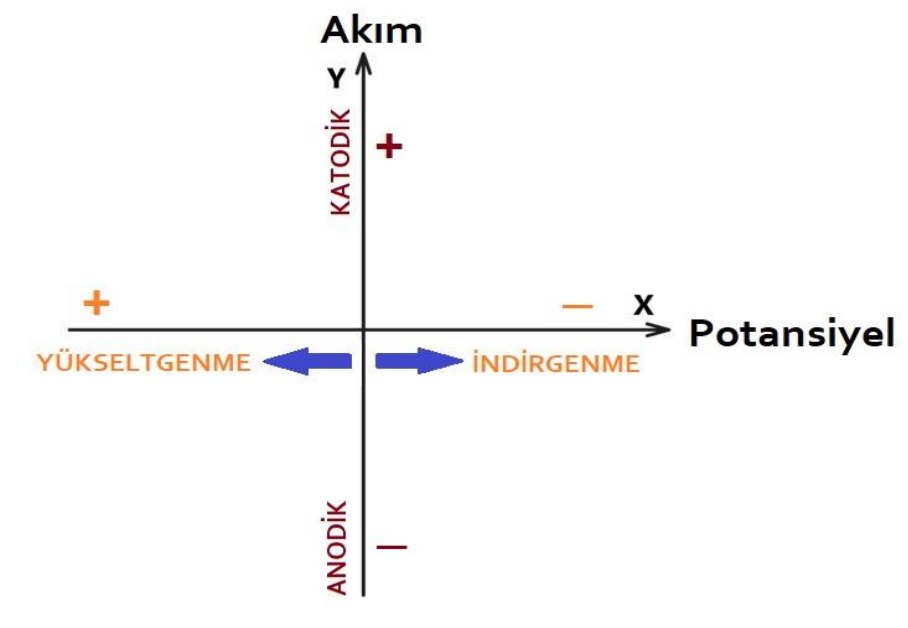




KARBON ESASLI ELEKTROTLARIN AKTİVASYONU

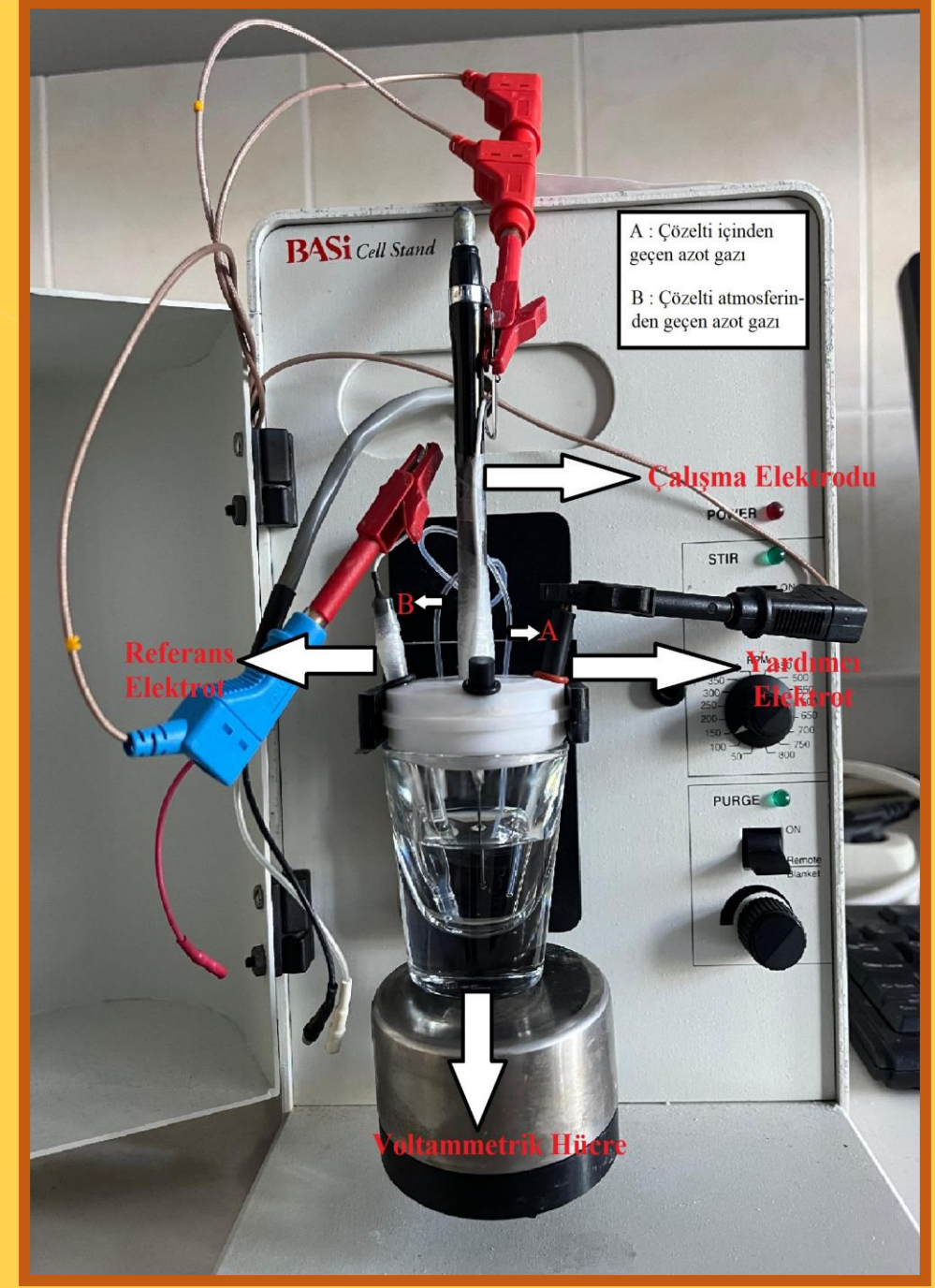
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN EDEBİYAT FAKÜLTESİ KİMYA BÖLÜMÜ

Saliha ÇIRAK
DANIŞMAN : Prof. Dr. Nuri NAKİBOĞLU



VOLTAMMETRİ NEDİR ?

