

**Pirol, EDOT Kopolimerlerinin
Elektrosentezi ve Karakterizasyonları
İle
Süperkapasitör Uygulamaları**

**İlker EKMEN
Yüksek Lisans Tezi
Kimya Anabilim Dalı
Danışman: Doç. Dr. Murat ATEŞ
2015**

T.C.

NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**PİROL, EDOT KOPOLİMERLERİNİN ELEKTROSENTEZİ VE
KARAKTERİZASYONLARI İLE SÜPERKAPASİTÖR
UYGULAMALARI**

İLKER EKMEN

KİMYA ANABİLİM DALI

DANIŞMAN: DOÇ. DR. MURAT ATEŞ

TEKİRDAĞ-2015

Her hakkı saklıdır

Bu alıřma NKUBAP tarafından NKUBAP.00.10.AR.14.11 nolu proje İle desteklenmiřtir.

Doç. Dr. Murat ATEŞ danışmanlığında, İlker EKMEK tarafından hazırlanan “Piról, EDOT, Kopolimerlerinin Elektrosentezi ve Karakterizasyonları ile Süperkapasitör Uygulamaları.” isimli bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından Kimya Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak oybirliği ile kabul edilmiştir.

Juri Başkanı : Yrd. Doç. Dr. Ünal GEÇGEL

İmza :

Üye : Yrd. Doç. Dr. Yelda YALÇIN GÜRKAN

İmza :

Üye : Doç. Dr. Murat ATEŞ

İmza :

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu adına

Prof. Dr. Fatih KONUKCU

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

PİROL, EDOT KOPOLİMERLERİNİN ELEKTROSENTEZİ VE
KARAKTERİZASYONLARI İLE SÜPERKAPASİTÖR UYGULAMALARI

İLKER EKMEN

Namık Kemal Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Murat ATEŞ

Polipirol (PPy), Poli(3,4-Etilendioksitiyofen) (PEDOT) ve bu monomerlerin karbon nanotüp (KNT) ile oluşturulmuş nanokompozitleri camsı karbon (CK) elektrot yüzeyine döngülü voltametri (DV) tekniği ile kaplanmıştır. Elde edilen modifiye polimer film ve nanokompozit filmlerin karakterizasyonları DV, Fourier transform infrared spektroskopisi (FTIR-ATR), taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı X-ışınları analizi (EDX) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EES) ile gerçekleştirilmiştir. CK elektrot yüzeyine kaplı PPy, PEDOT, PPy/PEDOT, PPy/KNT, PEDOT/KNT ve P(PPy-co-PEDOT)/KNT nanokompozit filmlerin süperkapasitör davranışları 0.1 M NaClO₄/CH₃CN ve 0.1 M 100 mL sodium dodesil sülfat (SDS) çözeltileri ile çalışılmıştır. Ayrıca elde edilen sonuçlar $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ devreleri ile simule edilerek incelenmiştir. En yüksek spesifik kapasitans sırasıyla PEDOT/KNT ve PPy/KNT kompozit filmlerinde $C_{sp} = 306$ ve $424.8 \text{ F} \times \text{cm}^{-2}$ elde edilmiştir. En yüksek çift katmanlı kapasitans ise P(EDOT-co-Py)/KNT kompozit filminde, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ ve $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ için sırasıyla $C_{dl} = 0.5$ ve $0.415 \text{ F} \times \text{cm}^{-2}$ elde edildi.

Anahtar kelimeler: Süperkapasitör, Nanokompozit, İletken Polimer, Camsı karbon elektrot, Elektrokimyasal empedans spektroskopisi, Eşdeğer devre modeli

2015, 124 sayfa

ABSTRACT

MSc. Thesis

ELECTROSYNTHESIS AND CHARACTERIZATIONS OF A COPOLYMER BASED ON PYRROLE AND 3,4-ETHYLENEDIOXYTHIOPHENE AND ITS SUPERCAPACITOR APPLICATIONS

İLKER EKMEN

Namık Kemal University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemistry

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Murat ATES

Polypyrrole (PPy), poly(3,4-Ethylenedioxythiophene) (PEDOT) and their nanocomposites with carbon nanotubes (CNTs) were electrosynthesized on glassy carbon electrode (GCE) by cyclic voltammetric method. Their characterizations were obtained by cyclic voltammetry (CV), Fourier transform infrared-Attenuated transmittance reflectance (FTIR-ATR), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersion X-ray analysis (EDX), and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). Supercapacitor behaviors of PPy, PEDOT, P(EDOT-co-Py), PPy/CNT, PEDOT/CNT, and P(EDOT-co-Py)/CNT nanocomposite films were comparatively examined in 0.1 M NaClO₄/CH₃CN and in 0.1 M 100 mL sodium dodecyl sulfate (SDS) solutions. In addition, The EIS results were simulated with the equivalent circuit model of $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$. The highest specific capacitance for PEDOT/CNT and PPy/CNT composite films were obtained as $C_{sp}= 306$ and $424.8 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$, respectively. The highest double layer capacitance for P(EDOT-co-Py)/CNT composite films, $[\text{EDOT}]_0/[\text{Py}]_0= 1/5$ and $[\text{EDOT}]_0/[\text{Py}]_0= 1/10$ were obtained as $C_{dl}= 0.5$ and $0.415 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$, respectively.

Keywords: Supercapacitor, Nanocomposite, Conducting polymers, Glassy carbon electrode, Electrochemical impedance spectroscopy, Equivalent circuit model.

2015, 124 pages

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca yardım ve katkılarıyla beni yönlendiren, karşılaştığım problemlerin çözümünde desteğini ve güler yüzünü esirgemeyen hocam Doç. Dr. Murat ATEŞ'e saygı ve teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca benden yardımlarını esirgemeyen hocam Arş. Gör. Tolga KARAZEHİR'e teşekkür ederim. Hayatımın her döneminde yanımda olduğunu bana hissettiren ayrıca çalışmalarım boyunca yardımını benden esirgemeyen nişanım Burcu YILDIZ'a teşekkür ederim. Tez çalışmalarımı yaptığım meşakkatli süreç içerisinde karşılaştığım tüm zorluklarda yanımda olan Kardeşim Mehmet EKMEN'e teşekkür ederim. Ayrıca hayatım boyunca beni destekleyen ve bugünlere getiren Babam Şinasi EKMEN'E ve Annem Birgül EKMEN'E sonsuz minnet duygularımı sunarım.

Ayrıca bu tezin bir kısmı da dahil olmak üzere Namık Kemal Kemal Üniversitesi, Bilimsel Araştırmalar Birimi tarafından NKUBAP.00.10.AR.14.11 nolu "Polianilin, Polipirol, PEDOT/Nano-CuO Metal Oksit kompozitlerinin Karakterizasyonları ve Süperkapasitör Davranışları" başlıklı araştırma projesi ile desteklenmiştir. NKU BAP Birimine desteğinden dolayı teşekkürlerimi sunarım.

KISALTMALAR

PET	:P(Etilen Tereftalat)
BPO	:Benzoil peroksit
AIBN	: Azobisizobütironitril
İP	: İletken Polimer
EP	:Elektrokimyasal polimerizasyon
PEDOT	: P(3,4-Etilendioksitiyofen)
PPy	: Polipirol
Ag	: Gümüş
C _{dl}	: Çift Katmanlı Kapasitans
C _{sp}	: Spesifik Kapasitans
EES	: Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
FT-IR	: Fourier Transform İnfrared Spektroskopisi
KFME	: Karbon Fiber Mikroelektrot
DV	: Döngülü Voltametri
KNT	: Karbon Nanotüp
UV-VİS	: Ultraviyole Görünür Bölge Spektroskopisi
ACN	: Asetonitril
CKE	: Camsı karbon elektrot

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
KISALTMALAR	iv
İÇİNDEKİLER	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	i
1. GİRİŞ	1
1.1. Polimerler Hakkında Genel Bilgiler	1
2. KURAMSAL TEMELLER	2
2.1. İletken Polimerlerin Yapısı.....	2
2.2. İletken Polimerler	2
2.2.1. Poli(3,4-Etilendioksitiyofen)	4
2.2.2. Polipirol	5
2.2.2.1. Polipirolün Oluşum Mekanizması	5
2.3. İletken Polimerlerde İletkenlik	6
2.3.1. İletken Polimerlerde İyonik İletkenlik.....	6
2.3.2. İletken Polimerlerde Elektronik İletkenlik	7
2.4. İletkenlik Teorisi ve Katkılama	8
2.5. İletken Polimerlerin Sentez Yöntemleri	10
2.5.1. Elektrokimyasal Yöntem	11
2.6. Kompozit Malzemeler	11
2.6.1. Kompozit teknolojisinin gelişimi	12
2.6.2. Kompozit malzemelerin avantajları ve dezavantajları	12
2.6.3. Kompozit türleri ve sınıflandırılması	12
2.6.3.1. Polimerik kompozitler	13
2.7. İletken Polimerlerin Kopolimerizasyonu	13
2.8. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi	13
2.9. Karbon Fiber Mikro Elektrot.....	14
2.10. Döngülü Voltametri.....	14
2.11. Süperkapasitörler	15
3. MATERYAL VE YÖNTEM	15

3.1. Malzemeler ve Metotlar.....	15
4.ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA	17
4.1. EDOT'IN ELEKTROKİMYASAL SENTEZİ.....	17
4.1.1.EDOT'ın 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi.....	17
4.1.2.PEDOT'ın FTIR-ATR Analizi.....	24
4.1.3.PEDOT/KFME SEM GÖRÜNTÜLERİ	25
4.1.4.PEDOT'IN EES Analizleri	27
4.1.5.PEDOT'ın Eşdeğer Devre Uygulaması	32
4.2. PİROL'UN ELEKTROKİMYASAL SENTEZİ	38
4.2.1.Pirol'un 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi.....	38
4.2.1.PPy'nin FTIR-ATR Analizi	45
4.2.3.PPy / KFME SEM GÖRÜNTÜLERİ.....	46
4.2.4.PPy'nin EES Analizi.....	48
4.2.5.PPy'nin Eşdeğer Devre Uygulaması.....	52
4.3.P (EDOT-co-Py) ELEKTROKİMYASAL SENTEZİ	57
4.3.1.P(EDOT-co-Py) 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi	57
4.3.2.P(EDOT-co-Py) FTIR-ATR Analizi	64
4.3.3 P(EDOT-co-Py) SEM GÖRÜNTÜLERİ	65
4.3.4.P(EDOT-co-Py) EES ANALİZLERİ	67
4.3.5.P(EDOT-co-Py)'ün Eşdeğer Devre Uygulaması	70
4.4.PEDOT/KNT ELEKTRO KAPLAMASI	75
4.4.1.PEDOT / KNT, SDS Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi.....	75
4.4.2 PEDOT/KNT EES ANALİZLERİ	80
4.5.PPy/KNT'NİN ELEKTRO KAPLAMASI.....	83
4.5.1.PPy / KNT 50 mM 100mL SDS Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi.....	83
4.5.2.PPy / KNT EES Analizleri	87
4.6.P (EDOT-co-Py)/KNT ELEKTRO KAPLAMASI.....	90
4.6.1.P(EDOT-co-Py), SDS Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi.....	90
4.6.2 P(EDOT-co-Py) / KNT kompozitinin FTIR -ATR Analizleri	94
4.6.3 P(PEDOT-co-Py) / KNT SEM Görüntüleri	95
4.6.4 P(EDOT-co-Py) / KNT'nin EES Analizleri	98
4.6.5.P(EDOT-co-Py) / KNT Eşdeğer Devre Uygulaması.....	101
4.7.P(EDOT-co-Py) / KNT ELEKTRO KAPLAMASI	103

4.7.1.P(EDOT-co-Py), SDS Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi.....	103
4.7.2.P(EDOT-co-Py) / KNT kompozitinin FTIR -ATR Analizleri	108
4.7.3.P(EDOT-co-Py) / KNT SEM Görüntüleri.....	110
4.7.4.P(EDOT-co-Py) / KNT EES Analizleri.....	113
4.7.5.P(EDOT –co- Py)/KNT Kompozitinin Eşdeğer Devre Uygulamaları	115
5.SONUÇLAR.....	118
KAYNAKLAR.....	120

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1.1: Tezde çalışılan temel polimer yapıları; a) Polipirol b) PEDOT.....	1
Şekil 2.2.1: Değişik maddelerin oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri.....	4
Şekil 2.3.1.1: Sulu çözeltideki NaCl tuzunun iyonik iletkenliğinin polimerde çözünmüş bir tuzun iyonik iletkenliği ile karşılaştırılması, a) Sulu NaCl çözeltisi, b) Polimerde çözünmüş tuz.....	7
Şekil 2.4.1: İletkenlik band kuramının şematik olarak gösterimi.....	9
Şekil 2.4.2: İletken polimerlerde gerçekleşen konjugasyonun band boşluğuna etkisi (Arslan 2012).....	10
Şekil 2.5.1: Elektrokimyasal sentez için kullandığımız üçlü elektrot sistemi: monomer ve elektrolit çözeltisinde dalmış olan referans, çalışma ve karşıt elektrot.	11
Şekil 4.1.1.1: 3,4 Etilendioksitiyofenin [EDOT] -1.4V ile +1.4V potansiyel aralığında 100 $mV \times s^{-1}$ tarama hızında, camsı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak elde edilmiş döngülü voltogramları. a) $[EDOT]_0 = 1mM$, b) $[EDOT]_0 = 2mM$, c) $[EDOT]_0 = 5mM$, d) $[EDOT]_0 = 10mM$, e) $[EDOT]_0 = 25mM$, f) $[EDOT]_0 = 50mM$, g) $[EDOT]_0 = 100mM$, 0.1M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltisinde alınmıştır.	18
Şekil 4.1.1.2: PEDOT'ın monomersiz ortamda 0.1M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltisinde 25, 50, 100, 250, 500, 1000 $mV \times s^{-1}$ tarama hızlarında alınmış döngülü voltogramı. a) $[EDOT]_0 = 1mM$, b) $[EDOT]_0 = 2mM$, c) $[EDOT]_0 = 5mM$, d) $[EDOT]_0 = 10mM$, e) $[EDOT]_0 = 25mM$, f) $[EDOT]_0 = 50mM$, g) $[EDOT]_0 = 100mM$, 0.1M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltisinde alınmıştır.	20
Şekil 4.1.1.3: EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0 = 1mM$	20
Şekil 4.1.1.4 : EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0 = 2mM$	21
Şekil 4.1.1.5 : EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0 = 5mM$	21
Şekil 4.1.1.6 : EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0 = 10mM$	21
Şekil 4.1.1.7: EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0 = 25mM$	22

Şekil 4.1.1.8 : EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT] ₀ = 50 mM.	22
Şekil 4.1.1.9: EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT] ₀ = 100 Mm	23
Şekil 4.1.2.1. PEDOT'ın FTIR-ATR analizi; [EDOT] ₀ = 25 mM, 50 cycle, 0.1 M NaClO ₄ /ACN, tarama hızı: 100 mV×s ⁻¹	24
Şekil 4.1.2.2 . PEDOT'ın FTIR-ATR analizi; [EDOT] ₀ = 100 mM, 50 cycle, 0.1 M NaClO ₄ /ACN, 100 mV s ⁻¹	25
Şekil 4.1.3.1 : PEDOT/KFME [EDOT] ₀ =25mM 0.1M NaClO ₄ / CH ₃ CN ile 50 cycle ve 100 mV×s ⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi	25
Şekil 4.1.3.2 : PEDOT/KFME [EDOT] ₀ = 100 mM 0.1M NaClO ₄ / CH ₃ CN ile 50 cycle ve 100 mV×s ⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi.	26
Şekil 4.1.4.1: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT] ₀ =(1, 2, 5, 10 mM) Nyquist grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.	27
Şekil 4.1.4.2: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT] ₀ =(25,50,100 mM) Nyquist grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.....	28
Şekil 4.1.4.3: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT] ₀ =(1, 2, 5, 10 mM) Bode magnitude grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.....	28
Şekil 4.1.4.4 : PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT] ₀ =(25,50,100 mM) Bode magnitude grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.....	29
Şekil 4.1.4.5: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT] ₀ =(1, 2, 5, 10 mM) Bode faz grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.....	29
Şekil 4.1.4.6: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT] ₀ =(25,50,100 mM) Bode faz grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.....	30
Şekil 4.1.4.7: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT] ₀ =(1, 2, 5, 10 mM) Admitance grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.....	30
Şekil 4.1.4.8: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT] ₀ =(25,50,100 mM) Admitance grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.....	31

Şekil 4.1.5.1. Polimer ve kompozit malzemelerde kullanılan Eşdeğer devre modeli	32
Şekil 4.1.5.2. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT] ₀ = 1 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli	32
Şekil 4.1.5.3. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT] ₀ = 2 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli	33
Şekil 4.1.5.4. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT] ₀ = 5 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli	33
Şekil 4.1.5.5. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT] ₀ = 10 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli	34
Şekil 4.1.5.6. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT] ₀ = 25 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli	35
Şekil 4.1.5.7: Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT] ₀ = 50 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli	35
Şekil 4.1.5.8: Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT] ₀ = 100 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli	36
Şekil 4.2.1.1: Piro'lün (Py) 0 V ile +1.6 V potansiyel aralığında 100 mV×s ⁻¹ tarama hızında, camsı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak elde edilmiş döngülü voltogramı. a) [Py] ₀ = 1 mM, b) [Py] ₀ = 2 mM, c) [Py] ₀ = 5 mM, d) [Py] ₀ = 10 mM, e) [Py] ₀ = 25 mM, f) [Py] ₀ = 50 mM, g) [Py] ₀ = 100mM , 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltisinde ölçümler alınmıştır.	39
Şekil 4.2.1.2: PPy'nın monomersiz ortamda 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltisinde 25, 50, 100, 250, 500, 1000 mV×s ⁻¹ tarama hızlarında alınmış döngülü voltogramları. a) [Py] ₀ =1 mM b) [Py] ₀ =2 mM c) [Py] ₀ =5 mM d) [Py] ₀ =10 mM e) [Py] ₀ =25 mM f) [Py] ₀ =50 mM g) [Py] ₀ =100 mM.....	41
Şekil 4.2.1.3: Piro'lün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py] ₀ = 1 mM. .	41
Şekil 4.2.1.4: Piro'lün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py] ₀ = 2 mM. .	41
Şekil 4.2.1.5: Piro'lün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py] ₀ = 5 mM. .	42
Şekil 4.2.1.6: Piro'lün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py] ₀ = 10 mM.	42
Şekil 4.2.1.7: Piro'lün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py] ₀ = 25 mM.	42
Şekil 4.2.1.8: Piro'lün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py] ₀ = 50 mM.	43
Şekil 4.2.1.9: Piro'lün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py] ₀ = 100 mM.	43

Şekil 4.2.2.1. PPy'nin FTIR-ATR analizi; [Py] ₀ = 10 mM, 50 cycle, 0.1 M NaClO ₄ /ACN 100 mV×s ⁻¹	45
Şekil 4.2.2.2. PPy'nin FTIR-ATR analizi; [Py] ₀ =25mM, 50 cycle, 0.1 M NaClO ₄ /ACN 100 mV×s ⁻¹	45
Şekil 4.2.3.1: PPy/KFME, [Py] ₀ = 10 mM 0.1M NaClO ₄ / CH ₃ CN ile 50 cycle ve 100 mV×s ⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi .	46
Şekil 4.2.3.2: PPy/KFME, [Py] ₀ = 25 mM 0.1M NaClO ₄ / CH ₃ CN ile 50 cycle ve 100 mV×s ⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi .	47
Şekil 4.2.4.1: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [Py] ₀ = (1, 2, 5, 10 mM) Nyquist grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.	48
Şekil 4.2.4.2: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [Py] ₀ = (25, 50, 100 mM) Nyquist grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.	48
Şekil 4.2.4.3: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [Py] ₀ = (1, 2, 5, 10 mM) Bode magnitude grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.....	49
Şekil 4.2.4.4: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [Py] ₀ = (25, 50, 100 mM) Bode magnitude grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.....	49
Şekil 4.2.4.5: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [Py] ₀ = (1, 2, 5, 10 mM) Bode faz grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.	50
Şekil 4.2.4.6: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [Py] ₀ = (25, 50, 100 mM) Bode faz grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.	50
Şekil 4.2.4.7: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [Py] ₀ = (1, 2, 5, 10 mM) Admitance grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.	51
Şekil 4.2.4.8: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [Py] ₀ = (25, 50, 100 mM) Admitance grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.	51
Şekil 4.2.5.1. Bode-magnitude ve faz grafiđi için, PPy'nin [Py] ₀ = 1 mM, CKE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeđer devre modeli.....	52
Şekil 4.2.5.2. Bode-magnitude ve faz grafiđi için, PPy'nin [Py] ₀ = 2 mM, CKE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeđer devre modeli.....	53
Şekil 4.2.5.3. Bode-magnitude ve faz grafiđi için, PPy'nin [Py] ₀ = 5 mM, CKE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeđer devre modeli.....	53

Şekil 4.2.5.4. Bode-magnitüde ve faz grafiđi için, PPy'nin [Py] ₀ = 10 mM, CKE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeđer devre modeli.....	54
Şekil 4.2.5.5. Bode-magnitüde ve faz grafiđi için, PPy'nin [Py] ₀ = 25 mM, CKE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeđer devre modeli.....	55
Şekil 4.2.5.6. Bode-magnitüde ve faz grafiđi için, PPy'nin [Py] ₀ = 50 mM, CKE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeđer devre modeli.....	55
Şekil 4.2.5.7. Bode-magnitüde ve faz grafiđi için, PPy'nin [Py] ₀ = 100 mM, CKE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeđer devre modeli.....	56
Şekil 4.3.1.1: P(EDOT-co-Py) -1V ile +1.3V potansiyel aralıđında 100 mV×s ⁻¹ tarama hızında, camsı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak elde edilmiş döngüli voltogramı. a) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/1, b) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/2, c) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/5, d) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/10, e) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/25, f) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/50, g) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/100, 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözelti ortamında deneyler yapılmıştır.....	58
Şekil 4.3.1.2: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN çözelti ortamında 25, 50, 100, 250, 500, 1000 mV×s ⁻¹ tarama hızlarında alınmış döngüli voltogramı. a) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/1, b) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/2, c) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/5, d) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/10, e) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/25, f) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/50, g) [EDOT] ₀ / [Py] ₀ =1/100.....	59
Şekil 4.3.1.3: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngüli voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluđu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluđu, [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/1.....	60
Şekil 4.3.1.4: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngüli voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluđu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluđu, [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/2.....	60
Şekil 4.3.1.5: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngüli voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluđu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluđu, [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/5.....	61
Şekil 4.3.1.6: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngüli voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluđu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluđu, [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/10.....	61
Şekil 4.3.1.7: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngüli voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluđu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluđu, [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/25.....	62
Şekil 4.3.1.8: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngüli voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluđu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluđu, [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/50.....	62
Şekil 4.3.1.9: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngüli voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluđu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluđu, [EDOT] ₀ / [Py] ₀ = 1/100.....	63

Şekil 4.3.2.1. P(EDOT-co-Py), FTIR-ATR analzi; P([EDOT] ₀ /[Py] ₀)=1/5, 50 cycle, 0.1 M NaClO ₄ /ACN, tarama hızı: 100 mV×s ⁻¹	64
Şekil 4.3.2.2. P(EDOT-co-Py), FTIR-ATR analzi; P([EDOT] ₀ /[Py] ₀)=1/10, 50 cycle, 0.1 M NaClO ₄ /ACN 100 mV×s ⁻¹	65
Şekil 4.3.3.1: P(EDOT-co-Py)'ün = 1/5 [EDOT] ₀ = 25 Mm, [Py] ₀ = 125 mM 0.1M NaClO ₄ / CH ₃ CN ile 50 cycle ve 100 mV×s ⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi.	65
Şekil 4.3.3.2: P(EDOT-co-Py)'ün [EDOT] ₀ /[Py] ₀ = 1/10 [EDOT] ₀ =25 mM, [Py] ₀ =250 mM 0.1M NaClO ₄ / CH ₃ CN ile 50 cycle ve 100 mV×s ⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi.	66
Şekil 4.3.4.1: P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN ortamında CE üzerine alınmıştır.	67
Şekil 4.3.4.2: P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen Bode-magnitüde grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN ortamında CE üzerine alınmıştır.	68
Şekil 4.3.4.3: P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen Bode-faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN ortamında CE üzerine alınmıştır.	68
Şekil 4.3.4.4: P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen Admittance grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz arasında 0.1M NaClO ₄ /CH ₃ CN ortamında CE üzerine alınmıştır.	69
Şekil 4.3.5.1. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün [EDOT] ₀ /[Py] ₀ = 1/1 oranlarında CE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeğer devre modeli.	70
Şekil 4.3.5.2. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün [EDOT] ₀ /[Py] ₀ = 1/2 oranlarında CE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeğer devre modeli.	70
Şekil 4.3.5.3. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün [EDOT] ₀ /[Py] ₀ = 1/5 oranlarında CE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeğer devre modeli.	71
Şekil 4.3.5.4. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün [EDOT] ₀ /[Py] ₀ = 1/10 oranlarında CE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeğer devre modeli.	71
Şekil 4.3.5.5. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün [EDOT] ₀ /[Py] ₀ = 1/25 oranlarında CE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeğer devre modeli.	73
Şekil 4.3.5.6. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün [EDOT] ₀ /[Py] ₀ = 1/50 oranlarında CE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeğer devre modeli.	73
Şekil 4.3.5.7. Bode-magnitüde ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün [EDOT] ₀ /[Py] ₀ = 1/100 oranlarında CE üzerine kaplı R _s (C _{d11} (R ₁ (QR ₂)))(C _{d12} R ₃) Eşdeğer devre modeli.	74
Şekil 4.4.1.1: [EDOT] monomerinin -1.4V ile +1.4V potansiyel aralığında CE üzerine 50 mM, 100 mL SDS çözeltisinde a) %1 KNT. [EDOT] ₀ = 0.1M b) %3 KNT. [EDOT] ₀ =	

- 0.1M c) %5 KNT. $[EDOT]_0 = 0.1M$ başlangıç monomer konsantrasyonunda 10 döngü olarak alınmış DV grafiği.....76
- Şekil 4.4.1.2: CKE üzerine a) $[EDOT]_0 = 0.1 M$ başlangıç monomer konsantrasyonunda, %1 KNT, 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.77
- Şekil 4.4.1.3: CKE üzerine a) $[EDOT]_0 = \%3$ KNT 0.1 M, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu- Tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.78
- Şekil 4.4.1.4: CKE üzerine a) $[EDOT]_0 = 0.1 M$ başlangıç monomer konsantrasyonunda, % 5 KNT, 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu- Tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.79
- Şekil 4.4.2.1: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.....80
- Şekil 4.4.2.2: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı % KNT oranlarındaki (%1, %3 ve %5) Bode Magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.....81
- Şekil 4.4.2.3: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode Faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.....81
- Şekil 4.4.2.4: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı % KNT oranlarındaki (%1,%3 ve %5) Admittance grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.....82
- Şekil 4.5.1.1: $[Py]_0$ monomerinin CKE üzerine 50 mM, 100 mL SDS çözeltisinde a) %1 KNT. $[Py]_0 = 0.1M$ b) %3 KNT. $[Py]_0 = 0.1M$ c) %5 KNT. $[Py]_0 = 0.1M$ başlangıç monomer konsantrasyonunda 10 döngü olarak alınmış DV grafiği.....83
- Şekil 4.5.1.2: CKE üzerine a) $[Py]_0 = 0.1 M$, başlangıç monomer konsantrasyonunda %1 KNT içeren 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği..84
- Şekil 4.5.1.3: CKE üzerine a) $[Py]_0 = 0.1 M$, başlangıç monomer konsantrasyonunda %3 KNT içeren 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu- Tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.85

- Şekil 4.5.1.4: CKE üzerine a) $[Py]_0 = 0.1$ M, başlangıç monomer konsantrasyonunda %5 KNT içeren 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu- Tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği. 86
- Şekil 4.5.2.1: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır..... 87
- Şekil 4.5.2.2: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Bode Magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır..... 88
- Şekil 4.5.2.3: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode Faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır..... 88
- Şekil 4.5.2.4: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Admittance grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır..... 89
- Şekil 4.6.1.1: P(EDOT-co-Py), CKE üzerine 50 mM, 100 mL SDS çözeltisinde a) % 1 KNT. $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranlarında, b) % 3 KNT. $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/5$ c) %5 KNT. $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranında 8 döngü olarak alınmış DV grafiği. 90
- Şekil 4.6.1.2: P(EDOT-co-Py) için CKE üzerine %1 KNT a) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranında 0.5 M 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 monomer free grafiği. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği..... 91
- Şekil 4.6.1.3: P(EDOT-co-Py) için CKE üzerine %3 KNT a) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranında 0.5 M 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 monomerfree grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu-Tarama hızının karekök grafiği. 92
- Şekil 4.6.1.4: P(EDOT-co-Py) için CKE üzerine %5 KNT a) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ 0.5 M 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 monomerfree grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği..... 93
- Şekil 4.6.2.1 : P(EDOT-co-Py) / KNT, FTIR-ATR analzi; a) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %1 KNT b) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %3 KNT c) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %5 KNT..... 94
- Şekil 4.6.3.1: P(EDOT-co-Py)/KNT monomerlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranlarında %1 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi. 95
- Şekil 4.6.3.2: P(EDOT-co-Py) / KNT monomerlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranlarında %3 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi. 96

Şekil 4.6.3.3: P(EDOT-co-Py) / KNT monomerlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranlarında %5 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.	97
Şekil 4.6.4.1: P(EDOT-co-Py)'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.....	98
Şekil 4.6.4.2: P(EDOT-co-Py)'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode Magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.....	99
Şekil 4.6.4.3: P(EDOT-co-Py)'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode Faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.....	99
Şekil 4.6.4.4: P(EDOT-co-Py)'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Admitance grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.....	100
Şekil 4.6.5.1: P(EDOT-co-Py), Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %1 KNT / CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.....	101
Şekil 4.6.5.2: P(EDOT-co-Py), Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %3 KNT / CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.....	101
Şekil 4.6.5.3: P(EDOT-co-Py), Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %5 KNT / CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.....	102
Şekil 4.7.1.1: P(EDOT-co-Py), $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ oranlarında CKE üzerine 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisinde a) %1 KNT, b) %3 KNT, c) %5 KNT. $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında 8 döngü olarak alınmış DV grafiği.	104
Şekil 4.7.1.2: P(EDOT-co-Py), CKE üzerine %1 KNT a) $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranında 0.5 M 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 monomerfree grafiği. b) Akım yoğunluğu-tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.....	105
Şekil 4.7.1.3: P(EDOT-co-Py), CKE üzerine %3 KNT a) $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranında 0.5 M 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 monomer free grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu -Tarama hızının karekök grafiği.	106
Şekil 4.7.1.4: P(EDOT-co-Py), CKE üzerine %5 KNT a) $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranında, 0.5 M 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 monomer free grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.	107
Şekil 4.7.2.1: P(EDOT-co-Py) / KNT kompozitinin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ için FTIR-ATR analizi; a) %1 KNT, b) %3 KNT, c) %5 KNT.	109

Şekil 4.7.3.1: P(EDOT-co-Py)/KNT kompozitinin, $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında %1 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.	110
Şekil 4.7.3.2: P(EDOT-co-Py)/KNT kompozitinin, $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında %3 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.	111
Şekil 4.7.3.3: P(EDOT-co-Py)/KNT kompozitinin, $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında %5 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.	112
Şekil 4.7.4.1: P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.	113
Şekil 4.7.4.2: P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode-Magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.	113
Şekil 4.7.4.3: P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode-Faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.	114
Şekil 4.7.4.4: P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Admitans grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.	114
Şekil 4.7.5.1: P(EDOT-co-Py)/KNT, Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$, %1 KNT, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.	115
Şekil 4.7.5.2: P(EDOT-co-Py)/KNT, Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ %3 KNT, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.	116
Şekil 4.7.5.3: P(EDOT-co-Py)/KNT, Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$, %5 KNT, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.	116

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 4.1.1.1: EDOT monomerinin farklı derişimlerde $[EDOT]_0=(1,2,5,10,25,50,100 \text{ mM})$ dögüli voltametri ile polimerleřtirilmesiyle elde edilen redoks davranıřları.	18
Çizelge 4.1.1.3: EDOT'ın farklı bařlangıç monomer konsantrasyonlarında polimer filminin redoks davranıřları.	23
Çizelge 4.1.3.1 : PEDOT/KFME'nin EDAX analizi	26
Çizelge 4.1.3.2 : PEDOT/KFME'nin EDAX analizi	26
Çizelge 4.1.4.1: PEDOT'ın farklı bařlangıç monomer konsantrasyonlarında $[EDOT]_0= 1, 2,5, 10, 25, 50$ ve 100 mM C_{dl} , C_{sp} ve Θ_{max} deęerleri.	31
Çizelge 4.1.5.1: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eřdeęer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile PEDOT / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. $0.1M \text{ NaClO}_4 / \text{CH}_3\text{CN}$, tarama hızı: 50mV/s , 8 dögü.	34
Çizelge 4.1.5.2: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eřdeęer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile PEDOT / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. $0.1M \text{ NaClO}_4 / \text{CH}_3\text{CN}$, tarama hızı: 50mV/s , 8 dögü.	36
Çizelge 4.2.1.1: Prol monomerinin farklı derişimlerde dögüli voltametri ile polimerleřtirilmesiyle elde edilen redoks davranıřları.	39
Çizelge 4.2.1.3: PPy'nin farklı bařlangıç monomer konsantrasyonlarında polimer filminin redoks davranıřları.	44
Çizelge 4.2.3.1: PPy/KFME'nin EDAX analizi	46
Çizelge 4.2.3.2: PPy/KFME'nin EDAX analizi	47
Çizelge 4.2.4.1: PPy'nin farklı bařlangıç monomer konsantrasyonlarında C_{dl} , C_{sp} , Θ_{max} deęerleri.....	52
Çizelge 4.2.5.1: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eřdeęer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile PPy / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. $0.1M \text{ NaClO}_4 / \text{CH}_3\text{CN}$, tarama hızı: 50mV/s , 8 dögü	54
Çizelge 4.2.5.2: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eřdeęer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile PPy / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. $0.1M \text{ NaClO}_4 / \text{CH}_3\text{CN}$, tarama hızı: 50mV/s , 8 dögü	56
Çizelge 4.3.1.1: P(EDOT-co-Py) monomerinin farklı derişimlerde dögüli voltametri ile polimerleřtirilmesiyle elde edilen sonuçlar	58
Çizelge 4.3.1.3: P(EDOT-co-Py)'nin farklı bařlangıç monomer konsantrasyonlarında polimer filminin redoks davranıřları.....	63
Çizelge 4.3.3.1: P(EDOT-co-Py)'ın EDAX analizi	66
Çizelge 4.3.3.2: P(EDOT-co-Py)'ün EDAX analizi	66

Çizelge 4.3.4.1: P(EDOT-co-Py)'nin farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında C_{dl} , C_{sp} , Θ_{max} değerleri.	69
Çizelge 4.3.5.1: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile P(EDOT-co-Py) / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. 0.1M NaClO ₄ / CH ₃ CN, tarama hızı: 50mV/s , 8 döngü.....	72
Çizelge 4.3.5.2: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile P(EDOT-co-Py) / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. 0.1M NaClO ₄ / CH ₃ CN, tarama hızı: 50mV/s , 8 döngü.....	74
Çizelge 4.4.1.1: PEDOT / KNT'nin polimerleşmesiyle elde edilen redoks davranışları.....	76
Çizelge 4.4.1.2: PEDOT / KNT filmlerinin elde edilen redoks parametreleri	80
Çizelge 4.4.2.1: PEDOT / KNT filmlerinin elde edilen kapasitans parametreleri	82
Çizelge 4.5.1.1: PPy/KNT kompozitinin redox parametreleri	84
Çizelge 4.5.1.2: PPy / KNT filmlerinin elde edilen redoks parametreleri	87
Çizelge 4.5.2.1: PPy / KNT filmlerinin elde edilen kapasitans değerleri.....	89
Çizelge 4.6.1.1: P(EDOT-co-Py) / KNT'nin redoks parametreleri.....	90
Çizelge 4.6.1.2: P(EDOT-co-Py) / KNT filmlerinin [EDOT] ₀ /[Py] ₀ =1/5 oranında elde edilen redoks parametreleri.	93
Çizelge 4.6.3.1: P(EDOT-co-Py)/KNT'nin EDAX analizi	95
Çizelge 4.6.3.2: P(EDOT-co-Py) / KNT'nin EDAX analizi.....	96
Çizelge 4.6.3.3: P(EDOT-co-Py) / KNT'nin EDAX analizi.....	97
Çizelge 4.6.4.1: P(EDOT-co-Py) / KNT filmlerinin [EDOT] ₀ /[Py] ₀ =1/5 oranında elde edilen kapasitans değerleri.	100
Çizelge 4.6.5.1: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile P(EDOT-co-Py) / KNT elektrokimyasal olarak analiz edildi. 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisi içerisinde, tarama hızı: 50 mV/s , 8 döngü.	102
Çizelge 4.7.1.1: P(EDOT-co-Py) / KNT redoks parametreleri	104
Çizelge 4.7.1.2: P(EDOT-co-Py) / KNT filmlerinin [EDOT] ₀ /[Py] ₀ =1/10 oranında elde edilen redoks parametreleri.	108
Çizelge 4.7.3.1: P(EDOT-co-Py), [EDOT] ₀ /[PPy] ₀ = 1/10 oranlarında, %1 KNT'nin EDAX analizi.	110
Çizelge 4.7.3.2: P(EDOT-co-Py), [EDOT] ₀ /[PPy] ₀ = 1/10 oranlarında, %3 KNT'nin EDAX analizi	111
Çizelge 4.7.3.3: P(EDOT-co-Py), [EDOT] ₀ /[PPy] ₀ = 1/10 oranlarında, %5 KNT'nin EDAX analizi.	112
Çizelge 4.7.4.1: P(EDOT-co-Py) / KNT filmlerinin [EDOT] ₀ /[Py] ₀ =1/10 oranında elde edilen kapasitans değerleri	115

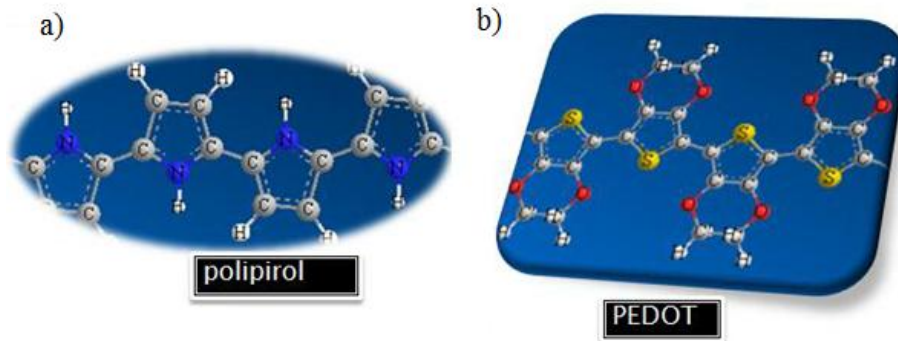
Çizelge 4.7.5.1: P(EDOT-co-Py)/KNT, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$, $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$
Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile P(EDOT-co-Py) / KNT
elektrokimyasal olarak analiz edildi. 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisi içerisinde,
tarama hızı: 50mV/s, 8 döngü. 117

1. GİRİŞ

1.1. Polimerler Hakkında Genel Bilgiler

Plastikler, elastomerler, fiberler, kaplamalar, yapışkanlar, selüloz, kauçuk, protein, vb. malzemeler polimer kimyasının dünyasını oluştururlar (Stevens 1999). Monomerler, birbirlerine kovalent bağlarla bağlanarak makromoleküller oluşturabilen küçük mol kütleli maddelerdir (Sacak 2008, Hiemenz ve ark. 1936). Polimer terimi ise, Yunan kelimesi “poly” ve çok parça anlamına gelen “meros” tan türetilmiştir. Polimerler, hafif, ucuz, kolay şekillendirilebilen, mekanik özellikleri çoğu kez yeterli, enerji depolama sistemlerinde, korozyondan metalleri korumada, biyosensör uygulamalarda vb malzemelerdir (Sacak 2005).

Polimerler değişik kimyasal ve elektrokimyasal tepkimelerden faydalanılarak sentezlenebilir (Chanda 2006). Bu tepkimeler basamaklı (kondenzasyon) polimerizasyon ve katılma polimerizasyonudur. Basamaklı polimerler; kondenzasyon, Diels-Alder, Micheal katılması, Friedel-Crafts, katılması ile sentezlenebilir. Bu tepkimeler içinde en uygun ve en sık kullanılanı kondenzasyon tepkimeleridir. Kondenzasyon tepkimelerine katılan moleküllerde genellikle $-OH$, $-COOH$, $-NH_2$ gibi fonksiyonel gruplar bulunur ve kondenzasyon sırasında H_2O , HCl , NH_3 gibi küçük moleküller olarak ayrılır. Poliester, P(Etilen teraftalat) (PET), P(Hekzametilen adipamit) (Naylon 6-6, poliamit) önemli polikondenzasyon polimerleridir. Literatürde birçok polikondenzasyon reaksiyonu mevcuttur. Bizim tezde çalıştığımız polimerlerin (PPy ve PEDOT) Şekil 1.1.1 de verilmiştir.



Şekil 1.1.1: Tezde çalışılan temel polimer yapıları; a) Polipirol b) PEDOT

Katılma polimerizasyonunda monomer molekülleri, büyümekte olan polimer zincirlerine birer birer ve hızla katılırlar. Katılma polimerizasyonunu başlatma yöntemlerinden birisi, serbest radikallerden yararlanmaktır. Kimyasal maddeler kullanılarak veya fiziksel etkenlerden yararlanılarak polimerizasyon ortamında serbest radikaller oluşturulabilir. Örneğin; benzoil peroksit (BPO) ve azobisisobütironitril (AIBN) türü bazı organik bileşikler ısı etkisiyle serbest radikaller verecek şekilde bozunurlar.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. İletken Polimerlerin Yapısı

İletken polimer kavramı, kendi örgüsü içerisindeki elektronlarla (elektronik) yeterli düzeyde elektriksel iletkenliği sağlayan π -konjuge polimerler için kullanılır. Polimerlerin elektronik iletkenlik gösterebilmesi için, polimer örgüsünde, elektronların zincir boyunca taşınmasını sağlayan uygun merkezlerin bulunması gerekir. Bu koşulu ana zincirinde konjuge çift bağlar bulunan polimerler sağlar.



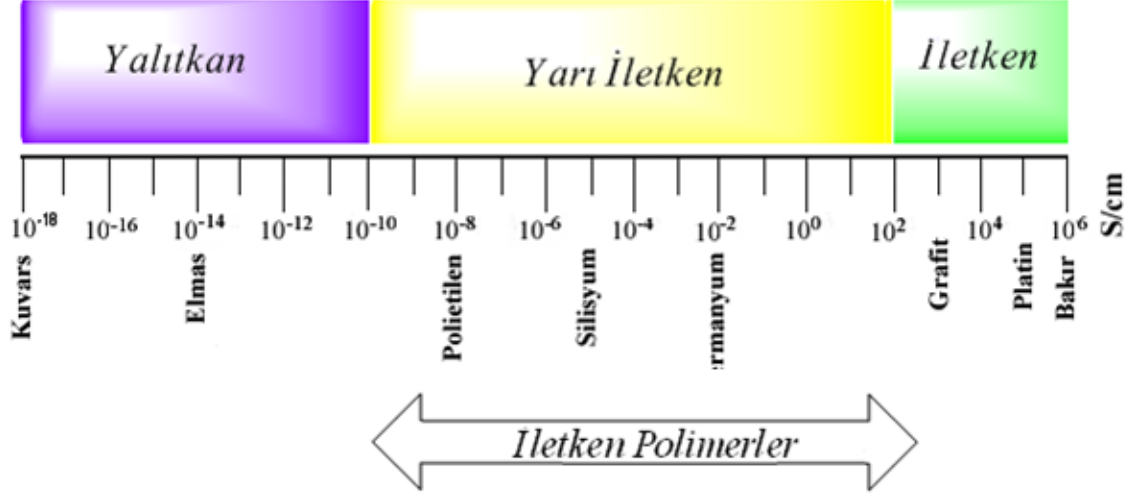
Konjugasyon yüksek düzeyde iletkenlik için tek başına yeterli değildir. Konjuge çift bağlı polimerler iletkenliği doplama (HCl, HBr, HNO₃, H₂SO₄ gibi asitlerle muamele işlemi) işlemiyle artırılır. Doplama işlemiyle polimer yapısına iletkenliği sağlayacak elektronlar verilir veya elektronlar alınır. İletken polimerlerde iletkenliğin nasıl sağlandığı çok basit bir yaklaşımla bu boşluklar üzerinden açıklanabilir. Artı yüklü bir boşluğa başka bir yerden atlayan elektron, geldiği yerde de artı yüklü boşluk oluşturacaktır. Bu işlemler ard arda zincir boyunca veya zincirler arasında yinelenerek elektrik iletilir.

2.2. İletken Polimerler

İletken polimerler (İP) son yarım yüzyıla yakın bir süredir, bilim insanları tarafından birçok uygulama alanı bulmuştur. İlk defa Shirakawa ve çalışma grubu (Shirakawa ve ark. 1977) poliasetileni bazı doplama elementlerinin (Br₂, I₂, AsF₅ gibi) yapıya eklenmesiyle p-doplama veya n-doplama işlemlerine uğratılmış ve yalıtkan polimerlere göre yüksek elektriksel iletkenlik kazandırılabilmiştir (Ates 2011a). Böylece İP "sentetik metaller" olarak bilim insanlarının ilgi alanı olmuştur (Groenendaal ve ark. 2000). Bu alanda ilk iletken polimer çalışmaları yapan, Alan Heeger ve Alan MacDiarmid 2000 yılında Kimya da Nobel Ödülü almışlardır (Groenendaal ve ark. 2003). İP'in değişik uygulamaları ile optiksel, elektriksel ve mekaniksel özelliklerin bileşimi olan cihazlar birçok yeni olanaklar ortaya

çıkarmışlardır (Fonseca ve ark. 2006). Son zamanlarda İP'in düşük maliyeti, düşük ağırlığı ve esnek işlemlerdeki avantajlarından dolayı foto-elektrokimyasal hücreler ve enerji depolama sistemlerinde çalışılmaktadır (Ma ve ark. 2005). Özellikle ışık absorbansı ve foto-yenilenen elektron haznesi üzerinde mükemmel davranışlar gösteren π -elektron sistemleri delokalizasyon sayesinde konjuge polimer yarı iletkenler organik foto-voltatik uygulamalarda büyük potansiyel gösterirler (Guenes ve ark. 2007 ve Chang ve ark. 2011).

İP, polimerik zincirleri boyunca tek ve çift karbon-karbon bağlarını izleyen fonksiyonel polimerlerin bir sınıfıdır (Xia ve ark. 2010). Onlar, genellikle erilemez ve yaygın çözücülerde çözünmezler (Ates ve Sarac 2009). Son 10 yıldan daha fazla bir süredir birçok araştırma grubu çözünür İP'in özelliklerini çalışmış ve sentezlemişlerdir. Araştırma gruplarının elde ettiği sonuçlara göre, monomer yapısı üzerinde çeşitli sübstitüentlerin varlığı çözünürlüğü artırır ancak iletkenliği ise sıklıkla azaltır (Taoudi ve ark. 2001). Sonuç olarak aynı düzenle sıralı iletken polimerler bu sorunu azaltmak için sentezlenmiştir (Mengoli ve ark. 2008 ve Sarac ve ark. 2006a). İP'in sentezi kimyasal ve elektrokimyasal tekniklerin kullanılması ile gerçekleştirilebilmektedir. Elektrokimyasal polimerizasyon (EP) özellikle ürün özelliklerinin kontrolüne izin vermesinden dolayı kimyasal polimerizasyona göre çok daha sıklıkla kullanılmaktadır (Alvarez-Romero ve ark. 2006). İP elektronik özellikleri ile anti-statik ve anti-korozyon kaplamalar (Feliu ve ark. 1998 ve Bereket ve Duran 2006), sensörler (Ates ve ark. 2008) veya doğrudan metanol yakıt hücreleri ve hidrojen polimer yakıt hücreleri gibi düşük sıcaklık yakıt hücreleri (Escribano ve ark. 2009), ışık yayıcı diyotlar (Friend ve ark. 1999), piller (Baibarac ve 2007), süperkapasitörler (Vorotyntsev ve ark. 1999), elektrokromik cihazlar (Brotherston ve ark. 1999), enerji dönüşümü ve depolanması (Lanzi ve ark. 2011), ilaç dağıtım sistemleri ve saydam elektrot malzemelerini (Scrosati 1993) kapsayan çeşitli uygulamalarından dolayı çalışılmaktadır (Ates ve ark. 2011b). İP'in önemli özelliklerinden biri doplama işlemidir (Tolstopyatova ve ark. 2005). Genel olarak, bir İP doplandığı zaman izolator – yarı iletken – metal geçişi meydana gelir (Şekil 2.2.1.) (Turac 2010). Bu yüzden İP inorganik yarı iletkene çok benzer olan Schottky veya p-n birleşme diyotları gibi elektronik cihazları için yarı iletken özellikler sergileyen iletken polimerlere mükemmel bir adaydır (Shen ve Wan 1998). Doplama ve de-doplama halleri arasında bir İP'in elektrokimyasal akım vermesi İP içerisinde elektronik ve iyonik yüklerin taşınmasıyla beraberinde olan polimerden ayrılması veya içine hem elektron hem de iyon katılmasını kapsar (Ding ve ark. 2001).



Şekil 2.2.1: Değişik maddelerin oda sıcaklığındaki iletkenlik değerleri

2.2.1. Poli(3,4-Etilendioksitiyofen)

İletken polimerden biri Poli(3,4-etilendioksitiyofen) (PEDOT)'tır. (Groenendaal ve ark. 2000 ve Zotti ve ark. 2002). PEDOT en iyi bilinen π -konjuge İP'den biridir. PEDOT yüksek iletkenliği ve mükemmel kararlılığı nedeniyle son yıllarda yoğun bir şekilde çalışılmıştır. PEDOT 1980'lerin sonlarında ilk olarak Bayer AG laboratuvarlarındaki bilim adamları tarafından sentezlenmiştir. PEDOT katmanları 300 S/cm yüksek iletkenliğe ulaştığı gibi oksitlenen halinin doplanmasında da olağanüstü kararlılık ve şeffaflık göstermiştir (Groenendaal ve ark. 2000). 1991'de çözünürlük sorunu polistirensülfonat varlığında EDOT'ın polimerizasyonu ile aşılmıştır (Nasybulin ve ark. 2011a).

PEDOT'ı hazırlamak için önemli bir metot onun monomerinin: 3,4-etilendioksitiyofen (EDOT)'ın elektropolimerizasyonudur. EDOT'ın elektropolimerizasyonu ve PEDOT'ın elektrokimyasal sentezi üzerine yapılan çoğu çalışma genellikle organik çözeltilerde (Randriamahazaka ve ark. 2009) ve ayrıca sulu çözeltilerde (Sakmeche ve ark. 2000)'de gerçekleştirilmiştir. PEDOT elektrokimyasal metot ile sentezlendiğinde çözücü, elektrot, destek elektrolit, polimerizasyon potansiyeli ve uygulanan elektropolimerizasyon yöntemi gibi elektropolimerizasyon şartları PEDOT filmlerinin özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Dua ve Wang 2003). Elektrot yüzeyi özellikleri üzerine çalışmalar ise onun yüzey özelliklerine bağlı olan polimerin fiziksel ve elektrokimyasal özelliklerine bağlı olduğundan dolayı önemlidir (Patra ve ark. 2008).

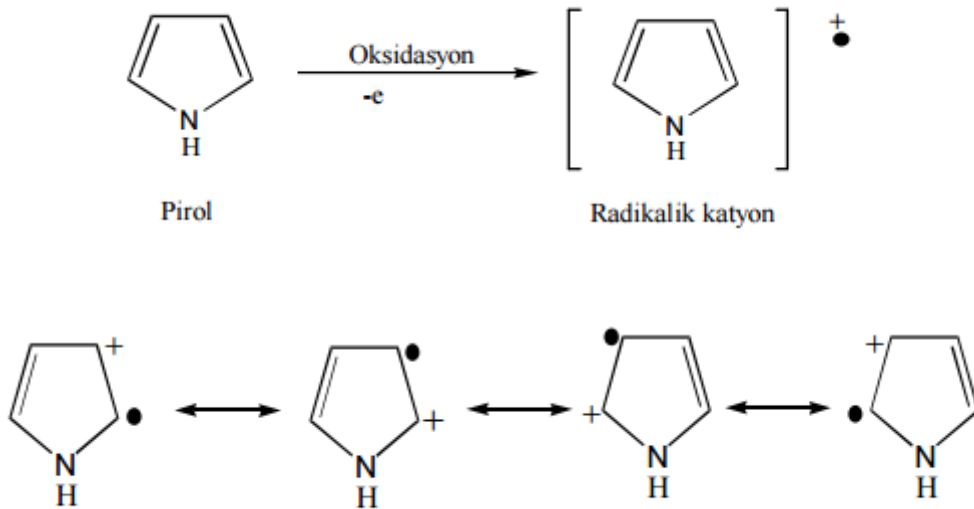
2.2.2. Polipirol

Polipirol yirmi yıldan fazla süredir iletken polimerler içerisinde en çok çalışılanıdır. Pirol ilk kez 1916'da (Angeli, 1916; Angeli ve Alessandri, 1916) H_2O_2 ile yükseltgenerek, pirol siyahı olarak bilinen amorf bir toz olarak polimerleştirilmiştir. Polipirol, elektrokimyasal olarak ince film halinde sentezlendiğinde bu konuya olan ilgi daha da artmıştır. Polipirol siyahı platin elektrot üzerinde sülfürik asitli ortamda elektrokimyasal olarak ilk kez Dall'Ollio (Dall'Ollio vd., 1968) tarafından sentezlenmiştir. 1979'da (Diaz vd., 1979) elektrokimyasal teknikler, yüksek iletkenlik özelliği gösteren polipirol sentez yöntemler bu materyalin fiziksel ve kimyasal özelliklerini iyileştirmek için geliştirilmeye çalışılmaktadır.

İletken polimerlerin kompozit veya blendleri hazırlanarak daha işlenebilir polimerler elde edilebilmektedir. 1994 yılından günümüze kadar iletken polimerlerle ilgili yapılan çalışmalar iletken polimerlerin mekanik özelliklerinin geliştirilmesi işlenebilirlik kolaylıklarının ve iletkenliklerinin artırılabilmesi, fiziksel ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesi konularında yoğunlaşmıştır (Sukumar, 1994). Bu çalışmalar ışığında iletken polimerler pek çok yerde kullanılmaktadır.

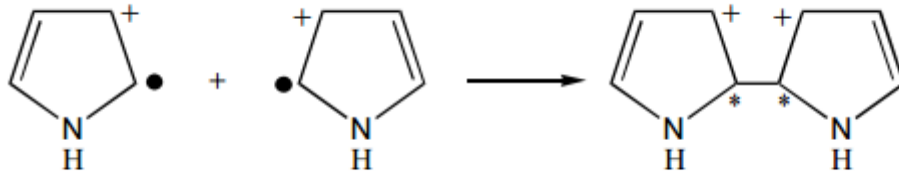
2.2.2.1. Polipirolün Oluşum Mekanizması

1. Basamakta bir pirol molekülü dışarıya bir elektron vererek radikalik bir katyon oluşur.

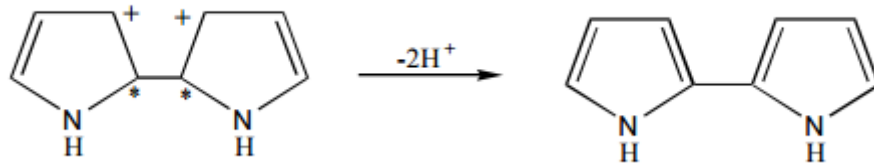


Oluşan bu radikalik katyonun rezonans halleri aşağıda verilmiştir.

