

**POLIANİLİN VE POLİ(3,4-ETİLENDİOKSİTİYOFEN)
POLİMER VE NANOKOMPOZİTLERİNİN
SÜPERKAPASİTÖR UYGULAMLARI**

Mehmet Akif SERİN

Yüksek Lisans Tezi

Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Murat ATEŞ

2016

T.C.

NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**POLİANİLİN VE POLİ(3,4-ETİLENDİOKSİTİYOFEN)POLİMER VE
NANOKOMPOZİTLERİNİN
SÜPERKAPASİTÖR UYGULAMLARI**

Mehmet Akif SERİN

KİMYA ANABİLİM DALI

DANIŞMAN: Doç. Dr. Murat ATEŞ

TEKİRDAĞ-2016

Her hakkı saklıdır

Doç. Dr. Murat ATEŞ danışmanlığında, Mehmet Akif SERİN tarafından hazırlanan "Polianilin ve Poli(3,4- etilendioksitiyofen) Polimer Ve Nanokompozitlerinin Süperkapasitör Uygulamaları" isimli bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından Kimya Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak oybirliği ile kabul edilmiştir.

Juri Başkanı : Prof. Dr. Halide AKBAŞ

İmza :

Üye : Doç. 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

POLİANİLİN VE POLİ(3,4-ETİLENDİOKSİTİYOFEN) POLİMER VE NANOKOMPOZİTLERİNİN SÜPERKAPASİTÖR UYGULAMALARI

Mehmet Akif SERİN

Namık Kemal Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Murat ATEŞ

Anilin (ANI), 3,4-Etilendioksitiyofen (EDOT) ve P(ANI-co-EDOT) kopolimeri döngülü voltametri (DV) ile camı karbon elektrot (CKE) üzerine elektrokimyasal yöntemle polimerleştirildi. Farklı konsantrasyonlardaki Anilin ve EDOT homopolimerleri, PANI/CuO %1, %3, %5 CuO nanomateli ve PANI/NT, %1, %3, %5 NT, P(ANI-co-EDOT)/CuO ve P(ANI-co-EDOT)/NT farklı başlangıç oranlarındaki kopolimerler döngülü voltametri (DV), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi spektroskopisi (FTIR-ATR), taramalı elektron mikroskopu (SEM), enerji dağılımlı X-ışını analizi (EDX) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ile karakterize edildi. Modifiye elektrotların kapasitif davranışları DV ve EIS (Nyquist, Bode - magnitud, Bode – faz, ve admitans) hesaplama ve grafikleriyle tespit edildi. PANI/NT %5 NT miktarında Kompozitin en yüksek spesifik kapasitans değeri $C_{sp} = 892.212 \text{ Fg}^{-1}$ elde edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Anilin, 3,4-Etilendioksitiyofen, Elektrokimyasal empedans spektroskopisi, İletken polimerler, Kopolimerizasyon, Süperkapasitör.

2016, 90 sayfa

ABSTRACT

MSc. Thesis

SUPERCAPACITOR APPLICATIONS OF POLYANILINE AND POLY(3,4-ETHYLENEDIOXYTHIOPHENE) POLYMER AND NANOCOMPOSITES

MEHMET AKİF SERİN

Namık Kemal University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemistry

Supervisor : Assoc.Prof.Dr. Murat ATES

Homopolymers of aniline and EDOT, PANI/CuO, and PANI/CNT at different percent amount of CuO nanometal (%1, %3, %5) and P(ANI-co-EDOT)/CuO, P(ANI-co-EDOT)/CNT composites were characterized by cyclic voltammetry (CV), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray analysis (EDX) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). The modified electrode capacitance behaviours were calculated from CV measurements and EIS analysis. The composite material of PANI/CuO was found the highest low frequency capacitance as $C_{sp} = 892.212 \text{ Fg}^{-1}$

Keywords : Aniline, 3,4-Ethylenedioxythiophene, Electrochemical impedance spectroscopy, Conducting polymers, Copolymerization, Supercapacitor.

2016, 90 pages

ÖNSÖZ

Tez kapsamında Anilin ve EDOT monomerlerinin farklı derişimlerde homopolimerleri, CuO ve NT eklenerek kompozitleri ve P(ANI-co-EDOT) farklı başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında kopolimerleri ve CuO, NT eklenerek kompozitleri elektrokimyasal olarak sentezlenmiştir. Elektropolimerleşmeler, camsı karbon elektrot (CKE) üzerine gerçekleştirilip, polimer film karakterizasyonları (FTIR-ATR, DV, SEM-EDX ve EES) gerçekleştirilmiştir. Farklı başlangıç konsantrasyonlarında elde edilen kopolimerlerin kapasitif davranışları incelenmiştir. Tez çalışmasından 2 Adet makale hazırlanmış, bunlardan 1 i basılmış, diğeri ise basılmak üzere dergiye gönderilmiştir.

1- Ates M., Serin MA, Ekmen I, Ertas YN, Supercapacitor behaviors of Polyaniline/CuO, Polypyrrole/CuO and PEDOT/CuO nanocomposites, Polymer Bulletin, 72(10), 2573-2589 (2015).

2- Ates M., Serin MA, Electrochemical Supercapacitors of Poly(Aniline-co-3,4-ethylenedioxythiophene) / CuO Nanocomposite Systems, Submitted (2016).

Mehmet Akif SERİN

TEŞEKKÜR

Bana yüksek lisans yapma şansını tanıyan ve çok güzel bir konuyu öğrenmemi sağlayan, deneyimlerini benden hiçbir zaman esirgemeyen saygıdeğer hocam, tez danışmanım Doç.Dr.Murat ATEŞ'e sonsuz saygı ve şükranlarımı sunarım.

Bir dönem boyunca bana danışmanlık yapan, her zaman bilgisi ve iyi niyeti ile destek olan Doç.Dr. Yelda YALÇIN GÜRKAN'a minnettarım.

Çalışma sürecinde bana vermiş olduğu her türlü destekten, yardımlarından ve olaylara farklı açıdan bakmamı sağlayan Arş. Gör. Tolga KARAZEHİR'e teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam boyunca iki defa bizi BAP Araştırma ve Yüksek lisans projeleri (NKUBAP.00.10.AR.14.11 ve NKUBAP.01.YL.15.003) ile destekleyen Namık Kemal Üniversitesi yönetimine ve BAP birimi çalışanlarına teşekkür ederim.

Beni bu zorlu süreçte maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen babam Yafes SERİN ve annem Nevruz Serin'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

İP	:İletken polimerler
EDOT	:3,4-Etilendioksitiyofen
ANI	:Anilin
PEDOT	:Poli(3,4-Etilendioksitiyofen)
PANI	:PoliAnilin
EES	:Elektrokimyasal empedans spektroskopisi
SEM	:Taramalı elektron mikroskopu
EDX	:Enerji dağılım X-ışını analizi
PEDOT	:Poli(3,4-etilendioksitiyofen)
KFME	:Karbon fiber mikro elektrot
CKE	:Camsı karbon elektrot
DV	:Döngülü voltametri
NaClO ₄	:Sodyum perklorat
ACN	:Asetonitril
FTIR-ATR	:Fourier Dönüşümlü Kızılötesi spektroskopisi
C _{sp}	:Düşük frekans kapasitans
C _{dl}	:Çift katmanlı kapasitans
E _{An}	:Anodik pik potansiyeli
E _{Kat}	:Katodik pik potansiyeli

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
ÖNSÖZ	v
TEŞEKKÜRLER	vi
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
TABLO DİZİNİ	xviii
1.GİRİŞ	1
1.1.Polimerler	1
2.TEORİK BİLGİ	2
2.1. İletken Polimerler	2
2.2. İletken Polimer Teorisi	2
2.3. Süperkapasitörler	3
2.4.Döngülü Voltametre (CV)	6
2.5. Elektrokimyasal Empedans Spektropisi (EES).....	6
3. MATERYAL VE YÖNTEM	6
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	8
4.1.EDOT/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu	8
4.1.1. EDOT/CKE 0.1 M NaClO ₄ /ACN Elektropolimerizasyon Çalışması	8
4.1.2. PEDOT/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	9
4.1.3. PEDOT/CKE, Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi Sonuçları	13
4.2. PANI/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu.....	15
4.2.1. PANI/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	16
4.2.2. PEDOT/CKE, Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi Sonuçları	17
4.3.P(ANI-co-EDOT)/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu.....	19
4.3.1. PEDOT/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	21
4.3.2. PEDOT/CKE, Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi Sonuçları	23
4.4.PEDOT/CuO/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu	25
4.4.1.PEDOT/CuO kompozitinin sentezlenmesi	25

4.4.2. PEDOT/CuO kompozitinin FTIR analizi	26
4.4.3. PEDOT/CuO'ın SEM-EDX Analizi.....	27
4.4.4. PEDOT/CuO/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	27
4.4.5. PEDOT/CuO kompozit elektrot için Elektrokimyasal Empedans spektroskopisi	29
4.4.6. PEDOT/CuO için Stabilite Testi	30
4.5. PANI/CuO/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu	31
4.5.1. PANI/CuO kompozitinin sentezi.....	31
4.5.2. PANI/CuO kompozitinin FT-IR analizi	32
4.5.3. PANI/CuO'ın SEM-EDX Analizi	33
4.5.4. PANI/CuO Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	33
4.5.5. PANI/CuO , 0.5 M H ₂ SO ₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları.....	36
4.5.6. PANI/CuO için Stabilite Testi.....	37
4.6. P(ANI-co-EDOT)/CuO/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu	38
4.6.1. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 değerinde % 1, %3, %5 CuO Kompozit Çalışması	38
4.6.2. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 değerinde % 1, %3, %5 CuO Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	39
4.6.3. P(ANI-co-EDOT)/CuO FTIR-ATR ANALİZİ	41
4.6.4. P(ANI-co-EDOT)/CuO'ın SEM-EDX Analizi	43
4.6.5. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, % 1, %3, %5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları.....	47
4.6.6. P(ANI-co-EDOT)/CuO kompozitinin Stabilite Testi.....	50
4.6.7. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, Değerinde %1, %3, %5 CuO Kompozit Çalışması	51
4.6.8. PEDOT/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	51
4.6.9. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, FTIR-ATR ANALİZİ.....	53
4.6.10. P(ANI-co-EDOT)/CuO'ın SEM-EDX Analizi	55
4.6.11. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, % 1-3-5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları.....	58
4.7. EDOT/ÇDNT Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu	61
4.7.1. PEDOT/NT kompozitinin sentezi	61

4.7.2. PEDOT/NT % 1, %3, %5 NT Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	63
4.7.3. PEDOT/ NT kompozitinin FTIR analizi	66
4.7.4. PEDOT/NT SEM-EDX Analizi	66
4.7.5. PEDOT/NT, % 1, %3, %5 NT, 0.5 M H ₂ SO ₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları.....	67
4.7.5. PEDOT/NT kompozitinin Stabilite Testi	69
4.8. PANİ/ÇDNT Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu.....	69
4.8.1 PANİ/NT Kompozitinin Sentezlenmesi	69
4.8.2. PANİ/NT % 1, %3, %5 NT Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	71
4.8.3. PANİ/ÇDNT kompozitinin FT-IR analizi	74
4.8.4. PANİ/NT SEM-EDX Analizi.....	75
4.8.5. PANİ/ÇDNT, %1, %3, %5 NT, 0.5 M H ₂ SO ₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları.....	76
4.8.6. PANİ/NT Kompozitinin Stabilite Testi	78
4.9. P(ANİcoEDOT)/ÇDNT Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu.....	79
4.9.1. P(ANI-co-EDOT)/NT, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 değerinde % 1, %3, %5 NT Kompozit Çalışması	79
4.9.2. P(ANI-co-EDOT)/NT, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 değerinde % 1, %3, %5 NT Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri	80
4.9.3. P(ANI-co-EDOT)/NT FTIR-ATR ANALİZİ	81
4.9.4. P(ANI-co-EDOT)/NT'in SEM Analizi	82
4.9.5. P(ANI-co-EDOT)/NT, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, % 1, %3, %5 NT, 0.5 M H ₂ SO ₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları.....	82
4.9.6. P(ANI-co-EDOT)/NT kompozitinin Stabilite Testi	85
5.SONUÇ	86
6.KAYNAKLAR	87

ŞEKİL DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 2.1. EDOT ve Anilin monomerleri.....	6
Şekil 2.2. İletken, yarı-iletken ve yalıtkanlar için band teorisinin şematik gösterimi.....	7
Şekil 4.1 EDOT monomerinin <i>Glassy elektrot</i> üzerine 0.1 M NaClO ₄ /ACN çözeltisinde a) [EDOT] _o = 1 mM, b) [EDOT] _o =2 mM, c) [EDOT] _o = 5 mM, d) [EDOT] _o = 10 mM e) [EDOT] _o = 20, f) [EDOT] _o = 50, g) [EDOT] _o = 100 başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V - 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı:100 mVs ⁻¹	11
Şekil 4.2. <i>Glassy elektrot</i> üzerine EDOT a) 1mM b) 2mM c) 5mM d) 10mM e) 20mM f) 50mM g) 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.1 M NaClO ₄ /ACN çözeltisinde ortamda elde edilen 25, 50, 100, 250, 500 ve 1000 mVs- tarama hızlarındaki DV grafiği, Akım yoğunluğu tarama hızı ve Akım yoğunluğu tarama hızı karekök grafiği incelenmiştir.....	14
Şekil 4.3. PEDOT, 0.1 M NaClO ₄ /ACN çözeltisinde, [EDOT] _o = 1 mM, 2 mM, 5 mM, 10 mM, 20mM, 50mM ve 100 mM için Nyquist grafiği, 10mHz – 100 kHz frekans aralığında monomersiz ortamda alınmıştır.....	16
Şekil 4.4. PEDOT, 0.1 M NaClO ₄ /ACN çözeltisinde, [EDOT] _o = 1 mM, 2 mM, 5 mM, 10 mM, 20mM, 50mM ve 100 mM için Bode - magnitude grafiği.....	16
Şekil 4.5 . PEDOT, 0.1 M NaClO ₄ /ACN çözeltisinde, [EDOT] _o = 1 mM, 2 mM, 5 mM, 10 mM, 20mM, 50mM ve 100 mM için Bode - faz grafiği.....	16
Şekil 4.6. PEDOT, 0.1 M NaClO ₄ /ACN çözeltisinde, [EDOT] _o = 1 mM, 2 mM, 5 mM ve 10 mM için Admitans grafiği.....	17
Şekil 4.7. PANI monomerinin <i>Glassy elektrot</i> üzerine 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde a)[PANI] _o = 25 mM, b) [PANI] _o =50 mM, c) [PANI] _o = 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -0.2 V – 0.8V, 8 Döngü,tarama hızı: 100 mVs ⁻¹	18
Şekil 4.8. <i>Glassy elektrot</i> üzerine PAN I a) 25mM b) 50mM c) 100mM başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.1 M NaClO ₄ /ACN çözeltisinde ortamda elde edilen 25, 50, 100, 250, 500 ve 1000 mVs ⁻¹ tarama hızlarındaki DV grafiği, Akım yoğunluğu tarama hızı ve Akım yoğunluğu tarama hızı karekök grafiği incelenmiştir.	19
Şekil 4.9. PANI, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, a) [PANI] _o =25 mM, b) [PANI] _o =50 mM, c) [PANI] _o = 100 mM için Nyquist grafiği.....	20
Şekil 4.10. PANI, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, [PANI] _o = 25 mM, 50 mM, 100 mM Bode - magnitude grafiği.....	21

Şekil 4.11. PANI, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, [PANI] ₀ =25 mM, 50 mM, 100 mM Bode - faz grafiği.	21
Şekil 4.12. PANI, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, [PANI] ₀ = 25 mM, 50 mM, 100 mM için Admitans grafiği.....	20
Şekil 4.13. PANI ve PEDOT monomerinin <i>Glassy elektrot</i> üzerine 0.1M LiClO ₄ /ACN çözeltisinde a) [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/1, b) [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/2, c) [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/5, d) [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/10 başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V – 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mV ⁻¹	23
Şekil 4.14. <i>Glassy elektrot</i> üzerine EDOT a) [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/1, b) [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/2, c) [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/5, d) [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/10 monomersiz ortamda 0.5 H ₂ SO ₄ çözeltisinde elde edilen 25, 50, 100, 250, 500 ve 1000 mVs ⁻¹ tarama hızlarındaki DV grafiği, Akım yoğunluğu tarama hızı ve Akım yoğunluğu tarama hızı karakök grafiği incelenmiştir.....	25
Şekil 4.15. P(ANI-co-EDOT), 0.5 H ₂ SO ₄ çözeltisinde, [[PANİcoPEDOT]] ₀ = 1-1mM, 1-2mM, 1-5 mM, 1-10mM, için Nyquist grafiği, 10mHz – 100 kHz frekans aralığında monomersiz ortamda alınmıştır.....	26
Şekil 4.16. P(ANI-co-EDOT), 0.5 H ₂ SO ₄ çözeltisinde, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/1, 1/2, 1/5, 1/10, için Bode - magnitude grafiği.....	26
Şekil 4.17. P(ANI-co-EDOT), 0.5 H ₂ SO ₄ , [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/1, 1/2, 1/5, 1/10, için Bode - faz grafiği.....	27
Şekil 4.18. P(ANI-co-EDOT), 0.5 H ₂ SO ₄ , [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/1, 1/2, 1/5, 1/10, için Admitans grafiği.....	27
Şekil 4.19. EDOT monomerinin GCE üzerine 0.01 M Hegzadesil 3-metil amonyum bromür /Bütanol içinde a) %1, b) %3, c) %5 CuO içeren [EDOT] ₀ = 100 mM başlangıç monomer konsantrasyonunda DV grafiği. Polimerleşme işlemi döngülü voltametre yöntemi ile 100mV/s, 8 döngü olarak yapılmıştır.....	28
Şekil 4.20. PEDOT ve PEDOT/CuO'nun FTIR-ATR Spektrumu.....	29
Şekil 4.21. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 % 1 CuO nanokompozit SEM görüntüsü, 2 µm,.....	30
Şekil 4.22. PEDOT/CuO, a) %1, b) %3, c) %5 CuO nano-metali içeren 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mVs ⁻¹ tarama hızlarında 0-0.6 V arasında döngülü voltamogramları. Akım yoğunluğu tarama hızı, Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....	31
Şekil 4.23. PEDOT/CuO için a)Admitans, b) Nyquist, c) Bode-faz, d) Bode-magnitude grafikleri, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, 10 mV amplitud, 10 mHz den 100 kHz'e değişen frekans aralığında ölçümler gerçekleştirilmiştir.....	33

Şekil 4.24. PEDOT/CuO için 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Stabilite testi (500 Döngü) 100 mV×s ⁻¹ tarama hızında ölçümler alınmıştır.....	34
Şekil 4.25. Anilin monomerinin GCE üzerine 0.1M SDS içinde a) %1, b) %3, c) %5 CuO içeren [Anilin] ₀ = 100 mM başlangıç monomer konsantrasyonunda DV grafiği. Polimerleşme işlemi döngülü voltametre yöntemi ile 100mV/s, 8 döngü olarak yapılmıştır.....	35
Şekil 4.26. PANI ve PANI/CuO'nun FTIR-ATR spektrumu.....	36
Şekil 4.27. PANI/CuO, kompozitinin a) SEM görüntüsü, 2 µm,.....	37
Şekil 4.17. 0.1 M TBABF ₄ / ACN çözeltisinde Karbazol (Cz),	
Şekil 4.28. PANI/CuO, a) %1, b) %3, c) %5 CuO nanometali içeren 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mVs ⁻¹ tarama hızlarında 0-0.6 V arasında döngülü voltamogramları. Akım yoğunluğu tarama hızı, Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....	38
Şekil 4.29. PANI/CuO için a) Nyquist b) Bode-magnitude, c) Bode-faz, d) Admitans graikleri 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, 10 mV amplitut, 10 mHz den 100 kHz'e değişen frekans aralığında alınmıştır.....	40
Şekil 4.30. PANI/CuO için 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Stabilite testi (500 Döngü) 100 mV×s ⁻¹ tarama hızında ölçümler alınmıştır.....	41
Şekil 4.31. P(ANI-co-EDOT)/CuO,[ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/5 oranında monomerlerden eklenerek <i>Glassy elektrot</i> üzerine 0.1 M LiClO ₄ içersine 0.15 M SDS çözeltisinde a) %1 CuO, b) %3 CuO, c) %5 CuO, döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V – 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mV×s ⁻¹	42
Şekil 4.32. <i>Glassy elektrot</i> üzerine [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ =1/5, başlangıç monomer konsantrasyonunda a) %1 CuO, b)%3 CuO, c)%5 CuO içeren içeren 0.5M H ₂ SO ₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mV×s ⁻¹ tarama hızlarındaki monfree grafiği. Potansiyel aralığı -1V ile+1V. (Her satır aynı grafik için geçerlidir).....	43
Şekil 4.33. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %1CuO nanokompozit FTIR Analizi.....	45
Şekil 4.34. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %3 CuO nanokompozit FTIR Analizi.....	46
Şekil 4.35. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %5 CuO nanokompozit FTIR Analizi.....	46
Şekil 4.36. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 % 1 CuO nanokompozit a) SEM görüntüsü, 100 µm, b) SEM Görüntüsü, 20 µm, c) EDX analizi.....	47
Şekil 4.37. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 % 3 CuO nanokompozit a) SEM görüntüsü, 100 µm, b) SEM Görüntüsü, 20 µm, c) EDX analizi.....	48
Şekil 4.38. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %5 CuO nanokompozit a) SEM görüntüsü, 100 µm, b) SEM Görüntüsü, 20 µm, c) EDX analizi.....	49

Şekil 4.39. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %1-3-5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Nyquist grafiği.....	50
Şekil 4.40. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %1-3-5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Bode – magnitude grafiği.....	51
Şekil 4.41. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %1-3-5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Bode – faz grafiği.....	51
Şekil 4.42. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %1-3-5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Admitans grafiği.....	52
Şekil 4.43. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisi için Stabilite Testi.....	53
Şekil 4.44. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10 oranında Glassy elektrot üzerine 0.1 M LiClO ₄ içersine 0.15 M SDS çözeltisinde a) %1 CuO, b) %3 CuO, c) %5 CuO, ilavesiyle DV grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V – 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mV×s ⁻¹	54
Şekil 4.45. Glassy elektrotüzerine [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında a) %1 CuO, b) %3 CuO, c) %5 CuO içeren 0.5M H ₂ SO ₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mVs ⁻¹ tarama hızlarındaki mon-free grafiği. Potansiyel aralığı -1V – 1V. (Her satır aynı grafik için geçerlidir).....	55
Şekil 4.46. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, %1CuO nanokompozit için FTIR Analizi.....	56
Şekil 4.47. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, % 3 CuO nanokompozit için FTIR Analizi.....	57
Şekil 4.37. [Cz] ₀ / [TTh] ₀ = 1:5 kopolimerinin EDX analizi.....	56
Şekil 4.48. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, % 5 CuO nanokompozit için FTIR Analizi.....	57
Şekil 4.49. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10,% 1 CuOnanokompozit için a) SEM görüntüsü 100 µm, b) SEM görüntüsü, 20 µm, c) EDX analizi.....	58
Şekil 4.50. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10,% 3 CuOnanokompozit için a) SEM görüntüsü 100 µm, b) SEM görüntüsü, 20 µm, c) EDX analizi.....	59
Şekil 4.51. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10,% 5 CuOnanokompozit için a) SEM görüntüsü 100 µm, b) SEM görüntüsü, 20 µm, c) EDX analizi.....	60
Şekil 4.52. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, % 1, %3, %5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Nyquist grafiği.....	61
Şekil 4.53. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, % 1, %3, %5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Bode – magnitude grafiği.....	62
Şekil 4.54. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, % 1, %3, %5 CuO, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Bode – faz grafiği.....	62

- Şekil 4.55. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, %1, %3, %5 CuO, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde Admitans grafiği.....62
- Şekil 4.56. EDOT monomerinin *Glassy elektrot* üzerine Bütanol/ÇDNT çözeltisinde a) $[EDOT]_0 = %1$ NT, b) $[EDOT]_0 = %3$ NT, c) $[EDOT]_0 = %5$ NT 100 mM başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V - 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mVs^{-1} 64
- Şekil 4.57. *Glassy elektrot* üzerine a) $[PEDOT]_0 = %1$ NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda Bütanol/ÇDNT çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığının da 100 mVs^{-1} , 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....66
- Şekil 4.58. *Glassy elektrot* üzerine a) $[PEDOT]_0 = %3$ NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda Bütanol/ÇDNT çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığının da 100 mVs^{-1} , 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....66
- Şekil 4.59. *Glassy elektrot* üzerine a) $[PEDOT]_0 = %5$ NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda Bütanol/ÇDNT çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığının da 100 mVs^{-1} , 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....67
- Şekil 4.60. PEDOT ve PEDOT/CuO'nun FTIR-ATR Spektrumu.....68
- Şekil 4.61. PEDOT/NT %5 NT nanokompozit a) SEM görüntüsü 5 μm , b) SEM Görüntüsü 40 μm69
- Şekil 4.62. Pedot/ÇDNT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM için Nyquist grafiği69
- Şekil 4.63. Pedot/ÇDNT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM Bode - magnitude grafiği.....69
- Şekil 4.64. Pedot/ÇDNT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM Bode – faz grafiği70
- Şekil 4.65. Pedot/ÇDNT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM için Admitans grafiği.....70
- Şekil 4.66. PEDOT/NT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisi için Stabilite Testi71
- Şekil 4.67. Pedot monomerinin *Glassy elektrot* üzerine 0.2M H_2SO_4 /SDS/ÇDNT çözeltisinde a) $[EDOT]_0 = %1$ NT, b) $[EDOT]_0 = %3$ NT, c) $[EDOT]_0 = %5$ NT 100 mM başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V - 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mVs^{-1} 72
- Şekil 4.68. *Glassy elektrot* üzerine a) $[Pani]_0 = %1$ NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.2M H_2SO_4 /SDS/ÇDNT çözeltisinde monomersiz ortamda

	elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığın da 100 mVs ⁻¹ , 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....	73
Şekil 4.69.	<i>Glassy elektrot</i> üzerine a) [Pani] ₀ = %3NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.2M H ₂ SO ₄ /SDS/ÇDNT çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığın da 100 mVs ⁻¹ , 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....	74
Şekil 4.70.	<i>Glassy elektrot</i> üzerine a) [Pani] ₀ = %3NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.2M H ₂ SO ₄ /SDS/ÇDNT çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığın da 100 mVs ⁻¹ , 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....	75
Şekil 4.71.	PANI/NT'ün FTIR-ATR spektrumu.....	76
Şekil 4.72.	PANI/NT % 5 NT nanokompozit a) SEM görüntüsü, 100 µm, b) SEM Görüntüsü, 20 µm.....	77
Şekil 4.73.	Pani/ÇDNT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, % 1-3-5 NT 100mM için Nyquist grafiği.....	78
Şekil 4.74.	Pani/ÇDNT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM Bode - magnitude grafiği.....	78
Şekil 4.75.	Pani/ÇDNT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, % 1-3-5 NT 100mM Bode – faz grafiği.....	79
Şekil 4.76.	Pani/ÇDNT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM için Admitans grafiği.....	79
Şekil 4.77.	PANI/NT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisi için Stabilite Testi.....	80
Şekil 4.78.	P(ANIcoEDOT) monomerinin <i>Glassy elektrot</i> üzerine 0.5M H ₂ SO ₄ çözeltisinde	
Şekil 4.79.	P(ANIcoEDOT) , a) %1, b) %3, c) %5 NT içeren 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mVs ⁻¹ tarama hızlarında ki döngülü voltamogramları. Akım yoğunluğu tarama hızı, Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.....	82
Şekil 4.80.	P(ANI-co-EDOT)/NT'ün FTIR-ATR spektrumu.....	83
Şekil 4.81.	P(ANI-co-EDOT)/NT, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 % 1 NT nanokompozit a) SEM görüntüsü, 40 µm, b) SEM Görüntüsü, 100 µm.....	84
Şekil 4.82.	P(ANI-co-EDOT)/ÇDNT, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, % 1-3-5 NT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Nyquist grafiği.....	84
Şekil 4.83.	P(ANI-co-EDOT)/ÇDNT, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, % 1-3-5 NT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Bode – magnitude grafiği.....	85

Şekil 4.84. P(ANI-co-EDOT)/ÇDNT, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/5$, %1-3-5 NT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Bode – faz grafiği.....	85
Şekil 4.85. P(ANI-co-EDOT)/ÇDNT, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/5$, %1-3-5 NT, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisinde Admitans grafiği.....	86
Şekil 4.86. P(ANI-co-EDOT)/NT, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/5$, 0.5 M H ₂ SO ₄ çözeltisi için Stabilitate Testi.....	87

TABLO DİZİNİ

Sayfa No

Tablo 4.1 EDOT monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.....	12
Tablo 4.2 PEDOT, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve (Tarama Hızı) ^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları.....	14
Tablo 4.3. PEDOT'ın EES yöntemiyle elde edilen C _{sp} , C _{d1} ve Θ değerleri.....	17
Tablo 4.4. Anilin monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.....	18
Tablo 4.5. PEDOT, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve (Tarama Hızı) ^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları.....	19
Tablo 4.6. Pani için EES den elde edilen C _{sp} , C _{d1} ve Θ değerleri.....	22
Tablo 4.7. [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ monomer oranlarının farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.....	23
Tablo 4.8. PEDOT, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve (Tarama Hızı) ^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları.....	25
Tablo 4.9. P(ANI-co-EDOT) için EES den elde edilen C _{sp} , C _{d1} ve Θ değerleri.....	27
Tablo 4.10. EDOT monomerinin farklı derişimlerde DV ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçları.....	29
Tablo 4.11. Akım yoğunluğu tarama hızı ve akım yoğunluğu tarama hızı karekökü regresyon katsayısı değerleri.....	31
Tablo 4.12. PEDOT/CuO kompozitinin farklı tarama hızlarına karşı gösterdiği kapasitans miktarları.....	32
Tablo 4.13. PEDOT/CuO kompoziti için empedans datalarından elde edilen faz açısı, çift katmanlı ve spesifik kapasitans kapasitans değerleri.....	33
Tablo 4.14. Anilin monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.....	35
Tablo 4.15. PANI/CuO kompozitininakım yoğunluğu tarama hızı ve akım yoğunluğu tarama hızı karekökü regresyon katsayısı değerleri.....	38

Tablo 4.16. PANI/CuO kompozitinin farklı tarama hızlarına karşı gösterdiği kapasitans miktarları.....	39
Tablo 4.17. PANI/CuO kompoziti için empedans datalarından elde edilen faz açısı, çift katmanlı ve spesifik kapasitans kapasitans değerleri.....	40
Tablo 4.18. P(ANI-co-EDOT)'ın Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve (Tarama Hızı) ^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regrasyon katsayıları, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5.....	63
Tablo 4.19. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 % 1 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.....	47
Tablo 4.20. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, % 3 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.....	48
Tablo 4.21. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, %5 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.....	49
Tablo 4.22. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5, oranlarında %1-3-5 CuO nanometali içeren kompozitlerinin CV de farklı tarama hızlarına karşı kapasitans miktarları.....	52
Tablo 4.23. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 oranlarında %1-3-5 CuO nanometali içeren kompozitlerinin kapasitans miktarları.....	52
Tablo 4.24. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve (Tarama Hızı) ^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regrasyon katsayıları.....	55
Tablo 4.25. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, % 1 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.....	58
Tablo 4.26. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, %3 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.....	59
Tablo 4.27. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10, % 5 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.....	60
Tablo 4.28. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10 oranlarında %1, %3, %5 CuO nanokompozitin CV den farklı tarama hızlarına karşı kapasitans miktarları.....	62
Tablo 4.29. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/10 oranlarında %1, %3, %5 CuO nanometali içeren kompozitlerinin EIS den elde edilen kapasitans miktarları.....	63

Tablo 4.30. Edot monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.....	65
Tablo 4.31. PEDOT/NT'ün Tarama Hızı karşı AkımYoğunluğu ve (Tarama Hızı) ^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regrasyon katsayıları.....	67
Tablo 4.32. PEDOT/NT, oranlarında %1-3-5 NT nanometali içeren kompozitlerinin CV de farklı tarama hızlarına karşı kapasitans miktarları.....	70
Tablo 4.33. Anilin monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.....	72
Tablo 4.34. PANİ/NT'ün Tarama Hızı karşı AkımYoğunluğu ve (Tarama Hızı) ^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regrasyon katsayıları.....	76
Tablo 4.35. PANİ/ÇDNT %1-3-5 NT içeren kompozitlerinin kapasitans miktarları.....	79
Tablo 4.36. Anilin monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.....	81
Tablo 4.37. P(ANI-co-EDOT)NT'ün Tarama Hızı karşı AkımYoğunluğu ve (Tarama Hızı) ^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regrasyon katsayıları, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5.....	82
Tablo 4.38. P(ANI-co-EDOT)/NT, [ANI] ₀ /[EDOT] ₀ = 1/5 oranlarında %1-3-5 NT içeren kompozitlerinin kapasitans miktarları.....	86
Tablo 4.39. EDOT, ANİLİN monopolimerlerinin, kompozitlerinin ve kopolimerinin kompozitinin spesifik kapasitansları.....	88

1.GİRİŞ

1.1.Polimerler

19. yüzyılda polimerlerin keşfedilmesiyle birlikte bu alanda bugüne kadar önemli mesafeler kat edilmiştir. Günümüzde birçok bilim dalında ve teknolojiye kullanılan polimerler artık birçok alt başlığı ile başlı başına bir bilim dalı olma yolunda ilerlemektedir. Polimer; çok sayıda monomerin kovalent bağlarla birbirine bağlanmasıyla oluşturduğu büyük moleküllerdir (Saçak 2008).

Polimerler günümüzde artık vazgeçilmez hale gelmiştir. Gösterdikleri mekaniksel, kimyasal, ısısal, elektriksel vb özelliklerinden dolayı günlük hayatta ve teknolojik birçok alanda kullanılmaktadır. Günlük kullanımda, otomotiv sanayinde, savunma sanayinde, enerji sistemlerinde, sağlık teknolojisinde, uzay teknolojisi, elektronik teknolojisi gibi birçok alanda kullanılmaktadırlar. Monomer çeşitliliğinin fazla olması, diğer monomerler ile kopolimer oluşturabilmeleri, nano-partiküller ve nano-metaller ile kompozit haline gelebilmeleri polimerlerin birçok alanda fiziksel, mekaniksel ve elektriksel üstün özellikler göstermesini sağlamaktadır.

