

**POLİPİROL/GRAFEN, PEDOT/GRAFEN  
NANOKOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ,  
KARAKTERİZASYONU VE SÜPERKAPASİTÖR  
CİHAZ UYGULAMALARI**

**Sinan ÇALIŞKAN**

**Yüksek Lisans Tezi**

**Kimya Anabilim Dalı**

**Danışman: Prof. Dr. Murat ATEŞ**

**2017**

**T.C.**

**NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**POLİPİROL/GRAFEN, PEDOT/GRAFEN NANOKOMPOZİTLERİNİN  
SENTEZİ, KAREKTERİZASYONU VE SÜPERKAPASİTÖR CİHAZ  
UYGULAMALARI**

**Sinan ÇALIŞKAN**

**KİMYA ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN: Prof. Dr. Murat ATEŞ**

**TEKİRDAĞ-2017**

**Her hakkı saklıdır**

Bu tez NKÜBAP tarafından NKU.BAP.01.GA.16.076 numaralı proje ile desteklenmiştir.

Prof. Dr. Murat ATEŞ danışmanlığında, Sinan ÇALIŞKAN tarafından hazırlanan "Polipirol/Grafen, PEDOT/Grafen Nanokompozitlerinin Sentezi, Karakterizasyonu Ve Süperkapasitör Cihaz Uygulamaları" isimli bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile Kimya Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Juri Başkanı : Prof. Dr.Yüksel BAYRAK

*İmza :*

Üye : Prof. Dr. Murat ATEŞ

*İmza :*

Üye : Doç. Dr. Yelda Yalçın GÜRKAN

*İmza :*

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu adına

Prof. Dr. Fatih KONUKCU

**Enstitü Müdürü**

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### POLİPİROL/GRAFEN, PEDOT/GRAFEN NANOKOMPOZİTLERİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE SÜPERKAPASİTÖR CİHAZ UYGULAMALARI

**Sinan ÇALIŞKAN**

Namık Kemal Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Murat ATEŞ

Hedeflenen 2 farklı monomerin 3,4-Etilendioksitiyofen (EDOT) ve pirol (Py) Ag nanopartikül katkıli olarak indirgenmiş grafen oksit (rGO) ile nanokompozitleri gerçekleştirilmiştir. Nanokompozit film karakterizasyonları döngülü voltametri (DV), Fourier-transform infrared attenuated transmittance reflektans spektroskopisi (FTIR-ATR), Taramalı elektron mikroskopu-Enerji dağılımlı X-ışınları analizi (SEM-EDX), Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EES) gibi yöntemlerle gerçekleştirildi. Devre analizi (R(QR)) ile teorik ve deneysel verilerle karşılaştırılarak sonuçlar desteklendi. 2 elektrot sistemli süperkapasitör cihazlar farklı başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında pelet filmler hazırlanarak elektrot aktif malzeme olarak kullanıldı. rGO/Ag/PPy nanokompoziti için DV analiz sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp}= 1085.22 \text{ Fg}^{-1}$ , rGO/Ag/PEDOT nanokompoziti için DV analiz sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp}= 612.69 \text{ Fg}^{-1}$  elde edilmiştir. Ayrıca galvanostatik yükleme/boşalma grafikleri ve elektrokimyasal empedans sonuçları ile spesifik kapasitans, enerji, güç yoğunluğu hesaplanmıştır. Ragon grafikleri ile süperkapasitör cihaz performansları karşılaştırılmıştır. Ayrıca DV tekniği ile 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözelti ortamında 1000 çevrimsel döngü ile stabilite testleri yapılarak, cihaz performansları incelenmiştir.

**Anahtar kelimeler:** PEDOT; polipirol; süperkapasitör; devre analizi; Elektrokimyasal empedans spektroskopisi; nanokompozit.

**2017, 95 sayfa**

## **ABSTRACT**

MSc. Thesis

### **THE SYNTHESIS OF POLYPYRROLE/GRAPHENE, PEDOT/GRAPHENE NANOCOMPOSITES, CHARACTERIZATION AND SUPERCAPACITOR DEVICE APPLICATIONS**

**Sinan ÇALIŞKAN**

Namık Kemal University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemistry

Supervisor : Prof. Dr. Murat ATES

The aim in this thesis has been used two different monomers, 3,4-ethylenedioxythiophene (EDOT) and pyrrole (Py) reinforced by Ag nanoparticle and reduced graphene oxide (rGO) as a ternary nanocomposite materials. Nanocomposite film characterizations have been obtained by cyclic voltammetry (CV), Fourier-transform infrared attenuated-reflection spectroscopy (FTIR-ATR), scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray analysis (SEM-EDX) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). The obtained theoretical and experimental data were fitted to equivalent circuit model of (R(QR)) and supported to results. Two electrode system supercapacitor devices were made in different initial monomer concentration ratios of electrode active materials, prepared by pellet form. As a result of DV analysis results, the highest specific capacitances were obtained as  $C_{sp}= 1085.22 \text{ Fg}^{-1}$  for rGO/Ag/PPy nanocomposite and  $C_{sp}= 612.69 \text{ Fg}^{-1}$  for rGO/Ag/PEDOT nanocomposite. In addition, specific capacitance, energy and power density results were calculated by galvanostatic charge/discharge and electrochemical impedance spectroscopy results. Supercapacitor device performances were tested by stability measurements by CV method in 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  solution.

**Keywords** : PEDOT; polypyrrole; supercapacitors; circuit model analysis; electrochemical impedance spectroscopy; nanocomposites.

**2017, 95 pages**



# İÇİNDEKİLER

## Sayfa No

<b>ÖZET</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>iii</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>v</b>
<b>TABLO DİZİNİ</b> .....	<b>ix</b>
<b>ŞEKİL DİZİNİ</b> .....	<b>x</b>
<b>KISALTMA VE SEMBOL DİZİNİ</b> .....	<b>xvi</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>xvii</b>
<b>1.GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1.Polimerler .....	1
<b>2. TEORİK BİLGİ</b> .....	<b>2</b>
2.1.Enerji Depolama .....	2
2.1.1.Enerji Depolamanın Önemi .....	2
2.1.2. Enerji Depolamanın Amacı ve Faydaları.....	2
2.1.3. Enerji Depolama Yöntemleri .....	3
2.2.Süperkapasitörler .....	4
2.2.1.Süperkapasitör çeşitleri .....	4
2.2.1.1.Konvansiyonel Kapasitörler .....	4
2.2.1.2.Elektrostatik Çift Katmanlı Kapasitör (EDLC) .....	5
2.1.3.Pseudokapasitör .....	5
2.2.1.4. Asimetrik Süperkapasitörler (ASCs) .....	6
2.2.2.Süperkapasitör bileşenleri ve malzemeleri .....	6
2.2.2.1. Elektrostatik Çift Katmanlı Kapasitör (EDLC) elektrot materyalleri.....	6
2.2.2.1.1. Aktif Karbon (AC) .....	6
2.2.2.1.2. Karbon Nanotüpler (CNTs).....	6
2.2.2.1.3. Grafen (GN) .....	7
2.2.2.2.Pseudokapasitör Elektrot Materyalleri .....	7
2.2.3.Elektrolit .....	7
2.2.3.1.Sulu Elektrolit .....	8
2.2.3.2.Organik Elektrolit .....	8

2.2.3.3. İyonik sıvılar (IL).....	8
2.2.4. Ayırıcılar (Seperatör) .....	9
2.2.5. Akım Toplayıcılar .....	9
2.3. Hedeflenen İletken Polimerler .....	10
<b>3. MATERYAL ve YÖNTEM .....</b>	<b>11</b>
3.1. Kullanılan Materyaller .....	11
3.2. Kullanılan Cihazlar .....	11
3.3. Kullanılan Genel Teknikler .....	12
3.3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) .....	12
3.3.2. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDX) .....	13
3.3.3. Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) .....	14
3.4. Elektrokimyasal Ölçüm Yöntemleri.....	15
3.4.1. Döngülü Voltometri (CV) .....	15
3.4.2. Galvanostatik şarj / deşarj (GCD-CC) .....	16
3.4.3. Enerji ve Güç Yoğunlukları .....	18
3.4.3.1. Enerji Yoğunluğu .....	18
3.4.3.2. Güç Yoğunluğu .....	18
3.4.3.3. Ragone Grafiği .....	18
3.4.4. Devir Kararlılığı (Stabilite).....	19
3.4.5 Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) .....	20
<b>4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....</b>	<b>21</b>
4.1. Grafen Oksit (GO) sentezi ve karakterizasyonu.....	21
4.1.1. Grafen oksit (GO) sentezi.....	21
4.1.2. Grafen oksit (GO) SEM analizi.....	22
4.1.3. Grafen oksit (GO) EDX analizi.....	22
4.1.4. Grafen oksit (GO) FT-IR analizi.....	22
4.1.5. Grafen oksit (GO) DV analizi.....	23
4.1.6. Grafen oksit (GO) CC analizi.....	24
4.1.7. Grafen oksit (GO) EES analizi.....	24
4.1.8. Grafen oksit (GO) Stabilite analizi.....	25
4.1.9. Grafen oksit (GO) Devre analizi.....	26
4.2. Grafen (rGO) Sentezi ve Karakterizasyonu.....	27
4.2.1. Grafen (rGO) Sentezi.....	27
4.2.2. Grafen (rGO) SEM analizi.....	28

4.2.3. Grafen (rGO) EDX analizi.....	29
4.2.4. Grafen (rGO) FT-IR analizi.....	29
4.2.5. Grafen (rGO) CV analizi .....	29
4.2.6. Grafen (rGO) CC analizi .....	30
4.2.7. Grafen (rGO) EES analizi .....	31
4.2.8. Grafen (rGO) Stabilite analizi .....	31
4.2.9. Grafen (rGO) Devre analizi .....	32
4.3. PEDOT Sentezi ve Karakterizasyonu .....	33
4.3.1. PEDOT Sentezi .....	33
4.3.2. PEDOT SEM analizi .....	34
4.3.3. PEDOT EDX analizi .....	34
4.3.4. PEDOT FTIR-ATR analizi .....	35
4.3.5. PEDOT DV analizi .....	35
4.3.6. PEDOT CC analizi .....	36
4.3.7. PEDOT EES analizi .....	36
4.3.8. PEDOT Stabilite analizi .....	37
4.3.9. PEDOT Devre analizi .....	38
4.4. rGO/Ag/PEDOT Sentezi ve Karakterizasyonu .....	39
4.4.1. rGO/Ag/PEDOT Sentezi .....	39
4.4.2. rGO/Ag/PEDOT SEM analizi .....	40
4.4.3. rGO/Ag/PEDOT EDX analizi .....	41
4.4.4. rGO/Ag/PEDOT FT-IR analizi .....	42
4.4.5. rGO/Ag/PEDOT CV analizi .....	43
4.4.6. rGO/Ag/PEDOT CC analizi .....	46
4.4.7. rGO/Ag/PEDOT EES analizi .....	46
4.4.8. rGO/Ag/PEDOT Stabilite analizi .....	49
4.4.9. rGO/Ag/PEDOT Devre analizi .....	50
4.5. rGO/Ag/PPy Sentezi ve Karakterizasyonu .....	52
4.5.1. rGO/Ag/PPy Sentezi .....	52
4.5.2. rGO/Ag/PPy SEM analizi .....	53
4.5.3. rGO/Ag/PPy EDX analizi .....	54
4.5.4. rGO/Ag/PPy FT-IR analizi .....	55
4.5.5. rGO/Ag/PPy DV analizi .....	56
4.5.6. rGO/Ag/PPy CC analizi .....	58

4.5.7. rGO/Ag/PPy EES analizi .....	59
4.5.8. rGO/Ag/PPy Stabilite analizi .....	61
4.5.9. rGO/Ag/PPy Devre analizi .....	62
<b>5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA .....</b>	<b>64</b>
<b>6.KAYNAKLAR .....</b>	<b>65</b>
<b>TEŞEKKÜRLER .....</b>	<b>73</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>74</b>

## TABLO DİZİNİ

### Sayfa No

Tablo. 4.1. Grafen Oksitin (GO) EDX ölçümünün sonuçları.....	22
Tablo 4.2. Grafen Oksitin (GO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz 'de alınan EES.....	25
Tablo.4.3. Grafen Oksitin (GO) R(QR) Devre ölçümünün sonuçları.....	26
Tablo. 4.4. Grafenin (rGO) EDX ölçümünün sonuçları.....	29
Tablo. 4.5. Grafen Oksitin (GO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü sonuçları.....	31
Tablo. 4.6. Grafen Oksitin (GO) Devre ölçümünün sonuçları.....	32
Tablo. 4.7. PEDOT'ın EDX ölçümünün sonuçları.....	34
Tablo. 4.8. PEDOT'ın 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü sonuçları.....	37
Tablo.4.9. PEDOT Devre ölçümünün sonuçları.....	38
Tablo. 4.10. GO, rGO, PEDOT, [GO] <sub>o</sub> /[EDOT] <sub>o</sub> =1:1, 1:2, 1:5, 1:10; EDX sonuçları.....	41
Tablo. 4.11. GO, rGO, PEDOT, [GO] <sub>o</sub> /[EDOT] <sub>o</sub> =1:1, 1:2, 1:5, 1:10; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü sonuçları.....	48
Tablo. 4.12. GO, rGO, PEDOT, [GO] <sub>o</sub> /[EDOT] <sub>o</sub> =1:1, 1:2, 1:5, 1:10 devre ölçümünün sonuçları.....	51
Tablo. 4.13. GO, rGO, [rGO] <sub>o</sub> /[Py] <sub>o</sub> =1:1, 1:2, 1:5, 1:10; EDX sonuçları.....	54
Tablo.4.14. GO, rGO, [rGO] <sub>o</sub> /[Py] <sub>o</sub> =1:1; 1:2; 1:5; 1:10; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz 'de alınan EES ölçümü sonuçları.....	60
Tablo.4.15. GO, rGO, [rGO] <sub>o</sub> /[Py] <sub>o</sub> =1:1; 1:2; 1:5; 1:10 devre ölçümünün sonuçları.....	63

## ŞEKİL DİZİNİ

### Sayfa No

Şekil 2.1. Enerji depolama teknolojilerinin sınıflandırılması .....	4
Şekil.3.1. GO SEM görüntüsü.....	12
Şekil.3.2.GO EDX görüntüsü.....	13
Şekil.3.3. GO FT-IR görüntüsü .....	15
Şekil 3.4 a)İdeal Kondansatör b)EDLC c) Pseudokapasitif materyallerin dönüşümlü voltomogram eğrileri .....	15
Şekil.3.5. GH CV ölçüm grafiği.....	16
Şekil.3.6. a) EDLC b) Pseudokapasitif materyallerin galvanostatik şarj / deşarj grafikleri.....	16
Şekil.3.7. Grafen hidrojel (GH) Galvonastatik şarj/deşarj (CC) ölçüm grafiği .....	18
Şekil.3.8. GH ve GH/AC AC'nun farklı miktarlarda (0.05, 0.2 ve 0.4 g) enerji yoğunluğunun güç yoğunluğuna karşı grafiği .....	19
Şekil.3.9. GH ve GH/AC AC'nun farklı miktarlarda (0.05, 0.2 ve 0.4 g) stabilite grafigi.....	19
Şekil. 4.1. Grafitten Hummers methodu ile GO sentezi.....	21
Şekil.4.2. Grafen oksitin (GO) SEM görüntüleri.....	22
Şekil. 4.3. GO'nun FTIR-ATR görüntüsü.....	22
Şekil. 4.4. Grafen Oksitin (GO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a)[GO]0= 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) [GO]0 = 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) [GO]0 = 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	23
Şekil. 4.5. Grafen Oksitin (GO) Enerji ve Güç grafiği.....	23
Şekil.4.6. Grafen oksitin (GO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan CC ölçümleri. [GO] <sub>0</sub> =0.1 mA, 0.2 mA, 0.5 mA, 1 mA, 2 mA, 5 mA, 10 mA.....	24
Şekil.4.7. Grafen Oksitin (GO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-Magnitude grafiği, c) Bode-Faz grafiği.....	25

Şekil.4.8. Grafen Oksitin (GO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 100 mVs <sup>-1</sup> tarama hızında 1000 dögülü stabilite ölçümü.....	25
Şekil.4.9. GO devre analizi grafikleri. Bode-magnitute ve Bode-faz grafiđi.....	26
Şekil. 4.10. rGO'nun aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamalar.....	27
Şekil. 4.11. rGO'nun aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamaların fotoğrafları.....	28
Şekil. 4.12. Grafen (rGO) SEM görüntüleri.....	28
Şekil. 4.13. rGO'nun FTIR-ATR görüntüsü.....	29
Şekil. 4.14. Grafenin (rGO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) [rGO] <sub>0</sub> = 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) [rGO] <sub>0</sub> = 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) [rGO] <sub>0</sub> = 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	30
Şekil. 4.15. Grafenin (rGO) Enerji ve Güç grafiđi.....	30
Şekil. 4.16. Grafenin (rGO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan CC ölçümleri. [rGO] <sub>0</sub> = 0,1 mA, 0,2 mA, 0,5 mA, 1 mA, 2 mA, 5 mA, 10 mA.....	30
Şekil. 4.17. Grafenin (rGO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiđi, b) Bode-Magnitute grafiđi, c) Bode-Faz grafiđi....	31
Şekil. 4.18. Grafenin (rGO) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 100 mVs <sup>-1</sup> tarama hızında 1000 dögülü stabilite ölçümü.....	32
Şekil. 4.19. rGO devre analizi grafikleri. Bode-magnitute ve Bode-faz grafiđi.....	32
Şekil. 4.20. PEDOT'ın aktif malzeme sentez basamakları.....	33
Şekil. 4.21. PEDOT'ın aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamaların fotoğrafları.....	34
Şekil. 4.22. PEDOT'ın SEM görüntüleri.....	34
Şekil. 4.23. PEDOT'ın FTIR-ATR görüntüsü.....	35
Şekil.4.24. PEDOT'ın 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	35
Şekil. 4.25. PEDOT'ın Enerji ve Güç grafiđi.....	36
Şekil. 4.26. PEDOT'ın 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan CC ölçümleri. PEDOT için 0.1 mA, 0.2 mA, 0.5 mA, 1mA, 2 mA, 5 mA, 10 mA.....	36
Şekil.4.27. PEDOT 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a)Nyquist grafiđi, b) Bode-magnitute grafiđi, c) Bode-faz grafiđi.....	37

Şekil. 4.28. PEDOT 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 100 mVs <sup>-1</sup> tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.....	37
Şekil. 4.29. PEDOT devre analizi grafikleri. Bode-magnitüde ve Bode-faz grafiği.....	38
Şekil. 4.30. rGO/Ag/PEDOT'ın aktif malzeme sentez basamakları.....	39
Şekil. 4.31. rGO/Ag/PEDOT'ın aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamaların fotoğrafları.....	40
Şekil. 4.32. rGO, GO, PEDOT ve rGO/Ag/PEDOT'ın toplu SEM görüntüleri.....	40
Şekil. 4.33. rGO/Ag/PEDOT'ın farklı ([GO] <sub>0</sub> /[EDOT] <sub>0</sub> =1:1; 1:2; 1:5; 1:10) oranlarında SEM görüntüleri.....	41
Şekil. 4.34. rGO/Ag/PEDOT'ın FTIR-ATR görüntüsü.....	42
Şekil. 4.35. rGO/Ag/PEDOT'ın [GO] <sub>0</sub> /[EDOT] <sub>0</sub> = 1:1; 1:2; 1:5; 1:10, FTIR-ATR görüntüleri.....	42
Şekil. 4.36. rGO, PEDOT ve rGO/PEDOT'ın toplu FT-IR görüntüleri.....	43
Şekil. 4.37. [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:1; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	43
Şekil. 4.38. [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:2 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	43
Şekil. 4.39. [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:5; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	44
Şekil. 4.40. [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:10; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	44
Şekil. 4.41. GO, rGO ve [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:1 , 1:2 , 1:5 , 1:10 ; a) DV metoduyla Tarama hızına karşı spesifik kapasitans performansı, b) Enerji yoğunluğu ve Güç yoğunluğu grafikleri.....	45
Şekil. 4.42. rGO/Ag/PEDOT'ın farklı oranlarda (1:1,1:2,1:5,1:10) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde CC ölçümleri. a) [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:1, b) [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:2 , c) [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:5, d) [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:10.....	46
Şekil. 4.43. [GO] <sub>0</sub> / [EDOT] <sub>0</sub> =1:1; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği , b) Bode-magnitüde grafiği , c) Bode-faz grafiği.....	46



Şekil. 4.44. $[GO]_o / [EDOT]_o = 1:2$ ; 1 M $H_2SO_4$ çözeltisinde 0.01-100.000 Hz 'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitude grafiği , c) Bode-faz grafiği.....	47
Şekil. 4.45. $[GO]_o / [EDOT]_o = 1:5$ ; 1 M $H_2SO_4$ çözeltisinde 0.01-100.000 Hz 'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitude grafiği, c) Bode-faz grafiği.....	47
Şekil. 4.46. $[GO]_o / [EDOT]_o = 1:10$ ; 1 M $H_2SO_4$ çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitude grafiği, c) Bode-faz grafiği.....	47
Şekil. 4.47. $[GO]_o$ , $[rGO]_o$ , $[PEDOT]_o$ , $[GO]_o / [EDOT]_o = 1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ ; 1 M $H_2SO_4$ çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitude grafiği, c) Bode-faz grafiği.....	48
Şekil. 4.48. $[GO]_o / [EDOT]_o = 1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ , 1 M $H_2SO_4$ çözeltisinde $100 \text{ mVs}^{-1}$ tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.....	49
Şekil. 4.49. GO, rGO, PEDOT, $[GO]_o / [EDOT]_o = 1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ , 1 M $H_2SO_4$ çözeltisinde $100 \text{ mVs}^{-1}$ tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.....	49
Şekil. 4.50. $[GO]_o/[EDOT]_o = 1:1$ devre analizi grafikleri. Bode-magnitude – Bode-faz grafiği.....	50
Şekil. 4.51. $[GO]_o/[EDOT]_o = 1:2$ devre analizi grafikleri. Bode-magnitude – Bode-faz grafiği.....	50
Şekil. 4.52. $[GO]_o/[EDOT]_o = 1:5$ devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.....	50
Şekil. 4.53. $[GO]_o/[EDOT]_o = 1:10$ devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.....	51
Şekil.4.54. rGO/Ag/PPy'ün aktif malzeme sentez basamakları.....	52
Şekil.4.55. rGO/Ag/PPy'ün aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamaların fotoğrafları.....	53
Şekil.4.56. rGO, GO ve rGO/Ag/PPy'in toplu SEM görüntüleri.....	53
Şekil.4.57. rGO/Ag/PPy'ün farklı ( $[rGO]_o/[Py]_o = 1:1; 1:2; 1:5; 1:10$ ) oranlarında SEM görüntüleri.....	54
Şekil.4.58. rGO/Ag/PPy'ün FTIR-ATR görüntüleri.....	55
Şekil.4.59. rGO ve rGO/Ag/PPy'ün FTIR-ATR görüntüleri.....	55
Şekil.4.60. rGO/Ag/PPy'ün $[rGO]_o/[EDOT]_o = 1:1; 1:2; 1:5; 1:10$ , FTIR-ATR görüntüleri.....	55

Şekil.4.61. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:1; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -100 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	56
Şekil.4.62. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:2; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	56
Şekil.4.63. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:5; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	56
Şekil.4.64. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:10; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -60 mVs <sup>-1</sup> , b) Tarama hızı: 80 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> , c) Tarama hızı: 4 mVs <sup>-1</sup> -1000 mVs <sup>-1</sup> .....	57
Şekil.4.65. [rGO] <sub>0</sub> ve [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:1 , 1:2 , 1:5 , 1:10 ; a) DV metoduyla Tarama hızına karşı spesifik kapasitans performansı, b) Enerji yoğunluğu ve Güç yoğunluğu grafikleri.....	57
Şekil.4.66. rGO/Ag/PPy'in farklı oranlarda (1:1; 1:2; 1:5; 1:10) 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde CC ölçümleri. a) [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:1, b) [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:2, c) [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:5, d) [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:10.....	58
Şekil.4.67. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:1; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitide grafiği, c) Bode-faz grafiği.....	59
Şekil.4.68. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:2; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitide grafiği, c) Bode-faz grafiği.....	59
Şekil.4.69. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:5; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitide grafiği, c) Bode-faz grafiği.....	59
Şekil.4.70. [rGO] <sub>0</sub> / [PPy] <sub>0</sub> =1:10; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitide grafiği, c) Bode-faz grafiği.....	60
Şekil.4.71. [GO] <sub>0</sub> , [rGO] <sub>0</sub> , [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:1, 1:2, 1:5, 1:10; 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitide grafiği, c) Bode-faz grafiği.....	60
Şekil.4.72. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:1; 1:2; 1:5; 1:10, 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 100 mVs <sup>-1</sup> tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.....	61
Şekil.4.73. [rGO] <sub>0</sub> , [rGO] <sub>0</sub> / [PPy] <sub>0</sub> =1:1, 1:2, 1:5, 1:10, 1 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde 100 mVs <sup>-1</sup> tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.....	61
Şekil.4.74. [rGO] <sub>0</sub> / [Py] <sub>0</sub> =1:1 devre analizi grafikleri. Bode-magnitide ve Bode-faz grafiği.....	62

Şekil.4.75. $[rGO]_0 / [Py]_0 = 1:2$ devre analizi grafikleri Bode magnitude – Bode faz grafiđi.....	62
Şekil.4.76. $[rGO]_0 / [Py]_0 = 1:5$ devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiđi.....	62
Şekil.4.77. $[rGO]_0 / [Py]_0 = 1/10$ devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiđi.....	63

## KISALTMALAR

EDOT	: 3,4-etilendioksitiyofen
Py	: Piyrol
DV(CV)	: Döngülü Voltametri
EES(EIS)	: Elektrokimyasal empedans spektroskopisi
SEM	: Taramalı elektron mikroskopu
EDX	: Enerji dağılımlı X-ışınları analizi
EDLC	: Elektrokimyasal Çift Katmanlı Kondansatör
SC	: Spesifik Kapasitans
ASC	: Asimetrik süperkapasitör
AC	: Aktif Karbon
CNT	: Karbon Nanotüp
SWCNT	: Tek Duvarlı Karbon Nanotüpleri
MWCNT	: Çok Duvarlı Karbon Nanotüpleri
GN	: Grafen
GO	: Grafen Oksit
rGO	: İndirgenmiş Grafen Oksit
PC	: Propilen Karbonat
IL	: İyonik sıvılar
NaBH <sub>4</sub>	: Sodyum borhidrat
PVP	: Polivinilpirolidon
FT-IR	: Fourier Dönüşümü-Kızılötesi Spektroskopi
GCD-CC	: Galvanostatik şarj / deşarj
APS	: Amonyum persülfat
ESR	: Seri elektrik direnci
SE	: Spesifik enerji
SP	: Spesifik güç
ACN	: Asetonitril
İP	: İletken Polimer
EK	: Elektrokimyasal kapasitörler
C <sub>dl</sub>	: Çift katmanlı kapasitans
C <sub>if</sub>	: Düşük frekanslı kapasitans
C <sub>sp</sub>	: Spesifik kapasitans

## ÖNSÖZ

Tez kapsamında 2 farklı monomer 3,4-etilendioksitiyofen (EDOT) ve pirool (Py) sentezlenen grafen oksitin (GO) kimyasal yöntemlerle indirgenmesi ile Ag nanopartikül ile birlikte 2 farklı nanokompozit (rGO/Ag/PEDOT ve rGO/Ag/PPy) sentezlendi. Elde edilen nanokompozitlerin karakterizasyonları döngülü voltametri (DV), Fourier-transform infrared reflektans spektroskopisi (FTIR-ATR), Taramalı elektron mikroskobu-Enerji dağılımlı X-ışınları analizi (SEM-EDX), Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EES) gibi yöntemlerle gerçekleştirildi. Herbiri için farklı başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında süperkapasitör cihazlar yapılarak, 2 elektrotlu elektrokimyasal ölçümleri DV ve galvanostatik şart/deşarj ölçümleri ile gerçekleştirildi. Ayrıca EES ölçümleri ve uygun devre (R(QR)) kullanılarak empedans sonuçları ile kapasitif davranışları desteklendi. Sonuç veriler, Uluslararası dergilerde 2 yayın yapılabilecek nitelikte olup, Namık Kemal Üniversitesi, Bilimsel Araştırmalar ve Projeler birimi tarafından bir araştırma projesi ile de desteklenmiştir. Bu tez çalışmasından elde edilen ve hazırlanan çalışmalar şunlardır:

- 1- Ates, M.,** Caliskan, S., Ozten, E., rGO/PEDOT nanocomposite synthesis and Supercapacitor Applications, (Oral presentation), 3rd International Conference on New Trends in Chemistry, 26-30-April 2017, Helsinki, FINLAND.
- 2- Ates, M.,** Caliskan, S., Ozten, E., Novel hybrid nanocomposite based on poly(3,4-ethylenedioxythiophene)/Ag nanoparticle/graphene as a symmetric device for supercapacitors, article, submitted (2017).
- 3- Ates, M.,** Caliskan, S., Ozten, E., Polypyrrole/Ag nanoparticle/graphene nanocomposites as a symmetric device for supercapacitors, article, in preparation (2017).
- 4- Ates, M.,** Caliskan, S., Ozten, E., Grafen poli(3,4-etilendioksitiyofen), poliopirool ve poli(tiyofen) ile nanokompozitlerinin sentezi, karakterizasyonları ve süperkapasitör uygulamaları, NKU BAP Araştırma Projesi, sonuç raporu gönderildi (2017).

Ağustos, 2017

Sinan ÇALIŞKAN

# 1.GİRİŞ

## 1.1.Polimerler

Polimer teriminin kökenini arařtırmak için yapay polimerlerin gemiřine bakmamız daha yararlı olacaktır. 1826 yılında Faraday'ın yaptıđı alıřmada, etilen gazına basın altında ışın enerjisi verilmiř ve gazın bir kısmının sıvılařtıđı saptanmıřtır. Ayrılan sıvı fazın ok uucu, elemental etilen bileřiminde, fakat etilenin iki katı moleköl ađırlıđında bir bileřik olduđu gözlenmiřtir. Elemental bileřimi bir diđer madde ile aynı olan bir maddenin '**polimer**' terimiyle tanımlanabileceđini aıklamıřtır (Beřergil, 2008).

Polimerler; hafif, ucuz, mekanik özellikleri ođu kez yeterli, kolay řekillendirilebilen, deđiřik amalarda kullanıma uygun, dekoratif, kimyasal aıdan inert ve korozyona uğramayan maddelerdir. Bu üstün özelliklerinden dolayı, yalnız kimyacıların deđil; makine, tekstil, endüstri ve fizik mühendisliđi gibi alanlarda alıřanlarından ilgisini eken materyal ve malzemelerdir. Tıp, biyokimya biyofizik ve moleküler biyoloji aısından da polimerlerin önemi ok fazla ve büyüktür. (Saak, 2015).

Polimer ok sayıda monomerin kovalent bađlarla birbirlerine bađlanarak oluřturduđu büyük moleküllerdir. Polimerler; basamaklı polimerizasyon ve katılma polimerizasyonu kimyasal tepkimelerden yararlanılarak sentezlenebilirler.

Basamaklı polimerizasyon; kondensasyon, Micheal katılması, Friedel-Crafts, Diels-Alder katılması, üretan oluřumu türü organik tepkimelerle hazırlanabilir. Bu tepkimeler ierisinde en sık ve laboratuvar ya da endüstride basamaklı polimer üretimine en uygun kondensasyon tepkimeleridir. Fonksiyonel grupları bulunan iki molekölün aralarından küçük bir moleköl ayrılarak birleřmesi řeklindeki tepkimelere kondensasyon tepkimeleri denir.

Katılma polimerizasyon; monomer molekülleri, büyümekte olan polimer zincirlerine birer birer ve hızla katılırlar. Katılma polimerizasyonunda bařlatma yöntemlerinden biri, serbest radikallerden yararlanmaktır. Kimyasal maddeler kullanılarak veya fiziksel etkenlerden yararlanılarak polimerizasyon ortamında serbest radikaller oluřturması da olasıdır. Katılma polimerizasyonu ile birlikte polietilen, polistiren, poli(vinil klorür) ve poli(vinil asetat) gibi polimerler sentezlenebilir (Saak, 2015).

## **2. TEORİK BİLGİ**

### **2.1.Enerji Depolama**

#### **2.1.1.Enerji Depolamanın Önemi**

Günümüzde, artan nüfus ve sanayileşmeden kaynaklanan enerji ihtiyacı ile birlikte ülkemizin kısıtlı kaynaklarıyla karşılanamamakta, enerji üretimi ve tüketimi arasındaki fark hızlı bir şekilde büyümektedir. Bu gelişmeler itibariyle, mevcut enerji kaynaklarımızdan daha etkili bir biçimde yararlanmak giderek artan bir önem kazanmaktadır. Enerji talebindeki mevcut hızlı artışın karşılanması için, yenilenebilir enerji kaynaklarından elde edilen enerjinin verimli bir şekilde depolanması ve ihtiyacı karşılayacak en uygun dönüşümlerin geliştirilmesi en iyi ve en yararlı hamle olacaktır (Sarı, 2011).

Şuan günümüzde dünyadaki enerji ihtiyacının büyük bir bölümü kömür, doğal gaz ve petrol gibi konvansiyonel enerji kaynakları kullanılarak karşılanmaktadır. Bununla birlikte dünyadaki enerji ihtiyacı her geçen gün artış göstermekte, bu durum da konvansiyonel yakıt ihtiyacını giderek arttırmaktadır. Diğer yandan bahsi geçen konvansiyonel yakıtların rezervleri dünya üzerinde sınırlıdır ve artan enerji ihtiyacına bağlı olarak giderek tükenmektedir. Bu durum da gelecekteki üretim/tüketim dengesinin sağlanmasını tehlikeye düşürmektedir. Bütün bunların yanı sıra konvansiyonel yakıtların kullanılması, sera gazı salınımının önemli oranda artmasına ve buna bağlı olarak küresel ısınma gibi bütün dünyayı etkileyebilecek önemli olay ve sonuçların ortaya çıkmasına neden olmaktadır. Bu sonuçlardan yola çıkarsak oluşabilecek kötü sonlara karşı günümüzde başta güneş ve rüzgar tabanlı sistemler olmak üzere alternatif ve yenilenebilir enerji sistemleri, çevre dostu ve sürdürülebilir bir işletim sağladıklarından dolayı insanların ve diğer canlıların geleceği açısından önemli olarak değerlendirilen enerji kaynakları konumundadırlar (Hadjiposcholis vd., 2009).

#### **2.1.2. Enerji Depolamanın Amacı ve Faydaları**

Bir yandan enerjinin kullanıldığı alanlarda oluşan atık enerjiyi depolama (örneğin sanayi ve endüstrideki atık ısının depolanması gibi), diğer yandan, yalnız belirli zamanlarda enerji verebilen (örneğin; güneş enerjisi gibi) yenilenebilir enerji kaynaklarının enerjisini depolayarak, enerji temin zamanı ile talebi arasında doğabilecek farkı giderme hedeflenmektedir.

Enerji üretimi için kullanılan yakıtların çevreye verdiği zararın önüne geçilmesi de önemli rol oynar. Daha az fosil yakıt tüketilmesiyle birlikte çevreye yayılan sera gazı miktarının azalması sağlanacak ve böylece daha temiz bir hava solunmuş olacaktır. Bu alınan önlemlerle birlikte küresel ısınmaya karşı çok önemli bir destek sağlanmış olacaktır.

Elektrikle ısıtılan evlerde gece boyunca tüketilen enerjinin fazlasının depo edilerek gündüz saatlerinde ısıtma sistemlerinin daha az kullanılması, gündüz kullanılan enerjinin gece kullanılanlardan daha pahalı olmasından dolayı aile ve ülke ekonomisine de katkı sağlayabilir (Çaliker 2013).

