

INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

**CENTRO DE INVESTIGACION EN CIENCIA
APLICADA Y TECNOLOGIA AVANZADA**

POSGRADO EN TECNOLOGIA AVANZADA

Obtención y Caracterización Óptica y
Estructural de Polvos Luminiscentes de
 $Tm^{3+}:Y_2O_3$

T E S I S
PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN TECNOLOGIA AVANZADA
P R E S E N T A

JOSÉ ANTONIO LUNA GUZMÁN

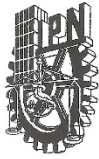
Directores:

Dr. Gilberto Alarcón Flores

Dr. Miguel Angel Aguilar Frutis



México, D. F.



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México siendo las 16:00 horas del día 05 del mes de Diciembre del 2014 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de CICATA-Legaria para examinar la tesis titulada:

Obtención y caracterización óptica y estructural de polvos luminiscentes de Tm³⁺:Y₂O₃

Presentada por el alumno:

Luna	Guzmán	José Antonio							
Apellido paterno	Apellido materno	Nombre(s)							
		Con registro:	B	1	2	0	5	2	0

aspirante de:

Maestría en Tecnología Avanzada

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISIÓN REVISORA

Directores de tesis

Dr. Gilberto Alarcón Flores

Dr. Miguel Angel Aguilar Frutis

Dr. José Guzmán Mendoza

Dr. Teodoro Rivera Montalvo

Dr. Manuel García Hipólito

PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES

Dr. José Antonio Calderón Arenas



CICATA - I.P.N. U. LEGARIA
Centro de Investigación en Ciencia
Aplicada y Tecnología Avanzada
del Instituto Politécnico Nacional



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México, D.F. el día 5 del mes de Diciembre del año 2014, el (la) que suscribe José Antonio Luna Guzmán alumno(a) del Programa de Maestría en Tecnología Avanzada, con número de registro B120520, adscrito(a) al CICATA Unidad Legaríá, manifiesto(a) que es el (la) autor(a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del (de la, de los) Doctores: Gilberto Alarcón Flores y Miguel Angel Aguilar Frutis y cede los derechos del trabajo titulado Obtención y caracterización óptica y estructural de polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del (de la) autor(a) y/o director(es) del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a las siguientes direcciones luga880924@hotmail.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.



José Antonio Luna Guzmán

Dedicatoria

A mi madre por haberme dado la oportunidad de compartir este mundo con ella, por haberme guiado e instruido a lo largo de este viaje, que es la vida

A mi padre, por ser mi mejor amigo y aconsejarme en todo momento de mi vida, aquel que ha sido un padre, maestro y amigo.

A mis hermanos por compartir todos los momentos más grandes de mi vida, apoyado en todo momento.

A mis amigos por haberme apoyado en los buenos y malos momentos

A todos ellos. Muchas Gracias

Agradecimientos.

Al Instituto Politécnico Nacional (IPN) y al Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada (CICATA - Unidad Legaríá) por darme la oportunidad de continuar con mi formación académica.

A los asesores de esta tesis Gilberto Alarcón Flores y Miguel Ángel Aguilar Frutis, por todo su apoyo, dedicación y amistad. Para llevar a cabo este proyecto de investigación.

Al Dr. Ciro Falcony Guajardo (CINVESTAV-IPN) por el apoyo que me brindo en la utilización de los equipos para la caracterización fotoluminiscente, y cátodoluminiscente.

Al Dr. José Guzmán Mendoza por sus consejos, revisión y sugerencias para el desarrollo de éste trabajo.

A todos los profesores del CICATA-IPN por compartir sus conocimientos para mi formación académica.

Alicia López Torres por su gran disposición y apoyo en las actividades del laboratorio.

Al personal de servicios administrativos, en especial A Leticia Cardona, Laura Vega, Pablo Méndez Ortiz y Andrés Bautista por su gran disposición y atención que me han brindado en esta estancia.

A CONACyT y SIP-IPN por el financiamiento en este proyecto a través de CB/2009-129227, SIP-IPN-20121399, SIP-20130236.

Tabla de contenido

Relación de Figuras y Tablas.	I
Resumen	IV
Abstract	V
Antecedentes y justificación	VI
Objetivo General	VII
Objetivos Particulares	VII
Capítulo 1 Fundamentos Teóricos	1
Aspectos fundamentales de la luminiscencia	1
Teoría de Bandas	2
Absorción y emisión de la energía en los centros de los activadores	3
Diagrama de la Coordenada Configuracional	4
Probabilidad de transición y reglas de selección	8
Efecto del campo cristalino	11
Centros de color	12
Términos espectroscópicos	13
Diagrama de Dieke	15
Principales aplicaciones de los materiales luminiscentes	16
Oxido de itrio (Y_2O_3)	17
Usos y Aplicaciones del óxido de itrio	17
Tierras Raras	18
Tulio y sus principales aplicaciones	19
Capítulo 2 Técnicas Instrumentales	20
Técnicas de preparación de Materiales	20
Técnica de Evaporación de solvente	20
Técnicas empleadas para la caracterización de Materiales	24
Espectroscopía de Fotoluminiscencia	24
Espectroscopía de Cátodoluminiscencia.	25

Difracción de Rayos X (DRX) _____	26
Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) _____	27
Espectroscopía por dispersión de energía (EDS)._____	28
Capítulo 3 Descripción Experimental_____	29
Equipo usado para la caracterización óptica y estructural _____	29
Síntesis de polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$. _____	30
Reactivos y solventes _____	30
Metodología_____	33
Técnica de evaporación de solvente _____	33
Capítulo 4 Resultados y discusión. _____	35
Análisis de las micrografías obtenidas por MEB utilizando como precursor el Cloruro de Tulio. _____	35
Morfología superficial mediante MEB a diferentes temperaturas de síntesis. _____	35
Espectroscopía de energía Dispersada (EDS), utilizando como precursor el Cloruro de Tulio. _____	38
Resultados de EDS a diferentes concentraciones de la impureza. _____	39
Resultados de EDS a diferentes temperaturas de síntesis _____	41
Difracción de rayos X, utilizando como precursor el Cloruro de Tulio. _____	43
Resultados de DRX a diferentes temperaturas de síntesis. _____	43
Fotoluminiscencia, utilizando como precursor el Cloruro de Tulio. _____	46
Espectro de Excitación. _____	46
Espectro de Emisión. _____	48
Espectros de emisión Fotoluminiscentes variando la concentración del impurificante. _____	50
Espectros de emisión Fotoluminiscentes variando la temperatura de síntesis. _____	51
Cátodoluminiscencia, utilizando como precursor el Cloruro de Tulio. _____	53
Espectros de emisión Cátodoluminiscente variando voltaje de aceleración _____	53
Espectro de emisión Cátodoluminiscente variando concentración del impurificante. _____	55

Análisis de las micrografías obtenidas por MEB, utilizando como precursor el Nitrato de Tulio. _____	56
Morfología superficial mediante MEB a diferentes temperaturas de síntesis. _____	56
Resultados de EDS a diferentes concentraciones de la impureza utilizando Nitrato de Tulio. _____	57
Difracción de rayos X, utilizando como precursor el Nitrato de Tulio. _____	58
Resultados de DRX a diferentes temperaturas de síntesis. _____	58
Fotoluminiscencia, utilizando como precursor el Nitrato de Tulio. _____	60
Espectro de Excitación. _____	60
Espectro de Emisión. _____	61
Espectros de emisión Fotoluminiscentes variando la concentración del impurificante. _____	62
Espectros de emisión Fotoluminiscente variando la temperatura de síntesis. _____	63
Cátodoluminiscencia, utilizando como precursor el Nitrato de Tulio. _____	64
Espectros de emisión Cátodoluminiscente variando voltaje de aceleración _____	64
Conclusiones _____	65
Investigación a Futuro. _____	66
Bibliografía _____	67
Anexos _____	70
Diagrama de Dieke _____	70
Productos de este trabajo. _____	71

Relación de Figuras y Tablas.

Figuras

Figura 1 Diagrama de interacción de energías ubicando la distancia r entre dos iones	4
Figura 2 Diagrama de un sistema vibracional simétrico.	5
Figura 3 Diagrama de la coordenada configuracional.	6
Figura 4 Diagrama del a coordenada configuracional para una impureza en estado fundamental y excitado en una red cristalina.	7
Figura 5 Diagrama de procesos radiativos: (a) absorción; se absorbe un fotón incidente; (b) emisión espontánea; se produce un fotón; (c) emisión estimulada bajo la acción de un fotón incidente.	10
Figura 6 Representación del centro F como una vacancia de ión negativo con un exceso de electrones rodeando a la vacancia. La distribución del exceso electrónico está concentrada en los iones metálicos positivos adyacentes al sitio vacante de la red cristalina	12
Figura 7. Diagrama para efectuar la técnica de evaporación por calentamiento.	22
Figura 8 Esquema del microscopio electrónico de barrido	27
Figura 9 Esquema del sistema de evaporación de solvente empleado.	34
Figura 10 Morfología superficial de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$, Imagen A(0.50a/o a una $T400^\circ C$), Imagen B(0.50a/o a una $T600^\circ C$).	35
Figura 11 Morfología superficial de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$, Imagen C(0.50a/o a una $T800^\circ C$) e Imagen D(0.50a/o a una $T1000^\circ C$)	36
Figura 12 Micrografía obtenida con una concentración del impurificante a 0.50 a/o Tm^{3+} y tratado térmicamente a b $400^\circ C$.	36
Figura 13 Micrografía obtenida con una concentración 0.50 a/o Tm^{3+} y tratado térmicamente a $600^\circ C$.	37
Figura 14 Micrografía obtenida con una concentración de 0.50 a/o Tm^{3+} y tratado térmicamente a $800^\circ C$.	37
Figura 15 Micrografía obtenida con una concentración de 0.50 a/o Tm^{3+} a una temperatura de $1000^\circ C$.	38
Figura 16 Porcentajes atómicos relativos de Oxígeno, Itrio y Tulio en polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ obtenidos por medio de EDS a 0.12, 0.25, 0.50 y 0.75 a/o tratados térmicamente a una temperatura de $1000^\circ C$	40
Figura 17 Razón atómica en función de la temperatura de los polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a una concentración de 0.50 a/o y variando la temperatura de tratamiento térmico.	42
Figura 18 Difractogramas de los polvos luminiscentes $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50 a/o) a diferentes temperaturas de síntesis utilizando como precursor Cloruro de Tulio.	43
Figura 19 Crecimiento de grano en función de la temperatura para polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$. Utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.	45
Figura 20 Espectro de excitación obtenido para los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50a/o) sintetizado a $1000^\circ C$. La longitud de onda de emisión fue fijada a $453nm$ utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.	47

<i>Figura 21 Espectro de emisión fotoluminiscente obtenido para el polvo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a una concentración de (0.5 a/o) tratado térmicamente a una temperatura de 1000°C. La longitud de onda de excitación se fijó en 362nm, este espectro se obtuvo utilizando como precursor el Cloruro de Tulio..</i>	48
<i>Figura 22 Fotografía del polvo luminiscente de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50 a/o) sintetizado a 1000°C, utilizando como precursor el Cloruro de Tulio, el cual emite fotones principalmente con longitud de onda de 453nm y que corresponde al color azul</i>	49
<i>Figura 23 Espectro de Intensidad de Emisión Fotoluminiscente de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ como función de la longitud de onda, ocupando como precursor Cloruro de Tulio.</i>	50
<i>Figura 24 Espectro de intensidad de Emisión Fotoluminiscente a diferentes temperaturas de síntesis para el polvo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a (0.50a/o), ocupando como precursor el Cloruro de Tulio, excitado con una longitud de onda de 362nm</i>	51
<i>Figura 25 Espectro de la intensidad Cátoluminiscente mostrando una banda centrada en 453nm cuando se varía el voltaje de aceleración de los electrones. Los polvos tienen un dopante de 0.50a/o de Tm^{+3}, fueron tratadas térmicamente a 1000°C y se empleó como precursor Cloruro de Tulio.</i>	53
<i>Figura 26 Espectro en el cual se muestra la intensidad Cátoluminiscente en función de la longitud de onda cuando se varía la concentración del activador (Tm^{+3}) en los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ tratadas térmicamente a una temperatura de 1000°C, utilizando como dopante el Cloruro de Tulio, con un voltaje de aceleración de 8kV.</i>	55
<i>Figura 27 Morfología superficial de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$, Imagen E (0.50a/o a una T400°C), Imagen F (0.50a/o a una T600°C), Imagen G (0.50a/o a una T800°C) e Imagen H(0.50a/o a una T1000°C), utilizando como precursor el Nitrato de Tulio.</i>	56
<i>Figura 28 Difractogramas de los polvos luminiscentes $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50 a/o) a diferentes temperaturas de síntesis, ocupando como precursor el Nitrato de Tulio.</i>	58
<i>Figura 29 Espectro de excitación obtenido para los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50a/o) sintetizado a 1000°C. La longitud de onda de emisión fue fijada a 453nm</i>	60
<i>Figura 30 Espectro de emisión fotoluminiscente obtenido para el polvo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a una concentración de (0.5 a/o) tratado térmicamente a una temperatura de 1000°C.Ocupando como precursor el Nitrato de Tulio. La longitud de onda de excitación se fijó en 212nm.</i>	61
<i>Figura 31 Espectro de Intensidad de emisión Fotoluminiscente de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ como función de la longitud de onda, ocupando como precursor el Nitrato de Itrio.</i>	62
<i>Figura 32 Espectro de intensidad de emisión fotoluminiscente, a diferentes temperaturas de síntesis para el polvo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a (0.50a/o), ocupando como precursor el Nitrato de Itrio, excitado con una longitud de onda de 212nm</i>	63
<i>Figura 33 Espectro de intensidad Cátoluminiscente de la banda centrada en 455nm cuando se varía el voltaje de aceleración de los electrones. Los polvos fueron impurificados al 0.50a/o de Tm^{+3}, fueron tratadas térmicamente a 1000°C. Empleando como precursor el Nitrato de Tulio.</i>	64

Tablas

<i>Tabla 1 Clasificación de procesos luminiscentes</i>	1
<i>Tabla 2 Propiedades Físicas y Químicas de Nitrato de Itrio.</i>	30
<i>Tabla 3 Propiedades Físicas y Químicas de Cloruro de Tulio (III)</i>	31
<i>Tabla 4 Propiedades Físicas y Químicas de Nitrato de Tulio (III).</i>	31
<i>Tabla 5 Propiedades físicas y químicas de metanol.</i>	32
<i>Tabla 6 Porcentajes atómicos relativos de oxígeno, itrio y tulio en polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ obtenidos por medio de EDS para diferentes concentraciones de Tm^{3+}. La temperatura de tratamiento térmico se mantuvo constante en 1000°C.</i>	39
<i>Tabla 7 Porcentajes atómicos relativos de Oxígeno, Itrio y Tulio en polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ obtenidos por medio de EDS a 400, 600, 800 y 1000°C. La concentración de Tm^{3+} en la solución precursora fue de 0.50 a/o.</i>	41
<i>Tabla 8 Relación de tamaño de cristal con respecto a la temperatura, calculado por la fórmula de Scherrer.</i>	44
<i>Tabla 9 Transiciones electrónicas de los picos más intensos.</i>	49
<i>Tabla 10 Porcentajes atómicos relativos de oxígeno, itrio y tulio en polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ obtenidos por medio de EDS para diferentes concentraciones de Tm^{3+}. La temperatura de tratamiento térmico se mantuvo constante en 1000°C. Cuando se aumenta la temperatura el porcentaje de itrio aumenta mientras que el oxígeno disminuye.</i>	57
<i>Tabla 11 Relación de tamaño de cristal con respecto a la temperatura, calculado por la fórmula de Scherrer.</i>	59

Resumen

En este trabajo de investigación se presentan resultados del estudio de las propiedades luminiscentes y estructurales de polvos de óxido de itrio (Y_2O_3) impurificados con el ion lantánido tulio trivalente (Tm^{3+}). Estos fueron obtenidos mediante la técnica de evaporación de solvente. Para la obtención de los polvos luminiscentes se utilizó el nitrato de itrio [$Y(NO_3)_3$] como material fuente para la formación de la red huésped de Y_2O_3 y el cloruro de tulio ($TmCl_3$) como impurificante de esta red. Las concentraciones de este último ($TmCl_3$) empleadas fueron de 0.00, 0.12, 0.25, 0.50, 0.75 y 1.0 a/o. Ambos reactivos precursores fueron disueltos en etanol (C_2H_6O) y evaporados a sequedad. Los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ una vez obtenidos fueron tratados térmicamente a diferentes temperaturas de 400, 600, 800 y $1000^\circ C$. La caracterización de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ fue llevado a cabo como función de sus propiedades luminiscentes, estructura cristalina, morfología superficial y composición química. En general las propiedades ópticas y estructurales fueron mejoradas cuando se incrementó la temperatura de síntesis.

Las técnicas de Fotoluminiscencia (FL) y Cátodoluminiscencia (CL) fueron empleadas para la caracterización óptica. Las cuales mostraron una banda ancha de emisión entre los 445 a 470nm. En ambos espectros de FL y CL, los picos más intensos se encuentra en longitudes de onda de 453, 462 y 465nm pertenecen a las transiciones $^1D_2 \rightarrow ^3F_4$.

Los Difractogramas de Rayos X (DRX), mostraron una estructura cúbica que pertenece al Y_2O_3 , con tamaño de cristal aproximado de 27nm.

Los espectros de Dispersión de Energía (EDS), mostraron la relación estequiométrica del Y_2O_3 , cercana a valor de 3/2 (O/Y). Las Micrografías de MEB mostraron conglomerados esféricos a partir de la temperatura de $600^\circ C$.

Abstract

In this work we show the results of the optical and structural properties of yttrium oxide powders (Y_2O_3) obtained by the solvent evaporation technique. We used as the source material of yttrium nitrate [$Y(NO_3)_3$] as a dopant and thulium chloride ($TmCl_3$) to obtain powders of Y_2O_3 . The different concentration used of $TmCl_3$ were 0.00a/o, 0.12 a/o, 0.25 a/o, 0.50 a/o, 0.75 a/o and 1.0 a/o. Then the powders of $Tm^{3+}:Y_2O_3$ were heat treated at different temperatures of 400° , 600° , 800° and 1000° C. In general the optical and structural properties were improved when the temperature is increased.

Photoluminescence techniques (FL), and Cathodoluminescence (CL) were used to the optical characterization. Which showed an emission band between 450nm to 500nm. In the spectra of FL and CL, the most intense peak is at wavelengths of 453, 462 and 465 nm and belonging to the $^1D_2 \rightarrow ^3F_4$ transition.

The X-ray diffractograms (DRX) showed a cubic structure belonging to Y_2O_3 , with crystal size around of 27nm. The Energy Dispersive Spectra (EDS), showed the stoichiometric ratio of Y_2O_3 , this value is near 3/2 (O/Y). MEB micrographs showed spherical clusters from the temperature of 600° C.

Antecedentes y justificación

En los últimos años se ha visto el crecimiento en el uso de nuevas tecnologías, así como mayor investigación e innovación. Todo esto ha conducido a un mayor desarrollo tecnológico y a un aprovechamiento óptimo del mismo.

Dentro de este desarrollo se encuentra la síntesis de nuevos materiales. La creación de nuevos materiales comprende una investigación multidisciplinaria en la que participan químicos, físicos, ingenieros, etc.

En este trabajo continuo de investigación de materiales se encuentran los materiales luminiscentes, los cuales son utilizados en distintos dispositivos como son: tableros luminosos de señalización, tableros de automóviles, pantallas de teléfonos móviles, pantallas de cristal líquido (LCD), tubos de rayos catódicos, detectores de rayos X, dosímetros, detectores de radiación UV, dispositivos electroluminiscentes, lámparas de iluminación, etc. [1-7].

Para estas aplicaciones es necesario obtener materiales que emitan en los tres colores primarios (azul, verde y rojo). Estos materiales deben de ser eficientes, resistir altas temperaturas, altas dosis de radiación y soportar atmósferas agresivas.

Uno de estos materiales prometedores es el Óxido de Itrio (Y_2O_3). Este material presenta características importantes para ser utilizado como matriz para alojar a iones trivalentes de la serie de los lantánidos, específicamente al Tulio. Este ion, así como otros más, son característicos por emitir en una cierta región del espectro visible.

