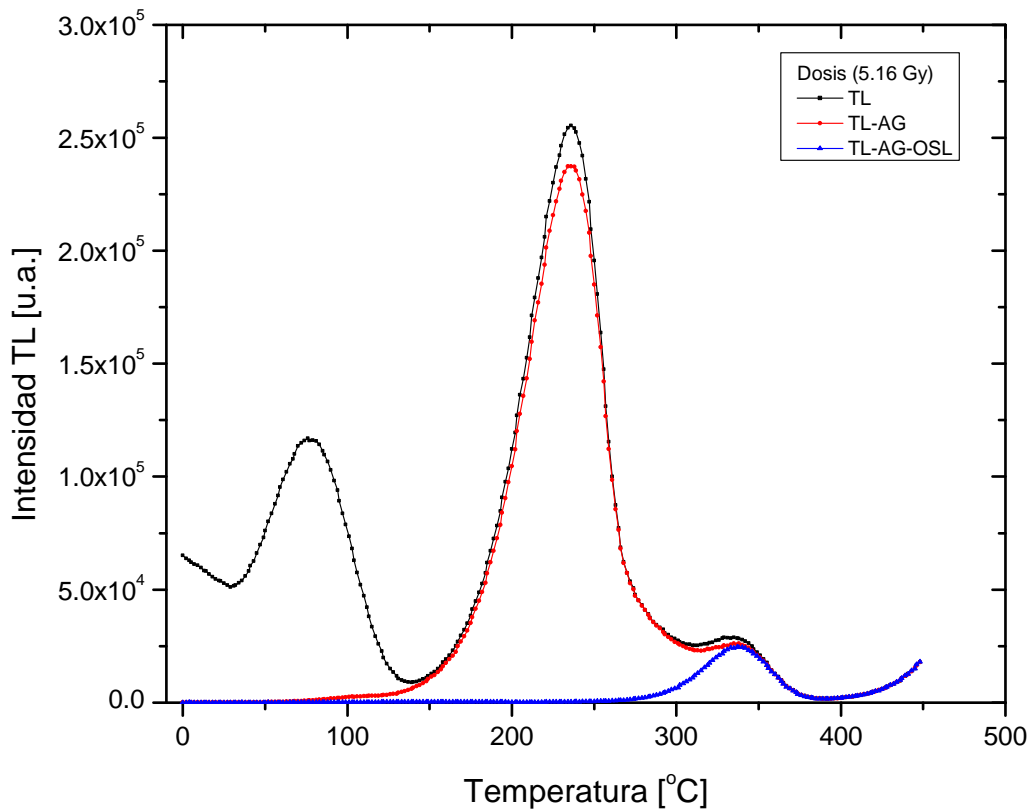


Figura 3.7. Comparación de las señales TL inmediatamente después de irradiar y posteriormente a la AG y TL, a un dosis de 0.624 Gy.

#### 3.1.2. Respuesta con la dosis

La muestra de diamante HPHT tipo Ib estudiada en este trabajo se expuso a rayos X de 35 eV, a dosis entre 0.624 y 37.44 Gy. Los resultados se observan en la Figura 3.8, en la cual, se obtiene la respuesta con la dosis para las técnicas de AG, OSL y TL. Obteniendo que para dosis mayores a 5.616 Gy hay una saturación en la muestra para cada una de las técnicas, el gráfico nos señala en el eje de las abscisas la intensidad normalizada en función de la dosis suministrada. Para lo cual se obtuvo en el programa Origin gráficamente los valores del factor de correlación para la linealidad de la dosis para AG=0.95065, OSL=0.96318 y TL=0.97663 ; la TL es obtenida después de AG y OSL, con lo cual se obtiene que la TL presente más eficiencia que la AG y OSL.

