



**SÜPERKAPASİTÖRLER İÇİN  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$   
VE GNPs KATKILI HİBRİT NANO  
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE  
ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN  
İNCELENMESİ**

**2024  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**Dana FARIS**

**Tez Danışmanı  
Doç. Dr. Safa POLAT**

**SÜPERKAPASİTÖRLER İÇİN  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , g- $\text{C}_3\text{N}_4$  VE GNPs KATKILI HİBRİT  
NANO KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE ELEKTROKİMYASAL  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Dana FARIS**

**Tez Danışmanı  
Doç. Dr. Safa POLAT**

**T.C.  
Karabük Üniversitesi  
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü  
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında  
Yüksek Lisans Tezi  
Olarak Hazırlanmıştır**

**KARABÜK  
Mayıs 2024**

Dana FARIS tarafından hazırlanan “SÜPERKAPASİTÖRLER İÇİN CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> VE GNPs KATKILI HİBRİT NANO KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Doç. Dr. Safa POLAT .....

Tez Danışmanı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 31/05/2024

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)

İmzası

Başkan : Doç. Dr. Safa POLAT (KBÜ) .....

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Yasin AKGÜL (KBÜ) .....

Üye : Doç. Dr. Adem YAR (BÜ) .....

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Doç. Dr. Zeynep ÖZCAN .....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

*“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”*

Dana FARIS

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

# SÜPERKAPASİTÖRLER İÇİN $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , g- $\text{C}_3\text{N}_4$ VE GNPs KATKILI HİBRİT NANO KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Dana FARIS

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Doç. Dr. Safa POLAT

Mayıs 2024, 54 sayfa

Süperkapasitörler günümüzde enerji depolama amacıyla yaygın olarak kullanılan cihazlardır. Bu cihazların performansını etkileyen en önemli parametrelerden biri anot malzemesidir. Metal oksitler, yükseltgenme indirgenme mekanizmaları ile şarj depolayabildiklerinden anot malzemesi olarak tercih edilmektedir. Ancak, metal oksitlerin düşük iletkenliği önemli bir dezavantajdır. Bu sorunu gidermek için iletken bileşenlerin takviye edilmesi önemli ölçüde çözüm sağlamaktadır. Bu çalışmada, literatürdeki bilgilerden faydalanarak, nikel köpük yüzeyinde hidrotermal yöntemle doğrudan sentezlenmiş  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  anot malzemesinin iletkenliğini artırmak için grafitik karbon nitrür (g- $\text{C}_3\text{N}_4$ ) ve grafen nanoplakalarının (GNPs) takviye edilmesi amaçlanmıştır. Üretilen elektrotların karakterizasyonları XRD, FTIR, SEM ve TEM analizleri ile gerçekleştirilmiş ve elektrokimyasal performansları ise CV, GCD ve EIS ölçümleri ile gerçekleştirilmiştir.

Karakterizasyon sonuçlarına göre, elektrotların nano sünger benzeri bir yapıda sentezlendiği ve g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ile GNP'lerin varlığının doğrulandığı anlaşılmıştır. Elektrokimyasal ölçümlere göre, en yüksek performansın üçlü kombinasyon ile 2 mA/cm<sup>2</sup> akım yoğunluğunda 989 mF/cm<sup>2</sup> olarak elde edildiği gözlenmiştir. Grafen ve grafitik karbon nitrür ilavesi ile spesifik kapasitans sırasıyla %87 ve %152 oranında artış sağlamıştır. Çevrim ömrü performansı ise 1500 döngüden sonra %73 olarak ölçülmüştür. Ayrıca enerji ve güç yoğunluğu performansları ise sırasıyla 27,8 mWh/cm<sup>2</sup> enerji ve 300 mW/cm<sup>2</sup> olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre literatürdeki CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> bazlı bu elektrotun literatürdeki benzerlerine göre spesifik kapasitans bakımından daha yüksek performans sergilediği ancak çevrim ömrü bakımından geliştirilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır.

**Anahtar Sözcükler :** CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Grafen, Elektrokimyasal özellikler,  
Süperkapasitör.

**Bilim Kodu** : 91520, 91514

## **ABSTRACT**

**M. Sc. Thesis**

### **PRODUCTION OF $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , g- $\text{C}_3\text{N}_4$ AND GNPs DOPOED HYBRID NANO COMPOSITES FOR SUPERCAPACITORS AND INVESTIGATION OF THEIR ELECTROCHEMICAL PROPERTIES**

**Dana FARIS**

**Karabük University**

**Institute of Graduate Programs**

**Department of Metallurgy and Materials Engineering**

**Thesis Advisor:**

**Assoc. Prof. Dr. Safa POLAT**

**May 2024, 54 pages**

Supercapacitors are widely used devices for energy storage nowadays. One of the most critical parameters affecting the performance of these devices is the anode material. Metal oxides are preferred as anode materials because they can store charge through redox mechanisms. However, the low conductivity of metal oxides is a significant disadvantage. To address this issue, reinforcing conductive components has been found to be a highly effective solution. In this study, it is aimed to enhance the conductivity of  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  anode material, which was directly synthesized on a nickel foam surface using a hydrothermal method, by reinforcing it with graphitic carbon nitride (g- $\text{C}_3\text{N}_4$ ) and graphene nanoplatelets (GNPs) based on the information available in the literature. The characterization of the produced electrodes was conducted using XRD, FTIR, SEM and TEM analyses, and their electrochemical performance was evaluated through CV, GCD, and EIS measurements.

According to the characterization results, it was understood that the electrodes were synthesized in a nano sponge-like structure, and the presence of g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and GNPs was confirmed. According to electrochemical measurements, the highest performance was observed with the triple combination, achieving a specific capacitance of 989 mF/cm<sup>2</sup> at a current density of 2 mA/cm<sup>2</sup>. The addition of graphene and graphitic carbon nitride increased the specific capacitance by 87% and 152%, respectively. The cycle life performance was measured as 73% after 1500 cycles. Additionally, the energy and power density performances were determined to be 27.8 mWh/cm<sup>2</sup> and 300 mW/cm<sup>2</sup>, respectively. Based on these results, it was concluded that this CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>-based electrode exhibits higher specific capacitance performance compared to similar electrodes in the literature but requires improvement in terms of cycle life.

**Keywords** : CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Graphene, Electrochemical properties,  
Supercapacitor

**Science Codes** : 91520, 91514



## TEŐEKKÜR

Bu tezin hazırlanması sürecinde bana her zaman destek olan, deęerli bilgi ve deneyimleriyle alıřmalarımı ynlendiren, bilimsel temellerin oluřmasında byk katkı saęlayan sayın hocam Do. Dr. Safa POLAT'a, bana gsterdięi olaęanst ilgi ve yardımları iin sonsuz teőekkrlerimi sunuyorum.

Karabk niversitesi Demir elik Enstits (MARGEM) Malzeme Arařtırma ve Geliřtirme Merkezi laboratuvarlarında alıřmalarımı gerekleřtirme fırsatı saęladıkları iin enstitye ve laboratuvar alıřanlarına sonsuz teőekkrlerimi sunarım. Saęladıkları imkanlar ve destekleri, bu alıřmanın bařarılı bir Őekilde tamamlanmasına olanak tanımıřtır.

Bu srete yanımda olan, manevi desteklerini hibir zaman esirgemeyen sevgili aileme, her an yanımda olarak moral kaynaęım olan eřime ve arkadařlarıma da teőekkrlerimi sunmak istiyorum. Onların varlıęı, zorlukların stesinden gelmemde ve motivasyonumu yksek tutmamda byk rol oynamıřtır. Sizlerin desteęi olmasaydı, bu bařarı mmkn olamazdı. Tm kalbimle teőekkr ederim.

Bu tez alıřması Karabk niversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri koordinatrlę tarafından “KBBAP-21-ABP-047” numaralı proje ile desteklenmiřtir. Bu desteklerinden dolayı teőekkr ederiz.

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	ii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER .....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	xv
BÖLÜM 1 .....	1
GİRİŞ .....	1
1.1. ENERJİNİN DEPOLANMASI .....	1
1.1.1. Kapasitörler .....	3
1.1.2. Lityum İyon Piller .....	5
BÖLÜM 2 .....	7
SÜPERKAPASİTÖRLER .....	7
2.1. SÜPERKAPASİTÖRLERİN GENEL ÖZELLİKLERİ.....	7
2.2. SÜPERKAPASİTÖR BİLEŞENLERİ .....	8
2.2.1. Süperkapasitör Çeşitleri.....	8
2.2.1.1. Elektrokimyasal Çift Katmanlı Kapasitörler (EDLC'ler) .....	9
2.2.1.2. Psödokapasitörler .....	10
2.2.1.3. Hibrit Süperkapasitörler.....	11
BÖLÜM 3 .....	13
NANOMALZEMELER.....	13
3.1. NANOMALZEMELERİN TEMEL ÖZELLİKLERİ .....	13
3.2. NANOMALZEME ÜRETİM YÖNTEMLERİ.....	13

	<b><u>Sayfa</u></b>
3.2.1. Buhar Fazından Üretim Yöntemleri .....	13
3.2.1.1. Asal Gaz Yoğunlaşması .....	14
3.2.1.2. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD).....	15
3.2.1.3. Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD).....	16
3.2.2. Sıvı Fazdan Üretim Yöntemleri.....	17
3.2.2.1. Elektrobirikim .....	17
3.2.2.2. Sol-Jel Yöntemi .....	18
3.2.2.3. Hidrotermal Sentezi .....	20
3.2.3. Katı Fazdan Üretim Yöntemleri .....	22
BÖLÜM 4 .....	25
LİTERATÜR ÖZETİ .....	25
4.1. FERRİT BAZLI ELEKTROTLAR .....	25
BÖLÜM 5 .....	30
DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	30
5.1. KULLANILAN MALZEMELER .....	30
5.2. ELEKTROT MALZEMELER .....	30
5.2.1. g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> Sentezi.....	30
5.2.2. Ni Köpük Üzerinde g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ve GNPS ile CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Sentezi .....	31
5.3. MALZEME KARAKTERİZASYONU .....	32
5.4. ELEKTROKİMYASAL KARAKTERİZASYONLAR.....	33
BÖLÜM 6 .....	35
DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	35
6.1. MALZEME KARAKTERİZASYON SONUÇLARI.....	35
6.1.1. XRD Analiz Sonuçları.....	35
6.1.2. FTIR Analiz Sonuçları .....	36
6.1.3. SEM Analiz Sonuçları .....	37
6.1.4. TEM Analiz Sonuçları.....	39
6.2. ELEKTROKİMYASAL ÖLÇÜM SONUÇLARI .....	39
6.2.1. Çevrimli Voltametri (CV) Ölçüm Sonuçları .....	39

	<b><u>Sayfa</u></b>
6.2.2. Galvanostatik Şarj Deşarj (GCD) Ölçüm Sonuçları.....	40
6.2.3. Empedans Ölçüm Sonuçları .....	42
BÖLÜM 7 .....	44
SONUÇLAR .....	44
KAYNAKLAR .....	45
ÖZGEÇMİŞ .....	54

## ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 1.1. Kapasitörlerin iç yapısı. ....	4
Şekil 1.2. Lityum iyon pillerin iç yapısı. ....	6
Şekil 2.1. Süperkapasitörün çeşitleri. ....	9
Şekil 2.2. Elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörler (EDLC'nin) yapısı. ....	10
Şekil 2.3. Psödokapasitörler yapısı. ....	11
Şekil 2.4. Hibrit süperkapasitörlerin yapısı. ....	12
Şekil 3.1. Asal gaz yoğunlaştırma yönteminin şematik gösterimi (Kevin 1997). ....	15
Şekil 3.2. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yönteminin şematik gösterimi (S. 2010). .....	16
Şekil 3.3. Kimyasal buhar biriktirme yönteminin şematik gösterimi (Kaplan 2014). .....	17
Şekil 3.4. Sol-Jel tekniği yönteminin şematik gösterimi (Abbas 2021). ....	20
Şekil 3.5. Hidrotermal sentezi tekniği yönteminin şematik gösterimi. ....	22
Şekil 3.6. Top değirmeni içinde top hareketlerinin şematik gösterimi. ....	24
Şekil 5.1. Ni köpük üzerinde g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ve GNPs ile CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> sentezi ve malzeme hazırlığı. ....	32
Şekil 5.2. Hidrotermal yöntemle CFO kaplama öncesi ve sonrası makro görünüm. ....	32
Şekil 5.3. Kullanılan test cihazları. ....	33
Şekil 5.4. PARSTAT 4000 potansiyometresi ve üç elektrotlu hücre sistemi. ....	34
Şekil 6.1. CFO numunelerin XRD sonuçları (Faris ve Polat 2022). ....	36
Şekil 6.2. FTIR analizin sonuçları. ....	37
Şekil 6.3. SEM analizinde, Ni köpüğün genel görünümü (Faris ve Polat 2022). ...	38
Şekil 6.4. a) Saf CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> b) g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> Katkılı CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> . c) GNPs Katkılı CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Tabakalı yapı görünümü (Faris ve Polat 2022). ....	38
Şekil 6.5. a) CFO-D numunesindeki pul şeklindeki grafen. b) Grafen yüzeyinde oluşan CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> yapısı. (Faris ve Polat 2022). ....	39
Şekil 6.6. a) CV ölçümü ve b) Şarj Mekanizması (Faris and Polat 2022). ....	40
Şekil 6.7. a) Farklı akım yoğunluklarındaki GCD eğrileri ve b) Spisifik kapasitans (Faris and Polat 2022). ....	42

**Sayfa**

Şekil 6.8. a) Enerji ve güç testi ve b) Stabilite testi ölçümünün bir bölümü (Faris ve Polat 2022). ..... 42

Şekil 6.9. Nyquist diyagramı (Faris ve Polat 2022). ..... 43

## ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 5.1. $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ (CFO) sentezi için karışım bileşenleri .....	31

±

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

### SİMGELER

A	: Amper
cm <sup>3</sup>	: Santimetre küp
C	: Kapasitans (farad, F)
C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> N <sub>6</sub>	: Melamin
CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	: Üre
Cu	: Bakır
CuCl <sub>2</sub>	: Bakır klorür
°C	: Santigrat derece
E	: Enerji (joule, J)
Fe	: Demir
FeCl <sub>3</sub>	: Demir klorür
F/g	: Farad bölü gram
G	: Gram
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	: Sülfürik asit
K	: Kelvin
KCl	: Potasyum klorür
KOH	: Potasyum hidroksit
L	: Litre
Li	: Lityum
mA	: Miliamper
mAh	: Miliamper-saat
mA	: miliamper
mg	: Miligram
mF	: Mili Farad
mF/cm <sup>2</sup>	:Mili Farad bölü santimetre kare



$mWh/cm^2$	: Mili watt-saat bölü santimetre kare
$mW/cm^2$	: Mili watt bölü santimetre kare
$\mu m$	: Mikrometre
Ni	: Nikel
P	: Güç yoğunluğu
S	: yüzey alanı ( $cm^2$ )
$SiO_2$	: Silika
$\Delta t$	: zaman (sn)
$Ti(OCH(CH_3)_2)_4$	: titanyum izopropoksit
TMOS [ $Si(OCH_3)_4$ ]	: tetrametil ortosilikat
Wh/kg	: Watt saat bölü kilogram
W/kg	: Watt bölü kilogram
$\Delta V$	: Potansiyel (v)
V	: Voltaj (volt, v)

## KISALTMALAR

CFO	: CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
CMP	: Kimyasal-Mekanik Parlatma
Cs	: Spesifik Kapasitans
CV	: Çevrimli Voltametri
EIS	: Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi
FTIR	: Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi
GCD	: Galvanostatik Şarj-Deşarj
GNP	: Grafen Nanoplakaları
LIB	: Lityum-İyon Bataryalar
PC	: Psödo kapasitör
PVD	: Fiziksel Buhar Biriktirme
SC	: Süperkapasitörler
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
T <sub>g</sub>	: Camlı Geçiş Sıcaklığı
T <sub>m</sub>	: Erime Noktası
XPS	: X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi
XRD	: X-ışını Kırınımı

## BÖLÜM 1

### GİRİŞ

#### 1.1. ENERJİNİN DEPOLANMASI

Teknolojinin ilerlediği ve insanların hayatları değiştiğinde, konfora daha fazla yönelmekte olup, bu değişim çeşitli sektörlerinde enerji talebini önemli ölçüde artmaktadır. Klima, ısıtma sistemleri, elektronik cihazlar ve ulaşım gibi modern olanakların tümü büyük ölçüde enerji tüketimine bağlıdır. Üstelik dijital teknolojilerin, akıllı cihazların ve internete bağlı cihazların çoğalması, günlük yaşamdaki enerji ihtiyacını daha da artmaktadır (Tarascon 2001, Emeksiz ve Kara 2022).

Enerjinin her zaman ve her yerde erişilebilir olması gerekmektedir. Enerji depolama teknikleri, fazla enerjinin gelecekte kullanılmak üzere depolanmasını ve belirli zamanlarda elektrik üretebilen yenilenebilir enerji kaynakları arasındaki arz ve talep boşluklarının dengelenmesinde yatmaktadır. Küresel ve ulusal enerji kaynakları azaldıkça, enerji depolama teknolojileri giderek daha önemli hale gelmektedir (İbrahim 2007, Alanne 2019).

Elektriği depolamanın çeşitli yöntemleri vardır. Şarj edilebilir piller ve akümülatörler, taşınabilir cihazlardan ev enerji depolama sistemlerine kadar yaygın olarak kullanılır ve kimyasal enerjiyi depolama amacıyla elektrik enerjisine dönüştürmektedir (Rosen 2004). Süperkapasitörler, hızlı şarj ve deşarj olma yetenekleriyle bilinmektedir. Bu özellikleri, onları yüksek güçlü uygulamalar için ideal hale getirmektedir. Güneş panellerinde kullanılan yarı iletken depolama, güneş ışığını elektrik enerjisine dönüştürmektedir (Pech 2010). Son olarak, süper iletken depolama, ileri bir teknoloji yöntemi olarak manyetik alanları kullanarak elektrik enerjisinin depolanmasını içermektedir.

Dünya genelinde yenilenemeyen fosil enerji kaynaklarının tükenmesi ciddi çevre sorunlarına yol açmaktadır. Bu yüzden enerji depolama teknolojilerinin gelişmesiyle birlikte yenilenebilir enerji kaynaklarının çeşitliliği ve erişilebilirliği daha da önem kazanmaktadır (Kang Miao Tan. a 2021). Bununla birlikte, güneş ve rüzgar gibi yenilenebilir enerji kaynaklarının genellikle hava ve zaman koşullarına bağlı olmaları nedeniyle kullanılabilirlikleri tutarsız olabilmekte olup aynı zamanda şebekeye entegre edilmeleri benzersiz zorluklar sunmaktadır (Nikolakakis 2015). Yenilenebilir enerji depolama, maliyet verimliliği ve çevrenin korunması açısından hayati öneme sahiptir.

Bu kaynaklar büyük enerji potansiyeli sağlasa da hava koşullarına bağımlılıkları enerji üretiminde dalgalanmalara yol açabilmektedir. Enerji depolama teknolojileri, yenilenebilir enerji kaynaklarındaki dalgalanmaları dengeleyerek sürekli enerji sağlamayı amaçlamaktadır. Nihayetinde, çevresel etkiyi en aza indirirken bu artan talepleri karşılamak için güvenilir ve sürdürülebilir enerji kaynaklarının sağlanması çok önemli hale gelmektedir. (Tarascon 2001, Emeksiz ve Kara 2022).