Con la combinación de iones trivalentes incorporados en la matriz de Y_2O_3 se pretende hacer la mezcla de los tres colores primarios (Azul, Verde y Rojo), para dar como resultado la luz blanca.

Objetivo General

- Sintetizar polvos de óxido de itrio impurificados con Tulio ($\text{Tm}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$) por la técnica de evaporación del solvente a partir de precursores como nitrato de itrio y cloruro de tulio ($\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ y TmCl_3).
- Caracterizar los polvos sintetizados mediante técnicas convencionales para conocer sus propiedades ópticas, morfológicas y estructurales.

Objetivos Particulares

- Determinar la concentración óptima del ion impurificante en la matriz de Oxido de Itrio.
- Realizar la caracterización luminiscente de los polvos de $\text{Tm}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ mediante las técnicas de Fotoluminiscencia y Cátodoluminiscencia.
- Realizar la caracterización morfológica y estructural de los polvos mediante las técnicas de Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) y Difracción de Rayos X (DRX).
- Analizar la composición elemental de los polvos mediante Espectroscopia de Energía Dispersada (EDS).

Capítulo 1 Fundamentos Teóricos

Aspectos fundamentales de la luminiscencia

La luminiscencia es la emisión de luz por un material. Generalmente es debida a las transiciones electrónicas de átomos que componen el sistema emisor, el cual tiene que ser previamente excitado.

La luminiscencia es una forma de “luz fría” en la que la emisión de luz es provocada en condiciones de temperatura ambiente o a temperaturas bajas. La radiación luminosa es emitida por los átomos cuando sus electrones pasan de un estado excitado a un estado base, produciendo un fotón con la liberación de energía correspondiente a la diferencia entre ambos estados [7-12].

Muchos de los fenómenos de interés asociados con la emisión de luz de deben a transiciones electrónicas de las impurezas o iones alojados en los materiales que funcionan como matrices (aislantes y semiconductores).

La excitación de un electrón es causada por la absorción de una fuente externa como lo es un fotón, por otro electrón, por un campo eléctrico, etc. De esta forma, existen varias formas de generar el fenómeno luminiscente, de acuerdo a la fuente de excitación (Tabla 1).

Tipo de Luminiscencia	Fuente de excitación	Aplicación
Fotoluminiscencia	Fotones	Lámparas Fluorescentes
Cátodoluminiscencia	Electrones	Pantallas
Termoluminiscencia	Emisión de luz cuando se eleva su temperatura a un valor suficiente por debajo de su temperatura de incandescencia	Dosímetros termoluminiscentes

Tabla 1 Clasificación de procesos luminiscentes

En la Fotoluminiscencia, tras la absorción de energía electromagnética, un electrón puede ser excitado a estados cuánticos de mayor energía. El electrón excitado puede entonces regresar o relajarse a un estado de menor energía, emitiendo un fotón.

En la Cátodoluminiscencia, un haz de electrones de alta energía es utilizado para excitar a los electrones del sólido a niveles cuánticos superiores. El electrón excitado puede entonces regresar o relajarse a un estado de menor energía, emitiendo un fotón.

La emisión de luz en los procesos luminiscentes tienen lugar a un tiempo característico (τ) después de la absorción de la radiación y es este parámetro el que permite subdividir estos proceso en:

Fluorescencia si $\tau < 10^{-8}$ s, tiempo entre excitación y emisión. La fluorescencia cesa tan pronto como la fuente de excitación es removida.

Fosforescencia si $\tau > 10^{-8}$ s, este proceso puede continuar un largo lapso de tiempo después de que la fuente de excitación es removida.

Teoría de Bandas

Para poder describir esta teoría se considera a un grupo de N átomos idénticos y aislados. Imaginemos que los acercamos gradualmente, cuanto más pequeño sea la separación entre átomos, los niveles de energía asociados con estos átomos empezaran a traslaparse.

Si ahora consideramos que en un sólido N es del orden de 10^{23} , se podrá ver que los niveles de cada conjunto en el sólido se encuentran tan próximos en energía que prácticamente forman una banda continua [12-15].

Las bandas permitidas son aquellas bandas continuas de niveles de energía electrónicos que se encuentran separadas entre sí por brechas, las cuales son denominadas bandas prohibidas, donde no existen niveles de energía electrónicos.

La banda más externa que no esté completamente llena se le denomina banda de valencia. La banda inmediatamente superior a esta se denomina banda de conducción [16, 17].

La teoría de bandas permite explicar las diferencias que existen entre los metales, semiconductores y aislantes.

Absorción y emisión de la energía en los centros de los activadores

Los materiales luminiscentes generalmente requieren de una estructura cristalina huésped o matriz la cual es impurificada con una pequeña cantidad de un activador. Algunas veces se introduce en el material impurificado un segundo tipo de impureza que actúa como sensibilizador. Los activadores son átomos que se añaden a la red cristalina huésped en forma de impurezas, las pequeñas cantidades de activadores en la red cristalina huésped juegan un papel muy importante en las propiedades ópticas del material, debido a que el fenómeno luminiscente es generado por la presencia del activador [8].

El fenómeno de la luminiscencia involucra dos etapas: la excitación de los niveles electrónicos del activador o impureza y la subsecuente emisión de los fotones. Estas etapas pueden o no estar separadas por procesos intermedios. El retorno del estado excitado al nivel base puede ser radiativo o no radiativo.

La emisión de luz depende de la estructura del material, la interacción atómica asociada con los centros luminiscentes y la red huésped [18].

Diagrama de la Coordenada Configuracional

Para el caso de los enlaces iónicos, la posición de equilibrio está dada por la interacción de las fuerzas atractivas (esto es debido a la diferencia de carga de los iones), y las fuerzas repulsivas (debido a la repulsión de cargas entre las nubes electrónicas de cada ion). La sumatoria de estas fuerzas da como resultado una curva característica que relaciona la energía de interacción con la distancia entre las partículas, dando como resultado una distancia de máximo acercamiento r_a y una distancia de equilibrio r_0 , en torno a la cual se mantendrán vibrando los iones (ver Fig. 1).

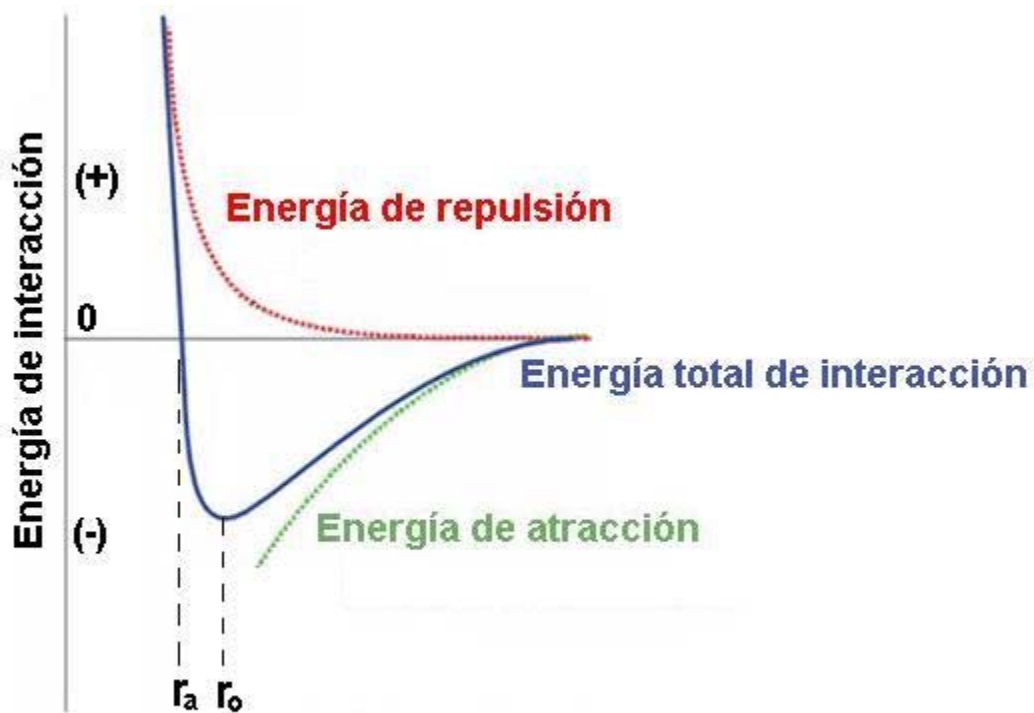


Figura 1 Diagrama de interacción de energías ubicando la distancia r entre dos iones

Un acercamiento para el estudio de la oscilación de los iones en torno a su punto de equilibrio es considerar un sistema masa-resorte, con lo cual es posible emplear la ley de Hooke, de forma que la energía es una función cuadrática del desplazamiento, dando como resultado una forma parabólica al graficarla, tal como la parte cercana a la gráfica de la interacción de las fuerzas involucradas en torno a la posición de equilibrio.

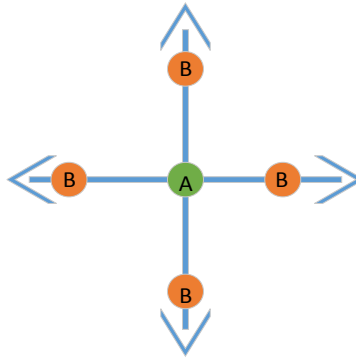


Figura 2 Diagrama de un sistema vibracional simétrico.

El modelo de la coordenada configuracional (CC) fue propuesto por Von Hippel en 1936. Éste permite describir cualitativamente los espectros de absorción y emisión del proceso luminiscente mediante un diagrama en el cual se representan las curvas de energía potencial para el estado base y excitado del centro luminiscente en función de una coordenada configuracional. La cual, frecuentemente, es la distancia internuclear que describe los modos de vibración del centro luminiscente involucrado.

Este modelo está basado en dos aproximaciones; la primera aproximación es debido a Born y Oppenheimer (1927), denominada aproximación adiabática. La cual establece que como los núcleos atómicos son más pesados que los electrones de valencia, éstos últimos se mueven 10^3 veces más rápido, en la misma escala de tiempo en la que se mueven los núcleos, con lo que las transiciones electrónicas tiene lugar cuando el núcleo tiene una posición prácticamente fija, de forma tal que el electrón se mueve sin percibir ningún cambio en la posición del núcleo. El modelo de CC considera que el ion A se encuentra acoplado a la red vibracional, con lo que los iones que lo rodean vibran alrededor de este, distorsionando los estados

electrónicos del ion A, ahora bien, si consideramos que este se encuentra en reposo, y que los iones circundantes se mueven en fase, es decir que se acercan y alejan al mismo tiempo, esto dará como resultado un sistema simétrico.

El diagrama de coordenada configuracional para este modo se reduce a una gráfica de la energía E , contra la distancia de ligadura r_0 , ya que r_1 es el parámetro estructural que se modifica durante las vibraciones.

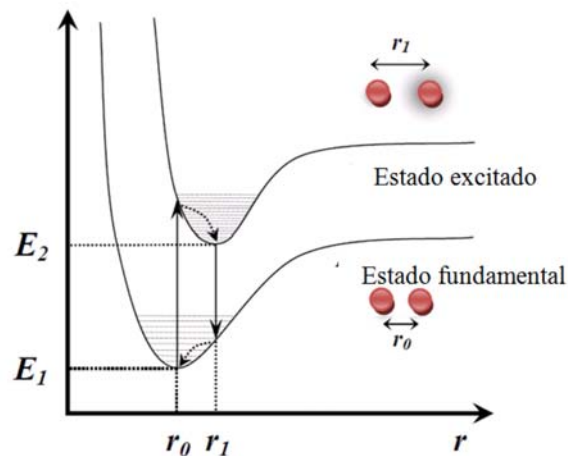


Figura 3 Diagrama de la coordenada configuracional.

En la figura 3, r_0 es la separación de los núcleos del estado fundamental. Un ejemplo es para la molécula de H_2 cuyo valor de $r_0 = 0.074\text{nm}$. El valor del estado excitado $r_1 = 0.13$. Por lo anterior se puede decir que en el estado fundamental ambos átomos tienen el mismo radio, pero en el estado excitado uno de ellos tiene radio mayor. Este modelo puede emplearse para explicar las transiciones electrónicas de las impurezas atómicas en redes cristalinas. En la imagen siguiente se muestra el diagrama de las curvas de energía potencial de los centros ópticamente activos en función de la Coordenada Configuracional.

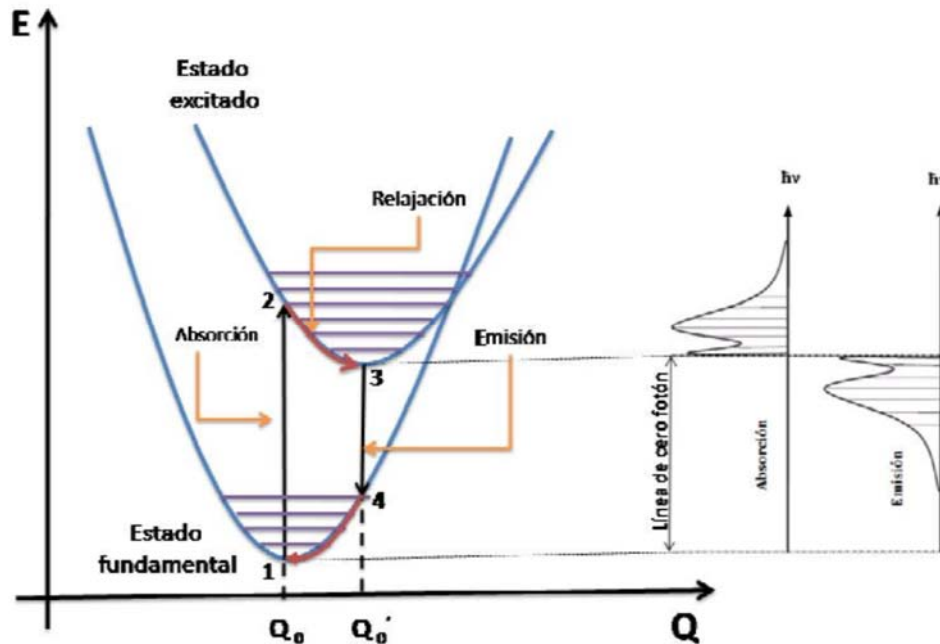


Figura 4 Diagrama del a coordenada configuracional para una impureza en estado fundamental y excitado en una red cristalina.

En la Figura 4 observamos el punto inicial **1**, es la posición de equilibrio para el estado básico del centro luminiscente, si este absorbe energía, pasará al estado excitado en la posición **2**. La transición **1**→**2** es dibujada con una línea vertical apuntando hacia arriba. Después de que el centro ha alcanzado el estado **2**, se relaja hacia la posición de equilibrio representada por **3** y cede su exceso de energía en forma vibracional a la red. Una vez que el centro ha alcanzado la posición de equilibrio **3** en el estado excitado, puede regresar al estado fundamental en la posición **4** por medio de la emisión de energía electromagnética (luz). En **4**, el centro se relaja hacia la posición de equilibrio **1** y cede de nuevo su energía en forma fonónica [19].

Probabilidad de transición y reglas de selección

Supongamos que del estado i al estado f hay una probabilidad de transición por unidad de tiempo, T_{if} , que podemos calcular de acuerdo a la mecánica cuántica y a las interacciones responsables de que ocurra la transición. A mayor T_{if} , mayor es la probabilidad de que la transición ocurra. Si $T_{if} = 0$, la transición es imposible o prohibida. Este resultado implica que no todas las transiciones que satisfacen la ecuación de Bohr $\nu = \frac{(E' - E)}{h}$, son posibles, porque además de la conservación de la energía, entran otras consideraciones en el proceso. Por ejemplo, debe conservarse el momento angular. También, debido a la simetría espacial del sistema (paridad de las funciones de onda), puede no ser posible para la función de onda del estado inicial, experimentar un ajuste de modo que se transforme en la función de onda del estado final por medio de un proceso radiativo apropiado.

Esta limitación de las transiciones posibles da lugar a las reglas de selección. Estas reglas se establecen cuáles son las posiciones más probables permitidas, esto es aquellas para las cuales las probabilidades de transición tienen valores grandes.

Durante una transición electromagnética, el sistema puede comportarse como un multipolo eléctrico o magnético oscilante y por lo tanto tenemos transiciones dipolares, cuadrupolares, etc., eléctricas y magnéticas, cada una de ellas caracterizadas por su probabilidad de transición propias y por la regla selección.

Las transiciones más probables son la dipolar eléctrica, seguido de la dipolar magnética y la cuadrupolar eléctrica.

Las transiciones multipolares de orden superior tienen probabilidades de transición muy pequeñas y son en general ignoradas, excepto en algunos casos especiales en los núcleos. Las transiciones para las cuales la probabilidad de transición dipolar eléctrica no es cero se denomina permitida de primer orden.

Cuando la probabilidad dipolar eléctrica es cero, la transición se llama prohibida de primer orden, a pesar de que tal transición puede todavía ocurrir como una

transición dipolar magnética o cuadrupolar eléctrica (o una transición multipolar) aunque con una rapidez mucho menor. Por ejemplo la probabilidad de transición dipolar eléctrica de un oscilador armónico es diferente de cero solo si $\Delta n = \pm 1$, donde $\Delta n = n_f - n_i$ que da la regla de selección para la transición es permitida de primer orden del oscilador. Esto significa que estas transiciones van desde un estado vecino a otro, esto es, desde un estado a otro cuyo número cuántico difiere en ± 1 . De este modo la energía absorbida ($\Delta n = +1$) o emitida ($\Delta n = -1$) en una transición es:

$$|E_f - E_i| = \hbar\omega = h\nu$$

Donde ν es la frecuencia del oscilador armónico. Comparando la ecuación anterior con la ecuación de Bohr, vemos que el oscilador armónico puede emitir o absorber radiación de una sola frecuencia: aquella que es igual a la suma propia (la frecuencia clásico de oscilación) y así su espectro queda limitado en una sola frecuencia.

Cuando un sistema está en un estado excitado permanecerá en este estado solo un cierto intervalo de tiempo debido a la probabilidad de que salte a un nivel de energía inferior.

Los tiempos de duración para las transiciones atómicas y moleculares permitidas son del orden de 10^{-8} s mientras que la duración para las transiciones nucleares y van desde 10^{-8} s a 10^{-14} s.

Aún que puede haber transiciones en las cuales un sistema en un estado excitado emite espontáneamente energía pasando a un estado de menor energía, para que un sistema absorba energía es necesario que intervenga una acción externa.

Si el sistema esta originalmente en un estado excitado, esta acción externa puede también inducir emisión de energía en adición a la emisión espontanea, como resultado de la perturbación producida en el sistema. Esto se denomina emisión estimulada y es muy importante en diversos casos [20].

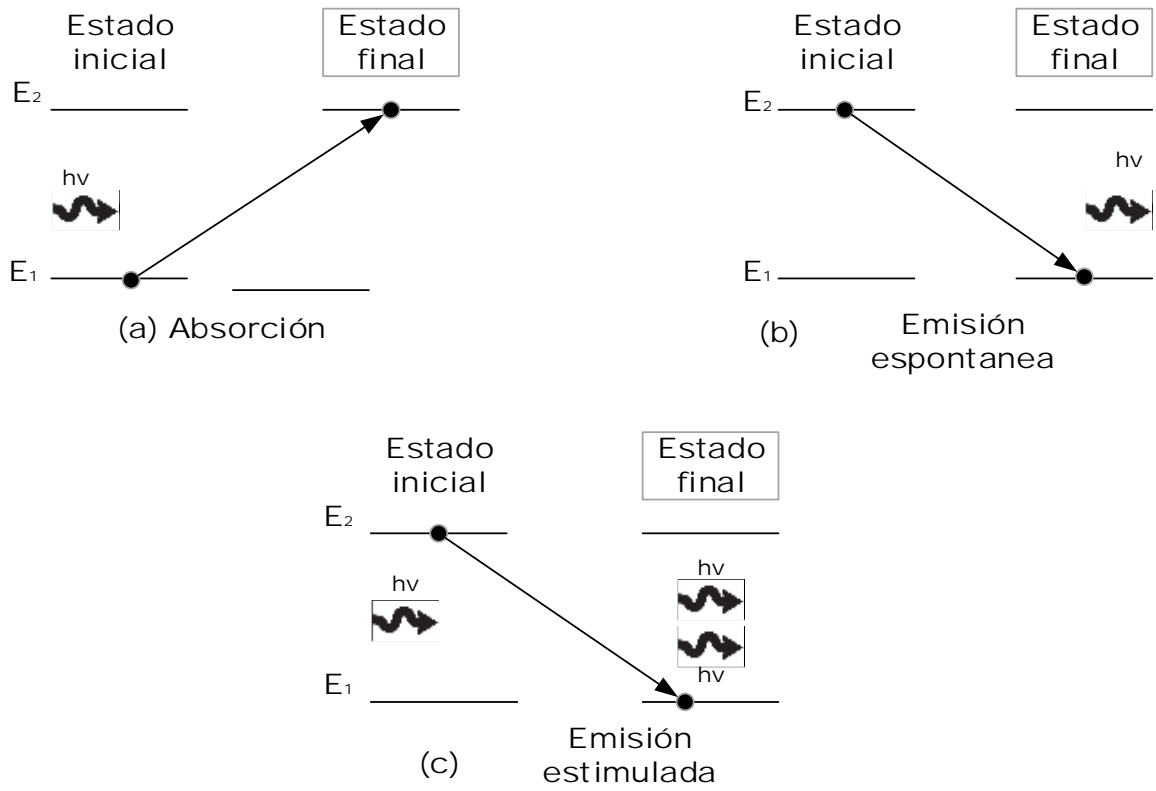


Figura 5 Diagrama de procesos radiativos: (a) absorción; se absorbe un fotón incidente; (b) emisión espontánea; se produce un fotón; (c) emisión estimulada bajo la acción de un fotón incidente.