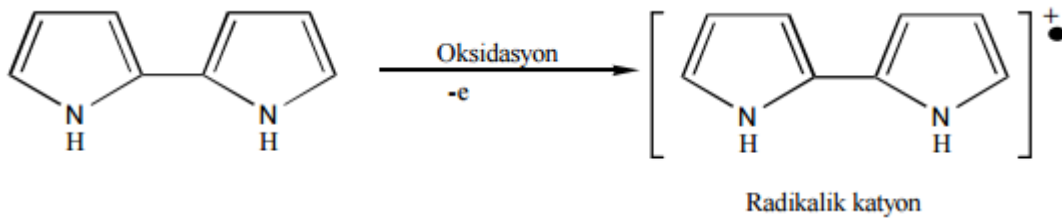
2. Basamakta oluşan radikalik katyon diğer bir radikal ile birleşir.



3. Basamakta deprotonasyon gerçekleşir ve 2 H⁺ iyonu dışarı verilir.



4. Basamakta oluşan dimer molekülü bir elektron vererek yeni bir radikal meydana getirir.

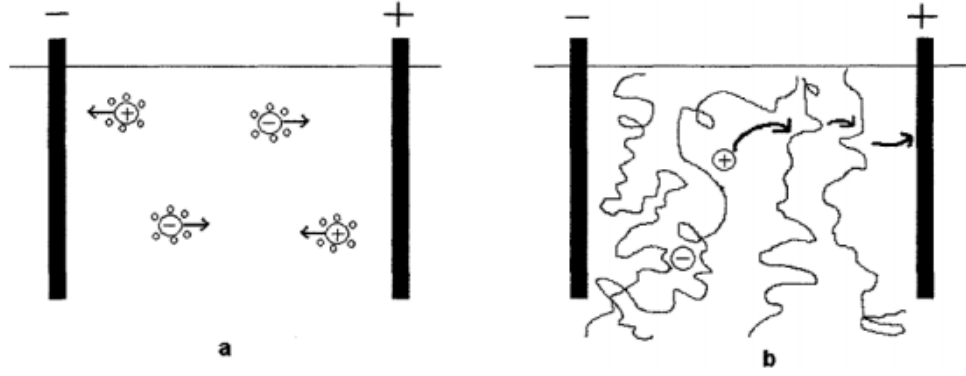


Oluşan yeni radikal başka bir radikal ile birleşir ve tepkime bu şekilde zincirleme olarak devam eder (Wang ve ark., 2001).

2.3. İletken Polimerlerde İletkenlik

2.3.1. İletken Polimerlerde İyonik İletkenlik

Bazı polimer molekülleri tuzlar için katı çözücüdürler. Bu özellikten yararlanılarak elektriği iyonik malzeme üzerinden ileten polimerler hazırlanabilmektedir. Suda çözünen NaCl'nin elektriği iletmeye mekanizmasına dayanarak bu tür polimerdeki iyonik iletkenlik açıklanabilmektedir.



Şekil 2.3.1.1: Sulu çözeltideki NaCl tuzunun iyonik iletkenliğinin polimerde çözünmüş bir tuzun iyonik iletkenliği ile karşılaştırılması, a) Sulu NaCl çözeltisi, b) Polimerde çözünmüş tuz

NaCl çözeltisinde Na⁺ ve Cl⁻ iyonlarının elektrik potansiyeli altında zıt elektrotlara göçü ile elektrik iletilir (Şekil 2.3.1.1a). Ortamdaki çözücü moleküllerin çözünen iki iyonu solvatize etme yeteneğine bağlı olarak iyonların birbirinden ayrılması kolaylaşır. Genelde iyonik iletkenlik gösteren polimerlerin yapısında elektron verici bir grup bulunmaktadır. Polimerin yapısında yer alan bu gruplar tuzun katyonik bileşiği ile zayıf bağlar oluştururlar. Böylece polimer, tuzun her iki iyonunu veya birini solvatize eder ve iyonların ayrılmasını kolaylaştırır. İyonlar birbirinden yeterince uzaklaşmadığı sürece iyon çifti olarak kalmayı tercih edeceklerinden yük taşıyıcı olarak görev yapmayacaklardır. Ancak solvatizasyon ile iyonlar yeterince birbirinden ayrılırsalar da uygun elektroda göç etmek için yeterli hareketliliğe sahip değilseler, böyle bir sistem zayıf iletkenidir. Bu nedenle polimerlerin yeterince esnek olması ve iyon göçüne izin verecek yeterli serbest hacme sahip olması gerekir kısaca, polimerin camsı geçiş sıcaklığı ve kristallik derecesi düşük olmalıdır (Sacak 2005). Örneğin, katyon, bir polimer molekülünden diğerine atlayarak katoda doğru göç edecektir (Şekil 2.3.1.1b). Burada iyon difüzyonuna olanak sağlayan serbest hacmin, iyon taşınmasındaki önemi ortaya çıkmaktadır. Bu mekanizma, amorf polimerin, elektriksel iletkenliğini açıklamada niçin daha uygun olduğunu ve sıcaklığın yükselmesiyle iletkenliğin niçin arttığını açıklamaktadır (Şahmetlioğlu, 2004).

2.3.2. İletken Polimerlerde Elektronik İletkenlik

Elektriği, elektronik yolla ileten poliasetilen, polianilin, polipirol gibi polimerlerde iletkenlik mekanizması henüz tam olarak aydınlatılamamıştır. Elektronik iletkenliğin açıklanmasına yönelik kuramsal yaklaşımlardan birisi band kuramıdır. Birer elektronu bulunan benzer iki atomun bir araya gelerek oluşturduğu iki atomlu bir bileşiğin (H₂), bağ

yapmadan önceki ve bağ yaptıktan sonraki elektron düzeyleridir (Batır, 2009). Polimerlerde delokalize elektronlar tarafından sağlanan elektriksel iletkenlik metallerde ve yarı iletken sistemlerde olduğu gibi Band Teorisi ile açıklanır. Bu teoriye göre organik maddeler yüksek enerjili elektronlar ile iletkenlik bandı arasında geniş enerji aralığına sahip delokalize elektronlara sahiptirler ve bu nedenle yalıtkandırlar (Kittel, 1986). Elektriksel iletkenliğin olabilmesi için elektronların serbestçe hareket etmesi gerekir. Bu da dolu ve boş bantların birbirine bitişik olması ile sağlanabilir. Eğer bir maddede enerji bantlarından biri elektronlarla tamamen dolu ve kendisinden sonra gelen boş enerji bandı ile arasındaki enerji farkı büyük ise, madde yalıtkandır. Metallerde ise bu enerji bandı olmadığı için elektronlar kolayca hareket edebilecek ve böylece iletkenlik sağlanmış olacaktır. Buna göre bazı polimerler, metallere yalıtkanlar arası bir iletkenliğe sahiptir. Bu polimerlere iletken polimerler denir. Bir polimerin iletkenliğinin büyüklüğü, örgüsündeki yük taşıyıcıların sayısı (n) ve bunların hareket yetenekleriyle (μ) yakından ilişkilidir. Bu ilişki, e elektron yükünü göstermek üzere, $\sigma = n \times \mu \times e$ şeklindedir. Artı yük taşıyıcıların bulunduğu tuz çözeltilerinde ve yarı iletkenlerde, artı yük taşıyıcıların iletkenliğe olan katkısı yukarıdaki bağıntıya eklenmelidir (Saçak, 2004).

2.4. İletkenlik Teorisi ve Katkılaması

İP malzemelerin sentezleri, hem onların polimerizasyon mekanizmaları hem de iletken ve nötral halleri arasında redoks dönüşümlerindeki özellikleri nedeniyle yoğun bir şekilde çalışılmıştır (Nalwa 1997). Nötral (yüksüz) halinde, İP neredeyse iletken değildir (Langea ve Mirskyb 2011). İP'in kendine özgü iletkenliği konjuge yapılı monomerin yükseltgenmesi (p-doplama) veya indirgenmesi (n-doplama) durumunda taşınan yük sayesinde oluşmaktadır (Ates 2011).

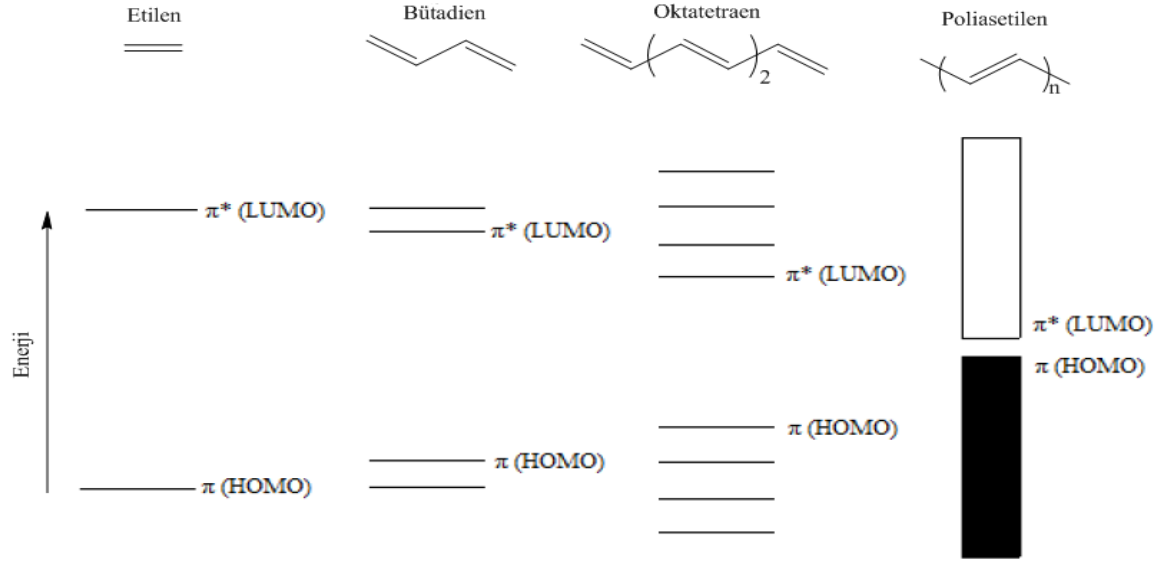
Elektrik akımı ya elektronik ya da iyonik olarak iletilir. Elektrik akımının elektronlarla iletilmesine elektronik (metalik) iletkenlik, iyonlar yardımıyla iletilmesine elektrolitik iletkenlik olarak adlandırılır. iletkenliğin birimi S/cm'dir. Metallerin iletkenliği elektronik iletkenliktir ve bu iletkenlik band teorisi ile açıklanabilir. Yalıtkanlık, yarı iletkenlik ve iletkenliği band kuramıyla açıklarsak;



Şekil 2.4.1: İletkenlik band kuramının şematik olarak gösterimi

Her enerji düzeyinin kendine özgü elektron bulundurma ve elektronları taşıma yeteneği vardır. Şekil 2.4.1’de görüldüğü gibi elektron bulunduran enerji düzeyine değerlik bandı, bu bandın üst kısmındaki enerji düzeyine ise iletkenlik bandı adı verilmektedir. İletkenliğin sağlanması için değerlik bandında bulunan elektronların iki band arasında var olan ve genellikle E_g olarak gösterilen band boşluğu aralığını aşarak iletkenlik bandına taşınması gerekmektedir. Eğer bu aralık elektronların aşamayacağı kadar büyükse (10 eV’den büyük), elektronların iletkenlik bandına geçmesi zor olmakta ve bu maddeler oda sıcaklığında “yalıtkan” olarak isimlendirilirler. Eğer bu aralık küçükse (10 eV’den küçük) ve geçiş bir uyarılma (termal uyarma, titreşimsel uyarma veya fotonlarla uyarma vb. yollarla) sonucu gerçekleşiyorsa bu tip maddelere “yarı iletken” denir. Metallerde ise değerlik bandı ve iletkenlik bandı üst üste olduğu için elektronların geçişi kolayca gerçekleşir ve iletkenlik sağlanmış olur ve bu maddelere ise “iletken” maddeler denir.

Poliasetilen, polianilin ve polipirol gibi konjuge polimerlerin optik absorpsiyon çalışmaları sonucunda, bu polimerlerin değerlik bandını iletkenlik bandından ayıran band boşluğu aralığının yarı iletkenlerde olduğu gibi 1.4 - 3 eV arasında olduğu anlaşılmıştır. İletken polimerler, metallerle yalıtkanlar arasında yer alan yarı iletken madde statüsüne girmektedir.



Şekil 2.4.2: İletken polimerlerde gerçekleşen konjugasyonun band boşluğuna etkisi (Arslan 2012).

İletken polimerde elektronların taşınması fotokimyasal, indirgen ya da yükseltgen madde ile muamele edilerek ve katkılanma sonucunda gerçekleştirilebilir. Örneğin; fotokimyasal yöntemle elde edilen polimerler foto-iletken polimer olarak adlandırılır. Polikonjuge polimerlerde ise; normalde yalıtkan olmalarına rağmen indirgen veya yükseltgen madde ile muamele edilip tuzları hazırlandığı zaman iletkenlikleri metallerle yarışabilecek düzeye gelmektedir (Randriamahazaka ve ark. 2005). Sıcaklık artışıyla metallerin iletkenliği azalırken, yarı iletkenler gibi iletken polimerlerin de iletkenliği artmaktadır (Saçak 2004 ve Coşkun 2009).

2.5. İletken Polimerlerin Sentez Yöntemleri

İletken polimerleri sentezlemek için belli başlı dört metot kullanılmaktadır. Bunlar; elektrokimyasal polimerizasyon, kimyasal polimerizasyon, piroliz ve katalitik polimerizasyon teknikleridir. Bu polimerizasyon metotlarından sıkça kullanılanları elektrokimyasal polimerizasyon ve kimyasal polimerizasyondur. İletken polimerlerin sentezinde, başlangıçta kullanılan monomerler sonuçta oluşan polimerin yapısında korunabilen tipik aromatik veya çoklu konjuge bağ yapısına sahiptirler. Örneğin asetilenin polimerizasyonu sonucu konjuge etilen birimleri içeren polietilen oluşmaktadır. Benzenin polimerizasyonunda ise birbirine kovalent bağlı aromatik zincirli poli(p-fenilen) oluşur. Bu şekilde elde edilen iletken polimerlerin yapısında π – konjugasyonunun uzatılması çok önemlidir.



Şekil 2.5.1: Elektrokimyasal sentez için kullandığımız üçlü elektrot sistemi: monomer ve elektrolit çözeltisinde dalmış olan referans, çalışma ve karşıt elektrot.

2.5.1. Elektrokimyasal Yöntem

Elektrokimyasal yöntem, iletken polimer sentezinde eskiden beri bilinen bir yöntem olup, değişik tekniklerle beraber günümüzde de sıkça uygulanmaktadır. Bu metotta, monomer uygun bir çözücü veya destek elektrolitle beraber polimerleşme hücresine konularak yapılan elektroliz sonucunda, elektrot yüzeyinde veya çözeltide polimer elde edilebilmektedir. Polimerleşme hücresi genellikle, çalışma, karşı ve referans elektrottan oluşan üç elektrotlu bir sistemdir. Hücre içine konulan sulu veya susuz ortamdaki monomer çözeltinin, dönüşümlü voltametri (DV) tekniği ile uygun bir voltamogramı alınarak sabit akım veya sabit potansiyelde polimerleşme gerçekleştirilmektedir. Burada dikkat edilmesi gereken nokta, monomerin yükseltgenme veya indirgenme potansiyelinde çözücü olarak, destek elektrolit ve elektronların reaksiyon vermemesidir. Monomerin indirgenmesi veya yükseltgenmesi ile oluşan radikal anyon veya radikal katyon zinciri büyümekte ve bunlar da iletken polimer zincirleri oluşturmaktadır. Elektrokimyasal polimerleşmede kontrollü potansiyel veya akım uygulaması (sabit potansiyel ve sabit akım elektroliz), başlangıcı ve bitiş basamaklarının kontrol edilebilmesi gibi üstünlükleri vardır. Bu yüzden kimyasal yöntemle göre daha saf, yan ürünlerden ve kirlilikten arınmış ürünler elde etmek mümkündür (Batır, 2009).

2.6. Kompozit Malzemeler

İstenen amaç için tek başlarına uygun olmayan farklı iki veya daha fazla malzemeyi istenen özellikleri sağlayacak şekilde belirli şartlar ve oranlarda fiziksel olarak, makro yapıda

bir araya getirilerek elde edilen malzemeye kompozit malzeme denir. Kompozit malzemelerde yapıyı oluşturan bileşenler birbiri içinde çözünmezler, kimyasal olarak inert davranırlar. Ancak, özellikle metalik sistemlerde düşük oranlarda bile olsa, bir miktar çözünme ile bileşenler arasında kompozit özelliklerini etkileyebilen ara yüzey reaksiyonları görülebilir.

2.6.1. Kompozit teknolojisinin gelişimi

Kompozit malzemelerin bilinen en eski ve en geniş kullanım alanı inşaat sektörüdür. Saman ile takviye edilmiş çamurdan yapılan duvarlar ilk kompozit malzeme örneklerindedir. Bugün taş, kum, kireç, demir ve çimento ile oluşturulan kompozit malzeme evlerimizi oluşturmaktadır. Kompozit malzemeye en güncel örneklerden biri de selüloz ve reçineden oluşan kâğıttır.

Günümüzde kompozit malzemelerin kullanım alanı çok geniş boyutlara ulaşmıştır. Kompozit malzemelerin başlıca kullanım alanları ve bu alanlarda sağlanan avantajlar şu şekilde sıralanabilir: ev aletleri, elektrik ve elektronik sanayi, havacılık sanayi, otomotiv sanayi, iş makineleri, inşaat sektörü.

2.6.2. Kompozit malzemelerin avantajları ve dezavantajları

Kompozit malzemelerin birçok özelliklerinin metallerinkine göre çok farklılıklar göstermesinden dolayı, metal malzemelere göre önem kazanmışlardır. Kompozitlerin avantajları şöyledir: Yüksek mukavemet, kolay şekillendirebilme, elektriksel özellikler, korozyona ve kimyasal etkilere karşı mukavemet.

Bütün bu olumlu yanların dışında kompozit malzemelerin dezavantajları aşağıda sıralanabilir:

- Kompozit malzemelerdeki hava zerrecikleri malzemenin yorulma özelliklerini olumsuz etkilemektedir.
- Kompozit malzemeler değişik doğrultularda değişik mekanik özellikler gösterirler.
- Aynı kompozit malzeme için çekme, basma, kesme ve eğilme mukavemet değerleri farklılıklar gösterir.
- Kompozit malzemelerin delik delme, kesme türü operasyonları liflerde açılmaya neden olduğundan, bu tür malzemelerde hassas imalattan söz edilemez.

2.6.3. Kompozit türleri ve sınıflandırılması

Fiber ve matris olarak kullanılabilen malzemeler amaca uygun olarak çok çeşitli olabilmektedirler. Fakat genellikle seramik, polimer ve metaller kullanılmaktadır.

2.6.3.1. Polimerik kompozitler

Polimerik kompozitler; korozyona dirençli, uzun süreli kullanımlara yatkın, işlenmeleri kolay, hafif, karmaşık geometrilerde biçimlendirilebilen, birim kütle başına yük taşıma özellikleri yüksek malzemelerdir.

Fiber olarak kullanılan plastik, yük taşıyıcı bir özelliğe sahip iken, matris olarak kullanılan plastik, esneklik verici, darbe emici ya da istenen amaca göre kullanılan plastiğin özelliğine sahip olmaktadır. Kullanılabilecek plastik türleri de iki ayrı grupta incelenebilir:

2.7. İletken Polimerlerin Kopolimerizasyonu

Kopolimerizasyon, homopolimerlerin gösterdiğinden daha iyi özellikler elde edilebilen malzemeler için ümit vaat eder. Bu amaçla, 0.1 M NaClO₄/ACN elektrolit ortamında Polipirol (PPy), 3,4-Etilendioksitiyofen (PEDOT) in farklı oranlardaki kopolimerleri elektrokimyasal olarak sentezlendi. PPy, PEDOT elektrokopolimerizasyonu ve bunların kopolimeri P(Py-co-EDOT), homopolimerlerinin özelliklerini geliştirmek için çalışıldı. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EES), taramalı elektron mikroskopu-enerji dağılımlı X-ışınları analizi (SEM-EDX) ve FTIR ile karakterize edildi.

2.8. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi

Elektrokimyasal Empedans spektroskopisi (EES) hem redoks hem de İP'i kapsayan elektroaktif polimer filmlerinin kinetik çalışmaları için yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Sundfors ve ark. 2002). Empedans spektroskopik metotlar kullanılarak karbon yüzeylerinin elektrokimyasal özellikleri ile ilgili ise son yıllarda birçok çalışma yapılmıştır (Taberna ve ark. 2003, Ates 2011 ve Kumar ve ark. 2010). EES çözelti direnci, yük taşıma işlemleri, difüzyon empedansı ve çift katmanlı kapasitansı kapsayan elektrokimyasal sistemin elektrokimyasal özellikleri hakkında bilgi sağlamak için en etkili ve güvenilir metotlardan biridir (Barsoukov ve Macdonald 2005). EES iletken polimer elektrotların özelliklerinin analizi için en belli başlı tekniklerden biridir. EES tekniği çeşitli teorik modeller kullanılarak literatürde geniş olarak tartışılmıştır (Bisquert ve Compthe 2001 ve Ates 2011). Bu yüzden, İP'in empedans modeline iki temel yaklaşım vardır. Bunlardan biri aynı ve homojen film (Vorotyntsev ve ark. 1996 ve Deslouis ve ark. 1995) iken diğeri gözenekli membranla ilgilidir

(Ren ve Pickup 1997, Rossberg ve ark. 1998 ve Bisquert ve ark. 1999). Bu iki farklı yaklaşım polimer katmanlarının yapısına ilişkin iki farklı algı temellidir (Noel ve ark. 2003).

Metalik elektrotlar üzerinde kaplanmış olarak uygulanan İP'in empedans spektrumundaki yaygın bir özellik sırasıyla yeterince yüksek ve düşük frekanslarda $\approx 45^\circ$ (Warburg-tipi yanıt) den $\approx 90^\circ$ (kapasitif davranış) ye faz açısındaki bir kaymadır (Malev ve Kondratiev 2006 ve Hernández-Labrado ve ark. 2011). EES endüstriyel uygulamalar için elektrokimyasal sistemleri çalışma amacıyla iyi yapılanmış bir tekniktir. Şimdiye kadar İP'in empedans çalışmaları çoğunlukla metalik örgüler (Lina ve ark. 2011) veya metal kaplı taşıyıcılar (Ehrenbeck ve Juttner 1996) üzerine biriken substrat-bağlı katmanlar ve membranlarla sınırlanmıştır (Roûberg ve Dunsch 1999). Son zamanlarda EES biyosensörler bir iletken elektrot üzerinde inceleme molekülünün bir katmanının immobilizesiyle belirlenen protein, oligo-nükleotid ve antikor için geliştirilmiştir. (Lina ve ark. 2008).

2.9. Karbon Fiber Mikro Elektrot

Elektrokaplı yüzeyler spektroskopik, morfolojik ve elektrokimyasal metotlar gibi çeşitli tekniklerle son zamanlarda karakterize edilmektedir (Jamal ve ark. 2004). Özellikle karbon fiber mikro elektrot (KFME) üzerine elektrokimyasal olarak kaplanmış pirol, karbazol, tiyofen ve kopolimerler temelli polimerler detaylı bir şekilde çalışılmıştır (Serantoni ve ark. 2005, Sarac ve ark. 2007a ve Sarac ve ark. 2008).

Karbon fiber mikro elektrotlar, çalışma elektrotu olarak kullanılmaktadır. 3 cm uzunluğundaki karbon fiber (7 μm çaplı) kullanılarak hazırlanan tüm elektrotlar, teflon band la bakır bir kabloya tutturulmaktadır. Hazırlanan karbon fiberin ise sadece 1.0 cm si çözeltinin içine daldırılır ve üzerine elektrokimyasal olarak polimer kaplanır (Sarac ve ark. 2006). Çalışmalarımızda polimer ve nanokompozit filmlerin SEM-EDX ve FTIR-ATR analiz numunelerinin hazırlanmasında kullanıldı.

2.10. Döngülü Voltametri

Döngülü voltametri (DV) elektrokimyasal karakterizasyon için kullanılan bir tekniktir. Potansiyel, düzenlenebilen potansiyel-akım konularından iki nokta arasında ileri ve geri, belirlenen tarama hızında tarar. İP veya diğer redoks aktif türler olan elektroaktif türlerin varlığında yükseltgenme ve indirgenme pikleri gözlenebilmiştir. Yük miktarına karşılık gelen her pik altındaki alanında redoks işlemleri boyunca verilmiştir. Pikin maksimum görüldüğü durumlardan da yükseltgenme ve indirgenme potansiyelleri tahmin edilebilmiştir. Küçük tersinir sistemlerle ilişkili pikler arasında daha büyük ayırım oluyorken klasik tersinir bir

sistemde yükseltgenme ve indirgenme arasındaki fark çok küçüktür (Denuault ve ark. 2007). Ancak, İP'in DV'si genellikle geniş yükseltgenme ve indirgenme pikleri arasında önemli potansiyel ayırmadır (Wallace ve ark. 2009 ve Svirskis ve ark. 2010).

2.11. Süperkapasitörler

Elektrokimyasal kapasitörler (süperkapasitörler) elektrik enerjisini cihazlara depolamak için yaygın olarak kullanılırlar. Süperkapasitörler elektrot ve elektrotit ara yüzü arasında yük birikmesini sağlayıp enerjinin depolanıp, boşaltılması temeline dayanırlar. Bunlar elektrot çift katmanlı kapasitörler veya hızlı ve tersinir Faradaik redoks reaksiyonlar ya da elektrot malzemenin yapısına bağlı olarak her ikiside olabilmektedir. Elektrik çift katmanlı kapasitörler olarak yüksek karbon temelli malzemeler yüzey alanına sahip örneğin, aktif karbon, karbon nanotüp (KNT) ve grafen. Buna karşılık, zayıf enerji depolama kapasitesi, ve süperkapasitörün limitli hız kapasitesi karbon malzemelerin uygulamalarını sınırlar. Pseudokapasitör temelli elektrot malzemeleri metal oksit ve iletken polimerlerdir. Örneğin MnO_2 , polianilin ve politiyofen gibi. Bir diğer sorun, yüksek kapasitansa sahip elektrot materyalleri, limitli güç yoğunluğu veya çevrim sırasında stabilite problemine sahip olabilir. Son yıllarda, hibrit süperkapasitörler elektrik çift katmanlı kapasitörler ve psuedokapasitansın avantajlarının bileşimi olarak, yüksek enerji yoğunluğu ve yüksek güç yoğunluğu ile çevrim özelliklerinde elde edilebilmektedir. Kompozitler iletken polimerler ve karbon nanotüplerle hibrit süperkapasitör malzeme olarak yükleme/boşalma mekanizmalarından dolayı oldukça önemlidir. Zhu ve arkadaşları PEDOT'ın iyonik sıvılar içinde elektropolimerizasyonu ve elektrokimyasal kapasitör davranışlarını çalışmışlardır. Bu çalışmalarda nanotüp kompozit içindeki kütesini hesaplamak, EDOT'ın tiyofene göre daha pahalı olduğunu düşünerek süperkapasitör stabilite etkisini geliştirmek için kullanılmıştır. Polimerleşme aşamasında dopant ve elektrolit çeşidi polimer özelliğine çok önemli ölçüde etki etmektedir. Genelde semicircle elektrot/elektrolit arayüzünde kendi yük transfer direnci ile düşünülür ve malzeme dirençli demektir. Kapasitör davranış göstermesi azdır.

Süperkapasitör malzemelerde yük transfer direnci küçüktür. Nyquist grafiğinde dik bir doğru elde edilmesi kapasitör davranışın yüksek olması ve süperkapasitör olabileceğini işaret eder.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Malzemeler ve Metotlar

EDOT (%97), Py (%98), SDS ($\geq 99.0\%$), NaClO₄ ($\geq 98.0\%$), CH₃CN ($\geq 99.9\%$), H₂SO₄ (% 95-97), Sigma-Aldrich firmasından temin edildi.

Pirol ve EDOT monomerleri elektrokimyasal yöntemlerden döngülü voltammogram ile NaClO₄/ACN çözelti ortamında birleştirilip camı karbon elektrot sistemlerinin davranışı (ince film ve difüzyon kontrol) tespit edilecektir. Modifiye kopolimerler ve nanokompozitler, FTIR-ATR (Bruker Vertex 70-Atr), SEM-EDX (Fei Quanta Feg 250), EES (Ivium Vertex Technologies) gibi cihazlarla karakterize edilerek polimer malzemelerin kalınlık, pürüzlülük ve yapısı hakkında bilgi edilecektir. Polimer/Elektrolit sistemlerinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemi ile alternatif akım uygulaması gerçekleştirilecektir. EES yönteminden elde edilecek verilerden Nyquist, Bode-magnitude, Bode-faz, Admitans, Kapasitans gibi grafiklerle polimerin düşük frekanslı kapasitans ve çift katmanlı kapasitans değerleri elde edilmeye çalışılacaktır. Elde edilen kopolimer ve nanokompozit malzemeler camı karbon elektrodu üzerindeki kaplamalarının, süperkapasitör davranışları çalışılıp, devre analizleri ile karşılaştırılmaları gerçekleştirilecektir.

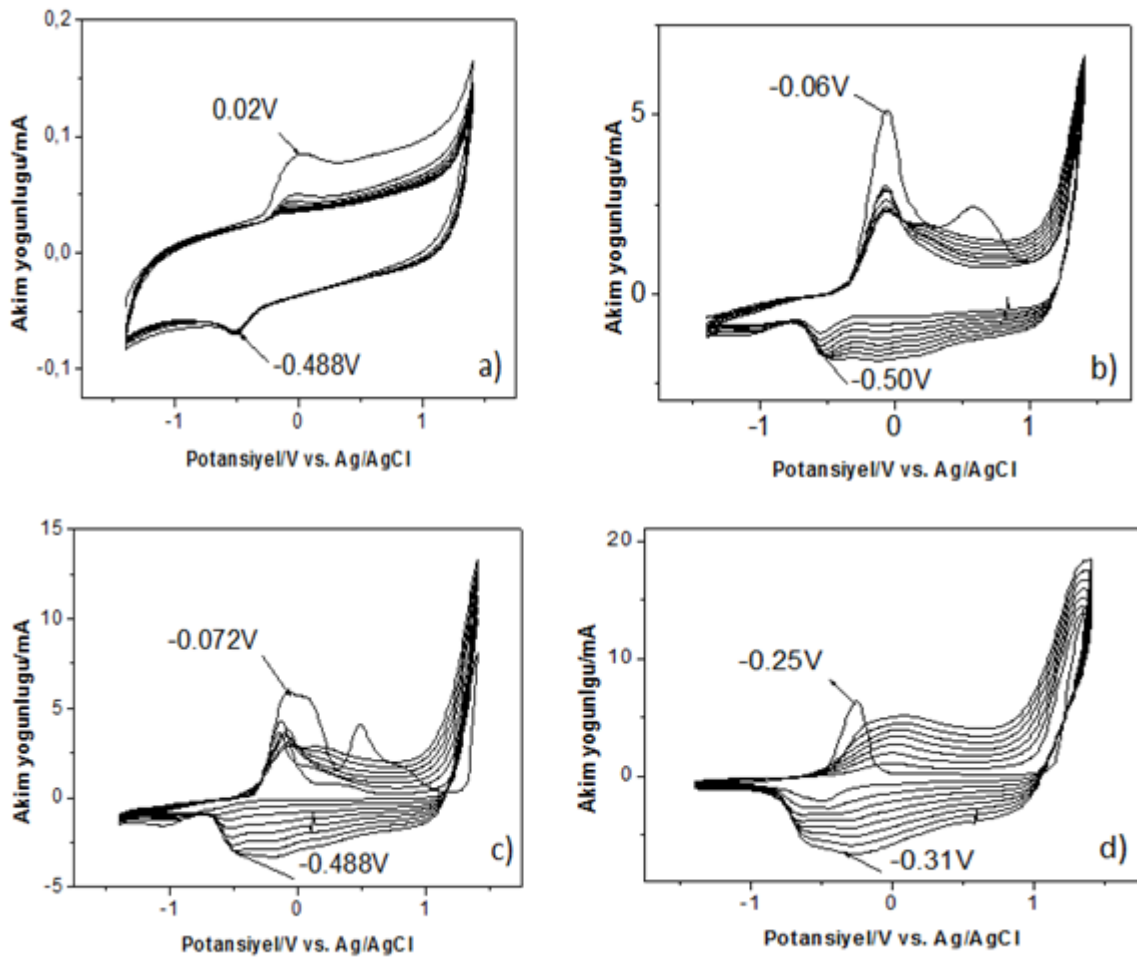
KFME'un Hazırlanması: SGL SIGRAFIL C 320 B marka karbon fiberler çalışma elektrodu olarak kullanıldı. Bütün elektrotlar yaklaşık 10 tek karbon fiber (çapı yaklaşık 7 µm) bir bakır tel üzerine parafilm ile tutturularak hazırlandı. Elektrot alanı yaklaşık 1 cm daldırma boyutu ayarlandı ve fiberin kalan kısmı teflon band ile sarıldı.

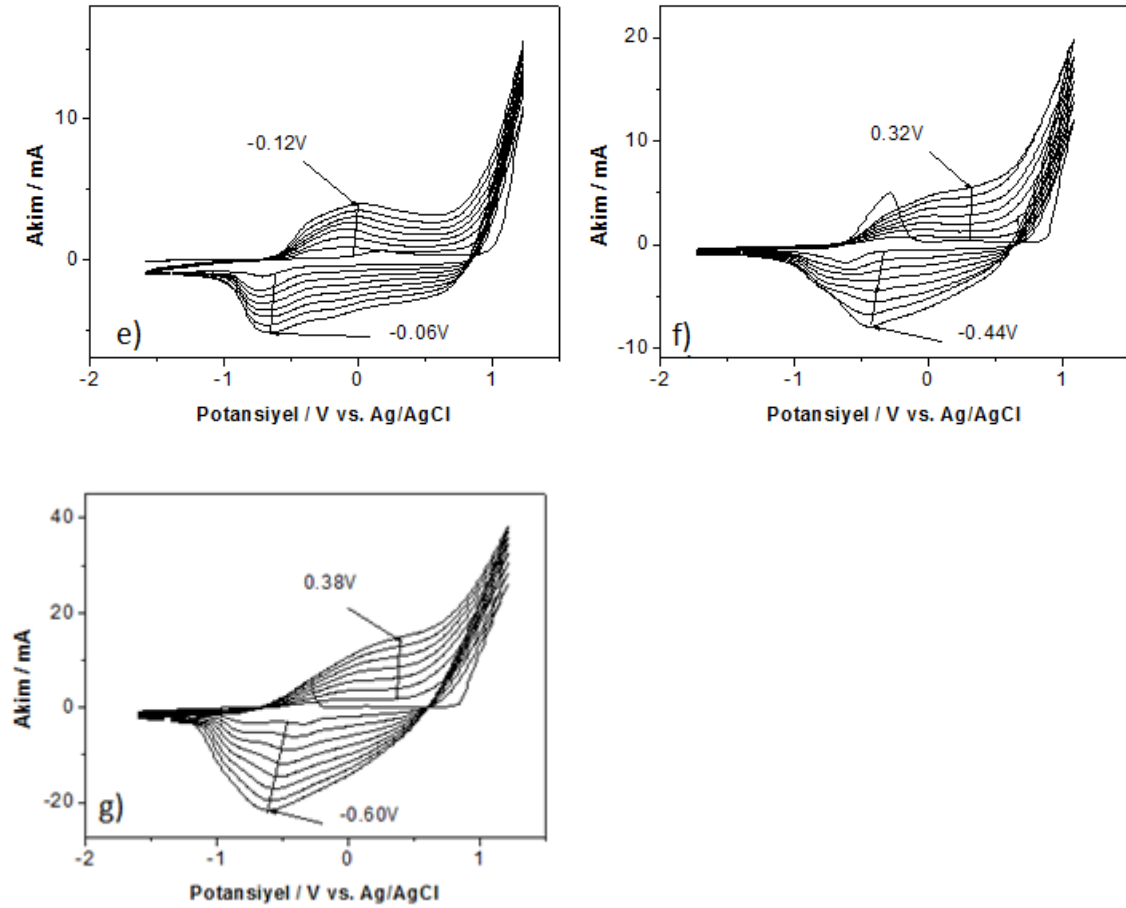
4.ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1. EDOT'IN ELEKTROKİMYASAL SENTEZİ

4.1.1. EDOT'ın 0.1M NaClO₄/CH₃CN Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi

3,4 Etilendioksitiyofenin [EDOT]₀ monomeri -1.4V ile +1.4V potansiyel aralığında 100 mV×s⁻¹ tarama hızında, camsı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak, DV yöntemiyle farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında [EDOT]₀=1 mM, 2 mM, 5 mM, 10 mM, 25mM, 50 mM, 100 mM), 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde alınmıştır (Şekil 4.1.1.1).



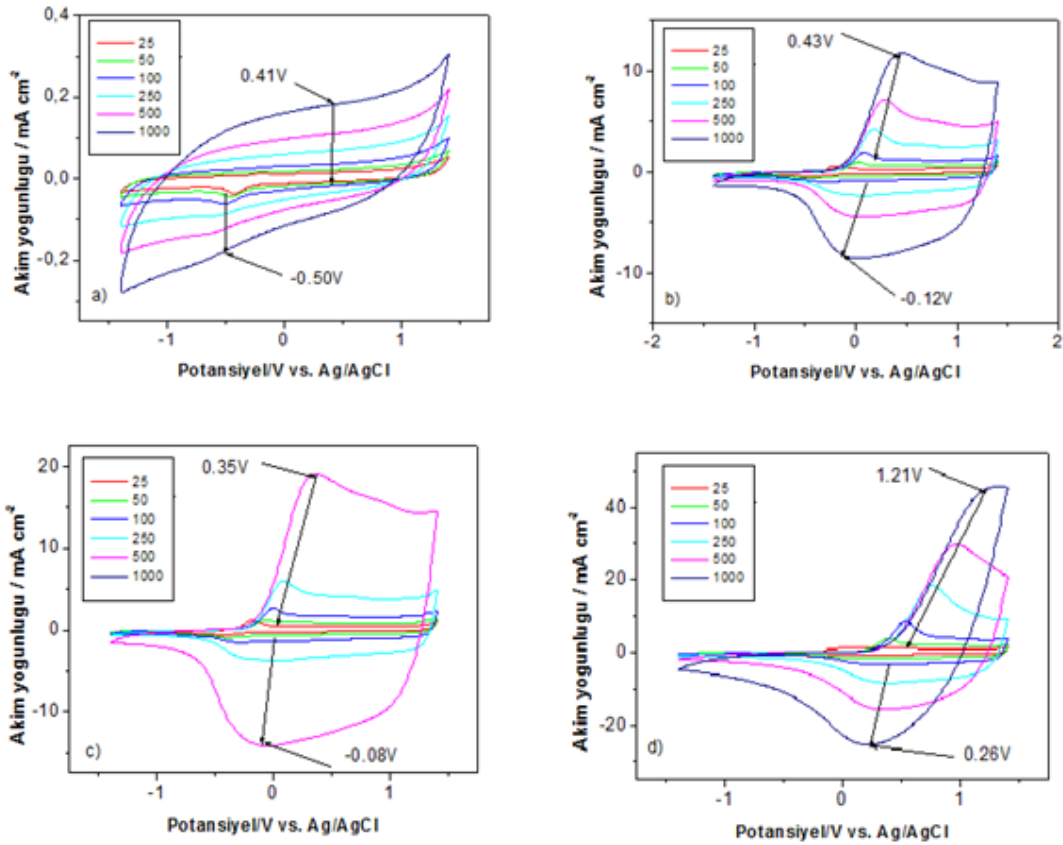


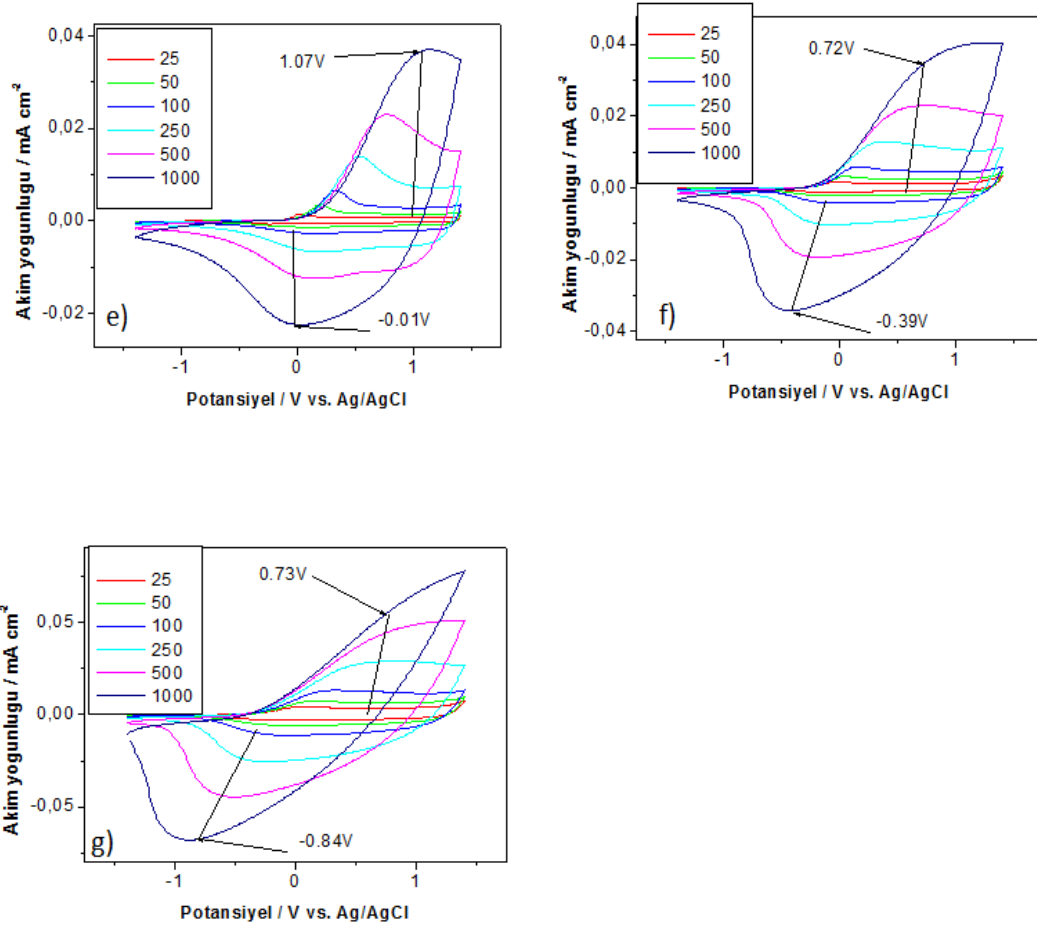
Şekil 4.1.1.1: 3,4 Etilendioksitiyofenin [EDOT] -1.4V ile +1.4V potansiyel aralığında $100 \text{ mV} \times \text{s}^{-1}$ tarama hızında, camsı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak elde edilmiş döngülü voltogramları. a) $[\text{EDOT}]_0 = 1 \text{ mM}$, b) $[\text{EDOT}]_0 = 2 \text{ mM}$, c) $[\text{EDOT}]_0 = 5 \text{ mM}$, d) $[\text{EDOT}]_0 = 10 \text{ mM}$, e) $[\text{EDOT}]_0 = 25 \text{ mM}$, f) $[\text{EDOT}]_0 = 50 \text{ mM}$, g) $[\text{EDOT}]_0 = 100 \text{ mM}$, $0.1 \text{ M NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde alınmıştır.

$[\text{EDOT}]_0/\text{mM}$	E_{An} / V	$E_{\text{Kat}} / \text{V}$	$\Delta E / \text{V}$	$i_{\text{An}} / \text{mA}$	$i_{\text{Kat}} / \text{mA}$	$i_{\text{An}} / i_{\text{Kat}}$
1	0.02	-0.48	0.5	0.03	-0.06	0.55
2	-0.06	-0.50	0.44	2.19	-1.77	1.23
5	-0.07	-0.48	0.41	2.88	3.41	0.84
10	-0.25	-0.31	0.06	4.74	-6.53	0.72
25	-0.12	-0.06	0.06	3.95	-5.17	0.76
50	0.12	-0.44	0.76	5.29	-7.81	0.67
100	0.38	-0.60	0.98	13.96	-21.32	0.65

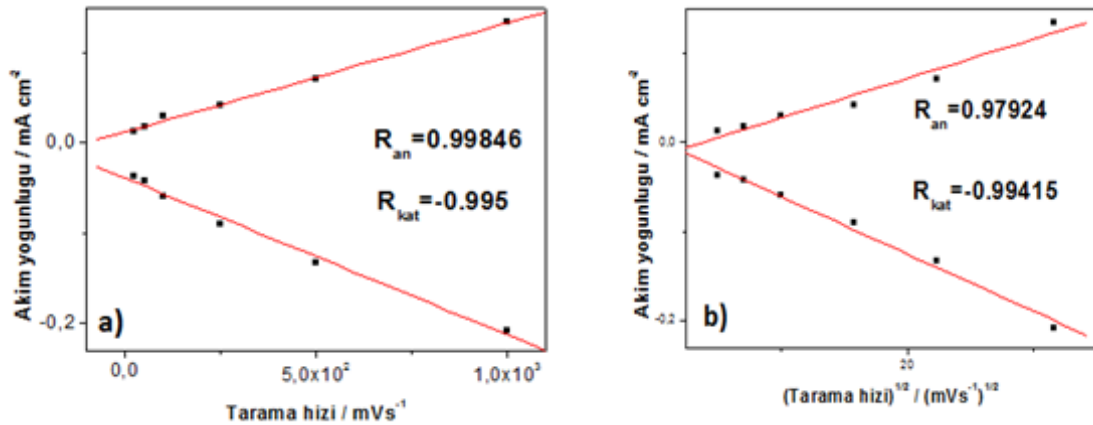
Çizelge 4.1.1.1: EDOT monomerinin farklı derişimlerde $[\text{EDOT}]_0 = (1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 \text{ mM})$ döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen redoks davranışları.

EDOT monomerinin farklı derişimlerde $[EDOT]_0=(1,2,5,10,25,50,100 \text{ mM})$ da $0.1\text{M NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisi içerisinde elektro-büyüme sırasında elde edilmiş redoks davranışları Şekil 4.1.1.1 ve Çizelge 4.1.1.1’de verilmiştir. $\Delta E < 0.059/n$ ve $|i_{An}/i_{Kat}|=0.76$ değeriyle tersinir redoks davranışa en uygun koşulu sağlamaktadır. Anodik ve katodik pik potansiyelleri arasındaki farkın en düşük olduğu elektro-büyüme redoks davranışı $[EDOT]_0= 25 \text{ mM}$ da $|i_{An}/i_{Kat}|=0.76$ olarak elde edilmiştir. EDOT’ın elektrokimyasal polimerleşmesi $0.1 \text{ M NaClO}_4 / \text{CH}_3\text{CN}$ ortamında CKE üzerine kaplama yapılarak çalışıldı. Elektrobüyüme sırasında akımın artması iletken polimerin elektrot yüzeyinde birikmesi anlamına gelmektedir. DV grafiğindeki akımların farklı yerlerde elde edilmesi PEDOT’ın elektroaktif yüzey alanının farklı başlangıç monomer konsantrasyonları ile farklı oksitlenme potansiyellerinden kaynaklandığını göstermektedir.

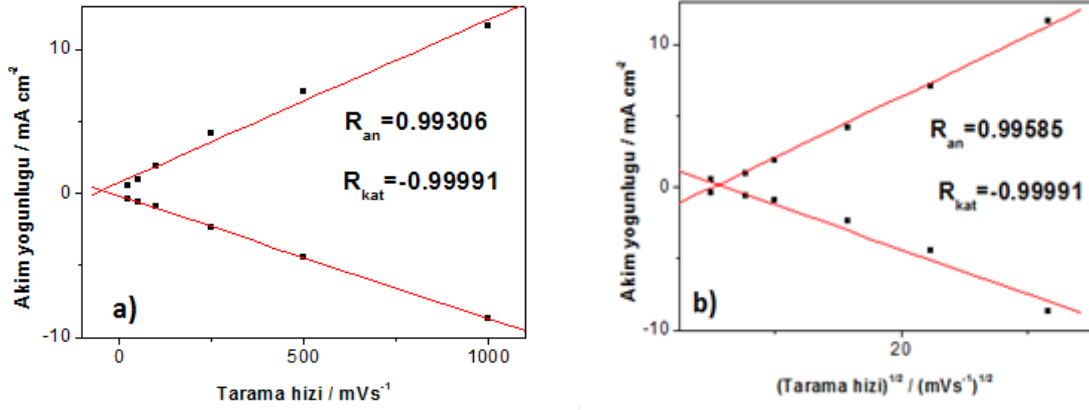




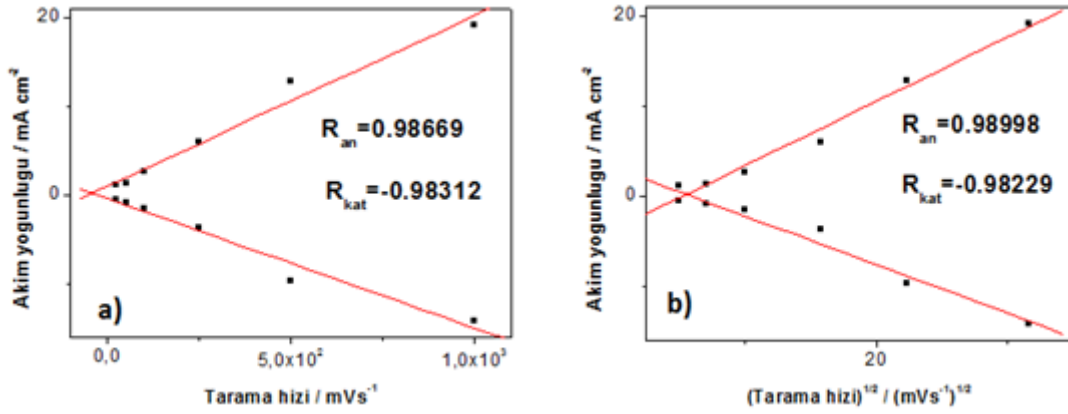
Şekil 4.1.1.2: PEDOT'ın monomersiz ortamda 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde 25, 50, 100, 250, 500, 1000 mV×s⁻¹ tarama hızlarında alınmış döngülü voltogramı. a) [EDOT]₀= 1 mM, b) [EDOT]₀= 2 mM, c) [EDOT]₀= 5 mM, d) [EDOT]₀= 10 mM, e) [EDOT]₀= 25 mM, f) [EDOT]₀= 50 mM, g) [EDOT]₀= 100 mM, 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde alınmıştır.



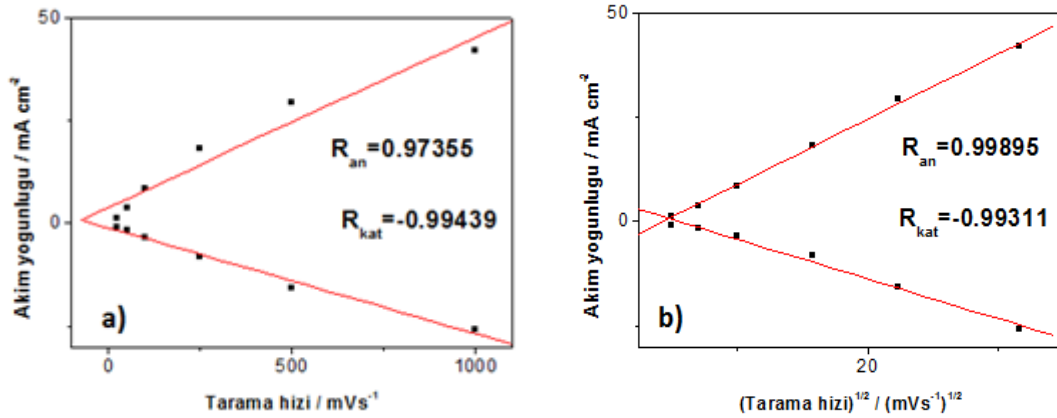
Şekil 4.1.1.3: EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀= 1 mM.



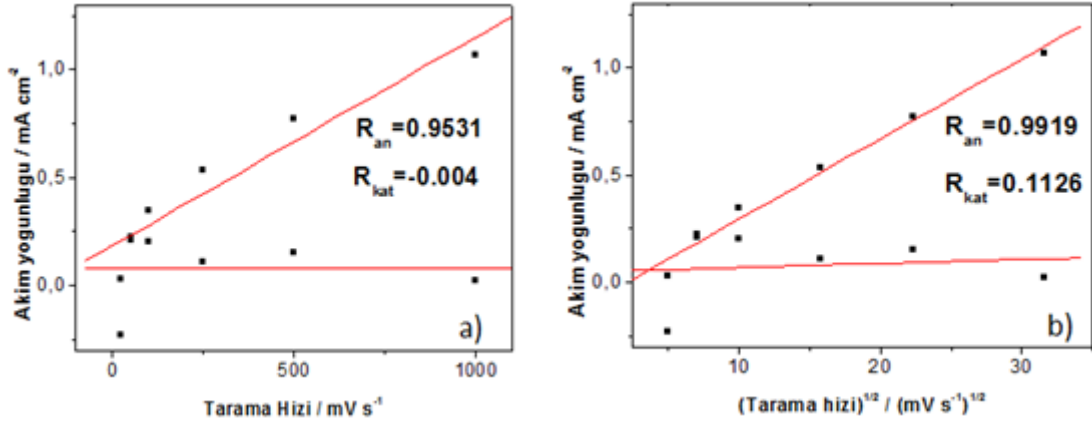
Şekil 4.1.1.4 : EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀= 2 mM.



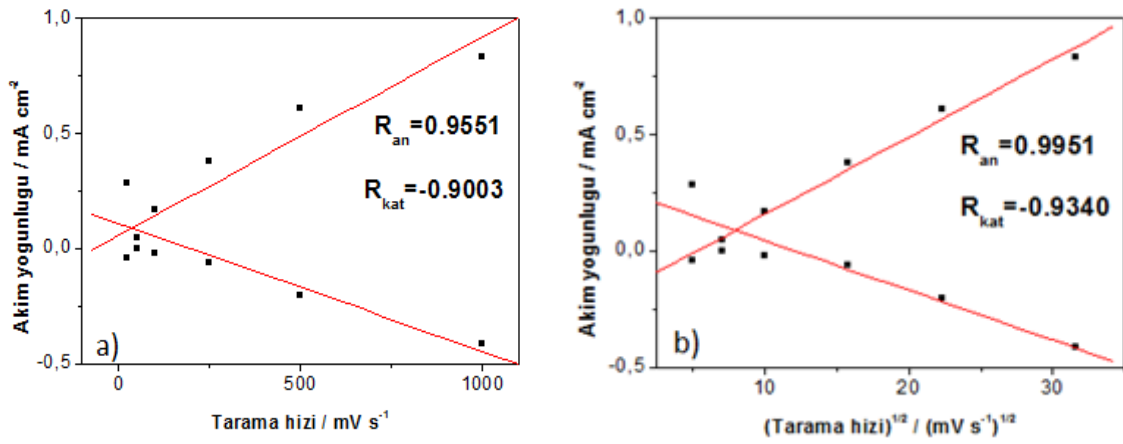
Şekil 4.1.1.5 : EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀= 5 mM.