Applied Energy'de (Luo 2018) yayınlanan bir çalışmada, kapasitör teknolojisindeki gelişmelerin odaklandığı temel alan işaret edilmekte ve özellikle süperkapasitörlerin pillere kıyasla olağanüstü güç yoğunluğuna sahip olmalarıyla, hızlı güç değişimlerini gerektiren senaryolar için ideal bir seçenek olduğu gösterilmektedir. Lityum-iyon piller ise yüksek enerji yoğunluğuna sahip depolama çözümleri sunarak uzun süreli enerji depolama için idealdir (J. Y. Wang 2020). Ancak güç yoğunluğu sınırlamaları, hızlı güç dağıtım uygulamaları için uygun olmalarını engellemektedir. Sonuç olarak, her enerji depolama tekniği, farklı uygulamalara ve ihtiyaçlara göre uyarlanmakta olup; seçim genellikle depolama süresi, maliyet ve uygulama alanına göre yapılmaktadır (Koblischka-Veneva 2019).

Bu tez,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  ve GNP nanokompozitleri gibi yeni malzemelerin süperkapasitörlerde kullanım potansiyelini incelemektedir. Süperkapasitörler, enerji depolama teknolojilerinin sürekli geliştirilmesine ve yenilenebilir enerji kaynaklarının daha etkin bir şekilde kullanılmasına katkıda bulunan önemli bir araştırma alanıdır.

Tezde öncelikle enerji depolama sistemlerine ilişkin ayırt edici bilgiler verilmiş ve süperkapasitörlerin çalışma prensipleri detaylı bir şekilde ele alınmıştır. Ardından, süperkapasitör elektrotlarında kullanılan malzemeler tanıtılmış ve bu bilgiler ışığında  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  ve GNP nanokompozitinin sentezi ve elektrokimyasal performans değerlendirmesi deneysel bir çalışma ile sunulmuştur.

Deneysel bölümde, nanokompozitin sentez yöntemi ve kullanılan ölçüm teknikleri ayrıntılı olarak açıklanmıştır. Elde edilen bulgular grafikler ve çizelgeler ile sunulmuş ve literatürdeki diğer çalışmalarla karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  ve GNP nanokompozitinin yüksek kapasitans, enerji ve güç yoğunluğu değerleri ile süperkapasitör elektrotları için umut verici bir malzeme olduğu vurgulanmıştır.

### **1.1.1. Kapasitörler**

Kapasitör, ince bir yalıtım malzemesi ile ayrılan iki iletken plakadan veya elektrottan oluşmaktadır. Enerji, bu plakalar arasında oluşan elektrik alanları tarafından depolanmaktadır. Kapasitör şarj edildiğinde, plakaları arasında oluşturulan elektrik alanında elektrostatik enerji depolanmakta olup; kapasitör boşaldığında, depolanan yük devre yoluyla serbest bırakılmaktadır. Bu, kapasitörlerin yüksek güç yoğunluklarına sahip olmasını sağlayıp; bu da onların büyük miktarlarda enerjiyi hızlı bir şekilde absorbe etme ve serbest bırakma yeteneğine sahip oldukları anlamına gelmektedir. Şekil 1.1'de gösterildiği gibi, plakalar üzerindeki pozitif ve negatif yükler dielektrik bir bariyer ile ayrılmaktadır (KASAP 2018).

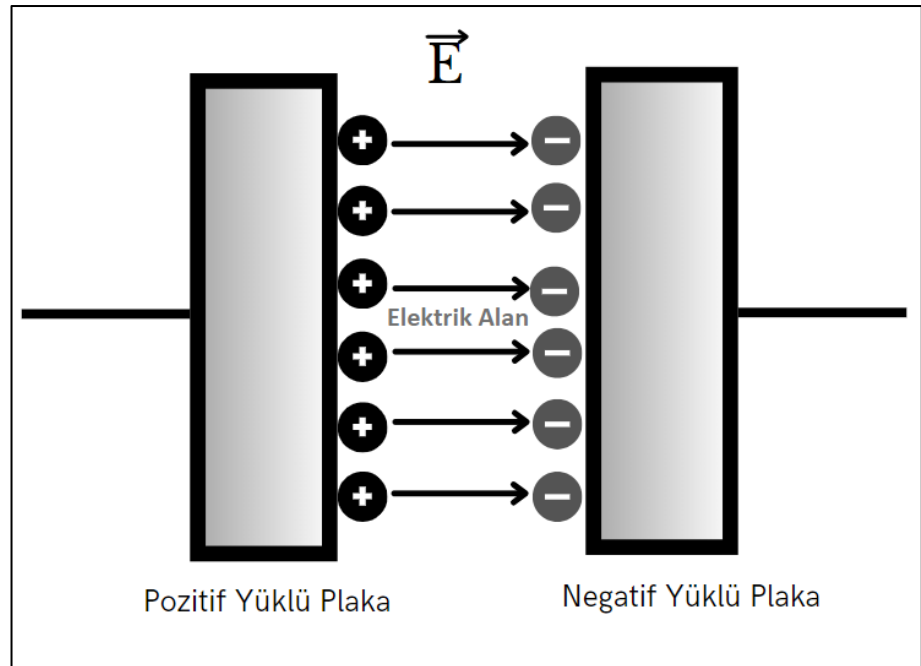
Bu özellik, kısa süreli enerji akışı gerektiren uygulamalar için idealdir. Örneğin, elektronik devrelerde filtreleme ve gürültü bastırma, flaşlar ve yedek güç kaynakları gibi alanlarda sıklıkla kullanılmaktadır (Zhao 2021, Meng 2017, Gabe 1998)

Yenilikçi malzemeler ve yapılar aracılığıyla yapılan ilerlemeler, kapasitör performansını nano ölçekte malzemelerin manipülasyonu ile artırabilmektedir. Örneğin, bu malzemelerin kapasitörün enerji yoğunluğu ve güç yoğunluğu açısından performansını nasıl iyileştirebileceği (Chenguo Hu 2015), tarafından örneklenmiştir. Bu çalışmalar, kapasitör teknolojisinin iç yapıları ve çalışma mekanizmaları hakkında

derinlemesine bir anlayış sunarak, yüksek enerji yoğunluklu kapasitörler için devam eden arayışı vurgulamaktadır (J.-P. (Jean-Pierre) Burger 2004).

Pillerin aksine, kapasitörler birim başına daha az enerji depolama kapasitesine sahiptir. Bu nedenle, daha uzun süreli ve yüksek enerji yoğunluğu gerektiren durumlarda piller tercih edilirken, hızlı şarj-deşarj döngüsü ve yüksek güç yoğunluğu kritik faktörler olduğunda kapasitörler ön plana çıkmaktadır (J. Y. Wang 2020, P. & Simon 2008, J. R. Simon 2008)

Görünüşte basit yapıları olmasına rağmen, kapasitörler bilimsel literatürde derinlemesine araştırılan karmaşıklıklar barındırmaktadır. Örneğin, dergi makaleleri, bir kapasitörün enerji depolama kapasitesinin (kapasitans) belirlenmesinde dielektrik malzemenin (yalıtım katmanı) oynadığı önemli rolü incelemektedir. Bu makaleler, geçirgenlik (elektrik alanını depolama yeteneği) ve arıza voltajı (dayanılabılır maksimum voltaj) gibi özelliklere odaklanarak polimerler, seramikler ve ince filmler gibi çeşitli dielektrikleri analiz etmektedir. Bu özellikler kapasitör performansını doğrudan etkilediğinden, araştırmalar bu sınırları zorlamayı hedeflemektedir (Jonscher 1995).



Şekil 1.1. Kapasitörlerin iç yapısı.

### 1.1.2. Lityum İyon Piller

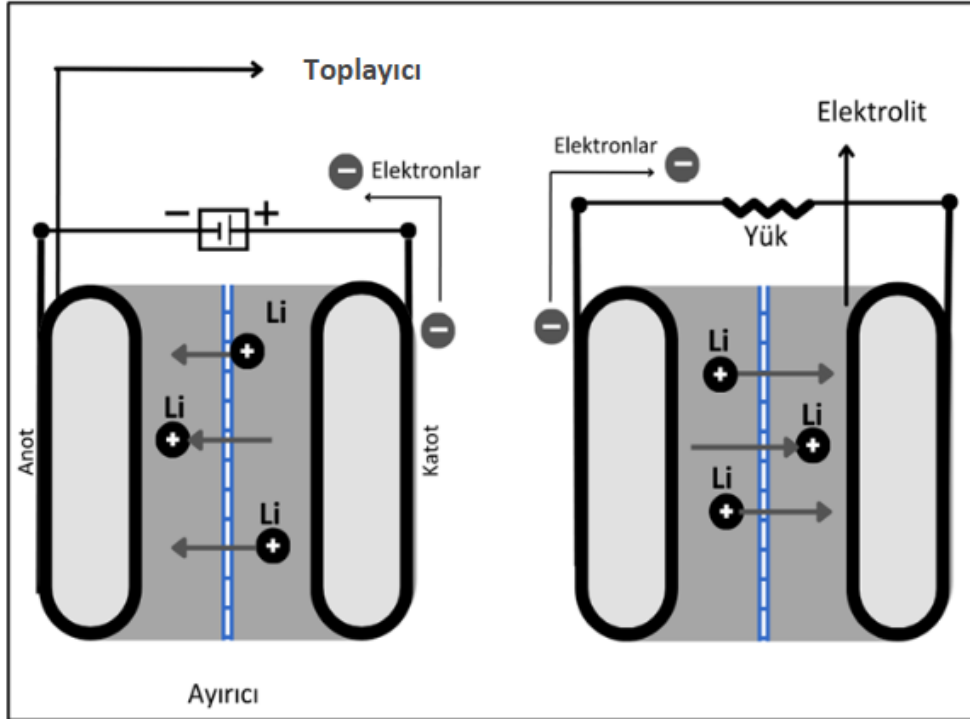
Lityum-iyon piller (LIB'ler), elektrokimyasal depolama yöntemiyle elektrik enerjisini depolayan ve serbest bırakan bir pildir (Goodenough 2009). Deşarj sırasında enerjiyi serbest bırakırken, şarj sırasında kimyasal olarak depolamaktadır. Kütle veya hacim başına zaman birimi başına gönderilebilen veya alınabilen enerji miktarı güç yoğunluğu olarak bilinmektedir. Katot pozitif, anot ise negatif elektrot olarak işlev görmektedir. Lityum-iyon piller yüksek enerji yoğunluğu, hafiflik ve uzun ömür gibi avantajlar sunar ve cep telefonları, dizüstü bilgisayarlar, elektrikli araçlar gibi birçok cihazda kullanılmaktadır (Whittingham 2004, L. e. al 2017, Manthiram 2004). Ancak, enerji yoğunluğundaki sınırlamalar ve sık şarj-deşarj döngüleri gerektiren uygulamalarda zorlanmaktadır (Y. Chen 2021) LIB'ler, enerji yoğunluğu ve taşınabilirliğin dikkate değer bir karışımını sunarak taşınabilir elektronik cihazlarda devrim yaratmıştır. Şarj edilebilir lityum iyon piller, elektrot, katot ve elektrolit olmak üzere üç ana bölümden oluşmaktadır (P.U. Nzereogu a 2022).

Bir LIB'de, şarj ve deşarj döngüleri sırasında lityum iyonları anot ve katot arasında gidip gelmektedir (Şekil 1.2 de görülmektedir). Katot, genellikle lityum metal oksit veya fosfat bileşiğinden oluşmakta ve  $Li^+$  iyonlarının kristal yapısına girmesi için bir çerçeve sağlamaktadır. Anot ise genellikle grafit veya diğer karbon bazlı malzemelerden oluşur ve  $Li^+$  iyonlarının biriktirilmesi için alanlar sunmaktadır (H. Li 2009).

Elektrokimyasal enerji depolama cihazları enerji yoğunluğu (Wh/kg) ve güç yoğunluğu (W/kg) ile karakterize edilir. Güç yoğunluğu ile enerji yoğunluğu arasındaki bu temel denge, enerji depolama teknolojisinde bir darboğaz yaratmaktadır (Raghavan Srinivasan 2008). Bu zorluğun üstesinden gelmek için, LIB'lerin yüksek enerji yoğunluğu ile süperkapasitörlerin olağanüstü güç yoğunluğu arasındaki boşluğu doldurabilecek yeni malzemeler geliştirmek amacıyla araştırmalar devam etmektedir (Tarascon 2001). Sonuç olarak, her iki teknolojinin de kendine göre avantajları ve dezavantajları vardır. Kullanım alanı enerji depolama süresi ve ihtiyacına göre belirlenmektedir (Winter 2019).

Süperkapasitörler, olağanüstü güç yoğunlukları ve döngü kararlılıkları nedeniyle ilgi çekici bir alternatif sunmaktadır. Anlık güç dalgalarını hızlı bir şekilde iletebilir ve LIB'lere kıyasla daha uzun kullanım ömrüne sahiptirler (F. Wang 2020, M. Winter 2019). Ancak, süperkapasitörlerin enerji yoğunluğu düşük olduğundan, uzun süreli enerji depolama gerektiren uygulamalarda sınırlı kalmaktadırlar (Xiaoyan Lu 2019). (F. Wang 2020, Y. Chen 2021).

Elektrikli araçların fren enerjisi geri kazanımı ve hızlı şarj/deşarj gerektiren endüstriyel ekipmanlar gibi uygulamalarda süper kapasitörler tercih edilirken, lityum iyon piller cep telefonları, dizüstü bilgisayarlar ve elektrikli otomobiller gibi ürünlerde kullanılmaktadır. Yeni malzemeler yaratmak ve mevcut teknolojiyi ilerletmek, enerji depolama teknolojilerinde devam eden gelişimin ana hedefleridir. Bu araştırmalar, enerji depolama cihazlarının verimliliğini artırmayı ve kullanım alanlarını genişletmeyi amaçlamaktadır (M. F. Ahsan 2022).



Şekil 1.2. Lityum iyon pillerin iç yapısı.



## BÖLÜM 2

### SÜPERKAPASİTÖRLER

#### 2.1. SÜPERKAPASİTÖRLERİN GENEL ÖZELLİKLERİ

Elektrokimyasal kapasitörler veya ultrakapasitörler olarak da adlandırılan süperkapasitörler (Y. e. al. 2021). Geleneksel kapasitörler ve piller arasında yer alan ve elektrokimyasal bir enerji kaynağı sağlayan yeni nesil enerji depolama cihazlarını temsil etmektedir. Yeşil enerji depolamanın bir biçimi olarak süperkapasitörler (SC'ler), yalnızca geleneksel kapasitörlere kıyasla çok daha yüksek enerji yoğunluğu sunmakla kalmaz, aynı zamanda pillerden daha yüksek güç yoğunluğu da sunmaktadır (P. & Simon 2008).

Düşük maliyetli ancak yüksek güç yoğunluğuna ve enerji yoğunluğuna sahip olan SC'ler için gelişmiş elektrot malzemelerinin aranması, araştırmacılar tarafından büyük ilgi görmüştür (Xinga 2021). SC'ler, hızlı şarj/deşarj oranları, önemli güç/enerji yoğunluğu ve uzun çevrim ömürleri nedeniyle geleneksel elektrostatik kapasitörler ile şarj edilebilir piller arasındaki boşluğun doldurulmasında potansiyel enerji depolama cihazları olarak ortaya çıkmaktadır (H. e. al. 2018).

Geçmişte, SC'ler nispeten düşük voltaj ve yüksek iç dirençten muzdaripti. Önümüzde SC performansında önemli iyileştirmeler yapılmıştır, ancak daha da geliştirilebilecek yönler mevcuttur. SC'ler üzerine yapılan araştırmaların çoğu, genellikle pillerden daha düşük olan enerji yoğunluklarının iyileştirilmesine odaklanmaktadır. SC'lerin enerji yoğunluğu, hücre voltajının karesiyle orantılıdır. Dolayısıyla SC'lerin uyum sağlayabileceği voltaj penceresinin genişletilmesi çabaları ilgi çekicidir (M. e. al 2018).

## 2.2. SÜPERKAPASİTÖR BİLEŞENLERİ

Aktif karbon gibi karbon bazlı malzemeler, geniş yüzey alanları ve mükemmel elektrik iletkenlikleri nedeniyle süperkapasitörlerde tercih edilen elektrot malzemeleridir (J. Y. Wang 2020, Yifan Wang 2020). Süperkapasitörler, çeşitli elektrolitler kullanarak her birinin avantaj ve dezavantajlarına sahip olabilmektedir. Örneğin, karbon bazlı malzemeler geniş yüzey alanlarına sahip olduğundan, enerji depolama kapasiteleri yüksek olmaktadır (F. Wang 2020).

Süperkapasitörler, yüksek enerji depolama kapasiteleri ile kapasitörlerden farklıdır (Conway 1999). Tasarımı, iki elektrotun birbirine paralel yerleştirilmesi ve aralarına elektrolit eklenmesiyle oluşmaktadır. Elektrolitin yüzey alanı, süperkapasitörlerin yüksek depolama kapasitelerine olanak tanımaktadır. Örneğin, grafit gibi malzemeler büyük yüzey alanlarına sahiptir ve bu nedenle çok fazla enerji depolayabilmektedir. Elektrotlar genellikle yüksek yüzey alanına ve iyi iletkenlik özelliklerine sahip malzemelerden yapılmış olması arzu edilmektedir (J. R. Simon 2008).

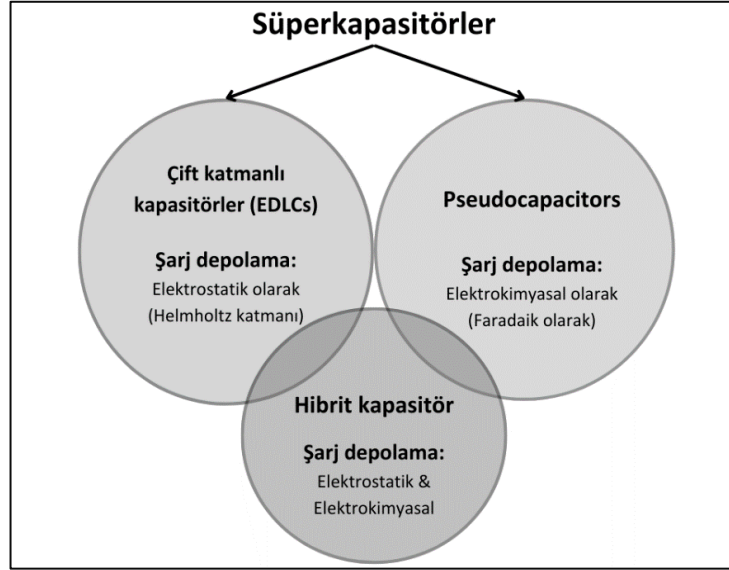
Anotlar, süperkapasitörlerde pozitif (+) elektrot olarak işlev görür ve genellikle nano yapıda olabilmektedir. Şarj sırasında anoda elektronlar toplanarak depolanırken deşarj sırasında serbest bırakılmaktadır. Katotlar ise negatif (-) elektrot olarak işlev görmekte olup, depolanan enerjinin serbest bırakılması sırasında elektronlar sağlamaktadır (Conway 1999).

Elektrotlar arasındaki yüksek yüzey alanı, enerji depolama kapasitesini artırmaktadır (G. Z. Wang 2012). Elektrotlar arasındaki boşluk elektrolit ile doldurulmaktadır. Elektrolit, iyonların hareketini kolaylaştırarak enerjinin depolanmasını ve serbest bırakılmasını sağlamaktadır. Bu yapılar, süperkapasitörlerin hızlı enerji depolama ve serbest bırakma gereksinimlerini karşılamaktadır (Béguin 2009).

### 2.2.1. Süperkapasitör Çeşitleri

Süperkapasitörler, geleneksel kapasitörler ile piller arasındaki boşluğu doldurarak yüksek güç yoğunluğu ve uzun döngü ömrü sunmaktadır.

Üç ana çeşit süperkapasitör bulunmaktadır, Elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörler (EDLC'ler), psödokapasitörler ve hibrit süperkapasitörlerdir (şekil 2.1'de süperkapasitörün çeşitleri gösterilmiştir) (P. & Simon 2008).



