

RANKEO DE LA CAPACIDAD ELECTROCATALÍTICA DE ELECTRODOS DE ÁREA EXPANDIDA BASADOS EN OXIDO DE GRAFENO (GO) MEDIANTE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA

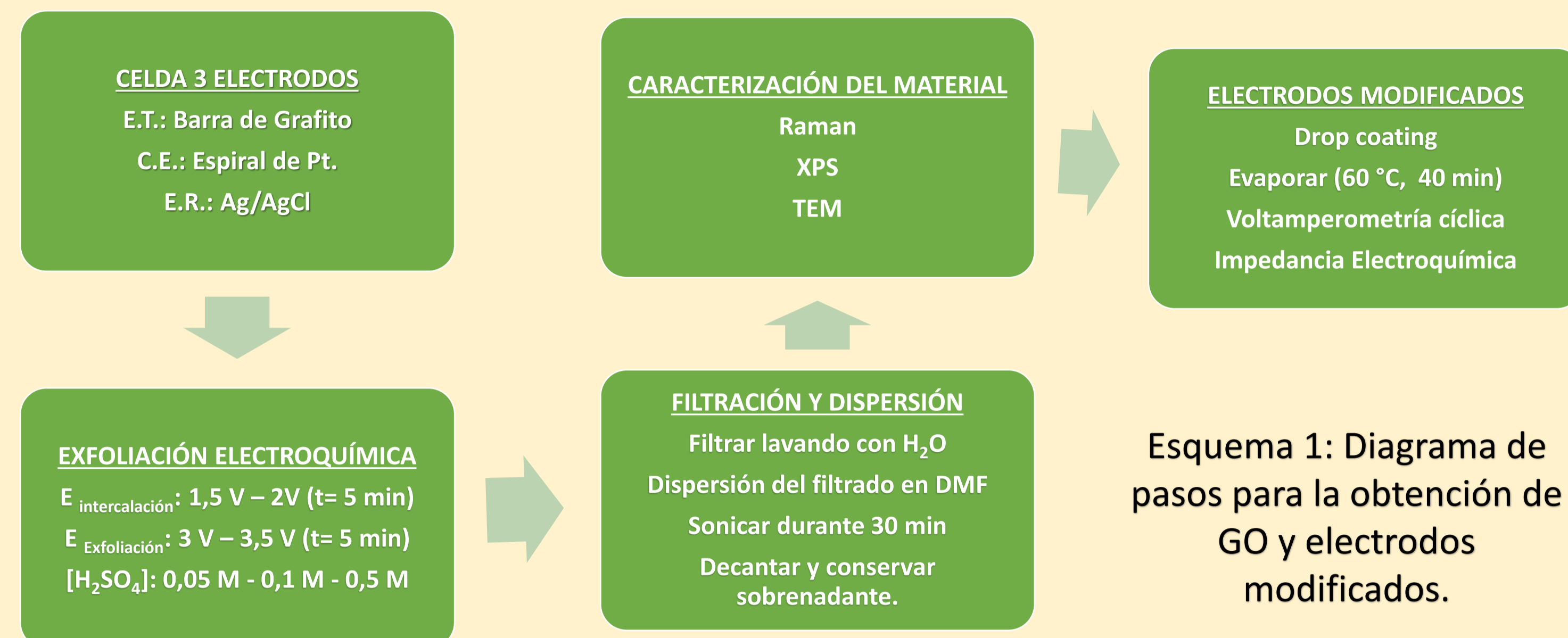
Valenti Romina V., Gutiérrez Pineda Eduart A., Rodríguez Presa María José y Gervasi Claudio A.

Instituto de Investigaciones Físicoquímicas Teóricas y Aplicadas (INIFTA), Sucursal 4, CC 16 (1900) La Plata; Area Electroquímica, Fac. Ing., UNLP, 49 y 115 La Plata.
rvalenti@inifta.unlp.edu.ar