Efecto del campo cristalino

Las propiedades ópticas de los iones libres en fase gaseosa están caracterizadas por líneas de absorción y emisión delgadas con longitudes de onda determinadas por sus niveles de energía discretos. Cuando el mismo ion se encuentra como impureza dentro de una estructura cristalina las propiedades ópticas son modificadas por las interacciones con el cristal. Si la interacción es débil, entonces en el espectro de absorción y emisión aparecerán líneas delgadas ligeramente desplazadas a otras frecuencias y se podrán apreciar en algunos casos ciertas degeneraciones en los niveles electrónicos. Pero, si la interacción es fuerte, la frecuencia de las transiciones de los niveles electrónicos del ion puede ser muy diferente a la del ion aislado y por lo tanto se obtienen bandas muy anchas en los espectros de absorción y emisión [20].

De manera general, se puede considerar que el campo cristalino tiene dos efectos importantes sobre el activador:

Efecto estático: se refiere a la perturbación de los niveles de energía de la impureza a causa del campo eléctrico del cristal cuando todos los iones están en sus posiciones de equilibrio en un tiempo promedio. La degeneración de los niveles atómicos de la impureza por este efecto está determinada por la simetría del ambiente cristalino.

Efecto dinámico: son las perturbaciones causadas por los desplazamientos de la posición de equilibrio de iones vecinos las cuales alteran el campo eléctrico.

Centros de color

La luminiscencia también puede ser por defectos en el sólido que causan coloración, a estos defectos se denominan centros de color o centros F. El centro de color más simple es el centro F. El nombre viene de la palabra alemana para color, Farbe, los cuales son vacancias ópticamente activas en los cristales iónicos.

Un centro F consiste en un electrón atrapado en una vacancia de un anión (ion negativo). Las vacantes de aniones generalmente son creados por la introducción de un exceso de iones metálicos. La ausencia de un ion negativo actúa como un hueco positivo que puede atraer a un electrón. Las transiciones ópticas entre los estados ligados del electrón atrapado causan la coloración de los cristales [21-25].

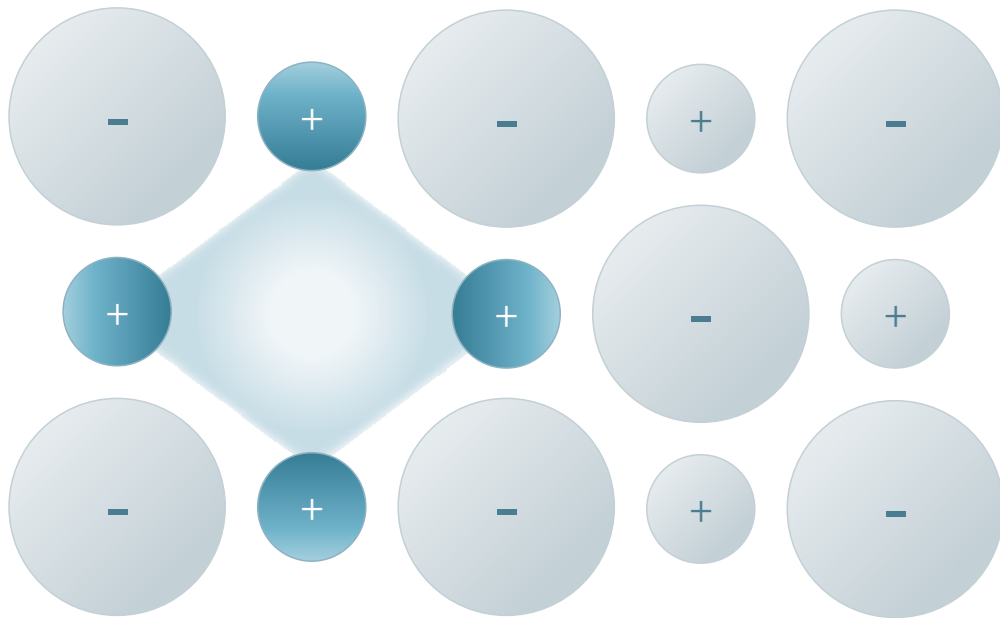


Figura 6 Representación del centro F como una vacancia de ion negativo con un exceso de electrones rodeando a la vacancia. La distribución del exceso electrónico está concentrada en los iones metálicos positivos adyacentes al sitio vacante de la red cristalina

Términos espectroscópicos

Los símbolos espectroscópicos son una descripción abreviada de la energía, momento angular y multiplicidad del espín de un átomo en un estado particular. En la notación espectroscópica los términos que se utilizan provienen de la descripción de los orbitales atómicos. El estado de un electrón en un átomo se caracteriza por cuatro números cuánticos:

- n , número cuántico principal
- l , número cuántico azimutal
- m , número cuántico magnético
- s , número cuántico de espín

De acuerdo con el principio de exclusión de Pauli, en un átomo no pueden existir dos electrones con los cuatro números cuánticos iguales, así que en cada orbital sólo podrán colocarse dos electrones (correspondientes a los valores de " s " $1/2$ y $-1/2$). Los electrones simples pueden ser descritos por un símbolo, en letras pequeñas, como lo es $4f$, donde 4 representa el número cuántico n , y f corresponde al número cuántico l de acuerdo a la secuencia:

Nombre del orbital = s, p, d, f, g, h, i, j, ...

$$l = 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, \dots$$

Sin embargo, en los átomos multielectrónicos la espectroscopia define una nomenclatura de acuerdo al número cuántico orbital l , en forma muy similar a la anterior pero ahora se denota con letras mayúsculas:

Nombre del orbital = S, P, D, F, G, H, I, J, ...

$$L = 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, \dots$$

Si bien los desdoblamientos de los niveles de un átomo multielectrónico son los mismos que en el átomo de hidrógeno, la presencia de más de un electrón modifica considerablemente las energías de los orbitales: entonces la energía de un orbital atómico depende de (n, l) que define la capa electrónica. Para aquellos electrones que pertenecen a una cierta capa, el estado cuántico asociado a cada uno de ellos se distinguirá por la orientación del spin.

De esta manera podemos abreviar cualquier configuración electrónica escribiendo el símbolo de la subcapa ocupada y agregando un superíndice para indicar el número de electrones que hay en dicha subcapa. Bajo el efecto de una perturbación externa, la degeneración de cada configuración electrónica se ve parcialmente afectada originando de esta manera un conjunto de niveles llamados “términos espectroscópicos” [26-30].

Los términos espectroscópicos se denotan como ^{2S+1}L , siendo S el momento angular de espín y L el momento angular orbital correspondiente al valor que puede tomar el número cuántico orbital total. Para cada término espectroscópico aparecen tantos niveles distintos como valores del número cuántico del momento angular total, J , se permitan.

Dichos niveles son denotados por $^{2S+1} L_J$.

El momento angular total (J) se obtiene de la suma vectorial del momento angular orbital (L) y el momento angular de espín (S), de acuerdo a:

$$J = L + S$$

El momento angular orbital L de un electrón está determinado por el número cuántico orbital l y el momento angular de espín S está determinado por el número cuántico de espín [30, 31].

Diagrama de Dieke

La interpretación de los espectros de absorción y de emisión de los iones (Ln^{3+}) de la serie de los lantánidos se basa en mediciones espectrales sistemáticas hechas en una red huésped particular, que es el cloruro de lantano (LaCl_3). Estos espectros fueron obtenidos por Dieke y colaboradores en 1968 y proporcionan un diagrama de niveles de energía. Este diagrama muestra los estados de energía $^{2s+1}L_J$ para los iones (Ln^{3+}) en LaCl_3 . El ancho de cada estado indica la magnitud del desdoblamiento del campo cristalino, mientras que el centro de gravedad de cada multiplete da la ubicación aproximada de su correspondiente al nivel de energía del ion libre $^{2s+1}L_J$.

De acuerdo a su degeneración, el número máximo de componentes de división para cada multiplete $^{2s+1}L_J$ es $(2J+1)$ para enteros J o $(J+1/2)$ para semi-entero J . Sin embargo, el número real de componentes está determinada por la simetría local alrededor de los iones (Ln^{3+}) en el cristal.

El diagrama de Dieke proporciona información muy útil para predecir y/o para hacer una asignación adecuada de los espectros de emisión correspondientes a los iones trivalentes de Ln tierras raras en los cristales. En general, el diagrama de Dieke se puede utilizar como una guía para predecir aproximadamente la longitud de onda media para cada transición $^{2s+1}L_J$ el ion trivalente de Ln en cualquier cristal huésped. Se puede utilizar para asignar una determinada transición $^{2s+1}L_J \rightarrow ^{2s+1}L_{J'}$, para cualquier grupo de picos de absorción y emisión [32-34]

Principales aplicaciones de los materiales luminiscentes

Lámparas: Las lámparas basadas en materiales luminiscentes empezaron a usarse antes de los años 40. Existe una gran variedad de formas y tamaños disponibles, la flexibilidad en sus propiedades de reproducción de color, el buen desempeño en términos de conversión de potencia eléctrica en luz, hacen de esta lámpara una fuente de luz adecuada para numerosas aplicaciones. Existen varios tipos de lámparas, entre las más usadas están, las lámparas de descargas de gases a alta presión y a baja presión. Están constituidas por un bulbo o tubo de descarga con vapor de mercurio y recubierto de polvos fluorescentes en la pared interior del tubo para la conversión de radiación UV en visible, un par de electrodos sellados herméticamente en los extremos del tubo y los casquillos que proporcionan una adecuada conexión eléctrica a la fuente de suministro de energía. [35-37]

Tubos de rayos catódicos: Estos dispositivos son usados en las pantallas de televisión y en monitores. Los materiales luminiscentes son excitados por haces de electrones que al impactar en el material luminiscente producen luz. [38]

Láser: esta palabra viene del acrónimo inglés “Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation”, que significa amplificación de luz por emisión estimulada de radiación. En la fabricación de láseres se pueden utilizar muchos materiales como vidrios, cerámicas, gases, colorantes orgánicos, etc. Un ejemplo muy común es el láser de neodimio, ($Y_3Al_5O_{12}: Nd$). Con los materiales de $BaLiF_3: Ni$, $BaLiF_3: Pb^{+2}$ y $SrF_2: Ag^+$ se han obtenidos láseres cuyas emisiones son en el infrarrojo o en el ultravioleta [39-41].

Detectores: Los materiales luminiscentes son usados en pantallas para rayos X donde se mide la intensidad de una radiación continua. En estos detectores las pantallas luminiscentes convierten la radiación continua en luz visible, que puede ser observada a simple vista o medida por detectores de luz como los fotomultiplicadores [41].

Oxido de itrio (Y_2O_3)

El óxido de itrio (Y_2O_3), también conocido como itria, es un material que puede ser usado en ambientes agresivos debido a su alto punto de fusión y una excelente estabilidad química.

La itria posee una estructura cúbica centrada en el cuerpo [42]. El parámetro de red es aproximado a 1.0604nm, tiene una densidad teórica es 5.033 g/cm³ y su punto de fusión es de 2410°C [43].

La itria pertenece al grupo espacial Ia-3, su ancho de banda de energía (~5,5 eV) [43]. La celda unitaria contiene 16 moléculas de Y_2O_3 expresadas como $(Y_2O_3)_{16}$. Por ello cada celda tiene 48 sitios de aniones O^{2-} y 32 sitios para los cationes de Y^{3+} . De los 32 sitios de Y^{3+} , 8 sitios son centros simétricos con simetría C_{3i} . La simetría C_{3i} tiene un eje de rotación de orden 3 dada por $360^\circ/n$ donde n es el orden de rotación, en este caso $360^\circ/3 = 120^\circ$, cada rotación va seguida de una reflexión, y se simboliza con i que significa que presenta centro simétrico o de inversión. El símbolo C_{3i} de acuerdo a Schönflies indica que tienen simetría de orden 3 con centro de inversión (i).

El Y_2O_3 es un material importante para aplicaciones ópticas debido a su capacidad de albergar iones de Ln^{3+} .

Usos y Aplicaciones del óxido de itrio

El óxido de itrio (Y_2O_3) es un material muy interesante para las diversas aplicaciones ópticas. El ion Y^{3+} puede ser reemplazado por todos los iones de la serie de los lantánidos (Ln^{3+}). Si se usa en forma de polvo, el Y_2O_3 dopado con varios elementos de tierras raras, estos tienen un impacto importante en fuentes emisoras de RGB utilizados en dispositivos tales como la televisión en color, displays, guía de ondas, materiales centelladores, detectores, láseres de estado sólido y en dispositivos para la iluminación fluorescente.

Cuando el Y_2O_3 es impurificado con Europio (Eu^{3+}) es usado para producir el color rojo en los equipos de tubos de rayos catódicos, sin embargo se han reportado la obtención de partículas de óxido de itrio dopadas con Erblio (Er^{3+}), los cuales pueden emitir en el rango de los colores verde y rojo. También se ha usado para obtener luminiscencia en el infrarrojo cercano y para láseres de alta potencia [42,43].

Tierras Raras

Las tierras raras están constituidas por un grupo de 17 elementos del grupo 3 de la tabla periódica: escandio, itrio, lantano y los lantánidos. El lantano es un metal del grupo 3, sin embargo, su gran similitud en las propiedades químicas con los elementos del Ce al Lu hace que estos sean clasificados como lantánidos. Las propiedades de los lantánidos están íntimamente relacionadas con sus configuraciones. Esto explica las propiedades magnéticas y ópticas características que presentan estos elementos y sus compuestos.

Los iones Ln^{3+} poseen propiedades ópticas que los distinguen de los demás cuando son incorporados en redes sólidas cristalinas, entre ellas:

- Las transiciones electrónicas intraconfiguracionales de los orbitales f se llevan a cabo en la región visible.
- Las bandas de absorción y de emisión asociadas a dichas transiciones son muy estrechas y sus posiciones son poco modificadas por la red huésped que los incorpora.
- Las vidas medias son relativamente largas.

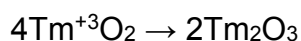
Para los lantánidos, el acoplamiento espín-órbita (S-L) es más importante que el desdoblamiento por campo cristalino y los términos espectroscópicos que se diferencian solo en el valor de J tienen una energía lo suficientemente distinta como para estar separados en el espectro luminiscente.

Los lantánidos están protegidos por las configuraciones $5s^2$ y $5p^6$. Debido a este efecto de protección, los electrones de valencia de los iones de tierras raras trivalentes están débilmente afectados por los iones por la red huésped. El efecto

del campo del cristal es para producir un ligero cambio en la energía de estos estados y para provocar la división de niveles de energía. Sin embargo, la cantidad de este cambio y la energía de división son mucho más pequeños que el desdoblamiento spin-órbita, y por lo tanto, los espectros ópticos de los iones $(Ln)^{3+}$ son bastante similares a los esperados para iones libres [44].

Tulio y sus principales aplicaciones

Dentro de los lantánidos encontramos al Tulio (Tm), su número atómico es 69, su configuración es $[Xe] 4f^{13} 6s^2$. El tulio es utilizado como fuente de radiación en los equipos de rayos X portátiles y láseres de estado sólido. El metal de Tulio desarrolla una película lentamente al ser expuesto al aire y se quema a una temperatura de $150^{\circ}C$ formando óxido de Tulio (III):



Cuando se forma el ion tulio³⁺ su configuración es $[Xe] 4f^{12}$.

Compuestos inorgánicos activados con Tm^{3+} han llamado mucho la atención porque tienen luminiscencia azul con tiempos de vida adecuadas debido a la transición $4f - 4f$ y algunas de sus aplicaciones son para Tubos de Rayos Catódicos, pantallas de plasma y dispositivos electroluminiscentes (EL) [45-47]. Varios estudios han reportado que redes cristalinas impurificadas con Tm^{3+} , las cuales muestran excelentes características de rendimiento, que incluyen alta intensidad luminiscente y una banda de emisión grande con una alta sensibilidad del tubo fotomultiplicador en la región UV-IR [48]. El tulio es ocupado como centellador, usado en fotodetectores debido a su amplio rango en luz y a su moderado tiempo de decaimiento, el cual ha sido aceptable para detectores de rayos X, así como tomógrafos [48].

Capítulo 2 Técnicas Instrumentales

Técnicas de preparación de Materiales

Técnica de Evaporación de solvente

Los términos evaporación o vaporización se aplican al paso del estado líquido al estado gaseoso. Cuando el fenómeno se produce únicamente en la superficie de la masa líquida se designa como evaporación. Si el paso a vapor tiene lugar afectando toda la masa líquida se denomina vaporización o ebullición. También se denomina evaporación a la operación de separación basada en los dos fenómenos.

La vaporización y la evaporación son dos fenómenos endotérmicos. El caudal del líquido vaporizado se incrementa al aumentar la superficie libre del líquido. Generalmente no se distingue entre evaporación y vaporización, definiéndose simplemente la evaporación como el proceso mediante el cual una fase líquida se transforma en vapor. Cuando un líquido llena parcialmente un recipiente cerrado, las moléculas que abandonan el estado líquido ocupan el espacio libre hasta saturar el recinto, produciendo una presión determinada que se denomina presión de vapor. Cada líquido tiene una presión de vapor característica que depende de la temperatura.

Cuando la presión de vapor, que aumenta al incrementar la temperatura, se iguala a la presión del entorno, normalmente la presión atmosférica, se produce la ebullición del líquido

Evaporación de solventes en el laboratorio

En muchos experimentos resulta necesario reducir su cantidad o eliminar el solvente de una solución. Una forma que resulta obvia es mantener el recipiente destapado bajo la campana de ventilación por el número suficiente de horas hasta lograrlo, pero en la práctica este procedimiento no resulta adecuado y en su lugar se acude a formas que aceleran el proceso.

El modo de operación depende en cierta medida de la cantidad de solvente que debe evaporarse, si esta es pequeña, lo más práctico es hacer la evaporación sin preocuparse por recolectar el solvente evaporado, pero si los volúmenes a evaporar son grandes, puede resultar conveniente hacer la evaporación por destilación y recuperar el solvente para re-utilizarlo.

Una buena parte de los solventes utilizados en química, especialmente los orgánicos, son tóxicos o inflamables de manera que la evaporación debe realizarse siempre bajo la campana de ventilación o usando otro método que elimine los vapores de forma segura.

La reducción de la cantidad de solvente de una disolución se puede llevar a cabo de dos formas generales:

Por calentamiento de la solución.

Por evaporación a baja presión sin calentamiento.

Evaporación por calentamiento

Por este método se pueden evaporar las soluciones acuosas o de otro tipo cuando el aumento de la temperatura no implica la descomposición de alguna de las sustancias presentes en la solución.

El frasco más adecuado para realizar una evaporación es el Erlenmeyer, ya que su forma cónica favorece la formación de cierta cantidad de condensado en las paredes del cuello, y este líquido condensado, al correr hacia abajo arrastra los sólidos que se han formado en las paredes por el secado de las salpicaduras y los conduce de nuevo a la solución, cosa que se dificulta si el recipiente es cilíndrico. Al mismo tiempo el Erlenmeyer evita que las "nieblas" de los solventes inflamables en ebullición puedan salir al exterior e incendiarse y producir chisporroteo sobre la superficie caliente del aparato calentador.

