

## Eletrodos de carbono cerâmico preparados a base de tetraetoxissilano

Silvano Rodrigo Valandro<sup>1</sup> (IC)<sup>\*</sup>, Márcio Luiz Módolo<sup>1</sup> (PG), Christiana Andrade Pessoa<sup>2</sup> (PQ) e Sérgio Toshio Fujiwara<sup>1</sup> (PQ).

\*silvano\_valandro@hotmail.com

<sup>1</sup> Departamento de Química, UNICENTRO, Guarapuava, PR, Brasil.

<sup>2</sup> Departamento de Química, UEPG, Ponta Grossa, PR, Brasil.

Palavras Chave: *Eletrodo de carbono cerâmico, planejamento fatorial, tetraetoxissilano.*

### Introdução

Recentemente tem havido um crescente interesse no estudo de uma nova geração de materiais que apresentam uma alta condutividade elétrica, os chamados eletrodos de carbono cerâmico (ECC), os quais são basicamente obtidos através da dopagem da matriz de sílica obtida pelo método sol-gel com o pó de carbono ou grafite. Existem inúmeras vantagens destes materiais em relação aos demais eletrodos a base de carbono, sendo que a principal delas consiste na combinação das propriedades do processo sol-gel (tais como alta área superficial) e a condutividade dos materiais de carbono, possibilitando a obtenção de um eletrodo de superfície renovável similar ao eletrodo de pasta de carbono, porém mais robusto e de maior estabilidade. As diferentes condições de síntese influenciam de maneira significativa sobre a resposta eletroquímica dos ECC. No entanto, apesar da síntese dos mesmos ser conhecida na literatura, a maior parte dos trabalhos a cerca da otimização dos parâmetros de síntese são realizados de maneira univariada, o que não permite constatar efeitos de interação existentes entre os fatores. Neste contexto, o trabalho propõe um planejamento fatorial 2<sup>3</sup> para otimizar a preparação do ECC, a partir de 2 diferentes rotas de síntese, quantidades diferentes de catalisador e diferentes proporções entre o tetraetoxissilano (TEOS) e o grafite. A resposta que será analisada é separação dos potenciais de picos dos eletrodos obtidos na presença de ferrocianeto de potássio.

### Resultados e Discussão

Primeiramente preparou-se a mistura hidrolisada (onde grupos alcóxidos do precursor são convertidos em grupos do tipo silanol), contendo 1,5 mL de etanol, que atua como o solvente da reação, além de duas quantidades distintas de catalisador (ácido clorídrico ou NaOH) 6 mol L<sup>-1</sup> [30 µL referente ao nível (-) e 70 µL ao nível (+)]. Adicionou-se ainda, quantidades variadas de TEOS, mantendo-se o sistema sob agitação durante cinco minutos, as quantidades de TEOS e grafite obedeceram as seguintes proporções 50% de grafite no nível (-) e 60% de grafite no nível (+). O planejamento fatorial encontra-se na tabela 1. Após esta etapa, introduziu-se o sol resultante em um

tubo de vidro (área exposta de aproximadamente 0,2 cm<sup>2</sup>), inserindo-se um fio condutor de níquel-crômio (Ni-Cr), para o contato elétrico. Os eletrodos obtidos foram submetidos ao processo de secagem à temperatura ambiente durante o período de duas semanas.

Tabela 1. Planejamento fatorial 2<sup>3</sup> para otimização dos eletrodos de carbono cerâmico preparados com TEOS.

Exp.	Catalisador (6 mol.L <sup>-1</sup> )	Qtidade (µL)	Proporção	ΔE (mV)
1	HCl	70	60/40	203
2	HCl	70	50/50	263
3	HCl	30	60/40	350
4	HCl	30	50/50	476
5	NaOH	70	60/40	97
6	NaOH	70	50/50	101
7	NaOH	30	60/40	180
8	NaOH	30	50/50	207

As respostas do ECC foram analisadas por voltametria cíclica na presença de ferrocianeto de potássio (utilizado como molécula sonda). Os resultados voltamétricos obtidos para os eletrodos preparados nas diferentes condições estão mostrados na Tabela 1.

Analisando-se os resultados obtidos, uma maior reversibilidade foi observada nos eletrodos preparados por catálise básica, o material obtido por essa rota catalítica tem um tendência a ser meso poroso, explicando a maior reversibilidade desses eletrodos. A maioria dos trabalhos encontrados na literatura promovem a síntese dos eletrodos de carbono cerâmico através da catálise ácida, esses trabalhos relatam que a catálise básica produz materiais quebradiços e a estabilidade desses eletrodos é muito baixa, até o presente momento não observamos desestruturação dos eletrodos sintetizados.

### Conclusões

A partir da análise do planejamento fatorial pode-se constatar uma maior reversibilidade para os ECCs preparados foi obtida com os eletrodos preparados por catálise básica, fato muito relevante, visto que a maior parte dos trabalhos encontrados na literatura utilizam a catálise ácida para síntese dos ECC.

### Agradecimentos

Fundação Araucária, CAPES, CNPq, UNICENTRO