DESARROLLO

En este trabajo se realizó la síntesis electroquímica de GO a partir de barras de grafito, empleando etapas sucesivas de intercalación y exfoliación electroquímica en H_2SO_4 de distinta concentración. Se ensayaron diferentes condiciones de potencial de intercalación y de exfoliación y tiempo de aplicación para cada etapa. Se modificaron electrodos de carbón vítreo con la técnica de "drop casting", empleando suspensiones de GO en agua de 1 mg/mL. Para evaluar la actividad electroquímica de los electrodos modificados se utilizó la cupla ferrocianuro-ferricianuro como par redox testigo y las técnicas de voltamperometría cíclica y espectroscopía de impedancia electroquímica. Se propone un novedoso y simple análisis cualitativo, que permite una rápida y precisa categorización de muestras según su capacidad electrocatalítica. La misma se basa en la variación de la posición y altura del máximo de la fase (ϕ) del vector impedancia en un gráfico ϕ vs. logaritmo de la frecuencia. Se contrastan estos resultados con los análisis voltamperométricos en términos de la diferencia de potenciales de pico (ΔE_p) y se discuten las mejoras del método propuesto en cuanto a precisión y simpleza.

METODOLOGÍA



Esquema 1: Diagrama de pasos para la obtención de GO y electrodos modificados.

RESULTADOS

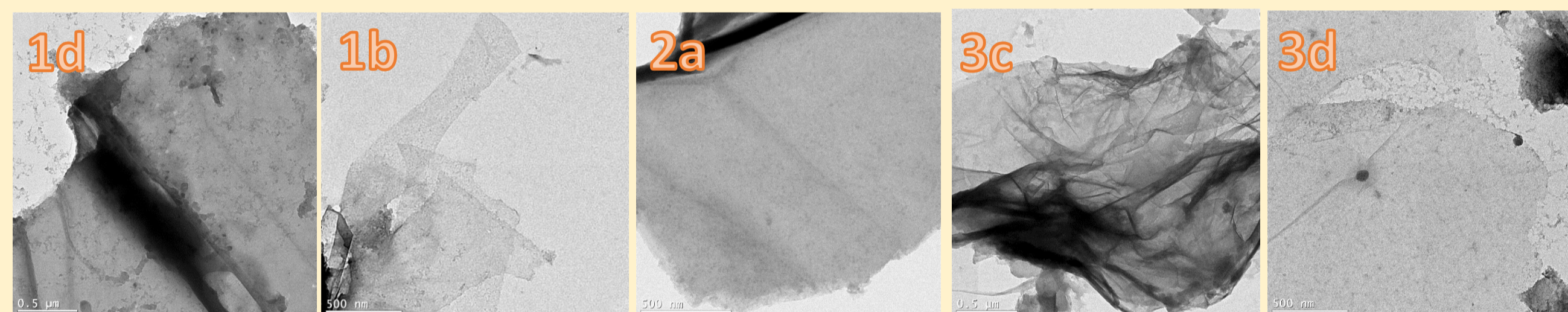


Figura 1: Micrografía TEM material grafénico exfoliado 1d, 1b, 2a, 3c, 3d.