Polimerler; monomerlerin birleşmesi sonucu oluşan polimerizasyon tepkimeleri sonucu meydana gelirler. Polimerler değişik kimyasal tepkimelerden yararlanılarak sentezlenebilirler. Bu tepkimeler, genel işleyiş mekanizmasına göre; basamaklı polimerizasyon ve katılma polimerizasyonu olarak ikiye ayrılır.

Basamaklı polimerizasyon; kondensasyon, Micheal katılması, Friedel-Crafts, Diels-Alder katılması, üretan oluşumu türü organik tepkimelerle hazırlanabilir. Bu tepkimeler içerisinde en sık kullanılanı ve laboratuvar yada endüstride basamaklı polimer üretimine en uygun kondensasyon tepkimeleridir. Kondensasyon tepkimeleri, fonksiyonel grupları bulunan iki molekülün aralarından küçük bir molekül ayrılarak birleşmesi şeklinde meydana gelir. Kondensasyon tepkimelerine katılan moleküller birleşirken de genelde -OH, -COOH, -NH₂ türü fonksiyonel gruplar bulunur. Kondensasyon sırasında iki molekülün birleşmesiyle H₂O, HCl, NH₃ gibi küçük moleküller ayrılır. Kondensasyon polimerizasyonlarına poliester, poli(etilen tereftalat) (PET), poliamit (nylon 6-6), poliglisin örnek olarak gösterilebilir.

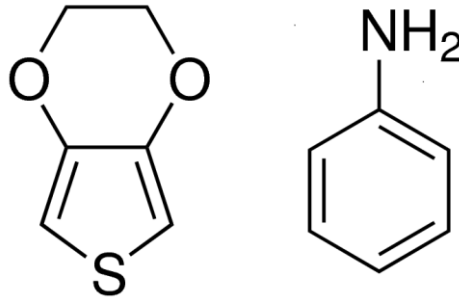
Katılma polimerizasyonu monomer molekülleri, büyümekte olan polimer zincirlerine birer birer ve hızla katılırlar. Katılma polimerizasyonunda başlatma yöntemlerinden biri,

serbest radikallerden yararlanmaktadır. Kimyasal maddeler kullanılarak veya fiziksel etkenlerden yararlanılarak polimerizasyon ortamında serbest radikaller oluşturulabilir. Bu yöntem ile polistiren ve poliakrilonitril sentezlenebilir.

2.TEORİK BİLGİ

2.1. İletken Polimerler

Çeyrek yüzyıl önce iletken polimerlerin bulunmasıyla birlikte polimer alanında yeni bir çığır açılmış oldu. 1977 yılında Shirakawa ve çalışma arkadaşlarının çeşitli maddeler ile poliasetileni doplayarak iletkenlik özelliği kazandırdılar (Shirakawa ve ark 1977). İletken polimerlerin keşfedilmesi üzerine bilim insanların ilgisi bu alana zaman içinde arttı. İletken polimer; kendi örgü yapısı içindeki elektronlarla yeterli düzeyde elektriksel iletkenliği sağlayan polimerler için kullanılır (Saçak 2008). Bu polimerler, metal oksitleri ile karşılaştırıldığında birçok avantaja sahiptir; yüksek hassasiyet, kısa tepki süresi, oda sıcaklığında çalışma, kimyasal ve fiziksel özelliklerini farklı malzemeler ile modifiye edebilme özellikleri vardı (Fratoddi ve ark 2015). Bazı iletken polimerlerin genel yapısı aşağıdaki şekilde gibidir.

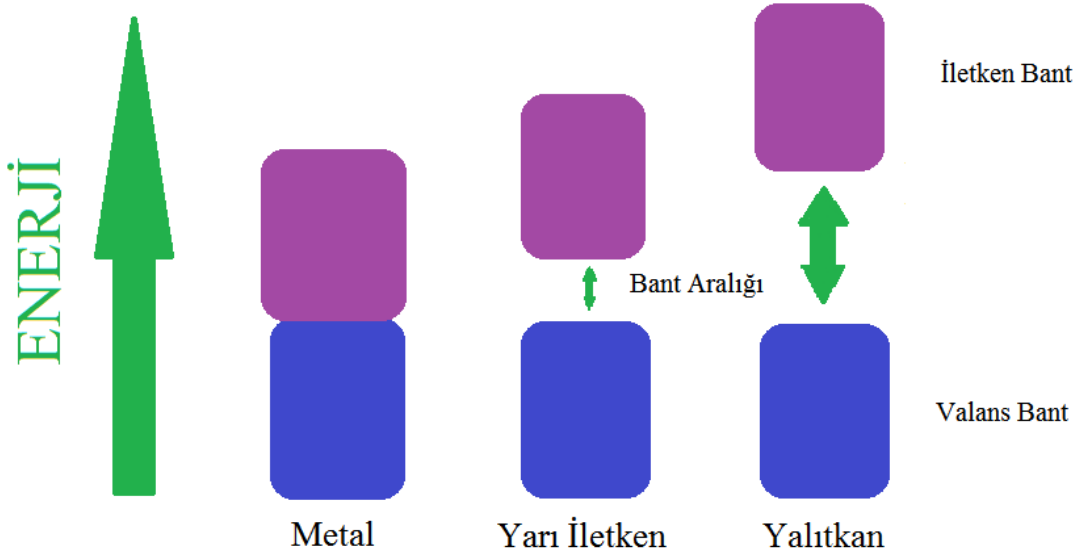


Şekil 2.1. EDOT ve Anilin monomerleri

2.2. İletken Polimer Teorisi

İletken polimer (İP) teorisi iki şekilde açıklanmaktadır; Konjuge çift bağ teorisi ve Band kuramıdır. Konjuge bağ teorisi; polimerlerin elektronik iletkenlik gösterebilmesi için, polimer örgüsünde, elektronların zincir boyunca taşınmasının sağlayan çift bağların bulunması gerekir. Bu koşulu ana zincirinde konjuge çift bağlar bulunan polimerler sağlar. Sadece konjuge yapıya sahip olan polimerler için iletkenlik yeterli şart değildir. İletkenli düşük olan polimerlerin iletkenliklerinin artırılması için polimerin doplanması gerekir. Dop işlemi ile polimer iletkenliğini sağlayacak olan elektronlar alınarak yada

elektronlar verilerek polimer örgüsünde artı yük boşluğu bulunan konjuge bir zincir oluşturulması sağlanır.



Şekil 2.2. İletken, yarı-iletken ve yalıtkanlar için band teorisinin şematik gösterimi.

2.3. Süperkapasitörler

Günümüzde enerji depolama üzerine bir çok çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalar elektrokimyasal olarak enerji depolama yönünde büyük ilerleme kaydetmiştir. Elektrokimyasal kapasitörler yıllar içinde çalışmalar ile gelişmiştir. Geleneksel kapasitörlere göre yüksek elektrokimyasal spesifik enerji kapasitesi ve anlık enerji yoğunluğu gösteren kapasitörlere süperkapasitör denmektedir. Günümüzde elektronik sektöründe, hafıza yedekleme sistemlerinde, endüstriyel güç ve enerji yönetiminde yaygın olarak kullanılırlar (Miller vs ark 2008).

Süperkapasitörler yükleme boşalma mekanizmalarına göre iki çeşide ayrılırlar: Elektrokimyasal çift katmanlı kapasitör (EÇKK) ve pseudokapasitör (Ryu ve ark 2002). Elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörün çalışma mekanizması elektrot-elektrolit ara yüzeyindeki yük ayrımıdır. Hâlbuki pseudokapasitans, elektrot yüzeyinin yakınlarında gerçekleşen hızlı, tersinir ve faradik redoks reaksiyonlarından kaynaklanır (Sen 2010). Pseudokapasitörlerin kapasitansı redoks reaksiyonlarına cevaben bir redoks materyalin hacminde yük depolanmasından kaynaklanır. Bu hızlı redoks reaksiyonları kapasitans gibi davranır böylece pseudokapasitans diye isimlendirilir (Snook ve ark 2004). Bir

pseudokapasitörde tipik olarak, elektrot materyalinin bütün hacmi (sadece yüzeyi tepkimeye girmez) tepkimeye girdiği için elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörden gram başına kapasitansı daha büyüktür (Mastragostino ve ark 2002). Üç farklı süperkapasitör materyali bulunmaktadır; yüksek yüzey alanlı karbon ürünleri (Zheng vs ark 1997), metal oksitler (Kudo ve ark 2002) ve iletken polimerlerden (Chen ve ark 2003) oluşmaktadır. Bu materyaller üzerine çalışmalar hızla devam etmektedir (Graeme ve ark 2011).

Son on yılın önemli elektrokimyasal gelişmelerinden biri iletken polimerlerin gelişmesidir. İletken polimer tabanlı süperkapasitörler polimerin bütün hacminin yük depolama prosesine dahil olmasını sağlamak için dizayn edilebilir ve metal oksitlerin kullanıldığı aygıtlardan çok daha fazla kapasiteye sahip olabilirler. İletken polimerik süperkapasitörler düşük maliyet, yüksek iletkenlik, esnek morfoloji, kimyasal kararlılık, kolay üretim gibi daha birçok avantajlara sahiptir (Arbizzani ve ark 1996). İletken polimerler kullanılarak düşük seri dirençli, yüksek güçlü ve yüksek enerjili aygıtlar geliştirilebilir (Mastragostino 2002). İletken polimerler süperkapasitörler için aktif bir bileşendir ve elektrot materyali olarak hem elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörlerde hem de pseudokapasitör olarak (konjuge polimer halkalarındaki hızlı oksidasyon redüksiyon işlemlerinden dolayı) kullanılabilir (Kim ve ark 2008). Polianilin ve politiyofen gibi, iletken polimerler iyi elektrokimyasal aktiviteye sahiptirler. Bu polimerler pseudo-kapasitör ve şarj edilebilir lityum bataryalar için önemli elektrot materyalidir (Oyama ve ark 1995). Konjuge çifte bağların bir ağına sahiptirler. Bu polimerlerin oksidasyon ve redüksiyon reaksiyonları yeterli şekilde tersinirdir (Nigrey ve ark 1981).

İletken polimerlerden, polianilin süperkapasitör materyali olarak yoğun şekilde çalışılmaktadır (Ryu ve ark 2005). Polianilin yüksek elektroaktiviteye, yüksek bir doplama seviyesine iyi bir kararlılığa (Ryu ve ark 2002) kontrol edilebilir iletkenliğe ve yüksek bir kapasitansa sahiptir (400-500 F/g asidik ortam içinde) (Talbi ve ark 2003). Politiyofen türevlerinden (Youssoufi ve ark 1991) poli (3,4 etilendioksitiyofen) (PEDOT) iletkenliği yüksektir ve p- ve n-doplanabilir (Kaeriyama ve ark 1989). PEDOT elektronca zengindir ve sonuç olarak kapasitansın yüksek olduğu geniş bir potansiyel aralığı ile birlikte (Stenger-Smith ve ark 2002), düşük yükseltgenme potansiyeline sahiptir. Polimer düşük bir band boşluğuna sahiptir dolayısıyla p-doplanmış halde oldukça iletkendir ve hızlı elektrokimyasal kinetik ile sonuçlanan iyi termal ve kimyasal kararlılık ve yüksek yük mobilitesine sahiptir (Ghost ve ark 2000).

Nanomalzemeler nano boyutlarda fiziksel ve kimyasal özellikleri bakımından nanoteknolojiye büyük avantajlar sağlamaktadırlar. Çok küçük boyutlardaki bu malzemeler temiz enerji alanında benzersiz ve gelecek vaat eden gelişmeler göstermektedir. Örneğin Lityum iyon bataryalarda (Ng ve ark 2006), süperkapasitörlerde (Chidembo ve ark 2012), hidrojen depolamada (Aboutalebi ve ark 2012), yakıt pillerinde (Wu ve ark 2010) ve diğer uygulamalarda büyük gelişme göstermiştir. Nanomalzemeler üzerine yapılan çalışmalar, nanomalzemelerin elektrokimyasal performansındaki önemli gelişmeler, alternatif elektrot malzemesi olarak kullanılabilceğini kanıtlamıştır (Liu 2013).

Karbon yapılı malzemeler (Xian ve ark 2003) süperkapasitör materyali olarak kullanılmaktadır. Karbon bazlı bu materyallerin yapılan çalışmalar sonucunda süperkapasitör özelliklerine büyük artıları olduğu kanıtlanmıştır. Çok duvarlı karbon nanotüpler (MWCNT) karbonun mükemmel yapılarından bir tanesidir. Süperkapasitör elektrot materyali olarak büyük ilgi görmektedir. Bunun nedeni de benzersiz gözenekli yapısı, olağanüstü elektrik iletkenliği ve kimyasal olarak dengeli olmasıdır (Chen ve ark 2014). Çok duvarlı karbon nanotüpler aynı zamanda yüksek iletkenliklerinden dolayı iletken polimerler gibi diğer aktif materyaller için akım toplayıcı substrat olarak kullanılır (Pandolfo ve ark 2006). MWCNT elektrik iletkenliğini kolaylaştırarak, elektrokimyasal kinetik proses boyunca yüksek akım yoğunluğunda yükleme ve boşaltma işlemini kolaylaştırmaktadır (Tang ve ark 2012).

Metal oksitlerin ticari cihazlarda kullanılması, yüksek spesifik güçleriyle sonuçlanan çok düşük dirençleri ile eşleşen yüksek kapasitanslarından dolayıdır. Bu yüzden süperkapasitörler için kullanılabilirler (Wu ve ark 2007). Yüksek spesifik kapasitans, çok uzun kullanım ömrü gibi avantajlara sahipken, ticari uygulamalarda yüksek maliyetinden dolayı kullanımı sınırlıdır. Ir, Co, Mo, Ti, V, Sn, Fe ve diğer metal oksitler süperkapasitörler için elektrot materyali olarak kullanılabilirler (Liu ve ark 2010).

Polimer kompozitler çeşitli uygulamalar ile önemli ticari materyallerdir. Polimer kompozit uygulamaları ile materyalin elastikiyeti düşürmek, elektriksel özelliklerini (yalıtkanlık ya da iletkenlik) iyileştirmek, ısısal iletim gibi bir çok yeni özellik katılabilmektedir. Bu da istenilen özellikte materyal üretilmesinde bize sınırsız imkanlar sağlamaktadır. Örneğin yüksek modüllü kırılğan karbon nanotüpler, düşük modüllü polimerlere katıldığında sert ve düşük ağırlıkta aynı derece dayanıklılıkta kompozitler üretilmektedir (Ajayan 2003).

2.4.Döngülü Voltametre (CV)

Döngülü Voltametre (CV) elektrokimyasal karakterizasyon için sık kullanılan bir yöntemdir. Çünkü verilerin basit işlenebilirliği ve yüksek bilgi içeriği sağlar (David K. Ve Gosser, Jr 1993). Potansiyel, düzenlenebilir potansiyel- akım konularında iki nokta arasında ileri ve geri belirlenen tarama hızında tarar. İP veya diğer redoks aktif türler olan elektroaktif türlerin varlığında yükseltgenme ve indirgenme pikleri gözlemlenmektedir. Her pik yük miktarına karşılık gelir ve pik altındaki alanda redoks işlemleri boyunca verilir. Pikin maksimum görüldüğü durumlarda da yükseltgenme ve indirgenme potansiyelleri tahmin edilebilmiştir (Denuault ve ark 2002). Döngülü Voltametri sonuç olarak elektrot reaksiyon mekanizmasını ve kimyasal reaksiyondaki elektron transfer mekanizmasını iyi bir şekilde açıklayabilmektedir (Bard ve Faulkner 2001).

2.5. Elektrokimyasal Empedans Spektropisi (EES)

Elektrokimyasal Empedans spektropisi, elektrokimyasal ölçümlerde son yıllarda temel rol oynamakta. Sistem içindeki elektrik davranışlarının ölçülebildiği birçok denenmiş metod seçeneği bulunmakta. Birçok güçlü süreçleri ile sistem davranışlarını etraflı ve kesin şekilde, her deney farklı hızlarda ölçüm yapılabiliyor. Yüksek kalitede empedans sonuçları, otomatik ölçüm imkanı ve miliherz'den megahertz'e kadar frekans ölçüm imkanı sağlamakta. Elektrokimya, materyal bilimi ve mühendisliklerde empedans spektropisi son zamanlarda dataların yorumlanmasında yoğun olarak kullanılmaktadır. Empedans Spektropisi maddenin elektriksel özellikleri ve onun elektriksel iletkenliği hakkında bize bilgi vermekte. Bize araştırma yapılacak materyalin temel yada arayüzle ilgili ister katı olsun ister sıvı içindeki dinamik bağ yada dinamik yük hakkında bilgiler verebilmekte. İyonik, yarı iletken, karışık elektro-iyonik ve yalıtkan materyaller hakkında çalışmalar yapılabilmekte. Ayrıca katı olan amorf, polikristal ve tek kristal formları hakkında elektrot materyali olarak araştırma yapılabilmekte. Katı metalik elektrot, referans elektrot, eriyik tuz ve sulu elektrot, sıvı metal ve yüksek molaritede sulu elektrot özelleştirilmesine yardımcı olur. Oda sıcaklığında yada altında yapılacak deneylerde sistemi anlamamızda bize yardımcı olarak en önemli proseslerden bir tanesi haline gelmiştir (Barsoukov ve Macdonald 2005).

3. Materyal ve Yöntem

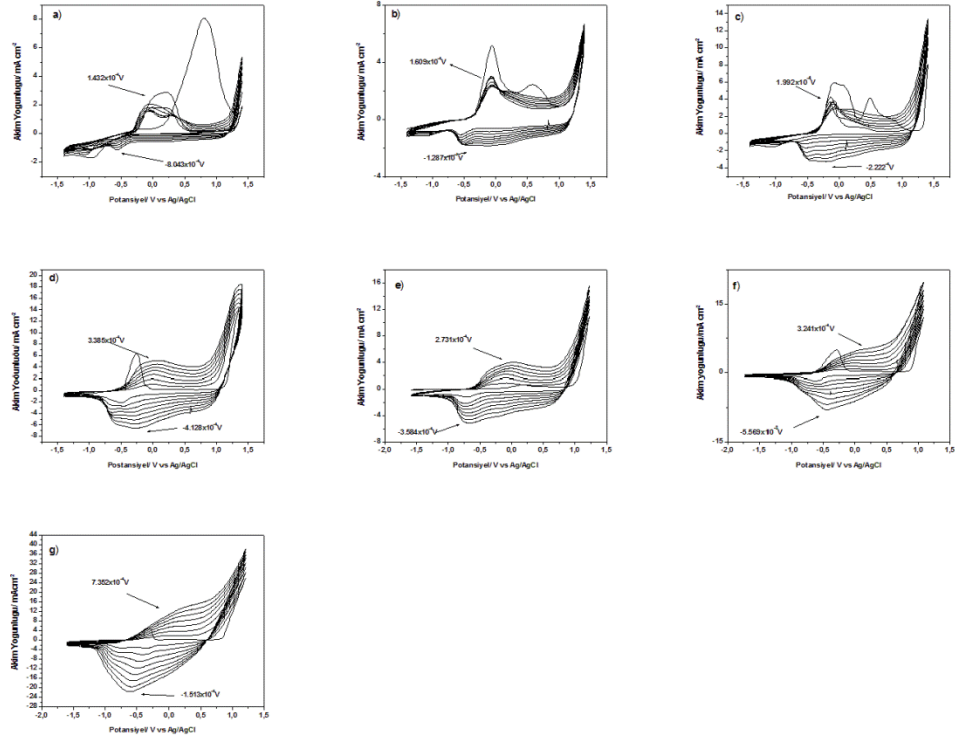
3,4-Etilendioksitiyofen (EDOT) %97, (Sigma- Aldrich), Anilin, %99,(Sigma-Aldrich), Asetonitril (CH₃CN), %99.8, (Sigma- Aldrich), Bütanol, (Merck), Sodyum perklorat (NaClO₄), %98, (Sigma- Aldrich) firmasından temin edildi.

Döngülü voltametri (DV), referans elektrot olarak Ag, karşıt elektrot olarak platin tel ve çalışma elektrotu olarak ise camı karbon elektrot (CKE) (elektrot yüzey alanı: 0.007 cm²) kullanılarak uygulama 3'lü elektrot sisteminde Uviumstat-Vertex model Potansiyostat/galvanostat cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. Çalışma elektrotu, her denemeden önce alümina bulamacıyla dikkatli bir şekilde temizlendi. Ag, Pt tel ve çalışma elektrodu 2 dk boyunca ultrasonik banyoda saf su içinde, sonra etil alkol içinde temizlendi. Elektrokimyasal empedans Spektroskopisi (EES) ölçümleri, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde gerçekleştirildi. EES ölçümleri Iviumstat-Vertex model Postansiyostat/galvanostat ile 0.01-100.000 Hz frekans aralığında 10 mV r.m.s. genlikte monomersiz elektrolit çözeltisinde gerçekleştirildi. Fourier Dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR-ATR), Taramalı elektron mikroskobu (SEM), Enerji dağılım X-ışını analizi (EDX) ile karakterizasyon işlemleri yapıldı.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1.EDOT/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu

4.1.1. EDOT/CKE 0.1 M NaClO₄/ACN Elektropolimerizasyon Çalışması



Şekil 4.1 EDOT monomerinin *Glassy elektrot* üzerine 0.1 M NaClO₄/ACN çözeltisinde a)[EDOT]₀= 1 mM, b) [EDOT]₀=2 mM, c) [EDOT]₀= 5 mM, d) [EDOT]₀= 10 mM e)[EDOT]₀= 20, f)[EDOT]₀= 50, g) [EDOT]₀= 100 başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V - 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı:100 mVs⁻¹

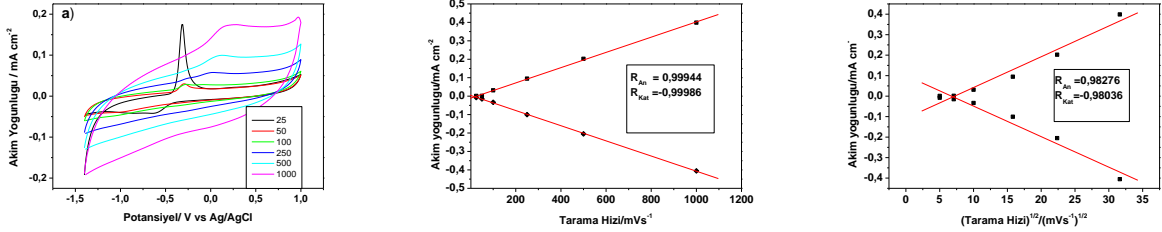
PEDOT'un döngülü voltametri değerlerine incelendiğinde monomer oranı arttığında oksidasyon piklerinin 1mM'dan 100mM'a doğru arttığı gözlemlenmiştir. Aynı şekilde redüksiyon piklerinde de orantılı olarak artış bulunmaktadır (**Şekil 4.1.**). Pik yoğunluğundaki artış 8 döngü boyunca gözlemlenmiştir. Çıkan sonuçlarda **Tablo 4.1**'de elektro-büyüme optimum koşullar ve redoks davranışları araştırılmıştır.

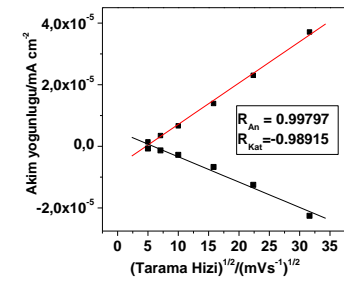
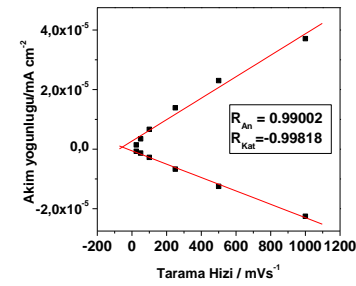
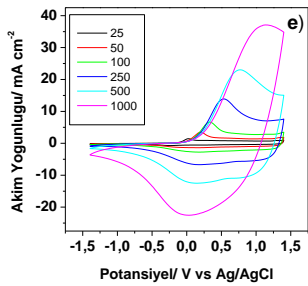
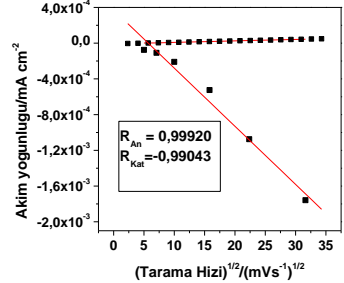
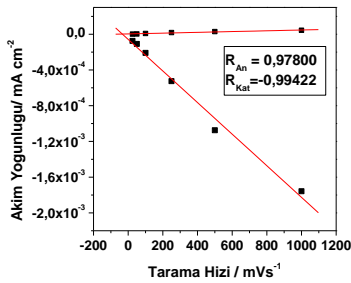
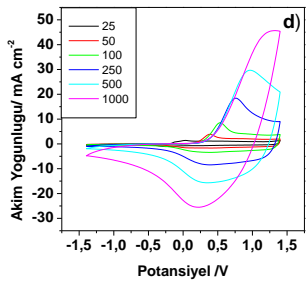
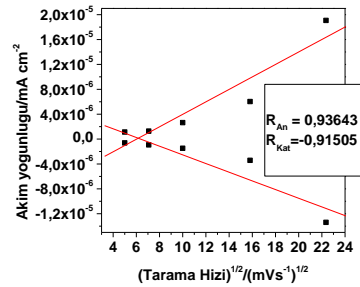
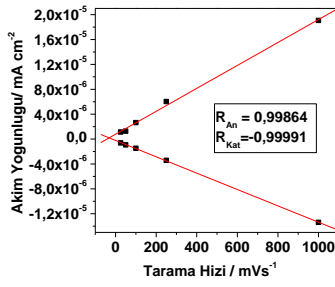
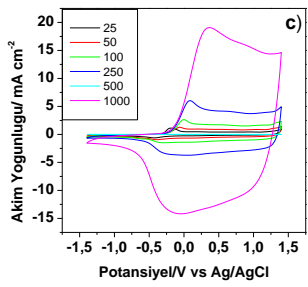
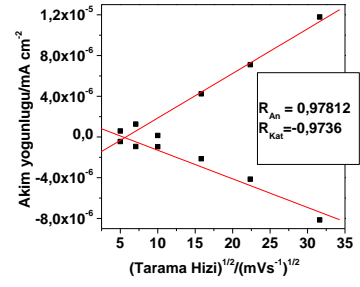
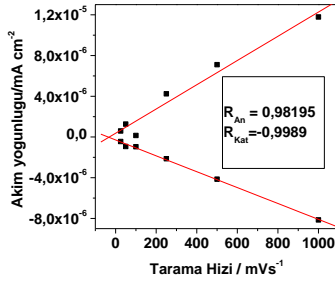
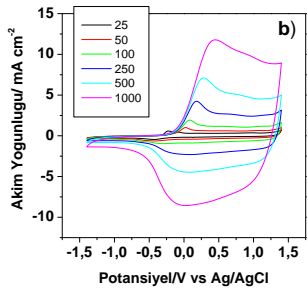
Tablo 4.1 EDOT monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar

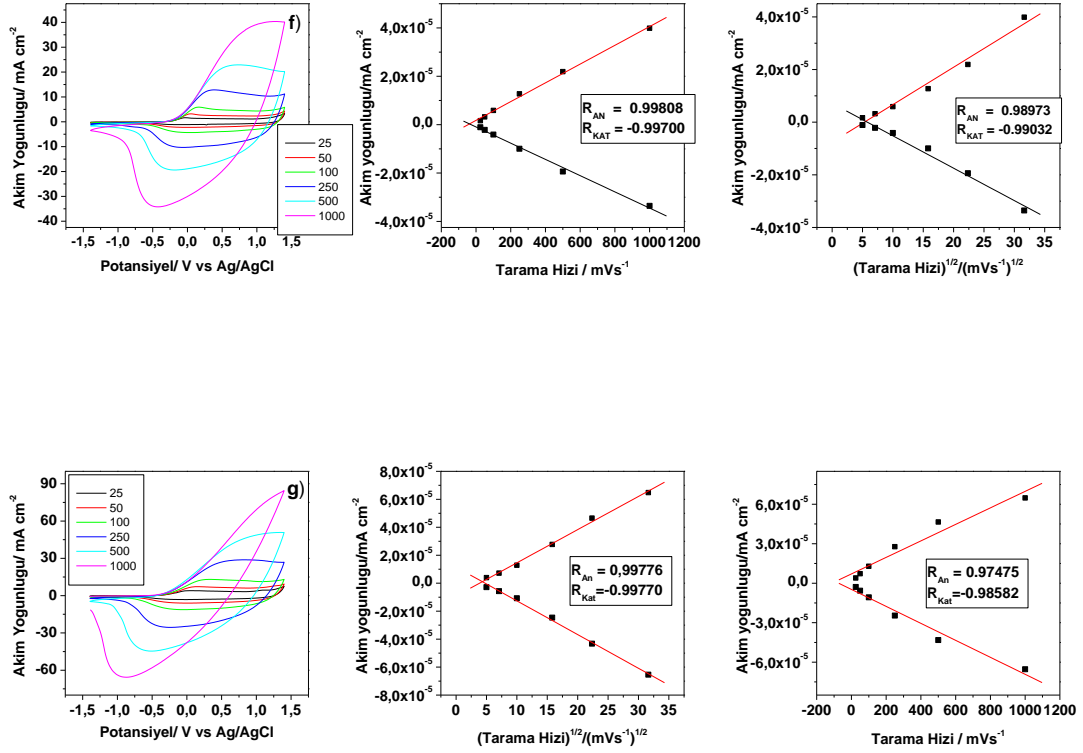
[EDOT]/mM	E_{An}/mV	E_{Kat}/mV	$\Delta E/mV$	i_{An}/mA	i_{Kat}/mA	i_{An}/i_{Kat}
1	-0.08	-0.56	0.48	1.420×10^{-4}	-8.043×10^{-5}	1.765
2	-0.07	-0.49	0.42	1.604×10^{-4}	-1.263×10^{-4}	1.269
5	-0.09	-0.48	0.39	1.922×10^{-4}	-2.151×10^{-4}	0.893
10	-0.11	-0.57	0.46	3.319×10^{-4}	-4.128×10^{-4}	0.804
20	-0.33	-0.7	0.37	2.017×10^{-4}	-3.598×10^{-4}	0.560
50	-0.2	-0.44	0.24	2.500×10^{-4}	-5.598×10^{-4}	0.446
100	0.18	-0.61	0.43	9.188×10^{-4}	-1.513×10^{-3}	0.607

4.1.2. PEDOT/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri

PEDOT'ın 3'lü elektrot sisteminde, monomersiz ortamda 0.5 H₂SO₄ çözeltisinde elde edilen elektro-aktif film pik akım yoğunluğunun tarama hızına ve tarama hızının kareköküne bağımlılığı incelendi.







Şekil 4.2. Glassy elektrot üzerine EDOTa)1mM b) 2mM c) 5mM d) 10mM e) 20mM f) 50mM g) 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.1 M NaClO₄/ACN çözeltisinde ortamda elde edilen 25, 50, 100, 250, 500 ve 1000 mVs- tarama hızlarındaki DV grafiği, Akım yoğunluğu tarama hızı ve Akım yoğunluğu tarama hızı karekök grafiği incelenmiştir.

Tablo 4.2 PEDOT, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve (Tarama Hızı)^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları.

[EDOT]/mM	Tarama Hızı/ Akım Yoğunluğu		(Tarama Hızı) ^{1/2} / Akım Yoğunluğu		Durum
	R _{An}	R _{Kat}	R _{An}	R _{Kat}	
1	0.99578	0.99170	0.99279	0.99636	İnce film Difüzyon kontrollü
2	0.98195	0.99890	0.97812	0.97360	İnce Film
5	0.99864	0.99991	0.93643	0.91505	İnce Film
10	0.97800	0.99421	0.99920	0.99040	İnce Film Difüzyon Kontrol

20	0.99002	0.99818	0.99797	0.98915	Difüzyon Kontrollü İnce Film
50	0.99808	0.99700	0.98973	0.99032	İnce Film
100	0.97475	0.98582	0.99776	0.99770	Difüzyon Kontrollü

$$I_p = n \times F \times A \times C \times (nF/RT)^{1/2} D^{1/2} \nu^{1/2}$$

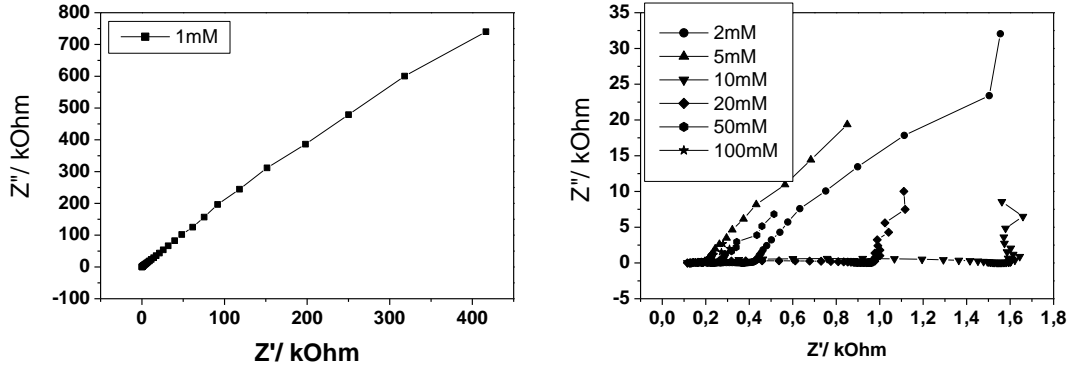
Bu eşitlik 25°C de aşağıdaki şekilde dönüşür :

$$I_p = -(2,69 \times 10^5) n^{3/2} A C_0 D^{1/2} \nu^{1/2}$$

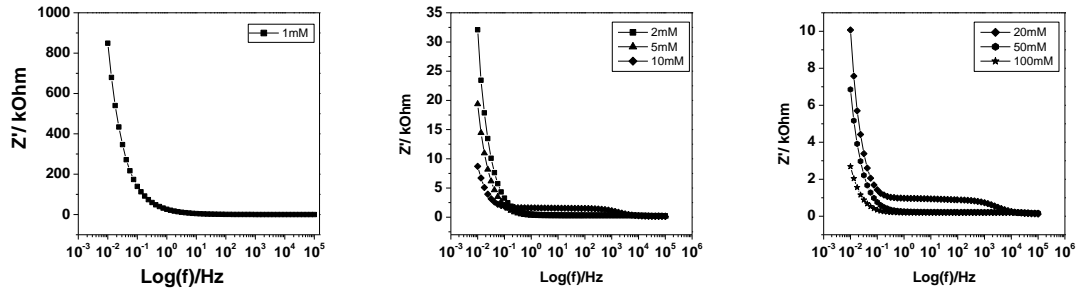
Bu eşitlikte “A” elektrodun yüzey alanı (cm²), “n” aktarılan elektron sayısı, C₀ elektroaktif türün başlangıçtaki derişimi (mol/cm³) ve ν tarama hızıdır (V/s) (Gökçe 2004).