Voltammetri, kelime anlamına bakıldığında volt, amper ve ölçüm anlamına gelen metri kelimelerinden gelmekte ve kısaca potansiyel uygulanıp akımın ölçüldüğü tekniğin genel adıdır, ölçümden elde edilen akım - potansiyel eğrilerine de voltammogram adı verilmektedir. Voltammetrik ölçümler referans, yardımcı ve çalışma elektrodunun olduğu üçlü elektrot sisteminde gerçekleştirilir. Bu ölçümlerde referans (polarlanmayan) ile çalışma (polarlanabilen) elektrodu arasında pozitif (anodik) veya negatif (katodik) yönde potansiyel uygulanarak, çalışma ve karşıt elektrot arasındaki akım ölçülür. Çalışma elektrodu üzerinde yükseltgenme ile oluşan akıma anodik akım, indirgenme ile oluşan akıma katodik akım adı verilir.[1]



Voltammetri hücre standı

KALEM GRAFİT ELEKTROT(PGE)

PGE'ler diğer elektrotların tümüne istinaden çok daha ucuz, kolay ulaşılabilir ve tekrarlanabilirliği çok yüksek olduğu için en çok tercih edilen çalışma elektrotu olarak kabul edilebilirler. Elektrodun temizlik gibi bir problemi de yoktur çünkü tek kullanımlıktır. PGE için tercih edilen uçların rengi veya sertliği önemlidir, bunu yapısındaki grafit ve kil oranı belirler.[2]

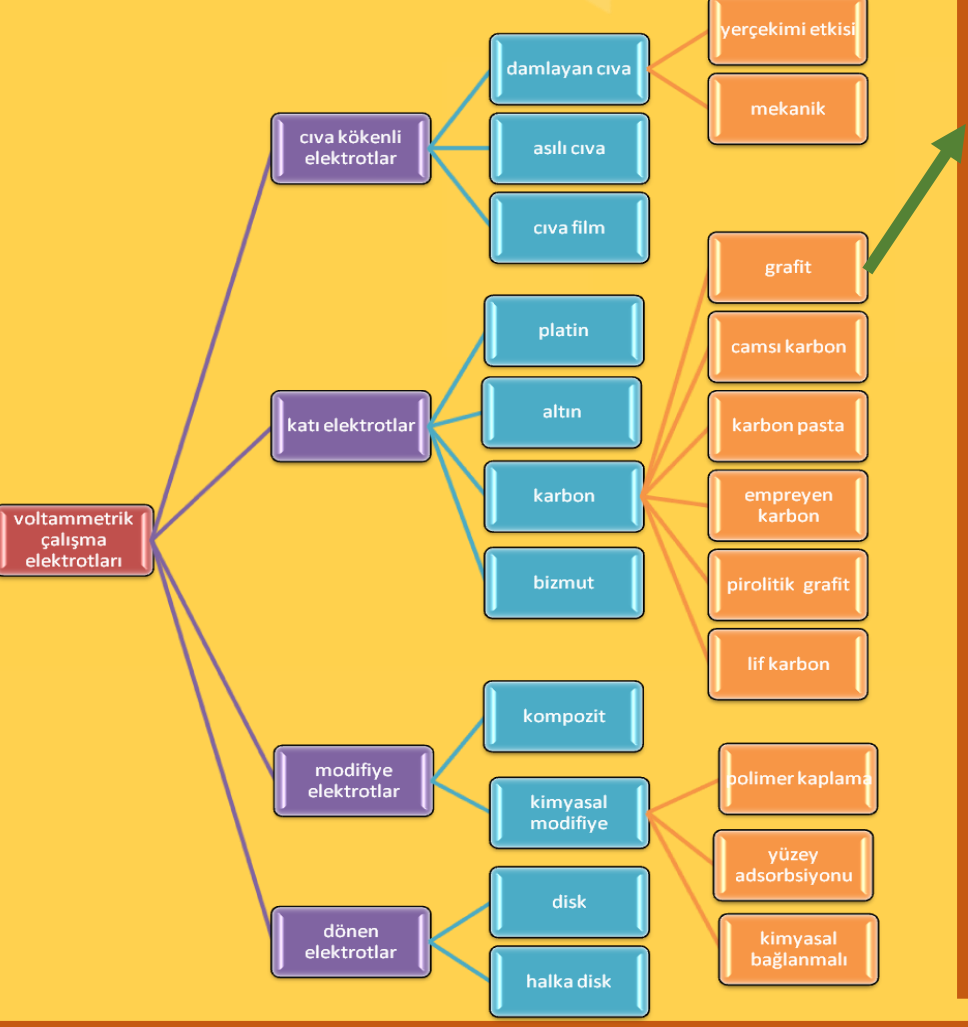
PGE'nin temel bileşenleri,

Grafit (%65)