Para acelerar la pérdida de vapores y con ello aumentar la velocidad de evaporación, es conveniente inducir una leve corriente de aire o de nitrógeno dentro del recipiente donde se desarrolla el proceso, si esto no se hace, parte de los vapores en equilibrio que están en la proximidad de la superficie de la solución pueden eventualmente condensar y volver a la solución. Para producir la delicada corriente de aire o nitrógeno se introduce el extremo fino de una pipeta Pasteur u otro conducto delgado en el centro de la boca del frasco de evaporación apuntando la salida, y con ello el flujo de gas, hacia la superficie del líquido en evaporación, como se muestra en la figura 7.

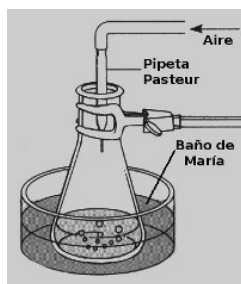


Figura 7. Diagrama para efectuar la técnica de evaporación por calentamiento.

La evaporación se efectúa cuando se desea concentrar u obtener un sólido a partir de una disolución o suspensión, o bien para el secado de un sólido.

Evaporación por aumento de la temperatura: calentamiento de soluciones

La evaporación se efectúa en recipientes poco hondos y con mucha superficie para facilitar el proceso. La disolución a evaporar se coloca en un vaso de precipitados que se calienta con la fuente de calor escogida según la naturaleza del líquido a evaporar.

Si la evaporación se efectúa a la temperatura de ebullición en un vaso de precipitados, es necesario adicionar al líquido algún trozo de porcelana porosa para evitar que la ebullición tenga lugar de forma violenta.

En todos los casos hay que tener en cuenta la posible peligrosidad del disolvente con el que se está trabajando y tomar las medidas de seguridad correspondientes.

Evaporación-secado

Las operaciones de evaporación y secado de disolventes orgánicos presentan el riesgo de desprendimiento de vapores tóxicos o inflamables. Para su prevención se debe actuar como se indica a continuación:

Efectuar la operación en el interior de una vitrina o utilizar un evaporador rotatorio o roto-evaporador.

Si el suministro de calor mediante una estufa es indispensable, se utilizará una que esté ventilada, disponga de sistema de aspiración de vapores y se trabajará siempre a temperaturas moderadas, asegurándonos que en ningún punto del interior o exterior de la estufa se pueda sobrepasar el punto de auto-inflamación.

La evaporación de un producto húmedo de un líquido volátil se puede llevar a cabo en frío.

Técnicas empleadas para la caracterización de Materiales

En este trabajo se utilizaron las siguientes técnicas para la caracterización de los polvos luminiscentes.

- Espectroscopía Fotoluminiscente
- Espectroscopía Cátodoluminiscente
- Difracción de rayos X (DRX)
- Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)
- Espectroscopía por Dispersión de Energía (EDS)

A continuación describiremos de manera breve las técnicas antes mencionadas.

Espectroscopía de Fotoluminiscencia

Generalmente los espectros de fotoluminiscencia son obtenidos en equipos comerciales llamados espectrofluorímetros. El espectrofluorímetro consiste en una fuente de excitación que puede ser una lámpara o un láser seguido por unas lentes que dirigen la luz hasta el monocromador de excitación con el fin de seleccionar la longitud onda de excitación adecuada que va incidir sobre la muestra. La luz emitida es dirigida hacia el monocromador de emisión mediante el empleo de una lente óptica, para después pasar al detector. La señal en el detector es procesada electrónicamente y enviada a la pantalla de la computadora, la cual muestra una gráfica bidimensional en cuyo eje vertical se tiene la intensidad relativa de la luz emitida y en el eje horizontal se despliega la longitud de onda de la radiación emitida. Con esta técnica se pueden registrar dos tipos de espectros: excitación y emisión [49-55].

Espectro de excitación:

Este espectro se obtiene fijando la longitud de onda de emisión en el monocromador de emisión y luego se hace un barrido en una amplia zona espectral para determinar la longitud de onda óptima para excitar el material.

Espectro de emisión:

En este caso se fija la longitud de onda en el monocromador de excitación y luego se hace un barrido espectral para observar las diferentes longitudes de onda de emisión. El espectro de emisión proporciona información en la distribución espectral de la luz emitida por la muestra, lo cual permite determinar el tipo de transiciones radiativas presentes en el material.

Espectroscopía de Cátodoluminiscencia.

El término cátodoluminiscente (CL) deriva de usar electrones de alta energía (rayos catódicos) como fuente de excitación. En un principio fue usada la CL por William Crookes en la década de 1880.

Durante 1960, estaban comercialmente disponible los microscopios electrónicos de barrido, los cuales cada vez tenían avances tecnológicos más notorios. Como el espacio de exploración y la microelectrónica llevaba un fuerte incremento en las aplicaciones cátodoluminiscentes.

Difracción de Rayos X (DRX)

La difracción de rayos X es un método no destructivo para el análisis de una amplia gama de materiales. La técnica consiste en incidir un haz de rayos X sobre el material en estudio. Los rayos X son una forma de radiación electromagnética de elevada energía y de longitud de onda del orden de los espacios interatómicos de los sólidos. Cuando un haz de rayos X incide en un material sólido, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentra en el trayecto. El fenómeno de difracción de estos rayos ocurre si existe una disposición ordenada de átomos y si se cumplen las condiciones que vienen dadas por la Ley de Bragg la cual relaciona la longitud de onda del haz de rayos X y la distancia interatómica con el ángulo de incidencia del haz difractado.

En este caso se dice que la interferencia es constructiva y se expresa con la siguiente relación matemática:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Donde:

n = orden de difracción,

λ = longitud de onda del haz de rayos X,

d = distancia entre los planos de la red cristalina,

θ = ángulo entre el haz incidente y los planos de dispersión

Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

El Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) es utilizado para la observación de la morfología superficial de una muestra. El análisis consiste, a grandes rasgos, en coleccionar los electrones secundarios y/o retro dispersados emitidos por la superficie de la muestra cuando esta es radiada con un fino haz de electrones, obteniendo como resultado una imagen de dos dimensiones que muestra la morfología superficial de la muestra. El MEB requiere un sistema electrónico óptico para producir un haz de electrones, una plataforma para colocar la muestra, un detector de electrones secundarios para su recolección, una unidad de visualización de la imagen y un sistema para la ejecución de varias operaciones.

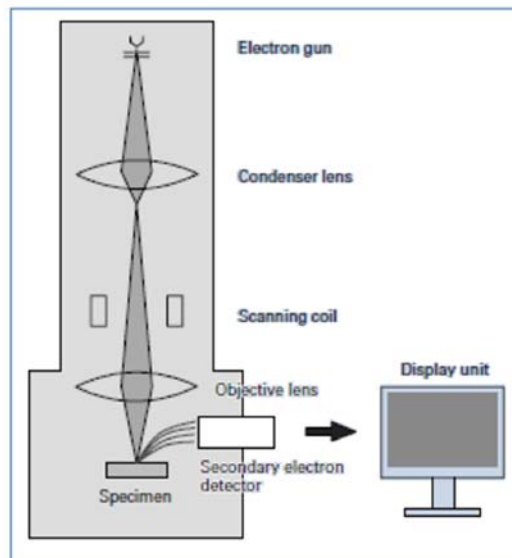


Figura 8 Esquema del microscopio electrónico de barrido

El sistema electrónico óptico consiste de un cañón de electrones, una lente condensadora y una lente objetivo para producir el fino haz de electrones, además de un sistema de doble deflexión el cual permite barrer toda la superficie de la muestra con el haz de electrones. Este sistema junto con la plataforma donde se coloca la muestra se mantiene al vacío. El cañón de electrones produce un haz de electrones mediante la técnica conocida como emisión termoiónica, en la cual los

termo electrones son emitidos desde un filamento (cátodo) hecho de un alambre delgado de tungsteno calentado a altas temperaturas (2800°K). Estos termo-electrón son reunidos como un haz de electrones, fluyendo dentro de la placa de metal (ánodo) mediante la aplicación de un voltaje positivo (1 a 30 kV) al ánodo. Cuando se coloca un electrodo (llamado electrodo Wehnelt) entre el cátodo y el ánodo, y se le aplica un voltaje negativo, es posible ajustar la corriente del haz de electrones. Entonces el fino haz de electrones es enfocado por la acción del electrodo Wehnelt. El punto más fino del haz es nombrado crossover y tiene aproximadamente un diámetro de 10 μm .

Espectroscopía por dispersión de energía (EDS).

El Espectrómetro de Dispersión de Energía de rayos X (EDS) se usa para analizar el espectro de los rayos X característicos midiendo su energía. Cuando los rayos X emitidos por la muestra ingresan en el detector semiconductor, se generan pares electrón-hueco, cuyas cantidades son proporcionales a la energía de los rayos X incidentes. Midiendo estas cantidades (corriente eléctrica) podemos obtener el valor de la energía de los rayos X y así identificar los elementos presentes en el material.

Una de las ventajas del EDS es que los rayos X de un amplio intervalo de elementos químicos (desde el Boro hasta Uranio) son analizados simultáneamente. El análisis químico por elementos que se realiza en este sistema puede ser cualitativo o cuantitativo. En el modo cualitativo, solo se identifican los elementos presentes en la muestra irradiada con el haz de electrones. Debido a que la intensidad de los rayos X característicos es proporcional a la concentración del elemento correspondiente es posible hacer un análisis cuantitativo, en este se compara el espectro de energía obtenido con una muestra patrón con el espectro de energía obtenido de la muestra prueba, analizada bajo las mismas condiciones experimentales con las que se analizó la muestra patrón.

Capítulo 3 Descripción Experimental

Equipo usado para la caracterización óptica y estructural

Los espectros de excitación y emisión fotoluminiscente (FL) fueron obtenidos mediante un espectrofluorímetro SPEX Fluoro-Max-P el cual consta de una lámpara de xenón de emisión continua de 150-300 watt. Para los espectros de Cátodoluminiscencia fueron obtenidos por medio de una cabina con vacío ($\leq 10^{-2}$ Torr), de acero inoxidable y con una pistola electrónica de cátodo frío de la marca Luminoscope modelo ELM-2 MCA, RELION Co, El haz de electrones fue deflectado a un ángulo de 90° para enfocarlo sobre la pastilla luminiscente normal a la superficie; el diámetro del haz de electrones que se hizo incidir sobre la pastilla fue de 3mm aproximadamente. La luz emitida es conducida por medio de una fibra óptica hacia un espectrofluorímetro de la marca SPEX Fluoro-Max-P. La corriente aplicada del haz de electrones fue de 0.05 mA con un voltaje de aceleración en el rango de 2kV a 10kV.

La estructura cristalina se determinó mediante difracción de rayos-X (DRX) en un difractómetro marca SIEMENS D-5000 ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$, CuK α). Los elementos presentes en las películas se determinaron mediante espectroscopia por dispersión de energía (EDS) instalada en un microscopio electrónico de barrido marca Cambridge-Leica modelo Stereoscan 440 con un detector de rayos X Pentatet Oxford modelo XPI-138-10 con ventana de Berilio. Las imágenes de la morfología superficial de los polvos se obtuvieron por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM) mediante el microscopio antes mencionado.

Síntesis de polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$.

Reactivos y solventes

Para la obtención de polvos $Tm^{3+}:Y_2O_3$ se usaron como reactivos de partida:

- **Nitrato de itrio [$Y(NO_3)_3$ de la marca Aldrich con un grado pureza registrado de 99.97%]**

Nombre registrado: Nitrato de Itrio hexahidratado (III).

Información sobre propiedades físicas y químicas.	
Fórmula química	$N_3O_9Y \cdot 6H_2O$
Peso molecular	383.01g/mol
Aspecto	Forma cristales con aglomerados
Densidad	3.737 g/cm ³ (130°C)
Solubilidad	Agua
Viscosidad	30.30 cp (136.1C)

Tabla 2 Propiedades Físicas y Químicas de Nitrato de Itrio.

- **Cloruro de tulio [TmCl₃ de la marca Aldrich con un grado pureza registrado de 99.97%]**

Nombre registrado: Cloruro de Tulio (III) hexahidratado.

Información sobre propiedades físicas y químicas.	
Fórmula química	Cl ₃ Tm 6H ₂ O
Peso molecular	383.38g/mol
Aspecto	Forma cristalino color verde claro

Tabla 3 Propiedades Físicas y Químicas de Cloruro de Tulio (III)

- **Nitrato de tulio [TmNO₃ de la marca Aldrich con un grado pureza registrado de 99.97%]**

Nombre registrado: Nitrato de Tulio Pentahidratado (III).

Información sobre propiedades físicas y químicas.	
Fórmula química	N ₃ O ₉ Tm 5H ₂ O
Peso molecular	445.03 g/mol
Aspecto	Polvo, color Blanco.

Tabla 4 Propiedades Físicas y Químicas de Nitrato de Tulio (III).

- **Metanol [CH₃OH, de la marca J.T. Baker con un grado de pureza registrado de 99.96%].**

Algunos sinónimos que son usados para nombrarlo son los siguientes: Alcohol metílico, Hidrato Metílico, Mono-hidroximetano, Carbinol, Hidróxido metílico, Metanol, Alcohol o espíritu de madera.

Información sobre propiedades físicas y químicas.	
Fórmula química	CH ₃ OH
Peso molecular	32.04 g/mol
Apariencia	Líquido claro, incoloro, con olor picante característico
Densidad	791.8 Kg/m ³
Punto de ebullición	64.5 °C
Solubilidad	En agua, acetona, etanol, benceno, cloroformo y éter.

Tabla 5 Propiedades físicas y químicas de metanol.

Metodología

El Y (NO_3)₃ y TmCl₃ fueron disueltos en metanol variando los porcentajes atómicos (a/o) de TmCl₃ [0.00, 0.12, 0.25, 0.50, 0.75 y 1.0] en relación al contenido de itrio en la solución.

Para disolver las sales de itrio y tulio en metanol se empleó un agitador ultrasónico, y la solución se sometió por un lapso de 5 minutos.

Después las soluciones fueron calentadas a 180 °C durante 30 minutos en una atmosfera de aire, hasta la evaporación total del solvente. Una vez evaporado todo el solvente se desprendieron óxidos de nitrógeno, los cuales se recuperaron a través de una manguera dirigida hacia un vaso con agua de-ionizada.

Los polvos obtenidos fueron colocados en crisoles de porcelana y calentados a diferentes temperaturas, las cuales son 400, 600, 800 y 1000°C durante un lapso de 180 minutos.

Técnica de evaporación de solvente

Para llevar a cabo la técnica de evaporación de solvente, se requiere el siguiente material.

- Una parrilla eléctrica
- Dos vasos de precipitado de 100ml
- Una campana para la extracción de vapores
- Una campana para la recolección de gases
- Una manguera de recolección de gases

Campana de Extracción.

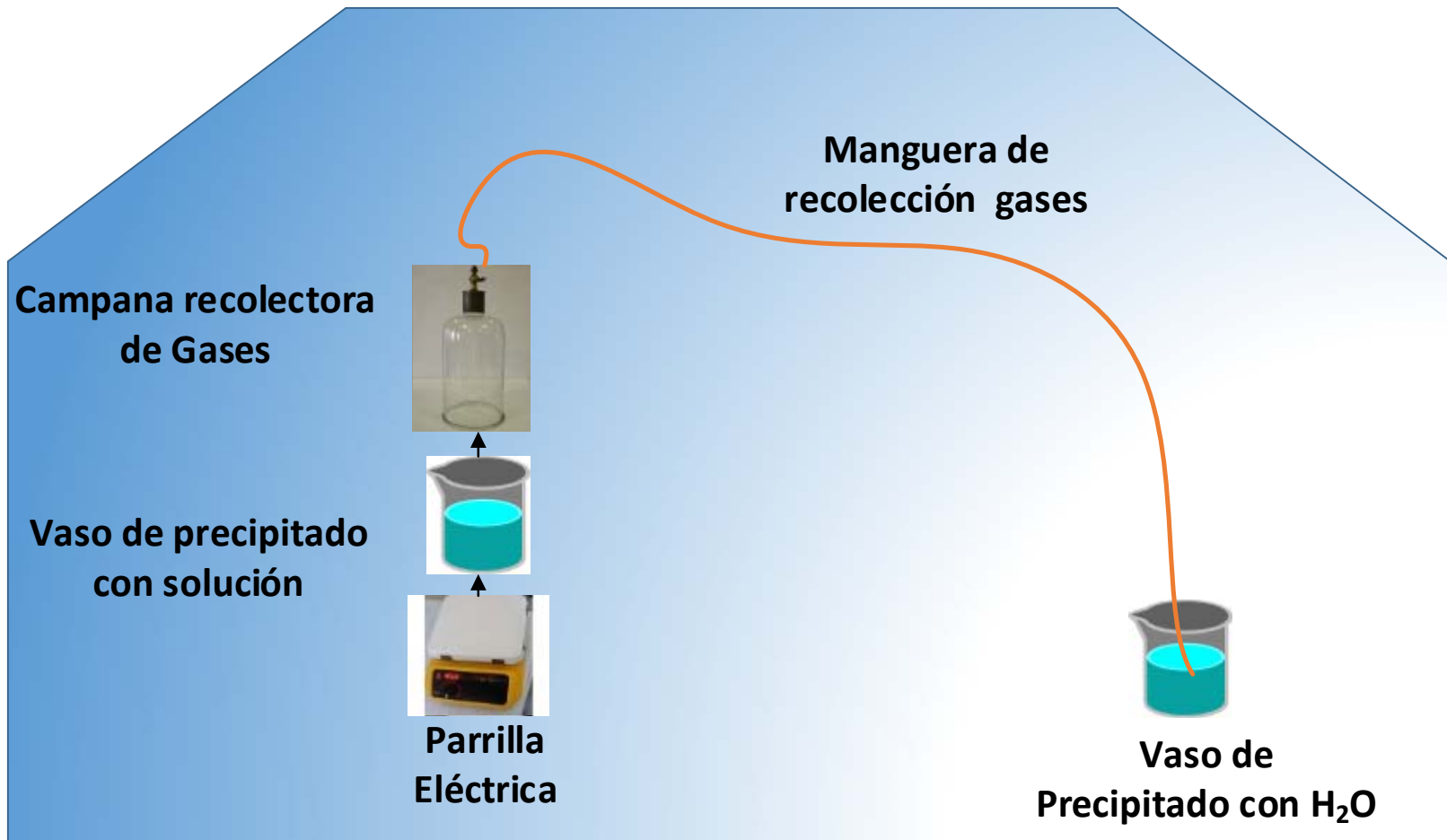


Figura 9 Esquema del sistema de evaporación de solvente empleado.

Capítulo 4 Resultados y discusión.

Análisis de las micrografías obtenidas por MEB utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.

Una vez sintetizado el material utilizando Nitrato de Tulio como precursor, se obtuvieron las siguientes micrografías, con la cual se puede apreciar la morfología superficial del mismo.

Morfología superficial mediante MEB a diferentes temperaturas de síntesis.

A continuación se mostraran las micrografías obtenidas a diferentes temperaturas, enumeradas de la siguiente forma: A, B, C, D Las muestras fueron tratadas térmicamente a 400, 600, 800 y 1000°C respectivamente las micrografías obtenidas, muestran conglomerados, en lo posterior cada micrografía se analizaran por separado.

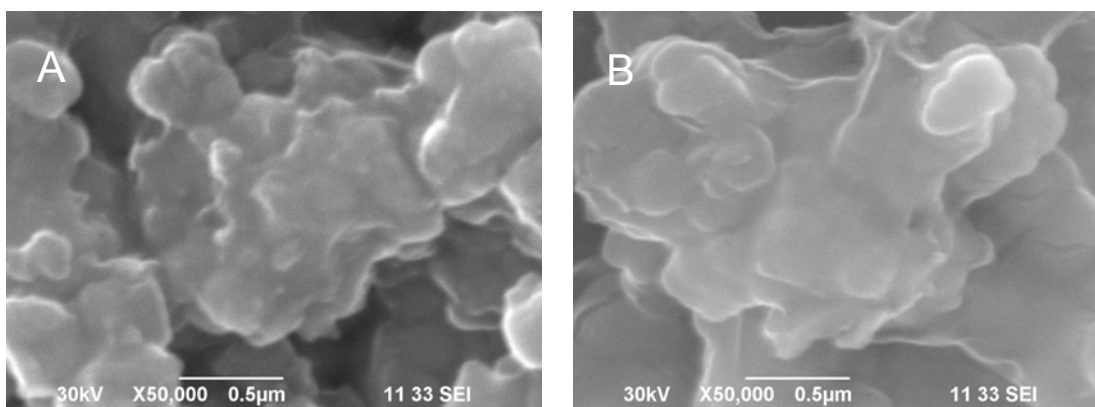


Figura 10 Morfología superficial de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$, Imagen A (0.50a/o a una $T400^\circ C$), Imagen B (0.50a/o a una $T600^\circ C$).