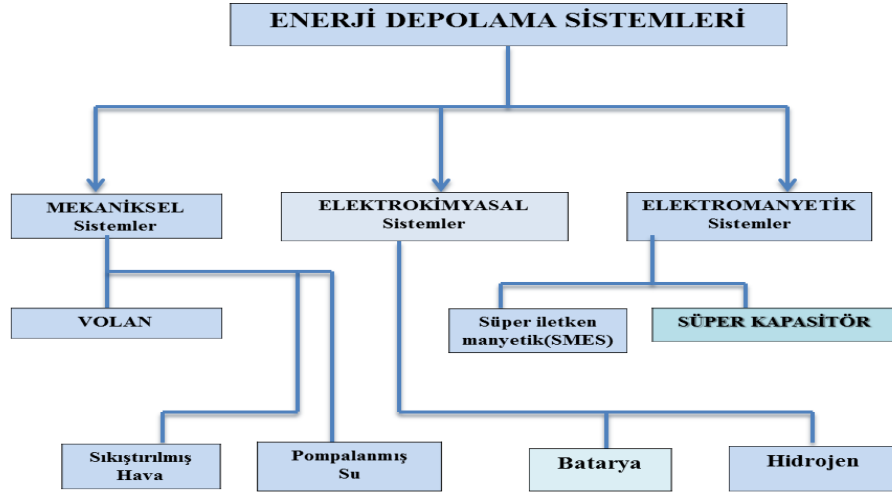
Ülkemizin fosil yakıtlar bakımından dışa bağımlılığı söz konusu olduğundan, enerji depolamayla birlikte sağlanacak enerji tasarrufunun ülke ekonomisine de önemli ciddi katkılar sağlayacağı aşikârdır. Enerji depolama konusundaki çalışmalar yalnızca bizim gibi enerji ihtiyacında dışa bağımlı ülkeler haricinde, çok fazla sayıda gelişmiş ülkelerde de oldukça fazla bir şekilde rağbet görmektedir (Sarı, 2011).

### **2.1.3. Enerji Depolama Yöntemleri**

Enerjinin istendiği zaman ve istenilen yerde kullanılmaya hazır olması istenir. Enerjiyi istediğimiz zaman kullanabilmek için onu saklamaya **depolama** denir.

Bu depolama çeşitli şekillerde olabilmektedir. Örneğin doğal ekolojide biyokütle hayvanlar ve parazitler için bir enerji deposudur. Bir depoda aranan özellikler; yüksek depolama kapasitesi, yüksek şarj/deşarj verimi, kendiliğinden boşalmanın ve kapasite kayıplarının az olması, uzun ömür, ucuzluk, enerji yoğun olması (kWh/kg veya kWh/litre). Yani enerjiyi en az hacimde ve ağırlıkta depolayabilmelidir. Enerjiyi çok değişik formlarda depolama yöntemleri vardır. Örneğin biyolojik depolama, kimyasal depolama, ısı depolama, elektriksel depolama, potansiyel enerji, yerçekimi potansiyel enerjisi, kinetik enerji vb. bunlardan başlıca enerji depolama yöntemleri olan kimyasal, mekaniksel, ısı ve elektriksel enerji depolama yöntemleri ele alınmıştır (Boztepe, 2006).





**Şekil 2.1.** Enerji depolama teknolojilerinin sınıflandırılması (Çalıklar ve Özdemir 2013).

## 2.2.Süperkapasitörler

Süperkapasitörler, kirliliği azaltma ve günümüz dünyasındaki artan enerji talebini yerine getirme kabiliyetine sahip olan bu yüzyılın en umut verici enerji depolama aygıtıdır. Geleneksel kondansatör ve pillerden daha yüksek güç ve enerji sunmaktadır. Süperkapasitörler şimdi bilgisayarlar, PC kartları, fotoğrafik flaş, el fenerleri, taşınabilir medya oynatıcılar, otomatik ölçme okuma ekipmanları gibi elektronik cihazlarda ve daha pek çok uygulama için büyük ölçüde kullanılmaktadır. Masrafları, herhangi bir kimyasal reaksiyon olmaksızın son derece geri dönüşümlü bir şekilde depolanabilmektedir (Das ve ark., 2013).

### 2.2.1.Süperkapasitör çeşitleri

#### 2.2.1.1.Konvansiyonel Kapasitörler

Eskiden kondansatörler olarak anılan klasik kapasitörler enerji elektrostatik olarak depolarlar. Kondansatörlerin manifold formları ticari olarak mevcuttur ancak temel tasarımı benzerdir. Kapasitörler genellikle iki elektrik iletken levhayı (elektrotlar) ayıran cam, plastik, seramik ve kağıt gibi dielektrik malzemelerden oluşur. Kapasitans, kapasitörlerin bu şarj düzenlemesiyle enerji depolaması ölçüsüdür. Kapasitans (C) farad (F) cinsinden ölçülür. Burada (A) levhaların yüzey alanıdır, ( $\epsilon$ ) dielektrik malzemenin, elektrik alanlarının oluşturulması sırasında direncini ölçen, ve (d) plakalar arasındaki mesafedir. Ticari kapasitörler pico ve mikro faradlar arasındaki enerjiyi depolayabilmektedir. (Kim 2014).

### **2.2.1.2.Elektrostatik Çift Katmanlı Kapasitör (EDLC)**

Yakın zamanlarda, yüzlerce ile binlerce Farad oluşturan kapasitörler geliştirildi ve bu kapasitörler genellikle superkapasitör veya ultrakapasitörler olarak bilinir (Pandolfo 2006). Başlangıçta yüksek yüzey alanlı karbonlardan yapılmıştır. Aslında bunları birbirine bağlayan sıvı bir medyayla seri bağlanmış iki kondansatör vardır. Böyle bir süper kondansatör aygıt, performansını iki katmanlı bir kapasiteden alır ve bu nedenle genellikle bir elektrikli veya elektrokimyasal çift katmanlı kondansatör (EDLC) olarak anılır. Bu cihazlardaki kapasitans, karbon materyalindeki yükü dengelemek için karbon yüzeyine yakın solüsyon arayüzünde elektriksel çift tabakalı bir şarj birikimi olarak saklanır (A. Snook 2011).Aktif karbon, karbon nanofiber, karbon nanotüpleri gibi karbon esaslı malzemeler bu tür süperkapasitörler için elektrot malzemesi olarak kullanılır (Das ve ark., 2013). Günümüzde ticari süperkapasitörlerin çoğu, her iki elektrodun yüksek yüzey alanlı karbon malzemelerinden oluştuğu, 80-160 F/g gravimetrik kapasitans elde edildiği simetrik EDLC' lerdir (Pandolfo 2006).

Bu nedenle, önemli araştırma çabaları, genellikle 100 ile 1500 F/g arasında değişen daha yüksek spesifik kapasitans (SC) değerine sahip olan yalancı kaplayıcı materyallerin geliştirilmesine yönelik olmuştur (An 2002). Pseudokapasitif malzemelerin karbon esaslı materyallere getirilmesi, yüksek kapasitanslı süperkapasitör elektrotlar elde etmek için etkili bir çözüm sağlar (Cai 2015).

### **2.2.1.3.Pseudokapasitör**

Pseudokapasitör, bir redoks reaksiyonuna tepki olarak bir redoks maddesinin hacminde yük depolamasından kapasitesini türetir. Bu hızlı redoks reaksiyonu, kapasitans gibi davranır. Pseudokapasitör, genellikle bir EDLC'den daha büyük bir miktarda kapasitör depolar, çünkü malzeme hacmi (sadece yüzey katmanı değil) tepki verir. Öte yandan, EDLC'nin karbonun yalnızca yüzeye eriştiği için daha hızlı kinetiği vardır. (A. Snook 2011). Pseudokapasitörlerin daha yüksek kapasitans biriktirmelerinin sebebi yükü daha çok paralel olarak depolamasıdır.Pseudokapasitörlerde elektrot malzemesi olarak farklı iletken polimer türleri, metal oksitler ( $MnO_2$ ,  $RuO_2$ ,  $NiO$ ,  $SnO_2$  vs.) ve metal hidroksitler [ $Ni(OH)_2$ ,  $Ca(OH)_2$  vs.) kullanılır (Das ve ark., 2013).Geçiş metali oksitleri / hidroksitleri arasında, kobalt bileşikleri, yüksek kapasitans değeri, kolay hazırlama işlemi ve çevre dostu fizikokimyasal özellikleri nedeniyle, iyi kapasitif özelliklere sahip ideal adaylar olarak yaygın bir şekilde incelenmektedir (Cai 2015).

#### **2.2.1.4. Asimetrik Süperkapasitörler (ASCs)**

Asimetrik süperkapasitörler (ASCs), hücre voltajını ve enerji yoğunluğunu arttırmak için tamamlayıcı potansiyel kazançları olan iki farklı elektrot materyalinden oluşan üçüncü süperkapasitör tipidir (Wu 2010). Ayrıca, ASCs genellikle iki tasarıma ayrılabilir: redoks // çift katmanlı (örn: (Ni-Co)(OH)<sub>2</sub> // aktif karbon (Ates 2016)) ve redoks // redoks (örn: RuO<sub>2</sub> // WO<sub>3</sub> (Chang 2011). ) türleri (Hu 2014).

#### **2.2.2. Süperkapasitör bileşenleri ve malzemeleri**

##### **2.2.2.1. Elektrostatik Çift Katmanlı Kapasitör (EDLC) elektrot materyalleri**

###### **2.2.2.1.1. Aktif Karbon (AC)**

Genellikle mevcut piyasadaki süperkapasitörler AC'yi elektrot malzemesi olarak kullanmaktadır. AC; petrol sahaları, kömürler, odunlar ve sert kabuklar gibi karbonlu öncüllerin termal veya kimyasal olarak harekete geçirilmesi yoluyla işlenir. (Qu 2002).

Karbonun fiziksel özelliklerine göre, organik elektrolitte 20 Fg<sup>-1</sup> ile 125 Fg<sup>-1</sup> (Gamby 2001) ve sulu elektrolitte 150 ile 200 Fg<sup>-1</sup> (Vix-Guter 2005) arasındaki kapasitans sergilerler. Bu karbon bazlı elektrikli çift katmanlı kapasitörler (EDLC), simetrik konfigürasyonda 100.000 kat fazla şarjla boşaltılabilir (Ates 2016).

###### **2.2.2.1.2. Karbon Nanotüpler (CNTs)**

CNT'ler AC'ye kıyasla üstün özelliklere sahip mühendislik açısından önemli karbonlardır. CNT'ler, tek boyutlu (1-B) silindirlerde toplanan grafitli duvarlardan oluşur. Boruların kalınlığı, CNT'leri tek duvarlı karbon nanotüpleri (SWCNT'ler) ve çok duvarlı karbon nanotüpleri (MWCNT'ler) olarak bölünür (Kim 2014). CNT'lerin uzun 1-B yapısı, mükemmel mekanik-özelliklere sahiptir ve AC'nin elektriksel iletkenliğini aşan elektronların saçılmasını önler (Baughman, Zakhidov ve De Heer, 2002). Yüksek derecede düzenlenmiş CNT dizileri, elektron saklama için geniş gözenekli alan sunan önemli yüzey alanına sahiptir (Hu ve ark., 2009). Morfolojiye ve saflığa bağlı olarak, CNT'lerin spesifik kapasitansı 15 ile 200 F/g arasında değişir (Liu ve ark., 2010b).

### **2.2.2.1.3. Grafen (GN)**

Günümüzde grafen, günümüz dünyasındaki ileri malzemelerin büyük taleplerini yerine getirmek için araştırma laboratuvarından pazara taşındı. Grafenin uygulama alanları ona olan ilgiyi daha çok arttırdı. (Das ve ark., 2013). Etki alan transistörleri (Chae 2013), seçici hidrojen separasyonu (Li 2013), elektrokromik cihazlar için şeffaf elektrotlar (Kholmanov 2013) ve süperkapasitörler (Stoller 2008) bunlardan bazılarıdır. Grafenin esnekliği, geniş yüzey alanı ve kimyasal stabilitesi mükemmel elektrik iletkenliği ile birlikte (Bonaccorso 2015), esnek tüm katı hal süper kondansatörleri için mükemmel elektrot malzemeleri olarak sunuluyor (Hu 2016). Son zamanlarda, süperkapasitör uygulamaları için artan gelişmiş malzeme haline geldi (Wang ve ark. 2009).

Grafen, diğer karbon malzemelerinin temel yapı taşları olan düz iki boyutlu petek şeklinde tek tabaka karbon atomudur (Geim and Novoselov, 2007). Grafen, 2675 m<sup>2</sup>/g'a kadar teorik bir yüzey alanına sahip olabilir ve teorik alanın tamamı kullanılıyorsa 550 F/g' ye kadar değişebilir (Liu ve ark., 2010a). Bununla birlikte, tüm nanolojik yapılarda olduğu gibi, özellikle grafen levhaları ve yeniden paketlenme, grafenin özgül kapasitansını 100 ile 200 F/g arasında sınırlar (Wang ve ark. 2011).

### **2.2.2.2.Pseudokapasitör Elektrot Materyalleri**

Pseudokapasitör elektrot materyalleri iletken polimer ve geçiş metal oksitleri olarak ikiye ayrılır. İletken polimerler (poliasetilen, polipirol (Lai 2012a) ve polianilin (Lai 2012b) gibi) ve metal oksitler (NiO (Liu 2004 , Prasad 2004) , RuO<sub>2</sub> (Miller 1999) ve Co(OH)<sub>2</sub> (Cao 2004) gibi) içeren sahte pseudokapasitif malzemelerdir. Elektron yüzeyinde belirli potansiyelde elektrokimyasal olarak aktif türler üreten ve elektrot ile elektrolit arasında bir yük transfer işlemi gerektiren hızlı ve geri dönüşümlü Faradik reaksiyonları ile elektrik enerjisini depolar (Lee 2001 , Ryu 2002).

### **2.2.3.Elektrolit**

Elektrotlar dışında, elektrolitler de süpercapacitör performansında önemli bir rol oynamaktadır. Elektrolitler, hücrenin çalışma voltajı penceresini ve direncini doğrudan etkiler. İyonik direnç, hücrenin güç yeteneği ile ters orantılı iken, enerji yoğunluğu voltaj penceresinin karesi ile orantılıdır (Burke 2007 ).

Uygun elektrolitin seçilmesi, yüksek performans gösteren süperkapasitörler oluşturmak için çok önemlidir. Süperkapasitörler için şu anda üç tip elektrolit bulunmaktadır.

### **2.2.3.1.Sulu Elektrolit**

Sulu elektrolitler, araştırma aşamasında öncelikle düşük maliyetleri ve bolluğu için kullanılırlar.  $H_2SO_4$ , KOH ve potasyum klorür (KCl), açık ortamda kolay taşınabilirlik ve düşük iyonik direnç özelliklerini taşıyan yaygın sulu elektrolitlerdir. Asit, baz ve nötr elektrolitler arasındaki çeşitlilik, araştırmacılara performansı arttırmak için birçok çözüm sunar (Srinivasan ve Weidner 2000). Ticari olarak dar voltaj aralığından ötürü sınırlıdır. Voltaj penceresinin artırılması suyun bozunumuna sonuç olarak hücre içinde basıncı oluşturarak hücrenin parçalanmasına neden olmaktadır. Güçlü pH asit-baz metaller üzerinde korozif etki oluşturarak metalleri tahrip edebilir.

### **2.2.3.2.Organik Elektrolit**

Ticari olarak bulunan süperkapasitörler, geniş çalışma voltajı pencerelerinden (0 ila 2.2-2.7 V) dolayı asetonitril ve propilen karbonat (PC) gibi organik elektrolitleri kullanmaktadır. Geniş voltaj aralığı, enerji yoğunluğunu kesinlikle ticari talep standartına yükseltmektedir. Asetonitril PC'den daha elverişlidir çünkü yalnızca PC'nin iyonik direncinin üçte birini taşır. Bununla birlikte, asetonitrilin toksisitesi ve yanıcılığı güvenlik için bir sorundur. Genel olarak, organik elektrolitlere maruz kaldığında karbon elektrotlarının bozunması gözlemlenir. Organik elektrolitin ayrışması elektrotların gözeneklerini bloke eder, bu da kapasitif performansı ve döngüsel stabiliteyi azaltır (Azais ve diğerleri 2007).

### **2.2.3.3.İyonik sıvılar (IL)**

IL'ler, erime sıcaklığının düşük olmasından ötürü, oda sıcaklığında sıvı halde çözücü içermeyen erimiş tuzlardan oluşur. Bu tip elektrolit zehirsiz, yanmaz ve termal veya kimyasal dengesizlik olmaksızın en geniş voltaj penceresini (0 ila 3-5 V) sağlar (Galinski, Lewandowski ve Stepniak, 2006). IL'ler herhangi bir buharlaşma olmaksızın 300 °C'ye kadar ısıtılabilir (Burke, 2007). Bununla birlikte, IL'lerin en büyük dezavantajı diğer iki elektrolit tipine kıyasla yetersiz iyonik iletkenliktir.

#### **2.2.4. Ayırıcılar (Seperatör)**

Ayırıcılar süperkapasitörlerin performansını olumsuz bir şekilde etkileyebilir, zayıf tasarlanmış ayırıcılar hücrede ek dirençler oluşturabilir. Bu, en kötü ihtimalle hücrenin kısa devre yapmasına neden olabilir (Kim 2014). Süperkapasitler için uygun ayırıcıların seçiminde dikkat edilmesi gerekenler şunlardır:

1. İletken olmayan (elektrotlar arasındaki elektron taşımamasını önleme).
2. Minimum iyonik direnç ile geçirgen elektrolit iyonu.
3. Elektrolitlere ve elektrot malzemelerine kimyasal direnç.
4. Basınca mekanik direnç ve şişme gibi hacim değişiklikleri.
5. Elektrolitlerle kolayca ıslanır.

#### **2.2.5. Akım Toplayıcılar**

Enerji depolama aygıtlarının çoğunluğu, aktif malzemelerin yetersiz iletkenliği nedeniyle performansı tamamlayan akım toplayıcıları gerektirir. Normal olarak hücrede bulunan akım toplayıcıların rolü, elektrodlardan harici yüklerle akım taşımaktır. Bu nedenle, elektrolitlerin kimyasal olarak istismarına dayanarak hücre ortamında elektronik olarak iletken olmalı ve dayanıklı olmalıdırlar. Bu uyarılarla alüminyum, çelik ve demir popüler toplayıcılarıdır. Dahası, aktif kütleleri akım toplayıcılara doğrudan kaplamak, aktif katmanlar ve akım toplayıcılar arasındaki ara yüzey direncini en aza indirgeyerek performansı güçlendiren sağlam moleküler teması sağlayabilir (Wu ve diğerleri , 2009 )

### 2.3.Hedeflenen İletken Polimerler

İletken polimerler arasında poli(etilendioksitiyofen) (PEDOT) ve türevleri halen mevcut olan organik iletken polimerler arasında belirgin kimyasal kararlılığı nedeniyle ilginç materyallerdir (Randriamahazaka, 2002). PEDOT tiyofen halkasının 3,4-pozisyonunu bloke etmesinden dolayı doğrusal zincirlerle üretilen materyallere imkan sağlamasından dolayı özel olarak dikkat çeker (Changa, 2005). PEDOT özellikle, 0.1 M Bu<sub>4</sub>NPF<sub>6</sub> / PC ve 0.1 M Bu<sub>4</sub>NPF<sub>6</sub> / CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> de katot aktif materyal olarak kullanıldığında polianilin, polipirol ve polifenilen gibi diğer iletken polimerlerde elde edilebilenden daha yüksek olan (140 mAh g<sup>-1</sup>) önemli bir kapasiteye sahiptir (Tang, 2008). İletken polimerler arasında PEDOT sadece yüksek iletkenliği değil aynı zamanda halehazırdaki muhtemelen en kararlı olan iletken polimer olarak dikkate alınır ve oksitlenmiş halinde alışılmadık kararlılık gösterir (Lei, 2011). PEDOT π-konjuge iletken polimerlerde en iyi bilinenlerden biridir. İletken PEDOT filmleri halen antistatik materyaller (Jonas, 1997), süperkapasitörler (Calberg, 1997), elektrokromik cihazlar (Sotzing, 1997) ve biyosensörler (Yamato, 1995) gibi kullanım için incelenmektedir. PEDOT hazırlamak önemli bir metod ise monomerinin (3,4-etilendioksitiyofen) elektrokimyasal polimerizasyonudur. EDOT'ın elektropolimerizasyonu ve PEDOT'ın elektrokimyasal karakterizasyonu üzerinde çoğu çalışma genellikle organik çözelti (Lee, 1999) ve ayrıca sulu çözeltilerde (Seo, 2000) uygulanmıştır. PEDOT elektrokimyasal metotla sentezlendiği zaman çözücü, elektrot, yardımcı elektrolit, polimerizasyon potansiyeli ve uygulanan elektropolimerizasyon metodu gibi elektropolimerizasyon şartları PEDOT filmlerinin özellikleri üzerinde önemli etkiye sahiptir (Duab, 2003).

Polipirol gibi iletken polimerler önemli materyaller olarak gelecek vadeden özelliklerinden dolayı son 30 yıl boyunca çalışılmaktadır (Gomez-Romero, 2001). PPy, katı faz cihazları ve elektronikler gibi çok sayıda alanda kullanılabilmesine olanak sağlayan fiziksel ve elektriksel özelliklerinden dolayı en çok çalışılan polimerlerden biridir (Wise, 1998). Deneysel sonuçlar PPy/Au kompozitinin PPy'den çok daha yüksek iletkenlik ve daha iyi kararlılığı olduğunu göstermiştir. PPy matrikste biriktirilmiş Au nonopartiküllerinin etkisi incelenmiştir (Chen, 2006).

### **3. MATERYAL ve YÖNTEM**

#### **3.1. Kullanılan Materyaller**

Deneyleerde kullanılan kimyasallar; pirol (> 98%), EDOT (> 97 %), tiyofen (> 99%), potasyum permanganat (> 98%), NaBH<sub>4</sub>, PEG-400, p-Toluen sülfonik asit, FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, NaNO<sub>3</sub>, grafit, polivinilpirolidon, naftalen-1, 5-disülfonik asit tetrahidrat, amonyum persülfat, hidrazin hidrat, Ag nanopartikül, selülöz ester membran Sigma-Aldrich firmasından tedarik edilmiştir. Asetonitril (99.8 %), Sülfürik asit (95-97 %), HCl, Etil alkol (99.8 %), H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 %), kloroform ve Amonyak çözücüler Merck'ten satın alınmıştır. Bütün kimyasallar analitik derecede saflıktadır ve başka bir işlem yapılmadan deneyleerde kullanılmıştır.

#### **3.2. Kullanılan Cihazlar**

Döngülü voltametri, galvanostatik sabit akım ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EES) ölçümleri 2 elektrotlu cihaz oluşturularak PARSTAT 2273 (yazılım, power suit ve Faraday kafesi, BAS Cell Stand C<sub>3</sub>) ve IVIUMSTAT-cihazı kullanılarak uygulanmıştır.

Pelet haline getirilmiş elektroaktif malzemelerin FTIR reflektans spektroskopisi (Bruker, Vertex 70 ATR) kullanılarak karakterize edilmiştir. Bruker spektrum yazılımı 650- 4000 cm<sup>-1</sup> arasında FTIR-ATR ölçümü yapmak için kullanılmıştır. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Enerji dağılımlı X-ışınları analiz (EDX) ölçümleri FEI Marka Quanta FEG 250 Model cihazı ile alınmıştır.

Etüv (Memmert), ısıtıcı karıştırıcı (Heidolph MRHei-Standard), hassas terazi (Precisa XB 620M), ve saf su cihazı (ELGA DV25) cihazları, ultrasonik banyo (Elma) değişik deney aşamalarında kullanılmıştır.



### 3.3. Kullanılan Genel Teknikler

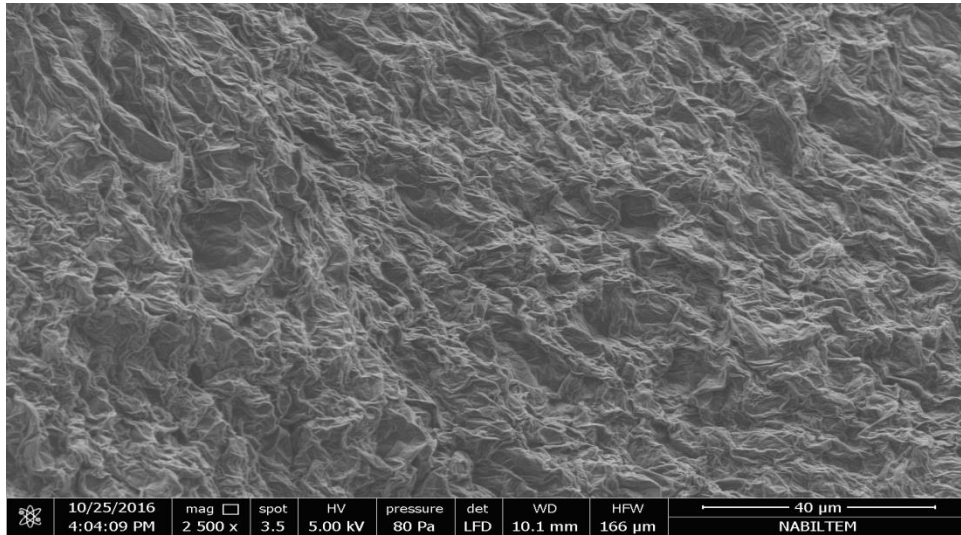
#### 3.3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobunda, bulanık bir örneğin yüzeyi ince bir elektron demeti ile taranır; örnek önceden bir ışık iletici film ile kaplanmıştır. Demet örneğe çarptığı zaman çıkan ikincil elektronlar (geri saçılan elektronlar) veya X-ışını fotonlarının (elektron mikrosropta) toplanmasıyla oluşan bir sinyal, bir televizyon tüpünde elektron demetinin şiddetini düzeltmede kullanılır ve mikroskop demetiyle senkronize bir tarama yapmaktadır.

Bu sinyal örneğe göre geniş mesafelerde küçük olduğundan, görüntülerin derinliği büyüktür ve üç boyutlu bir görüntü vermektedir. Resolusyon sınırı  $100 \text{ \AA}$  dolayındadır (Beşergil 2008).

Tipik Uygulamaları;

- Mikroskopik özellik ölçümü
- Kırılma karakterizasyonu
- Mikroyapı çalışmaları
- İnce kaplama değerlendirmeleri
- Yüzey kirliliği muayenesi
- IC hatası analizi (Anonim 2017c).



Şekil.3.1. GO SEM görüntüsü

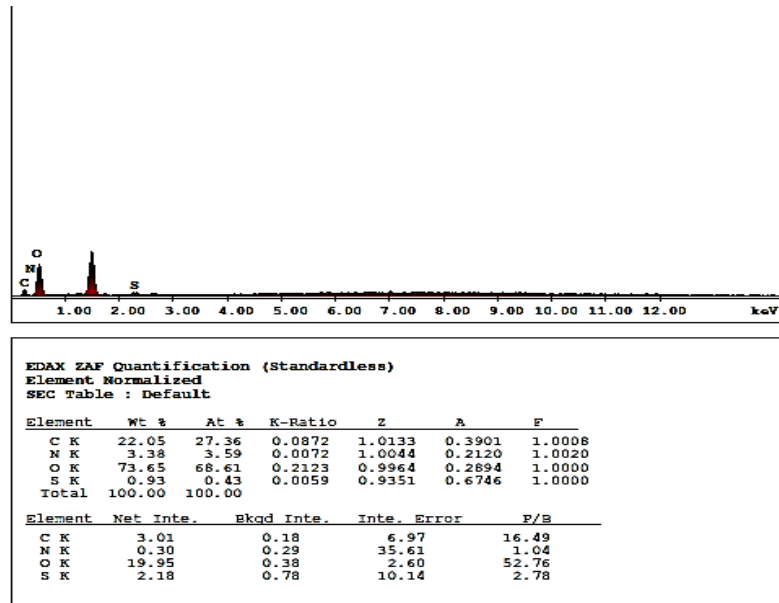
### 3.3.2. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDX)

Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDS veya EDX), taramalı elektron mikroskopisi (SEM) ile birlikte kullanılan bir kimyasal mikro analiz tekniğidir. EDS tekniği, analiz edilen hacmin temel bileşimini karakterize etmek için bir elektron demeti ile bombardıman sırasında numuneden çıkan X-ışınlarını tespit eder. 1 µm veya daha küçük boyutlardaki özellikler veya fazlar analiz edilebilmektedir.

Numune SEM'in elektron ışını tarafından bombardıman edildiğinde, elektronlar numunenin yüzeyini içeren atomlardan atılır. Elde edilen elektron boşlukları daha yüksek bir seviyedeki elektronlarla doldurulur ve iki elektronun devletleri arasındaki enerji farkını dengelemek için bir X-ışını yayılır. X-ışını enerjisi, yaydığı elementin karakteristiğidir.

Tipik Uygulamaları;

- Yabancı malzeme analizi
- Korozyon değerlendirmesi
- Kaplama bileşimi analizi
- Hızlı malzeme alışı tanımlaması
- Küçük bileşenli malzeme analizi
- Faz tanımlama ve dağıtım (Anonim 2017a).



Şekil.3.2.GO EDX görüntüsü

### 3.3.3. Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

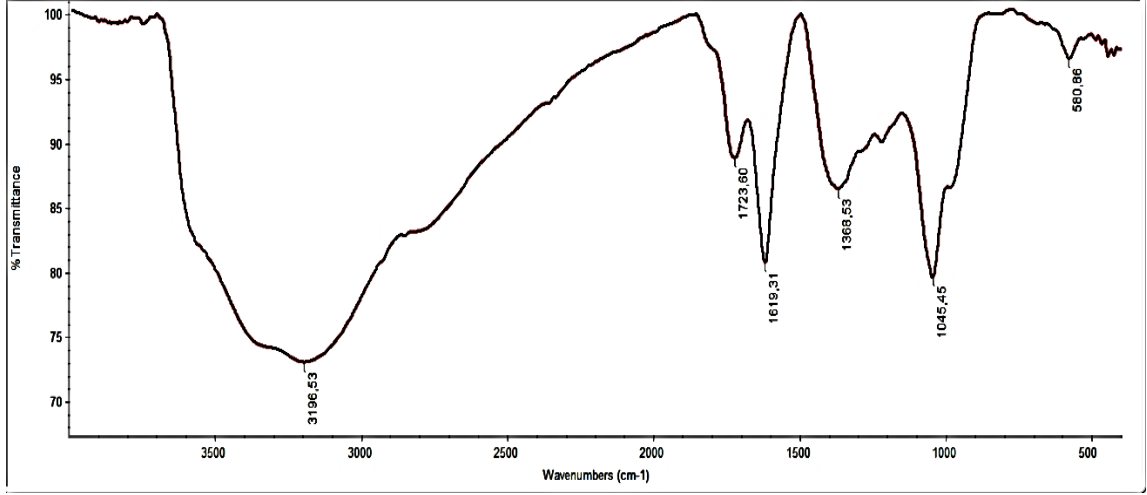
Fourier Dönüşümü-Kızılötesi Spektroskopi (FTIR), organik (bazı durumlarda inorganik) malzemelerin tanımlanması için kullanılan analitik bir tekniktir. Bu teknik, dalga boyuna karşı numune malzemesi tarafından kızılötesi ışınım emilimini ölçer. Kızılötesi absorpsiyon bantları moleküler bileşenleri ve yapıları belirler.

Bir malzeme kızılötesi radyasyonla ışınlandığında emilen IR ışını genellikle molekülleri daha yüksek bir titreşim haline uyarır. Belirli bir molekül tarafından absorbe edilen ışığın dalga boyu, dinlenme ve uyarılmış titreşim durumları arasındaki enerji farkının bir fonksiyonudur. Numune tarafından absorbe edilen dalga boyları, moleküler yapısının karakteristikleridir.

FTIR spektrometresi, geniş bant kızılötesi bir kaynaktan dalga boyunu modüle etmek için bir interferometre kullanır. Bir dedektör dalga boyunun bir fonksiyonu olarak iletilen veya yansıyan ışığın yoğunluğunu ölçer. Dedektörden elde edilen sinyal, bir tek-ışınlı kızılötesi spektrum elde etmek için Fourier dönüşümleri kullanan bir bilgisayar ile analiz edilmesi gereken bir interferogramdır. FTIR spektrumu genellikle dalga boyuna karşı şiddet aralığı ( $\text{cm}^{-1}$  cinsinden) olarak sunulmaktadır. Dalga boyunun karşılıklı olduğu dalga sayısıdır. Yoğunluk, her dalga sayısında ışık geçirgenliği veya absorbans yüzdesi olarak çizilebilir (Anonim 2017b).

Tipik Uygulamaları;

- Yabancı maddelerin tanımlanması
  - Partikülatlar
  - Lifler
  - Artıklar
- Dökme malzeme bileşiklerinin tanımlanması
- Çok tabakalı malzemelerde bileşenlerin tanımlanması
- Silikonun, esterlerin vb. çeşitli malzemelere bulaşma olarak ölçülmesi

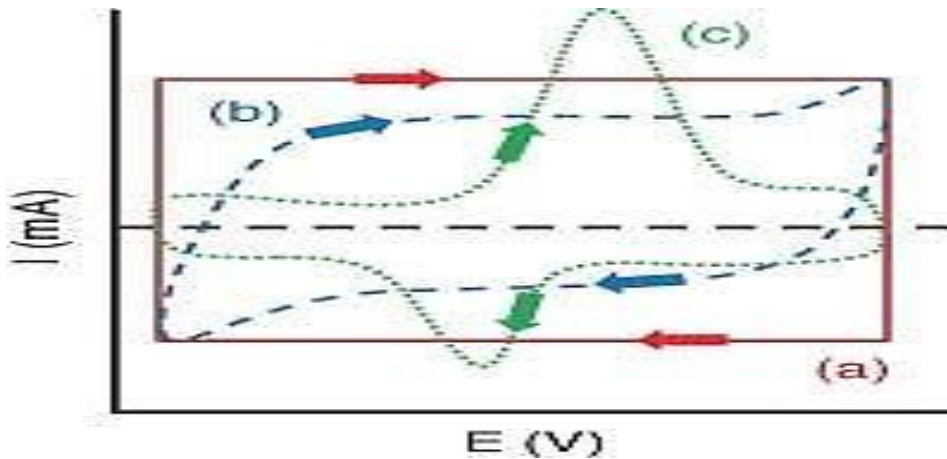


Şekil.3.3. GO FT-IR görüntüsü

### 3.4. Elektrokimyasal Ölçüm Yöntemleri

#### 3.4.1. Döngülü Voltometri (CV)

Çalışma elektrodunun aktif maddelerinde oluşan elektrokimyasal ile ilgili nitel ve nicel verileri değerlendirir. Bu teknik, referans elektrodun sabit potansiyeline göre çalışma elektroduna bir potansiyel uygular ve bu da önceden belirlenmiş iki potansiyel arasında doğrusal olarak ileri geri gider. Potansiyel aralığı elektrolitin çalışma stabilitesi ile sınırlıdır. Potansiyel aralığının taranması zamana bağlı bir akım verir ve bu akımı (I) taranan potansiyelin (E) karşısında çizmek, kapasitans teşhisi için bir siklik voltomogram (CV) eğrisi grafiği verir (Kim 2014).

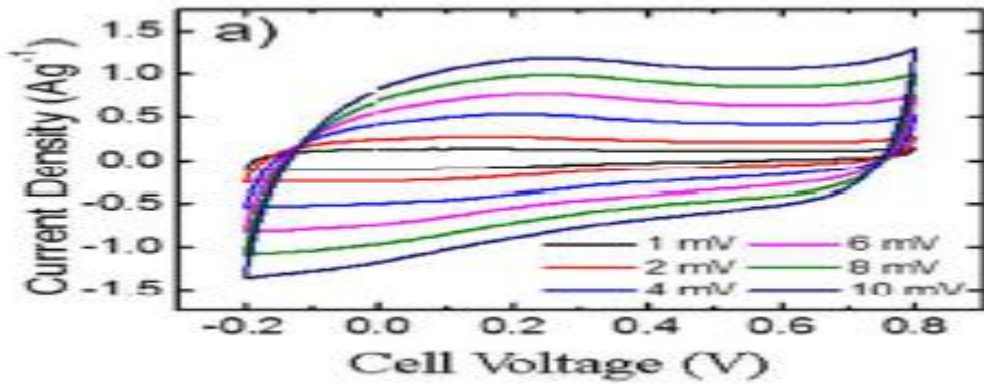


Şekil.3.4. a)İdeal Kondansatör b)EDLC c) Pseudokapasitif materyallerin dönüşümlü voltomogram eğrileri (Kim 2014).