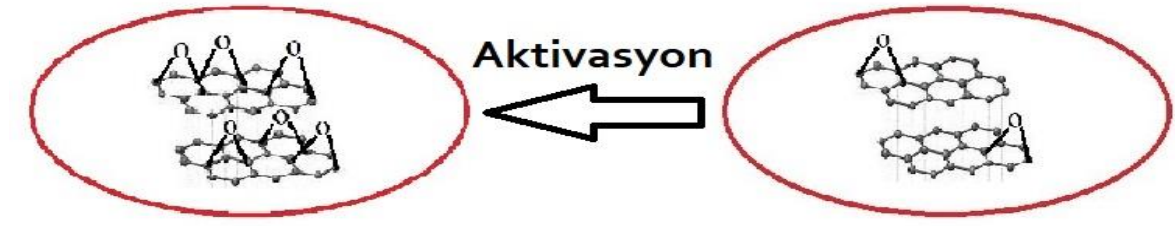
Kil (%30)

bağlayıcı (wax, reçine veya polimer) (%5)

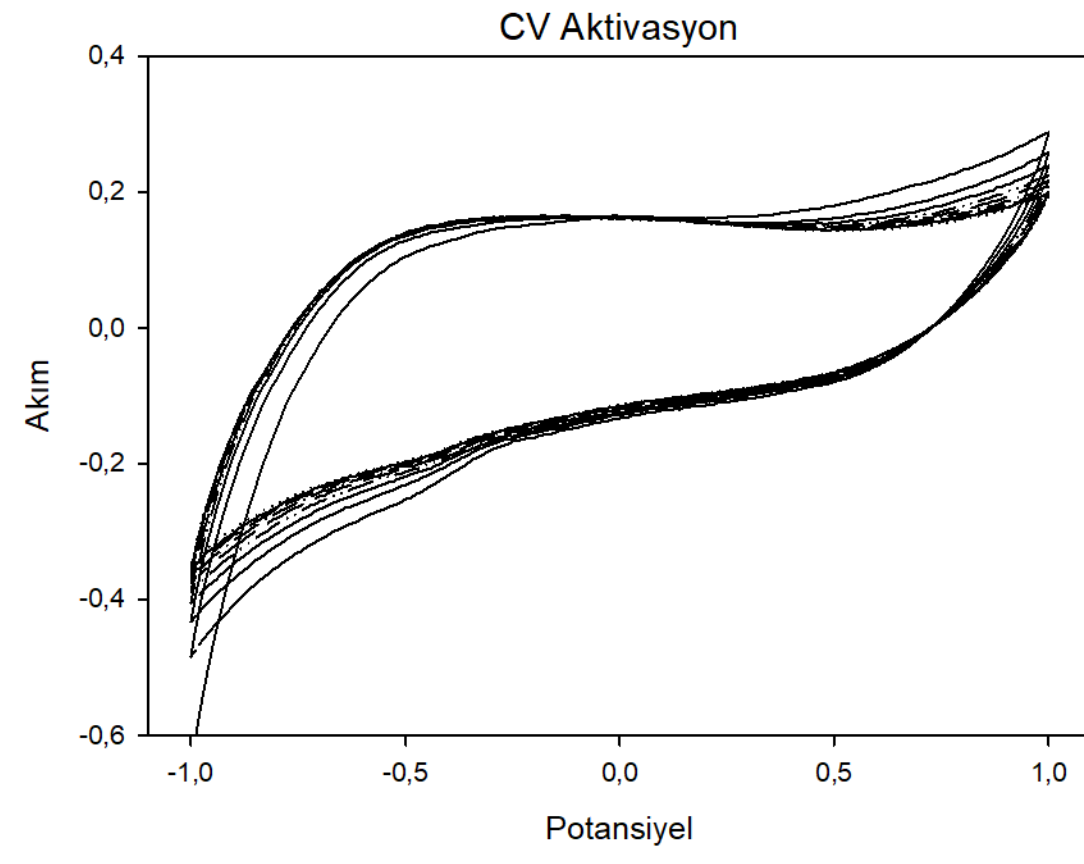
Grafit ve kilin farklı yüzdelerde karıştırılması ile değişik sertliklerde kalem grafitler üretilir. Günümüzde piyasada 10H'den 10B'ye kadar ölçeklenen 22 çeşit kalem bulunabilir. Bir kalemde B (Blackness, siyahlık) yüzdesi arttıkça grafit içeriği artar ve bu nedenle kalemler daha yumuşak özellik kazanır. H (Hardness, sertlik) yüzdesi arttıkça kil içeriği artar ve bu nedenle kalem daha sert özellik kazanır. Örneğin HB kalem, ölçeğin tam ortasındadır ve tipik olarak yaklaşık %68 grafit, %26 kil ve %5 wax içerir.[2]



