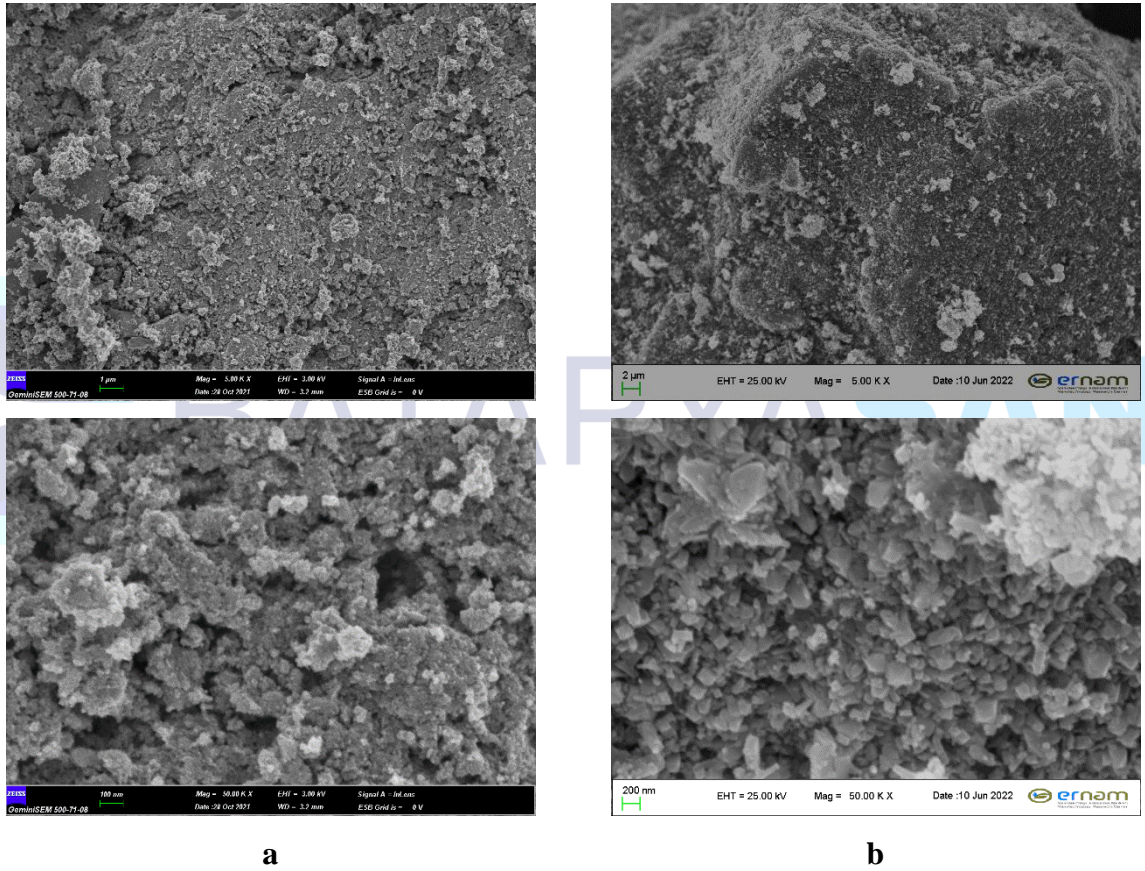


BATARYASAN IrO₂ Katalizörünün Ticari IrO₂ Katalizör ile Karşılaştırılması

IrO₂, özellikle PEM water electrolyser sistemlerinin anot tarafında oksijen evrim reaksiyonunun (OER) gerçekleşmesinde yüksek katalitik aktivite ve mükemmel stabilite özellikleri sayesinde sıklıkla tercih edilen bir elektrokatalizördür. Bu doküman da sentezlenen BATARYASAN IrO₂ karakterizasyon çalışması ve ticari IrO₂'e (T- IrO₂) ile karşılaştırma sonuçlarına yer verilmiştir. Şekil 1’de BATARYASAN IrO₂ katalizörüne ve Ticari IrO₂'e (T- IrO₂) katalizörüne ait, taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri görülmektedir.