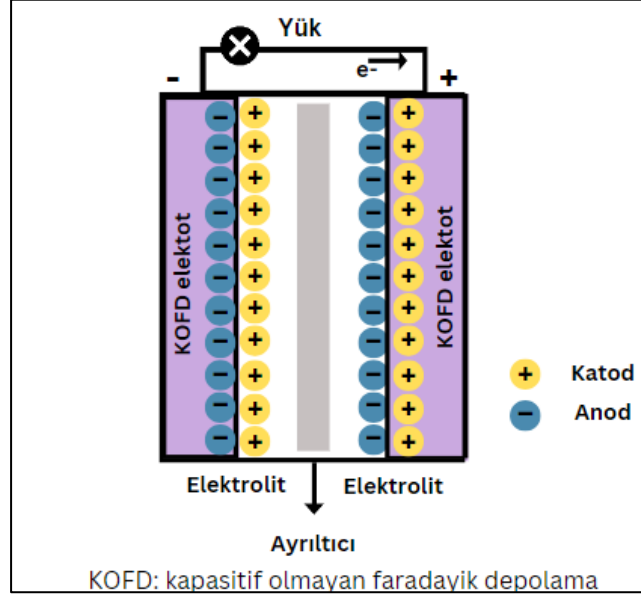
Şekil 2.1. Süperkapasitörün çeşitleri.

### 2.2.1.1. Elektrokimyasal Çift Katmanlı Kapasitörler (EDLC'ler)

EDLC'ler, enerji depolamak için tamamen fiziksel bir olguya dayanmaktadır (Faulkner 2001). Şarj sırasında uygulanan voltaj, iyonların elektrolitten yüksek yüzey alanlı elektrotlara (tipik olarak aktif karbon) birikmesini sağlamaktadır (Z. & Sun 2020). Bu iyonlar, elektrot-elektrolit arayüzünde zıt yüklü iyonlardan oluşan yoğun bir katman olan elektriksel bir çift katman oluşturmaktadır (şekil 2.2'de yapısı gösterilmiştir). Yüklerin bu şekilde ayrılması, enerjiyi elektrostatik olarak depolayan bir elektrik alanı yaratmaktadır. Yüksek güç yoğunluğu, EDLC'lerin çift katmanın hızlı oluşumu ve dağılması nedeniyle kısa süreli güç patlamaları sağlamada mükemmeldir.

Bu, süperkapasitörleri elektrikli araçlardaki rejeneratif fren sistemleri gibi yüksek güç çıkışı gerektiren uygulamalar için ideal kılmaktadır (P. B. Salunkhe 2016). Uzun döngü ömrü, EDLC işleminin fiziksel doğası, minimum bozulmayla milyonlarca şarj-deşarj döngüsüne izin vermektedir (Z. & Sun 2020).

Bu olağanüstü dayanıklılık anlamına gelmektedir. Ancak, EDLC'ler birim hacim başına daha az enerji depolamaktadırlar da uzun süreli enerji depolama gerektiren senaryolarda kullanımlarını sınırlamaktadır (P. B. Salunkhe 2016).



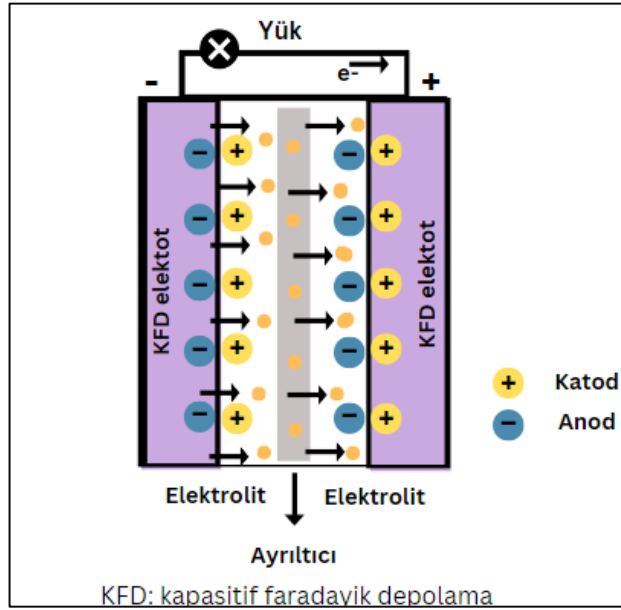
Şekil 2.2. Elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörler (EDLC'nin) yapısı.

### 2.2.1.2. Psödokapasitörler

Psödokapasitörler, enerji depolamak için fiziksel ve kimyasal süreçlerin bir kombinasyonundan yararlanmaktadır. Pillere benzer şekilde, psödokapasitörler elektrot yüzeylerindeki faradaik reaksiyonları kullanmaktadır. Şarj sırasında, elektrolitten gelen iyonlar elektrot malzemeleriyle (çoğunlukla metal oksitler veya iletken polimerler) etkileşime girmektedir (Z. & Sun 2020). Bu reaksiyonlar, enerjiyi kimyasal olarak depolayan elektrot malzemesinin oksidasyon durumunda bir değişikliği içermektedir. Boşaltma, depolanan enerjiyi serbest bırakarak bu süreci tersine çevirmektedir (Conway 1999). (Şekil 2.3'te psödokapasitörün yapısı gösterilmiştir).

Psödokapasitörler, EDLC'lere kıyasla güç ve enerji arasında daha iyi bir denge sunmaktadır. Faradaik reaksiyonlar birim hacim başına daha yüksek enerji yoğunluğuna katkıda bulunmaktadır.

Bu özellik, psödokapasitörleri elektronik cihazlar için yedek güç kaynakları gibi daha uzun çalışma süresi gerektiren uygulamalar için uygun hale getirmektedir. Ancak, psödokapasitörler, pillerden daha hızlı olmasına rağmen, daha yavaş kimyasal reaksiyonların dahil olması nedeniyle EDLC'lere kıyasla daha düşük tepe gücü sağlamaktadır (Z. & Sun 2020). Ayrıca, psödokapasitörlerde meydana gelen kimyasal değişiklikler genellikle EDLC'lere kıyasla daha kısa çevrim ömrüne neden olmaktadır (P. e. Salunkhe 2016).

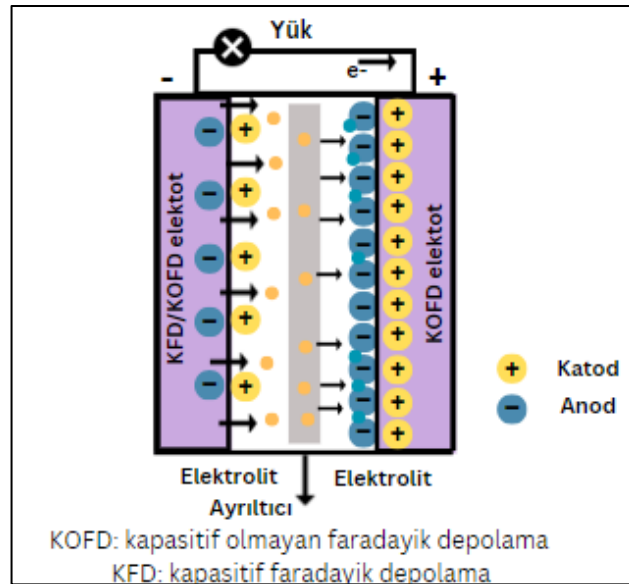


Şekil 2.3. Psödokapasitörler yapısı.

### 2.2.1.3. Hibrit Süperkapasitörler

Hibrit süperkapasitörler, enerji depolama cihazları olarak EDLC'ler ve PC'lerin avantajlarını birleştirmektedir. Bu cihazlar hem elektrostatik hem de faradaik enerji depolama mekanizmalarını kullanarak daha yüksek enerji ve güç yoğunluğu sağlamaktadır. (G. Z. Wang 2012). Temel olarak, hibrit süperkapasitörler bir süperkapasitör elektrodu ile bir pil veya yarı iletken malzeme arasında bir yapıya sahiptir. Süperkapasitör elektrodu genellikle geniş yüzey alanına sahip malzemelerden oluşur ve hızlı şarj/deşarj edilebilme yeteneği ile uzun kullanım ömrü sunmaktadır.

Diğer yandan, pil veya yarı iletken malzeme (psödokapasitör veya faradaik elektrot olarak da bilinmektedir), kimyasal redoks reaksiyonlar aracılığıyla daha yüksek enerji yoğunluğuna sahip olarak enerji depolar ve serbest bırakır. (Şekil 2.4'te hibrit süperkapasitörün yapısı gösterilmiştir). Bu kombinasyon, özellikle elektrikli araçlar gibi uygulamalarda ideal olmalarını sağlar; yüksek güç gerektiren durumlarda hızlı enerji depolayıp serbest bırakabilirken, daha uzun menzil gerektiren durumlarda yüksek enerji yoğunluğu devreye girmektedir (J. R. Simon 2008). Hibrit süperkapasitörlerin tasarımında kullanılan elektrot malzemeleri genellikle grafen, karbon nanotüpler ve metal oksitler gibi yüksek performanslı malzemelerdir. Bu malzemelerin seçimi, süperkapasitörün voltaj penceresini, elektrokimyasal performansını ve uzun ömürlülüğünü doğrudan etkiler. Elektrotlar arasındaki elektrolit seçimi de enerji depolama ve iletim verimliliğini önemli ölçüde belirleyen bir faktördür (P. & Simon 2008). Sonuç olarak, hibrit süperkapasitörler, enerji depolama teknolojilerindeki gelişmeler sayesinde farklı uygulamalar için esnek ve verimli çözümler sunarlar. Elektrikli araçlar, yenilenebilir enerji sistemleri ve taşınabilir elektronik cihazlar gibi birçok alanda potansiyel uygulamalara sahiptirler. Araştırmalar, bu teknolojilerin daha da geliştirilmesi ve ticarileştirilmesi için devam etmektedir.



Şekil 2.4. Hibrit süperkapasitörlerin yapısı.

## BÖLÜM 3

### NANOMALZEMELER

#### 3.1. NANOMALZEMELERİN TEMEL ÖZELLİKLERİ

Nanomalzemelerin benzersiz özellikleri, iki temel olgudan kaynaklanmaktadır, kuantum hapsi ve yüksek yüzey/hacim oranıdır. (Brus 1984) tarafından tanımlandığı gibi, kuantum hapsi, parçacık hareketini kısıtlayarak ve elektronik yapıları değiştirerek büyüleyici optik ve elektriksel özelliklere yol açmaktadır. Ayrıca (Lin Qiu 2020) tarafından keşfedilen yüksek yüzey alanı, diğer malzemelerle reaktiviteyi ve etkileşimi artırarak üstün malzeme özelliklerinin kilidini açmaktadır. Örneğin, (Alivisatos 1996)'de bahsedildiği gibi, kuantum sınırlamasının yeni nesil güneş pilleri için yarı iletken nanokristalleri nasıl değiştirdiğini göstermektedir. Araştırmacılar, malzeme davranışını nano ölçekte tasarlayarak enerji, elektronik ve biyotıp alanlarındaki gelişmelere kapı açmaktadır.

#### 3.2. NANOMALZEME ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Nanoteknolojinin temeli olan nanomalzemelerdir (Institute 2007). Toplu muadillerinden önemli ölçüde farklı olan benzersiz özelliklere sahip olup, çeşitli alanlarda devrim yaratmaktadır. Bu özel malzemelerin üretiminde, malzemenin başlangıç durumuna göre genel olarak üç gruba ayrılan çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Buhar fazı, sıvı fazı ve katı fazıdır (Öztürk 2024).

##### 3.2.1. Buhar Fazından Üretim Yöntemleri

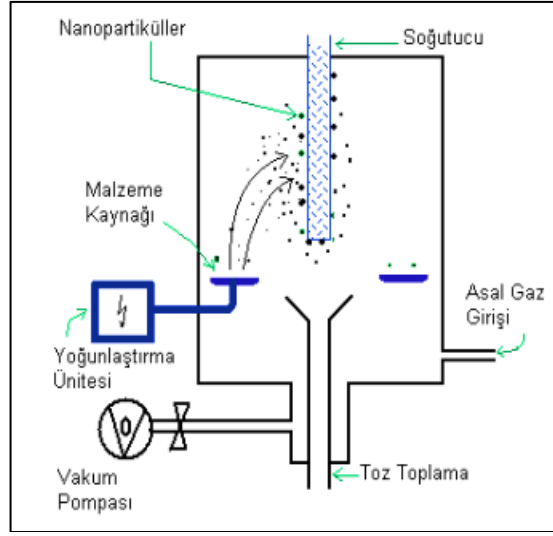
Buhar fazından üretim yöntemleri, hassas kontrol ve yüksek saflık sunarak nanomalzeme üretiminin temel taşıını oluşturmaktadır (M.S. Dresselhaus 2001).

Bu yöntemler, malzemenin yüksek sıcaklıklarda buhar fazına dönüştürülmesine, ardından ince filmler veya nanopartiküller oluşturmak için yoğunlaşmasına veya bir substrat üzerine biriktirilmesine dayanmaktadır. Asal gaz yoğunlaşması, Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) ve Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD), nanomalzeme üretiminde kullanılan önemli yöntemlerdir.

### **3.2.1.1. Asal Gaz Yoğunlaşması**

Asal gaz yoğunlaşması, nanomalzeme üretiminde yaygın olarak kullanılan bir yöntem olup, malzemenin asal gaz atmosferinde buharlaştırılarak yoğunlaşması ve nanopartiküller oluşturulması esasına dayanmaktadır. Bu teknik (şekil 3.1’de gösterildiği gibi), malzemenin yüksek enerjili bir ışın veya elektriksel ısıtma kullanılarak buharlaştırılmasını ve ardından helyum veya argon gibi kimyasal olarak inert bir asal gaz ortamında taşınmasını içermektedir. Asal gazlar, kimyasal reaksiyonları önleyerek malzemenin saflığını korumaktadır. Buhar halindeki malzeme, asal gaz ortamında yoğunlaşarak nanopartiküller oluşturmaktadır. Bu nanopartiküller, yüksek saflıkta ve homojen yapıda olup, kontrollü boyut dağılımına sahiptir. Asal gaz yoğunlaşması, özellikle metal ve metal oksit nanopartiküllerinin üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Örneğin, gümüş, altın, bakır ve silisyum gibi metaller bu yöntemle sentezlenebilmektedir. Uygulama alanları olarak, elektronik, kataliz, biyomedikal uygulamalar ve sensörler gibi çeşitli alanlarda kullanılabilecek yüksek kaliteli nanomalzemelerin üretilmesini sağlamaktadır. Asal gaz yoğunlaşması, düşük sıcaklıkta işlemler yapabilme yeteneği ve yüksek saflıkta ürünler elde edebilme avantajı sunmaktadır. Ayrıca, bu yöntemle üretilen nanopartiküller, kontrollü morfoloji ve kristal yapıya sahip olabilmektedir (Chen 2002, Kruis 1998, Wegner 2003).

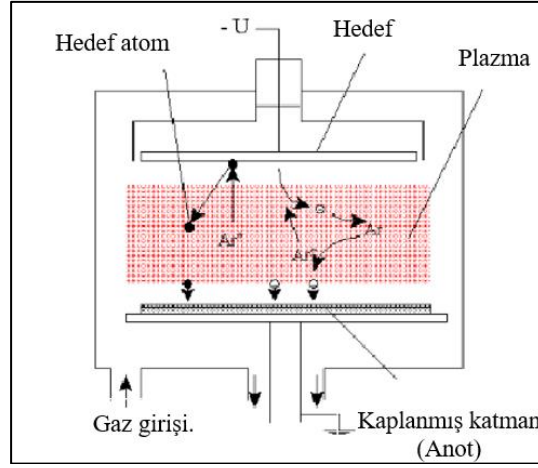




Şekil 3.1. Asal gaz yoğunlaştırma yönteminin şematik gösterimi (Kevin 1997).

### 3.2.1.2. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD)

Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD), ince film kaplamalar oluşturmak amacıyla kullanılan önemli bir yöntemdir. Bu yöntem kapsamında, yüksek vakum ortamında genellikle argon gibi inert gazlar kullanılarak plazma oluşturulmaktadır. (Şekil 3.2’de görüldüğü gibi) Sputtering (sıçratma) kaplama, PVD'nin yaygın bir uygulaması olarak bu plazma yardımıyla gerçekleştirilir. Plazmadaki pozitif yüklü argon iyonları, hedef malzemeye çarparak bu malzemedan atomların kopmasına neden olmaktadır. Kopan atomlar, vakum ortamında hareket ederek kaplama yapılacak yüzeye ulaşır ve burada yoğunlaşarak katı fazda bir kaplama tabakası meydana getirir. Sputtering yöntemi, yüksek adhezyonlu, homojen ve düzgün kaplamalar sağlar, geniş bir malzeme çeşitliliği sunar ve kaplama kalınlığını hassas bir şekilde kontrol edebilme yeteneğine sahiptir. Elektronik cihazlar, optik kaplamalar, dekoratif kaplamalar ve koruyucu kaplamalar gibi birçok alanda kullanılmaktadır. DC Sputtering, RF Sputtering ve Magnetron Sputtering gibi çeşitli türleri bulunan bu yöntem, yüksek kaliteli kaplamaların elde edilmesinde başarılı sonuçlar vermektedir (Abbaschian 2018, D. L. Smith 1995).



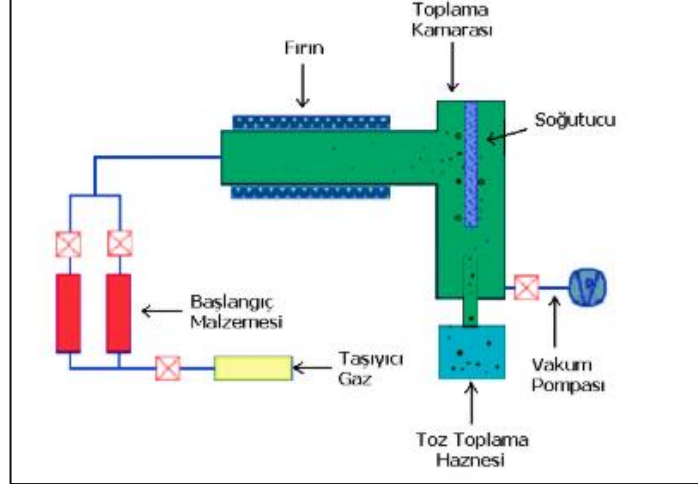
Şekil 3.2. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yönteminin şematik gösterimi (S. 2010).

### 3.2.1.3. Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD)

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) (Şekil 3.3’de görüldüğü gibi), gaz halindeki öncüllerin yüksek sıcaklıklarda bir reaksiyon odasına sokulmasıyla gerçekleştirilen bir malzeme biriktirme yöntemidir. CVD süreci, birkaç temel adımdan oluşmaktadır. İlk olarak, CVD sürecinde kullanılacak öncül gazlar, reaksiyon odasına yönlendirilmektedir. Bu gazlar genellikle metalorganik bileşikler, hidridler veya halojenürler gibi reaktif bileşiklerden oluşmaktadır.

Öncüller, yüksek sıcaklıkta reaksiyon odasına sokulduğunda, substrat yüzeyine ulaşır ve orada kimyasal reaksiyonlara girmektedir. Reaksiyon odasında, öncüller substrat yüzeyinde kimyasal reaksiyonlara girerek istenen nano filmin oluşmasına yol açmaktadır. Bu süreçte, öncül gazlar, substrat yüzeyinde ayrışmakta olup ince bir film oluşturmaktadır. Bu film, genellikle yüksek saflıkta ve homojen yapıda olmaktadır (Pierson 1999). Reaksiyon sonucu oluşan atık gazlar, reaksiyon odasından uzaklaştırıldıktan sonra genellikle inert taşıyıcı gazlar tarafından reaksiyon odasından dışarı taşınmaktadır. CVD'nin avantajları arasında, karmaşık malzemelerin bileşimi, stokiometri (element oranı) ve mikro yapısı üzerinde hassas kontrol ile biriktirilmesi bulunmaktadır. Bu yöntem, çok çeşitli malzemelerin (metaller, seramikler, yarı iletkenler vb.) ince filmlerinin ve nanoyapılarının üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır.