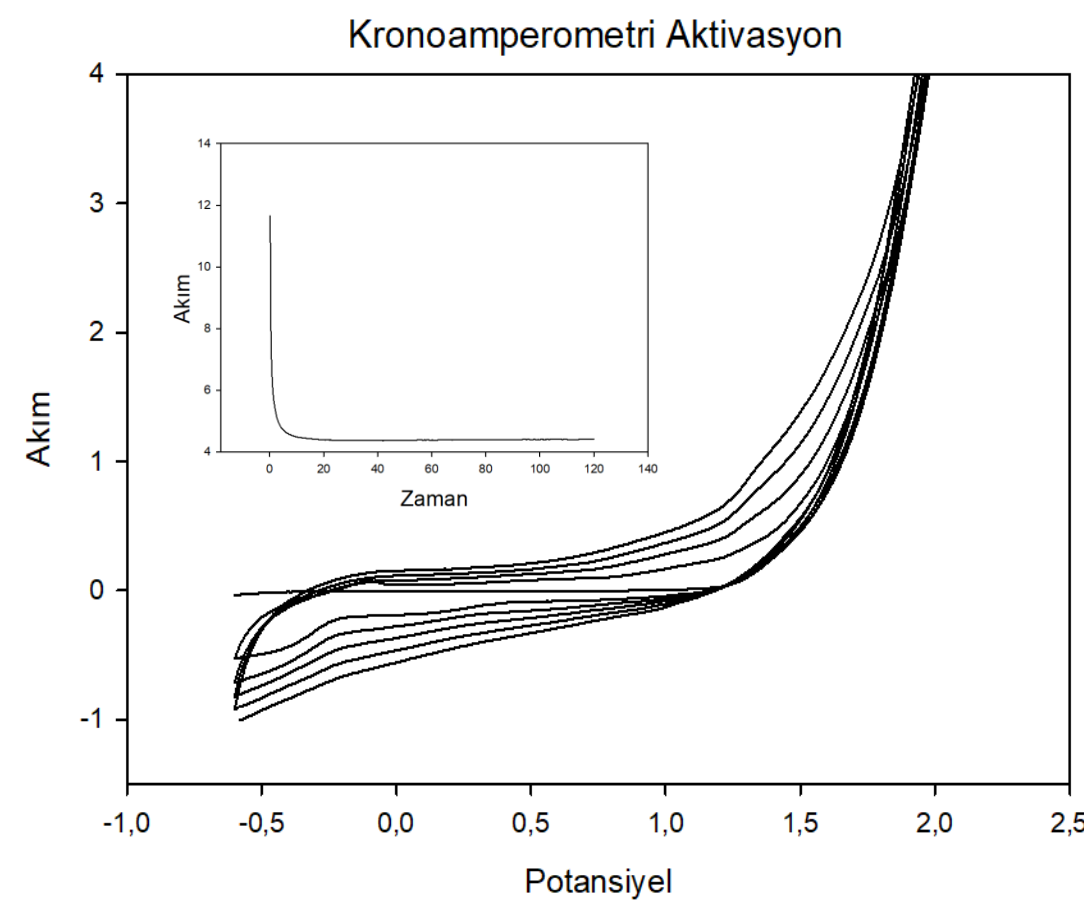
KALEM GRAFİT ELEKTROT (PGE) AKTİVASYONU



Voltammetride karbon esaslı elektrotların aktivasyonu, elektrot yüzeyinin elektrokimyasal özelliklerini iyileştirerek analizlerin hassasiyetini ve tekrarlanabilirliğini artırmak amacıyla uygulanan önemli bir işlemdir. Elektrot aktivasyonu, elektrot yüzeyinin elektrokimyasal reaksiyonlara daha duyarlı hale gelmesini sağlar. Bu, özellikle düşük konsantrasyonlardaki analitlerin tespiti için önemlidir. Aktive edilmiş elektrotlar, daha belirgin voltammetrik pikler ve daha düşük tayin sınırları sunar.[3]



0.1 M pH = 7 PBS çözeltisinde, -1.0 V ile +1.0 V arasında 1.4 V da 120 s biriktirme yapılarak , 100 mV / s tarama hızında sabit bir zemin elde edilince kadar (10 döngü) döngüsel voltammetri (CV) ile aktive edildi.



Kalem ucu , A4 kağıdıyla parlatıldıktan sonra 0.1 M pH = 7 PBS çözeltisinde , 2 V da 120 s kronoamperometri tekniği uygulandı. Daha sonra -0.6 V ile 2.0 V arasında 0.1 M pH = 7 PBS ve 0.1 M KCl çözeltisi içinde 50 mV/s tarama hızında sabit bir zemin elde edilince kadar (5 döngü) döngüsel voltammetri (CV) ile aktive edildi.

KAYNAKLAR

- [1] Erdiñç A., 2019 , Eriochrome Black T Modifiye Kalem Grafit Elektrot ile Voltammetrik Atorvastin Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir
- [2] Mendeş M.,2024, Kurkuminin Elektrokimyasal Özelliklerinin ve DNA ile Etkileşimini Kalem Grafit Elektrotlarla İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Sivas
- [3] Talay P., Yardım Y., “Katyonik Sürfaktan Varlığında Kalem Grafit Elektrot Yüzeyinde Epirubisin’in Sıyrıma Voltametrisi ile Miktar Tayini”, AKU J. Sci. Eng 20 (2019) 011201 (19-29), DOI: 10.35414/akufemubid.621530
- [4] Telli E., 2011 , Nikel Çinko Kaplı Grafit Elektrotun Metanol Oksidasyonuna Katalitik Etkisinin Araştırılması, Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana

KRONOAMPEROMETRİ NEDİR ?

