

# Efeito físico e químico do Pré-tratamento sobre diferentes tipos de eletrodos através da técnica de Voltametria cíclica.

Bruno Qvarfott Reis Pacca (IC)<sup>1</sup>, Quelle Garcia Olimpio (IC)<sup>1</sup>, Rene Pfeifer (PG)<sup>1</sup>, Priscila Tamiasso-Martinhon (PQ)<sup>1\*</sup>, Celia Regina Souza da Silva (PQ)<sup>1</sup>. pris-martinhon@hotmail.com

<sup>1</sup> Departamento de Físico Química – IQ/UFRJ - CT - Bloco A - Av. Athos da Silveira Ramos - Cidade Universitária, Rio de Janeiro - RJ, 21941-916.

Palavras Chave: Pré-tratamento, voltametria cíclica, eletrodo, carbono, ouro e platina.

## Abstract

Physical and chemical effect of the pre-treatment on various types of electrodes using cyclic voltammetry technique.

The application of a cleaning protocol and pretreatment for Electrode surfaces is critical to obtain active areas and reproducible results.

## Introdução

Neste trabalho pretendeu-se estudar o efeito de diferentes pré-tratamentos na resposta eletroquímica dos eletrodos de trabalho (WE) de carbono vítreo (CV), ouro (Au) e platina (Pt). Para tal investigou-se a influência de PTs físico (PT1), químico (PT2), eletroquímico (PT3) e da combinação destes PT1-PT3, PT2-PT3, PT1-PT2, PT1-PT2-PT3, na superfície dos eletrodos (WE), frente a diferentes sistemas redox, antes e após os PTs, pela técnica de voltametria cíclica (VC).

## Resultados e Discussão

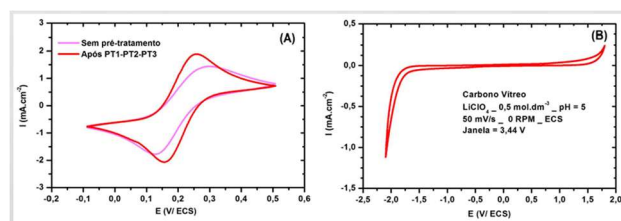
As medidas eletroquímicas foram realizadas em um potenciostato / galvanostato AUTOLABPGSTAT 128N da Metrohm, controlado pela interface Nova 1.12, e uma célula eletroquímica de três eletrodos, sendo estes o WE (CV,Au,Pt), o eletrodo de referência de calomelano (ESC) e uma rede de platina como contra eletrodo, em sistema desareado com N<sub>2</sub> e Ar.

Foram obtidos de 20 a 100 ciclos para cada velocidade, a saber: 1, 5, 10, 20, 30, 50, 100 mV.s<sup>-1</sup>, antes e após cada PT proposto, em diferentes sistemas redox.

A janela de potencial de cada eletrodo foi avaliada em solução desareada de LiClO<sub>4</sub> 0,5 mol.dm<sup>-3</sup>. A eficiência dos pré-tratamentos propostos foi avaliada com base na resposta eletroquímica obtida para cada protocolo em relação aos sistemas redox, nas concentrações 10<sup>-2</sup> mol.dm<sup>-3</sup> e 10<sup>-3</sup> mol.dm<sup>-3</sup>:

- [Fe(CN)<sub>6</sub>]<sup>3+/4+</sup> 10<sup>-2</sup> mol.dm<sup>-3</sup>;
- Ru(NH<sub>3</sub>)<sub>6</sub><sup>3+/2+</sup> 10<sup>-3</sup> mol.dm<sup>-3</sup>;
- IrCl<sub>6</sub><sup>2-/3-</sup> 10<sup>-2</sup> mol.dm<sup>-3</sup>.

**Figura 1.** Voltamograma cíclico do EDR de carbono vítreo, desareado com Ar, a 50 mV.s<sup>-1</sup> em: (A) solução [Fe(CN)<sub>6</sub>]<sup>3+/4+</sup> 10<sup>-2</sup> mol.dm<sup>-3</sup> + KCl 0,5 mol.dm<sup>-3</sup>, antes e depois do PT1-PT2-PT3; (B) em solução



LiClO<sub>4</sub> 0,5 mol.dm<sup>-3</sup>, após PT1-PT2-PT3, para determinar a janela de potencial.

**Tabela 1.** Valores dos potenciais e correntes de pico anódicos e catódicos, para 50 determinações, em VC, obtidos para o eletrodo de Carbono Vítreo.

$[Fe(CN)_6]^{3+/4+} 10^{-2} \text{ mol. dm}^{-3} + KCl$ $0,5 \text{ mol. dm}^{-3}$				
Carbano	Sem tratamento		Após tratamento	
$E_{ESC} = +0,21 \text{ V}$ $50 \text{ mV.s}^{-1}$	$\Delta E_p$ (V/ECS)	$\frac{i_{pa}}{i_{pc}}$	$\Delta E_p$ (V/ECS)	$\frac{i_{pa}}{i_{pc}}$
P1	0,141	0,84	0,114	0,88
P2	0,172	0,83	0,145	0,89
P3	0,115	0,89	0,103	0,91
P1-P2	0,156	0,82	0,127	0,91
P1-P3	0,118	0,87	0,0965	0,95
P2-P3	0,147	0,85	0,128	0,85
P1-P2-P3	0,121	0,88	0,0994	0,93

## Conclusões

Através dos resultados obtidos notou-se uma mudança significativa na área ativa do eletrodo de acordo com o protocolo de limpeza e PT aplicado. O estudo sistemático permitiu avaliar, para cada finalidade estudada, quais são os melhores procedimentos para a ativação e aumento da área superficial, com intuito de garantir maior reprodutibilidade.

Sendo que os melhores resultados foram obtidos na associação PT1-PT2-PT3, PT1-PT3 e PT2-PT3. A

partir dos resultados, foram feitos protocolos adequados para cada situação e finalidade.

## Agradecimentos

GIESAA e CAPES.

<sup>1</sup> 3335 Yi-Fu Yang, Yun-Hong Zhou, *J. Electroanalytical Chemistry*. **1996**, 415, 143.

<sup>2</sup> Bard, A.J.; Faulkner, L.R., *Electrochemical Methods, Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons, New York, 1980. 720p.

<sup>3</sup> Friedrich, J. M; Ponce-de-Léon, C.; Reade, G.W.; Walsh, F.C., *J. Electroanal. Chem.* **2004**, 561, 203