

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

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.  
[valenti@inifta.unlp.edu.ar](mailto:valenti@inifta.unlp.edu.ar)

## INTRODUCCIÓN

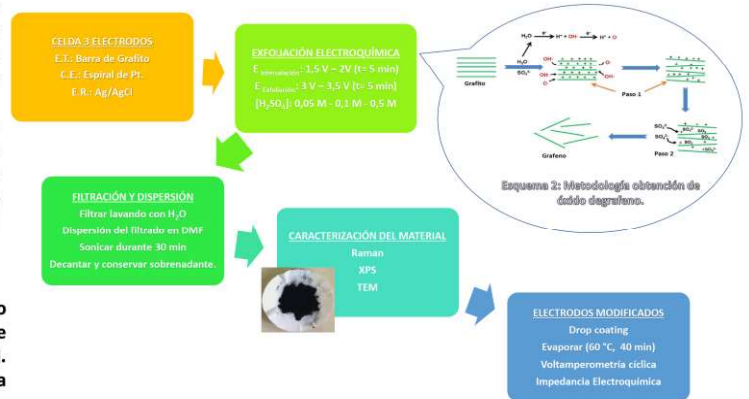
Los materiales carbonosos se han utilizado extensamente como materiales de electrodo debido a sus propiedades conductoras, y procesos de fabricación relativamente simples y económicos. El grafeno y sus derivados no constituyen una excepción, presentando interesantes propiedades electroquímicas (1,2). El óxido de grafeno (GO) puede obtenerse por diversos métodos. Entre ellos se destaca la exfoliación electroquímica ya que es una forma sencilla, rápida y adecuada desde el punto de vista ambiental (3). El GO puede reducirse electroquímicamente, obteniéndose ERGO. Ambos materiales se han utilizado para la fabricación de sensores electroquímicos.

La complejidad de gobernar en la síntesis el área activa final del electrodo modificado, plantea un desafío en el modo de evaluación de la capacidad electrocatalítica que según se presenta en la literatura, es dificultoso y muchas veces erróneo. Se propone entonces un novedoso y simple análisis cualitativo, que permite una rápida y precisa categorización de muestras según su capacidad electrocatalítica.

## OBJETIVOS

- Optimización de una ruta de síntesis de GO a partir de grafito, empleando etapas sucesivas de intercalación y exfoliación electroquímica en  $H_2SO_4$  de distinta concentración, ensayando también diferentes condiciones de potencial. El trabajo presentado apunta a la fabricación de materiales gráficicos para aplicaciones electroanalíticas.
- Caracterización electroquímica y espectroscópica del material obtenido, y ranqueo de la capacidad electrocatalítica del mismo para la reacción de la cupla Ferrocianuro - Ferricianuro.

## METODOLOGÍA



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

## RESULTADOS Y CONCLUSIONES

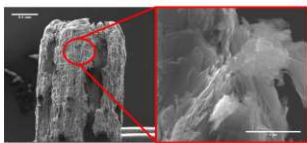


Figura 1: Micrografía SEM Electrodo de grafito después de la intercalación y Exfoliación.

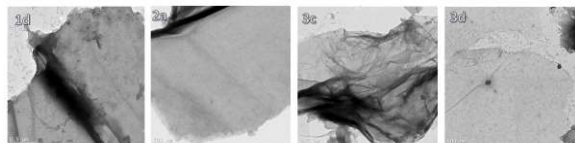


Figura 2: Micrografía TEM material grafenolado exfoliado 1d, 2a, 3c, 3d.

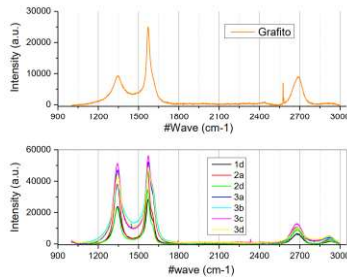


Figura 3: Espectroscopía Raman bandas G, D y 2D

Exp.	$I_D/I_G$	$I_{2D}/I_G$	C/O	$[H_2SO_4]$	Pot.Interc. (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.

