

## Estudos das propriedades e formação do filme de óxido de nióbio sobre o compósito SiO<sub>2</sub>/C- grafite

Leliz Ticona Arenas<sup>(PQ)</sup><sup>1</sup>, Paulo Cesar Mendes Villis(PQ)<sup>1</sup>, Jacqueline Arguello(PQ)<sup>1</sup>, Vinicius L. Pimentel(PQ)<sup>2</sup>, Yoshitaka Gushikem(PQ)<sup>1</sup>. \* [Lelizta@gmail.com](mailto:Lelizta@gmail.com)

<sup>1</sup> Instituto de Química, Universidade estadual de Campinas - UNICAMP CEP 13083-970 Campinas SP, Brasil

<sup>2</sup> Laboratório Nacional de Luz Síncrotron - LNLS, Campinas, SP, Brasil

Palavras Chave: *sol-gel, ácido ascórbico, óxido de nióbio.*

### Introdução

Materiais carbono cerâmico com óxidos mistos como o SiO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub>/C-grafite<sup>1</sup>, SiO<sub>2</sub>/SnO<sub>2</sub>/C-grafite<sup>2</sup> e SiO<sub>2</sub>/ZrO<sub>2</sub>/C-grafite<sup>3</sup>, onde o grafite encontra-se disperso, apresentaram boa condutividade.

Por outro lado filmes de óxido de nióbio sobre a superfície de sílica, além de apresentar uma elevada estabilidade térmica, possibilitou a imobilização de espécies eletroativas como as protoporfirinas, os quais foram usados com eficiência na construção de sensores eletroquímicos.

Nesse trabalho é apresentado a formação, a caracterização e as propriedades de um filme de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> depositado sobre a superfície de um compósito carbono cerâmico SiO<sub>2</sub>/C-grafite.

### Resultados e Discussão

Primeiramente foi preparado o compósito SiO<sub>2</sub>/C-grafite, onde a matriz de sílica contém partículas C-grafite finamente dispersas. A síntese foi realizada pelo método sol-gel, usando como precursor o tetraetilortossilicato ao qual foi adicionado C-grafite.

Esse compósito com área superficial  $S_{BET} = 267 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ , possui uma estrutura microporosa, e a partir dele foi preparado um disco, submetendo-se o pó a uma pressão da ordem de 4 ton. Nesse disco foi formado o filme de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pela adição de NbCl<sub>5</sub> dissolvido em etanol.

Imagens de MEV e mapeamento por EDS mostraram que tanto o grafite como o nióbio encontram-se dispersos no nível micrométrico, sendo que relação atômica de Nb/Si foi de 0,03.

Com respeito à condutividade, o SiO<sub>2</sub>/C-grafite apresentou 24 ohm após a deposição do filme de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a condutividade foi reduzida para 15 ohm.

A Figura 1 apresenta imagens de força atômica a 5 V. O SiO<sub>2</sub>/C-grafite tem uma estrutura rugosa com defeitos, após a formação do filme os defeitos foram preenchidos mostrando-se mais uniforme.

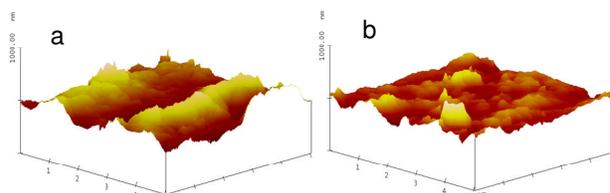


Figura 1. Imagens de EFM do compósito SiO<sub>2</sub>/C-grafite(a) e após a formação do filme de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(b)

Uma propriedade interessante do SiO<sub>2</sub>/C-grafite/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> é capacidade de eletrocatalisar a oxidação do ácido ascórbico (AA), como é mostrada na Figura 2. O SiO<sub>2</sub>/C-grafite/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> consegue reduzir o sobrepotencial da oxidação do AA em 0,18V. Esse fato pode ser atribuído à capacidade semicondutora do óxido de nióbio.

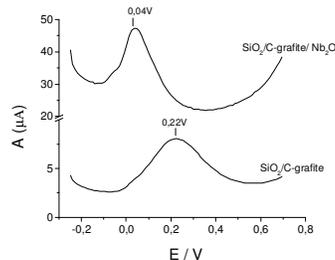


Figura 2. Voltamograma de pulso diferencial obtido em KCl 1,0 mol L<sup>-1</sup>, na presença de 1,0 mmol L<sup>-1</sup> de AA.

### Conclusões

Foi obtido um compósito SiO<sub>2</sub>/C-grafite poroso, com boa condutividade onde o grafite encontra-se altamente disperso. O filme de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> depositado na superfície do compósito apresentou capacidade de eletrocatalisar o AA.

### Agradecimentos

A FAPESP pelas bolsas concedidas a Leliz Ticona Arenas (06/61214-4) e a Jacqueline Arguello (06/50563-8), ao LNLS (projeto AFM-7050).

<sup>1</sup> Maroneze, C.M.; Arenas, L.T.; Luz, R.C.S.; Benvenuti, E.V.; Landers, R. and Gushikem, Y. *Electrochimica Acta*, **2008**, 53, 4167.

<sup>2</sup> Arguello, J., Magosso, H. A., Ramos, R. R., Canevari, T. C.; Landers, R. and Gushikem, Y. *Electrochimica Acta*, **2008**. Article in Press, Corrected Proof.

<sup>3</sup> Marafon, E.; Lucho, A.M.S.; Francisco, M.S.P.; Ramos, R.R. and Gushikem, Y., *J. Braz. Chem. Soc.*, **2006**, 17, 1605.