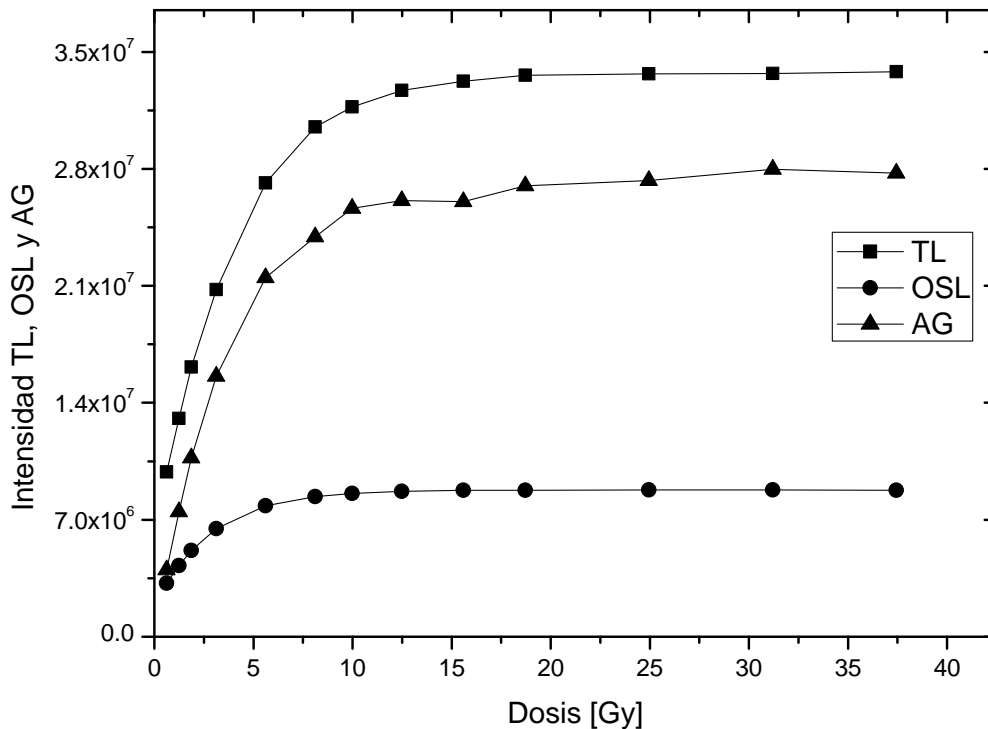


Figura 3.8. Representación Gráfica del diamante HPHT tipo Ib de la AG, OSL y TL en función de la dosis, expuesta de 0.624-37.44 Gy.

El comportamiento lineal de la dosis empleado para la muestra. Es comprobado con trabajos reportados con diamante HPHT sintético expuesto a radiación beta [32]. En su trabajo ellos encontraron un comportamiento lineal desde 0.1 hasta 30 Gy, presentando saturación la muestra luego de 30 Gy.

### 3.1.3. Desvanecimiento termoluminiscente o Fading

Las características dosimétricas de la muestra de diamante HPHT tipo Ib en este trabajo, continua con el desvanecimiento de la respuesta TL y OSL, se observa la estabilidad de la señal TL y OSL después de ser irradiada en tiempos de 1 minuto hasta 24 horas.

Los experimentos necesarios para obtener la respuesta de fading se realizó en el equipo Riso TL/OSL modelo TL-DA-20, irradiada la muestra de diamante previamente a una dosis de 1.87 Gy para para posteriormente obtener las señales TL y OSL.

Para la lectura termoluminiscente se obtuvo desde temperatura ambiente hasta 450°C, el

### 3.1 Propiedades TL del diamante HPHT tipo Ib expuesto a rayos X

tiempo de espera entre la irradiación con rayos X (blandos) y el inicio de la lectura dosimétrica, luego se fue incrementando desde un minuto hasta 24 horas, tomando de referencia la lectura inicial después de ser irradiada con la misma dosis (1.87 Gy). En la Figura 3.9, presenta el desvanecimiento de la señal TL para diferentes tiempos de espera y la Figura 3.10 representa la relación entre la intensidad y el tiempo de espera (0-24 horas), la grafica presenta un decaimiento de la intensidad integrada donde la estabilidad en la señal se presenta después de una hora con una perdida en la señal del 60 % que representa la pérdida del primer pico de la señal TL a 92 °C, que es responsable de la señal de Afterglow o de los electrones atrapados en trampas que se encuentran muy cerca de la banda de conducción y logran recombinarse a temperatura ambiente.

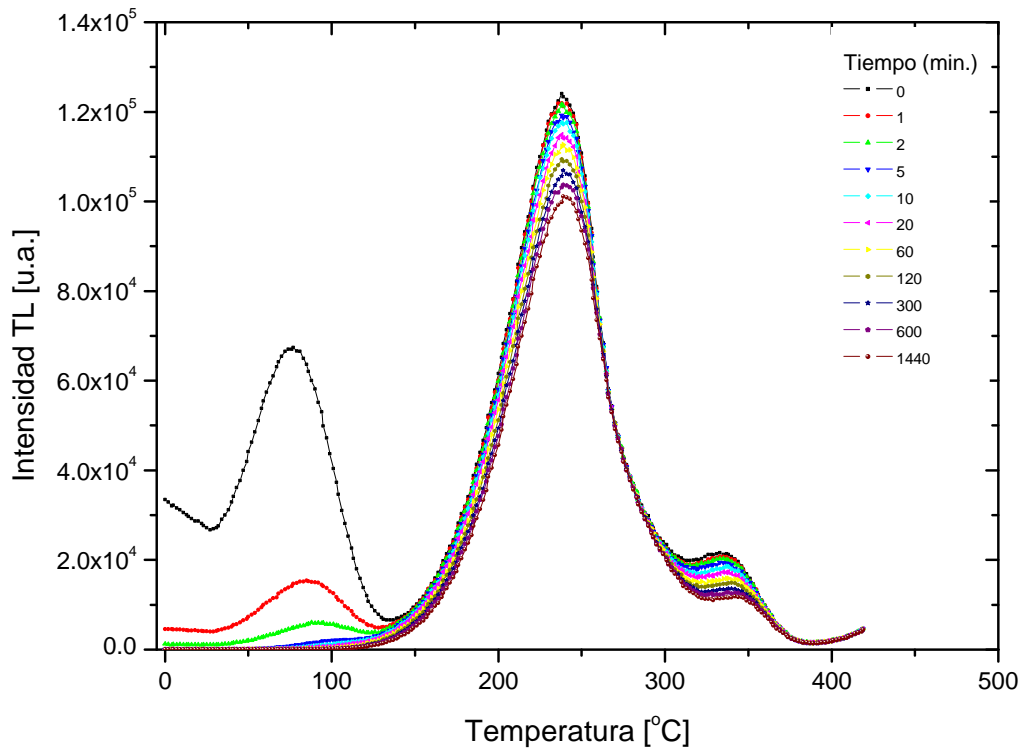


Figura 3.9. Representación gráfica de la señal TL en función del temperatura, para tiempos de 0-24 horas a una dosis de 1.87 Gy.