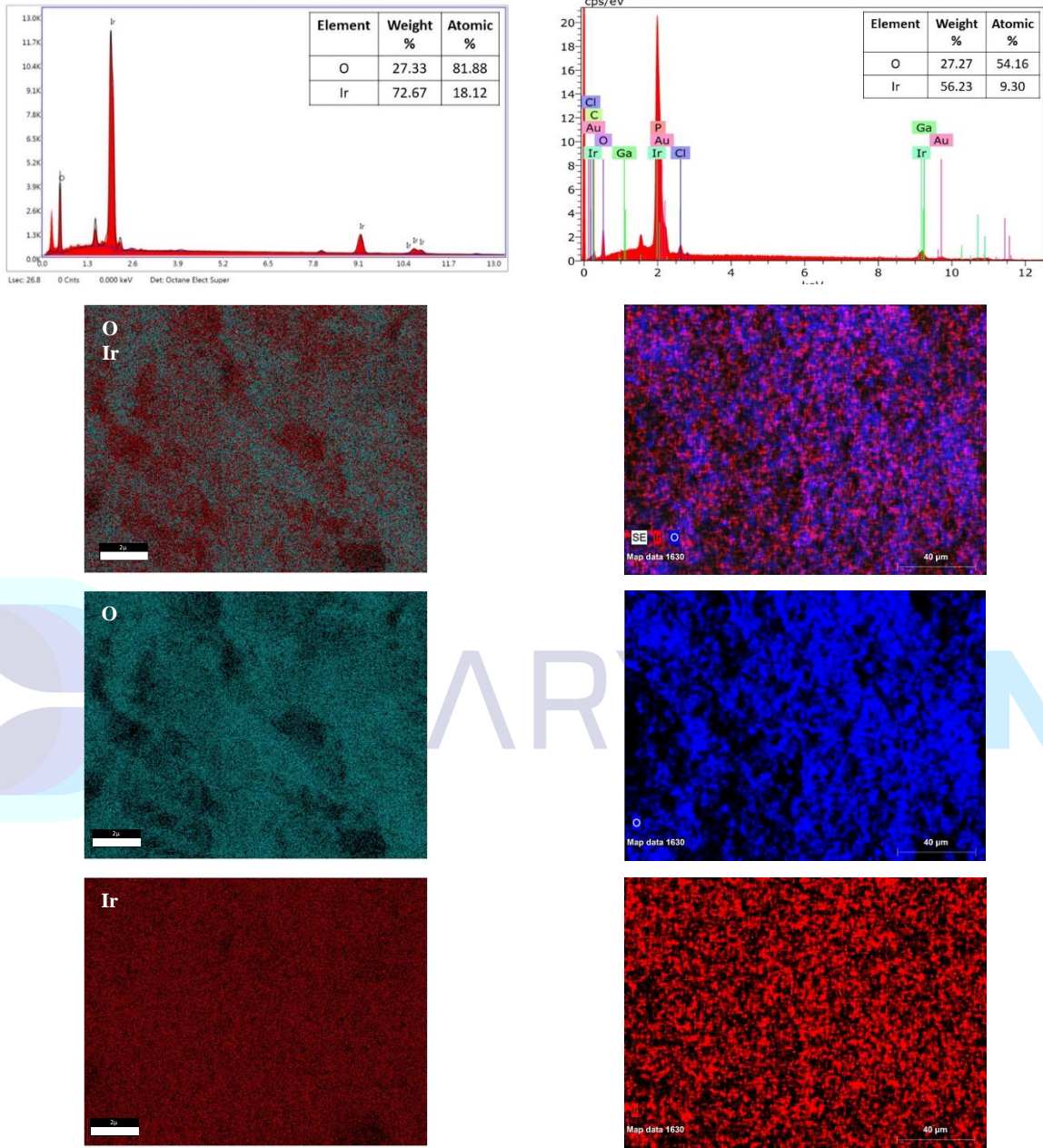
Şekil 1. a) Sentezlenen BATARYASAN IrO₂,

b) T-IrO₂ ait SEM görüntüleri.