CVD, özellikle elektronik, optoelektronik ve enerji uygulamaları için yüksek kaliteli malzemelerin sentezinde kritik bir rol oynamaktadır (Jackson 2014).



Şekil 3.3. Kimyasal buhar biriktirme yönteminin şematik gösterimi (Kaplan 2014).

### 3.2.2. Sıvı Fazdan Üretim Yöntemleri

Sıvı faz yöntemleri, nanomalzemelerin sentezinde çok yönlülüğü, maliyet etkinliği ve ölçeklenebilirliği nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır. (Y. X. Sun 2002). Bu yöntemler genellikle sıvı bir ortamda çözülmüş metal iyonlarının veya öncüllerin manipüle edilmesini içermekte ve nanopartiküller veya nanoyapılı malzemeler oluşturmak için kullanılmaktadır (Rai 2006). Sıvı fazdan üretim yöntemleri, kontrollü boyut dağılımı, morfoloji ve yüksek saflıkta nanomalzemeler elde etme avantajı sağlamaktadır. Aşağıda, sıvı fazdan üretim yöntemlerinden bazıları ayrıntılı olarak ele alınmıştır.

#### 3.2.2.1. Elektrobirikim

Elektrobirikim, çözülmüş metal tuzu (elektrolit) içeren bir çözeltiye elektrik akımı uygulanmaktadır. Elektrolitteki metal iyonları negatif yüklü elektrot (katot) tarafından çekilmekte olup indirgenmeye uğrayarak ince bir film veya nanokristalin morfolojiye sahip bir kaplama halinde biriktirilmektedir.

Bu yöntem, film kalınlığının ve biriktirilen malzemenin desenlenmesinin hassas kontrolünü sağlamaktadır (Abbaschian, 2018). Elektrobirikim, özellikle yüksek saflıkta ve homojen yapıda kaplamaların elde edilmesinde etkili bir tekniktir. Metal kaplama işlemlerinde yaygın olarak kullanılmakta olup farklı endüstriyel uygulamalarda büyük önem taşımaktadır. Elektrobirikim ile üretilen kaplamalardan, korozyon direnci, elektriksel iletkenlik ve estetik görünüm gibi özelliklerde iyileşmeler sağlamaktadır. Ayrıca, mikroelektronik, optoelektronik ve biyomedikal cihazlar gibi yüksek hassasiyet gerektiren alanlarda da kullanılmaktadır. Elektrobirikim işlemi, kullanılan metal tuzunun tipi, elektrolit çözeltisinin konsantrasyonu, uygulanan elektrik akımının yoğunluğu ve süresi gibi parametreler üzerinde hassas kontrol sağlanarak optimize edilebilmektedir. Bu kontrol, istenen kaplama kalınlığı ve morfolojisinin elde edilmesine olanak tanımaktadır. Elektrobirikim, düşük maliyetli ve ölçeklenebilir bir yöntem olması nedeniyle geniş çapta benimsenmiş ve çeşitli malzeme bilimi ve mühendislik uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır (Abbaschian 2018).

### **3.2.2.2. Sol-Jel Yöntemi**

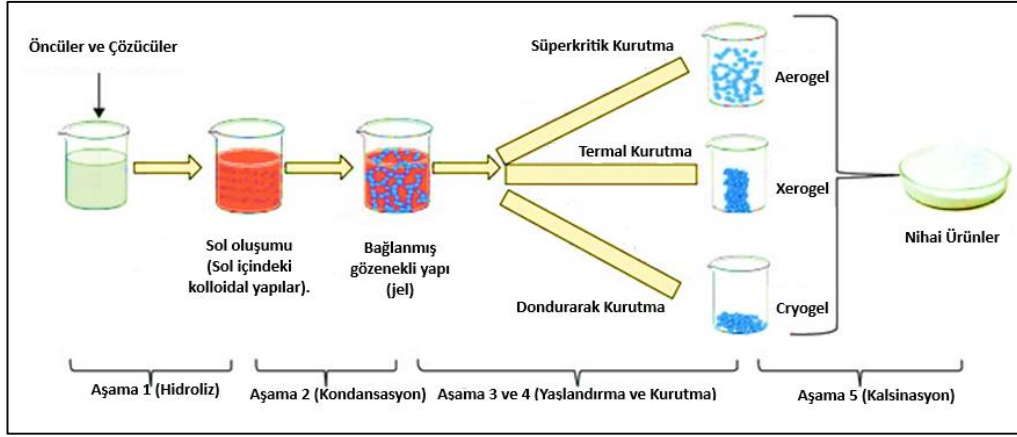
Sol-jel tekniği, metal alkoksitler veya diğer çözünür bileşikler içeren bir öncü çözeltiden koloidal bir süspansiyonun (sol) oluşumunu içeren bir ıslak kimyasal yöntemdir (Scherer 1990). Bu süspansiyon jelleştirilerek ve çözücü uzaklaştırılarak jel katı bir malzeme haline getirilmektedir. Sol-jel prosesi, öncü kimyasını, işleme koşullarını ve ardından gelen ısı işlemi manipüle ederek, yüksek saflığa ve özel özelliklere sahip nanomateryallerin kontrollü sentezine olanak tanımaktadır (L. L. Hench 1993).

Şekil 3.4'te gösterildiği gibi, öncelikle öncü, uygun bir çözücü içinde çözündürülmektedir ve hidroliz reaksiyonunu kolaylaştırmak için genellikle alkol ve su karışımından oluşan bir çözücü içinde çözündürülmesiyle başlamaktadır (L. L. Hench 1993). Sol oluşumu, hidroliz reaksiyonuyla başlayıp; öncü molekülleri su molekülleriyle reaksiyona girerek hidrolize olmaktadır. Bu süreçte, metal atomları (M) oksijen atomları (O) ile bağ kurar ve alkol grupları (örneğin,  $\text{OCH}(\text{CH}_3)_2$ ) ayrışmaktadır (Klein 2005).

Ardından gelen kondensasyon reaksiyonunda, hidroliz ürünleri birbirleriyle reaksiyona girerek M-O-M bağları oluşturmaktadır. Bu bağlar, solün yapı taşları olan koloidal parçacıkların oluşumunu sağlamaktadır (L. L. Hench 1993, Liang Li 2007). Metal alkoksitler en yaygın öncü türlerinden biridir. Örneğin, titanyum dioksit ( $TiO_2$ ) nanomateryalleri üretmek için titanyum izopropoksit [ $Ti(OCH(CH_3)_2)_4$ ] kullanılabilir (C., Brinker ve W. 1990). Silika ( $SiO_2$ ) nanomateryalleri için ise tetrametil ortosilikat (TMOS) [ $Si(OCH_3)_4$ ] tercih edilebilmektedir (Klein 2005). Sol-jel üretiminde, istenen nanomalzemenin kimyasal yapısına uygun bir öncül seçilmektedir (L. L. Hench 1993, K. L. Chopra 2003). Öncü daha sonra hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarına girerek koloidal bir süspansiyon veya sol oluşturmaktadır. Yoğunlaşma devam ettikçe, soldeki parçacıklar birbirine bağlanarak üç boyutlu bir ağ oluşturup solventi gözeneklerinde hapsederek; bu aşamaya jel oluşumu denmektedir.

Nihai bir ürün elde etmek için jel kurutulabilir. Üç temel kurutma tekniği arasında termal kurutma en yaygın olanıdır, ancak solvent buharlaştıkça jelin büzülmesine ve çatlamasına neden olabilmektedir. Bu işlem sonucunda elde edilen malzemeye xerogel denmektedir. Süperkritik kurutma, Kritik sıcaklık ve basıncın üzerinde olan bir süperkritik sıvı kullanılarak çözücü jelden uzaklaştırılmaktadır. Süperkritik kurutma, termal kurutmaya göre daha düzgün ve gözenekli bir xerogel üretmektedir. Dondurarak kurutma, Jeldeki solvent dondurularak vakum altında süblimasyonla uzaklaştırılmaktadır. Dondurarak kurutma, büyük gözenekli bir yapıya sahip olan bir cryogel üretmektedir. Jel kuruduktan sonra kalsinasyon yapılabilir. Kalsinasyon, jelden kalan çözücü veya organik bileşikleri uzaklaştırıp malzemenin kristallliğini artırma yeteneğine sahiptir, ancak uygulanıp uygulanmayacağı kişinin tercihiyle bağlıdır (Abbas 2021).

Sol-jel prosesi, farklı özelliklere sahip çok çeşitli malzemelerin üretilmesinde kullanılabilen çok yönlü bir yöntemdir. Nihai ürünün özellikleri, başlangıç öncüsünün, çözücünün, reaksiyon koşullarının ve kurutma yönteminin değiştirilmesiyle kontrol edilebilmektedir (Khan 2018).



Şekil 3.4. Sol-Jel tekniği yönteminin şematik gösterimi (Abbas 2021).

### 3.2.2.3. Hidrotermal Sentezi

Hidrotermal sentezinde, çeşitli inorganik ve organik nanomateryallerin üretiminde yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Kimyasal öncüllerin kapalı bir kaptaki yüksek sıcaklık (tipik olarak 100-300 °C) ve basınç (1-100 MPa) koşulları altında reaksiyonunu içermektedir (Zhang 2003). Bu teknik, reaksiyon kinetiğini hızlandırarak nanomalzemelerin daha hızlı üretilmesine olanak tanıyan yüksek sıcaklık ve basınç altında gerçekleştirilmektedir. Reaksiyon ortamı, bazı ortam sıcaklığı yöntemleriyle karşılaştırıldığında daha saf ve daha homojen nanomateryallerin oluşumunu desteklemektedir (Van der Voort 2004).

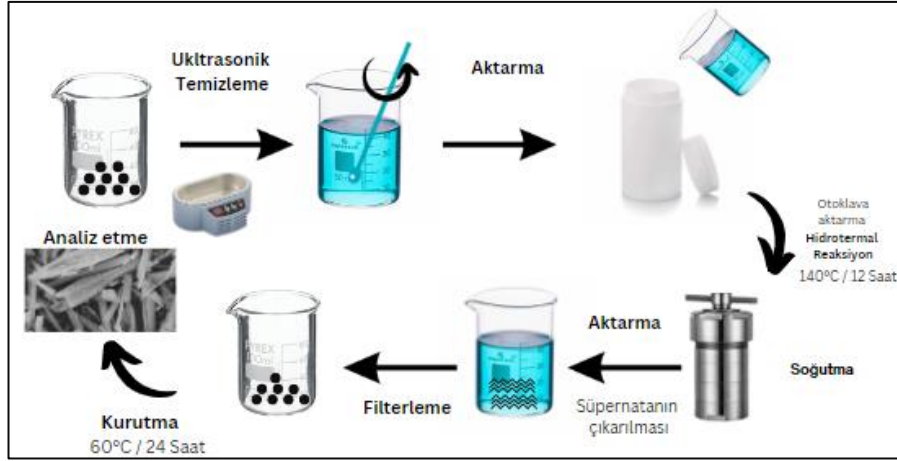
Şekil 3.5'te, hidrotermal analizi göstermektedir. Basınç ve sıcaklığı yüksek tutarak kimyasal reaksiyonların hızını ve verimliliğini artırarak, nanokristalin malzemelerin oluşumunu desteklemektedir. Çözücülerin sentez, kimyasal öncüllerin ve çözücülerin bir çözelti oluşturmak üzere bir araya getirilmesiyle başlamaktadır. Otoklav adı verilen kapalı bir kaptaki gerçekleştirilen işlem, reaksiyon ortamını kontrol altında tutup ve buharlaşma gibi istenmeyen olayları önlemektedir. Otoklavın içine yerleştirilen teflon astar içinde numuneler özenle konular, bu da reaksiyonun stabil, sağlıklı ve kontrollü bir şekilde sürdürülmesini sağlar. Su (H<sub>2</sub>O) en yaygın kullanılan çözücü olmasına rağmen, diğer organik veya inorganik çözücüler de kullanılabilir. Örneğin, silikon dioksit (SiO<sub>2</sub>) nanopartikülleri metanol veya etanol içinde çözündürerek ve hidrotermal koşullarda reaksiyona sokulabilir. Sentezlenecek nanomalzemenin

kimyasal bileşenlerini sağlayan öncüller, suda veya başka bir uygun çözücünde çözülmektedir. Hidrotermal sentez, homojen boyut dağılımına ve iyi tanımlanmış morfolojiye sahip yüksek kaliteli nanomalzemeler üretmek için kullanılabilir. Reaksiyon koşulları, sentezlenen nanomalzemelerin boyutunu ve şeklini hassas bir şekilde kontrol etmek için ayarlanabilir (Yu 2014).

Hidrotermal sentez, safsızlıkları en aza indirerek yüksek saflıkta nanomalzemeler üretmek için kullanılabilir. Ayrıca, nanomalzemelerin büyük ölçekli üretimini mümkün kılan nispeten basit ve ölçeklendirilebilir bir yöntemdir. Hidrotermal sentez, geleneksel yöntemlere kıyasla daha az zararlı kimyasal kullanılarak daha az atık üretilmektedir (K. & Byrappa tarih yok, K. & Byrappa 2007). Hidrolizin ardından, çözelti içindeki koloidal yapılar sol oluşturur ve kondansasyon aşamasına geçilmektedir. Bu aşamada, çözelti içindeki moleküller bağlanarak daha büyük yapılar oluşturmaktadır. Ardından, sol zamanla bağlanmış gözenekli bir yapı olan jeli oluşturmaktadır. Bu aşamada jelin özellikleri yaşlandırma ve kurutma işlemleri ile geliştirilmektedir. Nihai ürünler ise farklı kurutma yöntemleri ile elde edilmektedir, süperkritik kurutma ile aerogeller, termal kurutma ile xerogeller ve dondurarak kurutma ile cryogeller şeklinde olabilmektedir.

Her aşama, hidrotermal sentezin başarısı için kritik öneme sahiptir ve reaksiyon koşulları, elde edilen nanomateryallerin özelliklerini doğrudan etkilemektedir. Bu süreç, yüksek sıcaklık ve basınç koşulları altında gerçekleştirilmektedir, böylece nanomateryallerin daha hızlı ve homojen bir şekilde üretilmesi sağlanmaktadır (Scherer 1990, L. L. Hench 1993). Sıcaklık, basınç ve öncül konsantrasyonu gibi reaksiyon parametreleri, sentezlenen nanomateryallerin kristal yapısını ve morfolojisini kontrol edecek şekilde ayarlanabilir.

Hidrotermal sentezinde büyük ölçekli üretim için ölçeklendirilebilirlik, nanomalzemelerin ticari uygulamalarda yaygın olarak kullanılmasını mümkün kılmaktadır. Bu, elektronik, kataliz, enerji depolama ve biyomedikal gibi çeşitli sektörlerde önemli etkilere yol açmaktadır (K. & Byrappa 2008, Lu 2017).



Şekil 3.5. Hidrotermal sentezi tekniği yönteminin şematik gösterimi.

### 3.2.3. Katı Fazdan Üretim Yöntemleri

Katı faz üretim yöntemlerinde, katı malzemelerin çeşitli mekanik ve termal işlemlerle istenilen formlara veya yapıya dönüştürülebilmektedir (German 2005). Bu yöntemler, malzeme özelliklerini kontrol etme ve performansı artırma yetenekleri nedeniyle, süperkapasitör elektrotları ve nanokompozitler gibi gelişmiş malzemelerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır (Mani 2020).

Mekanik aşındırma, katı bir yüzeyden malzemenin mekanik etki yoluyla ayrıldığı fiziksel bir süreçtir (Williams 1994). Bu yöntem, yüzey hazırlığı, malzeme boyutunun küçültülmesi ve ince tozlar veya parçacıklar oluşturmak için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bilyalı frezleme, aşındırıcı taşlama, kriyojenik öğütme, mekanik parlatma ve kimyasal-mekanik parlatma (CMP) gibi mekanik aşındırma yöntemlerinin çeşitli teknikleri bulunmaktadır (Suryanarayana 2001, Liu 2011).

Bilyalı frezeleme, öğütülen malzemenin çelik veya seramik bilyalar gibi bir öğütme ortamı içeren dönen bir silindire yerleştirilmesini içermektedir.

Toplar döndüğünde malzemeyi daha ince parçacıklara bölmektedir. Verimliliği ve tekdüze parçacık boyutları oluşturma yeteneği nedeniyle bu teknik, nano tozlar ve ince parçacıkların üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır.



(3.6. Şeklinde gösterildiği gibi), öğütme kavanozlarının kendi eksenleri üzerinde dönerken aynı anda merkezi bir eksen etrafında döndüğü bilyalı frezeleme türü, planet frezeleme olarak bilinmektedir. Bu, daha yüksek enerji etkisine neden olduğundan, ultra ince tozlar ve karmaşık malzeme karışımları yapmak için uygundur (Suryanarayana 2001).

Aşındırıcı taşlama, malzemeleri bir yüzeyi aşındırmak, şekillendirmek veya cilalamak için aşındırıcı tekerlekler kullanarak sıklıkla kullanılan bir işlemdir. Taşlama, ince yüzey kalitesi ve yüksek hassasiyete sahip olduğu için daha ileri analiz veya uygulama için numune hazırlamak için mükemmel bir yöntemdir (Malkin 2008).

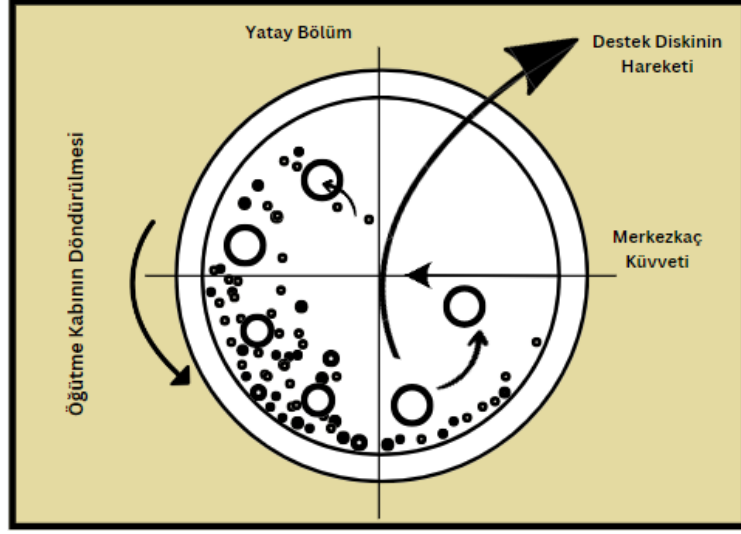
Kriyojenik öğütme, malzemenin öğütülmeden önce sıvı nitrojenle soğutulmasını içeren bir tekniktir. Bu yöntem, özellikle kauçuk veya polimer gibi oda sıcaklığında öğütülmesi zor olan malzemeler için son derece faydalıdır. Sıvı nitrojenin düşük sıcaklığı malzemeyi kırılgan hale getirmekte olup, bu da malzemenin daha kolay bir şekilde toz haline getirilmesini sağlamaktadır. (Gao 2007).

Mekanik parlatma, bir yüzeyi cilalamak ve pürüzsüzleştirmek için giderek daha ince aşındırıcı parçacıklar kullanılmaktadır. Numuneleri mikroskobik analiz için hazırlamak veya seramikler ve metaller üzerinde yansıtıcı bir yüzey elde etmek için bu yöntem genellikle kullanılmaktadır (Shaw 1996).

Kimyasal-mekanik parlatma, pürüzsüz bir yüzey elde etmek için kimyasal ve mekanik eylemleri birleştirmektedir. Yarı iletken sektöründe CMP, silikon plakaların ve diğer elektronik parçaların düzlemselleştirilmesi için yaygın bir tekniktir (Daryabor 2018).

Mekanik aşındırmanın genel olarak önemi, kompozit malzemeler gibi ileri işlemler için malzemelerin hazırlanmasında kritik bir rol oynamaktadır. Bu yöntem, doğru karışım ve geliştirilmiş özellikler için malzemeleri ince toz haline getirme gerekliliği taşır. Mekanik aşındırma yoluyla elde edilen parçacık boyutu ve yüzey özellikleri, nihai malzemenin performansını büyük ölçüde etkileyebilmektedir.

