

## ESTUDIO MORFOLÓGICO DE POLITIOFENO POLIMERIZADO POR PLASMA, SU VIABILIDAD COMO MEMBRANA

<sup>1</sup>R. Neria, <sup>1</sup>R. Olayo, <sup>1</sup>J. Morales, <sup>2</sup>M. G. Olayo, <sup>2</sup>G. J. Cruz

<sup>1</sup>Departamento de Física, UAM-I, Apdo. Postal 55-534, D.F., CP 09340, México

<sup>2</sup>Departamento de Síntesis y Caracterización, ININ, Apdo. Postal 18-1027, D.F., CP 11801, México

### Introducción

Con base en la distribución regular de los átomos, los cristales podrían ser utilizados como rejillas de difracción para los rayos x. Si consideramos la radiación reflejada en planos de Bragg paralelos y sucesivos, separados una distancia  $d$ , es posible que los haces reflejados en cada plano interfieran constructivamente para reforzar en ciertas direcciones el haz reflejado. Para que se produzca una interferencia constructiva, se requiere que la diferencia de trayectorias,  $2d \sin\theta$ , entre los dos rayos, sea igual a un número entero de longitudes de onda; por consiguiente, la ley de Bragg establece que:

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

Los tamices moleculares son materiales capaces de separar moléculas tales como gases en una escala atómica. Los materiales orgánicos poliméricos son apenas reconocidos como tamices moleculares. Sin embargo, si se puede preparar un tamiz molecular orgánico con alta selectividad, éste tiene grandes ventajas sobre los tamices moleculares inorgánicos (zeolitas o carbón), debido a su fácil procesabilidad y su capacidad para formar películas delgadas. Entre los posibles materiales orgánicos para formar los tamices se tiene la polianilina dopada con ácidos.

### Experimental

La síntesis por plasma del polímero politiofeno, *PTh*, se hizo en un reactor tubular de vidrio con un diámetro externo de 9 cm a una frecuencia de operación de 13.5 MHz y con un acoplamiento resistivo. El reactor se llevó a una presión promedio de  $8 \times 10^{-2}$  Torr con una potencia aplicada de 12 W



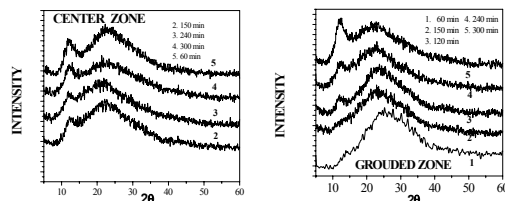
Figura 1 – Fotografía del reactor

### Resultados

#### Difracción de Rayos X

Los difractogramas del polímero *PTh*, para los diferentes tiempos de reacción se muestran en la Fig. 2. La diferencia más importante entre los difractogramas se localiza entre la zona centro y la zona aterrizada, ya que los tiempos de reacción de 60, 120 y 150 minutos, podemos producir membrana de cierto tamaño de poro. En el electrodo RF, el tiempo de reacción es suficiente con 60 minutos para tener el mismo espaciamiento que se obtiene con la zona aterrizada. Como sabemos el *PTh* es amorfo y al sintetizarlo con plasma, los diferentes tiempos de reacción nos muestran un pico alrededor de  $2\theta \sim 12^\circ$ , aumentando la cristalinidad.

Figura 2 – Difractograma de la zona centro y zona aterrizada, para los diferentes tiempos de reacción



#### Análisis de los difractogramas

En la Fig. 3 se presentan algunos difractogramas de *PTh* con una deconvolución, de esta manera se encuentran los ángulos de los picos, cuyos valores se usaron para poder encontrar las distancias intermoleculares.