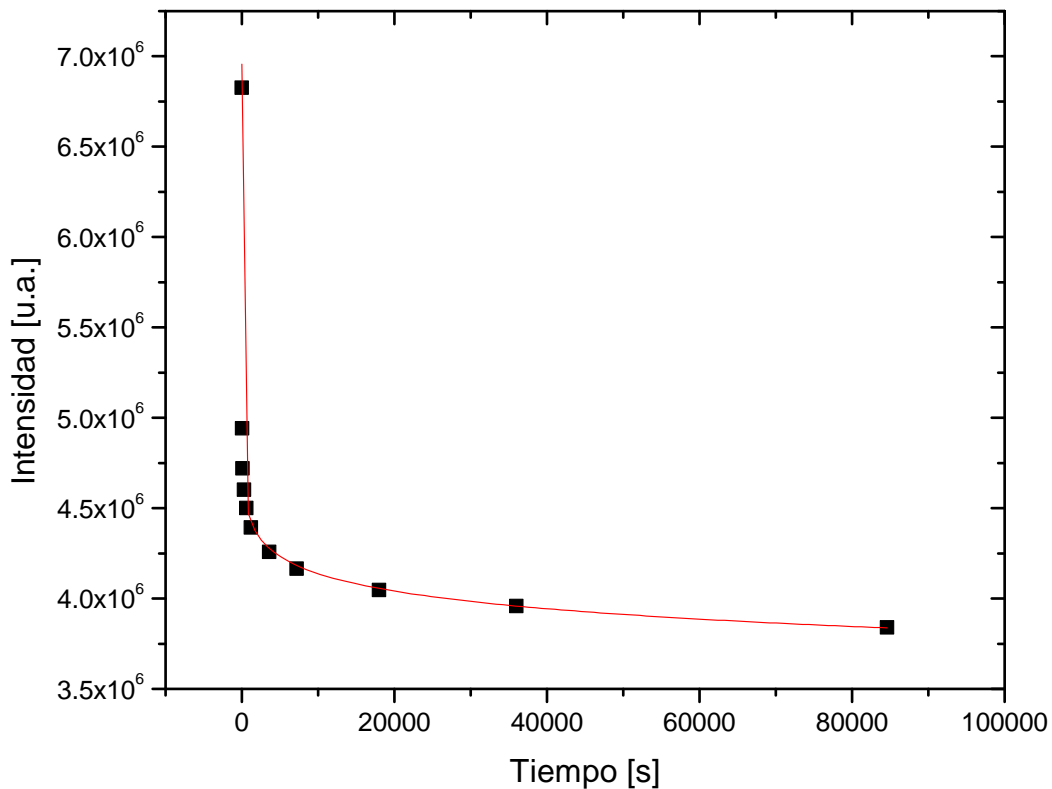


Figura 3.10. Representación gráfica del decaimiento de la intensidad TL, para un tiempo de espera de (0-24 horas).

En cuanto a la respuesta para la técnica de OSL se obtuvo con la estimulación con diodos laser de infrarrojo (8700 nm) al diamante durante un minuto, previamente irradiado a la misma dosis (1.87 Gy) , Las Figura 3.11 y 3.12 representa el desvanecimiento de la señal OSL para diferentes tiempos de espera entre 0-24 horas. Obteniendo la misma estabilidad en la intensidad de la señal TL después de una hora, esto debido a la recombinación de portadores de carga que presentan una pérdida de la señal para el primer pico de TL o para la trampa ubicada muy cerca de la banda de conducción. El desvanecimiento de la señal TL y OSL para los dos picos ubicados 243 y 340 °C se encuentra que el desvanecimiento de la señal es tan solo del 1% y se puede comparar con los dosímetros comerciales TLD-100, donde su desvanecimiento en la respuesta TL varía del 5 al 10% anual [33-34] lo cual hace que el diamante HPHT tipo Ib presente buena estabilidad en la señal TL.