Dolayısıyla, bu yöntemler malzeme işleme süreçlerinde ve özelliklerin iyileştirilmesinde kritik bir rol oynamaktadır.



Şekil 3.6. Top değirmeni içinde top hareketlerinin şematik gösterimi.

## BÖLÜM 4

### LİTERATÜR ÖZETİ

#### 4.1. FERRİT BAZLI ELEKTROTLAR

Süperkapasitör elektrot malzemeleri alanında, uygun anotların seçimi, genel cihaz performansının belirlenmesinde çok önemli bir rol oynamaktadır (P. Simon 2015). Bakır ferrit ( $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  veya CFO) gibi spinal ferritler, avantajları nedeniyle anot malzemeleri olarak büyük ilgi görmüştür. Maliyet etkinliği,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  kolaylıkla temin edilebilmekte ve ekonomik yöntemler kullanılarak sentezlenebilmektedir (Y. Wang 2011). Çevre dostu olması,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  toksik olmayan elementlerden oluştuğu için çevreye zarar vermeyen bir seçimdir (S. K. Meena 2014). Yüksek teorik kapasiteye sahip  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , yüksek enerji depolama kapasitesi potansiyeline işaret eden umut verici bir teorik spesifik kapasitansa sahiptir (W. Lv 2011).

Ancak  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ün süperkapasitörlerde pratik uygulamasını engelleyen sınırlamaları vardır. Düşük elektrik iletkenliği,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ün doğası gereği düşük elektrik iletkenliği, elektrot içinde verimli elektron taşınmasını engelleyerek şarj/deşarj performansını engellemektedir (Y. Zhu 2013). Sınırlı yüzey alanı olması, Bir malzemenin spesifik kapasitesi doğrudan yüzey alanıyla ilişkilidir.  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ün düşük yüzey alanı, elektrolit iyon etkileşimi için mevcut alanların sayısını kısıtlayarak enerji depolama kapasitesini sınırlandırmaktadır (Y.P. Pang 2020). Bu sınırlamaları gidermek ve  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  bazlı anotların elektrokimyasal performansını geliştirmek için araştırmacılar çeşitli stratejiler araştırmışlardır.

Literatürdeki çalışmalara bakıldığında, Ham ve arkadaşları, püskürterek pirolize edilmiş  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  filmlerinin elektrokimyasal performansını inceleyerek önemli bulgular elde etmişlerdir. Çalışmada  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  kaplamalarının sprey pirolizi ile hazırlandığı belirtilmiştir.

Araştırmacılar, filmlerin düşük gözenekliliğinin, aktif bölgelerin spesifik kapasitansı (Cs) ve redoks reaksiyonları üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu gözlemlemişlerdir. Elde edilen sonuçlar, ortalama 15 nm çapında küresel taneciklerden oluşan yoğun bir yapı sergilemiştir ve 0,3  $\mu\text{m}/\text{cm}^2$  akım yoğunluğunda 5,7 F/g gibi düşük bir spesifik kapasitans göstermiştir. Bu düşük kapasitans, kaplamaların gözenekliliğinden kaynaklanan iyon difüzyonunun azalmasından kaynaklanmaktadır, bu da etkili yük depolama için gerekli olan mevcut aktif yüzey alanını azaltmaktadır. (D. Ham 2009), çalışmasında  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  filmlerinde dış yük oluşumunun baskın bir rol oynadığını ve bu malzemelerin süperkapasitör uygulamaları için etkinliğini belirlemede gözeneklilik ve morfolojinin kritik önemini vurgulamıştır.

Zhao ve arkadaşları, manyetik özellikler açısından  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , parçacık boyutu ve kristallik gibi faktörlerden etkilenen ferrimanyetik davranış sergilemektedir. Elektrokimyasal değerlendirmeler,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  içi boş fiber elektrotların grafit ve asetilen siyahı gibi iletken katkı maddeleri ile birlikte test edilmesini içermektedir. Elektrotlar, 0,5 A/g akım yoğunluğunda 28 F/g'lik spesifik bir kapasitans sergileyerek süperkapasitör uygulamalarına yönelik potansiyellerini vurgulamıştır. Bu çalışma, uygun manyetik ve elektrokimyasal özellikler sergileyen  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  içi boş fiberlerin üretilmesinde hem elektrospindleme hem de doğrudan tavlama tekniklerinin etkinliğini vurgulayarak bunları çeşitli teknolojik kullanımlar için uygun hale getirmektedir. (Jingxin Zhao 2012).

Xuehang Wu ve arkadaşları, çubuk benzeri  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ü oda sıcaklığında bir etanol-su çözeltisi içinde birlikte çöktürme yöntemi kullanarak sentezlemişlerdir. Na-iyon piller için anot malzemesi olarak değerlendirildiğinde, 400°C'de sentezlenen  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , 100 mA  $\text{g}^{-1}$ 'de 20. döngüde 281 mAh  $\text{g}^{-1}$  deşarj kapasitesi sergileyerek ikinci deşarj kapasitesinin %70,5'ini korumuştur. Görülen performans, mezo gözeneklerin oluşumuna ve çubuk benzeri  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ün geniş spesifik yüzey alanına bağlanabilmektedir (X. Wu 2015).

Başka bir çalışmada, bakır ferrit nanoparçacık bağlı grafen nano tabakalarının ( $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ -GN) solvotermal tek adımlı üretimi için basit bir prosedür geliştirmişlerdir. Çalışmada,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  nanoparçacıklarını üretmişler ve grafen oksidi etkili bir şekilde

azaltarak ölçeklenebilirliği, çevre dostu olması ve kompozitin yapısı olarak oluşturmuşlar. Transmisyon elektron mikroskobu (TEM), X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ve X-ışını kırınımı (XRD) karakterizasyonu, kompakt, yoğun  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  nanopartiküllerinin (~100 nm çapında) grafen nano tabakaları üzerine birikmesini doğrulamışlar. Öncü konsantrasyonları, çökeltme ve stabilizatör ajanları ve grafen oksit içeriği de dahil olmak üzere deneysel faktörlerin  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ -GN'nin boyutu ve morfolojisi üzerindeki etkilerini kapsamlı bir şekilde atıftırılmışlar. Olağanüstü elektrokimyasal performans, döngüsel voltametri ve galvanostatik şarj-deşarj deneyleri kullanılarak yapılan elektrokimyasal incelemeyle gösterilmiştir. Ürettikleri kompozit elektrotlar, iyi hız kapasitesi, uzun vadeli döngü stabilitesi ve 1  $\text{A}\cdot\text{g}^{-1}$ 'de 576,6  $\text{F}\cdot\text{g}^{-1}$ 'lik yüksek spesifik kapasitans göstermişler. Bu sonuçlar, grafen ve  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  nanopartikülleri arasındaki yararlı etkileşimler nedeniyle kompozitin bir elektrot malzemesi olarak potansiyelini vurgulayarak çeşitli elektrokimyasal işlemler için uygulanabilirliğini vurgulamaktadır. (W. Zhang 2015)

Saravanakumar liderliğindeki ekibi ile yaptıkları araştırmaya göre, ileri enerji uygulamalarına odaklayarak, solvotermal yöntemle sentezlenen tek dağılımlı küresel  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  nanopartiküllerini araştırmışlardır. Bu nanopartiküller, X-ışını kırınımı (XRD) kullanılarak karakterize edilmiş ve  $I4_1/amd$  uzay grubunda tetragonal kristalin kübik-spinel yapı ortaya çıkarılmıştır. Raman ve kızılötesi çalışmaları metal oksidin titreşim modlarını analiz edip  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  nanopartiküllerinin saflığını doğrulamıştır. Alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu, bunların morfolojilerine dair içgörüler sunarak monodispers doğalarını vurgulamıştır. X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), Cu-2p, Fe-2p ve O-1'lerin oksidasyon durumlarını inceleyerek kristal oluşumunu daha da doğrulamıştır.  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  nanopartiküllerinin spesifik kapasitansı, 0,5 A/g akım yoğunluğunda 189,2  $\text{F}/\text{g}$ 'de ölçülmüştür. Döngüsel stabilite çalışması, 1000 döngüden sonra %84 tutma oranı göstermiştir; bu, uzun süreli kullanımda mükemmel kulombik verimliliğe işaret etmektedir (B. Saravanakumar 2019).

Diğer bir araştırmada, Shubhangi ve arkadaşları rotasyonel geri akış kimyası tekniğini kullanarak düz 2D benzeri delikli  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  nano tabakalarının sentezini göstermişlerdir. Sentezlenen delikli  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  nano tabaka elektrot ile rekor kıran bir kapasite (1164  $\text{C g}^{-1}$  / 1940  $\text{F g}^{-1}$ ) ve 10.000 döngü üzerinde %98 döngüsel stabilite

elde edilmiştir. Bu, hızlı iyon difüzyonunu ve KOH elektrolitin tam nüfuzunu mümkün kılmıştır (Shubhangi B. Bandgar 2020) .

Yan Guo ve arkadaşlarının çalışmasında,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4\text{-T}$  (termal olarak işlenmiş  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ) materyalinin süperkapasitör uygulamaları için potansiyelini araştırmışlar.  $\text{CuFe}_2\text{O}_4\text{-T}$ 'nin saflığının yüksek olduğu, yaklaşık 10-20 nm çapında küçük parçacık boyutlarına sahip olduğu ve düşük bant aralığı enerjisi sergilediği belirtilmiştir. Elektrokimyasal özellikleri, elektrokimyasal empedans spektroskopisi, galvanostatik yük-deşarj analizi ve döngüsel voltametri kullanılarak karakterize edilmiştir. Sonuçlar,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4\text{-T}$ 'nin  $437,3 \text{ F g}^{-1}$  spesifik kapasiteye sahip olduğunu ve 2000 döngü boyunca %88,6 kapasite kararlılığı sergilediğini göstermiştir. Asimetrik bir süperkapasitör cihazının montajında kullanıldığında ise iyi kapasitif performans ve döngüsel stabilite sağladığı belirtilmiştir. Ayrıca,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4\text{-T}$ 'nin elektrokimyasal uygulamalar için büyük potansiyel vaat ettiği vurgulanmıştır (Y. Guo 2021).

$\text{CuFe}_2\text{O}_4$  spinal ferritleri, yüksek teorik kapasiteleri ile dikkat çekmekte; ancak düşük elektriksel iletkenlik ve sınırlı yüzey alanı gibi zorluklarla karşı karşıyadır.  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ün performansını artırmak için g- $\text{C}_3\text{N}_4$  ve grafen nanoplakaları (GNP'ler) gibi karbon bazlı malzemeler yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu malzemeler, elektriksel iletkenlik ve kimyasal stabilite sağlayarak genel elektriksel özellikleri iyileştirmektedir. Bu tez kapsamında yapılan araştırma,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4/\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{GNP}$  kompozitlerini hidrotermal sentez yöntemiyle sentezleyerek bu yöntemin maliyet etkinliğini sağlamış ve karmaşık nano yapıların üretilmesine olanak tanımıştır.  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ , g- $\text{C}_3\text{N}_4$  ve GNP'lerin sinerjik kombinasyonu, yüzey alanını artırarak elektrolit iyon etkileşimi için daha fazla aktif bölge sağlamak ve kapasitansı artırmaktadır. GNP'ler, elektron taşımalarını iyileştirirken; g- $\text{C}_3\text{N}_4$ , kimyasal stabiliteyi artırarak uzun vadeli elektrot performansını güçlendirmektedir. Araştırmalar, sentez yöntemlerinin optimize edilmesi, malzemelerin karakterize edilmesi ve elektrokimyasal performansın iyileştirilmesi üzerine odaklanmaktadır.

Bu kompozitlerle yapılan çalışmalar, saf  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  elektrotlarına kıyasla gelişmiş spesifik kapasite ve hız kapasitesi göstererek umut verici sonuçlar ortaya koymaktadır. Sonuç olarak, devam eden araştırmalar, iletkenliği artırmak ve SC performansını

optimize etmek için  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  ve GNPs gibi malzemelerin entegrasyonunu keşfetmektedir. Bu çalışmalar, SC teknolojisinde yeni malzeme kombinasyonları, sentez teknikleri ve elektrot konfigürasyonlarının araştırılması ile sürekli ilerlemelerin potansiyelini vurgulamaktadır.

## BÖLÜM 5

### DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 5.1. KULLANILAN MALZEMELER

Bu çalışmada süperkapasitörlerde kullanılmak üzere yüksek performanslı bir elektrot malzemesi geliştirilmesi amaçlanmıştır. Demir klorür ( $\text{FeCl}_3$ ), bakır klorür ( $\text{CuCl}_2$ ), elektrolit çözeltisi için potasyum hidroksit (KOH) ve üre ( $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ) Rokkim Kimya şirketinden temin edilmiştir. Grafit benzeri karbon nitrit ( $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ) sentezinde kullanılan melamin ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6$ ) ise Altıparmak Kimya şirketinden satın alınmıştır. Kullanılan tüm kimyasallar herhangi bir işlem görmeden doğrudan deneylerde kullanılmıştır. Grafen nanoplakaları (GNPs) ve Elektrot yapımında akım toplayıcı olarak kullanılan nikel köpük (1,6 mm kalınlık) Nanografi Inc. şirketinden temin edilmiştir. Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü Malzeme Araştırma ve Geliştirme Merkezi'nde bulunan laboratuvar ekipmanları bu deneyleri gerçekleştirmek için kullanılmıştır.

#### 5.2. ELEKTROT MALZEMELER

##### 5.2.1. $\text{g-C}_3\text{N}_4$ Sentezi

Saf  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  tabakaları piroliz yöntemiyle sentezlenmiştir. Bu işlemde, 5 gram melamin tozu kısa süreliğine bir alümina mufla içine eklenmiş ve sıcaklık,  $5\text{ }^\circ\text{C/dakika}$  bir ısınma hızıyla 550 dereceye kadar artırılmıştır. Melamin bu sıcaklıkta 2 saat boyunca tutulduktan sonra  $\text{g-C}_3\text{N}_4$ 'e dönüştürülmüştür. Elde edilen ürün bir havanda öğütülerek saf  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  tabakası elde edilmiştir.



### 5.2.2. Ni Köpük Üzerinde g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve GNPS ile CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Sentezi

Spinal CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (CFO) nano yapıların nikel köpük üzerine g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve GNPs ile sentezlenmesi ayrıntılı olarak şu şekilde gerçekleştirilmiştir: İlk olarak, 20 mg Fe<sub>3</sub>Cl, 10 mg CuCl<sub>2</sub>, 20 mg üre ve 12 ml deiyonize su, ultrasonik karıştırma ile bir beherde çözülmüş ve bu solüsyon CFO-A olarak adlandırılmıştır. Daha sonra, aynı oranlarda 20 mg Fe<sub>3</sub>Cl, 10 mg CuCl<sub>2</sub>, 20 mg üre ve 12 ml deiyonize su, başka bir beherde hazırlanmış ve sentezlenen g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'den 5 mg eklenerek, 2 saat ultrasonik banyoda karıştırılarak CFO-B solüsyonu hazırlanmıştır. CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ile birlikte, yalnızca 5 mg GNP eklenmesiyle hazırlanan karışım CFO-C olarak, aynı oranda 5 mg g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve 5 mg GNP eklenmesiyle hazırlanan karışım ise CFO-D olarak adlandırılmıştır.

CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (CFO) Sentezlenen karışım bileşenleri miktarları Çizelge 5.1. belirtildiği gibidir. 0,5 × 3 cm<sup>2</sup> boyutlarında dört farklı nikel köpüğü kesilmiş ve yüzeyleri temizlenmiştir. Daha sonra, her karışım ve nikel köpükleri, 40 ml Teflon astarlı bir paslanmaz çelik otoklav içine aktarılmıştır ve 140 °C'de bir Muffle fırında 12 saat boyunca ısıtılarak sentez süreci gerçekleştirilmiştir. Otoklav daha sonra fırından çıkarılmış ve oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Ni köpük çıkarılarak yüzeyi temizlemek için distile su ile yıkanmıştır. Daha sonra, sentezlenen elektrotlar kurutulmuş kristallerin olgunlaşması ve nemin giderilmesi için etüvde 60°C'de 24 saat camı üzerinde kurutulmuştur. Şekil 5.2'de hidrotermal yöntemi kullanarak elde edilen numune öncesi ve sonrası gösterilmiştir. Ni köpük üzerinde g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve GNPs ile CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sentezi malzeme hazırlık aşamaları şekil 5.1'de gösterilmiştir.

Çizelge 5.1. CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (CFO) sentezi için karışım bileşenleri

Numune	Fe <sub>3</sub> Cl (mg)	CuCl <sub>2</sub> (mg)	Üre (mg)	Çözücü (ml)	g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (mg)	GNPs (mg)
CFO-A	20	10	20	12	-	-
CFO-B	20	10	20	12	5	-
CFO-C	20	10	20	12	-	5
CFO-D	20	10	20	12	5	5



Şekil 5.1. Ni köpük üzerinde g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve GNPs ile CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sentezi ve malzeme hazırlığı.

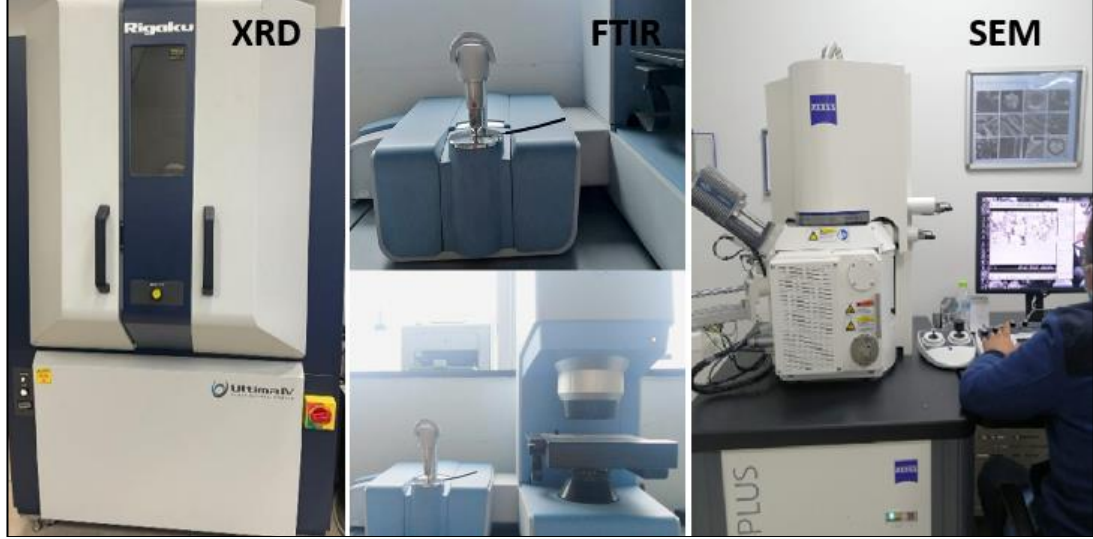


Şekil 5.2. Hidrotermal yöntemle CFO kaplama öncesi ve sonrası makro görünüm.

### 5.3. MALZEME KARAKTERİZASYONU

Elektrot malzemelerinin tüm bileşenlerinin kristal yapı analizi, Rigaku Ultima IV şekil 5.3'teki gösterilen X-ışını kırınım (XRD) cihazı kullanılarak Cu-tabanlı X-ışını ile 40 kV ve 40 mA sabit monokromatörde 15–90° aralığında yapılmıştır. Bu yapıların mikro yapı ve morfolojik incelemesi, Carl Zeiss taramalı elektron mikroskobu ULTRA PLUS (SEM) ve yüksek çözünürlüklü geçiş elektron mikroskobu FEI TALOS F200S

200 kV (TEM) kullanılarak analiz edilmiştir. Her numunenin kimyasal bağlanması, bir Attenuated Total Reflectance (ATR) cihazı kullanılarak Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (Bruker Alpha) ile ( $400-4000\text{ cm}^{-1}$ ) dalga sayısı aralığında,  $2\text{ cm}^{-1}$  çözünürlükte iletim modunda incelenmiştir.