Elektrodun spesifik kapasitansı CV eğrilerinden aşağıdaki denkleme göre hesaplanabilir.

$$C_{sp} = \frac{\int I \cdot dV}{\Delta V \cdot m \cdot V} \quad (1)$$

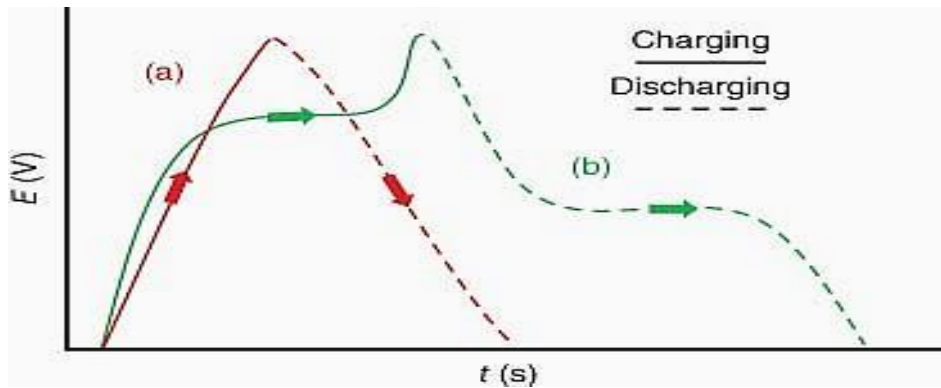
Burada;  $C_{sp}$  elektroaktif maddelerin kütlesine dayanan spesifik kapasitesidir ( $F \times g^{-1}$ ),  $I$  akım yanıtı (A),  $V$  potansiyel penceresi (V),  $\Delta V$  tarama hızı ( $V \times s^{-1}$ ) ve  $m$  ise aktif elektrodun kütlesidir (g) (Ates 2016).



Şekil.3.5. GH CV ölçüm grafiği (Ates 2016).

### 3.4.2. Galvanostatik şarj / deşarj (GCD-CC)

GCD, malzemenin kapasitansını ölçmek için alternatif bir yöntemdir. GCD tekniği, sabit bir akım yoğunluğunu (Ör: A/g) uygular ve zamana göre duyarlı potansiyeli ölçer. Genellikle, çalışma elektrodu önceden belirlenmiş bir potansiyele yüklenir ve boşaltma işlemi daha sonra kapasitansı değerlendirmek için kullanılır (Kim 2014).



Şekil.3.6. a) EDLC b) Pseudokapasitif materyallerin galvanostatik şarj / deşarj grafikleri.

EDLC materyalleri lineer olarak şarj ve deşarj olurken, pseudokapasitif materyallerin doğrusal olmaması redoks reaksiyonlarından kaynaklanmaktadır. Bu tutarsızlık nedeniyle, her malzeme türü, kapasitansını hesaplamak için bir denklemi bulundurmaktadır (Stoller ve Ruoff 2010).

Pseudokapasitif malzeme için eğimsiz denklemin değiştirilmiş bir formu kullanılır (Kim, Chabot, ve Yu, 2013).

GCD, kontrollü akım koşulları altında malzemelerin elektrokimyasal kapasitansını değerlendirmek için iyi bir yöntemdir. GCD süperkapasitör cihazların kapasitans hesaplaması aşağıdaki şekilde yapılır (Ates 2016).

$$C_{sp} = \frac{i_{app}}{\left(-\frac{dE}{dt}\right)} \quad (2)$$

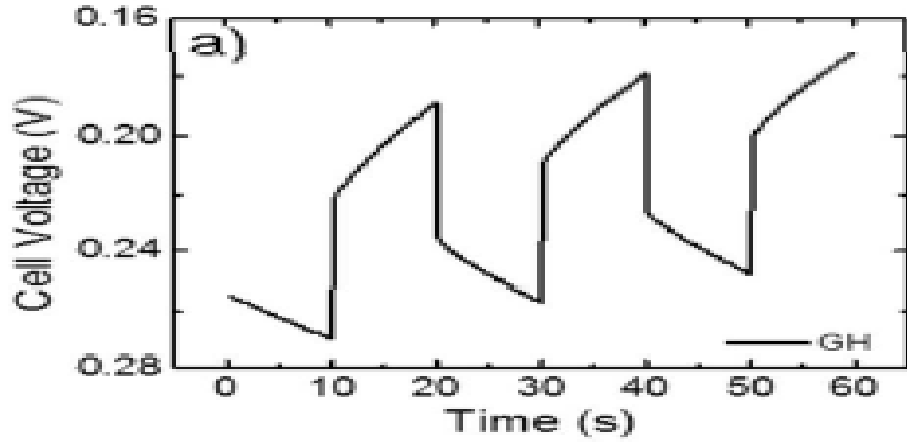
Burada;  $i_{app}$  deşarj akımı ve  $(-dE/dt)$  deşarj eğrisinin eğimidir.

GCD tekniği şarj ve boşaltma esnasında zamana göre potansiyel olarak cevabı izler. İlk boşaltmada, IR düşmesi olarak anılan bir potansiyel bir düşüş gözlemlenir. ESR (Seri elektrik direnci) uygulandığı akımın iki katına bölünmesi gerektirir. Bu yöntem üçlü elektrodun yanı sıra ikili elektrotlu sistemlerde de kullanılabilir (Ates 2016).

Seri elektrik direnci (ESR) aşağıdaki formülle hesaplanır;

$$ESR = \frac{V_{drop}}{2 * i_{app}} \quad (3)$$

Buradaki; **ESR**, kapasitörün Voltaj boşalması sırasındaki voltaj yüküdür,  $V_{drop}$ , kapasitörün ESR'sinden kaynaklanan gerilim düşümüdür ve  $i_{app}$  deşarj akımıdır. Enerji depolama cihazında düşük iç direnç önemlidir.



Şekil.3.7. Grafen hidrojel (GH) Galvonastatik şarj/deşarj (CC) ölçüm grafiđi. (Ates 2016).

### 3.4.3. Enerji ve Güç Yođunlukları

#### 3.4.3.1. Enerji Yođunluđu

Spesifik enerji (Wh/kg) ařađıdaki formülle hesaplanır;

$$SE = \frac{1}{2} * C_{sdev} * V^2 \quad (4)$$

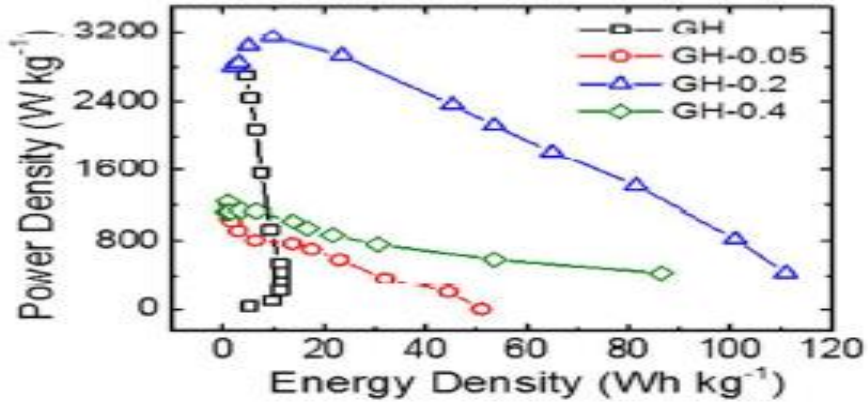
#### 3.4.3.2. Güç Yođunluđu

Spesifik güç (W/kg) ařađıdaki formülle hesaplanır; (Ates 2014).

$$SP = \frac{(\Delta E)^2}{4 * ESR * m} \quad (5)$$

#### 3.4.3.3. Ragone Grafiđi

Spesifik güç yođunluđunu spesifik enerji yođunluđuna karřı çizmek, enerji ve güç ađısından performansa genel bir bakıř sađlamaktadır. Artan enerji yođunluđu ile azalan güç yođunluđunun bir eđilimi, tüm cihazlarla ađıkça görülür. Benzer řekilde süperkapasitörler de bu eđilime uyuyor ve maksimum enerji yođunluđundaki artıřın maksimum güç yođunluđunu düřürdüđu bir zorlukla karřılařıyor. Depolama aygıtlarının hem gücünü hem de enerjisini geliřtirmedi gerekli olduđunu bunu grafiksel olarak vurgular (Kim 2014).



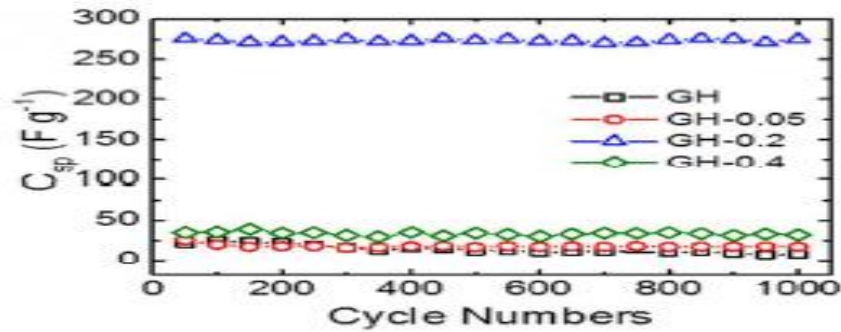
**Şekil.3.8.** GH ve GH/AC AC'nun farklı miktarlarda (0.05, 0.2 ve 0.4 g) enerji yoğunluğunun güç yoğunluğuna karşı grafiği (Ates 2016).

### 3.4.4. Devir Kararlılığı (Stabilite)

Süperkapasitörlerin bir diğer önemli özelliği de devir kararlılığıdır. Ticari süper kondansatörler, yarım milyon döngüden sonra bile tam kapasite ile çalışacakları uzun ömür döngüsüne sahip oldukları için iyi bilinmektedir.

Laboratuvar ölçekli testlerde, hücrenin döngüsü dayanıklılığını araştırmak için genel olarak 1000 ile 10.000 devir yapılır. Bir çevrim bir sabit akım yoğunluğunda bir şarj / deşarj döngüsüne eşit olacaktır.

Döngü testinden başlangıç ve son performans karşılaştırıldığında, materyalin gerçek uygulamalarda nasıl performans göstereceği konusunda öngörü sağlanır, burada aşırı devir sayılarında kullanılacaktır. Buna ek olarak, malzeme türü döngü dayanıklılığını etkiler. Statik depolama mekanizmasına sahip EDLC materyalleri pseudokapasitif materyallere kıyasla daha sağlam bir yapıya sahiptir (Chen 2011).



**Şekil.3.9.** GH ve GH/AC AC'nun farklı miktarlarda (0.05, 0.2 ve 0.4 g) stabilite grafiği.



### 3.4.5 Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS)

EIS, pillerin karakterizasyonu ve modellenmesi için en kullanışlı tekniklerden biridir (Reddy 2012). Sistemler hakkında ayrıntılı bilgi sağlayabilir (Vadivel Murugan 2007). EES, pilin içinde bulunan fizikokimyasal proseslerle dinamik pil hücresi modellerinin geliştirilmesine izin verir. EES testleri, elektrokimyasal mekanizmanın incelenmesine de izin verir (Pulido 2017). Reaksiyon kinetiği (Itagaki 2005), lokalize korozyonun tespiti (Hoja 2011), pil ömrü performansı (Christensen 2013), şarj durumu (Ran 2010), kapasite kaybından sorumlu faktörler (Prabu 2012) ve interkalasyon malzemelerinin taşınması ile ilgili parametreler bulunur (Nobili 2001). Düşük frekanslı kapasitans değeri formülünden faydalanılarak;

$$C_{sp}=(2\times\pi\times f\times Z_{im})^{-1} \quad (6)$$

Empedansın sanal bileşenin frekansın tersine karşı eğiminden bulundu ve çift katmanlı kapasitans değerleri ise Bode-magnitude grafiğinden  $\omega=1$  ( $\log\omega= 0$ ) değerine ekstrapole edilerek;

$$|ZI|= 1/C_{dl} \quad (7)$$

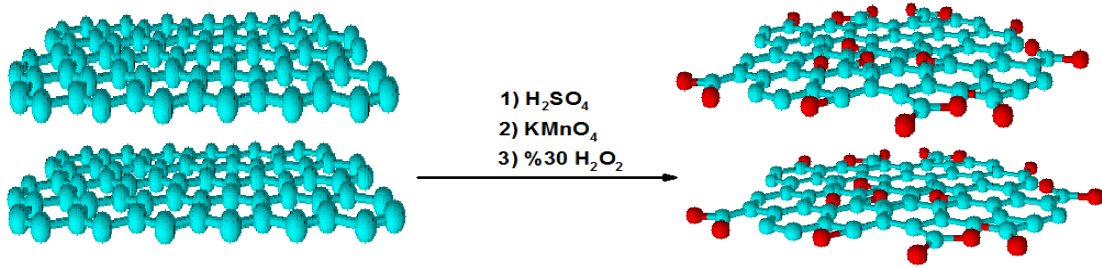
eşitliğini kullanarak bulundu (Kumar, 2014; Guler, 2012).

## 4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

### 4.1. Grafen Oksit (GO) sentezi ve karakterizasyonu

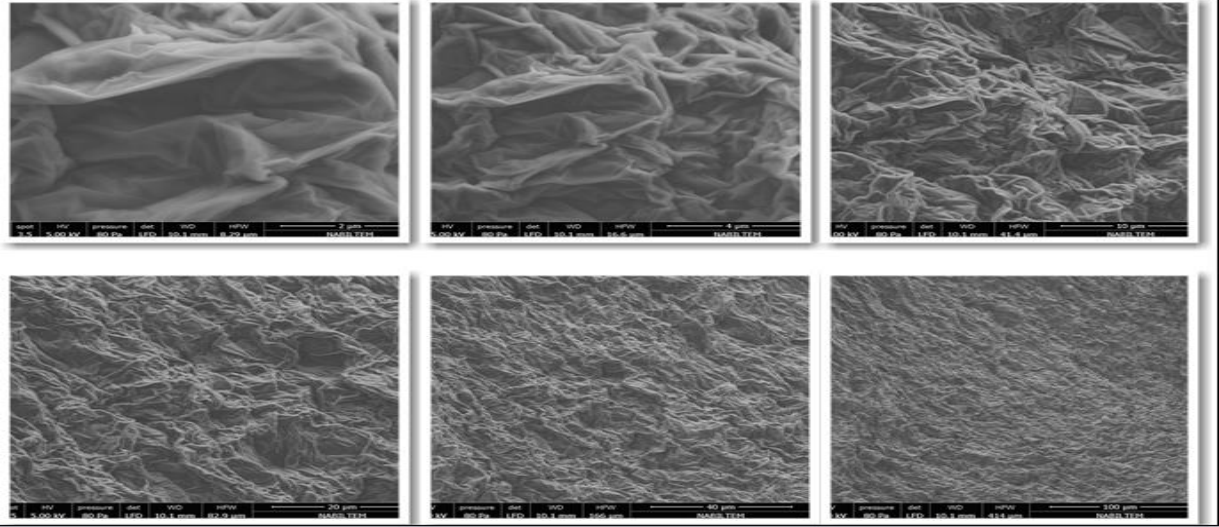
#### 4.1.1. Grafen oksit (GO) sentezi

Basit ve etkili bir metodla grafit pullardan grafen oksit (GO) yüksek verimlilik dönüşümü ile hazırlanacaktır. Bu metod literatürde Hummers metodu olarak bilinir. GO Hummers metodu ile sentezlenmiştir (Hummers, 1958; Zu, 2009). Grafit pullarının farklı oksitlenme derecelerine sülfürik asit ve potasyum permanganat karışımlarında grafitin karşılaştırması ile elde edilir. GO tabakalar halinde pul pul dökülerek elde edilecektir. 3 gram grafit 70 ml, 0.5 M  $H_2SO_4$  ile buz banyosu içinde karıştırılır. Yaklaşık 9 g  $KMnO_4$  karışıma yavaşça eklenir ve karışım sabit hızla karıştırılır. Muhtemel patlamadan sakınmak için süspansiyon sıcaklığı  $20\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin altında karıştırmaya devam edilir. Daha sonra sıcaklık  $35\text{ }^\circ\text{C}$  ye yükseltilir ve 30 dakika karıştırmaya  $KMnO_4$ 'ün tamamı eklendikten sonra devam edilir. Yaklaşık 150 ml deiyonize su (DI) karışıma ilave edilerek, karışım sıcaklığı  $95\text{ }^\circ\text{C}$  ye yükseltilir. Yaklaşık 500 ml su ve 15 ml, %30  $H_2O_2$  süspansiyona eklenerek reaksiyon sonlandırılır. Daha sonra süspansiyon 10 ml, 1 M HCl ile yıkanır. 7000 rpm hızda 15 dakika süreyle santrifüj işlemine tabi tutulur. Çökelti olunca yavaşça sıvısı akıtılarak flaskın kenarından dökülür ve geri kalan kısım DI su ile yıkanır. Sonra tekrar santrifüj edilir. Yıkama en az 2 defa tekrar edilir ve böylece çöken katıdaki metal iyonlar ortamdaki uzaklaştırılır.



Şekil. 4.1. Grafitten Hummers methodu ile GO sentezi.

#### 4.1.2. Grafen oksit (GO) SEM analizi



Şekil.4.2. Grafen oksitin (GO) SEM görüntüleri.

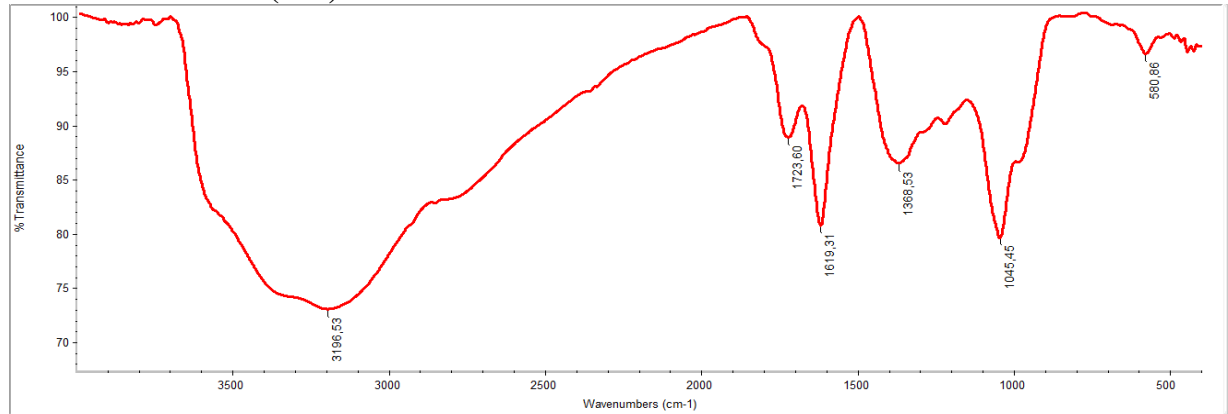
GO'nun SEM görüntüleri kıvrımlı ve dalgalı yapıya sahiptir. Literatürdeki görüntülere çok benzemektedir (Prabhakarrao, 2017).

#### 4.1.3. Grafen oksit (GO) EDX analizi

Tablo. 4.1. Grafen Oksitin (GO) EDX ölçümünün sonuçları.

Element	Wt %
C	22.05
N	3.38
O	73.65
S	0.93

#### 4.1.4. Grafen oksit (GO) FT-IR analizi

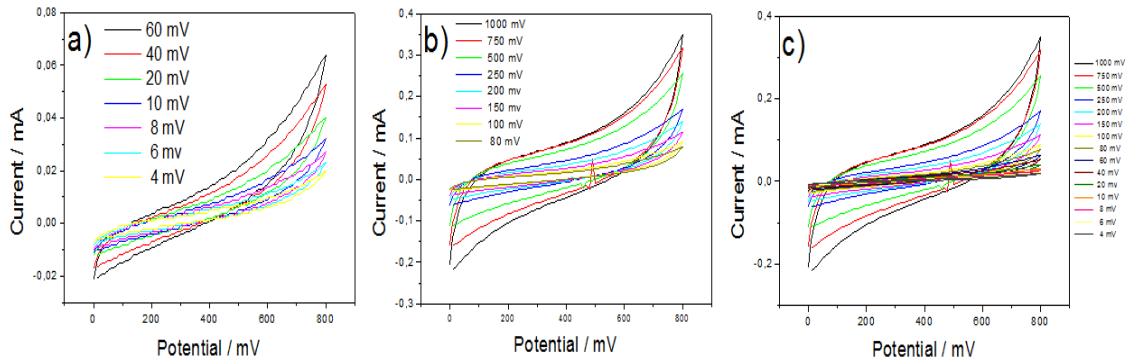


Şekil. 4.3. GO'nun FTIR-ATR görüntüsü.

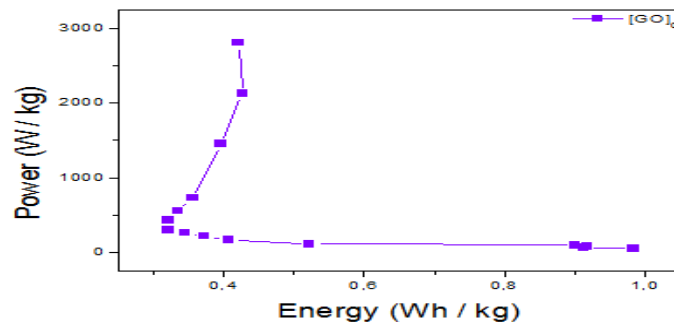
GO'ya ait  $3196 \text{ cm}^{-1}$  de elde edilen geniş pik  $-\text{OH}$  str. vibrasyonudur Yani  $-\text{COOH}$  ve suyun çakışma pikidir.  $1723 \text{ cm}^{-1}$  deki pik karboksil gruplarından gelen  $-\text{C}=\text{O}$  str vibrasyodur.  $1619, 1368$  ve  $1045 \text{ cm}^{-1}$  deki pikler sırasıyla karboksil (CO), epoxy (OCO) ve alkoksi (CO) fonksiyonlarından elde edilmiştir. Ayrıca  $1619, 1368$  ve  $1045 \text{ cm}^{-1}$  deki piklerin varlığı indirgenmenin gerçekleşmediğinin en önemli kanıtıdır (Solonaru, 2017).

#### 4.1.5. Grafen oksit (GO) DV analizi

GO'nun DV analiz sonuçlarına göre denklem 1 kullanılarak spesifik kapasitans değerlerine göre  $4 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $C_{\text{sp}} = 45.16 \text{ Fg}^{-1}$  elde edilmiştir.  $100 \text{ mVs}^{-1}$  deki  $C_{\text{sp}} = 8 \text{ Fg}^{-1}$  elde edilirken  $1000 \text{ mVs}^{-1}$  de  $C_{\text{sp}} = 5.19 \text{ Fg}^{-1}$  hesaplanmıştır. Düşük tarama hızlarında, elektrolit iyonlar elektroaktif malzemenin yüzey alanında maksimum şekilde yeteri süreye sahip oldukları için redoks reaksiyonları etkili ve yüksek spesifik kapasitans değerlerinde gerçekleştirilmektedir (Şekil 4.4; Das, 2015).



Şekil. 4.4. Grafen Oksitin (GO) 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri. a)  $[\text{GO}]_0 = 4 \text{ mVs}^{-1} - 60 \text{ mVs}^{-1}$ , b)  $[\text{GO}]_0 = 80 \text{ mVs}^{-1} - 1000 \text{ mVs}^{-1}$ , c)  $[\text{GO}]_0 = 4 \text{ mVs}^{-1} - 1000 \text{ mVs}^{-1}$ .

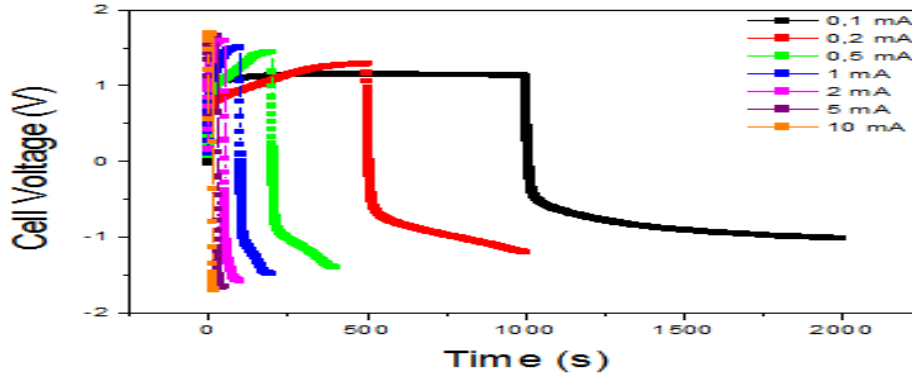


Şekil. 4.5. Grafen Oksitin (GO) Enerji ve Güç grafiği.

GO'nun Ragon grafiđi analizlerine gre en yksek enerji yođunluđu  $4 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $E= 0.98 \text{ Whkg}^{-1}$  olarak elde edilirken, en yksek gc yođunluđu ise  $1000 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $P=2805.8 \text{ Wkg}^{-1}$  olarak hesaplanmıřtır (řekil 4.5).

#### 4.1.6. Grafen oksit (GO) CC analizi

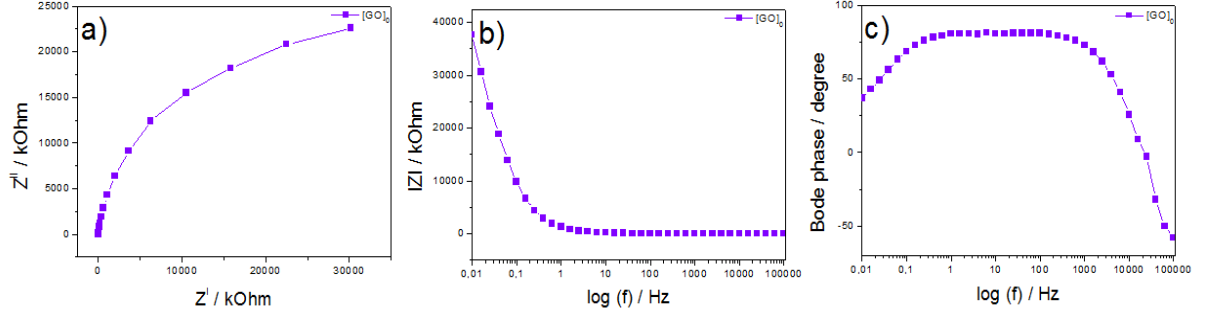
GO iin elde edilen sperkapasitr cihaz lmleri sonrası kurutulup tartılan pelet ađırlıđı  $17.2 \text{ mg}$  dır. Galvanostatik ykleme/bořalma grafiđi ve Denklem 2 sonularına gre en yksek spesifik kapasitans  $0.1 \text{ mA}$  deđerinde  $C_{sp}= 2.83 \text{ Fg}^{-1}$  olarak elde edilmiřtir (řekil 4.6).  $10 \text{ mA}$  sabit akımda ise bu deđer  $C_{sp}= 1.94 \text{ Fg}^{-1}$  olarak hesaplanmıřtır.



řekil.4.6. Grafen oksitin (GO)  $1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  zeltisinde alınan CC lmleri.  $[\text{GO}]_0=0.1 \text{ mA}, 0.2 \text{ mA}, 0.5 \text{ mA}, 1 \text{ mA}, 2 \text{ mA}, 5 \text{ mA}, 10 \text{ mA}$ .

#### 4.1.7. Grafen oksit (GO) EES analizi

Grafen oksidin (GO) Nyquist grafiđinden elde edilen spesifik kapasitans deđerı  $C_{sp}= 0.698 \text{ mF}$  elde edilirken Bode-magnitude grafiđinden elde edilen ift katmanlı kapasitans deđerı  $C_{dl}= 0.915 \text{ mF}$  elde edilmiřtir. GO'nun Bode-faz grafiđinden ise en yksek faz aısı  $\Theta= 82.39^\circ$  ( $1.54 \text{ Hz}$  frekansta) elde edilmiřtir (řekil 4.7 ve Tablo 4.2).

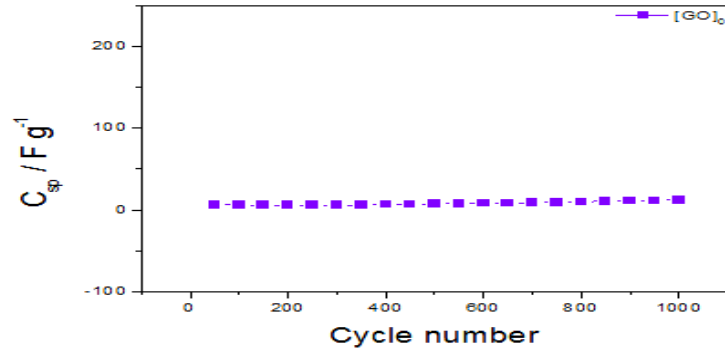


**Şekil.4.7.** Grafen Oksitin (GO) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü. **a)** Nyquist grafiği, **b)** Bode-Magnitute grafiği, **c)** Bode-Faz grafiği.

**Tablo 4.2.** Grafen Oksitin (GO) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz ‘de alınan EES

Malzeme	C <sub>sp</sub> / mF	C <sub>dl</sub> / mF	θ (Faz Açısı)/Derece
Grafen Oksit (GO)	0.698	0.915	82.39 (1.54 Hz)

#### 4.1.8. Grafen oksit (GO) Stabilite analizi

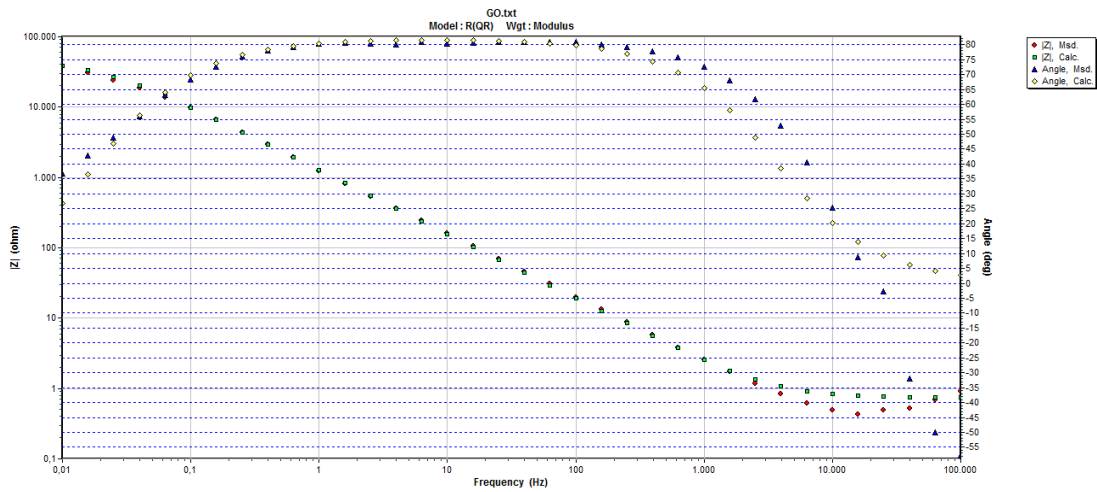


**Şekil.4.8.** Grafen Oksitin (GO) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 100 mVs<sup>-1</sup> tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.

Stabilite ölçümleri 100 mVs<sup>-1</sup> tarama hızında DV yöntemi ile her 50 döngü sonrası Denklem 1 kullanılarak 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 2 elektrotlu süperkapasitör cihaz kullanılarak elde edildi. 1000 döngü sonrası spesifik kapasitansta bir düşüş olmadığı tespit edilmiştir (Şekil 4.8).

#### 4.1.9. Grafen oksit (GO) Devre analizi

GO'ye ait teorik ve deneysel veriler R(QR) Randles devresinde simule edilmiştir (Şekil 4.9). Bode-magnitude grafiği (Şekil 4.9) göstermiştir ki, teorik ve deneysel veriler çok iyi fit etmektedir. Devre parametrelerine göre çözümlenmiş direnci  $R_1 = 0.74 \Omega$ , sabit faz elemanı CPE= 0.0001472 ve  $n = 0.91$  elde edilirken, yük transfer direnci  $R_2 = 4.641 \times 10^{-4} \Omega$  dur. Nanokompozit malzemenin elektrik davranışı tanecikli yapıdan porlu yapıya durumu ve homojen olup olmadığı hakkında elektrot/elektrolit ara yüzünde ve bare elektrodun kapasitans ve direnci hakkında fikir vermektedir.  $n$  değerinin 1'e çok yakın olması filmin homojen olduğunu belirtir (Ustamehmetoglu, 2017). Devre tespitinde en düşük  $\lambda^2$  değeri ve % hata baz alınarak en az 100 değişik devre arasından seçilmiştir (Tablo 4.3).



Şekil.4.9. GO devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.

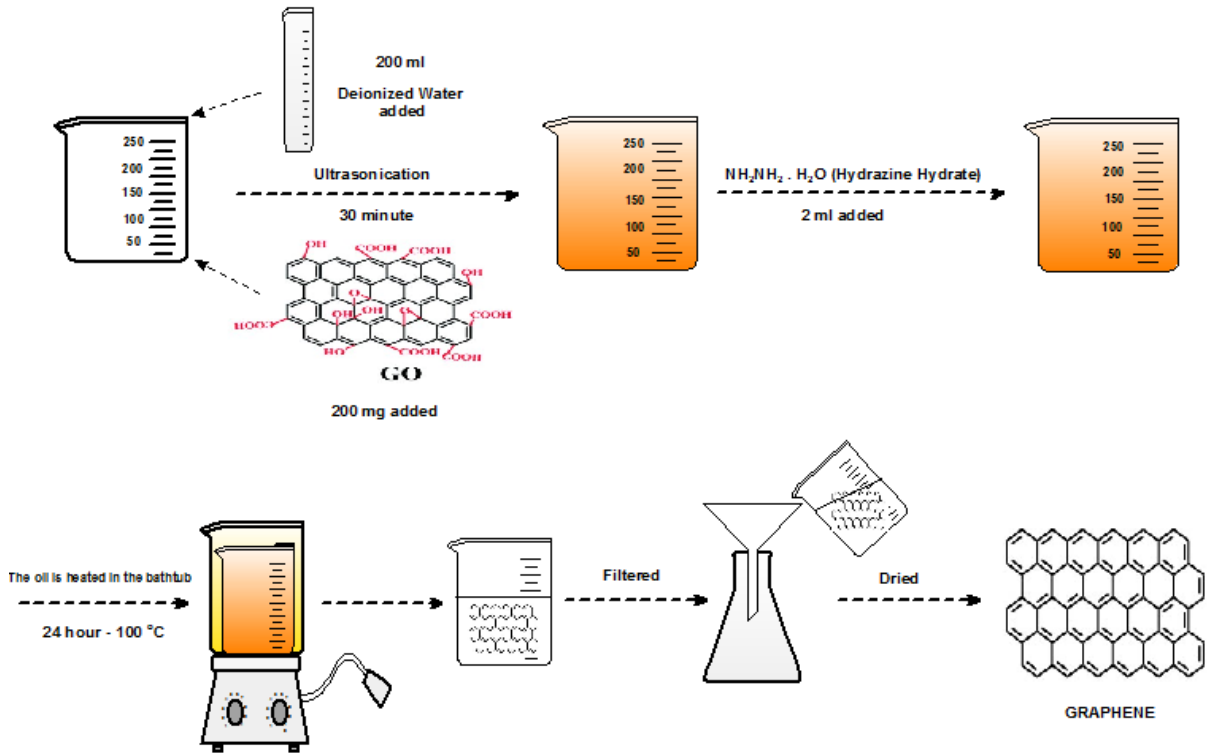
Tablo.4.3. Grafen Oksitin (GO) R(QR) Devre ölçümünün sonuçları.