### 3.1 Propiedades TL del diamante HPHT tipo Ib expuesto a rayos X

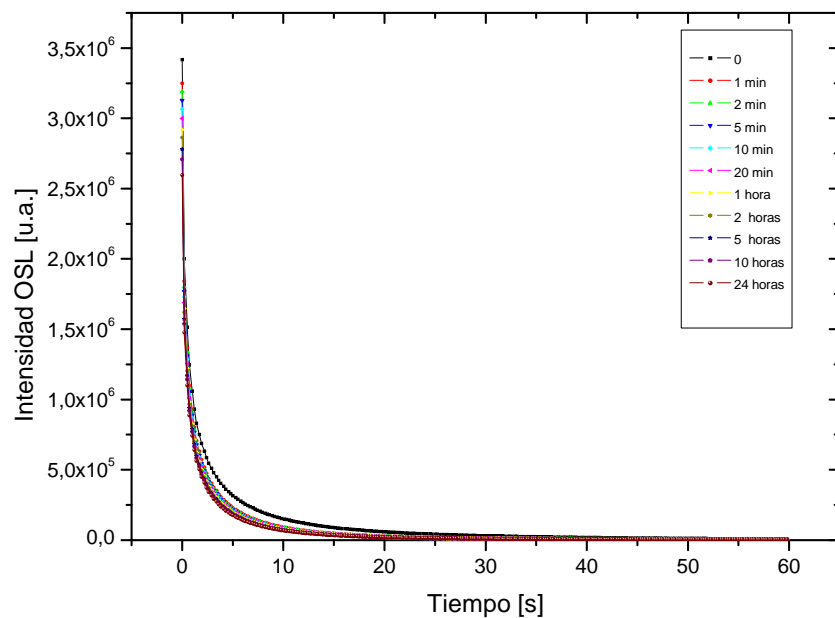


Figura 3.11 Representación gráfica de la intensidad OSL en función del tiempo, para tiempos de 0-24 horas a una dosis de 1.87 Gy.

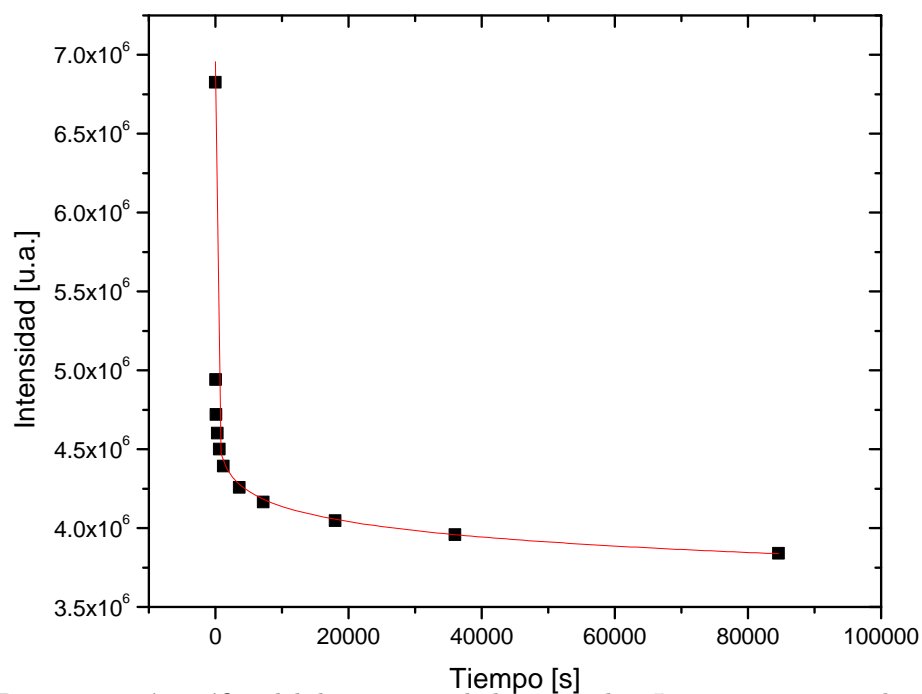


Figura 3.12. Representación gráfica del decaimiento de la intensidad TL, para un tiempo de espera de (0-24 horas).

### 3.1.4. Reproducibilidad

Para el objeto de dosimetría, es necesario que un dosímetro TLD presente señales reproducibles ante cierto número de irradiaciones sucesivas y que las pérdidas de TL, OSL y AG en el tiempo sean mínimas. Un material TL óptimo para dosimetría debe tener una reproducibilidad no mayor de 4 % después de repetir hasta diez o doce ciclos continuos de tratamiento de borrado térmico, irradiación y lectura de los mismos dosímetros [36]. Puesto que deben caracterizarse por una curva de brillo estable a ciertas dosis de radiación para aplicaciones determinadas.

Para estudiar la reproducibilidad de la respuesta TL, OSL y AG la muestra fue sometida en repetidas ocasiones al mismo tratamiento térmico y estimulación óptica irradiadas previamente a una dosis de 1.87 Gy. La Figura 3.12 presenta las intensidades de las señales TL, OSL y AG integradas en función del número de ciclos.