Şekil 5.3. Kullanılan test cihazları.

#### 5.4. ELEKTROKİMYASAL KARAKTERİZASYONLAR

Üretilen elektrotların elektrokimyasal performansı değerlendirmek için bazı ölçüm tekniklerinin kullanılması gerekmektedir. Bu teknikler arasında çevrimli voltametri (CV), galvanostatik şarj/deşarj testleri yer almaktadır.  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  ve GNPs elektrotlarının elektrokimyasal performansı, (şekil 5.4'de gösterilen) PARSTAT 4000 potansiyometre kullanılarak çevrimli voltametri (CV), galvanostatik şarj/deşarj (GCD) oda sıcaklığında analiz edilmiştir. Tüm elektrokimyasal testler için üç elektrot kurulumu kullanılmıştır.

Bu sistemde, üretilen elektrotlar nikel köpük- $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  ve GNPs, bir platin tel ve  $\text{Ag/AgCl}$  (doymuş KCl) referans elektrotu kullanılarak bir karışımın sıvısı olarak deiyonize su ( $18.25\text{ Mohm}$ ) ile hazırlanan elektrolit ( $6\text{ M KOH}$ ) çözeltisi içine daldırılmıştır. Tüm ölçümler oda sıcaklığında ve atmosferik basınç altında gerçekleştirilmiştir.

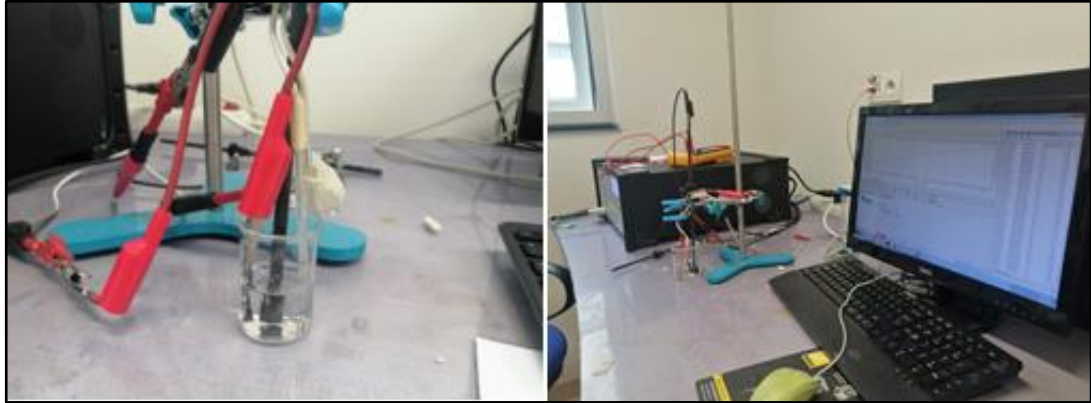
CV testleri, 0 ile 0,45 V potansiyel aralığında ve farklı tarama hızlarında gerçekleştirilmiştir. GCD ölçümleri de aynı potansiyel aralığında ve farklı akım yoğunluklarında gerçekleştirilmiştir. EIS ölçümleri ayrıca 10 mV AC sinyal genliğinde ve 0 V öngerelim potansiyelinde 100 kHz ila 0,1 Hz. frekans aralığında gerçekleştirildi. Elektrotların spesifik kapasitansı ( $C_s$ ), aşağıdaki denklem (Dongmei Niu 2020) kullanılarak doğrusal olmayan deşarj eğrilerinden hesaplanmıştır.

$$C_s = \frac{I \times \Delta t}{\Delta V \times S} \quad (5.1)$$

Burada,  $I$  deşarj akımı sabitidir (mA),  $\Delta t$  deşarj süresidir (sn.),  $\Delta V$  potansiyel penceresidir (V), ve  $S$  yüzey alanıdır. Çalışma elektrodu ( $\text{cm}^2$ ).  $C_s$ , alana özgü kapasitansdır (mF). Enerji ( $E$ ) ve güç yoğunlukları ( $P$ ), (Yan Guo a 2021) tarafından sunulan denklem (5.2) ve (5.3)'e göre hesaplanmaktadır.

$$C_s = \frac{I \times \Delta t}{7,2} \quad (5.2)$$

$$P = \frac{3600 \times E}{\Delta t} \quad (5.3)$$



Şekil 5.4. PARSTAT 4000 potansiyometresi ve üç elektrotlu hücre sistemi.

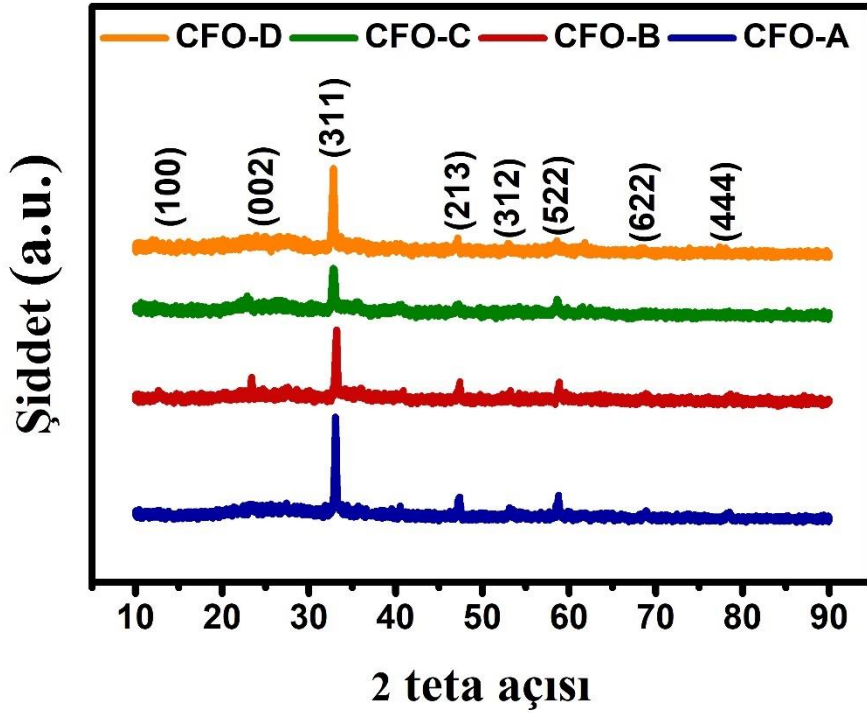
## BÖLÜM 6

### DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

#### 6.1. MALZEME KARAKTERİZASYON SONUÇLARI

##### 6.1.1. XRD Analiz Sonuçları

Üretilen numunelerin kimyasal bileşimini, kristal yapısını ve faz bileşimini belirlemek için XRD analizi yapılmıştır. Bu analizler, malzemelerin kristalografik özelliklerini ve yapısını ortaya koymaktadır. Bu bağlamda her bir numunenin XRD analiz sonuçları şekil 6.1'de gösterilmiştir. Bu analizlerde  $2\theta$  değeri yaklaşık  $30,0^\circ$ ,  $35,5^\circ$ ,  $37,0^\circ$ ,  $43,4^\circ$ ,  $46,4^\circ$ ,  $50,8^\circ$ ,  $57,3^\circ$ ,  $62,6^\circ$  ve  $74,2^\circ$ 'lerde gözlenen piklerin muhtemelen  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'nin [220], [311], [222], [400], [331], [422], [511], [440] ve [533], düzlemlerinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Xiaohong Li 2024 ). Bunların dışında, her bir numunenin grafen ve grafitik karbon nitrür içeriğini belirlemek için CFO-B'de  $2\theta = 12,6^\circ$  ve  $2\theta = 23,3^\circ$ 'de gözlemlenen piklerin sırasıyla grafitik karbon nitrür bileşeninin [100] ve [002] kristal düzlemlerine ait olduğu düşünülmektedir (B. Palanivel 2019). Yaklaşık  $12^\circ$  ve  $23^\circ$ 'de gözlemlenen pikler, CFO-D'nin hem grafitik karbon nitrür hem de grafenleri içerdiğini ortaya çıkarmıştır; bu da üretilen elektrotların istenen bileşenlerden oluştuğunu doğrulamıştır (Faris ve Polat 2022).

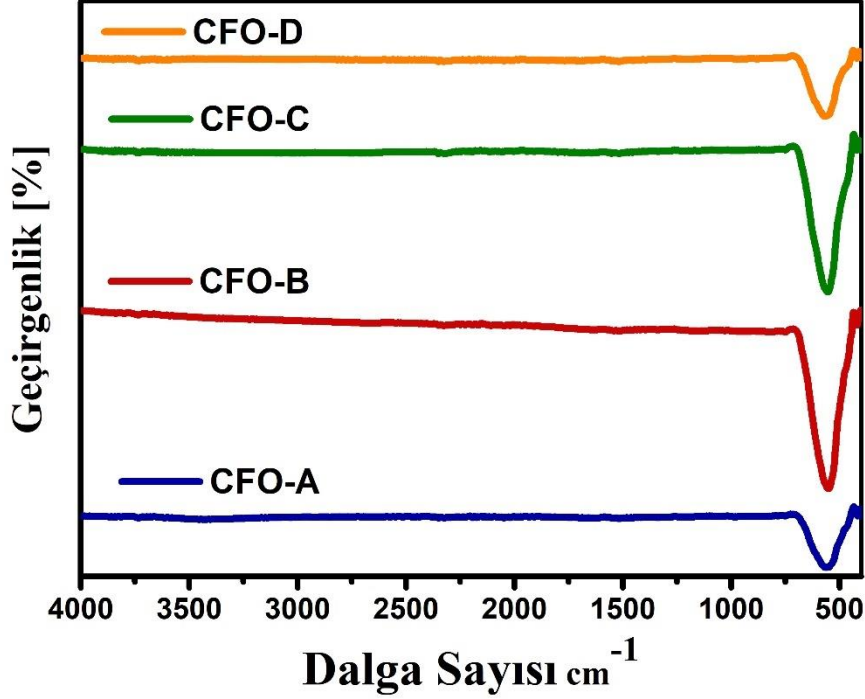


Şekil 6.1. CFO numunelerin XRD sonuçları (Faris ve Polat 2022).

### 6.1.2. FTIR Analiz Sonuçları

Fourier Dönüştürülmü Kızılötesi Spektrometri (FTIR) analizi, malzemelerin kimyasal yapısını ve moleküler bağlarını belirlemek için kullanılan önemli bir teknik analiz yöntemidir. Bu analiz, malzemelerin kimyasal bağ yapılarını ayrıntılı bir şekilde karakterize etmeyi amaçlamaktadır. Bu kapsamda, tüm örneklerin FTIR analizleri yapılmış ve sonuçlar şekil 6.3'te sunulmuştur. Şekilde gözlenen keskin pikler, malzemelerin yapısında istenilen bağların başarılı bir şekilde oluştuğunu teyit etmektedir. Bu analizler, hem analiz edilen numunelerin kimyasal yapıları hakkında önemli bilgiler sağlamaktadır hem de nanomalzemelerin üretiminde kullanılan yöntemlerin etkinliğini ve malzemelerin kimyasal saflığını kontrol etmek için kritik öneme sahiptir. Ayrıca, yaklaşık  $587\text{ cm}^{-1}$  ve  $405\text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarındaki pikleri ise Cu-O ve Fe-O bağ titreşimlerinden kaynaklanan iki keskin pik gözlenmiştir (B. Zeynizadeh 2018). Grafitik karbon nitrür ve grafenlerin piklerinin bulunamamasının nedeni,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ün esas olarak bu bileşenlerin yüzeylerinde sentezlenmesi ve analiz ışığının bunlara ulaşmamasıdır.

Buna ek olarak, FTIR analizlerinde istenmeyen herhangi bir pik gözlenmemiştir, bu da safsızlığın başarılı bir şekilde elde edildiğini göstermektedir (Faris ve Polat 2022).



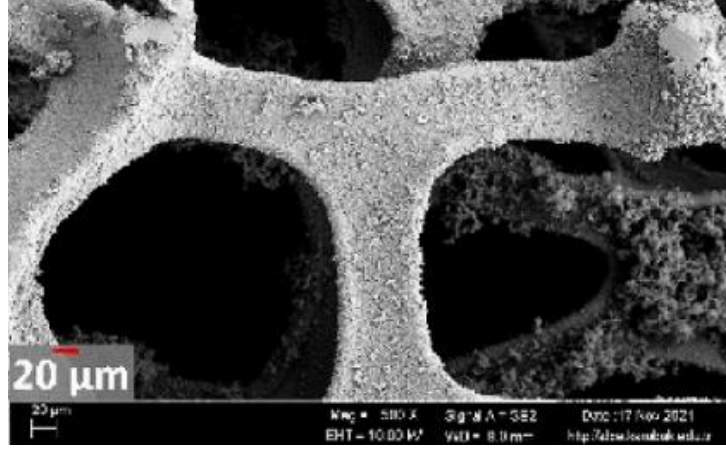
Şekil 6.2. FTIR analiz sonuçları.

### 6.1.3. SEM Analiz Sonuçları

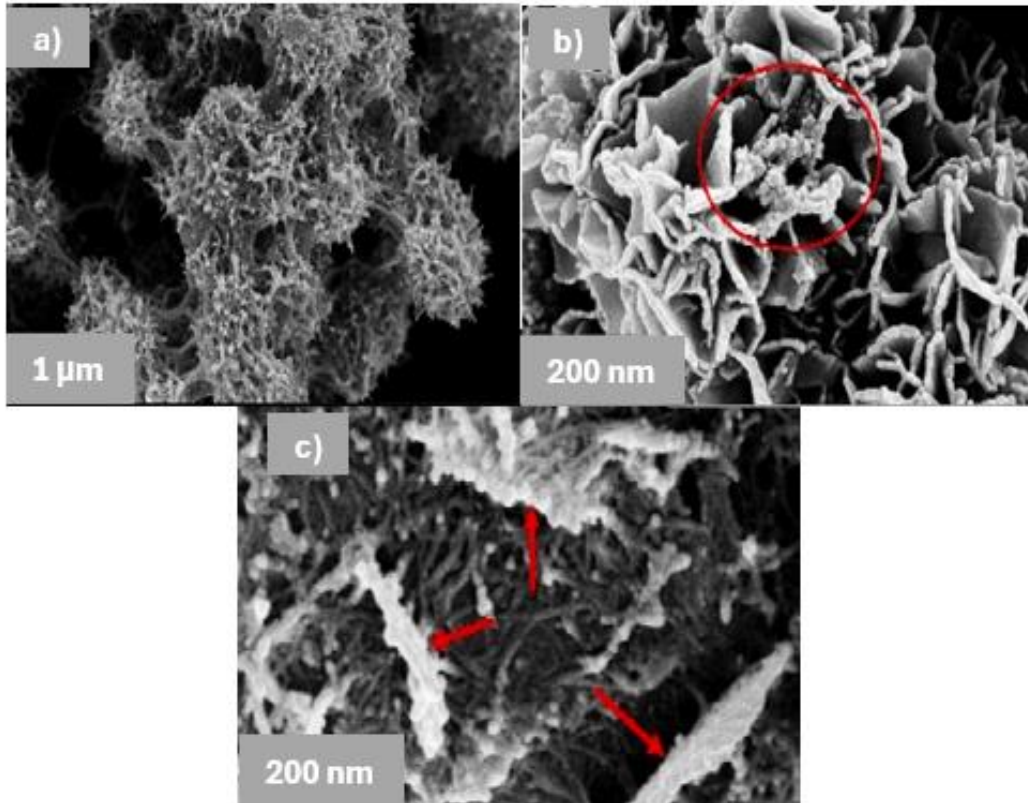
Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi, Malzemelerin yüzey morfolojisini ve yapısını yüksek çözünürlükte incelemek için kullanılmıştır. SEM analiz sonuçları şekil 6.3 ve şekil 6.4'de detaylı olarak gösterilmiştir. Şekil 6.3'te, Ni köpüğün genel görünümü, yüzeylerdeki sentez işleminin başarılı olduğunu göstermektedir Şekil 6.4 (a)'de, 6.4 (b)'de ve 6.4 (c)'deki görüntüler sırasıyla saf bakır demir oksit, grafitik karbon nitrür katkılı ve grafen katkılı elektrotların daha yakından görünümünü göstermektedir. Bu görüntüler, Ni köpüğün yüzeyinde gözenekli ve süngerimsi nano boyutlu bir yapıda saf  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ün oluştuğunu ortaya koymaktadır. Grafitik karbon nitrür katkılı bakır demir oksit, katmanlı bir gül yapısı sergilemektedir. Ayrıca, CFO-C'nin grafen eklenmiş görüntüsü, grafen benzeri plaka yapıları içermektedir. Özellikle kırmızı dairelerle ve ok işaretleriyle belirtilen bölgelerde bu yapılar daha net



gözelimlendiğini göstermektedir. Ancak, grafenin tüm bu sonuçlarda net olarak gözlemlenemediği belirtilmiştir (Faris ve Polat 2022)..



Şekil 6.3. SEM analizinde, Ni köpüğün genel görünümü (Faris ve Polat 2022).

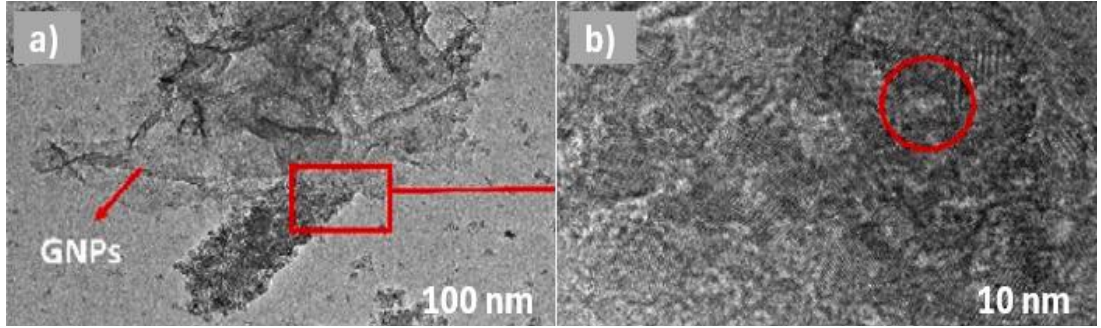


Şekil 6.4. a) Saf CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> b) g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Katkılı CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. c) GNPs Katkılı CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Tabakalı yapı görünümü (Faris ve Polat 2022).



#### 6.1.4. TEM Analiz Sonuçları

Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM) analizi, malzemelerin iç yapısını ve atomik düzenini incelemek için kullanılmaktadır. TEM analizi CFO-D'nin detaylı yapısını ve grafen varlığını daha iyi belirlemek için incelenmiştir. Sonuçlar Şekil 6.5 (a ve b)'de görülebilmektedir. Şekil 6.5 (a)'da pul şeklindeki grafen açıkça görülmektedir. Şekil 6.5 (b)'de grafen yüzeyinde oluşan  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  yapısı net bir şekilde gözlemlenmektedir. Bu sonuçlar, CFO-D'nin başarılı bir şekilde sentezlendiğini ve yapısında grafen içerdiğini doğrulamaktadır (Faris ve Polat 2022).