Malzeme	$R_1 (\Omega)$	CPE	Freq. Power, n	$R_2 (\Omega)$
Grafen oksit (GO)	0.7415	0.0001472	0.9111	$4.641 \times 10^{-4}$

## 4.2. Grafen (rGO) Sentezi ve Karakterizasyonu

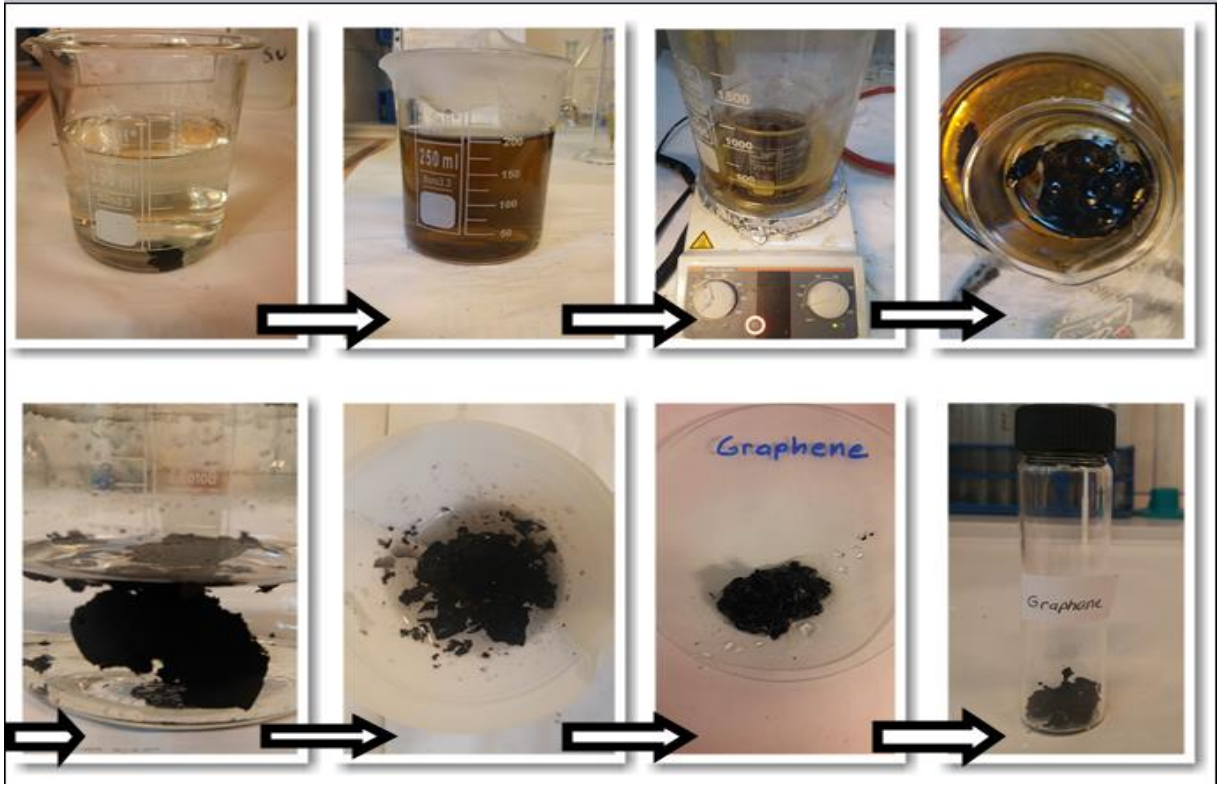
### 4.2.1. Grafen (rGO) Sentezi

GO'nun indirgemesi Hidrazin hidrat indirgeyicisi kullanılarak literatüre göre gerçekleştirilmiştir (Stankovich, 2007). GO hidrazin iyonol çözeltisi ile indirgenebilmektedir (Li, 2008; Stankovich, 2006). Bu çalışmadığı takdirde  $\text{NaBH}_4$ 'de GO'da bulunan bütün oksijen grupları çıkartarak indirgeme için kullanılabilir (Bourlinos, 2003; Shin, 2009). GO (100 mg), 250 ml flaskın içine yerleştirilip, 100 ml deiyonize su eklenir ve homojen olmayan sarı-kahverengi dispers ürün elde edilir. Çok açık renk elde edilene kadar ultrasonikasyon uygulaması yapılır. Hidrazin hidrat (1 ml, 32.1 mmol) çözeltiye eklenir ve yağ banyosu altında  $100\text{ }^\circ\text{C}$  de 24 saat süreyle GO'nun indirgenerek siyah katı ürün elde edilir. Süzme ve deiyonize su, metanol ile yıkama işlemleri sonucu vakum atmosferinde kurutulur.



Şekil. 4.10. rGO'nun aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamalar.

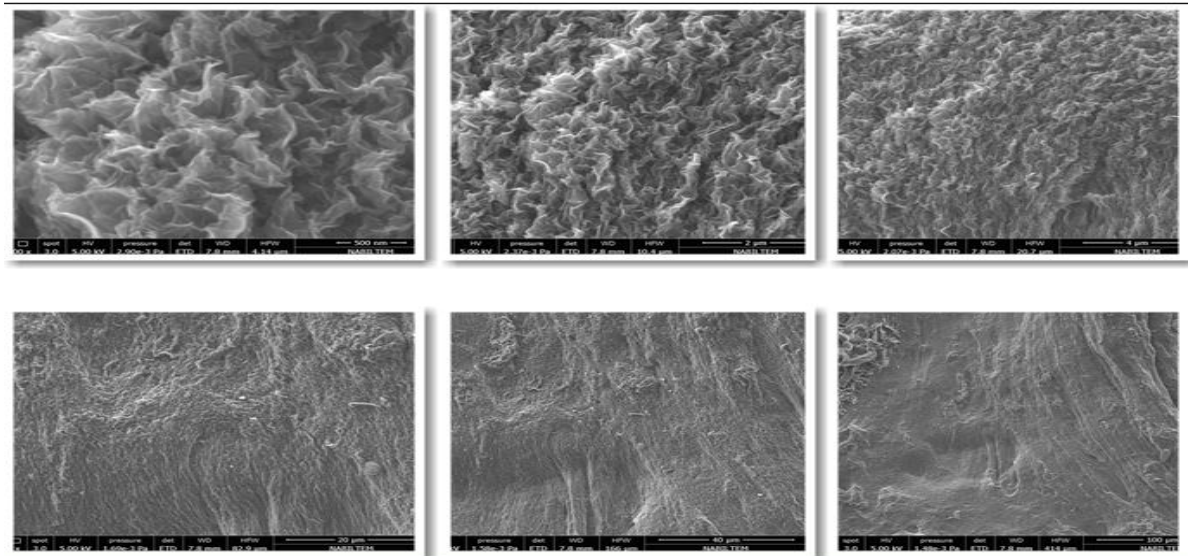




Şekil. 4.11. rGO'nun aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamaların fotoğrafları.

#### 4.2.2. Grafen (rGO) SEM analizi

rGO'nun SEM görüntüleri gösteriyor ki, nano-tabakalar kıvrımlı ve dalgalı bir yapıya sahiptir (Şekil 4.12).



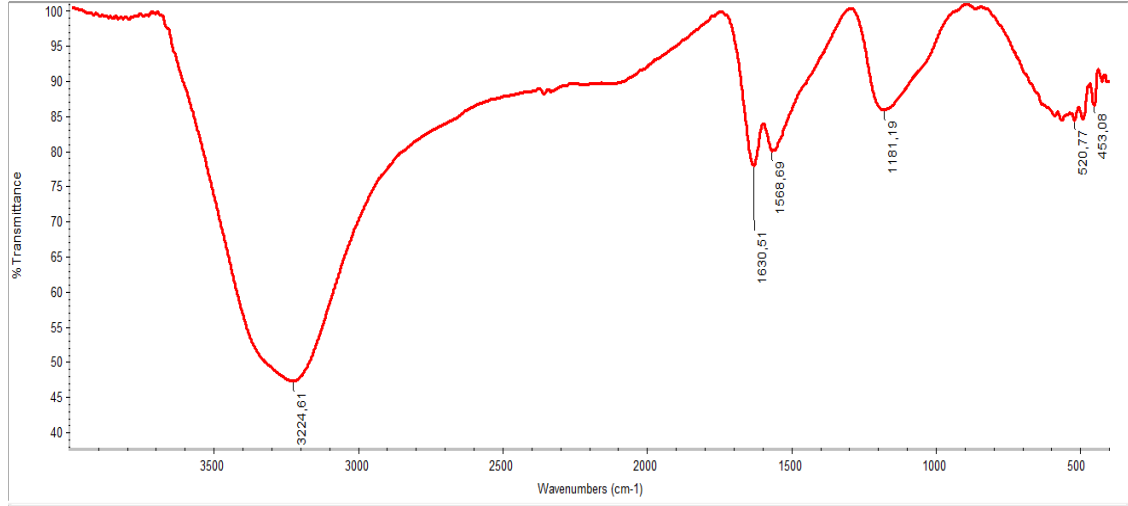
Şekil. 4.12. Grafen (rGO) SEM görüntüleri.

### 4.2.3. Grafen (rGO) EDX analizi

**Tablo. 4.4.** Grafenin (rGO) EDX ölçümünün sonuçları.

Element	Wt %
C	52.64
O	47.36

### 4.2.4. Grafen (rGO) FT-IR analizi

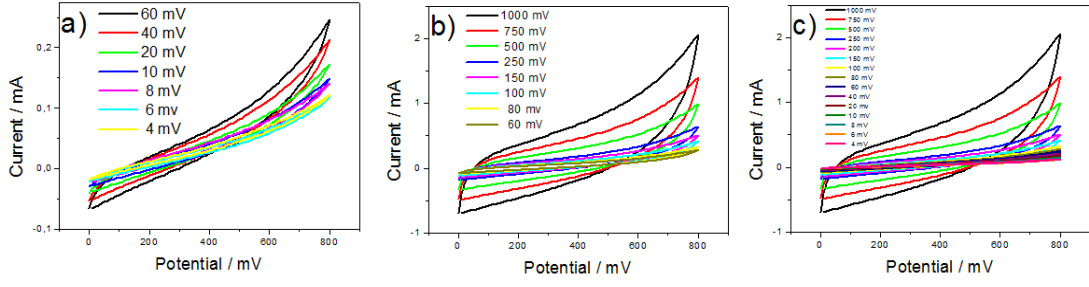


**Şekil. 4.13.** rGO'nun FTIR-ATR görüntüsü.

FTIR-ATR analiz sonuçlarına göre  $3224 \text{ cm}^{-1}$  deki pik O-H gruplarına refer etmektedir (Hu, 2011).  $1630 \text{ cm}^{-1}$  deki pik C=O bağına aittir.  $1568 \text{ cm}^{-1}$  deki pik grafen tabakalarının iskelet vibrasyonunu gösterir.  $1181 \text{ cm}^{-1}$  deki pik C-C bağlarına aittir.

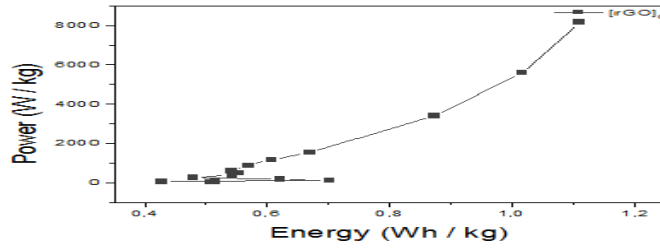
### 4.2.5. Grafen (rGO) CV analizi

rGO'nun CV analiz sonuçlarına göre denklem 1 kullanılarak spesifik kapasitans değerlerine göre  $4 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $C_{sp} = 93.17 \text{ Fg}^{-1}$  elde edilmiştir.  $100 \text{ mVs}^{-1}$  deki  $C_{sp} = 19.06 \text{ Fg}^{-1}$  elde edilirken,  $1000 \text{ mVs}^{-1}$  de  $C_{sp} = 16.65 \text{ Fg}^{-1}$  hesaplanmıştır (Şekil 4.14). Yüksek tarama hızlarındaki aktif malzemenin yüzeyinde yığın (bulk) reaksiyonundan ziyade elektrokimyasal reaksiyon söz konusudur. Bu durum spesifik kapasitansın yüksek tarama hızlarında düşmesine neden olmaktadır (Zaghib, 2009).



**Şekil. 4.14.** Grafenin (rGO) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde alınan DV ölçümleri. **a)** [rGO]<sub>0</sub> = 4 mVs<sup>-1</sup>-60 mVs<sup>-1</sup>, **b)** [rGO]<sub>0</sub> = 80 mVs<sup>-1</sup>-1000 mVs<sup>-1</sup>, **c)** [rGO]<sub>0</sub> = 4 mVs<sup>-1</sup>-1000 mVs<sup>-1</sup>.

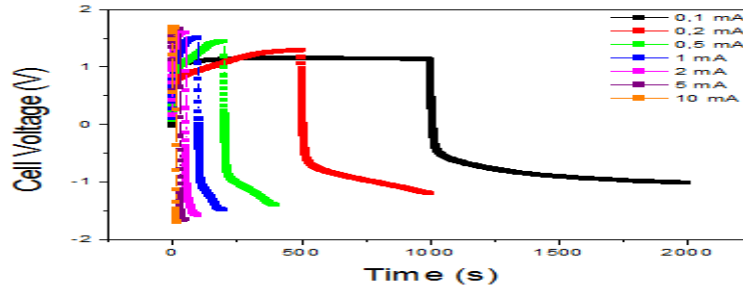
En yüksek enerji yoğunluğu  $E = 1.11 \text{ Whkg}^{-1}$  olarak 1000 mVs<sup>-1</sup> tarama hızında elde edilirken, en yüksek güç yoğunluğu  $P = 8161.74 \text{ Wkg}^{-1}$  olarak yine 1000 mVs<sup>-1</sup> tarama hızında DV analiz sonuçlarına göre elde edilmiştir (Şekil 4.15).



**Şekil. 4.15.** Grafenin (rGO) Enerji ve Güç grafiği.

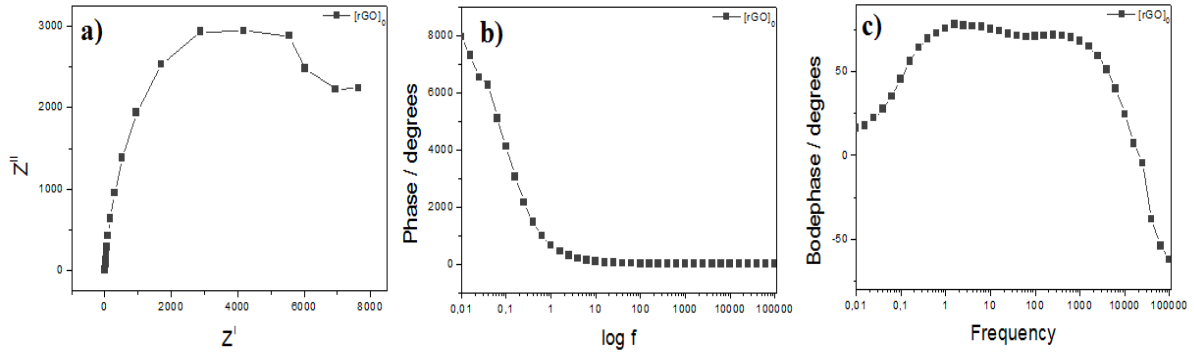
#### 4.2.6. Grafen (rGO) CC analizi

Galvanostatik yükleme / boşalma eğrilerinden elde edilen sabit akımdaki kapasitans sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp} = 2.01 \text{ Fg}^{-1}$  ile 0.1 mA sabit akımda elde edilmiştir (Şekil 4.16).



**Şekil. 4.16.** Grafenin (rGO) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde alınan CC ölçümleri. [rGO]<sub>0</sub> = 0,1 mA, 0,2 mA, 0,5 mA, 1 mA, 2 mA, 5 mA, 10 mA.

#### 4.2.7. Grafen (rGO) EES analizi



**Şekil. 4.17.** Grafenin (rGO) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü. **a)** Nyquist grafiği, **b)** Bode-Magnitute grafiği, **c)** Bode-Faz grafiği.

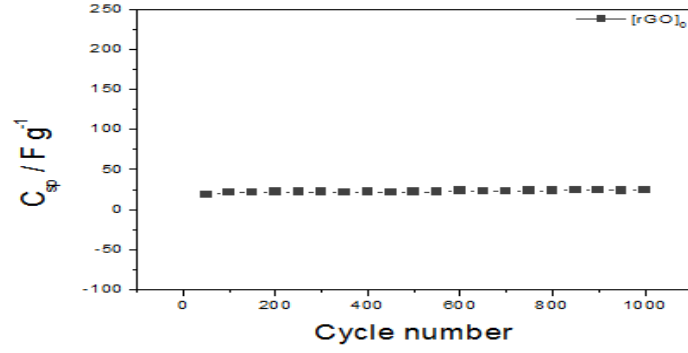
rGO’nun Nyquist grafiğinden elde edilen spesifik kapasitans değeri  $C_{sp}=7.08$  mF elde edilirken Bode-magnitude grafiğinden elde edilen çift katmanlı kapasitans değeri  $C_{dl}=2.66$  mF elde edilmiştir. rGO’nun Bode-faz grafiğinden ise en yüksek faz açısı  $\Theta= 78.59^\circ$  (1.58 Hz frekansta) elde edilmiştir (Şekil 4.17 ve Tablo 4.5).

**Tablo. 4.5.** Grafen Oksitin (GO) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü sonuçları.

Malzeme	$C_{sp}$ / mF	$C_{dl}$ / mF	$\Theta$ (Faz Açısı)/Derece
Grafen (rGO)	7.08	2.66	78.59° (1.58 Hz)

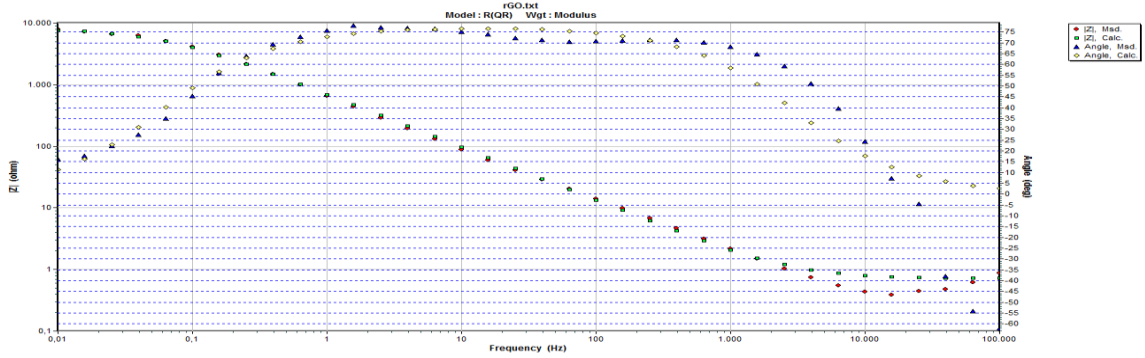
#### 4.2.8. Grafen (rGO) Stabilite analizi

Stabilite ölçümleri 100 mVs<sup>-1</sup> tarama hızında DV yöntemi ile her 50 döngü sonrası Denklem 1 kullanılarak 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 2 elektrotlu süperkapasitör cihaz kullanılarak elde edildi. 1000 döngü sonrası rGO’nun spesifik kapasitansında bir düşüş olmadığı tespit edilmiştir (Şekil 4.18).



Şekil. 4.18. Grafenin (rGO) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 100 mVs<sup>-1</sup> tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.

#### 4.2.9. Grafen (rGO) Devre analizi



Şekil. 4.19. rGO devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.

rGO'ye ait teorik ve deneysel veriler R(QR) Randles devresinde simule edilmiştir (Şekil 4.19). Bode-magnitude grafiği (Şekil 4.19) göstermiştir ki, teorik ve deneysel veriler çok iyi fit etmektedir. Devre parametrelerine göre çözelti direnci  $R_1 = 0.7114 \Omega$ , sabit faz elemanı  $CPE = 0.0002889$  ve  $n = 0.8633$  elde edilirken, yük transfer direnci  $R_2 = 8143 \Omega$  dur. Devre tespitinde en düşük  $\lambda^2$  değeri ve % hata baz alınarak en az 100 değişik devre arasından seçilmiştir (Tablo 4.6). GO ile karşılaştırdığımızda, çözelti direnci ( $R_1$ ) ve  $n$  değerleri düşmüştür.

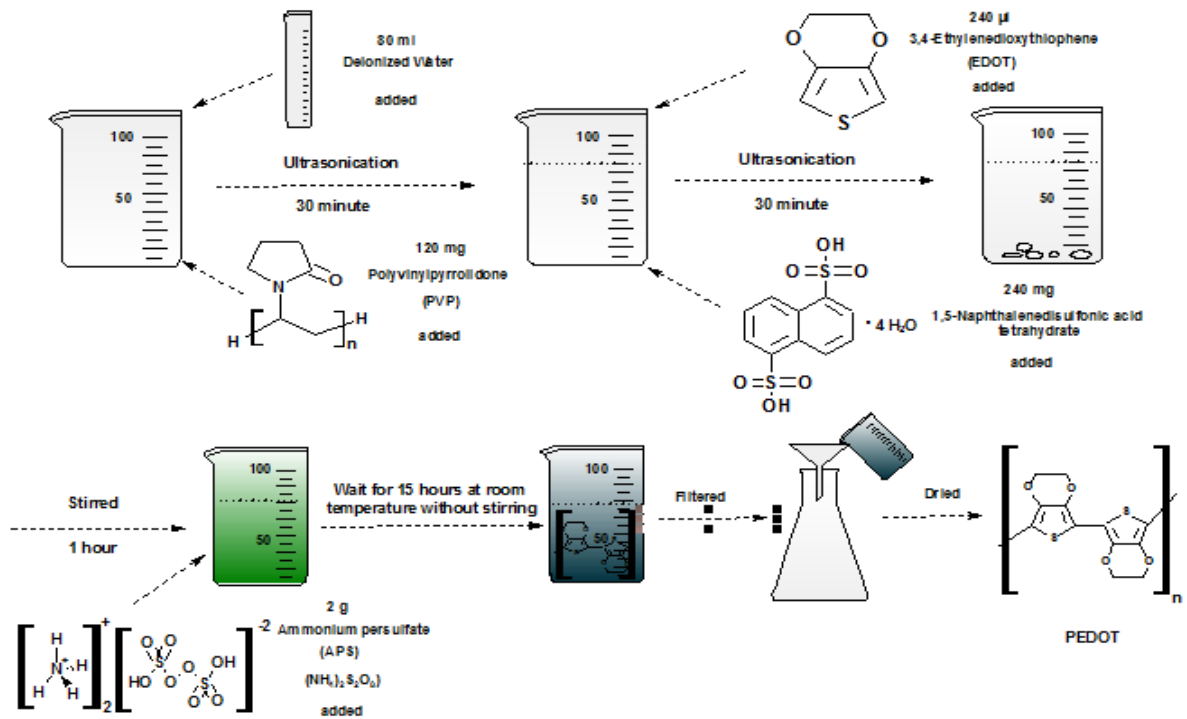
Tablo. 4.6. Grafen Oksitin (GO) Devre ölçümünün sonuçları.

Malzeme	$R_1$ (ohm)	CPE	Freq. Power, n	$R_2$ (ohm)
Grafen (rGO)	0.7114	0.0002889	0.8633	8143

### 4.3. PEDOT Sentezi ve Karakterizasyonu

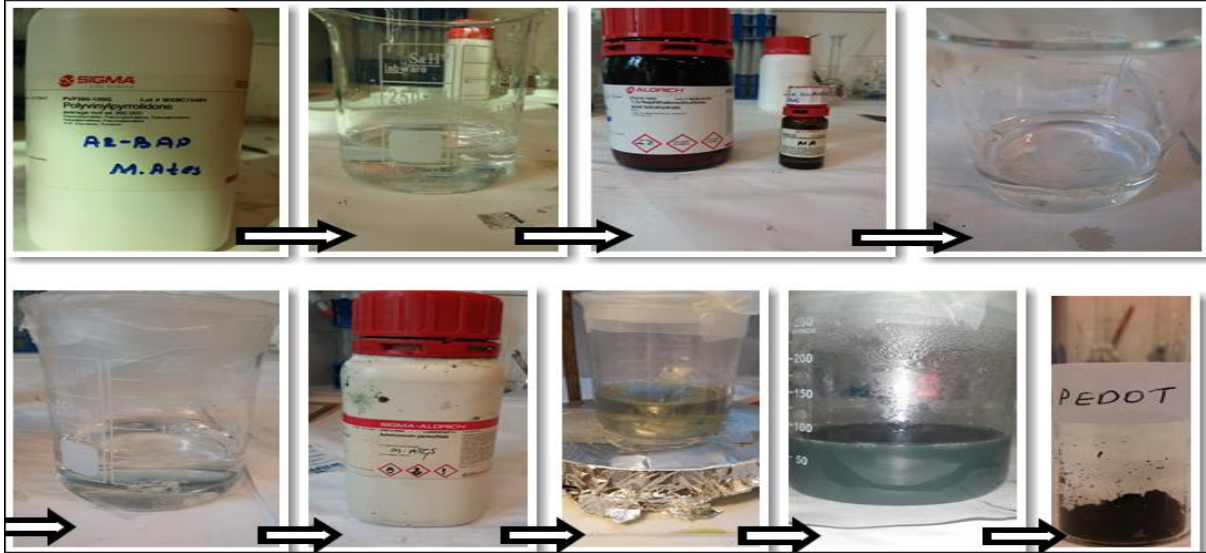
#### 4.3.1. PEDOT Sentezi

Polivinilpirolidon (PVP, 30 mg) 20 ml deiyonize suya 250 ml flask içinde konular ve 30 dakika ultrasonikasyon cihazı ile dispers edilir. EDOT monomeri (60 µl, 80 mg) ve naftalen-1, 5-disulfonik asit tetrahydrate (60 mg) flaskın içine eklenerek 30 dakika karıştırılır. Amonyum persülfat (APS, 500 mg) flaska eklenerek karıştırılır. Polimerizasyon 15 saat süresince oda sıcaklığında gerçekleştirilir. Sonuçta katı halde PEDOT selüloz ester membran ile süzülerek, 60 °C de 12 saat süreyle vakum altında kurutma işlemi sonucu elde edilir. PEDOT'tan 5 mg/ml alınarak ultrasonikasyonda dispers edilerek grafen ile birleştirme için kullanılacaktır (Chen, 2014).



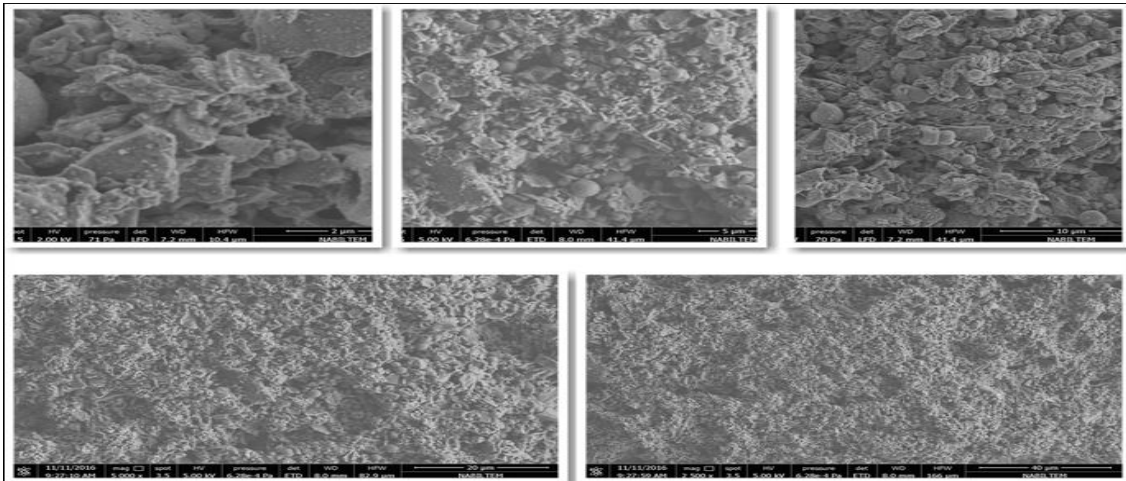
Şekil. 4.20. PEDOT'ın aktif malzeme sentez basamakları.





Şekil. 4.21. PEDOT'ın aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamaların fotoğrafları.

#### 4.3.2. PEDOT SEM analizi



Şekil. 4.22. PEDOT'ın SEM görüntüleri.

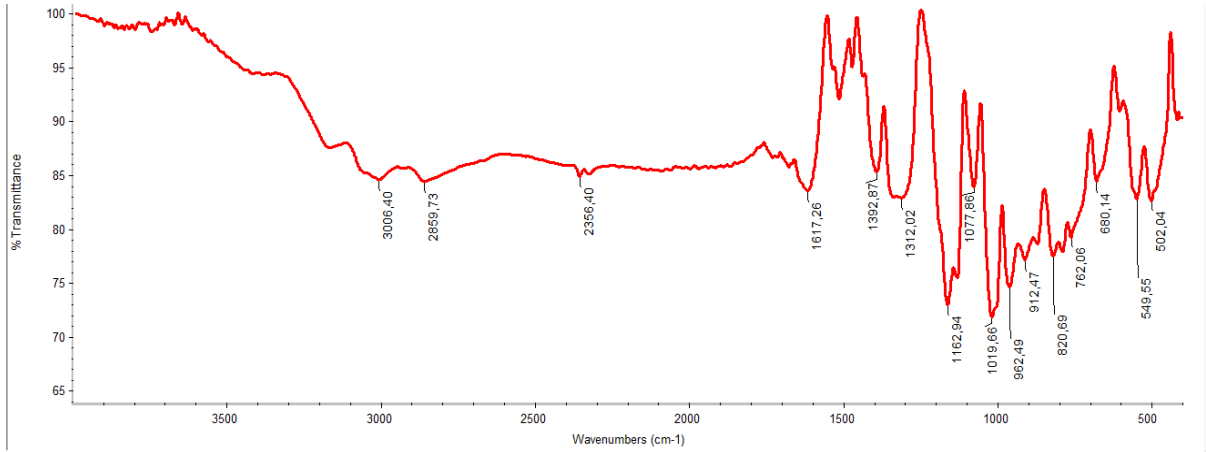
PEDOT filmler porlu nano-yapılara sahiptirler. Kimyasal polimerleşme ile homojen bir film yapısı elde edilmiştir.

#### 4.3.3. PEDOT EDX analizi

Tablo. 4.7. PEDOT'ın EDX ölçümünün sonuçları.

Element	Wt %
C	6.11
O	59.01
S	34.88

#### 4.3.4. PEDOT FTIR-ATR analizi

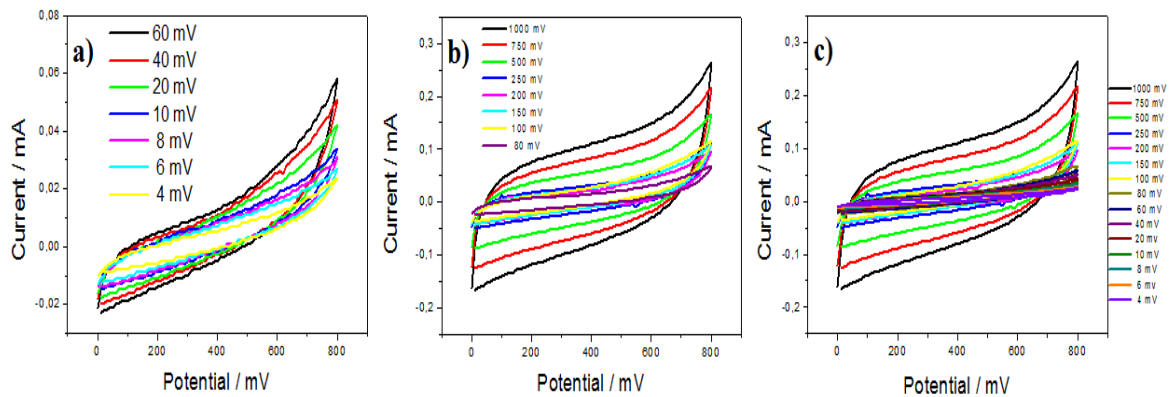


Şekil. 4.23. PEDOT'ın FTIR-ATR görüntüsü.

PEDOT'ın FTIR-ATR analizinde  $3006\text{ cm}^{-1}$  deki pik tiyofen halkasındaki C-H str,  $1617\text{ cm}^{-1}$  deki pik C=C,  $1392\text{ cm}^{-1}$  deki pik tiyofen halkasındaki C-C str,  $1162$  ve  $1019\text{ cm}^{-1}$  deki pikler etilen oksit birimi içindeki C-O-C str vibrasyonunu göstermektedir (Liu, 2016).

#### 4.3.5. PEDOT DV analizi

PEDOT'ın DV analiz sonuçlarına göre denklem 1 kullanılarak spesifik kapasitans değerlerine göre  $4\text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $C_{sp}= 65.56\text{ Fg}^{-1}$  elde edilmiştir.  $100\text{ mVs}^{-1}$  deki  $C_{sp}= 9.44\text{ Fg}^{-1}$  elde edilirken  $1000\text{ mVs}^{-1}$  de  $C_{sp}= 4.45\text{ Fg}^{-1}$  hesaplanmıştır (Şekil 4.24). Süperkapasitör cihaz ölçümleri sonrası elektro-aktif malzemesinin toplanıp, kurutulup, tartılması sonrası  $20.4\text{ mg}$  ağırlık tespiti yapılmıştır.

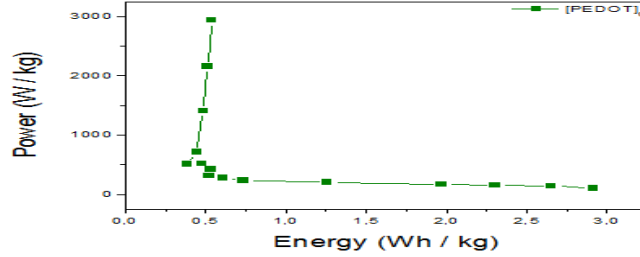


Şekil.4.24. PEDOT'ın  $1\text{ M H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.

- a) Tarama hızı:  $4\text{ mVs}^{-1}$  -  $60\text{ mVs}^{-1}$ , b) Tarama hızı:  $80\text{ mVs}^{-1}$  -  $1000\text{ mVs}^{-1}$ ,  
c) Tarama hızı:  $4\text{ mVs}^{-1}$  -  $1000\text{ mVs}^{-1}$ .

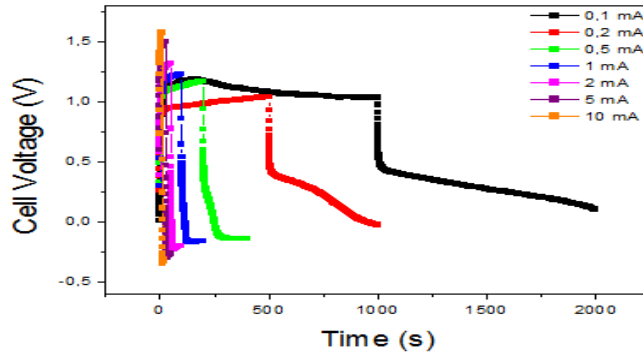


PEDOT'ın Ragon grafiği analizlerine göre en yüksek enerji yoğunluğu  $4 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $E= 2.91 \text{ Whkg}^{-1}$  olarak elde edilirken, en yüksek güç yoğunluğu ise  $1000 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $P=2939.7 \text{ Wkg}^{-1}$  olarak hesaplanmıştır (Şekil 4.25).



Şekil. 4.25. PEDOT'ın Enerji ve Güç grafiği.

#### 4.3.6. PEDOT CC analizi

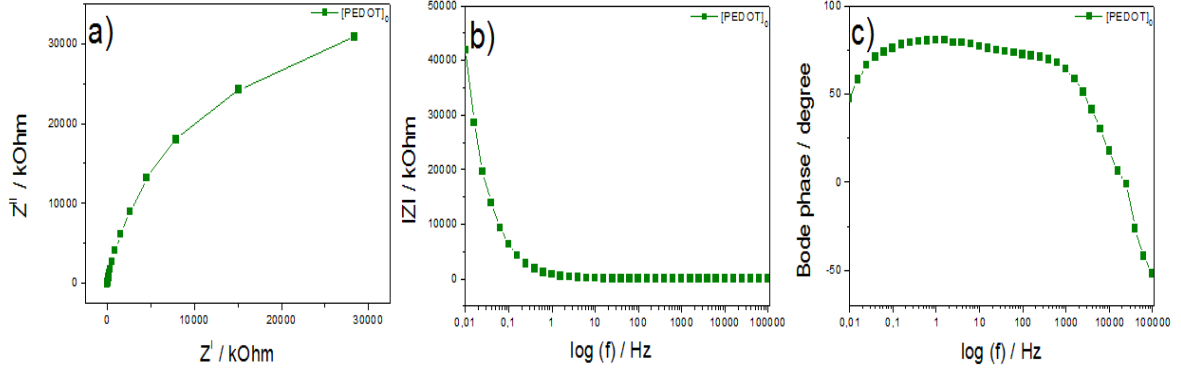


Şekil. 4.26. PEDOT'ın  $1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde alınan CC ölçümleri. PEDOT için  $0.1 \text{ mA}$ ,  $0.2 \text{ mA}$ ,  $0.5 \text{ mA}$ ,  $1 \text{ mA}$ ,  $2 \text{ mA}$ ,  $5 \text{ mA}$ ,  $10 \text{ mA}$ .

Galvanostatik yükleme/boşalma eğrilerinden elde edilen sabit akımdaki kapasitans sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp}= 8.98 \text{ Fg}^{-1}$  ile  $0.1 \text{ mA}$  sabit akımda elde edilmiştir (Şekil 4.26).

#### 4.3.7. PEDOT EES analizi

PEDOT'ın Nyquist grafiğinden elde edilen spesifik kapasitans değeri  $C_{sp}=0.51 \text{ mF}$  elde edilirken Bode-magnitude grafiğinden elde edilen çift katmanlı kapasitans değeri  $C_{dl}=2.93 \text{ mF}$  elde edilmiştir. PEDOT'ın Bode-faz grafiğinden ise en yüksek faz açısı  $\Theta= 81.8^\circ$  ( $0.777 \text{ Hz}$  frekansta) elde edilmiştir (Şekil 4.27 ve Tablo 4.8).



