



**SÜPERKAPASİTÖRLER İÇİN  $MgFe_2O_4$  VE  
GRAFEN KATKILI HİBRİT NANO  
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE  
ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN  
İNCELENMESİ**

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

**Muwafaq MASHRAH**

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

**SÜPERKAPASİTÖRLER İÇİN MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> VE GRAFEN KATKILI HİBRİT  
NANO KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE ELEKTROKİMYASAL  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Muwafaq MASHRAH**

**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**

Muwafaq MASHRAH tarafından hazırlanan “SÜPERKAPASİTÖRLER İÇİN  $MgFe_2O_4$  VE GRAFEN 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

<u>Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)</u>	<u>İmzası</u>
Başkan : Doç. Dr. Safa POLAT (KBÜ)	.....
Üye : Dr. Öğr. Üyesi Yasin AKGÜL (SHMY)	.....
Üye : Doç. Dr. Yüksel AKINAY (YYU)	.....

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.”*

Muwafaq MASHRAH

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

# SÜPERKAPASİTÖRLER İÇİN $MgFe_2O_4$ VE GRAFEN KATKILI HİBRİT NANO KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Muwafaq MASHRAH

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Doç. Dr. Safa POLAT

Mayıs 2024, 68 sayfa

Süperkapasitörler, enerji depolama sistemlerinde önemli bir yere sahip yüksek kapasiteli cihazlar olarak bilinmektedir. Yüksek güç yoğunlukları, uzun çevrim ömürleri ve hızlı şarj-deşarj yetenekleri sebebiyle son zamanlarda enerji depolama teknolojisinde büyük ilgi görmüşlerdir. Süperkapasitörler, elektrik enerjisi depolayabilmek için elektrokimyasal çift tabaka ve pseudokapasitans mekanizmalarını kullanır. Bu nedenle, yenilenebilir enerji sistemleri, taşınabilir elektronik cihazlar ve elektrikli araçlar gibi alanlarda yaygın bir şekilde kullanılmaları hedeflenmektedir. Bu cihazların elektrokimyasal performansını artırmak için hibrit elektrot malzemelerinin, özellikle karbon bazlı malzemeler, metal oksitler ve iletken polimerlerin kullanımı umut verici olarak değerlendirilmektedir. Bu tez çalışmasında, süperkapasitörlerde elektrot malzemesi olarak kullanmak üzere grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  üretilmesi amaçlanmıştır. Üretimler hidrotermal yöntem ile nikel köpük yüzeyinde

gerçekleştirilmiştir. Elde edilen ürünlerin öncelikle XRD, FTIR, XPS, SEM ve TEM ile karakterizasyonları daha sonra CV, GCD ve EIS ile elektrokimyasal performansları değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre en grafen nano plakalarının  $MgFe_2O_4$  ile birlikte nikel köpük yüzeyinde başarılı bir şekilde tutunarak sentezlendiği gözlenmiştir. Elektrokimyasal olarak ise en yüksek performansın grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  elektrotunda  $1 \text{ mA/cm}^2$  akım yoğunluğunda  $828 \text{ mF/cm}^2$  olarak elde edilirken, enerji ve güç yoğunlukları ise sırasıyla  $28.7 \text{ mWh/cm}^2$  ve  $200 \text{ mW/cm}^2$  olarak elde edilmiştir. Bu elektrotun çevrim ömrü performansı ise 1500 döngü sonrası %136 olduğu gözlenmiştir. Bu sonuçlar grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  elektrotun literatürdekilere kıyasla oldukça yüksek performans sergilediğini ve bu sebeple süperkapasitöre dönüştürülme umudu vadettiğini ortaya koymuştur.

**Anahtar Sözcükler :**  $MgF_2O_4$ , Grafen, Elektrokimyasal özellikler, Süperkapasitör.

**Bilim Kodu** : 91514, 91520

## **ABSTRACT**

**M. Sc. Thesis**

### **FABRICATION OF MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AND GRAPHENE DOPED HYBRID NANO COMPOSITES FOR SUPERCAPACITORS AND INVESTIGATION OF THEIR ELECTROCHEMICAL PROPERTIES**

**Muwafaq MASHRAH**

**Karabük University**

**Institute of Graduate Programs**

**Department of Metallurgy and Materials Engineering**

**Thesis Advisor:**

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

**May 2024, 68 pages**

Supercapacitors are known as high-capacity devices that hold a significant place in energy storage systems. Due to their high-power densities, long cycle lives, and fast charge-discharge capabilities, they have recently garnered substantial interest in energy storage technology. Supercapacitors store electrical energy through electrochemical double-layer and pseudocapacitance mechanisms. Therefore, they are targeted for widespread use in areas such as renewable energy systems, portable electronic devices, and electric vehicles. To enhance the electrochemical performance of these devices, the use of hybrid electrode materials, particularly carbon-based materials, metal oxides, and conductive polymers, is considered promising. In this thesis, the aim was to produce graphene-doped MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> for use as electrode material in supercapacitors. The production was carried out on nickel foam substrates via the hydrothermal method. The obtained products were first characterized using XRD,

FTIR, XPS, SEM, and TEM, and then their electrochemical performances were evaluated using CV, GCD, and EIS. According to the results, it was observed that graphene nanoplatelets were successfully synthesized and adhered to the MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> on the nickel foam surface. Electrochemically, the highest performance was achieved with the graphene-doped MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> electrode, showing a capacitance of 828 mF/cm<sup>2</sup> at a current density of 1 mA/cm<sup>2</sup>, with energy and power densities of 28.7 mWh/cm<sup>2</sup> and 200 mW/cm<sup>2</sup>, respectively. The cycle life performance of this electrode was observed to be 136% after 1500 cycles. These results indicate that the graphene-doped MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> electrode demonstrates significantly high performance compared to those in the literature, thereby offering promising potential for conversion into a supercapacitor. In this research, it is aimed to produce doped MgF<sub>2</sub>O<sub>4</sub> on the surface of nickel foam as an electrode material for use in supercapacitors. Characterization tests of the produced electrode were successfully carried out with XRD, FTIR, XPS, SEM and TEM techniques. Additionally, cyclic voltammetry (CV), galvanostatic charge-discharge (GCD) and electrochemical impedance spectrometry (EIS) were performed using a three-electrode system to evaluate the electrochemical properties. The presence of GNPs and MFO molecules at nanoscale was successfully confirmed by characterization analyses. Furthermore, according to the results obtained from electrochemical analyses, the largest specific capacitance (Cs) value was 828 mF/cm<sup>2</sup> at 1 mA current. Furthermore, the energy density was calculated as 28.7 mWh/cm<sup>2</sup> and the power density was calculated as 200 mW/cm<sup>2</sup>. At the same time, the stability and durability were 136% after 1500 cycles at 4 mA, which is clearly superior to other studies. Thus, we have presented a useful and noteworthy study for supercapacitors in the literature.

**Keywords** : MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Grafen, Elektrokimyasal özellikler, Süperkapasitör.

**Science Code** : 91514, 9152



## TEŐEKKÜR

Bu tez alıőmasının planlanması, araőtırılması, yürütölmesi ve tamamlanmasında bilgi ve tecrübeleriyle bana rehberlik eden, ilgi ve desteęini hiçbir zaman esirgemeyen danıőmanım Do. Dr. Safa POLAT'a en derin teőekkürlerimi sunarım.

Araőtırma sürecinde sevgileri, duaları ve sürekli desteęiyle yanımda olan aileme sonsuz teőekkürlerimi sunuyorum. Eęitim kariyerim boyunca bana inanan, her zaman yanımda olan ve geleceęimi hazırlama konusundaki fedakarlıklarıyla beni destekleyen sevgili babam Ahmed Huseein Mashrah ayrıca teőekkür ederim.

Karabük Üniversitesi Demir elik Enstitüsü Malzeme Araőtırma ve Geliőtirme Merkezi'nin (MARGEM) laboratuvar olanaklarını kullanmamı saęlayan tüm personele de teőekkür ederim.

Bu tez alıőması Karabük Üniversitesi Bilimsel Araőtırma Projeleri koordinatörlüęü tarafından "KBÜBAP-21-ABP-047" numaralı proje ile desteklenmiőtir. Bu desteklerinden dolayı teőekkür ederiz.

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL .....	ii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT .....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER .....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	xiv
BÖLÜM 1 .....	1
GİRİŞ .....	1
BÖLÜM 2 .....	5
LİTERATÜR ARAŞTIRMASI .....	5
BÖLÜM 3 .....	12
ENERJİ DEPOLAMA SİSTEMLERİ .....	12
3.1. ENERJİ DEPOLAMA SİSTEMLERİ .....	12
3.2. SÜPERKAPASİTÖRLER.....	14
3.3. SÜPERKAPASİTÖR ÇEŞİTLERİ (ÇALIŞMA PRENSİPLERİ).....	19
3.2.1. Elektrikli Çift Katmanlı Kapasitörler .....	19
3.2.2. Psödokapasitörler.....	20
3.2.3. Hibrit Kapasitörler .....	22
3.4. SÜPERKAPASİTÖR MALZEMELERİ .....	23
3.4.1. Karbon Bazlı Süperkapasitörler.....	23
3.4.1. Metal Oksit Bazlı Süperkapasitörler.....	28

3.5. ELEKTROT MALZEMESİ OLARAK KULLANILAN METAL OKSİTLERİN PERFORMANSINI ETKİLEYEN FAKTÖRLER.....	30
3.5.1. Kristallik .....	30
3.5.2. Spesifik Yüzey Alanı.....	31
3.5.3. Morfoloji.....	32
3.5.4. İletkenlik .....	32
3.5.5. Kütle Yüklemeşi .....	33
3.6. SÜPERKAPASİTÖRLERİN ELEKTROKİMYASAL KARAKTERİZASYON TEKNİKLERİ .....	33
3.6.1. Döngüsel Voltametri (CV) .....	33
3.6.1. Galvanostatik Şarj/Dejarj Döngüsü (GCD).....	35
3.6.2. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS).....	36
3.7. SÜPERKAPASİTÖRLERDE KULLANILAN ELEKTROLİT ÇEŞİTLERİ.....	38
3.7.1. Sulu Elektrolitler.....	39
3.7.2. Organik elektrolitler .....	40
3.7.3. Jel Elektrolitler.....	41
3.8. SÜPERKAPASİTÖR MALZEMELERİNİN SENTEZ YÖNTEMLERİ .....	42
3.8.1. Hidrotermal Yöntem.....	42
3.8.2. Sol-Jel Yöntemi .....	43
3.8.3. Solvotermal Yöntem.....	43
3.8.4. Şablonlama Yöntemi .....	44
3.8.5. Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) Yöntemi .....	44
3.8.6. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) Yöntemi .....	45
<b>BÖLÜM 4 .....</b>	<b>46</b>
<b>DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....</b>	<b>46</b>
4.1. KULLANILAN MALZEMELER.....	46
4.2. GRAFEN KATKILI MgFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> SENTEZİ .....	46
4.3. MALZEME KARAKTERİZASYONU.....	47

	<u>Sayfa</u>
4.4. ELEKTROKİMYASAL ÖLÇÜMLER.....	48
BÖLÜM 5 .....	50
ANALİZ SONUÇLARI.....	50
5.1. MALZEME KARAKTERİZASYON SONUÇLARI.....	50
5.1.1. XRD Analiz Sonuçları.....	50
5.1.2. FTIR Analiz Sonuçları.....	51
5.1.3. XPS Analiz Sonuçları .....	52
5.1.4. SEM ve TEM Analiz Görüntüleri .....	53
5.2. ELEKTROKİMYASAL ÖLÇÜM SONUÇLARI .....	55
5.2.1. CV ve GCD Ölçüm Sonuçları .....	55
5.2.2. Empedans ve Çevrim Ömrü Ölçüm Sonuçları .....	57
BÖLÜM 6 .....	60
SONUÇLAR .....	60
KAYNAKLAR .....	61
ÖZGEÇMİŞ .....	68

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa

Şekil 3.1. Enerji depolama sistemlerin sınıflandırılması (TAŞKESEN, ALAHMAD ve BİLEN 2024).....	14
Şekil 3.2. Süperkapasitörlerin gelişiminin zaman göstergesi.....	16
Şekil 3.3. Enerji depolama mekanizmaları için Ragone grafiği (Adedoja, Sadiku, and Hamam 2023a).....	17
Şekil 3.4. Elektrikli çift katmanlı kapasitörler, Sözde kapasitörler, Hibrit süper kapasitörler (Czagany et al. 2024b). ....	18
Şekil 3. 5. Süperkapasitörün sınıflandırılması (Czagany et al. 2024).....	19
Şekil 3.6. Karabon bazlı süperkapasitörler (Olabi et al. 2023a). ....	24
Şekil 3.7. CNT'lerin grafiksel gösterimi (Olabi et al. 2023). ....	27
Şekil 3.8. Farklı yük depolama mekanizmalarının şematik döngüsel voltamogramları (Lv et al. 2020).....	35
Şekil 3.9. Nyquist grafiği ve spesifik direnç ve kapasitif bölgeleri (ÜNALAN 2017)....	38
Şekil 4.1. Nikal köpük üzerinde $MgFe_2O_4$ ve gerefen sentezi. ....	47
Şekil 4.2. Üzerinde gerçekleşen sentez işlemleri .....	48
Şekil 5.1. XRD Sonuçları.....	51
Şekil 5. 2. FTIR Analiz sonuçları.....	52
Şekil 5. 3 XPS Analiz sonuçları.....	53
Şekil 5.4. a ve b) SEM ve c) TEM Analiz görüntüleri.....	54
Şekil 5. 5. a) CV ölçümü ve b) şarj transfer mekanizması.....	56

## ÇİZELGELER DİZİNİ

### Sayfa

Çizelge 3.1. Farklı enerji depolama cihazlarının karşılaştırılması (Czagany et al. 2024a)	18
---	----

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

### SİMGELER

A	: Amper
Ni	: Nickel
mA	: Miliamper
$\mu\text{m}$	: Mikrometre
g	: Gram
mg	: Milligram
$\text{cm}^3$	: Santimetre küp
L	: Litre
$^{\circ}\text{C}$	: Celsius derece
K	: Kelvin
s	: Saniye
Fe	: Demir
$\text{MgCl}_2$	: Magnezyum klorür
KCl	: Potasyum klorür
mF	: Mili Farad

## KISALTMALAR

EIS	: Elektrokimyasal empedans spektroskopisi
Cs	: Spesifik kapasitans
SCs	: Süperkapasitörler
ESD	: Enerji depolama sistemleri
mAh	: Mili Amper Saat
F/g	: Farad/gram
mF/cm <sup>2</sup>	: Mili Farad Santimetrekare
mWh/cm <sup>2</sup>	: Mili Watt Saat Santimetrekare
mW/cm <sup>2</sup>	: Mili Watt Santimetrekare
XRD	: X-ışını kırınımı
FTIR	: Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi
XPS	: X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
CV	: Çevrimli Voltametri
GCD	: Galvanostatik Şarj-Deşarj
EIS	: Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi
GNPs	: Grafen nano plakalar
mF	: Milli Farad
MnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	: Manganez Ferrit
g-C <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	: Grafitik Karbon Nitrür



## BÖLÜM 1

### GİRİŞ

Küresel ısınma ve fosil enerji kaynaklarının tükenmesi, yeni enerji materyallerinin yaratılması ve kullanılması sorununu acil bir konuma getirmiştir. Güneş, rüzgar ve gelgit gibi yenilenebilir kaynaklar iyi bir potansiyel taşımalarına rağmen, zaman ve mekândaki kısıtlamaları vardır. Bu neden, sürekli ve istikrarlı bir şekilde termal enerji üretimi sağlama amacını güden elektrik ihtiyacı dikkati çekmektedir. Elektrikli araçlar, elektronik cihazlar ve enstrümantasyondaki olağanüstü gelişme nedeniyle çok yakın bir gelecekte ulaşım konusunda fark yaratacaktır. Bu, dünya otomotiv endüstrisi için önemli bir değişim sunacak ve düşük karbonlu ekonomik büyüme bakımından mutlak sonuç olacaktır. Bu amaç doğrultusunda, yüksek enerji yoğunluğu, uzun ömrü ve güvenli performansı garanti eden verimli enerji depolama sistemlerinin oluşturulmasıdır. Bununla birlikte, giderek daha fazla kuvvette kullandığımız bu teknoloji türlerinden biri olan endüstriyel ve askeri iletişim sektörleri gibi yüksek performanslı depolama birimleri için ortada artan bir talep bulunmaktadır (Liu et al. 2022).

Genellikle piller, yakıt hücreleri ve süper kapasitörler depolama teknolojileri olarak iki kategoriye ayrılabilir. Piller gibi dolaysız depolama teknolojileri, elektrotlar arasındaki Faradaik redoks reaksiyonları aracılığıyla elektrik enerjisini kimyasal potansiyel enerji olarak depolar. Depolama reaksiyonları genellikle elektrot redoks süreçleridir ve bu süreçler, elektrot malzemesinin oksidasyonu veya başka tür kimyasal değişiklikler şeklinde gerçekleşir. Diğer taraftan baktığımızda, süper kapasitörler doğrudan depolama prensibine dayanır ve yükler negatif ve pozitif elektrotlar üzerinde elektrostatik olarak depolanır. Süper kapasitörlerin avantajı, yüksek enerji yoğunluğu ve hızlı enerji değişimi sağlayan potansiyelidir. Ancak, mevcut süper kapasitör teknolojilerinde hala sınırlı bir çevrim ömrü bulunmaktadır. Bu durum, özellikle elektrot malzemelerindeki geri dönüşü

olmayan faz deęişiklikleri nedeniyle ortaya çıkar. Yine de süperkapasitörler hızlı enerji deęişimi gerektiren uygulamalarda, özellikle elektrikli araçlarda rejeneratif frenleme ve hızlı hızlanma gibi avantajlar sunarlar. Gelecekteki enerji depolama teknolojileri, yüksek enerji yoğunluğu ile yüksek güç yoğunluğunu aynı anda sağlayabilme kapasitesini amaçlamaktadır (Worsley, Margadonna, and Bertocello 2022).

Çevre dostu enerji çözümleri sunan süper kapasitörler, kullanım süreklilięi için güvenlik ve bakım kolaylığı sağlayan önemli bir teknoloji cihazıdır. Kirlilik içermeyen üretimleri ve demontajları, çevresel etkilerin azalmasını yardımcı oluyor. Geniş sıcaklık aralığı (-40 C ila 70 C), ve ayna şekilde yüksek şarj-deşarj verimlilięi çeşitli uygulama alanları için uygunluęunu genişletir. Ayrıca, iç direncinin düşüklüğü, yüksek enerji transfer hızı sağlar ve enerji yönetimini basitleştirir. Algılama ve kontrol kolaylığından dolayı, enerji seviyeleri kolaylıkla izlenebilir ve yönetilebilir. Süper kapasitörlerin, bu özellikleri hem bilimsel hem de pratik açıdan yüksek öneme sahip olduğunu kanıtlamıştır (Ran, ve dięerleri 2024).

Süper kapasitörler, şarj depolama mekanizmasına göre elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörler (EDLC'ler) ve psödokapasitörler olarak iki kategoriye ayrılır. Yapılan çalışmalar, son zamanlarda hem psödokapasitörlerin hem de EDLC malzemelerinin özelliklerini içeren hibrit malzemelerin hem çevrim ömrü hem de özgül kapasite açısından daha etkili olduğunu ortaya koymuştur. EDLC'lerde, elektrolit ve elektrot arasındaki arayüzde yük birikimi gerçekleşirken, psödokapasitörlerde Faradaik mekanizmalarıyla yük depolanır. Bu malzemeler arasında metaller, metal oksitler ve organik polimerler yer alır. Yüksek özgül yüzey alanına sahip olan karbon temelli malzemeler genellikle EDLC'lerde kullanılır. Bu malzemeler, yüksek yüzey alanları, işlenebilirlikleri, düşük maliyetleri ve kontrol edilebilir gözenek yapıları nedeniyle öne çıkar. Aktif karbon levhaları, karbon nanotüpleri, gözenekli karbonlar, karbon fiberler, grafen ve grafen oksitler gibi çeşitli karbon malzemeleri EDLC'ler için yoğun bir şekilde incelenmiştir. Psödokapasitif malzemelerdeki yük depolama mekanizması, yüksek performanslı süper kapasitörlerin geliştirilmesine ışık tutar ve stratejileri yönlendirir. Yüksek güç ve enerji yoğunluklarının elde edilmesi için yüksek özgül yüzey alanı, yüksek elektronik iletkenlik

ve hızlı katyon interkalasyon/de-interkalasyon prosesleri önemlidir. Karbon bazlı EDLC'lerde depolama mekanizması elektrostatik kuvvetlerle gerçekleşirken, psödokapasitörlerde ise yük depolama mekanizması hızlı Faradaik redoks reaksiyonlarıyla gerçekleşir. (Veeresh, ve diğerleri 2023).

Farklı türde iletken karbon malzemeleri, özellikle grafen, süper kapasitörlerde (SK) yaygın olarak tercih edilen elektrot malzemeleridir. Grafenin yüksek elektrik iletkenliği, son derece ince gözenekli yapısı, geniş teorik spesifik yüzey alanı ve sağlam termal ile mekanik stabilitesi, bu tercihi destekler niteliktedir. Ancak, grafenin tek başına SK'lerde kullanılması, yeniden istiflenme eğilimi ve düşük paketleme yoğunluğu gibi sorunlar nedeniyle uygun değildir. Bu nedenle, grafenin olumlu fiziksel özelliklerinden tam olarak yararlanmak için, aktif karbon (AK) gibi malzemelerle kompozit elektrotlar geliştirme çabaları devam etmektedir. Bu kompozit elektrotlar, yüksek performanslı SK'lerin tasarımında önemli bir rol oynamaktadır. Karbon bazlı elektrotlara dayalı SK'lerde enerji performansının geliştirilmesi, metal oksitlerin kullanılmasıyla sağlanabilir. Metal oksitler, daha zengin bir faradik redoks reaksiyonu sunarak SK'lerin enerji yoğunluğunun artmasına olanak tanır. Bu bağlamda, çeşitli metal oksitler arasında Magnezyum Ferrit ( $MgFe_2O_4$ ), çevre dostu üretimi, seri ölçekte üretim imkanı, güçlü redoks kimyası ve yüksek teorik kapasitansıyla öne çıkan bir malzeme olarak SK araştırmalarında özel bir ilgi görmektedir(Mandal et al. 2023a).

Bu malzemelerin yük depolama mekanizmaları genellikle psödokapasitansa dayanır. Örneğin,  $RuO_2$  yüksek kapasitansa sahip olmasına rağmen yüksek maliyeti ticari kullanım için ciddi bir engeldir. Ayrıca, NiO, Co, In, Fe gibi çeşitli materyaller literatürde incelenen diğer malzemeler arasında yer almaktadır. Ek olarak,  $MnO_2$ ,  $MgFeO_4$ ,  $V_2O_5$ ,  $MoO_3$ ,  $CuFeO_4$ ,  $NiCo_2O_4$  ve  $Pr_6O_{11}$  gibi çeşitli metal oksitleri ile iletken polimerler de araştırılan bir malzeme sınıfını oluşturur. Mükemmel elektrokimyasal özelliklere sahip bu malzemeler, düşük maliyetleri nedeniyle büyük ilgi görmektedir (Veeresh, ve diğerleri 2023).

