Deposição Galvânica de filme Ag/AgCl espesso para obtenção de pseudo-eletrodos de referência.

***Fernando L. de Almeida[1] (PG), Massaki O. Igarashi[2] (PG), Sebastião G. dos Santos Filho[1] (PQ)**
***e-mail: falmeida@lsi.usp.br**

[1]Laboratório de Sistemas Integráveis, Escola Politécnica, USP, São Paulo, SP, Brasil;
[2]Centro de Engenharia e Ciências Sociais, UFABC, Santo André, SP, Brasil.

Palavras Chave: deposição galvânica, eletrodo de referência, filme de Ag/AgCl, condicionamento, eletroquímica

Introdução

Segundo Suzuki[1], nos anos 70 e 80 iniciaram-se os principais trabalhos com tecnologias de microfabricação e microeletrônica no sentido de fabricar transdutores, sensores e biossensores eletroquímicos. Porém, só nos anos 90 é que estas ganharam expressivo destaque. Nesta mesma época, a tecnologia baseada em *"silk-screen"* passa ter relevância, principalmente na fabricação de dispositivos híbridos.

Concomitantemente, surge o desafio de miniaturizar os eletrodos de trabalho, de referência e auxiliar em uma mesma pastilha (chip). Como resultado, obtém-se sensores com inúmeras vantagens: dimensões reduzidas, menor volume de amostra a analisar e maior grau de integração[2]. Porém, a minimização dos eletrodos de referência em substrato de silício prossegue em estudo.

Portanto, considerando que, atualmente, os filmes de AgCl são depositados através das técnicas amperométricas ou voltamétricas[3]. Neste trabalho apresentaremos um método para obtenção do eletrodo de referência Ag/AgCl utilizando deposição eletroquímica galvânica. Este método permite controlar com eficácia o tempo de eletrodeposição e a densidade de corrente.

Resultados e Discussão

Os eletrodos foram cortados a partir de uma lâmina de silício com 10 nm de titânio e 100 nm de ouro, depositados por "*sputtering*". Mais tarde, esses eletrodos foram fixados em uma fita adesiva com um recorte de área igual a $4x10^{-2}$ cm^2. Após fabricar os eletrodos realizamos uma limpeza padrão com alumina coloidal (0,05 µm), álcool, acetona, água D.I. e secagem em nitrogênio ultrapuro.

Utilizando o galvanostato desenvolvido por Igarashi baseado nos trabalhos de Ohlweiler[4], depositamos prata com a densidade de corrente de -13 mA cm^{-2} por 20 min. em solução de $AgNO_3$ (0,1 mol l^{-1}) com 10% de NH_4OH agitada a 400 rpm. Na seqüência, aplicamos 0,4 mA cm^{-2} por 30 min. em solução de HCl (0,1 mol l^{-1}) sob mesma agitação para depositar Cl^- sobre prata e formar o filme espesso de AgCl.

O filme AgCl recém-depositado foi guardado a seco por um dia e depois condicionado em solução fisiológica por três dias. Com este procedimento obteve-se pseudo-eletrodos de referência Ag/AgCl com ótima estabilidade química (não se observou alteração no filme AgCl – microscópico ótico 5x), mínima histerese (4 a 6 mV), boa reversibilidade (por voltametria cíclica -0.5 a 0.5 V, observa-se um perfil linear redox), reduzida degradação no tempo e máxima sensibilidade à resposta de cloretos.

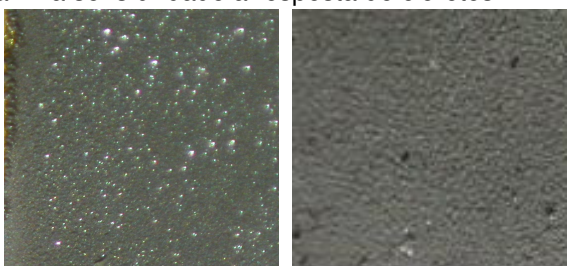

Figura 01. Microscópio ótico 5x, filme Ag/AgCl em a) recém-depositado e b) após condicionamento.

Observou-se a ocorrência de defeitos puntuais que são comentados por Almeida[3]. O filme condicionado tem características interessantes para a formação de pseudo-eletrodos de referência Ag/AgCl.

Conclusões

O método proposto de obtenção do pseudo-eletrodo de referência por deposição eletroquímica galvânica indica que o mesmo é promissor. Em laboratório, foi possível controlar a espessura, estudar a estabilidade química e inferir sobre a relação da densidade de corrente com a homogeneidade e aderência do filme de AgCl. Sob o ponto de vista industrial, é possível estabelecer um processo de fabricação bem determinado com ótimo custo-benefício e reduzido acúmulo de efluentes tóxicos no meio ambiente.

Agradecimentos

FAPESP

[1]Suzuki, H. Advances in the microfabrication of sensors electrochemical and systems, review, 2000.
[2]Oliveira, L. M. Caracterização de um Microssensor Eletroquímico, Faculdade de Tecnologia de São Paulo (FATEC-SP), São Paulo, 2000.
[3]Almeida, F. L.; Burdallo, I.; Jiménez-Jorquera, C.; Fontes, M. B. A. Desarrollo de un Pseudo-electrodo de Referencia de Ag/AgCl Integrado en un Microsensor de Silicio. VI Ibersensor, São Paulo / SP, 2008.
[4]Ohlweiler, Otto Alcides. *Fundamentos de Análise Instrumental*. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora, p346-369, 1981.