BATARYASAN IrO₂ ve T-IrO₂'e ait SEM görüntüleri karşılaştırılmıştır. Şekil 1 (a)'da BATARYASAN IrO₂ tozlarının yüzeye daha homojen dağılım sergilediği görülmektedir. Şekil 1 (b)'de ise T-IrO₂ tozunun kümeleşme olmaksızın bazı büyük parçacıklarla karşılaşılmıştır ve yüksek yoğunluklu bir yığın matristen oluştuğu

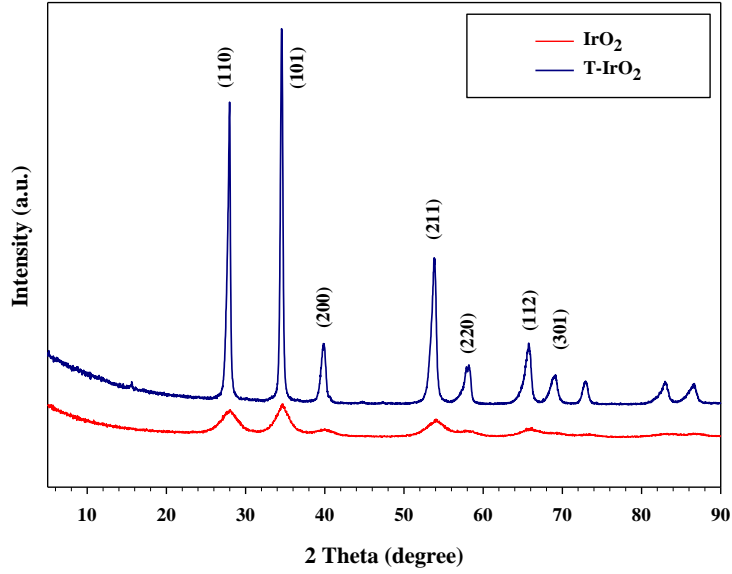
“Geleceği Depoluyoruz”

görülmektedir [1]. Şekil 2’de sentezlenen BATARYASAN IrO₂ ve T-IrO₂’e ait SEM/EDAX ve renkli haritalama görüntüleri verilmiştir.



Şekil 2. a) Sentezlenen BATARYASAN IrO₂, b) T-IrO₂’e ait SEM/EDAX ve renkli haritalama.

Sentezlenen BATARYASAN IrO₂’e ait SEM/EDAX ve renkli haritalama sonuçları sentezlenen materyalin içeriği hakkında daha detaylı bilgi vermektedir. Şekil 2 (a)’da görüldüğü üzere yüzeye homojen dağılmış ve oksitli katalizörün içeriğinde ağırlıkça %27,33 Oksijen (O) ve %72,67 Iridyum (Ir) bulunduğu tespit edilmiştir. Şekil 2 (b)’de ise ağırlıkça %27,27 O ve %56,23 Ir bulunmaktadır.



Şekil 3. Karşılaştırmalı XRD sonuçları.

XRD ölçümleri malzemenin parçacık boyutu ve kusurları hakkında bilgi sağlar. Tepe bağıl yoğunlukları, birim hücredeki atomik dağılım hakkında bilgi verir. Toz difraktogramlarının doğru yorumlanması için iyi bir tepe-arka plan oranı önemli bir konudur. Şekil 3. IrO₂'nin tetragonal kristal yapıya sahip olduğu ve JCPDS kart numarası 01-086-0330 ile eşleştiği tespit edilmiştir. Öte yandan, IrO₂ katalizörü sırasıyla 28, 34 ve 54° de (110), (101), (200) (211), (220), (112) ve (301) ve miller endekslerine karşılık gelir. T-IrO₂ ile karşılaştırıldığında piklerin dereceleri ve miller indisleri uyusmaktadır. Buradan genel bir sonuç olarak katalizörün başarılı bir şekilde sentezlendiği görülmektedir. Brunauer–Emmett–Teller (BET) Brunauer-Emmett-Teller (BET) yüzey alanı analizi, bir analitik spesifik yüzey alanının (m² g⁻¹) gaz adsorpsiyon analizi yoluyla çok noktali ölçümüdür; burada, nitrojen gibi bir soy gazın sürekli olarak katı bir numune üzerine aktığı öngörülür veya katı numune, tanımlanmış bir gaz hacminde süspansiyon edilir. Sentezlenen BATARYASAN IrO₂ ve T-IrO₂'e için BET ölçümleri 2 saat boyunca 200 derecede alınmıştır ve Tablo 1’de analiz sonuçları verilmiştir.