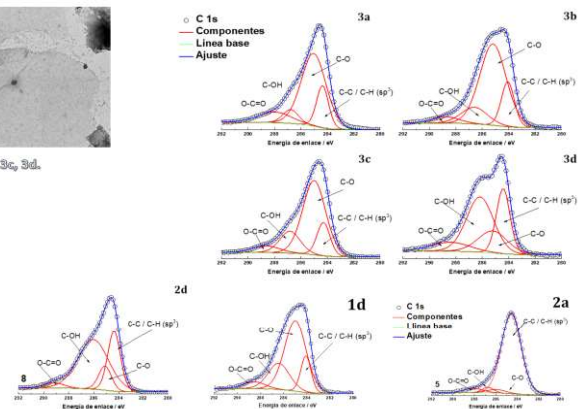


Figura 4: Espectroscopía XPS (C 1s)

## CONCLUSIONES

- Se obtuvieron materiales gráficicos mediante una estrategia simple, económica y amigable con el medio ambiente. Los mismos no muestran poseer mejor actividad electrocatalítica frente a la cupla ferrocianuro 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. Se incrementó el desorden estructural debido a la incorporación de éstos a la red gráficica.
- Se propuso un análisis cualitativo a partir de la impedancia electroquímica basado en la variación de la posición del máximo y altura del máximo de la fase ( $\phi$ ) del vector impedancia en un gráfico  $\phi$  vs logaritmo de la frecuencia, el cual nos permitió la selección de las mejores condiciones de síntesis de GO, como material precursor del ERGO (Electrochemically Reduced Graphene Oxide), para futuras aplicaciones electroanalíticas.

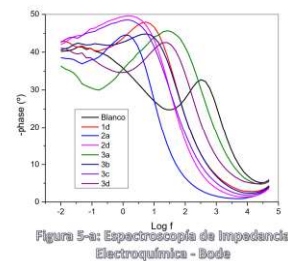


Figura 5-a: Espectroscopía de Impedancia Electroquímica - Bode

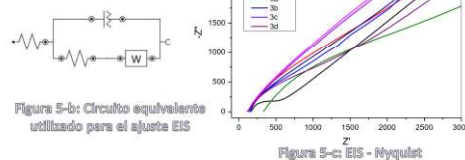


Figura 5-b: Circuito equivalente utilizado para el ajuste EIS

Figura 5-c: EIS - Nyquist

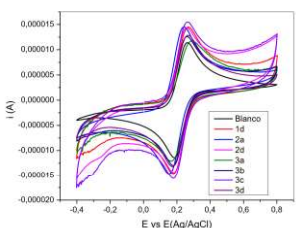


Figura 6: Voltamperometría Cíclica

Exp.	$\Delta E$ (mV)	$R_{ct}$ ( $\Omega \cdot cm^2$ )	$\Phi_{max}$ (°)	f (Hz)	$[H_2SO_4]$	Pot.Interc. (V)	Pot.Exf. (V)
blanco	76	341,39	28,01	609,51	-	-	-
1_d	73	2916,7	47,95	5,42	0,05	2	3,5
2_a	88	1002,3	43,95	1,12	0,1	1,5	3,5
2_d	76	3869,9	45,97	0,82	0,1	2	3,5
3_a	120	3366	37,05	10,18	0,5	1,5	3
3_b	81	2570,8	44,83	5,42	0,5	1,5	3,5
3_c	78	6137,6	48,52	1,54	0,5	2	3
3_d	93	1667,7	42,55	13,86	0,5	2	3,5

Tabla 2: Parámetros extraídos de la caracterización electroquímica.

## Referencias

- Brownson, D. A. C.; Kampouris, D. K.; Banks, C. E. Chem. Soc. Rev. 2012, 41, 6944-6976.
- Martín, A.; Escarpa, A. ThAC Trends Anal. Chem. 2014, 56, 13-26.
- Abdelkader, A.M., Cooper, A.J., Dryfe, R.A.W., Kinloch, I.A. Nanoscale 2015, 7, 6944-6956.

