

## Estudos de AFM e caracterização eletroquímica em eletrodos de diamante modificados diretamente com óxidos metálicos.

Hugo B. Suffredini (PQ)<sup>1,2\*</sup>, Giancarlo R. Salazar-Banda (PG)<sup>1</sup>, Sonia T. Tanimoto (PG)<sup>1</sup>, Marcelo L. Calegari (PQ)<sup>1</sup>, Sergio A. S. Machado (PQ)<sup>1</sup> e Luis A. Avaca (PQ)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>GMEME – Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo – Av. Trabalhador São Carlense 400, Centro – São Carlos, SP. CEP 13566-000, CP. 780. (e-mail: hugo.s@unijui.tche.br)

<sup>2</sup>Departamento de Biologia e Química, UNIJUÍ – Rua do Comércio, 3000, Centro – Ijuí, RS. CEP 98700-000.

Palavras Chave: *diamante, AFM, Sol-Gel*

### Introdução

Com o objetivo de aprofundar investigações anteriores<sup>1</sup>, realizaram-se modificações diretas superficiais em eletrodos de diamante dopado com boro (BDD) com óxidos metálicos (PtO<sub>x</sub>, RuO<sub>2</sub>, IrO<sub>2</sub> e PbO<sub>2</sub>) utilizando a técnica Sol-Gel. Estes materiais foram estudados por voltametrias cíclicas comparativas e por microscopia de força atômica (“AFM”, do Inglês “Atomic Force Microscopy”). Os resultados apontaram para a formação de sítios de deposição heterogênea (formação de “clusters” de óxidos) e mostraram que as áreas eletroativas destes materiais foram alteradas de maneira bastante significativa, quando comparadas com o diamante, utilizado como suporte.

Dentre os materiais estudados, o eletrodo de IrO<sub>2</sub>/BDD mostrou o melhor desempenho para a RDO, iniciando o processo de oxidação em ~ 1.4 V, valor 200 mV menor do que o observado sobre um eletrodo de PtO<sub>x</sub>/BDD. Foi observada uma pequena perda da atividade do eletrodo de PtO<sub>x</sub>/BDD (6%) depois de realizada eletrólise de 4 horas, enquanto que 1000 ciclos voltamétricos deixaram a superfície praticamente inalterada.

### Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta as imagens de AFM para diferentes materiais. É possível notar que os depósitos metálicos tendem a se aglomerar em “ilhas” ou “clusters” de óxidos metálicos.

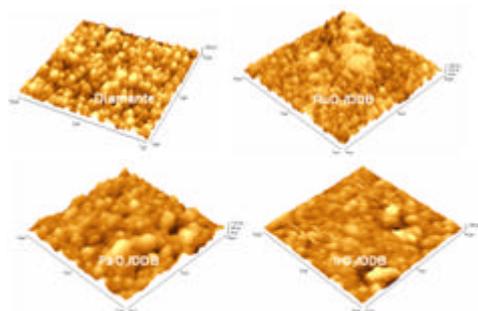


Figura 1 – Imagens de AFM para diferentes materiais

Foram realizadas voltametrias cíclicas comparativas entre um eletrodo de Pt com área eletroativa conhecida e os novos materiais modificados (PbO<sub>2</sub>/DDB, RuO<sub>2</sub>/DDB e IrO<sub>2</sub>/DDB).

A Tabela 1 apresenta a correlação entre área eletroativa e área geométrica. Estas medidas fornecem valores apenas próximos, mas bastante úteis. Os dados comparativos utilizam a seguinte relação (equação de Randles-Sevcik):

$$I_p = (2,69 \times 10^5) n^{3/2} A D_0^{1/2} v^{1/2} C_0^*$$

onde  $I_p$  é a corrente de pico,  $A$  é a área,  $D_0$  é o coeficiente de difusão,  $v$  é a velocidade de varredura e  $C_0^*$  é a concentração da espécie eletroativa no seio da solução.

TABELA 1 – Valores de área geométrica, área eletroativa e fator de rugosidade para diferentes materiais.

material	área geométrica (cm <sup>2</sup> )	área eletroativa (cm <sup>2</sup> )	fator de rugosidade
PLATINA	0,18	0,32	1,75
BDD	0,62	1,42	2,32
PtO <sub>x</sub> /BDD	0,55	2,38	4,32
RuO <sub>2</sub> /BDD	0,43	1,88	3,93
IrO <sub>2</sub> /BDD	0,46	1,71	3,73

Estudou-se ainda a reação de desprendimento de oxigênio. O material com maior propriedade catalítica foi o IrO<sub>2</sub>/DDB, iniciando a reação em 1,4 V vs. HESS, valor este 200 mV menor que para a Pt.

### Conclusões

Os materiais modificados tenderam a se aglomerar na forma de “clusters” de óxidos, sendo que o eletrodo de IrO<sub>2</sub>/DDB apresentou maior atividade catalítica frente à RDO.

### Agradecimentos

FAPESP, FAPERGS, CAPES e CNPq.

(Sociedade Brasileira de Química - SBQ)

<sup>1</sup> Salazar-Banda, G. R.; Suffredini, H. B.; Avaca, L. A., *J. Braz. Chem. Soc.*, **2005**, 16 (5), 903.