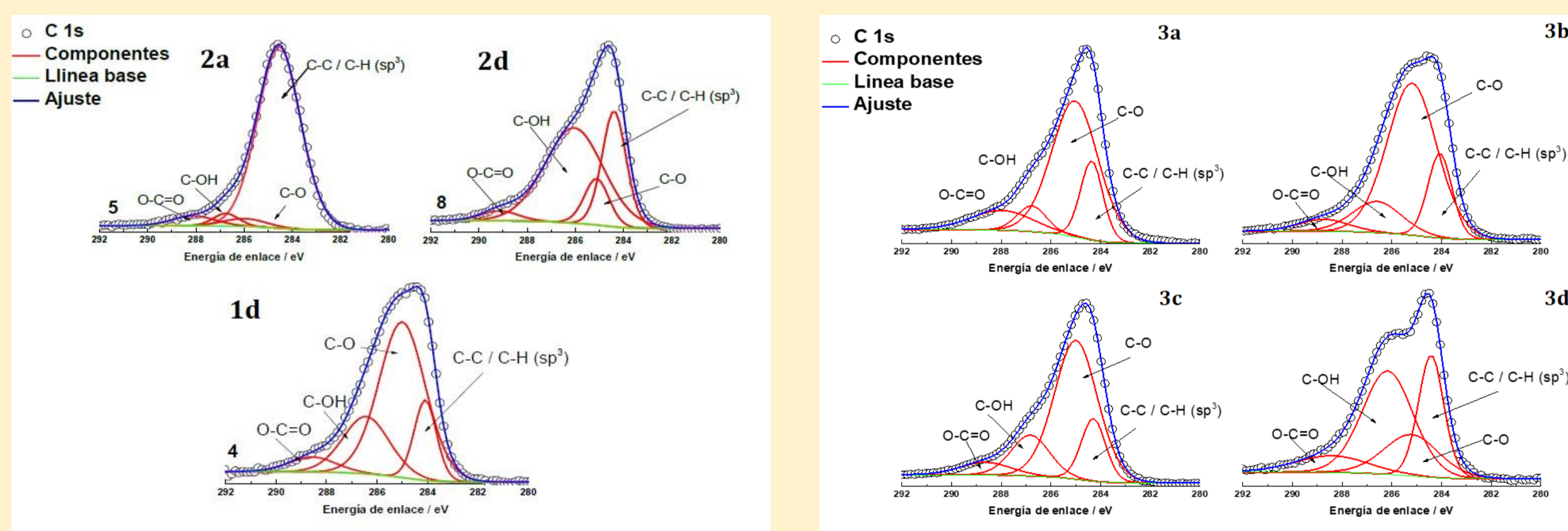


Figura 3: Espectroscopía XPS (C 1s) exp. 1d, 2a, 2d, 3a, 3b, 3c, 3d.