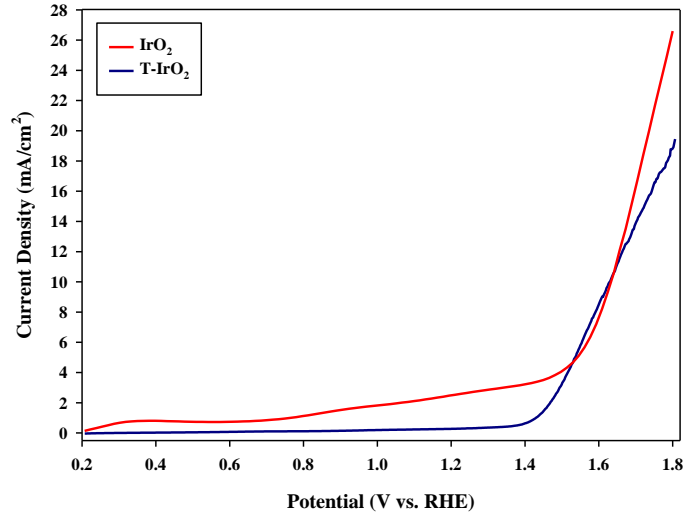
Tablo 1. Katalizörlerin BET yüzey analiz sonuçları.

Katalizör	BATARYASAN	
	IrO ₂	T-IrO ₂
BET Yüzey Alanı (m ² g ⁻¹)	76.86	8.34 [2]

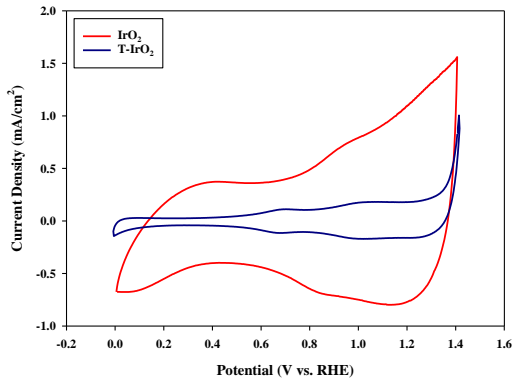
Katalizörlerin daha yüksek katalitik aktiviteye sahip olabilmesi için yüzey alanlarının yüksek olması beklenir. Tablo 1 de görüldüğü üzere sentezlenen BATARYASAN IrO₂ katalizörünün yüzey alanı ticari olandan 9.21 kat daha

“Geleceği Depoluyoruz”

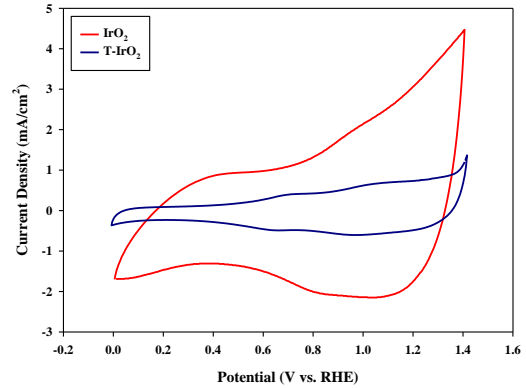
fazladır. Burada sentezlenen BATARYASAN IrO₂'nin yüzey alanı artışında kullanılan sentez yönteminin etkili olduğu düşünülmektedir. Sentezlenen numunenin elektrokimyasal performansını ölçmek için Lineer kaydırmalı voltametri (LSV), Döngüsel Voltametri (CV), Tafel polarizasyon analizleri ve Chronopotentiometry (CP) tekniği kullanılmıştır. Ölçümler üç elektrotlu elektrolitik hücre kullanılarak 0.5 M H₂SO₄ ortamında alınmıştır ve benzer ölçüm aralıklarında alınan ticari katalizör ile karşılaştırılmıştır. LSV sayesinde akım değişikliklerinin voltaja karşı hassasiyeti, tarama hızı değiştirilerek artırılabilir. Şekil 4'te LSV ve farklı tarama hızında CV sonuçları görülmektedir.