Bu tez çalışmasında, grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  malzemesinin elektrokimyasal özelliklerini değerlendirilmiştir. Hidrotermal yöntemle doğrudan nikel köpük yüzeyi üzerinde elektrot hazırlığı yapılmıştır. Hazırlanan elektrodun hem karakterizasyonu hem de elektrokimyasal performansını ayrı ayrı incelenmiştir. Karakterizasyon işlemleri XRD, FTIR, XPS, SEM ve TEM analizleri ile gerçekleştirilmiştir. Elektrokimyasal özelliklerini değerlendirmek için de döngüsel voltametri (CV), galvanostatik şarj-deşarj (GCD) ve elektro kimyasal empedans spektrometrisi (EIS) kullanılmıştır. Elde ettiğimiz karakterizasyon sonuçlarında,  $MgFe_2O_4$ 'ün gözenekli bir yapıda grafenle birlikte başarılı bir şekilde sentezlendiğini gözlenmiştir. Ayrıca elektrokimyasal ölçümlerden elde edilen sonuçlara göre, en yüksek spesifik kapasitans (Cs) değerinin  $1 \text{ mA/cm}^2$  akım yoğunluğunda  $828 \text{ mF/cm}^2$  olduğu gözlenmiştir. Aynı zamanda 1500 çevrim sonrası kararlılığının da %136 olduğu anlaşılmıştır. Bu çalışma literatürdeki saf  $MgFe_2O_4$ 'ten yaklaşık %242,  $MgFe_2O_4$ /GNP'lerden ise %95 daha yüksek olduğu sonucuna varılmıştır. Bunun da  $MgFe_2O_4$ /GNP kompozitlerinin uygulamalarda potansiyeli ve enerji depolama cihazlarındaki önemini ortaya koymaktadır.

## BÖLÜM 2

### LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Süperkapasitörlerde iyi seçilmiş elektrot malzemesi, performans açısından kritik öneme sahiptir. Genellikle geniş spesifik yüzey alanı, yüksek elektrokimyasal iyon değişim kapasitesi ve büyük gözenek çapı ve hacmi sağlamak amacıyla ikili metal oksitler tercih edilmektedir. Bu çalışmada, Santosh J. Uke ve arkadaşları, süperkapasitörler için yüksek enerji yoğunluğu, büyük spesifik kapasitans ve döngüsel stabilite gösteren bir elektrot malzemesi sentezlemeyi hedeflemiştir.  $MgFe_2O_4$ , çeşitli konsantrasyonlarda (%0, 2, 3 ve 4 ağırlık) çinko katkılı olarak sentezlenmiş ve sol-jel sitrat yöntemi ile nanokristalleri elde edilmiştir. %2 ağırlıkça Zn katkılı  $MgFe_2O_4$  nanokristalleri en yüksek spesifik kapasitans (484,6 F/g) ve 10,8 Wh/kg enerji yoğunluğu sağlamıştır. Spesifik enerji ve güç değerleri sırasıyla ~9 Wh/kg ve 2 kW/kg olarak bulunmuştur. Empedans analizinde, %2 Zn katkılı  $MgFe_2O_4$ 'ün toplu direnç değeri ~1,2  $\Omega$  ve yük aktarım direnci ~3,2  $\Omega$  olarak tespit edilmiştir. Bu, elektrotun interkalasyon ve de-interkalasyon için düşük direnç sağladığını göstermektedir. Sonuçlar, Zn katkılı  $MgFe_2O_4$  nanokristallerinin süperkapasitörler için yüksek performanslı bir elektrot malzemesi olabileceğini kanıtlamaktadır (Uke et al. 2020).

Milena P. ve meslektaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada, Ni-Mg ferritleri ve  $NiMn_2O_4$ 'ün elektrokimyasal enerji depolama potansiyeli incelenmiştir. Nikel köpük, gözeneklilik, iletkenlik, ucuzluk ve geniş spesifik yüzey alanı özellikleri nedeniyle akım toplayıcı ve substrat malzeme olarak tercih edilmiştir.  $NiMn_2O_4$  için 6 M KOH'da 172 F/g (2 mV/s'de) ve  $MgFe_2O_4$  için 242 F/g (2 mV/s'de) kapasitans elde edilmiştir. Bu malzemeler, sol-jel otomatik yanma işlemleriyle sentezlenmiş ve hem nikel köpük hem de düzlemsel elektrotlar üzerinde test edilmiştir. Aktif malzemelerin kapasitansını ölçmek için GCE ve platin elektrotlar kullanılmış, nikel olmayan substratlar kullanıldığında ise

hem  $MgFe_2O_4$  hem de  $NiMn_2O_4$ 'ün kapasitansının azaldığı gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar, Ni-Mg ferritleri ve  $NiMn_2O_4$ 'ün nikel köpük üzerinde umut verici kapasitans değerlerine sahip olduğunu ve elektrokimyasal enerji depolama uygulamaları için uygun olduğunu göstermektedir (Dojčinović, Stojković Simatović, and Nikolić 2024).

Xin Tao ve ekibi tarafından esnek süperkapasitörler için nitrojen katkılı gözenekli MXene ( $Ti_3C_2$ ) malzemesinin depolama performansı incelenmiştir. Negatif yüklü MXene nano tabakalarının pozitif yüklü MF mikroküreleri ile elektrostatik birleşimi sonucu MXene@MF kompozitleri oluşturulmuş ve tavlama işlemi ile 3D gözenekli N-MXene'ler üretilmiştir. Elektron spinleme yöntemi ile sentezlenen N-MXene-F elektrotları, XRD ve TEM analizleri ile karakterize edilmiştir. Nitrojen katkısının MXene'nin kapasitans özelliklerini artırdığı, elektrokimyasal testlerde yüksek kapasitans (71 F/g), alansal kapasitans (54 F/cm<sup>2</sup>), güç yoğunluğu (1080 W/kg) ve enerji yoğunluğu (12.78 Wh/kg) sergilediği ve 5000 döngü boyunca stabil performans gösterdiği belirlenmiştir. Bu sonuçlar, nitrojen katkılı gözenekli MXene malzemelerinin esnek süperkapasitör teknolojilerinde önemli bir rol oynayabileceğini göstermektedir (Tao et al. 2022).

Bir diğer çalışmada ise cevher kaynaklarından yüksek kapasiteli süperkapasitör elektrotlarının üretimi amaçlanmıştır. Safa ve arkadaşları tarafından kalkopiritten en yüksek bakır ve demir içeriği belirlenmiştir. HCl, HNO<sub>3</sub> ve H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> konsantrasyonları kullanılarak hipotezler oluşturulmuş ve metal oksit sentezi nikel köpük yüzeyinde hidrotermal yöntemle gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen karnabahar desenli  $CuFe_2O_4$ 'nin duvar kalınlığı yaklaşık 23 nm olarak ölçülmüş ve elektrot, 2 mA/cm<sup>2</sup> akım yoğunluğunda 525 mF/cm<sup>2</sup> spesifik kapasite, 8,9 mWh/cm<sup>2</sup> enerji ve 233 mW/cm<sup>2</sup> güç yoğunluğu göstermiştir. 1350 döngü sonrası orijinal kapasitesinin %109'unda performans sergilemiştir. Bu sonuçlar, cevher tabanlı süperkapasitör elektrotlarının enerji depolama çözümleri için önemli bir potansiyele sahip olduğunu ortaya koymaktadır (Mbebou, Polat, and Zengin 2023).

Yang-Ming Lu ve ekibi  $\beta$ -Ni(OH)<sub>2</sub> /CVD-Grafen/3D-Nikel Köpük yüzeyinde süperkapasitör elektrot malzemesi geliştirmiştir. Grafen katmanının eklenmesiyle

kapasitans özelliklerinin önemli ölçüde artırıldığı gösterilmiştir. Elektrot, nikel köpük substratlar üzerine LPCVD yöntemi ile grafen filmleri büyütülerek ve hidrotermal sentez yöntemi ile  $\beta$ -Ni(OH)<sub>2</sub> nanoyapıları eklenerek hazırlanmıştır. Malzeme, 1 A/g ve 3 A/g akım yoğunluklarında sırasıyla 2015 F/g ve 1218,9 F/g kapasitans değerlerine ulaşmış, bu değerler grafen eklenmemiş yapının 2,62 katıdır. Ayrıca, 20 A/g akım yoğunluğunda 1000 döngü sonrası kapasitans değerinin %99,2'sinin korunduğu bulunmuştur. Bu sonuçlar,  $\beta$ -Ni(OH)<sub>2</sub> /CVD-Grafen/3D-Nikel Köpük malzemesinin süperkapasitörlerde ve enerji depolama bileşenlerinde önemli bir potansiyele sahip olduğunu göstermektedir (Lu and Hong 2023).

Beşir Muhammed El Maswari ve ekibi, BiFeO<sub>3</sub> perovskit türünden ilham alarak 15 nanometre boyutunda gözenekli nitrojen katkılı karbon MgBiFeO<sub>3</sub> nanomanyetik kompozit (MBFO-NC) elektrotunu üretmiştir. Elektrot, 800°C'de polimerik yöntemle sentezlenmiş ve perovskit yapıların elektriksel, manyetik ve optik özelliklerini bir araya getirmiştir. BET analizleri MBFO-NC'nin 415 m<sup>2</sup>/g yüzey alanına sahip olduğunu göstermiş, XRD, XPS, FTIR, SEM ve TEM ile detaylı karakterizasyon yapılmıştır. H<sub>2</sub>-TPR analizi, Mg<sup>2+</sup> katkısının oksijen boşluklarını azalttığını doğrulamıştır. Elektrot, 5 M KOH elektroliti içinde 30 mV/s hızında 2079,44 F/g, 5 A/g akım yoğunluğunda ise 2159,88 F/g kapasitans göstermiştir. Saf BiFeO<sub>3</sub>'e kıyasla 3,4 kat daha yüksek kapasitansa sahip olup, 5284,83 W/kg güç yoğunluğu ve 730,04 Wh/kg enerji yoğunluğu sunmuştur. 20.000 döngü boyunca mükemmel stabilite sağlamıştır. MBFO-NC'nin enerji depolama teknolojilerinde önemli bir potansiyeli olduğu belirtilmiştir (Al-Maswari et al. 2023).

FeV-WO<sub>3</sub>@gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub> elektrot malzemesinin süperkapasitörler için geliştirilmesi, Sajida Parveen ve arkadaşları tarafından bu çalışmada amaçlanmıştır. FeV-WO<sub>3</sub> çökeltme yöntemiyle sentezlenmiş, ardından gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ultrasonikasyon tekniğiyle üretilmiştir. Elektrot malzemesinin elektrokimyasal performansı döngüsel voltametri (CV), galvanik şarj/deşarj (GCD) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ile detaylı olarak incelenmiştir. gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün elektriksel iletkenliği artırarak ve yüzey alanını genişleterek elektrokimyasal performansı iyileştirdiği kanıtlanmıştır. FeV-WO<sub>3</sub>@gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub> elektrotu, FeV-WO<sub>3</sub>'ün 422,76 F/g ve FeV-WO<sub>3</sub>'ün 669,76 F/g spesifik kapasitans değerlerine

karşılık 1033,68 F/g spesifik kapasitans sunmuştur. Ayrıca, FeV-WO<sub>3</sub>@gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün yüksek depolama kapasitesine, en uzun deşarj süresine (867 sn) ve 2000 döngü boyunca başarılı stabiliteye sahip olduğu belirtilmiştir. EIS ölçümleri, FeV-WO<sub>3</sub>@gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub> için eşdeğer seri direnç ve yük transfer değerlerinin sırasıyla 1,82  $\Omega$  ve 0,65  $\Omega$  olduğunu ortaya koymuştur. Bu sonuçlar, FeV-WO<sub>3</sub>@gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün süperkapasitör elektrotu olarak etkili bir seçenek olduğunu göstermektedir (Parveen et al. 2024).

Safa ve Muwafaq, MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (MFO) ile gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (g-CN) birleştirerek elektrokimyasal performansı artırmayı hedeflemişlerdir. g-CN-MFO elektrotları, nikel köpük yüzeyinde hidrotermal yöntemle üretilmiş ve XRD, FTIR, SEM ve TEM analizleri ile karakterize edilmiştir. Elektrokimyasal performans, döngüsel voltametri (CV), galvanostatik şarj-deşarj (GCD) ve elektrokimyasal empedans (EIS) ölçümleriyle değerlendirilmiştir. g-CN-MFO'nun özgül kapasitesi 600 mF/cm<sup>2</sup> olup, MFO'ya göre %152 daha yüksektir. Enerji ve güç yoğunlukları 1 mA akımda sırasıyla 13,3 mWh/cm<sup>2</sup> ve 200 mW/cm<sup>2</sup> olarak hesaplanmıştır. EIS sonuçları, bu performans artışının elektrot yüzeyinde elektrolit iyonlarının daha kolay difüzyonu ile ilişkili olduğunu göstermektedir. Bu sonuçlar, g-CN-MFO'nun süperkapasitörler için umut verici bir anot malzemesi olduğunu ortaya koymaktadır (Polat and Mashrah 2022a)

C. Lefdhil ve arkadaşları tarafından hazırlanan bu çalışmada, süperkapasitör uygulamaları için yüksek performanslı elektrotlar geliştirmek amacıyla çinko borat (Zn<sub>3</sub>B<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) minerallerinden çinko oksit (ZnO) sentezi gerçekleştirilmiştir. Hidroklorik asit (HCl) ile muamele edilen çinko borattan elde edilen çözeltiler, atomik absorpsiyon spektroskopisi (AAS) ile analiz edilmiştir. En yüksek Zn içeriğine sahip çözelti, nikel (Ni) köpük yüzeyinde hidrotermal yöntemle ZnO nano çubukların sentezi için kullanılmıştır. Elde edilen ZnO nano çubukların, 2 mA·cm<sup>-2</sup> akım yoğunluğunda 867 mF·cm<sup>-2</sup> maksimum özgül kapasitans sergilemiş ve 19.3 mWh·cm<sup>-2</sup> enerji yoğunluğu ve 200 mW·cm<sup>-2</sup> güç yoğunluğu göstermiştir. Ancak, 1000 döngü sonrası performansın %66'ya düşmesi, elektrot stabilitesinin iyileştirilmesi gerektiğini ortaya koymuştur (Lefdhil, Polat, and Zengin 2023)



Mandal ve arkadaşları, hidrotermal yöntem kullanarak  $ZnFe_2O_4@$ grafen/aktif karbon üçlü hibrit kompozitinin süperkapasitör elektrotu olarak kullanımını araştırmışlardır. Yapılan çalışmada, aktif karbonun performansının, grafen ve  $ZnFe_2O_4$  ilavesiyle önemli ölçüde arttığı gözlemlenmiştir. Elde edilen kompozit elektrot,  $1 \text{ Ag}^{-1}$  akım yoğunluğunda  $533 \text{ F g}^{-1}$  maksimum kapasitansa ulaşmıştır. Ayrıca, bu kompozit kullanılarak oluşturulan simetrik süperkapasitör cihazı,  $1 \text{ Ag}^{-1}$  akım yoğunluğunda  $156 \text{ F g}^{-1}$  kapasitans,  $5.42 \text{ Wh/kg}$  enerji yoğunluğu ve  $4992 \text{ W/kg}$  güç yoğunluğu sergilemiştir. Cihazın 10.000 döngü boyunca %96 kapasitans koruyarak yüksek döngüsel kararlılık gösterdiği rapor edilmiştir. Bu bulgular,  $ZnFe_2O_4@$ grafen/aktif karbon hibrit kompozitlerinin süperkapasitör uygulamaları için yüksek enerji ve güç yoğunluğu ile birlikte uzun ömürlü performans sergileyebileceğini ortaya koymaktadır (Mandal et al. 2023b)

Safa ve Dana tarafından yürütülen bir çalışmada, süperkapasitörlerde anot malzemesi olarak kullanılmak üzere Ni köpük yüzeyinde  $CuFe_2O_4$ ,  $g-C_3N_4$  ve grafen nanoparçacıkları (GNP) çeşitli kombinasyonlarda sentezlenmiştir. Sentezlenen elektrotlar, XRD, FTIR, XPS, BET, SEM ve TEM analizleriyle kapsamlı bir şekilde karakterize edilmiştir. Elektrokimyasal performans, döngüsel voltametri (CV), galvanostatik şarj-deşarj (GCD) ve elektro kimyasal empedans spektroskopisi (EIS) analizleri ile değerlendirilmiştir. Çalışma sonucunda,  $CuFe_2O_4$ ,  $g-C_3N_4$  ve GNP'lerin nano sünger benzeri bir yapıda başarıyla sentezlendiği tespit edilmiştir. Elektrotun en yüksek spesifik kapasitansı  $2 \text{ mA}$  akım yoğunluğunda  $989 \text{ mF/cm}^2$  olarak ölçülmüş, stabilitesi ise  $16 \text{ mA'de}$  1500 döngüden sonra %70 olarak belirlenmiştir. Enerji ve güç yoğunlukları sırasıyla  $27.8 \text{ mWh/cm}^2$  ve  $300 \text{ mW/cm}^2$  olarak hesaplanmıştır. EIS analizleri, karbon bazlı bileşenlerin elektrotların yük transferi ve difüzyon dirençlerini azaltarak kapasitans değerini artırdığını ortaya koymuştur. Bu bulgular, literatürdeki benzer çalışmalara kıyasla yüksek spesifik kapasitans (Cs) değeri ve düşük stabilite göstermiştir, bu nedenle düşük döngü gerektiren uygulamalarda kullanılabilir (Polat and Faris 2022)

Rashid Khan ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada,  $CuFe_2O_4-Fe_2O_3$  kompozit malzeme, çevre dostu düşük sıcaklıkta çöktürme yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Amaç, yüksek verimli ve kararlı bir süperkapasitör elektrotu elde

etmektedir. Sonuçlar,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3$  kompozitinin  $638.24 \text{ F g}^{-1}$  ile en yüksek spesifik kapasitansı ve 2000 şarj/deşarj döngüsüne kadar mükemmel stabilite gösterdiğini ortaya koymuştur. Elde edilen kapasitans değeri, saf  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$ 'ten 16 kat daha yüksektir. Bu üstün performans,  $\text{Cu}^{2+}$  ve  $\text{Fe}^{3+}$  arasındaki redoks çiftleşmesi için sinerjik etkiye atfedilmektedir (Khan et al. 2017)

Reda S. Salama ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada, portakal kabuklarından elde edilen aktif karbon (AC) üzerine desteklenen magnezyum ferritleri ( $\text{MgFe}_2\text{O}_4$ ), basit bir hidrotermal yöntemle hazırlanmıştır. Karışımlar, FTIR, XRD, TEM, SEM, EDX ve haritalama analizleri ile kapsamlı bir şekilde karakterize edilmiştir.  $\text{MgFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$  kompozitlerinin elektrokimyasal performansı GCD ve CV teknikleriyle değerlendirilmiştir. MF45-AC elektrot malzemesi,  $1.0 \text{ A/g}$  akım yoğunluğunda  $870 \text{ F}\cdot\text{g}^{-1}$  spesifik kapasitans ve  $0\text{-}0.5 \text{ V}$  potansiyel aralığında mükemmel elektrokimyasal özellikler göstermiştir. Ayrıca, elektrotlar, 5000 döngü sonrasında sırasıyla AC, MF ve MF45-AC'nin %89.6, %94.2 ve %95.1 oranında başlangıç kapasitanslarını korumuştur. Bu sonuçlar, MF-AC kompozitlerinin süperkapasitörler için üstün elektrot malzemeleri olarak potansiyelini göstermektedir.

Jiao Li ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, nikel köpüğünün farklı kalınlıklarının elektrot malzemelerinin özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgFe}_2\text{O}_4$  ile birleştirilerek elektrokimyasal performans ve çevrim kararlılığı artırılmıştır. En iyi performansa sahip elektrot, aktif karbon ile birleştirilip asimetrik süperkapasitör oluşturulmuştur. Bu süperkapasitör,  $1 \text{ A/g}$  akım yoğunluğunda  $240 \text{ C/g}$  spesifik kapasite,  $58.75 \text{ Wh/kg}$  enerji yoğunluğu ve  $200.4 \text{ W/kg}$  güç yoğunluğu sunmuştur. Sonuçlar, sıvı toplayıcı seçiminde değerli referanslar sağlamaktadır (Li et al. 2023)

Muwafaq ve Safa tarafından hazırlanan çalışmada,  $\text{MgFe}_2\text{O}_4$ 'ün grafenle güçlendirilerek elektrokimyasal performansının araştırılması amaçlanmıştır. Elektrot, nikel köpük yüzeyinde hidrotermal yöntemle hazırlanmış ve XRD, FTIR, XPS, SEM ve TEM ile karakterize edilmiştir. Elektrokimyasal özellikler CV, GCD ve EIS analizleri ile değerlendirilmiştir. Sonuçlar,  $\text{MgFe}_2\text{O}_4$ 'ün grafen nano plakalr gözenekli bir yapıda

başarıyla sentezlendiğini göstermiştir. En yüksek spesifik kapasitans  $828 \text{ mF/cm}^2$ , enerji yoğunluğu  $28.75 \text{ mWh/cm}^2$  ve güç yoğunluğu  $200 \text{ mW/cm}^2$  olarak ölçülmüştür. Stabilité ise 1500 döngü sonunda %136 olarak gözlemlenmiştir. Grafenin  $\text{MgFe}_2\text{O}_4$ 'ün performansını önemli ölçüde artırdığı tespit edilmiştir (Mashrah and Polat 2023a).

## BÖLÜM 3

### ENERJİ DEPOLAMA SİSTEMLERİ

#### 3.1. ENERJİ DEPOLAMA SİSTEMLERİ

Doğanın sunduğu kaynaklar, dengeli bir şekilde kullanılarak çevre dostu bir yaşam sürdürülebilir. Doğadan alınanların geri kazanılması ve dengeli bir şekilde geri verilmesi prensibi benimsendiğinde, doğal denge korunabilir. Bu şekilde, çevrenin kaynakları tüketilirken, doğanın kendini yenileme ve aynı zamanda yeniden üretme yeteneğine de dikkat edilerek saygı gösterilmiş olur (Şenpınar and Gençoğlu 2006).

Enerji depolama sistemleri, elektrik enerjisinin belirli bir süre boyunca saklanması ve daha sonra geri dönüştürülerek kullanılması amacıyla tasarlanmıştır. Mevcut teknolojilerden biri olarak tanınan akıllı şebeke konseptlerini güçlendirmektedir. Bu sistemler, dalgalanmaları dengeleyerek yenilenebilir enerji kaynaklarının sisteme entegre edilmesini kolaylaştırmaktadır. Diğer yandan, sistem güvenilirliğini artırmanın yanı sıra, yük izleme ve dönüş rezervi gibi önemli işlevler sunarak şebeke performansı iyileştirilmektedir. Enerji sektöründeki bu sistemler, sürdürülebilirlik ve çeşitlendirme hedeflerine katkıda bulunmaktadır. Elektrik şebekesinin yanıt kapasitesini artırarak yönetilebilirlik ve esneklik sağlayan teknoloji, gelecekte enerji sistemlerinin gelişmesine önemli katkılar sunmaktadır (Emeksiz ve Kara 2022).

