

Síntese e Caracterização do Carbono Polimérico Vítreo e estudos eletroquímicos da funcionalização de sua superfície com Azul da Prússia.

Willian C. G. da Rocha¹*(IC), Herenilton P. Oliveira¹(PQ). *wcardosorochoa@aluno.ffclrp.usp.br

¹Departamento de Química, FFCLRP-USP - Av. Bandeirantes, 3900, Ribeirão Preto, SP, 14040-901, Brasil.

Palavras Chave: CPV, Azul da Prússia.

Introdução

Carbono Polimérico Vítreo (CPV) apresenta ótima condutividade eletrônica, estabilidade térmica, robustez e grande intervalo de potencial [1]. Dessa forma é possível sua aplicação como eletrodo sólido para monitoramento de processos de transferência de carga, suporte para polímeros eletroativos e modificadores de superfície.

O objetivo deste trabalho é a síntese e caracterização do CPV e funcionalização da sua superfície com o Azul da Prússia (AP) $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$, visando estudar o comportamento eletroquímico deste conjunto, para possíveis aplicações em tecnologia como sensores para açúcares e H_2O_2 [2].

Resultados e Discussão

O processo de obtenção do CPV baseia-se na carbonização de materiais percussores como resinas fenólicas, por exemplo, o Resol ($\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$) em atmosfera inerte.

O teste de funcionalização da superfície foi feito através da síntese eletroquímica do AP. com uma solução 5 mmol.L^{-1} de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e 5 mmol.L^{-1} de $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ em KCl $0,2 \text{ mmol.L}^{-1}$ [3].

Colocou-se 5 g da resina Resol em moldes, elas foram aquecidas à 60°C durante 72 horas para a pré-polimerização. O material solidificado foi retirado dos moldes e levado ao forno tubular horizontal e submetido a um tratamento térmico sob atmosfera inerte (N_2), num intervalo de temperatura de $30\text{-}1050^\circ\text{C}$. Ao final, o material apresentou coloração preta com brilho metálico. Na caracterização deste material foram realizadas análises termogravimétricas (TG), difração de raios-x (DRX) e voltametria cíclica (VC).

Nos DRX é possível observar os picos basais (002) e (10). Tal fato deve estar relacionado com formação dos planos grafíticos do material durante o tratamento térmico. Porém estes picos são largos e de pequena intensidade, o que pode sugerir uma baixa cristalinidade do material.

A curva de TG em N_2 , apresenta 4 regiões distintas: $25\text{-}100^\circ\text{C}$; $100\text{-}200^\circ\text{C}$; $200\text{-}700^\circ\text{C}$ e $700\text{-}1000^\circ\text{C}$. A perda de massa inicial, até 100°C , pode ser atribuída à perda de água e grupos fenóis. Já, a segunda perda de massa, até 200°C é referente à

liberação de água formada entre os meros na formação das cadeias poliméricas. A terceira etapa de perda de massa, até 700°C , está relacionada à reação de condensação entre as cadeias poliméricas, que formarão estruturas semelhantes aos planos grafíticos. Entre $700\text{-}1000^\circ\text{C}$, a perda é atribuída à conformação da estrutura do CPV.

Os ensaios de VC foram realizados em solução de $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 4 mmol.L^{-1} . Nesses voltamogramas, observa-se a ocorrência de picos decorrentes da redução $0,25\text{V}$ e da oxidação em $0,13\text{V}$ a 50 mV.s^{-1} , indicando que o CPV apresenta resposta satisfatória neste sistema eletroquímico. Então realizamos uma varredura de 40 ciclos de $-0,4\text{V}$ a $1,3\text{V}$ a 50 mV.s^{-1} , para funcionalização da superfície com uma solução de AP. No VC observam-se os picos de oxidação e redução referentes aos diversos estados de oxidação do AP. O primeiro par redox com picos em $0,3\text{V}$ para a redução e $0,1\text{V}$ para a oxidação, referentes à transição do Branco da Prússia para o AP, e os picos em $1,0\text{V}$ para a redução e $0,8\text{V}$ para oxidação referente, à transição do AP para o Verde de Berlim, confirmando a deposição do AP na superfície do CPV. Este VC mostrou-se reprodutível indicando que os sítios ativos da superfície do CPV foram mantidos após vários ciclos.

Com o eletrodo funcionalizado realizamos testes para averiguar a estabilidade do filme de AP depositado. VCs foram obtidos em KCl $1,0 \text{ mmol.L}^{-1}$, em diversas velocidades de varredura e com 5 ciclos processo, os VCs formados mantiveram o perfil dos processos de oxirredução do AP sem perdas de intensidades de corrente de pico a cada ciclo, indicando que o filme depositado se manteve estável na superfície do CPV.

Conclusões

A funcionalização da superfície do CPV com AP mostrou-se estável e reprodutível do ponto de vista eletroquímico, sendo, portanto viável uma possível aplicação deste eletrodo na confecção de sensores para diversos sistemas químicos.

Agradecimentos

Fapesp, CNPq.

¹ Jenkins, G. M. e Kawamura, K. *Polymeric carbons; carbon fibre, glass and char*. Cambridge University Press 1976.

² Ricci, F., Palleschi G.; *Biosensors and Bioelectronics*, 2005, 21, 389

³ Mortimer, R.J., Reynolds, J.R.; *Journal of Materials Chemistry*, 2005, 15, 2226