

Comportamento eletroquímico do catecol na superfície do compósito mesoporoso de composição ternária SiO₂/Nb₂O₅/C-grafite

Leliz T. Arenas (PQ)^{1*}, Thiago C. Canevari (PG)¹, Edilson V. Benvenutti (PQ)², Yoshitaka Gushikem (PQ)¹. *leliz@iqm.unicamp.br*

¹ Instituto de Química Universidade estadual de Campinas- UNICAMP CP 6164, 13083-970 Campinas SP, Brasil

² Laboratório de Sólidos e Superfícies, Instituto de Química, UFRGS, CP 15003, Porto Alegre, RS

Palavras Chave: Sol-gel, voltametria cíclica, carbono cerâmico, Nb₂O₅.

Introdução

O catecol (CA) é um subproduto de resíduos industriais e sua presença na natureza resulta em um grande impacto ambiental, portanto a presença do CA em água potável e alimentos tem sido muito estudada, devido apresentar efeitos tóxicos e cancerígenos aos seres humanos. Dentre os diferentes métodos usados para determinar CA os sensores eletroquímicos, tem se destacado por sua versatilidade e simplicidade de operação.

Este trabalho apresenta a síntese, caracterização e utilização do compósito mesoporoso de composição ternária SiO₂/Nb₂O₅/C-grafite (SiNbC) como mediador para a eletrocatalise do CA possibilitando o desenvolvimento de um sensor eletroquímico.

Resultados e Discussão

A síntese do compósito, SiNbC, foi realizada pelo método sol-gel, à partir das reações de hidrólise e condensação de tetraetilortossilicado, pentacloreto de nióbio e partículas de grafite, usando o HF como catalisador.

O compósito apresentou uma área superficial de 345 m² g⁻¹ e um volume de poros de 0,87 cm³ g⁻¹. As isotermas de adsorção e dessorção de N₂ são do tipo IV, com histerese H3 (Figura 1), típico de materiais mesoporosos. A distribuição de tamanhos de poros indica que o compósito apresenta poros na região de mesoporos com um máximo de 95 Å de diâmetro (Figura inserida).

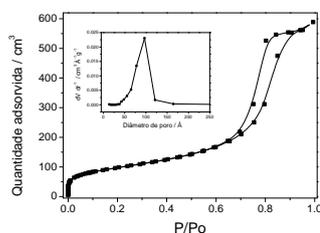


Figura 1. Isotermas de adsorção e dessorção de N₂ e Curva de distribuição de tamanho de poros.

Imagens de MEV e o mapeamento por EDS mostraram que tanto as partículas de C como as de Nb encontram-se bem dispersas em nível micrométrico.

Na análise pelo XPS, foi observado ligações Si-O do SiO₂, Nb-O do Nb₂O₅, C-C do grafite como também ligações Si-O-Nb.

A Figura 2(A) mostra a resposta eletroquímica pela voltametria cíclica (VC) obtida com o eletrodo preparado com o compósito SiNbC, na presença de CA. Pode-se observar um par redox definido no potencial médio de 0,33 V. Esse comportamento não foi observado no material sem Nb₂O₅. O resultado indica que a eletrocatalise do CA é realizada pelo óxido de nióbio, um semiconductor do tipo n. Os voltamogramas obtidos pela voltametria de pulso diferencial mostraram que o eletrodo possui uma relação linear entre a intensidade de corrente e a concentração de CA na faixa de 6,0 x 10⁻⁵ à 1,4 x 10⁻⁴ mol L⁻¹ (Figura 2B) com um limite de detecção de 5 μmol L⁻¹

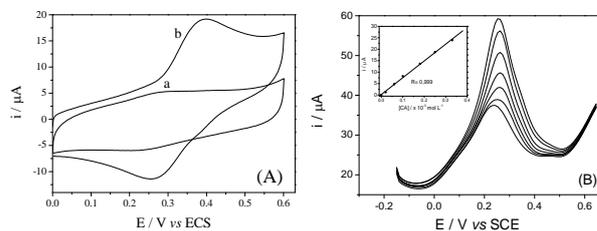


Figura 2. (A) VC para SiNbC, obtidos em KCl 1,0 mol L⁻¹ com velocidade de varredura de 20 mV s⁻¹ na ausência (a) e na presença de 4,6 x 10⁻³ mol L⁻¹ de CA (b). (B) Voltamogramas de pulso diferencial a diferentes concentrações de CA.

Conclusões

Os resultados mostraram que o compósito mesoporoso pode ser usado como possível sensor eletroquímico para o CA, levando em consideração que o SiNbC não precisou ser modificado com nenhuma espécie eletroativa para apresentar resposta eletrocatalítica

Agradecimentos

A FAPESP pela bolsa concedida a Leliz T. Arenas (06/61214-4) e a CAPES pela bolsa concedida a Thiago C. Canevari.