Geleneksel enerji sorunları ve çevresel tehditler nedeniyle, enerji sektöründe değişime yönelik bir düşünce ve zorunluluk oluşmaktadır. Ancak, yenilenebilir enerji kaynaklarının dalgalı doğası ve karmaşık enerji gereksinimlerini karşılamada zorluklar yaşanmaktadır. Bu sorunu çözebilmek için büyük ve güvenilir enerji depolama sistemlerinin kurulması

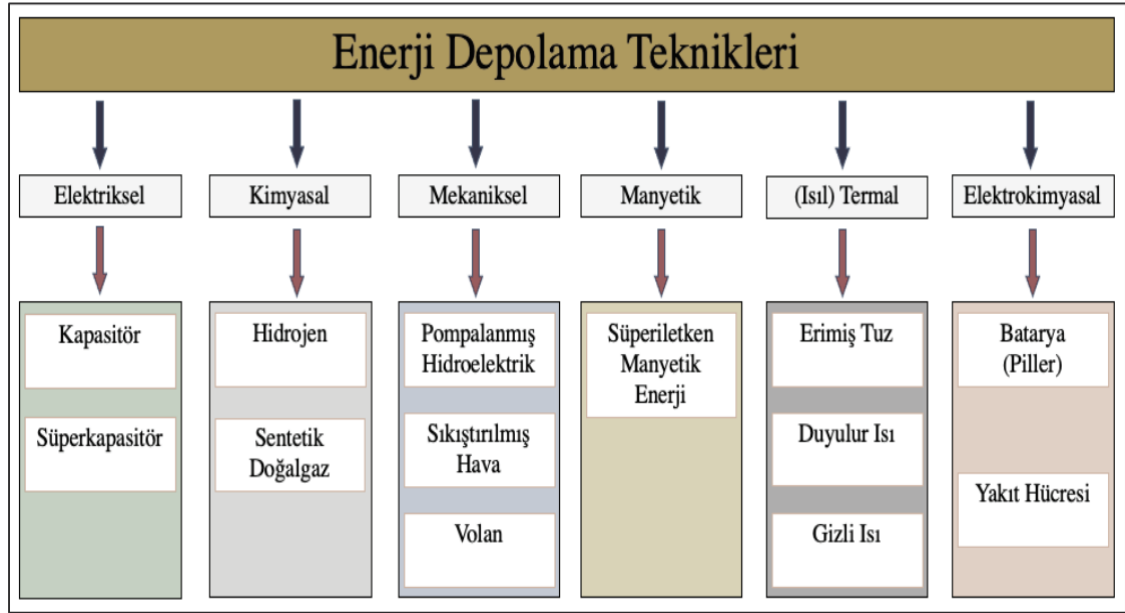
gerekmektedir. Böylece, enerji depolama sistemleri etkili bir çözüm olarak gözlemlenmektedir (Yang et al. 2024).

Dünya genelindeki enerji talepleri büyük ölçüde doğal gaz, kömür ve petrol gibi geleneksel enerji kaynaklarına dayanmaktadır. Ancak artan talep ve bu kaynakların sınırlı rezervleri, enerji arzı konusunda ciddi tehditler oluşturmaktadır. Bu nedenle, çevre dostu ve sürdürülebilir enerji kaynakları olan güneş ve rüzgar giderek daha fazla tercih edilmektedir. Ancak, bu yenilenebilir kaynakların değişken doğası enerji üretiminde dengesizliklere yol açmakta ve bu durum, bu kaynakların gelecekte istenilen düzeyde kullanılamayabileceğini göstermektedir. Bu bağlamda, enerji depolama sistemlerinin önemi giderek artmaktadır. Şebeke dışı sistemler, yüksek enerji talebi dönemlerinde sistemin kararlılığını sağlamak ve gelecekte enerji verimliliği ile güvenliği açısından enerji depolama teknolojilerinin geliştirilmesinde hayati bir rol oynamaktadır (KOZAK ve KOZAK 2012).

Gelecekte çeşitli avantajlı işlemler için kullanılacak enerji depolama sistemleri, farklı enerji üretim yöntemlerini içermektedir. Bu enerjinin taşınabilir ve depolanabilir olması, sektörde yeni icatlar ve ilerleme fırsatları sunmaktadır. Ancak, elektrik enerjisinin doğrudan depolanamaması nedeniyle, genel olarak depolama süreci, elektrik enerjisinin farklı bir enerji şekline dönüştürülmesini içermektedir. Enerji verimliliğini artırma konusunda enerji depolama yöntemleri büyük önem taşımaktadır. Bu alandaki gelişmeler, yeni malzemelerin keşfi ve mevcut malzemelerin performansının daha iyi anlaşılmasıyla mümkündür. Kimyasal, elektriksel, elektrokimyasal, termal ve mekanik sistemler gibi farklı yollarla sınıflandırılan enerji depolama sistemleri, enerjinin depolanmasını mümkün kılmaktadır. Şekil 3.1'de, enerji depolama teknolojileri ayrıntılı bir şekilde sunulmaktadır (Guney and Tepe 2017a).

Elektrokimyasal ve elektrik depolama teknolojilerinin, araştırmacılar tarafından büyük ilgi gördüğü ve gelecekte önemli bir rol oynayacağı öngörülmektedir. Kolay uygulanabilir olan bu sistemler, kimyasal enerjiyi elektrik enerjisine dönüştürme kapasitesine sahip olup, bu süreç birden fazla kimyasal tepkimenin gerçekleşmesini içermektedir. Şekile

3.2’de sunulmakta olan elektrokimyasal depolama sistemleri, elektrokimyasal piller ve kapasitörler olarak iki ana kategoriye ayrılmaktadır. Elektrik enerjisi depolama sistemleri ise elektrostatik sistemler ve manyetik/akım tabanlı enerji depolama sistemleri olarak sınıflandırılmaktadır. Bu yenilenebilir ve çeşitli alanlarda kullanılabilir sistemler, enerji uygulamalarında önemli bir rol oynamaktadır. Süperkondansatörler, yüksek kapasiteye sahip olmaları ve küçük boyutlarda kullanım avantajı sunmalarıyla öne çıkarken, süperiletken manyetik enerji depolama sistemleri enerji santrallerinde enerji çıktısını stabilize etmede ve endüstriyel tesislerde enerji tüketimini dengelemede tercih edilmektedir (Guney and Tepe 2017b).



Şekil 3.3. Enerji depolama sistemlerin sınıflandırılması (TAŞKESEN, ALAHMAD ve BİLEN 2024).

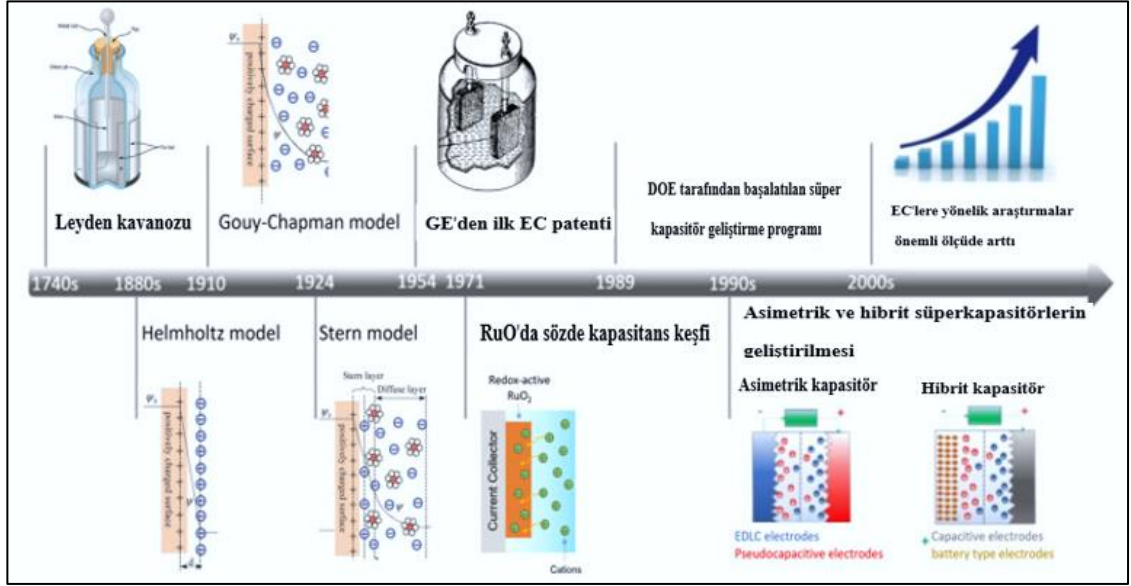
### 3.2. SÜPERKAPASİTÖRLER

Süperkapasitörler veya elektrokimyasal kapasitörler, geleneksel kapasitörlere kıyasla enerji depolamada önemli avantajlar sunan son derece umut verici cihazlardır. Bu cihazlar, üstün performansları sayesinde güç yoğunluğu ve ömür döngüsü gibi kritik koşullarda başarılı sonuçlar elde ederler. Ayrıca, düşük bakım gereksinimleri ve hafıza etkisinin

olmaması, onları piller ve geleneksel kapasitörler arasında önemli bir konuma yerleştirir. Süperkapasitörler, özellikle yüksek güç gerektiren durumlarda pilleri tamamlayabilir veya onların yerini alabilirler (del Valle et al. 2023). Elektronik pazarının hızla ilerlemesi, elektrikli ulaşımın artan önemi, kablosuz ağların yaygınlaşması ve sürdürülebilir enerji kullanımı gibi alanlarda elektrokimyasal enerji depolama sistemlerinin önemi ve kullanım alanı zamanla artmaktadır. Bu sistemler arasında elektrokimyasal kapasitörler, yarı kapasitörler ve diğer farklı enerji depolama cihazları bulunmaktadır. Ultra yüksek güç yoğunluğu ve uzun ömürleriyle bilinen süperkapasitörler özellikle dikkat çekmektedir. Yoğun bir şekilde yapılan araştırmaların genel amacı, daha yüksek performanslı elektrot malzemeleri geliştirmektir. Bu ilerlemeler, süperkapasitörlerin geniş bir kullanım alanı bulmasını sağlayacak ve enerji depolama sistemlerinde önemli gelişmelere yol açacaktır (Lv et al. 2020a).

Elektrik kavramının moleküler düzeyde anlaşılması için 19. yüzyılın ortalarından itibaren yapılan çalışmaların önemi giderek artmaktadır. Elektrik depolama fikri, antik Yunan'da gözlemlenen kehribar sürtünmesi gibi fenomenlerle ilişkilendirilmekte olup, bu düşünceler tarihin eski dönemlerine dayanmaktadır. Günümüzdeki bilgilerimiz ve düşüncelerimiz, büyük ölçüde Michael Faraday'ın katkılarıyla zenginleştirilmiştir. Aynı zamanda, J.J. Thomson ve Millikan gibi bilim insanlarının çalışmaları, süperkapasitörlerin ve elektrik yüklerinin zaman içindeki gelişimini şekil 3. 2'de gösterildiği gibi anlamak ve iletirmek adına önemli bir rol oynamıştır. Özellikle Leyden şişesi gibi icatlar, elektrik enerjisinin depolanması ve kullanılması konusundaki erken dönem çalışmaların temelini oluşturmuştur. Elektrokimyasal kapasitörler ve çift katmanlı yapıların bulunması, 19. yüzyılın sonlarına doğru enerji depolama teknolojilerindeki ilerlemenin önemli adımlarından biri olarak bilinmektedir. Asimetrik süperkapasitörlerin kökeni ise 1950'lerde modern çağda atılmıştır. Elektrotlar arasındaki farklı yüzey özelliklerinin enerji depolama kapasitesini artırabileceği düşüncesi, bu süperkapasitörlerin gelişimine ivme kazandırmıştır. Özellikle elektrikli araçlar ve taşınabilir elektronik cihazlar gibi yüksek güç gereksinimleri olan alanlarda, süperkapasitörlerin önemi ve kullanımı giderek artmaktadır. Ancak, başlangıçta yeterince ilgi görmemesi nedeniyle gelişimi bir süre askıya alınmıştır. Bununla birlikte, 1970'lerde Nippon Electric Company (NEC) gibi önde

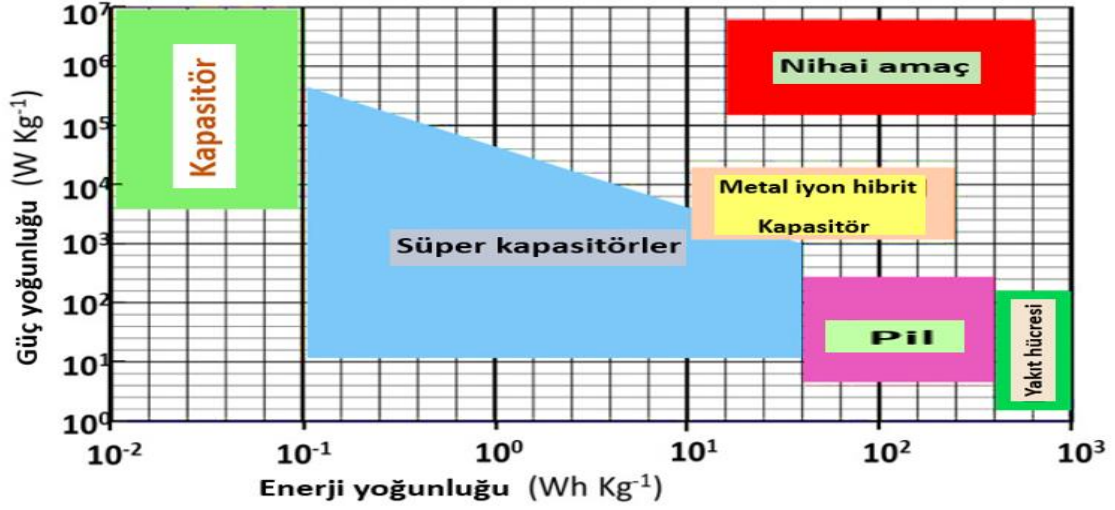
gelen firmaların süperkapasitörlerin gelişimine yönelik yatırımları sayesinde bu alanda büyük ilerlemeler kaydedilmiştir (Czagany et al. 2024).



Şekil 3.4. Süperkapasitörlerin gelişiminin zaman göstergesi (Czagany et al. 2024).

Kurşun-asit piller, enerji depolama sistemleri alanında uzun bir geçmişe sahip olup, hâlâ önemli bir pazar payına sahiptir. Ancak, teknolojik ve bilimsel ilerlemeler, enerji depolama sistemlerinde önemli değişikliklere yol açmıştır. Bu değişiklikler arasında, temiz enerji depolama sistemlerinin gelişiminde kritik bir rol oynayan lityum iyon pillerin öne çıkması önemli bir yer tutmaktadır. Ayrıca, süperkapasitörler, geleneksel pillere kıyasla özel güçlendirme ve daha fazla şarj-deşarj döngüsü gibi avantajlar sunarak gelişmiş bir seçenek olarak öne çıkmaktadır. Aşağıdaki şekilde, süperkapasitörlerin geleneksel kapasitörler ve diğer enerji depolama sistemleriyle olan performans karşılaştırmaları Ragone grafiği üzerinden detaylı bir şekilde ele alınmaktadır (Özada, Ünal ve Yazıcı, Supercapacitor: Fundamentals and materials 2024).

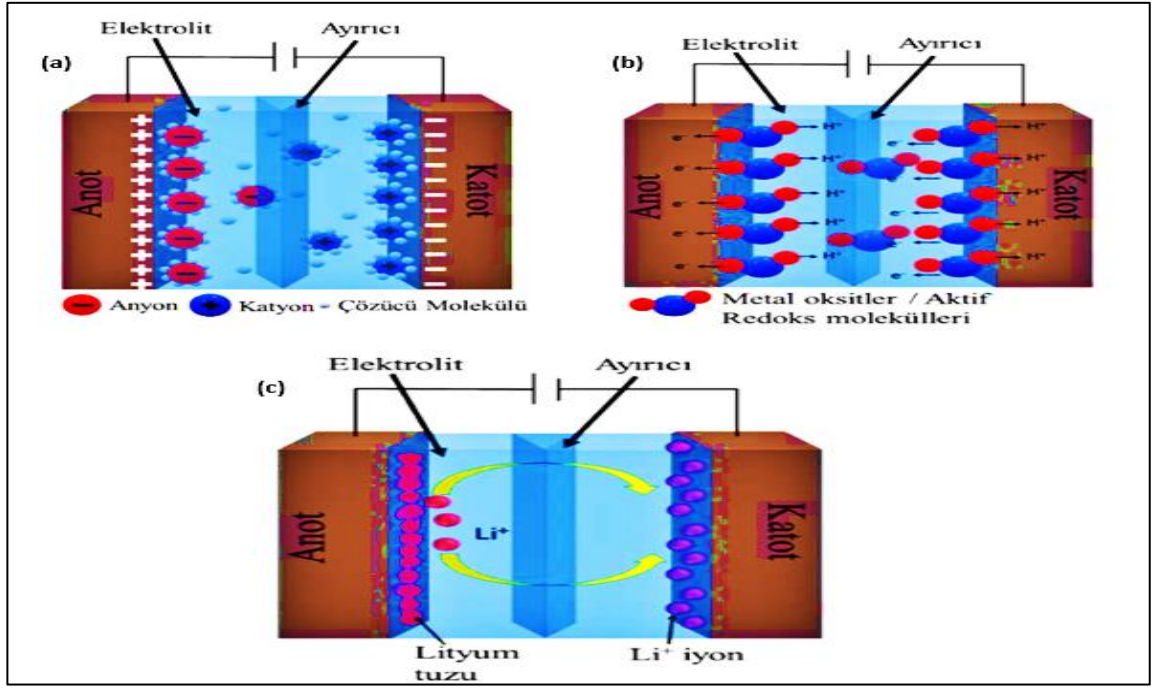




Şekil 3.5. Enerji depolama mekanizmaları için Ragone grafiği (Adedoja, Sadiku, and Hamam 2023a).

Süperkapasitörler, enerji depolama mekanizmalarına göre genellikle iki ana sınıfa ayrılır: elektrokimyasal çift tabaka kapasitörleri (EDLC'ler) ve psödokapasitörler (PC'ler). EDLC'ler, enerjiyi elektrot ve elektrolit arayüzlerinde yüzey iyonlarının adsorpsiyonu ve desorpsiyonu yoluyla elektrostatik olarak depolar. PC'ler ise elektrolit iyonları ile elektroaktif malzemeler arasında hızlı ve geri dönüşümlü yüzey Faradik reaksiyonları kullanarak enerji depolar. Süperkapasitörlerin elektrokimyasal yapıları, elektrot malzemesinin yüzey alanı ve elektrolit ile etkileşim kabiliyeti gibi belirleyici faktörlere dayanmaktadır (Polat and Mashrah 2022a).

Aşağıdaki figürlerde süperkapasitörlerin temel çalışma prensibi şu şekilde açıklanmaktadır: Şarj sürecinde, elektronlar pozitif elektrottan negatif elektroda doğru harici bir devre aracılığıyla itilir. Bu süreçte, elektrolit içerisindeki katyonlar negatif elektrotun yakınında yoğunlaşırken, anyonlar pozitif elektrota hareket ederek elektrik çift katmanı (EDL) oluşturur veya harici yük dengesizliğini gidermek için Faraday redoks reaksiyonlarını tetikler. Deşarj sürecinde ise, elektronlar harici devre boyunca negatif elektrottan pozitif elektroda doğru ilerlerken, iyon türleri gözenekler aracılığıyla karışır veya Faraday reaksiyonlarının tersine yol açarlar (Czagany et al. 2024a).



Şekil 3.6. Elektrikli çift katmanlı kapasitörler, Sözde kapasitörler, Hibrit süper kapasitörler (Czagany et al. 2024b).

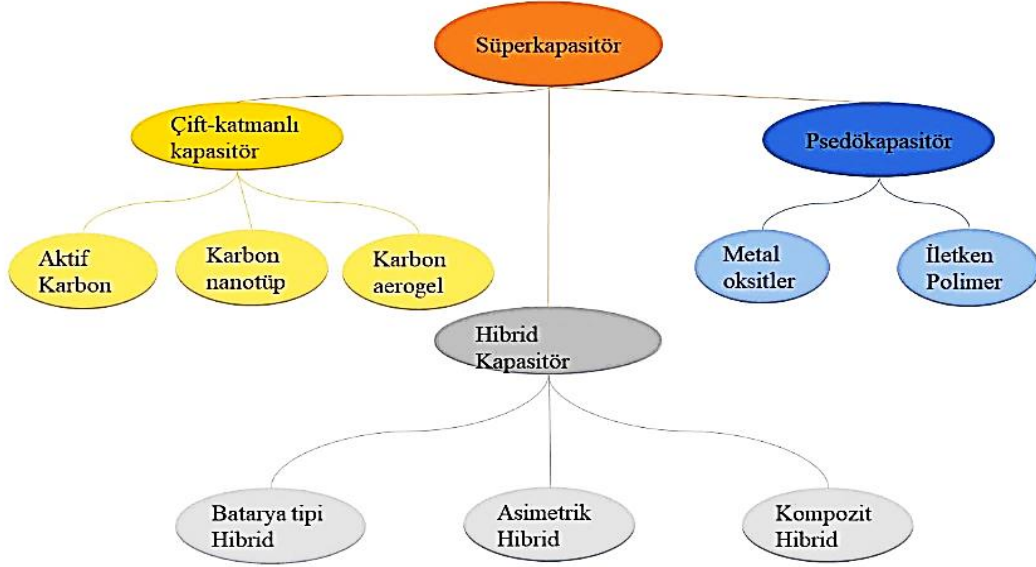
Süperkapasitörlerin yüksek güç yoğunluğu, büyük kapasitesi, geniş sıcaklık aralığında çalışabilme özelliği, uzun ömürlü ve dayanıklı yapısı sayesinde diğer enerji depolama cihazlarıyla olan üstünlükleri aşağıdaki tabloda sunulmaktadır.

Çizelge 3.1. Farklı enerji depolama cihazlarının karşılaştırılması (Czagany et al. 2024a)

Özellikler	Kapasitör	Süper Kapasitör	Lityum-iyon Batarya
Özgül Enerji ( $W h K g^{-1}$ )	<0,1	1-10	250
Özgül Güç ( $W K g^{-1}$ )	>10.000	500-10.000	<1000
Hücre Gerilimi (V)		2,7-3,0	3,6
Şarj Süresi	$10^{-6} - 10^{-3}$ san	1-30 san	600 san
Kolomb verimliliği (%)	~100	90-95	70-85
Çevrim Sayısı	>500.000	>100.000	500

### 3.3. SÜPERKAPASİTÖR ÇEŞİTLERİ (ÇALIŞMA PRENSİPLERİ)

Enerji depolama teknolojileri arasında önemli bir yere sahip olan süperkapasitörler, genellikle enerji depolama mekanizmalarına dayalı olarak elektrik çift katmanlı kapasitörler (EDLC'ler), sahte kapasitörler (redoks kapasitörler olarak da bilinenler) ve hibrit kapasitörler olarak sınıflandırılır. Bu üç sınıf, süperkapasitörlerin farklı işlevlerinin ve uygun olduğu alanların anlaşılmasına yardımcı olunur, şekil 3. 7'te gösterildiği gibi (Czagany et al. 2024c).



Şekil 3. 8. Süperkapasitörün sınıflandırılması (Czagany et al. 2024).