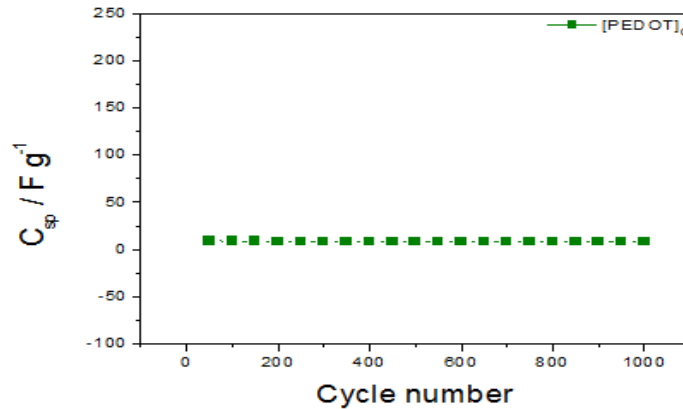
**Şekil.4.27.** PEDOT 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü. a)Nyquist grafiği, b) Bode-magnitute grafiği, c) Bode-faz grafiği.

**Tablo. 4.8.** PEDOT’ın 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü sonuçları.

Malzeme	C <sub>sp</sub>	C <sub>d1</sub>	⊖ (Faz Açısı)/Derece
PEDOT	0.51	2.93	81.8 <sup>0</sup> (0.777 Hz)

#### 4.3.8. PEDOT Stabilite analizi

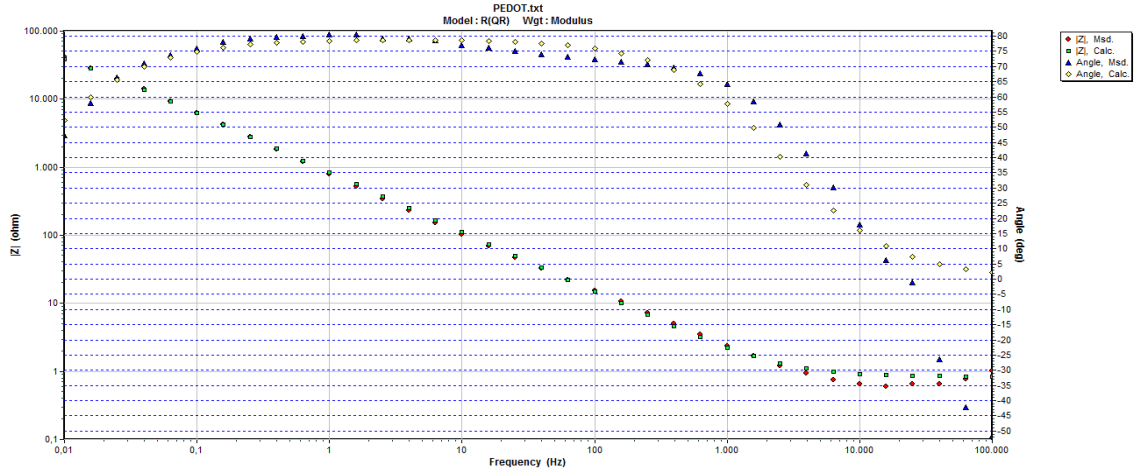
Stabilite ölçümleri 100 mVs<sup>-1</sup> tarama hızında DV yöntemi ile her 50 döngü sonrası Denklem 1 kullanılarak 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 2 elektrotlu süperkapasitör cihaz kullanılarak elde edildi. 1000 döngü sonrası PEDOT’ın spesifik kapasitansında bir düşüş olmadığı tespit edilmiştir (Şekil 4.28).



**Şekil. 4.28.** PEDOT 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 100 mVs<sup>-1</sup> tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.

#### 4.3.9. PEDOT Devre analizi

PEDOT'a ait teorik ve deneysel veriler R(QR) Randles devresinde simule edilmiştir (Şekil 4.29). Bode-magnitude grafiği (Şekil 4.29) göstermiştir ki, teorik ve deneysel veriler çok iyi fit etmektedir. Devre parametrelerine göre çözelti direnci  $R_1 = 0.8349 \Omega$ , sabit faz elemanı  $CPE = 0.0002368$  ve  $n = 0.8786$  elde edilirken, yük transfer direnci  $R_2 = 8.388 \times 10^{-4} \Omega$  dur. Devre tespitinde en düşük  $\lambda^2$  değeri ve % hata baz alınarak en az 100 değişik devre arasından seçilmiştir (Tablo 4.9).



Şekil. 4.29. PEDOT devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.

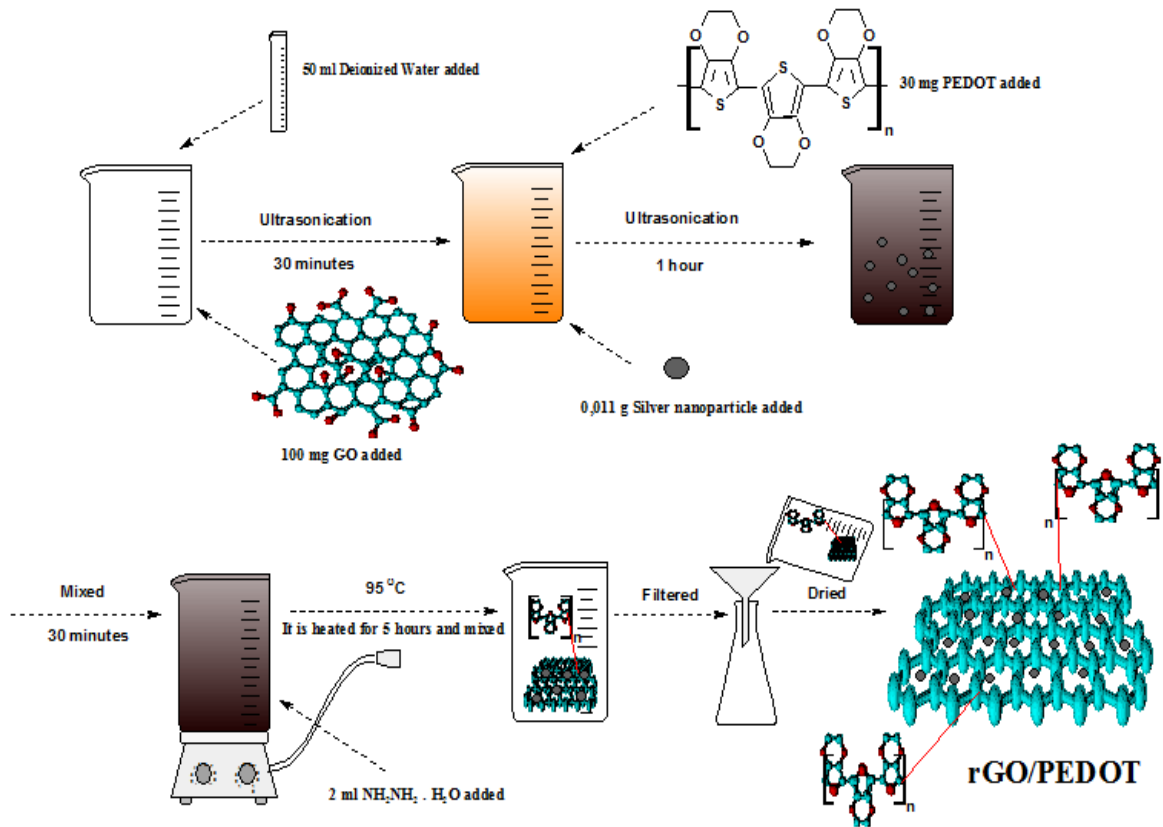
Tablo.4.9. PEDOT Devre ölçümünün sonuçları.

Malzeme	$R_1$ (ohm)	CPE	Freq. Power, n	$R_2$ (ohm)
PEDOT	0.8349	0.0002368	0.8786	$8.388 \times 10^{-4}$

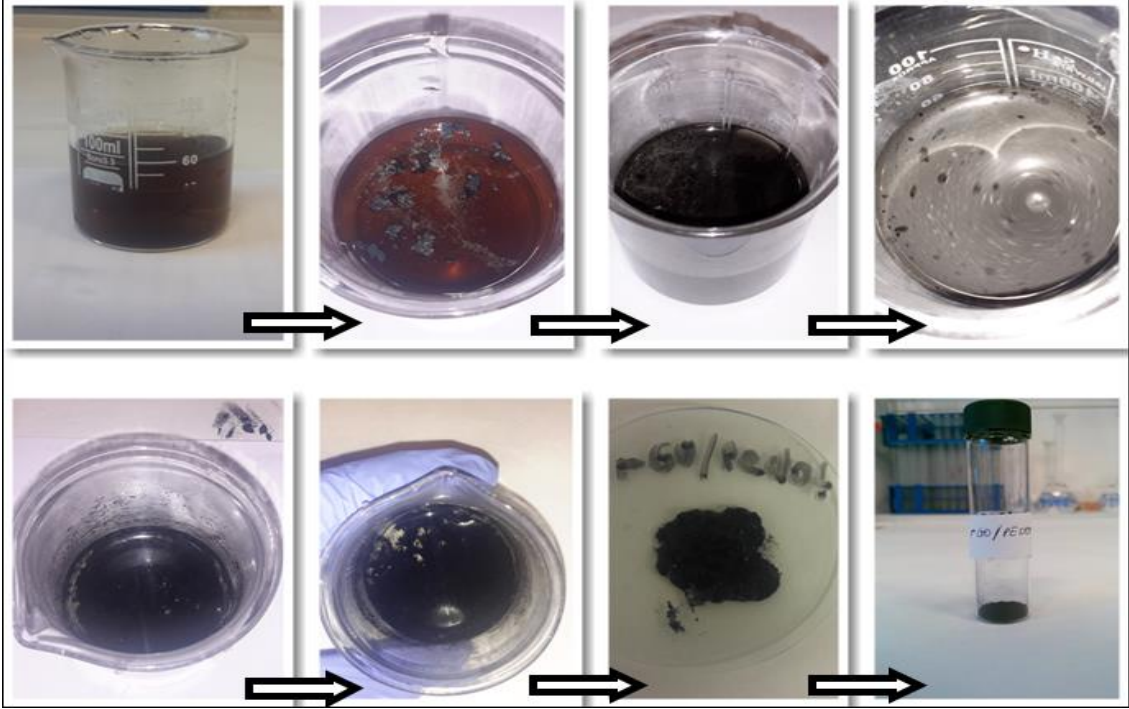
#### 4.4. rGO/Ag/PEDOT Sentezi ve Karakterizasyonu

##### 4.4.1. rGO/Ag/PEDOT Sentezi

Nanokompozit grafen oksidin hidrazin ile indirgemesi ve PEDOT ile birleşimi sonucu hazırlanacaktır. GO dispers edilmiş (0.5 mg/ml, 200 ml) bir flaska konulur sonra (5 mg/ml, 6 ml) PEDOT ve 0.011 g Ag nanopartikül ile dispers edilerek eklenir. Ag nanopartikül kullanımının amacı iletkenliği arttırmak ve grafen tabakalarında daha homojen bir polimer matrisi oluşmasını sağlamaktır. Buna bağlı olarak kapasitif performans değerlerinde daha yüksek spesifik kapasitans, enerji ve güç yoğunluğu elde edilmesi hedeflenmektedir. Karışım 30 dakika karıştırılır ve 1 saat ultrasonikasyon işlemi uygulanır. Sonra, hidrazin çözeltisi karışıma eklenir ve 95 °C de karışım 5 saat süreyle karıştırılarak ısıtılır. Sonuçta, katı ürün selüloz ester membranı ile süzülerek 70 °C de 24 saat süreyle vakum etüvünde kurutulur (Yang, 2012).

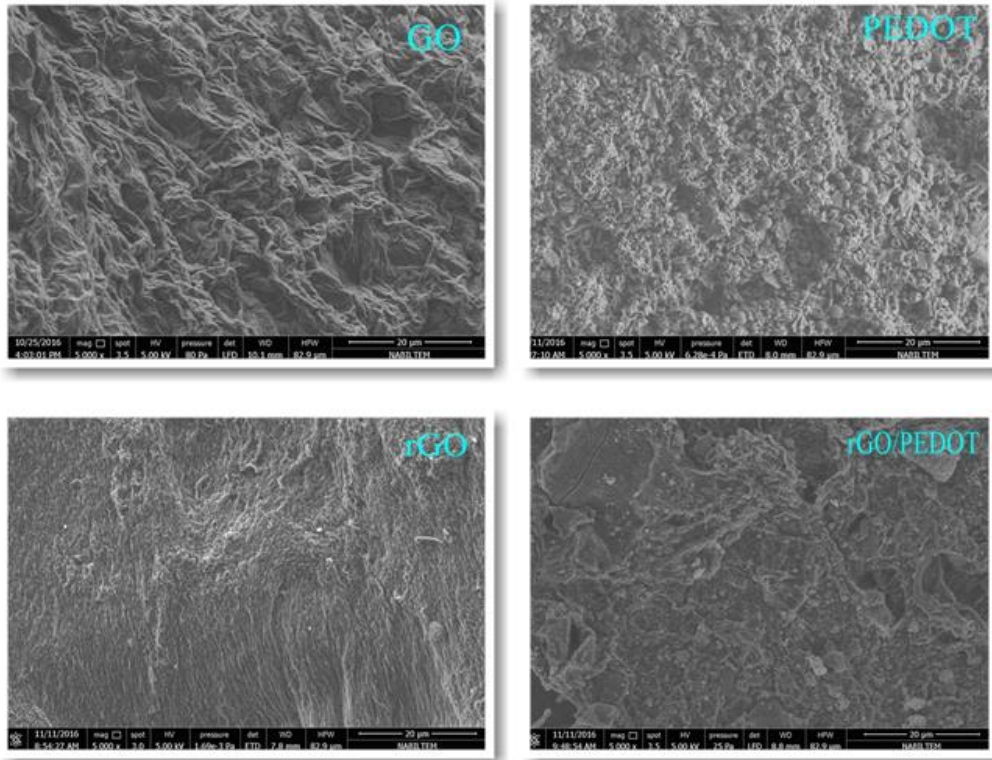


Şekil. 4.30. rGO/Ag/PEDOT'ın aktif malzeme sentez basamakları.

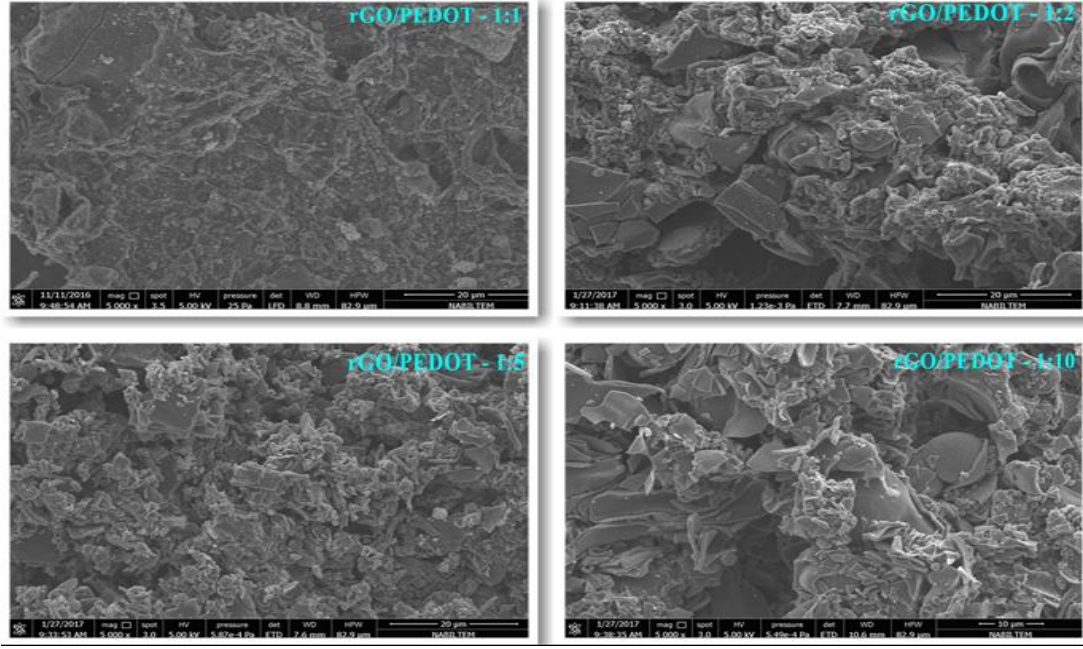


Şekil. 4.31. rGO/Ag/PEDOT'ın aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamaların fotoğrafları.

#### 4.4.2. rGO/Ag/PEDOT SEM analizi



Şekil. 4.32. rGO, GO, PEDOT ve rGO/Ag/PEDOT'ın toplu SEM görüntüleri.



**Şekil. 4.33.** rGO/Ag/PEDOT'ın farklı ( $[GO]_0/[EDOT]_0=1:1; 1:2; 1:5; 1:10$ ) oranlarında SEM görüntüleri.

GO, PEDOT, rGO ve rGO/Ag/PEDOT nanokompozitlerinin yüzey morfolojisi SEM analizleri ile görüntülendi (Şekil 4.32 & 4.33). SEM görüntülerinden anlaşılmaktadır ki, PEDOT grafen yüzeyinin üzerine kimyasal yöntemle biriktirilmiştir. SEM görüntülerinden granül yapıda iç içe network bir görünüm söz konusudur. Nanokompozitin yüzey görüntülerinden PEDOT'ın yüzeye kaplandığı ve rGO tabakalarının kırışık/buruşuk bir görüntüye sahip olduğu görülmektedir.

#### 4.4.3. rGO/Ag/PEDOT EDX analizi

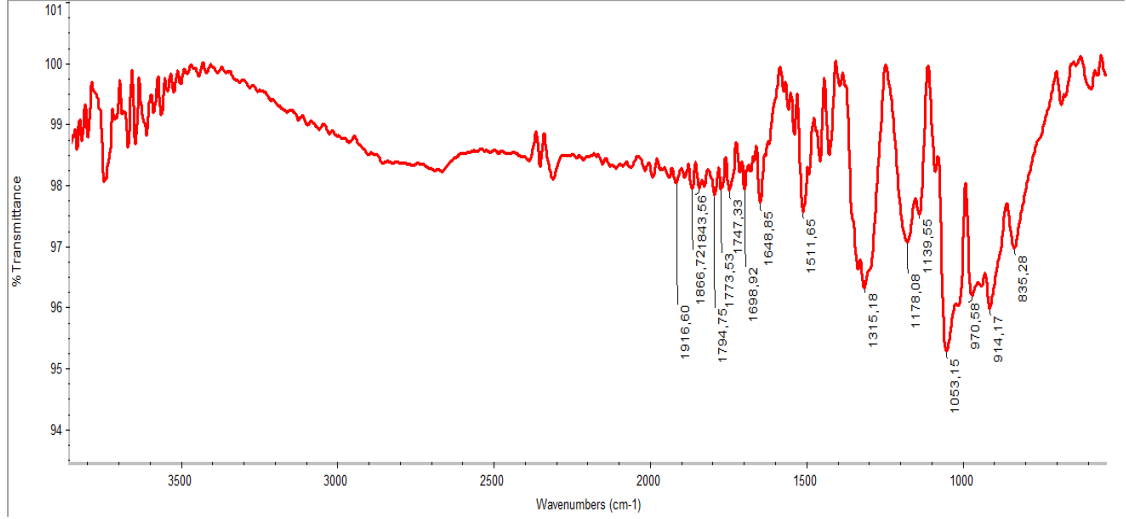
**Tablo. 4.10.** GO, rGO, PEDOT,  $[GO]_0/[EDOT]_0=1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ ; EDX sonuçları.

WT %							
ELEMENT	GO	rGO	PEDOT	1/1	1/2	1/5	1/10
C	22.05	52.64	6.11	20.20	15.51	16.60	4.66
N	3.38	-	-	3.64	3.19	1.87	0.99
O	73.65	47.36	59.01	42.11	49.03	49.43	15.86
S	0.93	-	34.88	10.57	16.49	21.53	52.60
Ag	-	-	-	23.47	15.78	10.57	25.90



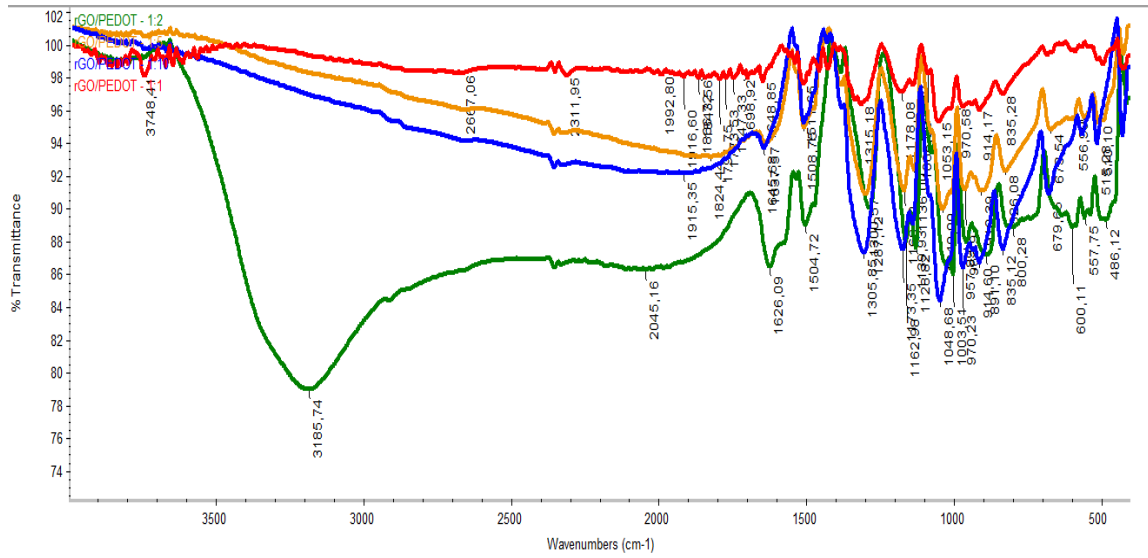
rGO/Ag/PEDOT nanokompozitlerinin farklı başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında EDX analiz sonuçları incelendiğinde kompozit malzemenin içinde gerekli olan elementlerin ağırlıkça %'leri görülmektedir (Tablo 4.10).

#### 4.4.4. rGO/Ag/PEDOT FT-IR analizi

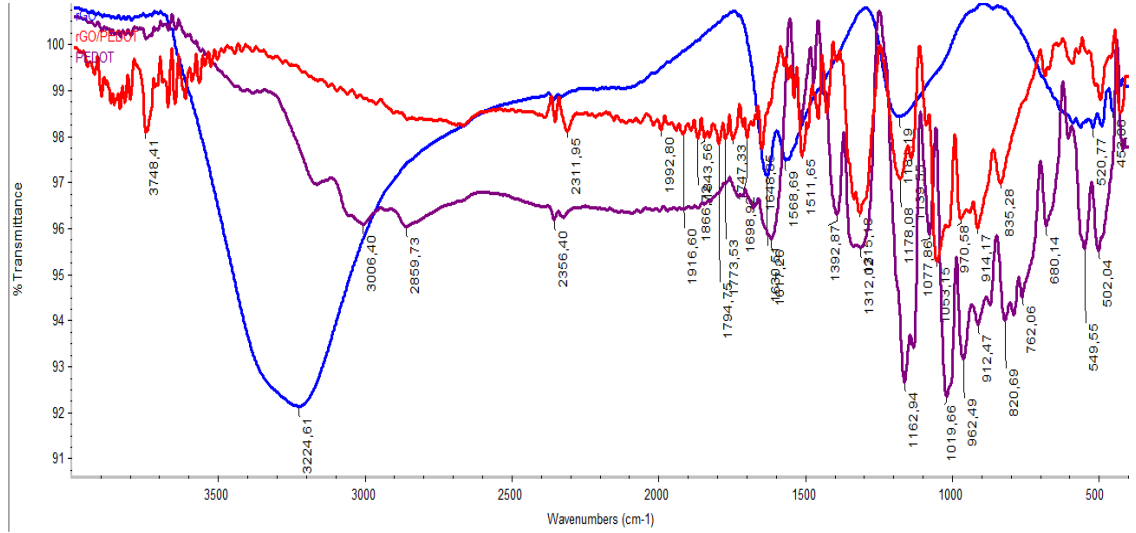


Şekil. 4.34. rGO/Ag/PEDOT'ın FTIR-ATR görüntüsü.

1773 ve 1794  $\text{cm}^{-1}$  deki pikler ile 1315  $\text{cm}^{-1}$  deki pikler C=O str karboksil ve keton ile O-H eğilmesi karboksil ve karbonil ile 1402  $\text{cm}^{-1}$  de C-O str karbonil ile 1178  $\text{cm}^{-1}$  deki pik epoksi halkasından kaynaklanmaktadır. 1698  $\text{cm}^{-1}$  deki pik C=O ile C=C pikleridir (Guadarrama, 2004).

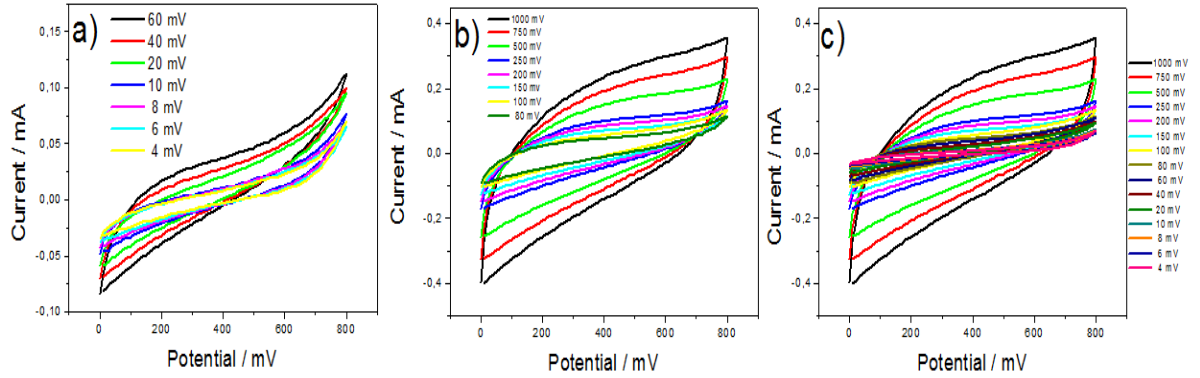


Şekil. 4.35. rGO/Ag/PEDOT'ın  $[\text{GO}]_0/[\text{EDOT}]_0 = 1:1; 1:2; 1:5; 1:10$ , FTIR-ATR görüntüleri.

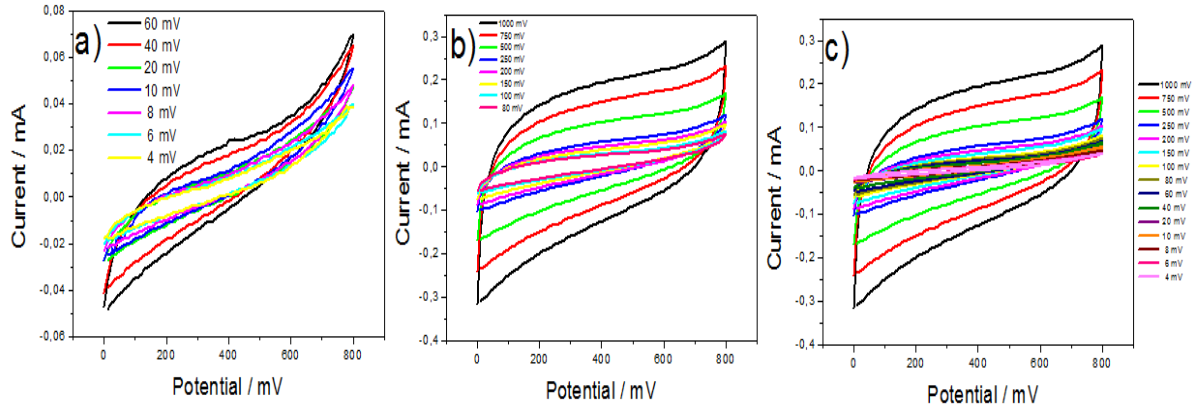


Şekil. 4.36. rGO, PEDOT ve rGO/PEDOT'ın toplu FT-IR görüntüleri.

#### 4.4.5. rGO/Ag/PEDOT CV analizi

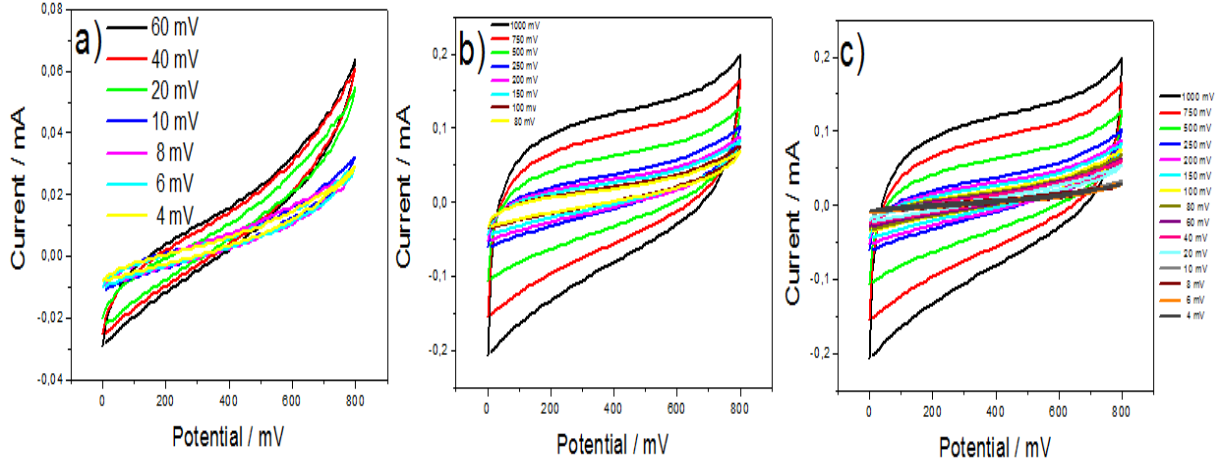


Şekil. 4.37.  $[GO]_0 / [EDOT]_0 = 1:1$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.  
a) Tarama hızı:  $4\ mVs^{-1}$ - $60\ mVs^{-1}$ , b) Tarama hızı:  $80\ mVs^{-1}$ - $1000\ mVs^{-1}$ ,  
c) Tarama hızı:  $4\ mVs^{-1}$ - $1000\ mVs^{-1}$ .

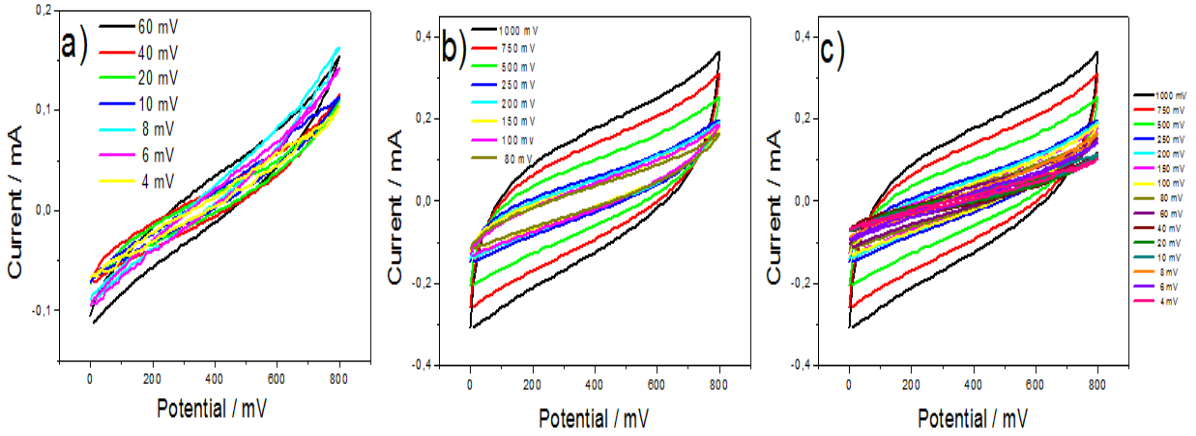


Şekil. 4.38.  $[GO]_0 / [EDOT]_0 = 1:2$  1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.  
a) Tarama hızı:  $4\ mVs^{-1}$ - $60\ mVs^{-1}$ , b) Tarama hızı:  $80\ mVs^{-1}$ - $1000\ mVs^{-1}$ ,  
c) Tarama hızı:  $4\ mVs^{-1}$ - $1000\ mVs^{-1}$ .



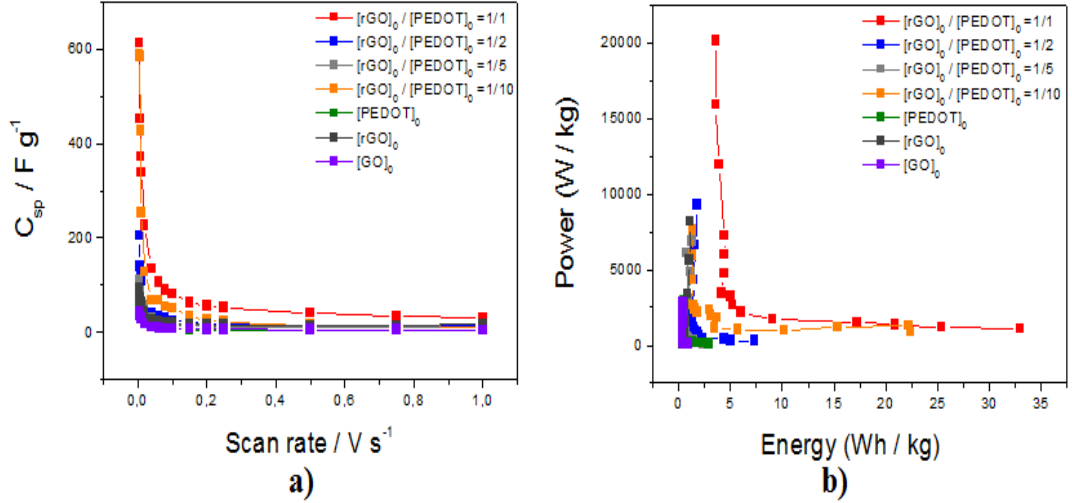


**Şekil. 4.39.**  $[GO]_0 / [EDOT]_0 = 1:5$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.  
**a)** Tarama hızı:  $4 \text{ mVs}^{-1}$ - $60 \text{ mVs}^{-1}$ , **b)** Tarama hızı:  $80 \text{ mVs}^{-1}$ - $1000 \text{ mVs}^{-1}$ ,  
**c)** Tarama hızı:  $4 \text{ mVs}^{-1}$ - $1000 \text{ mVs}^{-1}$ .



**Şekil. 4.40.**  $[GO]_0 / [EDOT]_0 = 1:10$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.  
**a)** Tarama hızı:  $4 \text{ mVs}^{-1}$ - $60 \text{ mVs}^{-1}$ , **b)** Tarama hızı:  $80 \text{ mVs}^{-1}$ - $1000 \text{ mVs}^{-1}$ ,  
**c)** Tarama hızı:  $4 \text{ mVs}^{-1}$ - $1000 \text{ mVs}^{-1}$ .

DV ile GO, rGO ve rGO/Ag/PEDOT nanokompozitinin  $[GO]_o/[EDOT]_o = 1/1, 1/2, 1/5$  ve  $1/10$  oranlarında 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisi içerisinde farklı tarama hızlarında (2, 4, 6, 8, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 150, 200, 500, 750 ve  $1000 \text{ mVs}^{-1}$ ) süperkapasitör cihaz ile 2 elektrotlu olarak ölçüm sonuçları Şekil 4.37 ile Şekil 4.40 arasında verilmiştir.