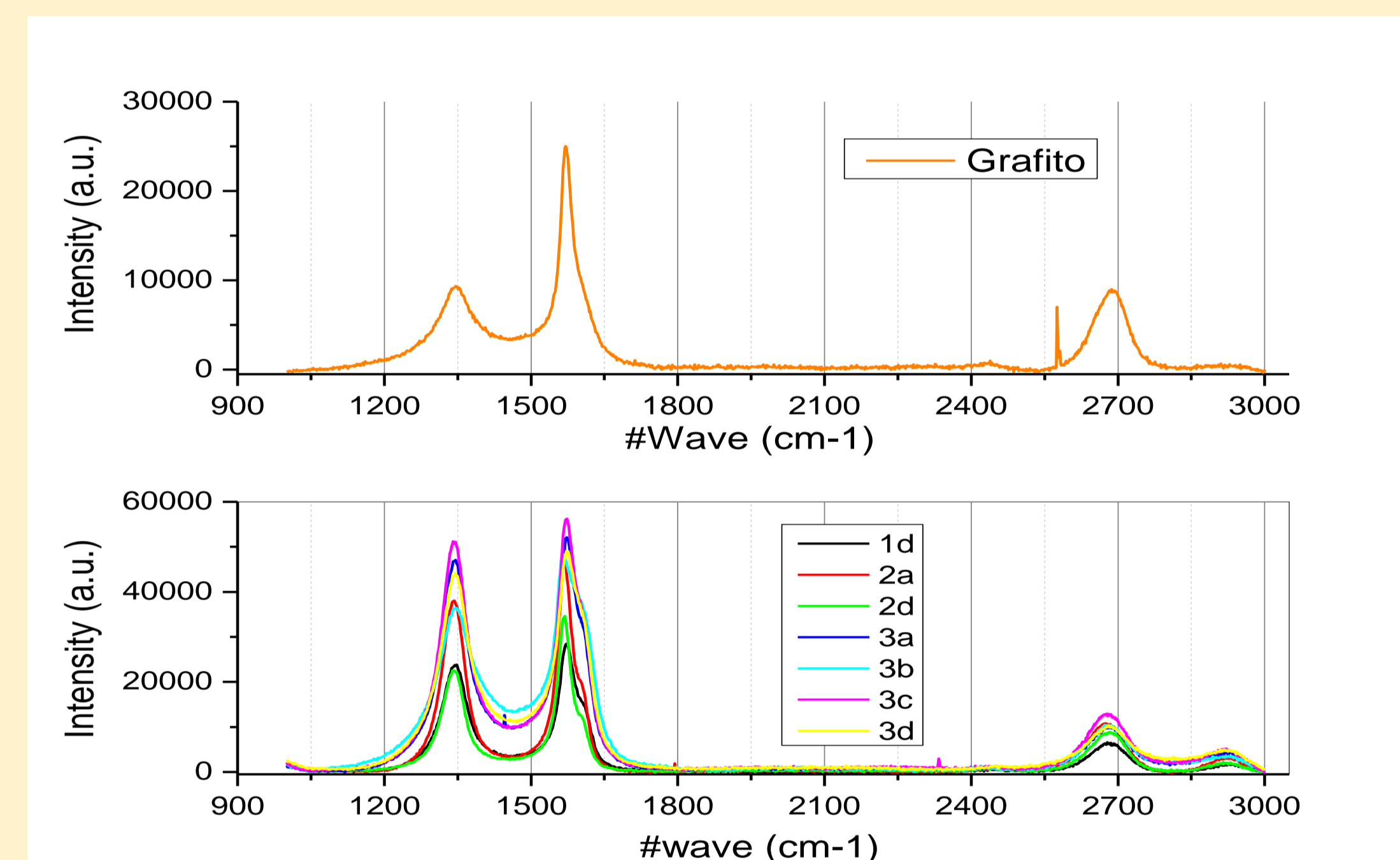


Figura 2: Espectroscopía Raman banda G, D y 2D

Exp.	I_D/I_G	I_{2D}/I_G	C/O	$[H_2SO_4]$	Pot.Inter. (V)	Pot.Exf. (V)
Grafito	0,379	0,365	-	-	-	-
1_d	0,838	0,232	1,96	0,05	2	3,5
2_a	0,823	0,234	3,02	0,1	1,5	3,5
2_d	0,652	0,256	4,09	0,1	2	3,5
3_a	0,903	0,195	3,38	0,5	1,5	3
3_b	0,753	0,217	3,37	0,5	1,5	3,5
3_c	0,911	0,230	4,29	0,5	2	3
3_d	0,901	0,211	1,84	0,5	2	3,5

Tabla 1: Parámetros extraídos de la caracterización Raman y XPS.