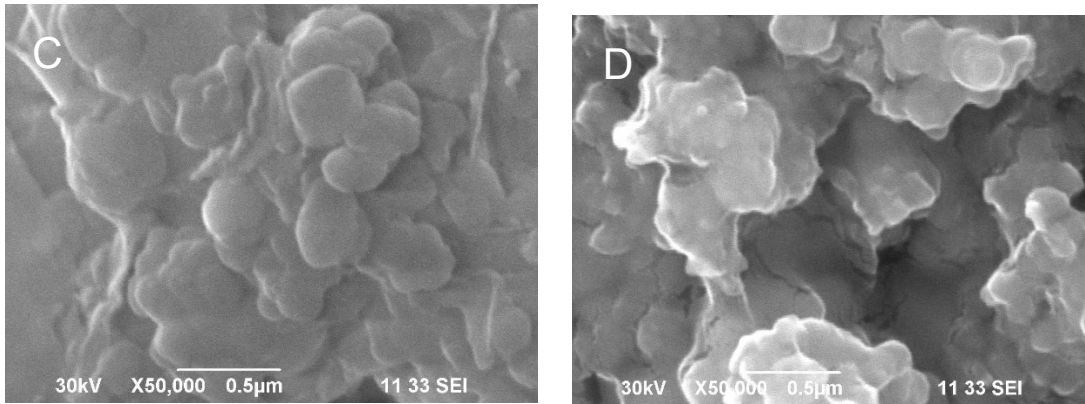


Figura 11 Morfología superficial de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$, Imagen C (0.50a/o a una $T800^{\circ}C$) e Imagen D (0.50a/o a una $T1000^{\circ}C$)

La micrografía de la figura 12 se realizó con una concentración de 0.50 a/o y una temperatura de tratamiento térmico de $400^{\circ}C$.

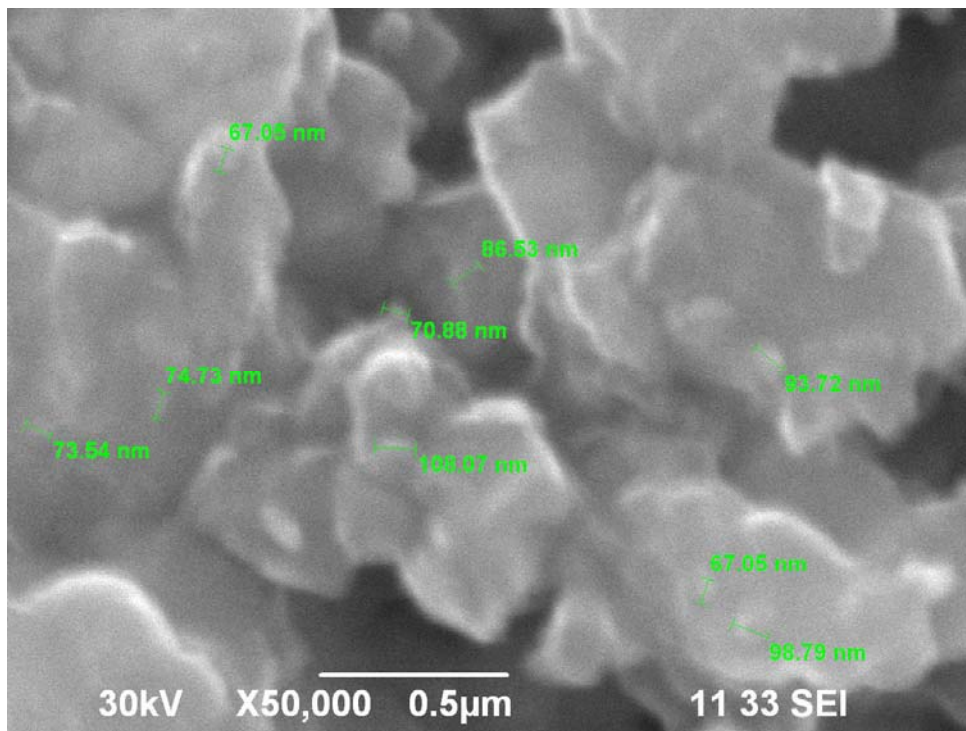


Figura 12 Micrografía obtenida con una concentración del impurificante a 0.50 a/o Tm^{3+} y tratado térmicamente a $b 400^{\circ}C$.

La micrografía de la figura 13 se realizó con una concentración de 0.50 a/o y una temperatura de tratamiento térmico de 600°C, en la cual se determinó el tamaño promedio de partícula la cual fue de 200nm.

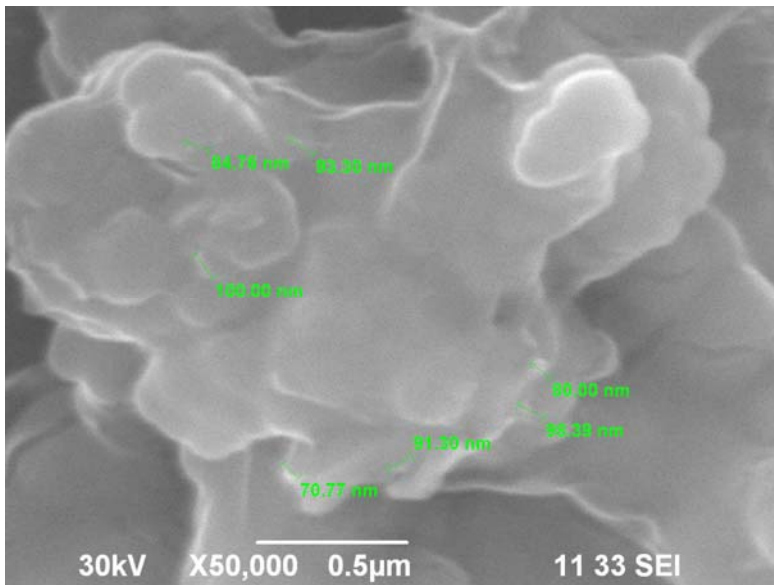


Figura 13 Micrografía obtenida con una concentración 0.50 a/o Tm^{3+} y tratado térmicamente a 600°C.

La micrografía de la figura 14 se realizó con una concentración de 0.50 a/o y una temperatura de tratamiento térmico de 800°C.

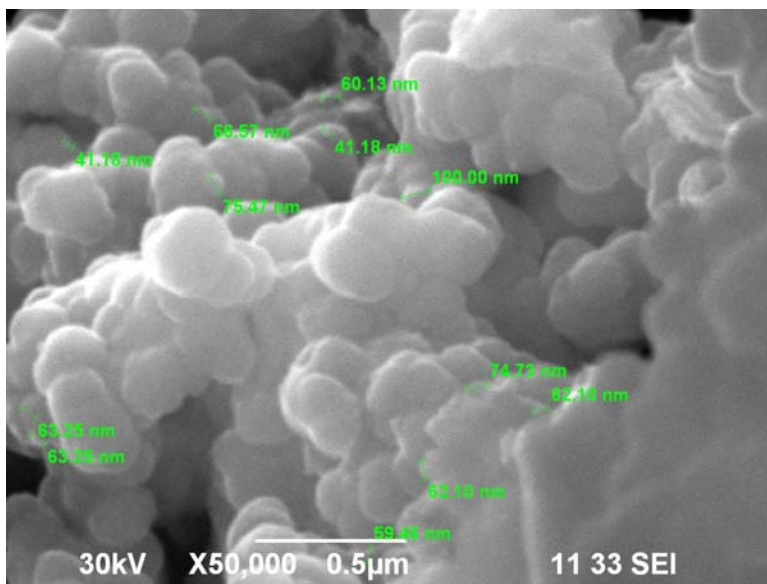


Figura 14 Micrografía obtenida con una concentración de 0.50 a/o Tm^{3+} y tratado térmicamente a 800°C.

La micrografía de la figura 15 se realizó con una concentración de 0.50 a/o y una temperatura de tratamiento térmico de 1000°C.

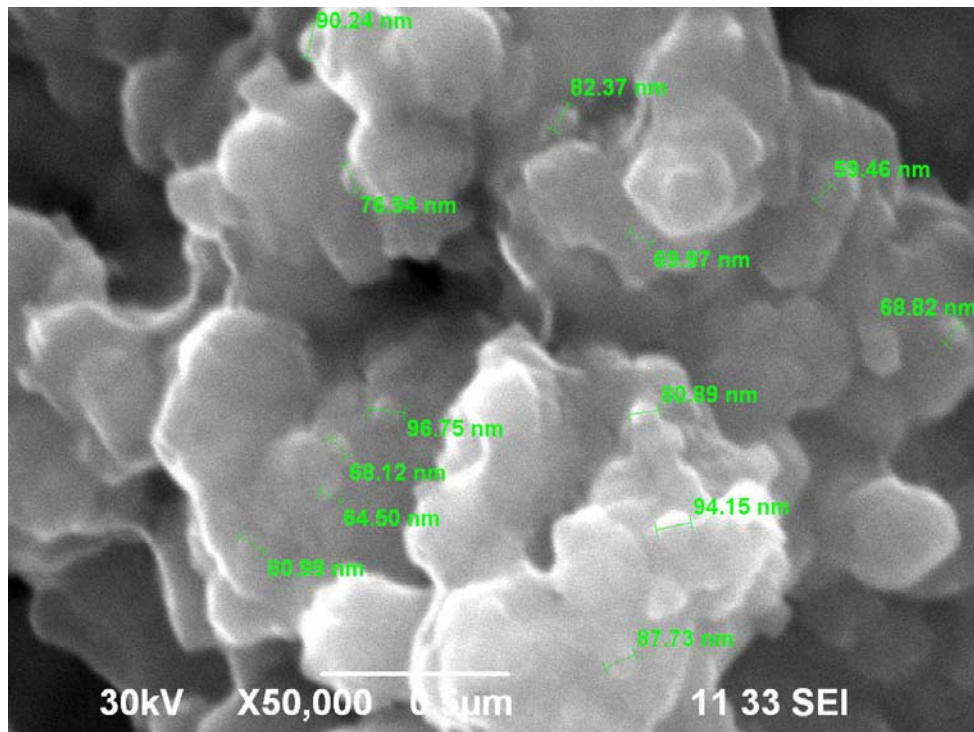


Figura 15 Micrografía obtenida con una concentración de 0.50 a/o Tm^{3+} a una temperatura de 1000°C.

Espectroscopía de energía Dispersada (EDS), utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.

Dado que es necesario la presencia de una impureza o un defecto en el interior de un material cristalino para que pueda existir el fenómeno de luminiscencia. Se debe identificar y cuantificar el porcentaje atómico de cada uno de los elementos que se incorporan a los polvos luminiscentes. Por lo que se proseguirá para identificar en que cantidades se estima la concentración del ion Tm^{3+} en la red cristalina huésped.

Resultados de EDS a diferentes concentraciones de la impureza.

En la tabla 6 muestra los resultados obtenidos por EDS para los polvos obtenidos a diferentes concentraciones del ion Tm^{3+} , manteniendo constante la temperatura del tratamiento térmico que es de $1000^{\circ}C$. Se observa que el porcentaje atómico relativo de oxígeno disminuye cuando se aumenta la concentración de tulio. Sin embargo, el contenido relativo de itrio disminuye mientras que el porcentaje de Tm^{3+} aumenta.

Impurificante Tm	% ATOMICO			
	O	Y	O/Y	Tm
0.12	62.9	40.0	1.6	0.2
0.25	60.0	39.8	1.5	0.2
0.5	61.3	38.4	1.6	0.3
0.75	57.2	42.0	1.4	0.8

Tabla 6 Porcentajes atómicos relativos de oxígeno, itrio y tulio en polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ obtenidos por medio de EDS para diferentes concentraciones de Tm^{3+} . La temperatura de tratamiento térmico se mantuvo constante en $1000^{\circ}C$.

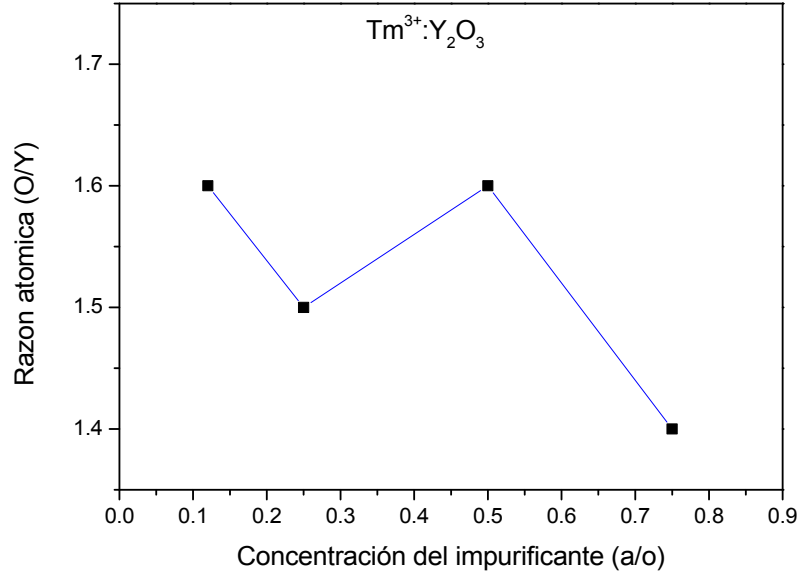


Figura 16 Porcentajes atómicos relativos de Oxígeno, Itrio y Tulio en polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ obtenidos por medio de EDS a 0.12, 0.25, 0.50 y 0.75 a/o tratados térmicamente a una temperatura de $1000^\circ C$

En esta figura 16 se puede apreciar que la relación estequiométrica O/Y de la red huésped Y_2O_3 tiende a sufrir variaciones en torno a el valor de 1.7 a 1.4.

Resultados de EDS a diferentes temperaturas de síntesis

En la tabla 7 se muestran los porcentajes atómicos relativos obtenidos de oxígeno, itrio y tulio, presentes en los polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$, que fueron sintetizadas manteniendo constante la concentración de Tm^{3+} en 0.50 a/o y variando la temperatura de tratamiento de 400 a 1000°C.

Impurificante	Temperatura (°C)	% ATOMICO			
		O	Y	O/Y	Tm
Tm					
0.5 a/o	400	71.2	28.6	2.5	0.2
0.5 a/o	600	63.4	36.3	1.7	0.2
0.5 a/o	800	62.2	37.4	1.7	0.2
0.5 a/o	1000	59.7	39.9	1.5	0.4

Tabla 7 Porcentajes atómicos relativos de Oxígeno, Itrio y Tulio en polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ obtenidos por medio de EDS a 400, 600, 800 y 1000°C. La concentración de Tm^{3+} en la solución precursora fue de 0.50 a/o.

Asimismo, en la tabla 7 se observa como disminuye el porcentaje relativo de oxígeno y aumenta el porcentaje relativo de itrio cuando se incrementa la temperatura.

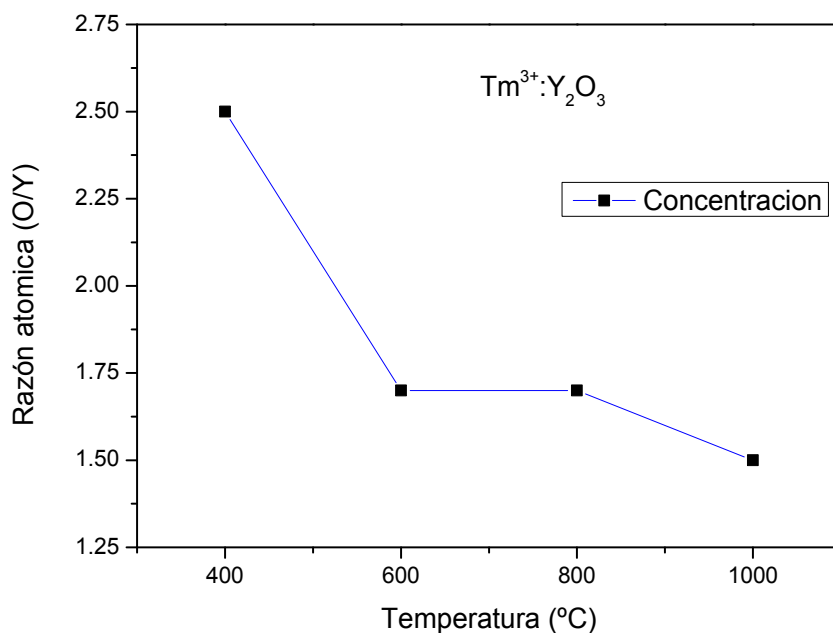


Figura 17 Razón atómica en función de la temperatura de los polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a una concentración de 0.50 a/o y variando la temperatura de tratamiento térmico.

La figura 17 se observa que con la variación de la razón O/Y tenga el valor aproximado de 1.5 que es el esperado y que está de acuerdo con la estequiometría ideal de la red huésped Y_2O_3 en los polvos luminiscentes.

La estequiometría es de tres átomos de oxígeno por dos átomos de itrio, es decir $O/Y = 3/2 = 1.5$. Este valor se obtuvo en los polvos que tuvieron un tratamiento térmico de $1000^\circ C$ como se muestra en la figura 17

Difracción de rayos X, utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.

Una vez que se determinó la concentración de la impureza (0.50a/o) que se encuentra la red huésped a la cual se obtuvo la máxima luminiscencia. Por lo que en este apartado mediante difracción de rayos x se determina el tipo de estructura y se analiza su comportamiento a diferentes temperaturas de sustrato.

Resultados de DRX a diferentes temperaturas de síntesis.

En la siguiente figura 18 se muestran los difractogramas a diferentes temperaturas comprendidas entre los 400°C y los 1000°, En este difractograma se puede observar que a temperaturas inferiores de 400°C pueden ser considerados como amorfos debido a la ausencia de picos. Y a temperaturas superiores a los 600°C los polvos muestran una mayor cristalinidad debido al aumento de picos correspondientes a diferentes reflexiones del material

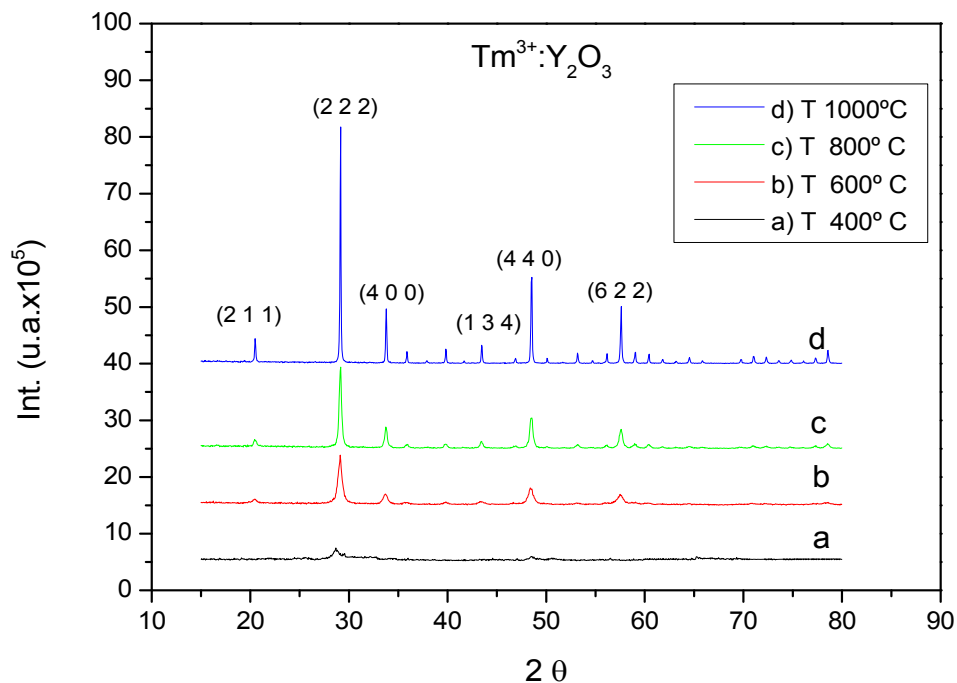


Figura 18 Difractogramas de los polvos luminiscentes $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50 a/o) a diferentes temperaturas de síntesis utilizando como precursor Cloruro de Tulio.