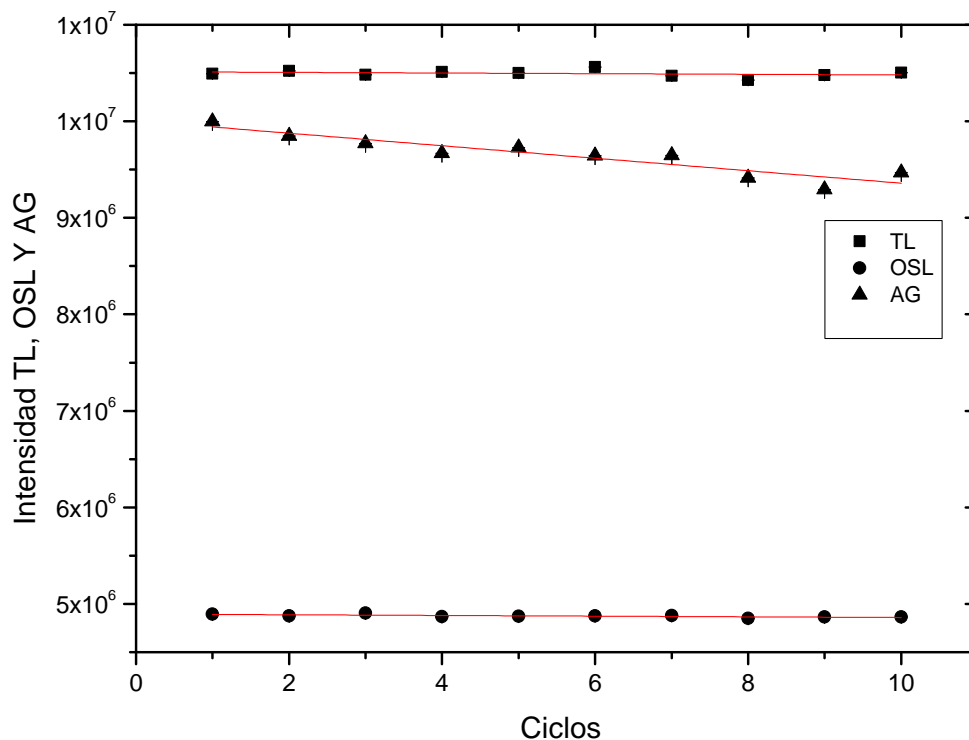


Figura 3.12. Reproducibilidad de las señales TL, OSL y AG a 1.87 Gy con una tasa de dosis de 1.87Gy/seg, para 10 ciclos.

Los resultados obtenidos presentan en la muestra una excelente estabilidad en las intensidades de las señales de TL y OSL, con tan solo una desviación del 0.3 % y 0.4 % en cuanto para

la obtenida con la técnica de AG presenta una desviación del 4.98 % que se debe a que para el segundo ciclo se presenta una intensidad diferente a las demás el cual puede ser debido al error en la medida que tiene el Tubo Fotomultiplicador del equipo Riso TL/OSL para las medidas de AG [29] y de las condiciones experimentales, como de la temperatura.

## 3.2. Análisis de la curva de brillo TL

Para el análisis de la curva de brillo, se obtienen las aproximaciones de los valores de la energía de activación ( $E$ ), el factor de frecuencia ( $s$ ) y el número de trampas presentes en el diamante; se utilizó el método de levantamiento propuesto McKeever (1997) [24]. El método no requiere conocer el valor del factor de frecuencia ( $s$ ) y el orden de cinética ( $b$ ) porque se obtiene a partir del análisis de la región de levantamiento de la curva de brillo para cada temperatura máxima e intensidad máxima de los picos de la curva TL.

La Figura 3.13, muestra el análisis de los picos TL, de la temperatura  $T_{max}$  en función de  $T_{stop}$ , obteniendo tres picos ubicados 103, 243 y 340 °C que corresponden a una cinética de primer orden es decir que los electrones liberados por estímulo calórico se trasladan de la trampa a la banda de conducción y estos posteriormente se recombinan inmediatamente con un hueco emitiendo un fotón. Por tanto, el re-atrapamiento de los portadores de carga es insignificante durante el proceso de calentamiento de la muestra de diamante para estos tres picos.

