

Síntese e caracterização de eletrodos de carbono cerâmico obtidos por catálise básica.

Silvano Rodrigo Valandro¹ (IC), Márcio Luiz Módolo¹ (PG), Christiana Andrade Pessoa² (PQ)* e Sérgio Toshio Fujiwara¹ (PQ).

*christianapessoa@hotmail.com

¹ Departamento de Química, UNICENTRO, Guarapuava, PR, Brasil.

² Departamento de Química, UEPG, Ponta Grossa, PR, Brasil.

Palavras Chave: Eletrodos de carbono cerâmico, processo Sol-Gel, caracterização de materiais.

Introdução

O estudo de eletrodos a base de carbono cerâmico (ECC), tem aumentado significativamente devido às vantagens sobre os demais eletrodos. Os ECC apresentam grande área superficial, alta condutividade elétrica, além de uma maior resistência mecânica, o que aumenta a estabilidade e durabilidade dos eletrodos desenvolvidos. Os diferentes parâmetros utilizados na preparação dos ECC, tais como, tipo de precursor, material de carbono, tipo de catalisador, entre outros, influenciam significativamente nas propriedades morfológicas e consequentemente nas respostas eletroquímicas dos mesmos. No entanto, apesar da síntese dos mesmos ser conhecida na literatura, a maior parte dos trabalhos descreve a obtenção do material através da catálise ácida. Neste trabalho é apresentada a síntese e caracterização dos eletrodos de carbono cerâmico obtidos através da catálise básica.

Resultados e Discussão

Na tabela 1 estão os fatores que foram variados para a obtenção do ECC, esses fatores podem influenciar a estrutura do carbono cerâmico.

Tabela 1 - Fatores estudados na síntese do ECC

Fator			
1	Grafite/Precursor (%m/V)	50/50	60/40
2	Precursor	TEOS	MTMS
3	Catalisador	HCl	NaOH
4	Vol. catalisador (µL)	15	35

TEOS = tetraetilortossilicato MTMS = metiltrimetoxissilano.

Para obtenção do ECC realizou-se a pré hidrólise do precursor (onde grupos alcóxidos são convertidos em grupos silanóis) em etanol na presença de catalisador (HCl ou NaOH 6mol/L), em seguida adicionou-se o grafite, após esta etapa, introduziu-se o sol resultante em um tubo de vidro (área exposta de aproximadamente 0,2 cm²), inserindo-se um fio condutor de níquel-crômio (Ni-Cr), para o contato elétrico. O preparo dos eletrodos obedece a Tabela 1. Os eletrodos obtidos foram submetidos ao processo de secagem à temperatura ambiente durante o período de duas semanas.

As respostas do ECC foram analisadas por voltametria cíclica na presença de ferrocianeto de potássio, utilizado como molécula sonda.

Analisando-se o conjunto de resultados obtidos, uma maior reversibilidade foi observada nos eletrodos preparados por catálise básica com o precursor MTMS. As imagens de microscopia eletrônica evidenciaram que para ambos os catalisadores utilizados, há a formação de uma estrutura porosa na forma de lamelas distribuídas de forma não regular. No caso do material obtido, por catálise básica há uma menor agregação das lamelas, indicando uma menor compactação, formando materiais compósitos com maior grau de porosidade. Na catálise básica a condensação dos grupos silanóis ocorre preferencialmente entre os oligômeros altamente ramificados, os quais levam a formação de géis particulados, produzindo um material com elevada porosidade. As análises dos espectros FT-IR mostraram que o grau de condensação para os materiais obtidos por catálise básica é inferior ao obtido com catalisador ácido, confirmando assim que este tipo de rota catalítica produz um material mais poroso. Os difratogramas mostram-se semelhantes entre si para todos os materiais analisados, sendo observados apenas picos característicos da grafite. A análise termogravimétrica e análise térmica diferencial evidenciaram que a composição majoritária do material de carbono cerâmico é composta por grafite, e que o processo de pirólise do grafite é um processo exotérmico. Embora, a maioria dos trabalhos encontrados na literatura realize a síntese dos eletrodos de carbono cerâmico através da catálise ácida, com a justificativa de que a catálise básica produz materiais quebradiços e pouco estáveis, até o presente momento não se observou desestruturação dos eletrodos sintetizados.

Conclusões

A partir dos resultados obtidos constatou-se que o material obtido por catálise básica é mais poroso apresentando uma estrutura morfológica menos compactada, o que facilita o processo de transferência de elétrons na interfase eletrodo-solução, explicando a maior reversibilidade desses eletrodos.

Agradecimentos

Fundação Araucária, CAPES, CNPq, UNICENTRO e UEPG.