En el difractograma se muestra que las reflexiones localizadas en $2\theta = 20.37^\circ$, 29.13° , 33.65° , 43.34° , 48.41° , 57.49° corresponden a los planos (2 1 1), (2 2 2), (4 0 0), (1 3 4), (4 4 0), (6 2 2) respectivamente. Los cuales corresponden a la fase cristalina de Y_2O_3 .

Por medio de la fórmula de Scherrer se calculó el tamaño de cristal, los cuales dieron los siguientes resultados

Temperatura	Tamaño de Cristal
600	21nm
800	25nm
1000	36nm

Tabla 8 Relación de tamaño de cristal con respecto a la temperatura, calculado por la fórmula de Scherrer.

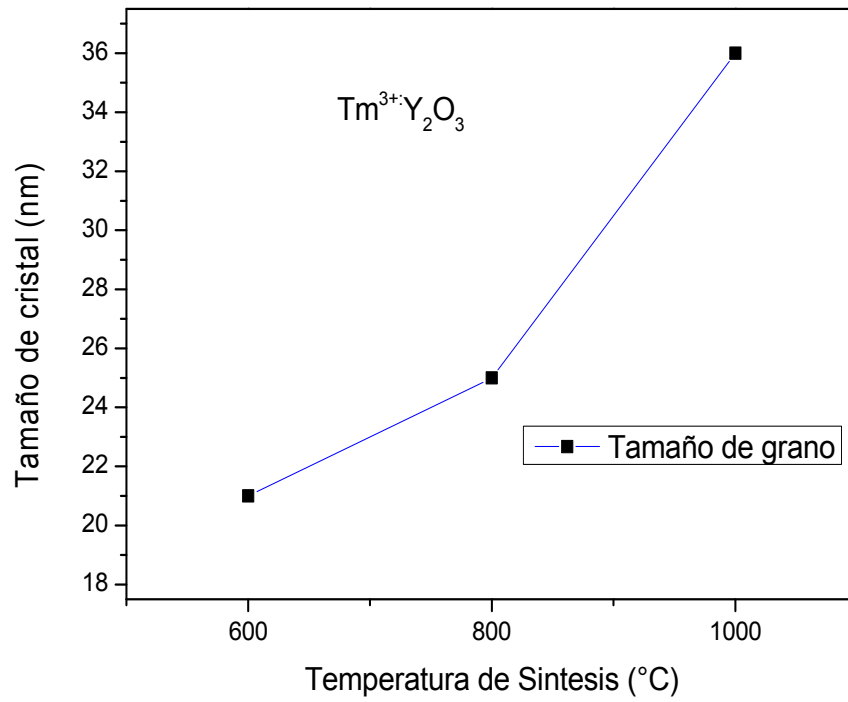


Figura 19 Crecimiento de grano en función de la temperatura para polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$. Utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.

Debido a que el difractograma de 400°C, los picos se encuentran muy difusos, no podemos asegurar que se forme un tamaño de cristal

Fotoluminiscencia, utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.

Espectro de Excitación.

Para realizar mediciones de fotoluminiscencia debemos realizar primero un espectro de absorción en el cual algunas de las bandas que aparezcan en el espectro serán las bandas de excitación, una vez que sea determinada la longitud de excitación se debe utilizar para obtener la longitud de onda de emisión, debido a que son dependientes.

Para la obtención del espectro de excitación, la longitud de onda de excitación (λ_{exc}) se varía, mientras que la longitud de onda de emisión (λ_{em}) se mantiene constante.

Espectro de excitación $\Rightarrow \lambda_{exc}$ variable y λ_{em} constante.

Para la obtención del espectro de emisión, la longitud de onda de excitación se mantiene constante y la longitud de onda de emisión se varía.

Espectro de emisión $\Rightarrow \lambda_{exc}$ constante y λ_{em} variable.

En el espectrofluorímetro se realizó un barrido de excitación a partir de los 200nm hasta los 400nm, en el cual se fijó la longitud de onda de emisión (λ_{em}) en 453nm. Se obtuvo el espectro de excitación que se muestra en la figura 20, a partir del cual fue determinada la longitud de onda de excitación óptima siendo de 362nm y que corresponde a la transición electrónica de excitación $^3H_6 \rightarrow ^1D_2$. También se observan la cual fue utilizada para la caracterización fotoluminiscente. También se observan 3 picos pequeños y débiles a 264, 278, 290nm que corresponde a las transiciones de excitación $^3H_6 \rightarrow ^3P_2$, $^3H_6 \rightarrow ^3P_1$, $^3H_6 \rightarrow ^3P_0$ respectivamente.

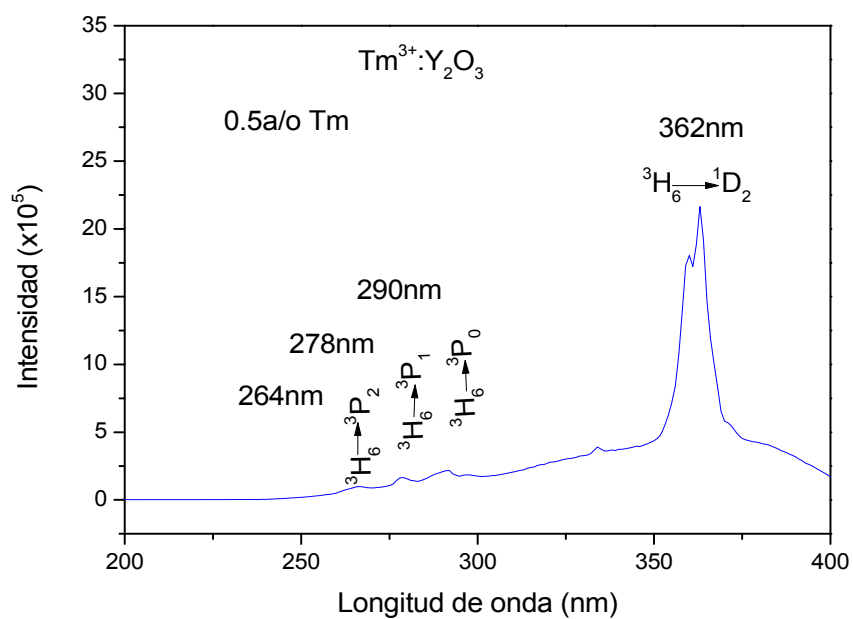


Figura 20 Espectro de excitación obtenido para los polvos de $\text{Tm}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ (0.50a/o) sintetizado a 1000°C . La longitud de onda de emisión fue fijada a 453nm utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.

Espectro de Emisión.

Una vez que se ha determinado la longitud de onda de excitación, se utilizará para poder obtener los espectros de emisión.

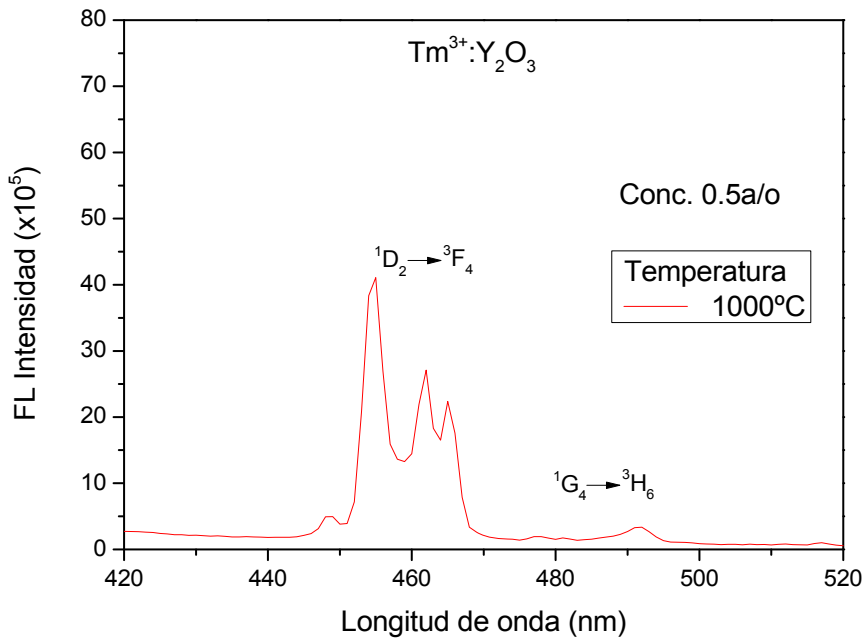


Figura 21 Espectro de emisión fotoluminiscente obtenido para el polvo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a una concentración de (0.5 a/o) tratado térmicamente a una temperatura de 1000°C. La longitud de onda de excitación se fijó en 362nm, este espectro se obtuvo utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.

Esto se obtiene cuando en el espectrofluorímetro se fija la longitud de onda de excitación en 362nm y se hace un barrido en la zona espectral comprendida entre 420 a 520nm. Dando como resultado el espectro de emisión mostrado en la figura 21. Este espectro corresponde al polvo luminóforo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50a/o) sintetizado a una temperatura de 1000°C, dicho polvo presenta la mayor intensidad luminiscente con respecto a las demás temperaturas y en él se aprecia una banda que está constituida por tres picos ubicados en 453, 462 y 465nm y otras dos bandas de mucho menor intensidad localizados en 477 y 490nm, que de acuerdo con el diagrama de niveles de energía de Dieke estas bandas son atribuidas a las transiciones electrónicas $^1D_2 \rightarrow ^3F_4$ y $^1G_4 \rightarrow ^3H_6$ respectivamente [3,4]. Las longitudes

de onda antes mencionadas, el pico que se sitúa en 453nm, es la que presenta mayor intensidad luminiscente. Todos estos picos de emisión están dentro del rango 450 a 495nm, que corresponde a la emisión en color azul como se observa en la figura 22.



Figura 22 Fotografía del polvo luminiscente de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50 a/o) sintetizado a $1000^\circ C$, utilizando como precursor el Cloruro de Tulio, el cual emite fotones principalmente con longitud de onda de 453nm y que corresponde al color azul

Estas transiciones son características de las transiciones intraconfiguracionales $4f$ de los iones Tm^{3+} . En la tabla 9, se escriben las longitudes de onda de emisión debido a sus respectivas transiciones electrónicas del $Tm^{3+}:Y_2O_3$.

Longitud de onda en (nm) de los picos mostrados	Transiciones electrónicas
453	$^1D_2 \rightarrow ^3F_4$
462	
465	
476	$^1G_4 \rightarrow ^3H_6$
489	

Tabla 9 Transiciones electrónicas de los picos más intensos.

Espectros de emisión Fotoluminiscentes variando la concentración del impurificante.

Esta parte del estudio de polvos de $\text{Tm}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$, se enfoca a analizar los resultados de fotoluminiscencia cuando se realizaba a diferentes concentraciones del impurificante, para identificar la concentración óptima a la cual se obtenga una máxima intensidad de emisión en el rango de la luz visible, en este caso, una emisión azul.

En la figura 23 se muestra el espectro de emisión fotoluminiscente del $\text{Tm}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ como función de la longitud de onda variando la concentración de Tm^{3+} con una longitud de onda de excitación de 362nm.

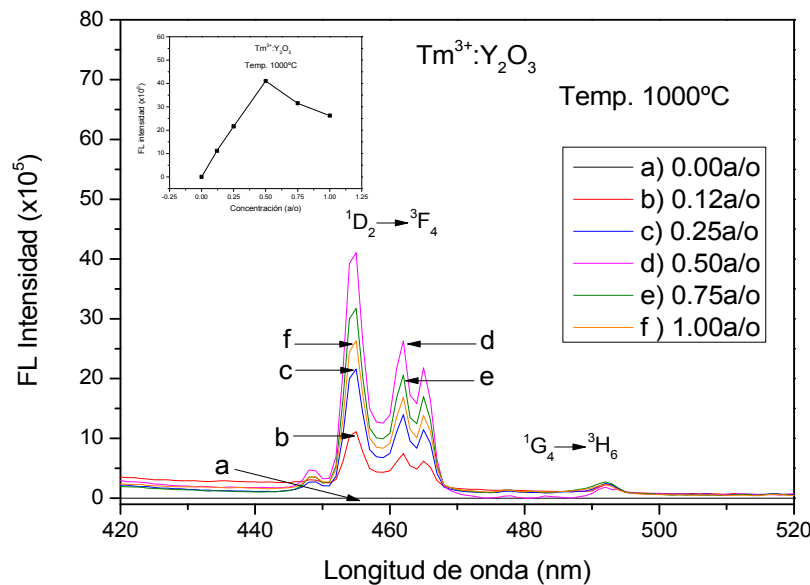


Figura 23 Espectro de Intensidad de Emisión Fotoluminiscente de los polvos de $\text{Tm}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ como función de la longitud de onda, ocupando como precursor Cloruro de Tulio.

Se puede observar que conforme aumenta la concentración de Tm^{3+} la intensidad de emisión se incrementa.

Al aumentar la concentración de iones Tm^{3+} hasta llegar a 0.50 a/o atómico, se crea un mayor número de centros emisores de luz y como consecuencia la intensidad máxima del espectro de emisión. Además, a partir de la concentración de 0.75 a/o se aprecia que hay una disminución en la emisión de intensidad fotoluminiscente. Esta disminución es debida al fenómeno denominado “*inhibición por concentración*” es decir, se suprime la emisión luminiscente debido al incremento de la concentración de iones activadores Tm^{3+} en la red.

Espectros de emisión Fotoluminiscentes variando la temperatura de síntesis.

En la sección anterior se mostraron los espectros de los polvos luminiscentes $Tm^{3+}:Y_2O_3$ variando la concentración del ion activador y manteniendo constante la temperatura de síntesis en $1000^\circ C$. Sin embargo, a continuación se mostraran los espectros obtenidos a diferentes temperaturas de síntesis. Las cuales incluyen la temperatura de $1000^\circ C$, esto para constatar que la emisión obtenida sea la de mayor intensidad.

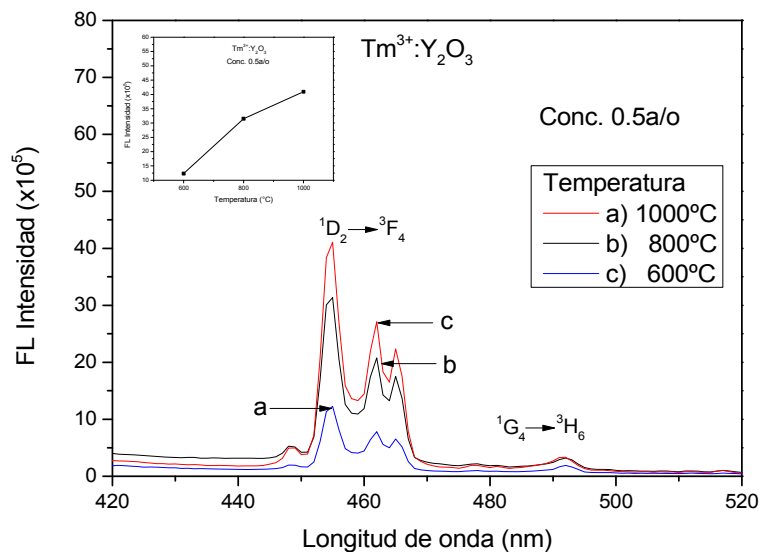


Figura 24 Espectro de intensidad de Emisión Fotoluminiscente a diferentes temperaturas de síntesis para el polvo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a (0.50a/o), ocupando como precursor el Cloruro de Tulio, excitado con una longitud de onda de 362nm

Como se observa en la figura 24, la mayor intensidad de emisión fotoluminiscente corresponde a las temperaturas de 1000°C. Esta máxima intensidad se debe probablemente a que al aumentar la temperatura de síntesis a 1000°C se incrementa la cristalinidad de la red huésped de Y_2O_3 , Lo cual está en concordancia con los resultados obtenidos por Difracción de Rayos X (DRX) y Espectroscopia de Dispersión de Energía (EDS) [Figura 18 y Tabla 7].

En este espectro se observa que conforme aumentamos la temperatura de síntesis los iones de Tm^{3+} , permanecen constantes, mientras que la intensidad de los picos de los Difractogramas de Rayos X aumenta. También se observa que los espectros son crecientes y constantes, es decir que solo incrementa la emisión luminiscente del ion Tm^{3+} .

Con base en los resultados obtenidos de los espectros de fotoluminiscencia tanto a diferentes concentraciones del ion Tm^{3+} como a diferentes temperaturas, podemos decir que las condiciones óptimas de síntesis para que los polvos obtengan la mayor intensidad luminiscente son a una concentración de 0.50 a/o de iones Tm^{3+} con respecto a los iones Y^{3+} y a una temperatura de 1000°C. Por lo que, estas variables serán utilizadas en las siguientes caracterizaciones.

Cátodoluminiscencia, utilizando como precursor el Cloruro de Tulio.

Con la intención de probar si estos polvos de $\text{Tm}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ puedan funcionar como materiales luminiscentes para aplicaciones con tubos de rayos catódicos, se realizó la caracterización Cátodoluminiscente. En este caso en particular los polvos fueron excitados con un haz de electrones. Los voltajes de aceleración incidentes que se aplicaron fueron en el rango 2kV hasta 8kV. A continuación describiremos los espectros obtenidos por la técnica antes mencionada.

Espectros de emisión Cátodoluminiscente variando voltaje de aceleración

La figura 25 corresponde al espectro Cátodoluminiscente de los polvos de $\text{Tm}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$. Este espectro es semejante al espectro de emisión obtenido por fotoluminiscencia.

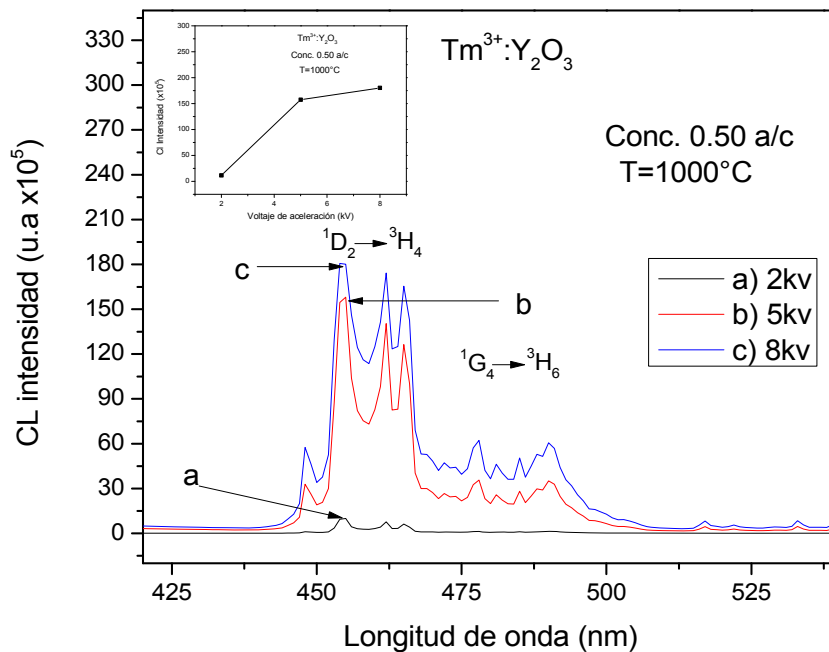


Figura 25 Espectro de la intensidad Cátodoluminiscente como función de la longitud de onda, cuando se varía el voltaje de aceleración de los electrones. Los polvos tienen un dopante de 0.50a/o de Tm^{3+} , fueron tratadas térmicamente a 1000°C y se empleó como precursor Cloruro de Tulio.

En el espectro se aprecia que la mayor intensidad de emisión corresponde al espectro realizado con un voltaje de aceleración 8kV, así como también que las bandas de emisión se mantienen constante aun cuando el voltaje de aceleración aumenta.

Cuando el haz de electrones incidente penetra en los polvos luminiscentes, se generan electrones pares de electrón-hueco, al incrementar el voltaje de aceleración, el volumen de penetración de los electrones en el material es mayor y esto ocasiona un aumento en la cantidad de pares electrón-hueco que excitan a más centros, lo que trae como consecuencia un aumento en la intensidad de emisión de los centros luminiscentes.