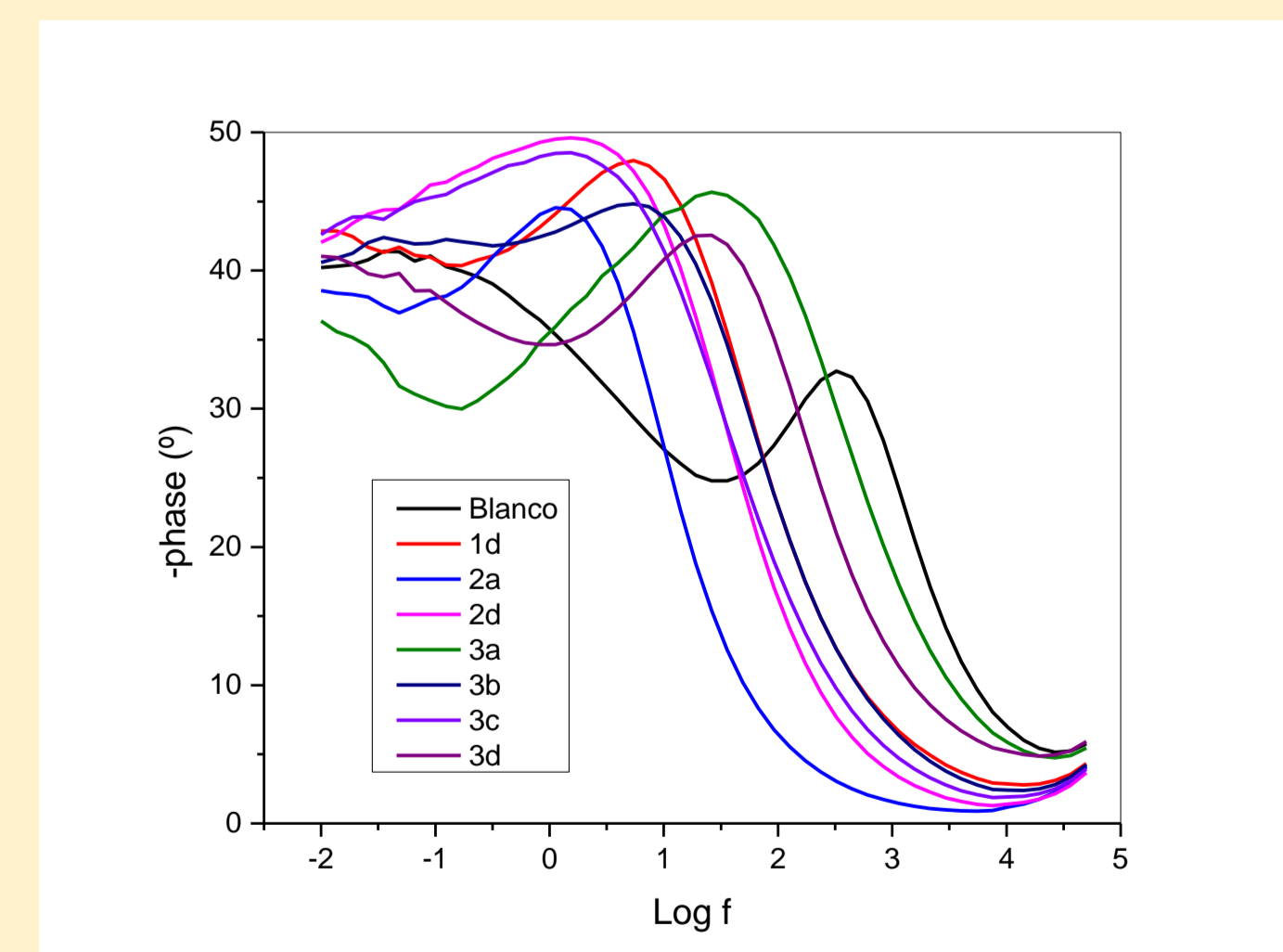


Figura 5-a: Espectroscopía de Impedancia Electroquímica - Bode

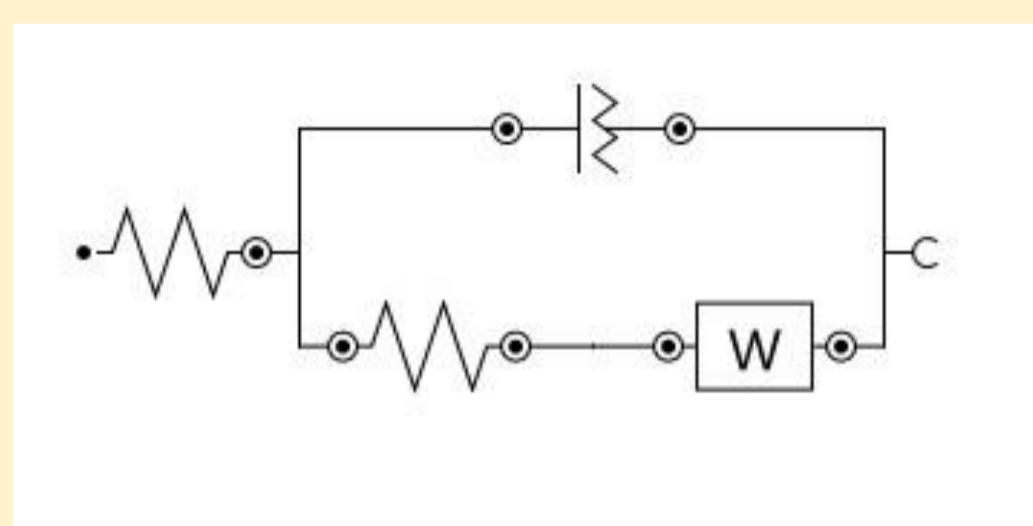


Figura 5-c: Circuito equivalente utilizado para el ajuste EIS

Exp.	ΔE (mV)	R_{ct} ($\Omega.cm^2$)	$\phi_{max}(\circ)$	f(Hz)
blanco	76	341,39	28,01	609,51
1_d	73	2916,7	47,95	5,42
2_a	88	1002,3	43,95	1,12
2_d	76	3869,9	45,97	0,82
3_a	120	3366	37,05	10,18
3_b	81	2570,8	44,83	5,42
3_c	78	6137,6	48,52	1,54
3_d	93	1667,7	42,55	13,86

Tabla 2: Parámetros extraídos de la caracterización electroquímica.