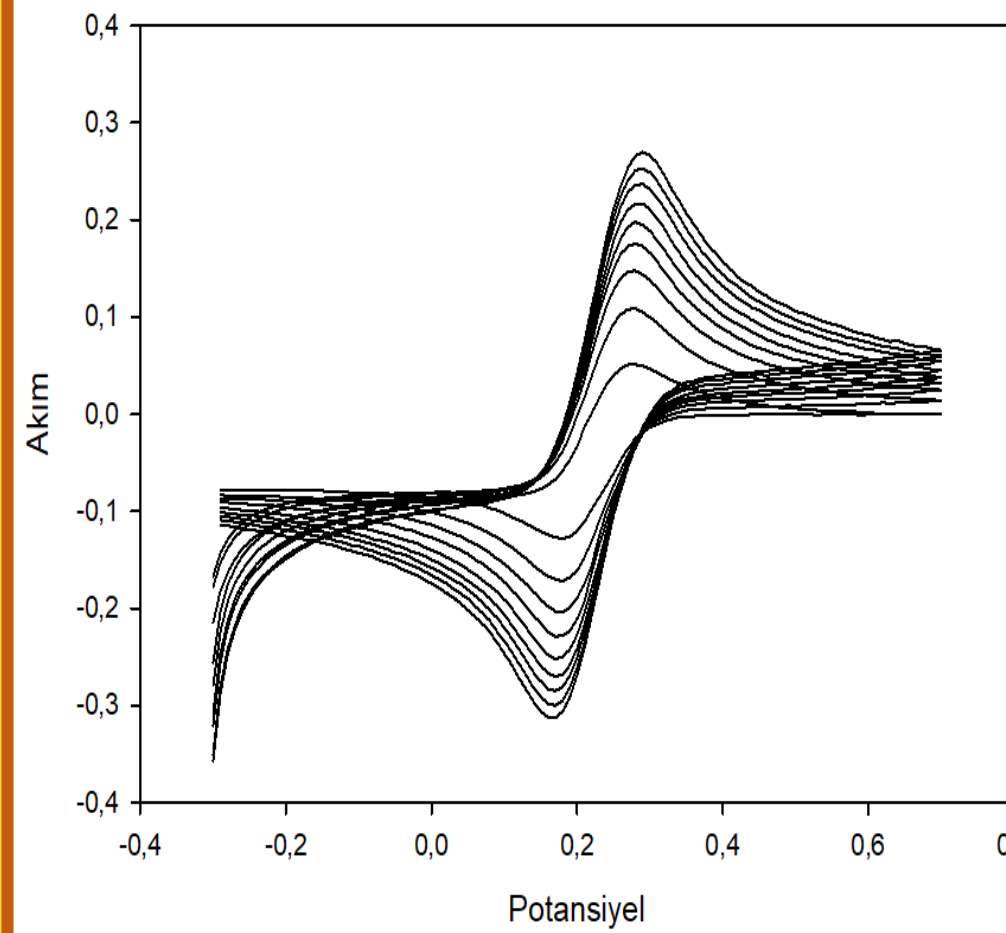
Çalışma elektrotunun potansiyelinin faradayik bir reaksiyon olmasına yetmeyecek bir potansiyelden , elektron aktarım hızının çok yüksek olduğu bir potansiyele ani olarak değiştirilmesi ile durgun ortamda akım-zaman ilişkisinin incelenmesine dayanan tekniğe “kronoamperometri” (CA) tekniği adı verilir. Bu teknikte akım - zaman ilişkisi izlenmektedir.[4]