Espectro de emisión Cátodoluminiscente variando concentración del impurificante.

En la figura 26 Se muestra el comportamiento de la intensidad de emisión de los polvos luminiscentes en la cual se varía la concentración de iones de Tm^{3+} .

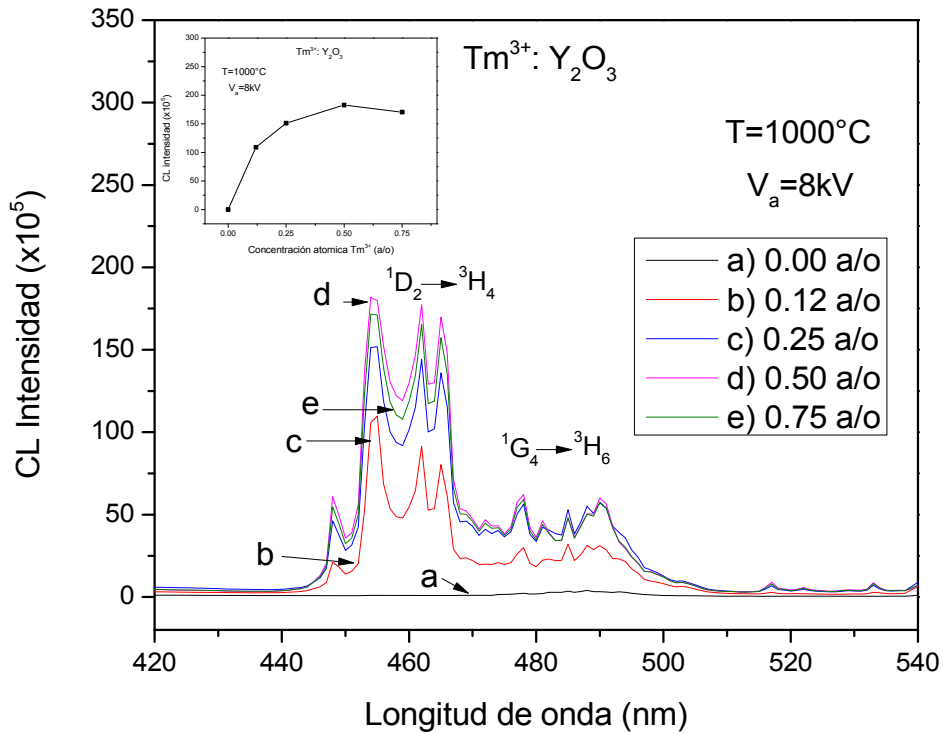


Figura 26 Espectro en el cual se muestra la intensidad Cátodoluminiscente en función de la longitud de onda cuando se varía la concentración del activador (Tm^{3+}) en los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ tratadas térmicamente a una temperatura de $1000^\circ C$, utilizando como dopante el Cloruro de Tulio, con un voltaje de aceleración de $8kV$.

Análisis de las micrografías obtenidas por MEB, utilizando como precursor el Nitrato de Tulio.

Una vez sintetizado el material se obtuvieron las siguientes micrografías, con la cual se puede apreciar la morfología superficial del mismo.

Morfología superficial mediante MEB a diferentes temperaturas de síntesis.

Las micrografías obtenidas a diferentes temperaturas, enumeradas de la siguiente forma: E, F, G y H. las cuales fueron tratadas térmicamente a 400, 600, 800 y 1000°C respectivamente. Las micrografías obtenidas, muestran conglomerados, a continuación cada micrografía se analizarán por separado.

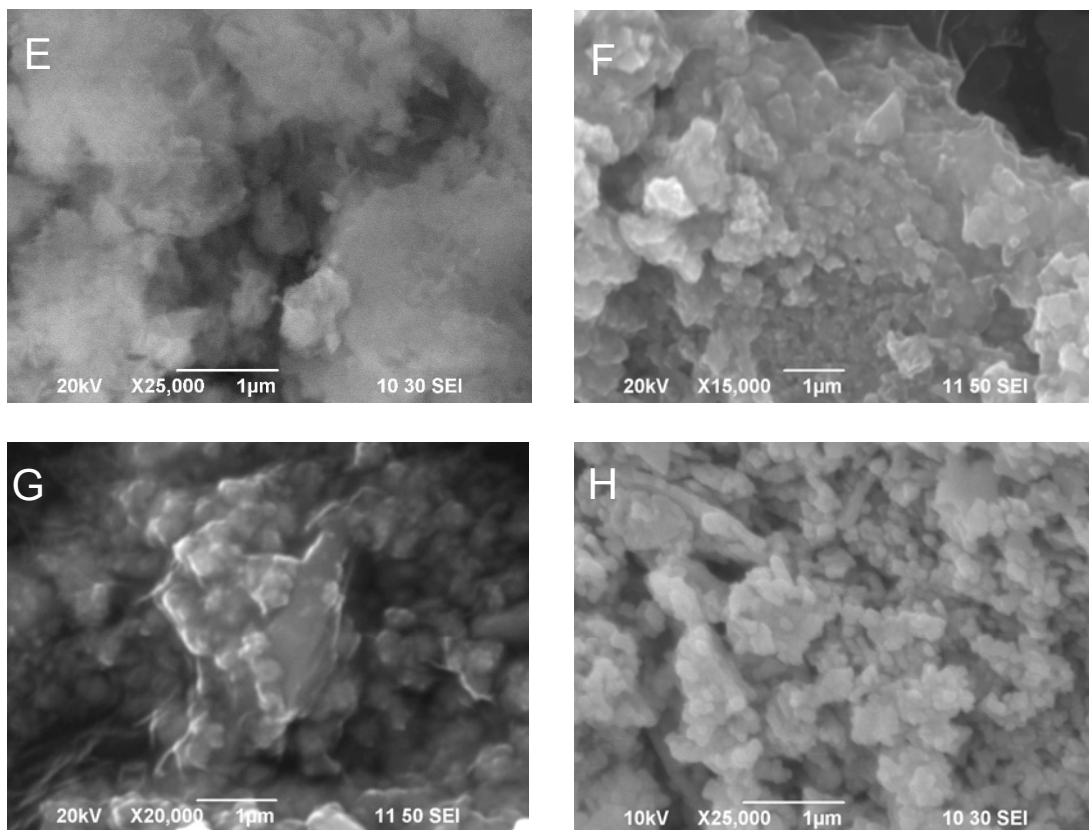


Figura 27 Morfología superficial de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$, Imagen E (0.50a/o a una $T400^\circ C$), Imagen F (0.50a/o a una $T600^\circ C$), Imagen G (0.50a/o a una $T800^\circ C$) e Imagen H (0.50a/o a una $T1000^\circ C$), utilizando como precursor el Nitrato de Tulio.

Resultados de EDS a diferentes concentraciones de la impureza utilizando Nitrato de Tulio.

En la tabla 10 muestra los resultados obtenidos por EDS para los polvos obtenidos a diferentes concentraciones del ion Tm^{3+} , manteniendo constante la temperatura del tratamiento térmico que es de $1000^{\circ}C$.

Cuando aumentamos la temperatura, la estequiometría del material tiende a la esperada debido a la fórmula, la cual es 1.5, esto indica que tendemos a una fase del Y_2O_3 .

Impurificante Tm	Temperatura	% ATOMICO			
		O	Y	O/Y	Tm
0.5 a/o	400°C	71.2	28.6	2.5	0.2
0.5 a/o	600°C	63.4	36.4	1.7	0.2
0.5 a/o	800°C	62.2	37.6	1.7	0.2
0.5 a/o	1100°C	59.7	39.9	1.5	0.4

Tabla 10 Porcentajes atómicos relativos de oxígeno, itrio y tulio en polvos luminiscentes de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ obtenidos por medio de EDS para diferentes concentraciones de Tm^{3+} . La temperatura de tratamiento térmico se mantuvo constante en $1000^{\circ}C$. Cuando se aumenta la temperatura el porcentaje de itrio aumenta mientras que el oxígeno disminuye.

En la tabla 10 se puede apreciar que la relación estequiométrica O/Y de la red huésped Y_2O_3 tiende a sufrir variaciones en torno a el valor de 2.5 a 1.5.

Difracción de rayos X, utilizando como precursor el Nitrato de Tulio.

Una vez que se determinó la concentración de la impureza (0.50a/o) que al igual con la anterior, obtuvo la máxima luminiscencia. Por lo que mediante la difracción de rayos x se determina el tipo de estructura.

Resultados de DRX a diferentes temperaturas de síntesis.

En la figura 28 se muestran los difractogramas a diferentes temperaturas comprendidas entre los 400°C y los 1000°, En este difractograma se puede observar que a temperaturas inferiores de 400°C pueden ser considerados como amorfos debido a la ausencia de picos. Y a temperaturas superiores a los 600°C los polvos muestran una mayor cristalinidad debido al aumento de picos correspondientes a diferentes reflexiones del material

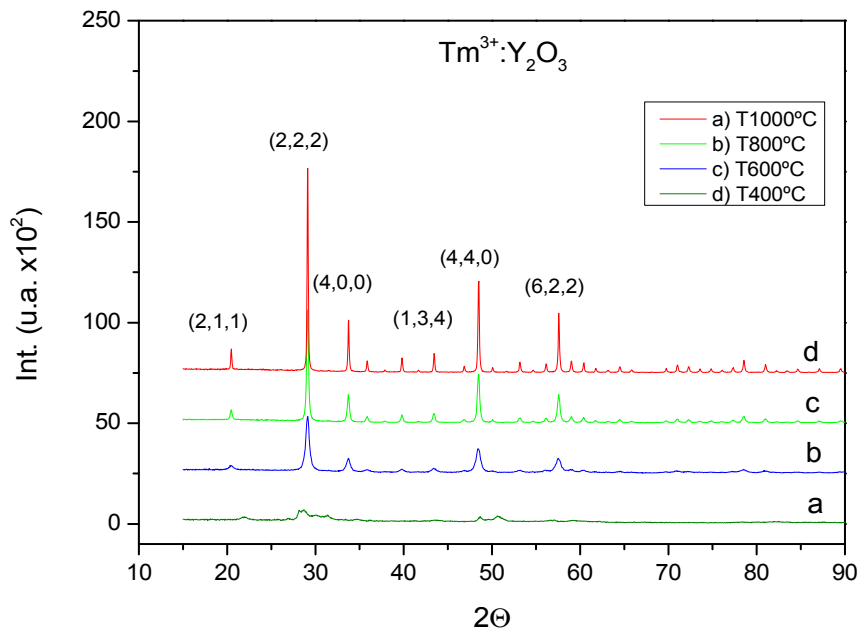


Figura 28 Difractogramas de los polvos luminiscentes $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50 a/o) a diferentes temperaturas de síntesis, ocupando como precursor el Nitrato de Tulio.

En el difractograma se muestra que las reflexiones localizadas en $2\theta = 20.40^\circ$, 29° , 33.55° , 43° , 48.5° , 57.5° corresponden a los planos (2 1 1), (2 2 2), (4 0 0), (1 3 4),

(4 4 0), (6 2 2) respectivamente. Los cuales corresponden a la fase cristalina de Y_2O_3 .

Por medio de la fórmula de Scherrer se calculó el tamaño de cristal, los cuales dieron los siguientes resultados

Temperatura	Tamaño de Cristal
600	19nm
800	30nm
1000	38nm

Tabla 11 Relación de tamaño de cristal con respecto a la temperatura, calculado por la fórmula de Scherrer.

Debido a que el difractograma de 400°C no se encuentran picos definidos, lo cual indica que aún no hay un crecimiento o un tamaño de cristal

Fotoluminiscencia, utilizando como precursor el Nitrato de Tulio.

Espectro de Excitación.

En el espectrofluorímetro se realizó un barrido de excitación a partir de los 200nm hasta los 400nm, en el cual se fijó la longitud de onda de emisión (λ_{em}) en 453nm. Se obtuvo el espectro de excitación que se muestra en la figura 29, a partir del cual fue determinada la longitud de onda de excitación óptima siendo de 212nm y que corresponde a la transición electrónica de excitación $^3H_6 \rightarrow ^1D_2$. La cual fue utilizada para la caracterización fotoluminiscente.

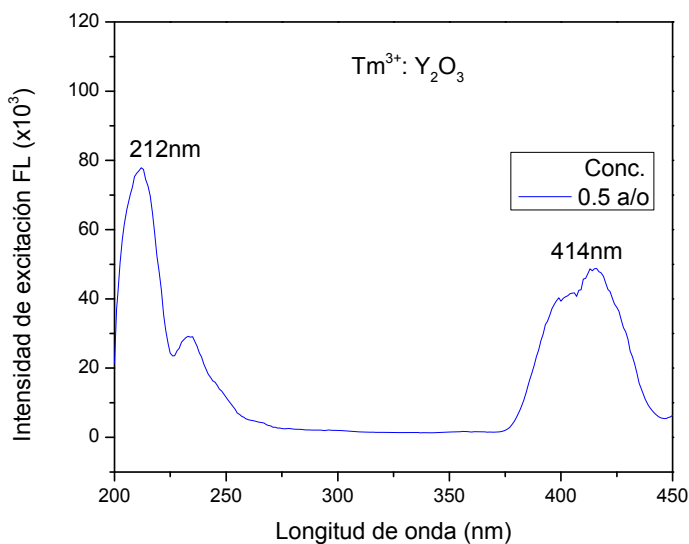


Figura 29 Espectro de excitación obtenido para los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ (0.50a/o) sintetizado a 1000°C. La longitud de onda de emisión fue fijada a 453nm

Espectro de Emisión.

Una vez que se ha determinado la longitud de onda de excitación, se utilizará para poder obtener los espectros de emisión.

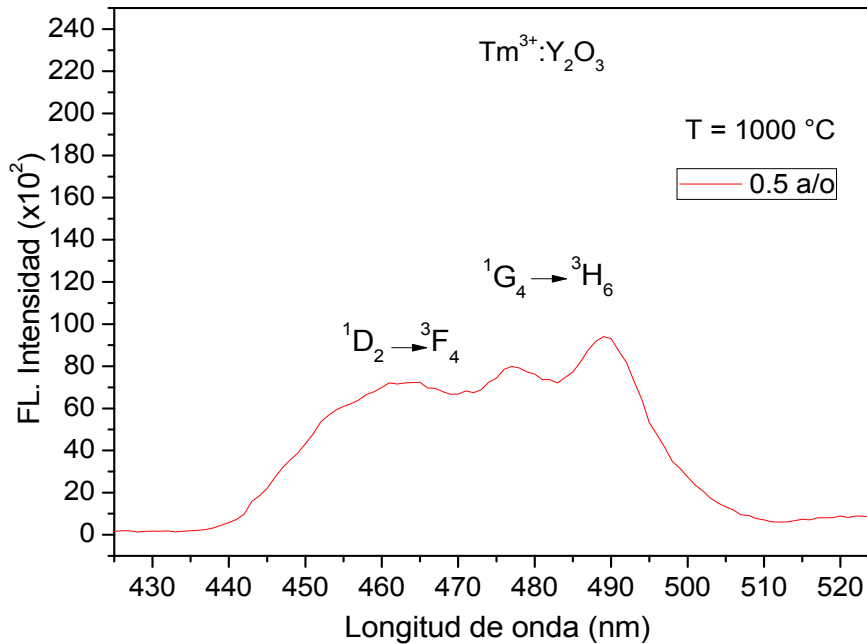


Figura 30 Espectro de emisión fotoluminiscente obtenido para el polvo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a una concentración de (0.5 at/o) tratado térmicamente a una temperatura de $1000^\circ C$. Ocupando como precursor el Nitrato de Tulio. La longitud de onda de excitación se fijó en $212nm$.

Esto se obtiene cuando en el espectrofluorímetro se fija a la longitud de onda de excitación en $212nm$ y se hace un barrido en la zona espectral comprendida entre 420 a $520nm$. Dando como resultado el espectro de emisión mostrado en la figura 30. En el cual observamos un banda ancha de 440 a $505nm$. Esta banda presenta tres picos ubicados 463 , 477 y $490nm$. Estos picos también son mostrados en los espectros de FL (Figura 21) cuando es utilizado el $TmCl_3$ como precursor. Sin embargo, aquí en estos espectros obtenidos observamos que estos picos son más intensos cuando es usado el $Tm(NO_3)_3$ como precursor. Debido a que los iones Tm^{3+} muy probablemente están ocupando los sitios cristalográficos C_2 . Que en la mayoría de los casos los iones Tm^{3+} que ocupan estos sitios presentan emisiones a mayor longitud de onda ($490nm$). Este desplazamiento a mayor longitud de onda

podría ser debido a la presencia de átomos de nitrógeno incorporados en los intersticios de la red huésped de Y_2O_3 y que de alguna forma modifican el campo cristalino provocando que el pico ubicado en 490nm incremente su intensidad.

Espectros de emisión Fotoluminiscentes variando la concentración del impurificante.

En la figura 31 se muestra el espectro de emisión fotoluminiscente del $Tm^{3+}:Y_2O_3$ como función de la longitud de onda variando la concentración de Tm^{3+} con una longitud de onda de excitación de 212nm.

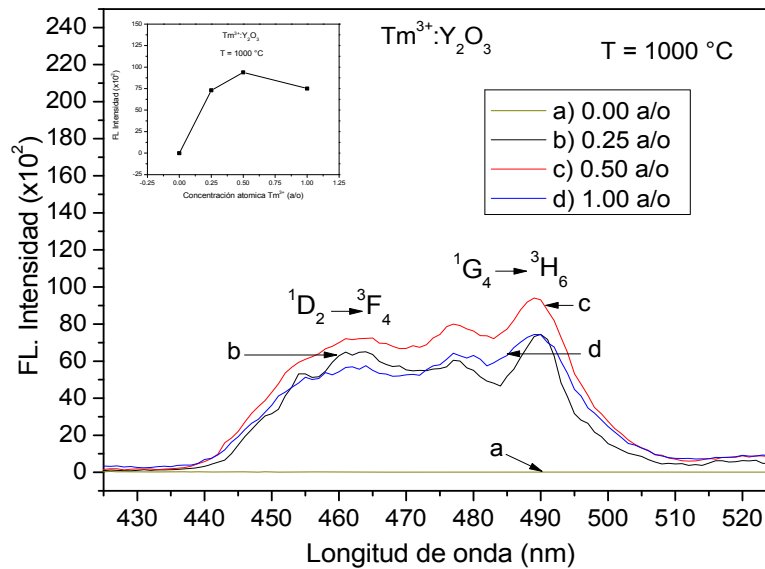


Figura 31 Espectro de Intensidad de emisión Fotoluminiscente de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ como función de la longitud de onda, ocupando como precursor el Nitrato de Itrio.

Se puede observar que conforme aumenta la concentración de Tm^{3+} la intensidad de emisión se incrementa, hasta llegar a una concentración de 0.50 a/o, donde se obtiene un mayor número de centros emisores de luz y como consecuencia la intensidad máxima del espectro de emisión. Pero, a partir de la concentración de 0.75 a/o se aprecia que hay una disminución en la emisión de intensidad fotoluminiscente. Esta disminución es debida al fenómeno denominado “*inhibición por concentración*” es decir, donde se presenta la relajación cruzada que consiste en transferir la energía de excitación a otros iones de Tm^{3+} cercanos.

Espectros de emisión Fotoluminiscente variando la temperatura de síntesis.

A continuación se mostrara los espectros de emisión FI, para apreciar la influencia que tienen los tratamientos térmicos a diferentes temperaturas sobre la intensidad de emisión.