Randles-Sevcik denklemine göre, Elektrokimyasal empedans spektroskopisi, polimer filminin ince film veya difüzyon kontrollü olup olmadığı hakkında bilgi sahibi olmamızı sağlar. Eğer Tarama hızı – Akım yoğunluğu grafiğinden elde edilen Regresyon katsayısı değeri tarama hızının karekökü – Akım yoğunluğu grafiğinden büyükse ince film davranışı; Tarama hızının karekökü – Akım yoğunluğu grafiğinden elde edilen Regresyon katsayısı Tarama hızı – Akım yoğunluğu grafiğinden elde edilene göre büyükse difüzyon kontrollü bir reaksiyon gerçekleşmiş demektir. Buna göre EDOT filminin durumu **Tablo 4.2** de verilmiştir.

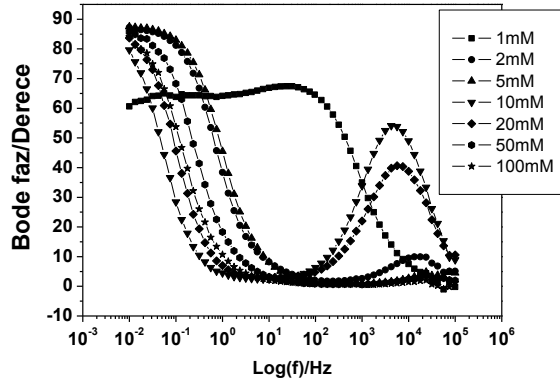
4.1.3. PEDOT/CKE, Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi Sonuçları



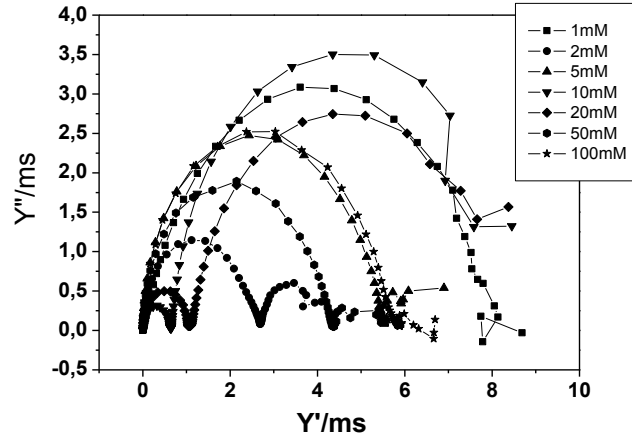
Şekil 4.3. PEDOT, 0.1 M NaClO₄/ACN çözeltisinde, [EDOT]₀= 1 mM, 2 mM, 5 mM, 10 mM, 20mM, 50mM ve 100 mM için Nyquist grafiği, 10mHz – 100 kHz frekans aralığında monomersiz ortamda alınmıştır.



Şekil 4.4. PEDOT, 0.1 M NaClO₄/ACN çözeltisinde, [EDOT]₀= 1 mM, 2 mM, 5 mM, 10 mM, 20mM, 50mM ve 100 mM için Bode - magnitude grafiği.



Şekil 4.5 . PEDOT, 0.1 M NaClO₄/ACN çözeltisinde, [EDOT]₀= 1 mM, 2 mM, 5 mM, 10 mM, 20mM, 50mM ve 100 mM için Bode - faz grafiği.



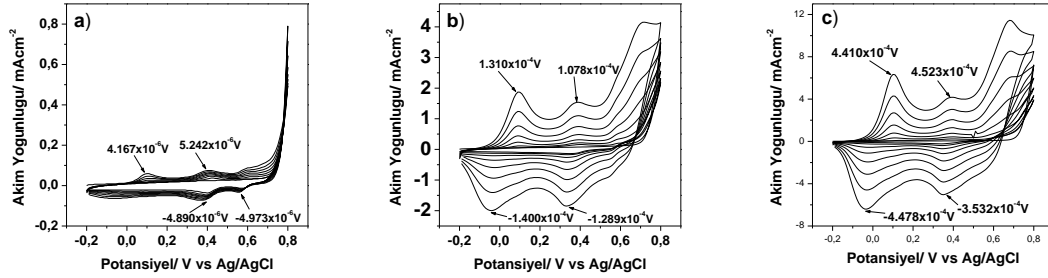
Şekil 4.6. PEDOT, 0.1 M NaClO₄/ACN çözeltisinde, [EDOT]₀= 1 mM, 2 mM, 5 mM ve 10 mM için Admitans grafiği.

Tablo 4.3. PEDOT'ın EES yöntemiyle elde edilen C_{sp}, C_{dl} ve Θ değerleri.

[EDOT]/mM	C _{sp} / Fcm ⁻²	C _{dl} / mFcm ⁻²	Θ /Degree
1	3.07x10 ⁻⁴	6.08 x10 ⁻⁴	68.38° (28.43 Hz)
2	7.10 x10 ⁻³	42.02	10.81° (18204.89 Hz)
5	1.20 x10 ⁻²	69.57	5.12° (23606.99 Hz)
10	2.00 x10 ⁻²	114	54.58° (4572.86 Hz)
20	2.30 x10 ⁻²	121	40.41° (6797.12 Hz)
50	3.30 x10 ⁻²	172	4.20° (23194.84 Hz)
100	8.50 x10 ⁻²	413	2.22° (2180.45 Hz)

Elektrokimyasal polimerleşme sırasında monomerin büyümesi aşamalarında elde edilen sonuçlara göre $[EDOT]_0 = 100$ mM başlangıç monomer konsantrasyonunun da ve EES sonuçlarında elde edilen kapasitans değerleriyle de desteklenerek tersinir davranış gösterdiği gözlemlenmiştir.

4.2. PANI/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu



Şekil 4.7. PANI monomerinin *Glassy elektrot* üzerine 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde a) $[PANI]_0 = 25$ mM, b) $[PANI]_0 = 50$ mM, c) $[PANI]_0 = 100$ mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -0.2 V – 0.8V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mVs⁻¹.

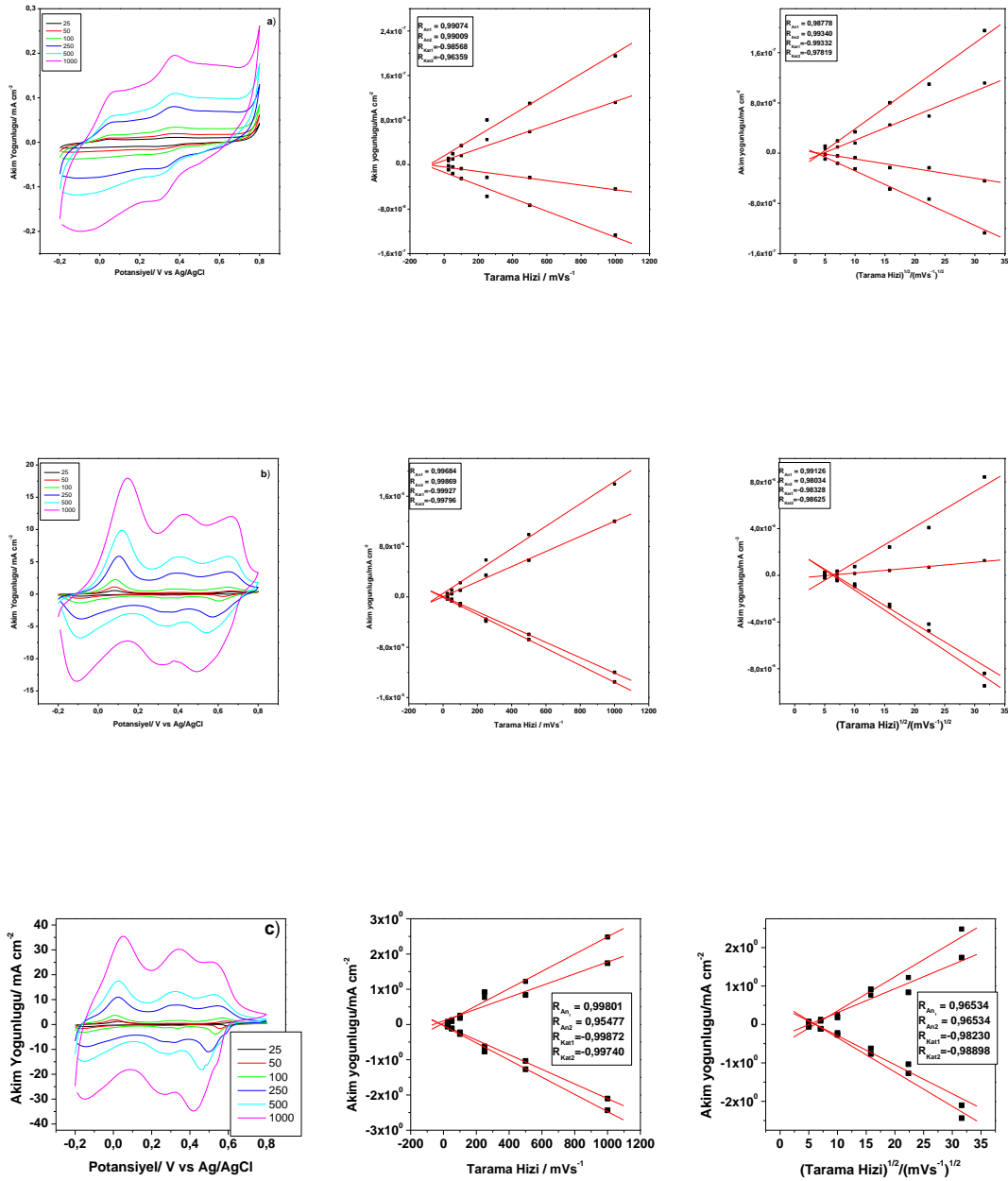
PANI'nin döngülü voltametri değerlerine bakıldığında monomer oranı arttığında oksidasyon piklerinin 25mM'dan 100mM'a doğru sabit kaldığı gözlemlenmiştir. Aynı şekilde redüksiyon piklerinde de orantılı olarak artış bulunmaktadır (Şekil 5.1.). Pik yoğunluğundaki artış 8 döngü boyunca gözlemlenmiştir. Daha küçük konsantrasyonlardaki çalışmalarda PANI'nin oksidasyon pikleri gözükmediği için bu üç değer göz önüne alınmıştır. Çıkan sonuçlarda **Tablo 4.4.**'de elektro-büyüme optimum koşullar ve redoks davranışları araştırılmıştır.

Tablo 4.4. Anilin monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.

[PANI]/mM	Oksitlenme pikleri					
	E _{An1} /mV	E _{Kat1} /mV	ΔE ₁ /mV	\dot{I}_{An1} /mA	\dot{I}_{Kat1} /mA	$\dot{I}_{An1} / \dot{I}_{Kat1}$
25	0.1	0.38	-0.28	4.167×10^{-6}	-5.043×10^{-6}	0.826
50	0.1	0.04	0.06	1.307×10^{-4}	-1.400×10^{-4}	0.928
100	0.1.	-0.03	0.13	4.429×10^{-4}	-4.481×10^{-4}	0.988
PANI]/mM	Redüksiyon pikleri					

	E_{An2}/mV	E_{Kat2}/mV	$\Delta E_2/mV$	i_{An2}/mA	i_{Kat2}/mA	i_{An2}/i_{Kat2}
25	0.40	0.56	-0.16	5.242×10^{-6}	2.280×10^{-6}	2.299
50	0.39	0.33	0.06	4.078×10^{-4}	-1.295×10^{-4}	3.149
100	0.39	0.35	0.39	2.920×10^{-4}	-3.532×10^{-4}	0.826

4.2.1. PANI/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri



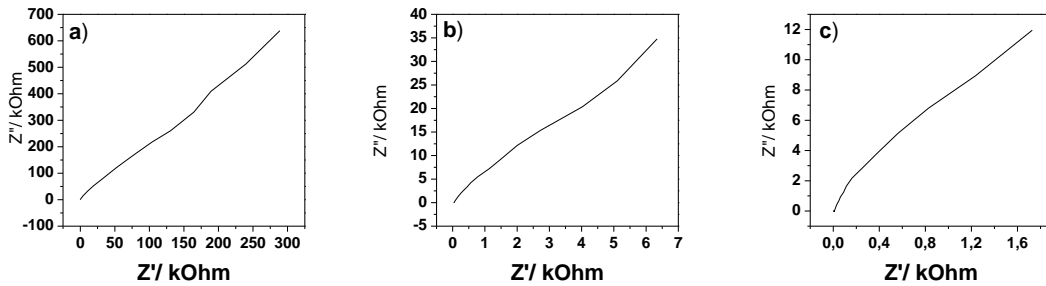
Şekil 4.8. *Glassy elektrot* üzerine PAN I a)25mM b)50mM c)100mM başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.1 M NaClO₄/ACN çözeltisinde ortamda elde edilen 25, 50, 100, 250, 500 ve 1000 mVs⁻¹ tarama hızlarındaki DV grafiği, Akım yoğunluğu tarama hızı ve Akım yoğunluğu tarama hızı karakök grafiği incelenmiştir.

Tablo 4.5. PEDOT, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve (Tarama Hızı)^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları.

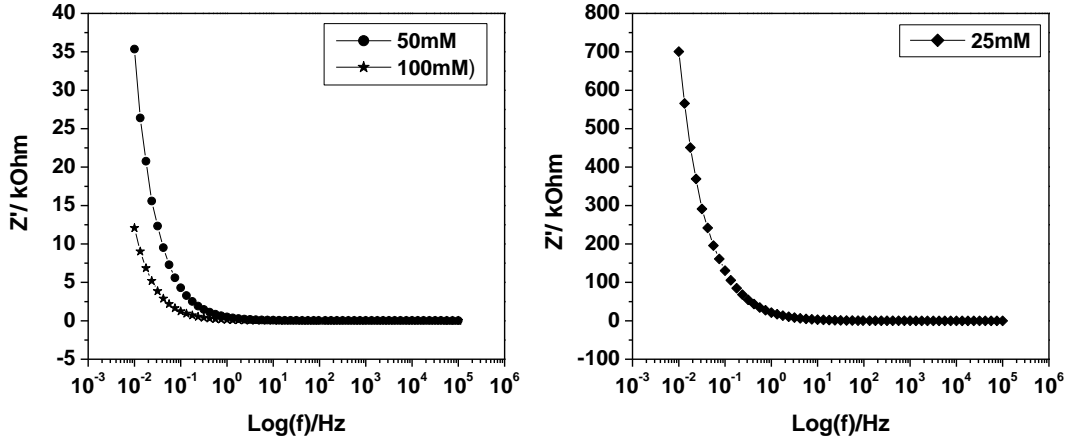
Tarama Hızı/ AkımYoğunluğu			(Tarama Hızı) ^{1/2} / Akım Yoğunluğu		Durum
[PANi]/mM	R _{An1}	R _{Kat1}	R _{An1}	R _{Kat1}	
25	0.99074	0.98568	0.98778	0.99332	İnce film Difüzyon kontrollü
50	0.99684	0.99927	0.99126	0.98328	İnce Film
100	0.99801	0.99858	0.98246	0.98287	İnce Film

Tarama Hızı/ AkımYoğunluğu			(Tarama Hızı) ^{1/2} / Akım Yoğunluğu		Durum
[PANi]/mM	R _{An2}	R _{Kat2}	R _{An2}	R _{Kat2}	
25	0.99009	0.96359	0.99340	0.97819	Difüzyon kontrollü
50	0.99869	0.99796	0.98034	0.98625	İnce Film
100	0.99813	0.99713	0.97885	0.98808	İnce Film

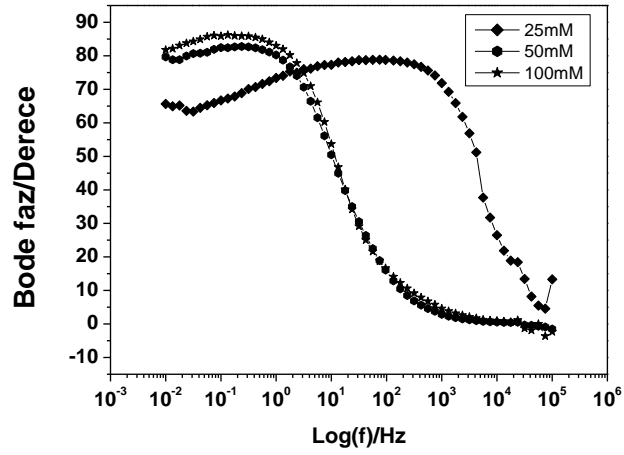
4.2.2. PEDOT/CKE, Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi Sonuçları



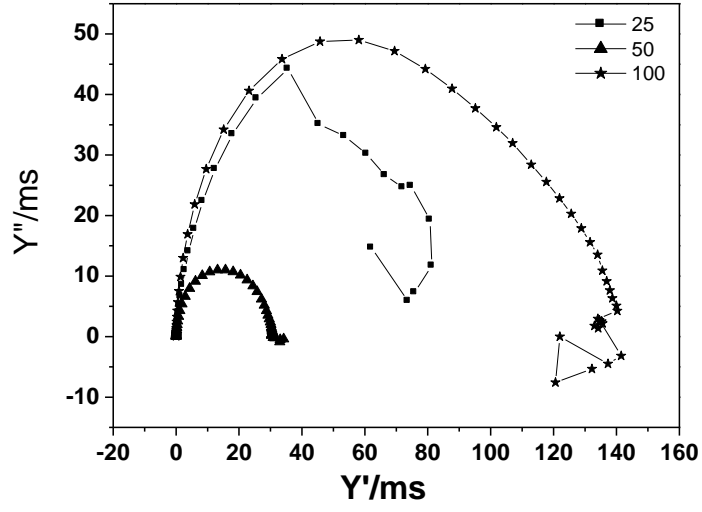
Şekil 4.9. PANI, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, a) [PANi]₀=25 mM, b)[PANi]₀=50 mM, c)[PANi]₀= 100mM için Nyquist grafiği.



Şekil 4.10. PANI, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde, $[\text{PANI}]_0=25$ mM, 50mM, 100mM Bode - magnitude grafiği.



Şekil 4.11. PANI, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde, $[\text{PANI}]_0=25$ mM, 50mM, 100mM Bode - faz grafiği.

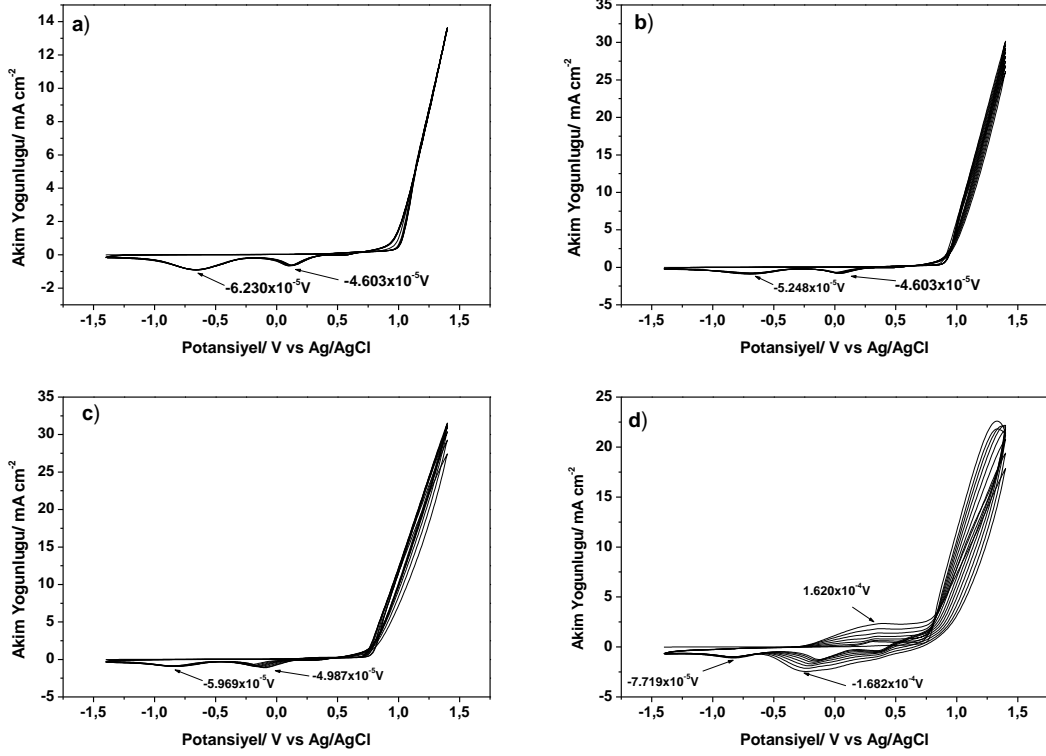


Şekil 4.12. PANI, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, [PANI]₀=25 mM, 50mM, 100 mM için Admitans grafiği.

Tablo 4.6.PANI için EES den elde edilen C_{sp}, C_{d1} ve Θ değerleri.

[PANI]/mM	C _{sp} /Fcm ⁻²	C _{d1} / mFcm ⁻²	Θ / Degree
25	3.56x10 ⁻⁴	4.73	79.28° (69.588 Hz)
50	6.54 x10 ⁻³	29.12	82.86° (0.219 Hz)
100	1.90 x10 ⁻²	109	86.47° (0.167 Hz)

4.3.P(ANI-co-EDOT)/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu



Şekil 4.13. PANI ve PEDOT monomerinin *Glassy elektrot* üzerine 0.1M LiClO₄/ACN çözeltisinde **a)** [ANI]₀/[EDOT]₀=1/1, **b)** [ANI]₀/[EDOT]₀=1/2, **c)** [ANI]₀/[EDOT]₀=1/5, **d)** [ANI]₀/[EDOT]₀=1/10 başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V – 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mVs⁻¹.

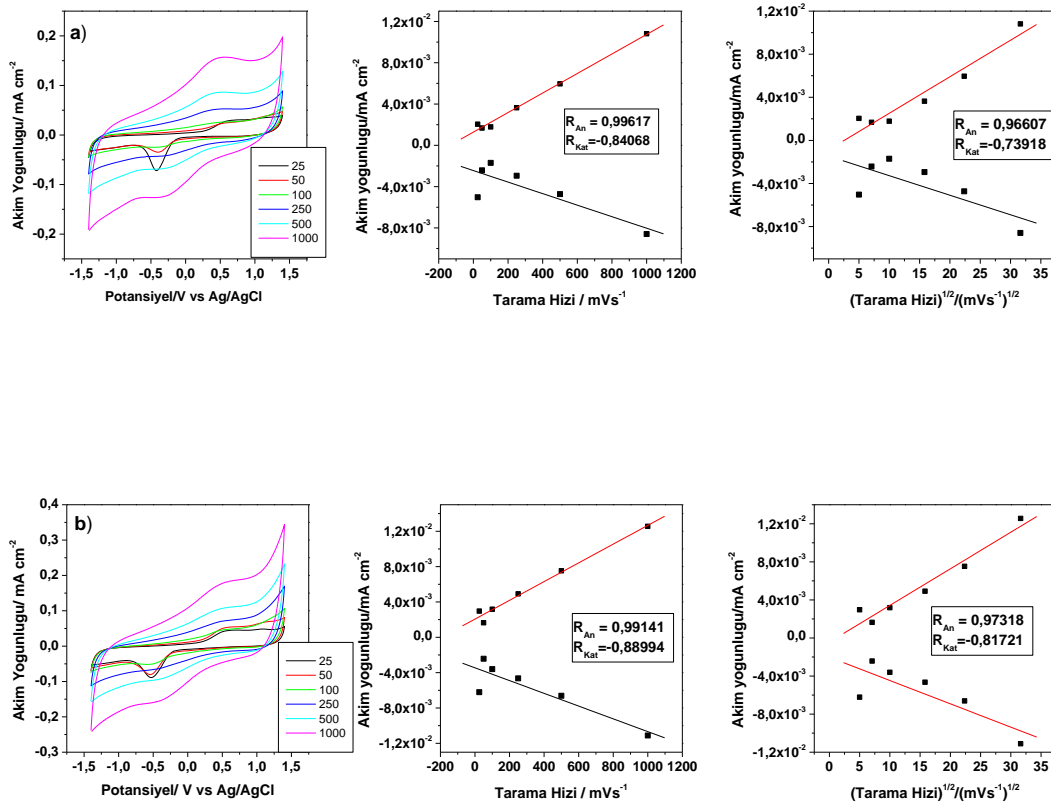
P(ANI-co-EDOT)'un döngülü voltametri değerleri PEDOT monomerinin polimer içindeki yoğunluğu sistematik olarak artırılarak incelendi. a-b-c deneylerinde anodik piklerin gözükmediği gözlemlendi. [ANI]₀/[EDOT]₀=1/10 konsantrasyon oranında ise piklerin düzgün şekilde ortaya çıktığı görüldü. PEDOT monomerinin d grafiğinde gözükmesi ile pikler ortaya çıkmıştır. Aynı şekilde redüksiyon piklerinde de orantılı olarak artış bulunmaktadır (Şekil 6.1.). Pik yoğunluğundaki artış 8 döngü boyunca gözlemlenmiştir. Çıkan sonuçlarda **Tablo 6.1'**de elektro-büyüme optimum koşullar ve redoks davranışları araştırılmıştır. En iyi değerlerin [ANI]₀/[EDOT]₀=1/10 konsantrasyon oranında gözlemlenmiştir.

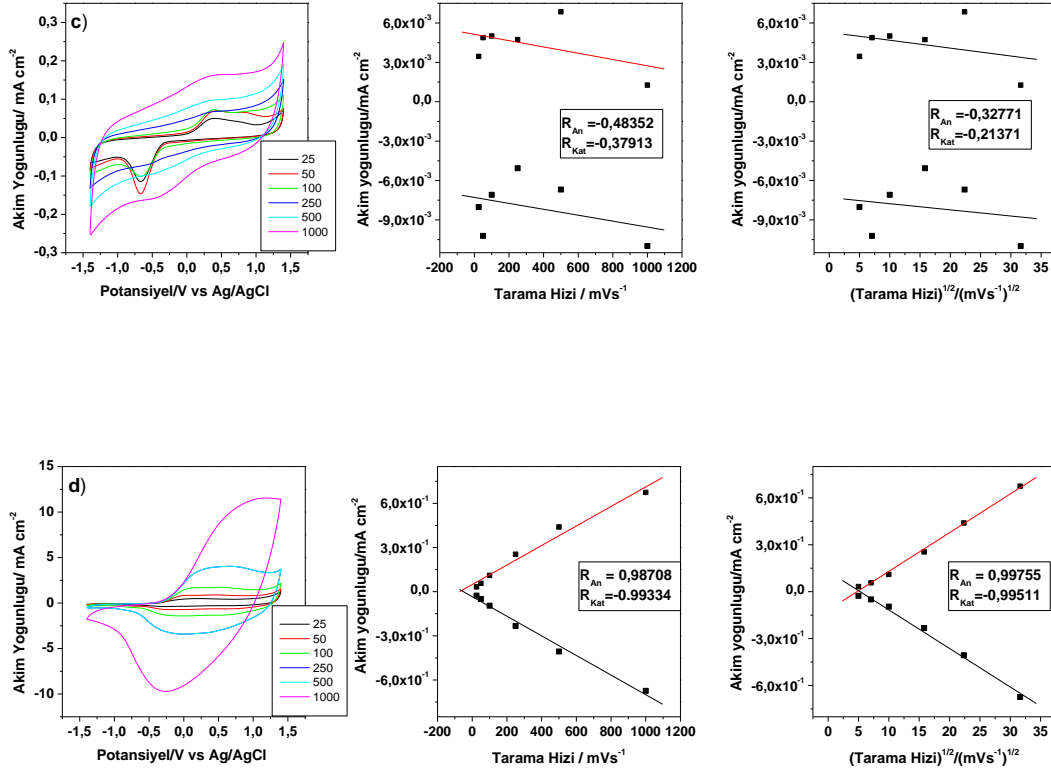
Tablo 4.7. [ANI]₀/[EDOT]₀ monomer oranlarının farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar

$[\text{ANI}]_0/[\text{EDOT}]_0$	E_{An}/mV	E_{Kat}/mV	$\Delta E/\text{mV}$	i_{An}/mA	i_{Kat}/mA	$i_{\text{An}}/i_{\text{Kat}}$
1/1	-0.08	-5.600×10^{-1}	0.48	1.420×10^{-4}	-8.043×10^{-5}	1.765
1/2	-0.07	-4.900×10^{-1}	0.42	1.604×10^{-4}	-1.263×10^{-4}	1.269
1/5	-0.09	-4.800×10^{-1}	0.39	1.922×10^{-4}	-2.151×10^{-4}	0.893
1/10	-0.11	-5.700×10^{-1}	0.46	3.319×10^{-4}	-4.128×10^{-4}	0.804

4.3.1. PEDOT/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri

P(ANI-co-EDOT)'ın 3'lü elektrot sisteminde, monomersiz ortamda 0.5 H₂SO₄ çözeltisinde elde edilen elektro-aktif film pik akım yoğunluğunun tarama hızına ve tarama hızının kareköküne bağımlılığı incelendi.



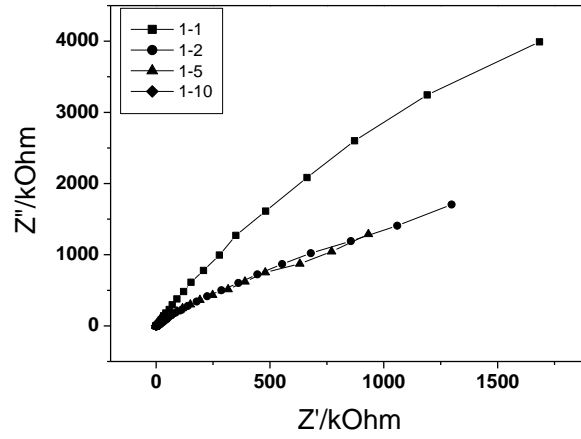


Şekil 4.14. Glassy elektrot üzerine EDOTa) $[ANI]_0/[EDOT]_0=1/1$, b) $[ANI]_0/[EDOT]_0=1/2$, c) $[ANI]_0/[EDOT]_0=1/5$, d) $[ANI]_0/[EDOT]_0=1/10$ monomersiz ortamda 0.5 H_2SO_4 çözeltisinde elde edilen 25, 50, 100, 250, 500 ve 1000 mVs^{-1} tarama hızlarındaki DV grafiği, Akım yoğunluğu tarama hızı ve Akım yoğunluğu tarama hızı karekök grafiği incelenmiştir.

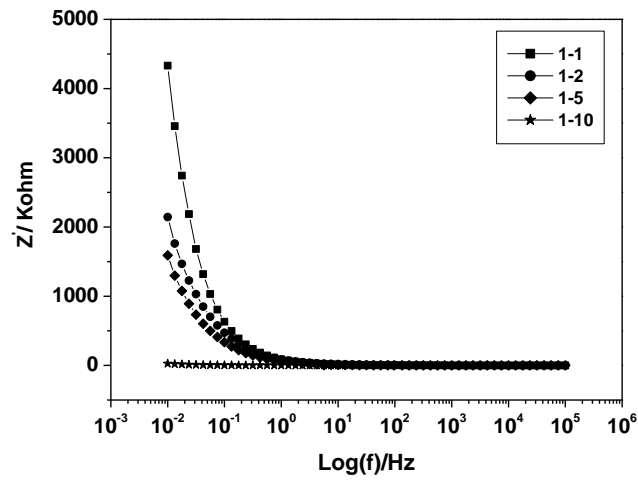
Tablo 4.8. PEDOT, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve $(Tarama\ Hızı)^{1/2}$ karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları.

[ANI] ₀ /[EDOT] ₀	Tarama Hızı/ Akım Yoğunluğu		$(Tarama\ Hızı)^{1/2}$ / Akım Yoğunluğu		Durum
	R _{An}	R _{Kat}	R _{An}	R _{Kat}	
1/1	0.99617	-0.84068	0.96607	-0.73918	İnce film
1/2	0.99141	-0.88994	0.97318	-0.81721	İnce Film
1/5	-0.48352	-0.37913	-0.32771	-0.21371	Difüzyon Kontrol
1/10	0.98708	0.99334	0.99755	-0.99511	İnce Film Difüzyon Kontrol

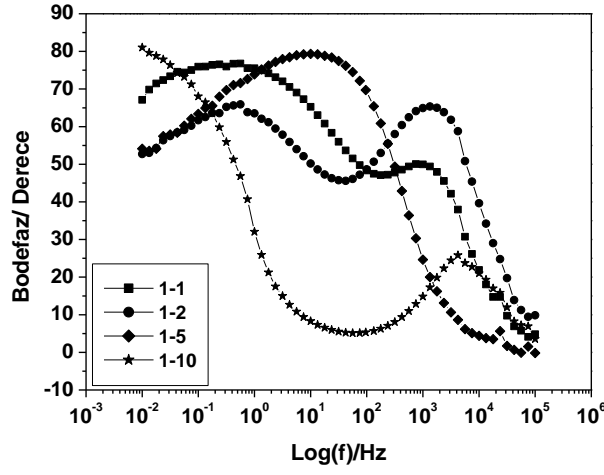
4.3.2. PEDOT/CKE, Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi Sonuçları



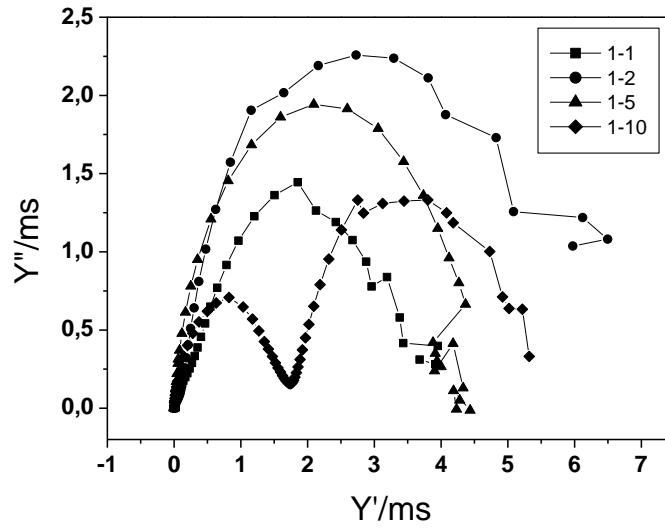
Şekil 4.15. P(ANI-co-EDOT), 0.5 H₂SO₄çözeltisinde, [[PANİcoPEDOT]]₀= 1-1mM, 1-2mM, 1-5 mM, 1-10mM, için Nyquist grafiği, 10mHz – 100 kHz frekans aralığında monomersiz ortamda alınmıştır.



