

Estudio de films mesoporosos tratados con rayos X de alta intensidad

C. Gallo, M. Zalduendo, P. Angelomé

Instituto de Tecnología Jorge Sábato, Universidad Nacional de San Martín – CNEA.

Gerencia Química e INN, Centro Atómico Constituyentes – CNEA.

Tópicos: Materiales

Introducción

Los films delgados mesoporosos (FDM) de TiO_2 y SiO_2 presentan alta superficie específica y arreglo de poros controlado, existiendo diversos métodos de síntesis y procesamiento reproducibles que permiten tener control sobre el espesor y el tamaño y arreglo de poros [1]. Tradicionalmente el método de obtención de FDM involucra un tratamiento con temperatura (mayor a 200°C) para la consolidación del material. Sin embargo, en los últimos años, se ha comenzado a estudiar la posibilidad de un método alternativo (tratamiento con rayos X de alta intensidad), lo que permite no sólo evitar el tratamiento térmico si no también realizar patrones utilizando litografía [2].

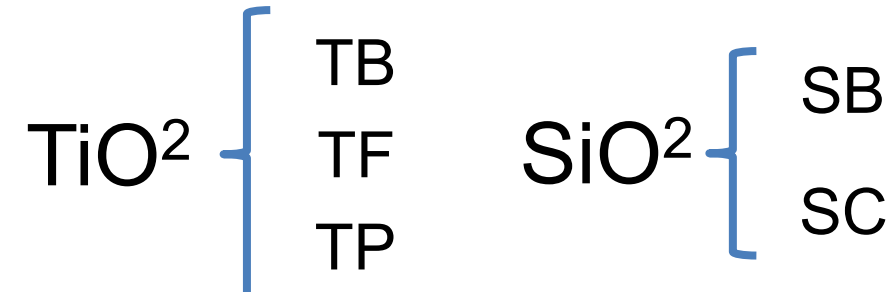
En este trabajo se presenta un estudio de las propiedades de FDM obtenidos por tratamiento con rayos X de alta intensidad (FDM sintetizados en sincrotrón Elettra – Trieste, Italia), utilizando distintos tiempos de exposición (dosis) y posterior extracción con diferentes solventes. En particular, se analiza la porosidad accesible de los mismos en comparación con los equivalentes obtenidos por tratamiento con temperatura (a 200 o 350°C).

Sistemas de muestras

Según tiempos de exposición a rayos X de alta intensidad:

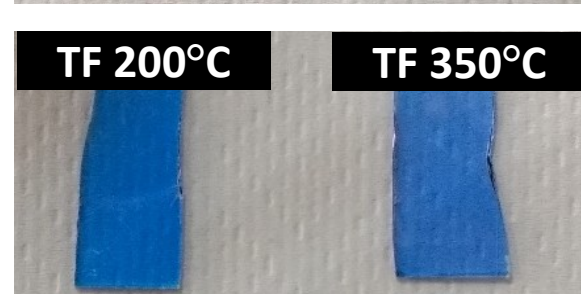
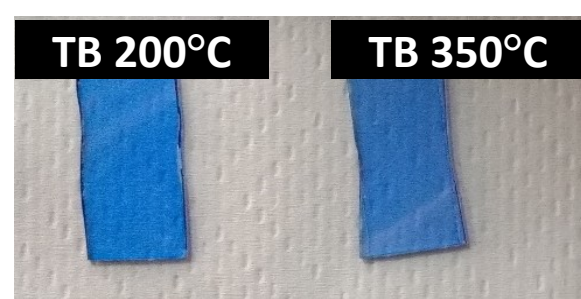
Tiempos de exposición entre dosis se duplican

Según molde de poros:

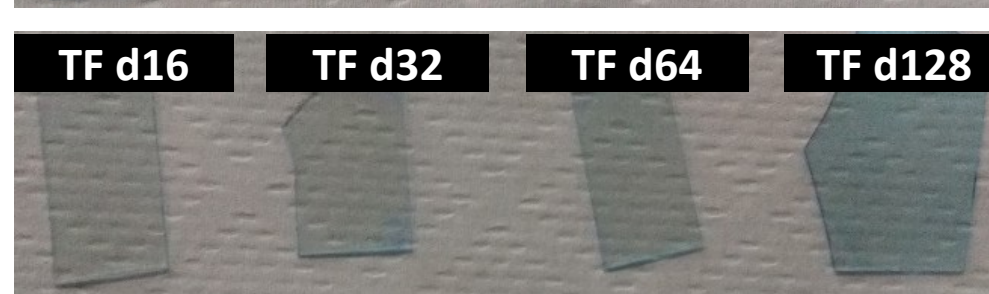
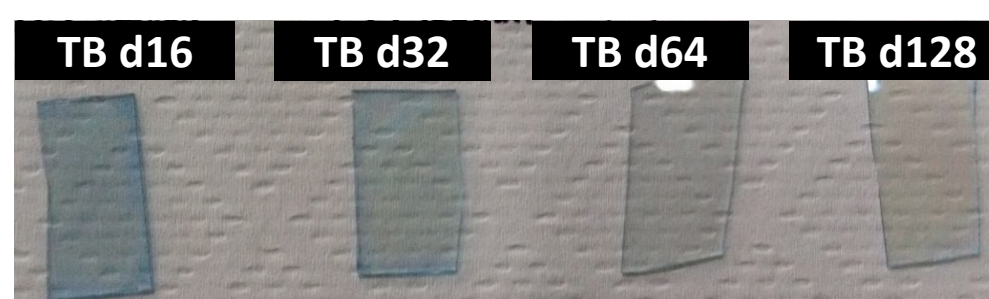