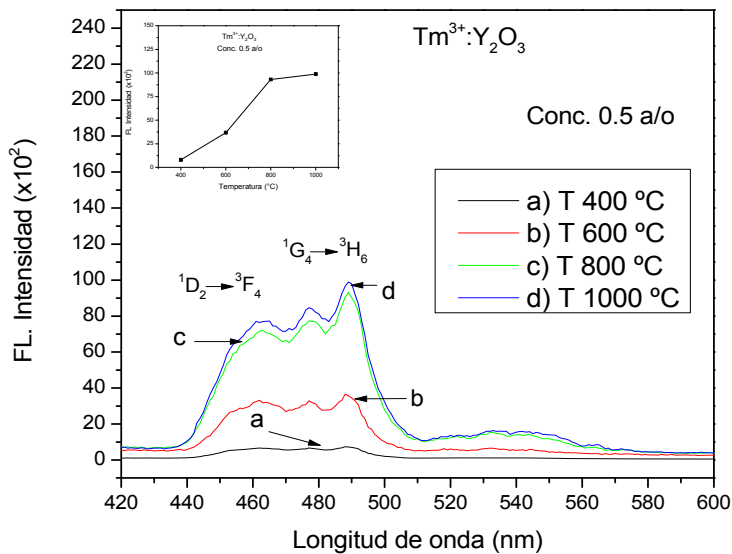


Figura 32 Espectro de intensidad de emisión fotoluminiscente, a diferentes temperaturas de síntesis para el polvo de $Tm^{3+}:Y_2O_3$ a (0.50a/o), ocupando como precursor el Nitrato de Itrio, excitado con una longitud de onda de 212nm

Se puede observar que conforme aumenta la concentración de Tm^{3+} la intensidad de emisión se incrementa, hasta llegar a una concentración de 0.50 a/o, donde se obtiene un mayor número de centros emisores de luz y como consecuencia la intensidad máxima del espectro de emisión. Pero, a partir de la concentración de 0.75 a/o se aprecia que hay una disminución en la emisión de intensidad fotoluminiscente. Esta disminución es debida al fenómeno denominado “*inhibición por concentración*” es decir, donde se presenta la relajación cruzada que consiste en transferir la energía de excitación a otros iones de Tm^{3+} cercanos.

Cátodoluminiscencia, utilizando como precursor el Nitrato de Tulio.

Los polvos fueron excitados con un haz de electrones. Los voltajes de aceleración incidentes que se aplicaron fueron en el rango 3kV hasta 10kV. A continuación describiremos los espectros obtenidos por la técnica antes mencionada.

Espectros de emisión Cátodoluminiscente variando voltaje de aceleración

La figura 33 corresponde al espectro Cátodoluminiscente de los polvos de $Tm^{3+}:Y_2O_3$.

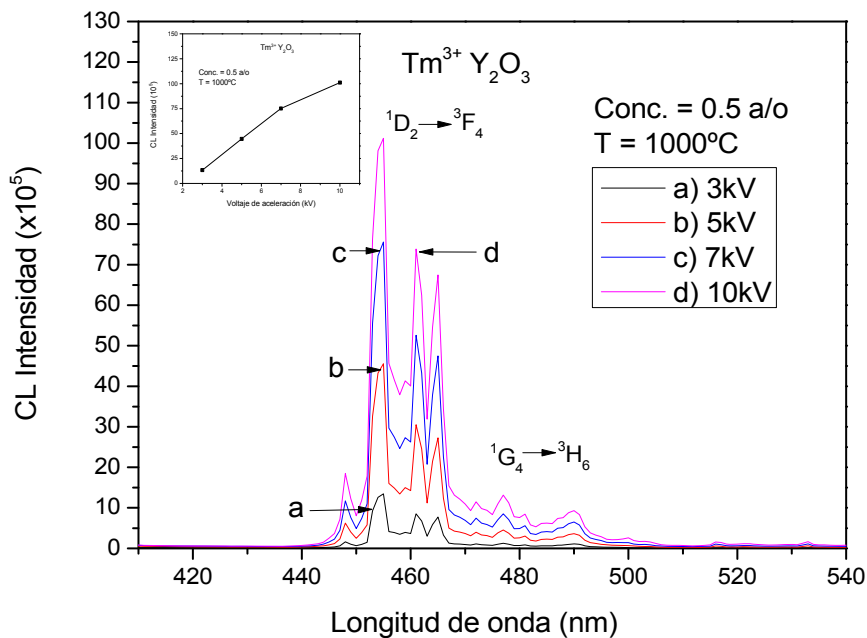


Figura 33 Espectro de intensidad Cátodoluminiscente cuando se varía el voltaje de aceleración de los electrones. Los polvos fueron impurificados al 0.50a/o de Tm^{3+} , fueron tratadas térmicamente a 1000°C. Empleando como precursor el Nitrato de Tulio.

En el espectro se aprecia que la mayor intensidad de emisión corresponde al espectro realizado con un voltaje de aceleración 10kV, así como también que las bandas de emisión se mantienen constante aun cuando el voltaje de aceleración aumenta.

Conclusiones

Se utilizó la técnica de evaporación de solvente para sintetizar fósforos manométricos de óxido de itrio impurificado con tulio. Mediante las técnicas de SEM, EDS, XRD se determinaron las propiedades estructurales y morfológicas de las partículas sintetizadas y posteriormente tratadas térmicamente. Después del tratamiento térmico se observa la formación de aglomerados de aproximadamente $143\text{nm} \pm 20\text{nm}$.

Se determinó que la temperatura de los tratamientos térmicos que se realizaron sobre la muestra tienen un efecto significativo sobre las propiedades cristalinas del material. Se encontró que las partículas presentan una estructura cubica centrada en el cuerpo (BCC) a partir de los 800°C

Se obtuvo la mayor emisión luminiscente para una temperatura de 1000°C lo cual supone un efecto determinante de la temperatura sobre la emisión luminiscente de las muestras analizadas dicha emisión se encuentra en el rango de $450\text{-}500\text{nm}$ que corresponden al color azul, cuyo pico con mayor intensidad se sitúa a una longitud de 453nm . Los picos con mayor emisión se encontraron a las concentraciones de 0.50 a/o y a la temperatura de 1000°C . Al aumentar la temperatura podemos observar que el Y_2O_3 tiende a la fase cristalina. El tamaño de cristal a una Temperatura de 1000°C es aproximado a 27nm calculado por Scherrer.

Investigación a Futuro.

Se sugiere para investigación a futuro.

- Sintetizar polvos luminiscentes utilizando diferentes solventes, se propone utilizar agua, con el cual se bajarían los costos para la producción de los mismos.
- Realizar la síntesis de polvos de óxido de itrio con diferentes iones activadores de la serie de lantánidos, especialmente con Eu^{3+} , Pr^{3+} , Tb^{3+} , Ce^{3+} , Yb^{3+} .
- Caracterizar la eficiencia de la luminiscencia de los polvos impurificados con los iones anteriormente mencionados por las técnicas de Cátodoluminiscencia y fotoluminiscencia.
- Caracterizar estructuralmente los polvos impurificados con los iones anteriormente mencionados por las técnicas de Difracción de Rayos X, Microscopia electrónica de Barrido, Microscopia Electrónica de transmisión.
- Analizar y comparar las propiedades luminiscentes de los polvos que se obtendrán para así, poder realizar la combinación de los tres colores y obtener luz blanca.

Bibliografía

- [1]. Dr.Vij, Luminescence of solids 1998
- [2]. Amitava Patra, Elder De la Rosa, Science of Advanced Materials Vol. 4, pp. 549–550, 2012
- [3]. G. Alarcón Flores, M. García-Hipólito, M. Aguilar-Frutis, J. Guzmán-Mendoza, C. Falcony. Simposio de Tecnología Avanzada, 2008
- [4]. Li L Z, Yan B, Lin L X, Zhao Y. J. Mater. Sci. Mater. Electron., 2011, 22:1040.
- [5]. Jüstel T, Nikol H, Ronda C. Angew. Chem. Int. Ed., 1998, 37: 3084.
- [6]. Rambabu U, Balaji T, Annapurna K, Buddhudu S. Mater. Lett., 1995, 23: 143.
- [7]. Yang, S. Xiao, Z. Liu, X.H. Yan, Appl. Phys. B 86 (2007) 77–82.]
- [8]. Bailey M P, Rocks B F, Riley C. Analyst, 1984, 109: 1449.
- [9]. Palilla F C, Levine A K. YVO4. Applied Optics, 1966, 5: 1467.
- [10]. Z. Piskua, K. Staninski, S. Journal of rare earths, Vol. 29, No. 12, Dec. 2011, P. 1166
- [11]. Gilberto Alarcon Flores, Tesis Doctorado 2011
- [12]. T.Sh. Atabaev, Z. Piao, H.K. Kim, Y.H. Hwang, B.K. Kim, J. sci. technol. 11 (2011) 5892–5897.
- [13]. Takanori Mori, Makoto Fujiwara, Rafael R. Manory, Ippei Shimizu, Takeo Tanaka, Shoji Miyake. (2003) 169-170, p. 528-531
- [14]. G. Blasse, B. C. Grabmaier. Luminescents Materials. Springer-Verlag, (1994). Patra, C.S. Friend, R. Kapoor, P.N. Prasad, Chem. Mater. 15 (2003) 3650.
- [15]. S. Chandra, F.L. Deepak, J.B. Gruber, D.K. Sardar, J. Phys. Chem. C 114 (2010) 874–880.
- [16]. H. Guo, Y.M. Qiao, Opt. Mater. 31 (2009) 583–589.
- [17]. J.-L. Yuan, Z.-Y. Zeng, J.-T. Zhao, Z.-J. Zhang, H.-H. Chen, X.-X. Yang, J. Phys. D: Appl. Phys. 41 (2008) 105406.
- [18]. XB. Savoini, J.E Muñoz Santiuste, and R. González, (1997). Physical Review B 56, 10,5858
- [19]. WANG Jianjun, JI Ting, ZHU Yanyan, FANG Zebo, REN Weiyi, Journal Of Rare Earths, Vol. 30, No. 3, Mar. 2012, P. 233
- [20]. X.L. Pang, C.H. Jia, G.Q. Li, W.F. Zhang Optical Materials 34 (2011) 234–238
- [21]. Cecilia del Valle Chacon Roa, Tesis 2009.
- [22]. M.J.F. Dignonnet, Rare-Earth-Doped Fiber Lasers and Amplifiers, second ed., M. Dekker, New York, Basel, 2001.
- [23]. O.A. Lopez, J.M. Kittrick, L.E. Shea, J. Luminescence Optical Materials 35 (2013) 2023–2026 2025
- [24]. U.V. Valiev, J.B. Gruber, I.R. Gapdulkhakov, N.I. Juraeva, A.K. Mukhammadiev, S.A. Rakhimov, I.S. Édel'man, Opt. Spec. 106 (2009) 851–857.
- [25]. X. Liu, L. Yan, J. Lin, J. Phys. Chem. C113 (2009) 8478–8483.

- [26]. Y. Fujimoto, T. Yanagida, Y. Yokota, N. Kawaguchi, K. Fukuda, D. Totsuka, K. Watanabe, A. Yamazaki, A. Yoshikawa, *Radi. Meas.* 46 (2011) 1506–1508.
- [27]. B.C. Grabmaier, W. Rossne, *Nucl. Tracks Radiat. Meas.* 43 (1993) 21.
- [28]. M. Fox. *Optical properties of solids.* OXFORD University Press. 2001
- [29]. Rafael Balderas Xicohtencatl, Tesis 2013.
- [30]. R. Hari Krishna, B.M. Nagabhushana, H. Nagabhushana, R.P.S. Chakradhar, R. Sivaramakrishna, C. Shivakumara , Tiju Thomas. *Journal of Alloys and Compounds* 585 (2014) 129–137
- [31]. X.L. Pang, C.H. Jia, G.Q. Li, W.F. Zhang *JOURNAL OF RARE EARTHS*, Vol. 30, No. 3, Mar. 2012, P. 233
- [32]. Daisuke Totsuka, Takayuki Yanagida, Makoto Sugiyama, Yutaka Fujimoto, Yuui Yokota, Akira Yoshikawa, *Materials Research Bulletin* 47 (2012) 993–997
- [33]. Yunfeng Bai, Yuxiao Wang, Guanya Peng, Wang Zhang, Yueke Wang, Kun Yang, Xueru Zhang, Yinglin Song *Optics Communications* 282 (2009) 1922–1924
- [34]. O.A. Lopez a, J. McKittrick b, *, L.E. Shea *Journal of Luminescence* 71 (1997) 1–1
- [35]. J.H. Mun, A. Jouini, A. Novoselov, Y. Guyot, A. Yoshikawa, H. Ohta, H. Shibata, Y. Waseda, G. Boulon, T. Fukuda
- [36]. Yunfeng Bai, Yuxiao Wang, Guanya Peng, Wang Zhang, Yueke Wang, Kun Yang, Xueru Zhang, Yinglin Song *Optics Communications* 282 (2009) 1922–1924
- [37]. C. Goutaudier!,*, F.S. Ermeneux!, M.T. Cohen-Adad!, R. Moncorge *Optical Materials* 34 (2012) 889–892
- [38]. Pingxin Song, Zhiwei Zhao_, Xiaodong Xu, Benxue Jang, Peizhen Deng, Jun Xu, *Journal of Crystal Growth* 270 (2004) 433–437
- [39]. Yuanbing Mao, Thai Tran, Xia Guo, Jian Y. Huang, C. Ken Shih, Kang L. Wang and Jane P. Chang, *Advanced Functional Materials* Volume 19, Issue 5, pages 748–754.
- [40]. J.S. Schneider, R.S. Roth, *J. Res. Nat. Bur. Stand. A* 64A (4) (1960) 317.
- [41]. Dening, B.M. Dick, E.Heuman, J.-P. Meyn, K. Petermann, G. Huber, *OSA TOPS*, Vol. 10, ASSL 1997, Optical Society of America, 1997.
- [42]. [Nikifor Rakov a,†, Glauco S. Maciel Comparative study of Er³⁺ and Tm³⁺ co-doped YOF and Y₂O₃ powders as red spectrally pure upconverters *Optical Materials* 35 (2013) 2372–2375]
- [43]. Y. Guyot, R. MoncorgeH, L.D. Merkle, A. Pinto, B. McIntosh, H. Verdun, *Opt. Mater.* 5 (1995) 127.
- [44]. F.S. Ermeneux, C. Goutaudier, R. Moncorge, M.T. Cohen-Adad, *Opt. Mater.* 8 (1997) 83.
- [45]. P.H. Klein, W.J. Croft, *J. Appl. Phys.* 38 (1967) 1603.
- [46]. F.S. Ermeneux, R.W. Equall, R. Hutchinson, Y. Sun, R.L. Cone, *OSA Technical Digest*, ASSL 99, Optical Society of America, 1999.
- [47]. T.K. Seshagiri, N.K. Porwal, V. Sudersan, T.K. Gundu Rao, A.K. Tyagi, S.V. Godbole, *Optical Materials* 34 (2012) 889–892

- [48]. Yanping Wei, Chaoyang Tu, Guohua Jia, Zhenyu You, Hongyan Wang, Fugui Yang, Xiukai Lua,b, Jianfu Lia, Zhaojie Zhua, Yan Wanga
- [49]. Olivia A. Graeve *, Jessica O. Corral Optical Materials 29 (2006) 24–30
- [50]. N. Dubnikova a, E. Garskaite b, A. Beganskiene a, A. Kareiva Optical Materials 33 (2011) 1179–1184
- [51]. E.W. Barrera · M.C. Pujol · C. Cascales · C. Zaldo, K.H. Park · S.B. Choi · F. Rotermund · J.J. Carvajal, X. Mateos · M. Aguiló · F. Díaz, Solid State Communications 140 (2006) 230–235
- [52]. V. Lojpur, L. Mancic, P. Vulic, M.D. Dramicanin, M. E. Rabanal, O. Milosevic, Ceramics International 10 September 2013
- [53]. Adolfo Speghini, Fabio Piccinelli, Marco Bettinelli, Optical Materials 33 (2011) 247–257
- [54]. P. Dorenbos, Journal of Luminescence 91 (2000) 91}106
- [55]. R. Lauro __, J.Ruggiero,A.Louchet,A.Alexander,T.Chanelie` re, I.Lorgere´ , F.Bretenaker, F.Goldfarb,J.-L.LeGoue¨ Journal of Luminescence 129 (2009) 1951–1954

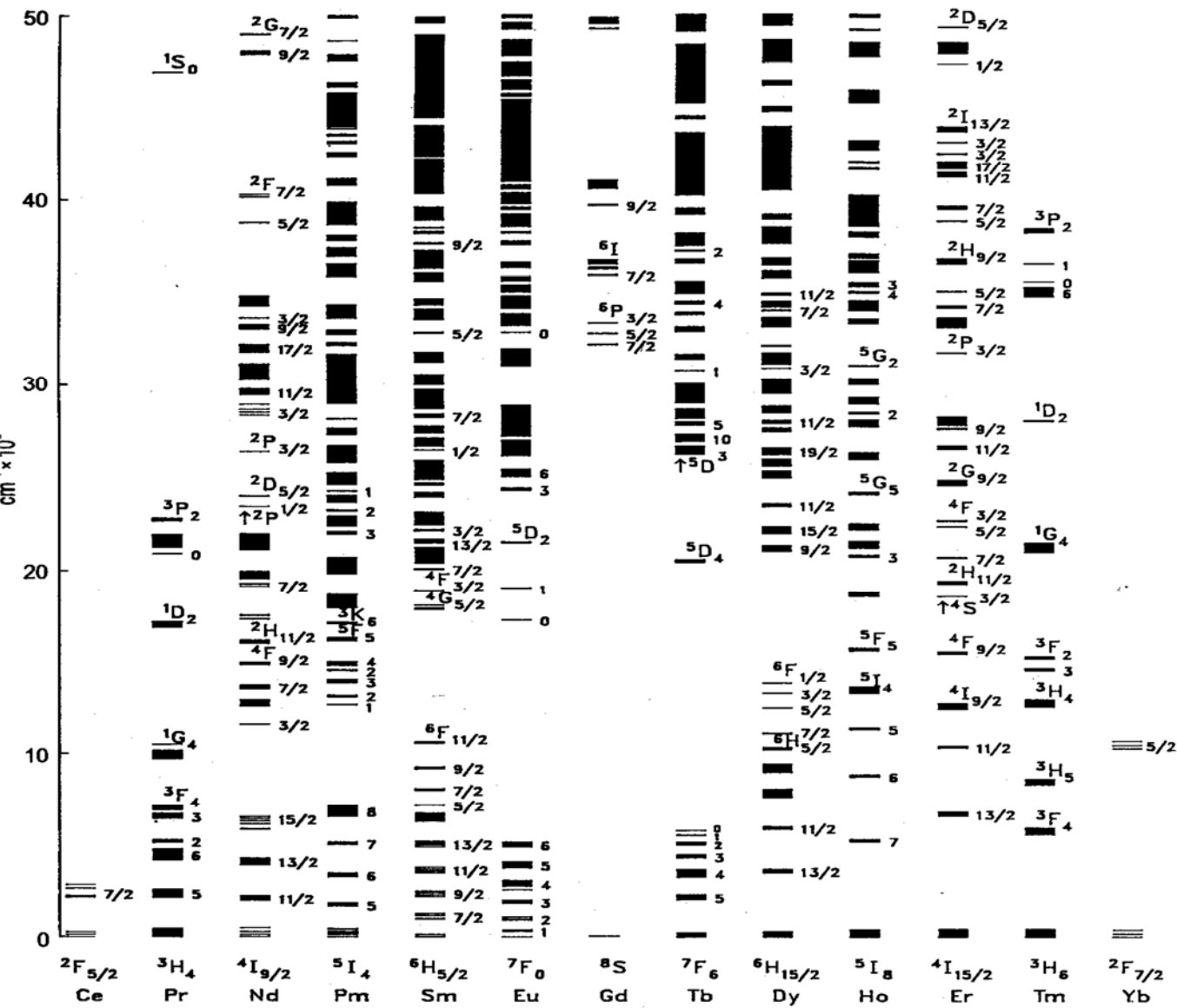


Diagrama de Dieke para iones de tierras raras.

Productos de este trabajo.

a) Artículos publicados:

Electrical and structural characteristics of spray deposited (ZnO) $_x$ -(CdO) $_{1-x}$ thin films, Alarcón-Flores a, B. Vásquez-Pérez b, A. Peláez-Rodríguez a, M. Villa-García a, S. Carmona-Téllez a, J. A. Luna-Guzmán a, C. Falcony c, and M. Aguilar-Frutiis a, Revista Mexicana de Física 59 (2013) 403–411

b) Asistencia y participación a congresos y simposios.

XIII International Symposium XXII National Congress On Solid State Dosimetry.

XX Simposio De Tecnología Avanzada Cicata Legaría

XXI Symposium on advanced Thecnology

8° Foro PIFI 2013

XXII Simposio En Tecnología Avanzada Cicata Legaría

48° Congreso Mexicano de Química.

32° Congreso Nacional De Educación Química

c) Asistencia a cursos.

Dosimetría Termoluminiscente Aplicada en la Física Médica.

Elaboración de carteles para la ciencia y la docencia.

Growth of self- assembled structures.

Curso de Magnetismo y Superconductividad.

Programa Match. Usado para la indexación de picos en el difractograma de Rayos X.