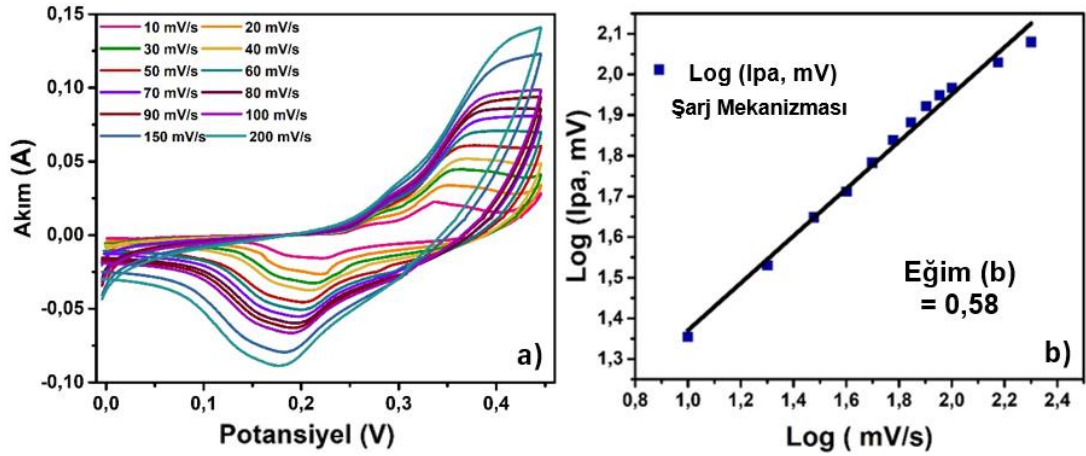
Şekil 6.5. a) CFO-D numunesindeki pul şeklindeki grafen. b) Grafen yüzeyinde oluşan  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  yapısı. (Faris ve Polat 2022).

## 6.2. ELEKTROKİMYASAL ÖLÇÜM SONUÇLARI

### 6.2.1. Çevrimli Voltametri (CV) Ölçüm Sonuçları

Çevrimli Voltametri (CV), CFO-D elektrot malzemesinin elektrokimyasal performansını daha iyi anlamak amacıyla çevrimli voltametri (CV) tekniği kullanılarak bir dizi ölçüm gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümler, 6 M KOH elektrolit içinde, 0.0-0.45 V potansiyel aralığında ve 10-200 mV/s tarama hızları kullanılarak, Ag/AgCl referans elektroduna karşı gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.6 (a)'da sunulan voltamogramlar, CFO-D'nin belirgin redoks pikleri sergilediğini ve bu piklerin konum ve şiddetlerinin malzemenin elektrokimyasal reaksiyon mekanizması hakkında önemli bilgiler sunduğunu göstermektedir. Sonuç olarak, CFO-D elektrot malzemesinin çevrimli voltametri ile karakterizasyonu, malzemenin yüksek elektrokimyasal aktiviteye sahip olduğunu ve süperkapasitör uygulamaları için uygun bir aday

olduğunu göstermiştir. Elde edilen redoks pikleri,  $\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^{+1}$  ve  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$  gibi redoks çiftlerine atfedilmiştir. Tarama hızına bağlı olarak pik akımlarında gözlenen doğrusal artış, malzemenin hızlı yüzey elektrokimyasal kinetiğine işaret etmektedir. Ayrıca, b değeri 0,58 olarak bulunmuş olup, bu da malzemenin difüzyon kontrollü bir yükleme mekanizmasına sahip olduğunu göstermektedir. Gelecekteki çalışmalar, farklı elektrolitler ve farklı sıcaklıklarda deneyler yaparak malzemenin performansını daha da optimize etmeye yönelik olabilir. Bu sonuçlar, CFO-D'nin yüksek kapasiteli süperkapasitör uygulamaları için ideal bir elektrot malzemesi olma potansiyelini desteklemektedir (Faris ve Polat 2022).



Şekil 6.6. a) CV ölçümü ve b) Şarj Mekanizması (Faris and Polat 2022).

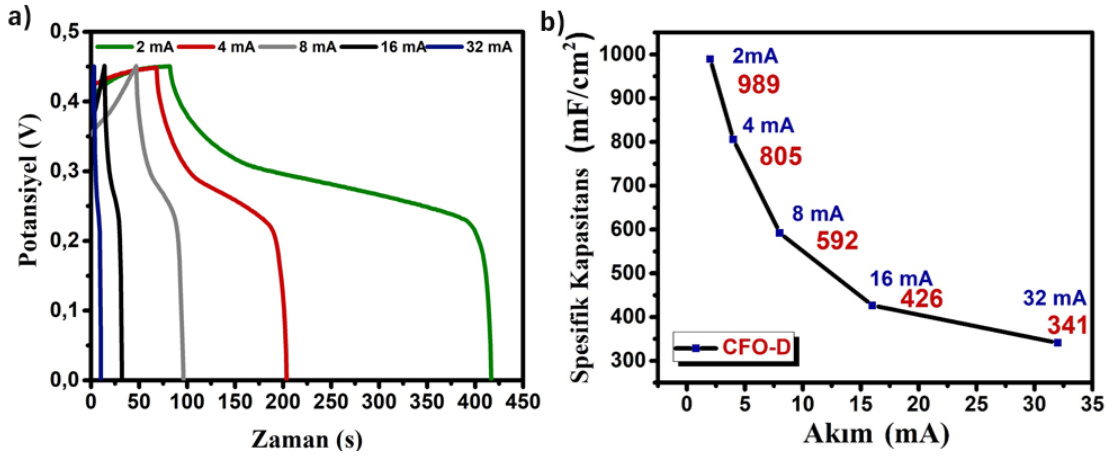
### 6.2.2. Galvanostatik Şarj Deşarj (GCD) Ölçüm Sonuçları

Galvanostatik şarj-deşarj (GCD) ölçümleri, süperkapasitör elektrotlarının enerji depolama performansını değerlendirmek için kritik bir öneme sahiptir. Bu ölçümler, elektrot malzemelerinin kapasitesini ve döngü kararlılığını belirlemek amacıyla yapılmaktadır.  $1,5 \text{ cm}^2$ lik bir alan çözeltiye daldırılarak, 0–0,45 V potansiyel ve 2 ila 32 mA arasındaki farklı akım değerlerinde galvanostatik şarj-deşarj ölçümleri gerçekleştirilmiştir. İlgili grafikler şekil 6.7 (a) ve (b)'de gösterilmektedir. Şekil 6.7 (a)'nin sonuçlarına göre, CFO-D elektroduna 2, 4, 8, 16, ve 32 mA akım uygulandığında deşarj süreleri sırasıyla 334-136-50-18-7,2 saniye olarak kaydedilmiştir. Şekil 6.7 (b)'de deşarj sürelerinin bir fonksiyonu olarak spesifik kapasitans değerleri sırasıyla 989-805-592-426-341  $\text{mF}/\text{cm}^2$  olarak kaydedilmiştir.

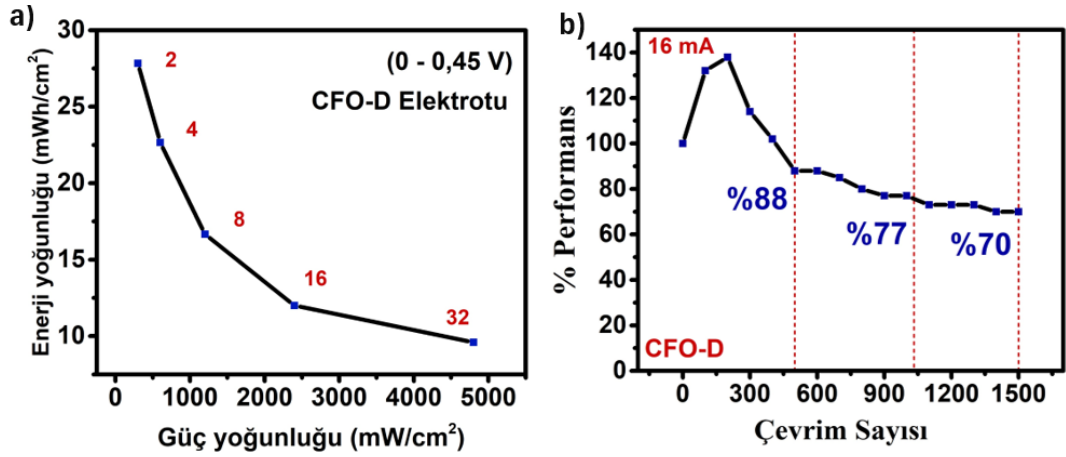
Grafen ve grafitik karbon nitrürün bileşenleri, yüksek yüzey alanları ve yüksek iletkenlikleri nedeniyle spesifik kapasitans artışına katkıda bulunduğunu düşünülmektedir. Düşük akımlarda şarj ve deşarj sürelerinin uzun olmasının nedeni, elektrolit iyonlarının kompozit malzemenin iç kısmına yavaş difüzyonu ve bileşenlerin aktif hale gelmesinin uzun sürmesidir. Ayrıca, elektrot ve elektrolit arayüzündeki redoks reaksiyonları için gereken uzun süre de bu durumu etkileyen bir faktördür

Şekil 6.7 (b)'deki sonuçlara göre, akım yoğunluğu azaldıkça spesifik kapasitans değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir. Bundan yola çıkarak, CFO-D'nin enerji ve güç yoğunlukları, farklı akım yoğunluklarında belirlenmiş ve şekil 6.8 (a)'da sunulmuştur. Akım yoğunluğu arttıkça, her iki değerde de kademeli bir düşüş gözlemlenmiş ve elde edilen sonuçlara göre en yüksek enerji ile güç yoğunluğu 2 mA'de sırasıyla 27,3 mWh/cm<sup>2</sup> ve 300 mW/cm<sup>2</sup> olarak kaydedilmiştir .

Bunların dışında CFO-D elektrotunun stabilitesini araştırmak amacıyla 16 mA akım altında 1500 döngü boyunca çoklu galvanostatik şarj-deşarj ölçümleri gerçekleştirilmiş ve sonuçlar şekil 6.8 (b)'de stabilite test grafiği ile gösterilmiştir. İlk 250 döngüde spesifik kapasitans değeri yaklaşık %40 oranında artmıştır. Ancak 500 döngüye kadar belirgin bir düşüş göstermiş ve performans değeri değeri %88'e gerilemiştir. 500 ile 700 çevrim arasında bu değer sabit kalırken, 1000 döngüye ulaşıldığında performans %77'ye düşmüştür. Son olarak, 1500 döngüde performans değeri %70'e kadar azalmıştır. Bu sonuçlar, CFO-D elektrodunun uzun döngülerde belirli bir kararlılığa sahip olduğunu, ancak ilerleyen döngülerde yavaşça kapasite kaybı yaşandığını göstermektedir. İlk 250 döngüdeki artışın sebebi, elektrolitin elektrot yüzeyindeki daha aktif sitlerle etkileşiminden kaynaklanırken, azalmalar elektrotun bozulmasından kaynaklanan geri dönüşü olmayan reaksiyonlardan kaynaklanmış olup bu eğriler ölçümlerin kararlılığını doğrulamaktadır. (W.-W. Liu 2013, L. Li 2018, Martin Winter 2004, W.-W. Liu 2013, Faris ve Polat 2022).



Şekil 6.7. a) Farklı akım yoğunluklarındaki GCD eğrileri ve b) Spisifik kapasitans (Faris and Polat 2022).

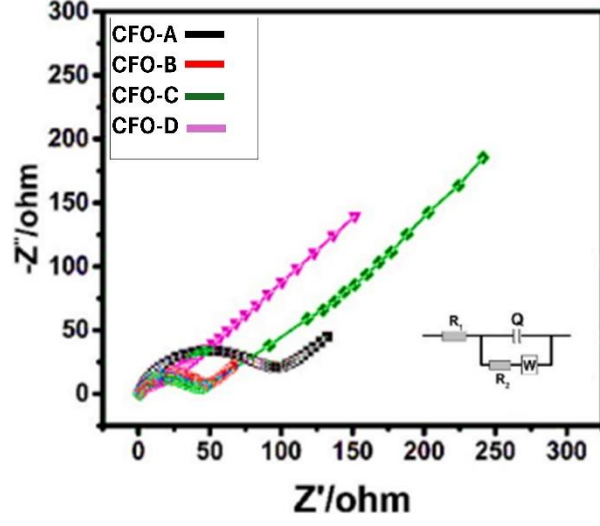


Şekil 6.8. a) Enerji ve güç testi ve b) Stabilite testi ölçümünün bir bölümü (Faris ve Polat 2022).

### 6.2.3. Empedans Ölçüm Sonuçları

Süperkapasitörlerde kullanılmak amacıyla her elektrotun yük transferi ve elektrolit difüzyon direncini değerlendirmek için EIS ölçümü yapılmıştır. Bu analiz için imajiner ve reel Z değerleri ile ilgili bilgi sumanktadır. Şekil 6.9'de Nyquist grafiğinde verilmiştir. Bu sonuçlara göre, sırasıyla elektrot ara yüzeyindeki şarj transfer direncini ve reaktif türlerin difüzyon direncini temsil eden yüksek frekansta yarım dairesel bölgesi ve düşük frekansta düz çizgi gözlenmiştir (Haibo Wang 2011).

Burada üretilen CFO-D Z reel ve Z imajiner bölgelerdeki dirençlerin düşük olması, elektrotunun şarj transfer direnci ve difüzyon direncinin oldukça düşük olduğunu ortaya çıkılmaktadır. Bu durum, şarj depolama mekanizmasının etkinliğini ve elektrotun performansını destekleyen bir bulgudur. (Faris ve Polat 2022).



Şekil 6.9. Nyquist diyagramı (Faris ve Polat 2022).

## BÖLÜM 7

### SONUÇLAR

Bu çalışmada,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  kristalleri, Ni köpük yüzeyinde, grafitik karbon nitrür ve GNP'ler içeren ve içermeyen bir hidrotermal yöntem kullanılarak sentezlenmiştir. Numunelerin karakterizasyonları XRD, FTIR analizleri, SEM ve TEM görüntüleri ile gerçekleştirilmiş, elektrokimyasal performansları ise CV, GCD ve EIS ile ölçülmüştür. Sonuçlara göre, Grafitik karbon nitrür ve GNP'lerin, bakır demir oksit ile birlikte nikel köpük yüzeyine başarılı bir şekilde sentezlendiğini görülmüştür. CV, GCD ve EIS yapılan ölçümlerde, GCD ölçümleri, bu elektrotların döngüsel davranışının tipik bir pil tipi olduğunu ve 4 mA'deki spesifik kapasitans değerinin, g- $\text{C}_3\text{N}_4$  ve GNPs ilaveleri ile saf elektrotlara göre sırasıyla %87 ve %116 oranında arttığını ortaya koymuştur. En yüksek performansın, g- $\text{C}_3\text{N}_4$  ve grafen katkılı  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  elektrodunun 2 mA/cm<sup>2</sup> akım yoğunluğunda 989 mF/cm<sup>2</sup> kapasitans değeri ile elde edildiği belirlenmiştir. Bu elektrodun enerji ve güç yoğunlukları sırasıyla 27.3 mWh/cm<sup>2</sup> ve 300 mW/cm<sup>2</sup> olarak kaydedilmiştir. Çevrim ömrü performansı incelendiğinde, 1500 döngü sonrası kapasitansın %70 oranında korunduğu gözlenmiştir. Elde edilen sonuçlar, grafitik karbon nitrür ve grafen katkılı  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  elektrodunun, literatürdeki benzer çalışmalara göre oldukça yüksek bir performans sergilediğini ve bu nedenle süperkapasitör uygulamaları için güçlü bir aday olduğunu göstermiştir.

## KAYNAKLAR

1. Abbas, M.K. et al. 2021. "Magnetic Ferrites-Based Hybrids Structures for the Heavy Metal Removal." In Spinel Nanoferrites. Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering. , by S.K. Sharma, 375–398. **Cham: Springer.**
2. Abbaschian, Reza. 2018. **Fundamentals of Materials Science and Engineering 5th edition.** Hoboken, NJ (City and State): John Wiley & Sons.
3. al, Liu et. 2017. "Lithium-ion battery anode materials and their engineering for long cycle life." **Advanced Materials** Volume: 29. Issue: 29 1702173.
4. al, Miller et. 2018. "Carbon-based materials for supercapacitors: A review." **Materials Today**, 21(1) 3–25.
5. al., Hou et. 2018. "Progress on electrode materials for supercapacitors." **Advanced Materials** Volume: 30 Issue: 5 1705553.
6. al., Yang et. 2021. "Supercapacitors: Progress, future and application." **Proceedings of the IEEE.**
7. Alanne, A., & Cao, C. 2019. "Status and prospects of electrical energy storage technologies." **Journal of Power Sources** 130-141.
8. Alivisatos, A. P., Harris, T. D., Levinos, N. J., Lippens, P. E., Munro, A. M., & Friesner, R. A. 1996. "Semiconductor Clusters, Nanocrystals, and Quantum Dots." **Journal of Physical Chemistry**, 100(31),. 933-937. <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.271.5251.933>.
9. B. Palanivel, S. devi Mudisoodum perumal, T. Maiyalagan, V. Jayarman, C. Ayyappan, M. Alagiri. 2019. "Rational design of ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nanocomposite for enhanced photo-Fenton reaction and supercapacitor performance." **Applied Surface Science** 143807. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0169433219326236>.
10. B. Saravanakumar, S.P. Ramachandran, G. Ravi, V. Ganesh, Ramesh K. Guduru and R. Yuvakkumar. 2019. "Electrochemical performances of monodispersed spherical CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles for pseudocapacitive applications." **Vacuum** 108798

11. B. Zeynizadeh, E. Gholamiyan, M. Gilanizadeh. 2018. "Magnetically recoverable CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles as an efficient heterogeneous catalyst for green formylation of alcohols." *Current Chemistry Letters (Abbreviated as Ccl.)* 121-130. <https://growingscience.com/beta/ccl/3000-magnetically-recoverable-cufe2o4-nanoparticles-as-an-efficient-heterogeneous-catalyst-for-green-formylation-of-alcohols.html>.
12. Béguin, F., & Frackowiak, E. 2009. *Supercapacitors: Materials, systems, and applications*. [https://books.google.com.tr/books?hl=en&lr=&id=uIt1kMzOduIC&oi=fnd&pg=PP7&dq=Supercapacitors:+Materials,+systems,+and+applications+B%C3%A9guin,+F.,+%26+Frackowiak,+E.&ots=MoIXDNh5VY&sig=Cn\\_53NGmYM1smJGMp0NOoN7kw-o&redir\\_esc=y#v=onepage&q=Supercapacitors%3](https://books.google.com.tr/books?hl=en&lr=&id=uIt1kMzOduIC&oi=fnd&pg=PP7&dq=Supercapacitors:+Materials,+systems,+and+applications+B%C3%A9guin,+F.,+%26+Frackowiak,+E.&ots=MoIXDNh5VY&sig=Cn_53NGmYM1smJGMp0NOoN7kw-o&redir_esc=y#v=onepage&q=Supercapacitors%3).
13. Brus, L. E. 1984. "Quantum confinement and the size dependence of optical and electronic properties of semiconductor clusters." *Journal of Physical Chemistry*, 88(24) 5446-5453.
14. Byrappa, K., & Ali, D. (2001). n.d. "Hydrothermal growth of nanocrystalline materials. ." *Advanced Materials*, 13(11) 807-822.
15. Byrappa, K., & Asuri, B. L. 2008. "Hydrothermal synthesis of nanocrystalline materials." *Advanced Materials*, 20(17) 2807-2825.
16. Byrappa, K., & Yoshimura, M. 2007. "Nanocrystalline and mesoporous materials by hydrothermal and solvothermal routes. In Handbook of materials synthesis. ." *Academic Press*. (Vol. 1, pp. 597-684).
17. C., Scherer, Jeffrey Brinker, and George W. 1990. Sol-Gel Science: From Gels to Glasses. *Academic Press*, 100 copy.
18. Chen, D.H., Hsu, C.K., & Yeh, C.S. 2002. "Preparation and Characterization of Inorganic Nanomaterials Using Inert Gas Condensation." *Journal of Materials Chemistry*, 12(8) 2408-2413.
19. Chenguo Hu, Zhiwei Liu, Gang Wang, Hongjie Chen, and Feng Pan. 2015. "Functionalized Nanostructured Materials for Advanced Electrochemical Capacitors." *Advanced Materials* Volume: 27 7244-7260.
20. Conway, B. E. 1999. "Electrochemical capacitors: Their nature, function, and applications." *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 36 1-2.
21. D. Ham, Jinho Chang , S.H. Pathan , W.Y. Kim , R.S. Mane , B.N. Pawar , Oh-Shim Joo , Hoeil Chung , Moon-Young Yoon , Sung-Hwan Han. 2009. "Electrochemical capacitive properties of spray-pyrolyzed copper-ferrite thin films." *Current Applied Physics* S98-S100. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1567173908002022>.