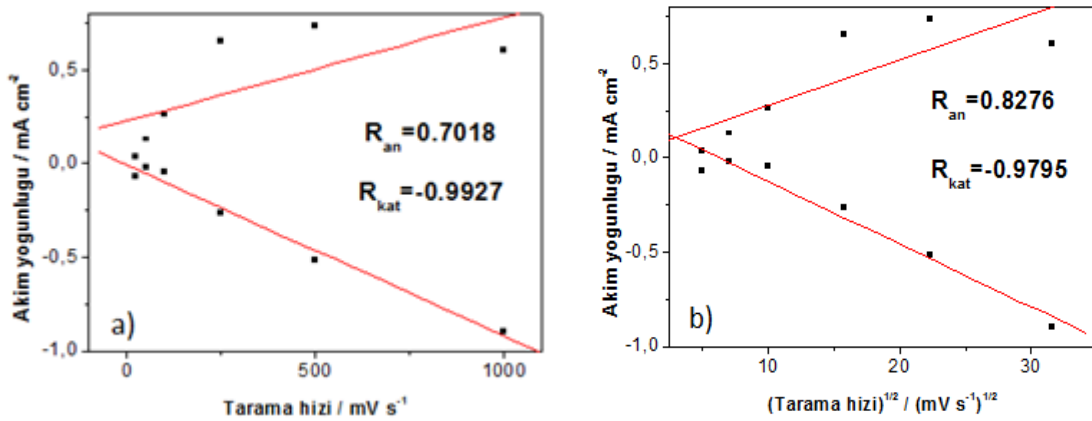
Şekil 4.1.1.6 : EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀= 10 mM.



Şekil 4.1.1.7: EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀ = 25 mM.



Şekil 4.1.1.8 : EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀ = 50 mM.



Şekil 4.1.1.9: EDOT'ın monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀= 100 Mm

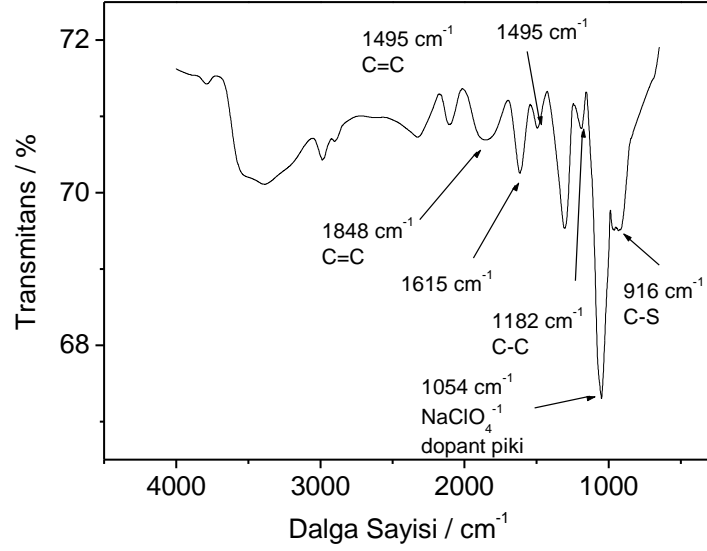
Çizelge 4.1.1.3: EDOT'ın farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında polimer filminin redoks davranışları.

[EDOT] ₀ /mM	Tarama hızı / mV×s ⁻¹		(Tarama hızı) ^{1/2} / (mV×s ⁻¹) ^{1/2}		Durum
	R _{An}	R _{Kat}	R _{An}	R _{Kat}	
1	0.9984	-0.995	0.9792	-0.994	İnce film
2	0.9930	-0.999	0.9958	-0.979	İnce film ve difüzyon kontrol
5	0.9866	-0.983	0.9899	-0.982	İnce film ve difüzyon kontrol
10	0.9735	-0.994	0.9989	-0.993	İnce film ve difüzyon kontrol
25	0.9531	-0.004	0.9919	0.1126	Difüzyon Kontrol
50	0.9551	-0.9003	0.9951	-0.9340	İnce Film ve Difüzyon Kontrol
100	0.7018	-0.9927	0.8276	-0.9795	İnce Film ve Difüzyon Kontrol

PEDOT filminin monomersiz ortamda 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltilisinde 25,50,100,250,500,1000 mV×s⁻¹ tarama hızlarında alınmış döngülü voltogramları Şekil 4.1.1.2'de verilmiştir. Elde edilen DV grafiklerinin tarama hızı-akım yoğunluğu ve tarama hızı karekökü-akım yoğunluğu grafikleri Şekil 4.1.1.3-4.1.1.9 arasında verilmiştir. Farklı başlangıç monomer konsantrasyonu [EDOT]₀=1,2,5,10,25,50,100 regrasyon katsayıları Tablosu Çizelge 4.1.1.3'te verilmiştir. Çizelge 4.1.1.3'teki polimer filminin redoks davranışları sonuçlarından [EDOT]₀= 2,5,10,50 ve 100 mM da hem ince film hem de difüzyon kontrollü davranış gösterirken [EDOT]₀= 1 mM da yalnız ince film [EDOT]₀=25 mM da difüzyon kontrollü davranış göstermektedir. İnce film ve difüzyon kontrollü davranış gösterip göstermediği Randles-Sevcik denkleminden $i = 2.69 \times 10^5 \times A \times D^{1/2} \times C_o \times v^{1/2}$ tespit

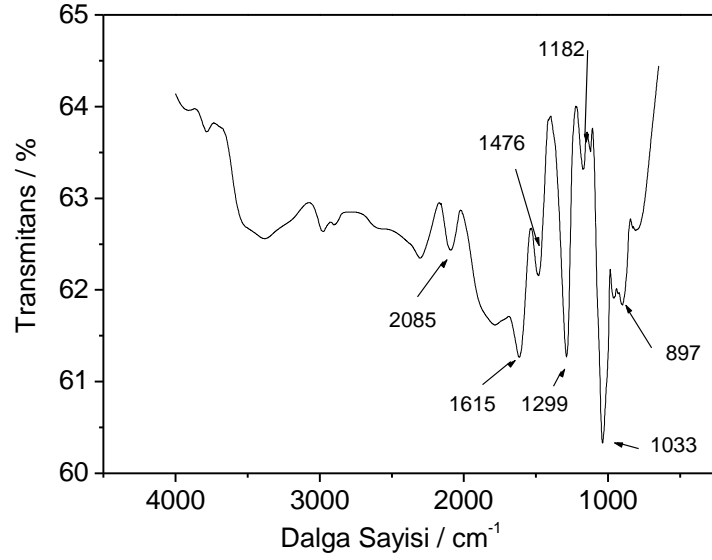
edilmektedir. Burada v (V/S) tarama hızı, $A(\text{cm}^2)$ elektrot alanı, $D(\text{cm}^2/\text{s})$ difüzyon katsayısı, $C_0(\text{mol/L})$ konsantrasyondur.

4.1.2 PEDOT'ın FTIR-ATR Analizi



Şekil 4.1.2.1. PEDOT'ın FTIR-ATR analizi; $[\text{EDOT}]_0 = 25 \text{ mM}$, 50 cycle, 0.1 M $\text{NaClO}_4/\text{ACN}$, tarama hızı: $100 \text{ mV} \times \text{s}^{-1}$.

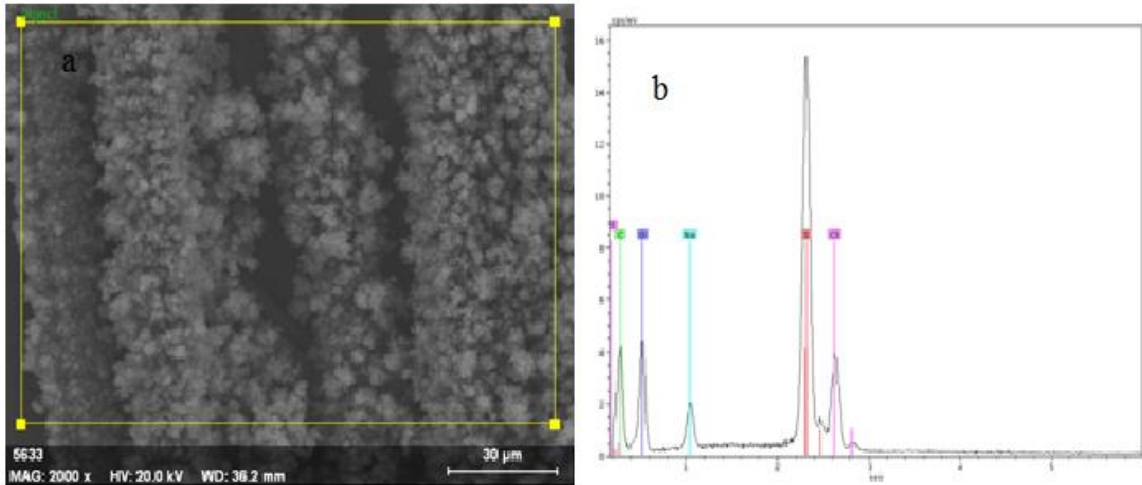
PEDOT'ın karakteristik pikleri şekil 4.1.2.1 de verildi: 916 cm^{-1} (C-S); 1054 cm^{-1} (ClO_4^- dopant piki); 1182 cm^{-1} (C-C); 1495 cm^{-1} (C=C); 1615 cm^{-1} PEDOT'ın tiyofen halkasının içindeki C=C piki; 1848 cm^{-1} (C=C) şeklinde gözlenmiştir. 1848 cm^{-1} geniş absorplanan band C=C'na ait olup polimerin doplama derecesine göre kayma gösterebilir. Quang ve arkadaşları tarafından PEDOT'ın benzoid'ten quinoid'e zincir değişmesinin rezonans yapısını rapor etmişlerdir (Quyang, 2004).



Şekil 4.1.2.2 . PEDOT'ın FTIR-ATR analizi; [EDOT]₀= 100 mM, 50 cycle, 0.1 M NaClO₄/ACN, 100 mV s⁻¹.

PEDOT'ın karakteristik pikleri şekil 4.1.2.2 de verildi: 886 cm⁻¹ (C-S); 1033 cm⁻¹ (ClO₄⁻¹ dopant piki); 1182 cm⁻¹ (C-C); 1299 cm⁻¹ (C=C); 1476-1615 cm⁻¹ PEDOT'ın tiyofen halkasının içindeki pikler; 2085 cm⁻¹ (C=C) şeklinde gözlenmiştir. 2085 cm⁻¹ geniş absorplanan band C=C'na ait olup polimerin doplama derecesine göre kayma gösterebilir.

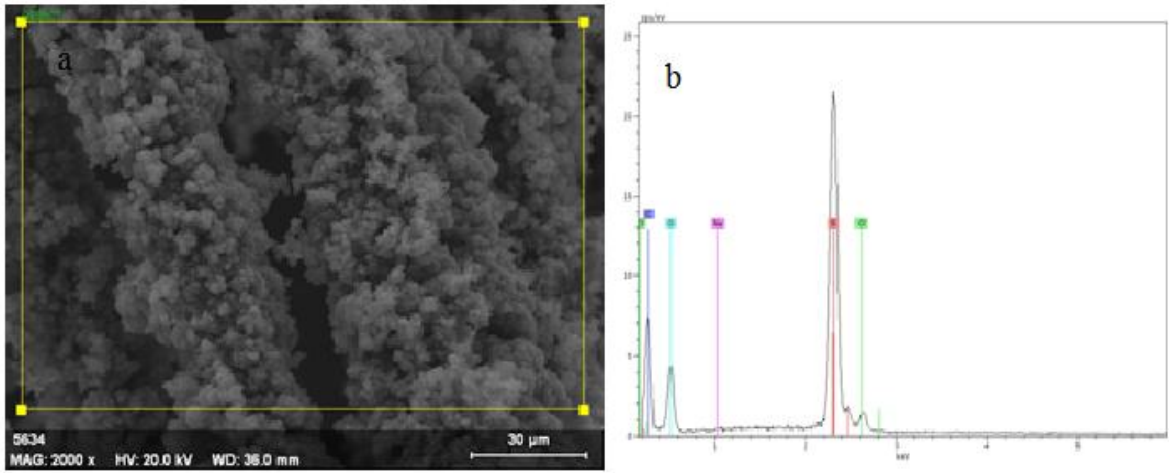
4.1.3 PEDOT/KFME SEM GÖRÜNTÜLERİ



Şekil 4.1.3.1 : PEDOT/KFME [EDOT]₀=25mM 0.1M NaClO₄ / CH₃CN ile 50 cycle ve 100 mV×s⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi

Çizelge 4.1.3.1 : PEDOT/KFME'nin EDAX analizi

Elementler / K Serileri	PEDOT / KFME
Karbon	25.14
Kükürt	52.99
Oksijen	2.66
Sodyum	14.97
Klor	4.94



Şekil 4.1.3.2 : PEDOT/KFME [EDOT]₀= 100 mM 0.1M NaClO₄ / CH₃CN ile 50 cycle ve 100 mV×s⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi.

Çizelge 4.1.3.2 : PEDOT/KFME'nin EDAX analizi

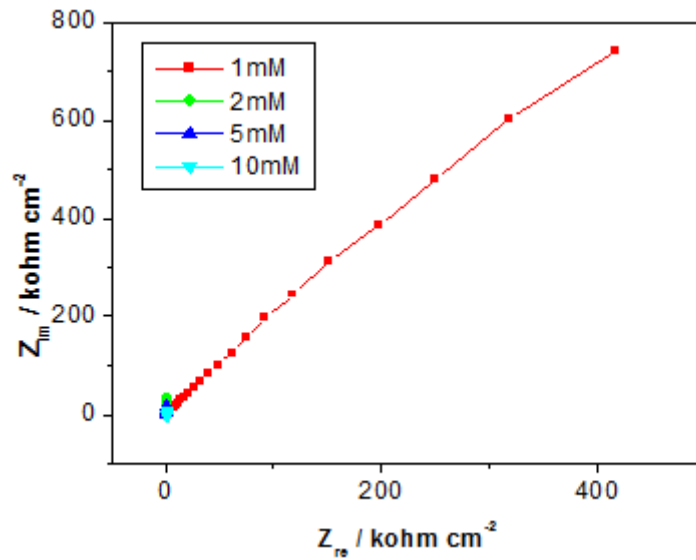
Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	32.48
Kükürt	49.07
Oksijen	0.24
Sodyum	16.79
Klor	1.41

PEDOT polimeri KFME üzerine [EDOT]₀ = 25 mM ve 0.1 M NaClO₄ / CH₃CN koşullarında 50 döngü uygulayarak 100 mV×s⁻¹ tarama hızında DV ile gerçekleştirildi. Elde edilen filmin SEM görüntüsü incelendiğinde iğne uçlu ve homojen bir polimer filmi

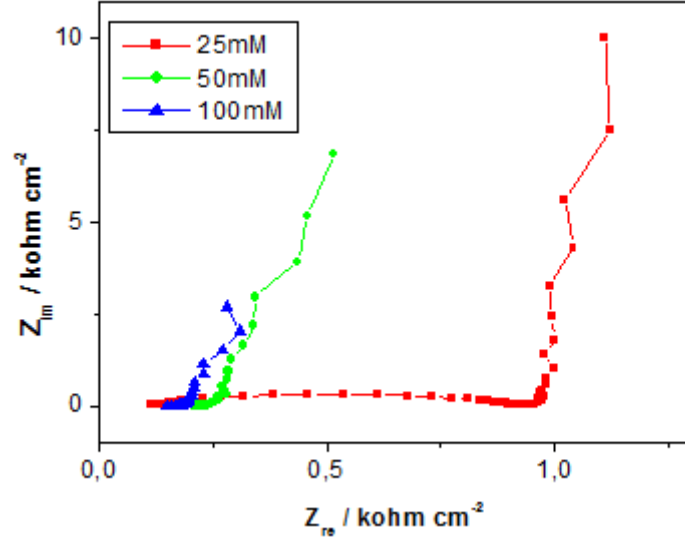
gözlemlenmektedir (Şekil 4.1.3.1). Elde edilen EDAX analizlerinde polimerin varlığına ait karbon, kükürt ve oksijen ile dopant pikinin polimer yapısına doplama ile girmesinden kaynaklı Na, Cl ve O elementleri % element miktarlarında bulunmuştur (Çizelge 4.1.3.1.). EDOT konsantrasyonu 100 mM alınarak elde edilen PEDOT/KFME yapısının SEM görüntüsü $[EDOT]_0 = 25$ mM ile aynı elde edilirken (Şekil 4.1.3.2.) EDAX analizinde doplanan sodyum element yüzdesinin %14.97 den %16.79'a arttığı tespit edilmiştir.

4.1.4 PEDOT'IN EES Analizleri

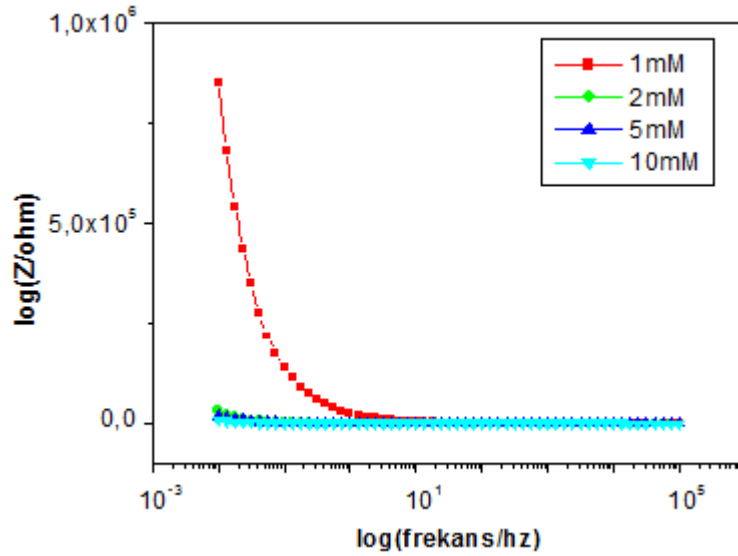
PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarındaki ($[EDOT]_0 = 1, 2, 5, 10, 25, 50$ ve 100 mM) Nyquist, Bode-magnitude, Bode-faz ve Admitans grafikleri Şekil 4.1.4.1-Şekil 4.1.4.8. arasında verilmiştir. EES ölçümleri 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1 M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltisinde CEK üzerine alınmıştır.



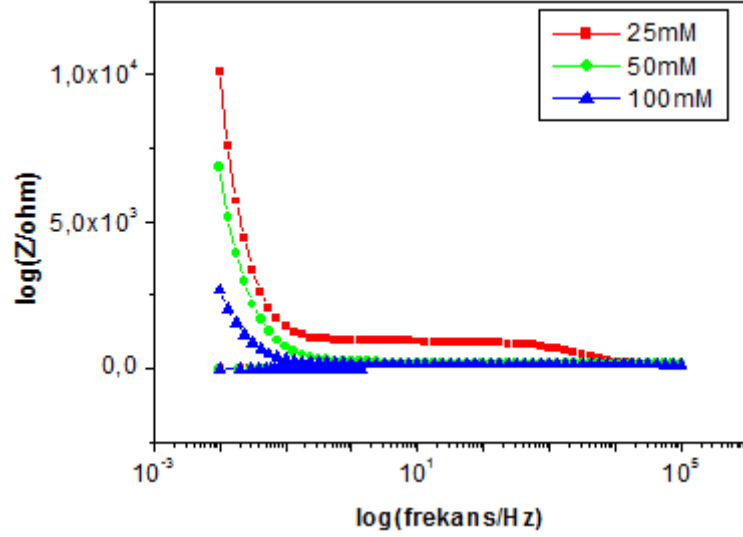
Şekil 4.1.4.1: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[EDOT]_0 = (1, 2, 5, 10$ mM) Nyquist grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltisinde CEK üzerine alınmıştır.



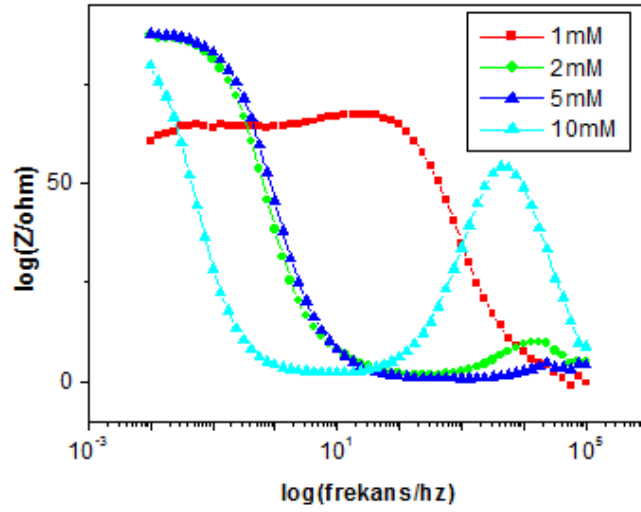
Şekil 4.1.4.2: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT]₀ =(25,50,100 mM) Nyquist grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde CKE üzerine alınmıřtır.



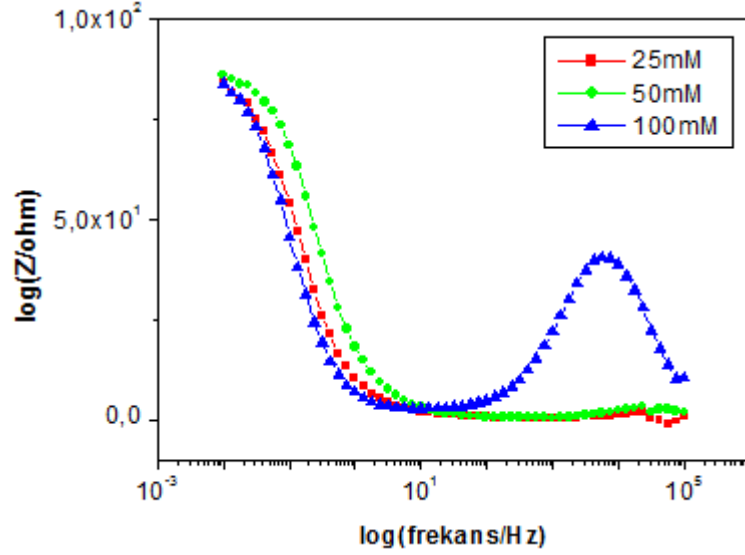
Şekil 4.1.4.3: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki [EDOT]₀ =(1, 2, 5, 10 mM) Bode magnitude grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde CKE üzerine alınmıřtır.



Şekil 4.1.4.4 : PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[EDOT]_0$ =(25,50,100 mM) Bode magnitude grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.

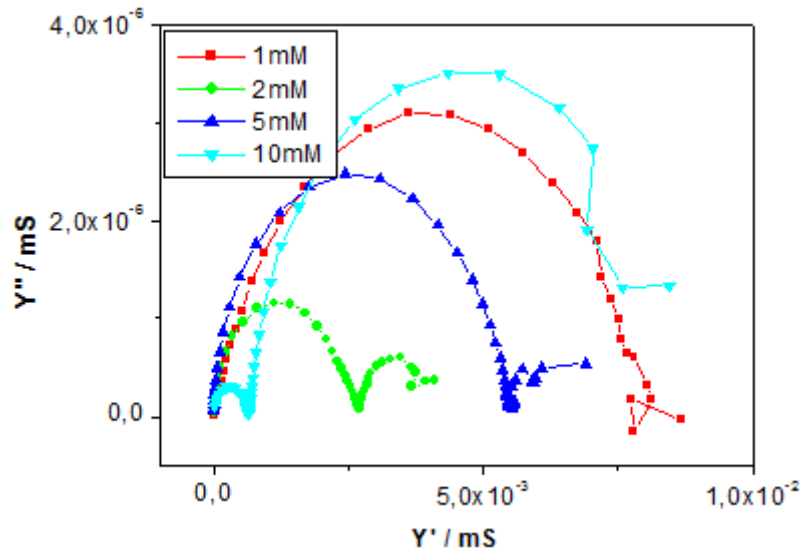


Şekil 4.1.4.5: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[EDOT]_0$ =(1, 2, 5, 10 mM) Bode faz grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltilisinde CKE üzerine alınmıřtır.

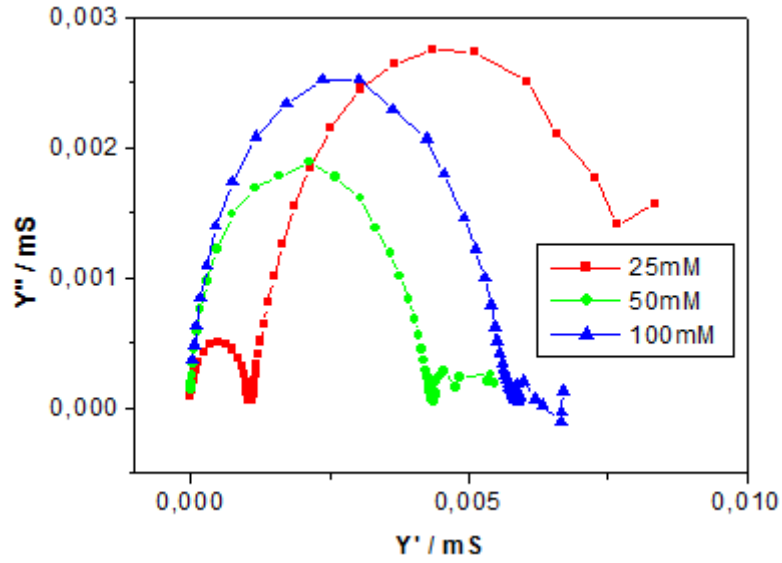


Şekil 4.1.4.6: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[EDOT]_0$ = (25,50,100 mM) Bode faz grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.

PEDOT'ın monomersiz ortamda farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında $[EDOT]_0 = 1,2,5,10,25,50,100$ mM da Bode-faz grafikleri Şekil 4.1.4.5 ve 4.1.4.6'da verilmiştir. EES ölçümlerinden elde edilen Bode-faz grafikleri sonuçlarına göre en yüksek faz açısı $\Theta = 87.7^\circ$ ile $[EDOT]_0 = 2$ ve 5 mM da elde edilmiştir. Faz açısının 90° ye yaklaşması polimer / elektrot sisteminin yüksek kapasitans özellik göstermesi ile açıklanır.



Şekil 4.1.4.7: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[EDOT]_0 = (1, 2, 5, 10$ mM) Admittance grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltilisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.1.4.8: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[EDOT]_0$ = (25,50,100 mM) Admittance grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde CKE üzerine alınmıřtır.

PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı bařlangıç monomer konsantrasyonlarındaki $[EDOT]_0$ = (1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 mM) Admittans grafikleri Şekil 4.1.4.7 ve 4.1.4.8'de verilmiřtir. Elde edilen grafiklerden PEDOT filminin $[EDOT]_0$ = 25 mM bařlangıç monomer derişiminde en yüksek iletkenliğe sahip olduđu tespit edilmiřtir.

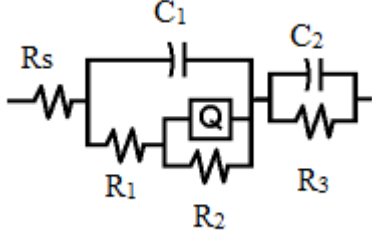
Çizelge 4.1.4.1: PEDOT'ın farklı bařlangıç monomer konsantrasyonlarında $[EDOT]_0$ = 1, 2,5, 10, 25, 50 ve 100 mM) C_{dl} , C_{sp} ve Θ_{max} deđerleri.

$[EDOT]_0$ / mM	$C_{sp}/F \times cm^{-2}$	$C_{dl}/F \times cm^{-2}$	$\Theta_{max}/Derece$
1	5.57×10^{-5}	0.001	63.3
2	9.53×10^{-5}	0.002	87.7
5	7.75×10^{-5}	0.014	87.7
10	1×10^{-3}	0.058	79.8
25	2.95×10^{-4}	0.022	83.8
50	1×10^{-3}	0.033	86.7
100	2×10^{-3}	0.085	83.7

Bu řartlarda monomer içermeyen çözeltide 0.1 Hz ve 100 kHz frekans aralıđında alternatif akım uygulayarak alınmıř elektrokimyasal empedans grafiklerinden farklı EDOT bařlangıç monomer konsantrasyonlarına karřı çift katmanlı kapasitans (C_{dl}), spesifik kapasitans (C_{sp}) ve Bode-faz grafiđinden maksimum faz açısı (Θ) deđerleri çizelge 4.1.4.1. de

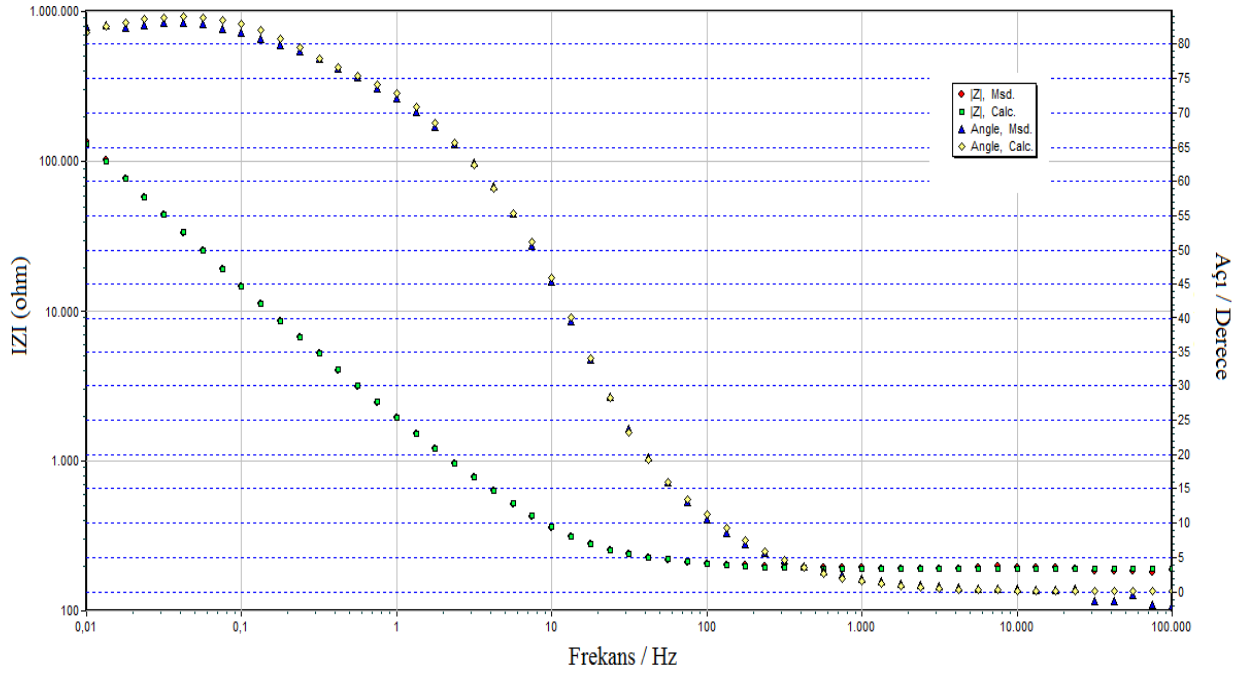
verilmiştir. En yüksek kapasitans davranış $C_{dl}=0.002 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$, $C_{sp}=0.085 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$, $\Theta_{\max}=83.7^\circ$ ile $[\text{EDOT}]_0=100 \text{ mM}$ da elde edilmiştir. Başlangıç monomer konsantrasyonunun artışı elektrot yüzeyinde ve çift katmanlı kapasitansta artışa neden olmuştur.

4.1.5.PEDOT'ın Eşdeğer Devre Uygulaması

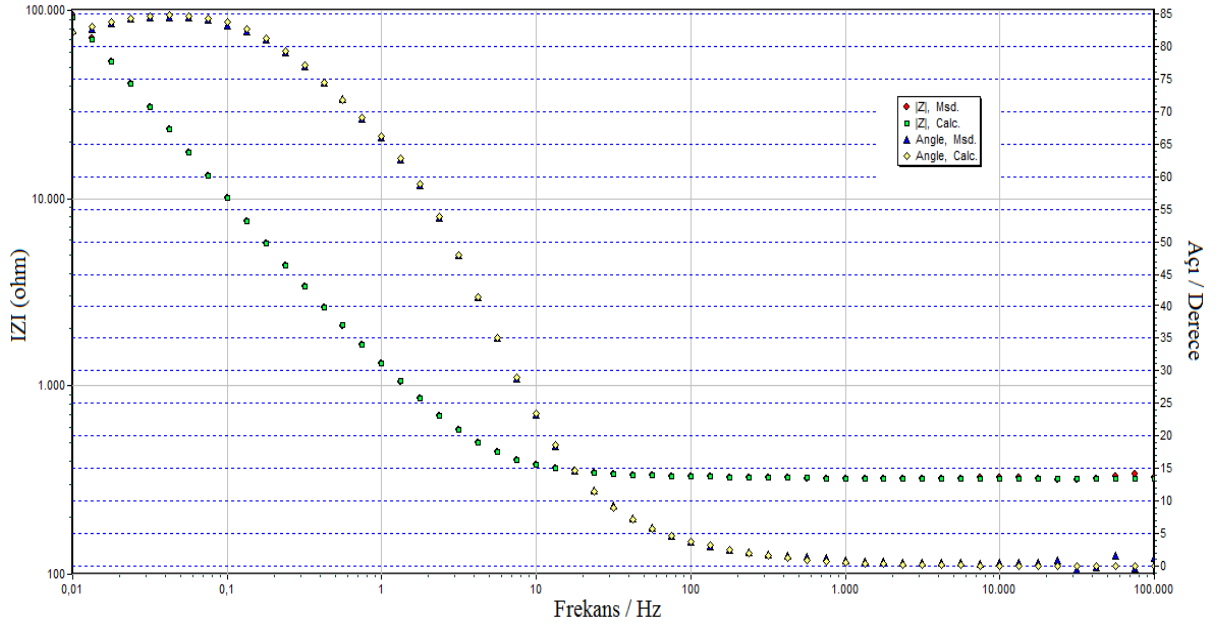


Şekil 4.1.5.1: Polimer ve kompozit malzemelerde kullanılan Eşdeğer devre modeli

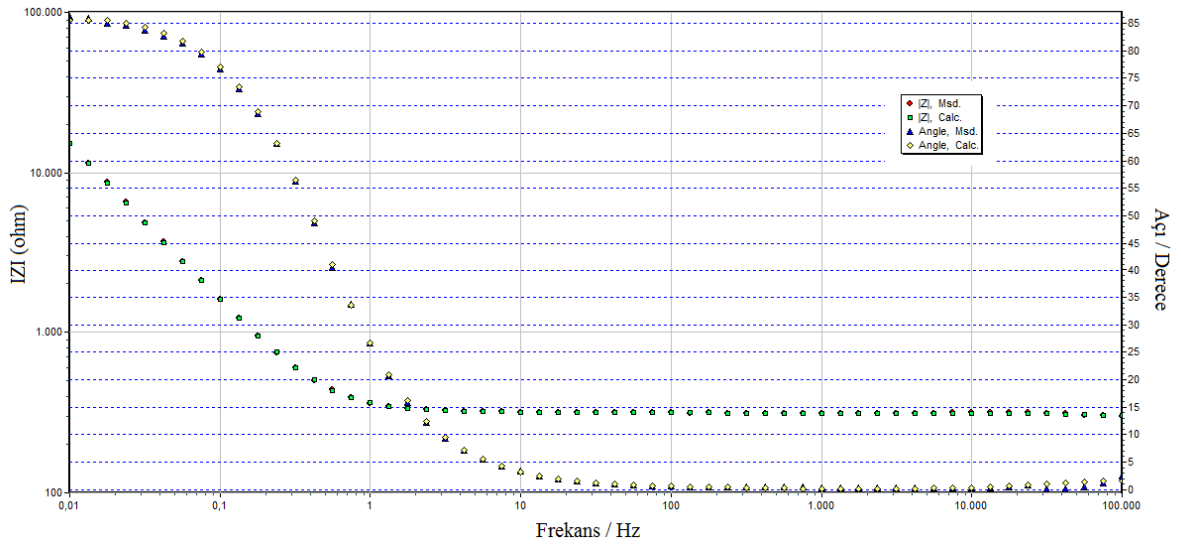
Devre elemanları incelendiğinde R_s : Elektrolit ve elektrot arasındaki çözelti direnci, C_1 : Yük transfer direnci, R_1 : Polimer ve elektrolit arasındaki yük transfer direnci, Q : Sabit faz elemanı, R_2 : polimer filmin direnci, C_2 : CKE'tan kaynaklanan çift katmanlı kapasitans, R_3 : CKE'un yük transfer direnci olarak belirtebiliriz (Ates, 2014).



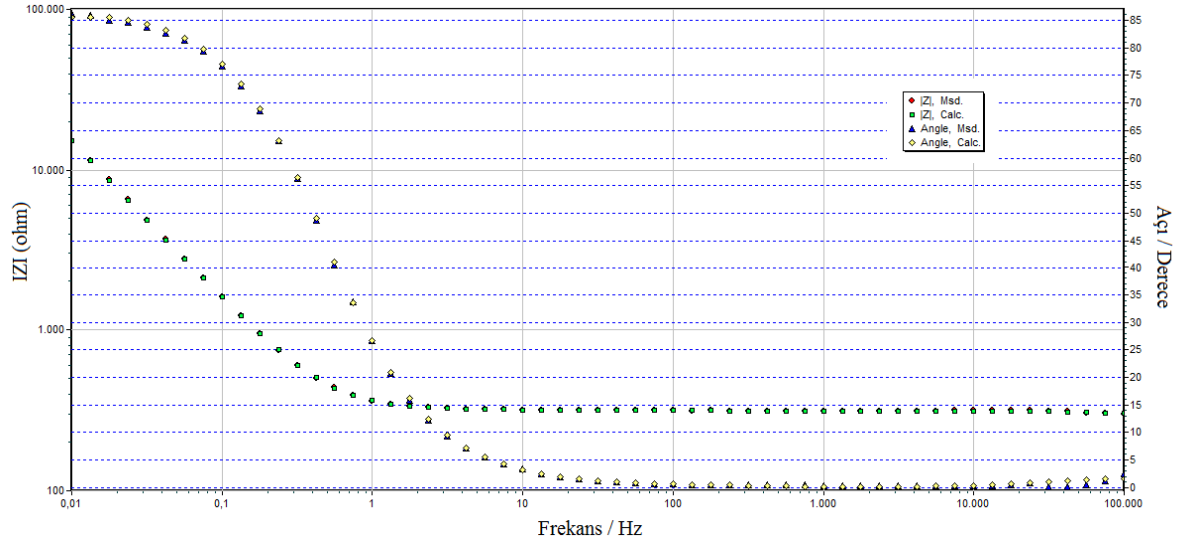
Şekil 4.1.5.2: Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[\text{EDOT}]_0= 1 \text{ mM}$, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.1.5.3: Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0 = 2$ mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.1.5.4: Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0 = 5$ mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

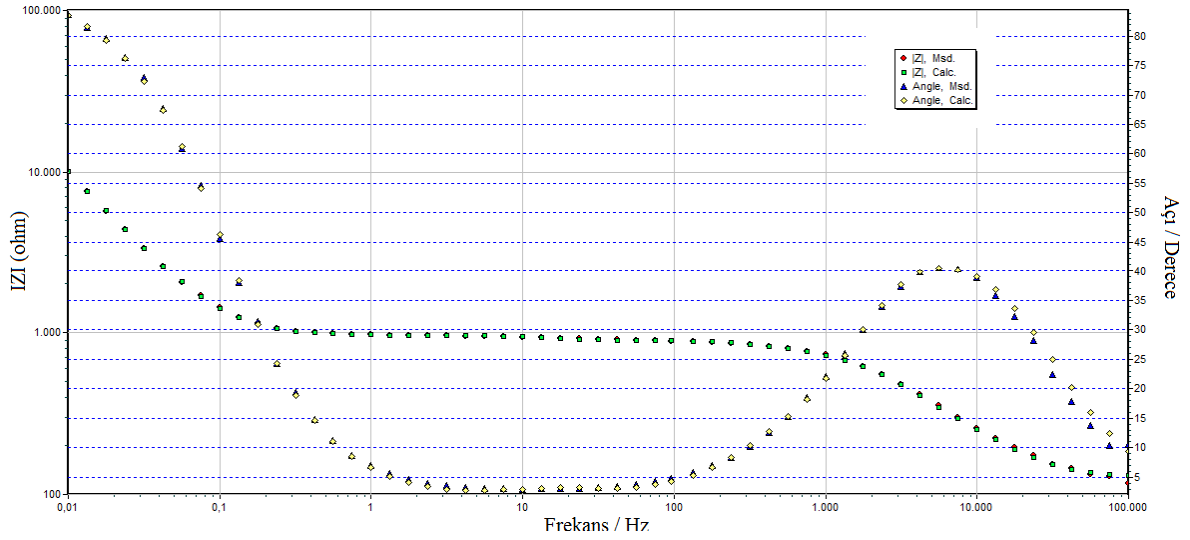


Şekil 4.1.5.5: Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0 = 10$ mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

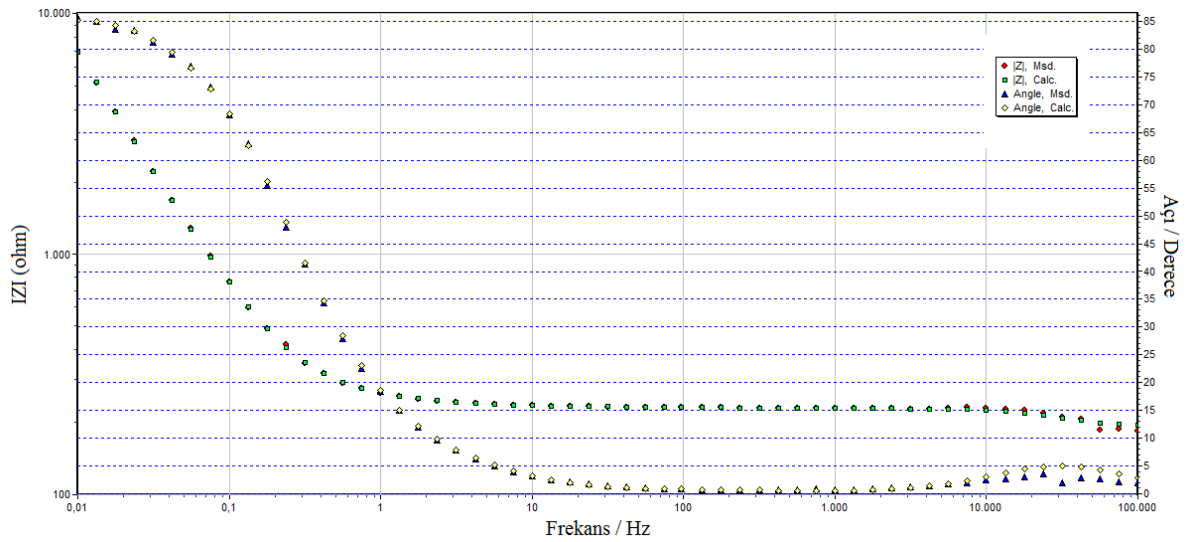
Çizelge 4.1.5.1: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile PEDOT / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. 0.1M NaClO₄ / CH₃CN, tarama hızı: 50mV/s , 8 döngü.

Devre parametreleri	$[EDOT]_0 / \text{mM}$			
	$[EDOT]_0 = 1$	$[EDOT]_0 = 2$	$[EDOT]_0 = 5$	$[EDOT]_0 = 10$
R_s / Ω	191.3	323.4	296.7	122.1
$C_1 / \mu\text{F}$	5.892×10^{-5}	0.0001015	1.226×10^{-7}	0.002071
R_1 / Ω	1915	1405	16.7	34.86
$Q / \mu\text{S} \times \text{s}^{-n}$	4.356×10^{-6}	4.587×10^{-6}	0.006977	9.909×10^{-5}
n	0.4364	0.3681	0.7969	0.8099
$R_2 / \text{k}\Omega$	0.0177	6.089×10^{-5}	6.776	4.07×10^4
$C_2 / \mu\text{F}$	6.813×10^{-5}	0.0001236	0.001122	0.001183
R_3 / Ω	27.61	12.81	33.4	2.13
χ^2	5.207×10^{-4}	1.888×10^{-4}	1.096×10^{-4}	6.104×10^{-4}

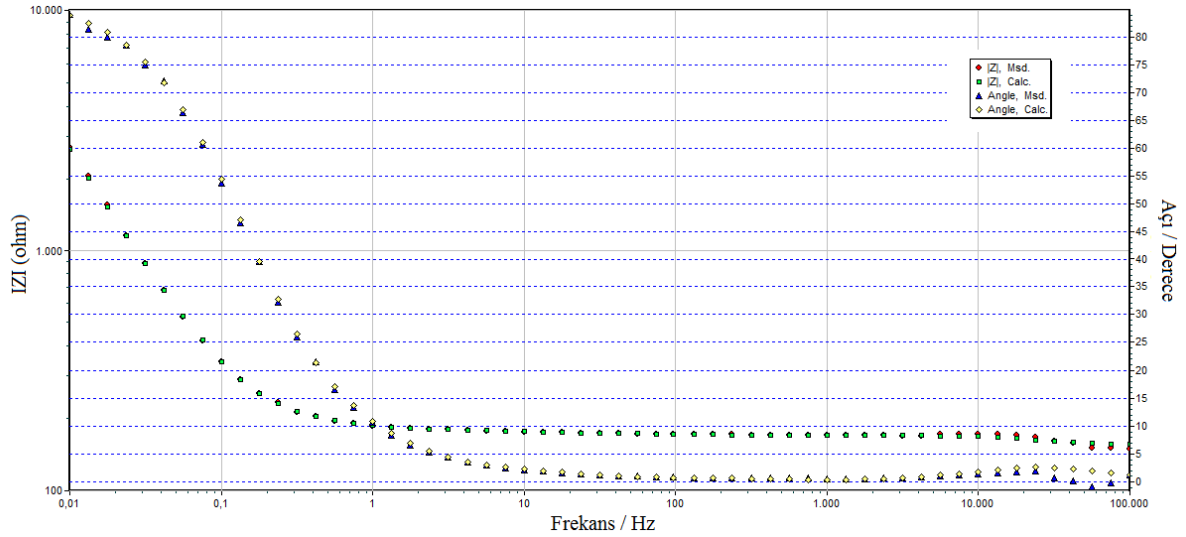
$R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli 0.01 Hz - 100.000 Hz frekans aralığında elektrolit [EDOT]= 1, 2, 5 ve 10 mM sistemi için simüle edildi. Princeton Uygulamalı araştırma ile ZsimpWin 3.22 devre modeli programıyla teorik ve deneysel devreler karşılaştırılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.1.5.1 ile Şekil 4.1.5.4'de görülen Bode-magnitüde ve faz grafiğinde de teorik ve deneysel sonuçların karşılaştığı görülmektedir.



Şekil 4.1.5.6: Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT]₀= 25 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.1.5.7: Bode-magnitüde ve faz grafiği için, [EDOT]₀= 50 mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.1.5.8: Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0 = 100$ mM, CKE üzerine kaplı PEDOT'ın $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

Çizelge 4.1.5.2: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile PEDOT / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. 0.1M NaClO₄ / CH₃CN, tarama hızı: 50mV/s , 8 döngü.

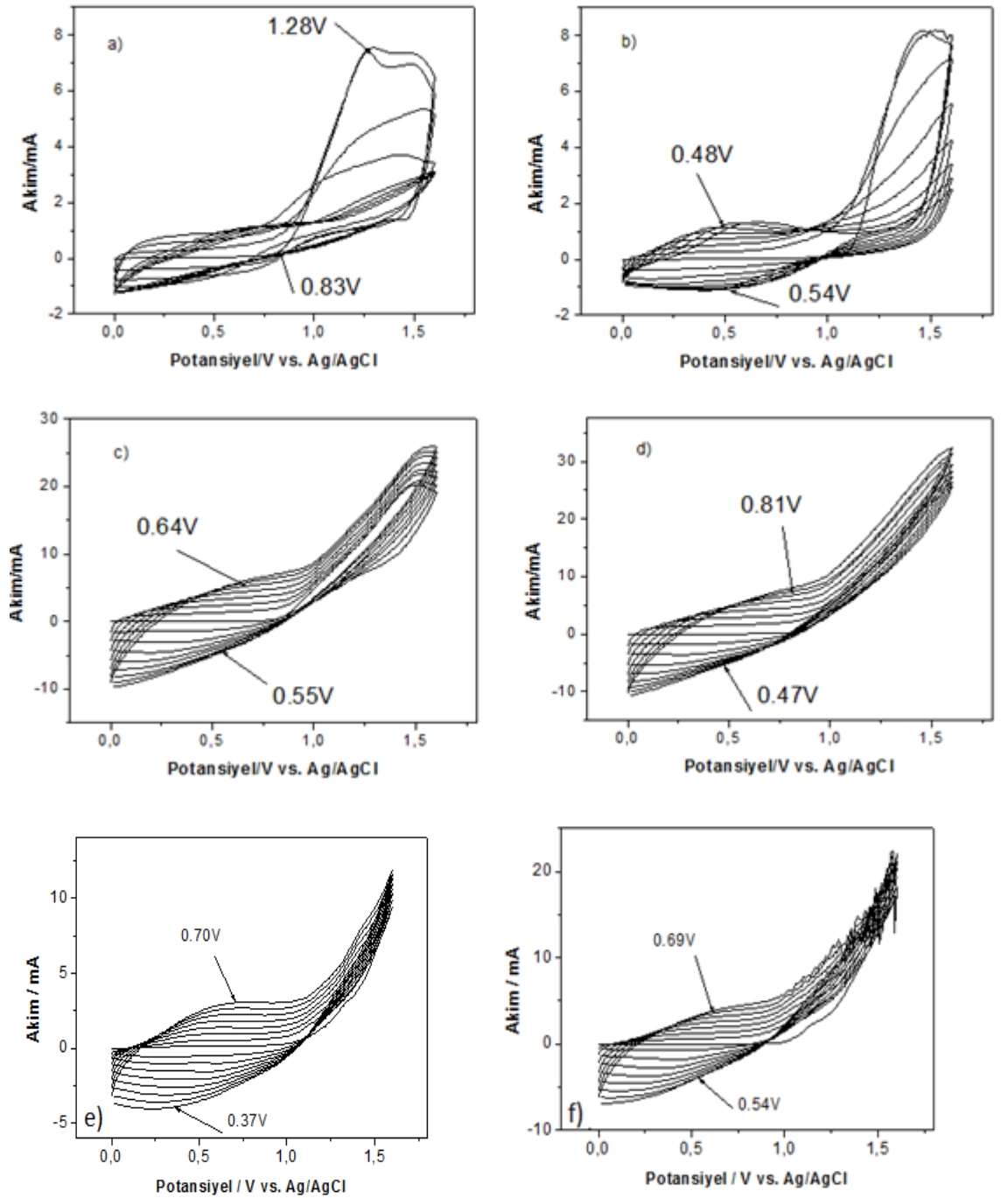
Devre parametreleri	$[EDOT]_0 / \text{mM}$		
	$[EDOT]_0 = 25$	$[EDOT]_0 = 50$	$[EDOT]_0 = 100$
R_s / Ω	127.4	191	155.3
$C_1 / \mu\text{F}$	1.635×10^{-7}	1.537×10^{-7}	0.0002823
R_1 / Ω	94.72	36.74	4.085
$Q / \mu\text{S} \times \text{s}^{-n}$	0.001396	0.02121	0.001386
n	0.9868	0.589	0.9243
$R_2 / \text{k}\Omega$	80.87	0.1021	199.2
$C_2 / \mu\text{F}$	1.358×10^{-7}	0.00233	4.542×10^{-7}
R_3 / Ω	522.3	179.8	14.67
χ^2	5.532×10^{-4}	5.250×10^{-4}	4.146×10^{-4}

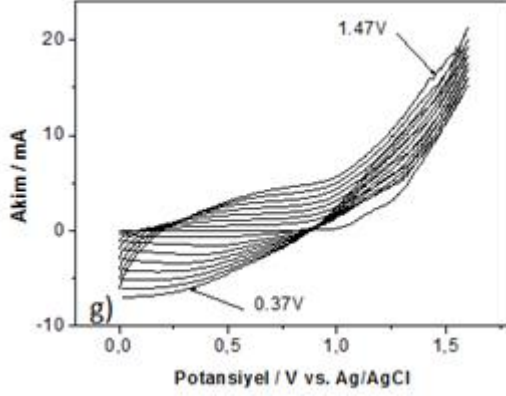
$R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli 0.01 Hz - 100.000 Hz frekans aralığında elektrolit [EDOT]= 25, 50 ve 100 mM sistemi için verildi. Princeton Uygulamalı araştırma ile ZsimpWin 3.22 devre modeli programıyla teorik ve deneysel devreler karşılaştırılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.1.5.6 ile Şekil 4.1.5.8'de görülen Bode-magnitude ve faz grafiğinde de teorik ve deneysel sonuçların karşılaştığı görülmektedir. Burada bu devrenin seçilmesinin nedeni χ^2 değerinin 10^{-4} civarında elde edilmesi ve % hata verilerinin %5 ten düşük bulunmasıdır. Devre parametreleri incelendiğinde çözelti direnci (R_s) en yüksek başlangıç monomer konsantrasyon değeri [EDOT]₀= 2 mM da $R_s= 323.4 \Omega$ olarak bulunmuştur. Diğer başlangıç monomer konsantrasyon değerlerinde R_s değerleri birbirine yakındır. EDOT konsantrasyon değeri 1 den 25 mM a doğru arttıkça polimer filmi hakkında homojen olup olmadığı bilgisini edineceğimiz n değeri de 1 yaklaşmaktadır. [EDOT]₀= 25 mM da n= 0.9868 olarak en yüksek değerde elde edilmiştir. Konsantrasyonun 50 ve 100 mM da olduğu durumlarda azalma ve tekrar artma tespit edilmiştir.

4.2. PİROL'UN ELEKTROKİMYASAL SENTEZİ

4.2.1. Pirol'un 0.1M NaClO₄/CH₃CN Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi

Pirol (Py) monomeri 0 V ile +1.6 V potansiyel aralığında 100 mV×s⁻¹ tarama hızında, camı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak, DV yöntemiyle farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında [Py]₀=1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 mM), 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde alınmıştır (Şekil 4.2.1.1).