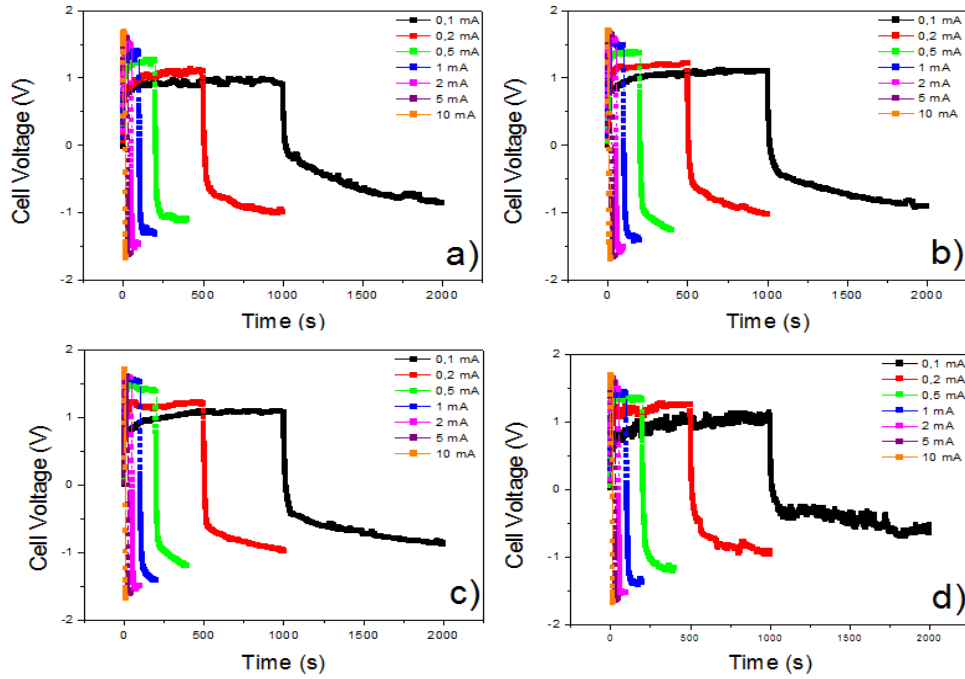


**Şekil. 4.41.** GO, rGO ve  $[GO]_0 / [EDOT]_0 = 1:1$  ,  $1:2$  ,  $1:5$  ,  $1:10$  ; **a)** DV metoduyla Tarama hızına karşı spesifik kapasitans performansı, **b)** Enerji yoğunluğu ve Güç yoğunluğu grafikleri.

Şekil 4.41 a ve b de ise DV ile elde edilen spesifik kapasitans sonuçları ile tarama hızı değişimi ve Ragon grafiği verilmiştir. DV analiz sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp} = 612.69 \text{ Fg}^{-1}$  ile rGO/Ag/PEDOT nanokompoziti için  $[GO]_0/[EDOT]_0 = 1/1$  oranında elde edilmiştir. Bu sonuçlar PEDOT'a göre  $C_{sp} = 65.56 \text{ Fg}^{-1}$ , rGO'a göre  $C_{sp} = 93.16 \text{ Fg}^{-1}$  ve GO'a göre  $C_{sp} = 45.16 \text{ Fg}^{-1}$  gibi oldukça yüksek değerlerdir. Diğer nanokompozit spesifik kapasitans sonuçları ise  $[GO]_0/[EDOT]_0 = 1/10$  için  $C_{sp} = 588.88 \text{ Fg}^{-1}$ ,  $[GO]_0/[EDOT]_0 = 1/2$  için  $C_{sp} = 203.91 \text{ Fg}^{-1}$ ,  $[GO]_0/[EDOT]_0 = 1/5$  için  $C_{sp} = 110.90 \text{ Fg}^{-1}$  olarak elde edilmiştir. Kullanılan pellet ağırlıkları ise nanokompozit için  $[GO]_0/[EDOT]_0 = 1/1$ ,  $1/2$ ,  $1/5$  ve  $1/10$  için sırasıyla 6, 11, 9.5 ve 13 mg dır.

En yüksek enerji yoğunluğu  $E = 32.94 \text{ Whkg}^{-1}$  ile  $4 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $[GO]_0/[EDOT]_0 = 1/1$  için elde edilirken en yüksek güç yoğunluğu ise  $P = 20133.3 \text{ Wkg}^{-1}$  ile yine  $[GO]_0/[EDOT]_0 = 1/1$  nanokompoziti için elde edilmiştir.

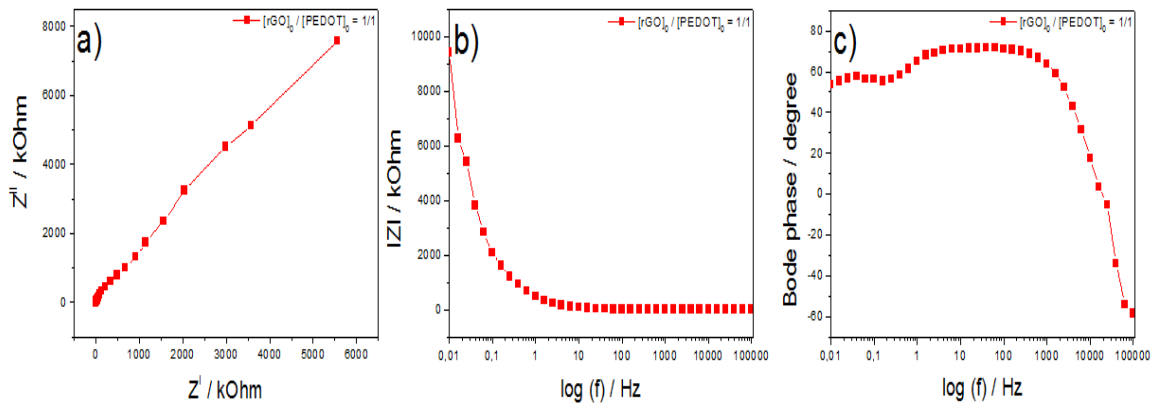
#### 4.4.6. rGO/Ag/PEDOT CC analizi



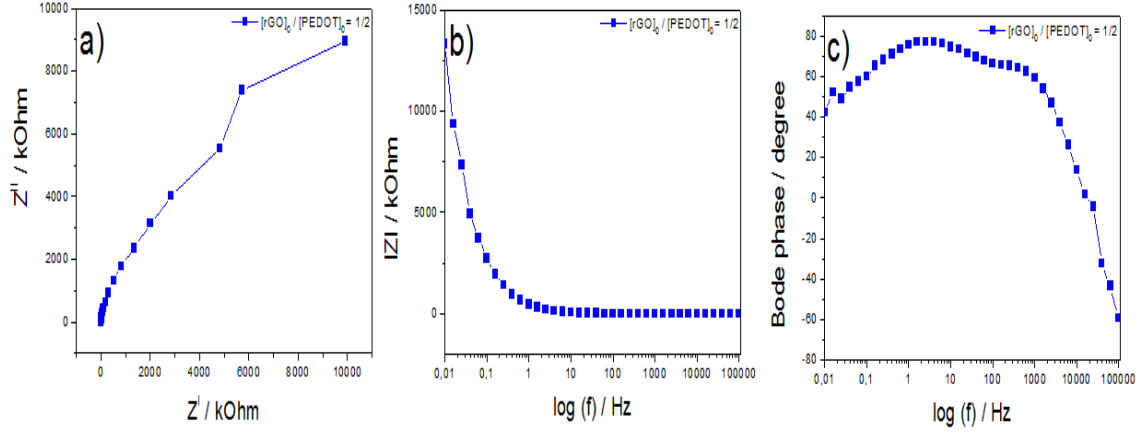
Şekil. 4.42. rGO/Ag/PEDOT'ın farklı oranlarda (1:1,1:2,1:5,1:10) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde CC ölçümleri. a) [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:1, b) [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:2 , c) [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:5, d) [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:10.

Galvanostatik yükleme/boşalma eğrilerinden elde edilen sabit akımdaki kapasitans sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp} = 9.90 \text{ Fg}^{-1}$  ile 0.1 mA sabit akımda [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:1 oranında elde edilmiştir (Şekil 4.42).

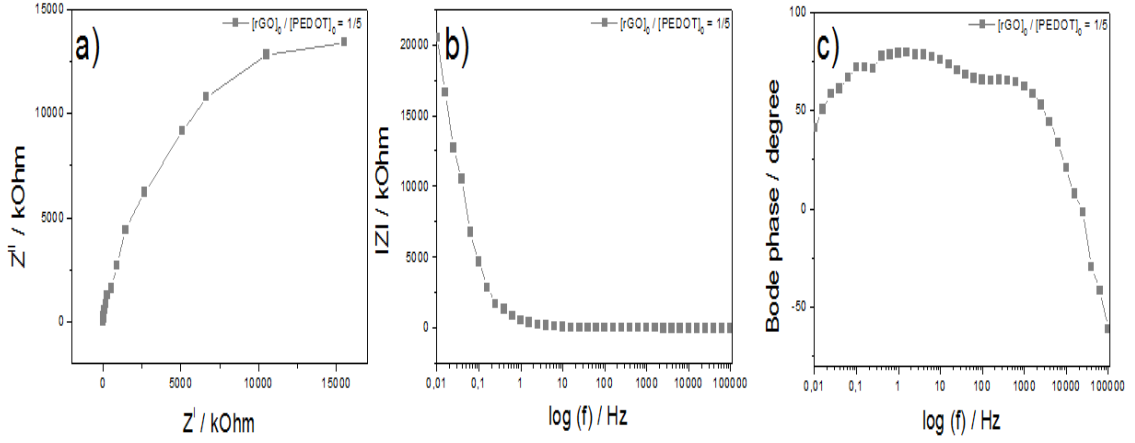
#### 4.4.7. rGO/Ag/PEDOT EES analizi



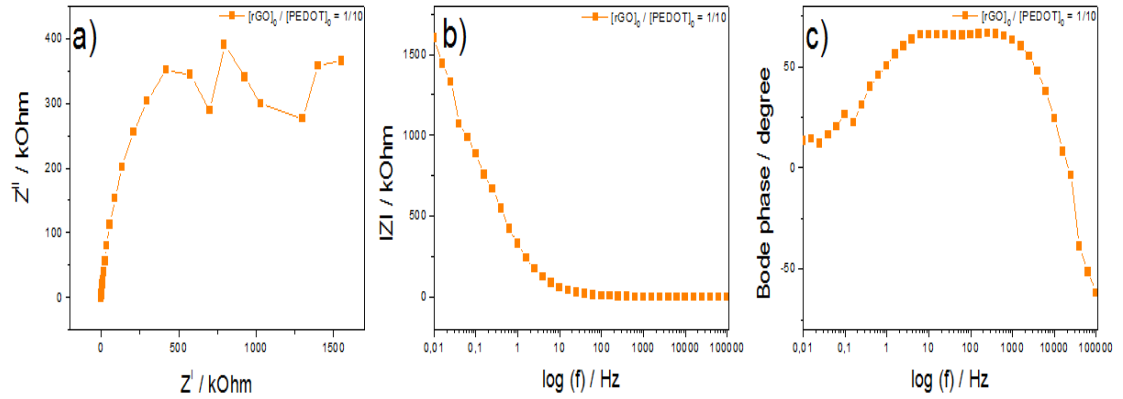
Şekil. 4.43. [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:1; 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a)Nyquist grafiği , b) Bode-magnitude grafiği , c) Bode-faz grafiği.



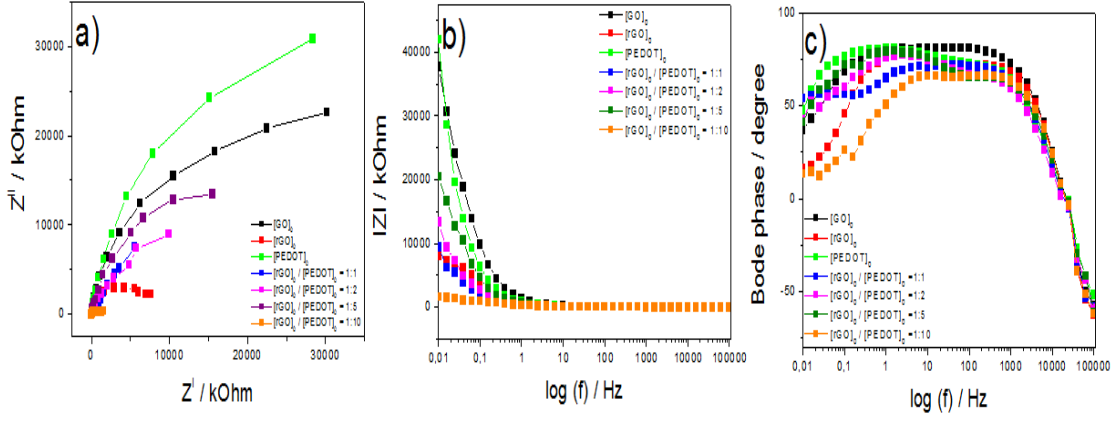
Şekil. 4.44. [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:2; 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz ‘de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitude grafiği , c) Bode-faz grafiği.



Şekil. 4.45. [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:5; 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz ‘de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitude grafiği, c) Bode-faz grafiği.



Şekil. 4.46. [GO]<sub>0</sub> / [EDOT]<sub>0</sub> =1:10; 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde 0.01-100.000 Hz ‘de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitude grafiği, c) Bode-faz grafiği.



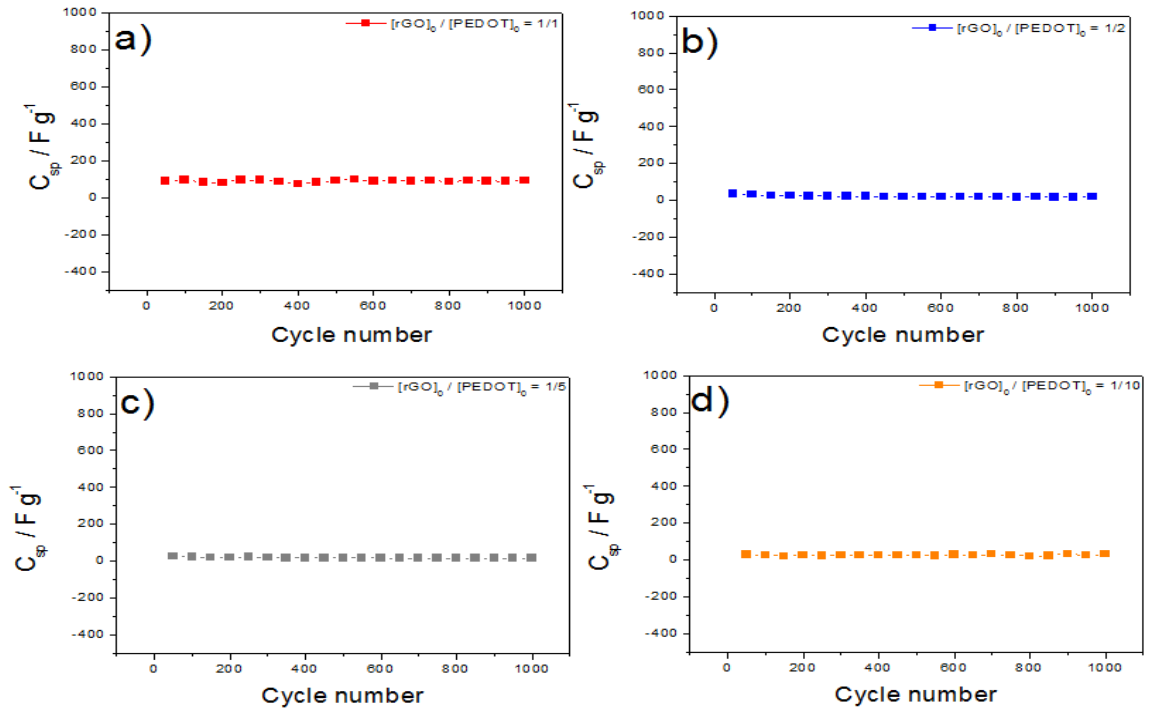
**Şekil. 4.47.**  $[GO]_o$ ,  $[rGO]_o$ ,  $[PEDOT]_o$ ,  $[GO]_o/[EDOT]_o=1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü. **a)** Nyquist grafiği, **b)** Bode-magnitude grafiği, **c)** Bode-faz grafiği.

**Tablo. 4.11.** GO, rGO, PEDOT,  $[GO]_o/[EDOT]_o=1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü sonuçları.

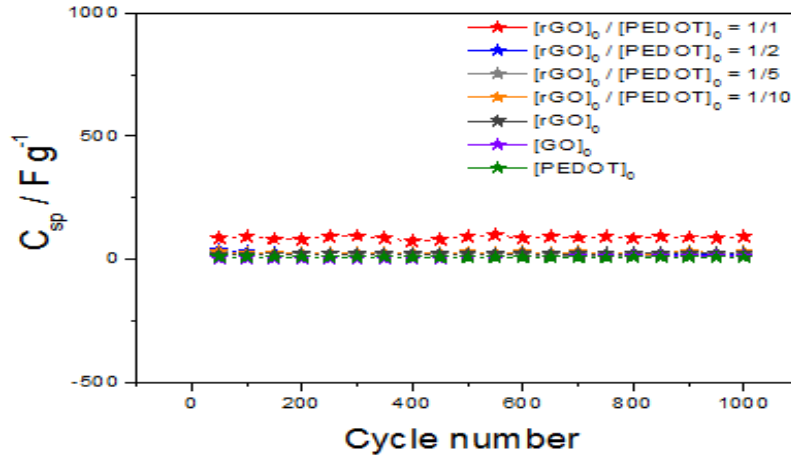
Malzemeler	$C_{sp} / F$	$C_{dl} / F$	$\Theta$ (Faz Açısı)/Derece
Grafen Oksit (GO)	0.698	0.915	$82.39^\circ$ (1.54 Hz)
Grafen (rGO)	7.08	2.66	$78.59^\circ$ (1.58 Hz)
PEDOT	0.51	2.93	$81.8^\circ$ (0.777 Hz)
$[GO]_o/[EDOT]_o=1:1$	2.09	2.34	$72.8^\circ$ (36.59 Hz)
$[GO]_o/[EDOT]_o=1:2$	1.79	5.54	$78.7^\circ$ (1.88 Hz)
$[GO]_o/[EDOT]_o=1:5$	1.19	1.68	$79.03^\circ$ (1.88 Hz)
$[GO]_o/[EDOT]_o=1:10$	43.48	3.30	$67.20^\circ$ (11.55 Hz)

rGO/Ag/PEDOT nanokompozitinin Nyquist grafiğinden elde edilen en yüksek spesifik kapasitans değeri  $C_{sp}= 43.48$  mF ile  $[GO]_o/[EDOT]_o= 1/10$  oranında elde edilirken Bode-magnitude grafiğinden elde edilen en yüksek çift katmanlı kapasitans değeri  $C_{dl}=5.54$  mF ile  $[GO]_o/[EDOT]_o= \frac{1}{2}$  oranında elde edilmiştir rGO/Ag/PEDOT’ın Bode-faz grafiğinden ise en yüksek faz açısı  $\Theta= 79.03^\circ$  (1.88 Hz frekansta) elde edilmiştir (Şekil 4.43-4.47 ve Tablo 4.11).

#### 4.4.8. rGO/Ag/PEDOT Stabilite analizi



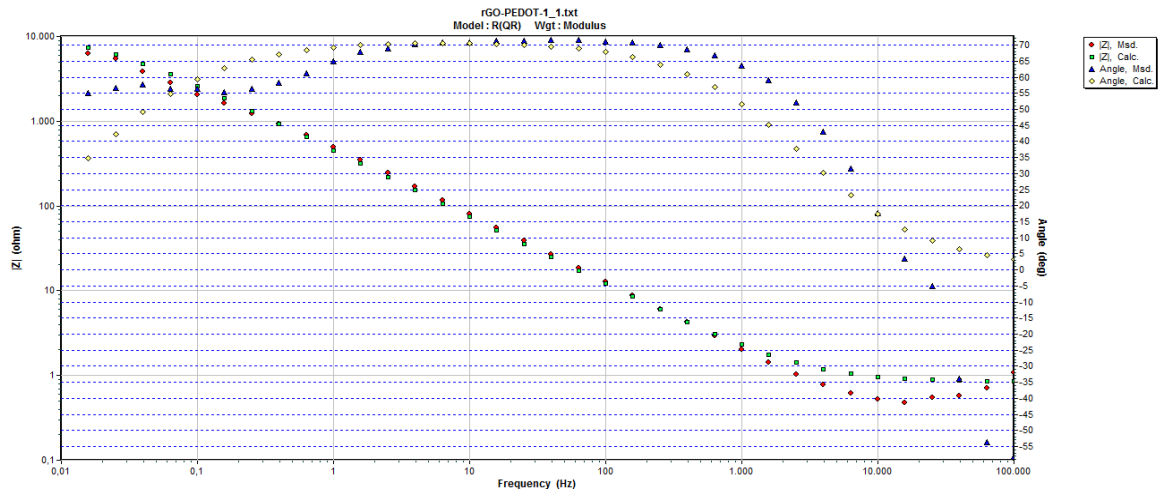
Şekil. 4.48.  $[GO]_0 / [EDOT]_0 = 1:1, 1:2, 1:5, 1:10, 1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde  $100 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.



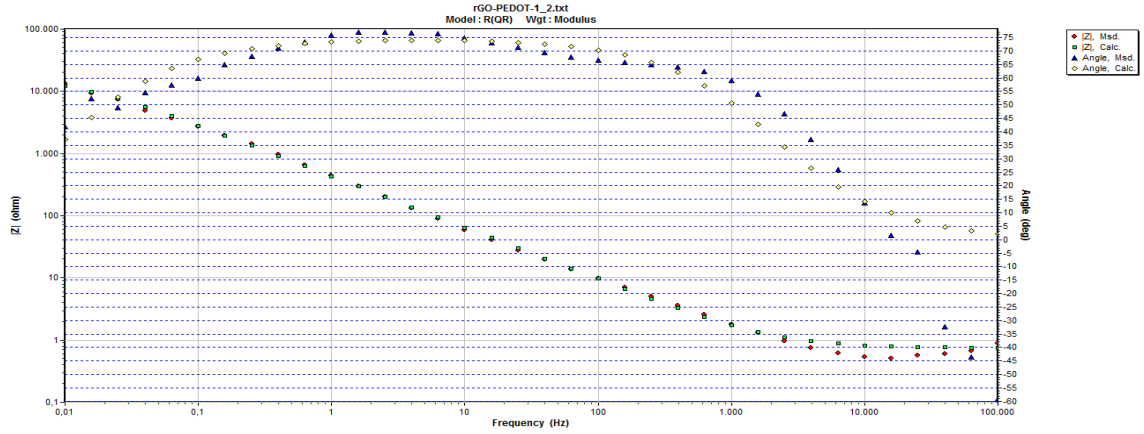
Şekil. 4.49. GO, rGO, PEDOT,  $[GO]_0 / [EDOT]_0 = 1:1, 1:2, 1:5, 1:10, 1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde  $100 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.

Stabilite ölçümleri  $100 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında DV yöntemi ile her 50 döngü sonrası Denklem 1 kullanılarak  $1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde 2 elektrotlu süperkapasitör cihaz kullanılarak elde edildi. 1000 döngü sonrası rGO/Ag/PEDOT nanokompozitinde spesifik kapasitansında bir düşüş olmadığı tespit edilmiştir (Şekil 4.48 & 4.49).

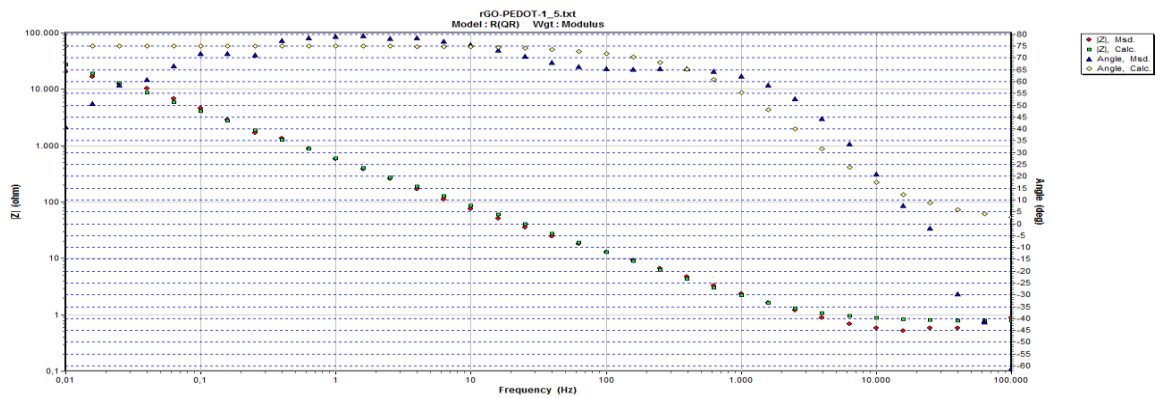
#### 4.4.9. rGO/Ag/PEDOT Devre analizi



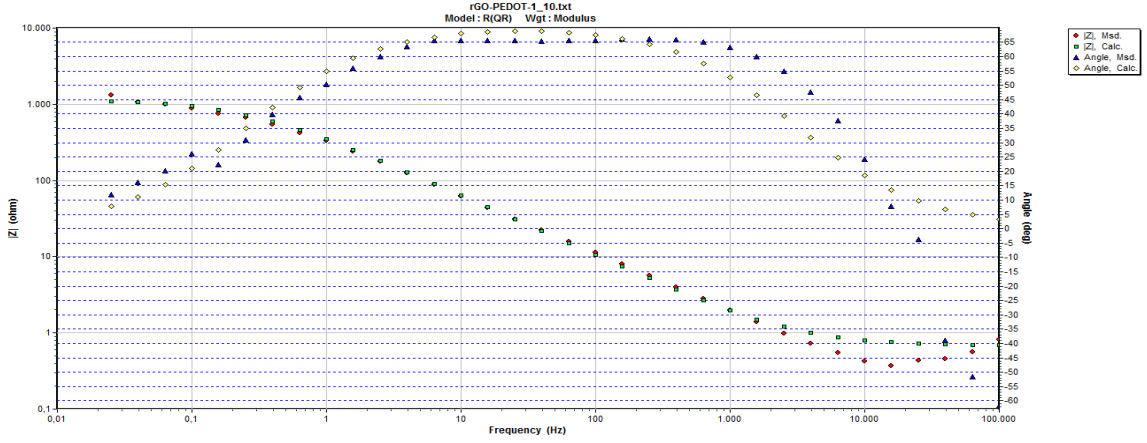
Şekil. 4.50.  $[GO]_o/[EDOT]_o=1:1$  devre analizi grafikleri. Bode-magnitude – Bode-faz grafiği.



Şekil. 4.51.  $[GO]_o/[EDOT]_o=1:2$  devre analizi grafikleri. Bode-magnitude – Bode-faz grafiği.



Şekil. 4.52.  $[GO]_o/[EDOT]_o=1:5$  devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.



Şekil. 4.53.  $[GO]_o/[EDOT]_o= 1:10$  devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.

Tablo. 4.12. GO, rGO, PEDOT,  $[GO]_o/[EDOT]_o=1:1, 1:2, 1:5, 1:10$  devre ölçümünün sonuçları.

Malzemeler	$R_1$ ( $\Omega$ )	CPE	Freq. Power, n	$R_2$ ( $\Omega$ )
Grafen Oksit (GO)	0.7415	0.0001472	0.9111	$4.641 \times 10^{-4}$
Grafen (rGO)	0.7114	0.0002889	0.8633	8143
PEDOT	0.8349	0.0002368	0.8786	$8.388 \times 10^{-4}$
$[GO]_o/[EDOT]_o=1/1$	0.8289	0.0005238	0.7879	$1.588 \times 10^4$
$[GO]_o/[EDOT]_o=1/2$	0.7443	0.0005038	0.8295	$1.966 \times 10^4$
$[GO]_o/[EDOT]_o=1/5$	0.7744	0.0003614	0.8342	$9.799 \times 10^{14}$
$[GO]_o/[EDOT]_o=1/10$	0.6712	0.0005795	0.7941	1155

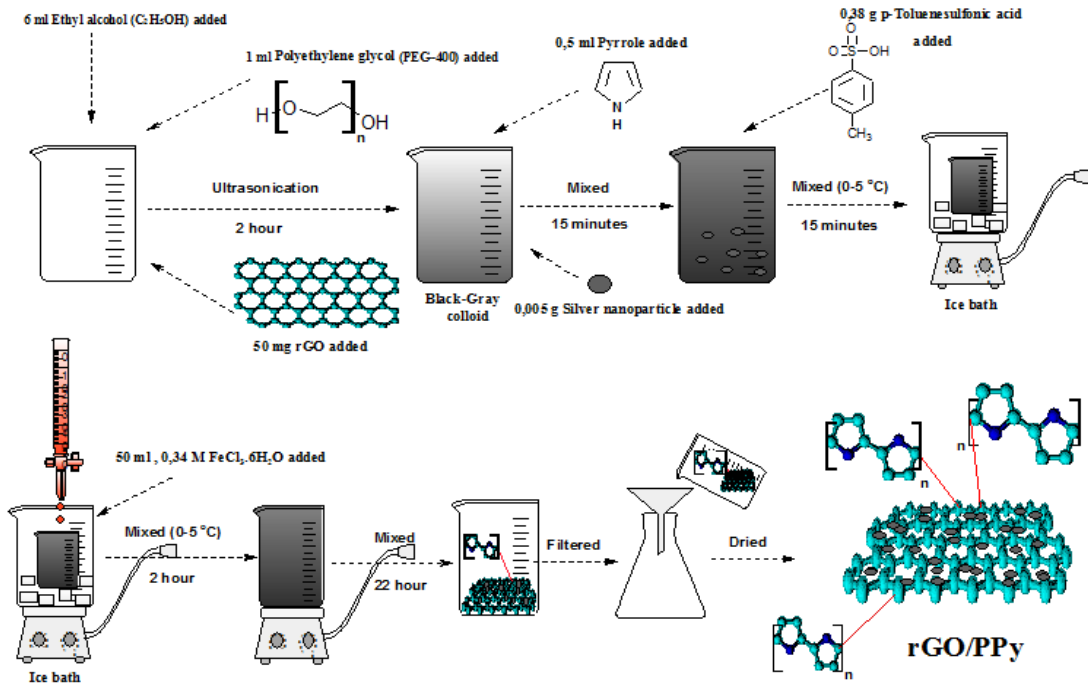
rGO/Ag/PEDOT nanokompozitine ait teorik ve deneysel veriler R(QR) Randles devresinde simule edilmiştir (Şekil 4.50 & 4.53). Bode-magnitude grafiği sonuçları göstermiştir ki, teorik ve deneysel veriler çok iyi fit etmektedir. Devre parametreleri sonuçları Tablo 4.12 de verilmiştir.



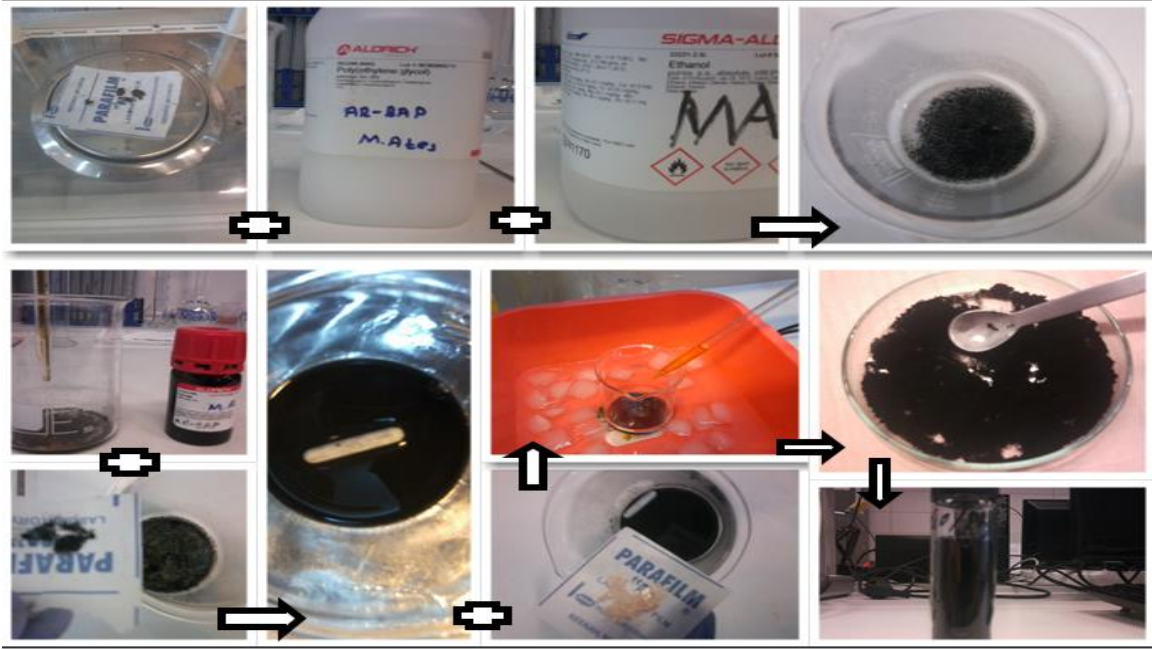
## 4.5. rGO/Ag/PPy Sentezi ve Karakterizasyonu

### 4.5.1. rGO/Ag/PPy Sentezi

1 ml PEG-400 ve 50 mg grafen 6 ml etilalkol karışımına eklenerek 2 saat süreyle oda sıcaklığında ultrasonikasyon işlemi uygulanır. Siyah gri kolloid sistem elde edilir. 7.22 (483 mg) mmol pirol ve 0.005 g Ag nanopartikül karışıma eklenerek dakika karıştırma sonucu 0-5 °C de 2 mmol p-TSA (p-toluen sülfonik asit) eklenerek 15 dakika karıştırılır. Sonuçta 50 ml, 0.34 M FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O iyonel çözelti (FeCl<sub>3</sub>/pirol= 2.35:1 molar oran) kaba damla damla eklenerek hızlı bir yükseltgenme meydana gelmesi sağlanır. Süspansiyon halindeki karışım 0-5 °C de 2 saat süreyle karıştırılır ve polimerizasyon 22 saat süresince oda sıcaklığında karıştırma işlemi ile devam edilir. Elde edilen ürün süzülüp, deiyonize su, etanol ile yıkanarak, 50 °C de vakum etüvünde 24 saat süreyle kurutulacaktır (Sun, 2014).

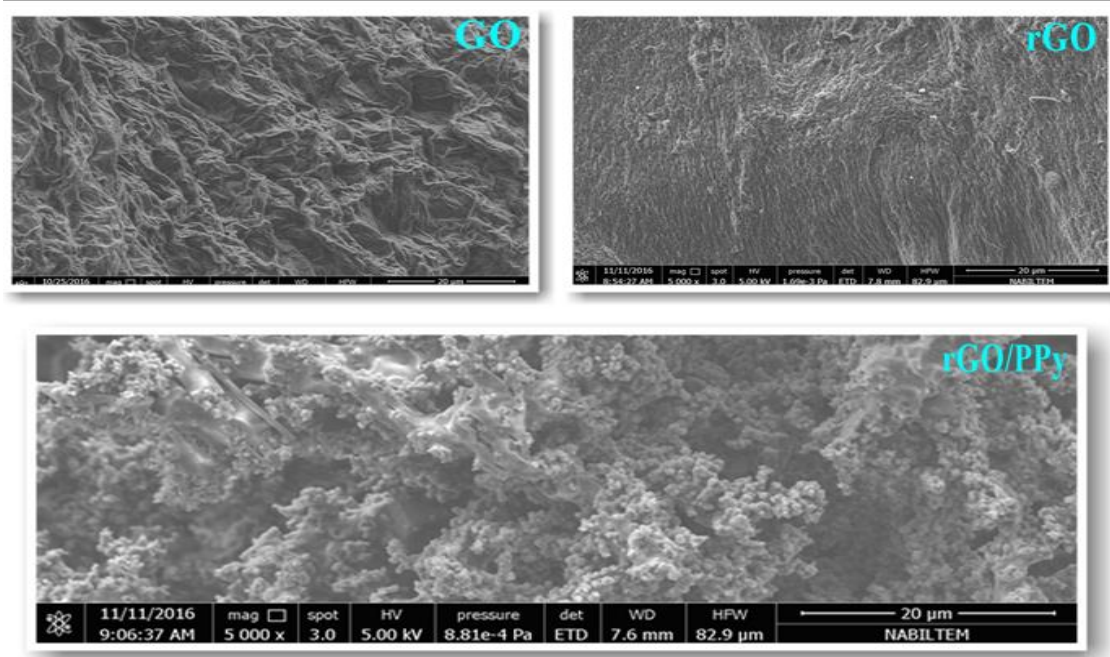


Şekil.4.54. rGO/Ag/PPy'ün aktif malzeme sentez basamakları.