Şekil 4.16. P(ANI-co-EDOT), 0.5 H₂SO₄çözeltisinde, [ANI]₀/[EDOT]₀=1/1, 1/2, 1/5, 1/10, için Bode - magnitude grafiği.



Şekil 4.17. P(ANI-co-EDOT), 0.5 H₂SO₄, [ANI]₀/[EDOT]₀=1/1, 1/2, 1/5, 1/10, için Bode - faz grafiği.



Şekil 4.18. P(ANI-co-EDOT), 0.5 H₂SO₄, [ANI]₀/[EDOT]₀=1/1, 1/2, 1/5, 1/10, için Admitans grafiği.

Tablo 4.9.P(ANI-co-EDOT) için EES den elde edilen C_{sp}, C_{d1} ve Θ değerleri.

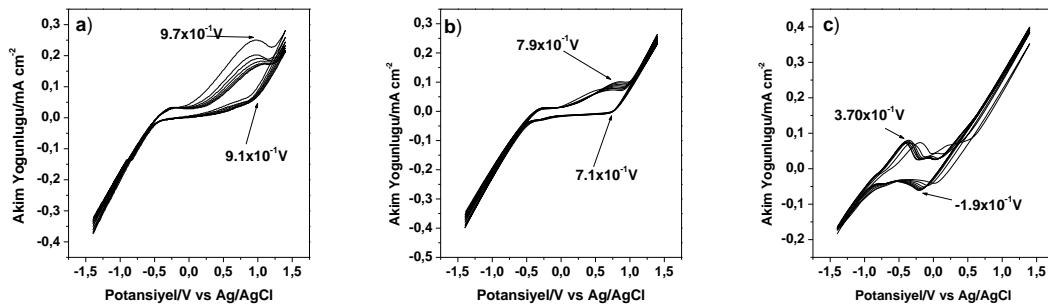
[ANI] ₀ /[EDOT] ₀	C _{sp} / Fg ⁻¹	C _{d1}	Θ / Derece
1/1	3.6089	71.30	50.66
1/2	2.2025	81.13	65.65
1/5	2.1356	43.23	79.02
1/10	30.8075	0.72	26.38

Yapılan deneyler sonucunda elde edilen verilerden en iyi süperkapasitör davranışı gösteren $[ANI]_0/[EDOT]_0=1/10$ konsantrasyon oranında P(ANI-co-EDOT) kopolimeri olmuştur. Bunda dolayı bir sonraki kompozit çalışmalarında bu konsantrasyonun kullanılması kapasitans verimliliği açısından uygun bulunmuştur.

4.4. PEDOT/CuO/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu

4.4.1. PEDOT/CuO kompozitinin sentezlenmesi

Polimer oluşturulmadan önce EDOT monomerinin en uygun şekilde hangi ortamda doplanabileceği üzerine çalışılmıştır. En uygun koşulların 0.01M Hegzadesil 3-metil amonyum bormür'ü 100mL Bütanol'deki çözeltisi hazırlanmıştır. CuO/Monomer oranı %1'i olacak şekilde (1.4mg) CuO nano-metal çözeltiliye eklenerek 45 dakika ultrasonik banyoda muamele edilmiştir. Daha sonra 5ml hücreye bu çözeltiliden alınarak üzerine 100 mM olacak şekilde EDOT monomeri eklenmiş ve 30 dk ultrasonik banyoda tutulmuştur. PEDOT/CuO kompoziti Döngülü Voltametri yöntemi ile camı karbon elektrot üzerine, potansiyostat/galvanostat ile üçlü elektrot düzeninde kaplanmıştır. Pt karşıt elektrot ve Ag referans elektrot olarak kullanılmıştır. Polimerleşme işlemi döngülü voltametre yöntemi ile 100mV/s, 8 döngü olarak yapılmıştır.

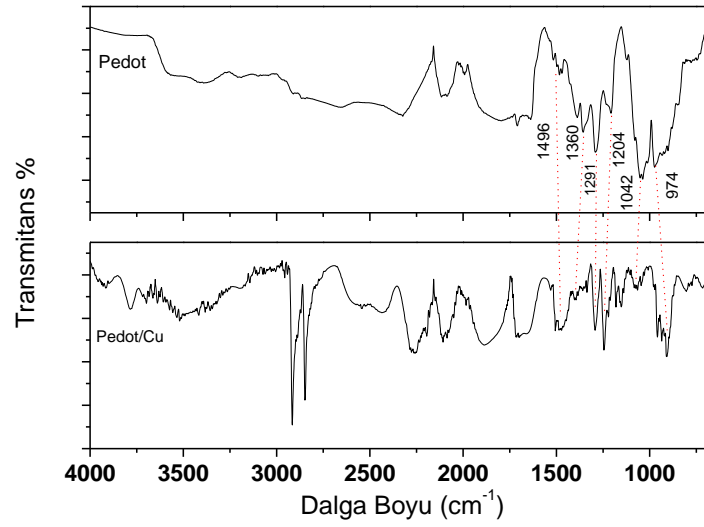


Şekil 4.19. EDOT monomerinin GCE üzerine 0.01 M Hegzadesil 3-metil amonyum bromür /Bütanol içinde **a)**%1, **b)**%3, **c)**%5 CuO içeren $[EDOT]_0=100$ mM başlangıç monomer konsantrasyonunda DV grafiği. Polimerleşme işlemi döngülü voltametre yöntemi ile 100mV/s, 8 döngü olarak yapılmıştır.

Tablo 4.10. EDOT monomerinin farklı derişimlerde DV ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçları.

[EDOT]/mM	E_{An}/mV	E_{Kat}/mV	$\Delta E/mV$	i_{An}/mA	i_{Kat}/mA	i_{An}/i_{Kat}
1	0.95	0.91	0.04	1.752×10^{-5}	3.707×10^{-6}	4.72
2	0.80	0.73	0.07	7.002×10^{-7}	-1.819×10^{-7}	3.85
5	-0.36	-0.18	0.18	5.621×10^{-6}	-4.468×10^{-6}	1.26

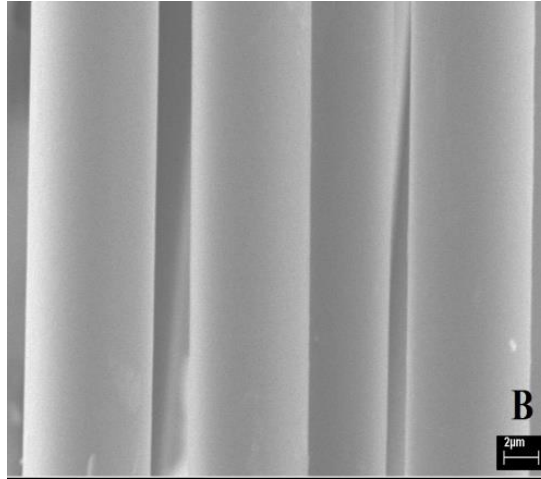
4.4.2. PEDOT/CuO kompozitinin FTIR analizi



Şekil 4.20. PEDOT ve PEDOT/CuO'nun FTIR-ATR Spektrumu.

FTIR-ATR analizi 400 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Trasmittans'a karşılık yapılmıştır. PEDOT için ilk olarak gözükten pikler $1496cm^{-1}$ ve $1360 cm^{-1}$ de halka içi asimetirk gerilmiş C=C ve C-C gerilmesidir. 1291, 1204 ve 1042 pikler etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 944 piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık gelmektedir. PEDOT/CuO kompozitinin de beklenen kayma fazla olmamıştır.

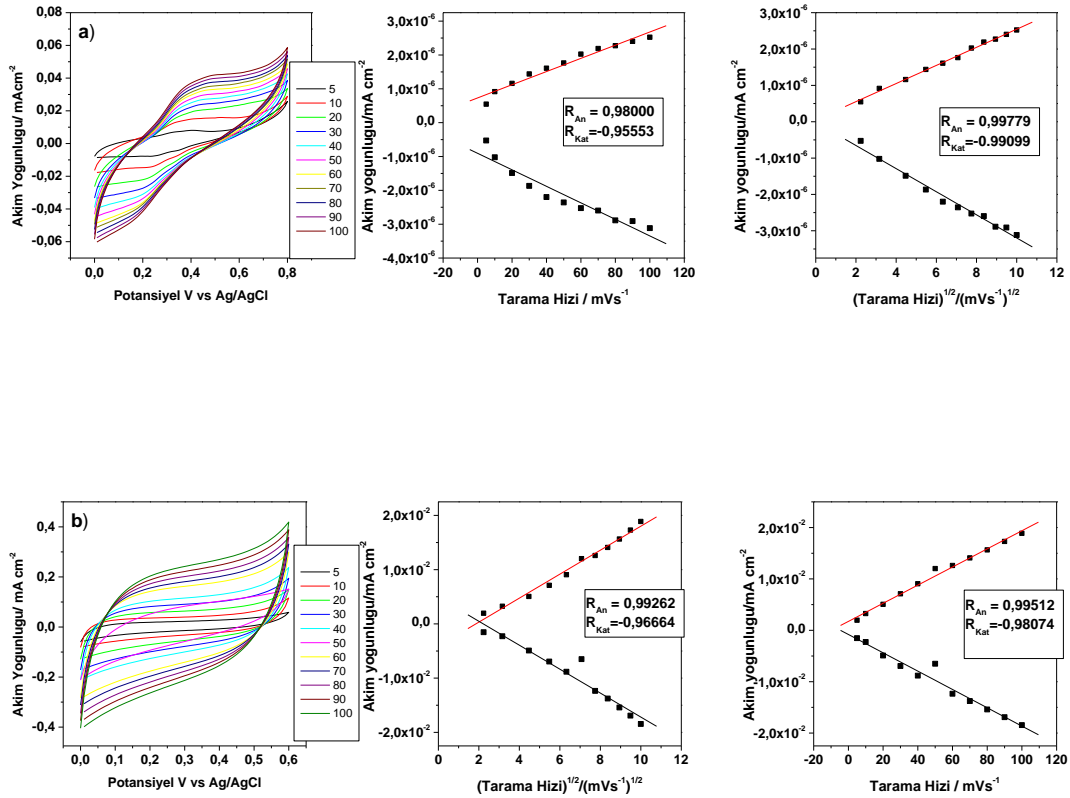
4.4.3. PEDOT/CuO'in SEM-EDX Analizi

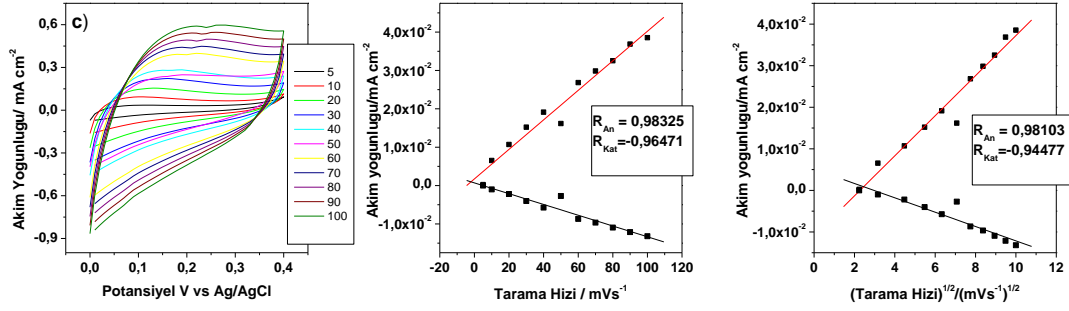


Şekil 4.21. PEDOT/CuO % 1 CuO nanokompozit SEM görüntüsü, 2 μm,

Pedot/CuO karbon fiber üzerine ince filim olarak kaplandığı Şekil 4.17' de görülmektedir.

4.4.4. PEDOT/CuO/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri





Şekil 4.22. PEDOT/CuO, a)%1, b)%3, c)%5 CuO nano-metalı içeren 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mVs⁻¹ tarama hızlarında 0-0.6 V arasında döngülü voltamogramları. Akım yoğunluğu tarama hızı, Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.

PEDOT/CuO kompozit filminin monomersiz ortamda farklı tarama hızları ile CV grafiği alınarak filmin redoks davranışı incelendiğinde difüzyon kontrollü davranış gösterdiği bulunmuştur (**Tablo 4**). Ayrıca tarama hızına karşı spesifik kapasitans değerleri karşılaştırıldığında en düşük tarama hızında spesifik kapasitans değerinin en yüksek olduğu $C_{sp} = 198.89 \text{ F} \times \text{g}^{-1}$ elde edilmiştir (**Tablo 5**). Kapasitans değerindeki düşme birkaç nedenden kaynaklanıyor olabilir. Substrat yüzeyinde polimer filmin büyümesindeki değişimden kaynaklı yüzey alanı azalması veya potansiyel pencere değerindeki değişme PANI/CuO filmine göre PEDOT/CuO filminin spesifik kapasitans değerini düşürmüştür.

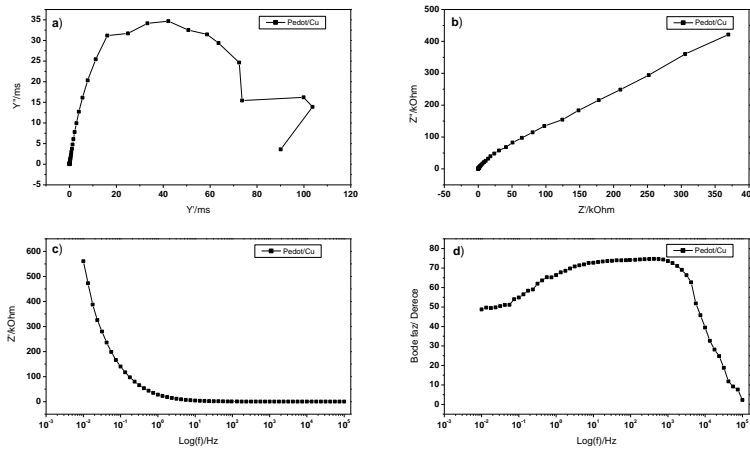
Tablo 4.11. Akım yoğunluğu tarama hızı ve akım yoğunluğu tarama hızı karekökü regresyon katsayısı değerleri

[EDOT]/%CuO	Tarama Hızı/ Akım Yoğunluğu		(Tarama Hızı) ^{1/2} / Akım Yoğunluğu		Durum
	R _{An}	R _{Kat}	R _{An}	R _{Kat}	
1	0.9800	0.9553	0.9978	0.9910	İnce film Difüzyon kontrollü
3	0.9926	0.9666	0.9551	0.9507	İnce Film
5	0.9832	0.9647	0.9810	0.9448	İnce Film

Tablo 4.12. PEDOT/CuO kompozitinin farklı tarama hızlarına karşı gösterdiği kapasitans miktarları.

PEDOT/CuO	
Tarama hızı/ mVs^{-1}	C_{sp} / Fg^{-1}
5	198.892
10	134.851
20	87.230
30	69.412
40	59.457
50	52.276
60	46.957
70	42.555
80	39.186
90	36.612
100	34.441

4.4.5. PEDOT/CuO kompozit elektrot için Elektrokimyasal Empedans spektroskopisi



Şekil 4.23. PEDOT/CuO için a) Admitans, b) Nyquist, c) Bode-faz, d) Bode-magnitude

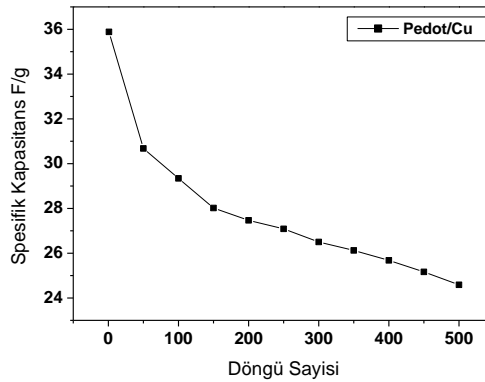
grafikleri, 0.5 M H₂SO₄ çözeltilisinde, 10 mV amplitut, 10 mHz den 100 kHz'e deęişen frekans aralıęında ölçümler gerçekleştirilmiştir.

Tablo 4.13. PEDOT/CuO kompoziti için empedans datalarından elde edilen faz açısı, çift katmanlı ve spesifik kapasitans kapasitans deęerleri

[PEDOT]/CuO		
$C_{sp}/F \times g^{-1}$	$C_{dl}/F \times g^{-1}$	Θ (Faz Açısı)/Derece
198.859	11.55	74.61° (600.39 Hz)

PEDOT / CuO filminin EIS sonuçlarından elde edilen spesifik kapasitans, çift katmanlı kapasitans ve faz açısı deęerleri **Tablo 6** de verilmiştir. 600.39 Hz de en yüksek faz açısı 74.61° deęeriyle Bode-faz grafięinden elde edilmiştir.

4.4.6. PEDOT/CuO için Stabilitte Testi



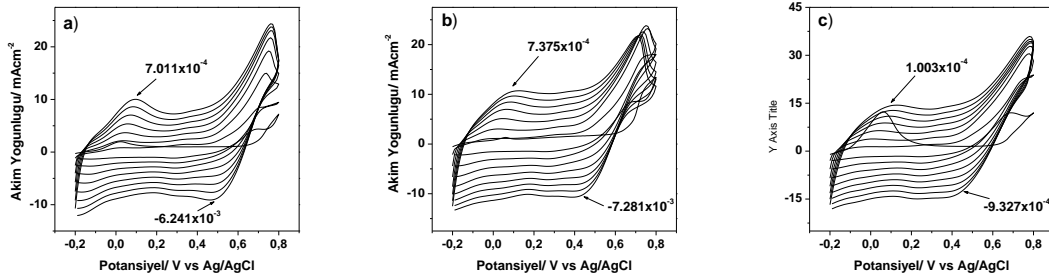
Şekil 4.24. PEDOT/CuO için 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde Stabilite testi (500 Döngü) 100 mV×s⁻¹ tarama hızında ölçümler alınmıştır.

PEDOT / CuO kompozit filminin stabilite testi 500 döngü alınarak 0.5 M H₂SO₄ çözeltisi içerisinde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlardan 100 döngüye kadar spesifik kapasitansta hızlı bir düşüş, 100 döngüden sonra ise yavaş bir düşüş olduğu belirlenmiştir (Şekil 10).

4.5.PANI/CuO/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu

4.5.1.PANI/CuO kompozitinin sentezi

0.2 M H₂SO₄ içerisine 0.15 M SDS eklenmiştir CuO/Monomer oranı %1 olacak şekilde (0,9mg) CuO nano-metali çözeltiye eklenerek 45 dakika ultrasonik banyoda iyi bir şekilde karışması sağlanmıştır. Daha sonra 5ml hücreye çözelti alınarak üzerine 0,1M olacak şekilde Anilin monomeri eklenmiş ve 30 dk ultrasonik banyoda karıştırılmıştır. PANI/CuO kompozit Döngülü Voltametri yöntemi ile camı karbon elektrot üzerine, döngülü voltametre ile üçlü elektrot düzeninde kaplanmıştır. Pt karşıt elektrot ve Ag referans elektrot olarak kullanılmıştır.

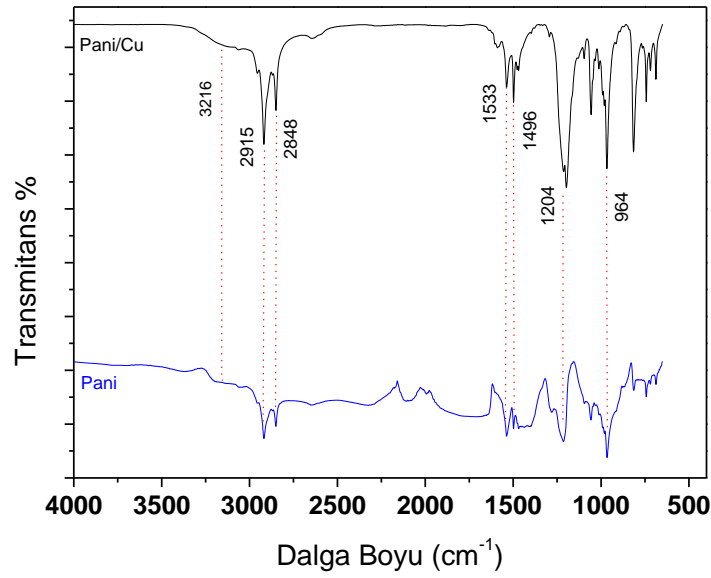


Şekil 4.25. Anilin monomerinin GCE üzerine 0.1M SDS içinde a)%1, b)%3, c)%5 CuO içeren[Anilin]_o= 100 mM başlangıç monomer konsantrasyonunda DV grafiği. Polimerleşme işlemi döngülü voltametre yöntemi ile 100mV/s, 8 döngü olarak yapılmıştır.

Tablo 4.14. Anilin monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.

[PANI/CuO]/ %	E_{An1}/mV	E_{Kat1}/mV	$\Delta E_1/mV$	i_{An1}/mA	i_{Kat1}/mA	i_{An1}/i_{Kat1}
1	0.09	0.5	-0.41	7.011×10^{-4}	-6.114×10^{-4}	1.146
3	0.08	0.44	-0.36	7.158×10^{-4}	-7.146×10^{-4}	1.001
4	0.11	0.43	-0.32	9.958×10^{-4}	-9.327×10^{-4}	1.067

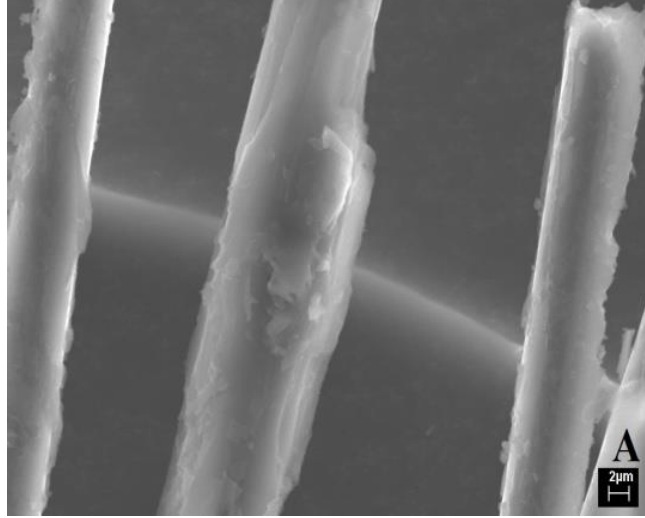
4.5.2. PANI/CuO kompozitinin FT-IR analizi



Şekil 4.26. PANI ve PANI/CuO'nun FTIR-ATR spektrumu.

PANI'nin FTIR-ATR analizi 400 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Trasmittans'a karşılık yapılmıştır. PANI için ilk olarak gözükten 3216 cm^{-1} de N-H gerilmesi hafif şekilde ortaya çıkmış. 2915 cm^{-1} ve 2848 cm^{-1} de gözükten pikler halka için C-H gerilmesi olmaktadır. 1533 cm^{-1} halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. 1204 cm^{-1} pik uç noktasından çatallanmış olup ikincil amin C-N gerilmesini göstermektedir. 964 cm^{-1} mono pikini göstermektedir. PANI/CuO kompozitine gelindiğinde fazla bir değişme gözlemlenmemiştir.

4.5.3. PANİ/CuO'in SEM-EDX Analizi



Şekil 4.27. PANİ/CuO, kompozitinin a)SEM görüntüsü, 2 μm,

4.5.4 PANİ/CuO Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri

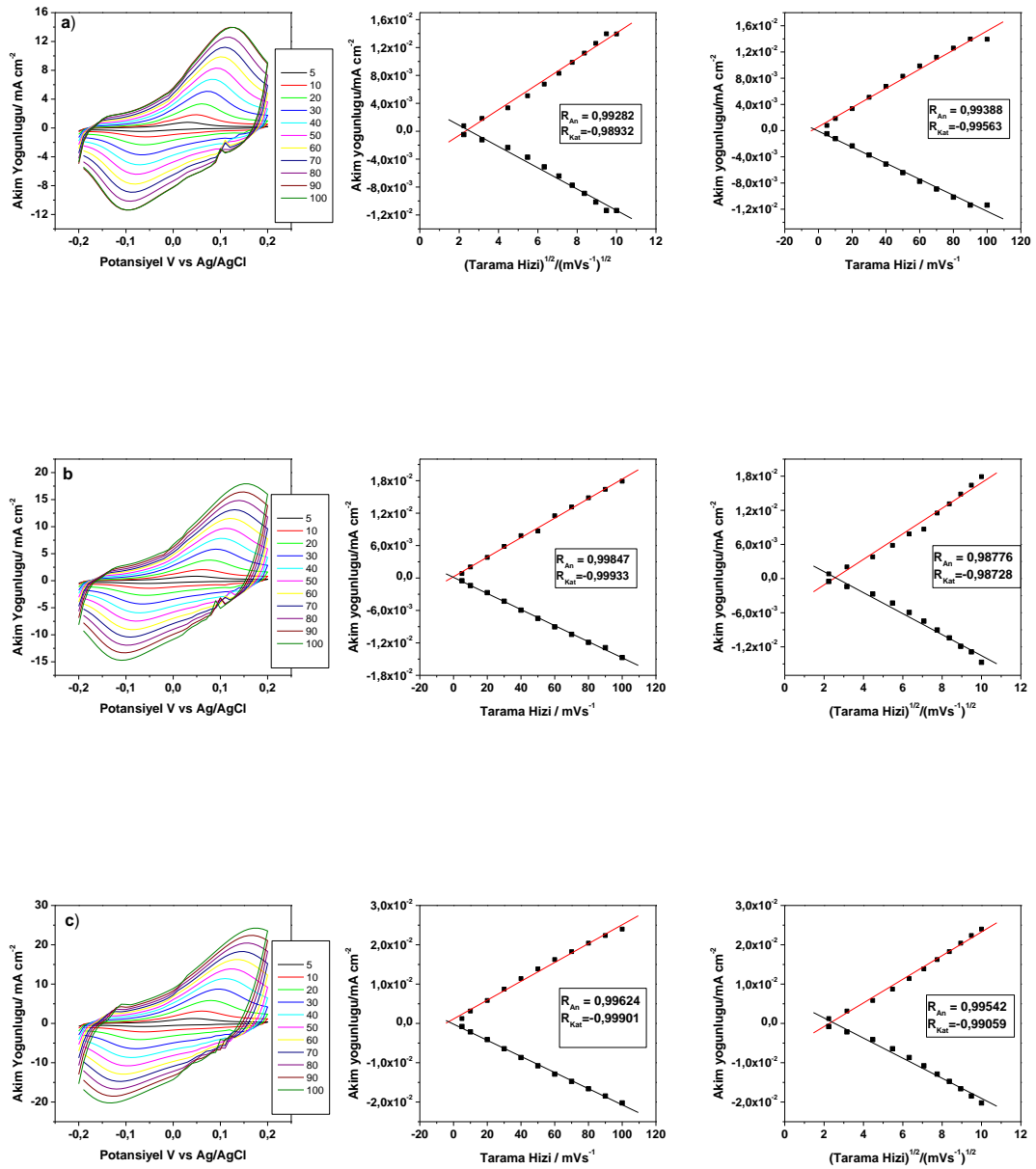
$$\text{Polimerin ağırlığı} = (Q_{\text{deposition}} \times MA_{\text{monomer}}) / Z \times F$$

Bu formülde, $Q_{\text{deposition}}$ (kronoamperometrik yöntemle sentezlenen polimerin biriken yükü, C), MA_{monomer} (g/mol), $Z= 2$ (Aradilla ve ark 2011), $F= 96485$ C/mol olarak alınmıştır. Spesifik kapasitans değerleri aşağıdaki formülü kullanarak döngülü voltametrimden hesaplanmıştır.

Spesifik sığa (C_{sp}) hesaplanması aşağıdaki eşitlik ile hesaplanmıştır (Stenger-Smith ve ark 2002)

$$C_{sp} = (I_+ - I_-) / V_m$$

I_+ ve I_- değerleri maksimum akım/voltaj taramasında pozitif ve negatif değerlerdir. V ise tarama hızı; m elektrot üzerine kaplanmış polimer malzemenin ağırlığıdır.



Şekil 4.28. PANI/CuO, a)%1, b)%3, c)%5 CuO nanometali içeren 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mVs⁻¹ tarama

hızlarında 0-0.6 V arasında döngülü voltamogramları. Akım yoğunluğu tarama hızı, Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.

Tablo 4.15. PANI/CuO kompozitinin akım yoğunluğu tarama hızı ve akım yoğunluğu tarama hızı karekökü regresyon katsayısı değerleri.

[PANI/CuO]/%	Tarama Hızı/ Akım Yoğunluğu		(Tarama Hızı) ^{1/2} / Akım Yoğunluğu		Durum
	R _{An}	R _{Kat}	R _{An}	R _{Kat}	
1	0.99282	0.98932	0.99388	0.99563	Difüzyon kontrollü
3	0.99847	0.99933	0.98776	0.98728	İnce Film
5	0.99624	0.99901	0.99542	0.99059	İnce Film

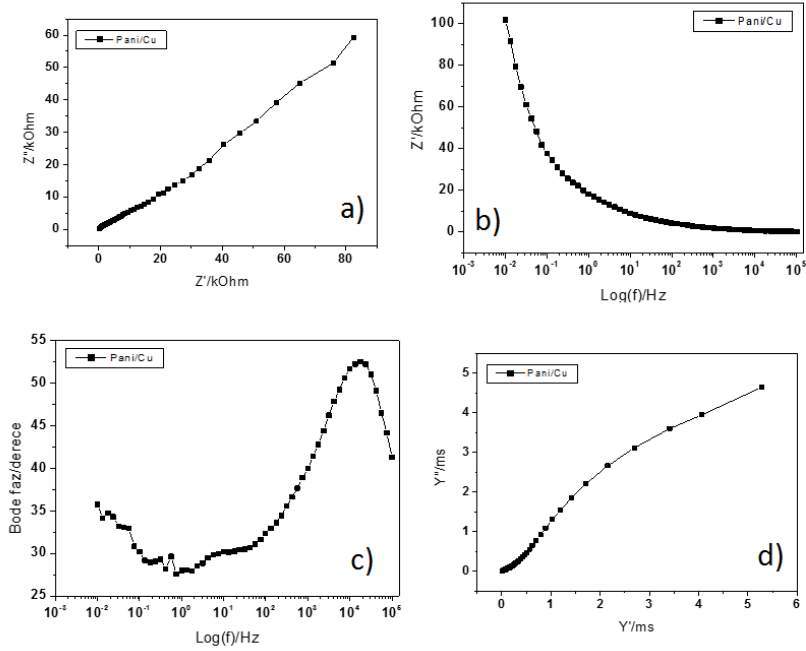
PANI/CuO kompozit filminin redoks davranışları monomersiz ortamda incelenmiş ve filmin difüzyon kontrollü davranış gösterdiği Randles-Sevcik denklemine göre tespit edilmiştir.

Tablo 4.16. PANI/CuO kompozitinin farklı tarama hızlarına karşı gösterdiği kapasitans miktarları.

PANI/CuO	
Tarama hızı/ mV×s ⁻¹	Spesifik kapasitans/ F×g ⁻¹
5	276.561
10	261.717
20	286.347
30	247.338
40	243.462

50	238.926
60	235.086
70	227.822
80	219.319
90	209.931
100	200.023

4.5.5. PANI/CuO , 0.5 M H₂SO₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları



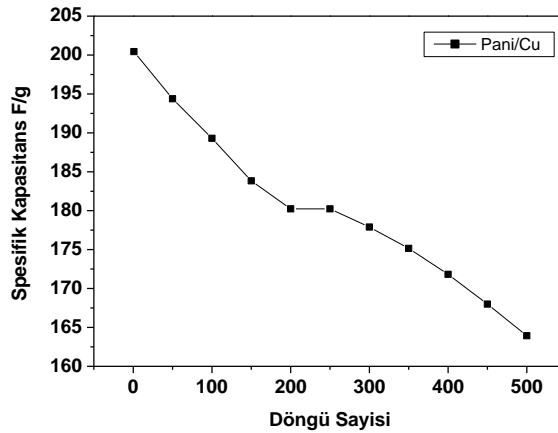
Şekil 4.29. PANI/CuO için **a)** Nyquist **b)** Bode-magnitude, **c)** Bode-fazı, **d)** Admitans graikleri 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, 10 mV amplitüt, 10 mHz den 100 kHz'e değişen frekans aralığında alınmıştır.

Tablo 4.17. PANI/CuO kompoziti için empedans datalarından elde edilen faz açısı, çift katmanlı ve spesifik kapasitans kapasitans değerleri.

[ANI]/CuO / M	C _{sp} /F×g ⁻¹	C _{dl} /F×g ⁻¹	Θ (Faz Açısı)/Derece
0.1	286.317	0.150	52.43° (17367.12 Hz)

The Nyquist, Bode magnitude, and the Bode-faz grafikleri **Şekil 4.29.a,b,c** ve **d** grafiklerinde açık devre potansiyelinde 0.01 Hz' den 100 kHz' e frekans aralığında verilmiştir. Bütün çalışmalarda Nyquist diyagramının yüksek frekans bölgesinde küçük bozulmuş bir yarım daire elektrot malzemesinin direnç ve kapasitans bileşeninin paralele kombinasyonundan dolayı gözlemlendi (Ghost ve Inganas 2000). Düşük frekanslı kapasitans değeri formülünden faydalanılarak $C_{sp}=(2 \times f \times Z_{im})^{-1}$ empedansın sanal bileşeninin frekansın tersine karşı eğiminden bulundu ve çift katmanlı kapasitans değerleri ise Bode-magnitude grafiğinden $\omega=1$ ($\log \omega=0$) değerine ekstrapole edilerek $IZI= 1/C_{dl}$ eşitliğini kullanarak bulundu (Ng ve ark 2006). 0.1 M PANI/CuO kompozit filmi için EIS sonuçları incelendiğinde, Nyquist grafiğinden (**Şekil 4a**) $C_{sp}= 286.317 F \times g^{-1}$ elde edilmiştir. Bu değer CV sonuçlarından elde edilen kapasitans değerine çok yakın çıkması çalışmaların heriki yöntemlede aynı sonuca yakın olduğunu ve doğruluğunu göstermektedir. Ayrıca Bode-magnitude grafiğinden (**Şekil 4b**) çift katmanlı kapasitans değeri tespit edilmiş ve $C_{dl}= 0.150 F \times g^{-1}$ bulunmuştur. Bu çözeltideki iyon cinsi ve difüzyon hızına bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Bode-faz grafiğinden elde edilen faz açısı $\Theta= 52.43^\circ$ $f=17367.12$ Hz de elde edilmiştir. Faz açısının 90° den oldukça düşük olması malzemenin kapasitans özelliğinin 17367.12 Hz frekans seviyelerinde istenilen seviyede olmadığı şeklinde yorumlanabilir. Faz açısının 90° olması durumunda ideal kapasitans elde edilmiş demektir. Admitans grafiği ise malzemenin iletkenliğinin 5 mS seviyelerinde olduğunu göstermektedir. PEDOT/CuO nun hepsinden en yüksek iletkenliğe sahip olduğu söylenebilir.