#### 3.2.1. Elektrikli Çift Katmanlı Kapasitörler

Elektrik çift katman kapasitörleri, enerjiyi geleneksel kapasitörlerle aynı mekanizma kullanarak depolarlar: yük ayrımı ile. Bu çift katman, negatif (anyon) ve pozitif (katyon) yüklerden oluşur ve bu yükler, elektrot ile elektrolit arasındaki arayüzde biriktirilir. Elektrostatik olarak depolanan bu enerji, yüksek özel yüzey alanlarına sahip olan elektrokimyasal çift katman kapasitörler (EDLC'ler) tarafından sağlanır. Nano gözenekli malzemeler, özellikle karbon bazlı olanlar, bu özel yüzey alanını sağlarlar. Karbon bazlı

malzemeler tercih edilir çünkü ucuz, kolayca temin edilebilir ve üretimi kolaydır (Czagany et al. 2024d).

Elektrokimyasal çift katman kapasitörleri (EDLC'ler), karbon bazlı elektrotlar sayesinde yüksek kimyasal stabilite ve iyi elektriksel iletkenlik özelliklerinden faydalanarak önemli bir katkı sağlarlar. Bu elektrotlar, büyük yüzey alanlarına sahip olmalarıyla enerji depolama kapasitelerini artırır. Harici bir potansiyel uygulandığında, iki elektrot arasında elektrik alanı oluşturulur ve bu durumda elektrolit içindeki iyonlar, karşı elektrodun yüzeyine yerleşirler. Sonuç olarak, iyonlar ve elektrotlar arasında atomik mesafede bir çift katman oluşur. Bu mekanizma, süper kapasitörlerin enerji depolama yeteneklerine önemli ölçüde katkı sağlar. EDLC'ler genellikle süper kapasitörlerin elektrostatik enerji depolamasını sağlar. Elektrotlar şarj alıp boşalırken enerji serbest bırakılır. Bu tip kapasitörlerde genellikle faradik reaksiyonlara izin verilmez, bu da şişmeyi kontrol altında tutar. Organik veya sulu bazlı elektrolitler aracılığıyla gerçekleşen iyon taşınımı, geniş voltaj aralığına sahip organik elektrolitlerin iyon adsorpsiyonunu teşvik etmesi nedeniyle çift katmanlı kapasitörlerde sıkça kullanılır. Bu durum, daha yüksek şarj depolama kapasitesi ve 2 ila 3V arasında geniş bir şarj gerilimi sağlar (Sharma and Chand 2023).

### **3.2.2. Psödokapasitörler**

Conway, Barth, Kozłowska ve Craig tarafından 1975 yılında kurulan Kıta Grubu A.Ş., yüksek miktarda enerji depolayabilme yeteneği ile bilinen psedokapasitans teknolojisini geliştirmiştir. Bu teknoloji, elektrokimyasal özelliklere sahip malzemelerin kullanımı sayesinde daha hızlı şarj-deşarj olabilme özelliği kazanmıştır. Elektrotların iyonları elektrot yüzeyine açık bir şekilde yerleştirmesi ve elektrot gözeneklerinin hacmi ve yapısı, elektrotun sahte kapasitans üretme kapasitesi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Bu faktörler, sahte kapasitans teknolojisinin performansını açıklamak için kritik öneme sahiptir ve sürekli olarak üzerinde çalışılan alanlardan biridir (Adedoja, Sadiku, and Hamam 2023b).

Psödokapasitör, adeta bir köprü gibi işlev görerek pil ve elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörler (EDLC) arasında yer alır. İki iletken arasında bulunan bölünmüş elektrolit, kimyasal reaksiyonlara izin vermeden elektronik olarak şarjı depolamak için bir arayüz sağlar. Bu özellik, elektrotlar ve iyonlar arasında atomik bir mesafe oluşturur ve böylece sözde kapasitansı ortaya çıkarır. Bu durum, elektrolit ile elektrot arasındaki elektronik şarj transferinden kaynaklanır ve çözünmüş/adsorbe edilmiş iyonların oluşumuna neden olur (Adedoja et al. 2023b).

Psedö kapasitans genellikle üç ana türe ayrılır: adsorpsiyon sözde kapasitansı, redoks sözde kapasitansı ve ara katman sözde kapasitansı. Adsorpsiyon sözde kapasitansı, tek katman adsorpsiyonunu (örneğin, kömür elektrot) temsil ederken, redoks sözde kapasitansı Faraday reaksiyonlarına dayalı kapasitansı (örneğin, RuO<sub>2</sub> çözeltisi) ifade eder. Ara katman sözde kapasitansı ise sağlam çözümleri kapsar ve elektrokimyasal ara katman içerir (örneğin: Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). Bu kapasitans türlerinin her biri, reaksiyonların (örneğin, yüzey kaplama alanıyla ilişkili adsorpsiyon, yüzey redoks ve ara katman reaksiyonları gibi) potansiyelle (V) neredeyse doğrusal olarak bağlıdır (Czagany et al. 2024b).

Psedö kapasitörler, redoks şarj transferinin sahte kapasitörlerdeki önemli rolünü Şekil 4'te göstermektedir. Genellikle RuO<sub>2</sub> ve MnO<sub>2</sub> gibi tipik elektrot malzemelerine dayanırlar ve şarj transferini elektrostatik adsorpsiyon yerine redoks reaksiyonları ve enterkalasyon süreçleri aracılığıyla gerçekleştirirler.

Bu kapasitörler, EDLC'lerden daha yüksek kapasiteye sahip olmasına rağmen güç yoğunluğu bakımından düşüktür. Redoks şarj transferi, düşük potansiyelde depolama (örneğin, altın yolu gösterdiği) ve enterkalasyon süreçleri gibi kritik mekanizmaları içermektedir (Sharma and Chand 2023).

Psedö kapasitörler, enerji depolamada faradik mekanizmaları kullanarak yüksek kapasite değerleri sunarlar, ancak EDLC süper kapasitörlerine kıyasla daha düşük elektriksel iletkenlik ve zayıf şarj-deşarj döngü performansı gösterirler. Bu durum, süper kapasitörlerin kinetik redoks reaksiyonları ile sınırlı olmasından kaynaklanır. Sözde süper

kapasitörlerin tasarımını iyileştirmek için arařtırmacılar, elektrot yüzey alanını artırmak ve dengesiz elektrot kullanımını gibi gelişmiş ve yeni yöntemler üzerinde çalışmaktadır. Örneğin, metal oksit veya karbon gibi elektrotlarla yapılan dengesiz elektrotlu süper kapasitörlerin performansını artırabilirler (Özada, Özada ve Yazıcı, Supercapacitor: Fundamentals and materials 2024).

### 3.2.3. Hibrit Kapasitörler

Şarj depolamanın önemli bir kategorisi olan hibrit süper kapasitörler, enerji depolama teknolojileri arasında EDLC ve psödokapasitif malzemelerin karışımını temsil eder. "Hibrit" terimi, elektrot malzemelerinin dengesizlik olmadan şarj/deşarj oranlarını tamamlayacak şekilde seçildiği anlamına gelir. EDLC elektrot malzemeleri arasında aktif karbon (AC), karbon nanotüpler (CNT) ve grafen bulunurken, psödokapasitif elektrot malzemeleri arasında iletken polimerler ve metal oksitler yer alır. Hibrit süper kapasitörler, pozitif elektrot olarak iletken polimerler ve negatif elektrot olarak aktif karbon gibi malzemeler kullanılarak oluşturulur. Bu yapı, süper kapasitörlerin performansını optimize etmeyi amaçlamaktadır. Hibrit süper kapasitörler, elektrot malzemelerine göre asimetrik, pil tipi ve kompozit olmak üzere üç ana kategoriye ayrılır. Bu sınıflandırma, hibrit kapasitörlerin çeşitli özelliklerini ve performanslarını belirlemeye yardımcı olur. Özellikle, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/grafen ve rGO-f gibi malzemelerin kullanıldığı kompozit hibritler, ileri düzeyde performans sergileyebilirler (Sharma and Chand 2023).

Hibrit süper kapasitörler, mükemmel iletkenlik, mekanik esneklik ve kimyasal istikrar sağlarlar ve bunu düşük maliyetle gerçekleştirirler. Bu özellikler, iki farklı elektrot türünün kombinasyonundan gelir. Bu kombinasyon, bireysel elektrotların sınırlayıcı özelliklerini gizleyerek daha yüksek işletme potansiyellerine ve EDLC'ler ile sahte kapasitörlerle karşılaştırıldığında 2 ila 3 kat daha yüksek özgül kapasitansa ulaşılmasını sağlar (Czagany et al. 2024).

Süperkapasitör uygulamalarında istenen özellikleri sağlayabilmek için her elektrot malzemesinin geliştirilmesi büyük önem taşımaktadır. Özellikle hibrit malzemelerin bir

araya getirilmesiyle yüksek performans elde edilebilmektedir. Bu enerji depolama cihazlarının eksikliklerinden doğan bir ihtiyaçtır ve bu nedenle hibrit süper kapasitörlerin ilgi ve talebi artmaktadır. Ancak, her süper kapasitör tipinin kendine özgü bir uygulama alanı bulunmaktadır. Bu sınırlamalar, hibrit süper kapasitör cihazlarının geliştirilmesini ve potansiyel uygulama alanlarının genişlemesini gerektirmektedir. Özellikle, hibrit süper kapasitörlerin hibrit enerji depolama sistemlerinde yaygın olarak kullanımının hızla arttığı gözlemlenmektedir (Adedoja et al. 2023).

### **3.4. SÜPERKAPASİTÖR MALZEMELERİ**

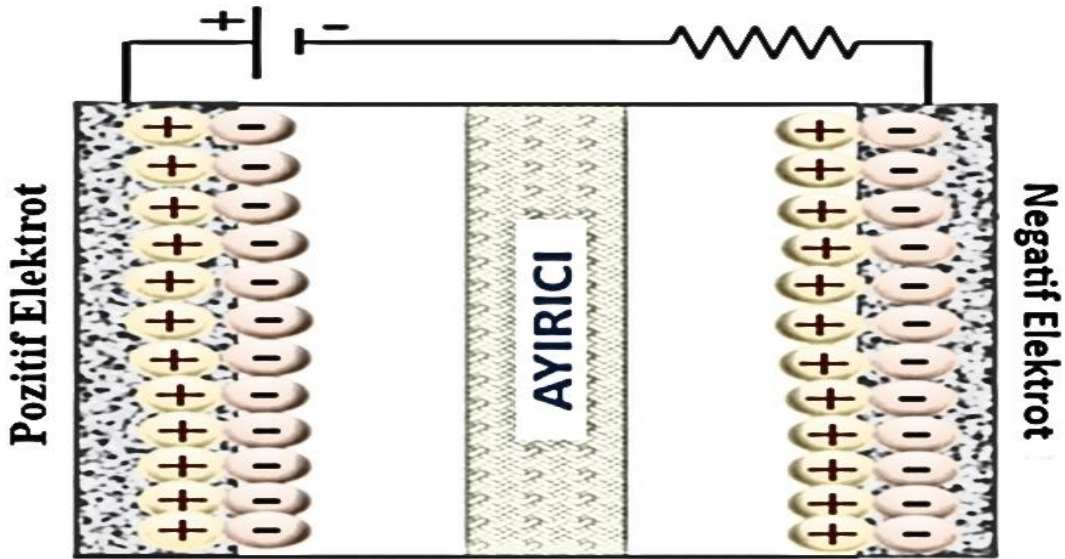
#### **3.4.1. Karbon Bazlı Süperkapasitörler**

Karbon bazlı süperkapasitörler (SK'ler), yüksek kontrol edilebilir gözeneklilik, geniş aktif bölge, üstün elektriksel iletkenlik, termal ve elektrokimyasal stabilite ile düşük maliyet gibi özellikleriyle bilinen elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörler (EDLC'ler) arasında öne çıkarılmaktadır. Bu yapılar, elektrotlar arasında elektrokimyasal çift katmanlar oluşturularak, yükün karbon yüzeyindeki yükler ve elektrolit iyonları arasındaki elektrostatik çekimle depolanması ile çalışmaktadır. Süperkapasitörlerin enerji yoğunluğu, kapasitans ve çalışma voltajının karesiyle ilişkilidir. Bu nedenle, çalışmalar genellikle kapasitansın artırılması ve çalışma voltajının yükseltilmesi üzerine yoğunlaşmaktadır. Yüksek kapasitans elde etmek için, karbon malzemelerinin geniş bir yüzey alanı, hassas gözenek yapısı ve uygun yüzey fonksiyonel grupları gerekmektedir. Yüksek çalışma voltajı için ise, kimyasal ve elektrokimyasal stabiliteye sahip elektrolitlerin karbon elektrotlarla kullanımı önem arz etmektedir (Dou and Park 2020).

Elektrot aktif malzemeleri, karbon bazlı süperkapasitörlerin performansında kritik bir rol oynamaktadır. Bu nedenle, aktif karbonlar, grafen, karbür türevi karbonlar ve karbon nanotüpleri gibi çeşitli karbon malzemeleri, yüksek iletkenlikleri, geniş spesifik yüzey alanı, düşük yoğunlukları ve iyi kimyasal stabiliteleri nedeniyle tercih edilmektedir. Özellikle elektriksel çift katmanın (EDL) yük depolamasında, yüksek spesifik yüzey alanı önem arz etmektedir çünkü bu, iyonların etkileşimi için daha fazla aktif bölge sağlayarak

kapasitansı artırmaktadır. Ayrıca, gözenekli karbon bazlı malzemelerin kapasitansı, gözenek yapısıyla doğrudan ilişkilidir. Gözenek boyutlarına bağlı olarak farklı kapasitif davranışlar gözlenmektedir. Bu durum, mikro gözeneklerde elektrosorpsiyonun etkin olduğu ancak mezo gözeneklerde iyonların boyutuna göre daha az etkili olduğu şeklinde kendini göstermektedir. Bu nedenle, 3 boyutlu gözenekli karbon malzemelerin üretimi, mikro, mezo ve makro gözenekleri birleştirerek yüzey alanını ve kapasitans performansını artırabilmektedir (Gheytanzadeh et al. 2021).

Karbon bazlı süperkapasitörler (CS'ler), sulu veya susuz elektrolit içeren, iki karbonlu elektrot ve elektrolitin geçirgenliğini sağlayan gözenekli bir membran ayırıcıdan oluşmaktadır. Şekil 3.9'da gösterilen yapı, enerji depolama mekanizmalarını temsil etmekte olup, temel olarak elektrolitin katot ve anot yüzeyleri arasında iki yakın aralıklı yük katmanını oluşturarak tersinir yük ayrımı prensibine dayanmaktadır (Miao et al. 2020a).



Şekil 3.10. Karbon bazlı süperkapasitörler (Olabi et al. 2023a).

Programlanabilir yüzey kimyası ve olağanüstü özelliklerinin yanı sıra, etkili yüksek enerjili ve yüksek güçlü enerji depolama cihazlarının geliştirilmesinde karbon bazlı nanomalzemeler çok önemli bir rol oynamaktadır. Bu malzemeler, karbon nanotüpleri



(CNT'ler), grafen (GO ve rGO), aktif karbon (AC) ve iletken polimerler (CP'ler) gibi farklı yapılarla gelmektedir. Karbon malzemeleri, elektrokimyasal enerji depolama sistemlerinde önemli bir potansiyele sahip olup, özellikle süperkapasitörlerde yüksek performans göstermektedir. Enerjiye olan talebin artmasıyla, özellikle son zamanlarda değerlendirildiğinde elektrikli araçlar ve büyük ölçekli enerji depolama pazarlarının ihtiyaçlarını karşılamak için fonksiyonel karbon malzemelerinin tasarımı ve özelliklerinin anlaşılması büyük önem taşımaktadır. Bahsedilen nanomalzemeler, geniş doğal kaynaklara sahip olmaları ve düşük maliyetleri nedeniyle ve aynı zamanda boyutsal değişimleri ve farklı malzemelerle hibridizasyonları ile elektrokimyasal performanslarını iyileştirmek için anahtar faktörler arasında bulunmaktadır. Karbon malzemelerinin keşfi, sürekli ilerleme ve yeni teknolojilerin geliştirilmesi için heyecan verici fırsatlar sunmaktadır (Anil Kumar et al. 2023).

Biyokütle kaynaklı karbon malzemeleri, düşük maliyetleri, çevre dostu olmaları, bol miktarda bulunmaları ve uzun ömürlü olmaları nedeniyle sıklıkla tercih edilmektedir. Endüstriyel kapasitörlerde en yaygın olarak kullanılan malzeme, biyokütle kaynaklı aktif karbondur. Aktif karbon bazlı malzemeler, kullanılan üretim ve aktivasyon yöntemlerine bağlı olarak çeşitli elektrokimyasal ve fizikokimyasal özelliklere sahiptir ve bu nedenle sıkça elektrot olarak kullanılmaktadır. İnsan saçı, fasulye posası, ölü neem yaprakları, tütün çubukları, mısır sapı çekirdeği, manyok kabuğu ve mantarlar gibi çeşitli biyokütlelerden elde edilen aktif karbonlar literatürde sıkça karşımıza çıkmaktadır. Bu aktif karbonların ortak özellikleri arasında yüksek paketleme yoğunluğu, geniş yüzey alanı, artan gözeneklilik ve kimyasal/fiziksel stabilite bulunmaktadır. Gözenekli yapısı, süperkapasitör uygulamaları için avantajlı kabul edilmektedir; mikro gözenekli malzemeler, yük transfer süreçleri üzerinde daha büyük bir etkiye sahiptir. Malzemenin yüzey alanı ve elektrolit stabilitesi, yüksek kapasitans değerlerinden sorumlu ana faktörler olarak kabul edilmektedir. Elektrolit türü de süperkapasitör performansını önemli ölçüde etkilemekte olup, bu nedenle dikkate alınmalıdır (Rajasekaran et al. 2023).

Grafen, yüksek spesifik yüzey alanı ve mükemmel elektrik iletkenliği sayesinde karbon bazlı süperkapasitörler için önemli bir elektrot malzemesi olarak öne çıkmaktadır. Ancak,

grafenin indirgenmesi sürecinde ortaya çıkan  $\pi$ - $\pi$  etkileşimi, grafen tabakalarının aglomerasyonuna ve bu nedenle gerçek kapasitesinin teorik değerinden düşük olmasına neden olabilmektedir. Bu durumu önlemek amacıyla, grafen tabakaları arasındaki birikimi engellemek için çeşitli stratejiler geliştirilmiştir.

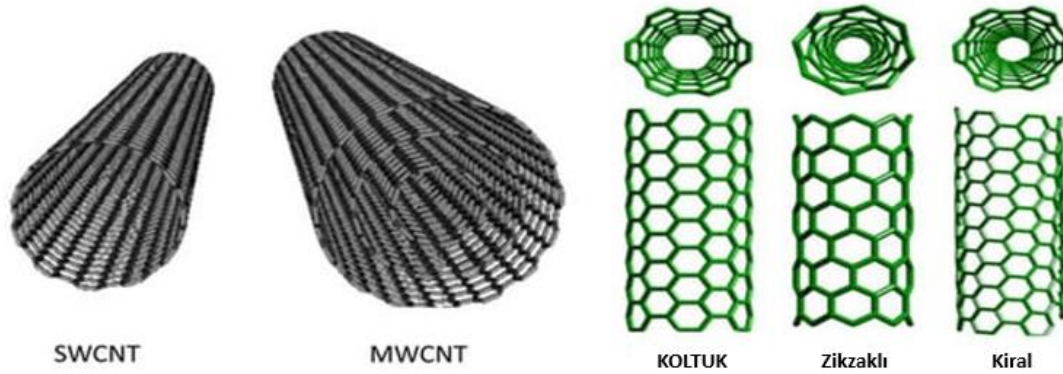
İletken polimerlerin grafen tabakaları arasına yerleştirilmesiyle bu birikim engellenmeye çalışılmaktadır, ancak bu durumda iletken polimerlerin kendi elektrokimyasal özelliklerinden tam olarak faydalanılamamaktadır. Bu problemleri aşmak için, bazı araştırmacılar grafen ile aşılınmış polianilin (PANI) gibi kompozit malzemeler geliştirmişlerdir. Bu tür kompozitler, grafen tabakaları arasındaki birikimi etkili bir şekilde engellemeye çalışırken, yüksek spesifik kapasiteye sahip olabilmektedirler. Ayrıca, grafen yüzeyindeki fonksiyonel grupların değişiminin, iletken polimerlerin büyümesinde önemli bir faktör olduğu belirlenmiştir (Zhai et al. 2022).

Grafen, üstün termal kararlılığı, geniş teorik yüzey alanı ( $2630 \text{ m}^2/\text{g}$ ), düşük maliyetle üretilebilmesi, kolayca büyük miktarlarda üretilebilme imkânı sağlaması, yüksek taşıma hareketliliği ( $\sim 10,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ ) ve yüksek teorik spesifik kapasitansı ( $0.21 \text{ F/m}^2$ ) gibi özellikleriyle öne çıkan ve önemli bir alternatif bileşen olarak kabul edilmektedir (Mashrah and Polat 2023b).

Grafit ve elmasın karbonun tek kararlı formları olduğuna inanılırken, Richard E. Smalley, 1985 yılında fullerenlerin keşfiyle Nobel Ödülü'ne layık görülmüştür. Fullerenler, elektron eksikliği olan malzemelerdir ve bu nedenle, güneş pillerinde yaygın olarak kullanılan elektron alıcısı olarak işlev görmektedirler,  $10^{-4}$  ile  $10^{-3} \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$  arasında bir hareketliliğe sahiptirler. Ayrıca, fullerenler ilaç dağıtımı, süperkapasitörler, yakıt hücreleri, hidrojen depolama, su boru hatları ve yağlayıcılar gibi alanlarda da kullanılmaktadır. Daha sonra, 1991'de Iijima ilk kez birden fazla duvar içeren 1 boyutlu karbon nanotüplerini (CNT'ler) gözlemlemiştir. CNT'ler, ilk olarak silindirik fullerenler veya buckytüpler adı verilen fullerenlerin bir parçası olarak tanımlanmıştır. CNT'lerin sentezi, ark deşarjlı buharlaştırma yöntemiyle gerçekleştirilmiş olup, daha sonra SWCNT'ler (tek duvarlı karbon nanotüpler), çeşitli substratlar üzerinde katalizör olarak

geçiş metali ile kimyasal buhar biriktirme (CVD) kullanılarak sentezlenmiştir. Bu yöntem, araştırma ve geliştirmeyi önemli ölçüde hızlandırmıştır. CNT'ler, kiraliteye bağlı metalik yarı iletken doğaları, mükemmel kimyasal ve mekanik stabilite ile yüksek termal ve elektrik iletkenlik gibi birçok özelliğe sahiptir. Bu özellikler, transistörlerden sensörlere, optik cihazlardan enerji depolama cihazlarına kadar çeşitli uygulamalara olanak sağlamaktadır (Kothandam et al. 2023).

Aşağıdaki Şekil 3.11'de, karbon nanotüplerin (CNT'lerin) grafiksel yapısı, boru şeklinde sarılmış grafen tabakaları olarak gösterilmektedir. CNT'ler, nanoyapılarına ve eş merkezli silindirik katmanların sayısına bağlı olarak iki temel şekilde sınıflandırılmaktadır: tek duvarlı (SWCNT'ler; sarmal, koltuk ve zigzag yapılarına sahip) ve çok duvarlı (MWCNT'ler) nanotüpler. Bu yapılar, süperkapasitörlerdeki rolü ve performanslarının anlaşılmasında kritik öneme sahiptir. Özellikle, CNT'lerin yapısının ve özelliklerinin, karbon bazlı süperkapasitörlerdeki enerji depolama kapasitesi üzerindeki etkileri detaylı bir şekilde incelenmelidir (Olabi et al. 2023b).