### 3.2 Análisis de la curva de brillo TL

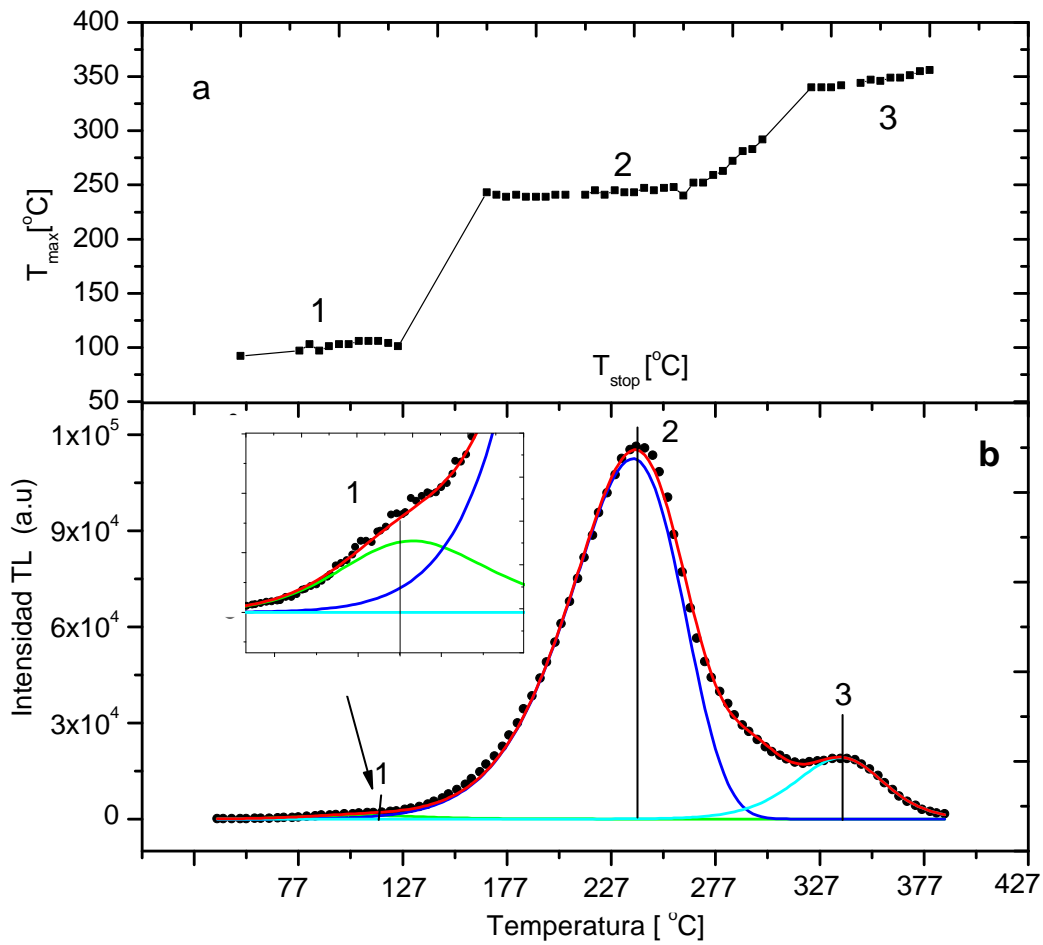


Figura 3.13. Análisis de la curva de brillo TL por el método de McKeever posterior a una irradiación con 1.87 Gy.

En cuanto al gráfico del  $\ln(I)$  en función de  $(1/T)$  se obtiene una recta, y la dependencia de la temperatura máxima para cada pico, y del término  $(-E/K.T_{max})$  puede obtener la pendiente de  $E$  como valor de la energía de activación.

Las Figuras 3.14, 3.15 y 3.16 representan los resultados obtenidos por el método de McKeever para el diamante HPHT tipo Ib expuesto a una dosis de 1.87 Gy. El cálculo se consideró solamente para la parte correspondiente a las regiones de subida de la intensidad de tipo exponencial de cada pico en la curva de brillo.

### 3.2 Análisis de la curva de brillo TL

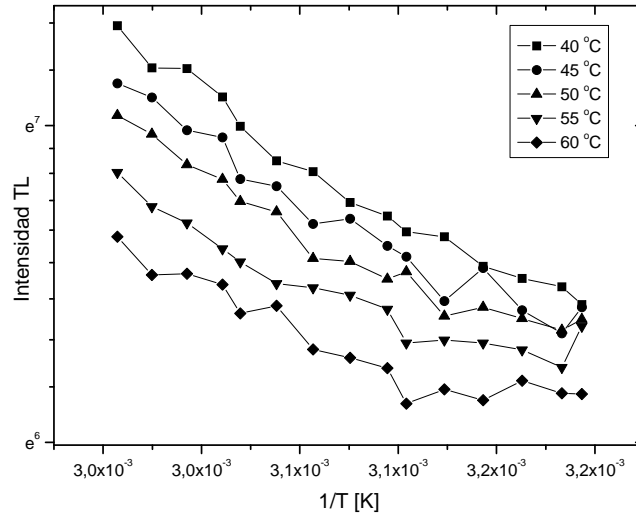


Figura 3.14. Comportamiento de la intensidad de TL en función de la temperatura de desatrapamiento para el primer pico de la curva de brillo, de la pendiente para cada temperatura se obtiene la energía de activación.

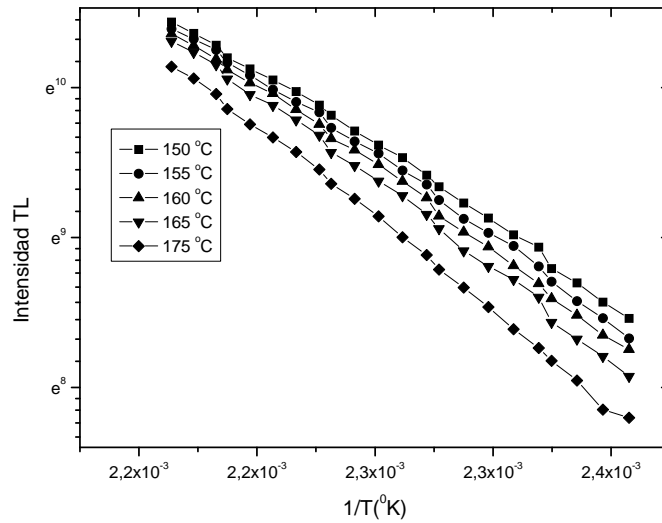


Figura 3.15. Comportamiento de la intensidad de TL en función de la temperatura de desatrapamiento para el segundo pico de la curva de brillo, de la pendiente para cada temperatura se obtiene la energía de activación.

### 3.2 Análisis de la curva de brillo TL

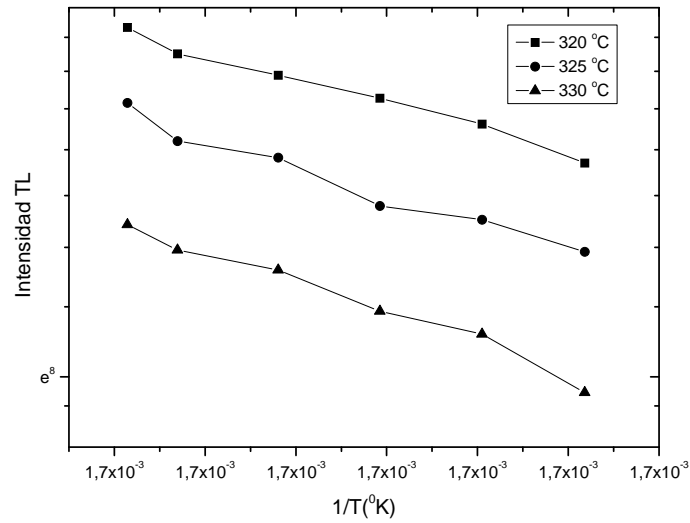


Figura 3-16. Comportamiento de la intensidad de TL en función de la temperatura de desatrapamiento para el tercer pico de la curva de brillo, de la pendiente para cada temperatura se obtiene la energía de activación.