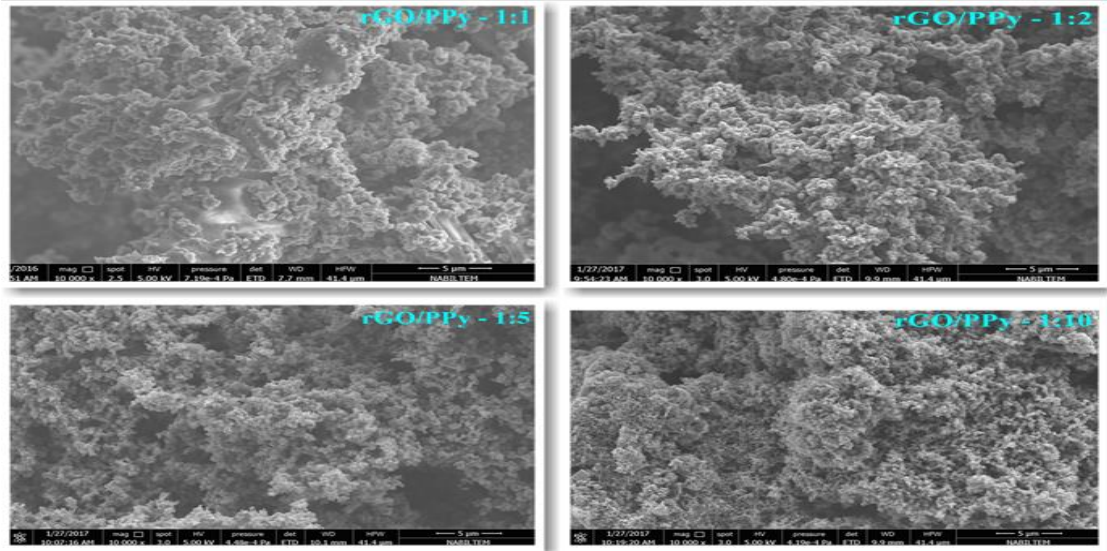
Şekil.4.55. rGO/Ag/PPy'ün aktif malzeme sentez deneylerde kullanılan aşamaların fotoğrafları.

#### 4.5.2. rGO/Ag/PPy SEM analizi



Şekil.4.56. rGO, GO ve rGO/Ag/PPy'in toplu SEM görüntüleri.

rGO/Ag/PPy nanokompozitinin SEM görüntülerinden yüksek porlu yapı gözlemlenmektedir.



**Şekil.4.57.** rGO/Ag/PPy'ün farklı  $[\text{rGO}]_0/[\text{Py}]_0=1:1; 1:2; 1:5; 1:10$  oranlarında SEM görüntüleri.

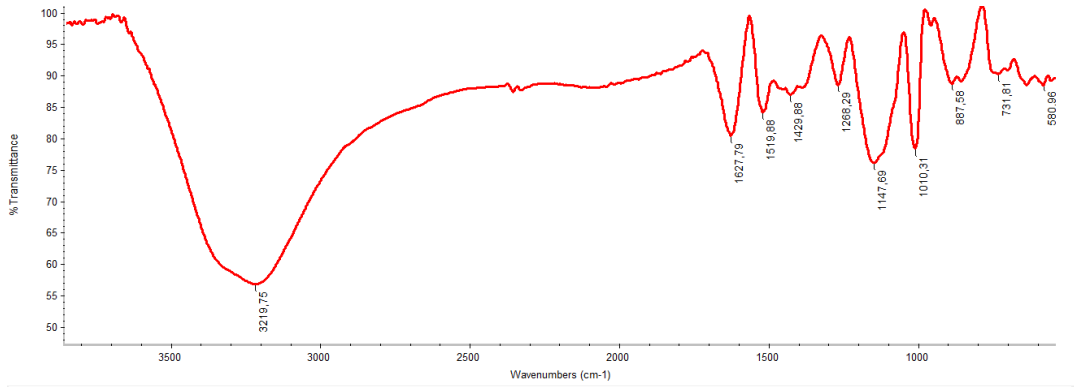
Karbon malzemeler karbon nanotüp ve grafen yüksek enerji yoğunluklarından dolayı oldukça popülerdir (Sun, 2011). Grafen malzemelere elektrik iletkenliğini arttırmak için iletken polimer ve Ag nanopartikül katkılama elektrokimyasal kapasitörler için iyi bir yol olmakla beraber morfoloji ve fiziksel özelliklerini kontrol etmek oldukça zor bir durumdur (Kwon, 2013). rGO'nun SEM görüntülerinde kabarık, hafif, tüy gibi buruşuk, kırışmış görüntü mevcutken, rGO/Ag/PPy nanokompozit SEM görüntülerinde PPy matrisi içinde rGO tabakaları gömülmüş bir durumdadır (Şekil 4.56 & 4.57).

#### 4.5.3. rGO/Ag/PPy EDX analizi

**Tablo. 4.13.** GO, rGO,  $[\text{rGO}]_0/[\text{Py}]_0=1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ ; EDX sonuçları.

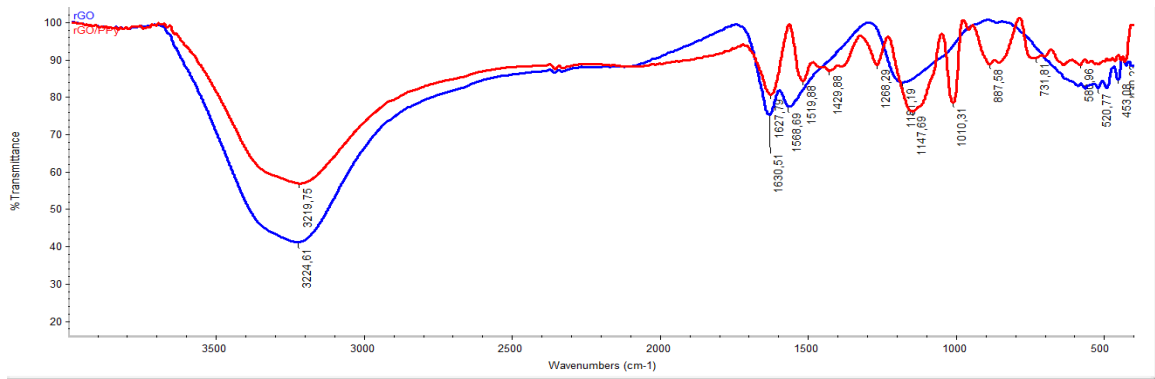
WT %						
ELEMENT	GO	rGO	1/1	1/2	1/5	1/10
C	22,05	52,64	22,63	21,86	18,10	17,44
N	3,38	-	18,50	33,37	22,78	22,45
O	73,65	47,36	58,32	35,29	32,66	33,64
Ag	-	-	0,52	9,48	26,46	26,47

#### 4.5.4. rGO/Ag/PPy FTIR-ATR analizi

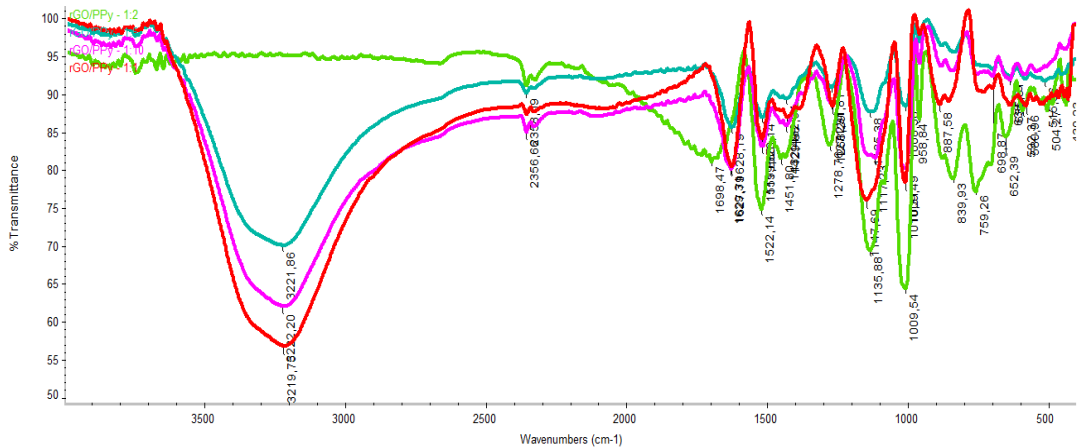


Şekil.4.58. rGO/Ag/PPy'ün FTIR-ATR görüntüleri.

FTIR-ATR analizinde  $3219\text{ cm}^{-1}$  deki pik N-H str.,  $1519\text{ cm}^{-1}$  deki pik C-C str.,  $1429\text{ cm}^{-1}$  deki pik C-N piki,  $1010\text{ cm}^{-1}$  deki pik C-H polipirol halkasının düzlem vibrasyon pikleridir (Zhou, 2014).

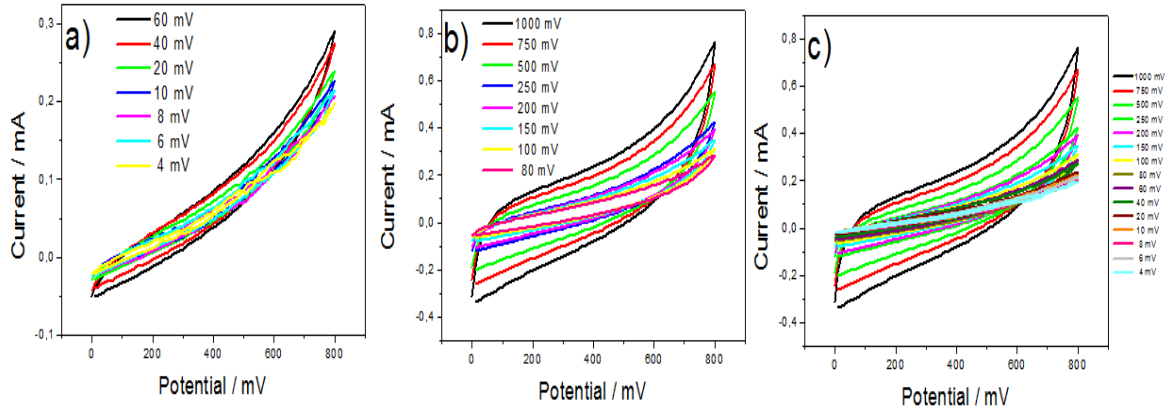


Şekil.4.59. rGO ve rGO/Ag/PPy'ün FTIR-ATR görüntüleri.



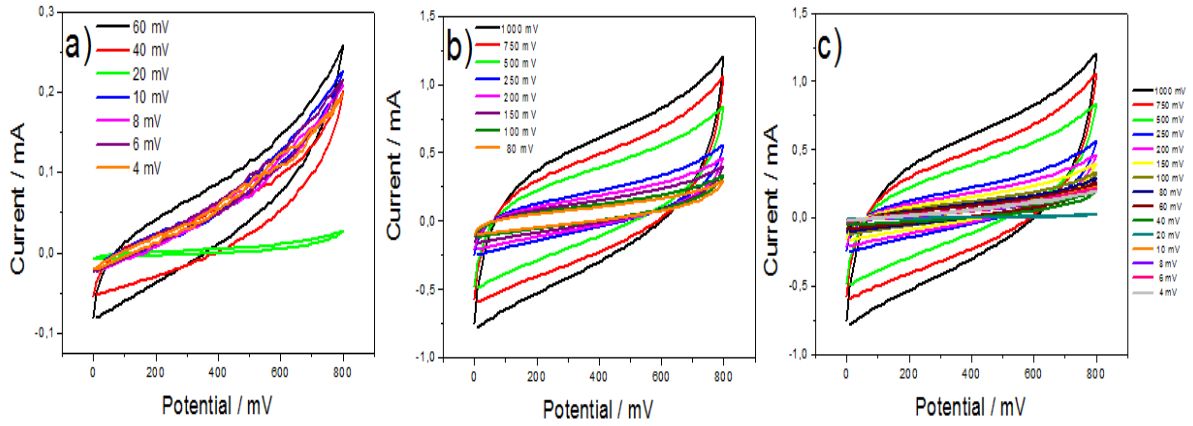
Şekil.4.60. rGO/Ag/PPy'ün  $[rGO]_0/[EDOT]_0 = 1:1; 1:2; 1:5; 1:10$ , FTIR-ATR görüntüleri.

#### 4.5.5. rGO/Ag/PPy DV analizi



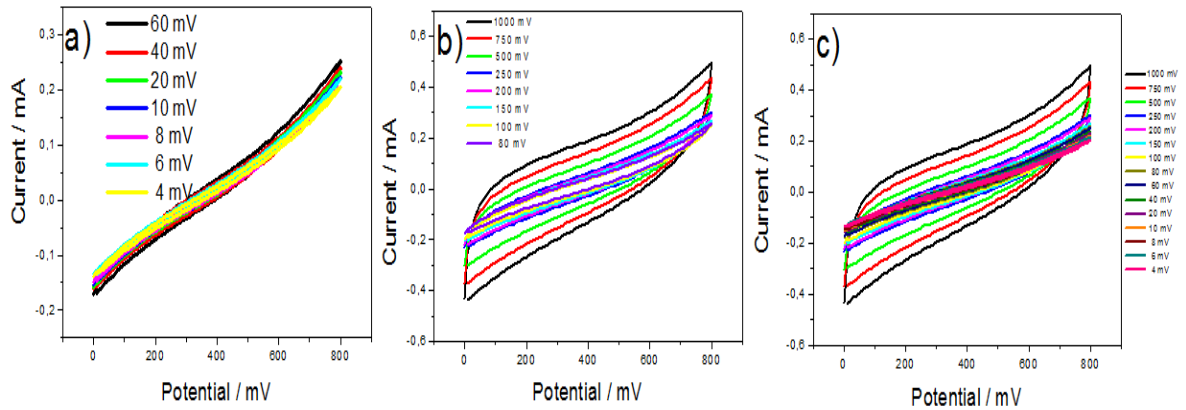
Şekil.4.61.  $[rGO]_0 / [Py]_0 = 1:1$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.

a) Tarama hızı: 4  $mVs^{-1}$ -60  $mVs^{-1}$ , b) Tarama hızı: 80  $mVs^{-1}$ -100  $mVs^{-1}$ ,  
c) Tarama hızı: 4  $mVs^{-1}$ -1000  $mVs^{-1}$ .



Şekil.4.62.  $[rGO]_0 / [Py]_0 = 1:2$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.

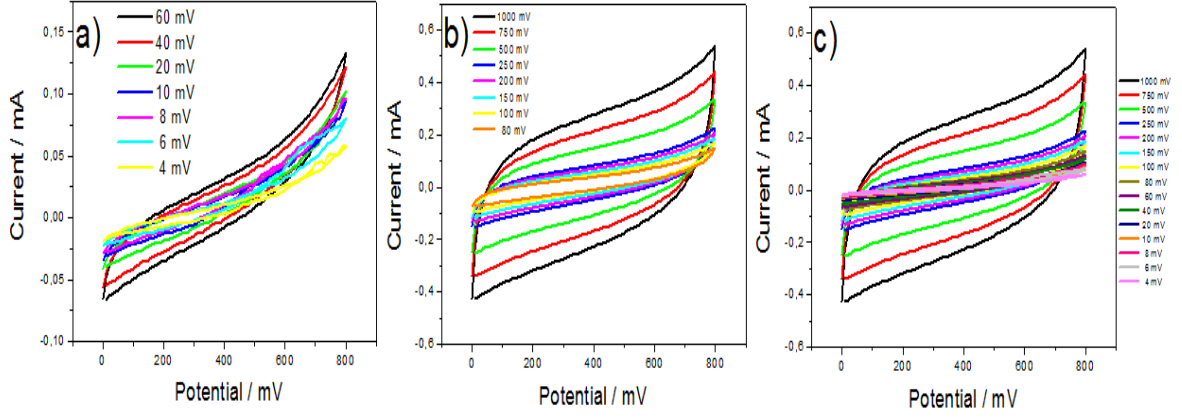
a) Tarama hızı: 4  $mVs^{-1}$ -60  $mVs^{-1}$ , b) Tarama hızı: 80  $mVs^{-1}$ -1000  $mVs^{-1}$ ,  
c) Tarama hızı: 4  $mVs^{-1}$ -1000  $mVs^{-1}$ .



Şekil.4.63.  $[rGO]_0 / [Py]_0 = 1:5$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.

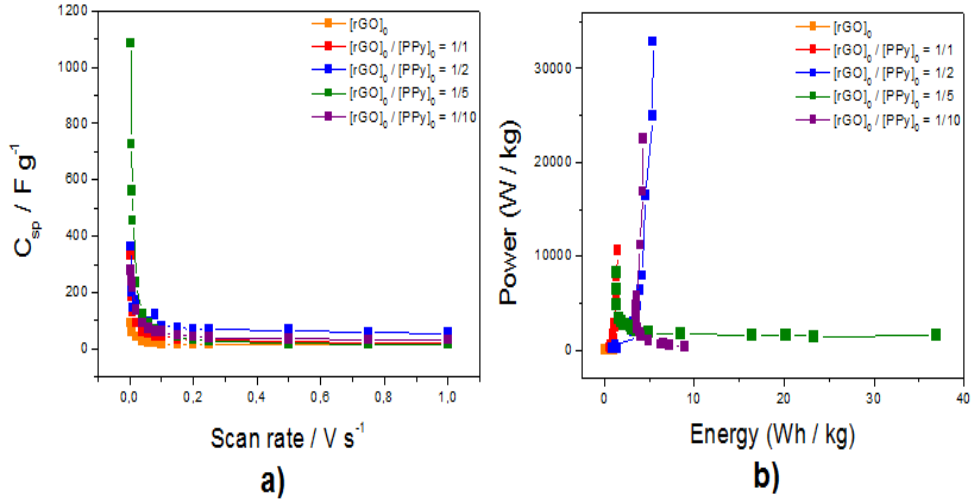
a) Tarama hızı: 4  $mVs^{-1}$ -60  $mVs^{-1}$ , b) Tarama hızı: 80  $mVs^{-1}$ -1000  $mVs^{-1}$ ,  
c) Tarama hızı: 4  $mVs^{-1}$ -1000  $mVs^{-1}$ .





**Şekil.4.64.**  $[rGO]_0 / [Py]_0 = 1:10$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde alınan DV ölçümleri.  
**a)** Tarama hızı:  $4 \text{ mVs}^{-1}$ - $60 \text{ mVs}^{-1}$ , **b)** Tarama hızı:  $80 \text{ mVs}^{-1}$ - $1000 \text{ mVs}^{-1}$ ,  
**c)** Tarama hızı:  $4 \text{ mVs}^{-1}$ - $1000 \text{ mVs}^{-1}$ .

DV ile rGO/Ag/PPy nanokompozitinin  $[rGO]_0/[Py]_0 = 1/1, 1/2, 1/5$  ve  $1/10$  oranlarında 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisi içerisinde farklı tarama hızlarında ( $2, 4, 6, 8, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 150, 200, 500, 750$  ve  $1000 \text{ mVs}^{-1}$ ) süperkapasitör cihaz ile 2 elektrotlu olarak ölçüm sonuçları Şekil 4.61 ile Şekil 4.64 arasında verilmiştir.

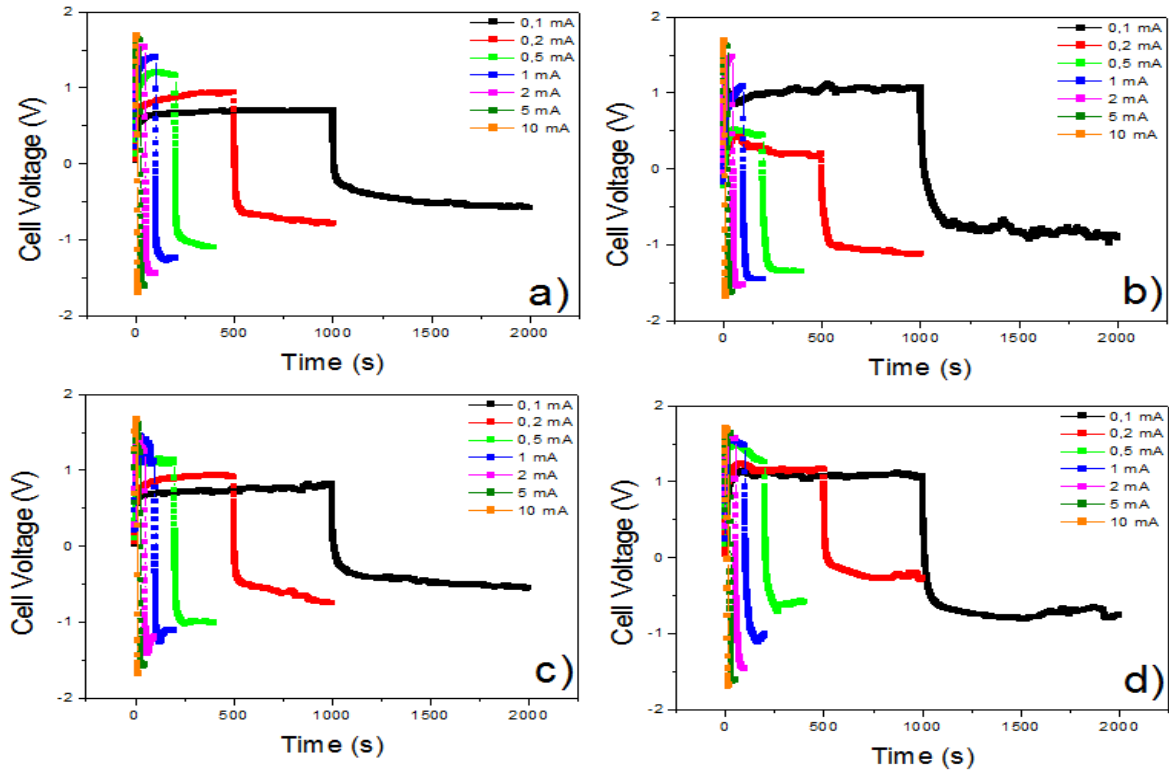


**Şekil.4.65.**  $[rGO]_0$  ve  $[rGO]_0 / [Py]_0 = 1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ ; **a)** DV metoduyla Tarama hızına karşı spesifik kapasitans performansı, **b)** Enerji yoğunluğu ve Güç yoğunluğu grafikleri.

Şekil 4.65a ve b de ise DV ile elde edilen spesifik kapasitans sonuçları ile tarama hızı değişimi ve Ragon grafiği verilmiştir. DV analiz sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp}= 1085.22 \text{ Fg}^{-1}$  ile rGO/Ag/PPy nanokompoziti için  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/5$  oranında elde edilmiştir. Bu sonuçlar, rGO'a göre  $C_{sp}= 93.16 \text{ Fg}^{-1}$  ve GO'a göre  $C_{sp}= 45.16 \text{ Fg}^{-1}$  gibi oldukça yüksek değerlerdir. Diğer nanokompozit spesifik kapasitans sonuçları ise  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/1$  için  $C_{sp}= 330.73 \text{ Fg}^{-1}$ ,  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/2$  için  $C_{sp}= 362.44 \text{ Fg}^{-1}$ ,  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o=1/10$  için  $C_{sp}= 279.21 \text{ Fg}^{-1}$  olarak elde edilmiştir. Kullanılan pellet ağırlıkları ise GO, rGO ve nanokompozit için  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/1, 1/2, 1/5$  ve  $1/10$  için sırasıyla 17.2, 23.8, 7.3, 14.5 ve 7.4 mg'dır (Şekil 4.65a).

En yüksek enerji yoğunluğu  $E=32.92 \text{ Whkg}^{-1}$  ile  $4 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/5$  için elde edilirken en yüksek güç yoğunluğu ise  $P= 32873.97 \text{ Wkg}^{-1}$  ile yine  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/2$  nanokompoziti için elde edilmiştir (Şekil 4.65b).

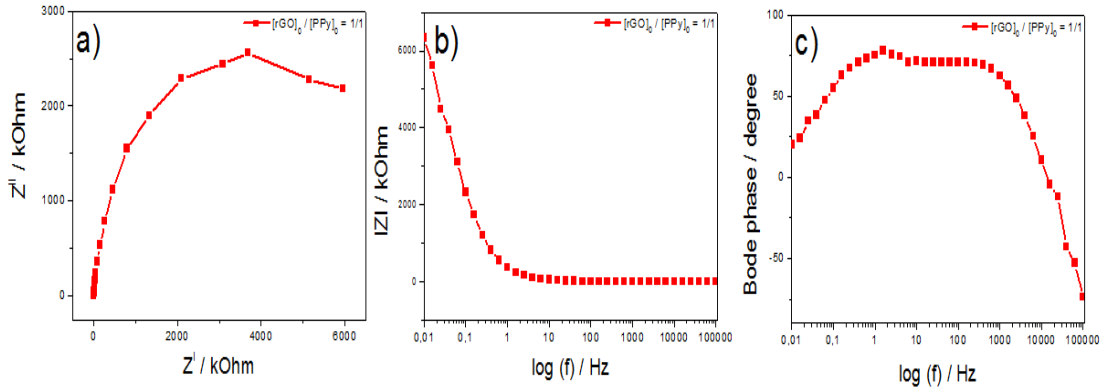
#### 4.5.6. rGO/Ag/PPy CC analizi



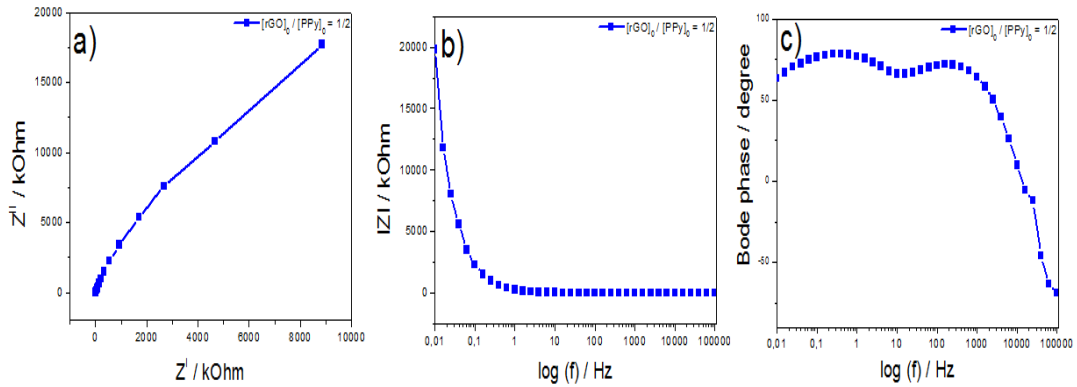
Şekil.4.66. rGO/Ag/PPy'nin farklı oranlarda (1:1; 1:2; 1:5; 1:10) 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinde CC ölçümleri. a)  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o=1:1$ , b)  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o=1:2$ , c)  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o=1:5$ , d)  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o=1:10$ .

Galvanostatik yüklenme/boşalma eğrilerinden elde edilen sabit akımdaki kapasitans sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp} = 16.15 \text{ Fg}^{-1}$  ile 0.1 mA sabit akımda  $[\text{rGO}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1:10$  oranında elde edilmiştir (Şekil 4.66).

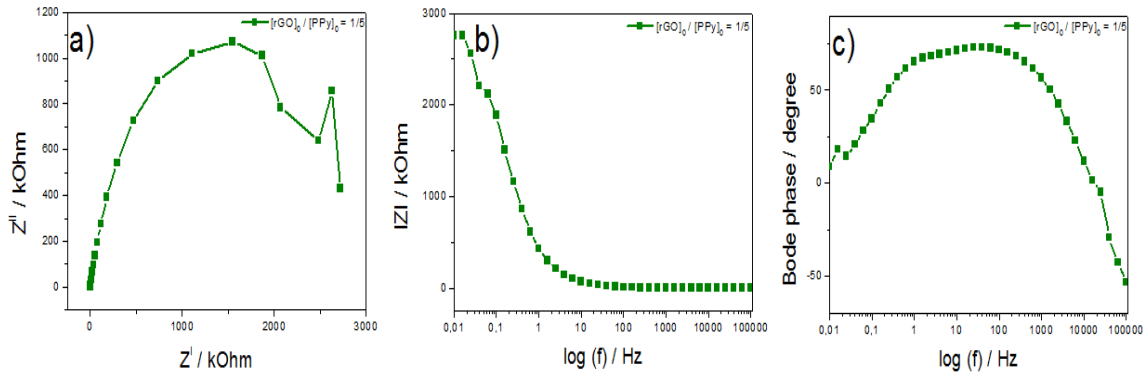
#### 4.5.7. rGO/Ag/PPy EES analizi



Şekil.4.67.  $[\text{rGO}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1:1$ ; 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü. **a)** Nyquist grafiği, **b)** Bode-magnitüde grafiği, **c)** Bode-faz grafiği.

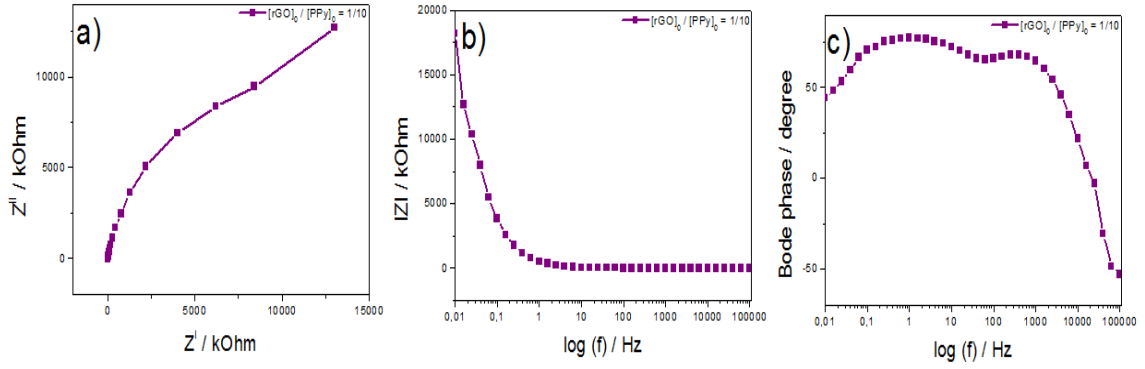


Şekil.4.68.  $[\text{rGO}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1:2$ ; 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü. **a)** Nyquist grafiği, **b)** Bode-magnitüde grafiği, **c)** Bode-faz grafiği.

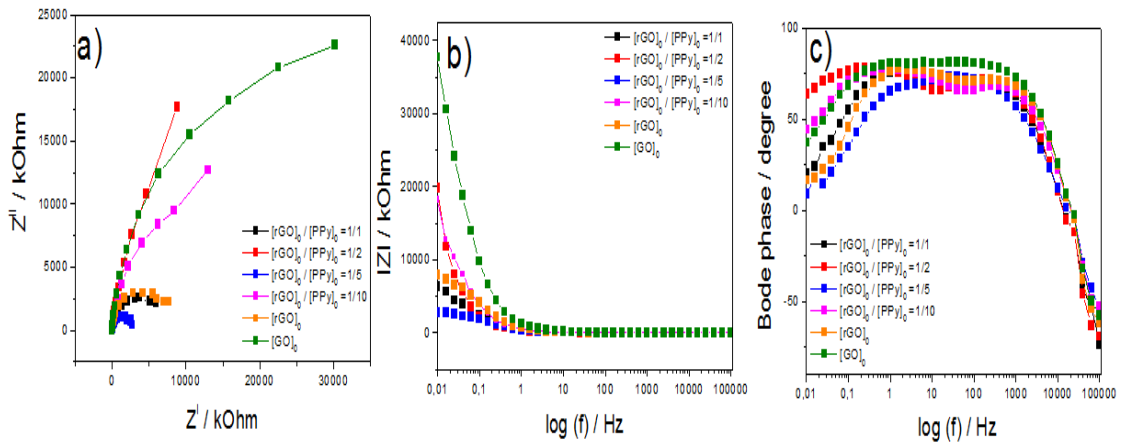


Şekil.4.69.  $[\text{rGO}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1:5$ ; 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde 0.01-100.000 Hz’de alınan EES ölçümü. **a)** Nyquist grafiği, **b)** Bode-magnitüde grafiği, **c)** Bode-faz grafiği.





Şekil.4.70.  $[rGO]_0/[PPy]_0=1:10$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitide grafiği, c) Bode-faz grafiği.



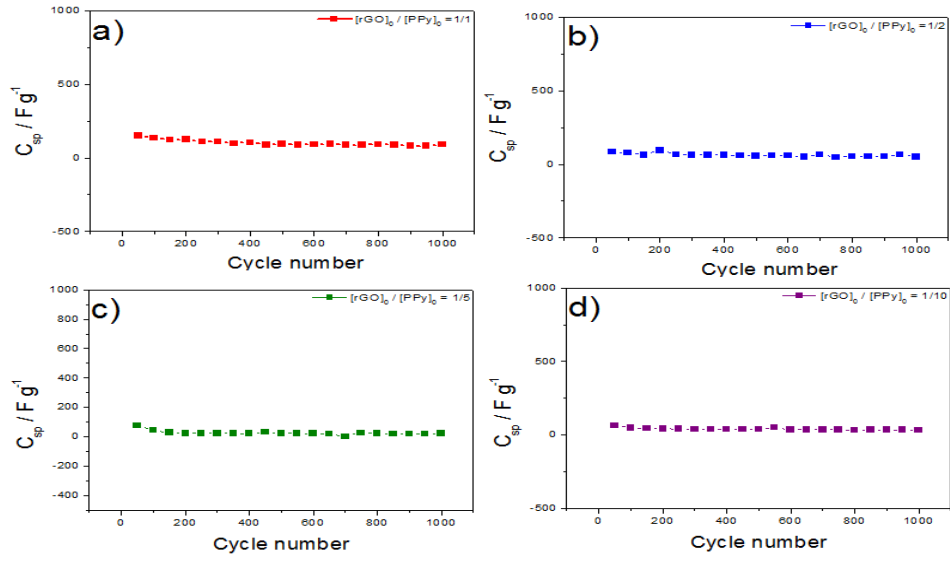
Şekil.4.71.  $[GO]_0, [rGO]_0, [rGO]_0/[Py]_0=1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde 0.01-100.000 Hz'de alınan EES ölçümü. a) Nyquist grafiği, b) Bode-magnitide grafiği, c) Bode-faz grafiği.

Tablo.4.14. GO, rGO,  $[rGO]_0/[Py]_0=1:1; 1:2; 1:5; 1:10$ ; 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde 0.01-100.000 Hz 'de alınan EES ölçümü sonuçları.

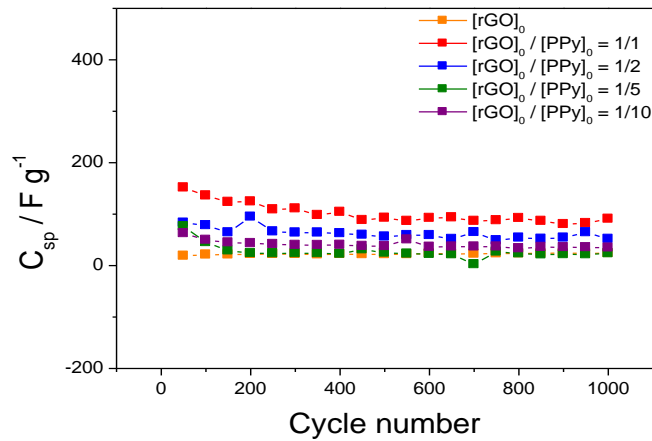
Malzemeler	$C_{sp} / F$	$C_{dl} / F$	$\Theta$ (Faz Açısı)/Derece
Grafen Oksit (GO)	0.698	0.915	$82.39^\circ$ (1.54 Hz)
Grafen (rGO)	7.08	2.66	$78.59^\circ$ (1.58 Hz)
$[rGO]_0/[Py]_0=1/1$	7.36	2.35	$79.57^\circ$ (1.51 Hz)
$[rGO]_0/[Py]_0=1/2$	0.89	38.5	$78.72^\circ$ (0.34 Hz)
$[rGO]_0/[Py]_0=1/5$	37.46	2.39	$73.56^\circ$ (70.88 Hz)
$[rGO]_0/[Py]_0=1/10$	1.25	2.23	$79.13^\circ$ (1.04 Hz)

rGO/Ag/PPy nanokompozitinin Nyquist grafiğinden elde edilen en yüksek spesifik kapasitans değeri  $C_{sp}=37.46$  mF ile  $[rGO]_0/[Py]_0= 1/5$  oranında elde edilirken Bode-magnitude grafiğinden elde edilen en yüksek çift katmanlı kapasitans değeri  $C_{dl}=38.5$  mF ile  $[rGO]_0/[Py]_0= 1/2$  oranında elde edilmiştir. rGO/Ag/PPy'ün Bode-faz grafiğinden ise en yüksek faz açısı  $\Theta= 79.57^\circ$  (1.51 Hz frekansta) ile  $[rGO]_0/[Py]_0= 1/1$  oranında elde edilmiştir (Şekil 4.67-4.71 ve Tablo 4.14).