Şekil 3.12. CNT'lerin grafiksel gösterimi (Olabi et al. 2023).

Karbon bazlı süperkapasitörler için, Karbür Türetilmiş Karbon (CDC) ve Karbon Aerojel (CA) gibi malzemeler büyük önem taşımaktadır. CDC, yüksek sıcaklıklarda karbürün gaz halindeki klorürleri seçici olarak çıkarmasıyla üretilen gözenekli bir karbon malzemesidir. Yüksek spesifik yüzey alanı ve %55-80 arasında değişen gözenek hacmi, 3000 m<sup>2</sup>/g'nin

üzerine çıkabilir ve sağlam elektrokimyasal stabilite sunar. Bu özellikler, CDC'nin süperkapasitör elektrotlarının performansını etkileyen gözenek boyutu üzerinde çalışmak için ideal bir malzeme olduğunu göstermektedir.

Öte yandan, Karbon Aerojel (CA) ultra düşük yoğunluklu ve %80'den fazla gözenekliliğe sahip bir karbon malzemesidir. 1992 yılından beri Lawrence Laboratuvarı tarafından üretilen CA, benzersiz özellikleri nedeniyle geniş ilgi görmüştür. CA'nın düşük ısı iletkenliği, yüksek spesifik yüzey alanı ve gözenekli yapısı, katalizörlerin etkin bir şekilde taşınmasını sağlar ve bu da katalizör performansını artırır. Özellikle süperkapasitörler için elektrot malzemesi olarak kullanılan CA'nın çok katmanlı gözenek yapısı, onu tercih edilen bir malzeme haline getirmektedir (Zhai et al. 2022).

### **3.4.1. Metal Oksit Bazlı Süperkapasitörler**

Geçiş metal oksit malzemeleri, enerji depolama cihazlarının elektrotları olarak kullanılmakta ve çevre dostu, geniş rezervlere sahip olmaları nedeniyle umut verici adaylar olarak değerlendirilmektedir. Bu malzemeler, geniş yüzey alanları, çeşitli morfolojiler ve yüksek spesifik kapasiteleri ile dikkat çeker. Ayrıca, elektrokimyasal süperkapasitörlerde önemli roller üstlenir ve nano ölçekte yüzey özelliklerinin ayarlanmasıyla kapasite artışı sağlanabilir (An et al. 2024).

Sulu asimetrik süperkapasitör cihazları (AASCD'ler), genellikle iki farklı elektrot malzemesi kullanılarak oluşturulur: bir elektrot faradayik reaksiyonlarda, diğer elektrot ise elektrik çift katmanlı absorpsiyon/desorpsiyon süreçlerinde rol oynar. AASCD'ler yüksek spesifik kapasite, düşük maliyet ve mükemmel iyonik iletkenlik sunar, ancak enerji yoğunlukları pratik uygulamalarda yeterli olmayabilir. Metal oksitler, hem anot hem de katot malzemeleri olarak kullanılarak daha yüksek enerji yoğunluğu sağlayabilir (An et al. 2019a).

$\text{RuO}_2$ , yüksek teorik kapasitesi ve hızlı faraday redoks reaksiyonları nedeniyle iyi bir psödokapasitif elektrot malzemesi olarak bilinir. Ancak yüksek maliyeti ve çevresel

etkileri kullanımını sınırlar. Bunun yerine,  $\text{Co}_3\text{O}_4$ ,  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{CuO}_4$ ,  $\text{MgO}_3$  ve  $\text{ZnO}$  gibi bol bulunan ve yüksek spesifik kapasitansa sahip metal oksitler tercih edilmektedir. Üçlü metal oksitler ve spinel kobaltlar da yüksek elektriksel özellikler sunar (Liang et al. 2021).

$\text{MnO}_2$ , yüksek teorik özgül kapasitesi (yaklaşık  $1,370 \text{ F g}^{-1}$ ), düşük maliyeti ve çevre dostu doğasıyla dikkat çeker.  $\text{MnO}_2$ 'nin yük depolama mekanizmaları, protonların veya elektrolitik alkali iyonlarının kristal yapılarında hareketine dayanır ve çeşitli kristal fazları bulunur (Quispe-Garrido et al. 2021a). Ancak düşük iletkenlik ve yavaş iyon taşıma hızı gibi sorunlar, uygulama alanlarını sınırlayabilir.

$\text{RuO}_2$ , yüksek teorik kapasitesi ( $2000 \text{ F g}^{-1}$ ) ve iyi elektriksel iletkenliği ile bilinir. Ancak, yüksek maliyeti büyük ölçekli kullanımını kısıtlar. Amorf ve kristal fazlı  $\text{RuO}_2$ , farklı kapasitans ve aktif bölgeler sunar, ancak topaklanma sorunları yaşanabilir. Bu sorunları aşmak için çeşitli nano yapılar geliştirilmiştir (Liang et al. 2021).

$\text{Co}_3\text{O}_4$ , kobaltın iki oksidasyon durumundan oluşan bir yapıya sahiptir ve yüksek teorik özgül kapasiteye (yaklaşık  $3,560 \text{ F g}^{-1}$ ) sahiptir. Ancak, düşük iletkenlik ve yapısal sertlik sınırlamalarına sahiptir. Farklı morfolojilerle yapılan iyileştirmeler, kapasite ve stabiliteyi artırabilir (Quispe-Garrido et al. 2021b)

$\text{V}_2\text{O}_5$ , yüksek özgül kapasitesi ve düşük maliyeti ile süperkapasitörlerde önerilmektedir.  $\text{V}_2\text{O}_5$ 'in ortorombik fazı, enerji depolama uygulamaları için umut verici bir malzemedir ve psödokapasitif doğası interkalasyon süreçlerine dayanır (Quispe-Garrido et al. 2021).

Demir oksitler, özellikle  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , yüksek özgül kapasiteleri, düşük maliyetleri ve çevre dostu olmaları nedeniyle araştırmacıların geniş ilgisini çekmektedir, özellikle sulu asimetrik süperkapasitör cihazları (AASCD'ler) için potansiyel anot malzemeleri olarak. Ancak, büyük hacimli genleşme ve sınırlı elektrik iletkenliği gibi zorluklar, bu materyallerin ileriye yönelik pratik uygulamalarını sınırlamaktadır. Bu zorlukların üstesinden gelmenin önemli yollarından biri, nano yapılar oluşturmak ve bunları yüksek

iletkenliğe sahip bir matrisle birleştirmektir. Yan ve ekibinin geliştirdiği, grafen nanotabakaları üzerine süslenmiş  $Fe_3O_4$  nanokürelerinden oluşan bir elektrot malzemesi, süper kapasitörler için anot olarak kullanıldığında üstün döngü stabilitesi ve mükemmel enerji yoğunluğu sergilemiştir. Benzer şekilde, Li ve diğerleri, kırılmış ve hızlanmış bir  $Fe_2O_3$  nanoiğne dizisinin AASCD'nin anodunda olağanüstü performans gösterdiğini göstermiştir. Bu malzeme, yüksek spesifik enerji yoğunluğu ve uzun süreli döngü stabilitesi ile dikkat çekmektedir (An et al. 2019).

Son zamanlarda, süperkapasitörler alanında popülerlik kazanan metal oksitler, metal-organik çerçevelerden (MOF'ler) türetilen kontrol edilebilir mikro yapılar sayesinde önem kazanmaktadır. MOF'lar öncül olarak kullanılarak istenilen mikro yapıların kontrolü sağlanabilmekte ve bu yöntemle elde edilen metal oksitler oldukça rekabetçi performanslar sergilemektedir. Özellikle inorganik kimyagerlerin test etmek için bekleyen birçok MOF sentezlenmiş durumda olduğundan, benzersiz mikro yapıları olan metal oksitlerin sentezi için yeni MOF'ların araştırılması acil bir gereklilik haline gelmektedir. Bu durum, metal oksitlerin süperkapasitör uygulamalarında daha geniş bir kullanım potansiyeline sahip olabileceği umudunu doğurmaktadır (An et al. 2024).

### **3.5. ELEKTROT MALZEMESİ OLARAK KULLANILAN METAL OKSİTLERİN PERFORMANSINI ETKİLEYEN FAKTÖRLER**

#### **3.5.1. Kristallik**

Metal oksit malzemelerin elektrokimyasal performansı üzerinde kritik bir rol oynayan faktörlerden biri olarak kristallik derecesi belirlenmiştir. Kristallik derecesi düşük olan amorf yapılar, genellikle kristalize yapılara kıyasla daha üstün performans sergilemektedir. Bu durumun, amorf yapıların yüzeyde ve iç kısımlarda gerçekleşen faradaik reaksiyonları destekleme yetenekleriyle doğrudan ilişkili olduğu gösterilmiştir. Ayrıca, bu yapılar gözeneklilikleri sayesinde iyonların erişilebilirliğini artırarak daha yüksek spesifik kapasitans elde edilmesine katkı sağlamaktadır. Diğer yandan, yüksek kristallik derecesine sahip kristal yapılar, düzenli atomik yapılarıyla elektron ve iyon

taşınımını kolaylaştırarak daha yüksek iletkenlik sağlamaktadır. Ancak, düşük kristallik derecesine sahip amorf yapılar, içinde ve yüzeyinde gerçekleşen reaksiyonlara daha fazla alan sağlayarak geniş bir aktif bölge sunmaktadır. Bu nedenle, metal oksit elektrotların kristallik derecesinin, elektrotların performansı ve enerji depolama kapasitesi üzerinde belirleyici bir faktör olduğu vurgulanmaktadır. Kristallik derecesinin, metal oksit elektrotların tasarımında dikkate alınması gereken önemli bir parametre olduğu ve gelecekteki araştırmaların bu dengeyi optimize etmeye odaklanabileceği belirtilmektedir. Bu denge sağlanarak, gelecekte üretilecek metal oksit bazlı malzemelerin daha yüksek performanslı ve uzun ömürlü enerji depolama sistemlerinin geliştirilmesine önemli faydalar sağlayabileceği öngörülmektedir (Qi et al. 2016).

### **3.5.2. Spesifik Yüzey Alanı**

Metal oksit elektrotların elektrokimyasal performansını belirleyen kritik faktörlerden biri, elektrotların sahip olduğu spesifik yüzey alanı olarak belirlenmiştir. Bu özelliğin, elektrotun aktif malzemesini elektrolite maruz bırakma kapasitesini şekillendirdiği bilinmektedir. Yüksek bir spesifik yüzey alanının, elektrotun daha fazla aktif malzeme ile etkileşim kurmasına ve dolayısıyla daha yüksek bir kapasiteye sahip olmasına olanak tanıdığı gösterilmiştir. Ayrıca, iyonların elektrot yüzeyine daha hızlı ve kolay bir şekilde ulaşmasının sağlanması, daha verimli elektrokimyasal reaksiyonlara ve artan performansa yol açabilmektedir. Dolayısıyla, metal oksit elektrotların tasarımı ve optimize edilmesi sürecinde spesifik yüzey alanının büyük önem taşıdığı vurgulanmaktadır. Metal oksitlerin sözde kapasitesinin, özellikle yüzey alanında gerçekleşen redoks reaksiyonlarına bağlı olduğu bilinmektedir. Bu sebeple, spesifik yüzey alanının, metal oksit bazlı süperkapasitör uygulamalarında belirleyici bir faktör olduğu belirtilmektedir. Artan spesifik yüzey alanının, daha fazla aktif bölgeyi içeren ve birden fazla redoks reaksiyonunu destekleyebilen yapıların oluşmasını sağladığı ve bunun da spesifik kapasitenin artmasına yol açtığı gösterilmiştir. Metal oksit partiküllerinin boyutunun küçültülmesi, morfolojilerinin optimize edilmesi ve yüksek spesifik yüzey alanına sahip karbon malzemelerle entegrasyonunun sağlanması gibi çeşitli yöntemlerin denendiği belirtilmektedir. Bu yöntemlerin, metal oksitlerin kapasitif performansını artırma

potansiyeline sahip olduđu ve süperkapasitör teknolojilerinin ilerlemesine önemli katkılar sunabileceđi öngörülmektedir (Qi et al. 2016).

### 3.5.3. Morfoloji

Metal oksitlerin yapısal özelliklerinin, elektrotların performansı üzerinde önemli bir etkiye sahip olduđu belirtilmiştir ve bu bağlamda morfoloji, spesifik yüzey alanı, difüzyon yolları, yüzey/hacim oranları ve süper kapasitif performans arasında derin bir ilişki bulunduđu tespit edilmiştir. Çeşitli araştırmalarda, metal oksitlerin farklı morfolojilerinin, örneğin nanoteller, nanoçubuklar, nanotüpler, nanoçiçekler, içi boş küreler, nanopillar dizileri ve gözenekli ince filmler gibi yapıların, bu ilişkiyi nasıl şekillendirdiđi gösterilmiştir. Bu kapsamda, tek boyutlu nanoyapılı metal oksitlerin özellikle dikkat çekici olduđu bilinmektedir; kısa difüzyon yolları ve geniş spesifik yüzey alanlarının, yüksek kapasitansa ulaşmalarını sağladığı gözlemlenmiştir. Son yıllarda, içi boş kürelerin de büyük ilgi gördüğü ve gevşek mezo-gözenekli yapıları sayesinde geniş spesifik yüzey alanı ve hızlı iyon/elektron transferi sağlayarak üstün kapasitif performans sergiledikleri rapor edilmiştir. Üç boyutlu gözenekli yapıların da süperkapasitör uygulamalarında önemli bir rol oynadığı belirtilmiş olup, geniş spesifik yüzey alanı sunarak aktif bölgeler oluşturdukları ve aynı zamanda döngü stabilitesine katkı sağladıkları vurgulanmıştır. Bu nedenle, metal oksitlerin morfolojisinin tasarımının, elektrotların performansını ve döngü stabilitesini belirleyen önemli bir faktör olduđu sonucuna varılmıştır (Qi et al. 2016).

### 3.5.4. İletkenlik

Günümüzde, süperkapasitör uygulamalarında kullanılan elektrot malzemelerinin elektronik iletkenliğinin, sağlanacak yüksek performans açısından kritik bir öneme sahip olduđu bilinmektedir. Ancak, metal oksit tabanlı malzemelerin genellikle düşük elektronik iletkenlik gösterdiği ve bu durumun iyon ve elektron transferini sınırladığı belirtilmiştir. Bu kısıtlamanın, şarj/deşarj oranı arttıkça lokalize şarj/deşarj işlemlerine yol açarak özgül kapasite ve hız kapasitesi açısından performans düşüklüğüne sebep olabileceđi ifade edilmektedir. Örneğin, manganez oksidin ( $\sim 10^{-5}$  ila  $10^{-6}$  S cm<sup>-1</sup>) düşük elektronik



iletkenliğinin, gerçekçi özgül kapasitesinin teorik değerinden oldukça uzak, genellikle 350 F g<sup>-1</sup> civarında olmasına neden olabileceği gösterilmiştir. Bu durumda, metal oksitlerin elektronik iletkenliğini artırma ihtiyacının önem kazandığı vurgulanmaktadır. İdeal süperkapasitör performansı için metal oksitlerin iletkenliğinin artırılmasının gerekli olduğu belirtilmektedir. Bu amaçla, metal elementlerini metal okside katkılamak ve metal oksidi yüksek iletkenliğe sahip karbon malzemeleri veya iletken polimerlerle birleştirmek gibi etkili yöntemler üzerinde çalışmaların devam ettiği ifade edilmektedir (Qi et al. 2016).

### **3.5.5. Kütle Yüklemesi**

Aktif malzeme miktarının, elektrotların özgül kapasitesini, gücünü ve enerji performansını belirleyen kritik bir faktör olduğu belirtilmiştir. Bu aktif malzeme miktarının substratlara yüklendiği ve metal oksit elektrotlar için önem arz ettiği vurgulanmaktadır. Elektrotların yüzeyindeki ince filmlerin kalınlığının arttıkça, elektronik iletkenliğin azaldığı, elektrolit iyonlarına erişimin kısıtlandığı ve daha yüksek seri dirençlerin oluşabileceği gözlemlenmiştir. Metal oksit elektrotların, yüksek performans sergileyerek özgül kapasite, güç ve enerji yoğunluğu gibi önemli özelliklere sahip oldukları bilinmektedir. Ancak, bu performansı etkileyen en önemli faktörün aktif malzeme miktarı olduğu ifade edilmektedir. Bu nedenle, araştırmacılar için hala önemli bir zorluk olarak bilinen metal oksidin, yüksek verimli özgül kapasite ile beraber yüksek kütle yüklemesine ulaşmasının mümkün olmadığı vurgulanmaktadır. Hafif ve dayanıklı süperkapasitörlerin tasarımı ve uygulanmasının, bu zorlukların üstesinden gelindiğinde mümkün olabileceği öngörülmektedir (Qi et al. 2016).

## **3.6. SÜPERKAPASİTÖRLERİN ELEKTROKİMYASAL KARAKTERİZASYON TEKNİKLERİ**

### **3.6.1. Döngüsel Voltametri (CV)**

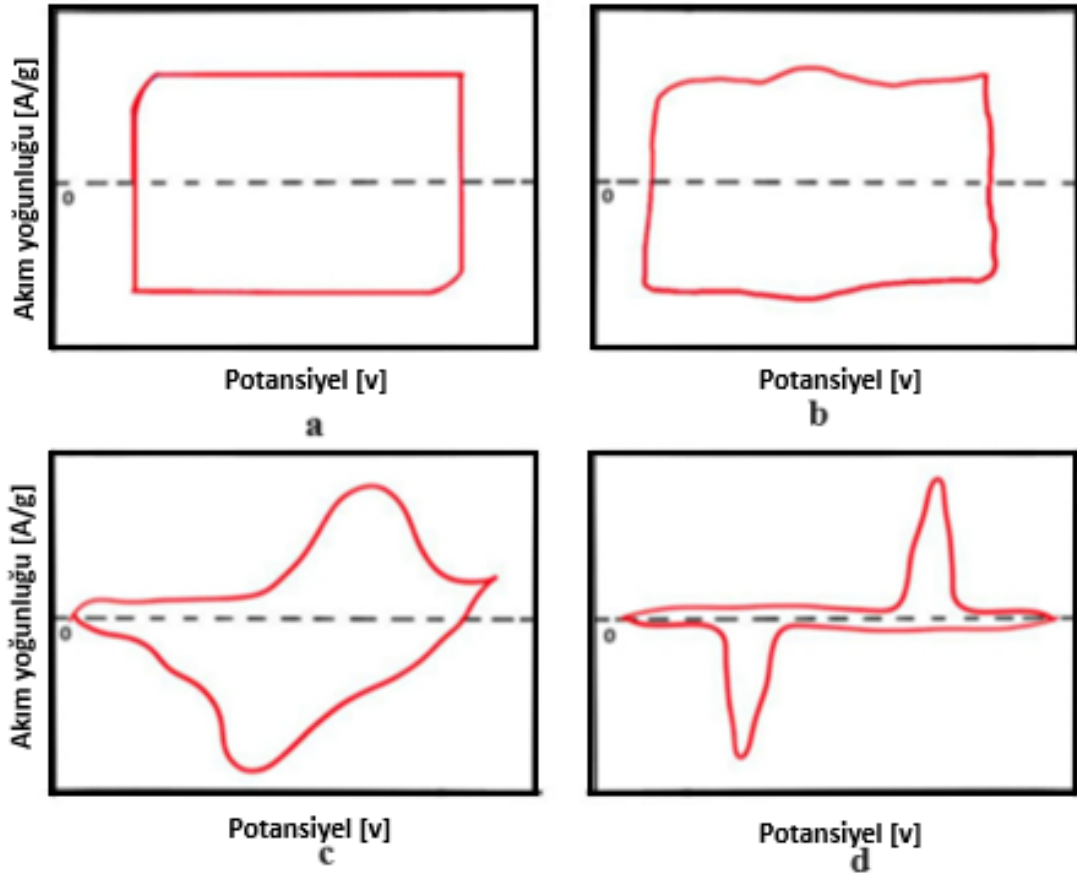
Döngüsel voltametri (CV), moleküler türlerin redoks süreçlerini araştırmak için sıkça kullanılan bir elektrokimyasal teknik olarak bilinmektedir (Elgrishi, et al. 2018). Elektrot

malzemelerinin incelenmesinde etkili ve hassas bir yöntem olarak tercih edilmektedir. CV'nin karakteristik voltammogramının, elektrot malzemeleri arasında en tanınmış olanı olduğu ve elektrokimyada önemli bir rol oynadığı vurgulanmaktadır (Daubinger et al. 2014). Bu tekniğin, elektrodun oksidasyon ve redüksiyon reaksiyonlarını analiz ederek elektrodun potansiyel voltajı ve akım çıkışı arasındaki ilişkiyi incelediği ifade edilmektedir. Voltajın taranması sırasında kaydedilen akım-voltaj eğrisinin, elektrodun redoks davranışının detaylı bir anlayışını sağladığı belirtilmektedir (Bojang and Wu 2020).

Döngüsel voltametri (CV), elektrokimyasal çalışmalarda yaygın olarak kullanılan bir teknik olarak tanımlanmaktadır. Bu yöntemin, iki veya üç elektrotlu sistemlerde çalışırken potansiyel değişimini lineer olarak değiştirerek çalıştığı bilinmektedir. Karşı elektrot veya referans elektrot ile karşı elektrot arasındaki potansiyel farkının akıma dönüşümünün kaydedildiği belirtilmektedir. Tarama hızının (V/s), potansiyel değişiminin hızını temsil ettiği, potansiyel pencerenin ise ölçüm yapılan potansiyel aralığını ifade ettiği açıklanmaktadır. CV'nin sağladığı voltammogramların, elektrokimyasal reaksiyon türlerini ayırt etmede önemli bir role sahip olduğu vurgulanmaktadır (Czagany et al. 2024). Elektrokimyasal bir hücrenin döngüsel voltametri (CV) ölçümü ile elde edilen grafikler Şekil 10'da gösterilmektedir. Şekil 3.13a, 3.14b ve 3.15c'deki grafikler süperkapasitörlere özgü özellikleri gösterirken, Şekil 10'deki grafik batarya tipi bir hücreye aittir. Şekil 3.16a'daki grafik EDLC (elektriksel çift katmanlı kapasitör), Şekil 3.17b'deki grafik psödökapasitif özellikleri, ve Şekil 3.18c'deki grafik ise faradik özellikleri temsil etmektedir (Huang, Yuan ve Chen 2022)

Elektrokimyasal araştırmalarda kullanılan döngüsel voltametri (CV), sentetik bir yaklaşım olarak üç temel avantaj sunmaktadır. Öncelikle, CV ile elektro-çökeltme reaksiyonlarının başlangıç potansiyellerinin belirlenmesine imkan tanındığı belirtilmektedir. Bu reaksiyonların genellikle elektrot-elektrolit arayüzlerinde yük transferiyle ilişkilendirildiği ve oksidasyon veya indirgeme tepkimesiyle sonuçlanabileceği ifade edilmektedir. Bu tepkimelerin sonucunda belirgin akım artışları veya net tepe noktalarının

görüldüğü rapor edilmektedir. İkinci olarak, CV'nin potansiyel taramasının, homojen ve istikrarlı filmlerin büyümesi ve oluşumu için kritik olduğu belirtilmektedir. Bu özelliğin, aşamalı bir birikim için düzenli bir ivme sağladığı vurgulanmaktadır. Son olarak, CV'nin, özellikle geçiş metal oksitleri gibi birden fazla değerlik durumuna sahip malzemelerin sentezinde yaygın olarak kullanıldığı ifade edilmektedir (Lv et al. 2020).