4.5.6. PANI/CuO için Stabilité Testi



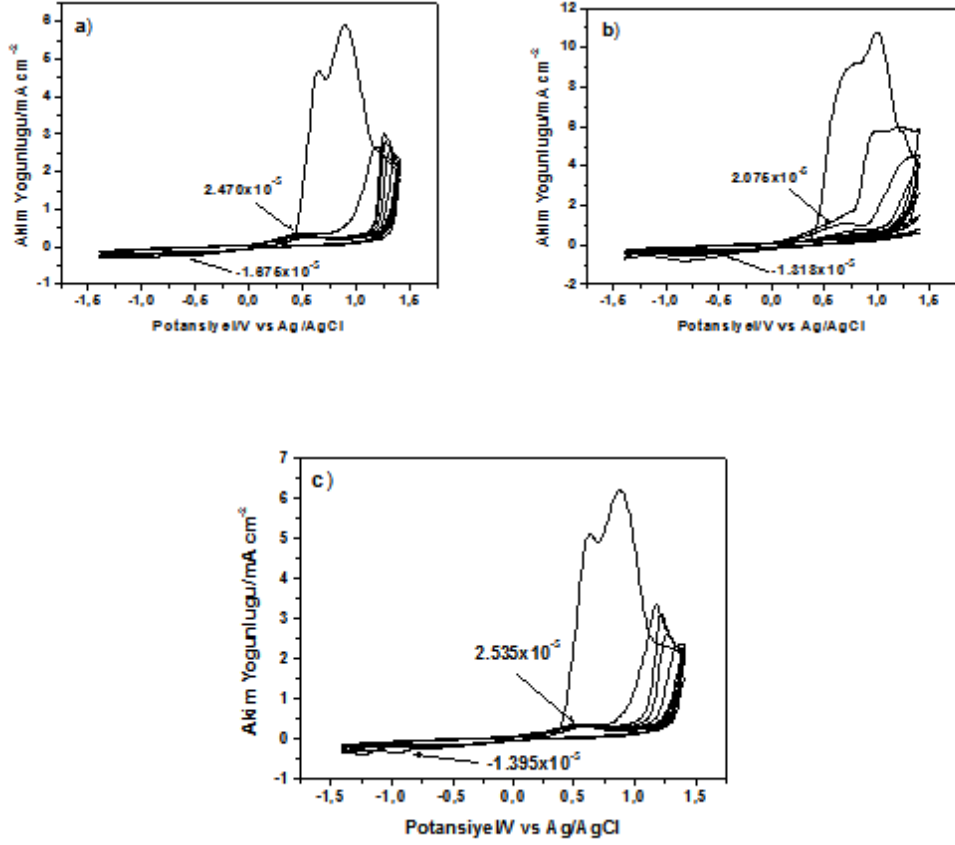
Şekil 4.30.PANI/CuO için 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde Stabilite testi (500 Döngü) 100 mV×s⁻¹ tarama hızında ölçümler alınmıştır.

PANI/CuO filminin 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde 500 döngü alınarak elde edilen spesifik kapasitansları sonucu filmin kapasitans değerinde sabit bir durum olmadığı başlangıçtan itibaren yaklaşık 200 F×g⁻¹ seviyelerinden 165 F×g⁻¹ seviyelerine bir düşüş olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.30).

4.6. P(ANI-co-EDOT)/CuO/CKE Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu

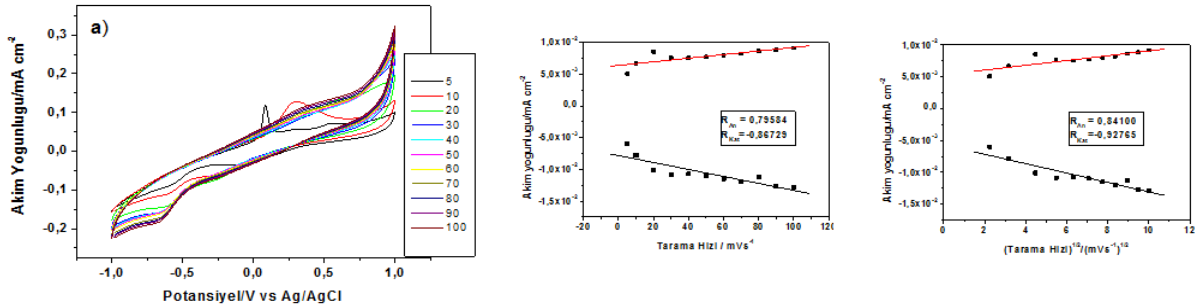
4.6.1. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5 değerinde % 1, %3, %5 CuO Kompozit Çalışması

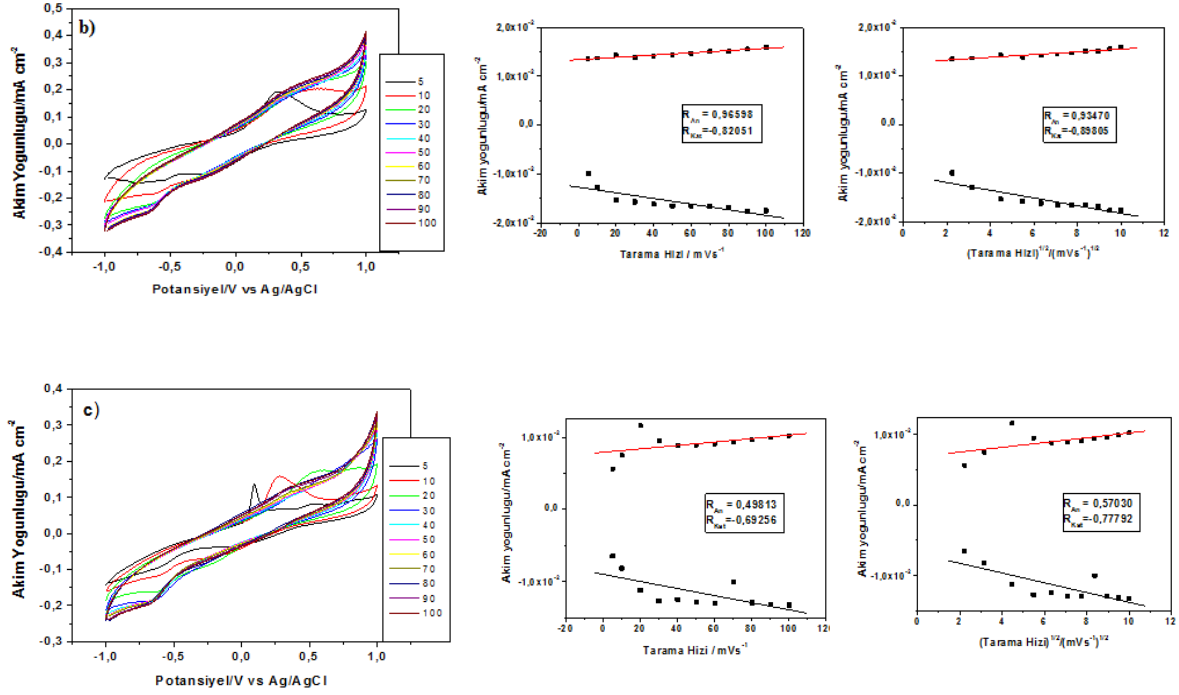
Polimer oluşturulmadan önce P(ANI-co-EDOT)'ın en uygun şekilde hangi ortamda doplanabileceği üzerine çalışılmış. En uygun koşulların 0.1 M LiClO₄ içerisine 0.15 M SDS eklenmiştir. Kopolimer monomerinin %1 ,%3, %5 olacak şekilde CuO nanometali çözeltiye eklenerek 30 dakika ultrasonik banyoda iyi bir şekilde karışması sağlanmıştır. Daha sonra 5ml hücreye çözelti alınarak üzerine [ANI]₀/[EDOT]₀=1/5 ve [ANI]₀/[EDOT]₀=1/10 olacak şekilde Anilin ve EDOT monomeri eklenmiş ve 10dk ultrasonik banyoda karıştırılmıştır. P(ANI-co-EDOT)/CuO kompoziti Döngülü Voltametri yöntemi ile Glassy elektrot üzerine, potansiyostat/galvanostat ile üçlü elektrot düzeninde kaplanmıştır. Pt karşıt elektrot ve Ag referans elektrot olarak kullanılmıştır. Polimerleşme işlemi -1.4 ile +1.4 potansiyel aralığında 100mV×s⁻¹ hızında 8 döngü olarak yapılmıştır.



Şekil 4.31. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0=1/5$ oranında monomerlerden eklenerek *Glassy elektrot* üzerine 0.1 M LiClO₄ içersine 0.15 M SDS çözeltisinde a) %1 CuO, b) %3 CuO, c) %5 CuO, döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V – 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mV×s⁻¹.

4.6.2. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/5$ değerinde % 1, %3, %5 CuO Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri





Şekil 4.32. Glassy elektrotüzlerine $[ANI]_0/[EDOT]_0=1/5$, başlangıç monomer konsantrasyonunda **a)** %1 CuO, **b)** %3 CuO, **c)** %5 CuO içeren içeren 0.5M H_2SO_4 çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 $mV \times s^{-1}$ tarama hızlarındaki monfree grafiği. Potansiyel aralığı -1V ile +1V. (Her satır aynı grafik için geçerlidir).

Tablo 4.18. P(ANI-co-EDOT)'ın Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve $(Tarama Hızı)^{1/2}$ karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regrasyon katsayıları, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/5$.

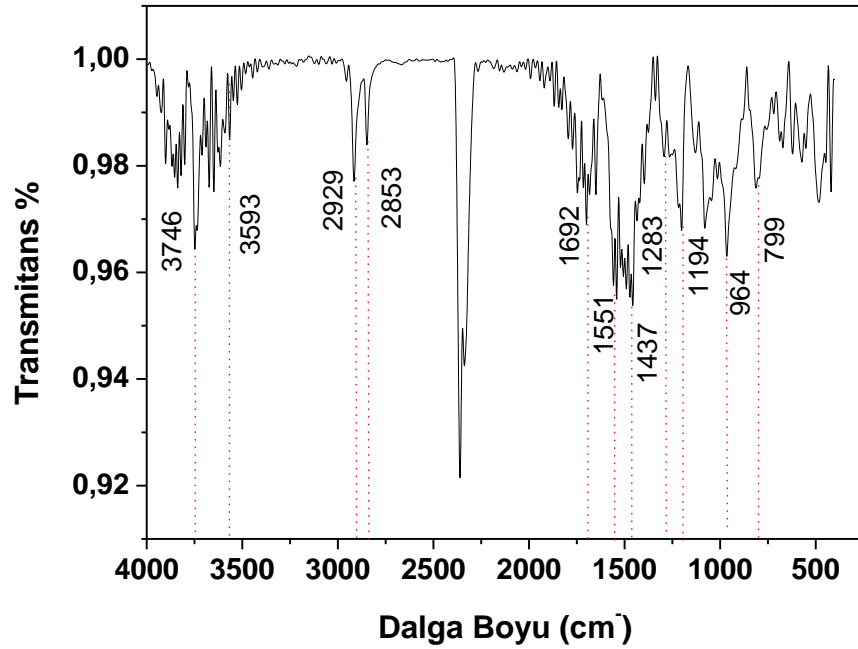
Tarama Hızı- Akım Yoğunluğu		$(Tarama Hızı)^{1/2}$ - Akım Yoğunluğu		Durum	
CuO /%	R_{An1}	R_{Kat1}	R_{An1}		R_{Kat1}
1	0.79584	0.86729	0.84100	0.92765	Difüzyon kontrollü
3	0.96598	0.82051	0.93470	0.89805	İnce Film Difüzyon kontrollü
5	0.49813	0.69256	0.57030	0.77792	Difüzyon kontrollü

P(ANI-co-EDOT)/CuO kompozitinin GCE üzerine kaplanmasından sonra 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda DV grafikleri alınarak, Tarama hızı-Akım yoğunluğu ve Tarama hızının karekökü-Akım yoğunluğu grafikleri çizilerek **Tablo 4.18** de verildiği şekilde Randles-Sevcik denkleminde göre difüzyon kontrollü veya ince film özelliği gösterip göstermediği incelenmiştir.

4.6.3. P(ANI-co-EDOT)/CuO FTIR-ATR ANALİZİ

4.6.3.1. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5, %1CuO nanokompozit

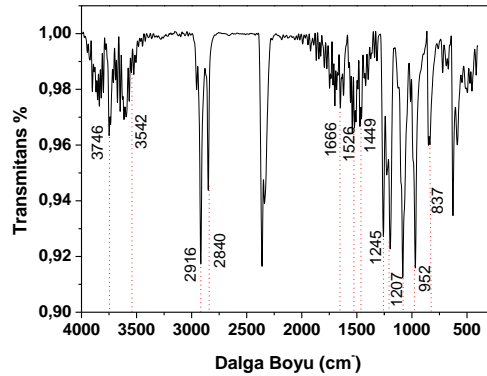
P(ANI-co-EDOT)/CuO'nin FTIR-ATR analizi 400 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Transmittans'a karşılık yapılmıştır. İlk olarak gözükten 3746 cm⁻¹ de N-H gerilmesi hafif şekilde ortaya çıkmış. 2929 ve 2853 de gözükten pikler halka için C-H gerilmesi olmaktadır.1692 de gözükten pik C-N bağına aittir. 1551-1437 halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. 1283-1194 pikleri etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 964 piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık gelmektedir. 799 piki uç noktasından çatallanmış olup birincil aminin C-N gerilmesini göstermektedir.



Şekil 4.33. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %1CuO nanokompozit FTIR Analizi.

4.6.3.2. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, % 3 CuO nanokompozit

P(ANI-co-EDOT)/CuO'nin FTIR-ATR analizi 400 ile 4000nm dalga sayısı arasında % Transmittans'a karşılık yapılmıştır. İlk olarak gözükten 3746 cm^{-1} de N-H gerilmesi hafif şekilde ortaya çıkmış. 2916 ve 2840 cm^{-1} de gözükten pikler halka için C-H gerilmesi olmaktadır. 1666 cm^{-1} de gözükten pik C-N bağına aittir. 1526 - 1449 cm^{-1} halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. 1245 - 1207 cm^{-1} pikleri etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 952 cm^{-1} piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık gelmektedir. 837 cm^{-1} piki uç noktasından çatallanmış olup birincil aminin C-N gerilmesini göstermektedir.

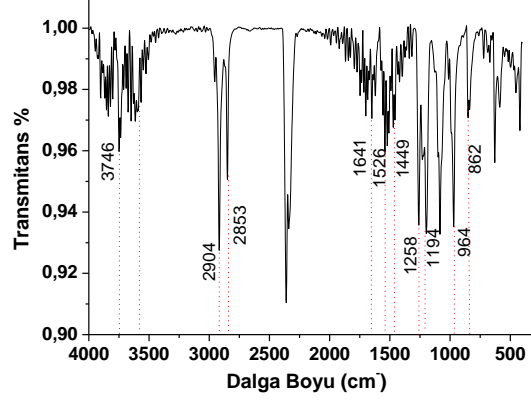


Şekil 4.34. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %3 CuO nanokompozit FTIR Analizi.

4.6.3.3. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, % 5 CuO nanokompozit

P(ANI-co-EDOT)/CuO'nin FTIR-ATR analizi 400 ile 4000nm dalga sayısı arasında % Transmittans'a karşılık yapılmıştır. İlk olarak gözükten 3746 cm^{-1} de N-H gerilmesi hafif şekilde ortaya çıkmış. 2904 ve 2853 cm^{-1} de gözükten pikler halka için C-H gerilmesi olmaktadır. 1641 cm^{-1} de gözükten pik C-N bağına aittir. 1526 - 1449 cm^{-1} halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. 1248 - 1184 cm^{-1} pikleri etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 964 cm^{-1} piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık

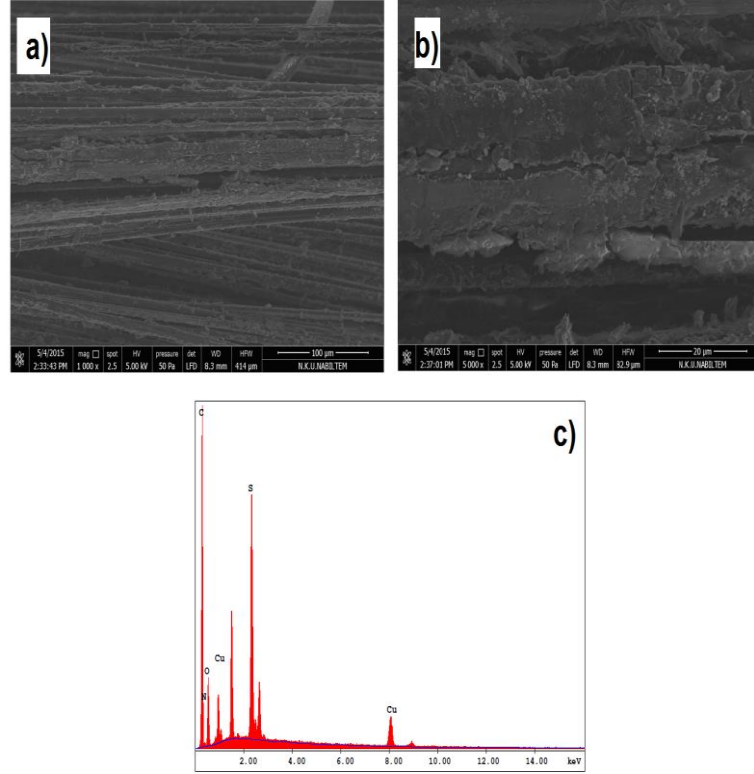
gelmektedir. 862 cm^{-1} piki uç noktasından çatallanmış olup birincil aminin C-N gerilmesini göstermektedir.



Şekil 4.35. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[\text{ANI}]_0/[\text{EDOT}]_0 = 1/5$, %5 CuO nanokompozit FTIR Analizi.

4.6.4. P(ANI-co-EDOT)/CuO'in SEM-EDX Analizi

4.6.4.1. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[\text{ANI}]_0/[\text{EDOT}]_0 = 1/5$, % 1 CuO nanokompozit

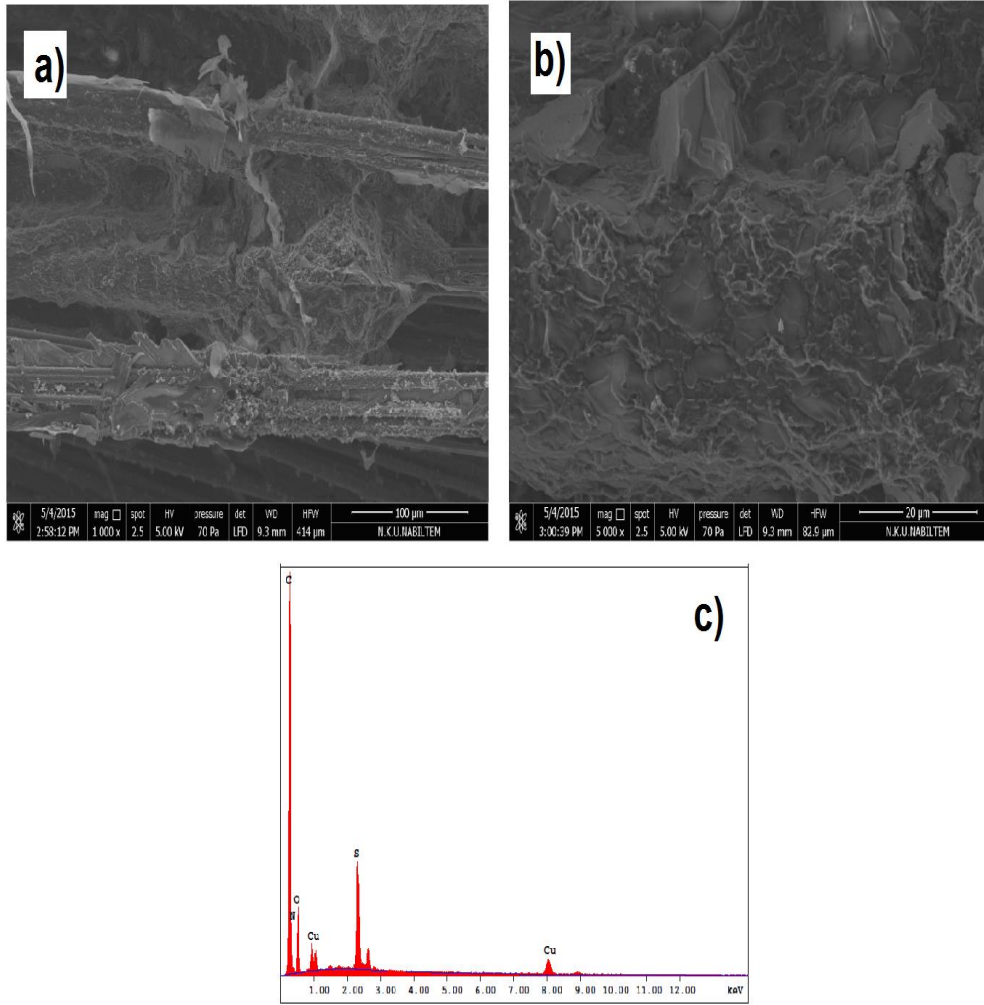


Şekil 4.36. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5 % 1 CuO nanokompozit **a)** SEM görüntüsü, 100 μm, **b)** SEM Görüntüsü, 20 μm, **c)** EDX analizi.

Tablo 4.19. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5 % 1 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.

Elementler/ KSerisi	Ağırlıkça%
C	70.65
N	4.58
O	21.08
S	3.09
Cu	0.61

4.6.4.2. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5, % 3 CuO nanokompozit



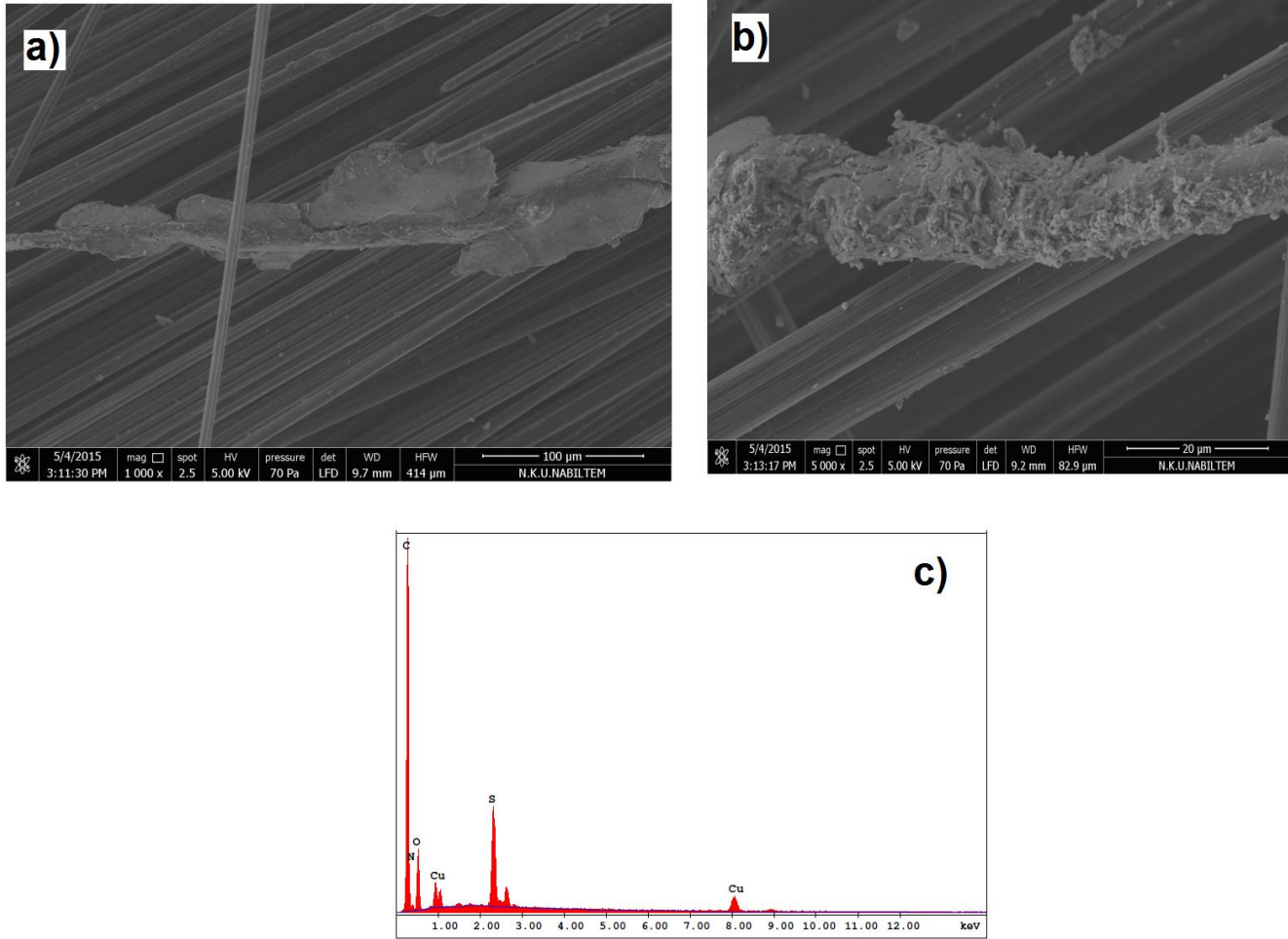
Şekil 4.37. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5 % 3 CuO nanokompozit a) SEM görüntüsü, 100 μm, b) SEM Görüntüsü, 20 μm, c) EDX analizi.

Tablo 4.20. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5, % 3 CuO nanokompozit'in EDX Analizi

Elementler/ Kserisi	Ağırlıkça %
C	71.64
N	6.37
O	19.13

S	1.76
Cu	1.10

4.6.4.3. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5, % 5 CuO nanokompozit



Şekil 4.38. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5, %5 CuO nanokompozit a) SEM görüntüsü, 100 μm, b) SEM Görüntüsü, 20 μm, c) EDX analizi.

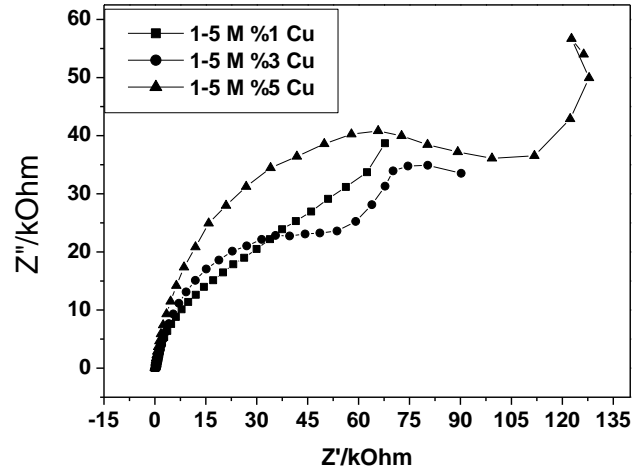
Tablo 4.21. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5, %5 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.

Elementler/ Kserisi	Ağırlıkça %
C	72.17
N	1.45

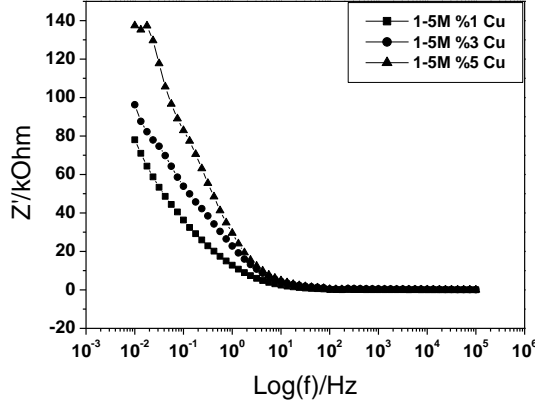
O	10.51
S	9.97
Cu	5.89

P(ANI-co-EDOT)/CuO kompozit filminin farklı CuO % kompozisyonlarında (%1, %3, %5) SEM görüntüleri incelendiğinde kopolimerin KFME üzerine gerçekleştirilmiş olduğu görülmektedir (Şekil 24 ve 26). EDX analizlerinde ise CuO miktarı artışına bağlı olarak Cu elementi ağırlıkça yüzdesi %0.61 den önce %1.10 a daha sonra %5.89 a artmıştır.

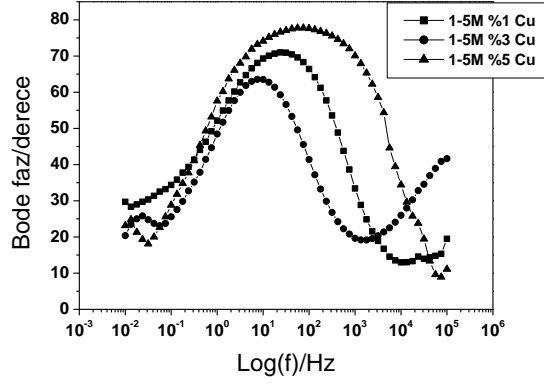
4.6.5. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %1, %3, %5 CuO, 0.5 M H₂SO₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları



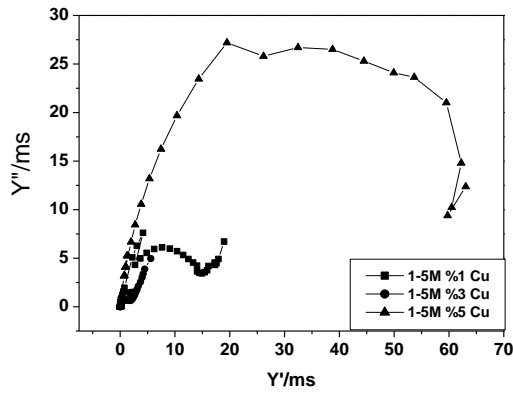
Şekil 4.39. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %1-3-5 CuO, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde Nyquist grafiği.



Şekil 4.40. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5, %1-3-5 CuO, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde Bode – magnitude grafiği.



Şekil 4.41. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5, %1-3-5 CuO, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde Bode – faz grafiği.



Şekil 4.42. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %1-3-5 CuO, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde Admitans grafiği.

Tablo 4.22. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, oranlarında %1-3-5 CuO nanometali içeren kompozitlerinin CV de farklı tarama hızlarına karşı kapasitans miktarları.

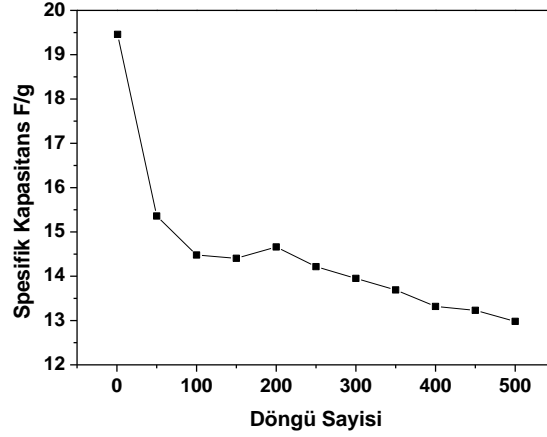
P(PANI-co-PEDOT)/CuO	$C_{sp} / F \times g^{-1}$		
	%1 CuO	%3 CuO	%5 CuO
Tarama hızı			
5	45.39	129.80	453.40
10	26.51	108.17	271.83
20	17.16	72.94	174.58
30	13.31	53.36	145.19
40	10.54	41.60	151.80
50	8.71	34.32	96.87
60	7.52	29.88	82.48
70	6.70	26.04	72.09
80	6.03	22.62	64.16
90	5.51	20.51	58.54
100	5.08	18.83	53.31

Tablo 4.23. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$ oranlarında %1-3-5 CuO nanometali içeren kompozitlerinin kapasitans miktarları.

CuO/%	$C_{sp}/F \times g^{-1}$	$C_{dl} / F \times g^{-1}$	$\Theta / Derece$
1	45.3859	1.0537	70.96° (30.74Hz)
3	129.8016	1.6009	63.83° (8.4215Hz)
5	453.3959	4.1737	77.57° (72.78Hz)

P(ANI-co-EDOT)/CuO filminin EIS sonuçlarından elde edilen spesifik kapasitans, çift katmanlı kapasitans ve faz açısı değerleri Tablo 16 da verilmiştir. 77.78 Hz de en yüksek faz açısı 77.57° değeriyle %5 CuO içeren kompozit filmde Bode-faz grafiğinden elde edilmiştir.

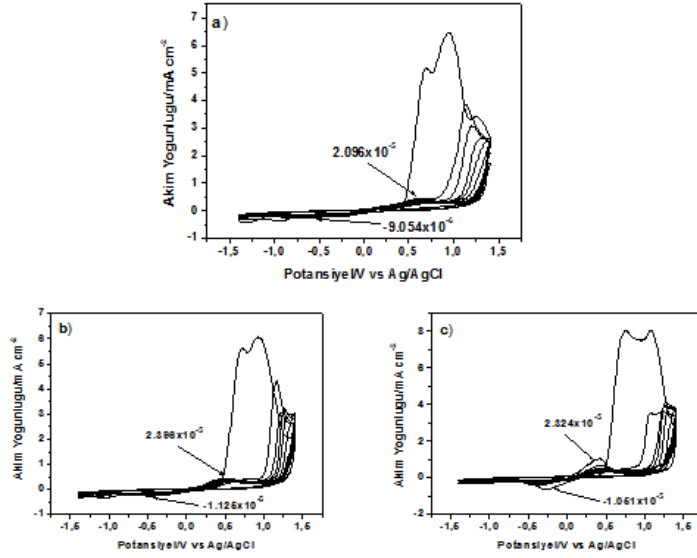
4.6.6. P(ANI-co-EDOT)/CuO kompozitinin Stabilite Testi



Şekil 4.43. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisi için Stabilite Testi.

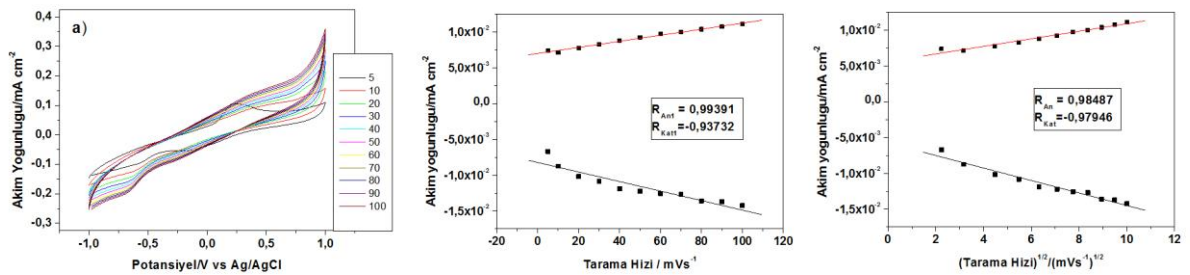
P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde 500 döngü alınarak elde edilen spesifik kapasitansları sonucu filmin kapasitans değerinde sabit bir durum olmadığı başlangıçtan itibaren yaklaşık $19 F \times g^{-1}$ seviyelerinden $13 F \times g^{-1}$ seviyelerine bir düşüş olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.43.).