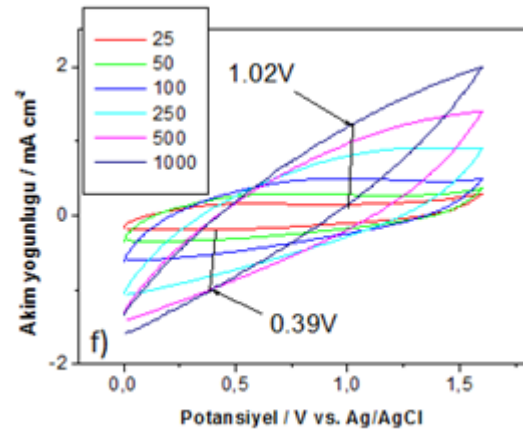
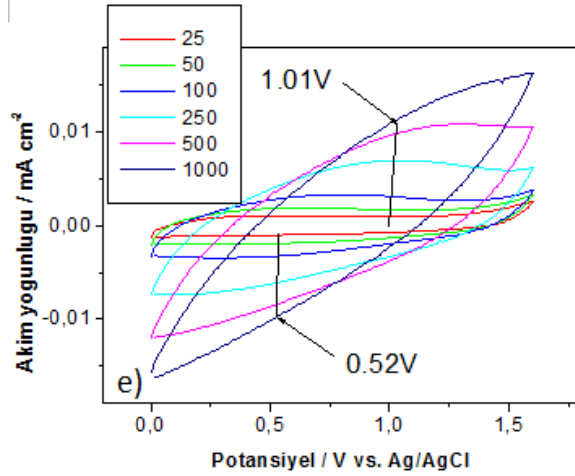
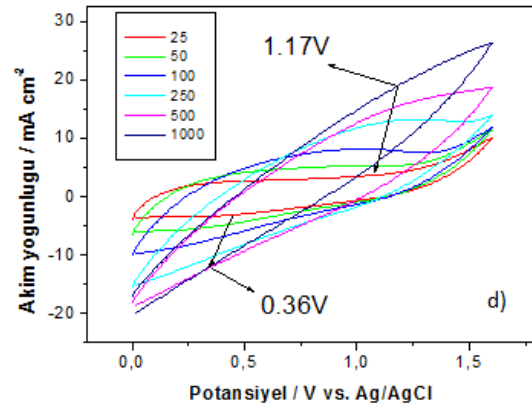
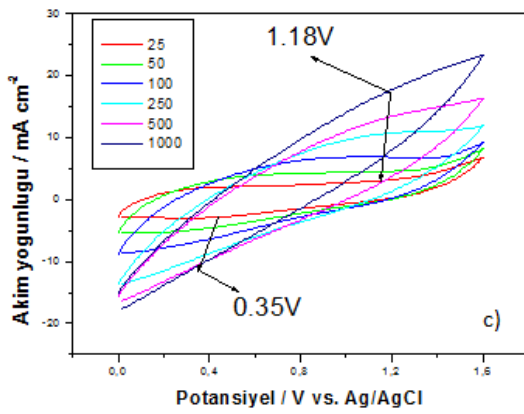
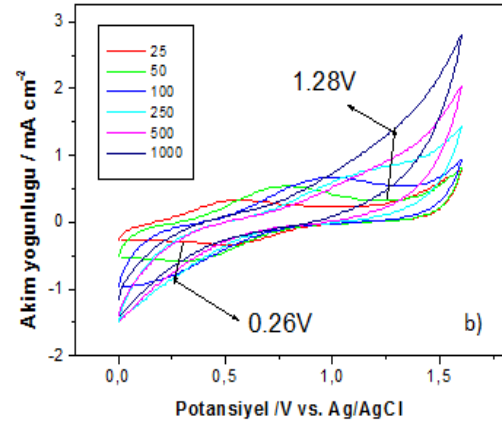
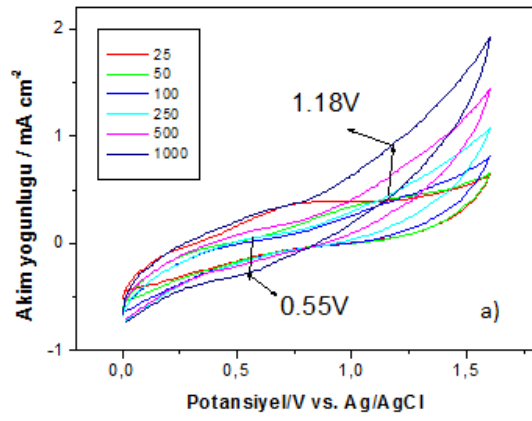


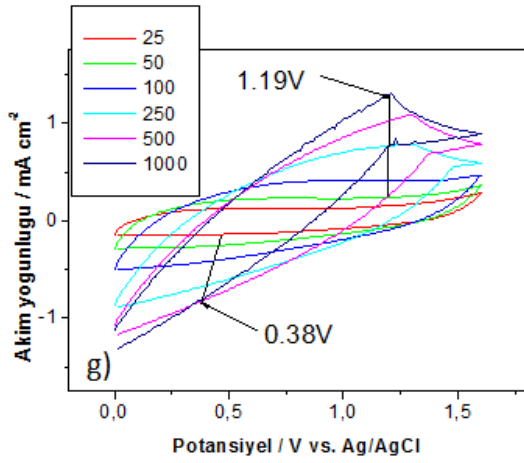
Şekil 4.2.1.1: Pirolün (Py) 0 V ile +1.6 V potansiyel aralığında $100 \text{ mV} \times \text{s}^{-1}$ tarama hızında, camı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak elde edilmiş döngülü voltogramı. a) $[\text{Py}]_0 = 1 \text{ mM}$, b) $[\text{Py}]_0 = 2 \text{ mM}$, c) $[\text{Py}]_0 = 5 \text{ mM}$, d) $[\text{Py}]_0 = 10 \text{ mM}$, e) $[\text{Py}]_0 = 25 \text{ mM}$, f) $[\text{Py}]_0 = 50 \text{ mM}$, g) $[\text{Py}]_0 = 100 \text{ mM}$, $0.1 \text{ M NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde ölçümler alınmıştır.

Çizelge 4.2.1.1: Pirol monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen redoks davranışları.

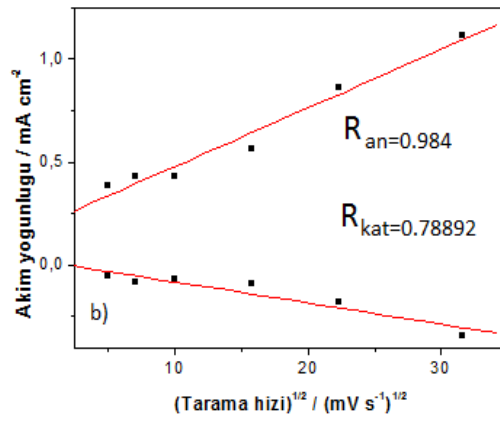
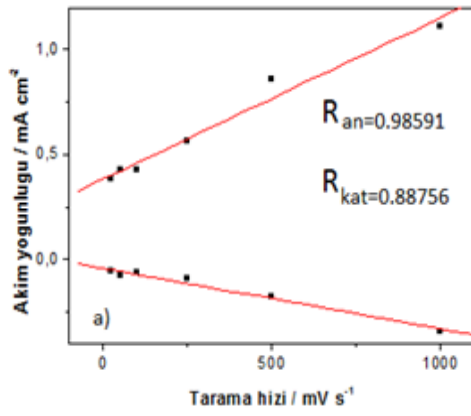
$[\text{Py}]_0$ /mM	E_{An}/v	E_{Kat}/V	$\Delta E/\text{V}$	i_{An}/mA	i_{Kat}/mA	$i_{\text{An}}/i_{\text{Kat}}$
1	1.28	0.83	0.45	1.21	0.14	8.34
2	0.48	0.54	0.06	1.35	-1.07	1.26
5	0.64	0.55	0.09	5.20	-2.54	2.04
10	0.81	0.47	0.34	6.95	-3.53	1.96
25	0.70	0.37	0.33	2.88	-3.96	0.72
50	0.69	0.54	0.15	4.60	-6.43	0.71
100	1.47	0.37	1.10	4.69	-6.65	0.70

Pirolün farklı derişimlerdeki $[\text{Py}]_0 = 1, 2, 5, 10, 25, 50$ ve 100 mM elektro-büyüme sırasındaki redoks davranışları Çizelge 4.2.1.1’de verilmiştir. DV grafiklerinden ve redoks davranışlardan $[\text{Py}]_0 = 25 \text{ mM}$ da $i_{\text{An}}/i_{\text{Kat}}$ oranının 1’e yakın olan değerini kopolimer çalışmalarında kullandık.

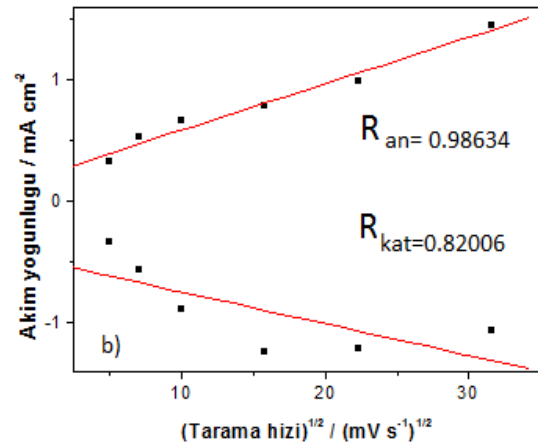
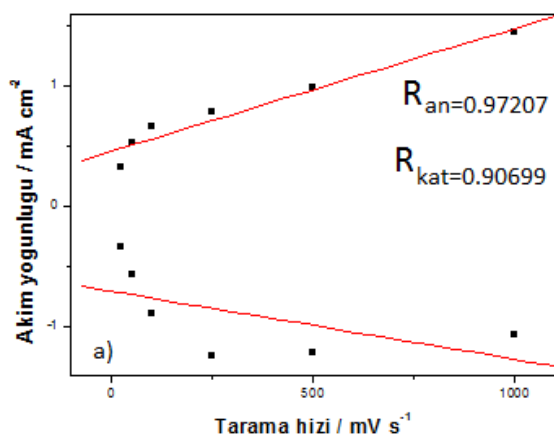




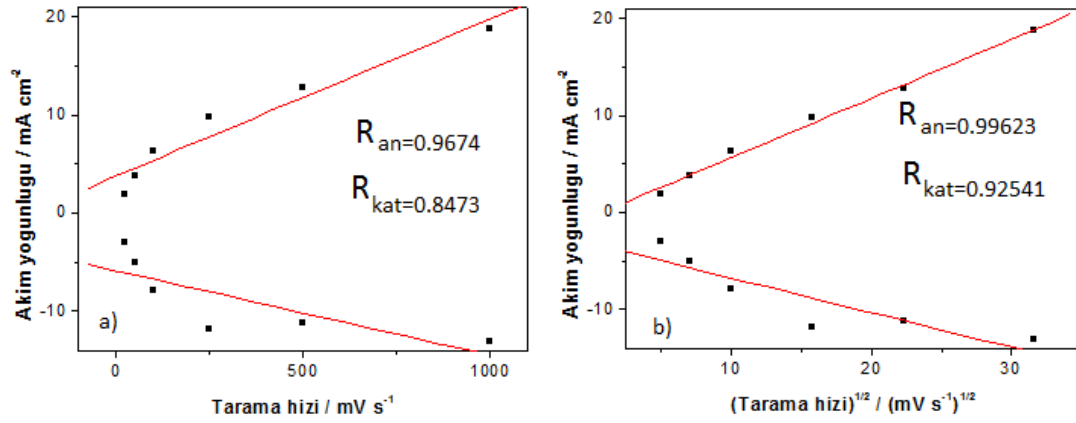
Şekil 4.2.1.2: PPy'nın monomersiz ortamda 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde 25, 50, 100, 250, 500, 1000 mV×s⁻¹ tarama hızlarında alınmış döngülü voltogramları. a) [Py]₀=1 mM b) [Py]₀=2 mM c)[Py]₀=5 mM d) [Py]₀=10 mM e) [Py]₀=25 mM f) [Py]₀=50 mM g) [Py]₀=100 mM.



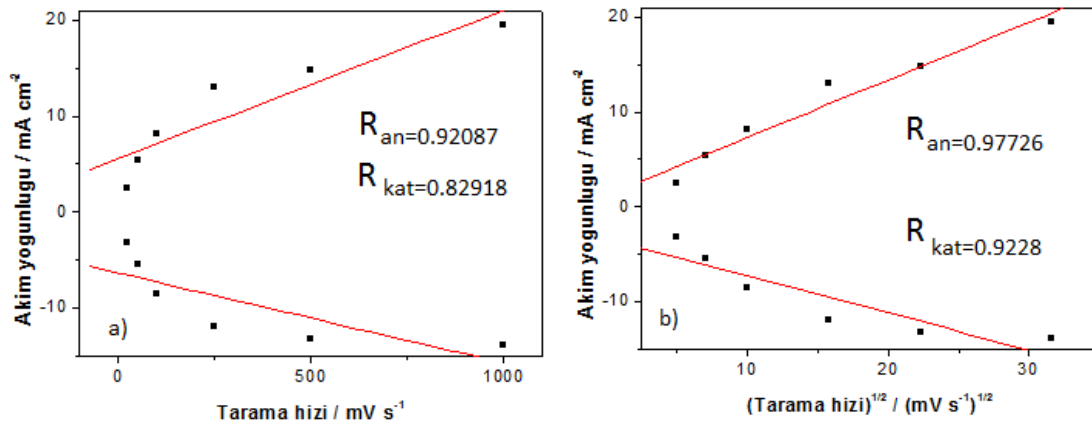
Şekil 4.2.1.3: Pirol'ün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py]₀= 1 mM.



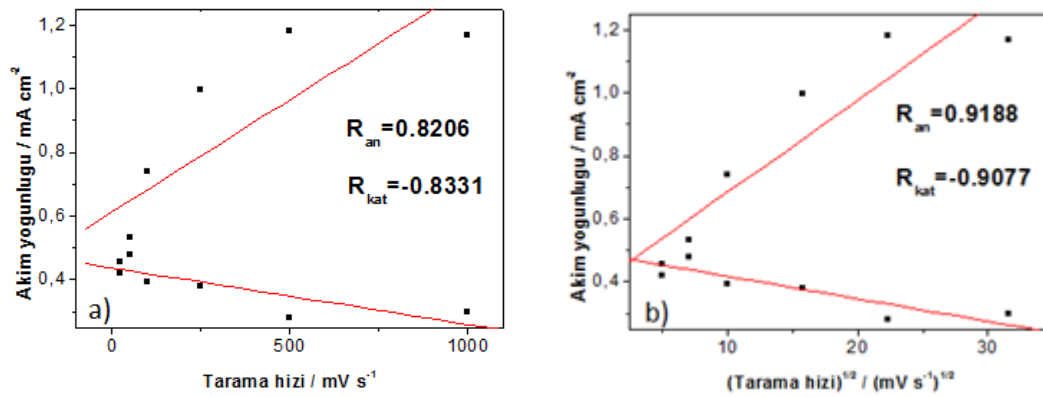
Şekil 4.2.1.4: Pirol'ün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [Py]₀= 2 mM.



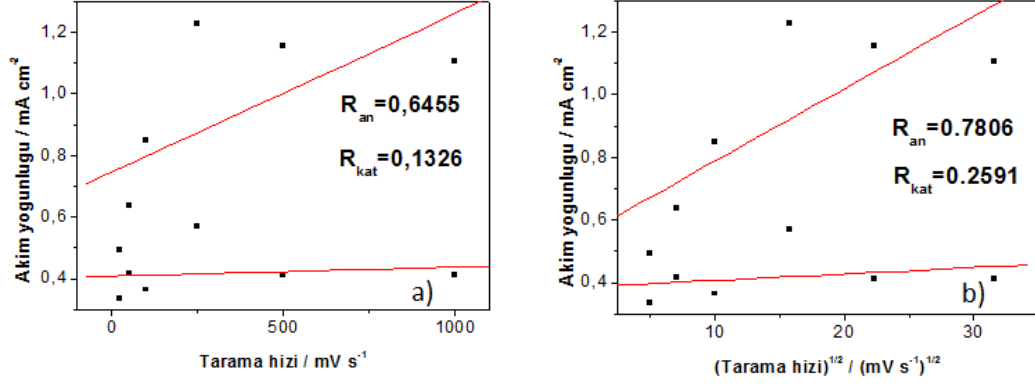
Şekil 4.2.1.5: Pirol'ün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[Py]_0 = 5$ mM.



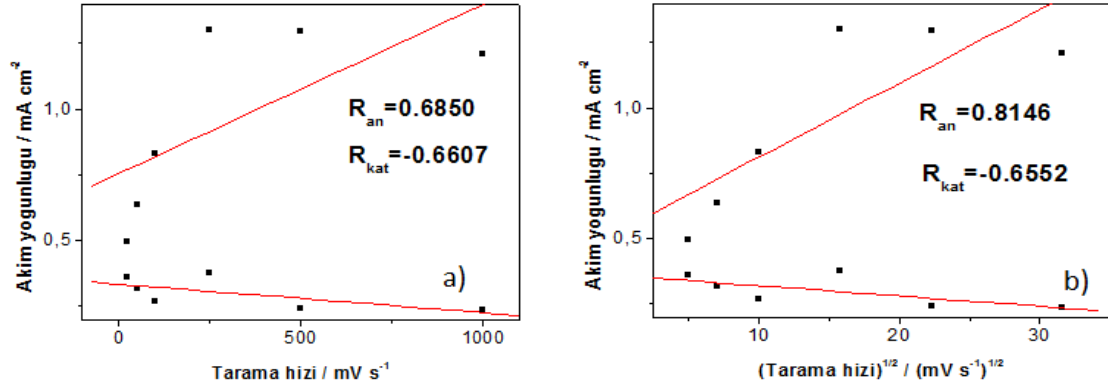
Şekil 4.2.1.6: Pirol'ün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[Py]_0 = 10$ mM.



Şekil 4.2.1.7: Pirol'ün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[Py]_0 = 25$ mM.



Şekil 4.2.1.8: Piro'l'ün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[Py]_0 = 50 \text{ mM}$.



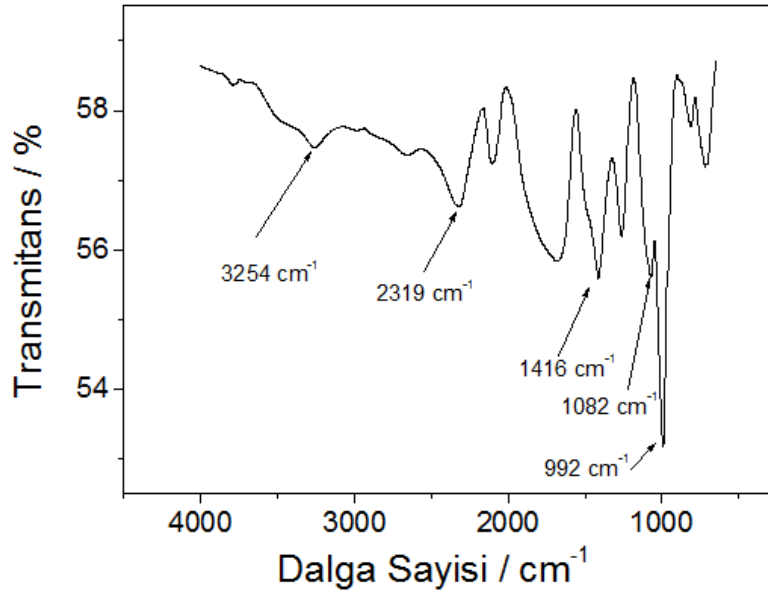
Şekil 4.2.1.9: Piro'l'ün monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[Py]_0 = 100 \text{ mM}$.

Çizelge 4.2.1.3: PPy'nin farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında polimer filminin redoks davranışları.

[Py] ₀ / mM	Tarama hızı / mV×s ⁻¹		(Tarama hızı) ^{1/2} / (mV×s ⁻¹) ^{1/2}		Durum
	R _{An}	R _{Kat}	R _{An}	R _{Kat}	
1	0.985	-0.887	0.984	-0.789	İnce film
2	0.972	-0.906	0.986	-0.820	İnce Film ve Difüzyon Kontrol
5	0.967	-0.847	0.996	-0.925	Difüzyon Kontrol
10	0.920	-0.829	0.977	-0.922	Difüzyon Kontrol
25	0.8206	-0.8331	0.9188	-0.9077	İnce Film ve Difüzyon Kontrol
50	0.6455	0.1326	0.7806	0.2591	İnce Film ve Difüzyon Kontrol
100	0.6850	-0.6607	0.8142	-0.6552	Difüzyon Kontrol

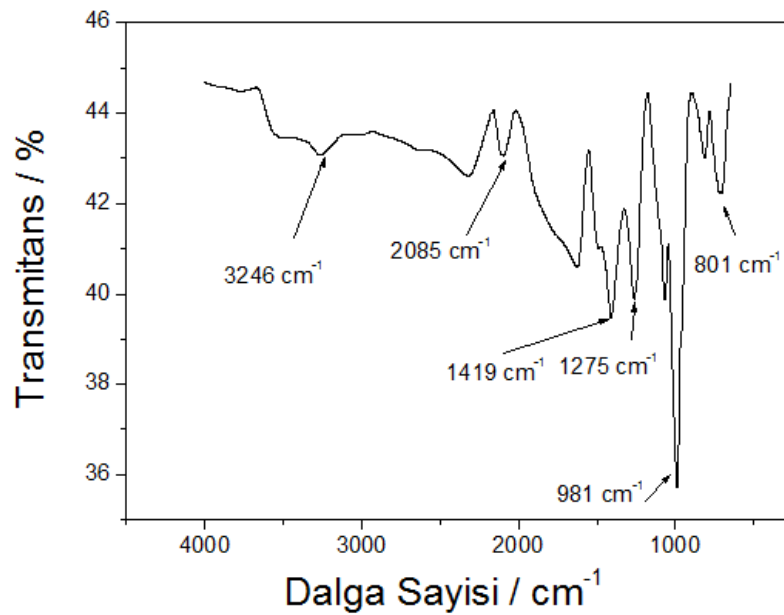
Polipirolün monomersiz ortamda farklı tarama hızlarında (25, 50, 100, 250, 500, 1000 mV×s⁻¹) alınmış grafikleri Şekil 4.2.1.2'de verilmiştir. Polipirolün monomersiz ortamda farklı tarama hızlarından elde edilen tarama hızı-akım yoğunluğu ve tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu grafikleri ise Şekil 4.2.1.3 - 4.2.1.9 arasında verilmiştir. Çizelge 4.2.1.3'te ise bu grafiklerden elde edilen regrasyon katsayıları vardır. [Py]₀= 2, 25 ve 50 mM polimer filmi ince film ve difüzyon kontrollü davranış gösterirken [Py]₀= 1 mM da yalnız ince film [Py]₀= 5,10 ve 100 mM da ise difüzyon kontrollü redoks davranışı göstermektedir.

4.2.1.PPy'nin FTIR-ATR Analizi



Şekil 4.2.2.1. PPy'nin FTIR-ATR analizi; [Py]₀= 10 mM, 50 cycle, 0.1 M NaClO₄/ACN 100 mV×s⁻¹.

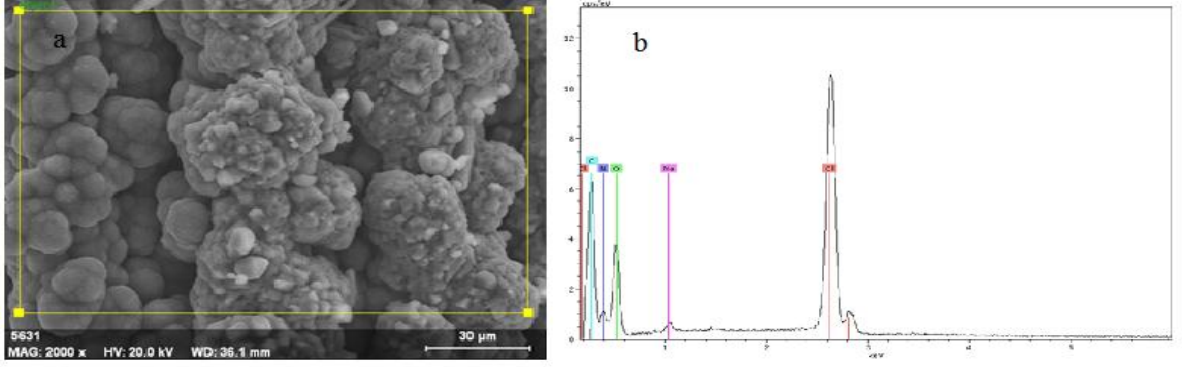
PPy'nin karakteristik pikleri şekil 4.2.2.1 de verildi: 712 cm⁻¹ (C-H); 992 cm⁻¹ (ClO₄⁻); 1416 cm⁻¹ (C=C); 2319 cm⁻¹ (C-H aromatik dış sıkışma); 3254 cm⁻¹ (N-H) şeklinde gözlenmiştir.



Şekil 4.2.2.2. PPy'nin FTIR-ATR analizi; [Py]₀=25mM, 50 cycle, 0.1 M NaClO₄/ACN 100 mV×s⁻¹

PPy'nin karakteristik pikleri şekil 4.2.2.2. de verildi: 801 cm^{-1} (C-H); 981 cm^{-1} (ClO_4^-); 1275 cm^{-1} (C-N); 1419 cm^{-1} (C=C); 2085 cm^{-1} (C-H aromatik dış sıkışma) ; 3246 cm^{-1} (N-H) şeklinde gözlenmiştir.

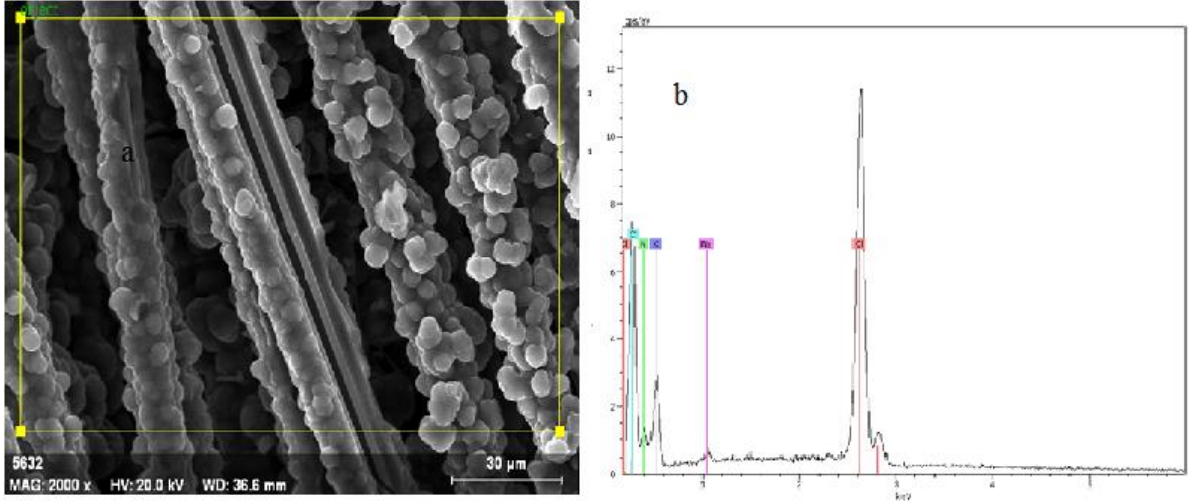
4.2.3.PPy / KFME SEM GÖRÜNTÜLERİ



Şekil 4.2.3.1: PPy/KFME, $[\text{Py}]_0 = 10\text{ mM}$ $0.1\text{M NaClO}_4 / \text{CH}_3\text{CN}$ ile 50 cycle ve $100\text{ mV} \times \text{s}^{-1}$ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi

Çizelge 4.2.3.1: PPy/KFME'nin EDAX analizi

Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	20.94
Azot	19.64
Oksijen	46.93
Sodyum	0.99
Klor	11.49



Şekil 4.2.3.2: PPy/KFME, $[Py]_0 = 25$ mM 0.1M $NaClO_4 / CH_3CN$ ile 50 cycle ve $100 \text{ mV} \times \text{s}^{-1}$ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi

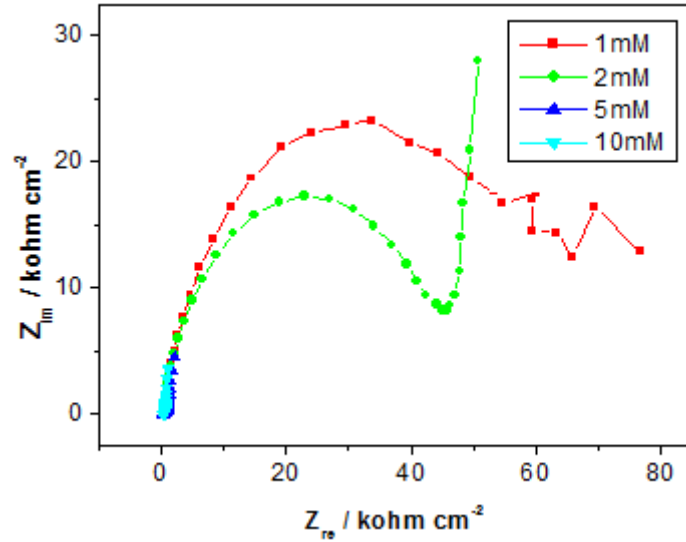
Çizelge 4.2.3.2: PPy/KFME'nin EDAX analizi

Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	22.93
Azot	22.99
Oksijen	43.92
Sodyum	0.77
Klor	9.38

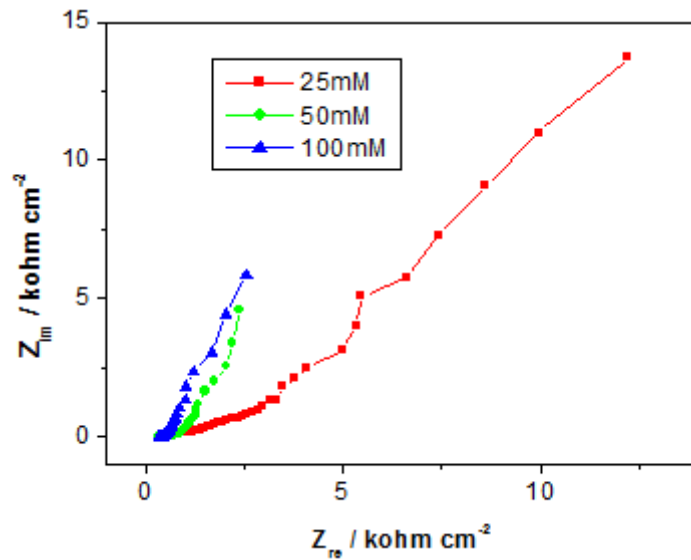
PPy polimeri KFME üzerine $[Py]_0 = 25$ mM ve 0.1 M $NaClO_4 / CH_3CN$ koşullarında 50 döngü uygulayarak $100 \text{ mV} \times \text{s}^{-1}$ tarama hızında DV ile gerçekleştirildi. Elde edilen filmin SEM görüntüsü incelendiğinde küçük küresel ve homojen bir polimer filmi gözlemlenmektedir (Şekil 4.1.3.1). Elde edilen EDAX analizlerinde polimerin varlığına ait karbon, azot ile dopant pikinin polimer yapısına doplama ile girmesinden kaynaklı Na, Cl ve O elementleri % element miktarlarında bulunmuştur (Çizelge 4.1.3.1.). Py konsantrasyonu 10 mM alınarak elde edilen PPy/KFME yapısının SEM görüntüsü $[Py]_0 = 25$ mM ile aynı elde edilirken (Şekil 4.1.3.2.) EDAX analizinde doplanan sodyum element yüzdesinin % 0.99 den % 0.77'ye düşmektedir. % element değerlerindeki aynı düşüş oksijen (% 46.93 ten % 43.92 ye) ve klor elementlerinde de (%11.49 dan %9.38'e) gözlemlenmektedir. Bu düşüşün sebebi başlangıç monomer konsantrasyon değeri arttıkça polimer filmine ClO_4^- iyonu doplaması azalmaktadır.

4.2.4.PPy'nin EES Analizi

Pirol'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarındaki ($[Py]_0 = 1, 2, 5, 10, 25, 50$ ve 100 mM) Nyquist, Bode-magnitude, Bode-faz ve Admitans grafikleri Şekil 4.2.4.1-Şekil 4.2.4.8. arasında verilmiştir. EES ölçümleri 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1 M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

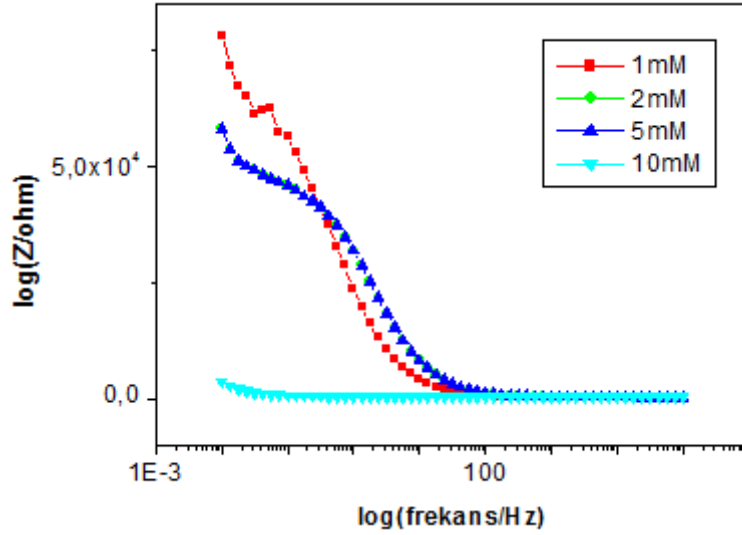


Şekil 4.2.4.1: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0 = (1, 2, 5, 10$ mM) Nyquist grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1 M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

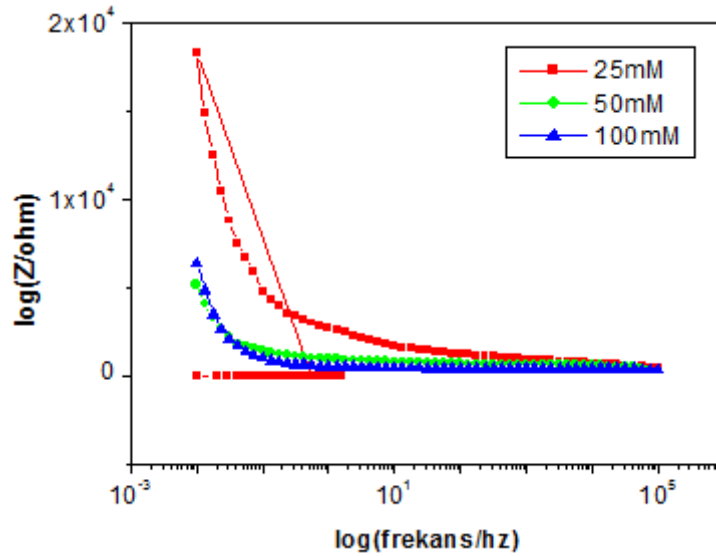


Şekil 4.2.4.2: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0 = (25, 50, 100$ mM) Nyquist grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1 M $NaClO_4/CH_3CN$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0=(1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 \text{ mM})$ Nyquist grafik sonuçları Şekil 4.2.4.1 ve 4.2.4.2'de verilmiştir. Elde edilen C_{sp} değerlerinden en yüksek spesifik kapasitans $C_{sp}=0.063 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ ile $[Py]_0= 10 \text{ mM}$ da elde edilmiştir.

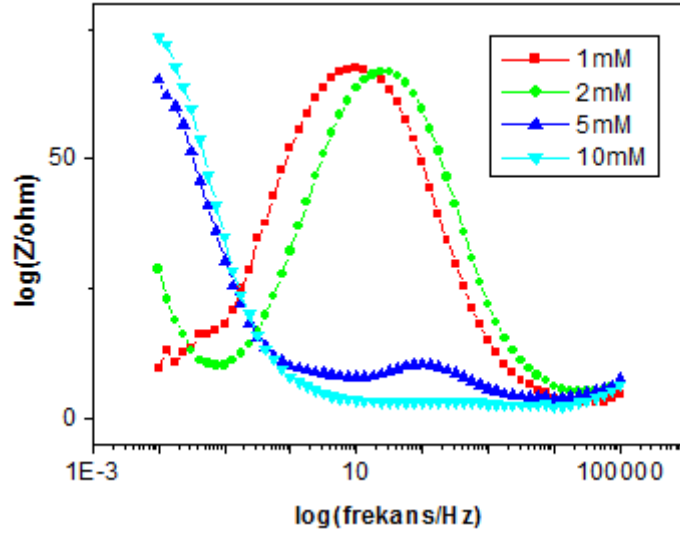


Şekil 4.2.4.3: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0= (1, 2, 5, 10 \text{ mM})$ Bode magnitude grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

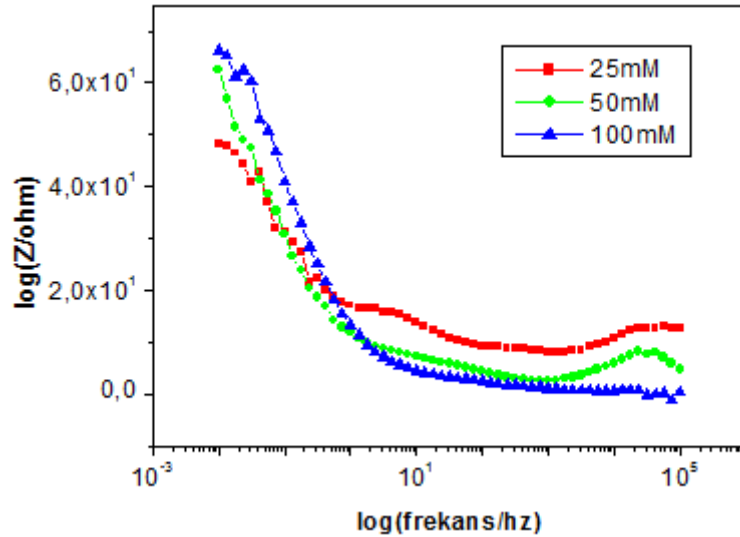


Şekil 4.2.4.4: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0= (25, 50, 100 \text{ mM})$ Bode magnitude grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0 = (1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 \text{ mM})$ Şekil 4.2.4.3 – 4.2.4.4 Bode-magnitude grafiklerinden elde edilen sonuçlara göre en yüksek çift katmanlı kapasitans $C_{dl} = 4.6 \times 10^{-4} \text{ F} \times \text{cm}^{-2}$ $[Py]_0 = 10 \text{ mM}$ da elde edilmiştir.

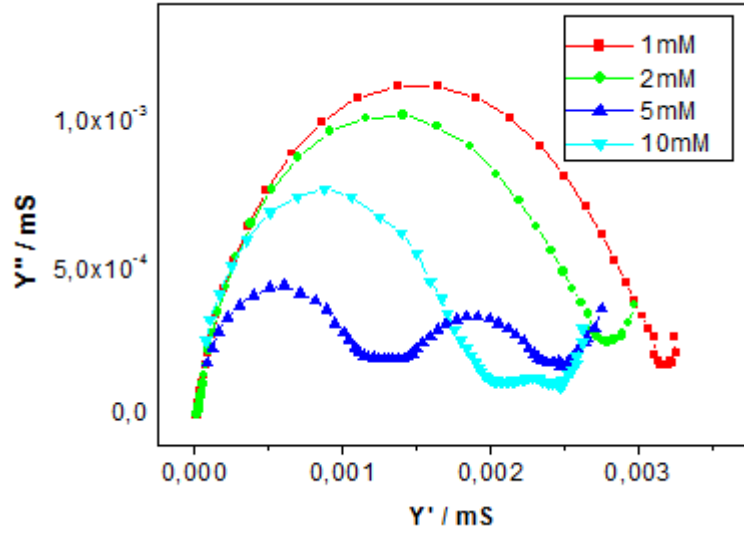


Şekil 4.2.4.5: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0 = (1, 2, 5, 10 \text{ mM})$ Bode faz grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

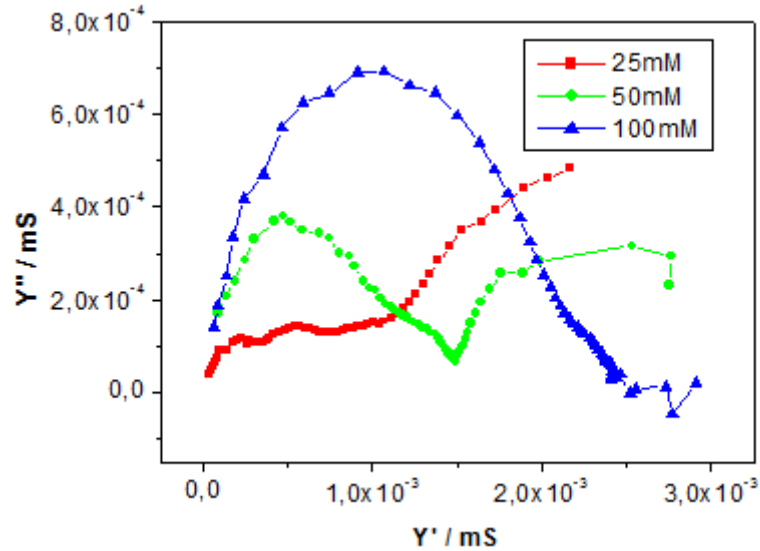


Şekil 4.2.4.6: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0 = (25, 50, 100 \text{ mM})$ Bode faz grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0=(1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 \text{ mM})$ Şekil 4.2.4.5 - 4.2.4.6 Bode-faz grafiklerinden elde edilen sonuçlara göre en yüksek faz açısı $\Theta=74.4^\circ$, $[Py]_0= 10 \text{ mM}$ da elde edilmiştir.



Şekil 4.2.4.7: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0= (1, 2, 5, 10 \text{ mM})$ Admittance grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.2.4.8: PPy'un EES ölçümlerinden elde edilen farklı derişimlerdeki $[Py]_0= (25, 50, 100 \text{ mM})$ Admittance grafiđi. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

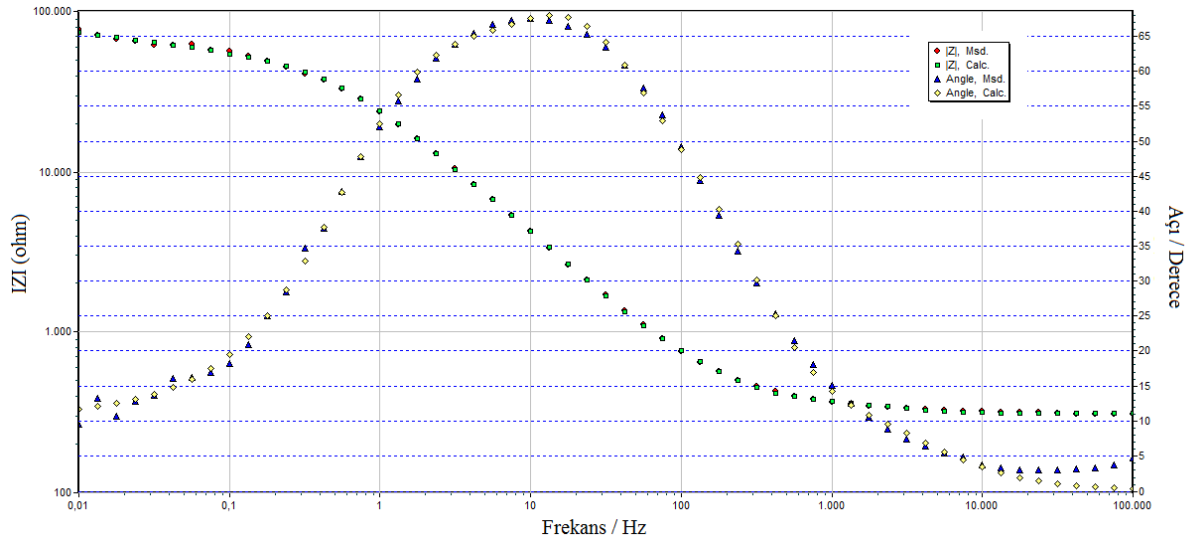
PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen admittance grafiğinden en yüksek iletkenlik değeri $[Py]_0 = 1$ mM da elde edilmiştir. Şekil 4.2.4.7.

Çizelge 4.2.4.1: PPy'nin farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında C_{dl} , C_{sp} , Θ_{max} değerleri.

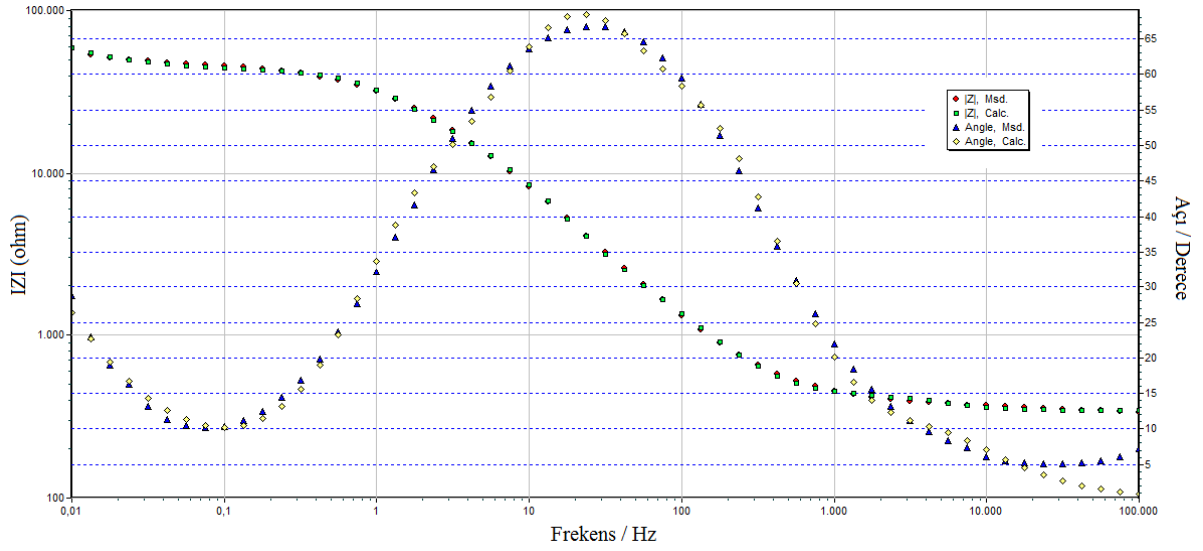
$[Py]_0/mM$	$C_{sp}/F \times cm^{-2}$	$C_{dl}/F \times cm^{-2}$	$\Theta_{max}/Derece$
1	$3,61 \cdot 10^{-6}$	0.017	67.2
2	$1,93 \cdot 10^{-6}$	0.008	66.8
5	$1,46 \cdot 10^{-4}$	0.050	65.3
10	$4,6 \cdot 10^{-4}$	0.063	74.4
25	$3,46 \cdot 10^{-5}$	0.016	48.4
50	$1,37 \cdot 10^{-4}$	0.049	62.6
100	$3,81 \cdot 10^{-4}$	0.038	66.3

Polipirolün monomersiz ortamda EES sonuçlarından elde edilen çift katmanlı kapasitans (C_{dl}) spesifik kapasitans (C_{sp}) ve maksimum faz açısı (Θ_{max}) değerleri Çizelge 4.2.4.1'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre $[Py]_0 = 10$ mM başlangıç monomer konsantrasyonunda en yüksek $C_{dl} = 4.6 \times 10^{-4} F \times cm^{-2}$, $C_{sp} = 0.063 F \times cm^{-2}$ ve $\Theta_{max} = 74.4^\circ$ olarak elde edilmiştir.

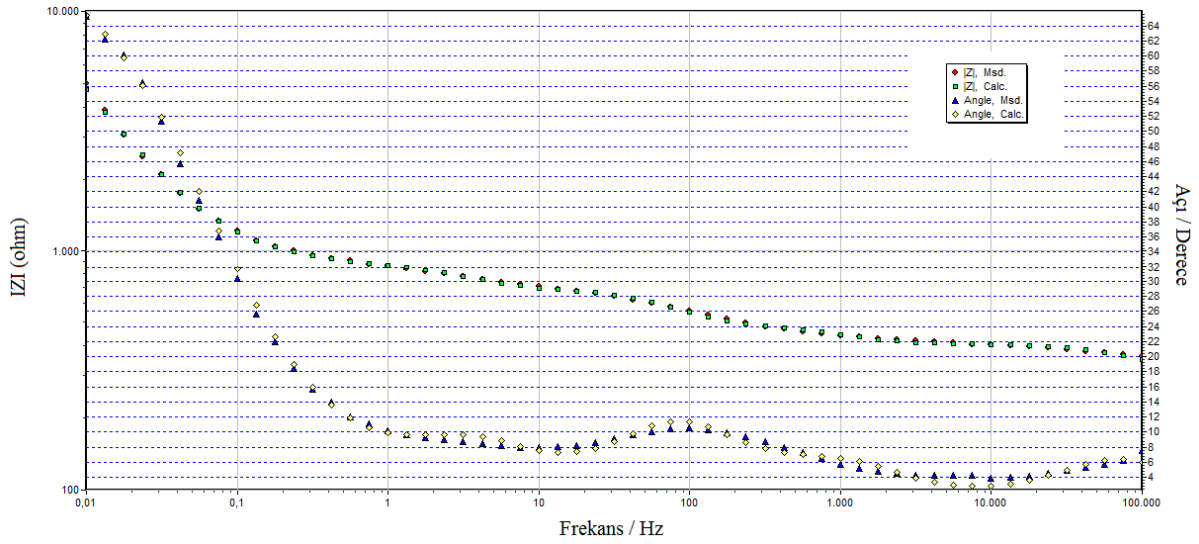
4.2.5. PPy'nin Eşdeğer Devre Uygulaması



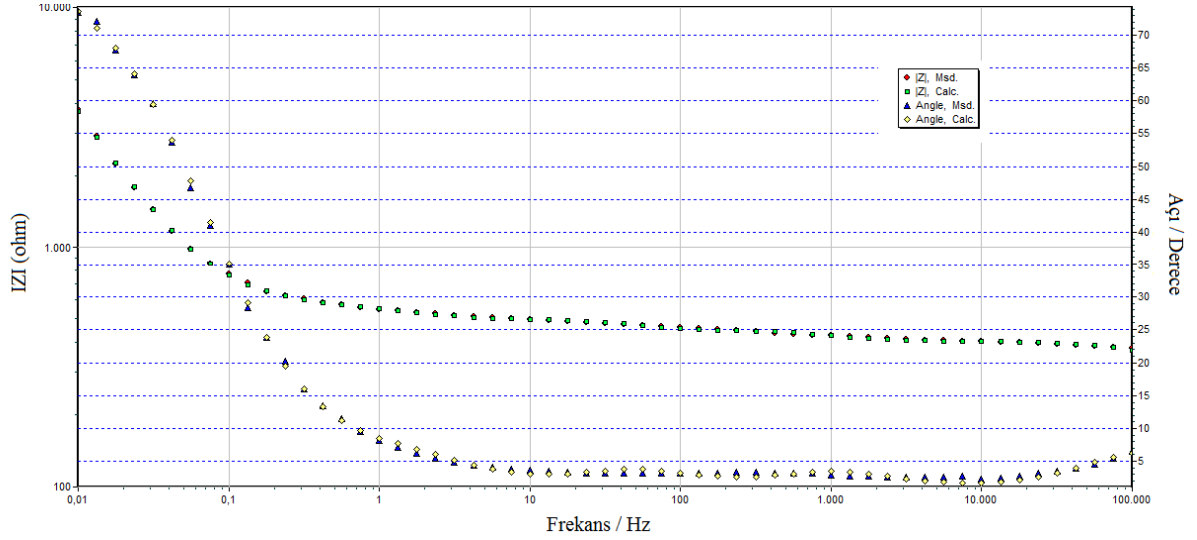
Şekil 4.2.5.1: Bode-magnitude ve faz grafiği için, PPy'nin $[Py]_0 = 1$ mM, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.2.5.2: Bode-magnitude ve faz grafiği için, PPy'nin $[Py]_0 = 2$ mM, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.2.5.3: Bode-magnitude ve faz grafiği için, PPy'nin $[Py]_0 = 5$ mM, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

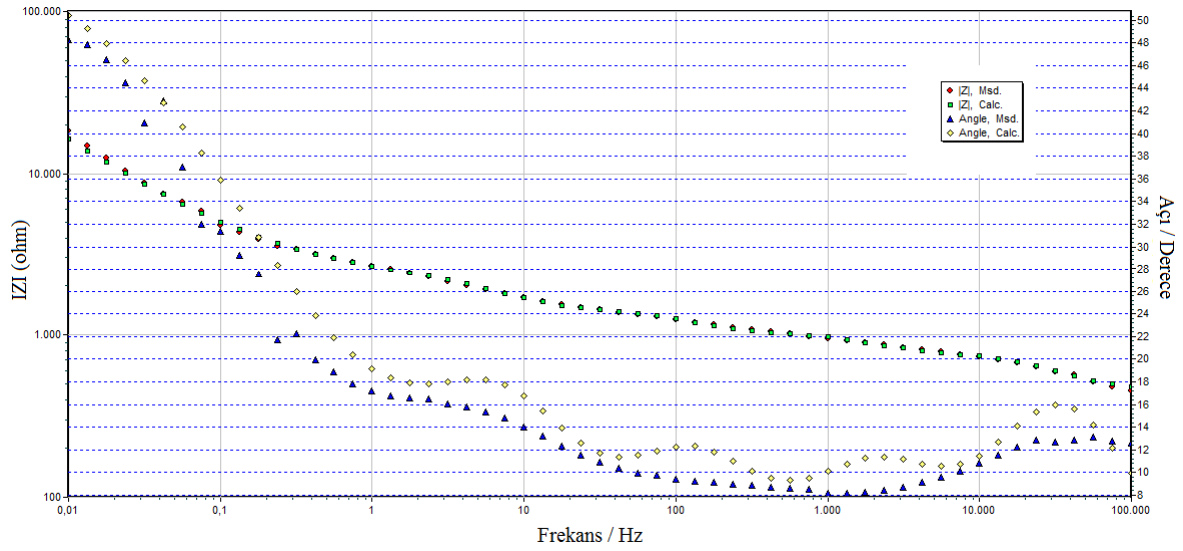


Şekil 4.2.5.4: Bode-magnitude ve faz grafiği için, PPy'nin $[Py]_0=10$ mM, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

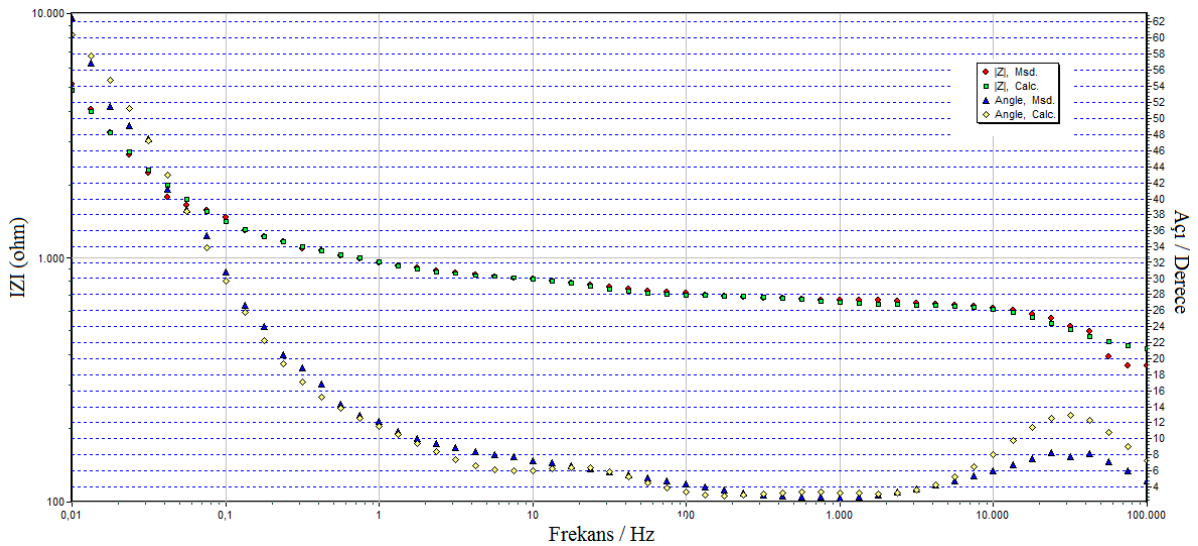
Çizelge 4.2.5.1: $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile PPy / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. 0.1M NaClO₄ / CH₃CN, tarama hızı: 50mV/s , 8 döngü

Devre parametreleri	$[Py]_0/$ mM			
	$[Py]_0=1$	$[Py]_0=2$	$[Py]_0=5$	$[Py]_0=10$
R_s / Ω	312.2	345.2	326.9	324.3
$C_1 / \mu F$	9.481×10^{-7}	1.124×10^{-6}	1.904×10^{-6}	1.828×10^{-8}
R_1 / Ω	101.9	3529	101	78.73
$Q / \mu S \times s^{-n}$	2.437×10^{-5}	0.0002915	0.002095	0.002547
n	0.1413	0.7571	0.8309	0.8923
$R_2 / k\Omega$	7.621×10^{-6}	1.967×10^4	219.1	129.4
$C_2 / \mu F$	6.274×10^{-6}	4.224×10^{-7}	3.15×10^{-8}	3.38×10^{-6}
R_3 / Ω	228.4	76.57	79.13	44.44
χ^2	9.458×10^{-4}	1.698×10^{-3}	4.384×10^{-4}	1.919×10^{-4}

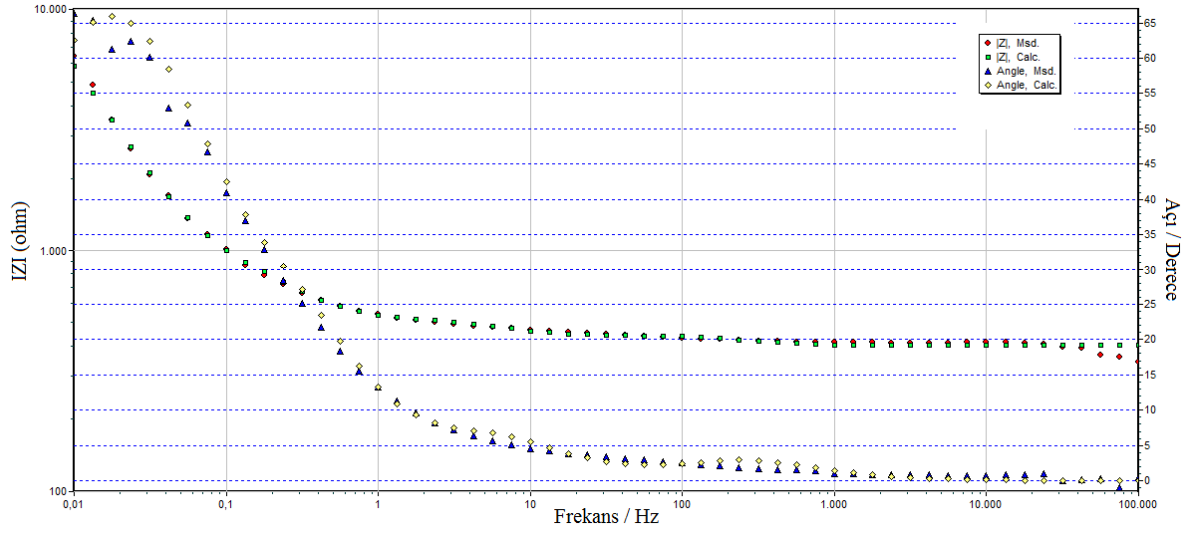
$R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli 0.01 Hz - 100.000 Hz frekans aralığında elektrolit PPy'nin $[Py]_0=1, 2, 5$ ve 10 mM sistemi için verildi. Princeton Uygulamalı araştırma ile ZsimpWin 3.22 devre modeli programıyla teorik ve deneysel devreler karşılaştırılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.2.5.1. ile Şekil 4.2.5.4'de görülen Bode-magnitude ve faz grafiğinde de teorik ve deneysel sonuçların karşılaştığı görülmektedir.