Imágenes ópticas + 120 min incorporación

Muestras - TT tradicional

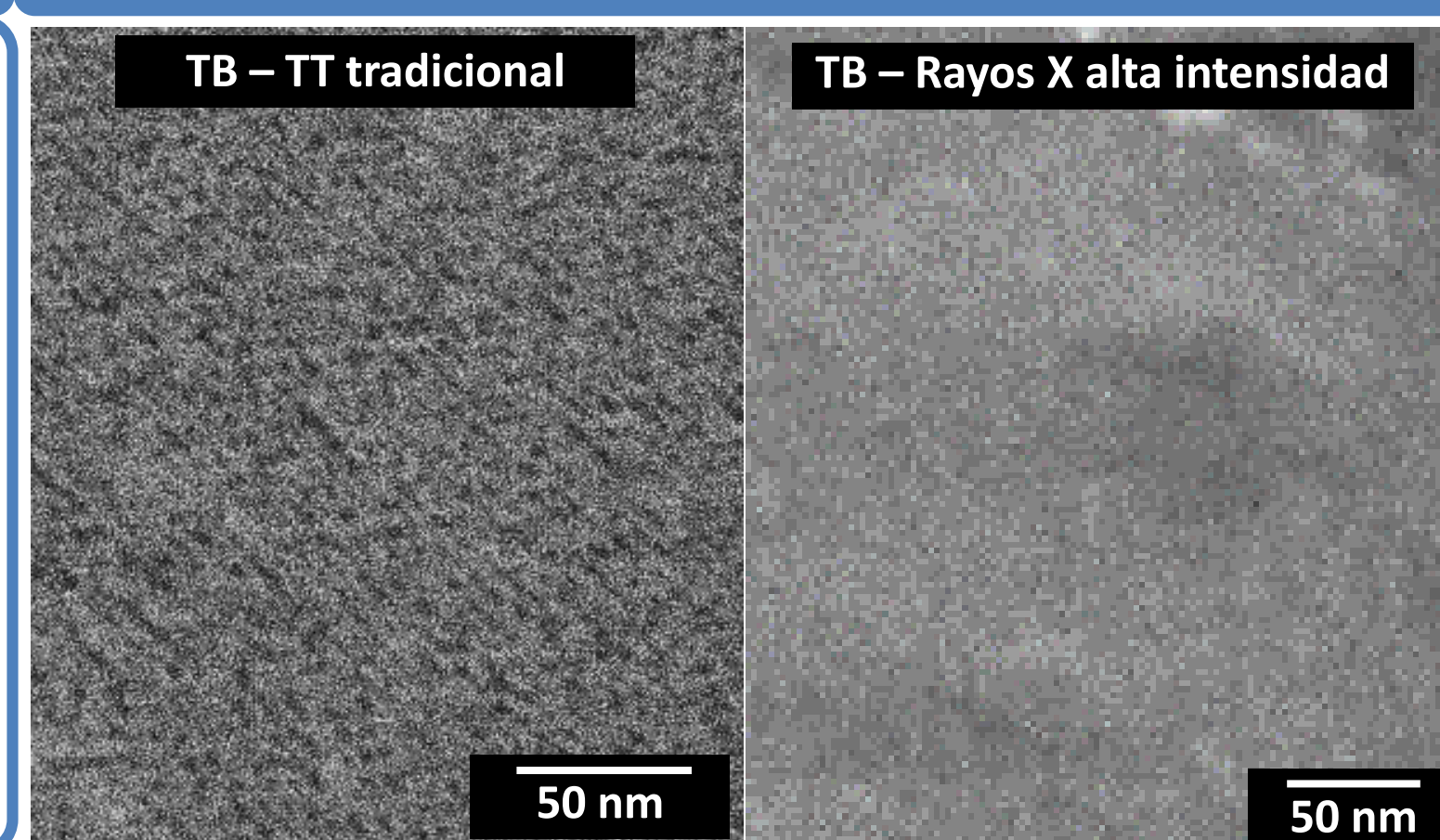


Muestras – Rayos X alta intensidad



Mayor accesibilidad → Mayor coloración

SEM



Resultados generales según familia – Muestras tratadas con Tratamiento Térmico tradicional

Para todas las muestras tratadas con TT tradicional se observa mayor adsorción de AM y en aumento según el tiempo sumergido, observándose a simple vista la incorporación del mismo, lo cual indica mayor accesibilidad de sus poros. Mediante el uso de Reflectometría de Rayos X se calculó la porosidad accesible de las mismas en un rango entre 40 y 60%.

Resultados generales según familia – Muestras tratadas con rayos X de alta intensidad

SB y SC: Mayor adsorción de AM en orden creciente de dosis en las muestras preparadas con rayos X de alta intensidad. No se observaron diferencias luego de extracción con solvente orgánico en las mismas.

TB: Se observó coloración mínima decreciente según dosis. En el espectrograma UV-Vis, el espesor del FDM interfiere en el análisis y se forman batidos.

TP: Se observó coloración mínima creciente según dosis. El espesor del FDM interfiere en el análisis de espectro UV-Vis, se observa aumento de accesibilidad si se extrae con etanol durante tres días.

TF: Se observó coloración mínima creciente según dosis y aumento de accesibilidad si se realiza extracción con etanol.

No se logró determinar la porosidad por medio de Reflectometría de Rayos X.

En general, las muestras tratadas con rayos X no presentan buena accesibilidad

Bibliografía

[1] Soler-Illia G. J. A. A., Angelomé P. C., Fuertes M. C., Calvo A., Wolosiuk A., Zelcer A., Bellino M. G., Martínez E. D. (2010) Mesoporous hybrid and nanocomposite thin films. A sol-gel toolbox to create nanoconfined systems with localized chemical properties. Journal of Sol-Gel Science and Technology.

[2] Innocenzi P., Malfatti L., Mamioli B., Falcaro P. (2013) Hard X-rays and soft-matter: processing of sol-gel films from a top down route. Journal of Sol-Gel Science and Technology.