a



b



c

Şekil 4. Her iki katalizöre ait elektrokimyasal ölçümlerin karşılaştırılması a) LSV, b) CV tarama hızı 25 mV s⁻¹, c) CV tarama hızı 100 mV s⁻¹

LSV ölçümleri 0 ile 1.8 V aralığındadır fakat burada oksijen oluşum pikleri 1.35 ile 1.6 V aralığında başlamaktadır. Şekil 4(a)'da görüldüğü gibi, sentezlenen BATARYASAN IrO₂ katalizörünün, 1.8 V'ta 26,6 mA cm⁻² akım yoğunluğuna ve T-IrO₂ ise 19,45 mA cm⁻² akım yoğunluğuna sahip olduğu ölçülmüştür. Sentezlenen BATARYASAN IrO₂, T-IrO₂ katalizörü ile karşılaştırıldığında daha iyi katalitik ve kinetik aktiviteye sahip olduğu görülmektedir. Fakat 1.6 V potansiyelde T-IrO₂'nin çok küçük bir fark ile de olsa daha yüksek akım yoğunluğu

Yıldırım Beyazıt Mah. Aşık Veysel Bulv., Erciyes Üniversitesi Teknoloji Geliştirme Bölgesi Kuluçka Merkezi,

Dış Kapı No: 63/B, 38039, Melikgazi/ Kayseri

+90 352 606 06 89

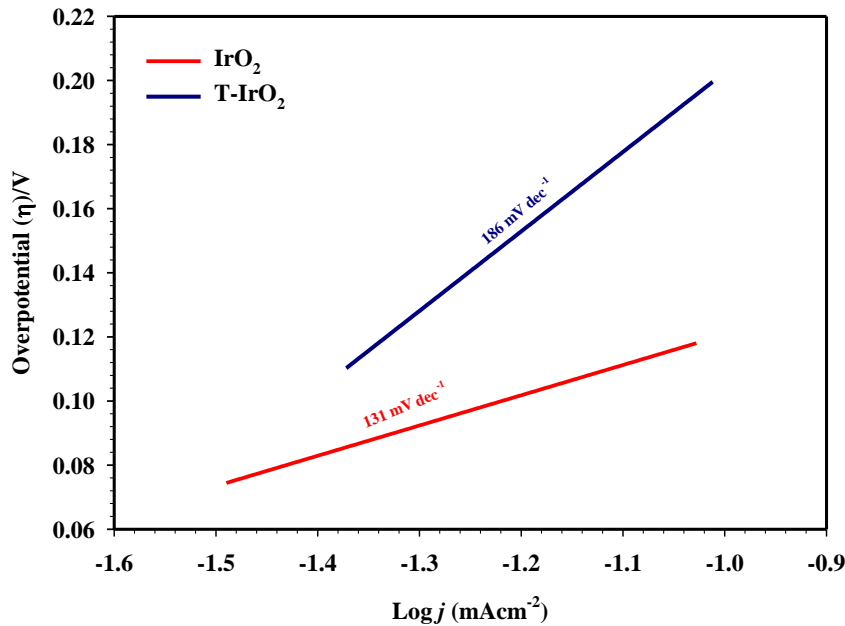
bilgi@bataryasan.com

“Geleceği Depoluyoruz”

sağladığı tespit edilmiştir. Burada T-IrO₂'in oksijen oluşumuna daha erken başlamasının etkili olduğu düşünülmektedir. Potansiyel arttıkça sentezlenen katalizörün akım yoğunluğu da artmaktadır.