Los valores de la energía de activación y factor de frecuencia calculados mediante el método de mckeever, obteniendo para el primer pico a 103 °C una energía de activación 0.243 eV y un factor de frecuencia en la cristalina  $4.86 \times 10^6$  (1/s) que correspondería ~ 23 % de la señal TL, para el segundo pico a 243 °C corresponde a una energía de activación de 0.965 eV y frecuencia  $3.62 \times 10^{14}$  (1/s) que corresponde al ~49% de la señal TL, en cuanto al ~28% para el tercer pico a 340 °C su energía de activación es 1.20 eV y frecuencia  $7.1 \times 10^{13}$  (1/s).

los resultados obtenidos del factor de frecuencia energía de activación se aproximan con un artículo publicado [31]; donde se obtiene los cálculos por el método de deconvolución de la curva de brillo o TL, para diamante sintético dopado con níquel.

## 4 Conclusiones

El desarrollo del presente trabajo nos permitió llegar a las siguientes conclusiones:

- Las propiedades termoluminiscentes y de luminiscencia ópticamente estimulada en el diamante HPHT tipo Ib muestra que la curva de brillo obtenida a una dosis de 5.616 Gy, presenta tres picos . El primero es el más superficial con una energía de activación de 0.243 eV que es el responsable de la fosforescencia a temperatura ambiente o del Afterglow. Los dos siguientes picos con una energía de activación de 0.965 y 1.20 eV se ajustan a cinéticas de primer y segundo orden.
- Las bandas de energía o trampas fueron estudiadas con los modelos de cinéticas primer, segundo y de orden general, que permiten caracterizar que los procesos de adsorción y recombinación de los portadores de carga dependen principalmente de la radiación aplicada, la temperatura y de las clases de impurezas que posee el diamante HPHT tipo Ib como son el nitrógeno y el níquel.
- La tecnica de la OSL determinan que la foto-ionización de la sección transversal de las trampas del diamante, no logran ser desalojadas totalmente por estimulación óptica, donde la lectura termoluminiscente posterior a la OSL registra la presencia del pico ubicado a 360 °C . Sin embargo si garantiza el registro dosimétrico para trampas ubicadas a 103,y 243 °C.
- Los resultaos obtenidos de Afterglow y de OSL manifiesta la no utilización de estimulación térmica en la muestra para la recombinación radiactiva, donde es posible en pensar en un arreglo experimental en el que las muestras se acoplen a fibras ópticas para obtener mediciones dosimétricas en tiempo real, indicando la ventaja de utilizar estas dos técnicas en comparación con las desventajas que presenta la TL.
- Se obtiene que las propiedades dosimétricas del diamante HPHT, para los espectros de AG, OSL y TL, tiene una linealidad con la dosis de 0-5 Gy, una reproducibilidad en las señales con un desviación en la medida del 5 % y un desvanecimiento de la señal para la trampa ubicada muy cerca de la banda de conducción, pero una estabilidad para las dos siguientes trampas con un perdida de la señal tan solo del 1 %.



- En particular, la técnica de OSL tiene una gran ventaja en la reutilización del diamante como dosímetro en comparación a la TL.
- El diamante se muestra idóneo para avanzar en las prácticas y medidas dosimétricas en radioterapia, radio-diagnóstico y en mediciones de dosimetría en in situ, in vivo y tiempo real.

# Bibliografía

- [1] Preciado-Flores S., Melendrez R., Chernov V., Soto-Puebla D., Pedroza-Montero, M., Barboza-Flores M. Thermal annealing effects on the TL response of beta-irradiated HPHT Ib type synthetic diamond. *Physica Status Solidi A: Applications and Materials Science*, 2007, p. 3041-3046.
- [2] Mamford J. W., Apátiga L. M., Golzarri J. L., Castaño V. M. Stability of Polycrystalline Diamond Films and UV Thermoluminescent Dosimeters, *Materials Letters*, 1998, p. 330-333 (1998).
- [3] Chen R and Kirsh Y. *Analysis of thermally stimulated processes*. Vol 15, Pergamon Press, Oxford, 1981.
- [4] Yukihiro E. G. and Stephen W. S. *Optically Stimulated Luminescence*. Edition first, John Wiley & Sons, 2011.
- [5] Angelis C, Bucciolini M., Viscomi D., Marczewska B., Onoria S. Characterization of a HPHT diamond detector for clinical applications. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 2010, p. 576-579.
- [6] Melendrez R., Schreck M., Chernov V., Preciado S., Pedroza M., Barboza M. Afterglow and thermoluminescence properties in HPHT diamond crystals under beta irradiation. *Physica Status Solidi A: Applications and Materials Science*, 2012, p. 3167-3172.
- [7] Zaitsev A. Z. *Optical Properties of Diamond*. Springer, Germany, 2000.
- [8] Kittel C. *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley & Sons, New York, USA, 1996.
- [9] Jacob F. *Tesis Fundamental Studies on the Deposition and Characterisation of Novel Diamond-like Materials*. University of Bristol, September 2006.
- [10] Ramirez C. Uned. [http://www.uned.es/cristamine/min\\_desc/clases/nativos.htm](http://www.uned.es/cristamine/min_desc/clases/nativos.htm).
- [11] Christopher M., Breeding and James E., Shigley. *The "type" classification system of diamonds and its importance in gemology*. *Gems & Gemology*, 2009.
- [12] Pace E., Vinattieri A., Pini A., Bogani F., Santoro M., Messina G., Santagelo S. & Santo E. Structural and functional characterization of HPHT diamond crystals used in photoconductive devices. *Physica Status Solidi*, 2000.