Şekil 3.19. Farklı yük depolama mekanizmalarının şematik döngüsel voltamogramları (Lv et al. 2020).

### 3.6.1. Galvanostatik Şarj/Deşarj Döngüsü (GCD)

Galvanostatik şarj/deşarj (GCD) ölçüm tekniği, süper kapasitörlerin elektrokimyasal performansının ayrıntılı bir şekilde incelenmesi için temel bir yöntem olarak kullanılmaktadır (E. Elkholy, Heikal, and K. Allam 2017a). Bu teknik, süper

kapasitörlerin enerji depolama kapasitesi, döngüsel kararlılığı ve uzun vadeli kullanım özellikleri üzerinde kritik bir rol oynamaktadır. GCD testleri sırasında, belirli bir potansiyel aralığında malzeme veya sistem sabit akımlarla şarj edilmekte ve deşarj edilmektedir. Şarj ve deşarj süreçlerinde akım ve voltaj arasındaki ilişki kaydedilmekte ve kapasitif davranış ile geri dönüşü olmayan Faradaik reaksiyonlar detaylı bir şekilde incelenmektedir. Kapasitans, enerji yoğunluğu, güç yoğunluğu ve eşdeğer seri direnç (ESR) gibi önemli parametreler, GCD ölçümleri aracılığıyla ayrıntılı olarak analiz edilebilmektedir (Licht, Davis, and Andreas 2020). Kapasitans, süper kapasitörün enerji depolama kapasitesini; enerji yoğunluğu, depolanan enerji miktarını; güç yoğunluğu, belirli bir zaman diliminde sağlanan güç miktarını; ESR ise iç direnç özelliklerini ifade etmektedir. Bu parametreler, süper kapasitörlerin yaşlanma mekanizmalarının anlaşılmasını, stabilite değerlendirmelerini ve ileriye dönük tasarımlar için kapsamlı veri sağlanmasını mümkün kılmaktadır (Czagany et al. 2024)

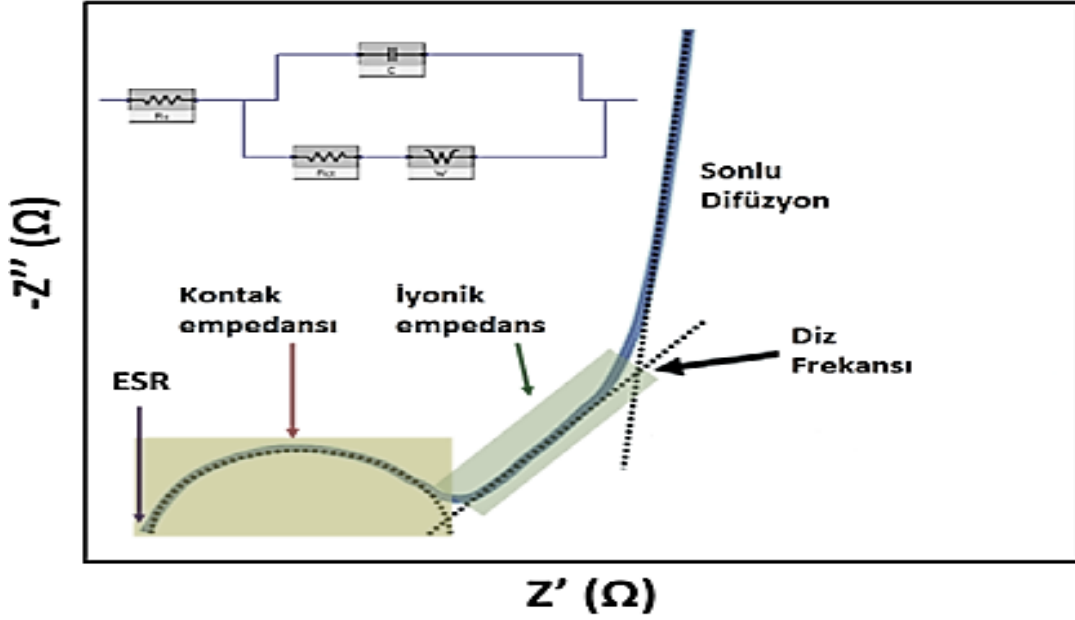
### **3.6.2. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS)**

Elektrokimyasal empedans spektroskopisinin (EIS), süper kapasitörlerin elektrot-çözelti arayüzünü karakterize etmede önemli bir fonksiyona sahip olduğu bilinmektedir. Frekans davranışı ve eşdeğer seri direnç (ESR) değerlendirmesi gibi parametreler aracılığıyla, EIS'nin elektrot malzemesinin iç direnci, elektrot-elektrolit arayüz direnci ve yük aktarım mekanizmaları hakkında ayrıntılı bilgiler sağladığı belirtilmektedir (E. Elkholy, Heakal, and K. Allam 2017) Günümüzde, süper kapasitörlerin performansını anlamak, optimize etmek ve geliştirmek için bu yöntemin temel bir araç haline geldiği ifade edilmektedir. Elektrotların karakterizasyonunda ve elektrokimyasal analizlerde geniş bir kullanım alanına sahip olduğu ve çözelti ile elektrot malzemeleri arasındaki yük aktarımı ve dirençlerin belirlenmesinde kritik bir rol oynadığı vurgulanmaktadır. Bu sebeple, EIS'nin süper kapasitör teknolojisinin ilerlemesi ve enerji depolama sistemlerinin verimliliğinin artırılması açısından büyük önem taşıdığı belirtilmektedir (Bojang and Wu 2020). EIS ve EC modellerinin, süper kapasitör performansını değerlendirmek ve anlamak için önemli araçlar olduğu ifade edilmektedir. EIS'nin süper kapasitörlerin empedans özelliklerini araştırmak ve tanımlamak için kullanıldığı, EC modellerinin ise verilerin analizinde

önemli bir işlev gördüğü belirtilmektedir. EC modellerinin, deney verilerinin tahmin edilmesinde kullanılan kısmi elemanlardan meydana geldiği ifade edilmektedir. EIS verilerinin genellikle matematiksel veya fizyokeşif modellerine göre modele tabi tutulduğu belirtilmektedir. EC modellerinin süper kapasitörlerin empedans analizinde önemli bir rol oynayan yapılar olduğu ve genellikle matematiksel modelleme yöntemleri kullanılarak oluşturulduğu ifade edilmektedir. EC modellerinin, deneysel verilere dayalı tahminlerde bulunmak için kullanılan kısmi elemanlar içerdiği belirtilmektedir. Ancak, EIS'in toplam empedans verilerini sağlamasıyla birlikte her bir bileşenin bağımsız katkısının belirlenmesinin zor olabileceği vurgulanmaktadır. Bu nedenle, özellikle deneysel Nyquist grafikleri (Şekil 3.20'da gösterildiği gibi) karmaşık tekniklerin yorumlanmasının zaman zaman zorlayıcı olabileceği ifade edilmektedir (Peyrow Hedayati et al. 2023a).

Genellikle, empedans verilerinin düşük bir voltaj genliği kullanılarak (örneğin,  $\pm 5$  ila  $\pm 10$  mV) geniş bir frekans aralığında (örneğin, 0,01 ila 100 kHz) ölçüldüğü belirtilmektedir. Yüksek frekanslarda, süper kapasitörlerin (SC'ler) saf bir direnç gösterdiği ve bu durumun elektrolit iyonlarının bu frekanslarda mikro gözeneklere nüfuz edemediğini işaret ettiği ifade edilmektedir. Sahte yük transfer direncinin genellikle frekansın yüksekten düşüğe doğru değiştiği bölgelerde (örneğin, 10 kHz ila 1 kHz) gözlemlendiği, çok düşük frekanslarda ( $< 1$  kHz) ise empedans diyagramının temel özelliğinin saf kapasitif davranış olduğu belirtilmektedir (Peyrow Hedayati et al. 2023b)

Şekil 3.9'de sunulan Nyquist grafiğinde, orta frekans aralığında  $-45^\circ$  eğimli dik bir çizgi dikkat çekmektedir. Bu çizgi, arayüzdeki iyonik difüzyon nedeniyle oluşan Warburg direncini (W) temsil etmektedir. Bazı Nyquist grafiklerinde, süperkapasitörlerde iyonik empedans ve yığın taşıma sınırları ile belirtilen "diz" frekansının da görülebildiği gözlemlenmiştir. Diz frekansı, kapasitif davranışın en belirgin olduğu yüksek frekans ifade etmektedir. Düşük frekans bölgesinde ise, keskin bir yükselişe sahip olan sonlu difüzyon dikey çizgisi süperkapasitörlerin kapasitif özelliklerini yansıtmaktadır ( $90^\circ$ ). Bu keskin yükselişin nedeni, süperkapasitörlerin gözenekli elektrot yapılarından kaynaklanabilmektedir (ÜNALAN 2017)



Şekil 3.21. Nyquist grafiği ve spesifik direnç ve kapasitif bölgeleri (ÜNALAN 2017).

### 3.7. SÜPERKAPASİTÖRLERDE KULLANILAN ELEKTROLİT ÇEŞİTLERİ

Enerji depolama kapasitesi süper kapasitörlerde elektrot malzemesi seçimi ve elektrot-elektrolit arayüzündeki yük transfer mekanizmaları tarafından belirlenir (Nguyen and Montemor 2019a). Elektrolitlerin ayrışma potansiyel aralığı, süper kapasitörlerin enerji ve güç yoğunluklarını belirlemekte kritik bir rol oynar. Yüksek çalışma voltajı enerji depolama kapasitesini ve güç yoğunluğunu artırabilir (An et al. 2019c). Elektrot malzemesi ve elektrolit kombinasyonunun doğru seçimiyle, çalışma voltajı aralığı genişletilebilir. Bu seçimler aynı zamanda süper kapasitörlerin güç ve enerji depolama kapasitesini artırmaktadır.

Elektrolit, süper kapasitörlerdeki elektrodun elektrokimyasal özelliklerini büyük ölçüde etkileyen iyonik iletkenlik sağlar. Özellikle voltaj aralığı, hız kapasitesi ve döngü stabilitesi gibi önemli hücresel işlemlere izin veren iyon akımını kontrol eder. Elektrolit, cihazların elektrokimyasal özelliklerini düzenleyerek iyonların iletimini sağlar ve böylece

süper kapasitörlerdeki iki elektrot arasındaki bağlantıyı sağlar. Bu iyon akımı, özellikle voltaj aralığı, hız kapasitesi ve döngü stabilitesi gibi kritik faktörlerin yönetilmesinde önemli bir rol oynar (Bhat, Patil, and Rakhi 2022). Bugünün süper kapasitörlerinde yaygın olarak kullanılan elektrolitler arasında sulu elektrolitler, organik elektrolitler ve iyonik sıvı elektrolitler bulunmaktadır. Bu tür elektrolitlerin özellikleri, süper kapasitörlerin performansını ve uygulama alanlarını belirlemede önemli bir role sahip olmaktadır (An et al. 2019).

### 3.7.1. Sulu Elektrolitler

Elektrolit bileşimi ve stabil çalışma potansiyeli, enerji depolama ve elektrokimyasal performans ile ilgili faktörleri belirlemede önemli bir rol oynamaktadır. Bu rol, çift katman oluşumu ve Faraday benzeri redoks reaksiyonları yoluyla gerçekleşir. Süper kapasitörlerde kullanılan sulu elektrolitler (örneğin, KOH ve H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gibi) küçük iyonik çaplara ve yüksek iletkenliğe sahip oldukları için yüksek özel kapasite ve hızlı performans sergilerler. Diğer organik ve iyonik sıvı elektrolitlerle karşılaştırıldığında, sulu elektrolitler yaklaşık olarak iki kat daha yüksek bir iyonik iletkenliğe sahiptir (Miao et al. 2020). Örneğin, yaklaşık 1 S cm<sup>-1</sup> iletkenlik değeri, daha küçük su iyonlarına ve artırılmış kapasiteye yol açar. Ayrıca, sulu elektrolitlerin düşük maliyetli, güvenli ve kullanımı kolay olduğunu belirtmek gerekir. Sulu elektrolitlerin çalışma voltajı, suyun ayrışma eşiği olan teorik olarak 1.23 V ile sınırlıdır. Bu nedenle, elektrot malzemelerinin geliştirilmesi ve redoks potansiyellerinin genişletilmesiyle suyun ayrışması için gereken aşırı potansiyel artırılabilir (Nguyen and Montemor 2019).

Ne yazık ki, geleneksel sulu elektrolitlerin doğasından kaynaklanan kısıtlamalar, suyun hidroliziyle belirlenen dar bir çalışma potansiyel aralığına sıkışmış durumdadır (1.23 V'un altında). Bu durum, anot/katot potansiyellerinde (0/1.23 V civarında) hidrojen/oksijen oluşumuna neden olabilir ve bu da cihazın düzenini ve elektrokimyasal performansını olumsuz etkileyebilir. Bu sorunun çözümü adına nötr elektrolitlerin (örneğin Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> vb.) yüksek aşırı potansiyellere sahip olduğunu gözlemliyoruz. Frackowiak ve ekibi, elektrokimyasal kapasitörlerde nötr Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gibi elektrolitlerin geniş bir

dağılım aralığını incelediğini ve bu elektrolitlerin güçlü iyonların uygulandığını ve belirli bir işletme voltajını sürdürdüğünü belirtti. Başka bir yaklaşım ise  $I^-/I_3^-$ ,  $Fe(CN)_6^{3-}/Fe(CN)_6^{4-}$ ,  $MV^{2+}/MV^+$ , hidrokinon/kinon gibi redoks-aktif çiftlerle ek kapasitans sağlayarak kapasiteyi artırmaktır. Örneğin, Fischer ve ekibi, geleneksel  $H_2SO_4$  elektrolite KI gibi bir redoks katkı maddesinin eklenmesinin kapasitede önemli bir artışa neden olduğunu gözlemledi. Hibrit enerji depolama sistemlerinde genellikle, işletme voltajını genişleterek pil seviyesinde enerji depolama ve kapasitör seviyesinde yüksek güç parçalarını elde etmek için gelişmiş stratejiler kullanılır (Miao et al. 2020c).

### 3.7.2. Organik Elektrolitler

Şu anda süper kapasitörler, organik sıvılar, iyonik sıvılar ve çeşitli su bazlı elektrolitler tarafından kullanılmaktadır. Elektrolitlerin doğası, süper kapasitörlerin işletim gerilimini önemli ölçüde etkileyebilir. Sulu olmayan organik elektrolitler genellikle 3V'a kadar olan gerilim değerlerini destekleyebilirken, iyonik sıvılar daha yüksek gerilim değerlerini destekleyebilir. Şarj kapasitesi arttıkça, sulu olmayan elektrolitlerin geniş bir işletim gerilimi aralığı sağladığı gözlemlenmiştir (Nguyen and Montemor 2019).

Ancak, organik elektrolitlerin sulu elektrolitlere kıyasla çeşitli dezavantajları bulunmaktadır. Düşük kapasitans ve zayıf iyonik iletkenlik gibi özellikler, güç verimliliğini olumsuz etkileyebilir. Bu olumsuz durumun ana nedeni, elektrolit iyonlarının çözelti kabuğunda hapsedilmesidir; bu da kütle yayılımının yavaşlamasına ve bazı koşullarda kapasite ile gözenek erişiminin azalmasına yol açabilir (Miao et al. 2020). Organik elektrolitler, genellikle düşük kapasitans ve zayıf iyonik iletkenlik özellikleri gösterir; bu da güç verimliliğini düşürebilir. Elektrolit iyonlarının çözelti kabuğunda hapsolmesi, kütle yayılımının yavaşlamasına ve belirli koşullar altında kapasite ile gözenek erişiminin azalmasına neden olabilir (Nguyen and Montemor 2019).

Örnek olarak, organik elektrolitler arasında tetrapropilamonyum bromür (TPAB), etilen karbonat (EC) ve propilen karbonat (PC) sıvıları yer almaktadır. Bu elektrolitlerin büyük moleküler boyutları nedeniyle kapasite sürelerinin azalması ve genellikle daha yüksek



maliyetler doğurması söz konusu olabilir. Ayrıca, organik elektrolitlerin zehirli ve yanıcı olma özellikleri, operasyon ve imha süreçlerinde ciddi güvenlik riskleri doğurabilir. Bu nedenle, süper kapasitör teknolojisinin geliştirilmesi ve yaygınlaştırılması sürecinde organik elektrolitlerin avantajları ve dezavantajları dikkatle değerlendirilmelidir (Miao et al. 2020).

### **3.7.3. Jel Elektrolitler**

Elektrolitler, enerji depolama ve iletim sistemlerinde kritik bir rol oynamaktadır. Bununla birlikte, geleneksel elektrolitler belirli sınırlamalara sahip olabilir. Son zamanlarda, çözücüsüz elektrolitler olarak bilinen iyonik sıvılar ilgi çekmektedir. İyonik sıvılar geniş elektrokimyasal stabilite aralığına sahip olabilirler ve aynı zamanda buharlaşma eğilimleri düşüktür (Miao et al. 2020). Yüksek sıcaklık ve kimyasal direnç gösterirler, genellikle düşük yanma hızına ve düşük toksisiteye sahiptirler. Ayrıca, elektrokimyasal stabilite aralıkları genellikle 6 V'a kadar ulaşabilir. Jel elektrolitler, genellikle polimer matrisler içine hapsedilmiş iyonik sıvılardan oluşur. Bu yapılar, jel elektrolitlerin elektrotlar arasında iyonik iletkenlik sağlamasını ve bu sayede enerji depolama cihazlarının çalışmasını mümkün kılar. Polimer matris, elektrolit bileşenlerinin homojen bir şekilde dağılmasını sağlar ve bu da elektrotlar arasında stabil bir iletkenlik sunar. Ayrıca, jel yapısı fiziksel bir bariyer oluşturarak kısa devre riskini azaltır ve cihaz güvenliğini artırır. Jel elektrolitler, esnek yapıları sayesinde çeşitli cihaz tasarımlarında kullanılabilir. Ayrıca, bu yapıların viskozitesi genellikle yüksektir, bu da iyon hareketliliğini sınırlayabilir ancak aynı zamanda elektrolitin buharlaşmasını engellemektedir.

İyonik jel elektrolitler ile yapılan fiber metal oksit bazlı asimetrik fiber süper kapasitörler, daha geniş bir voltaj aralığında çalışarak daha yüksek enerji ve güç yoğunluğu sağlayabilirler. Jel elektrolitlerin yüksek viskozitesi ve düşük iyonik iletkenlik gibi zorlukları da bulunabilir. Bunun yanı sıra, elektrotlar ile jel elektrolitler arasındaki etkileşim, geleneksel sulu ve organik elektrolitlerden farklılık gösterebilir, bu da bazı teknik zorlukları beraberinde getirebilir. Bu nedenle, jel elektrolitlerin araştırılması,

gelecekte enerji depolama teknolojileri için büyük potansiyele sahip olduğunu düşündüren heyecan verici bir alan olarak öne çıkmaktadır (An et al. 2019c).

### **3.8. SÜPERKAPASİTÖR MALZEMELERİNİN SENTEZ YÖNTEMLERİ**

#### **3.8.1. Hidrotermal Yöntem**

Hidrotermal sentez, minerallerin tek kristaller halinde sentezlendiği yüksek basınç altındaki sıcak su ortamında gerçekleştirilen bir yöntemdir (Kafle 2020). Bu süreç, genellikle otoklav adı verilen özel olarak tasarlanmış çelik basınçlı kaplarda gerçekleştirilir. Sentez işlemi, suyun hem katalizör hem de bazen katı fazların bir bileşeni olarak işlev gördüğü yüksek sıcaklık ve basınç koşullarında (~ birkaç atmosfer) yapılmaktadır. Bu yöntemin avantajları arasında düşük reaksiyon sıcaklıkları (< 300 °C), tek adımlı sentetik bir prosedür olması, çevre dostu olması ve çözelti içinde homojen dağılım sağlaması yer almaktadır. Ayrıca, hidrotermal sentezin enstrümantasyon, enerji ve malzeme açısından diğer çözelti sentez yöntemlerine göre daha ekonomik olduğu bilinmektedir (Li and Liu 2010).

Hidrotermal yöntemler, sadece ikili metal oksitlerin değil, aynı zamanda kompozit metal oksitlerin de üretiminde kullanılmaktadır. Bu yöntemle elde edilen 2D katmanlı olmayan metal oksitlerin sentezi, yüzey özellikleri, kristal boyutları ve katkı maddeleri üzerinde hassas bir kontrol sağlamaktadır ve bu da çeşitli avantajlar sunmaktadır. Hidrotermal yaklaşımın bir diğer avantajı ise çeşitli substratlarla kullanım esnekliğidir, bu da yöntemin geniş bir uygulama alanına hitap etmesini sağlamaktadır (Khorramshahi and Safari 2023).

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nano parçacıkları ve ultra ince tozların sentezi, hidrotermal yöntemler kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu süreçte, ferritlerin boyutu, parçacıkların çekirdeklenme ve tane büyüme süreçleri tarafından belirlenmektedir. Diğer parametreler sabit tutulduğunda, üretim hızları sıcaklık tarafından kontrol edilmektedir. Yüksek sıcaklıklarda çekirdeklenme, tane büyüme sürecinden daha hızlı gerçekleşmekte ve bu nedenle parçacık

boyutu azalmaktadır. Reaksiyon süresi arttıkça, tane büyüme süreci daha avantajlı hale gelmektedir (Denkbaş et al. 2016).

### **3.8.2. Sol-Jel Yöntemi**

Sol-jel yöntemi, nanopartiküllerin ve nanomateryallerin üretiminde kullanılan çözelti bazlı bir tekniktir. Bu yöntem, sıvı formdaki bir çözeltinin jel haline dönüştürülmesiyle başlar. Oluşan jel, daha sonra ısıtılarak veya diğer kurutma teknikleriyle son ürün haline getirilir.

Sol-jel yönteminin en önemli avantajlarından biri, metal ve seramik nanomateryallerin düşük sıcaklıklarda (70-320°C) üretilebilmesidir. Bu düşük işlem sıcaklıkları, yüksek saflıkta ve homojen kompozitlerin elde edilmesine olanak tanır. Bu sebeple, sol-jel yöntemi nanomalzeme üretiminde tercih edilen güvenilir bir seçenek olarak değerlendirilir (Bokov et al. 2021).

Sol-jel yöntemi, solun jel haline dönüştürülmesi için çeşitli teknikler kullanılarak gerçekleştirilmektedir ve genellikle son ürünler, solventin hafifçe kurutulması sonucunda elde edilmektedir. Bu yöntemle elde edilen ürünlerin kalıplanması veya dökülmesiyle entegre parçalar üretilebilmektedir. Ayrıca, Sol-jel yöntemi, ince filmler oluşturmak için de kullanılmakta ve elektronik ile kimya endüstrilerinde yaygın olarak tercih edilmektedir (Bokov et al. 2021).