ELEKTROT AKTİF YÜZEY ALAN HESABI

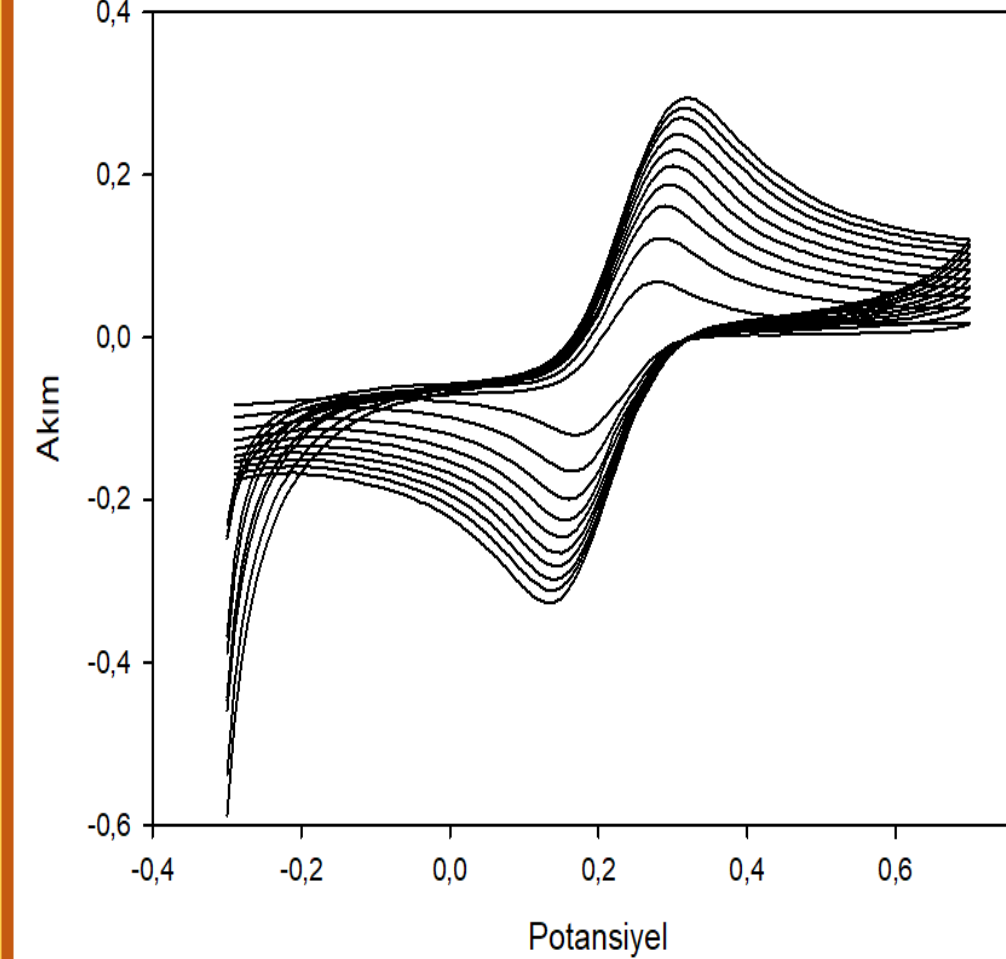
Randles-Sevcik eşıtiğı

$$I_p = (2,69 \times 10^5) n^{3/2} A C_o D_o^{1/2} v^{1/2}$$

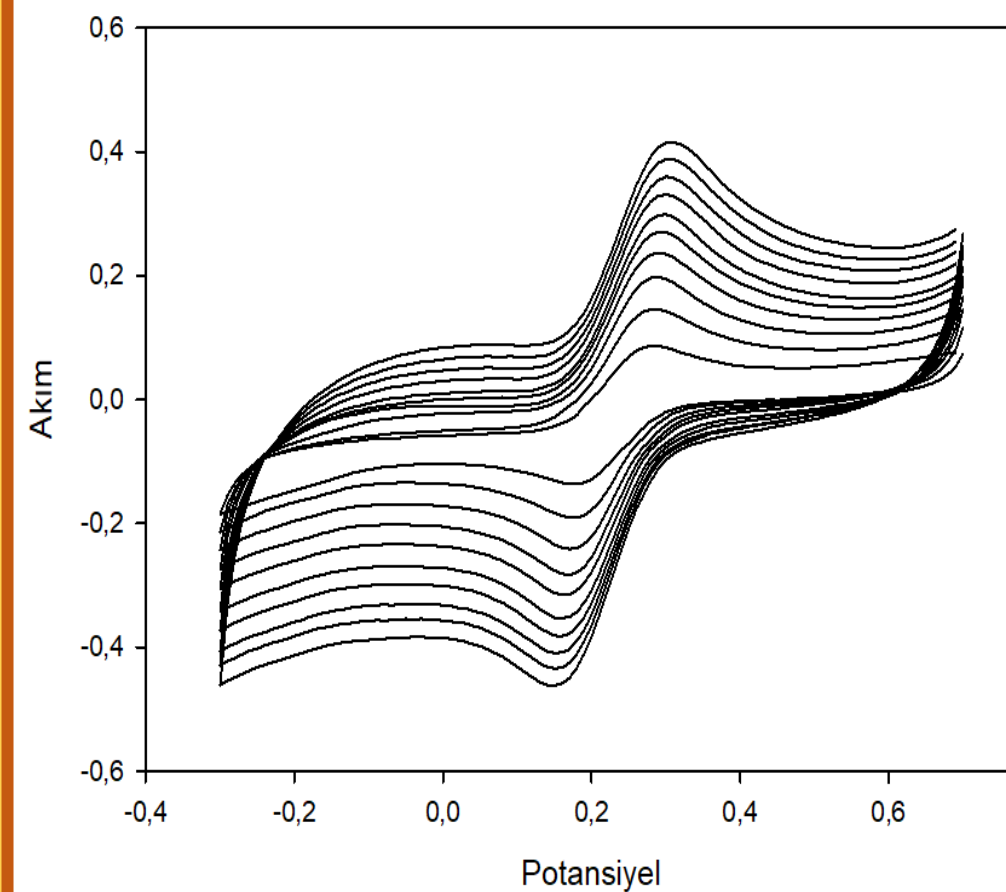
- i_p = amper cinsinden maksimum akım
- n = redoks olayında transfer edilen elektron sayısı
- A = Elektrodun aktif yüzey alanı
- D = Diffüzyon katsayısı
- C = mol/L cinsinden konsantrasyon
- v = mV/s cinsinden tarama hızı