Şekil 4.2.5.5: Bode-magnitude ve faz grafiği için, PPy'nin $[Py]_0= 25$ mM, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.2.5.6: Bode-magnitude ve faz grafiği için, PPy'nin $[Py]_0= 50$ mM, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.2.5.7: Bode-magnitude ve faz grafiği için, PPy'nin $[Py]_0 = 100$ mM, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

Çizelge 4.2.5.2: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile PPy / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. 0.1M NaClO₄ / CH₃CN, tarama hızı: 50mV/s , 8 döngü

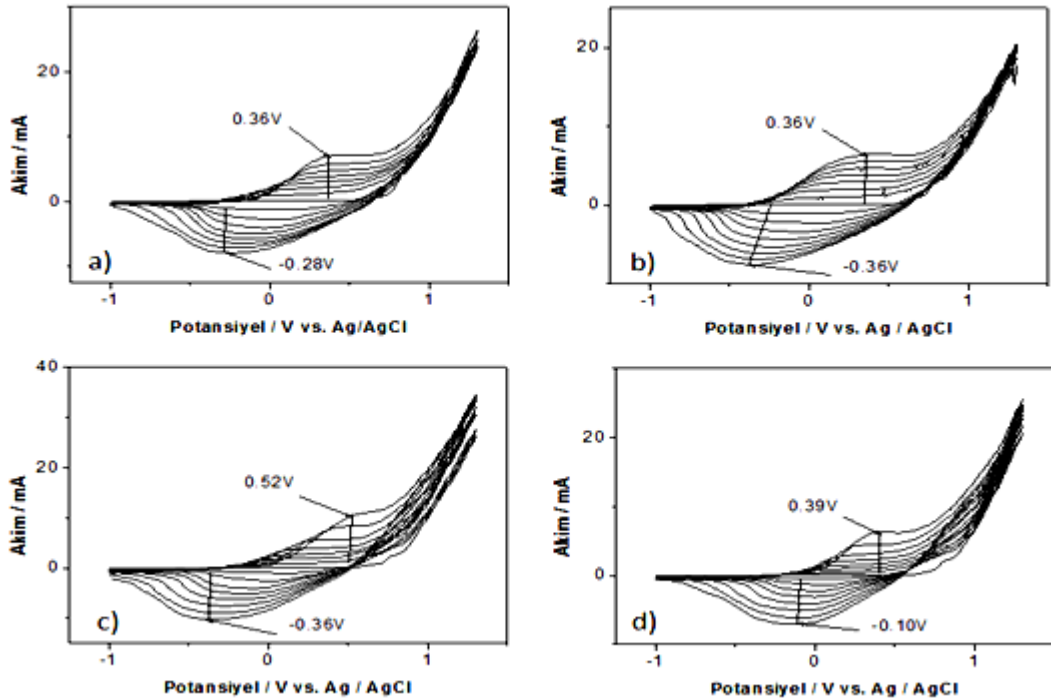
Devre parametreleri	$[Py]_0 / \text{mM}$		
	$[Py]_0 = 25$	$[Py]_0 = 50$	$[Py]_0 = 100$
R_s / Ω	450.5	407.7	403
$C_1 / \mu\text{F}$	3.145×10^{-7}	2.831×10^{-8}	0.000293
R_1 / Ω	314.3	232.6	114.2
$Q / \mu\text{S} \times \text{s}^{-n}$	0.0003749	0.001661	1.407×10^5
n	0.6289	0.7745	0.489
$R_2 / \text{k}\Omega$	915.4	315.1	1.493×10^4
$C_2 / \mu\text{F}$	1.91×10^{-8}	4.714×10^{-6}	1.539×10^{-5}
R_3 / Ω	304.7	57.71	39.23
χ^2	3.638×10^{-3}	3.506×10^{-3}	2.383×10^{-3}

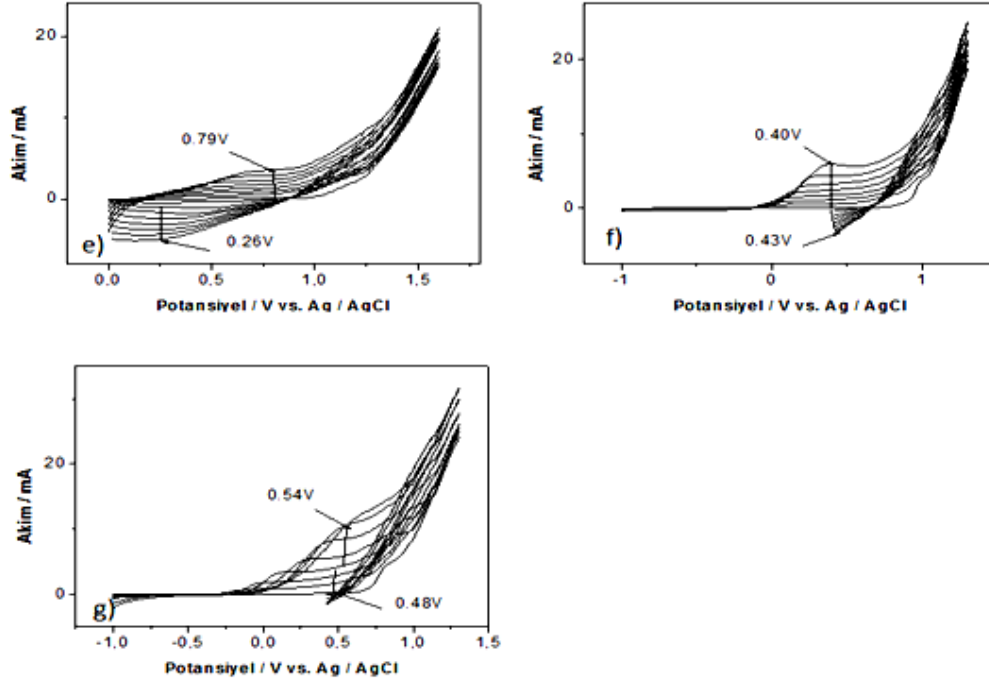
$R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli 0.01 Hz - 100.000 Hz frekans aralığında elektrolit PPy'nin 25 mM, 50 mM ve 100 mM sistemi için verildi. Princeton Uygulamalı araştırma ile ZsimpWin 3.22 devre modeli programıyla teorik ve deneysel devreler karşılaştırılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.2.5.5 ile Şekil 4.2.5.7'de görülen Bode-magnitude ve faz grafiğinde de teorik ve deneysel sonuçların karşılaştığı görülmektedir. PPy'ün $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ eşdeğer elektrik devre parametreleri incelendiğinde çözelti direnci (R_s) değerlerinin birbirine yakın olduğu tespit edilmiştir. $[Py]_0 = 10$ mM şartlarında n değerinin en yüksek olduğu $n = 0.8923$ gözlemlenmektedir. Bu durum SEM görüntüsünden elde edilen homojen film görüntüsü ile uyumludur. PPy filmi için yüksek başlangıç monomer konsantrasyonlarında $[Py]_0 = 25, 50$ ve 100 mM da χ^2 değeri 10^{-3} civarında olup düşük monomer konsantrasyonuna göre iyi devre sonuçları fit etmediği söylenebilir.

4.3.P (EDOT-co-Py) ELEKTROKİMYASAL SENTEZİ

4.3.1.P(EDOT-co-Py) 0.1M NaClO₄/CH₃CN Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi

P(EDOT-co-Py) -1V ile +1.3V potansiyel aralığında $100 \text{ mV} \times \text{s}^{-1}$ tarama hızında, camsı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak, DV yöntemiyle farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında $[Py]_0 = (1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 \text{ mM})$, 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözeltisinde alınmıştır (Şekil 4.3.1.1).

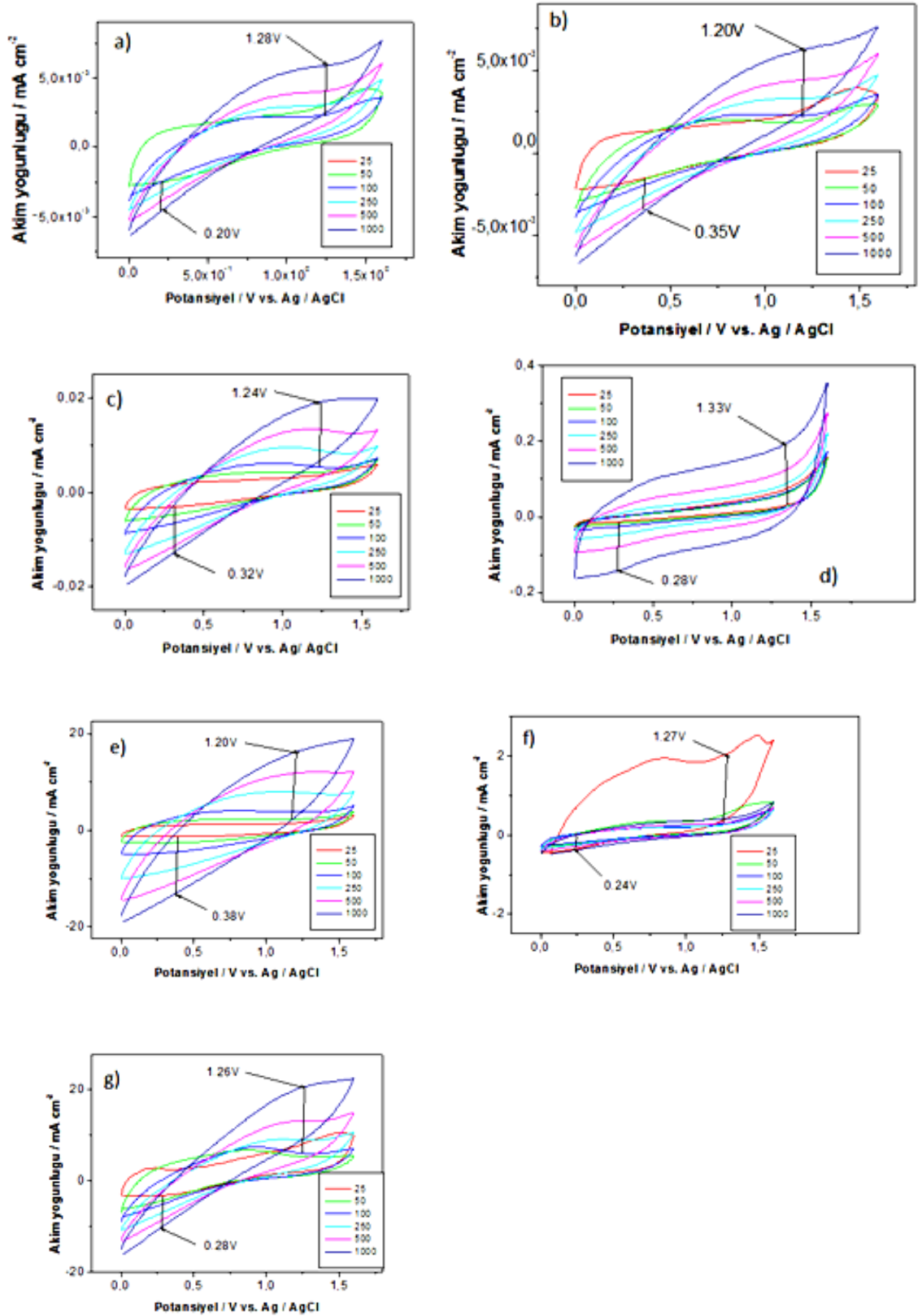




Şekil 4.3.1.1: P(EDOT-co-Py) -1V ile +1.3V potansiyel aralığında $100 \text{ mV} \times \text{s}^{-1}$ tarama hızında, camsı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak elde edilmiş döngülü voltogramı. a) $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/1$, b) $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/2$, c) $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/5$, d) $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/10$, e) $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/25$, f) $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/50$, g) $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/100$, 0.1M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözelti ortamında deneyler yapılmıştır.

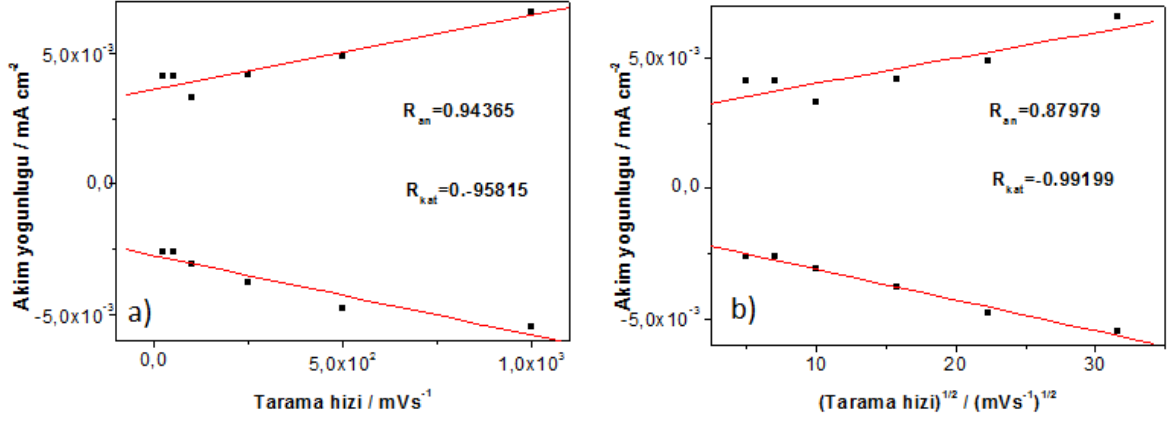
Çizelge 4.3.1.1: P(EDOT-co-Py) monomerinin farklı derişimlerde döngülü voltametri ile polimerleştirilmesiyle elde edilen sonuçlar.

P(EDOT-co-Py) [EDOT] ₀ / [Py] ₀	E _{An} /v	E _{Kat} /v	ΔE/V	i _{An} /mA	i _{Kat} /mA	i _{An} /i _{Kat}
1/1	0.36	-0.28	0.64	6.97	-7.96	0.87
1/2	0.36	-0.36	0.72	6.52	-7.42	0.87
1/5	0.52	-0.36	0.89	10.70	-10.39	1.02
1/10	0.39	-0.10	0.49	6.13	-6.83	0.89
1/25	0.79	0.26	0.51	3.53	-4.92	0.71
1/50	0.40	0.43	0.03	5.98	-3.45	1.73
1/100	0.54	0.48	0.06	11.49	-1.10	10.44

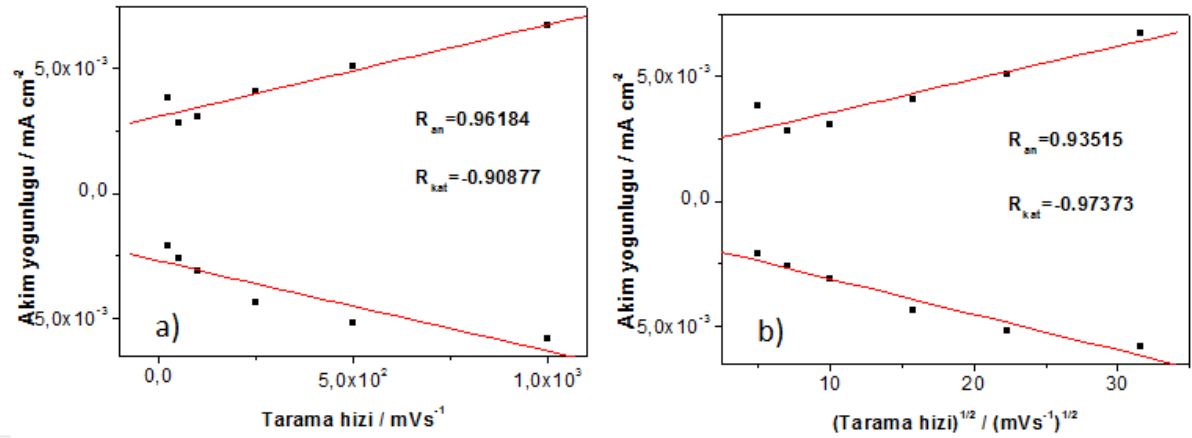


Şekil 4.3.1.2: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda 0.1M NaClO₄/CH₃CN çözelti ortamında 25, 50, 100, 250, 500, 1000 mV×s⁻¹ tarama hızlarında alınmış döngülü voltogramı.

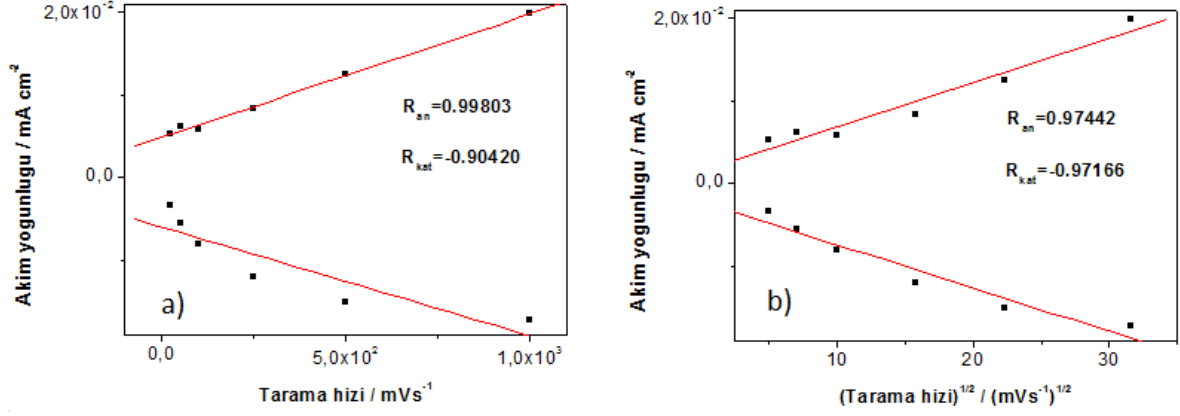
a) $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/1$, b) $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/2$, c) $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/5$, d) $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/10$, e) $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/25$, f) $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/50$, g) $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/100$.



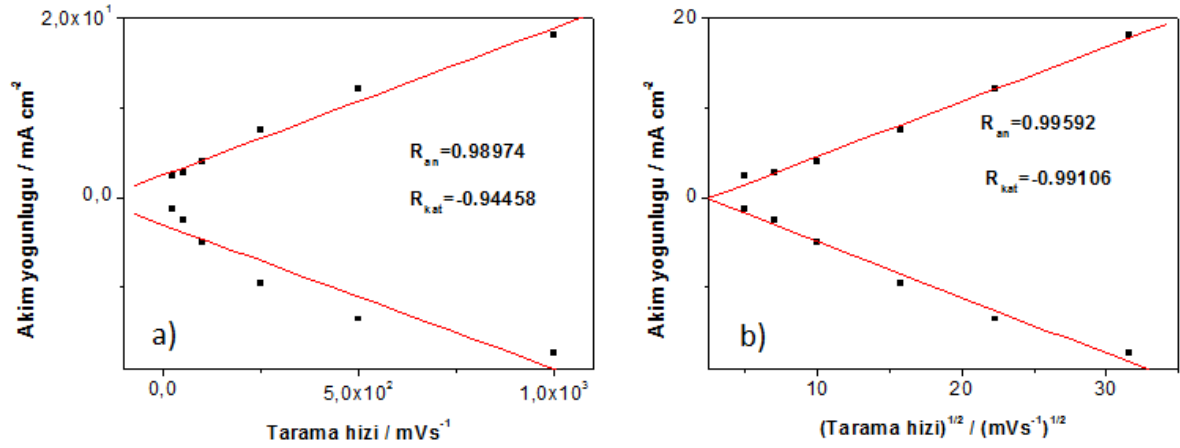
Şekil 4.3.1.3: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/1$.



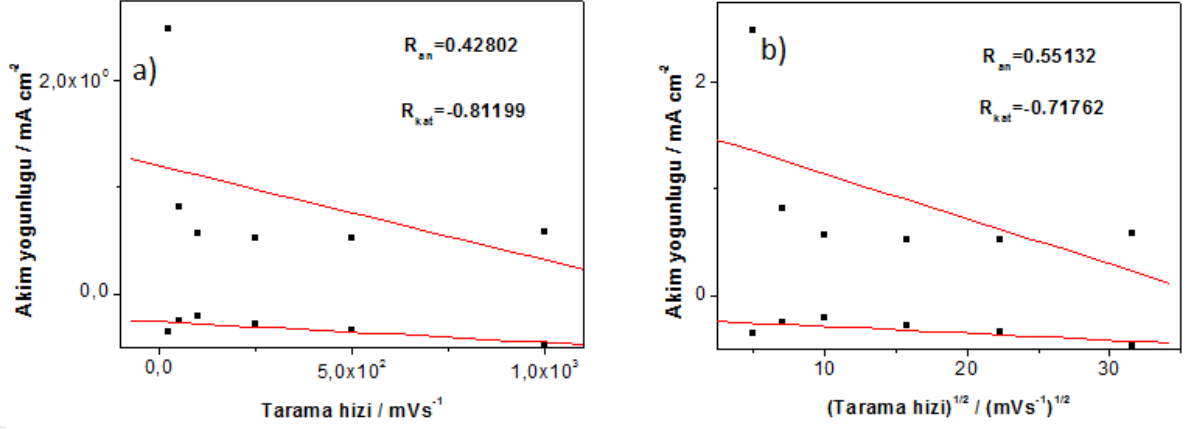
Şekil 4.3.1.4: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/2$.



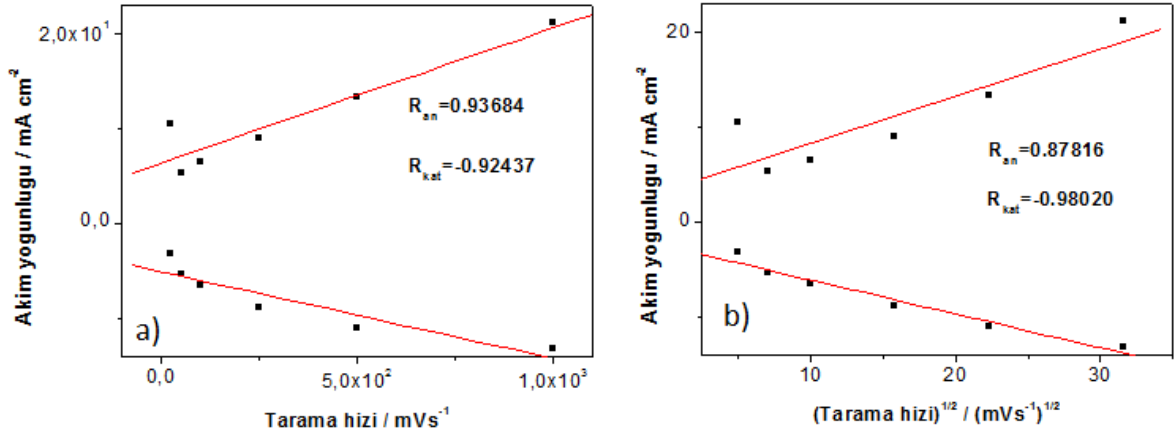
Şekil 4.3.1.5: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀ / [Py]₀ = 1/5.



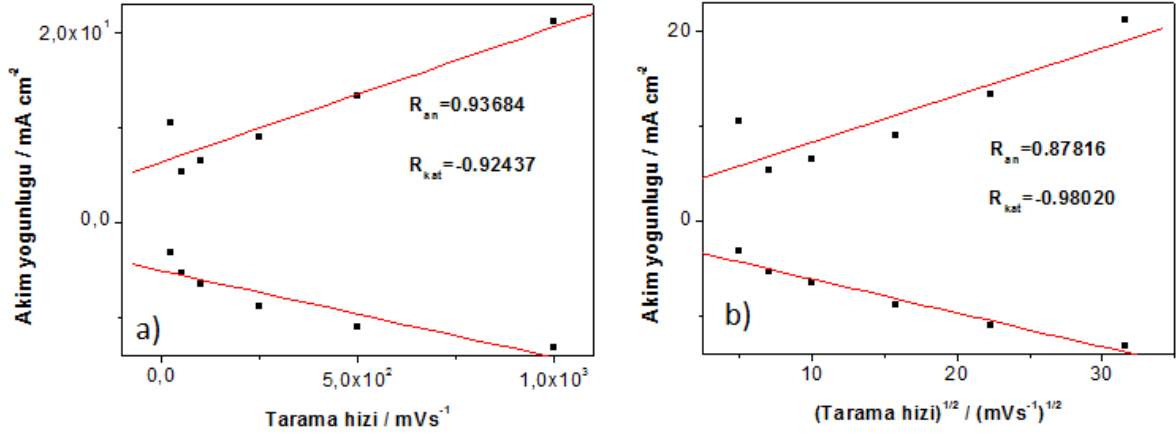
Şekil 4.3.1.6: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, [EDOT]₀ / [Py]₀ = 1/10.



Şekil 4.3.1.7: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/25$.



Şekil 4.3.1.8: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b)Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/50$.



Şekil 4.3.1.9: P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda döngülü voltogramından elde edilen a) Tarama hızı-akım yoğunluğu b) Tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu, $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/100$.

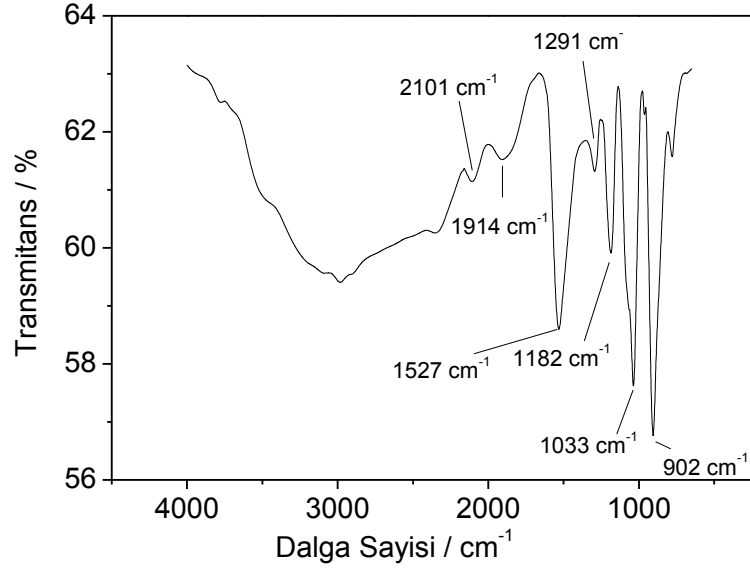
Çizelge 4.3.1.3: P(EDOT-co-Py)'nin farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında polimer filminin redoks davranışları.

P(EDOT-co-Py) [EDOT] ₀ /[Py] ₀	Tarama Hızı / $\text{mV} \times \text{s}^{-1}$		$(\text{Tarama Hızı})^{1/2} / (\text{mV} \times \text{s}^{-1})^{1/2}$		DURUM
	R _{An}	R _{Kat}	R _{An}	R _{Kat}	
1/1	0.94365	-0.95815	0.87979	-0.99199	İnce Film ve Difüzyon Kontrol
1/2	0.96184	-0.90877	0.93515	-0.97373	İnce Film ve Difüzyon Kontrol
1/5	0.99803	-0.90420	0.97442	-0.97166	İnce Film ve Difüzyon Kontrol
1/10	0.99092	-0.99852	0.98222	-0.98848	İnce Film
1/25	0.98974	-0.94458	0.99592	-0.99106	İnce Film
1/50	0.42802	-0.81199	0.55132	-0.71762	İnce Film ve Difüzyon Kontrol
1/100	0.93684	-0.92437	0.87816	-0.98020	İnce Film ve Difüzyon Kontrol

P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda farklı tarama hızlarında (25, 50, 100, 250, 500, 1000 $\text{mV} \times \text{s}^{-1}$) alınmış grafikleri Şekil 4.3.1.9'da verilmiştir. P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda farklı tarama hızlarından elde edilen tarama hızı-akım yoğunluğu ve tarama hızının karekökü-akım yoğunluğu grafikleri ise Şekil 4.3.1.3 – 4.3.1.9 arasında verilmiştir. Çizelge 4.3.1.3'te ise bu grafiklerden elde edilen regresyon katsayıları vardır. $[\text{EDOT}]_0 / [\text{Py}]_0 = 1/1$,

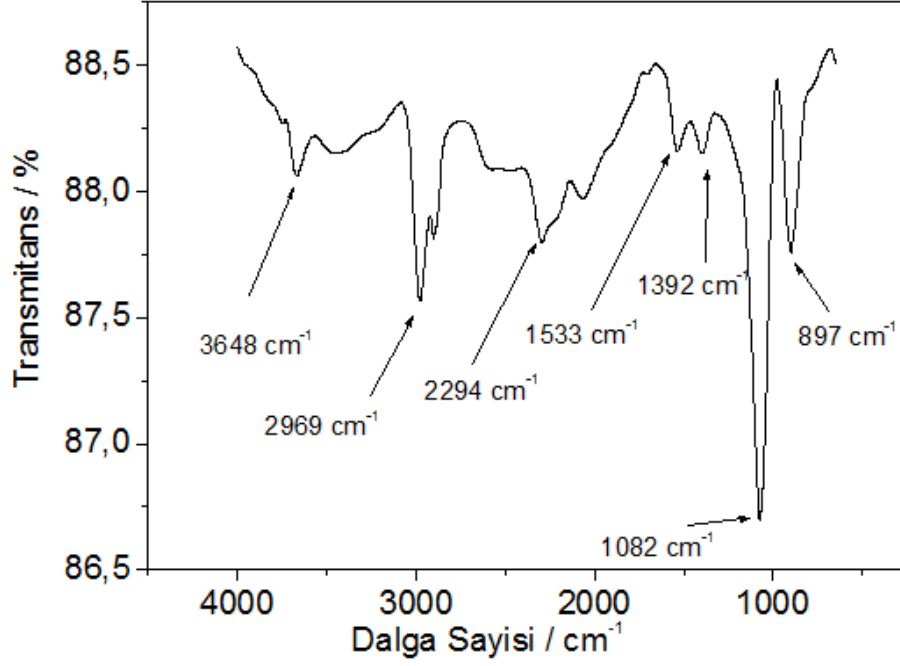
1/2, 1/25, 1/50 ve 1/100 polimer filmi ince film ve difüzyon kontrollü davranış gösterirken $[EDOT]_0 / [Py]_0 = 1/10$ ve $1/25$ da yalnız ince film kontrollü redoks davranışı göstermektedir.

4.3.2.P(EDOT-co-Py) FTIR-ATR Analizi



Şekil 4.3.2.1. P(EDOT-co-Py), FTIR-ATR analzi; $P([EDOT]_0/[Py]_0)=1/5$, 50 cycle, 0.1 M $NaClO_4/ACN$, tarama hızı: $100 mV \times s^{-1}$.

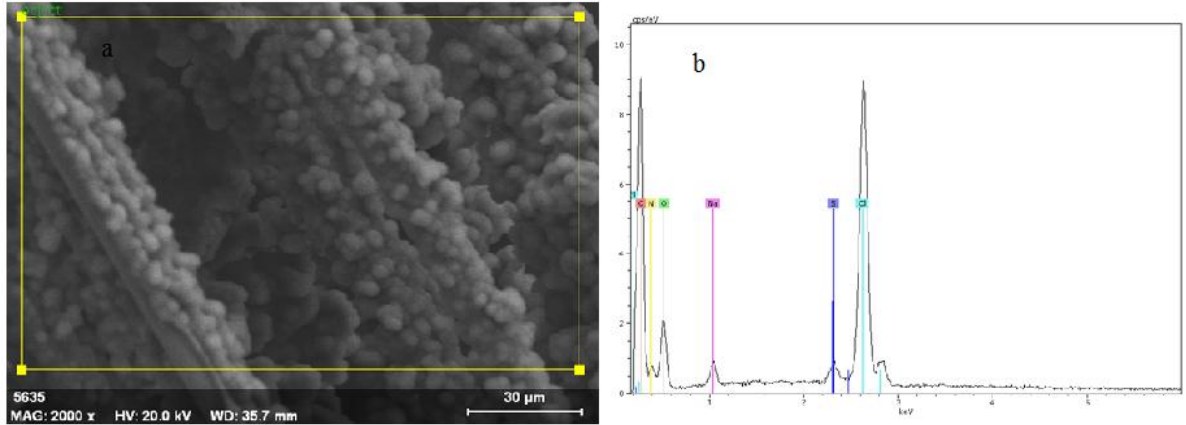
P(EDOT-co-Py)'ın karakteristik pikleri şekil 4.3.2.1'de verildi: $902 cm^{-1}$ (C-S); $1033 cm^{-1}$ (ClO_4^{-1} dopant piki); $1182 cm^{-1}$ (C-C); $1291 cm^{-1}$ (C-H); $1527 cm^{-1}$ (C=C); $1914 cm^{-1}$ (C=C geniş absorblanan band); $2101 cm^{-1}$ (C-H) şeklinde gözlenmiştir.



Şekil 4.3.2.2. P(EDOT-co-Py), FTIR-ATR analizi; P([EDOT]₀/[Py]₀)=1/10, 50 cycle, 0.1 M NaClO₄/ACN 100 mV×s⁻¹.

P(EDOT-co-Py)'ın karakteristik pikleri Şekil 4.3.2.1 de verildi: 897 cm⁻¹ (C-S); 1082 cm⁻¹ (ClO₄⁻¹ dopant piki); 1392 cm⁻¹ (C-C); 1533 cm⁻¹ (C=C); 2294 cm⁻¹- 2969 cm⁻¹ (C-H) ; 3648 cm⁻¹ (N-H) şeklinde gözlenmiştir.

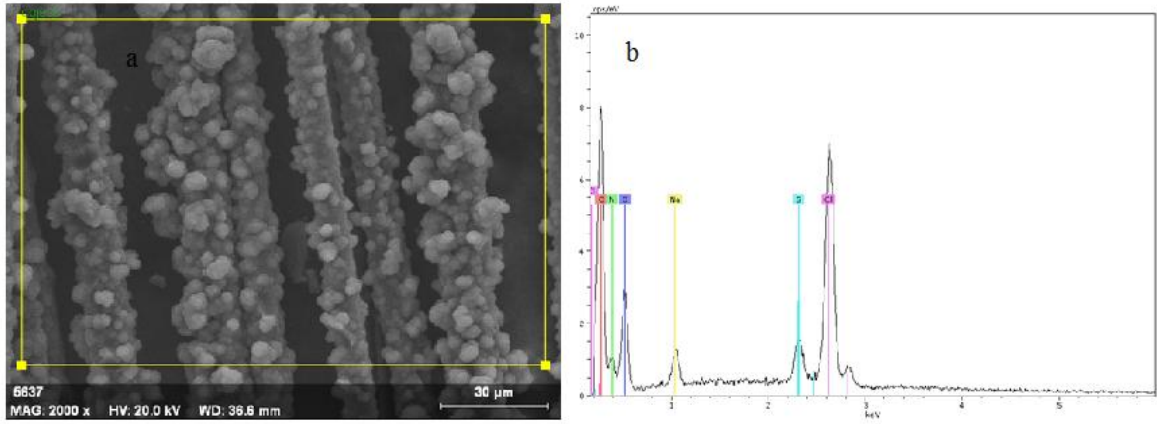
4.3.3 P(EDOT-co-Py) SEM GÖRÜNTÜLERİ



Şekil 4.3.3.1: P(EDOT-co-Py)'ın = 1/5 [EDOT]₀ = 25 Mm, [Py]₀ = 125 mM 0.1M NaClO₄ / CH₃CN ile 50 cycle ve 100 mV×s⁻¹ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi.

Çizelge 4.3.3.1: P(EDOT-co-Py)'ın EDAX analizi

Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	30.90
Azot	19.31
Oksijen	37.35
Sodyum	1.45
Klor	10.24
Sülfür	0.74



Şekil 4.3.3.2: P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ $[EDOT]_0 = 25$ mM, $[Py]_0 = 250$ mM $0.1M NaClO_4 / CH_3CN$ ile 50 cycle ve $100 mV \times s^{-1}$ de kaplanmış fiberin a) 2000 kat büyütülmüş SEM görüntüsü ve b) EDAX analizi.

Çizelge 4.3.3.2: P(EDOT-co-Py)'ün EDAX analizi

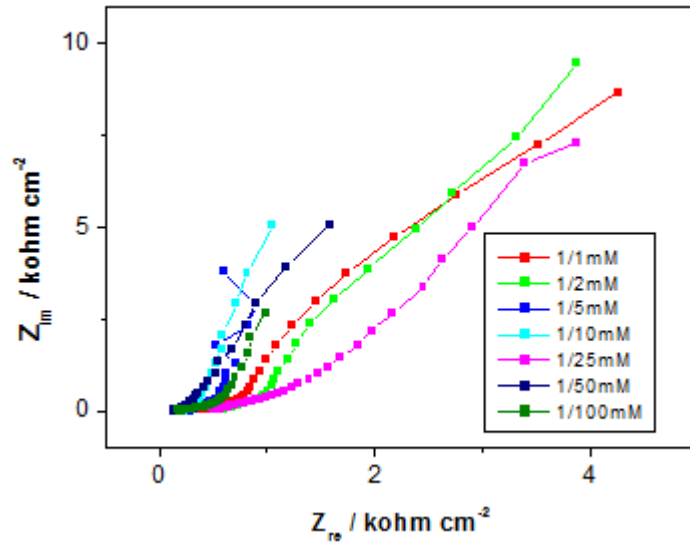
Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	25.36
Azot	20.79
Oksijen	43.47
Sodyum	1.72
Klor	7.37
Sülfür	1.29

P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ $[EDOT]_0 = 25$ mM, $[Py]_0 = 250$ mM, $0.1M NaClO_4 / CH_3CN$ ile 50 cycle ve $100 mV \times s^{-1}$ tarama hızında DV ile gerçekleştirildi. Elde edilen filmin SEM görüntüsü incelendiğinde küçük küresel ve homojen bir polimer filmi

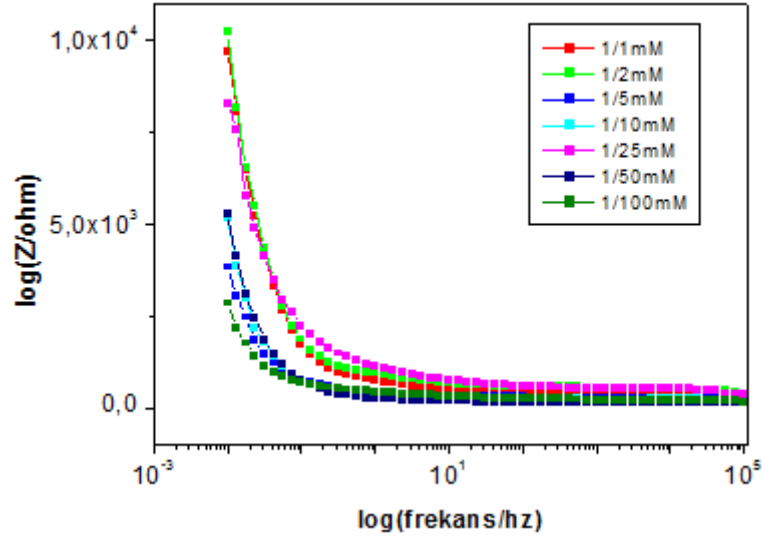
gözlemlenmektedir (Şekil 4.3.3.1 ve Şekil 4.3.3.2). Elde edilen EDAX analizlerinde kopolimerin varlığına ait karbon, azot ve sülfür ile dopant pikinin polimer yapısına doplama ile girmesinden kaynaklı Na, Cl ve O elementleri % element miktarlarında bulunmuştur (Çizelge 4.3.3.1 ve Çizelge 4.3.3.2). EDAX analizinde doplanan sodyum element yüzdesinin % 1.45 ten % 1.72'ye artmaktadır. % element değerlerindeki aynı artış oksijen (% 37.35'ten % 43.47'ye) gözlemlenmektedir. Bu artışın sebebi başlangıç monomer konsantrasyon değeri arttıkça polimer filmine ClO_4^- iyonu doplaması artmaktadır.

4.3.4.P(EDOT-co-Py) EES ANALİZLERİ

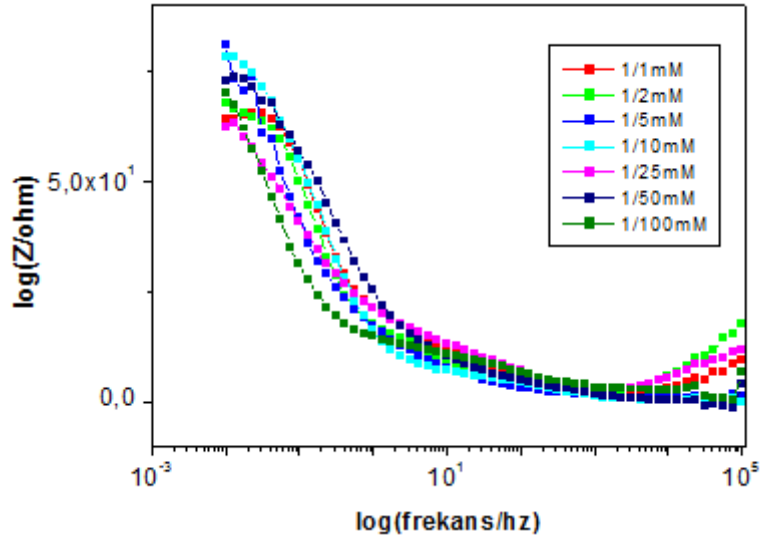
P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarındaki ($[\text{EDOT}]_0/[\text{Py}]_0 = 1/1, 1/2, 1/5, 1/10, 1/25, 1/50$ ve $1/100$) Nyquist, Bode-magnitude, Bode-faz ve Admitans grafikleri Şekil 4.3.4.1-Şekil 4.3.4.4. arasında verilmiştir. EES ölçümleri 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.1 M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



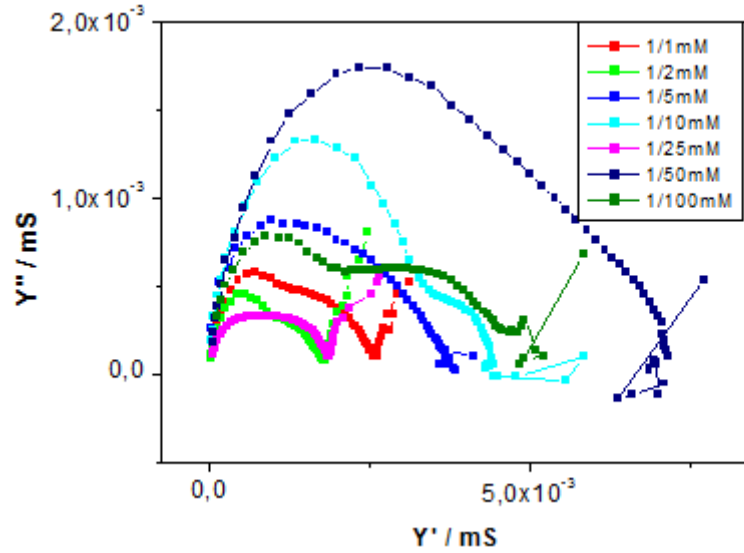
Şekil 4.3.4.1: P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz arasında 0.1M $\text{NaClO}_4/\text{CH}_3\text{CN}$ ortamında CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.3.4.2: P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen Bode-magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz arasında 0.1M NaClO₄/CH₃CN ortamında CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.3.4.3: P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen Bode-faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz arasında 0.1M NaClO₄/CH₃CN ortamında CKE üzerine alınmıştır.



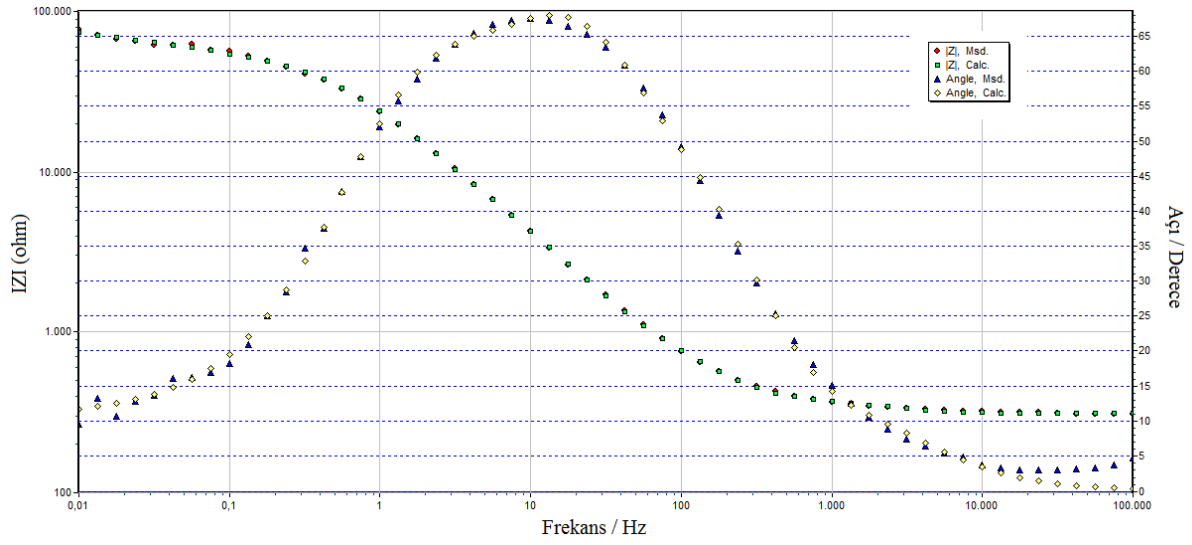
Şekil 4.3.4.4: P(EDOT-co-Py)'ün EES ölçümlerinden elde edilen Admittance grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz arasında 0.1M NaClO₄/CH₃CN ortamında CKE üzerine alınmıştır.

Çizelge 4.3.4.1: P(EDOT-co-Py)'nin farklı başlangıç monomer konsantrasyonlarında C_{dl} , C_{sp} , Θ_{max} değerleri.

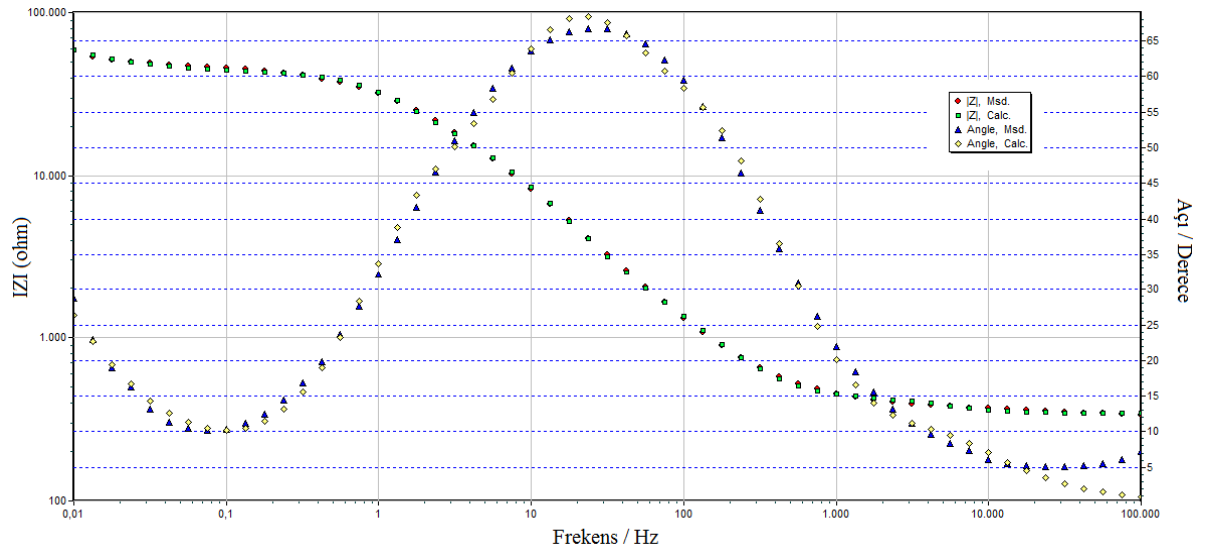
P(EDOT-co-Py) [EDOT] ₀ / [Py] ₀	$C_{sp}/F \times cm^{-2}$	$C_{dl}/F \times cm^{-2}$	$\Theta_{max}/Derece$
1/1	0.027	$1.37 \cdot 10^{-4}$	65.2
1/2	0.025	$1.25 \cdot 10^{-4}$	67.9
1/5	0.063	$3.34 \cdot 10^{-4}$	81.5
1/10	0.047	$4.20 \cdot 10^{-4}$	78.1
1/25	0.032	$8.31 \cdot 10^{-5}$	62.5
1/50	0.047	$4.31 \cdot 10^{-4}$	73.1
1/100	0.089	$2.38 \cdot 10^{-4}$	70.2

P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda EES sonuçlarından elde edilen çift katmanlı kapasitans (C_{dl}) spesifik kapasitans (C_{sp}) ve maksimum faz açısı (Θ_{max}) değerleri Çizelge 4.3.4.1'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre [EDOT]₀/[Py]₀=1/50 monomer konsantrasyonunda en yüksek $C_{dl}=4.31 \times 10^{-4} F \times cm^{-2}$ [EDOT]₀/[Py]₀=1/100 monomer konsantrasyonunda en yüksek $C_{sp}=0.063 F \times cm^{-2}$ ve $\Theta_{max}=81.5^0$ olarak elde edilmiştir.