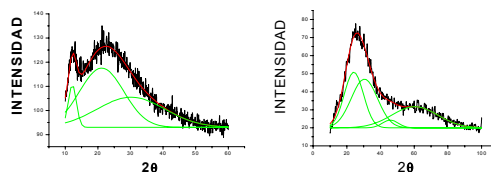


Figura 3 – Deconvolución de los difractogramas de *PTh*

	ZONA CENTRO						ZONA ATERRIZADA							
Tiempo*	$2\theta_1$	$2\theta_2$	$2\theta_3$	$d_1^*$	$d_2$	$d_3$	$2\theta_1$	$2\theta_2$	$2\theta_3$	$2\theta_4$	$d_1$	$d_2$	$d_3$	$d_4$
60	11.21	22.05	26.98	7.26	4.03	3.30			26.20				3.40	
120								23.24		36.34		3.82		2.45
150	12.33	21.56	29.35	7.17	4.12	3.04		23.54	24.90	39.13		3.77	3.57	2.30
240	12.93	20.32	25.46	7.41	4.37	3.50	11.96	20.56	25.46	36.82	7.39	4.32	3.50	2.50
300	12.17	21.24	27.75	7.26	4.18	3.24	12.13	20.87	24.04	36.38	7.29	4.25	3.70	2.47

\*Tiempo[min], Distancia[Å]

**Tabla 1 – Comparación entre la zona centro y la zona aterrizada**

En la tabla 1 se muestran los ángulos de difracción y distancias  $d$  intermoleculares para la zona centro y la zona aterrizada, observando que son casi de la misma magnitud para los primeros tiempos de reacción; para la zona aterrizada aparece un ángulo de difracción más, teniendo una distancia mucho más pequeña, la cual puede servir para dejar pasar por la membrana una molécula, cuyo radio cinético sea del orden de magnitud obtenido de la distancia intermolecular.

La figura 4 muestra la evolución de las distancias en el tiempo, la cual tiene un comportamiento lineal. Esto sirve para seleccionar la membrana con el tamaño de poro adecuado.

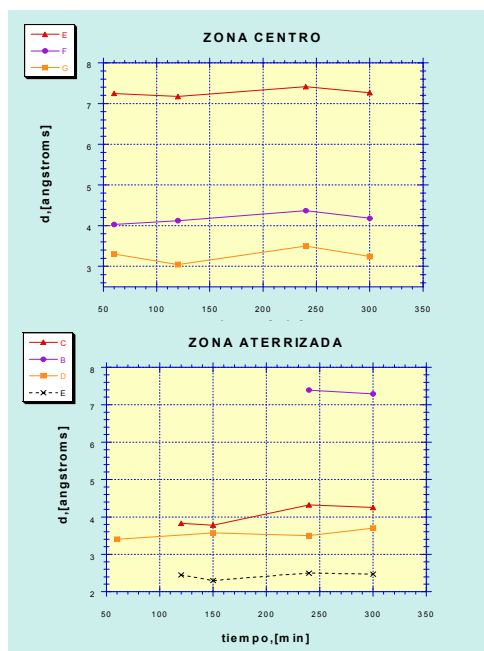
La muestra presenta el espectro característico de un material amorfo, después se ve modificado cuando se lleva a un tiempo de reacción más largo.

Con el calentamiento que se presenta en el interior del reactor hay cambios en intensidad y mejor definición de un pequeño pico cristalino centrado en la posición  $2\theta=12.3^\circ$ . Esto indica que el polímero sufre un reacomodo de su estructura debido al calentamiento.

Se tiene una diferente cristalinidad dependiendo de la zona del reactor que se seleccione.

El espaciamiento  $d$  de la lamela depende del tiempo de reacción.

**Figura 4 – Comparación de las distancias intermoleculares, entre ambas zonas del reactor**



## Conclusiones

## Bibliografía

1. N. V. Bhat, D. S. Wavhal, *Preparation and Characterization of Plasma-Polymerized Thiophene Films*, J. Appl. Polym. Sci., **70**, 203 (1998)
2. Young Moo Lee, Seong Yong Ha, Yeon K. Lee, *Gas Separation through Conductive polymer Membranes. Polyaniline Membranes with High Oxygen Selectivity*, Ind. Eng. Chem. Res., **38**, 1917 (1999)
3. Groenewoud, *Pulsed Polymerization of Thiophene*, Langmuir, **16**, 6278 (2000)