

Modificação do Carbono Polimérico Vítreo com Íons Metálicos Utilizando o Método de Pechini.

Celso R.N. Jesus* (PG), Jane Karla F.B. Machado (PG), Roberto J. Neto (IC), Willian C.G. Rocha (IC), Herenilton P. Oliveira (PQ). crnj77@hotmail.com

Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo. Avenida Bandeirantes-3900, Departamento de Química, CEP: 14040-901.

Palavras Chave: *carbono polimérico vítreo, voltametria cíclica, eletrodo.*

Introdução

Carbono polimérico vítreo (CPV) apresenta ótima condutividade eletrônica, estabilidade térmica, robustez e grande intervalo de potencial [1]. Dessa forma, se torna possível sua aplicação como eletrodo sólido para o monitoramento de processos de transferência de carga, suporte para polímeros eletroativos e modificadores de superfície. Destaca-se a possibilidade de funcionalização de sua superfície e mudança da fase *bulk*, que pode ocorrer por diferentes métodos. O processo de obtenção do CPV se baseia na carbonização em ambiente inerte de materiais precursores, como as resinas fenólicas (por exemplo, resol, $C_7H_8O_2$). O objetivo deste trabalho é a modificação da fase *bulk* do CPV com íons metálicos através do Método de Pechini na etapa de polimerização da resina fenólica.

Resultados e Discussão

Aqueceu-se uma mistura de 10 mmol de ácido cítrico com 40 mmol de etilenoglicol a 60°, e, em seguida, adicionou-se 12 mmol do íon metálico (ferro, cério e crômio). Posteriormente essa resina foi misturada à 5 g de resina resol. Após esse período, o produto resinoso foi pré-polimerizado em moldes numa estufa a 60° C durante 72 horas. O material solidificado é facilmente retirado dos moldes para, em seguida, ser levado ao forno tubular horizontal equipado com controlador universal, onde é submetido a um tratamento térmico sob atmosfera inerte (N_2), num intervalo entre 30° C a 1050° C.

Pela curva termogravimétrica, do CPV modificado com íons ferro (R_{Fe}), crômio (R_{Cr}) e cério (R_{Ce}), em atmosfera inerte, observa-se que essas podem ser divididas em 4 regiões distintas: 25° C - 100° C; 100 - 200° C; 200 - 700° C e; 700° C - 1000° C. A perda em massa inicial, até 100° C, pode ser atribuída à perda de água e grupos fenóis. Em seguida, entre 100 a 200° C, a perda é referente à liberação de água formada com as ligações entre os monômeros para a formação das cadeias poliméricas. Posteriormente, até 700° C, a perda está relacionada à reação de condensação entre as cadeias poliméricas, que virão a formar estruturas semelhantes aos planos gráficos. Entre 700 a 1000° C, a perda é atribuída à conformação da

32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

estrutura do CPV modificado. Ao final o material possui coloração preta com brilho metálico.

Pode-se observar nos difratogramas os picos basais (002) e (10 \bar{l}) na amostra do CPV_{metal}, entretanto, com diferenças na largura e intensidade em relação ao CPV não modificado. Tal fato deve estar relacionado com imperfeições/distorções, provocado pelos íons metálicos inseridos na resina, que podem ter ocorrido na formação dos planos gráficos do material, durante o tratamento térmico. O pico basal (002) mais estreito e com uma intensidade maior pode ser reflexo de uma maior cristalinidade do material.

As imagens por microscopia eletrônica de varredura da superfície do CPV_{metal}, mostraram uma superfície rugosa com descamações em algumas partes da sua extensão, com cavidades com diâmetros da ordem de 4 μ m. A morfologia da cavidade dos poros indica que o material é constituído por camadas pouco uniformes que se sobrepõe aleatoriamente do mesmo modo que o CPV não modificado.

Foram também realizados ensaios de voltametria cíclica com CPV modificado em soluções de H_2SO_4 e de ferricianeto de potássio. De um modo geral, as alterações quando comparadas ao CPV não modificado estão associadas às diferenças estruturais do material e a estrutura eletrônica nas camadas do material mudando sua condutividade e propriedades eletroquímicas. Estudos avaliando as constantes de troca com diversos sistemas redox também foram realizados.

Conclusões

A modificação do CPV com íons metálicos produziu materiais com propriedades estruturais semelhantes ao carbono vítreo, além de boa resistência mecânica e condutividade elétrica. As propriedades eletroquímicas são semelhantes aos do CPV não modificado possibilitando o estudo em catálise e em sensores.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CAPES.

I. Jenkins, G. M. e Kawamura, K. *Polymeric carbons; carbon fibre, glass and char.* Cambridge University Press 1976.