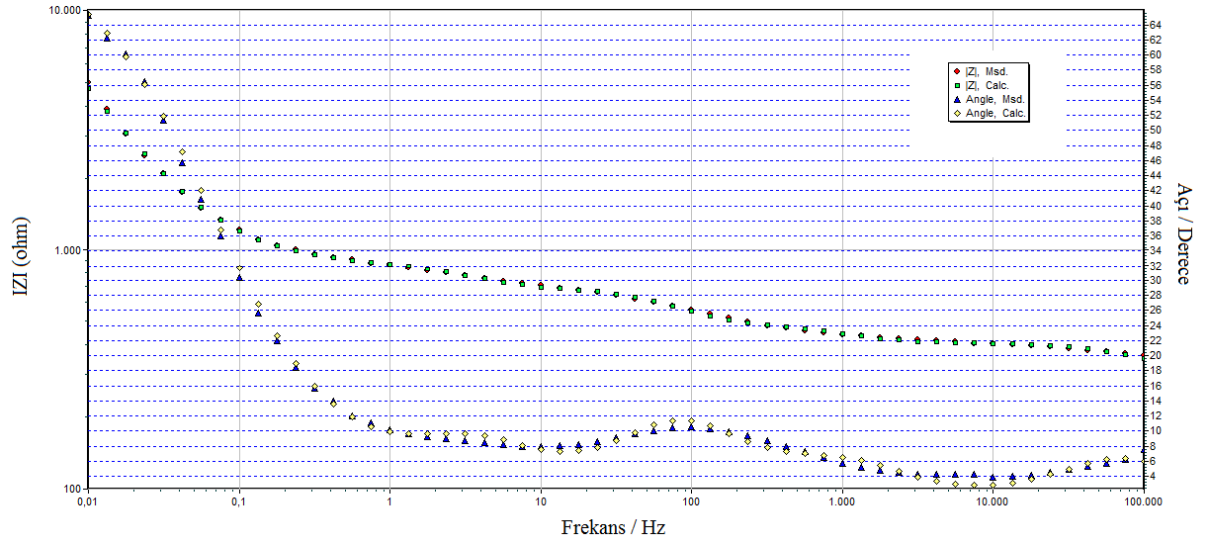
4.3.5.P(EDOT-co-Py)'ün Eşdeğer Devre Uygulaması



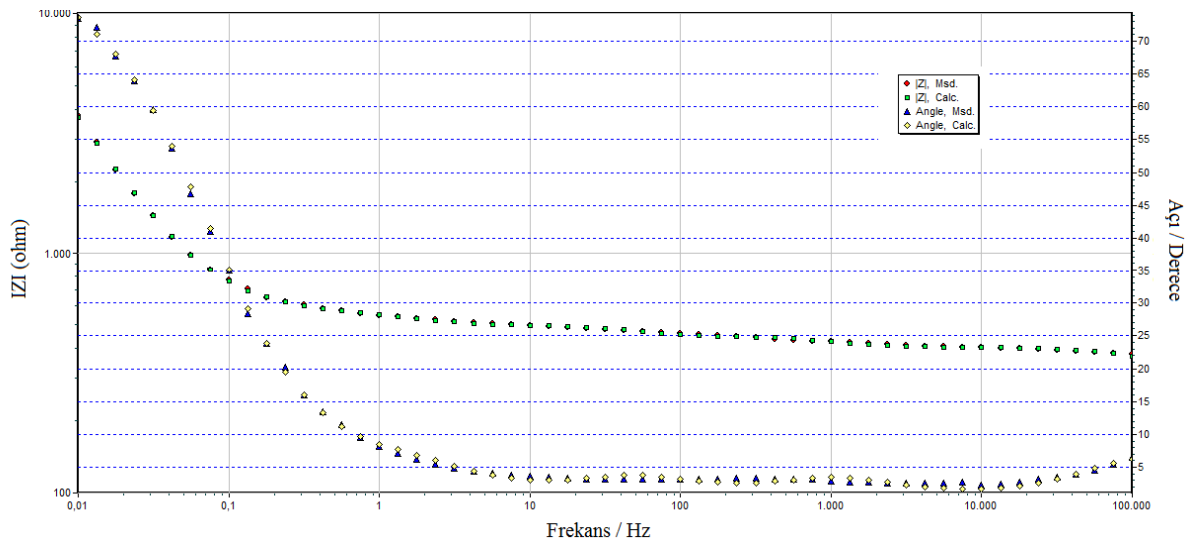
Şekil 4.3.5.1: Bode-magnitude ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/1$ oranlarında CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.3.5.2: Bode-magnitude ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/2$ oranlarında CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.3.5.3: Bode-magnitude ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranlarında CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

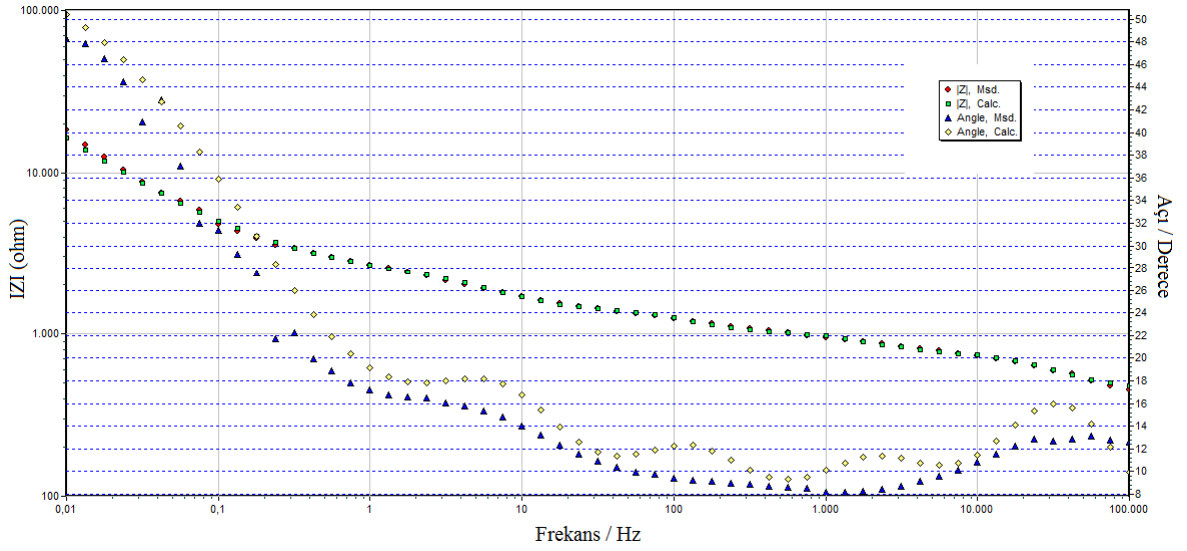


Şekil 4.3.5.4: Bode-magnitude ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ oranlarında CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

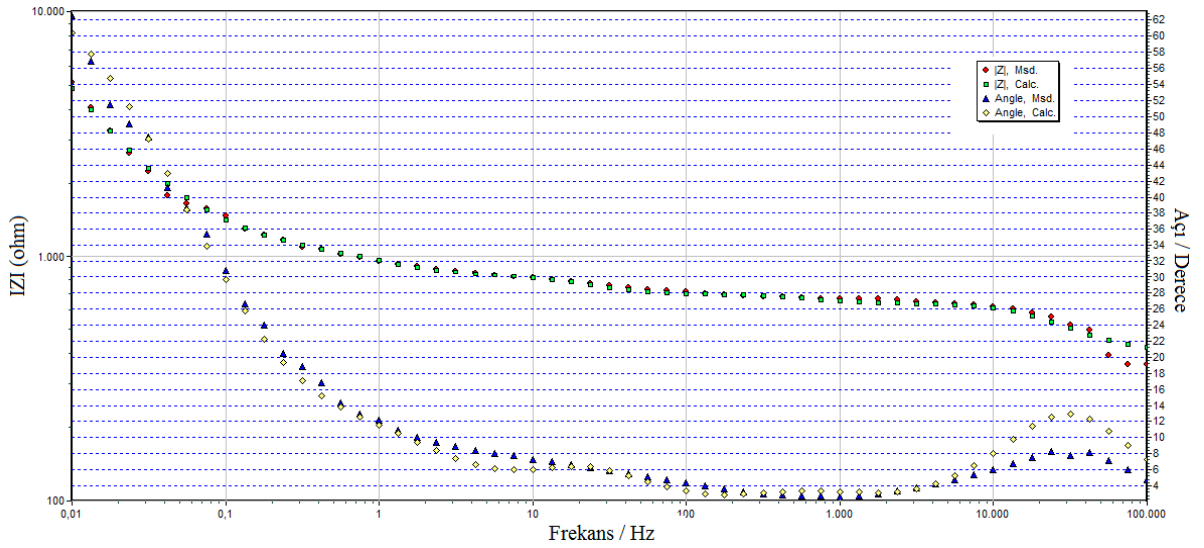
Çizelge 4.3.5.1: $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile P(EDOT-co-Py) / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. 0.1M NaClO₄ / CH₃CN, tarama hızı: 50mV/s , 8 döngü

Devre parametreleri	[EDOT] ₀ /[Py] ₀			
	[EDOT] ₀ /[Py] ₀ =1/1	[EDOT] ₀ /[Py] ₀ =1/2	[EDOT] ₀ /[Py] ₀ =1/5	[EDOT] ₀ /[Py] ₀ =1/10
R_s / Ω	403	275.9	265.9	205.5
C₁ / μF	0.000293	8.697x10 ⁻⁹	2.243x10 ⁻⁵	2.275x10 ⁻⁷
R₁ / Ω	114.2	219.1	22.54	21.07
Q / μS×s⁻ⁿ	1.407x10 ⁻⁵	0.0008678	0.002751	0.005188
n	0.489	0.8144	0.9424	0.6355
R₂ / kΩ	1.493x10 ⁴	292	122.6	37.5
C₂ / μF	1.539x10 ⁻⁵	3.209x10 ⁻⁷	0.004189	0.004048
R₃ / Ω	39.23	59.3	151.1	337
χ²	2.383x10 ⁻³	6.505x10 ⁻⁴	8.287x10 ⁻⁴	1.912x10 ⁻³

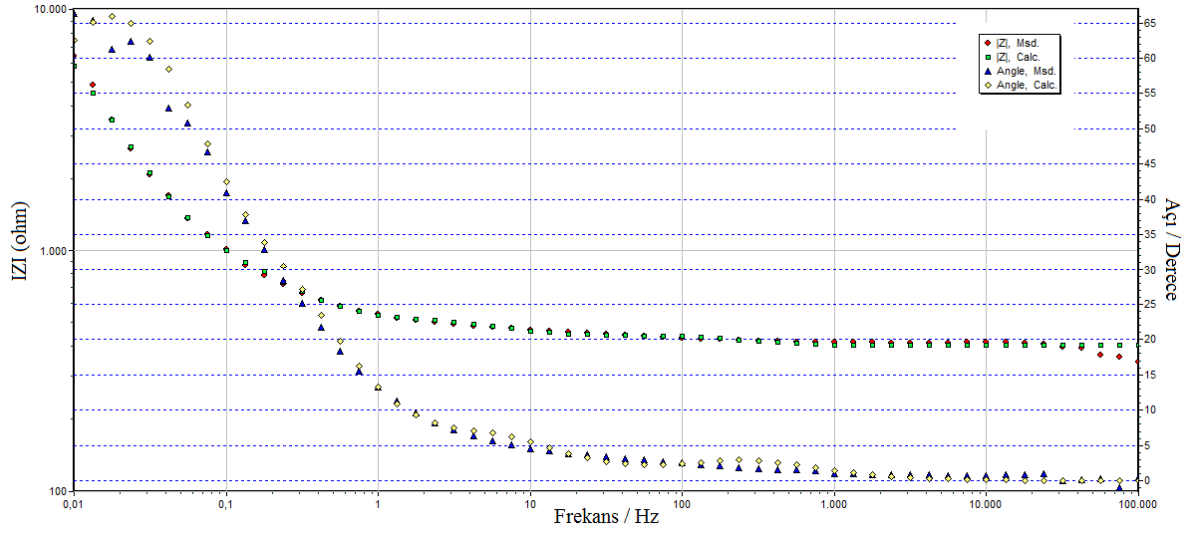
$R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli 0.01 Hz - 100 kHz frekans aralığında elektrolit P(EDOT-co-Py)'ün, [EDOT]₀/[Py]₀= 1/1, 1/2, 1/5 ve 1/10 sistemi için verildi. Princeton Uygulamalı araştırma ile ZsimpWin 3.22 devre modeli programıyla teorik ve deneysel devreler karşılaştırılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.3.5.1 ile Şekil 4.3.5.4'de görülen Bode-magnitude ve faz grafiğinde de teorik ve deneysel sonuçların çakıştığı görülmektedir.



Şekil 4.3.5.5: Bode-magnitude ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/25$ oranlarında CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.3.5.6: Bode-magnitude ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/50$ oranlarında CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.3.5.7: Bode-magnitude ve faz grafiği için, P(EDOT-co-Py)'ün $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/100$ oranlarında CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

Çizelge 4.3.5.2: $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile P(EDOT-co-Py) / CKE elektrokimyasal olarak analiz edildi. 0.1M NaClO₄ / CH₃CN, tarama hızı: 50mV/s , 8 döngü

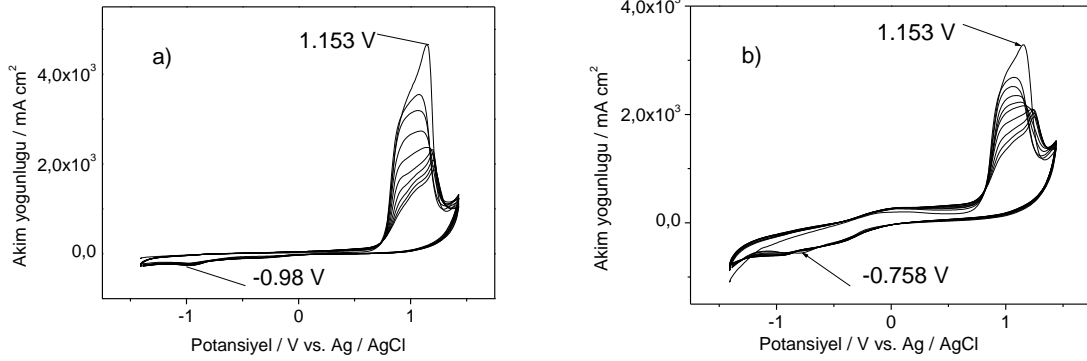
Devre parametreleri	$[EDOT]_0/[Py]_0$		
	$[EDOT]_0/[Py]_0=1/25$	$[EDOT]_0/[Py]_0=1/50$	$[EDOT]_0/[Py]_0=1/100$
R_s / Ω	344.3	142.6	193.5
$C_1 / \mu F$	1.046×10^{-5}	5.772×10^{-5}	1.775×10^{-5}
R_1 / Ω	124.8	24.5	56.03
$Q / \mu S \times s^{-n}$	0.0007946	0.00453	0.003519
n	0.7409	0.4325	0.8582
$R_2 / k\Omega$	623.6	78.88	212.2
$C_2 / \mu F$	2.246×10^{-8}	0.003469	4.884×10^{-7}
R_3 / Ω	183.9	227.2	25.3
χ^2	8.877×10^{-4}	1.058×10^{-3}	1.202×10^{-3}

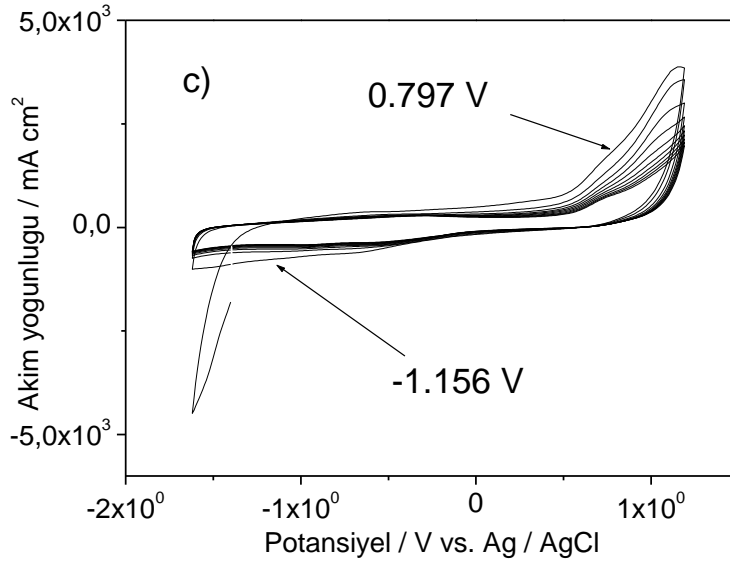
$R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli 0.01 Hz - 100.000 Hz frekans aralığında elektrolit P(EDOT-co-Py)'nin, $[EDOT]_0/[Py]_0= 1/25, 1/50$ ve $1/100$ sistemi için verildi. Princeton Uygulamalı araştırma ile ZsimpWin 3.22 devre modeli programıyla teorik ve deneysel devreler karşılaştırılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.3.5.5 ile Şekil 4.3.5.7'de görülen Bode-magnitude ve faz grafiğinde de teorik ve deneysel sonuçların karşılaştığı görülmektedir. Devre parametreleri incelendiğinde en yüksek R_s değeri $[EDOT]_0/[Py]_0= 1/1$ için $R_s= 403 \Omega$ olarak elde edilmiştir. En yüksek n değeri $n= 0.9424$ olarak $[EDOT]_0/[Py]_0= 1/5$ oranında elde edilmiştir.

4.4.PEDOT/KNT ELEKTRO KAPLAMASI

4.4.1.PEDOT / KNT, SDS Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi

EDOT monomerinin -1.4V ile +1.4V potansiyel aralığında CKE üzerine 50 mM, 100 mL SDS çözeltisi içerisinde farklı oranlarda KNT (%1, %3 ve %5) kaplanmış grafikleri aşağıdaki çalışmalarda yer almaktadır. EDOT ve KNT 30 dakika ultrasonik banyoda dispers edilmiştir.



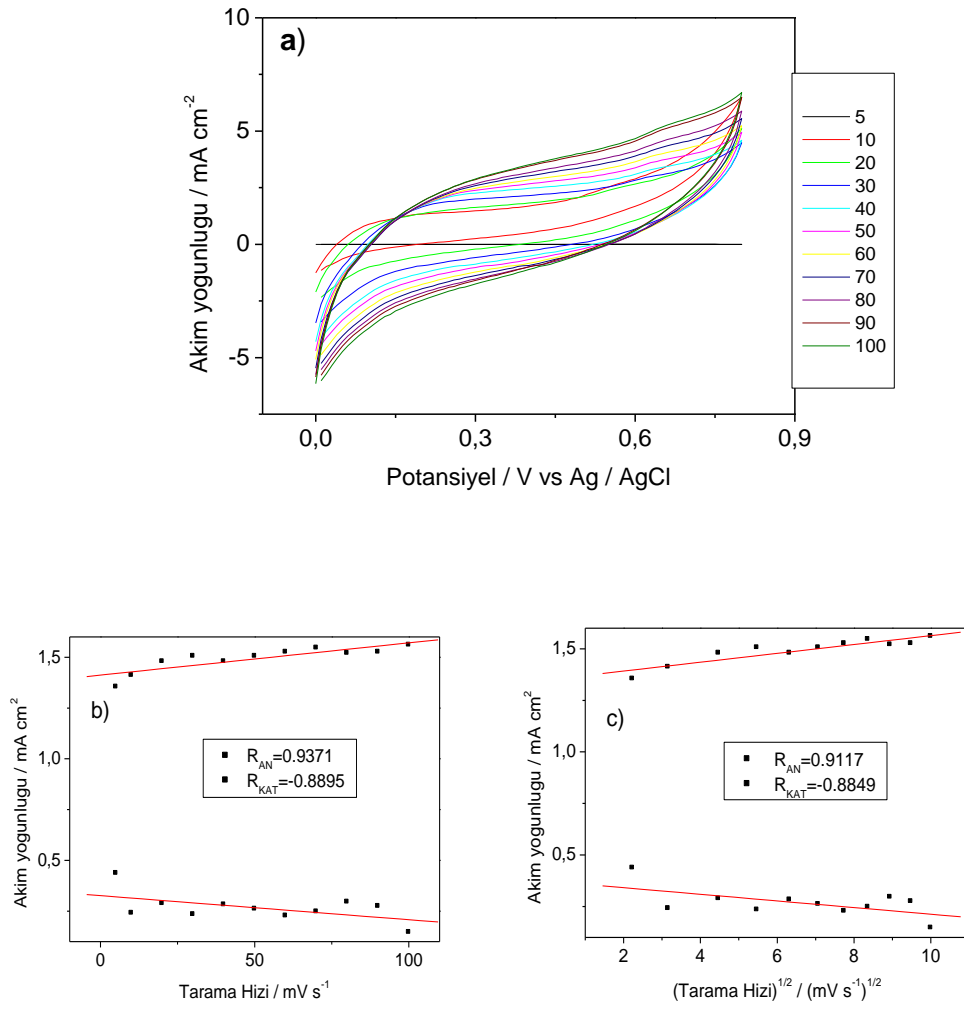


Şekil 4.4.1.1: [EDOT] monomerinin -1.4V ile +1.4V potansiyel aralığında CKE üzerine 50 mM, 100 mL SDS çözeltisinde a) %1 KNT. [EDOT]_o= 0.1M b) %3 KNT. [EDOT]_o= 0.1M c) %5 KNT. [EDOT]_o= 0.1M başlangıç monomer konsantrasyonunda 10 döngü olarak alınmış DV grafiği.

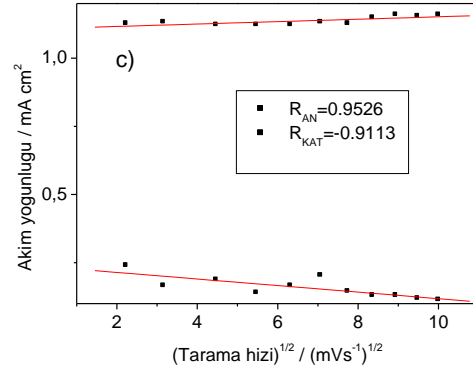
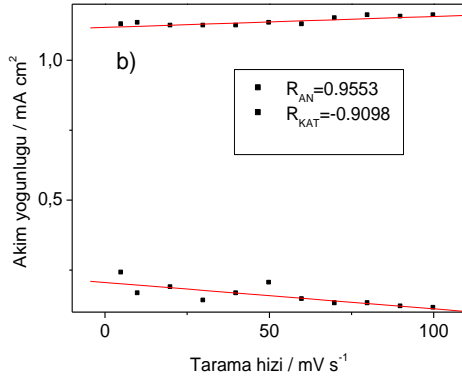
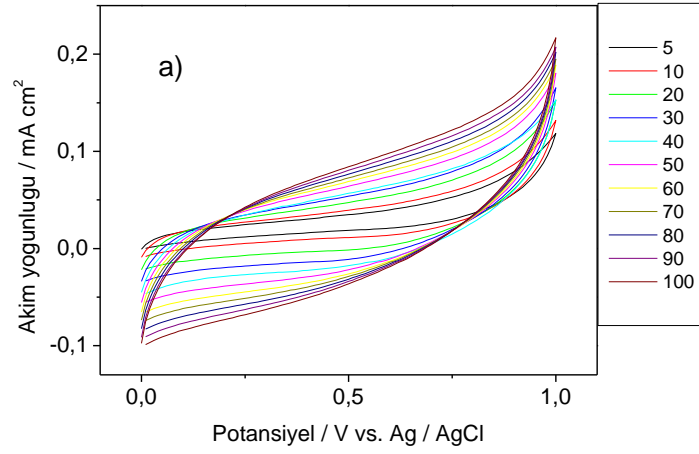
Çizelge 4.4.1.1: PEDOT / KNT'nin polimerleşmesiyle elde edilen redoks davranışları

% KNT	E_{An}/V	E_{Kat}/V	$\Delta E/V$	$i_{An} / \text{mA} \times \text{cm}^2$	$i_{Kat} / \text{mA} \times \text{cm}^2$	i_{An} / i_{Kat}
1	1.153	-0.980	2.133	1816.114	-256.035	7.093
3	1.153	-0.758	1.911	1945.255	-636.861	3.054
5	0.797	-1.156	1.953	771.897	-443.430	1.740

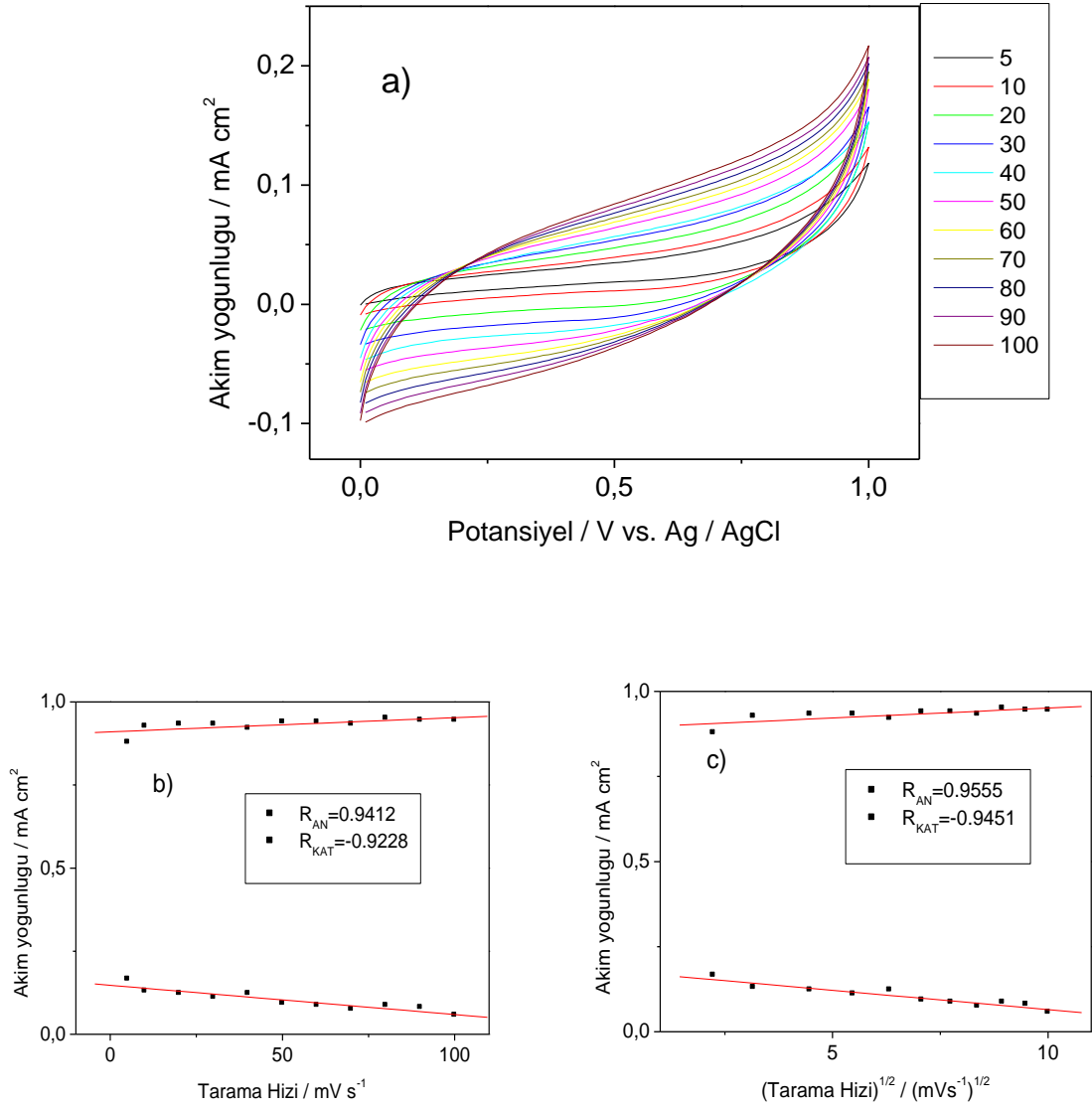
EDOT monomerinin %1, %3 ve %5 KNT içeren kompozitlerinin elektro-büyüme grafiği incelendiğinde en düşük anodik ve katodik potansiyel farkı $\Delta E=1.911$ V, 1'e en yakın anodik ve katodik akım yoğunluğu oranı $i_{An} / i_{Kat}=1.740$ elde edilmiştir.



Şekil 4.4.1.2: CKE üzerine a) [EDOT]₀= 0.1 M başlangıç monomer konsantrasyonunda, %1 KNT, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mV×s⁻¹ tarama hızlarındaki monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu-tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.



Şekil 4.4.1.3: CKE üzerine a) $[EDOT]_0 = \%3$ KNT 0.1 M, başlangıç monomer konsantrasyonunda 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu- Tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.



Şekil 4.4.1.4: CKE üzerine a) $[EDOT]_0 = 0.1$ M başlangıç monomer konsantrasyonunda, % 5 KNT, 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu- Tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.

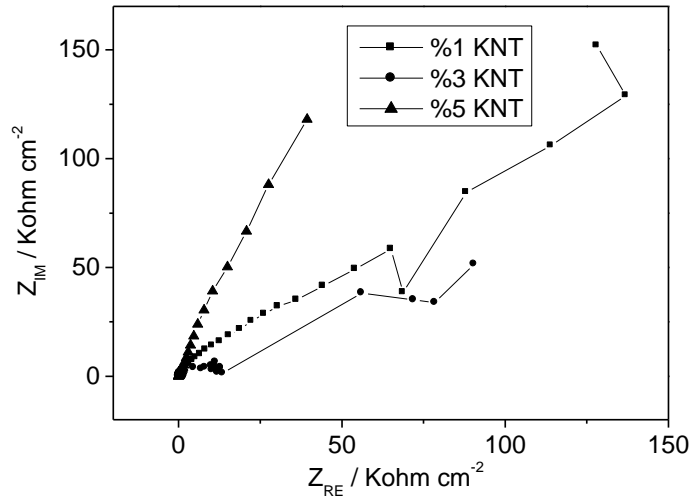
Çizelge 4.4.1.2: PEDOT / KNT filmlerinin elde edilen redoks parametreleri

% KNT	Tarama hızı / $\text{mV}\times\text{s}^{-1}$		$(\text{Tarama hızı})^{1/2} / (\text{mV}\times\text{s}^{-1})^{1/2}$		Durum
	R_{An}	R_{Kat}	R_{An}	R_{Kat}	
1	0.93177	-0.88953	0.91179	-0.88499	İnce film ve difüzyon kontrol
3	0.95535	-0.90985	0.95266	-0.91135	İnce film ve difüzyon kontrol
5	0.94122	-0.92288	0.95555	-0.94511	İnce film ve difüzyon kontrol

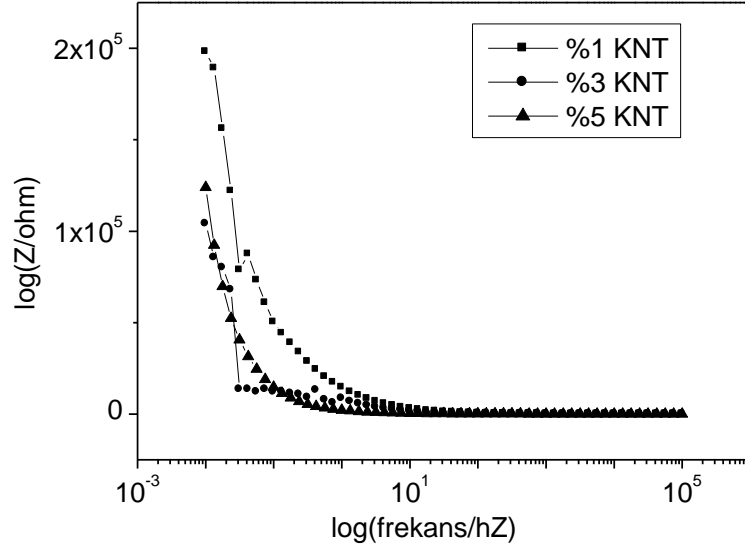
Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.4.1.2’de verilmiştir. Buna göre % 1, % 3 ve % 5 KNT içeren kompozit filmde monomersiz ortamda hem ince film hem de difüzyon kontrollü durum gözlemlenmiştir.

4.4.2.PEDOT/KNT EES ANALİZLERİ

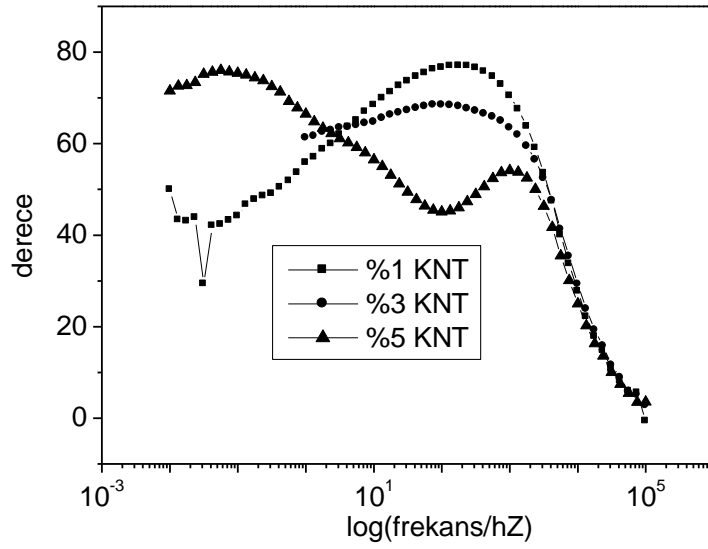
PEDOT/KNT’nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % KNT oranlarında (% 1, % 3, % 5) konsantrasyonlarındaki Nyquist, Bode-magnitüde, Bode-faz ve Admitans grafikleri Şekil 4.4.2.1-Şekil 4.4.2.4. arasında verilmiştir. EES ölçümleri 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



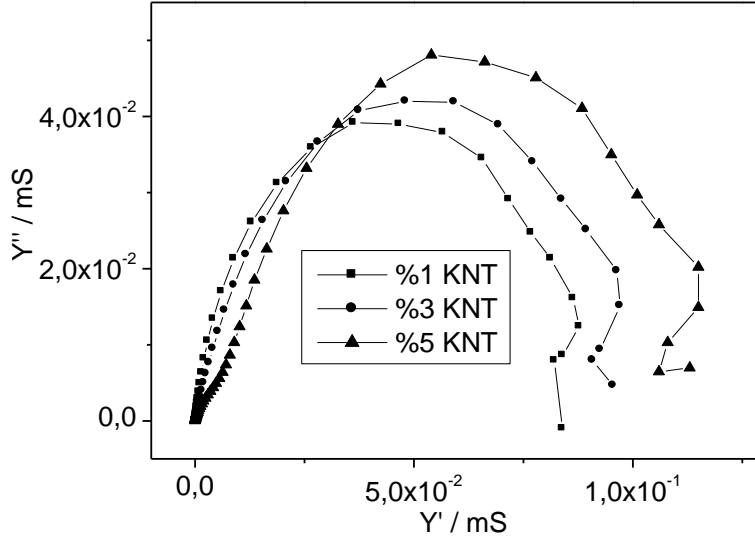
Şekil 4.4.2.1: PEDOT’ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (% 1,%3 ve %5) Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.4.2.2: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı % KNT oranlarındaki (% 1, %3 ve %5) Bode Magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.4.2.3: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (% 1,%3 ve %5) Bode Faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.4.2.4: PEDOT'ın EES ölçümlerinden elde edilen farklı % KNT oranlarındaki (% 1,% 3 ve %5) Admitance grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CEK üzerine alınmıştır.

Çizelge 4.4.2.1: PEDOT / KNT filmlerinin elde edilen kapasitans parametreleri

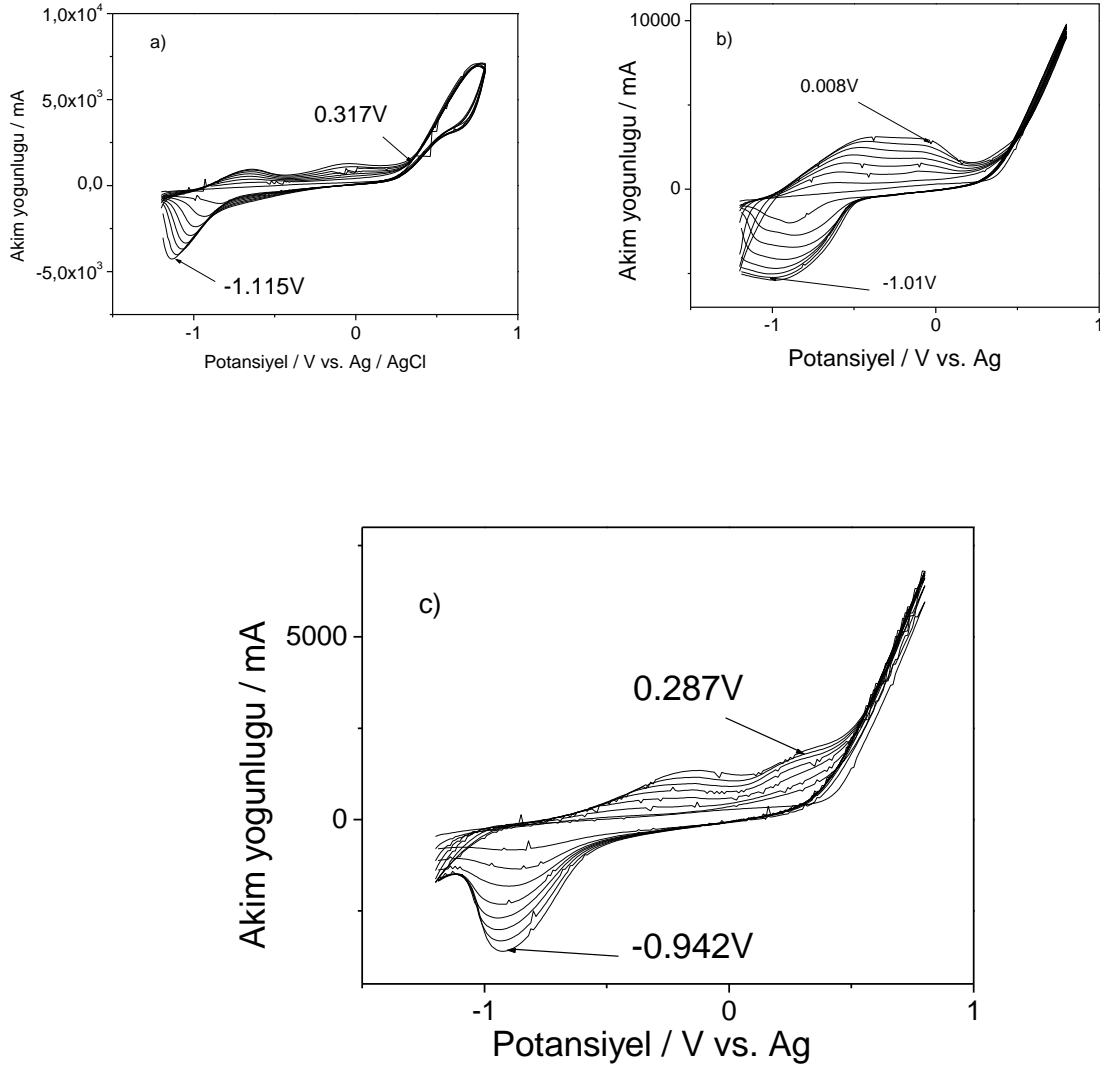
% KNT	$C_{sp}/F \times cm^{-2}$	$C_{dl}/F \times cm^{-2}$	$\Theta_{max}/Derece$	$Y'' (mS)$ $Y'=0.05mS$
1	105	$9.26 \cdot 10^{-4}$	49.85	0.038
3	306	0.0015	61.31	0.042
5	134	0.0046	71.86	0.047

PEDOT'ın farklı % KNT oranlarında hazırlanmış kompozit filmlerinin EES sonuçlarından elde edilen spesifik kapasitans değerleri incelendiğinde, en yüksek ($C_{sp} = 306 F \times cm^{-2}$) ile %3 KNT içeren kompozit filminden elde edilmiştir. Ayrıca çift katmanlı kapasitans değeri ($C_{dl} = 0.0046 F \times cm^{-2}$) %5 KNT içeren kompozit filmidir. Bode-Faz grafiğinden elde edilen en yüksek faz açısı $\Theta = 71,86^\circ$ ve Admitans grafiğinden elde edilen en yüksek iletkenlik ($Y'' = 0.0047 mS$) %5 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir.

4.5.PPy/KNT'NIN ELEKTRO KAPLAMASI

4.5.1.PPy / KNT 50 mM 100mL SDS Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi

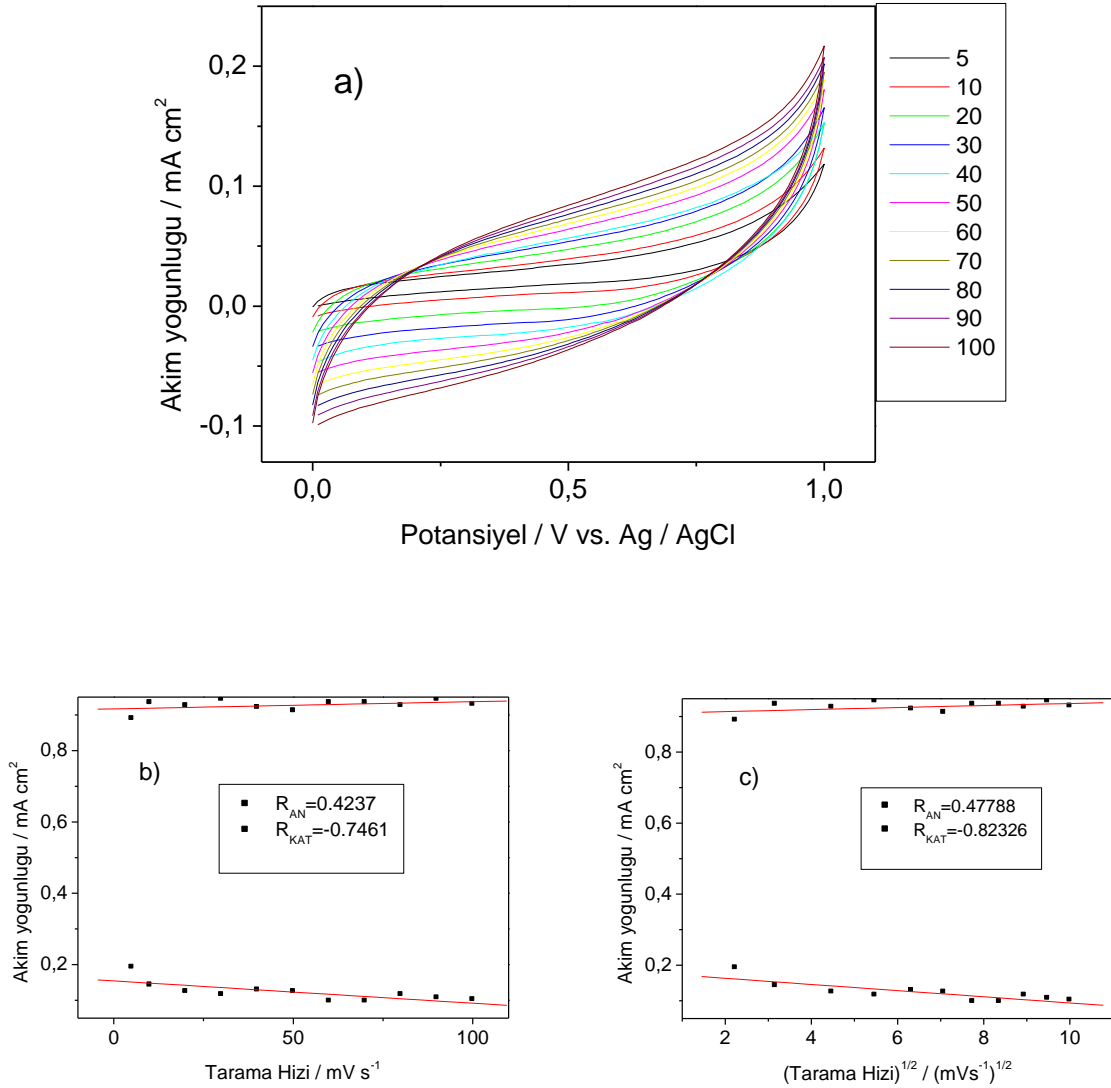
Py monomerinin -1 V ile +1 V potansiyel aralığında CKE üzerine 50 mM, 100 mL SDS çözeltisi içerisinde farklı oranlarda KNT (%1, %3 ve %5) kaplanmış grafikleri aşağıdaki çalışmalarda yer almaktadır.



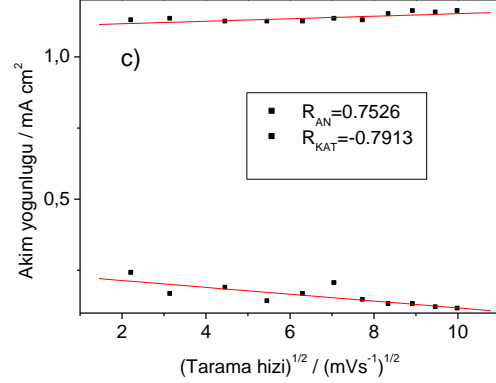
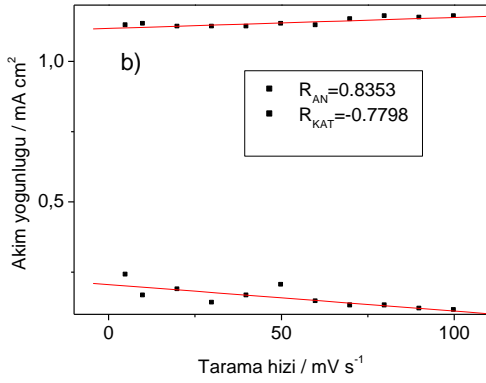
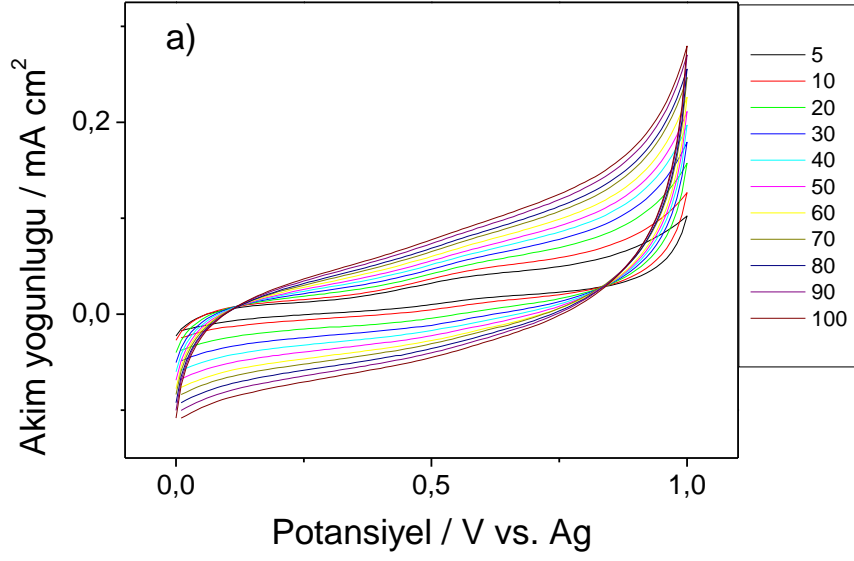
Şekil 4.5.1.1: $[Py]_0$ monomerinin CKE üzerine 50 mM, 100 mL SDS çözeltisinde a) %1 KNT. $[Py]_0=0.1M$ b) %3 KNT. $[Py]_0=0.1M$ c) %5 KNT. $[Py]_0=0.1M$ başlangıç monomer konsantrasyonunda 10 döngü olarak alınmış DV grafiği.

Çizelge 4.5.1.1: PPy/KNT kompozitinin redox parametreleri

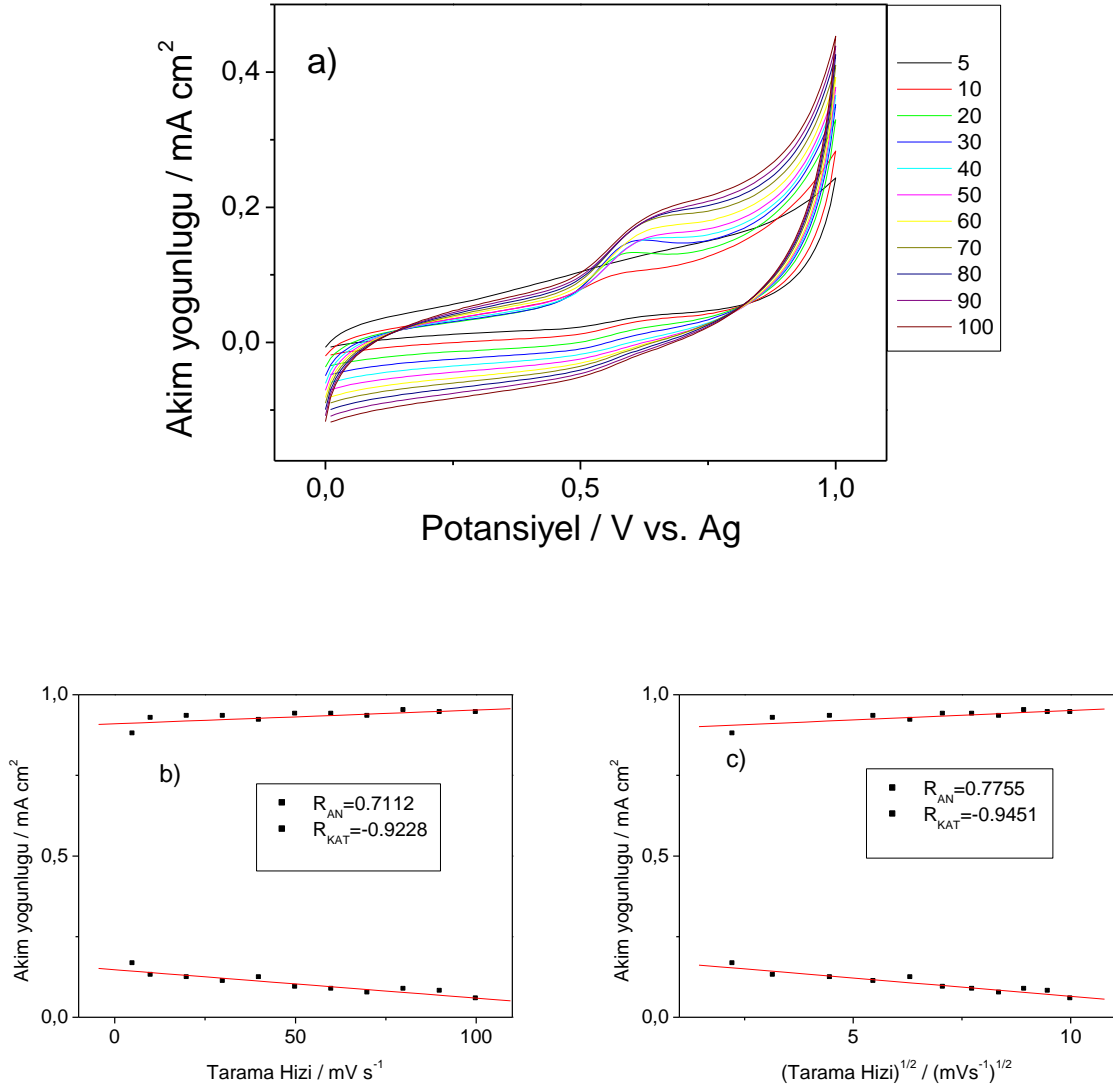
% KNT	E_{An}/V	E_{Kat}/V	$\Delta E/V$	i_{An}/mA	i_{Kat}/mA	i_{An}/i_{Kat}
1	0.317	-1.115	1.432	1421.90	-4453.9	0.31
3	0.008	-1.01	1.018	2736.05	-5544.6	0.49
5	0.287	-0.942	1.229	1872.82	-3538.4	0.52



Şekil 4.5.1.2: CKE üzerine a) $[Py]_0 = 0.1$ M, başlangıç monomer konsantrasyonunda %1 KNT içeren 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.



Şekil 4.5.1.3: CKE üzerine a) $[Py]_0 = 0.1$ M, başlangıç monomer konsantrasyonunda %3 KNT içeren 0.5 M 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 monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu- Tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.



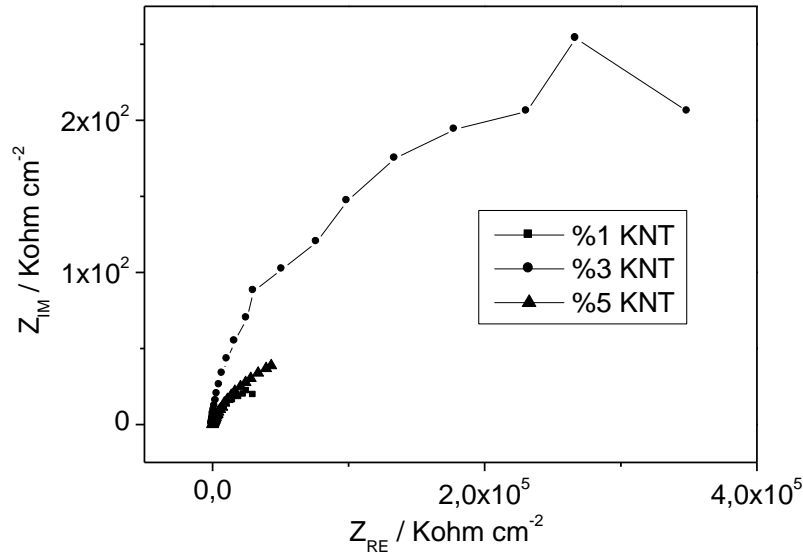
Şekil 4.5.1.4: CKE üzerine a) $[Py]_0 = 0.1$ M, başlangıç monomer konsantrasyonunda %5 KNT içeren 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen $5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100$ $mV \times s^{-1}$ tarama hızlarındaki monomersiz ortamdaki grafiği. b) Akım yoğunluğu-Tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.

Çizelge 4.5.1.2: PPy / KNT filmlerinin elde edilen redoks parametreleri

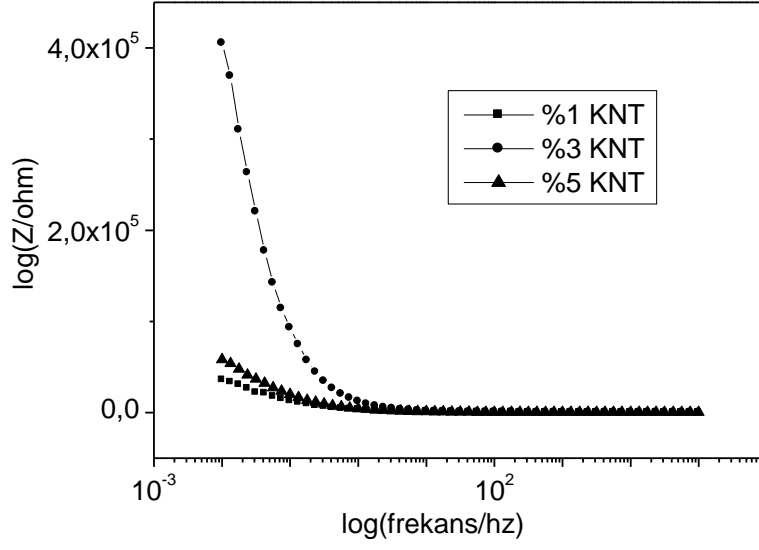
% KNT	Tarama hızı / $\text{mV}\times\text{s}^{-1}$		$(\text{Tarama hızı})^{1/2} / (\text{mV}\times\text{s}^{-1})^{1/2}$		Durum
	R_{An}	R_{Kat}	R_{An}	R_{Kat}	
1	0.4237	-0.7461	0.4778	-0.8232	İnce film ve difüzyon kontrol
3	0.8353	-0.7798	0.7526	-0.7913	İnce film
5	0.7112	-0.9228	0.7755	-0.9451	İnce film ve difüzyon kontrol

4.5.2.PPy / KNT EES Analizleri

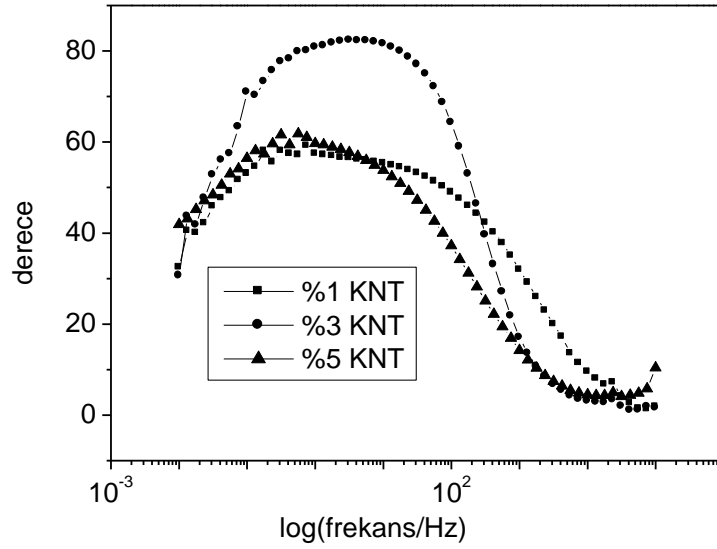
PPy/KNT'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % KNT oranlarında (% 1, % 3, % 5) konsantrasyonlarındaki Nyquist, Bode-magnitude, Bode-faz ve Admitans grafikleri Şekil 4.5.2.1-Şekil 4.5.2.4. arasında verilmiştir. EES ölçümleri 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



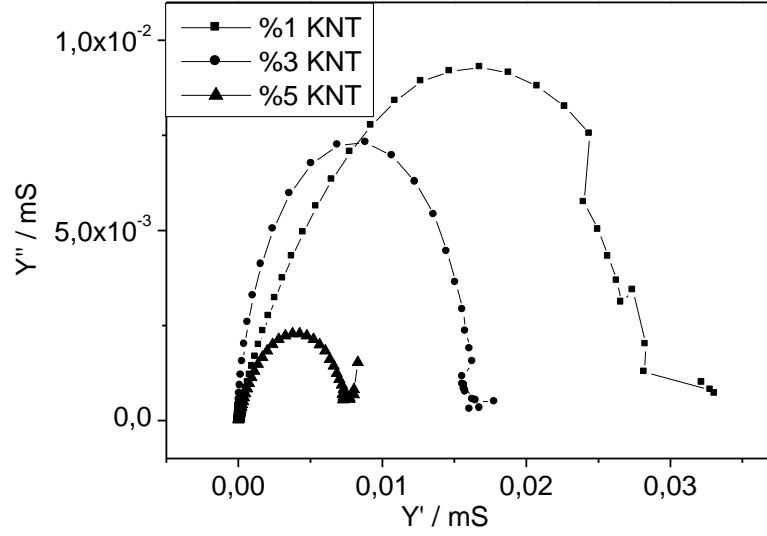
Şekil 4.5.2.1: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.5.2.2: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Bode Magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.5.2.3: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode Faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.5.2.4: PPy'ün EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Admitance grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CEK üzerine alınmıştır.

Çizelge 4.5.2.1: PPy / KNT filmlerinin elde edilen kapasitans değerleri

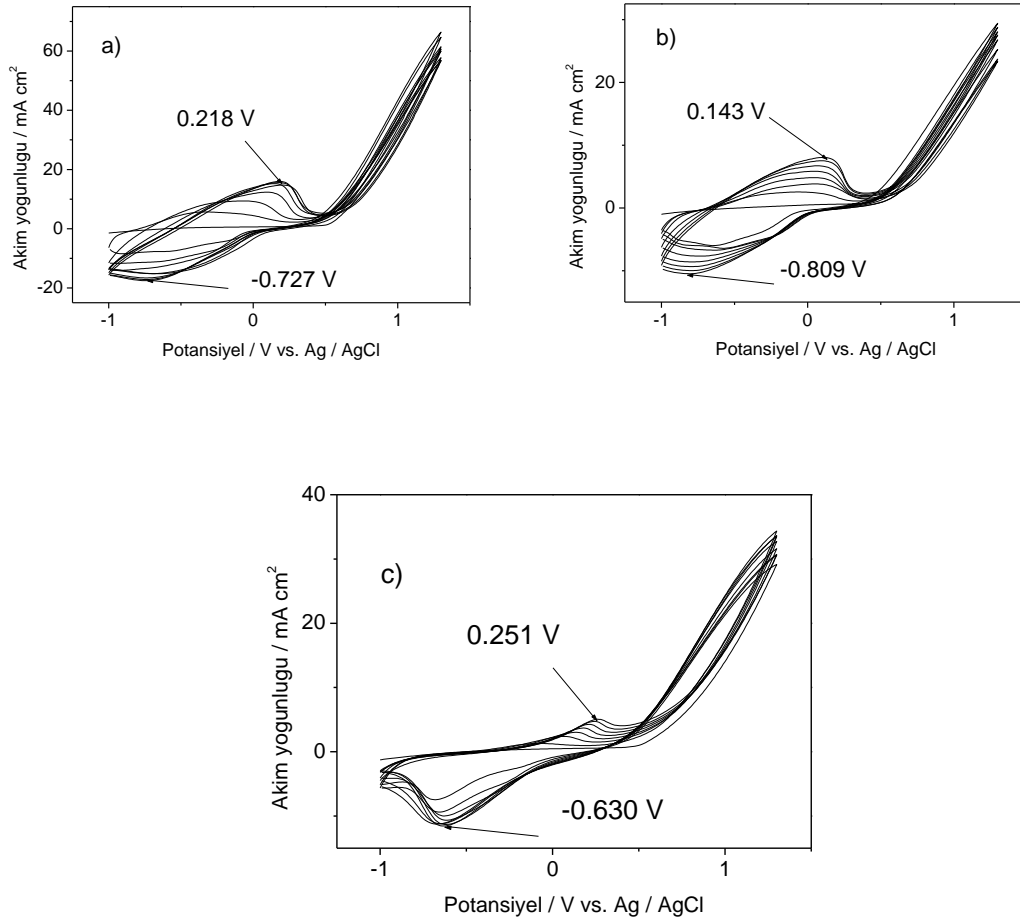
% KNT	$C_{sp}/F \times cm^{-2}$	$C_{dl}/F \times cm^{-2}$	$\Theta_{max}/Derece$	$Y'' (mS)$ $Y'=0.05 mS$
1	804	0.0103	40.81	0.0043
3	76.8	0.0015	80.11	0.0059
5	424.8	0.0010	62.48	0.0023

PPy'ün farklı % KNT oranlarında elde edilen kompozit filmlerinde spesifik kapasitans en yüksek ($C_{sp} = 424.8 F \times cm^{-2}$) ile %5 KNT içeren kompozit filmde elde edilirken, ($C_{dl} = 0.0103 F \times cm^{-2}$) ile %1 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir. Bode-faz grafiğinden en yüksek faz açısı $\Theta = 80.11^\circ$ ile % 3 KNT içeren kompozit filmde elde edilirken, Admitans grafiğinden en yüksek iletkenlik $Y'' = 0.0059 mS$ ile %3 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir.

