

Processo alternativo para a redução *in situ* do compósito óxido de grafeno/TiO₂ por irradiação utilizando UV-LED na presença de ácido ascórbico

An alternative process for the reduction *in situ* of graphene oxide/TiO₂ composite by irradiation with an UV-LED in presence of ascorbic acid

Fabiana S. Felix^(1,*), Alexandre L.B. Baccaro⁽¹⁾, Solange K. Sakata⁽²⁾, Ivano G.R. Gutz⁽¹⁾ e Lúcio Angnes⁽¹⁾

¹ Instituto de Química da Universidade de São Paulo, Av. Prof. Lineu Prestes, 748 – São Paulo – Brasil

² Centro Tecnológico das Radiações-IPEN, Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – São Paulo - Brasil

Resumo: O grafeno é um material que pode ser obtido através da exfoliação de monocamadas de grafite. Suas características mecânicas, eletrônicas e optoeletrônicas têm induzido o interesse crescente em diversas áreas [1]. Um fator ainda limitante é o seu preparo em larga escala com boa reprodutibilidade de suas características originais, principalmente na etapa de redução do Óxido de Grafeno (OG) para Óxido de Grafeno Reduzido (R-OG), material com características similares ao Grafeno. Em trabalho relativamente recente [2], foi possível a redução de OG pelo fotocatalisador TiO₂ em suspensão e na presença de irradiação UV. O TiO₂ é um semiconductor que apresenta atividade fotocatalítica muito bem reconhecida, de modo que ao absorver comprimentos de onda abaixo do seu *Band Gap* (≈ 384 nm), promove elétrons da banda de valência à banda de condução, deixando orbitais vazios. O elétron fotoexcitado possui poder redutor suficientemente elevado para reduzir o O₂. Na ausência de *scavenger* adequado (ex. O₂), os elétrons podem ser empregados na redução de materiais adjacentes em um compósito, como é o caso dos materiais de carbono. Neste estudo, a radiação proveniente de um LED UV ($\lambda = 365$ nm) foi utilizada para a redução do compósito OG-TiO₂ (do tipo P25), na presença de ácido ascórbico 5,0 mmol L⁻¹ dissolvido em tampão Ac/HAc 0,1 mol L⁻¹. Para a fabricação do compósito, uma suspensão de OG (0,5 g L⁻¹) foi obtida pela exfoliação do produto de oxidação química da grafite conforme método Hummers [1]. A seguir, uma suspensão (mistura de 100 μ L da suspensão OG, 3 μ L de suspensão de TiO₂ 10 g L⁻¹ e 147 μ L de água pura) foi mantida em banho ultrassônico por 1 hora. Uma alíquota de 3 μ L desta suspensão foi transferida para a superfície polida e seca de um eletrodo de carbono vítreo (ECV, $A_{geom} = 0,071$ cm²). A solução redutora contendo ácido ascórbico foi introduzida e irradiada na célula fotoeletroquímica de camada delgada (0,6 mm) por 500 s, sendo o processo monitorado por cronopotenciometria (corrente zero). Durante a redução, verificou-se que o potencial de eletrodo foi tendendo a valores cada vez mais negativos. A Fig. 1 mostra voltamogramas cíclicos obtidos após o processo. Verifica-se em (1a) valores de corrente (catódica e anódica) maiores e mais favoráveis para o compósito em comparação aos eletrodos de ECV e ECV modificado com OG, utilizando uma solução de K₃[Fe(CN)₆] 1,0 mmol L⁻¹. Em (1b), após adições crescentes de paracetamol (PA, 0,5-3,0 mmol L⁻¹) também foi possível observar sinais mais favoráveis para a oxidação do fármaco quando OG-TiO₂ foi utilizado como sensor. O detalhe da figura mostra relações lineares entre a corrente anódica e diferentes concentrações de PA para o OG-TiO₂ e ECV. Estudos de caracterização (espectroscopia Raman, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia XPS) estão sendo realizados para a confirmação da estrutura e redução do compósito.

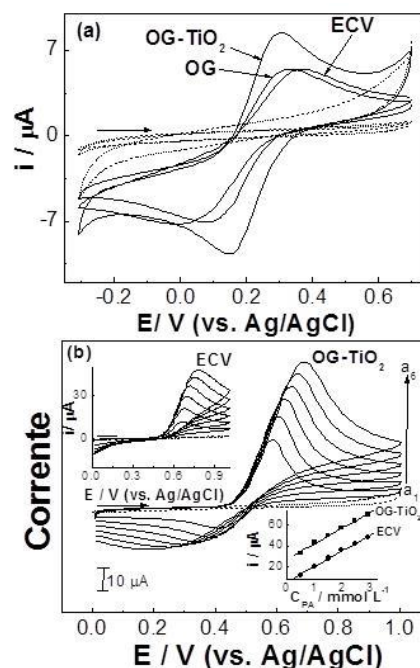


Fig.1: Voltamogramas cíclicos de soluções: (a) K₃[Fe(CN)₆] 1,0 mM em KCl 0,1 M e (b) PA (0,5-3,0 mM: a₁-a₆) em tampão Ac/HAc 0,1 M. Detalhes: voltamogramas para ECV (superior) e curvas de calibração para ECV e OG-TiO₂ (inferior).

Agradecimentos: CNPq, FAPESP e Capes

Referências:

- [1] M. R. Barbosa-Sobrinho, P. T. Santos, *Electrocatal.* 12 (2006) 40-42
[2] P. C. Giorgio, C. A. Silva, M. N. Oliveira, *J. Am. Chem. Soc.* 2 (2012) 149-169

* e-mail do autor principal: fsfribak@gmail.com