

# Preparação de partículas de óxidos metálicos, dispersas em matrizes de carbono, para a aplicação na detecção de sulfito.

Gustavo Marciniuk<sup>1</sup>(IC), Felipe Ferreira<sup>2</sup>(IC), Karen Wohnrath<sup>1</sup>(PQ), Jarem R. Garcia<sup>1</sup>(PQ)\*.  
\*jrgarcia@uepg.br

1 – Departamento de Química, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Av. Gal. Carlos Cavalcanti, 4748, Uvaranas – 84030-900, Ponta Grossa – PR, Brasil, 2 – Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Av. Gal. Carlos Cavalcanti, 4748, Uvaranas – 84030-900, Ponta Grossa – PR, Brasil.

Palavras Chave: óxido de cobalto, óxido de níquel, grafite, negro de fumo, sensores, detecção de sulfito.

## Introdução

Devido à intensa pesquisa envolvendo as propriedades intrínsecas de óxidos metálicos (OM), estes materiais vêm tomando-se interessantes para várias aplicações, como em catalisadores<sup>1</sup>, baterias<sup>2</sup>, supercondutores<sup>3</sup> e sensores<sup>4</sup>. Estes estudos demonstraram que o método de síntese e a escolha dos precursores influenciam fortemente a morfologia e, como consequência, as propriedades dos OM obtidos.

Dentre as aplicações possíveis, a utilização de OM em sensores é interessante devido à possibilidade da catálise da reação de oxi-redução, da espécie química alvo, sobre a superfície do eletrodo, propiciando o aproveitamento dos OM em metodologias analíticas relevantes.

O objetivo deste trabalho foi a preparação de partículas de óxidos de cobalto e de níquel, dispersas em três matrizes diferentes de carbono para aplicação na detecção eletroquímica de sulfito. A importância da detecção do sulfito deve-se a sua ampla utilização como conservante em bebidas e a sua relação com o agravamento de processos asmáticos<sup>4</sup>.

## Resultados e Discussão

As partículas dos OM foram preparadas a partir de uma suspensão formada por três diferentes matrizes de carbono: grafite, grafite expandido e negro de fumo, em solução do cloreto do metal de interesse. As matrizes foram dispersas em solução com a adição de uma solução de SDS. Após a dispersão, o pH das amostras foi elevado até 13 por meio da adição lenta (6 h) de uma solução de NaOH. Em seguida as amostras foram agitadas por 24 h. Os materiais obtidos foram filtrados, lavados para retirada total do SDS e do NaOH, e secos em dessecador, sob vácuo, por 36 h.

Os materiais obtidos foram caracterizados por difração de Raios X (XDR) e por medidas de voltametria cíclica (CV) na presença de diferentes concentrações de sulfito.

As medidas de XDR indicaram a formação de partículas de óxidos hidratados, tanto de cobalto,

quanto de níquel nas três matrizes utilizadas. Adicionalmente pôde-se observar que a formação dos OMs não alterou a estrutura cristalina destas matrizes. Embora o tamanho das partículas deva ser determinado em uma etapa posterior (por meio do cálculo do tamanho do cristalito formado), as medidas de XRD podem fornecer uma informação qualitativa a este respeito, já que a largura e a baixa intensidade dos picos de difração, em relação ao sinal da fase amorfa, indicam a presença de partículas de tamanho reduzido.

As medidas de CV foram realizadas em tampão fosfato com pH=7. O perfil voltamétrico dos materiais preparados apresentou o padrão característico do óxido de cobalto e do óxido de níquel, sem haver diferenciação apreciável entre as matrizes de carbono contendo o mesmo OM. A análise da adição padrão de sulfito indicou que os materiais obtidos apresentam uma maior sensibilidade em relação a eletro-oxidação do sulfito, quando comparados aos eletrodos formados pelas matrizes puras, sendo que os materiais com cobalto apresentaram maior sensibilidade em relação aos materiais com níquel.

## Conclusões

A metodologia desenvolvida mostrou-se adequada à preparação de óxidos de cobalto e de níquel, dispersos em matrizes de carbono. Os materiais obtidos apresentaram um comportamento eletroquímico promissor em relação à aplicação na detecção de sulfito.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a Fundação Araucária e ao CNPq pelo apoio financeiro concedido.

<sup>1</sup> Donga, X.-F.; Zoub, H.-B.; Lina, W.-M. *Intern. J. Hydr. Energy*, **2006**, *31*, 2337.

<sup>2</sup> Luo, X.; Wang, X.; Liao, L.; Gamboa, S.; Sebastian, P.J. *J. Power Sources*, **2006**, *158*, 654.

<sup>3</sup> Roberts, G.L.; Kauzlarich, S.M.; Glass, R.S. e Estill, J.C. *Chem. Mater.* **1993**, *5*, 1645.

<sup>4</sup> Isaac, A.; Livingstone, C.; Wain, A.J.; Compton, R.G.; Davis, J. *Trends Analyt. Chem.*, **2006**, *25*, 589.