4.6.P (EDOT-co-Py)/KNT ELEKTRO KAPLAMASI

4.6.1.P(EDOT-co-Py), SDS Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi

P(EDOT-co-Py) / KNT, -1 V ile +1.4 V potansiyel aralığında 100 mV/s tarama hızında, camı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak, DV yöntemiyle P(EDOT-co-Py) = 1/5 oranlarında Glassy elektrot üzerine farklı KNT oranlarında (%1, %3, %5) 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisinde deneyler gerçekleştirilmiştir.

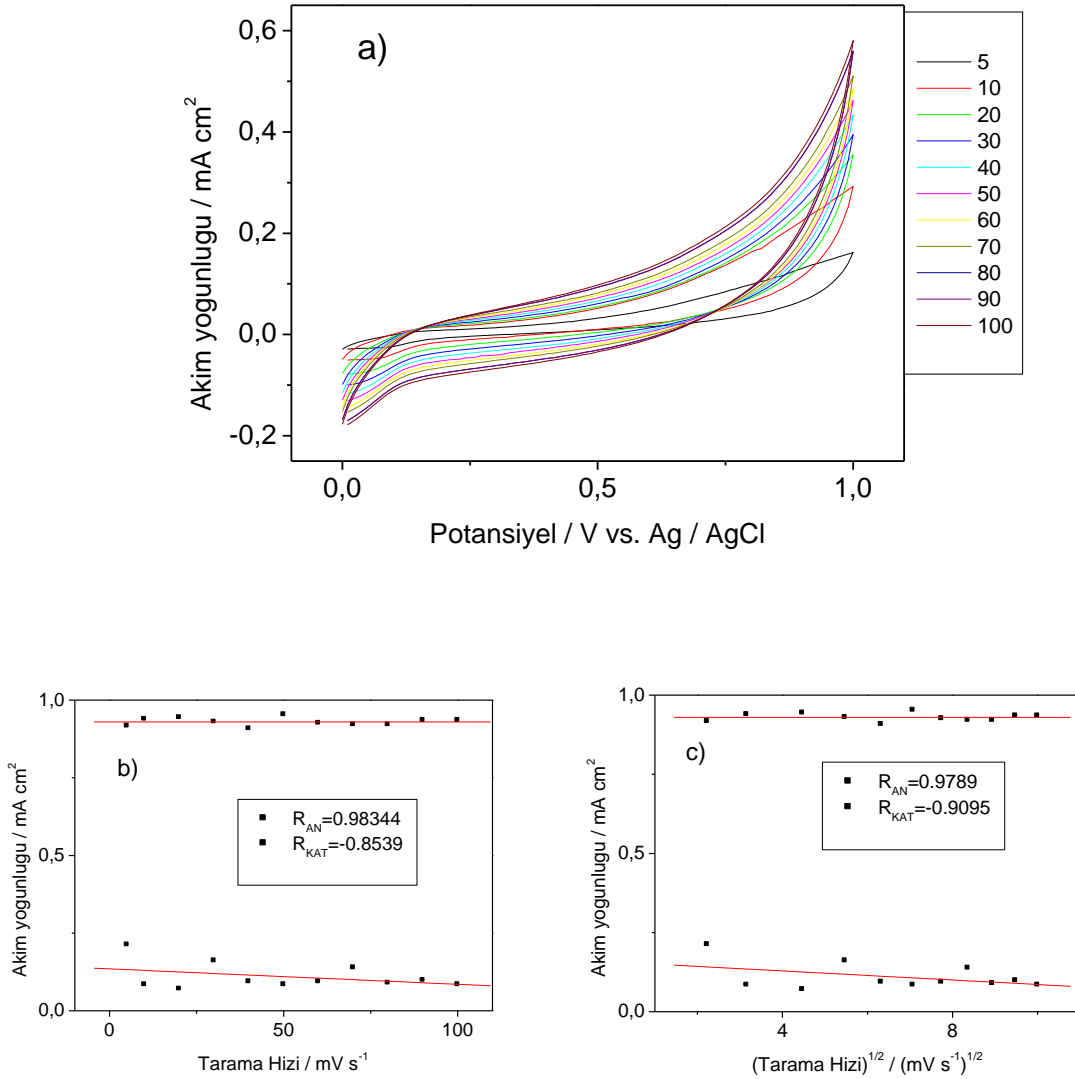


Şekil 4.6.1.1: P(EDOT-co-Py), CKE üzerine 50 mM, 100 mL SDS çözeltisinde a) % 1 KNT. [EDOT]_o/[Py]_o= 1/5 oranlarında, b) % 3 KNT. [EDOT]_o/[PPy]_o= 1/5 c) %5 KNT. [EDOT]_o/[Py]_o= 1/5 oranında 8 döngü olarak alınmış DV grafiği.

Çizelge 4.6.1.1: P(EDOT-co-Py) / KNT'nin redoks parametreleri

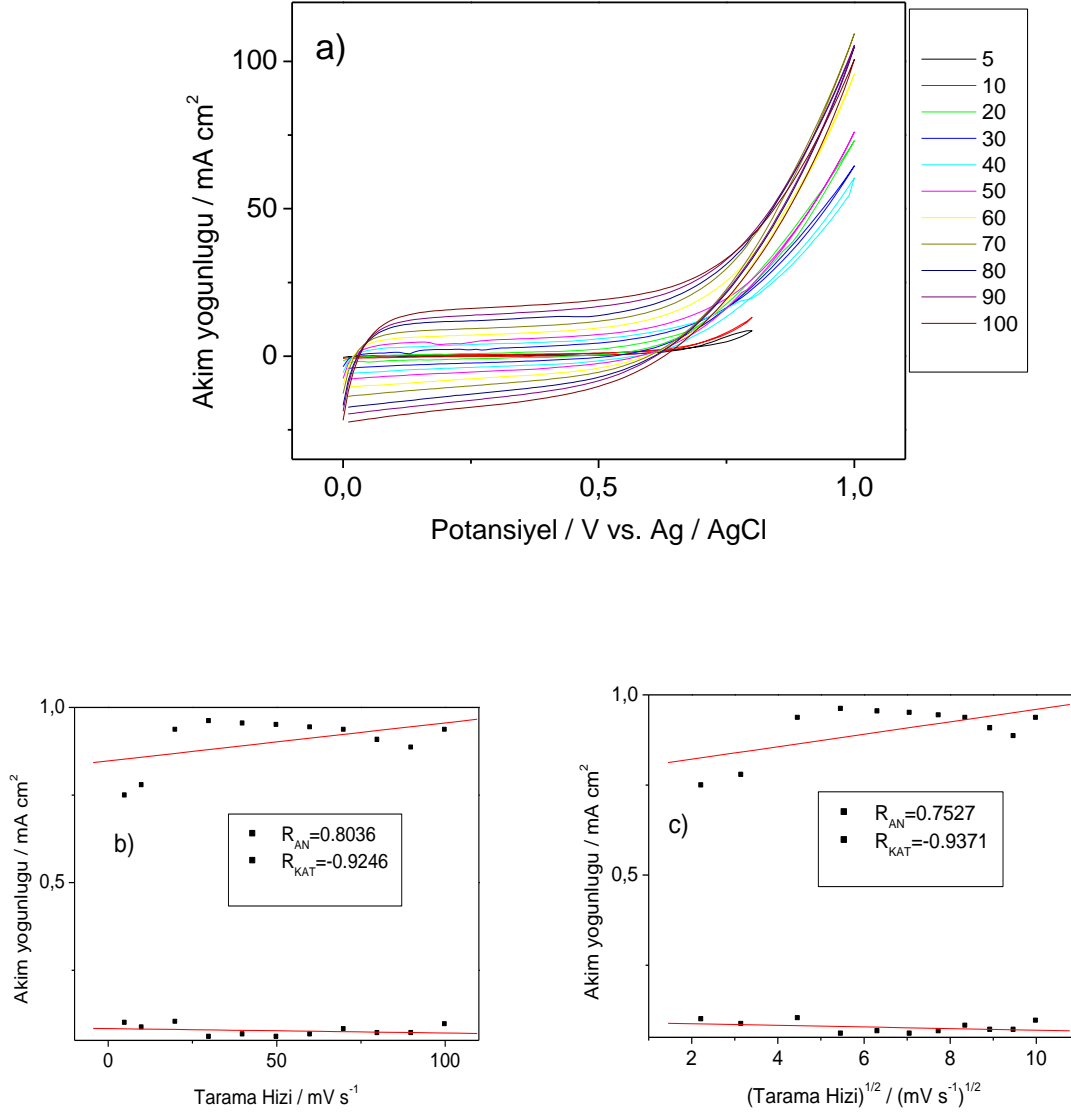
% KNT	E _{An} /V	E _{Kat} /V	ΔE/V	i _{An} /mA×cm ⁻²	i _{Kat} /mA×cm ⁻²	i _{An} / i _{Kat}
1	0.218	-0.727	0.945	15.873	-17.029	0.932
3	0.143	-0.809	0.952	7.936	-10.564	0.751
5	0.251	-0.630	0.881	5.185	-11.238	0.461

EDOT ve Py monomerlerinin P(EDOT-co-Py)'inde $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında farklı karbon nanotüp oranlarında (%1, %3 ve %5) elektro büyüme grafikleri Şekil 4.6.1.1'de verilmiştir. Elde edilen DV grafiklerinin redoks davranışları Çizelge 4.6.1.1'de verilmiştir. Redoks parametrelerinden en düşük anodik ve katodik potansiyel farkı $\Delta E = 0.945$ V ve en yüksek anodik ve katodik akım yoğunluğu oranı $i_{An} / i_{Kat} = 0.932$, %1 KNT oranı içeren kompozit filmde elde edilmiştir.

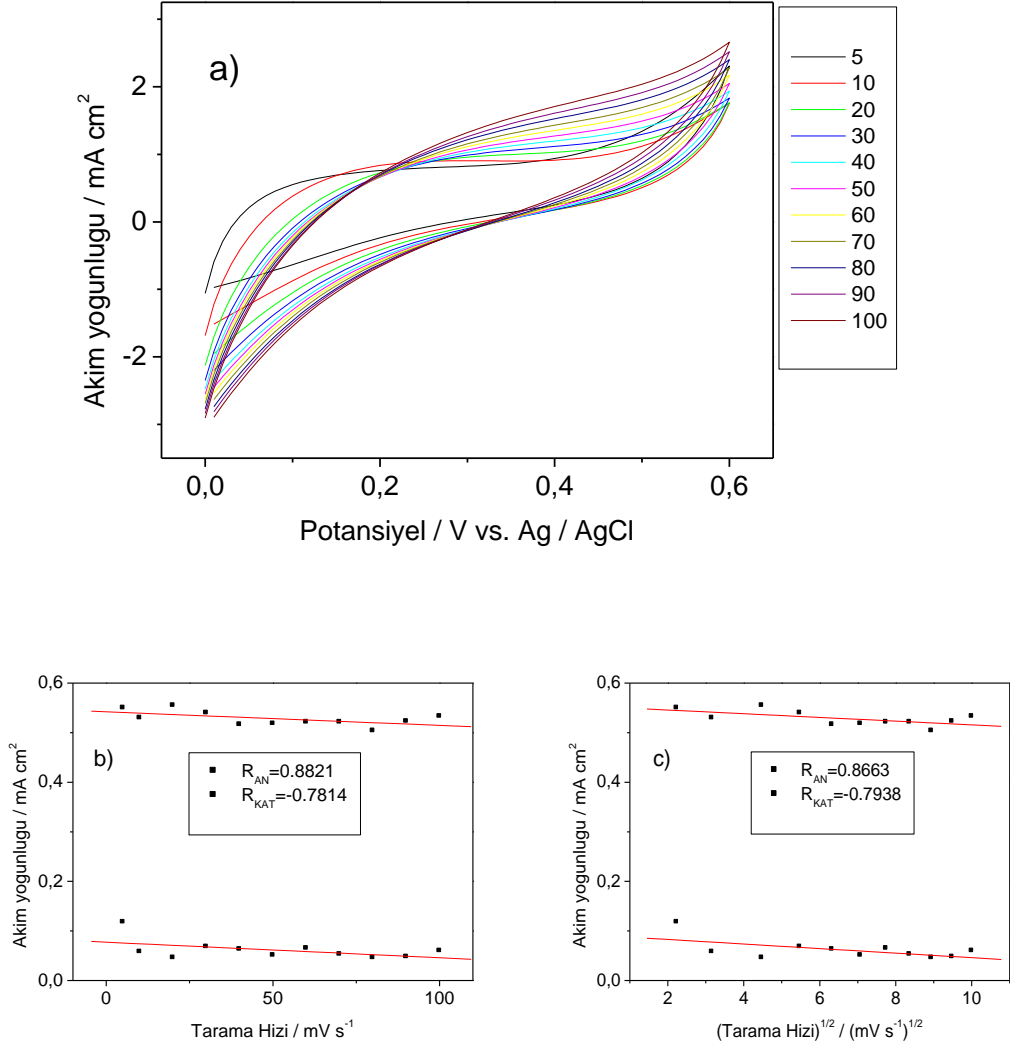


Şekil 4.6.1.2: P(EDOT-co-Py) için CKE üzerine %1 KNT a) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranında 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mV×s⁻¹ tarama hızlarındaki monomer free grafiği. b) Akım yoğunluğu tarama hızı, c) Akım yoğunluğu Tarama hızının karekök grafiği.

P(EDOT-co-Py)/KNT kompozitinin monomersiz ortamda 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde farklı tarama hızlarında DV grafiği alınarak Tarama hızı- Akım yoğunluğu ve Tarama hızının karekökü-Akım yoğunluğu grafikleri çizilerek Randless-Sevcik denklemine göre kompozit filminin ince film veya difüzyon kontrollü davranış gösterdiği tespit edilmiştir.



Şekil 4.6.1.3: P(EDOT-co-Py) için CKE üzerine %3 KNT a) [EDOT]₀/ [Py]₀= 1/5 oranında 0.5M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mV×s⁻¹ tarama hızlarındaki monomerfree grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu-Tarama hızının karekök grafiği.



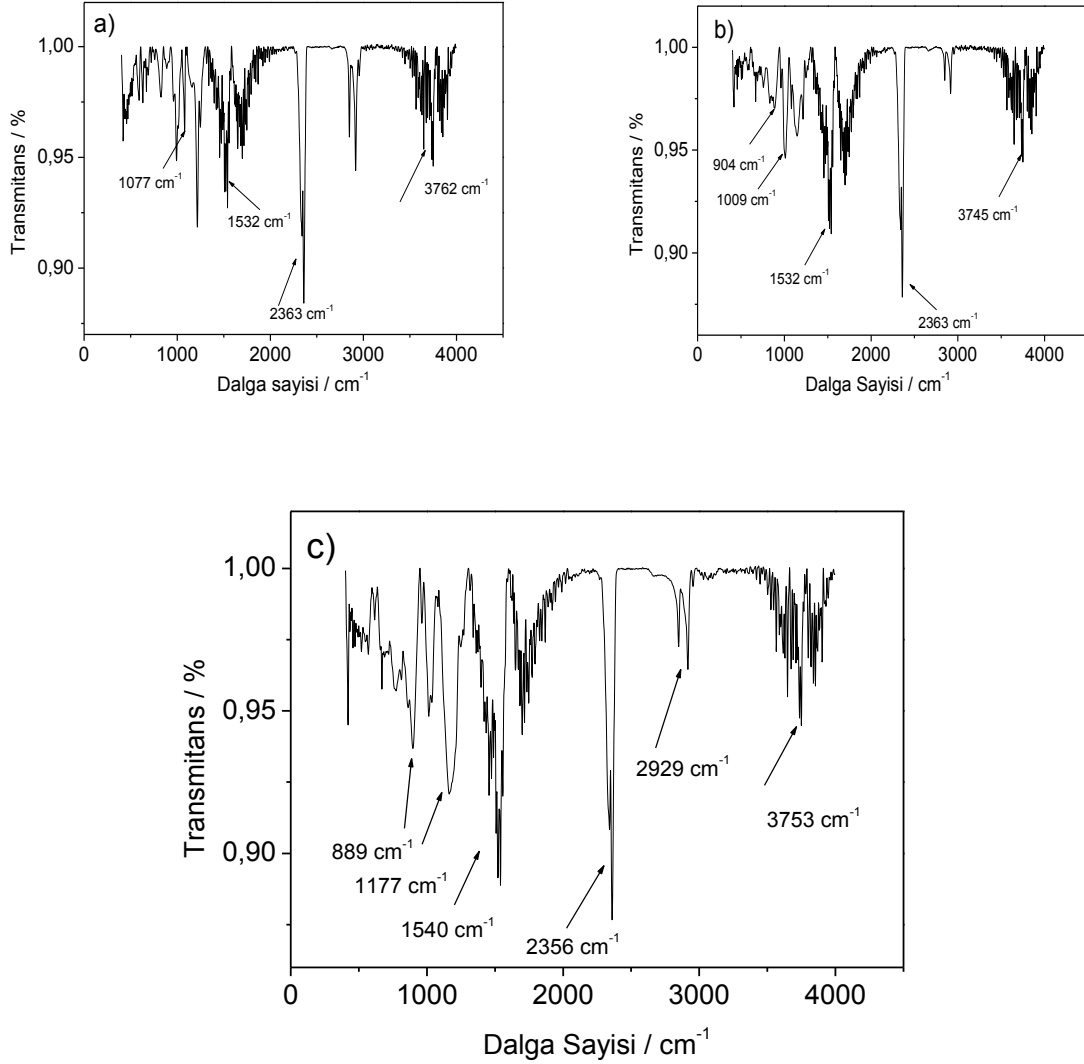
Şekil 4.6.1.4: P(EDOT-co-Py) için CKE üzerine %5 KNT a) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 $mV \times s^{-1}$ tarama hızlarındaki monomerfree grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.

Çizelge 4.6.1.2: P(EDOT-co-Py) / KNT filmlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0=1/5$ oranında elde edilen redoks parametreleri.

% KNT	Tarama hızı / $mV \times s^{-1}$		$(Tarama\ hızı)^{1/2} / (mV \times s^{-1})^{1/2}$		Durum
	R_{An}	R_{Kat}	R_{An}	R_{Kat}	
1	0.9834	- 0.8539	0.9789	-0.9095	İnce film
3	0.8036	- 0.9246	0.7527	-0.9371	İnce film
5	0.8821	- 0.7814	0.8663	-0.7938	İnce film ve Difüzyon kontrol

Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.6.1.2’de verilmiştir. Buna göre %1 ve %3 KNT içeren kompozit filmde monomersiz ortamda ince film davranışı gözlemlenirken %5 KNT içeren kompozit filmde hem ince film hem de difüzyon kontrollü durum gözlemlenmiştir.

4.6.2 P(EDOT-co-Py) / KNT kompozitinin FTIR -ATR Analizleri



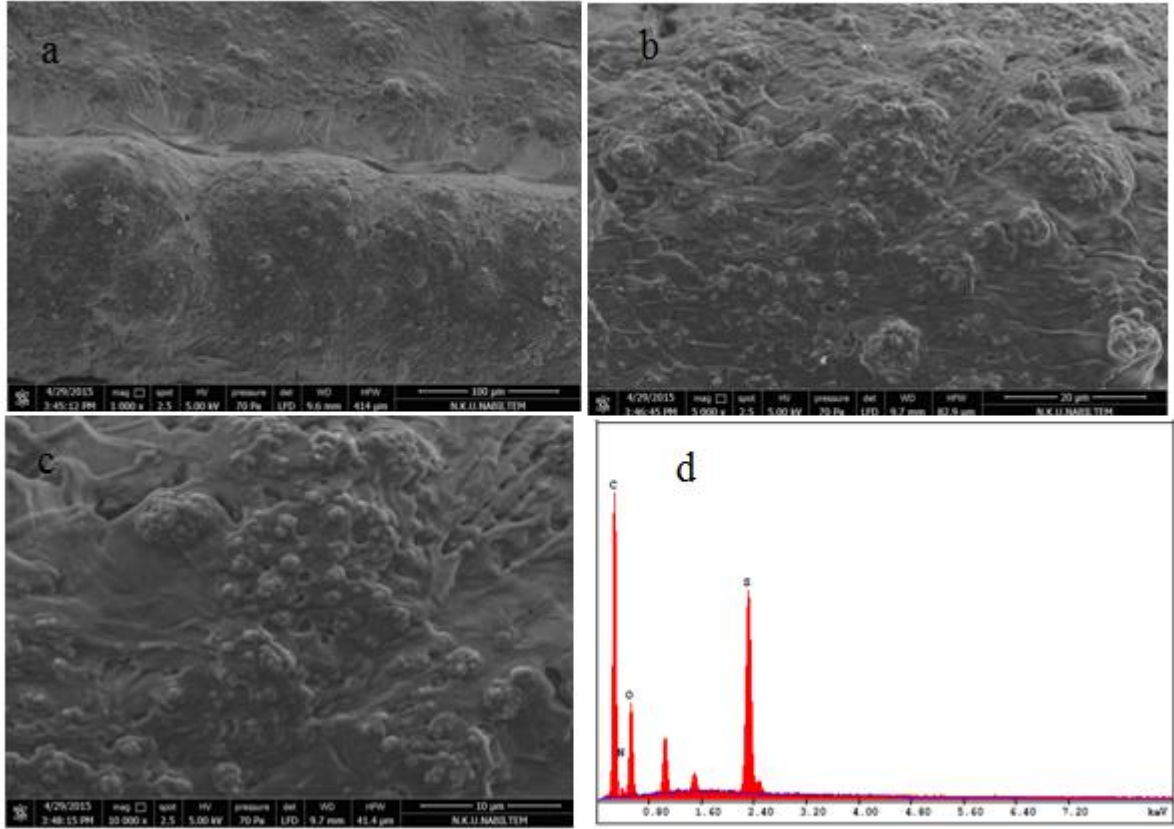
Şekil 4.6.2.1 : P(EDOT-co-Py) / KNT, FTIR-ATR analizi; a) [EDOT]₀/[Py]₀ = 1/5, %1 KNT b) [EDOT]₀/[Py]₀ = 1/5, %3 KNT c) [EDOT]₀/[Py]₀ = 1/5, %5 KNT.

P(EDOT-co-Py) kompozitinin [EDOT]₀/[Py]₀ = 1/5 oranlarında %1, %3 ve %5 KNT içeren filmlerin FTIR-ATR analizleri Şekil 4.6.2.1a-c de verilmiştir.

a) [EDOT]₀/[Py]₀ = 1/5, %1 KNT karakteristik pikleri Şekil 4.6.2.1’de verildi: 1077 cm⁻¹ (C-S); 1532 cm⁻¹ (C=C); 2363 cm⁻¹ (C-H); 3762 cm⁻¹ (N-H) şeklinde gözlemlenmiştir.

- b) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %3 KNT karakteristik pikleri Şekil 4.6.2.1'de verildi: 1009 cm^{-1} (C-S); 1532 cm^{-1} (C=C); 2363 cm^{-1} (C-H); 3745 cm^{-1} (N-H) şeklinde gözlenmiştir.
- c) $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %5 KNT karakteristik pikleri Şekil 4.6.2.1'de verildi: 1177 cm^{-1} (C-S); 1540 cm^{-1} (C=C); 2356 cm^{-1} (C-H); 2929 cm^{-1} (C-H) 3753 cm^{-1} (N-H) şeklinde gözlenmiştir.

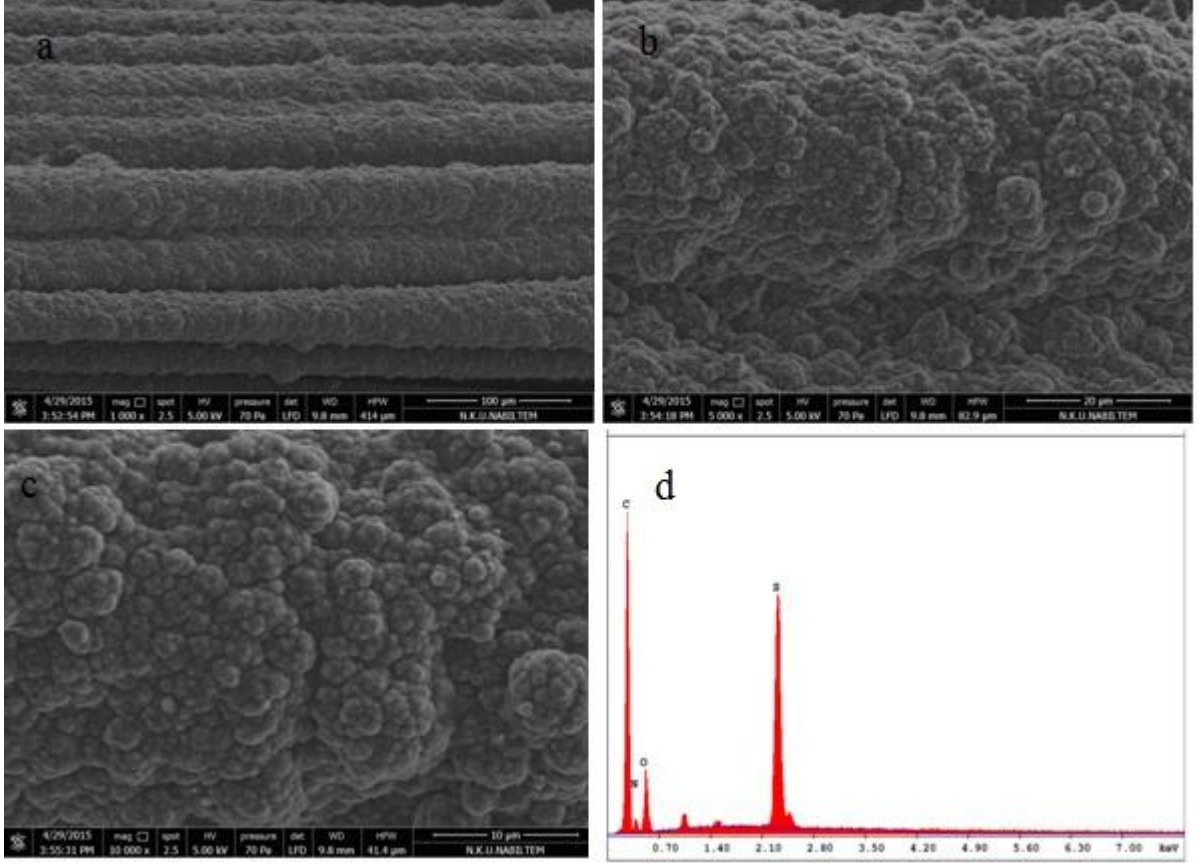
4.6.3. P(PEDOT-co-Py) / KNT SEM Görüntüleri



Şekil 4.6.3.1: P(EDOT-co-Py)/KNT monomerlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranlarında %1 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.

Çizelge 4.6.3.1: P(EDOT-co-Py)/KNT'nin EDAX analizi

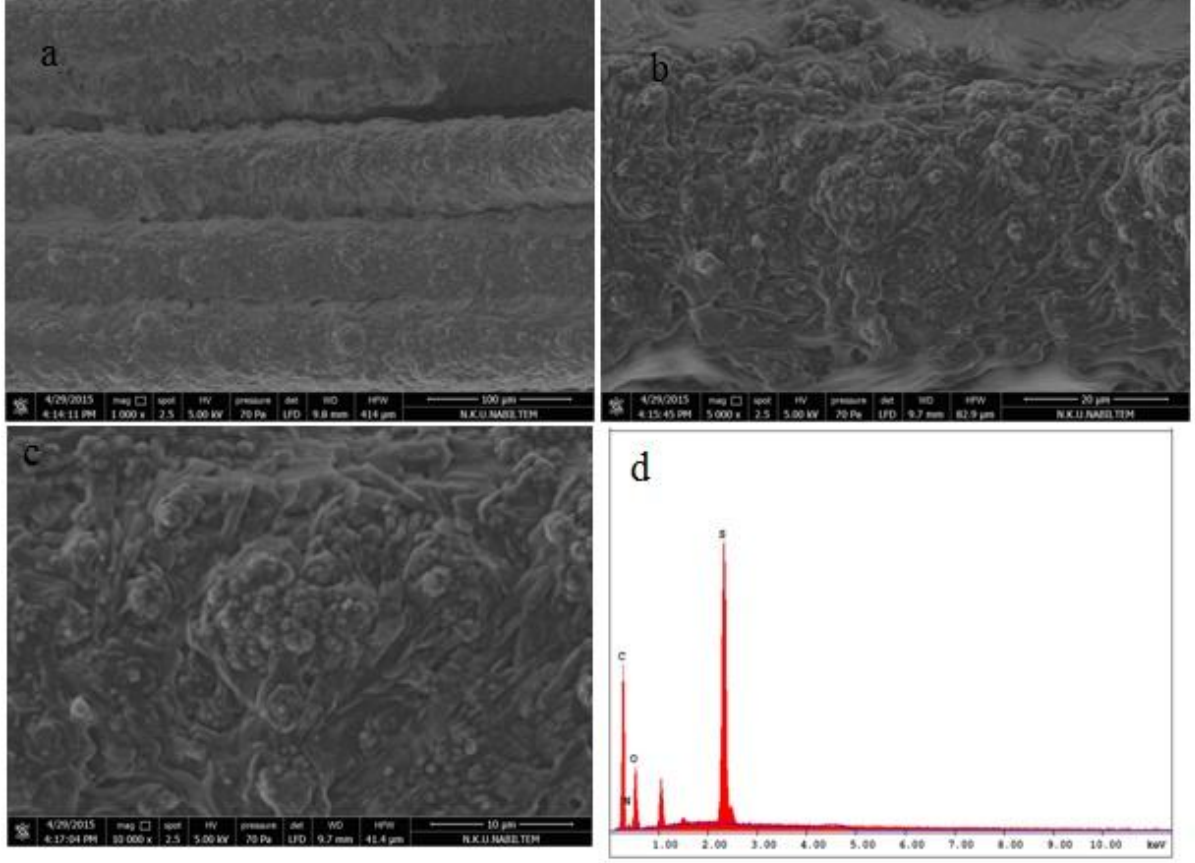
Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	60.24
Azot	3.17
Oksijen	11.59
Sülfür	25.00



Şekil 4.6.3.2: P(EDOT-co-Py) / KNT monomerlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranlarında %3 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.

Çizelge 4.6.3.2: P(EDOT-co-Py) / KNT'nin EDAX analizi

Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	61.63
Azot	4.90
Oksijen	7.44
Sülfür	26.02



Şekil 4.6.3.3: P(EDOT-co-Py) / KNT monomerlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranlarında %5 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.

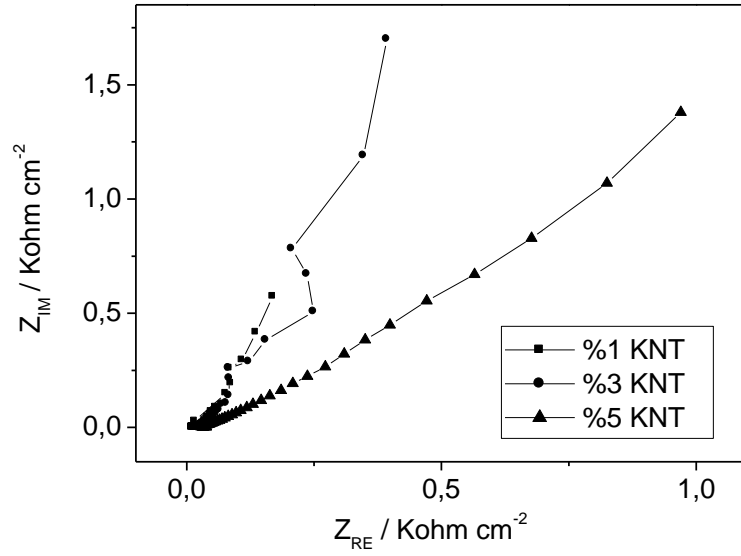
Çizelge 4.6.3.3: P(EDOT-co-Py) / KNT'nin EDAX analizi

Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	50.73
Azot	2.00
Oksijen	8.74
Sülfür	38.53

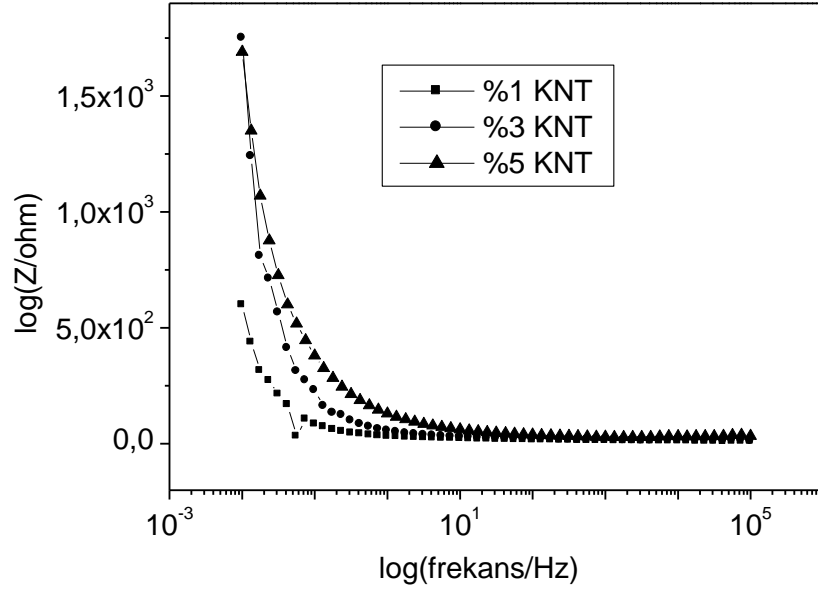
P(EDOT-co-Py) / KNT'nin SEM görüntüleri incelendiğinde öbek öbek ve çok yoğun bir şekilde kompozit filminin KFME üzerinde biriktiği gözlemlenmektedir (Şekil 4.6.3.1, Şekil 4.6.3.2 ve Şekil 4.6.3.3.). EDAX analizleri incelendiğinde en yüksek sülfür element % si (%38.53) ile %5 KNT içeren kompozit malzemede elde edilirken, karbon (%50.73), azot (%2.0) ve oksijen (%8.74) ile diğer KNT % miktarlarına göre %5 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir.

4.6.4. P(EDOT-co-Py) / KNT'nin EES Analizleri

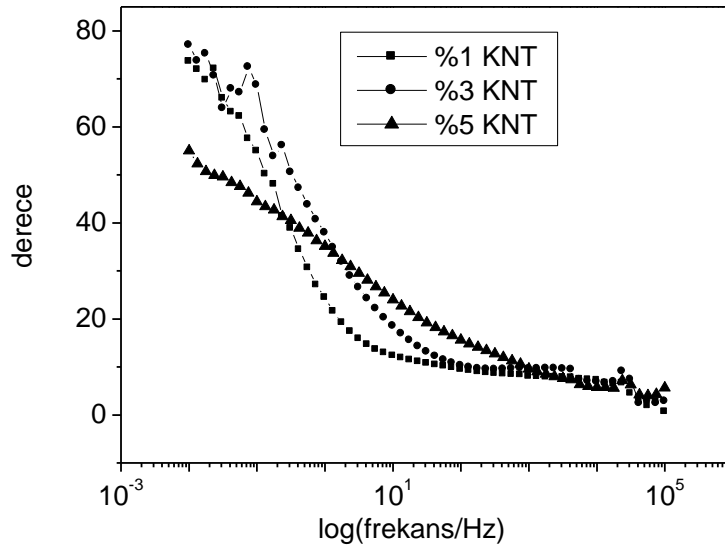
P(EDOT-co-Py)/KNT'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % KNT oranlarında (% 1, % 3, % 5) Nyquist, Bode-magnitude, Bode-faz ve Admitans grafikleri Şekil 4.6.4.1-Şekil 4.6.4.4. arasında verilmiştir. EES ölçümleri 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



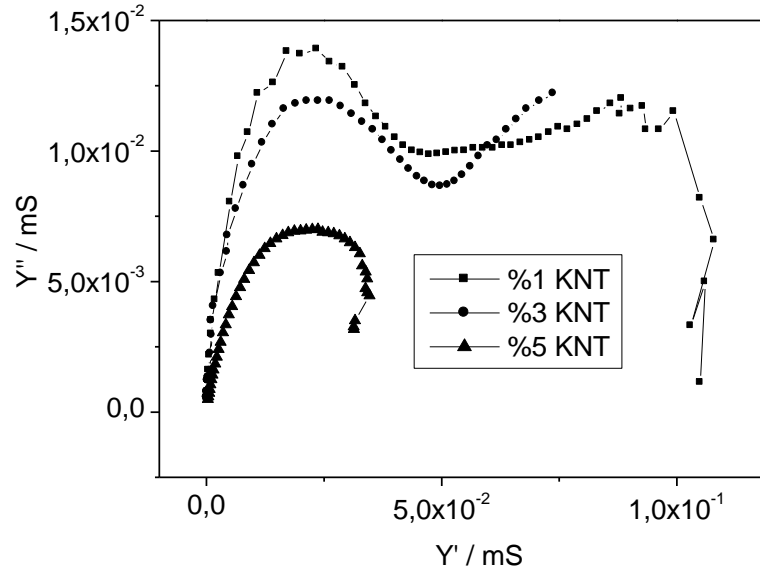
Şekil 4.6.4.1: P(EDOT-co-Py)'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.6.4.2: P(EDOT-co-Py)'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode Magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.6.4.3: P(EDOT-co-Py)'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode Faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



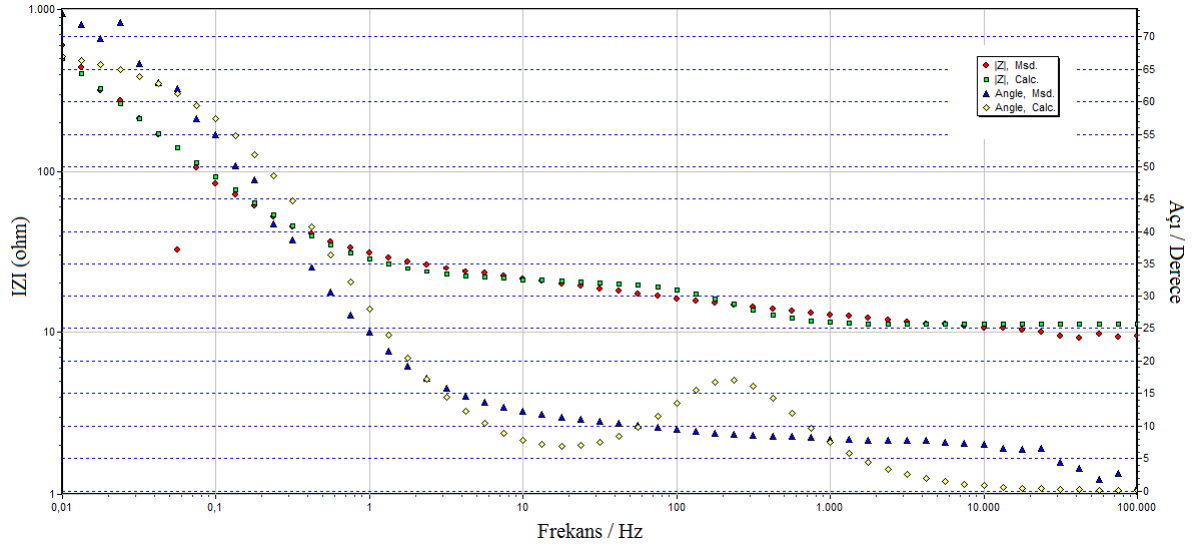
Şekil 4.6.4.4: P(EDOT-co-Py)'nin EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (% 1, %3 ve %5) Admittance grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H₂SO₄ çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

Çizelge 4.6.4.1: P(EDOT-co-Py) / KNT filmlerinin [EDOT]₀/[Py]₀=1/5 oranında elde edilen kapasitans değerleri.

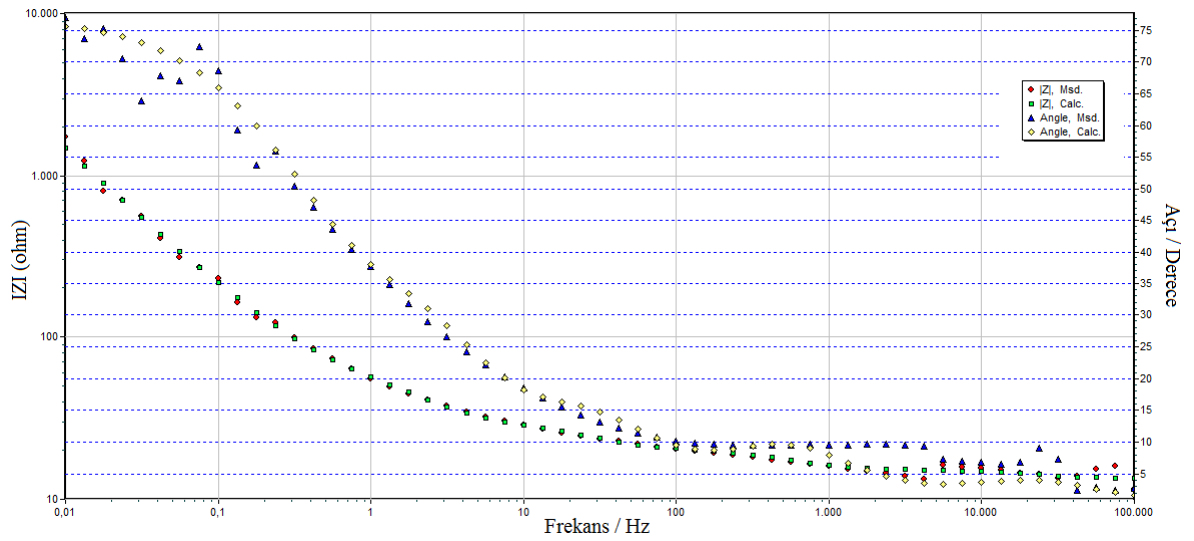
% KNT	$C_{sp}/F \times cm^{-2}$	$C_{dl}/F \times cm^{-2}$	$\Theta_{max}/Derece$	Y'' (mS) $Y'=0.01mS$
1	27.40	0.500	74.17	0.012
3	9.43	0.231	77.37	0.010
5	11.49	0.098	56.78	0.006

P(EDOT-co-Py) kopolimerinin [EDOT]₀/[Py]₀=1/5 oranındaki EES ölçümlerinden farklı % oranlarındaki KNT değişimlerine ait elde edilen kompozitin kapasitans verileri incelendiğinde en yüksek spesifik kapasitans ($C_{sp}=27.40 F \times cm^{-2}$) ve çift katmanlı kapasitans ($C_{dl}=0.5 F \times cm^{-2}$) olarak %1 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir. Aynı zamanda $Y''=0,01 mS$ de Admittans grafiğinden $Y''=0,012 mS$ ile %1 KNT içeren kompozit olduğu ve diğerlerine göre iletkenliğinin en yüksek değer olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca Bode-faz grafiğinden elde edilen en büyük faz açısı ($\Theta=77.37^\circ$) ile %3 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir.

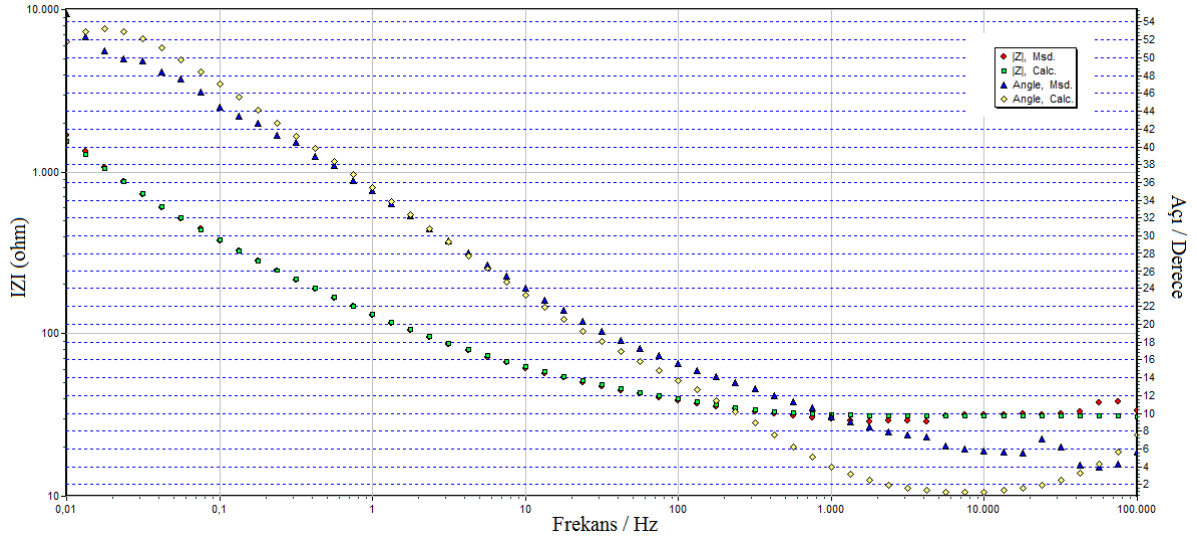
4.6.5.P(EDOT-co-Py) / KNT Eşdeğer Devre Uygulaması



Şekil 4.6.5.1: P(EDOT-co-Py), Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %1 KNT / CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.6.5.2: P(EDOT-co-Py), Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %3 KNT / CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.6.5.3: P(EDOT-co-Py), Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$, %5 KNT / CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

Çizelge 4.6.5.1: $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile P(EDOT-co-Py) / KNT elektrokimyasal olarak analiz edildi. 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisi içerisinde, tarama hızı: 50 mV/s , 8 döngü.

Devre parametreleri	P(EDOT-co-Py)		
	% 1 KNT	% 3 KNT	% 5 KNT
R_s / Ω	11.21	13.37	5.164
$C_1 / \mu F$	1.02×10^{-4}	6.154×10^{-5}	6.47×10^{-3}
R_1 / Ω	9.256	5.978	0.1446
$Q / \mu S \times s^{-n}$	0.01693	0.004977	0.00411
n	0.7667	0.8192	0.4801
$R_2 / k\Omega$	2.539	47.15	7.526
$C_2 / \mu F$	0.001732	4.316	0.02273
R_3 / Ω	8.769	1.763	1615
χ^2	2.816×10^{-3}	7.296×10^{-3}	7.371×10^{-3}

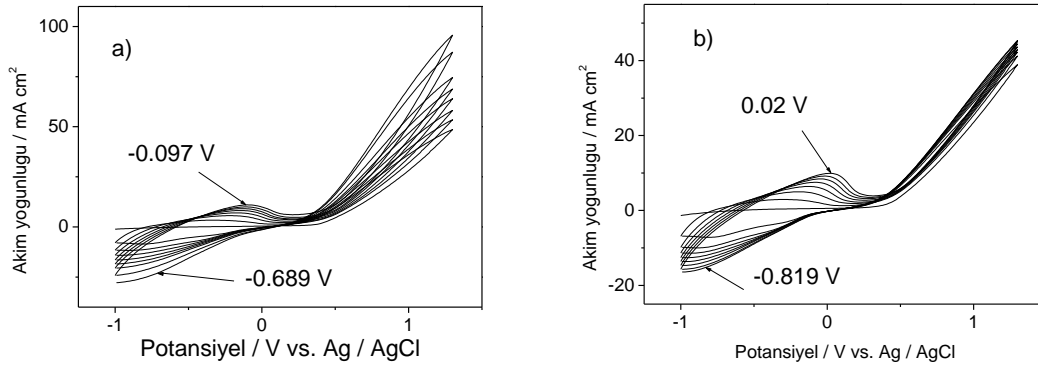
$R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli 0.01 Hz - 100.000 Hz frekans aralığında elektrolit P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ monomer konsantrasyon oranında, farklı KNT (%1, %3, %5) oranlarında CKE üzerine kaplanmış

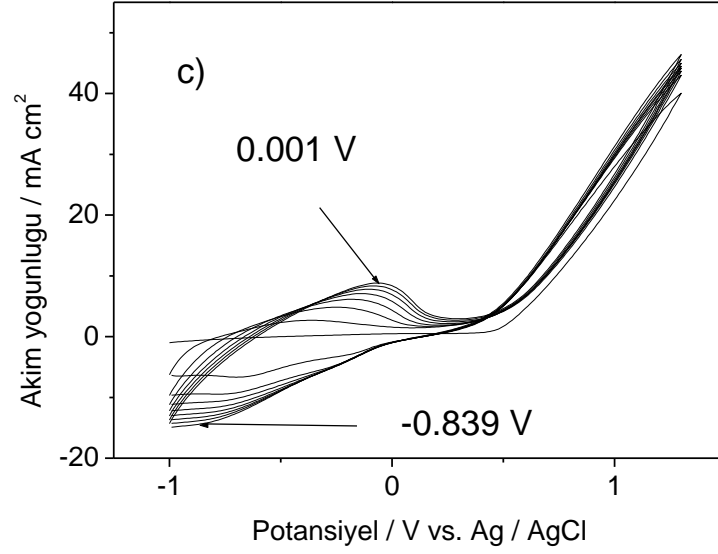
sistem için verildi. Princeton Uygulamalı araştırma ile ZsimpWin 3.22 devre modeli programıyla teorik ve deneysel devreler karşılaştırılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.6.5.1 - Şekil 4.6.5.3'de görülen Bode-magnitude ve faz grafiğinde de teorik ve deneysel sonuçların karşılaştığı görülmektedir. Devre parametreleri incelendiğinde en yüksek R_s değeri $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ için %3 KNT içeren kompozit filmde $R_s = 13.37 \Omega$ olarak elde edilmiştir. En yüksek n değeri $n = 0.8192$ olarak $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/5$ oranında, %3 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir.

4.7.P(EDOT-co-Py) / KNT ELEKTRO KAPLAMASI

4.7.1.P(EDOT-co-Py), SDS Çözeltisinde Elektrokimyasal Sentezi

P(EDOT-co-Py) / KNT, -1 V ile +1 V potansiyel aralığında 100 mV/s tarama hızında, camı karbon elektrot (CKE) üzerine 8 döngü alınarak, DV yöntemiyle P(EDOT-co-Py), $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ oranlarında CKE üzerine farklı KNT oranlarında (%1, %3, %5) 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisinde deneyler gerçekleştirilmiştir.



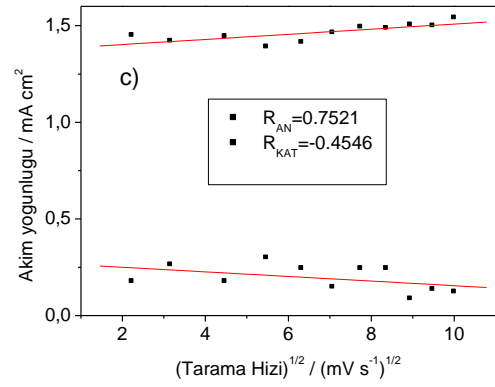
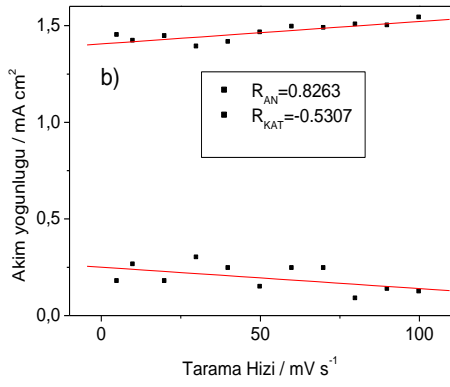
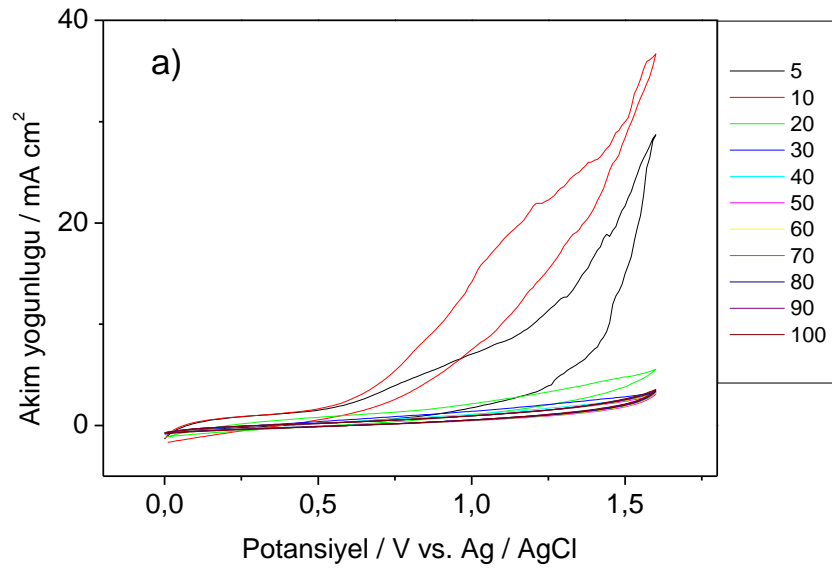


Şekil 4.7.1.1: P(EDOT-co-Py), $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ oranlarında CKE üzerine 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisinde a) %1 KNT, b) %3 KNT, c) %5 KNT. $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ başlangıç monomer konsantrasyon oranlarında 8 döngü olarak alınmış DV grafiği.