Yalın PGE Farklı Tarama Hızlarındaki Voltammogramlar

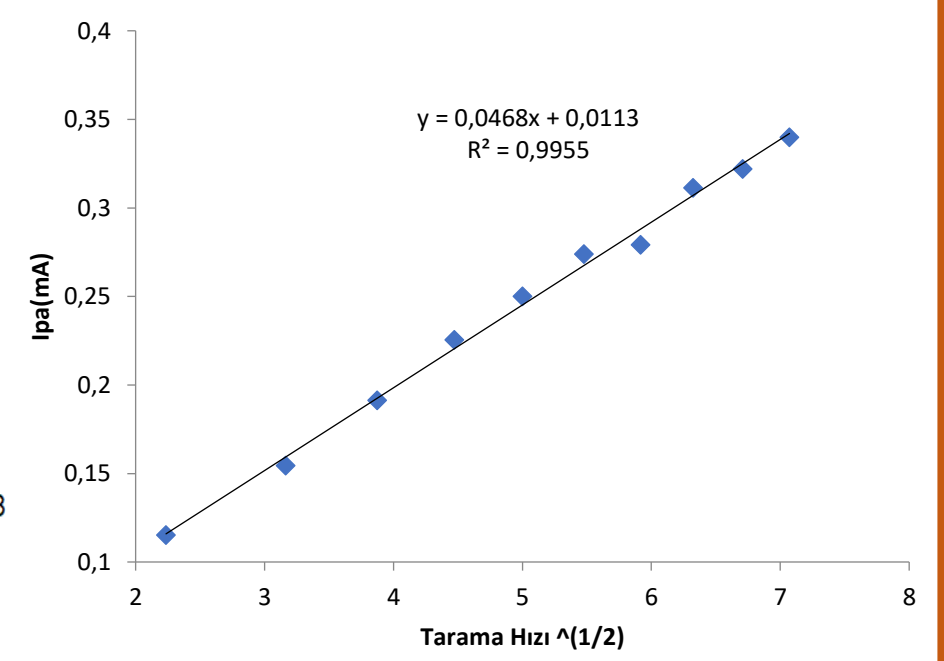


CV Aktive Edilmiş PGE Farklı Tarama Hızlarındaki Voltammogramlar

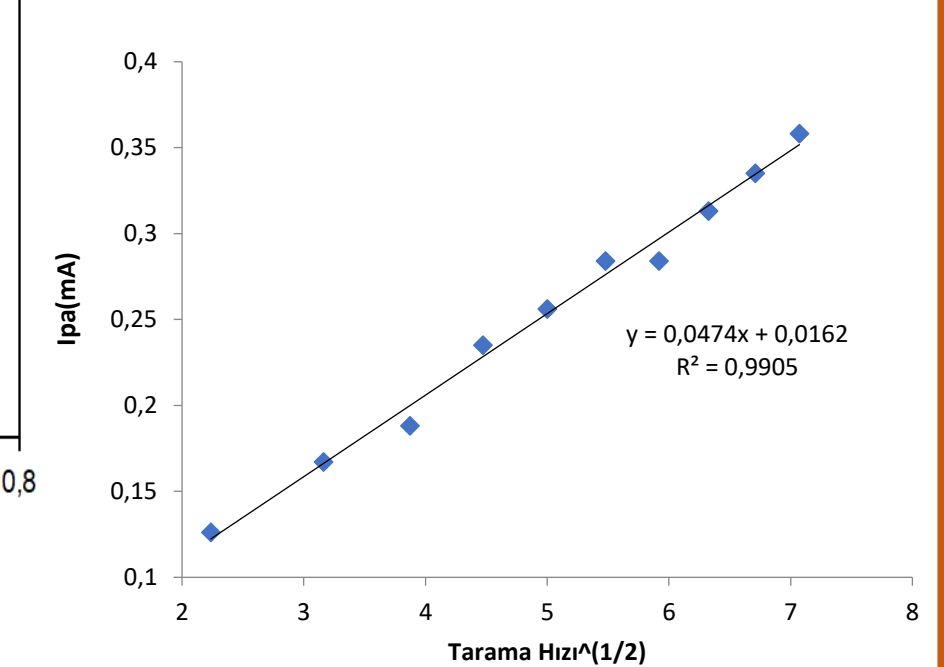


Kronoamperometrik Aktive Edilmiş PGE Farklı Tarama Hızlarındaki Voltammogramlar

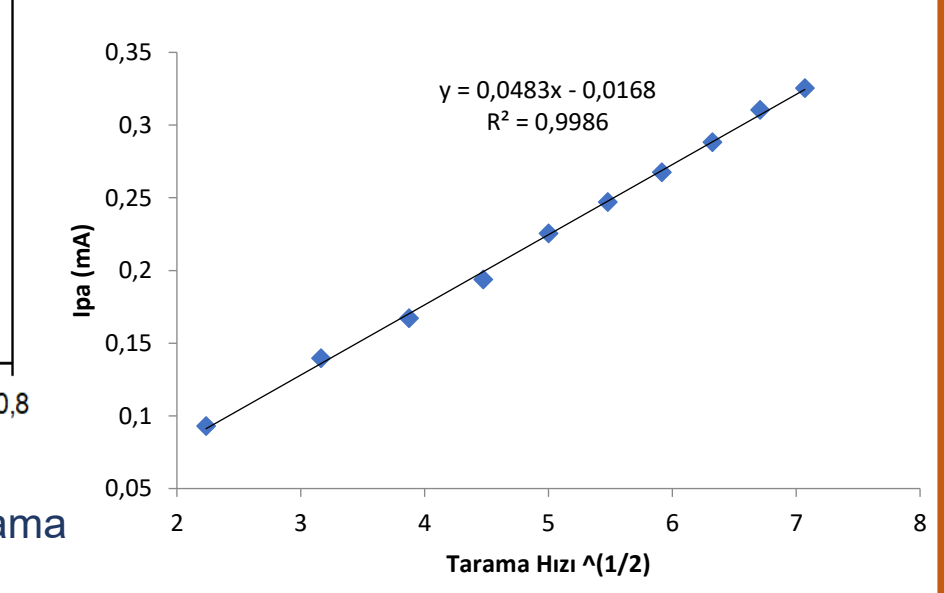
Tarama Hızı (mV)	Tarama Hızı $\wedge^{1/2}$	Ipa(mA)
5	2,236067977	0,1153
10	3,16227766	0,1545
15	3,872983346	0,1914
20	4,472135955	0,2254
25	5	0,2501
30	5,477225575	0,274
35	5,916079783	0,2792
40	6,32455532	0,3114
45	6,708203932	0,322
50	7,071067812	0,3399



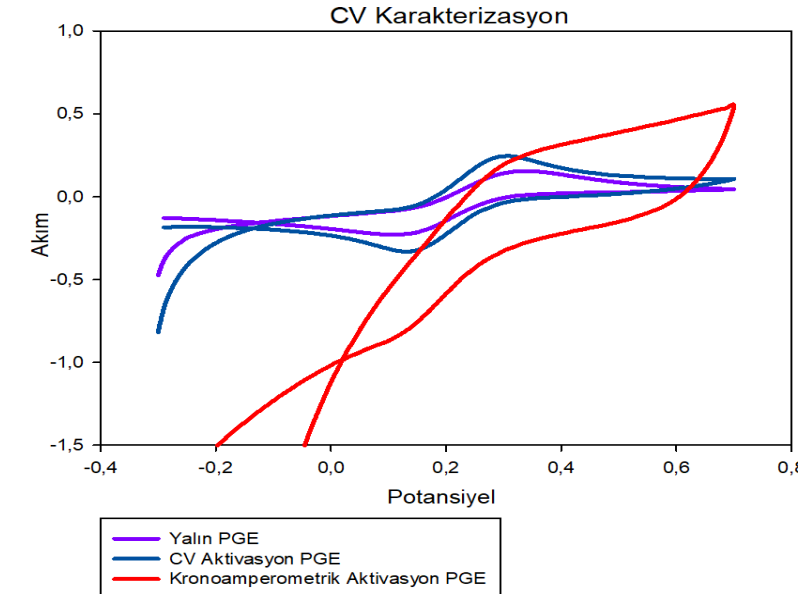
Tarama Hızı (mV)	Tarama Hızı $\wedge^{1/2}$	Ipa(mA)
5	2,236067977	0,126
10	3,16227766	0,167
15	3,872983346	0,188
20	4,472135955	0,235
25	5	0,256
30	5,477225575	0,284
35	5,916079783	0,284
40	6,32455532	0,313
45	6,708203932	0,335
50	7,071067812	0,358