#### 4.5.8. rGO/Ag/PPy Stabilite analizi



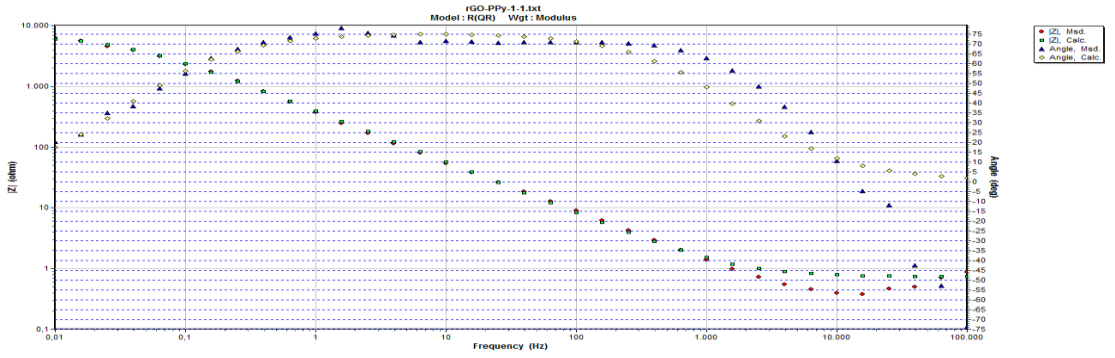
Şekil.4.72.  $[rGO]_0/[Py]_0=1:1; 1:2; 1:5; 1:10$ , 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde  $100 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.



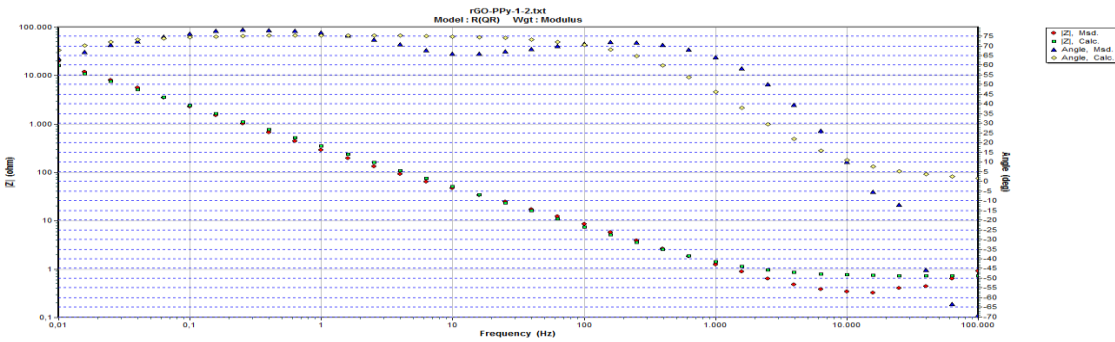
Şekil.4.73.  $[rGO]_0, [rGO]_0/[PPy]_0=1:1, 1:2, 1:5, 1:10$ , 1 M  $H_2SO_4$  çözeltisinde  $100 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında 1000 döngülü stabilite ölçümü.

Stabilite ölçümleri  $100 \text{ mVs}^{-1}$  tarama hızında DV yöntemi ile her 50 döngü sonrası Denklem 1 kullanılarak  $1 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinde 2 elektrotlu süperkapasitör cihaz kullanılarak elde edildi. 1000 döngü sonrası rGO/Ag/PPy nanokompozitinde spesifik kapasitansında bir önemli bir düşüş olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.72 & 4.73). rGO/Ag/PPy nanokompozitinde başlangıç monomer konsantrasyon oranı  $[\text{rGO}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/1, 1/2, 1/5$  ve  $1/10$  için kapasitif koruma sırasıyla %60, %61.85, %28.15 ve %54.46 olarak elde edilmiştir.

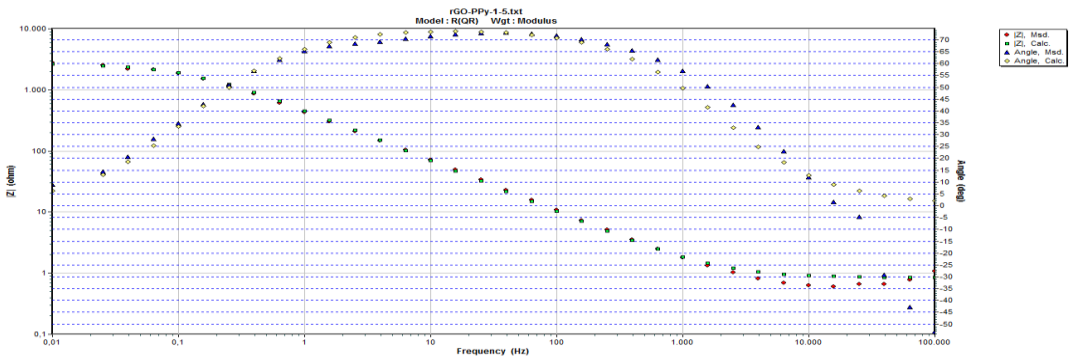
#### 4.5.9. rGO/Ag/PPy Devre analizi



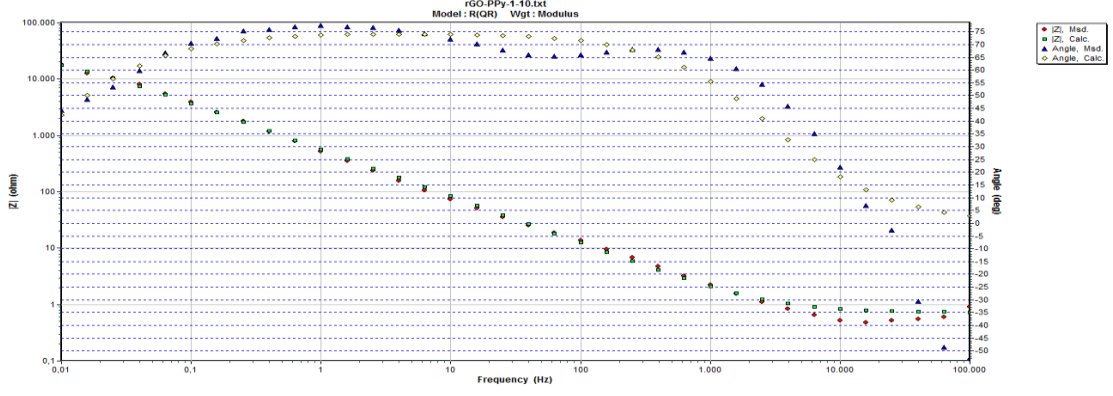
Şekil.4.74.  $[\text{rGO}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1:1$  devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.



Şekil.4.75.  $[\text{rGO}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1:2$  devre analizi grafikleri. Bode magnitude – Bode faz grafiği.



Şekil.4.76.  $[\text{rGO}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1:5$  devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.



Şekil.4.77. [rGO]<sub>0</sub>/ [Py]<sub>0</sub>=1/10 devre analizi grafikleri. Bode-magnitude ve Bode-faz grafiği.

Tablo.4.15. GO, rGO, [rGO]<sub>0</sub>/[Py]<sub>0</sub>=1:1; 1:2; 1:5; 1:10 devre ölçümünün sonuçları.

Malzemeler	R <sub>1</sub> (Ω)	CPE	Freq. Power, n	R <sub>2</sub> (Ω)
Grafen Oksit (GO)	0.7415	0.0001472	0.9111	4.641×10 <sup>-4</sup>
Grafen (rGO)	0.7114	0.0002889	0.8633	8143
[rGO] <sub>0</sub> /[Py] <sub>0</sub> =1/1	0.7313	0.0005327	0.8451	6827
[rGO] <sub>0</sub> /[Py] <sub>0</sub> =1/2	0.7151	0.0006073	0.8407	1.145×10 <sup>5</sup>
[rGO] <sub>0</sub> /[Py] <sub>0</sub> =1/5	0.8386	0.0004437	0.8396	2730
[rGO] <sub>0</sub> /[Py] <sub>0</sub> =1/10	0.7215	0.0003874	0.8295	3.219×10 <sup>4</sup>

rGO/Ag/PPy nanokompozitine ait teorik ve deneysel veriler R(QR) Randles devresinde simule edilmiştir (Şekil 4.74 & 4.77). Bode-magnitude grafiği sonuçları göstermiştir ki, teorik ve deneysel veriler çok iyi fit etmektedir. Devre parametreleri sonuçları Tablo 4.15 de verilmiştir.

## 5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Taşınabilir enerji depolama aygıtlarına olan talepteki artıştan dolayı lityum pillerine ve süperkapasitörlere olan ilgi ve araştırmalar artmıştır. Bu amaçla NKU BAP birimi tarafından da desteklenen proje içeriğinin bir kısmı ile tamamlanan bu tez, rGO/Ag/PEDOT ve rGO/Ag/PPy nanokompozit filmlerin sentezleri, karakterizasyonları (SEM-EDX, FTIR-ATR) ve süperkapasitör davranışlarını detaylıca incelemiştir. Tezde, 2 elektrot sistemli simetrik süperkapasitör cihazlar yapılarak çalışılmıştır. Elektrokimyasal kapasitans performansları DV, CC ve EES metodlarıyla karşılaştırmalı olarak incelenmiştir. Stabilite testleri ve uygun devre analizleri ile sonuçlar irdelenmiştir. Elde edilen sonuçlardan rGO/Ag/PEDOT nanokompoziti için DV analiz sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp}= 612.69 \text{ Fg}^{-1}$  ile rGO/Ag/PEDOT nanokompoziti için  $[\text{GO}]_o/[\text{EDOT}]_o= 1/1$  oranında elde edilmiştir. Bu sonuçlar PEDOT'a göre  $C_{sp}=65.56 \text{ Fg}^{-1}$ , rGO'a göre  $C_{sp}= 93.16 \text{ Fg}^{-1}$  ve GO'a göre  $C_{sp}= 45.16 \text{ Fg}^{-1}$  gibi oldukça yüksek değerlerdir. Diğer nanokompozit spesifik kapasitans sonuçları ise  $[\text{GO}]_o/[\text{EDOT}]_o= 1/10$  için  $C_{sp}= 588.88 \text{ Fg}^{-1}$ ,  $[\text{GO}]_o/[\text{EDOT}]_o=1/2$  için  $C_{sp}= 203.91 \text{ Fg}^{-1}$ ,  $[\text{GO}]_o/[\text{EDOT}]_o=1/5$  için  $C_{sp}= 110.90 \text{ Fg}^{-1}$  olarak elde edilmiştir. rGO/Ag/PPy nanokompoziti için DV analiz sonuçlarına göre en yüksek spesifik kapasitans  $C_{sp}= 1085.22 \text{ Fg}^{-1}$  ile rGO/Ag/PPy nanokompoziti için  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/5$  oranında elde edilmiştir. Diğer nanokompozit spesifik kapasitans sonuçları ise  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/1$  için  $C_{sp}= 330.73 \text{ Fg}^{-1}$ ,  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o= 1/2$  için  $C_{sp}= 362.44 \text{ Fg}^{-1}$ ,  $[\text{rGO}]_o/[\text{Py}]_o=1/10$  için  $C_{sp}= 279.21 \text{ Fg}^{-1}$  olarak elde edilmiştir. Ayrıca DV ile 1000 çevrimsel döngü ile herki Nanokompozit malzemededen elde edilen süperkapasitörün stabilite testleri gerçekleştirilmiştir. Tez sonucunda hem rGO/Ag/PEDOT hem de rGO/Ag/PPy nanokompozitleri ile elde edilen süperkapasitör cihazların elektrokimyasal performanslarının bu iki materyal için süperkapasitör olarak kullanılabileceği sonucunu vermiştir.

## 6.KAYNAKLAR

- Anonim (2017a). Handbook of Analytical Methods for Materials – Materials Evaluation and Engineering Inc. [http://www.mee-inc.com/files/9314/2118/3293/HAMM\\_2014-EnergyDispersiveX-RaySpectroscopy.pdf](http://www.mee-inc.com/files/9314/2118/3293/HAMM_2014-EnergyDispersiveX-RaySpectroscopy.pdf) (erişim tarihi:18.05.2017).
- Anonim (2017b). Handbook of Analytical Methods for Materials – Materials Evaluation and Engineering Inc. [http://www.mee-inc.com/files/7814/2118/3293/HAMM\\_2014-FourierTransform-InfraredSpectroscopy.pdf](http://www.mee-inc.com/files/7814/2118/3293/HAMM_2014-FourierTransform-InfraredSpectroscopy.pdf) (erişim tarihi:18.05.2017).
- Anonim (2017c). Handbook of Analytical Methods for Materials – Materials Evaluation and Engineering Inc. [http://www.mee-inc.com/files/1014/2118/3300/HAMM\\_2014-ScanningElectronMicroscopy.pdf](http://www.mee-inc.com/files/1014/2118/3300/HAMM_2014-ScanningElectronMicroscopy.pdf) (erişim tarihi:18.05.2017).
- A. Snook G. , Kao P., Best A.S. (2011). Conducting-polymer-based supercapacitor devices and electrodes , Journal of Power Sources , 196 , 1-12.
- An K.H., Jeon K.K., Heo J.K., Lim S.C., Bae D.J., Lee Y.H. (2002). J. Electrochem. Soc. 149 A1058-A1062.
- Ates M., Cinar D., Caliskan S., Gecgel U., Uner O., Bayrak Y., Candan I. (2016). Active carbon/grapheme hydrogel nanocomposites as as symmetric device for supercapacitors, Fullerenes nanotubes and carbon nanostructures, 24(7), 427-434. DOI:10.1080/1536383X.2016.1174115
- Azais, P., Duclaux, L., Florian, P., et al. (2007) Causes of supercapacitors ageing in organic electrolyte. Journal of Power Sources, 171 (2), 1046–1053.
- Baghaei, B., Saeb, M.R., Jafari, S.H., Khonakdar, H.A., Rezaee, B., Goodarzi, V., Mohammadi, Y.(2017). Modeling and closed-loop control of particle size and initial burst of PLGA biodegradable nanoparticles for targeted drug delivery, J. Appl. Polym. Sci., 134 (33), Article number: 45145,.
- Baughman, R.H., Zakhidov, A.A., and De Heer, W.A. (2002) Carbon nanotubes—the route toward applications. *Science*, 297 (5582), 787–792.
- Bereket, G., Duran, B. (2009) Anticorrosive properties of electrosynthesized poly(m-aminophenol) on copper from aqueous phenylphosphonic acid solution, Prog. Org. Coat. 64, 57–66,.
- Beşergil B (2008). Polimer Kimyası, Celal Bayar Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Gazi Kitabevi, 2. Baskı, 1s, Ankara, Türkiye.
- Bourlinos, A.B., Guornis, D., Petridis, D., Szabo, T., Szeri, A., Dekany, I. (2003) Graphite oxide: chemical reduction to graphite and surface modification with primary aliphatic amines and amino acids, Langmuir, 19(15), 6050-6055.

- Bonaccorso F., Colombo L., Yu G., Stoller M., Tozzini V., Ferrari A.C., Ruoff R.S., Pellegrini, Science 347 (2015).
- Brotherston, I.D., Mudigonda, D.S.K., Osborn, J.M., Belk, J., Chen, J., Loveday, D.C., Boehme, J.L., Ferraris, J.P., Meeker, D.L.(1999) Tailoring the electrochromic properties of devices via polymer blends, copolymers, laminates and patterns, *Electrochim. Acta* 44, 2993–3004.
- Burke A. (2007). R&D considerations for the performance and application of electrochemical capacitors. *Electrochimica Acta*, 53 (3), 1083–1091
- Boztepe, M., (2006)., “Enerji Depolama”, [http://electronics.ege.edu.tr/boztepe/cgi-bin/load.cgi?ge\\_e591\\_lecture6.pdf](http://electronics.ege.edu.tr/boztepe/cgi-bin/load.cgi?ge_e591_lecture6.pdf), (erişim tarihi, 15.05.2017).
- Cai X., Lim S.H., Poh C.K., Lai L., Lin J., Shen Z. (2015). High-performance asymmetric pseudocapacitor cell based on cobalt hydroxide/graphene and polypyrrole/graphene electrodes. *Journal of Power Sources*, 275, 298-304.
- Cao L., Xu F., Liang Y.Y., Li H.L. (2004) *Adv. Mater.* 16 1853.
- Carlberg, J.C., Inganas, O. (1997) Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) as electrode material in electrochemical capacitors, *J. Electrochem. Soc.*, 144, L61-L64.
- Chae S.H., Yu W.J., Bae J.J., Duong D.L., Perello D., Jeong H.Y., Ta Q.H., Ly T.H., Vu Q.A., Yun M., Duan X.F., Lee Y.H. (2013)., *Nat. Mater.* 12 403e409.
- Chang K.H., Hu C.C., Huang C.M., Liu Y.L., Chang C.I., *J. Power Sources* 196 (2011) 2387.
- Wu Z.S., Ren W., Wang D.W., Li F., Liu B., Cheng H.M., *ACS Nano* 4 (2010) 5835.
- Changa, C.C., Her, L.J., Hong, J.L. (2005) Copolymer from electropolymerization of thiophene and 3,4-ethylenedioxythiophene and its use as cathode for lithium ion battery, *Electrochim. Acta* 50, 4461–4468.
- Chen, W., Li, C.M., Chen, P., Sun, C.Q., (2006) Electrosynthesis and characterization of polypyrrole/Au nanocomposite. *Electrochimica Acta*, 52, 1082-1086.
- Chen J., Jia C., Wan Z. (2014) Novel hybrid nanocomposite based on poly(3,4-ethylenedioxythiophene)/multiwalled carbon nanotubes/graphene as electrode material for supercapacitor, *Synthetic Metals*, 189, 69-76.
- Chen, W., Rakhi, R.B., Hu, L.B., *et al.* (2011). High-performance nanostructured supercapacitors on a sponge. *Nano Letters*, 11 (12), 5165–5172.
- Christensen A., Adebisoye A. (2013). Using on-board electrochemical impedance spectroscopy in battery management systems, in: 2013 World Electr. Veh. Symp. Exhib., IEEE, Barcelona, pp. 1–7.
- Çaliker A., Özdemir E. (2013)., *Modern Enerji Depolama Sistemleri ve Kullanım Alanları, EVK*, 5. Enerji Verimliliği ve Kalitesi Sempozyumu, Kartepe, Kocaeli.

- Das A.K., Karan S.K., Khatua B.B. (2015) High energy density ternary composite electrode material based on polyaniline (PANI), molybdenum trioxide ( $\text{MoO}_3$ ) and graphene nanoplatelets (GNP) prepared by sono-chemical method and their synergistic contributions in superior supercapacitive performance, *Electrochim. Acta*, 180, 1-15.
- Duab, X., Wang, Z. (2003) Effects of polymerization potential on the properties of electrosynthesized PEDOT films, *Electrochim. Acta*, 48, 1713-1717.
- Friend, R.H., Gymer, R.W., Holmes, A.B., Burroughes, J.H., Marks, R.N., Taliani, C., Bradley, D.C., Dossantos, D.A., Bredas, J.L., Lögdlund, M., Saleneck, W.R. (1999) Electroluminescence in conjugated polymers, *Nature* 397,121-128.
- Galinski, M., Lewandowski, A., and Stepniak, I. (2006) Ionic liquids as electrolytes. *Electrochimica Acta*, 51 (26), 5567–5580.
- Gamby J., Taberna P.L., Simon P., Fauvarque J.F. , Chesneau M. (2001) , *J.Power Sources*, 101, 109.
- Geim, A.K. and Novoselov, K.S. (2007) The rise of graphene. *Nature Materials*, 6 (3), 183–191.
- Groenendaal, B.L., Jonas, F., Freitag, D., Pielartzik, H., Reynolds, J.R. (2000) Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) and its derivatives: past, present, and future, *Adv. Mater.* 12, 481-494.
- Gómez-Romero, P. (2001) Hybrid organic-inorganic materials - In search of synergic activity, *Adv. Mater.*, 13, 163-174.
- Guler FG., Gilsing H-D, Schulz B, and Sarac AS. (2012) Impedance and Morphology of Hydroxy- and Chloro- Functionalized Poly(3,4-propylenedioxythiophene) Nanostructures, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 12, 1–10.
- Guadarrama, A., Rodriguez-Méndez, M.L., de Saja, J.A. (2004) Influence of electrochemical deposition parameters on the performance of poly-3-methyl thiophene and polyaniline sensors for virgin olive oils, *Sensors and Actuators B*, 100, 60–64.
- Hadjipaschalis, I., Poullikkas, A. and Efthimiou, V., (2009)., “Overview of current and future energy storage technologies for electric power applications”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 13(6-7):1513–1522.
- Hoja J., Lentka G. (2011). Method using square-pulse excitation for high-impedance spectroscopy of anticorrosion coatings, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* 60 957–964.
- Hu H., Wang X., Liu F., Wang J., Xu C. (2011) Rapid microwave-assisted synthesis of graphene nano-sheets-zinc sulfide nanocomposites: Optical and photocatalytic, *Synth. Met.*, 161, 404-410.
- Hu, L.B., Choi, J.W., Yang, Y., *et al.* (2009) Highly conductive paper for energy-storage devices. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 106 (51), 21490–21494.



- Hummers, W.S., Offeman, R.E. (1958) Preparation of graphitic oxide, *J. Am. Chem. Soc.*, 80, 1339-1339.
- Itagaki M., Kobari N., Yotsuda S., Watanabe K., Kinoshita S., Ue M. (2005). LiCoO<sub>2</sub> electrode/electrolyte interface of Li-ion rechargeable batteries investigated by in situ electrochemical impedance spectroscopy, *J. Power Sources* 148 78–84.
- Jonas, F., Morrison, J.T. (1997) 3,4-polyethylenedioxythiophene (PEDT): conductive coatings technical applications and properties, *Synth. Met.* 85, 1397-1398.
- Kholmanov I.N., Domingues S.H., Chou H., Wang X.H., Tan C., Kim J.Y, Li H.F., Piner R., Zarbin A.J.G, Ruoff R.S., (2013). *ACS Nano* 7 1811e1816.
- Kim, B.K., Chabot, V., and Yu, A. (2013) Carbon nanomaterials supported Ni(OH)<sub>2</sub>/NiO hybrid flower structure for supercapacitor. *Electrochimica Acta*, **109**, 370–380.
- Kim B.K., Sy S., Yu A., Zhang J. (2014). "Electrochemical Supercapacitors for Energy Storage and Conversion." *Handbook of Clean Energy Systems*. DOI: 10.1002 / 9781118991978.hces112
- Kumar A , Singh RK., Singh HK., Srivastava P, Singh R. (2014) Enhanced capacitance and stability of p-toluenesulfonate doped polypyrrole/carbon composite for electrode application in electrochemical capacitors, *Journal of Power Sources* 246, 800-807.
- Kwon, O.S., Kim, T., Lee, J.S., Park, S.J., Park, H.W., Kang, M., Lee, J.E., Jang, J., Yoon, H. (2013) Fabrication of graphene sheets intercalated with manganese oxide / carbon nanofiber, *Toward high capacity energy storage*, *Small*, 9, 248-254.
- Lai L.F., Wang L., Yang H.P., Sahoo N.G., Tam Q.X., Liu J.L., Poh C.K., Lim S.H., Shen Z.X., Lin J.Y. (2012a) *Nano Energy* 1 723e731.
- Lai L.F., Yang H.P., Wang L., Teh B.K., Zhong J.Q., Chou H., Chen L.W., Chen W., Shen Z.X., Ruoff R.S., Lin J.Y. (2012b) *ACS Nano* 6 5941e5951.
- Lee H.Y., Kim S.W. (2001) *Electrochem. Solid State Lett.* 4 A19eA22.
- Lee, Y., Park, S., Lee, J. (1999) Synthesis and characterization of a soluble conducting polymer, poly(3,4-ethylenedioxythiophene), *Polymer - Korea* 23, 122-128.
- Lei, C., Wilson, P., Lekakou, C. (2011) Effect of poly(3,4 ethylenedioxythiophene) (PEDOT) in carbon-based composite electrodes for electrochemical supercapacitors, *Journal of Power Sources*, 196, 7823–7827.
- Li H., Song Z.N., Zhang X.J., Huang Y., Li S.G., Mao Y.T., Ploehn H.J., Bao Y., Yu, M., (2013). *Science* 342 95e98.
- Li, D., Müller, M.B., Gilje, S., Kaner, R.B., Wallace, G.G. (2008) Processable aqueous dispersions of graphene nanosheets, *Nature Nanotechnology*, 3(2), 101-105.
- Liu H., Zhou W., Ma X., Chen S., Ming S., Lin K., Lu B., Xu J. (2016) Capacitive performance of electrodeposited PEDOS and a comparative study with PEDOT, *Electrochim. Acta*, 220, 340-346.

- Liu, C.G., Yu, Z.N., Neff, D., *et al.* (2010a) Graphene-based super-capacitor with an ultrahigh energy density. *Nano Letters*, 10 (12), 4863–4868.
- Liu C., Li F., Ma L.P., Cheng H.M. (2010b) Advanced materials for energy storage. *Advanced Materials*, 22 (8), E28–E62.
- Liu X.M., Zhang X.G. (2004) *Electrochim. Acta* 49 229e232.
- Lotaa, K., Khomenkob, V., Frackowiak, E. (2004) Capacitance properties of poly(3,4 ethylenedioxythiophene)/carbon nanotubes composites, *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 65, 295-301.
- Miller J.M., Dunn B. (1999) *Langmuir* 15 799e806.
- Nobili F., Croce F., Scrosati B., Marassi R. (2001). Electronic and electrochemical properties of  $\text{Li}_{(x)}\text{Ni}_{(1-y)}\text{Co}_{(y)}\text{O}_2$  Cathodes Studied by Impedance, *Chem. Mater.* 1642–1646.
- Pandolfo A.G., Hollenkamp A.F. (2006). *J. Power Sources* 157 , 11.
- Peng Y.J, Wu T.H., Hsu C.T., Li S.M., Chen M.G., Hu C.C. (2014). Electrochemical characteristics of the reduced graphene oxide/carbon nanotube/polypyrrole composites for aqueous asymmetric supercapacitors. *Journal of Power Sources* , 272 , 970-978.
- Prabu M., Reddy M.V., Selvasekarapandian S., Rao G.V.S., Chowdari B.V.R. (2012). Synthesis, impedance and electrochemical studies of lithium iron fluorophosphate,  $\text{LiFePO}_4\text{F}$  cathode, *Electrochim. Acta* 85 572–578.
- Prasad K.R., Miura N. (2004) *Appl. Phys. Lett.* 85 4199e4201.
- Pulido Y.F , Blanco C., Anseán D., García V. M., Ferrero F., Valledor M. (2017). Determination of suitable parameters for battery analysis by Electrochemical Impedance Spectroscopy , *Measurement* 106 1-11.
- Qu D.Y. (2002). , Studies of the activated carbons used in double-layer supercapacitors. *Journal of Power Sources*, 109 (2), 403–411.
- Ran L., Junfeng W., Gechen L. (2010). Prediction of state of charge of lithium-ion rechargeable battery with Electrochemical Impedance Spectroscopy Theory, 2010 5th IEEE Conf. Ind. Electron. Appl., pp. 684–688.
- Randriamahazaka, H., Noël, V., Chevrot, C. (2002) Fractal dimension of the active zone for p-doped poly(3,4-ethylenedioxythiophene) modified electrode towards a ferrocene probe, *J. Electroanal. Chem.*, 521, 107-116.
- Reddy M.V. , Cheng H.Y., Tham J.H., Yuan C.Y., Goh H.L. Chowdari B.V.R. (2012). Preparation of  $\text{Li}(\text{Ni}_{0.5}\text{Mn}_{1.5})\text{O}_4$  by polymer precursor method and its electrochemical properties, *Electrochim. Acta* 62 269–275.
- Ryu K.S., Kim K.M., Park N.G., Park Y.J., Chang S.H. (2002) *J. Power Sources* 103 305e309.

- Saçak M (2015). Polimer Kimyası, Ankara üniversitesi, Fen Fakültesi, Gazi Kitabevi, 7. Baskı, 1-21s, Ankara, Türkiye.
- Sarı, A., (2011). “Faz Değişimi Yoluyla Isıl Enerjinin Depolanması ve Bu Alanda Yapılan Çalışmalar”, Kimya Lisans Öğrencileri Araştırma Projesi Çalıştayı, 20-28 Temmuz, Çanakkale.
- Sahoo S., Dhibar S., Hatui G., Bhattacharya P., Das C.K. (2013). Graphene/polypyrrole nanofiber nanocomposite as electrode material for electrochemical supercapacitor, *Polymer*, 54 1033-1042.
- Seo, K.I., Chung, I.J. (2000) Reaction analysis of 3,4-ethylenedioxythiophene with potassium persulfate in aqueous solution by using a calorimeter, *Polymer* 41, 4491-4499.
- Shin, H.J., Kim, K.K., Benayad, A., Yoon, S.M., Park, H.K., Jung, I.S., Jin, M.H., Jeong, H.K., Kim, J.M., Choi, J.Y., Lee, Y.H. (2009) Efficient reduction of graphite oxide by sodium borohydride and its effect on electrical conductance, *Adv. Funct. Mater.*, 19(12), 1987-1992.
- Solonaru A.M., Grigoras M. (2017) Water soluble polyaniline/graphene composites as materials for energy storage applications, *Express Polymer Letters*, 11, 127-139.
- Sotzing, G.A., Reddinger, J.L., Reynolds, J.R., Steel, P.J. (1997) Redox active electrochromic polymers from low oxidation monomers containing 3,4-ethylenedioxythiophene (EDOT), *Synth. Met.*, 84, 199-201.
- Srinivasan, V. and Weidner, J.W. (2000) Studies on the capacitance of nickel oxide films: effect of heating temperature and electrolyte concentration. *Journal of the Electrochemical Society*, 147 (3), 880–885. Vix-Guterl C., Frackowiak E., Jurewicz K., Friebe M., Parmentier J., Beguin F. (2005)., *Carbon*, 43, 1293.
- Stankovich, S., Dikin, D.A., Piner, R.D., Kohlhaas, K.A., Kleinhammes, A., Jia, Y., Wu, Y., Nguyen, S.T., Ruoff, R.S. (2007) Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide, *Carbon*, 45, 1558-1565.
- Stankovich, S., Piner, R.D., Chen, X.Q., Wu, N.Q., Nguyen, S.T., Ruoff, R.S. (2006) Stable aqueous dispersions of graphitic nanoplatelets via the reduction of exfoliated graphite oxide in the presence of poly(sodium-4-styrenesulfonate), *J. Mater. Chem.*, 16(2), 155-158.
- Stoller M.D., and Ruoff R.S. (2010). Best practice methods for determining an electrode material's performance for ultracapacitors. *Energy & Environmental Science*, 3 (9), 1294–1301.
- Stoller M.D., Park S., Zhu Y., An J., Ruoff R.S., (2008). *Nano Lett.* 8 3498e3502.
- Sun, Y., Wu, Q., Shi, G. (2011) Graphene based new energy materials, *Energy Environ.Sci.*, 4, 1113-1132.
- Tarolaa, A., Dinia, D., Salatelli, E., Andreanib, F., Decker, F. (1999) Electrochemical impedance spectroscopy of Polyalkylterthiophenes, *Electrochim. Acta*, 44, 4189-4193.

- Tang, J., Song, Z.P., Shan, N., Zhan, L.Z., Zhang, J.Y., Zhan, H., Zhou, Y.H., Zhan, C.M. (2008) Poly[3,4-(ethylenedithio)thiophene]: high specific capacity cathode active material for lithium rechargeable batteries, *Journal of Power Sources*, 185, 1434–1438.
- Ustamehmetoglu, B., Oskan, I., Cinar, M.E., Sezer, E., Karaca, E., Ozturk, T. (2017) Synthesis and characterization of dithienothiophene, bithiazole and thiophene containing polymer, *Electrochim. Acta*, 227, 435-446.
- Vadivel Murugan A., Reddy M.V., Campet G., Vijayamohanan K. (2007). Cyclic voltammetry, electrochemical impedance and ex situ X-ray diffraction studies of electrochemical insertion and deinsertion of lithium ion into nanostructured organic-inorganic poly(3,4-ethylenedioxythiophene) based hybrids, *J. Electroanal. Chem.* 603 287–296.
- Wang, Y., Shi, Z.Q., Huang, Y., *et al.* (2009) Supercapacitor devices based on graphene materials. *Journal of Physical Chemistry C*, 113 (30), 13103–13107.
- Wang, Y., Wu, Y.P., Huang, Y., *et al.* (2011) Preventing graphene sheets from restacking for high-capacitance performance. *Journal of Physical Chemistry C*, **115** (46), 23192–23197.
- Wu, H.C., Lin, Y.P., Lee, E., *et al.* (2009) High-performance carbon-based supercapacitors using Al current-collector with conformal carbon coating. *Materials Chemistry and Physics*, **117** (1), 294–300.
- Wise, D.L., Winek, G.E., Trantolo, D.J., Cooper, T.M and Gresser, J.D. (1998). *Electrical and Optical Polymer Systems*. Vol 17, Marcel Dekker, New York.
- Yamato, H., Ohwa, M., Wernet, W. (1995) Stability of polypyrrole and poly(3,4-ethylenedioxythiophene) for biosensor application, *J. Electroanal. Chem.*, 397, 163-170.
- Yang C., Zhang L., Hu N., Yang Z, Wei H., Zhang Y. (2016). Reduced graphene oxide/polypyrrole nanotube papers for flexible all-solid-state supercapacitors with excellent rate capability and high energy density , *Journal of Power Sources* , 302 ,39-45.
- Yang, Z., Gao, R., Hu, N., Chai, J., Cheng, Y., Zhang, L., Wei, H., Kong, E.S., Zhang, Y. (2012) The prospective two-dimensional graphene nanosheets: Preparation, functionalization, and applications, *Nano-Micro Lett.*, 4 (1), 1-9.
- Zaghib K., Goodenough J.B., Mauger A., Julien C. (2009) Unsupported claims of ultrafast charging of LiFePO<sub>4</sub> Li-ion batteries, *J. Power Sources*, 194, 1021-1023.
- Zhou H., Han G., Xiao Y., Chang Y., Zhai H.J. (2014) Facile preparation of polypyrrole/graphene oxide nanocomposites with large areal capacitance using electrochemical codeposition for supercapacitors, *J. Power Sources*, 263, 259-267.

Zu, S.Z., Han, B.H. (2009) Aqueous dispersion of graphene sheets stabilized by pluronic copolymers: formation of supramolecular hydrogel, *J. Phys. Chem. C.*, 113, 13651-13657.

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans hayatım boyunca benden yardımını, deneyimini ve desteklerini esirgemeyen geleceğim adına bana güzel bir örnek olan, iyi yerlere gelmemizi isteyen saygıdeğer hocam ve tez danışmanım Prof. Dr. Murat ATEŞ'e sonsuz saygı ve şükranlarımı sunarım.

Lisans dönemimde danışmanlığımı yapan ve yüksek lisans dönemimde de bilgisi ve deneyimi ile bizi aydınlatan destek olan Doc. Dr. Yelda YALÇIN GÜRKAN'A sonsuz saygı ve şükranlarımı sunarım.

Tez çalışmam sürecinde bana vermiş olduğu destekten geçmiş deneyimleriyle de destek olan Arş. Gör. Ozan YÖRÜK hocama teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans tez çalışmam Namık Kemal Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projesi (NKU.BAP.01.GA.16.076) olarak desteklenmiştir. Desteklerinden ötürü Namık Kemal Üniversitesi yönetimine ve BAP birimi çalışanlarına teşekkür ederim.

Yüksek lisans ve yaşamım boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen babam Kıyasettin ÇALIŞKAN, annem Saliha ÇALIŞKAN'a ve diğer aile bireylerime teşekkür ediyorum.

Manevi olarak desteklerini esirgemeyen her daim destekçim ve yanımda olan Emine TAŞ ve laboratuvar arkadaşlarıma teşekkür ediyorum.

## ÖZGEÇMİŞ

Sinan ÇALIŞKAN 1992 yılında İstanbul'da doğdu. İlköğretim ve Ortaöğretimini Çağlayan İlköğretim okulunda Lise'yi ise Ahmet Buhan Lisesinde okudu. 2011 yılında Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümüne girdi. 2015 yılında mezun oldu. 2014 yılı Temmuz-Ağustos aylarında İSKİ Temiz Su laboratuvarında stajını yaptı.2015 yılında Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Fizikokimya anabilim dalında yüksek lisansa başladı. Yüksek lisans boyunca BAP projesinde araştırmacı olarak görev aldı. 2016 yılında Trakya Üniversiteler Birliği proje günlerinde poster ve sözlü sunum yaptı.