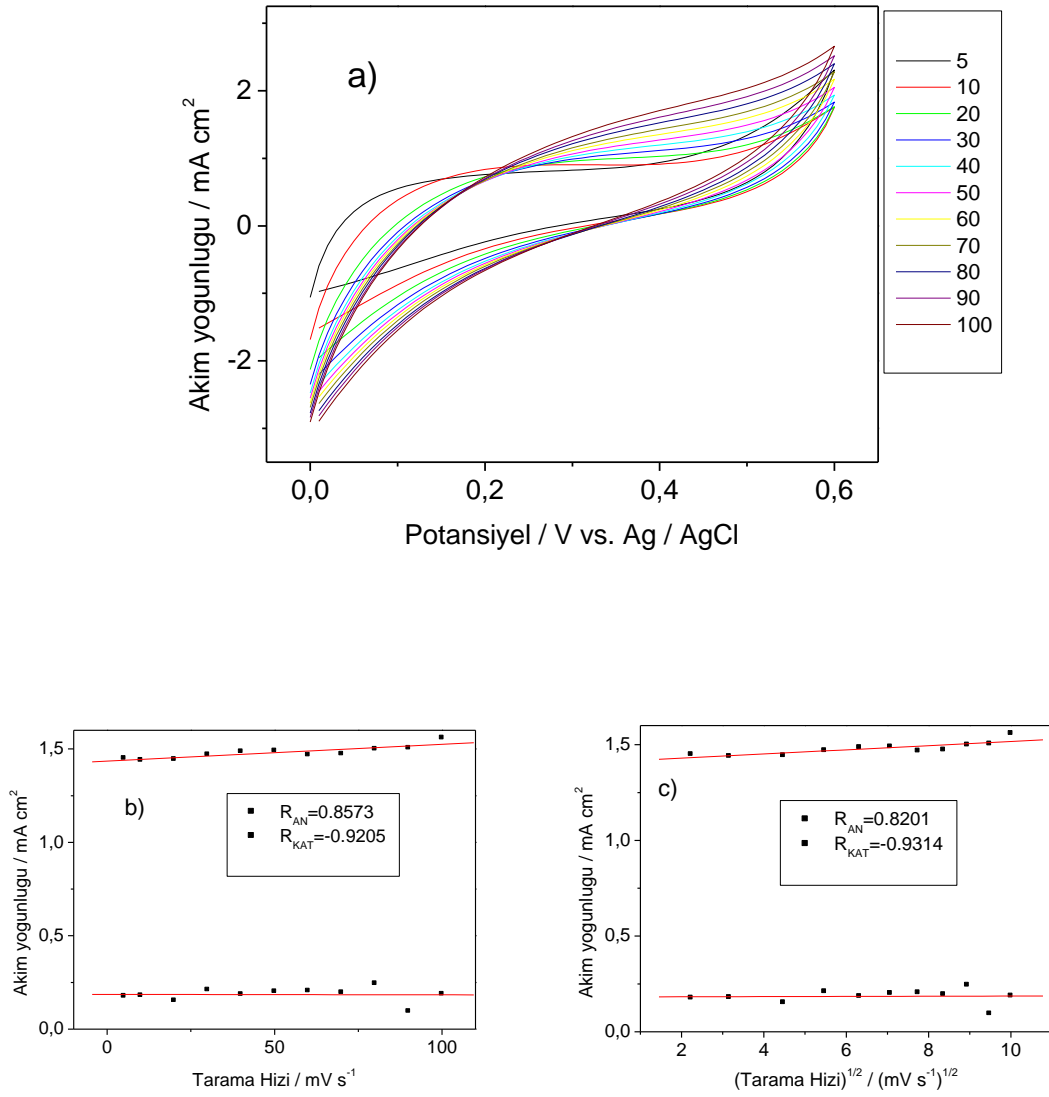
Çizelge 4.7.1.1: P(EDOT-co-Py) / KNT redoks parametreleri

% KNT	E_{An}/V	E_{Kat}/V	$\Delta E/V$	$i_{An} / mA \times cm^2$	$i_{Kat} / mA \times cm^2$	i_{An} / i_{Kat}
1	-0.097	-0.689	0.592	10.954	-25.345	0.432
3	0.02	-0.819	0.839	9.497	-15.342	0.619
5	0.001	-0.839	0.840	8.593	-14.357	0.598

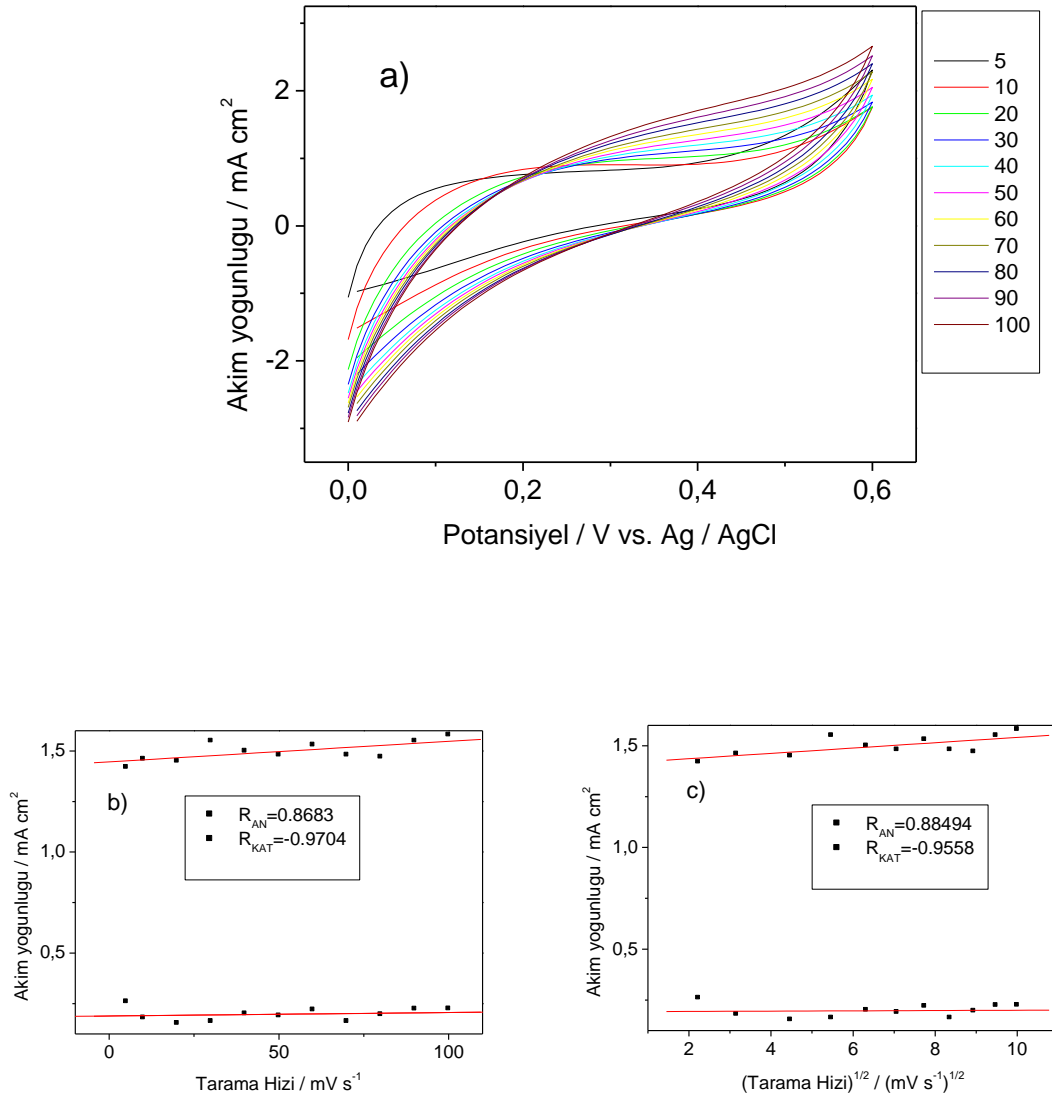
EDOT ve Py monomerlerinin P(EDOT-co-Py), $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ başlangıç monomer konsantrasyonlarında farklı karbon nanotüp oranlarında (%1, %3 ve %5) elektro-büyüme grafikleri Şekil 4.5.1.1'de verilmiştir. Elde edilen DV grafiklerinin redoks davranışları Çizelge 4.5.1.1'de verilmiştir. Redoks parametrelerinden en düşük anodik ve katodik potansiyel farkı $\Delta E=0.840$ V ile %5 KNT içeren kompozit filmde elde edilirken, en yüksek anodik ve katodik akım yoğunluğu oranı ($i_{An} / i_{Kat}=0.619$), %3 KNT oranı içeren kompozit filmde elde edilmiştir.



Şekil 4.7.1.2: P(EDOT-co-Py), CKE üzerine %1 KNT a) $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranında 0.5 M H_2SO_4 çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 $mV \cdot s^{-1}$ tarama hızlarındaki monomerfree grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.



Şekil 4.7.1.3: P(EDOT-co-Py), CKE üzerine %3 KNT a) [EDOT]₀/[PPy]₀ = 1/10 oranında 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mV×s⁻¹ tarama hızlarındaki monomer free grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu -Tarama hızının karekök grafiği.



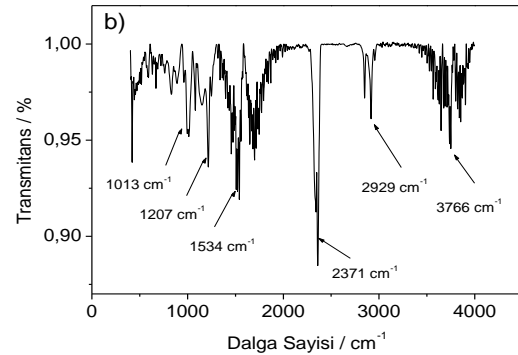
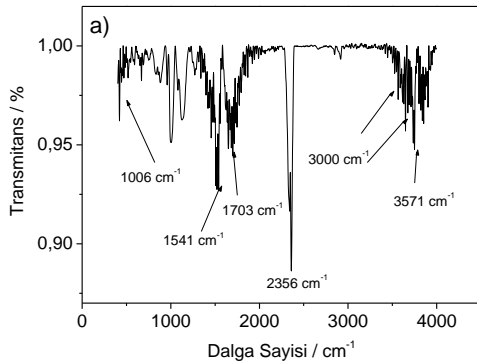
Şekil 4.7.1.4: P(EDOT-co-Py), CKE üzerine %5 KNT a) [EDOT]₀/[PPy]₀ = 1/10 oranında, 0.5 M H₂SO₄ çözeltisinde monomersiz ortamda elde edilen 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mV×s⁻¹ tarama hızlarındaki monomer free grafiği. b) Akım yoğunluğu- tarama hızı, c) Akım yoğunluğu- Tarama hızının karekök grafiği.

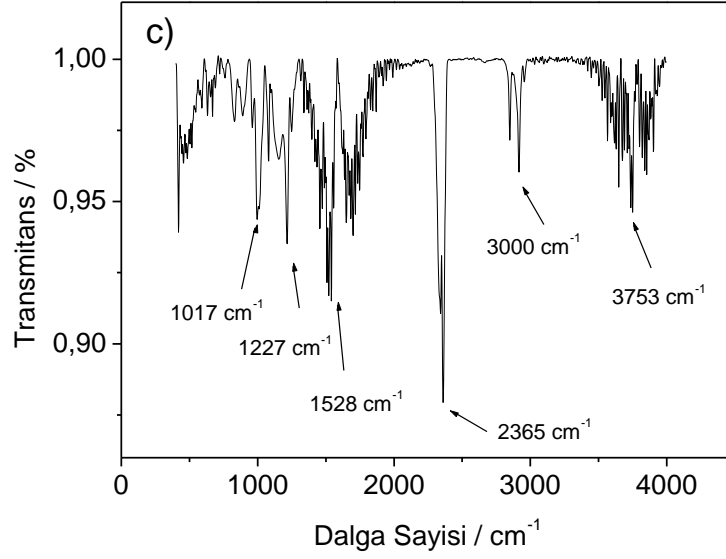
Çizelge 4.7.1.2: P(EDOT-co-Py) / KNT filmlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0=1/10$ oranında elde edilen redoks parametreleri.

% KNT	Tarama hızı / $mV \times s^{-1}$		$(\text{Tarama hızı})^{1/2} / (mV \times s^{-1})^{1/2}$		Durum
	R_{An}	R_{Kat}	R_{An}	R_{Kat}	
1	0.8263	-0.5307	0.7521	-0.4546	İnce film ve Difüzyon kontrol
3	0.8573	-0.9205	0.8201	-0.9301	İnce film
5	0.8683	-0.9704	0.8849	-0.9558	İnce film ve Difüzyon kontrol

Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.7.1.2’de verilmiştir. Buna göre %1 KNT içeren kompozit filmde monomersiz ortamda hem ince film hem de difüzyon kontrollü durum gözlemlenirken %3 KNT içeren kompozit filmde ince film durum gözlemlenmiş ve %5 KNT içeren kompozit filmde hem ince film hem de difüzyon kontrollü durum gözlemlenmiştir (Çizelge 4.7.1.2).

4.7.2. P(EDOT-co-Py) / KNT kompozitinin FTIR -ATR Analizleri





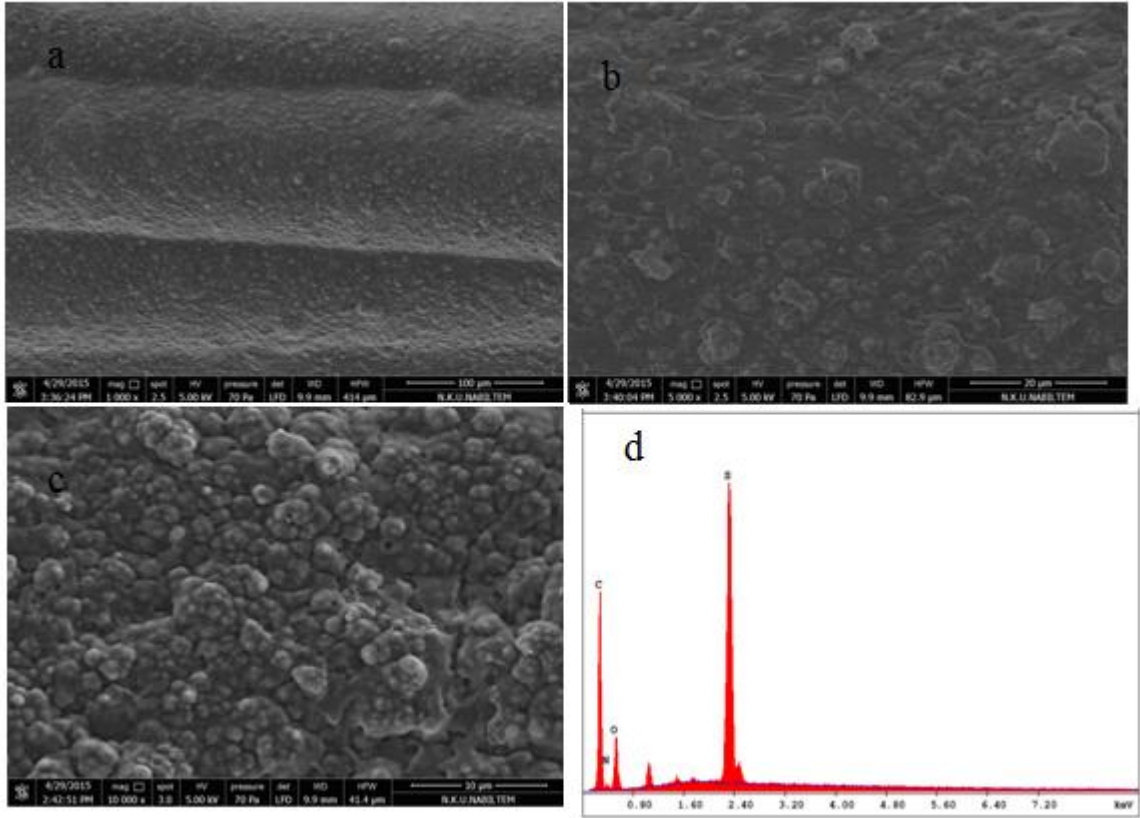
Şekil 4.7.2.1: P(EDOT-co-Py) / KNT kompozitinin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ için FTIR-ATR analizi; a) %1 KNT, b) %3 KNT, c) %5 KNT.

a) $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ kompozitinin %1 KNT içeren filminin karakteristik pikleri Şekil 4.7.2.1'de verildi: 1006 cm^{-1} (C-S); 1541 cm^{-1} (C=C); 2356 cm^{-1} (C-H); 3571 cm^{-1} (N-H) şeklinde gözlenmiştir.

b) $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ kompozitinin %3 KNT içeren filminin karakteristik pikleri Şekil 4.7.2.1'de verildi: 1013 cm^{-1} (C-S); 1207 cm^{-1} (C-C); 1534 cm^{-1} (C=C); 2371 cm^{-1} (C-H); 2929 cm^{-1} (C-H); 3766 cm^{-1} (N-H) şeklinde gözlenmiştir.

c) $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ kompozitinin %5 KNT içeren filminin karakteristik pikleri Şekil 4.7.2.1'de verildi: 1017 cm^{-1} (C-S); 1227 cm^{-1} (C-C); 1528 cm^{-1} (C=C); 2365 cm^{-1} (C-H); 3000 cm^{-1} (C-H); 3753 cm^{-1} (N-H) şeklinde gözlenmiştir.

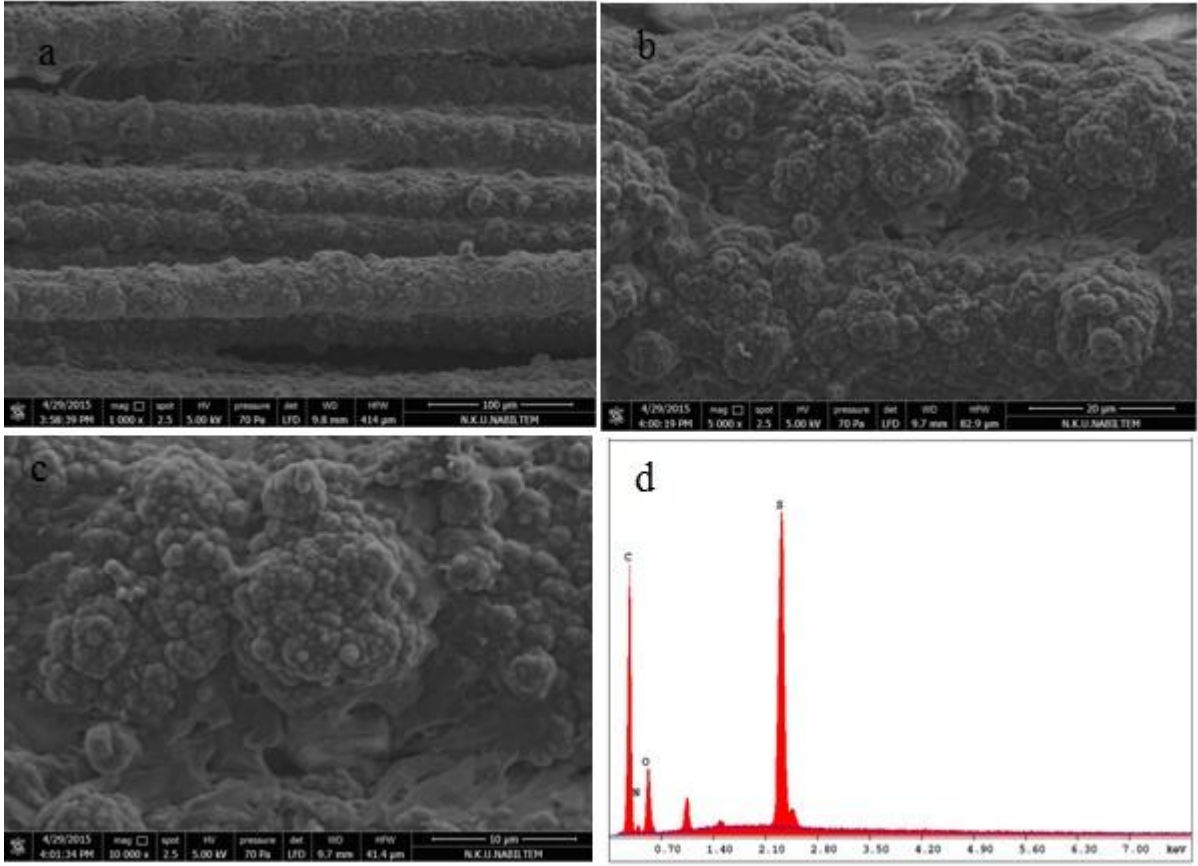
4.7.3.P(EDOT-co-Py) / KNT SEM Görüntüleri



Şekil 4.7.3.1: P(EDOT-co-Py)/KNT kompozitinin, [EDOT]₀/[PPy]₀= 1/10 oranlarında %1 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.

Çizelge 4.7.3.1: P(EDOT-co-Py), [EDOT]₀/[PPy]₀= 1/10 oranlarında, %1 KNT'nin EDAX analizi.

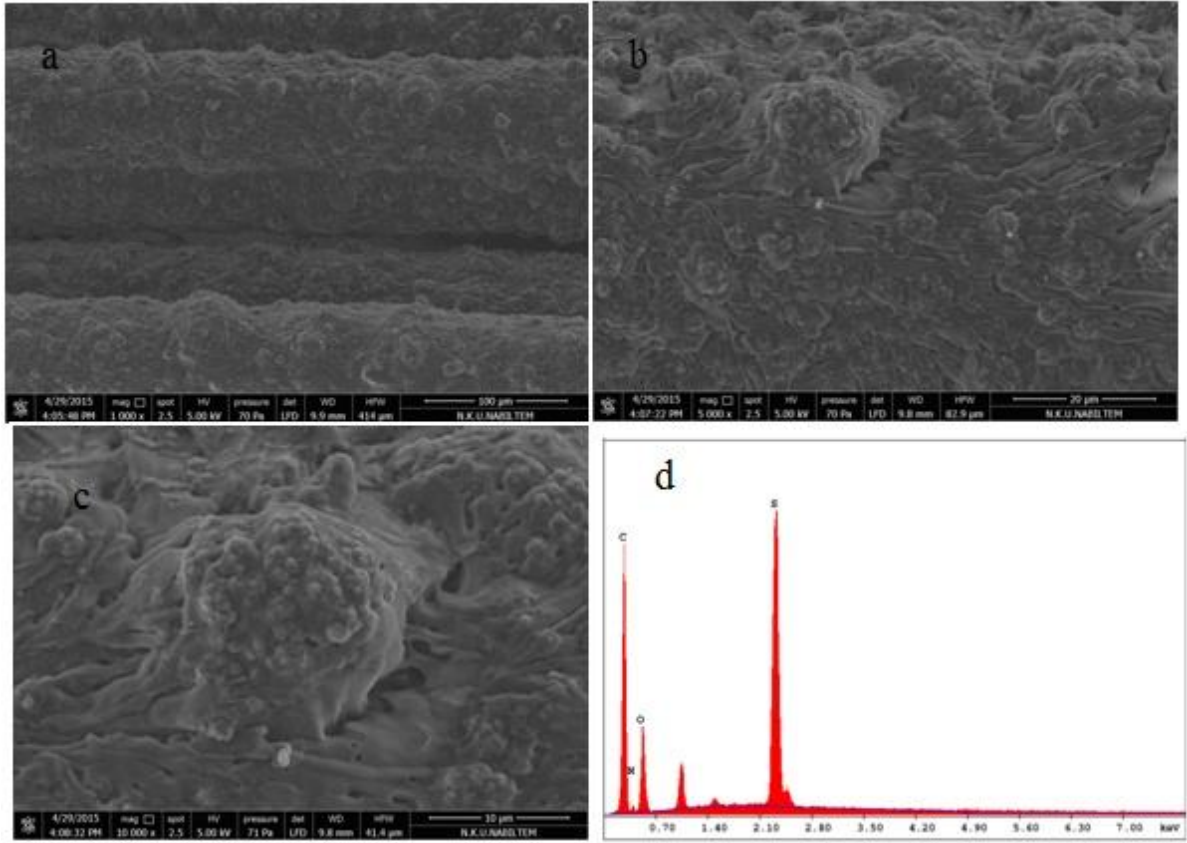
Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	66.39
Azot	6.73
Oksijen	20.66
Kükürt	6.21



Şekil 4.7.3.2: P(EDOT-co-Py)/KNT kompozitinin, [EDOT]₀/[PPy]₀= 1/10 oranlarında %3 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.

Çizelge 4.7.3.2: P(EDOT-co-Py), EDOT]₀/[PPy]₀= 1/10 oranlarında, %3 KNT'nin EDAX analizi

Elementler / K Serileri	% Element
Karbon	65.32
Azot	8.23
Oksijen	22.34
Kükürt	4.11



Şekil 4.7.3.3: P(EDOT-co-Py)/KNT kompozitinin, $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında %5 KNT ile kaplanmış fiberin a) 1000 b) 5000 c) 10000 kat büyütülmüş SEM görüntüleri ve d) EDAX analizi.

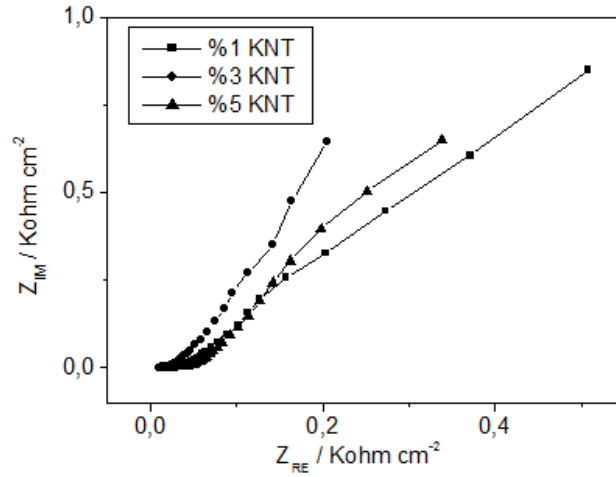
Çizelge 4.7.3.3: P(EDOT-co-Py), $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında, %5 KNT'nin EDAX analizi.

Elementler / K Serileri	P(EDOT-co-Py) / % KNT
Karbon	56.97
Azot	2.01
Oksijen	9.49
Kükürt	31.53

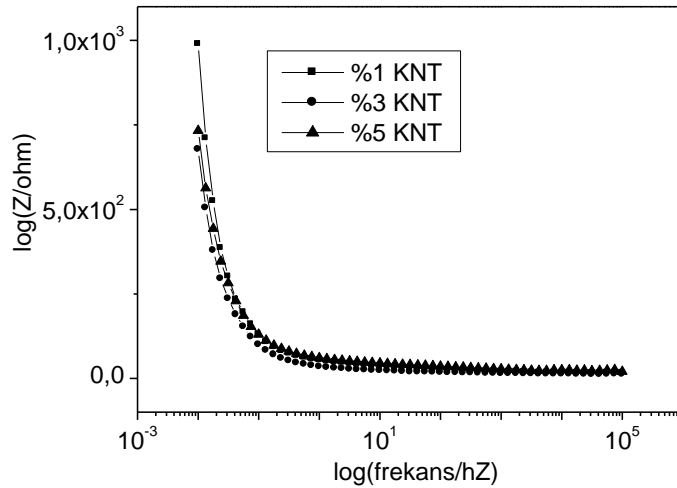
P(EDOT-co-Py) / KNT'nin SEM görüntüleri incelendiğinde öbek öbek ve çok yoğun bir şekilde kompozit filminin KFME üzerinde biriktiği gözlemlenmektedir (Şekil 4.7.3.1, Şekil 4.7.3.2 ve Şekil 4.7.3.3.). EDAX analizleri incelendiğinde en yüksek sülfür element % si (%31.53) ile %5 KNT içeren kompozit malzemede elde edilirken, karbon (%56.97), azot (%2.01) ve oksijen (%9.49) ile diğer KNT % miktarlarına göre %5 KNT içeren kompozit filminde elde edilmiştir.

4.7.4.P(EDOT-co-Py) / KNT EES Analizleri

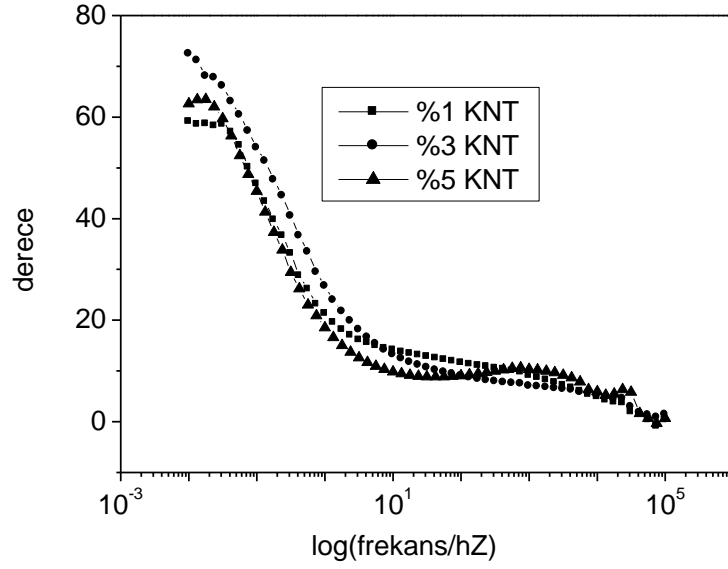
P(EDOT-co-Py)/KNT'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % KNT oranlarında (% 1, % 3, % 5) konsantrasyonlarındaki Nyquist, Bode-magnitude, Bode-faz ve Admitans grafikleri Şekil 4.7.4.1-Şekil 4.7.4.4. arasında verilmiştir. EES ölçümleri 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



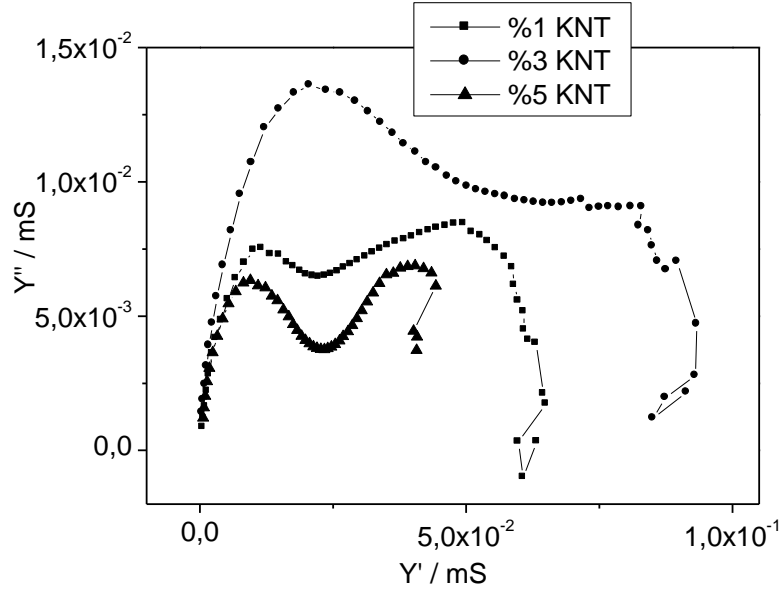
Şekil 4.7.4.1: P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Nyquist grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.7.4.2: P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1,%3 ve %5) Bode-Magnitude grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



Şekil 4.7.4.3: P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Bode-Faz grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.



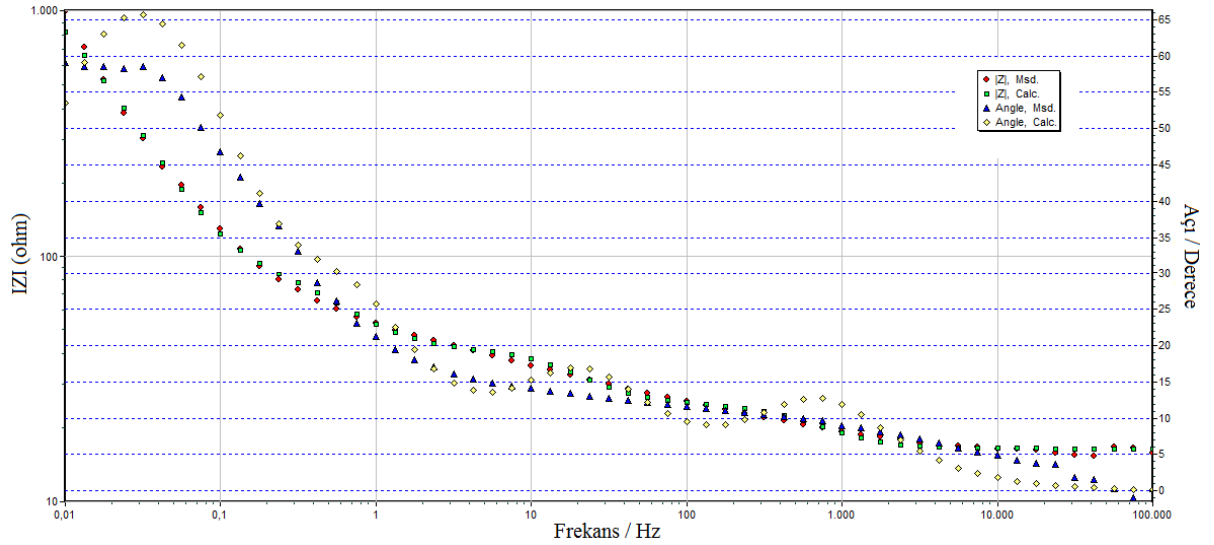
Şekil 4.7.4.4: P(EDOT-co-Py)'nin $[EDOT]_0/[PPy]_0 = 1/10$ oranlarında EES ölçümlerinden elde edilen farklı % oranlarındaki KNT (%1, %3 ve %5) Admitans grafiği. EES ölçümlerinde 0.01 Hz ile 100 kHz frekans arasında 0.5 M sulu H_2SO_4 çözeltisinde CKE üzerine alınmıştır.

Çizelge 4.7.4.1: P(EDOT-co-Py) / KNT filmlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0=1/10$ oranında elde edilen kapasitans değerleri

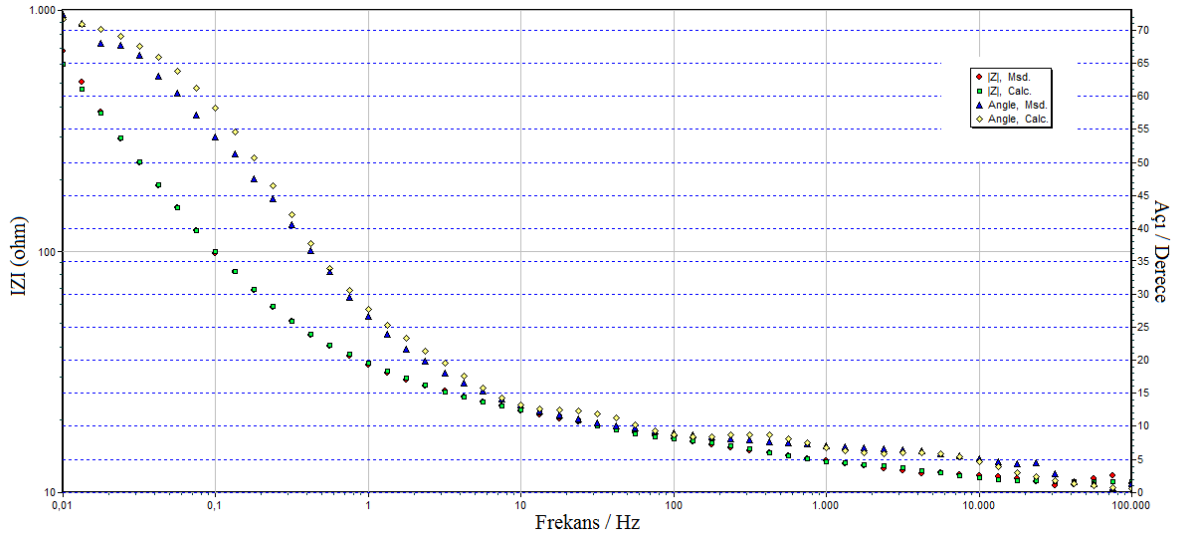
% KNT	$C_{sp}/F \times cm^{-2}$	$C_{dl}/F \times cm^{-2}$	$\Theta_{max}/Derece$	Y'' (mS) $Y'=0.02mS$
1	18.86	0.186	59.43	0.006
3	25	0.415	72.57	0.013
5	25	0.225	62.71	0.003

Elde edilen P(EDOT-co-Py)/KNT kompozit filminin $[EDOT]_0/[Py]_0=1/10$ oranlarında EES ölçümleri sonucu elde edilen C_{sp} , C_{dl} , Θ , Y'' sonuçları incelendiğinde $[EDOT]_0/[Py]_0=1/10$ oranlarında en yüksek spesifik kapasitans ($C_{sp}=25 F \times cm^{-2}$) ile %3 ve %5 KNT oranlarında elde edilmiştir. Aynı zamanda çift katmanlı kapasitans ($C_{dl}=0.415 F \times cm^{-2}$), $\Theta=72,57^\circ$ ve $Y''=0.013 mS$ olarak en yüksek %3 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir.

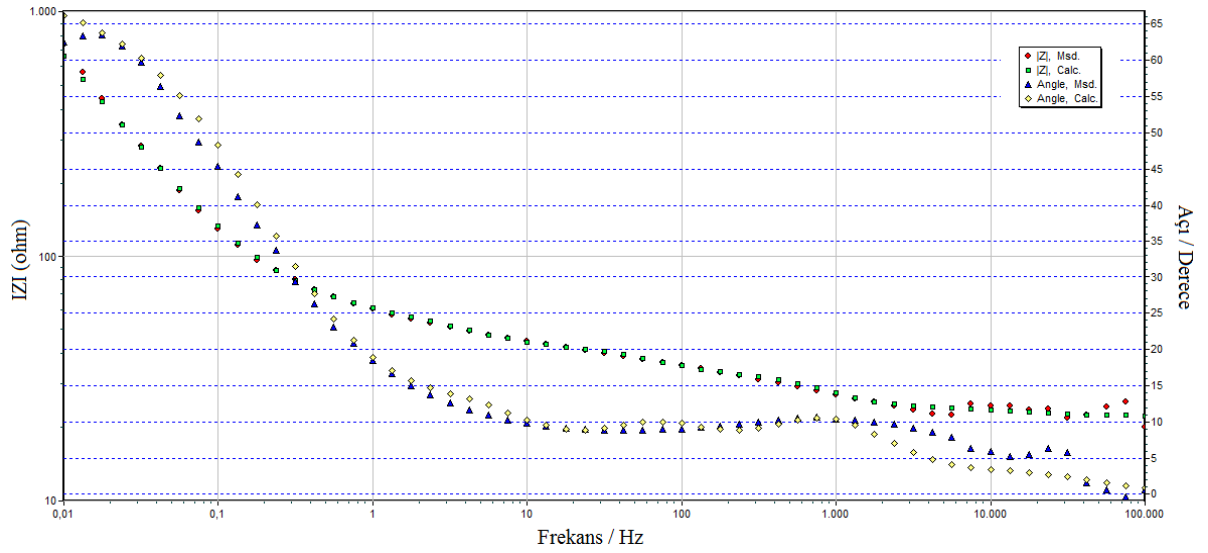
4.7.5.P(EDOT –co- Py)/KNT Kompozitinin Eşdeğer Devre Uygulamaları



Şekil 4.7.5.1: P(EDOT-co-Py)/KNT, Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0=1/10$, %1 KNT, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.7.5.2: P(EDOT-co-Py)/KNT, Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ %3 KNT, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.



Şekil 4.7.5.3: P(EDOT-co-Py)/KNT, Bode-magnitude ve faz grafiği için, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$, %5 KNT, CKE üzerine kaplı $R_s(C_{d11}(R_1(QR_2)))(C_{d12}R_3)$ Eşdeğer devre modeli.

Çizelge 4.7.5.1: P(EDOT-co-Py)/KNT, $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$, $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer devre modeli, ZsimpWin 3.22 programı ile P(EDOT-co-Py) / KNT elektrokimyasal olarak analiz edildi. 50 mM ve 100 mL SDS çözeltisi içerisinde, tarama hızı: 50mV/s, 8 döngü.

Devre parametreleri	P(EDOT-co-Py)		
	% 1 KNT	% 3 KNT	% 5 KNT
R_s / Ω	16.45	11.08	22.21
$C_1 / \mu F$	5.489×10^{-4}	1.546×10^{-5}	5.02×10^{-6}
R_1 / Ω	19,56	2.083	1.714
$Q / \mu Sxs^{-n}$	0.07643	0.01239	0.01192
n	0.8998	0.7912	0.7666
$R_2 / k\Omega$	14.19	18.24	18.2
$C_2 / \mu F$	3.24×10^{-5}	1.375×10^{-4}	$2,389 \times 10^{-5}$
R_3 / Ω	8.296	3.307	8.769
χ^2	6.711×10^{-3}	1.635×10^{-3}	3.064×10^{-3}

$R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli 0.01 Hz - 100.000 Hz frekans aralığında elektrolit $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$, farklı KNT (%1, %3, %5) oranlarında CKE üzerine kaplanmış sistem için verildi. Princeton Uygulamalı araştırma ile ZsimpWin 3.22 devre modeli programıyla teorik ve deneysel devreler karşılaştırılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.7.5.1 – Şekil 4.7.5.3’de görülen Bode-magnitude ve faz grafiğinde de teorik ve deneysel sonuçların çıktığı görülmektedir. Devre parametreleri incelendiğinde en yüksek R_s değeri $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ için %5 KNT içeren kompozit filminde $R_s = 22.21 \Omega$ olarak elde edilmiştir. En yüksek n değeri $n = 0.8998$ olarak $[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/10$ oranında, %1 KNT içeren kompozit filminde elde edilmiştir.

5.SONUÇLAR

Bu çalışmada EDOT, Py, monomerlerinin camsı karbon elektrot üzerinde homopolimerleri farklı başlangıç konsantrasyonlarında (1, 2, 5, 10, 25, 50, 100 mM) çalışılmıştır. Bu monomerlerle farklı oranlarda ($[EDOT]_0/[Py]_0 = 1/1, 1/2, 1/5, 1/10, 1/25, 1/50, 1/100$), EDOT-co-Py kopolimerleri (P(EDOT-co-Py)) elde edilmiştir. Elde edilen polimer filmlerinin monomersiz ortamda sadece elektrolit çözeltisi içeren ortamda farklı tarama hızı ve tarama hızının kareköküne bağlı akım yoğunluğu grafiği alınarak Randles-Sevcik denkleminde göre polimer filminin ince film davranışı veya difüzyon kontrollü olup olmadığı araştırılmıştır. Modifiye polimer filmler DV, FTIR-ATR, SEM-EDAX ve EES metodları ile karakterize edilmiştir. EES tekniği ile C_{dl} , C_{sp} , Θ_{max} bulunup kapasitans ve admitans grafiklerinden de kapasitans ve iletkenlik karşılaştırmaları yapılmıştır. $R_s(C_{dl1}(R_1(QR_2)))(C_{dl2}R_3)$ Eşdeğer elektriksel devre modeli EES verileri kullanılarak Polimer/Elektrolit sistemi için gerçekleştirildi. Eşdeğer devre modelinde deneysel ve teorik verilerin örtüştüğü gözlemlendi. PEDOT/KNT ve Py/KNT, kompozitlerinin farklı % KNT konsantrasyonlarında (% 1, % 3, % 5) P(EDOT-co-Py)/KNT elde edilmiştir. Kompozit filmlerin karakterizasyonları da DV, FTIR-ATR, SEM-EDAX ve EES metodları ile incelenmiştir.

PEDOT'ın en yüksek kapasitans değeri $C_{dl}=0.002 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ $C_{sp}=0.085 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ $\Theta_{max}=83.7^\circ$ ile $[EDOT]_0=100 \text{ mM}$ da elde edilmiştir. Buna karşılık PPy homopolimerinin en yüksek kapasitans değeri $C_{dl}=4.16\times 10^{-4} \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$, $C_{sp}=0.063 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$, $\Theta_{max}=74.4^\circ$ ile $[Py]_0=10 \text{ mM}$ başlangıç monomer konsantrasyonunda elde edilmiştir. P(EDOT-co-Py) monomersiz ortamda elde edilen sonuçlara göre $[EDOT]_0/[Py]_0= 1/50$ monomer oranında en yüksek C_{dl} değeri $C_{dl}= 4.31\times 10^{-4} \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ $[EDOT]_0/[Py]_0= 1/100$ monomer oranında en yüksek $C_{sp}= 0.063 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ ve $\Theta= 81.5^\circ$ olarak elde edilmiştir.

PEDOT'ın farklı % KNT oranlarında hazırlanmış kompozit filmlerinin EES sonuçlarından elde edilen $C_{sp}= 306 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ ile %3 KNT içeren kompozit filminden elde edilmiştir. $C_{dl}= 0.0046 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ ile %5 KNT içeren kompozit filmidir. En yüksek maksimum faz açısı $\Theta= 71.86^\circ$ dir. Admitans grafiğinden elde edilen en yüksek iletkenlik $Y''= 0.0047 \text{ mS}$ ile % 5 KNT içeren kompozit filminden elde edilmiştir. PPy/KNT kompozitinin spesifik kapasitansı $C_{sp}=424.8 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ ile %5 KNT içeren kompozit filminde elde edilirken $C_{dl}=0.0103 \text{ F}\times\text{cm}^{-2}$ ile %1 KNT kompozit filminden elde edilmiştir. Bode-faz grafiğinden $\Theta=80.11^\circ$ ile %3 KNT içeren kompozit filminden elde edilirken Admitans grafiğinden en

yüksek iletkenlik $Y''= 0.0059$ mS ile %3 KNT içeren kompozit filmimde elde edilmiştir. Redoks parametrelerinden en düşük anodik ve katodik potansiyel farkı $\Delta E= 0.945$ V ve en yüksek anodik ve katodik akım yoğunluğu oranı ($i_{An}/i_{Kat}= 0.932$) ile %1 KNT oranı içeren kompozit filminden elde edilmiştir.

P(EDOT-co-Py)/KNT filmlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0=1/5$ oranlarında elde edilen en yüksek kapasitans değeri $C_{sp}= 27.40$ $F \times cm^{-2}$ ve çift katmanlı kapasitans $C_{dl}= 0.5$ $F \times cm^{-2}$ olarak %1 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir. Aynı zamanda $Y''= 0.01$ mS de Admitans grafiğinden $Y''= 0.012$ mS ile %1 KNT içeren kompozit filmde en yüksek iletkenlik tespit edilmiştir. Bode-faz grafiğinden en büyük faz açısı $\Theta= 77.37^\circ$ ile %3 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir. P(EDOT-co-Py)/KNT filmlerinin $[EDOT]_0/[Py]_0=1/10$ oranlarında elde edilen en yüksek kapasitans değeri $C_{sp}= 25.0$ $F \times cm^{-2}$ ile %3 ve %5 KNT oranlarında elde edilmiştir. Çift katmanlı kapasitans $C_{dl}= 0.415$ $F \times cm^{-2}$ $\Theta= 72.57^\circ$, $Y''= 0.013$ mS olarak en yüksek %3 KNT içeren kompozit filmde elde edilmiştir.

KAYNAKLAR

- A. J. Bard, L.R. Faulkner, *Electrochemical methods : Fundamentals and Applications*, 2nd ed., John Wiley & Sons, Inc., New York , 2001.
- A.L.M. Reddy, S.Ramaprabhu, *J.Phys. Chem. C, Nanostructured Materials for Energy-Related Applications* 111 (2007) 7727.
- Atefeh Moradi , Abbas Emamgolizadeh , Abdollah Omsani , Abbas Ali Rostami , Electropolymerization and characterization of 3,4-ethylenedioxythiophene on glassy carbon electrode and study of ions transport of the polymer during redox process , *J Appl Polym Sci* , 125 ,2407-2416 (2012).
- Ates M (2011)a. Review study of electrochemical impedance spectroscopy and equivalent electrical circuits of conducting polymers on carbon surfaces. *Progress in Organic Coatings*, 71: 1-10
- Ates M, Sarac AS (2009). Conducting polymer coated carbon surfaces and biosensor applications. *Progress in Organic Coatings*, 66: 337-358.
- Ates M, Uludag N, Karazehir T (2012). Copolymer formation of 9-(2-(benzyloxy)ethyl)-9H-carbazole and 1-tosyl-1H-pyrrole coated on glassy carbon electrode and electrochemical impedance spectroscopy, *J. Solid State Electrochem.*, 16: 2639-2649
- Ates M, Uludag N, Sarac AS (2011)b. Electrochemical impedance of poly(9-tosyl-9H-carbazole-co-pyrrole) electrocoated carbon fiber. *Materials Chemistry and Physics*, 127: 120-127.
- Ates M, Yilmaz K, Shahryari A, Omanovic S, Sarac AS (2008). A Study of the Electrochemical Behavior of Poly [N-Vinyl Carbazole] Formed on Carbon-Fiber Microelectrodes and Its Response to Dopamine. *IEEE Sens. J.*, 8: 1628–1639.
- Ates, M. Arican, F. Electrocoated films of Poly(N-Methylpyrrole-co-2,2'-Bithiophene-co-3-(Octylthiophene)), Characterizations, and Capacitor Study, *Int. J. Polym. Mater. and Polym. Biomater.*, 64, 125-133 (2015).
- B.E. Conway *Electrochemical supercapacitors: scientific fundamentals and technological applications*. New York: Kluwer Academic/ Plenum Publishers; 1999
- B.E. Conway, V. Birss, J. Wojtowicz, The role and utilization of pseudocapacitance for energy storage by supercapacitors. *J Power Sources*, 66 (1997) 1.
- D. Sahin, B. Sarı, H. I. Unal, *turk J. Chem.* An investigation of some parameters on electrorheological properties of polypyrrole 26 (2002) 113.
- Frackowiak E, Khomenko V, Jurewicz K, et al. Supercapacitors based on conducting polymers/nanotubes composites. *J Power Sources* 2006;153:413-8.
- G.A. Snook, P. Kao, A.S. Best, *J. Power Sources Polyaniline and its Technological Applications* 196 (2011) 1.

- H.H. Zhou, H. Chen, S.L.Luo, G.W.Lu, W.Z.Wei, Y.F.Kuang, J.Solid State Electrochem The effect of the polyaniline morphology on the performance of polyaniline supercapacitors 9 (2005) 574.
- Hung S, Wen T, Gopalan A. Application of statistical design strategies to optimize the conductivity of electrosynthesized poly-pyrrole. Mater Lett 2002;55:165-70
- J.Quang, Q. Xu, C.Chu, Y.Yang, G.Li, J. Shinar, Polymer, 45 (2004) 8443.
- J.Wang, Y.L.Xu, X.F.Sun, X.F.Li, X.F.Du, J.Solid State Electrochem. 12 (2008) 947.
- K.K.Liu, Z.L.Hu, R.Xue, J.R.Zhang, J.J.Zhu, J.Power Sources, 179 (2008) 858
- Kotz R, Carlen M. Principles and applications of electrochemical capacitors. Electrochim Acta 2000 ;45 (15-16):2483-98
- L. M. Yee, A. Kassim, E. Mahmud, A. M. Sharif, M. J. Haron , Malay. J. Anal , Sci. 11 (2007) 133.
- L.L. Zhang, R.Zhou, X.S.Zhou, J.Mater Chem. 20 (2010) 5983
- L.Li, D.C. Loveday, D.S.K. Mudigonda, J.P. Ferraris, J. Electrochem. Soc. 149 (2002) A1201
- Lota K, Khomenko V, Frackowiak E. Capacitance properties of poly(3,4-ethylenedioxythiophene)/carbon nanotubes composites J Phys Chem Solids 2004;65:295-301.
- M. Dupant, A.F. Hollenkamp, S.W. Donne, Electrochemically active surface area effects on the performance of manganese dioxide for electrochemical capacitor applications, Electrochimica Acta , 104 (2013) 140-147.
- M. Wu, G.A. Srook, V. Gupta, M. Shaffer, D.J. Fray, G.Z. Chen, J. Mater Chem. 15 (2005) 2297
- Morvant MC, Reynolds JR. In-situ conductivity studies of poly(3,4-ethylenedioxythiophene). Synth Met 1998;92:57-61
- N. G. Sahoo, Y.C. Jung, H. H. So, J. W. Cho. Synth. Met. 157 (2007) 374.
- Nakamura M. Nakanishi M. Yamamoto K. Influence of physical properties of activated carbons on characteristics of electric double-layer capacitors. J Power Sources 1996;60.
- Noh KA, Kim DW, Jin CS, et al. Synthesis and pseudo-capacitance of chemically-prepared polypyrrole powder. J Power Sources 2003;124:593-5
- O. Fichet , F. Tran-Van, D. Teyssie , C. Chevrot , Thin Solid Films , 411 (2002) 280.
- Q. Chang, V. Pavlinek, C. Li, A. Lengalavo, Y. He, P. Saha, Appl. Surf. Sci. 252 (2006) 1736.

- Rudge A, Raistrick I, Gottesfeld S. Et al. A study of the electrochemical properties of conducting polymers for application in electrochemical capacitors. *Electrochim Acta* 1994;39(2):273-87.
- Sacak M (2005). *Polimer Teknolojisi*, Ankara üniversitesi, Fen Fakültesi, Gazi Kitabevi, 13s, Ankara.
- Sacak M (2008). *Polimer Kimyası*, Ankara üniversitesi Fen Fakültesi, Gazi Kitabevi, 4. Baskı, 1-18s, Ankara.
- Saçak M (2004). *Polimer Kimyası*. Ankara Üniversitesi, Fen Fakültesi, Gazi Kitabevi, 525s, Ankara.
- Sadki S, Schottland P, Brodie N, Sabouraud G (2000). The mechanisms of pyrrole electropolymerization. *Chem Soc Rev.*, 29: 283-293.
- Sarac AS, Ates M, Altu E, Parlak R (2006)a. Electrolyte and solvent effects of electrocoated polycarbazole thin films on carbon fiber microelectrodes. *Journal of Applied Electrochemistry*, 36: 889-898.
- Sarac AS, Ates M, Parlak EA, Turcu EF, characterization of micrometer sized thin films of electrocoated carbazole with p-toly|sulfony| pyrrole on carbon fiber microelectrodes , *J Electrochem Soc.* 2007,154:D283-D291.
- Sarac AS, Dogru E, Ates M, Parlak EA, Turcu EF (2007)b. Characterization of micrometer-sized thin films of electrocoated carbazole with p-tolylsulfonfyl pyrrole on carbon fiber microelectrodes, *Journal of The Electrochemical Society*, 154: D283-D291.
- Sarac AS, Dogru E, Ates M, , Parlak EA (2006)b. Electrochemical synthesis of N-Methylpyrrole and N-Methylcarbazole copolymer on carbon fiber microelectrodes, and their characterization. *Turk J Chem*, 30: 401-418.
- Sarac AS, Gilsing HD, Gencturk A, Schulz B (2007)a. Electrochemically polymerized 2,2-dimethyl-3,4-propylenedioxythiophene on carbon fiber for microsupercapacitor. *Progress in Organic Coatings*, 60: 281-286.
- Sarac AS, Ozgula SE, Gencturk Asli, Schulz Burkhard, Gilsingc HD, Faltz H (2010). Morphological and impedance studies on electropolymerized 3,4-(2,2 dibenzylpropylenedioxy)thiophene nanostructures on micron sized single carbon fiber. *Progress in Organic Coatings*, 69: 527-533.
- Sarac AS, Sezgin S, Ates M, Turhan CM, Parlak EA, Irfanoglu B (2008). Electrochemical impedance spectroscopy of poly(N-methyl pyrrole) on carbon fiber microelectrodes and morphology. *Progress in Organic Coatings*, 62: 331-335.
- T. K. Vishnuvardhan , V. R. Kulkarni, C. Basovaraja, S.C. Reghavendra *Bull. Mater. Sci.* 29 (2006) 77.
- Tüken T, Tansuğ G, Yazıcı B, Erbil M (2007). Poly(N-methyl pyrrole) and its copolymer with pyrrole for mild steel protection. *Surface & Coatings Technology*, 202: 146 – 154.

W. Lu, L.T. Qu , K.Henry, L. Dai, J.Power Sources, 189 (2009) 1270.

X.Du, C.Y.Wang, M.M. Chen, Y.Tiao, J.Wang, J.Phys., Chem.C., 113(2009) 2643

Xiao Q, Zhou X. The study of multiwalled carbon nanotube deposited with conducting polymer for supercapacitor. Electrochim Acta 2003;48:575-80.

Y.Wang, Z.Q.Shi, Y.Huang, Y.F.Ma, C.Y.Wang, M.M.Chen, Y.S.Chen, J.Phys. Chem. C, 113 (2009) 13103

Y.Zhou, Z.Y.Qin, L.Li, Y.Zhang, Y.L. Wei, L.F.Wang, M.F. Zhu, Electrochim. Acta 55 (2010) 3904.

ÖZGEÇMİŞ

İlker EKMEN 25.12.1989 tarihinde Şiran'da doğmuştur. İlköğretimini Malkara İrfan Macar İlköğretim Okulunda, Lise eğitimini Malkara Lisesinde tamamlamıştır. 2007 yılında Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya bölümüne başlamış, 2012 yılında mezun olmuştur. 2013 yılında Namık Kemal Üniversitesi Kimya Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisansa başlamıştır.