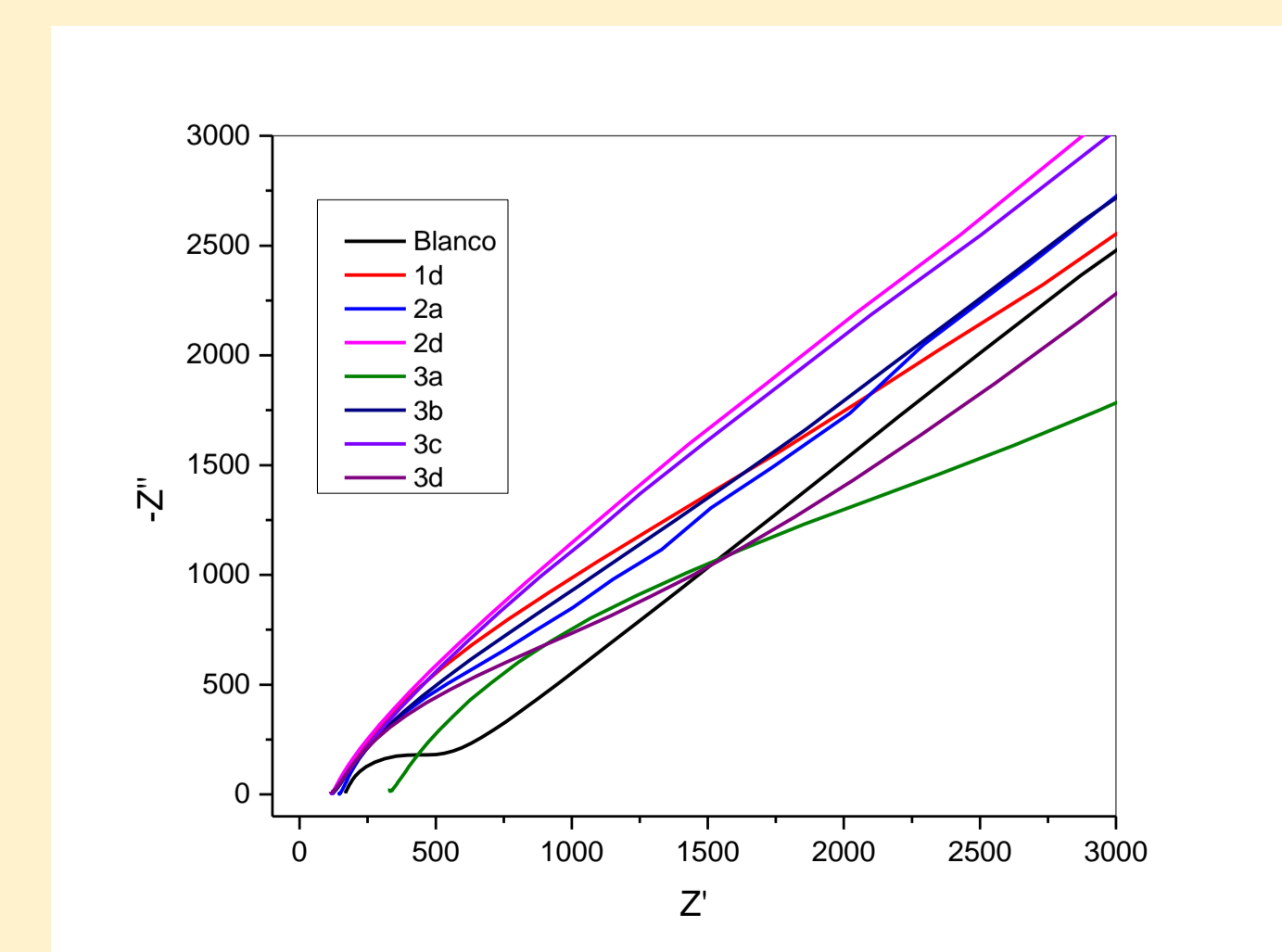


Figura 5-b: EIS - Nyquist

CONCLUSIONES

- Se obtuvieron materiales grafénicos mediante una estrategia simple, económica y amigable con el ambiente. Los mismos no mostraron poseer mejor actividad electrocatalítica frente a la cupla ferro-ferricianuro respecto del carbón vítreo.
- Se observó un incremento de los grupos funcionales oxigenados con el aumento de la concentración de ácido y condiciones más fuertes de exfoliación.
- El análisis cualitativo propuesto a partir de la impedancia electroquímica nos permitió la selección de las mejores condiciones de síntesis de GO, como material precursor del ERGO, para futuras aplicaciones.