### **3.8.3. Solvotermal Yöntem**

Solvotermal yöntem, yüksek sıcaklık ve buhar basınçlarında sulu olmayan çözeltilerdeki öncüllerin etkileşimini kolaylaştıran bir kristalleşme tekniği olarak kullanılmaktadır. Bu teknik, CA ve CD gibi karbon öncüllerinin nano ölçekte sentezlenmesinde sıklıkla tercih edilmektedir. Korozyon önleyici olarak, biyoalgılama için 0,5M sülfürik asit içinde arginin ve fosforik asit kullanılarak bakır koruması sağlanmıştır (Modi et al. 2023). Solvotermal yöntem, hidrotermal yöntemle benzerlikler taşımakla birlikte, belirli

koşullarda gösterdiği farklılıklarla dikkat çekmektedir. Yüksek sıcaklık ve basınç altında çalışabilen bu yöntem, solvent içindeki kimyasal reaksiyonları hızlandırarak kapalı bir kap içinde, örneğin bomb veya otoklav gibi cihazlarda, çözücünün katı maddeleri daha etkin bir şekilde çözmesini sağlamaktadır. Bu özelliği sayesinde, farklı morfolojilere sahip nano malzemelerin sentezinde geniş bir kullanım alanına sahiptir. Örneğin, kadmiyum kalkojenitlerin (CdS, CdSe, CdTe) nanokristalleri, çubuklar, teller ve çoklu çubuklar şeklinde sentezlenmiştir. Bu yöntemin ana avantajı, yüksek sıcaklık ve basınç altında neredeyse her malzemenin çözücü içinde çözünmesinin sağlanmasıdır, bu da geniş bir malzeme yelpazesinin kullanılmasını mümkün kılmaktadır (Zhong, Mirkovic, and Scholes 2011).

#### **3.8.4. Şablonlama Yöntemi**

Gözenekli malzemelerin üretiminde sıkça başvurulan bir yöntem olan şablonlama süreci, belirli bir morfolojiye sahip organik şablonların kullanımıyla gerçekleştirilmektedir. Bu şablonlar, metal numunelerin yüzeylerinde büyütülerek istenen yapıların oluşturulmasını sağlamaktadır. Son aşamada ise organik şablon çıkarılarak istenilen ürün elde edilmektedir. Bu süreçte, gözenekli malzemenin yapısını doğru şekilde kontrol edebilmek için uygun organik şablonun seçimi oldukça hayati öneme sahiptir. Seçilen şablon, son ürünün gözenekli yapısını belirleyen temel bir faktör olarak kabul edilmektedir (AYDIN 2021).

#### **3.8.5. Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) Yöntemi**

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi, gaz fazındaki öncü kimyasalların yüksek sıcaklıkta bir yüzey üzerinde kimyasal reaksiyona girerek katı bir tabaka oluşturduğu bir kaplama tekniğidir. CVD, özellikle yarı iletken endüstrisinde, ince film kaplamalarının ve nanomalzemelerin üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntem, yüksek saflıkta ve homojen kaplamalar elde etme avantajı sunar. Örneğin, grafen üretiminde CVD yöntemi kullanılarak büyük ölçekli, yüksek kaliteli grafen tabakaları elde edilebilir (Saeed et al. 2020)

### **3.8.6. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) Yöntemi**

Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi, katı malzemelerin buharlaştırılarak vakum ortamında bir substrat üzerine yoğunlaştırılmasıyla ince film kaplamaların oluşturulduğu bir tekniktir. PVD, termal buharlaştırma veya sputterlama tekniklerini kullanarak malzemeyi buharlaştırır ve bu buhar, substrat üzerinde yoğunlaşarak ince bir kaplama oluşturur. PVD yöntemi, yüksek yapışma gücü, sertlik ve düşük işlem sıcaklıkları gibi avantajlar sunar. Bu özellikleri nedeniyle PVD, optik kaplamalar, dekoratif kaplamalar ve aşınma direnci gerektiren uygulamalarda tercih edilmektedir (Sun et al. 2021)

## BÖLÜM 4

### DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 4.1. KULLANILAN MALZEMELER

Bu tez çalışmasında süperkapasitörlerde kullanılmak üzere grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  bazlı yüksek performanslı bir elektrot malzemesi üretilmesi hedeflenmiştir. Üretim esnasında kullanılan malzemeler işlem görmeden doğrudan kullanılmıştır.  $MgFe_2O_4$  üretimi için Demir klorür ( $FeCl_3$ ) ve üre ( $CO(NH_2)_2$ ) Rokkim firmasından temin edilmiştir. Magnezyum klorür hegzahidrat ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ) ise Merck'ten satın alınmıştır. Ayrıca, akım toplayıcı olarak kullanılan 1.6 mm kalınlığında nikel köpük ve grafen nano plakalar ise Nanografi firmasından tedarik edilmiştir. Son olarak, elektrolit olarak kullanılması amaçlanan KOH ise Rokkim şirketinden sağlanmıştır. Elde edilen bu malzemelerin testleri, Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü Malzeme Araştırma ve Geliştirme Merkezinde gerçekleştirilmiştir.

#### 4.2. GRAFEN KATKILI $MgFe_2O_4$ SENTEZİ

Elektrot malzemesi olarak kullanılması amaçlanan  $MgFe_2O_4$ 'ün grafen ile birlikte sentezi hidrotermal yöntemle gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla öncelikle 10 mg  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ , 15 mg  $Fe_3Cl$ , 20 mg üre ve 7 ml saf su bir beher içerisinde homojen bir karışım elde edilene kadar karıştırılmıştır. Bu solüsyon katkısız  $MgFe_2O_4$  sentezi için hazırlanmıştır. Daha sonra bu bileşenler kullanılarak aynı miktarda bir solüsyon daha hazırlanmış ve buna ekstra olarak 10 mg grafen eklenmiştir. Ardından ultrasonik banyoda yarım saat boyunca karıştırılarak grafen nano plakalarının solüsyon içinde nispeten dağılması sağlanmıştır. Her iki solüsyon da teflon astarlara aktarılmış ve içerisine  $1 \times 3$  cm boyutunda nikel köpük parçaları eklenerek ağzı kapatılmıştır. Daha sonra bu astarlar paslanmaz çelik otoklavlara

aktarılmış ve ardından fırına yerleştirilerek 6 saat 130 °C’de bekletilmiştir. Ardından otoklavlar oda çıkılarak oda sıcaklığına kadar soğuması beklenmiştir. Oda sıcaklığına ulaşan otoklavların kapakları açılarak solüsyonlar tüplere alınmış ve nikel köpükler ise birkaç kez saf su ile yıkanarak yüzeyleri temizlenmiştir. Daha sonra saat camı üzerinde etüve yerleştirilmiş ve 65 °C’de bir gün boyunca kurutulurken nemi giderilmiştir. Tüplere alınan solüsyonlar ise santrifüj edilerek benzer şekilde etüvde kurutmaya bırakılmıştır. Bahsi geçen bu üretim aşamaları şekil 4.1’de verilmiştir. Böylece üretim aşamaları tamamlanmıştır.



Şekil 4.2. Nikel köpük üzerinde  $MgFe_2O_4$  ve grafen sentezi.

### 4.3. MALZEME KARAKTERİZASYONU

Üretilen elektrotların değerlendirilmesinden önce bir takım karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla öncelikle ürünlerin kristal yapılarını analiz etmek için X ışını kırınım analizi (XRD) gerçekleştirilmiştir. Daha sonra kimyasal bağ analizi ve bağlanma enerjilerini tespit etmek için ise Fourier Transform Infrared spektroskopisi (FTIR) ve X-Işını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ile incelemeler gerçekleştirilmiştir. Öte yandan üretilen elektrotların mikroyapı ve morfolojik özellikleri ise taramalı elektron

mikroskobu (SEM) ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir. Bu bağlamda kullanılan bazı cihazların görselleri aşağıdaki şekil 4.3’de verilmiştir.



Şekil 4.4. Üzerinde gerçekleşen sentez işlemleri

#### 4.4. ELEKTROKİMYASAL ÖLÇÜMLER

Süperkapasitörlerde kullanılan elektrot malzemelerinin elektrokimyasal performansları, PARSTAT 4000 potansiyometre cihazı kullanılarak oda sıcaklığında, çevrimli voltametri (CV), galvanostatik şarj/deşarj (GCD) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ölçümleri ile incelenmiştir. Analiz için yapılan bu testlerin, üç elektrotlu hücre sistemi ile gerçekleştirilmiştir. Bu sistemde referans elektrot olarak Ag/AgCl, karşı elektrot olarak grafit çubuk ve çalışma elektrotu olarak ise üretilen elektrotlar kullanılmıştır. Elektrolit sıvısı olarak ise 6 M KOH çözeltisi kullanılmıştır. Ölçümler sonrası her bir elektrotun spesifik kapasitansı aşağıda verilen denklem 1’deki formüle göre hesaplanmıştır. (Mashrah and Polat 2023c).

$$Cs = \frac{I \times \Delta t}{\Delta V \times S} \quad (1)$$

Bu formüldeki Cs spesifik kapasitansı (mF), Ideşarj akımını (mA), Δtdeşarj süresini (sn.), ΔV potansiyel aralığını (V) ve S yüzey alanını ifade etmektedir. Ayrıca elektrotların enerji



(E) ve güç (P) yoğunlukları ise aşağıda verilen denklem 2 ve denklem 3'e göre hesaplanmıştır (Polat and Mashrah 2022).

$$E = \frac{I \times \Delta t}{7.2} \quad (2)$$

$$P = \frac{3600 \times E}{\Delta t} \quad (3)$$

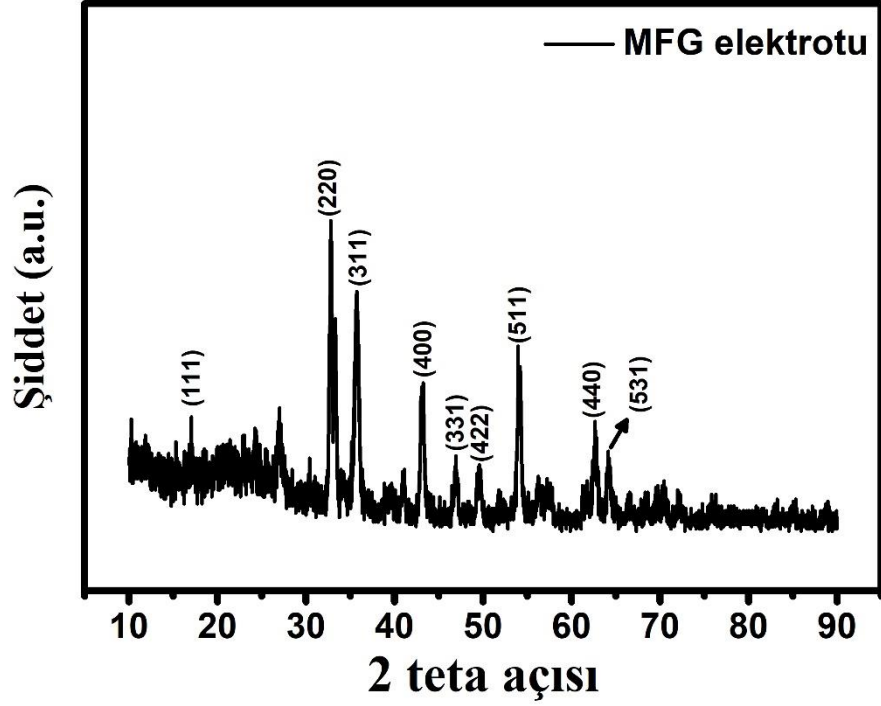
## BÖLÜM 5

### ANALİZ SONUÇLARI

#### 5.1. MALZEME KARAKTERİZASYON SONUÇLARI

##### 5.1.1. XRD Analiz Sonuçları

Süperkapasitörlerde kullanılmak üzere üretilen grafen katkılı  $MgFe_2O_4$ 'ün kristal yapısı, X ışını kırınım yöntemi (XRD) ile analiz edilmiştir. Bu yöntemle, malzemenin kristal yapısı ve içerisindeki farklı fazlar hakkında bilgi vermektedir. Şekil 5.1'de gösterilen XRD sonuçlarına göre 2 teta değeri yaklaşık  $32^\circ$ ,  $35^\circ$ ,  $43^\circ$ ,  $54^\circ$  ve  $62^\circ$ 'de gözlemlenen piklerin  $MgFe_2O_4$ 'ün sırasıyla (220), (311), (400), (511) ve (440) düzlemlerine ait olduğu belirlenmiştir. Ayrıca,  $17^\circ$ ,  $46^\circ$ ,  $49^\circ$  ve  $64^\circ$ 'te gözlemlenen düşük yoğunluklu piklerin ise yine  $MgFe_2O_4$ 'ün (111), (331), (422) ve (531) düzlemlerine ait olduğu tespit edilmiştir. Grafikte yaklaşık  $27^\circ$ 'de gözlemlenen belirgin pikin ise muhtemelen grafenin (002) düzleminde kaynaklandığı düşünülmektedir (Mashrah and Polat 2023c).

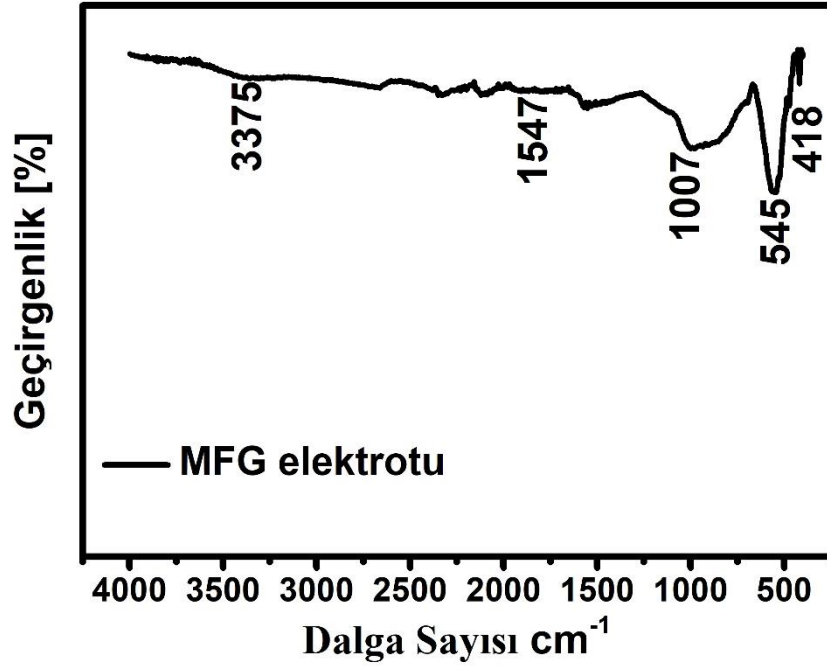


Şekil 5.2. XRD Sonuçları (Mashrah and Polat 2023c)

### 5.1.2. FTIR Analiz Sonuçları

Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi (FTIR) analizi, üretilen elektrodun kimyasal yapısının ve fonksiyonel gruplar hakkında bilgi sağlayabilen güçlü bir analiz tekniği olarak bilinmektedir. Kızılötesi X-ışının kullanılan malzeme tarafından soğurulması, moleküllerin titreşimine neden olur ve bu titreşimler belirli dalga numaralarında pikler oluşturur, bu piklerin sayısında malzemenin kimyasal yapısının detaylı bir şekilde değerlendirilebilmektedir. Bu tez konusunda, hidrotermal yöntem ile üretilen grafen katkılı  $MgFe_2O_4$ 'ün FTIR analiz sonuçları Şekil 5. 3'de verilmiştir. Bu sonuçlara göre,  $1007\text{ cm}^{-1}$  ve  $1547\text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarındaki düşük yoğunluklu pikler gözlenmiş ve bunların sırasıyla O–H bükülme titreşimi ve C=O bağlarına işaret ettiği düşünülmektedir. Ayrıca, yaklaşık  $438\text{ cm}^{-1}$  ve  $578\text{ cm}^{-1}$  dalga numaralarındaki pikleri ise Fe–O ve Mg–O gerilme titreşimlerine işaret etmektedir. Son olarak,  $3357\text{ cm}^{-1}$  dalga numarasındaki geniş bir pik görülmektedir. Bu geniş pikin, O–H gerilme titreşimine işaret

ettiği düşünülmektedir. Sonuç olarak her ne kadar hidroksil grubu ve karbon benzeri safsızlıklar olsa da Fe-O ve Mg-O bağlarının gözlenmesi  $MgFe_2O_4$ 'ün sentezlendiğini göstermektedir (Mashrah and Polat 2023c).

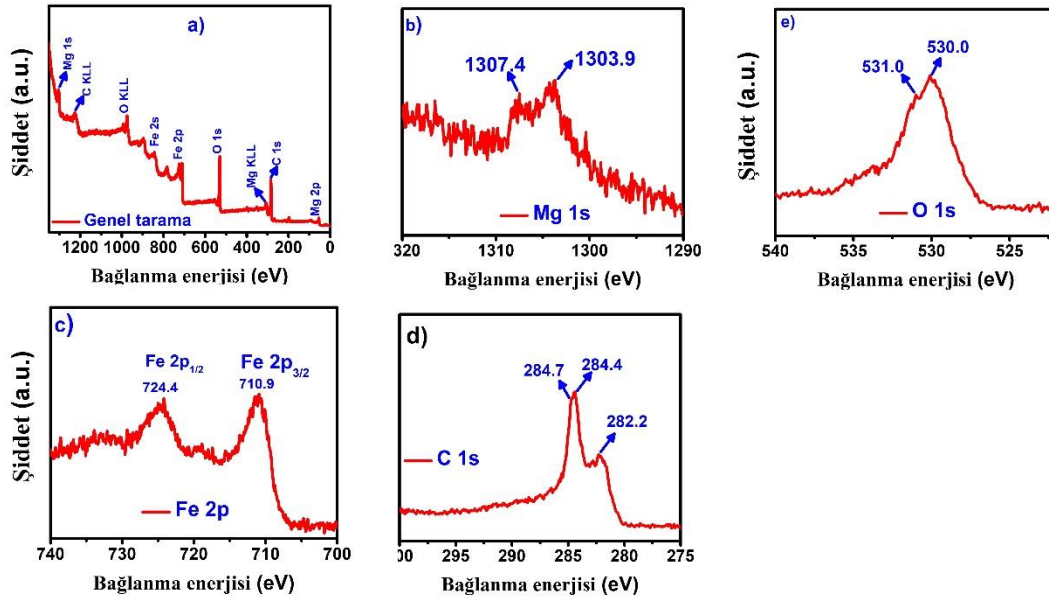


Şekil 5. 4. FTIR Analiz sonuçları (Mashrah and Polat 2023c)

### 5.1.3. XPS Analiz Sonuçları

X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), üretilen malzemenin kimyasal yüzeyi ve elementel bileşimini hakkında net bilgiler sağlayan önemli bir analiz yöntemidir. Bu analiz yöntemde, numunenin yüzeyine x-ışınları gönderiliyor ve yüzeyde var olan atomlardan çıkan fotoelektronların enerjilerini ölçerek, elementlerin bağlanma enerjilerini bilirler. Dolayısıyla, farklı elementlere ait oluşan piklerin şiddeti ve konumları, elementlerin yüzeydeki miktarını ve kimyasal durumu ile alakalı analizler sergilemektedir. Şekil 5.3’de grafen katkılı  $MgFe_2O_4$ 'ün XPS analiz sonuçları verilmiştir. Bu sonuçlara göre şekil 5.3a’deki genel taramada Mg, Fe, O ve C elementlerin varlığı gözlenmiştir. Bu durum üretilmesi amaçlanan grafen katkılı  $MgFe_2O_4$ 'ün varlığını doğrulamaktadır. Öte yandan

Şekil 5.3b'de 1303 eV ve 1307 eV'de Mg 1s orbitaline yönelik pikler gözlenmiştir ki bunlar muhtemelen metalik magnezyum ve Mg-O bağına karşılık gelmektedir. Şekil 5.3c'de ise Fe 2p<sub>1/2</sub> ve 2p<sub>3/2</sub>'nin sırasıyla 724 eV ve 710 eV'de iki pik noktası görülmektedir. Bu pikler, muhtemelen Fe(III)-O bağı ve Fe-O bağlarına işaret etmektedir. Şekil 5.3d'de ise C 1s orbitalinin 284,7 eV, 284,4 eV ve 282,2 eV'de pikler gözlenmiştir. Bunlardan 284 eV'te gözlemlenenler muhtemelen C-C sp<sup>2</sup> bağına ve 282 eV'dekiler ise C-O'ya karşılık geldiği düşünülmektedir. Şekil 5.3e'de verilen O 1s spektrumunda ise muhtemelen Mg-O ve Fe-O metal oksit veya hidroksil gruplarının bağlanma enerjilerinden kaynaklanan 531.0 ve 530.0 eV'de iki farklı pikler gözlenmiştir. Bu sonuçlar üretilmesi arzu edilen grafen katkılı MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> bileşenlerinin bağ enerjilerinin varlığını kanıtlar niteliktedir (Mashrah and Polat 2023c).

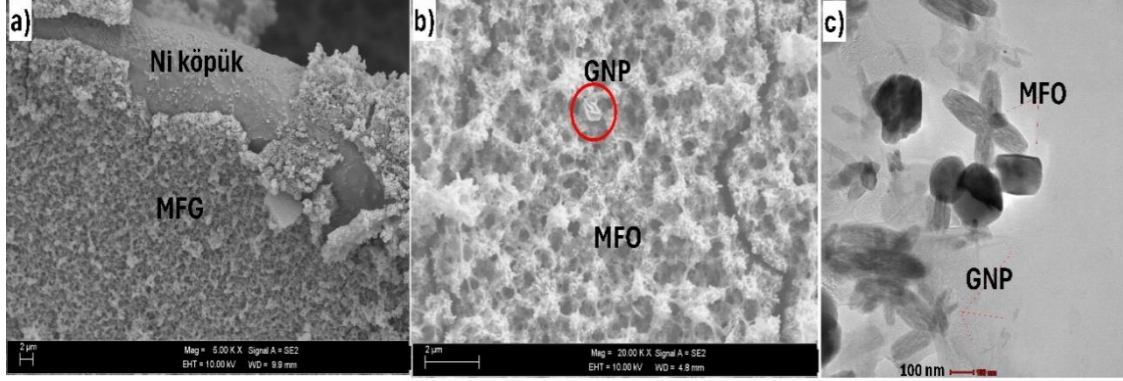


Şekil 5. 5 XPS Analiz sonuçları (Mashrah and Polat 2023c)

#### 5.1.4. SEM ve TEM Analiz Görüntüleri

Grafen katkılı MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (MFG) elektrotunun nikel köpük akım toplayıcı yüzeyinde hidrotermal yöntem ile sentezi sonrası elde edilen ürünün SEM görüntüsü şekil 5.4 a ve

b'de verilmiştir. Şekil 5.4a'da genel bir görüntü verilmiştir ki burada nikel köpük yüzeyinin homojen bir şekilde arzu edilen MFG ile kaplandığı gözlenmektedir. Bu kaplamanın homojenliği elektroaktif maddenin akım toplayıcı yüzeyinde iyi bir şekilde tutunduğu ve muhtemelen elektrokimyasal performansın da yüksek olacağına işaret etmektedir. Öte yandan şekil 5.4b'de ise bu MFG bileşenine yakından bakıldığında yapıları grafen nanoplakaları (GNP) ve  $MnFe_2O_4$  (MFO) bileşiminin iyi bir etkileşim halinde olduğu anlaşılmaktadır. Şekil 5.4c'de verilen TEM görselinde ise MFO'nun grafen nanoplakaları etrafında şerit şeklinde 150 nm uzunluğunda ve 45 nm genişliğinde şerit geometri olarak meydana geldiği gözlenmiştir. Bunların yanı sıra topaksı yapıda küresel formda meydana gelen şekiller de mevcuttur. Bunların da muhtemelen MFO'nun farklı formları ya da safsızlık olduğu düşünülmektedir. Bu tür nano yapıların oldukça geniş yüzey alanına sahip oldukları bilinmektedir. Bu sebeple daha fazla iyon tutabilme kapasitesi sağlayacağı ve bunun da elektrotun performansını önemli ölçüde yüksek olmasına sebep olacağı düşünülmektedir (Mashrah and Polat 2023c).