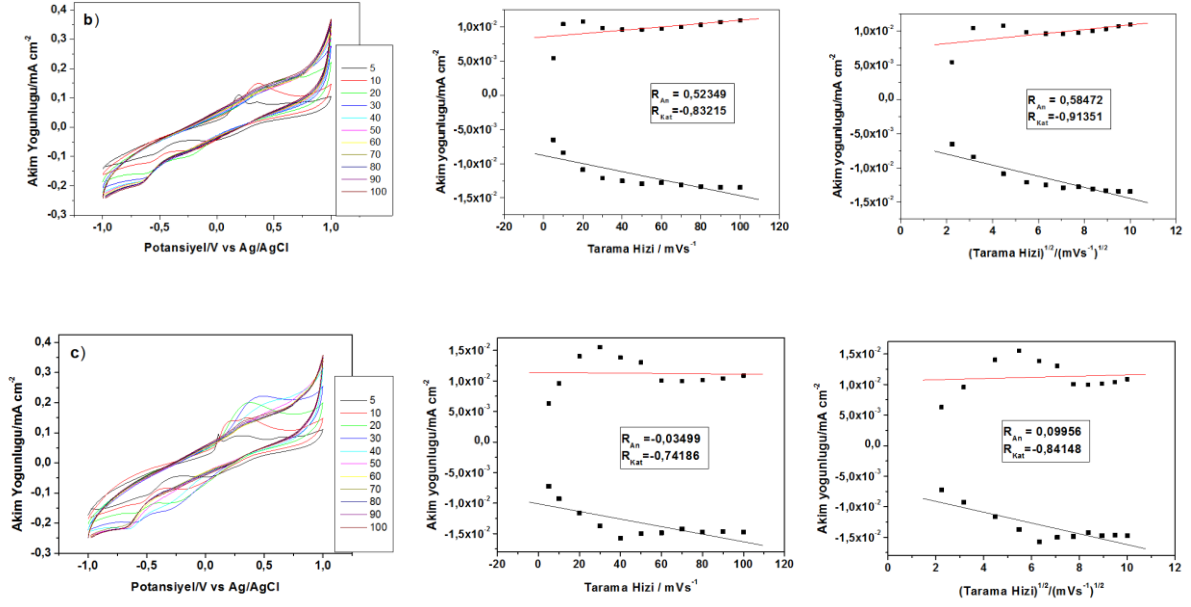
4.6.7. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, Değerinde %1, %3, %5 CuO Kompozit Çalışması



Şekil 4.44. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$ oranında Glassy elektrot üzerine 0.1 M LiClO₄ içersine 0.15 M SDS çözeltisinde a) %1 CuO, b) %3 CuO, c) %5 CuO, ilavesiyle DV grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V – 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mV×s⁻¹.

4.6.8. PEDOT/CKE, Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri





Şekil 4.45. Glassy elektrotüzlerine $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında a) %1 CuO, b) %3 CuO, c) %5 CuO içeren 0.5M H_2SO_4 çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mVs^{-1} tarama hızlarındaki mon-free grafiği. Potansiyel aralığı -1V – 1V. (Her satır aynı grafik için geçerlidir).

Tablo 4.24. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve $(Tarama Hızı)^{1/2}$ karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları.

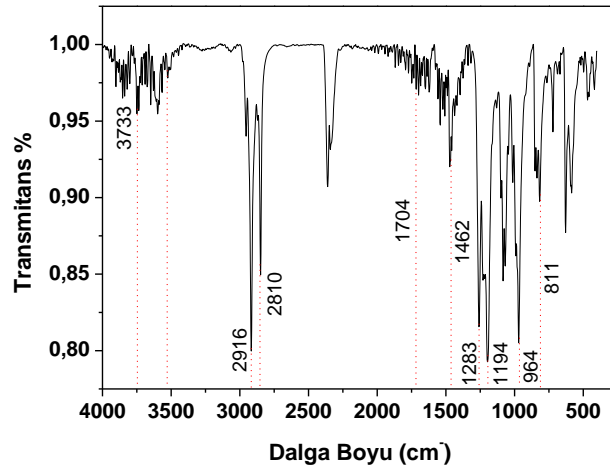
Tarama Hızı- Akım Yoğunluğu		$(Tarama Hızı)^{1/2}$ - Akım Yoğunluğu		Durum	
CuO/%	R_{An1}	R_{Kat1}	R_{An1}		R_{Kat1}
1	0.99391	0.93732	0.98487	0.97946	İnce Film Difüzyon kontrollü
3	0.52349	0.83215	0.58472	0.91351	Difüzyon kontrollü
5	0.03499	0.74186	0.09956	0.84148	Difüzyon kontrollü

P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve $(\text{Tarama Hızı})^{1/2}$ karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regrasyon katsayıları incelendiğinde %1 CuO içeren kompozit filmde hem ince film hem de difüzyon kontrollü bir redoks davranış gözlemlenirken, %3 ve % 5 CuO içeren kompozit filmlerinde sadece difüzyon kontrollü bir redoks davranış gözlemlenmiştir (**Tablo 4.23.**).

4.6.9. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, FTIR-ATR ANALİZİ

4.6.9.1. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, %1 CuO nanokompozit

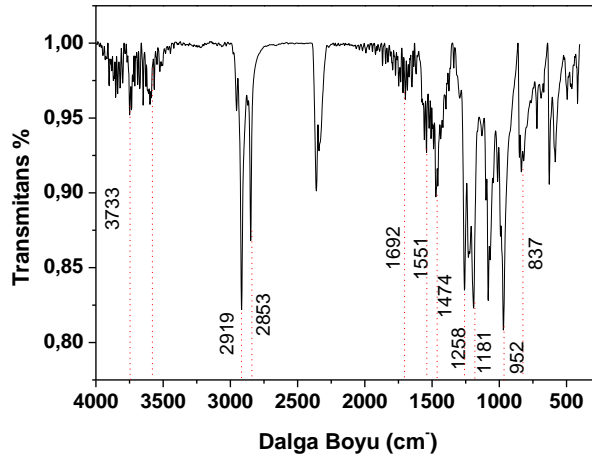
P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$ 'nin %1 CuO ilavesiyle elde edilen FTIR-ATR analizi 400 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Transmittans'a karşılık yapılmıştır. İlk olarak gözükten 3733 cm^{-1} de N-H gerilmesi hafif şekilde ortaya çıkmış. 2916 ve 2810 cm^{-1} de gözükten pikler halka için C-H gerilmesi olmaktadır. 1704 cm^{-1} de gözükten pik C-N bağına aittir. 1462 cm^{-1} de pikler üst üste binmiş halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. $1283-1194 \text{ cm}^{-1}$ pikleri etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 964 cm^{-1} piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık gelmektedir. 811 cm^{-1} piki uç noktasından çatallanmış olup birincil aminin C-N gerilmesini göstermektedir.



Şekil 4.46. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, %1CuO nanokompozit için FTIR Analizi.

4.6.9.2. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/10, %3 CuO nanokompozit

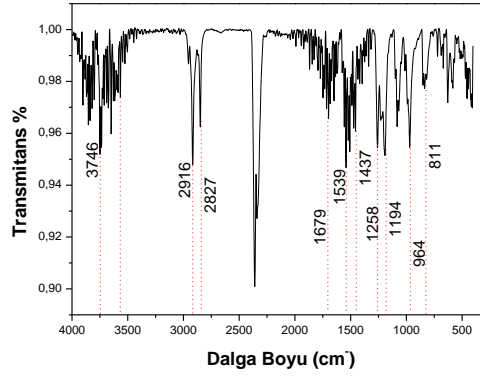
P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/10, %3 CuO'nin FTIR-ATR analizi 400 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Transmittans'a karşılık yapılmıştır. İlk olarak gözükten 3733 cm⁻¹ de N-H gerilmesi hafif şekilde ortaya çıkmış. 2919 ve 2853 cm⁻¹ de gözükten pikler halka için C-H gerilmesi olmaktadır. 1692 cm⁻¹ de gözükten pik C-N bağına aittir. 1551-1474 cm⁻¹ de pikler halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. 1258-1181 cm⁻¹ pikleri etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 952 cm⁻¹ piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık gelmektedir. 837 cm⁻¹ piki uç noktasından çatallanmış olup birincil aminin C-N gerilmesini göstermektedir.



Şekil 4.47. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/10, % 3 CuO nanokompozit için FTIR Analizi.

4.6.9.3. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/10, %5 CuO nanokompozit

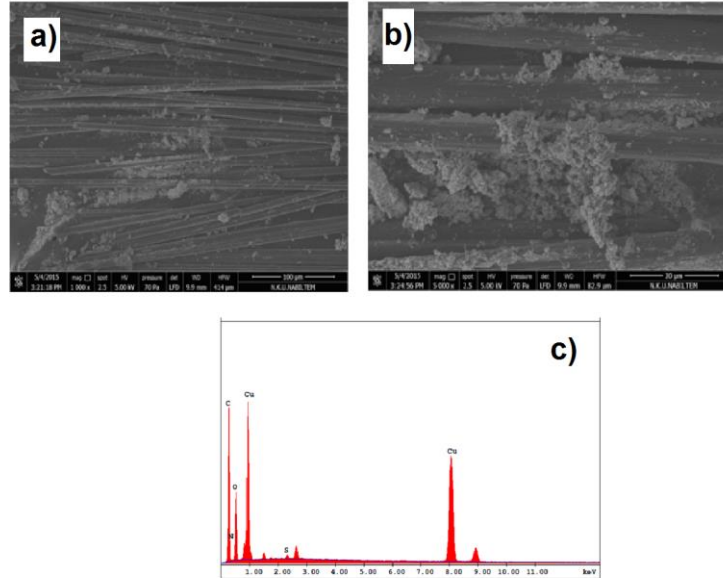
P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/10, %3 CuO'nin FTIR-ATR analizi 400 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Transmittans'a karşılık yapılmıştır. İlk olarak gözükten 3746 cm⁻¹ de N-H gerilmesi hafif şekilde ortaya çıkmış. 2916 ve 2827 cm⁻¹ de gözükten pikler halka için C-H gerilmesi olmaktadır. 1679 cm⁻¹ de gözükten pik C-N bağına aittir. 1539-1437 cm⁻¹ de pikler halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. 1258-1194 cm⁻¹ pikleri etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 964 cm⁻¹ piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık gelmektedir. 811 cm⁻¹ piki uç noktasından çatallanmış olup birincil aminin C-N gerilmesini göstermektedir.



Şekil 4.48. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, % 5 CuO nanokompozit için FTIR Analizi.

4.6.10. P(ANI-co-EDOT)/CuO'in SEM-EDX Analizi

4.6.10.1. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, % 1 CuO nanokompozitin SEM-EDX Analizi

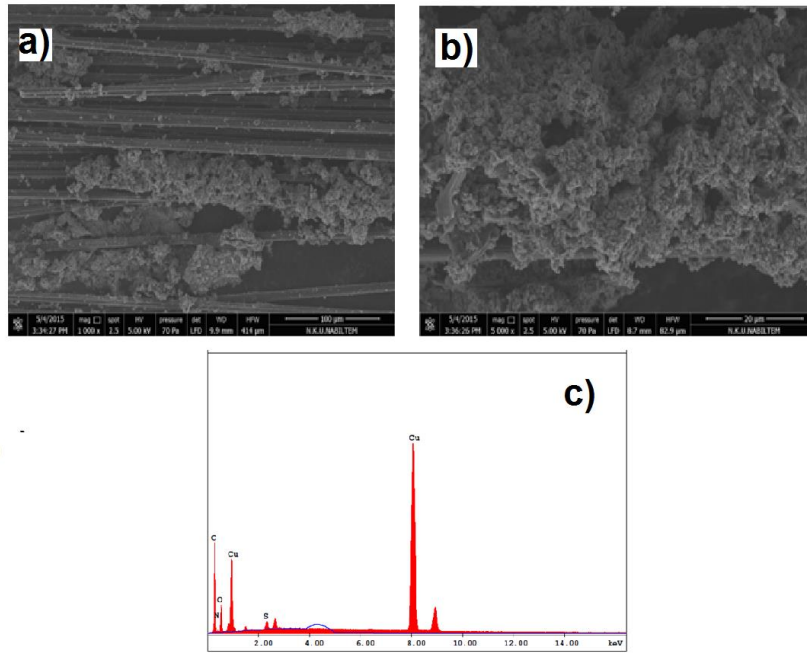


Şekil 4.49. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, % 1 CuO nanokompozit için **a)** SEM görüntüsü 100 µm, **b)** SEM görüntüsü, 20 µm, **c)** EDX analizi.

Tablo 4.25. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/10$, % 1 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.

Elementler/ K serisi	Ağırlıkça%
C	52.75
N	1.22
O	16.93
S	0.14
Cu	28.96

4.6.10.2. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/10$, % 3 CuO nanokompozit

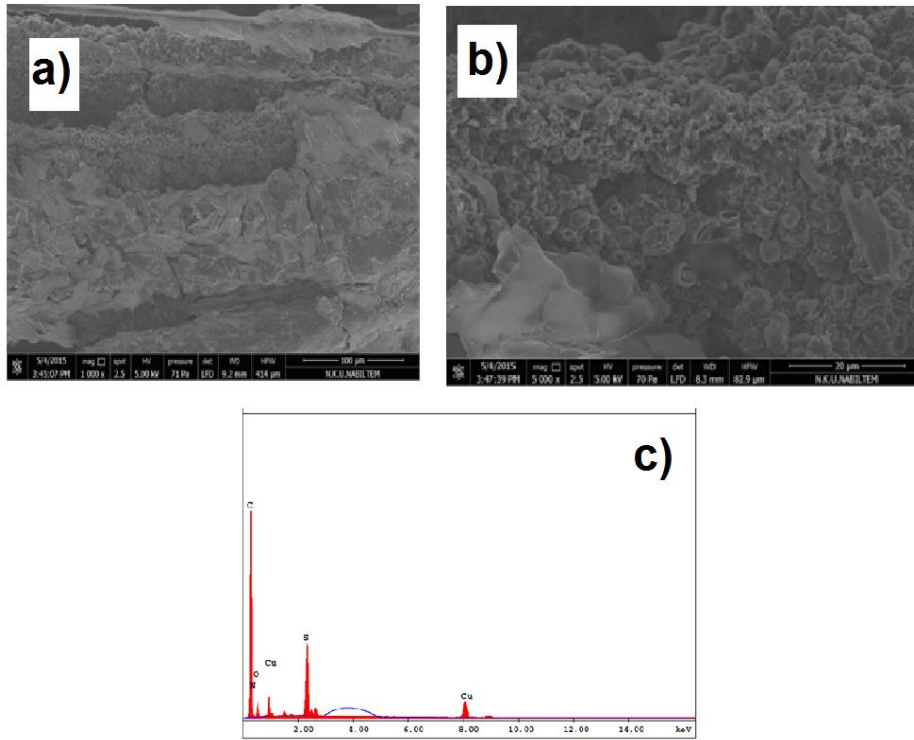


Şekil 4.50. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/10$, % 3 CuO nanokompozit için a) SEM görüntüsü 100 µm, b) SEM görüntüsü, 20 µm, c) EDX analizi.

Tablo 4.26. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0= 1/10$, %3 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.

Elementler/ Kserisi	Ağırlıkça %
C	50.73
N	2.31
O	12.37
S	4.41
Cu	30.18

4.6.10.3. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[\text{ANI}]_0/[\text{EDOT}]_0 = 1/10$, % 5 CuO nanokompozit



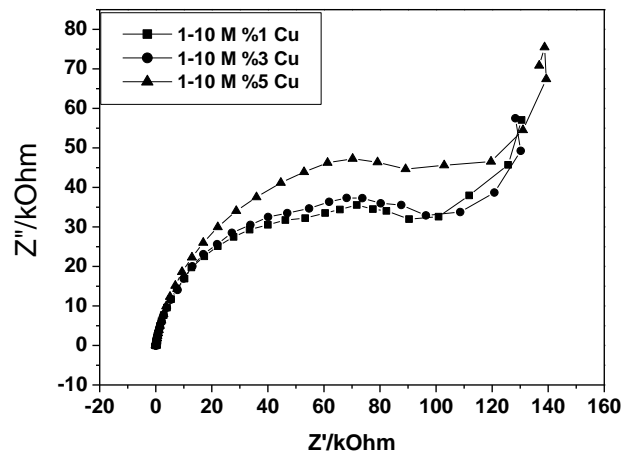
Şekil 4.51. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[\text{ANI}]_0/[\text{EDOT}]_0 = 1/10$, % 5 CuO nanokompozit için **a)** SEM görüntüsü 100 μm, **b)** SEM görüntüsü, 20 μm, **c)** EDX analizi.

Tablo 4.27. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[\text{ANI}]_0/[\text{EDOT}]_0 = 1/10$, % 5 CuO nanokompozit'in EDX Analizi.

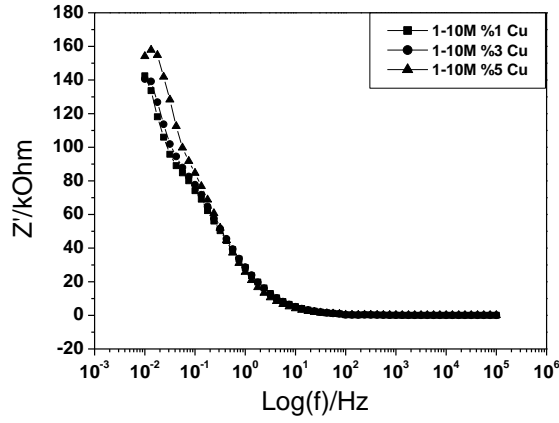
Elementler/ Kserisi	Ağırlıkça %
C	70.35
N	2.89
O	4.57
S	18.16
Cu	4.04

P(ANI-co-EDOT)/CuO kompozit filminin $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, farklı CuO % kompozisyonlarında (%1, %3, %5) SEM görüntüleri incelendiğinde kopolimerin KFME üzerine gerçekleştirilmiş olduğu görülmektedir (Şekil 38 ve 39). EDX analizlerinde ise CuO miktarı artışına bağlı olarak Cu elementi ağırlıkça yüzdesi % 28.96 den (%1 CuO), önce %30.18 e artmış (%3 CuO) daha sonra %4.04 e (%5 CuO) düşmüştür. Bu düşüşün nedeni kopolimer kompozisyonundaki CuO miktarına doygunluk sınırına ulaştığı şeklinde yorumlanabilir.

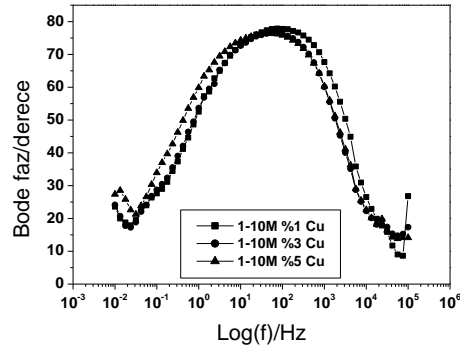
4.6.11. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, %1-3-5 CuO, 0.5 M H₂SO₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları



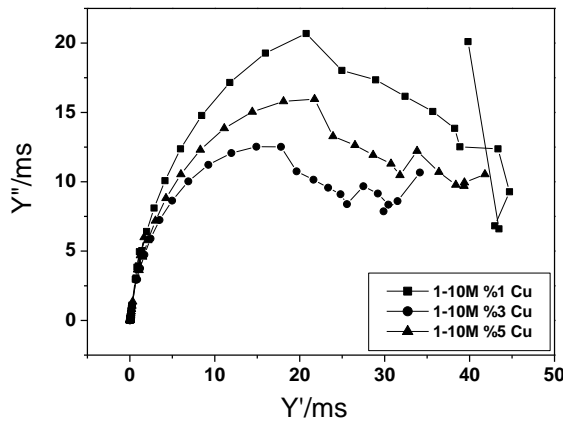
Şekil 4.52. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, %1, %3, %5 CuO, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde Nyquist grafiği.



Şekil 4.53. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, %1, %3, %5 CuO, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde Bode – magnitude grafiği.



Şekil 4.54. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$, %1, %3, %5 CuO, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde Bode – faz grafiği.



Şekil 4.55. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/10, %1, %3, %5 CuO, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde Admitans grafiği.

Tablo 4.28. P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/10 oranlarında %1, %3, %5 CuO nanokompozitin CV den farklı tarama hızlarına karşı kapasitans miktarları.

P(ANI-co-EDOT)/CuO	C _{sp} / F×g ⁻¹		
	%1 CuO	%3 CuO	%5 CuO
Tarama hızı			
5	216.8205	215.5679	158.7929
10	143.3741	138.6636	98.8579
20	89.0660	91.4088	60.0721
30	66.3693	72.1507	47.6916
40	53.2490	58.8106	40.7592
50	44.8979	48.9948	34.6925
60	39.4001	42.0419	29.5688
70	35.1759	37.1736	24.8689
80	31.6390	33.0682	22.3993
90	28.9770	29.9072	19.9982
100	25.8535	27.5065	18.2290

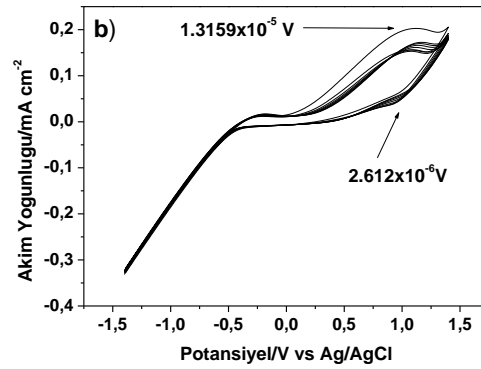
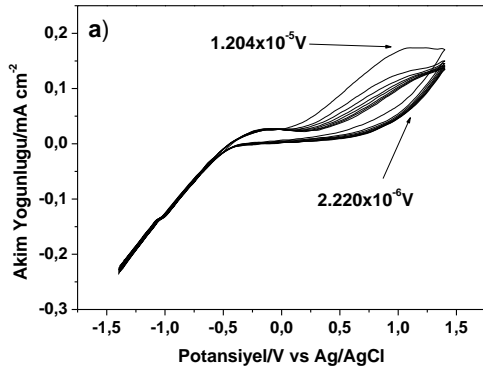
Tablo 4.29. P(ANI-co-EDOT)/CuO, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/10$ oranlarında %1, %3, %5 CuO nanometali içeren kompozitlerinin EIS den elde edilen kapasitans miktarları.

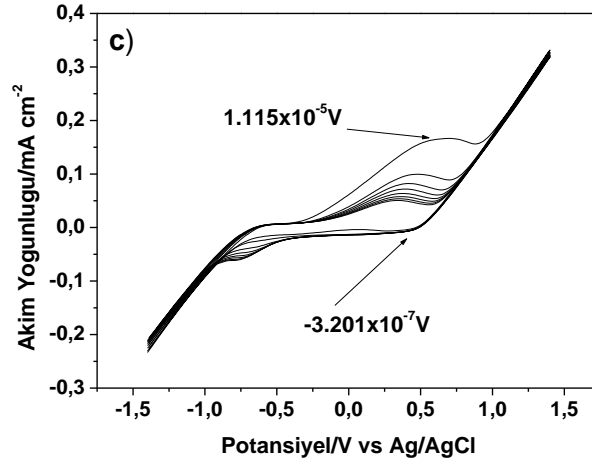
CuO/%	$C_{sp}/F \times g^{-1}$	$C_{dl} / F \times g^{-1}$	$\Theta / Derece$
1	216.82	2.2982	77.76° (97.26Hz)
3	215.56	2.1663	76.73° (63.64Hz)
5	158.23	1.7113	76.73° (59.38Hz)

P(ANI-co-EDOT)/CuO filminin EIS sonuçlarından elde edilen spesifik kapasitans, çift katmanlı kapasitans ve faz açısı değerleri **Tablo 4.28.**de verilmiştir. 63.64 Hz de en yüksek faz açısı 77.76° değeriyle %1 CuO içeren kompozit filmde Bode-faz grafiğinden elde edilmiştir.

4.7. EDOT/ÇDNT Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu

4.7.1. PEDOT/NT kompozitinin sentezi



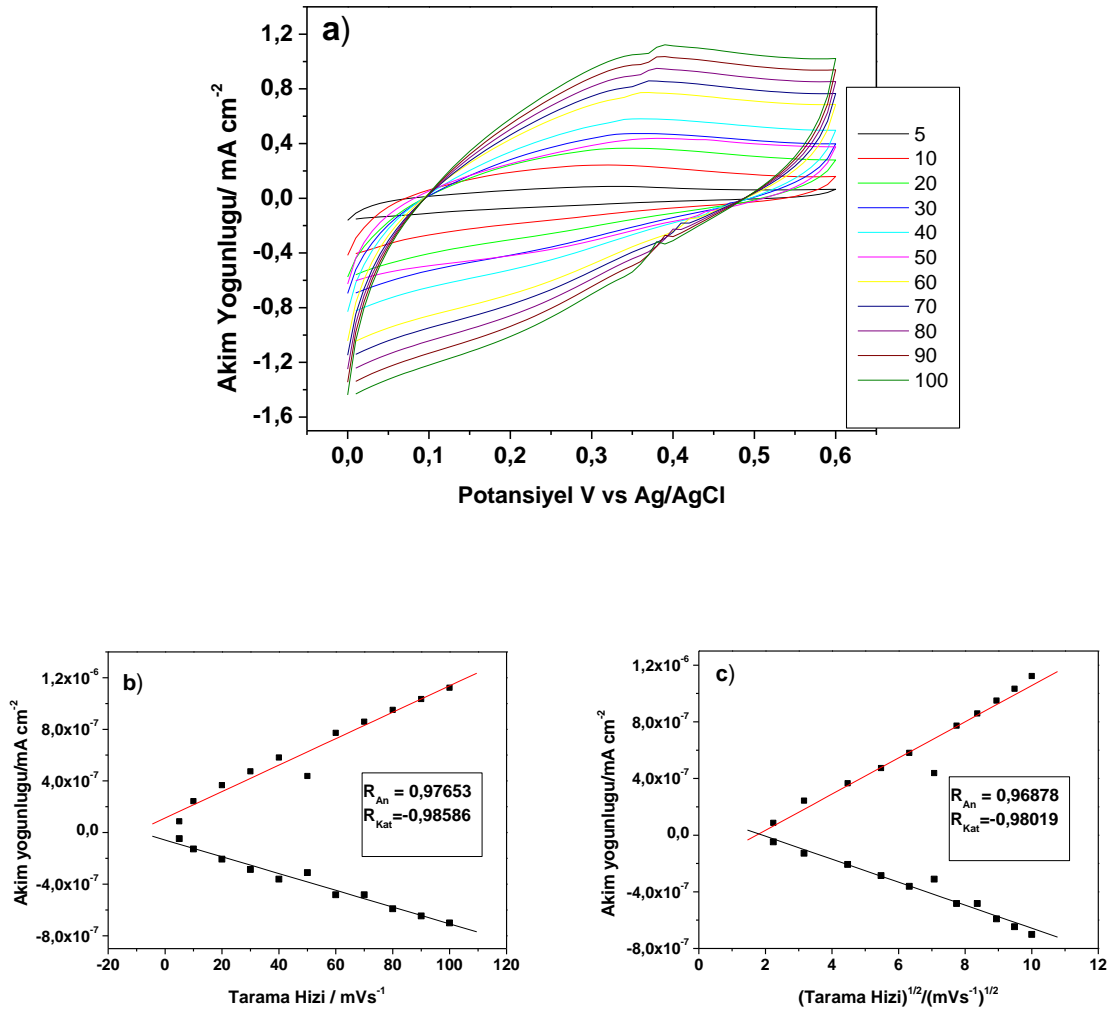


Şekil 4.56. EDOT monomerinin *Glassy elektrot* üzerine Bütanol/ÇDNT çözeltisinde a) [EDOT]_o= %1 NT, b) [EDOT]_o=%3 NT, c) [EDOT]_o= %5 NT 100 mM başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V - 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mVs⁻¹

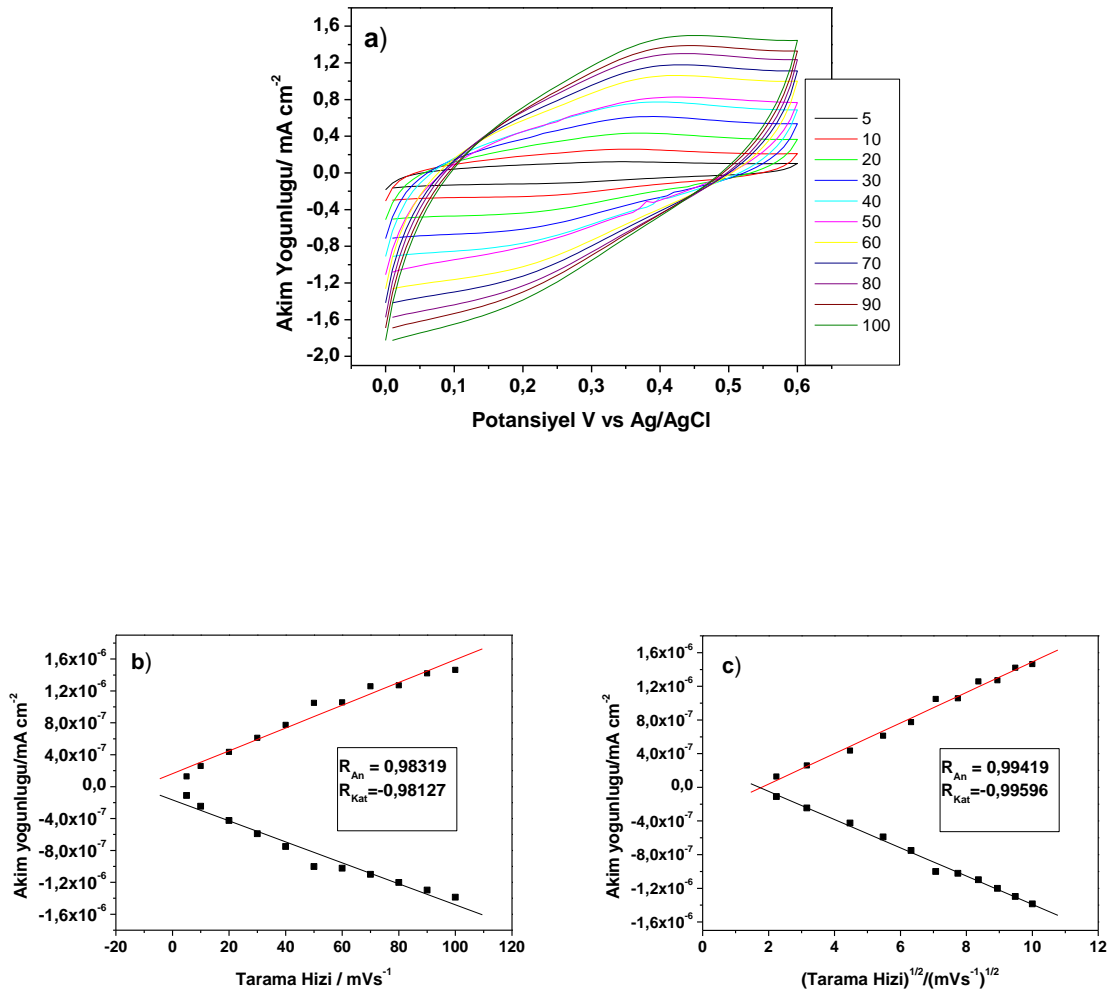
Tablo 4.30. Edot monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.

[Pedot]/%NT	E _{An} /mV	E _{Kat} /mV	ΔE/mV	i _{An1} /mA	i _{Kat1} /mA	i _{An1} / i _{Kat1}
%1	9.800×10 ⁻¹	8.800×10 ⁻¹	0.1	1.154×10 ⁻⁵	3.707×10 ⁻⁶	3.11
%3	1.130	9.500×10 ⁻¹	0.18	1.200×10 ⁻⁵	2.900×10 ⁻⁶	4.13
%5	5.800×10 ⁻¹	4.400×10 ⁻¹	0.14	1.144×10 ⁻⁵	-3.201×10 ⁻⁷	-35.7

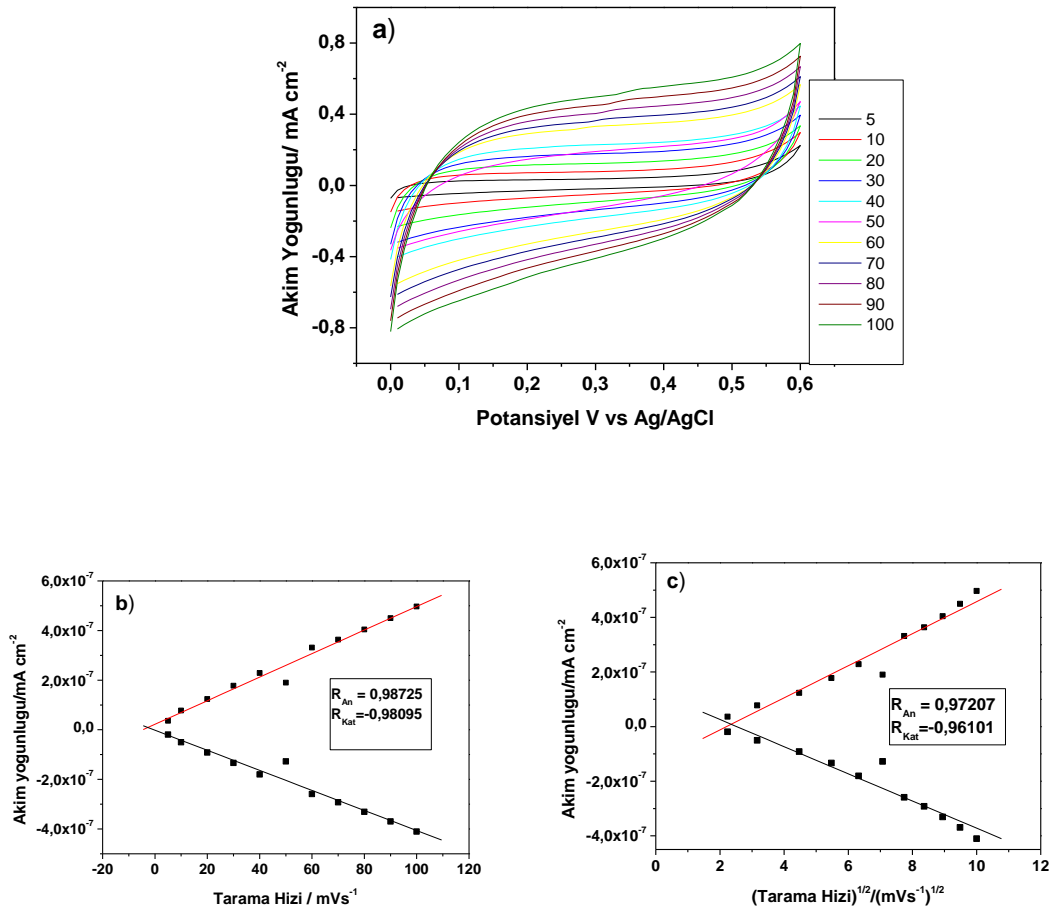
4.7.2. PEDOT/NT % 1, %3, %5 NT Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri



Şekil 4.57. *Glassy elektrot* üzerine a) [PEDOT]₀= %1NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda Bütanol/ÇDNTçözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığın da 100 mVs⁻¹, 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekökü grafiği



Şekil 4.58. *Glassy elektrot* üzerine a) [PEDOT]_o = %3 NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda Bütanol/ÇDNTçözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığın da 100 mVs⁻¹, 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.