CV ölçümleri elektrokimyasal tepkimelerde indirgenme ve yükseltgenme reaksiyonlarının incelenmesi için kullanılır ve belirlenen voltaj aralığında potansiyeli ileri ve geri yönde tarayarak akımı ölçer. CV ölçümleri 25 mV s⁻¹ ve 100 mV s⁻¹ tarama hızlarında 0 ile 1.4 V aralığında alınmıştır. Her iki CV grafiğinde de tipik IrO₂ eğrilerine ait pikler görülmektedir. Sentezlenen BATARYASAN katalizörü için karakteristik Ir pikleri daha belirgindir. Şekil 4. (b)'de sentezlenen BATARYASAN IrO₂ numune 0 ile 1.4 V potansiyel aralığında 1.54 mA cm⁻² akım yoğunluğu sahipken T-IrO₂'de 0.97 mA cm⁻² akım yoğunluğu ölçülmüştür. Şekil 4. (c)'de ise artan tarama hızı ile katalizörlerin daha yüksek akım yoğunluğu değerlerine eriştiği görülmektedir ve sırasıyla BATARYASAN IrO₂ ve T-IrO₂ için 0 ve 1.4 V potansiyel aralığındaki akım yoğunlukları 4.45 mA cm⁻² ve 1.35 mA cm⁻² şeklinde ölçülmüştür. Sentezlenen BATARYASAN katalizörü ticariye oranla daha yüksek akım yoğunluğuna sahiptir. Şekil 4. (c)'de T-IrO₂'e göre BATARYASAN IrO₂'in %324.4 daha yüksek akım yoğunluğuna sahip olduğu hesaplanmıştır. Sentezlenen BATARYASAN IrO₂ katalizörü T-IrO₂ oranla double layer değerinin daha geniş olduğu tahmin edilmektedir. Aynı zamanda 1.4 V potansiyelde BATARYASAN IrO₂ katalizörünün T-IrO₂'e oranla daha yüksek akım yoğunluğu değerlerinin görülmesinde sentezlenen BATARYASAN IrO₂'in daha yüksek yüzey alanına sahip olmasının etkili olduğu düşünülmektedir.

Tafel polarizasyon eğrisi bir redoks reaksiyonu için bir elektrottan geçen elektrik akımının elektrot ve yığın elektrolit arasındaki voltaj farkına nasıl bağlı olduğunu açıklar. Elektrolitlerin miktarı, ölçüm potansiyellerinin değeri, elektrolitik hücre içindeki elektrolite maruz kalan elektrotun bir kesit alanı ve sentezlenmiş kompozitlerin kütle yüklemesi ölçüm sonuçlarını doğrudan etkilemektedir. Şekil 5'te karşılaştırmalı Tafel polarizasyon sonuçları görülmektedir.



Şekil 5. Karşılaştırmalı Tafel polarizasyon sonuçları (0.5 M H₂SO₄).

Yıldırım Beyazıt Mah. Aşık Veysel Bulv., Erciyes Üniversitesi Teknoloji Geliştirme Bölgesi Kuluçka Merkezi,

Dış Kapı No: 63/B, 38039, Melikgazi/ Kayseri

+90 352 606 06 89

bilgi@bataryasan.com

IrO₂'nin bir PEM elektrolizöründe oksijen evrim reaksiyonu (OER) için en aktif katalizörlerden biri olduğu ve elektrokimyasal prosedürde yüksek elektronik iletkenlik ve kararlılık sergilediği genel olarak bilinmektedir. Aynı zamanda, IrO₂, güçlü korozyon direnci nedeniyle en umut verici anodik elektrokatalizör olarak da vurgulanmaktadır. IrO₂'nin görünür akım yoğunluğu 1.0 mA cm⁻² mertebesindedir. Tafel eğimi, düşük aşırı potansiyel bölgesindeki grafiğin doğrusal kısmından hesaplanmıştır. Tafel eğimi yoğun bir miktardır ve elektrotun yüzey alanına bağlı değildir. Tablo 2’de katalizörlere ait Tafel polarizasyon değerleri verilmiştir