- [13] Liang Z., Jia X., Ma H. A., Zang C.Y., Zhu P.W., Guan Q.F., Kanda H. Synthesis of HPHT diamond containing high concentrations of nitrogen impurities using  $\text{NaN}_3$  as dopant in metal-carbon system. *Diamond y Related Materials*, 2005, p. 1932 – 1935.
- [14] Alan T., Hisao K., Hiroshi K. Colour changes produced in natural brown diamonds by high-pressure, high-temperature treatment. *Diamond and Related Materials*, 2000, p.113-122.
- [15] Pereira R., Gehlhoff W., Sobolev N. A., Neves A. J., Bimberg D. Photo-EPR studies on the AB3 and AB4 nickel-related defects in diamond. *Physica B*, 2001, p. 308-310.
- [16] Betchworth A., Earley. Optical absorption and luminescence in diamond. The Institute of Physics, UniversitC Paris, 1979.
- [17] Sittas G., Kanda H., Kiflawi I., Spear P. M. Growth and characterization of Si-doped diamond single crystals grown by the HTHP method. *Diamond and Related Materials*, 1996, p. 866-869.
- [18] Ueda K., Kasu M. High-pressure and high-temperature annealing effects of boron-implanted diamond. *Diamond and Related Materials*, 2008, p.502–505.
- [19] Weerdt F., Collins A. T. Determination of the C defect concentration in HPHT annealed type IaA diamonds from UV–VIS absorption spectra. *Diamond and Related Materials*, 2008, 171-173.
- [20] Bos A. J. Theory of thermoluminescence. *Radiation Measurements*, 2007, p.45–56.
- [21] Acuña G., Luz S. Tesis, Propiedades termoluminiscentes y dosimétricas de películas de diamante crecidas por el método de depósito de vapor químico expuestas a radiación gamma. Universidad de Sonora, 2012.
- [22] Florez P. Luz S. Tesis, Características dosimétricas de diamantes crecidos por los métodos HPHT y CVD previamente expuestas a partículas beta y ultravioleta. Universidad de Sonora, 2010.
- [23] Halperin A. and Chen R. Thermoluminescence of Semiconducting Diamonds. *Physica Review*, 1966, p. 2.
- [24] Kristianpoller N., Weiss D. and Chen R. Irradiation effects in semiconducting diamonds. *Physica B*, 2001, p. 612-615.
- [25] Claudio Furetta, Handbook of thermoluminescence. Edition first, World Scientific Publishing, 2013.
- [26] Mckeever S.W.S. Thermoluminescence of solids. Cambridge university press, New York,1985.
- [27] Oberhofer M. and Scharmann A. Techniques and Management of Personnel Thermoluminescence Dosimetry Services. Kluwer academic publishers,1993.
- [28] Mckeever S.W.S. and Chen R. Theory thermoluminescence and related phenomena. World scientific, 1997.

- [29] Bøtter-Jensen L. Guide to Riso the Riso TL/OSL Reader. Riso National Laboratory, Denmark, 2008.
- [30] Meléndrez R., Schreck M., Chernov V., Preciado-Flores S., Pedroza-Montero M., and Barboza-Flores M. Afterglow, TL and IRSL in beta-irradiated HPHT type Ib synthetic diamond. *Physica Status Solidi*, 2006, p. 3167–3172.
- [31] Benabdesselam M., Iacconi P., Briand D., and Berkane-Krachai A. Thermoluminescence of nickel-doped synthetic diamond crystals. *Journal of Applied Physics*, 2000, p. 8.
- [32] Chernov V., Meléndrez R., Gastélum S., Pedroza-Montero M., Piters T., Preciado-Flores S., and Barboza-Flores M. Afterglow and thermoluminescence properties in HPHT diamond crystals under beta irradiation. *Physica Status Solidi*, 2013, p. 1-7.
- [33] Lansley S. P., Betzel G. T., Baluti F., Reinisch L., Meyer J. Synthetic diamond X-ray dosimeter for radiotherapy. *Solids and Structures*, 2011, p. 1658-1661.
- [34] Marczewska B., Kuprinyanov I., Palyonov Yu., Nowak T., Olko P., Rebisz M., Waligórska M. A study of radiation dosimeters based on synthetic HPHT diamond. *Diamond and related materials*, 2007, p.191-195.
- [35] Kortov V. Materials for thermoluminescent dosimetry. Current status and future trends, 2007. p. 576-581.
- [36] Azorín N., Juan. Estudio de las propiedades termoluminiscentes y ópticas de los principales materiales dosimétricos. Tesis Doctoral ,Universidad Autónoma Metropolitana, México, D.F. 1993.