

Avaliação da presença de acetato de cobalto nas características morfológicas e estruturais de SiC_xO_y derivados de $\text{D}_4\text{H/DVB}$.

Jaqueline Lais Pereira¹ (PG)*, Naiara Vieira Godoy¹ (PG) e Mariana Gava Segatelli¹ (PQ).

*e-mail: jaquelais@hotmail.com

¹ Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química. Rodovia Celso Garcia Cid, Km 380, CEP 86050-482, Londrina-PR.

Palavras Chave: Cobalto, oxycarbeto de silício, pirólise.

Introdução

Polissiloxanos têm sido muito empregados como precursores de oxycarbeto de silício (SiC_xO_y), por pirólise controlada. Estudos relatam que determinados metais de transição podem induzir a cristalização e formação de estruturas em escala micro/nanométricas, tais como fios, fitas e/ou tubos nos materiais cerâmicos.¹ Neste trabalho foram preparados polímeros híbridos constituídos de 1,3,5,7-tetrametil-1,3,5,7-tetrahydrogenociclotetrasiloxano/divinilbenzeno, $\text{D}_4\text{H/DVB}$, na razão molar 1:1, por reação de hidrossililação catalisada por complexo de Pt^{2+} , com e sem CoAc (~4% e 8% em massa). Os materiais foram pós-curados e pirolisados a 1000°C em atmosfera de Ar. As cerâmicas foram caracterizadas por espectroscopia infravermelho (IV), difratometria de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O comportamento térmico dos polímeros e seus rendimentos cerâmicos foram caracterizados por termogravimetria (TG).

Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta os espectros IV do D_4H , DVB , polímeros pós-curados (MPC) contendo ~4% CoAc (MPC4%), ~8% Co (MPC8%) e dos respectivos vidros cerâmicos a 1000°C , (M1000), (M4%1000) e (M8%1000).

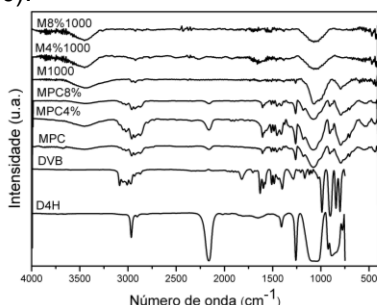


Figura 1. Espectros IV do D_4H , DVB , MPC, MPC4%, MPC8%, M1000, M4%1000 e M8%1000.

Os polímeros revelaram uma diminuição acentuada das intensidades relativas das absorções de Si-H (2160 cm^{-1}) e dos grupos vinila (3055 cm^{-1}) em relação aos espectros do D_4H e do DVB , respectivamente. Este resultado indica que a reação de hidrossililação ocorreu com êxito, resultando na formação dos polímeros híbridos. A 1000°C os

materiais encontram-se mineralizados na forma de SiC_xO_y , onde foram observadas bandas largas de Si-O-Si e Si-C , em 1080 e 800 cm^{-1} , respectivamente, sendo que para M4%1000 e M8%1000, a intensidade relativa da ligação Si-C foi consideravelmente reduzida. O material M1000 apresentou uma morfologia não-rugosa contendo trincas e bolhas, devido à exotermicidade e rapidez da reação entre D_4H e DVB . Nas cerâmicas M4%1000 e M8%1000 foram observadas ilhas dispersas na matriz de SiC_xO_y , com formação inicial de estruturas do tipo fios (Figura 2) a partir destas ilhas. Além disso, o aumento da quantidade das ilhas foi proporcional ao teor de CoAc introduzido no precursor. Além da nucleação destas estruturas, o cobalto atuou como indutor da formação da fase de carbono grafite, caracterizada pelos picos de difração em $25,9^\circ$ e $44,3^\circ$ (2θ) nestes materiais.

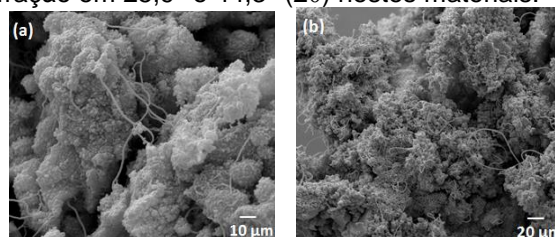


Figura 2. Micrografias eletrônicas de varredura das cerâmicas M4%1000 (a) e M8%1000 (b).

Os polímeros revelaram comportamento térmico similar, com início de perda de massa em 520 , 530 e 526°C para MPC, MPC4% e MPC8%, respectivamente. Os respectivos rendimentos cerâmicos, a 1000°C , foram 68, 67 e 66%.

Conclusões

Vidros cerâmicos de SiC_xO_y contendo cobalto foram obtidos por pirólise a 1000°C a partir de polímeros $\text{D}_4\text{H/DVB}$. A presença e o teor de cobalto foram fundamentais para a formação inicial da fase cristalina de carbono grafite e de nanofios nesta temperatura, sendo que a natureza química e seu mecanismo de formação estão sendo investigados.

Agradecimentos

CAPES, UEL, LMEM.

¹ Schamalz, T., Kraus, T., Günthner, M., Liebscher, C., Glatzel, U., Kempe, R., Motz, G. *Carbon*. 2011, 9, 3065.