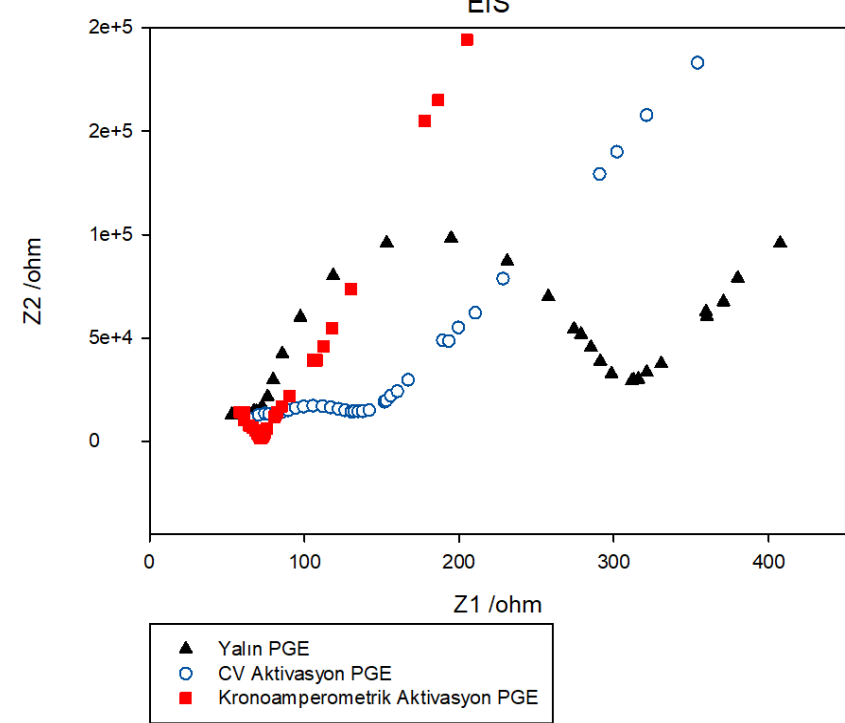
Tarama Hızı (mV)	Tarama Hızı $\wedge^{1/2}$	Ipa (mA)
5	2,236067977	0,093
10	3,16227766	0,1396
15	3,872983346	0,1671
20	4,472135955	0,1937
25	5	0,2254
30	5,477225575	0,247
35	5,916079783	0,2675
40	6,32455532	0,2881
45	6,708203932	0,3105
50	7,071067812	0,3254



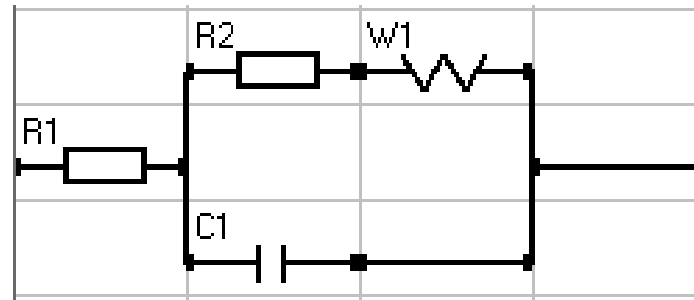
AKTİVE EDİLMİŞ ELEKTROTLARIN KARAKTERİZASYONU



0.1 M KCl ile 1 mM $K_3Fe(CN)_6$ çözeltisinde -0.5 V ile 1.0 V arasında 100 mV / s tarama hızında 1 döngü yapılarak döngüsel voltammogramları alındı.



0,1 M KCl ile 1 mM $K_3Fe(CN)_6$ çözeltisinde 0,01-100000 Hz frekans aralığında elektrokimyasal impedans spektrumu (EIS) alındı.



	R1	R2	W1	C1
Yalın PGE	100,00	100,00	100,00	0,00
CV PGE	71,86	57,19	0,01	0,00
Krono. PGE	58,10	5,87	0,01	0,00

SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

➡ **Yalın PGE Aktif Yüzey Alanı**
A : 0,0631

➡ **CV İle Aktive Edilmiş PGE Aktif Yüzey Alanı**
A : 0,0639

➡ **Kronoamperometri İle Aktive Edilmiş PGE Aktif Yüzey Alanı**
A : 0,0651

Aktivasyonu yapılan PGE'nin herhangi bir işlem yapılmamış (Yalın) PGE'ye göre aktif yüzey alanında daha fazla olduğu gözlemlenmiştir.Aktivasyon işlemleri PGE'nin aktif yüzey alanını artırmıştır.Kronoamperometri ile aktive edilmiş PGE'nin aktif yüzey alanının en büyük olduğu bulunmuştur.