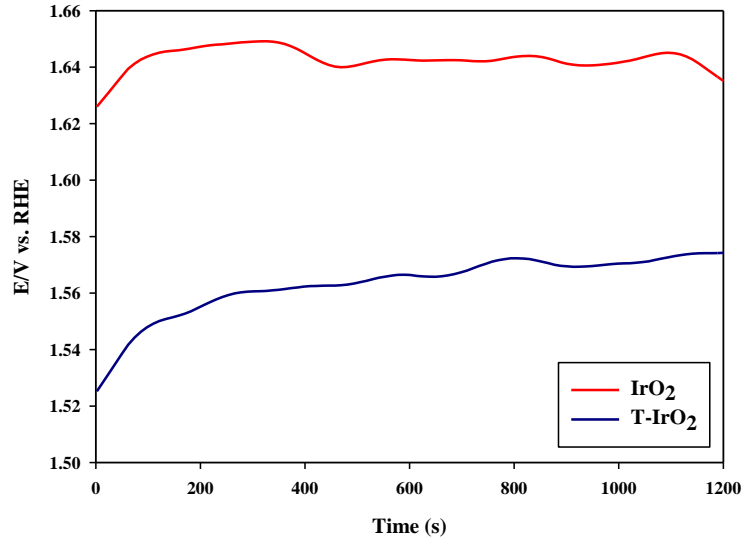
Table 2. Katalizörlere ait Tafel polarizasyon değerleri.

Katalizör	E _{corr} (mV)	β _a (mV dec ⁻¹)	β _c (mV dec ⁻¹)	J _{corr} (mA cm ⁻²)	Aşırı- Potansiyel (η)
BATARYASAN IrO ₂	464.7	131	32	0.224	131
T-IrO₂	728.5	186	30	0.435	186

Tablo 2’de görüldüğü gibi BATARYASAN IrO₂ katalizör korozyon potansiyeli (E_{corr}) değerleri 464,7 mV iken T-IrO₂ için bu değer 728.5 mV olarak hesaplanmıştır. Aşırı-Potansiyel (η) değerleri incelendiğinde ise BATARYASAN IrO₂ katalizörünün overpotential değeri ise 131 mV iken T-IrO₂ için bu değer 186 mV’tur. Şekil 5’de verilen katalizörlerin Tafel eğimleri (β_a), BATARYASAN IrO₂ için 131 mV dec⁻¹ ve T-IrO₂ için 186 mV dec⁻¹’dir. BATARYASAN IrO₂ katalizörünün görünür aşırı-potansiyeli T-IrO₂’den 1.41 kat daha düşüktür. Burada sentezlenen katalizörün yüksek yüzey alanı sayesinde yüzeye daha iyi tutunmuş olabileceği ve böylece korozyona daha dirençli olduğu sonucuna varılmıştır.

CP kontrollü bir akım, genellikle sabit bir akımın iki elektrot arasında akmasına neden olan bir elektrokimyasal tekniktir. Bir elektrotun potansiyeli, uygun bir referans elektrota göre zamanın bir fonksiyonu olarak izlenir ve bu durum kararlılık testleri olarak da adlandırılmaktadır. Şekil 6’da katalizörlere ait karşılaştırmalı CP sonuçları verilmiştir.

“Geleceği Depoluyoruz”



Şekil 6. Karşılaştırmalı CP sonuçları (10 mA cm⁻²).

Şekil 6’da gösterilen BATARYASAN IrO₂ katalizörü sabit akım (10 mA cm⁻²) altında 1.6 V voltaj değerine sahiptir. Sentezlenen BATARYASAN IrO₂, T-IrO₂ ile karşılaştırıldığında daha yüksek kinetik aktivite sağlamıştır. CP testlerindeki bu küçük sapmalar test esnasındaki kabarcık oluşumundan kaynaklandığı tahmin edilmektedir.

Yapılan analizler ve ölçüm teknikleri sentezlenen BATARYASAN IrO₂’in yüksek statik ve katalitik aktiviteye sahip olduğunu göstermektedir. Genel olarak, BATARYASAN IrO₂ katalizörünü OER’da kullanılmak üzere iyi bir katalizör olduğu görülmektedir.

Referanslar:

- [1] Ban H-J, Kim MY, Kim D, Lim J, Kim TW, Jeong C, et al. Electrochemical Characteristics of Solid Polymer Electrode Fabricated with Low IrO₂ Loading for Water Electrolysis. Journal of Electrochemical Science and Technology. 2019;10:22-8.
- [2] Kaya M. Investigation the PEM Water Electrolyzer Performance Under Magnetic Field and Development of Electrocatalyst (PEM Elektrolizörlerin Manyetik Alan Altındaki Çalışma Performansının İncelenmesi ve Katalizör Geliştirilmesi)[Doctoral Thesis]. Kayseri, Turkey: Erciyes University. 2018.