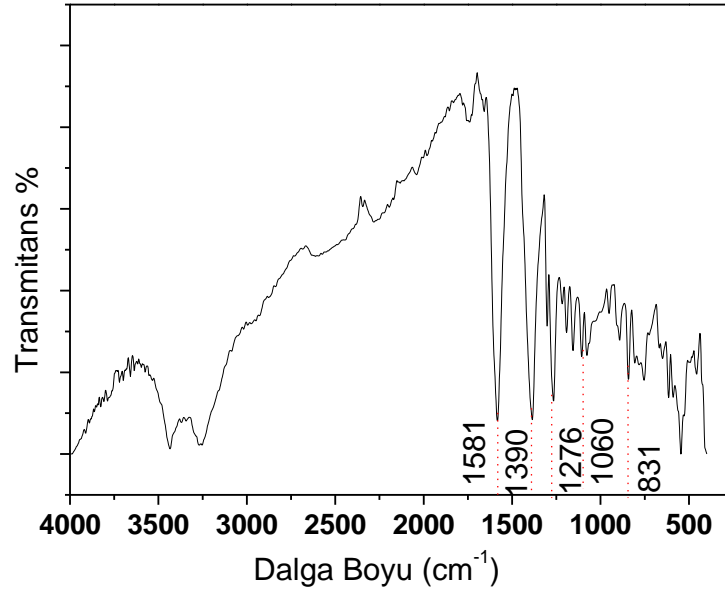


Şekil 4.59. *Glassy elektrot* üzerine a) $[PEDOT]_0 = \%5$ NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda Butanol/ÇDNT çözeltilisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığının da 100 mVs^{-1} , 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği

Tablo 4.31. PEDOT/NT'nin Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve $(\text{Tarama Hızı})^{1/2}$ karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları

[PEDOT/ÇDNT]/mM	Tarama Hızı/ Akım Yoğunluğu		$(\text{Tarama Hızı})^{1/2}$ / Akım Yoğunluğu		Durum
	R_{An}	R_{Kat}	R_{An}	R_{Kat}	
%1	0.97653	-0.98586	0.96878	-0.98019	İnce film Difüzyon Kontrol
%3	0.98319	-0.98127	0.99419	-0.99596	Difüzyon Kontrol
%5	0.98725	-0.98095	0.97207	-0.96101	İnce film Difüzyon Kontrol

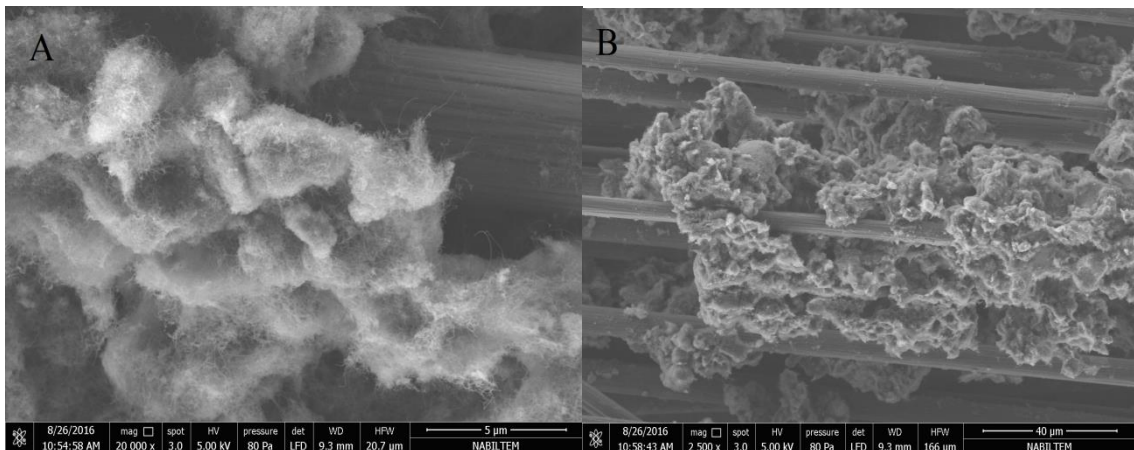
4.7.3. PEDOT/ NT kompozitinin FTIR analizi



Şekil 4.60. PEDOT/NT'nun FTIR-ATR Spektrumu.

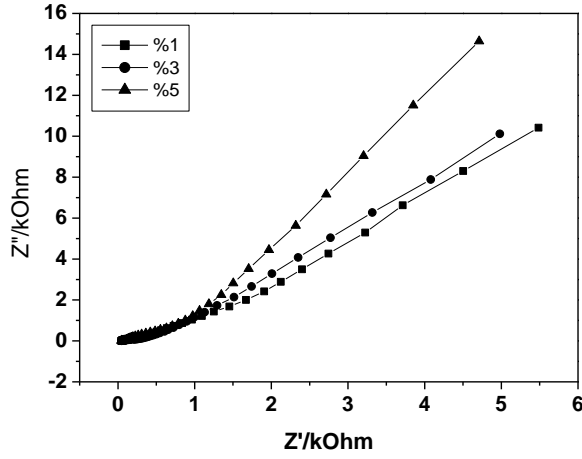
FTIR-ATR analizi 250 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Trasmitans'a karşılık yapılmıştır. PEDOT için ilk olarak gözükten pikler 1581 cm⁻¹ ve 1390 cm⁻¹ de halka içi asimetirk gerilmiş C=C ve C-C gerilmesidir. 1276cm⁻¹ve 1060 cm⁻¹ pikler etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 831 piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık gelmektedir.

4.7.4. PEDOT/NT SEM-EDX Analizi

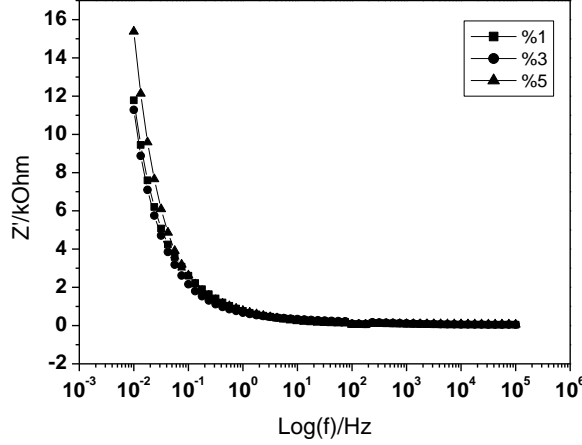


Şekil 4.61. PEDOT/NT %5 NT nanokompozit a) SEM görüntüsü 5 µm, b) SEM Görüntüsü 40 µm

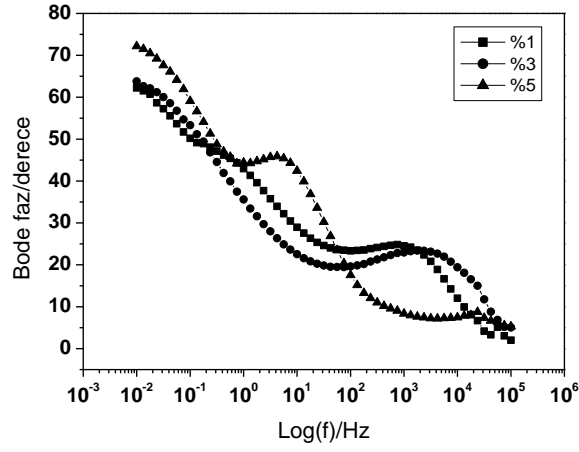
4.7.5. PEDOT/NT, %1, %3, %5 NT, 0.5 M H₂SO₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopisi Sonuçları



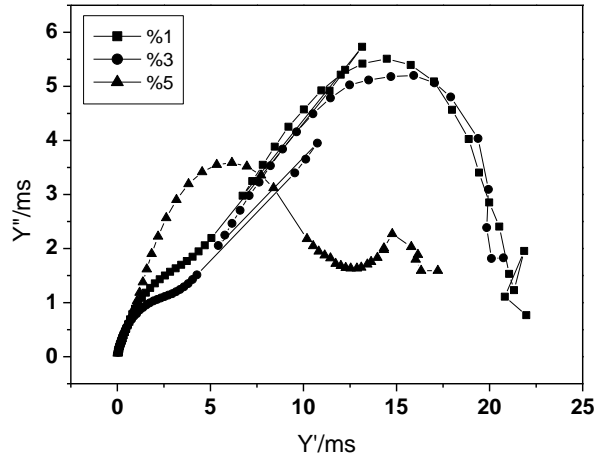
Şekil 4.62. Pedot/ÇDNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM için Nyquist grafiği



Şekil 4.63. Pedot/ÇDNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM Bode - magnitude grafiği



Şekil 4.64. Pedot/ÇDNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, % 1-3-5 NT 100mM Bode –faz grafiği

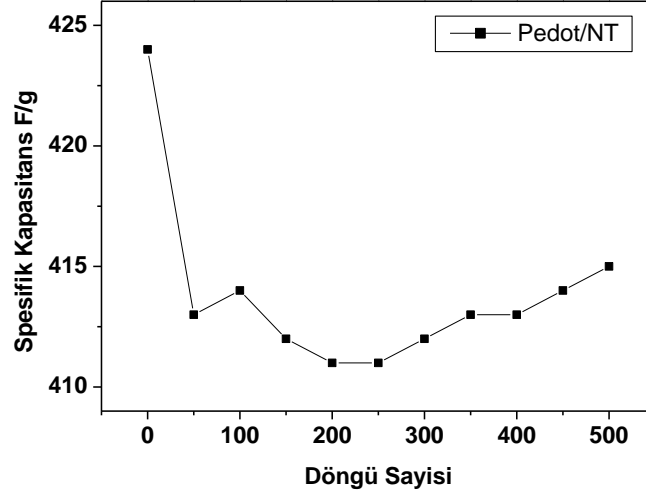


Şekil 4.65. Pedot/ÇDNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM için Admitans grafiği

Tablo 4.32. PEDOT/NT, oranlarında %1-3-5 NT nanometali içeren kompozitlerinin CV de farklı tarama hızlarına karşı kapasitans miktarları.

[PEDOT]/%NT	C _{sp} / Fg ⁻¹	C _{dl} / mFcm ⁻²	θ / Derece
%1	425	4.00	79.28° (69.588 Hz)
%3	404	25.12	80.86° (0.219 Hz)
%5	351	99	89.47° (0.167 Hz)

4.7.5. PEDOT/NT kompozitinin Stabilite Testi

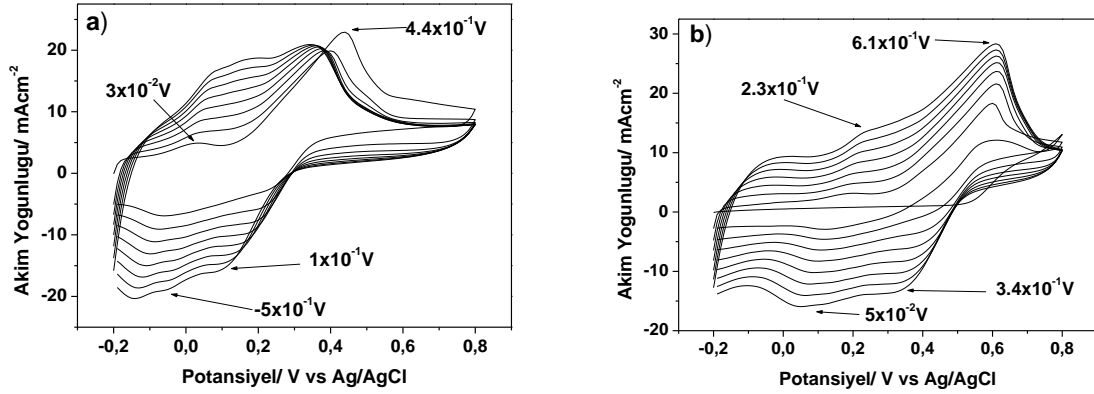


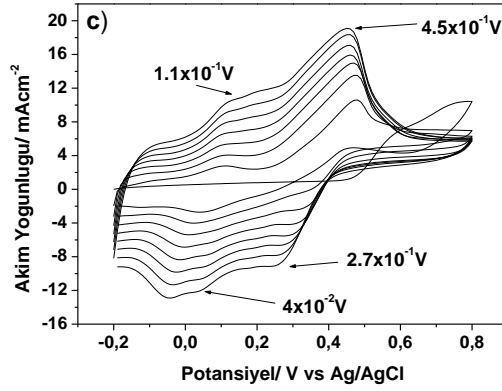
Şekil 4.66. PEDOT/NT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisi için Stabilite Testi.

PEDOT/NT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde 500 döngü alınarak elde edilen spesifik kapasitansları sonucu filmin kapasitans değerinde sabit bir durum olmadığı başlangıçtan itibaren yaklaşık $424 \text{ F} \times \text{g}^{-1}$ seviyelerinden $415 \text{ F} \times \text{g}^{-1}$ seviyelerine bir düşüş olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.59).

4.8. PANI/ÇDNT Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu

4.8.1 PANI/NT Kompozitinin Sentezlenmesi





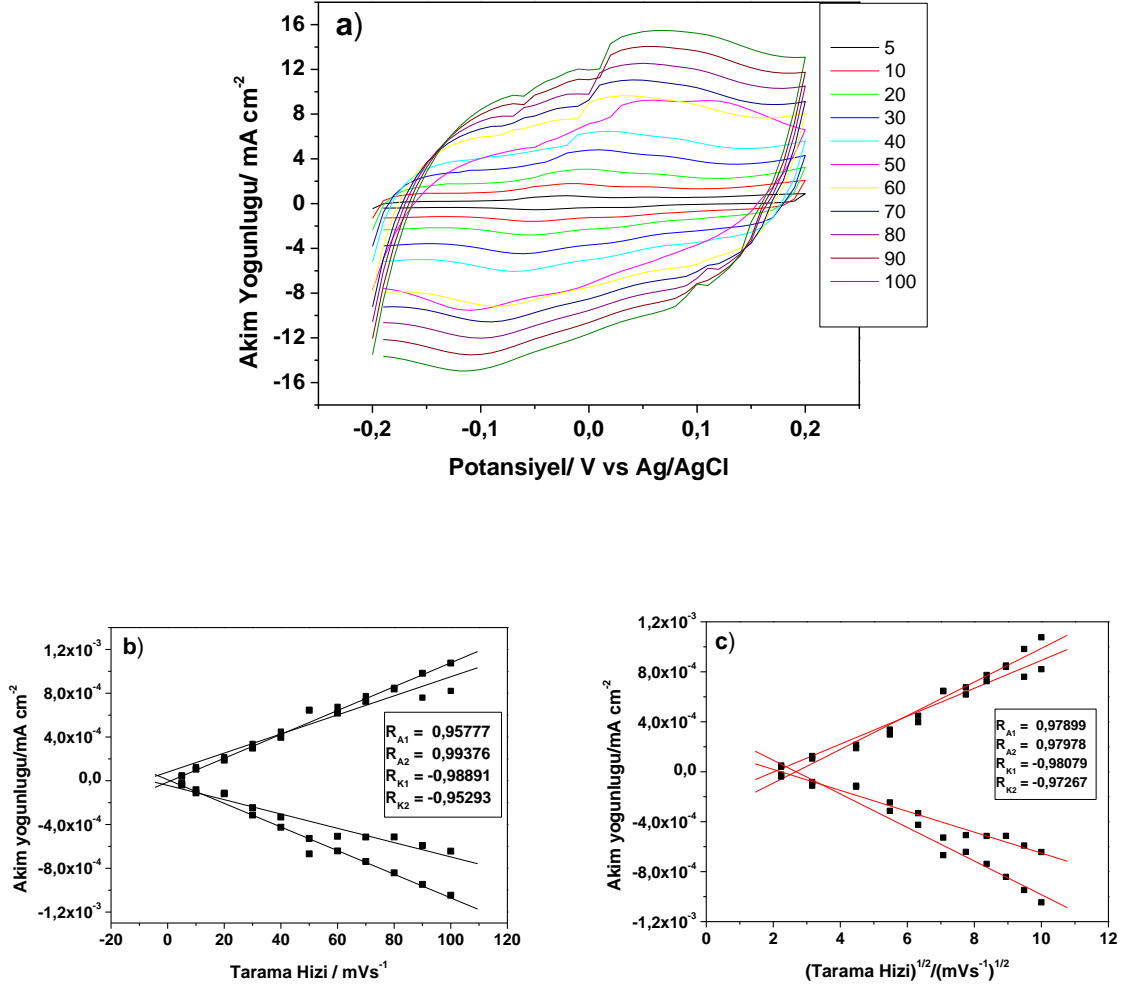
Şekil 4.67. PANİ monomerinin *Glassy elektrot* üzerine 0.2M H₂SO₄/SDS/ÇDNT çözeltisinde a) [PANİ]_o= %1 NT, b) [PANİ]_o=%3 NT, c) [PANİ]_o= %5 NT 100 mM başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -0.2 V – 0.8 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mVs⁻¹

Tablo 4.33. Anilin monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.

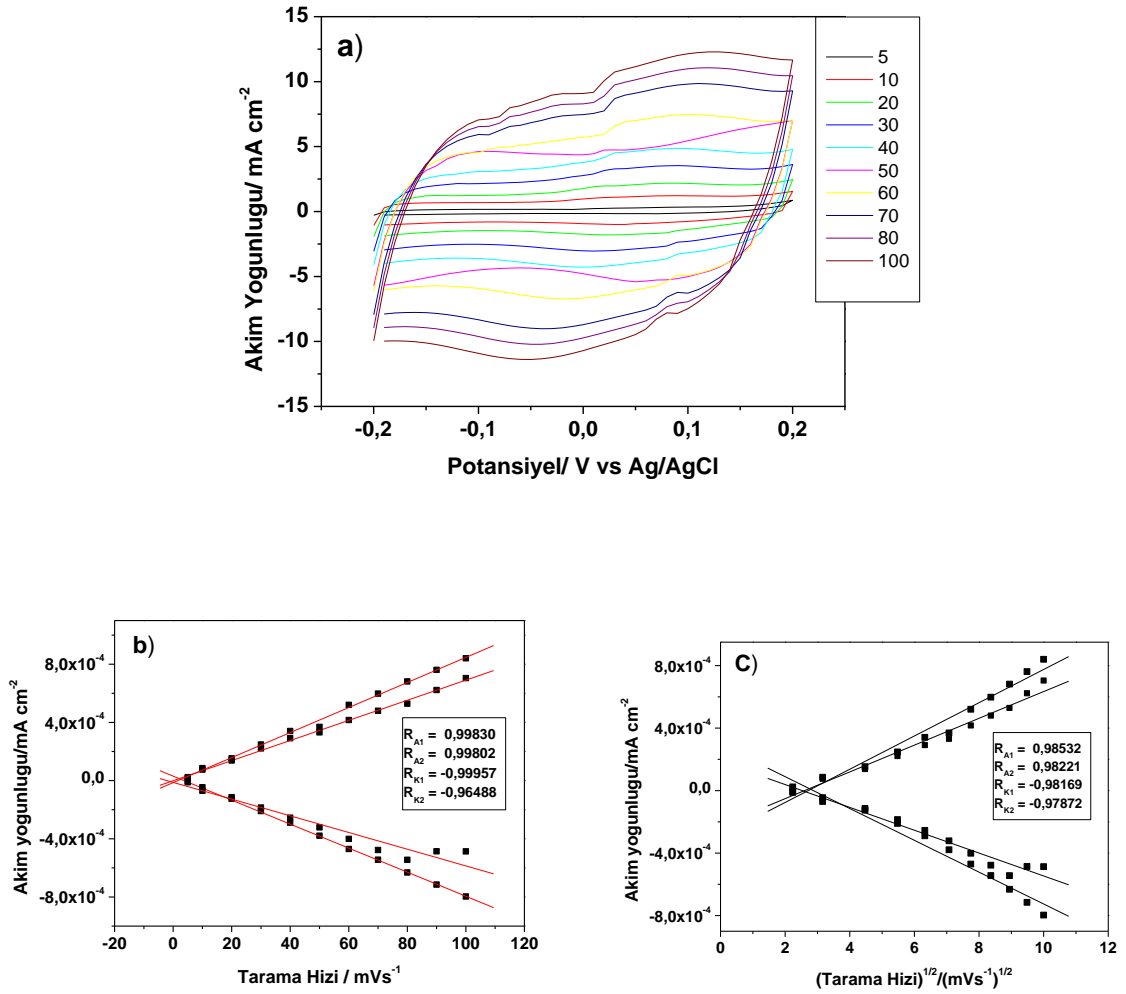
[PANİ]/%NT	E _{An1} /mV	E _{Kat1} /mV	ΔE ₁ /mV	i _{An1} /mA	i _{Kat1} /mA	i _{An1} / i _{Kat1}
%1	1.000×10 ⁻¹	-5.000×10 ⁻²	0.15	1.195×10 ⁻³	-1.321×10 ⁻³	0.90
%3	2.200×10 ⁻¹	4.000×10 ⁻²	0.18	9.131×10 ⁻⁴	-1.113×10 ⁻³	0.82
%5	1.200×10 ⁻¹	2.000×10 ⁻²	0.1	7.267×10 ⁻⁴	-8.570×10 ⁻⁴	0.84

[PANİ]/%NT	E _{An2} /mV	E _{Kat2} /mV	ΔE ₂ /mV	i _{An2} /mA	i _{Kat2} /mA	i _{An2} / i _{Kat2}
%1	3.600×10 ⁻¹	1.100×10 ⁻¹	0.25	1.456×10 ⁻³	-1.068×10 ⁻³	1.36
%3	6.100×10 ⁻¹	3.500×10 ⁻¹	0.26	1.984×10 ⁻³	8.934×10 ⁻⁴	2.20
%5	4.500×10 ⁻¹	2.700×10 ⁻¹	0.18	1.337×10 ⁻³	-6.031×10 ⁻⁴	2.21

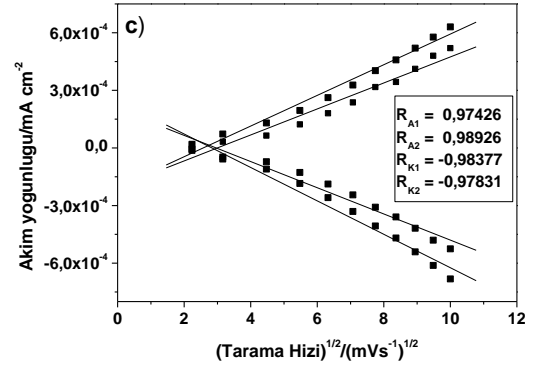
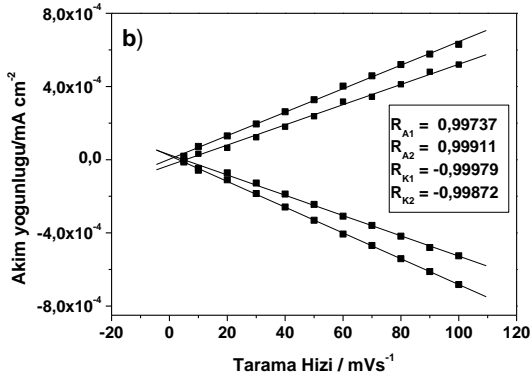
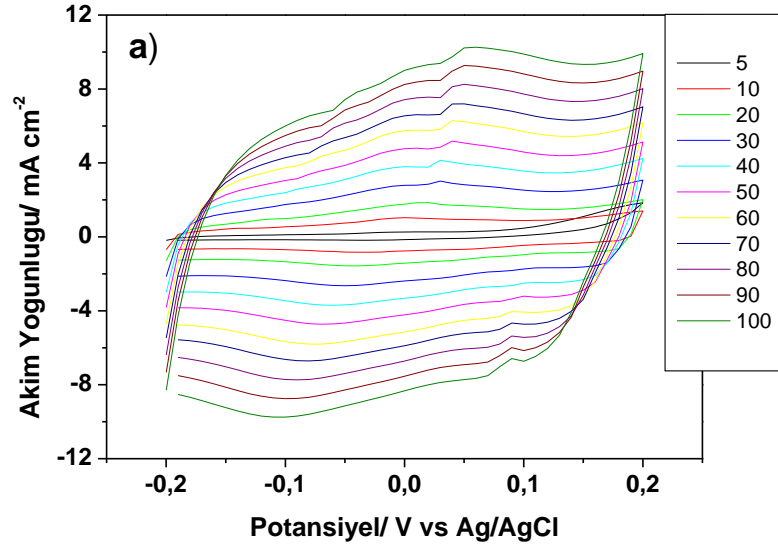
4.8.2. PANİ/NT % 1, %3, %5 NT Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri



Şekil 4.68. Glassy elektrot üzerine a) [Pani]₀= %1NT içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.2M H₂SO₄/SDS/ÇDNTçözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığın da 100 mVs⁻¹, 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği



Şekil 4.69. *Glassy elektrot* üzerine a) $[Pani]_0 = \%3NT$ içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.2M $H_2SO_4/SDS/ÇDNT$ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığının da 100 mVs⁻¹, 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.



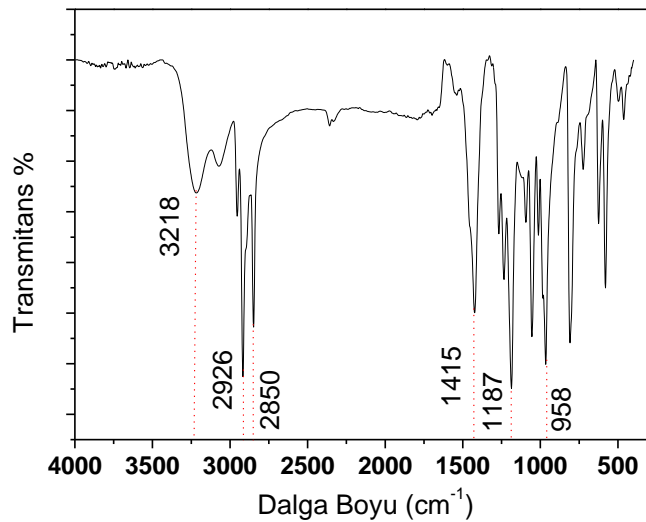
Şekil 4.70. *Glassy elektrot* üzerine a) $[Pani]_0 = \%3NT$ içeren 100 mM, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.2M $H_2SO_4/SDS/ÇDNT$ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen tarama hızlarındaki DV grafiği. Polimerleşme -1.4 - +1.4 potansiyel aralığının da 100 mVs^{-1} , 8 döngü olarak elde edilmiştir. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.

Tablo 4.34. PANİ/NT'ün Tarama Hızı karşı Akım Yoğunluğu ve $(\text{Tarama Hızı})^{1/2}$ karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları.

[PANİ]/%NT	Tarama Hızı/ Akım Yoğunluğu		$(\text{Tarama Hızı})^{1/2}$ / Akım Yoğunluğu		Durum
	R_{An1}	R_{Kat1}	R_{An1}	R_{Kat1}	
1	0.95777	-0.98891	0.97889	-0.98079	İnce film Difüzyon kontrollü
3	0.99830	-0.99957	0.98532	-0.98169	İnce Film
5	0.99737	-0.99979	0.97426	-0.98377	İnce Film

[PANİ]/%NT	Tarama Hızı/ Akım Yoğunluğu		$(\text{Tarama Hızı})^{1/2}$ / Akım Yoğunluğu		Durum
	R_{An2}	R_{Kat2}	R_{An2}	R_{Kat2}	
1	0.99376	-0.95293	0.97978	-0.97267	İnce Film Difüzyon kontrollü
3	0.99802	-0.96488	0.98221	-0.97872	İnce Film Difüzyon kontrollü
5	0.99110	-0.99872	0.98926	-0.97831	İnce Film

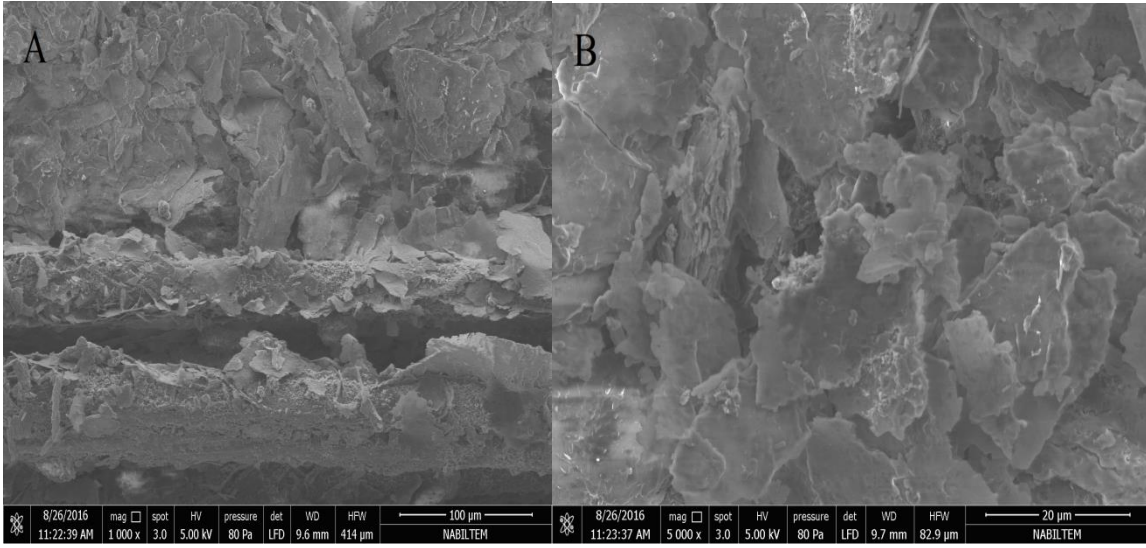
4.8.3. PANİ/ÇDNT kompozitinin FT-IR analizi



Şekil 4.71. PANİ/NT'ün FTIR-ATR spektrumu.

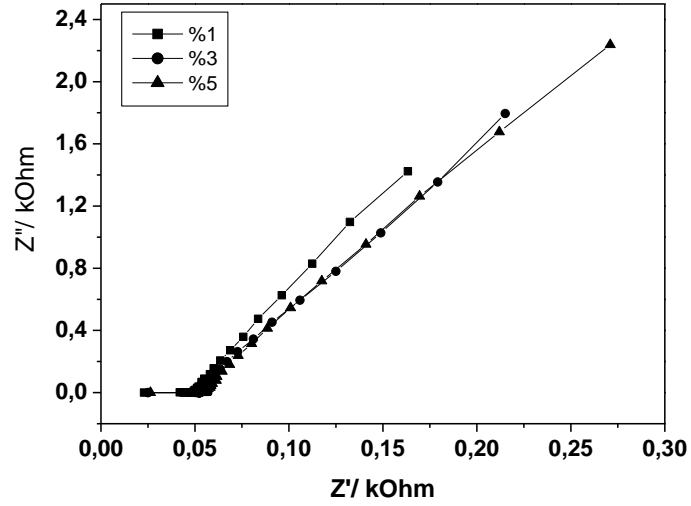
PANI/NT'ün FTIR-ATR analizi 250 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Transmittans'a karşılık yapılmıştır. PANI için ilk olarak gözükten 3218 cm^{-1} de N-H gerilmesi ortaya çıkmış. 2926 ve 2850 cm^{-1} de gözükten pikler halka için C-H gerilmesidir. 1415 cm^{-1} halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. 1187 cm^{-1} pik uç noktasından çatallanmış olup ikincil amin C-N gerilmesini göstermektedir. 958 cm^{-1} mono pikini göstermektedir. PANI/NT kompozitine gelindiğinde piklerde kayma gözlemlenmiştir.