22. Daryabor, A., & Amini, S. 2018. "Chemical Mechanical Polishing of Low-k Dielectrics and its Integration with Plasma Processing Techniques." *Springer*.
23. Dongmei Niu, Lizhen Wu, Xufei Zhu, Dawei Xu, Xiaojie Feng, Mengmeng Tian, and Ye Song. 2020. "FeOOH Composite Electrode Based on TiN Nanopetals for High-Performance Supercapacitors." *The Journal of Physical Chemistry C* 15028–15035. <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.jpcc.0c03744>.
24. Emeksiz, Cem, ve Burak Kara. 2022. «Enerji Depolama Teknolojilerinin İncelenmesi ve Karşılaştırmalı Analizi.» *IJMSIT* 134 - 142. <https://dergipark.org.tr/en/pub/ijmsit/issue/73364/1192595>.
25. F. Wang, X. He, Y. Shao, M. Pastel, S. Ding, Y. Zhong, L. Mai. 2020. "Supercapacitors: Materials, Synthesis and Applications." *Advanced Materials*.
26. Faris, Dana, and Safa Polat. 2022. "Fabrication of CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>@g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>@GNPs nanocomposites as anode material for supercapacitor applications." *Ceramics International* 24609-24618.
27. Faulkner, Allen J. Bard and Larry R. 2001. *Supercapacitors in Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*. Wiley.
28. Gabe, C. J. 1998. "Supercapacitors: Progress, future and application." *Proceedings of the IEEE* 2424-2428.
29. Gao, M., & Cao, C. 2007. "Cryogenic Technology and Applications." *Springer*.
30. German, Randall M. 2005. *Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing*. Princeton, New Jersey : Metal Powder Industries Federation. <https://cir.nii.ac.jp/crid/1130282270709885440>.
31. Goodenough, K. M. 2009. "How Solid-State Chemistry Changed Battery Technology." *Acc. Chem. Res.*, 42 (1) 144-151.
32. H. Li, Zhaoxiang Wang, Liquan Chen, Xuejie Huang. 2009. "Advanced Materials for Lithium Ion Batteries." *Advanced Materials* (Wiley) 4593-4607. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adma.200901710>.
33. Haibo Wang, Chuanjian Zhang, Zhihong Liu, Li Wang, Pengxian Han, Hongxia Xu, Kejun Zhang, Shanmu Dong, Jianhua Yao and G. Cu. 2011. "Nitrogen-doped graphenenanosheets with excellent lithium storage properties." *Journal of Materials Chemistry* 5430-5434. <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2021/xx/c1jm00049g/unauth>.
34. Hench, L. L. 1993. " Sol-gel science: An introduction to the processing of ceramics and nanosilicates." *Academic Press*.
35. Hench, L. L. 1993. "Sol-Gel Technology for New Materials." *Science*, vol. 261, no. 5124, pp. 1136-1141.

36. Ibrahim, D. K., Ilinca, A., & Perron, J. 2007. "Energy storage: a key element in electrical distribution systems." *IEEE Power and Energy Magazine* 40-50.
37. Institute, Woodrow Wilson Nanotechnology. 2007. "A perspective on nanotechnology: Definitions and applications." *Nano Today* . Volume 2, Issue 1 Pages 14-21.
38. J.-P. (Jean-Pierre) Burger, W. D. (William D.) Schakel, A. (André) de Kock, & M. (Max) Thackeray. 2004. "A Review of Research on Materials for Lithium-Ion Batteries." *Journal of Power Sources*, 123 (2), 23.
39. Jackson, B. 2014. "Chemical Vapor Deposition: A Technology Overview." *Journal of Materials Chemistry C*, 2(34) 7051-7061.
40. Jingxin Zhao, Yongliang Cheng, Xingbin Yan, Dongfei Sun, Fuliang Zhub and Qunji Xuea. 2012. "Magnetic and electrochemical properties of CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> hollow fibers fabricated by simple electrospinning and direct annealing." *CrystEngComm* 14, 5879-5885. <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2012/ce/c2ce25684c/unauth>.
41. Jonscher, A. K. 1995. "Dielectric relaxation in solids." *Journal of Physics D: Applied Physics*, 28 (4), 673. <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0022-3727/32/14/201/meta>.
42. K. L. Chopra, M. A. Green, and S. K. Jain. 2003. "Sol-gel synthesis of nanostructured materials." *Journal of Materials Science* 14(12) 3455-3461.
43. Kang Miao Tan. a, T. Babu b, Vigna K. Ramachandaramurthy, Padmanathan Kasinathan, Sunil G. Solanki, Shangari k. Raveendran. 2021. "Empowering smart grid: A comprehensive review of energy storage technology and application with renewable energy integration." *Journal of Energy Storage* 102591. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2352152X21003340>.
44. Kaplan, A. Emrahan. 2014. *Nanoparçacık ve Nanomalzeme Hazırlama Yöntemleri*. Nisan 1. <https://slideplayer.biz.tr/slide/13651591/>.
45. KASAP, S. O. K. 2018. *PRINCIPLES OF Electronic Materials & Devices*. Fourth Edition. New York: MC Graw Hill Education. [https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/80439422/Principles\\_of\\_Electronic\\_Materials\\_and\\_Devices\\_Fourth\\_Edition-libre.pdf?1644268085=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3DPrinciples\\_of\\_Electronic\\_Materials\\_and\\_D.pdf&Expires=1720266938&Signature=](https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/80439422/Principles_of_Electronic_Materials_and_Devices_Fourth_Edition-libre.pdf?1644268085=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3DPrinciples_of_Electronic_Materials_and_D.pdf&Expires=1720266938&Signature=).
46. Kevin, M.,. 1997. "Gas Phase Synthesis."
47. Khan, M. M., Ansari, S. A., Pradhan, D., & Ansari, M. O. 2018. "Sol-gel synthesis of metal oxide nanoparticles: A review." *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 85(1) 207-241.

48. Klein, L. 2005. "Sol-Gel Processing of Silicon Dioxide-Based Glasses and Ceramics." *Springer*.
49. Koblischka-Veneva, A., et al. 2019. "High-Temperature Superconductors for Energy Storage Applications." *Superconductor Science and Technology*, vol. 32, no. 1 013001.
50. Kruis, F.E., Fissan, H., & Peled, A. 1998. "Synthesis of Nanoparticles in the Gas Phase for Electronic, Optical and Magnetic Applications - A Review." *Journal of Aerosol Science*, 29(5-6) 511-535.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021850297100325>.
51. L. Li, G. Jiang, J. Ma. 2018. "CuMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/graphene nanosheets as excellent anode for lithium-ion battery." *Materials Research Bulletin* 53-59.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0025540818306159>.
52. Liang Li. 2007. *Sol-Gel Fabrication of Advanced Ceramics*. John Wiley & Sons, Hoboken, N.
53. Lin Qiu, Ning Zhu, Yanhui Feng, Efstathios. Michaelides, Gawęł Żyła, Dengwei Jing, Xinxin Zhang, Pamela M. Norris, Christos. Markides, Omid Mahian. 2020. "A review of recent advances in thermophysical properties at the nanoscale: From solid state to colloids." *Physics Reports* 1-81.  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0370157319304016>.
54. Liu, H., & Mishnaevsky, L. Jr. 2011. "Physical processes in composite materials: Numerical modeling of interface debonding and particle fracture." *Composites Science and Technology*, 71(2) 123-131.
55. Lu, A. Y., Mao, J., & Fan, Z. 2017. "Recent advances in hydrothermal synthesis of inorganic nanostructures." *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 87 1-41.
56. Luo, X., Do, T. N., & Fan, D. L. 2018. "Electric vehicles: Opportunities and challenges for intelligent charging infrastructure." *Applied Energy*, Volume 227 854-864.
57. M. F. Ahsan, S. Mekhilef, T. Soon, M. Mubin, P. Shrivastava, M. Seyedmahmoudian. 2022. "Lithium-ion battery and supercapacitor-based hybrid energy storage system for electric vehicle applications: A review." *International Journal of Energy Research* Citations: 1. doi: <https://doi.org/10.1002/er.8439>.
58. M. Winter, R. A. Huggins, B. J. Strauss. 2019. "Battery Materials: A Review on the Role of Transformation Chemistry." *Chemistry of Materials*.
59. M.S. Dresselhaus, M.S. Dresselhaus, and P.C. Searson. 2001. *Nanomaterials: Synthesis, Properties, and Applications*. Cambridge University Press.

<https://www.taylorfrancis.com/books/mono/10.1201/9781482268591/nanomaterials-edelstein-cammaratra>.

60. Malkin, S., & Guo, C. 2008. "Grinding Technology: Theory and Application of Machining with Abrasives. ." **Industrial Press Inc.**
61. Mani, T. 2020. "Electrochemical Performance of Nanocomposites for Supercapacitor Electrodes." **Journal of Materials Science.**
62. Manthiram, M.S. Whittingham and A. 2004. "Lithium-Ion Battery Cathodes: Materials, Electrochemistry, and Performance." **Chem. Rev.**
63. Martin Winter, Ralph J. Brodd. 2004. "What Are Batteries, Fuel Cells, and Supercapacitors?" **Chemical Reviews** ) 4245–4270. <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/cr020730k>.
64. Meng, F., et al. 2017. "High-energy rechargeable batteries for future electric vehicles." **Nature Materials**, 16(4) 456-467.
65. Nikolakakis, Thomas, Chatopadhyay, Debabrata. 2015. **Integrating Variable Renewable Energy into Power System Operations**. World Bank, Washington, DC: SIDALC. <https://www.sidalc.net/search/Record/dig-okr-1098621359/Description>.
66. Öztürk, Muhammed E. 2024. " Nano Malzemeler için Üretim Yöntemleri." **DergiPark**.
67. P. Simon, Y. Gogotsi, and B. Dunn. 2015. "Where do battery and supercapacitor technologies converge?" **Science**, vol. 348, no. 6239, p. aaa9182 9182.
68. P.U. Nzereogu a, A.D. Omah a c, F.I. Ezema b c, E.I. Iwuoha d, A.C. Nwanya. 2022. "Anode materials for lithium-ion batteries: A review." **Applied Surface Science Advances**. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2666523922000253>.
69. Pech, D., et al. 2010. "Nanotube-Based Electrochemical Capacitors." **Nature Nanotechnology**, vol. 5, no. 9 651-654.
70. Pierson, H. O. 1999. **Handbook of Chemical Vapor Deposition: Principles, Technology and Applications**. . Noyes Publications.
71. Raghavan Srinivasan, et al. 2008. "Elektrokimyasal enerji depolama cihazları, pil teknolojileri, enerji sistemleri, yenilenebilir enerji." **In Elektrokimyasal Enerji Depolama Sistemleri ve Teknolojileri**, by et al. Raghavan Srinivasan, 664. Wiley-IEEE Press.
72. Rai, A. K. 2006. "Synthesis of Metal Oxide Nanoparticles by Sol-Gel Method." **Materials Science and Engineering** (Materials Science and Engineering) 75-80.

73. Rosen, Dincer & M.A. 2004. "Rechargeable Batteries and Accumulators." *Encyclopedia of Energy*.
74. S. K. Meena, R. A. Yadav, and S. S. Meena. 2014. "Synthesis and characterization of CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles for photocatalytic degradation of methylene blue dye." *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 25, no. 8, pp. 3533-3540.
75. S., Rattanachan. 2010. *Physical Vapor Deposition (PVD)*. 03 10. [http://eng.sut.ac.th/ceramic/old/course\\_link/74.pdf](http://eng.sut.ac.th/ceramic/old/course_link/74.pdf).
76. Salunkhe, P. B., & Yamauchi, Y. 2016. "Supercapacitors Based on Advanced Nanomaterials." *Chemical Society Reviews*, 45(2) 384-406.
77. Salunkhe, Pooja, et al. 2016. "A Review of Supercapacitors: Materials Design, Modification, and Applications." *Materials* (MDPI) Volume: 15. Issue: 20 7752-7779. <https://www.mdpi.com/1996-1073/14/22/7779>.
78. Scherer, C. Jeffrey Brinker ve George W. 1990. The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. 978-0121349709: *Academic Press*.
79. Shaw, M. C. 1996. "Principles of Abrasive Processing." *Oxford University Press*.
80. Shubhangi B. Bandgar, Madagonda M. Vadiyar, Umesh P. Suryawanshi, Chitra L. Jambhale, Jin-Hyeok Kim, Sanjay S. Kolekar. 2020. "Rotational reflux chemistry approach derived flat holey CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanosheets for supercapacitors application." *Materials Letters* 128514. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0167577X20312209>.
81. Simon, J. R. Miller and P. 2008. "Electrochemical capacitors for energy storage." *Electrochemical Society Interface*, vol. 17, no. 1, pp. 51-57.
82. Simon, P., & Gogotsi, Y. 2008. "Materials for electrochemical capacitors." *Nature Materials*, 7(11) 845-851.
83. Smith, D. L. 1995. "Thin-Film Deposition: Principles and Practice." *McGraw-Hill*.
84. Sun, Y., Xia, Y., Yan, Y., & Zeng, S. 2002. "Shape-controlled synthesis of silver nanoparticles." *Journal of the American Chemical Society* 124(28) 8204-8205.
85. Sun, Z., & Zhang, H. 2020. "Electrochemical Capacitors: Mechanisms, Materials and Applications." *Advanced Energy Materials*, 10(24), 2001441. D.
86. Suryanarayana, C. 2001. "Mechanical alloying and milling. ." *Progress in Materials Science*, 46(1-2) 1-184.
87. Tarascon, J.-M., & Armand, M. 2001. "Issues and challenges facing rechargeable lithium batteries. ." *Nature*, 414(6861), 3 59-367.

88. Van der Voort, P., Kamali, K., & Xia, Y. 2004. "Synthesis and morphology of nanostructures." *Journal of Materials Science*, 39(15) 4521-4532. [https://www.ipme.ru/e-journals/RAMS/no\\_4503/mendez/mendez.pdf](https://www.ipme.ru/e-journals/RAMS/no_4503/mendez/mendez.pdf).
89. W. Lv, Z. Zhu, Z. Hu, and W. Chen. 2011. "CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/graphene composite for high performance supercapacitor electrode material." *ACS Nano*, vol. 5, no. 3, pp. 1500-1507.
90. W. Zhang, B. Quan, C. Lee, S.-K. Park, X. Li, E. Choi, G. Diao, Y. Piao., 2015. "One-step facile solvothermal synthesis of copper ferrite–graphene composite as a highperformance supercapacitor material." *ACS Appl. Mater. Interfaces* 7 2404–2414. <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/am507014w>.
91. W.-W. Liu, Y.-Q. Feng, X.-B. Yan, J.-T. Chen, Q.-J. Xue. 2013. "Superior micro supercapacitors based on graphene quantum dots." *Adv. Funct. Mater.* 23 4111–4122. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adfm.201203771>.
92. Wang, G., Zhang, L., & Zhang, J. 2012. "A Review of Electrode Materials for Electrochemical Supercapacitors." *Chemical Society Reviews*, 41(2) 797-828. <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2009/zm/c1cs15060j/unauth>.
93. Wang, J., Yang, Y., Li, Y., Zhao, H., He, J., & Cheng, H. 2020. "Recent progress in lithium-sulfur batteries and their commercialization prospects." *Nature Reviews Materials*, Volume 5, issue 1 1-29.
94. Wegner, K., & Pimpinelli, A. 2003. "Growth of Nanostructures in Supersonic Expansions." *Journal of Physics: Condensed Matter*, 15(29) R575-R612.
95. Whittingham, M. Stanley. 2004. "Lithium Batteries and Cathode Materials." *Chemical Reviews*.-. <https://pubs.acs.org/doi/full/10.1021/cr020731c>.
96. Williams, J. A. 1994. "Wear and wear particles—some fundamentals." *Tribology International*.
97. Winter, M., & Voss, J. 2019. "Advanced battery technology: Materials, concepts, and future trends." *Accounts of Chemical Research*, 52 (12) 3131-3144. .
98. X. Wu, Wenwei Wu, Yongni Li, Feng Li, Sen Liao. 2015. "Synthesis and electrochemical performance of rod-like CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> as an anode material for Na-ion battery." *Materials Letters* 192-195. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0167577X14018060>.
99. Xiaohong Li, Xiaoyan Liu, Lin Li, Cheng Wang, Yanxia Li. 2024 . "CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/Graphene Nanocomposites for Photocatalysis." *Applied Surface Science* 11716-11729.

100. Xiaoyan Lu, et al. 2019. "RESOURCE REVIEW." *Journal of the Medical Library Association JMLA* 107(2) (Journal of the Medical Library Association JMLA 107(2) ResearchGate, 10115) 284-285.
101. Xinga. 2021. "Advanced electrode materials for supercapacitors: A review." *Nano Energy* 88, 106292.
102. Y. Chen, et al. 2021. "Energy Density and Cycle Life Trade-Offs in Lithium-Ion Batteries for Electric Vehicles." *ACS Energy Letters*.
103. Y. Guo, Y. Chen, X. Hu, Y. Yao, Z. Li. 2021. "Tween modified CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles with enhanced supercapacitor performance." *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.* (631) 127676.
104. Y. Wang, Y. Li, H. Geng, Y. Zhang, and L. Xie. 2011. "Facile synthesis of CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/reduced graphene oxide composites for high performance supercapacitors ." *Electrochimica Acta*, vol. 56, no. 14, pp. 5211-5217.
105. Y. Zhu, S. Wang, S. Liu, Y. Wu, and W. Teng. 2013. "CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>@C core-shell nanostructures for high performance supercapacitors." *Electrochimica Acta*, vol. 102, pp. 743-749.
106. Y.P. Pang, X.B. Zhang, M.G. Zhou, C.H. Tang. 2020. "A Review of CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>-Based Electrode Materials for Supercapacitors." *Energies* 3392 .
107. Yan Guo a, Yifang Chen b, Xiaoxi Hu b, Yuan Yao b, Zhuang Li. 2021. "Tween modified CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles with enhanced supercapacitor performance." *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 127676. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0927775721015454>.
108. Yifan Wang, Lin Zhang, Haoqing Hou, Wenhui Xu, Gaigai Duan, Shuijian He, Kunming Liu & Shaohua Jiang. 2020. "Recent progress in carbon-based materials for supercapacitor electrodes: a review." *Journal of Materials Science* 173–200.
109. Yu, J. G., Sun, L., & Chen, C. 2014. "Shape control and surface modification of nanocrystals." *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 14(1) 1-37.
110. Zhang, Y. 2003. "Synthesis of nanocrystals by hydrothermal and solvothermal techniques." *Advances in Colloid and Interface Science*, 95(1) 1-36.
111. Zhao, Y., & Burke, A. F. 2021. "A critical review of electrode materials for electrochemical supercapacitors." *Journal of Materials Chemistry* 22778-23007.

## ÖZGEÇMİŞ

Dana FARIS, Lisans eğitimini Karabük Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde 2017 yılında başlayıp 2021 yılında iyi derece ile tamamladı. 2021-2022 Güz döneminde Karabük Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde yüksek lisans eğitimine başladı.

Çevre, bilgi güvenliği, kalite yönetimi ve iş sağlığı ve güvenliği alanlarında uzmanlaşmak için ISO 14001 Çevre Yönetim Sistemi (2015), ISO 27001 Bilgi Güvenliği Yönetim Sistemi (2013), ISO 9001 Kalite Yönetim Sistemi (2015) ve OHSAS 45001 İş Sağlığı ve Güvenliği Yönetim Sistemi (2018) sertifikalarını aldı.