4.8.4. PANİ/NT SEM-EDX Analizi

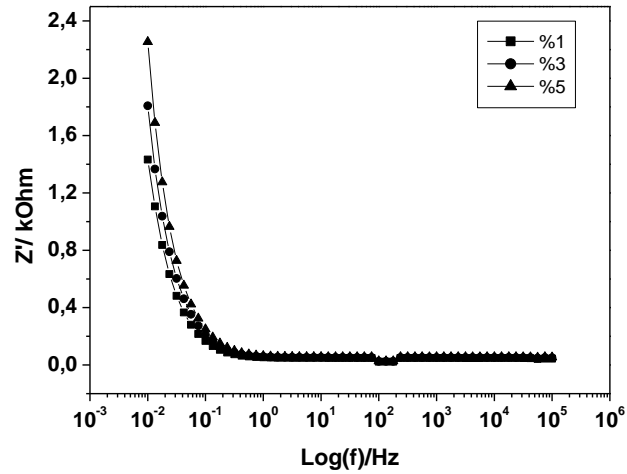


Şekil 4.72. PANİ/NT % 5 NT nanokompozit a) SEM görüntüsü, 100 μm , b) SEM Görüntüsü, 20 μm

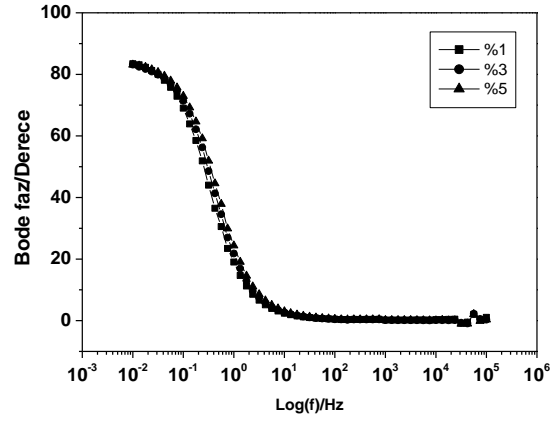
4.8.5. PANI/ÇDNT, %1, %3, %5 NT, 0.5 M H₂SO₄ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları



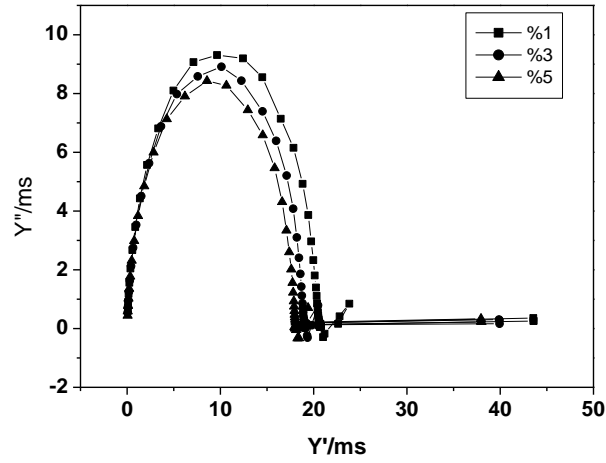
Şekil 4.73. Pani/ÇDNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, % 1-3-5 NT 100mM için Nyquist grafiği



Şekil 4.74. PANI/ÇDNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, % 1-3-5 NT 100mM Bode - magnitude grafiği



Şekil 4.75. PANI/ÇDNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM Bode –faz grafiği

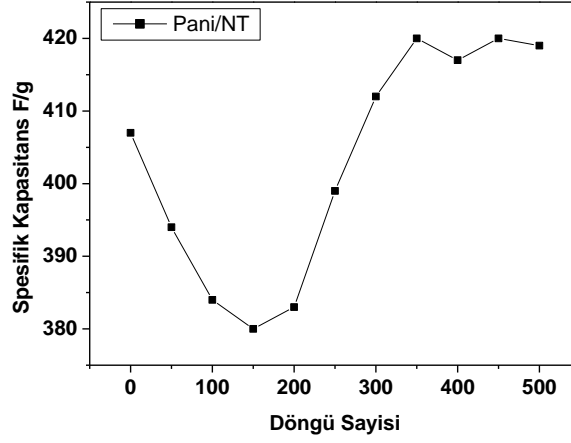


Şekil 4.76. PANI/ÇDNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde, %1-3-5 NT 100mM için Admitans grafiği

Tablo 4.35. PANI/ÇDNT %1-3-5 NT içeren kompozitlerinin kapasitans miktarları.

[Pani]/%NT	C _{sp} / Fg ⁻¹	C _{dl} / mFcm ⁻²	Θ / Derece
%1	481	4.73	79.28° (69.588 Hz)
%3	412	29.12	82.86° (0.219 Hz)
%5	892.212	109	86.47° (0.167 Hz)

4.8.6. PANİ/NT Kompozitinin Stabilité Testi

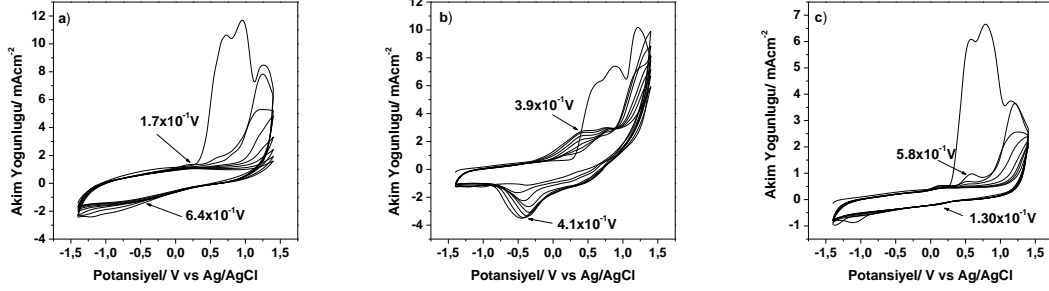


Şekil 4.77. PANİ/NT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisi için Stabilité Testi.

P(ANI-co-EDOT)/CuO, [ANI]₀/[EDOT]₀ = 1/5, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde 500 döngü alınarak elde edilen spesifik kapasitansları sonucu filmin kapasitans değerinde sabit bir durum olmadığı başlangıçtan itibaren yaklaşık 407 F×g⁻¹ seviyelerinden 380 F×g⁻¹ seviyelerine bir düşüş olmuş daha sonra 420 F×g⁻¹ seviyesine yükselmiştir. (Şekil 4.73).

4.9. P(ANİcoEDOT)/ÇDNT Üzerine Elektropolimerleşme ve Karakterizasyonu

4.9.1. P(ANI-co-EDOT)/NT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$ değerinde % 1, %3, %5 NT Kompozit Çalışması

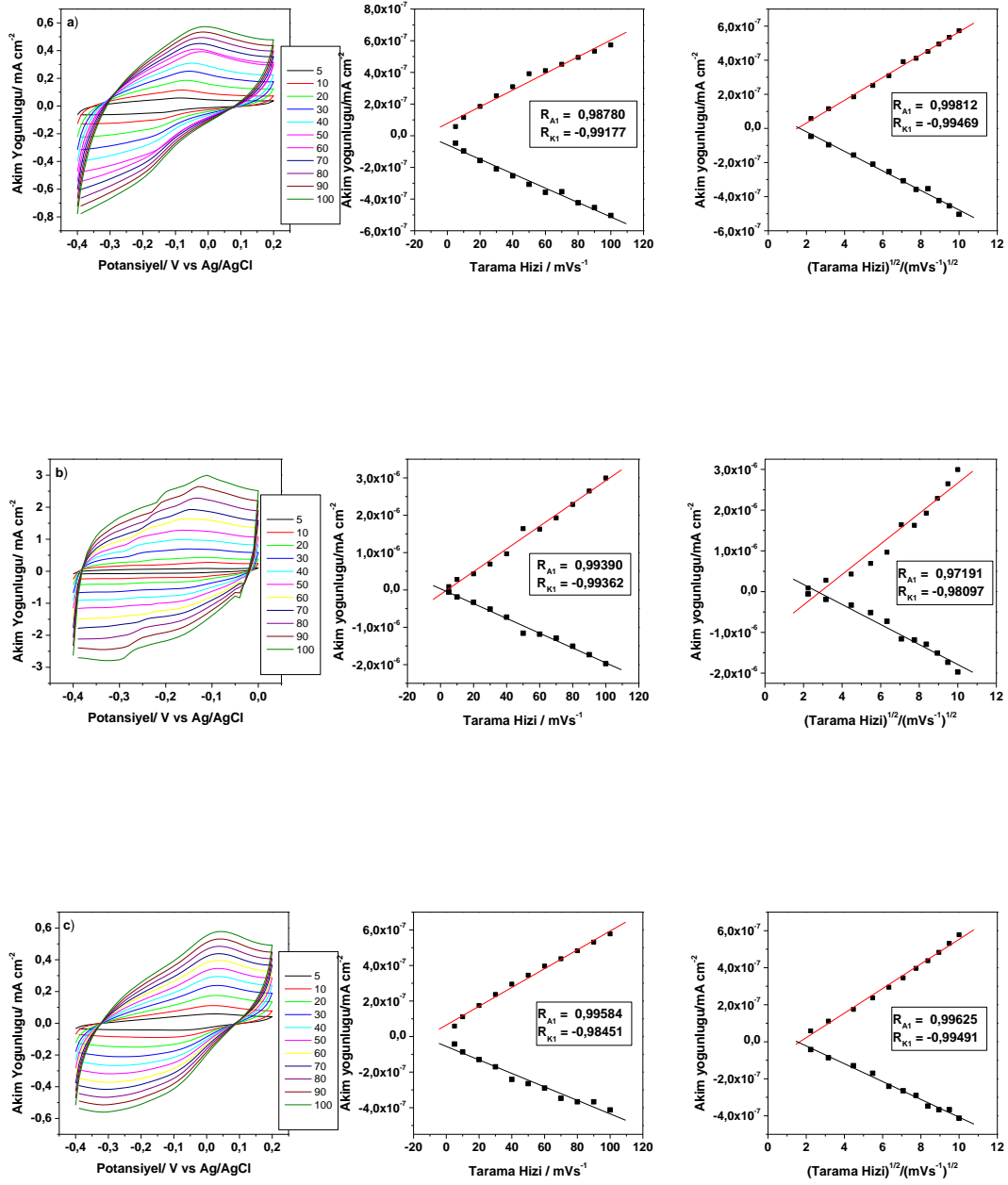


Şekil 4.78. P(ANI-co-EDOT) monomerinin *Glassy elektrot* üzerine 0.1 M LiClO₄ içersine 0.15 M SDS çözeltisinde **a)** [P(ANI-co-EDOT)]₀= %1 NT, **b)** [P(ANI-co-EDOT)]₀=%3 NT, **c)** [P(ANI-co-EDOT)]₀= %5 NT 100 mM başlangıç monomer konsantrasyonunda döngülü voltametri grafiği. Potansiyel aralığı: -1.4 V - 1.4 V, 8 Döngü, tarama hızı: 100 mVs⁻¹.

Tablo 4.36. Anilin monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.

[PANI]/%NT	E _{An1} /mV	E _{Kat1} /mV	ΔE ₁ /mV	i _{An1} /mA	i _{Kat1} /mA	i _{An1} / i _{Kat1}
%1	1.900×10 ⁻¹	6.000×10 ⁻¹	0.31	9.412×10 ⁻⁵	-2.399×10 ⁻⁴	0.39
%3	4.100×10 ⁻¹	3.800×10 ⁻¹	1.07	1.910×10 ⁻⁴	-5.079×10 ⁻⁵	3.76
%5	6.000×10 ⁻¹	1.800×10 ⁻¹	3.33	6.818×10 ⁻⁵	-1.042×10 ⁻⁵	6.54

4.9.2. P(ANI-co-EDOT)/NT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$ değerinde % 1, %3, %5 NT Elektropolimerizasyonu, Tarama Hızı-Akım Yoğunluğu ve Tarama Hızının Karekökü-Akım Yoğunluğu Grafikleri

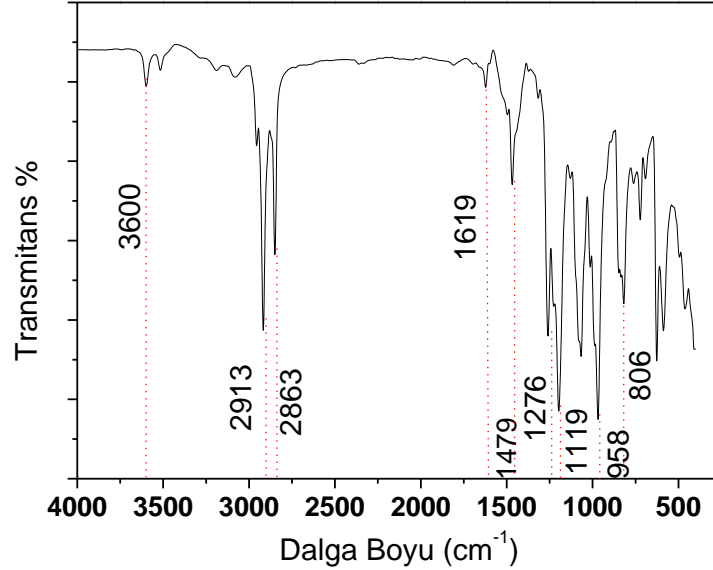


Şekil 4.79. P(ANI-co-EDOT) , a) %1, b) %3, c) %5 NT içeren 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mVs⁻¹ tarama hızlarında ki döngülü voltamogramları. Akım yoğunluğu tarama hızı, Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.

Tablo 4.37. P(ANI-co-EDOT) NT'ün Tarama Hızı karşı AkımYoğunluğu ve (Tarama Hızı)^{1/2} karşı Akım Yoğunluğu grafiklerinde elde edilen regresyon katsayıları, [ANI]₀/[EDOT]₀= 1/5.

P[ANI-co-EDOT]/NT	Tarama Hızı/ AkımYoğunluğu		(Tarama Hızı) ^{1/2} / Akım Yoğunluğu		Durum
	R _{An}	R _{Kat}	R _{An}	R _{Kat}	
%1	0.98780	-0.99177	0.99812	-0.99469	İnce film Difüzyon Kontrol
%3	0.99390	-0.99362	0.97191	-0.98097	İnce film Difüzyon Kontrol
%5	0.99584	-0.98451	0.99625	-0.99491	Difüzyon Kontrol

4.9.3. P(ANI-co-EDOT)/NT FTIR-ATR ANALİZİ

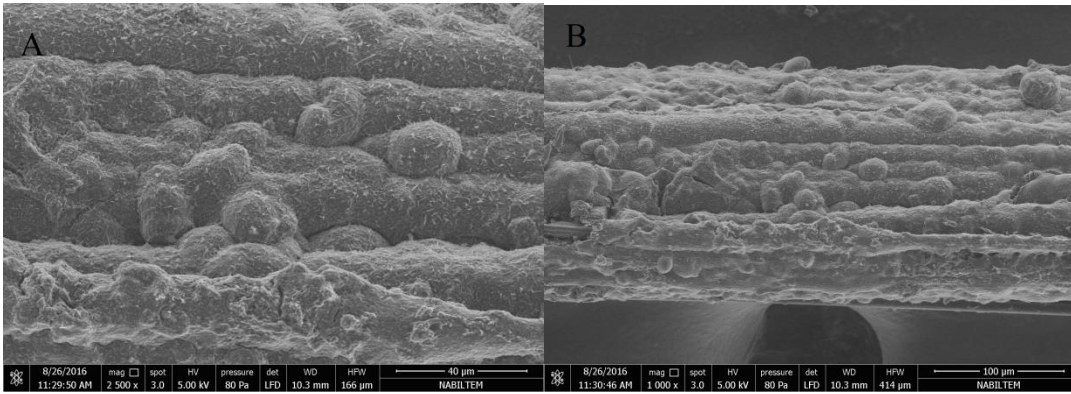


Şekil 4.80. P(ANI-co-EDOT)/NT'ünFTIR-ATR spektrumu.

P(ANI-co-EDOT)/NT'ün FTIR-ATR analizi 250 ile 4000 nm dalga sayısı arasında % Trasmitans'a karşılık yapılmıştır. İlk olarak gözükten 3600 cm⁻¹ de N-H gerilmesi hafif şekilde

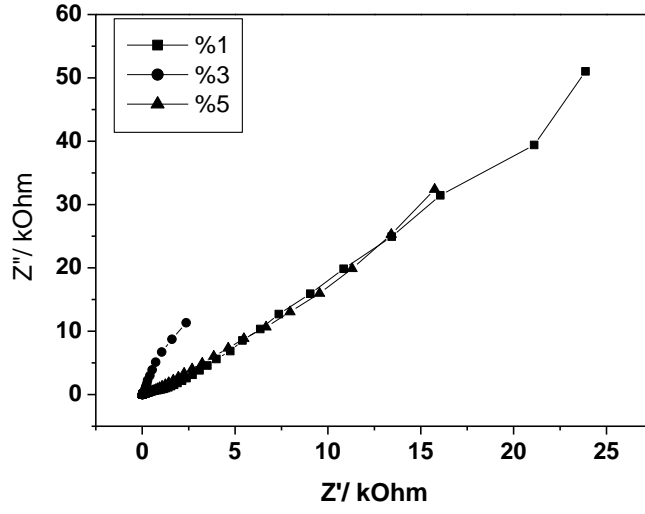
ortaya çıkmış. 2913 cm^{-1} ve 2863cm^{-1} de gözükten pikler halka için C-H gerilmesi olmaktadır. 1619 cm^{-1} de gözükten pik C-N bağına aittir. 1479cm^{-1} halka içi C=C gerilmesini göstermektedir. $1276\text{-}1119\text{ cm}^{-1}$ pikleri etilen dioksit halkasında bulunan C-O-C bağı gerilmesinin bozulmuş halidir. 958cm^{-1} piki tiyofen halkasında ki C-S-C bağına karşılık gelmektedir. 806 cm^{-1} piki uç noktasından çatallanmış olup birincil aminin C-N gerilmesini göstermektedir.

4.9.4. P(ANI-co-EDOT)/NT'in SEM Analizi

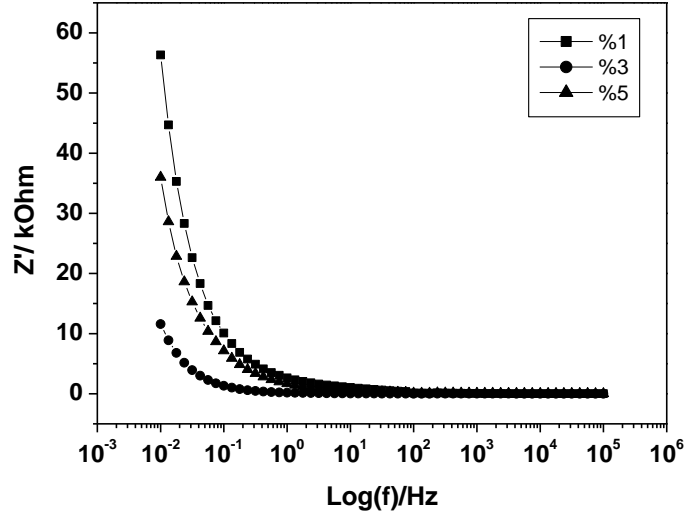


Şekil 4.81. P(ANI-co-EDOT)/NT, $[\text{ANI}]_0/[\text{EDOT}]_0= 1/5$ % 1 NT nanokompozit **a)** SEM görüntüsü, $40\text{ }\mu\text{m}$, **b)** SEM Görüntüsü, $100\text{ }\mu\text{m}$

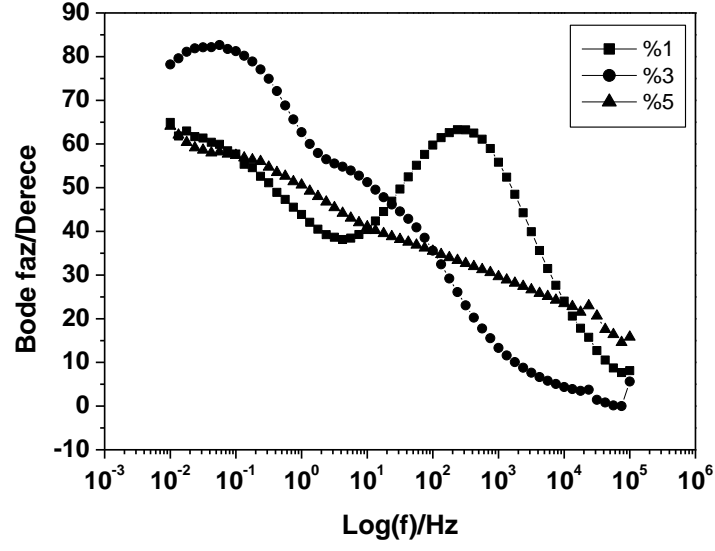
4.9.5. P(ANI-co-EDOT)/NT, $[\text{ANI}]_0/[\text{EDOT}]_0= 1/5$, %1, %3, %5 NT, $0.5\text{ M H}_2\text{SO}_4$ Elektrokimyasal empedans Spektroskopi Sonuçları



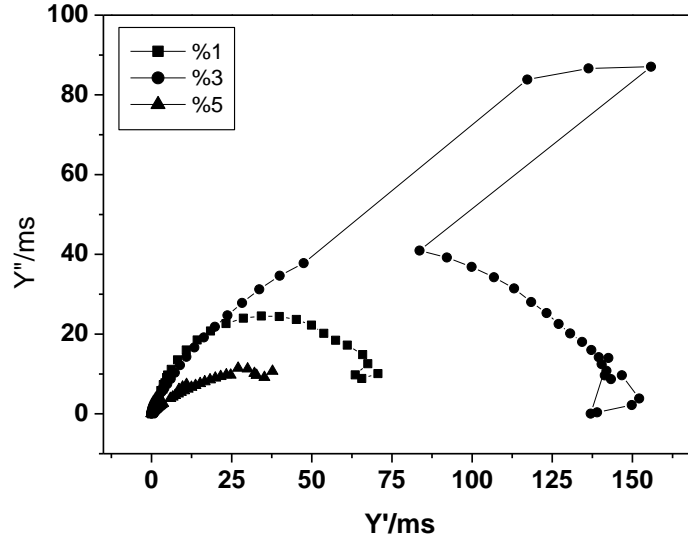
Şekil 4.82. P(ANI-co-EDOT)/ÇDNT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %1-3-5 NT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde Nyquist grafiği



Şekil 4.83. P(ANI-co-EDOT)/ÇDNT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %1-3-5 NT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde Bode – magnitude grafiği.



Şekil 4.84. P(ANI-co-EDOT)/ÇDNT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %1-3-5 NT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde Bode – faz grafiği.

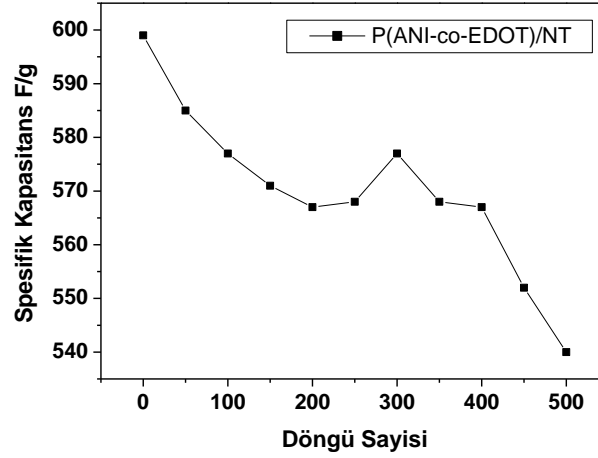


Şekil 4.85. P(ANI-co-EDOT)/ÇDNT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, %1-3-5 NT, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde Admitans grafiği.

Tablo 4.38. P(ANI-co-EDOT)/NT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$ oranlarında %1-3-5 NT içeren kompozitlerinin kapasitans miktarları.

P(ANI-co-EDOT)/ NT	C_{sp} / Fg^{-1}	$C_{dl} / mFcm^{-2}$	$\Theta / Derece$
%1	345	0.35	63.43° (276 Hz)
%3	554	3.84	82.33° (0.057 Hz)
%5	505	0.45	54.77° (0.39 Hz)

4.9.6. P(ANI-co-EDOT)/NT kompozitinin Stabilite Testi



Şekil 4.86. P(ANI-co-EDOT)/NT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisi için Stabilite Testi.

P(ANI-co-EDOT)/NT, $[ANI]_0/[EDOT]_0 = 1/5$, 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde 500 döngü alınarak elde edilen spesifik kapasitansları sonucu filmin kapasitans değerinde sabit bir durum olmadığı başlangıçtan itibaren yaklaşık $599 F \times g^{-1}$ seviyelerinden $540 F \times g^{-1}$ seviyelerine bir düşüş olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.86).

5.SONUÇ

Bu çalışmada Anilin ve Edot monomerlerine farklı derişimlerdeki kapasitansları araştırılmış. En iyi kapasitans gösteren derişim miktarı tespit edilmiştir. Bu monomerlerin içine CuO nanometali ve ÇDNT eklenerek farklı oranlarda kapasitans değerlerinin artırmaya çalışılmıştır. P(ANİ-co-EDOT) kopolimerlerinin farklı derişimler de kapasitans değeri araştırılmıştır. En iyi kapasitans gösteren derişim miktarına CuO ve ÇDNT farklı miktarlarda eklenerek kompoziti hazırlanmıştır. Kompozitlerin kapasitans değerlerinin artırılmaya çalışılmıştır. Superkapasitörlerin karakterizasyonu CV,FTIR-ATR, SEM-EDX ve EES teknikleriyle gerçekleştirildi. Sonuç olarak hazırlanan bu kompozitlerin kapasitans değerleri ve ne kadar artırıldığı **Tablo 4.39**'de gösterilmiştir.

Tablo 4.39. EDOT, ANİLİN monopolimerlerinin, kompozitlerinin ve kopolimerinin kompozitinin spesifik kapasitansları

MALZEMELER	Spesifik Kapasitans / Fg^{-1}			
	100mM	1%	3%	5%
PEDOT	126			
PEDOT/CuO		198.892	317	483
PEDOT/NT		425	404	351
PANI	269			
PANI/CuO		286.317	658	754
PANI/NT		481	421	892
P(ANİ-co-EDOT), 1/5	21.356			
P(ANİ-co-EDOT), 1/10	308.075			
P(ANİ-co-EDOT)/CuO, 1/5		45.39	129.80	453.40
P(ANİ-co-EDOT)/CuO, 1/10		216.82	215.56	158.79
P(ANİ-co-EDOT)/NT, 1/5		345	554	505

Yaptığımız bu çalışmada homopolimer ve kopolimerlerinin kapasitans değerleri artırılmıştır. CuO nanometali fiyat/kapasitans oranı olarak bize uygun nanometal olarak gözükmemektedir. Kopolimerin kompozitinin de yüksek kapasitans değeri çıkarması da literatürde açısından önemli bir bulgudur. Bundan sonraki çalışmalarda hibrit süperkapasitör sentezi yapılabilir. Hibrit polimerlerin karakterizasyonu ve kapasitans değerleri incelenebilir. Bu yaptığımız kompozitlerin uygulamaları bir süperkapasitör cihazı yapılarak da uygulamaları kapasitans değeri, şarj verimliliği incelenebilir.

6.KAYNAKLAR

- Aboutalebi SH, Aminorroaya-Yamini S, Nevirkovets I, Konstantinov K, Liu HK. (2012) Enhanced Hydrogen Storage in Graphene Oxide-MWCNTs Composite at Room Temperature, *Adv. Energy Mater.*,12: 1439-1446.
- Ajayan PM, Schadler LS, Braun PV. (2003). *Nanocomposite Science and Technology* (Wiley-VCH,2003) pp.77-80.
- ArbizzaniC, Mastragostino M, Meneghello L. (1996). Polymer-based redox supercapacitors: A comparative study,*Electrochim. Acta*, 41(1): 21-26.
- Aradilla D, Estrany F, Aleman C. (2011). Symmetric supercapacitors based on multilayers of conducting polymers, *J. Phys. Chem. C.*, 115(16): 8430-8438.
- Bard AJ., Faulkner LR., (2001), *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*, Second Edition, John Wiley and Sons Publishers.
- Barsoukov E., Macdonald JR., (2005), *Impedance Spectroscopy Theory, Experiment, and Applications*, Second Edition. Jon Wiley & Sons Inc. 666, New Jersey.
- Chen WC, Wen TC, Hsisheng T. (2003) Polyaniline-deposited porous carbon electrode for supercapacitor,*Electrochim. Acta*, 48:641.
- Chen, J, Jia C, Wan Z. (2014). Novel hybrid nanocomposite based on poly(3,4-ethylenedioxythiophene)/multiwalled carbonnanotubes/graphene as electrode material for supercapacitor, *Synthetic Metals*, 189: 69-76.
- Chidembo A, Aboutalebi SH, Konstantinov K, Salari M, Winton B, Yamini SA, Nevirkovets IP, Liu HK. (2012). *Energy Environ. Sci.* 5: 5236.
- David K. Gosser, Jr.,(1993). *Cyclic Voltammetry: Simulation and Analysis of Reaction Mechanisms*, VCH Publishers.
- Denuault G., M. Sosna, K.-J. Williams, 2007. Classical experiments, in: C.G. Zoski (Ed.), *Handbook of Electrochemistry*, 1 ed., pp. 443–444, Elsevier, Amsterdam.
- Fratoddi I, Venditti I, Cametti C, Russo MV, Chemiresistive polyaniline-based gas sensors: A mini review, *Sensors and Actuators B* 2015, 220:534-548.
- Ghost S, Inganas O. (2000). Networks of electron-conducting polymer in matrices of ion-conducting polymers - Applications to fast electrodes, *Electrochem. Solid State Lett.*, 3(5): 213-215.
- Gökçe G., (2004), Trifenilformazan ve Bazı Türevlerinin Elektrokimyasal Davranışlarına Kompleks Oluşumunun Etkisinin İncelenmesi, Ankara Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Anabilim Dalı, 90, Ankara.
- Graeme AS, Pon K, Adam SB. (2011). Conducting-polymer-based supercapacitor devices and electrodes, *J. Power Sources*, 196(1): 1–12.
- Kaeriyama K, Sato MA, Hamada K.(1989). Electrochemical preparation of poly(3-methylpyrrole), *Makromol. Chem.Rapid Commun.*,10(4): 171-75.

- Kim BC, Ko JM, Wallace GG. (2008). A novel capacitor material based on nafion-doped polypyrrole, *J. Power Sources*, 177(2): 665-668.
- Kudo T, Ikeda Y, Watanabe T, Hibino M, Miyayama M, Abe H, et al.(2002), Amorphous V_2O_5 /carbon composites as electrochemical supercapacitor electrodes, *Solid State Ionics*, 152e3. 833-841.
- Liu HK. (2013). An overview—Functional nanomaterials for lithium rechargeable batteries, supercapacitors, hydrogen storage, and fuel cells, *Materials Research Bulletin* 48: 4968–4973.
- Liu C, Ma LP, Cheng HM. (2010). Advanced materials for energy storage, *Adv. Mater.*, 22(8): E28–E62.
- Mastragostino M, Soavi F, Arbizzani C. (2002). Advances in Li-ion batteries, ed: van Schalkwijk W.A., Scrosati B. Vol:5, Kluwer, Boston, (2002). Pp: 69.
- Mastragostino M, Arbizzani C, Soavi F. (2002). Conducting polymers as electrode materials in supercapacitors, *Solid State Ionics*, 148(3-4): 493-498.
- Miller JR., Simon P. (2008). Materials Science - Electrochemical Capacitors For Energy Management, *Science*, 321, 5889, 651-2.
- Ng SH, Wang J, Wexler D, Konstantinov K, Guo ZP, Liu HK. (2006) Highly reversible lithium storage in spheroidal carbon-coated silicon nanocomposites as anodes for lithium-ion batteries, *Angew. Chem. Int. Ed.* 45: 6896.
- Nigrey PJ, Macinnes D, Nairns DP, Macdiarmid AG, Heeger AJ.(1981). Lightweight rechargeable storage batteries using polyacetylene, (Ch)X as the cathode-active material, *J. Electrochem. Soc.*, 128(8): 1651-1654.
- Oyama N, Tatsuma T, Sato T, Sotomura T. (1995). Dimercaptan-polyaniline composite electrodes for lithium batteries with high-enerji density, *Nature*, 373: 598-600.
- Pandolfo AG, Hollenkamp AF. (2006). Carbon properties and their role in supercapacitors, *J. Power Sources* 157: 11–27.
- Ryu KS, Kim KM, Park NG, Park YJ, Chang SH. (2002). Synthesis and electrochemical properties of V_2O_5 intercalated with binary polymers, *J. Power Sources* 103: 305.
- Ryu KS, Lee YG, Kim KM, Park YJ, Hong YS, XWu L, Kang MG, Park NG, Song RY, Ko JM. (2005). Electrochemical capacitor with chemically polymerized conducting polymer based on activated carbon as hybrid electrodes, *Synth. Met.*, 153(1-3): 89-92.
- Ryu KS, Kim KM, Park NG, Park YJ, Chang SH. (2002). Symmetric redox supercapacitor with conducting polyaniline electrodes, *J. Power Sources*, 103(2): 305-309.

- Sacak M (2008). Polimer Kimyası, Ankara üniversitesi, Fen Fakültesi, Gazi Kitabevi, 4. Baskı, 1-2s, Ankara, TR.
- Shirakawa H, Louis EJ, MacDiarmid AG, Chiang CK, Heeger AJ. Synthesis of electrically conducting organic polymers: halogen derivatives of polyacetylene, (CH). *J Chem Soc Chem Commun* 1977;16:578–80.
- Sen P, De A. (2010). Electrochemical performances of poly(3,4-Ethylenedioxythiophene)–NiFe(2)O(4) nanocomposite as electrode for supercapacitor, *Electrochimica Acta*, 55(16): 4677–4684.
- Snook GA, Chen GZ, Fray DJ, Hughes M, Shaffer M. (2004). Studies of deposition of and charge storage in polypyrrole–chloride and polypyrrole–carbon nanotube composites with an electrochemical quartz crystal microbalance, *J. Electroanal. Chem.*, 568: 135-42.
- Stenger-Smith JD, Webber CK, Anderson N, Chafin AP, Zong KK, Reynolds JR. (2002). Poly(3,4-Alkylenedioxythiophene)-based supercapacitors using ionic liquids as supporting electrolytes, *J. Electrochem. Soc.*, 149(8): A973-A977.
- Talbi H, Just PE, Dao LH. (2003). Electropolymerization of aniline on carbonized polyacrylonitrile aerogel electrodes: Applications for supercapacitors, *J. Appl. Electrochem.*, 33(6): 465-73.
- Tang W, Hou YY, Wang XJ, Bai Y, Zhu YS, Sun H, Yue YB, Wu YP, Zhu K, Holze R. (2012). A hybrid of MnO₂ nanowires and MWCNTs as cathode of excellent rate capability for supercapacitors, *J. Power Sources* 197: 330–333.
- Xian Q, Zhou X. (2003). The study of multiwalled carbon nanotube deposited with conducting polymer for supercapacitor, *Electrochim. Acta*, 48: 575-580.
- Youssoufi HK, Garreau R, Garnier F, Lemaire M, Roncali J. (1991). Effects of electrosynthesis and cycling conditions on the cation-doping of poly[3-(4-fluorobenzyloxyethyl)-thiophene], *Synth. Met.*, 41(1-2): 2916-2916.
- Wu H, Wexler D, Liu HK, Savadogo O, Ahn J, Wang G. (2010). Pt_{1-x}Cox nanoparticles as cathode catalyst for proton Exchange membrane fuel cells with enhanced catalytic activity *Mater. Chem. Phys.*, 124: 841–844.
- Wu MS, Huang YA, Yang CH, Jow JJ. (2007). Electrodeposition of nanoporous nickel oxide film for electrochemical capacitors, *Int J. Hydrogen Energy*, 32(17):4153-4159.
- Zheng JP, Huang J, Jow TR. (1997). The limitations of energy density for electrochemical capacitors, *J. Electrochem. Soc.* 144:2026-2031

ÖZGEÇMİŞ

1984 yılında Kahraman Maraş'da doğdu. 2002 yılında Tekirdağ Anadolu Öğretmen Lisesinden mezun oldu. 2012 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümünden mezun oldu. Çanakkale'de düzenlenen "27. Ulusal Kimya Kongresine" katıldı. 2013 yılında toplam 2 yıl süren araştırma ve yüksek lisans projesini başarıyla tamamladı.