Şekil 5.6. a ve b) SEM ve c) TEM Analiz görüntüleri (Mashrah and Polat 2023c)

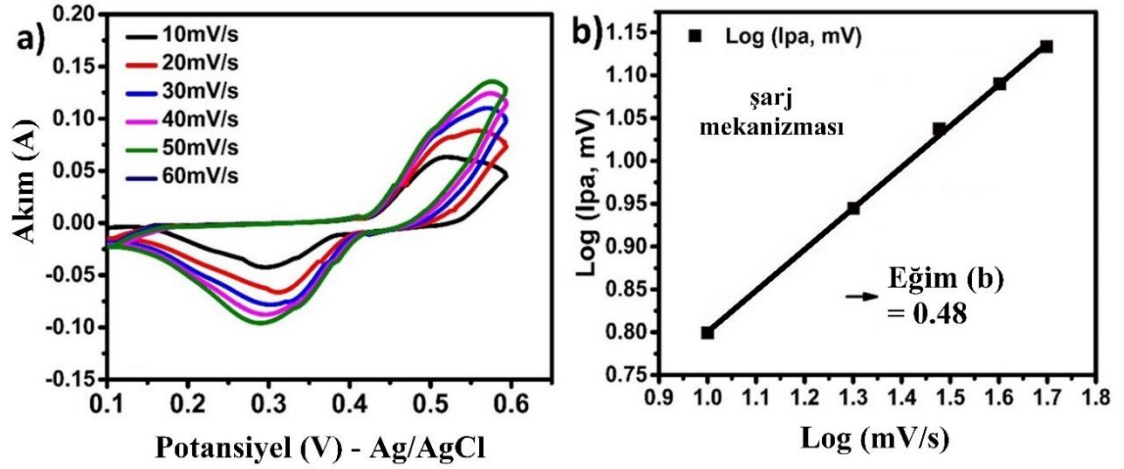
## 5.2. ELEKTROKİMYASAL ÖLÇÜM SONUÇLARI

### 5.2.1. CV ve GCD Ölçüm Sonuçları

Üretilen grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  elektrotunun (MFG) elektrokimyasal ölçüm sonuçları şekil 5.5'te verilmiştir. Bu ölçümlerde ilk olarak MFG elektrotunun farklı tarama hızlarındaki CV ölçümleri gerçekleştirilmiştir (şekil 5.5a). 10 mV/s ile 60 mV/s tarama hızlarında gerçekleştirilen bu ölçümlerde anodik ve katodik bölgelerde sırasıyla yaklaşık 0.25 V ve 0.38 V'de pikler gözlenmiştir. Bu piklerin muhtemelen Mg ve Fe iyonlarının yükseltgenme ve indirgenme reaksiyonlarından ya da  $OH^-$  iyonlarının  $MgFe_2O_4 \cdot OH$  oluşturarak yüzeyde tutunmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu piklerin tarama hızına bağlı olarak lineer bir artış gösterdiği pik akımlarındaki artışa göre bariz bir şekilde anlaşılmaktadır. Bu lineerlik verilen potansiyel aralığında tarama hızına bağlı herhangi bir bozulmanın olmadığını yani elektrotun stabil çalıştığını göstermektedir. Öte yandan bu elektrotun şarj depolama mekanizmasını tespit etmek için ise yine CV grafiğindeki anodik piklere bağlı hesaplamalar yapılmıştır. Bu amaçla öncelikle  $I_{pa} = a \times v^b$  formülüne göre farklı tarama hızlarındaki  $\log(V) - \log(I_p)$  grafiği sunulmuş ve grafik üzerinde doğrusal uyum sağlanmıştır. Bu grafikteki eğim olan b değeri 0.5'e yakın olması, şarj mekanizmasının çoğunlukla difüzyon kontrollü (veya batarya tipi davranış) olduğu anlamına gelmekte iken, 1'e yakın olduğunda ise kapasitif kontrollü bir şarj mekanizması olduğunu ifade etmektedir. Bu çalışma için Şekil 5.5b'de verilen grafiğin eğimi ise 0.48 olarak tespit edilmiştir ki bu, MFG elektrodunun şarj mekanizmasının çoğunlukla difüzyon kontrollü olduğu ve bunun da psedokapasitif olduğuna işaret etmektedir.

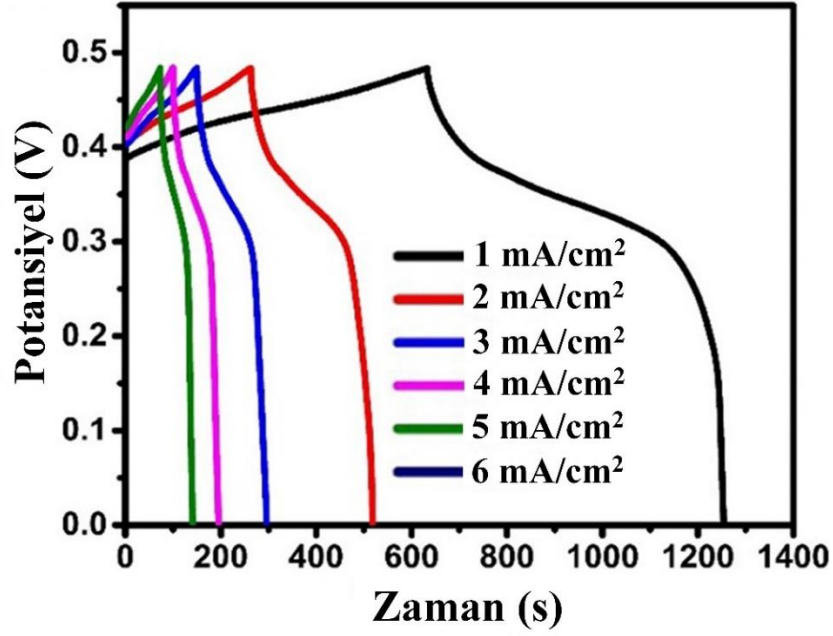
Şekil 5.6'de ise bu elektrotun farklı akım yoğunluklarındaki şarj-deşarj ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümler  $1 \text{ mA/cm}^2$ 'den  $6 \text{ mA/cm}^2$  akım yoğunluğuna kadar gerçekleştirilmiş olupdeşarj süreleri sırasıyla 621s, 257s, 146s, 97s, 70s ve 51s olarak ölçülmüştür. bu sürelerle bağlı spesifik kapasitans değerleri ise şekil 5.7a'de görüldüğü gibi sırasıyla  $828 \text{ mF/cm}^2$ ,  $685 \text{ mF/cm}^2$ ,  $584 \text{ mF/cm}^2$ ,  $517 \text{ mF/cm}^2$ ,  $486 \text{ mF/cm}^2$  ve  $408 \text{ mF/cm}^2$  olarak hesaplanmıştır. Benzer şekilde bu elektrotun yine budeşarj sürelerine bağlı enerji ve güç yoğunlukları da şekil 5.7b'de görüldüğü gibi verilmiştir. Bu sonuçlara göre

en yüksek enerji yoğunluğu değeri  $1 \text{ mA/cm}^2$  akım yoğunluğunda  $28.7 \text{ mWh/cm}^2$  olarak hesaplanmıştır. En düşük enerji yoğunluğu ise  $6 \text{ mA/cm}^2$  akım yoğunluğunda  $14.1 \text{ mWh/cm}^2$  olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlara göre düşük akım yoğunluklarında yüksek performanslar elde edilmesi muhtemelen iyonların elektrot yüzeyine daha yavaş ve iç kısımlarına kadar ilerleyecek kadar yeterli zamanı bulmasından dolayıdır. Yüksek akımlarda ise iyonların daha hızlı bir şekilde elektrot yüzeyine çekilmesi muhtemelen yüzeyde bir iyon filmi oluşturmasına ve iyonların iç kısımlara ulaşmasını engellemesine bağlı olarak performansını düşürmektedir (Mashrah and Polat 2023c).

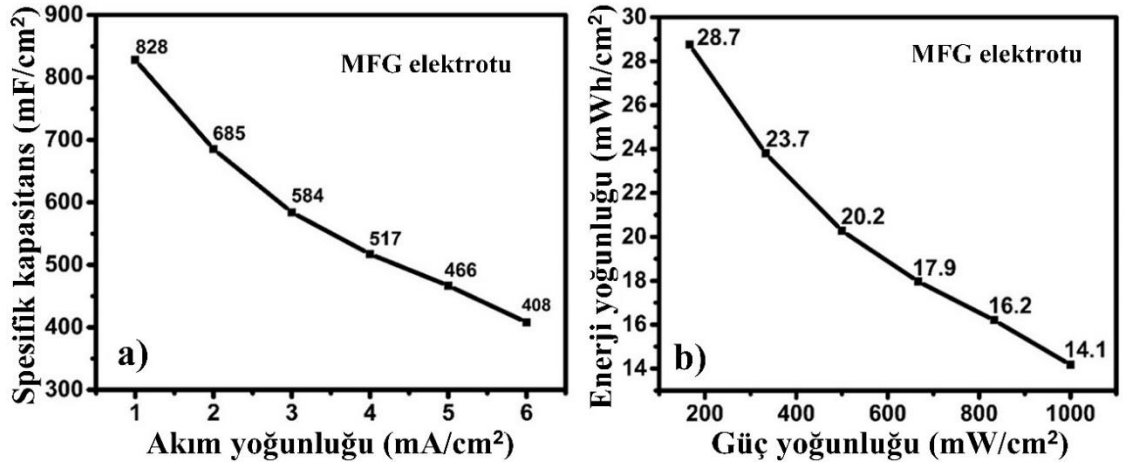


Şekil 5. 7. a) CV ölçümü ve b) şarj transfer mekanizması (Mashrah and Polat 2023c)





Şekil 5. 6. GCD ölçüm sonuçları grafiği (Mashrah and Polat 2023c)



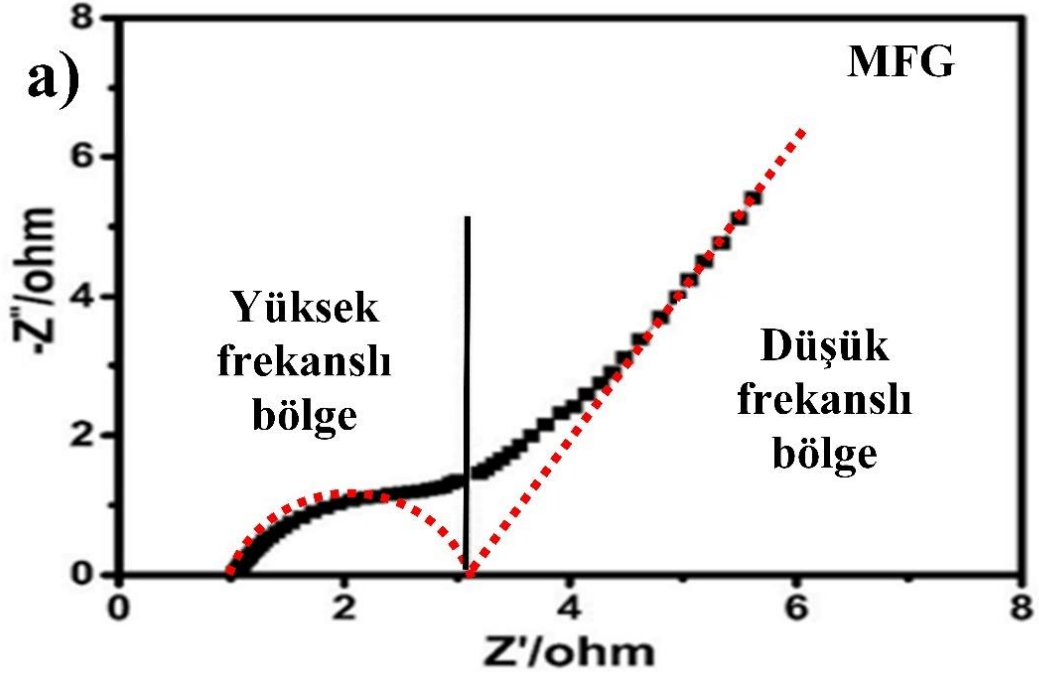
Şekil 5. 7. a) Spesifik Kapasitans ve b) Enerji-Güç yoğunluğu grafikleri (Mashrah and Polat 2023c)

### 5.2.2. Empedans ve Çevrim Ömrü Ölçüm Sonuçları

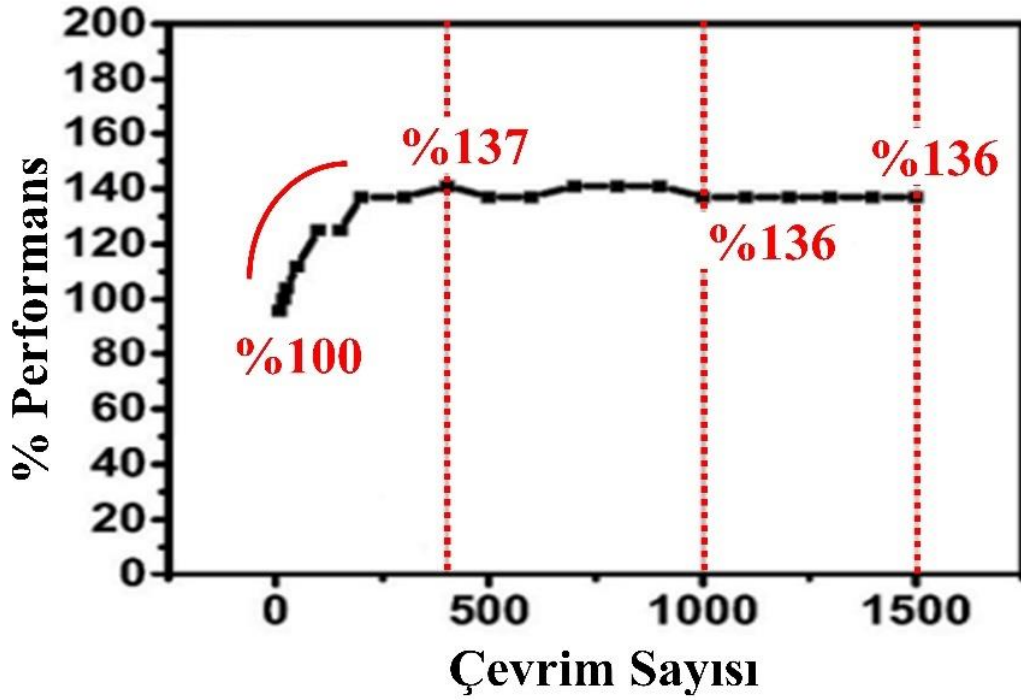
Süperkapasitörlerde kullanılmak üzere üretilen elektrotların empedans ölçümleri yüksek frekanstan başlayıp düşük frekansa kadar gerçekleştirilmekte olup reel ve imajiner Z

değerleri hakkında bilgi vermektedir. Bu amaçla gerçekleştirilen ölçüm sonuçları şekil 5.8'deki Nyquist grafiğinde verilmiştir. Bu sonuçlara göre grafiğin başlangıcı solüsyonun direncini ifade ettiği düşünülmekte olup 1.5 ohm olduğu gözlenmiştir. Yarım dairesel bölge ise şarj transfer direncini ifade etmektedir. Bu dairenin çapı elektrot ile elektrolit ara yüzeyindeki muhtemelen yükseltgenme indirgenme reaksiyonlarından kaynaklı şarj transfer direncine işaret etmektedir. Bu grafikteki lineer bölge ise iyonların difüzyon direncini ifade etmektedir. Elektrotun yüzey alanındaki genişliğe ve iyonların bu yüzeylere ulaşma kolaylığına bağlı difüzyon direnci artıp azalmaktadır. Bu değişim ise grafikteki lineer bölgenin doğrusallığı eğimine bağlıdır. Burada reel ve imajiner bölgelerdeki dirençlerin oldukça düşük olması üretilen MFG elektrotunun hem şarj transfer direncinin hem de difüzyon direncinin düşük olduğunu göstermektedir. Bu da şarj depolama mekanizmasını ve performansını doğrular niteliktedir (Mashrah and Polat 2023c).

Elektrotların bir diğer en önemli davranışı ise çevrim ömrü performanslarıdır. Bu çalışmada üretilen MFG elektrotunun çevrim ömrü performansı ise şekil 5.9'da verilmiştir. Bu ölçümlere göre ilk 500 çevrime kadar performansının yaklaşık %137'ye ulaştığı gözlenmiştir. Bu artış muhtemelen iyonların elektrotun iç kısımlarına nüfus etmesi ile ilişkilidir. Çevrim sayısı arttıkça iyonlar elektrotun elektroaktif bölgelerine daha fazla ulaşmakta ve bu da daha fazla iyon tutmaya sebep olmaktadır. Muhtemelen bu sebeple elektrotun çevrim ömrü performansı %100'ün üzerine ulaşmıştır. Öte yandan çevrim sayısı 1000 ve 1500'e kadar devam ettirildiğinde ise performansının %136 civarında kaldığı görülmüştür. Bu da neredeyse herhangi bir düşüş olmadığını gösterir niteliktedir. Bu sebeple üretilen MFG elektrotunun 4 mA/cm<sup>2</sup> akım yoğunluğunda 1500 çevrime kadar kullanımı durumunda deneysel olarak stabil kaldığı gözlenmiştir. Bu da MFG elektrotunun süperkapasitörlere dönüştürülme umudu vadettiğini ortaya koymaktadır.



Şekil 5.8. Empedans ölçümü Nyquist grafiği sonuçları (Mashrah and Polat 2023c)



Şekil 5.9. Çevrim ömrü performansı grafiği (Mashrah and Polat 2023c)

## BÖLÜM 6

### SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında, süperkapasitörlerde elektrot malzemesi olarak kullanılmak üzere grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  üretilmesi amaçlanmıştır. Üretimler hidrotermal yöntem ile nikel köpük yüzeyinde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen ürünlerin karakterizasyonları XRD, FTIR, XPS, SEM ve TEM ile gerçekleştirilmiş, elektrokimyasal performansları ise CV, GCD ve EIS ile değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, grafen nano plakalarının  $MgFe_2O_4$  ile birlikte nikel köpük yüzeyinde başarılı bir şekilde tutunarak sentezlendiği gözlenmiştir. Elektrokimyasal analizlerde, en yüksek performansın grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  elektrodunun  $1 \text{ mA/cm}^2$  akım yoğunluğunda  $828 \text{ mF/cm}^2$  kapasitans değeri elde ettiği belirlenmiştir. Enerji ve güç yoğunlukları sırasıyla  $28.7 \text{ mWh/cm}^2$  ve  $200 \text{ mW/cm}^2$  olarak elde edilmiştir. Bu elektrodun çevrim ömrü performansının ise 1500 döngü sonrası %136 olduğu gözlenmiştir. Bu sonuçlar, grafen katkılı  $MgFe_2O_4$  elektrodunun literatürdeki diğer çalışmalara kıyasla oldukça yüksek performans sergilediğini ve bu sebeple süperkapasitör olarak kullanılma potansiyelinin yüksek olduğunu ortaya koymuştur.

## KAYNAKLAR

- 1 Adedoja, Oluwaseye Samson, Emmanuel Rotimi Sadiku, and Yskandar Hamam. 2023a. “An Overview of the Emerging Technologies and Composite Materials for Supercapacitors in Energy Storage Applications.” *Polymers* 15(10). doi: 10.3390/polym15102272.
- 2 Al-Maswari, Basheer Mohammed, Nabil Al-Zaqri, Khaled Alkanad, Fares Hezam AlOstoot, Ahmed Boshala, Rayapura Thimmegowda Radhika, and Bellale Marigowda Venkatesha. 2023. “Magnesium Bismuth Ferrite Nitrogen-Doped Carbon Nanomagnetic Perovskite: Synthesis and Characterization as a High-Performance Electrode in a Supercapacitor for Energy Storage.” *ACS Omega* 8(18):16145–57. doi: 10.1021/acsomega.3c00259.
- 3 An, Cuihua, Yan Zhang, Huinan Guo, and Yijing Wang. 2019a. “Metal Oxide-Based Supercapacitors: Progress and Prospectives.” *Nanoscale Advances* 1(12):4644–58. doi: 10.1039/C9NA00543A.
- 4 Anil Kumar, Yedluri, Ganesh Koyyada, Tholkappiyan Ramachandran, Jae Hong Kim, Sajid Sajid, Md Moniruzzaman, Salem Alzahmi, and Ihab M. Obaidat. 2023. “Carbon Materials as a Conductive Skeleton for Supercapacitor Electrode Applications: A Review.” *Nanomaterials* 13(6):1049. doi: 10.3390/nano13061049.
- 5 Bhat, T. S., P. S. Patil, and R. B. Rakhi. 2022. “Recent Trends in Electrolytes for Supercapacitors.” *Journal of Energy Storage* 50:104222. doi: 10.1016/j.est.2022.104222.
- 6 Bojang, Adama A., and Ho Shing Wu. 2020b. “Characterization of Electrode Performance in Enzymatic Biofuel Cells Using Cyclic Voltammetry and Electrochemical Impedance Spectroscopy.” *Catalysts* 10(7):782. doi: 10.3390/catal10070782.
- 7 Bokov, Dmitry, Abduladheem Turki Jalil, Supat Chupradit, Wanich Suksatan, Mohammad Javed Ansari, Iman H. Shewael, Gabdrakhman H. Valiev, and Ehsan Kianfar. 2021. “Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application.” *Advances in Materials Science and Engineering* 2021:e5102014. doi: 10.1155/2021/5102014.
- 8 Czagany, Mate, Szabolcs Hompoth, Anup Kumar Keshri, Niranjana Pandit, Imre Galambos, Zoltan Gacsi, and Peter Baumli. 2024a. “Supercapacitors: An Efficient Way for Energy Storage Application.” *Materials* 17(3):702. doi: 10.3390/ma17030702.

- 9 Daubinger, P., J. Kieninger, T. Unmüssig, and G. A. Urban. 2014. “Electrochemical Characteristics of Nanostructured Platinum Electrodes – a Cyclic Voltammetry Study.” *Physical Chemistry Chemical Physics* 16(18):8392–99. doi: 10.1039/C4CP00342J.
- 10 Denkbaş, Emir Baki, Ekin Çelik, Ebru Erdal, Doğa Kavaz, Öznur Akbal, Göknur Kara, and Cem Bayram. 2016. “Chapter 9 - Magnetically Based Nanocarriers in Drug Delivery.” Pp. 285–331 in *Nanobiomaterials in Drug Delivery*, edited by A. M. Grumezescu. William Andrew Publishing.
- 11 Dojčinović, Milena P., Ivana Stojković Simatović, and Maria Vesna Nikolić. 2024. “Supercapacitor Electrodes: Is Nickel Foam the Right Substrate for Active Materials?” *Materials* 17(6):1292. doi: 10.3390/ma17061292.
- 12 Dou, Qingyun, and Ho Seok Park. 2020. “Perspective on High-Energy Carbon-Based Supercapacitors.” *ENERGY & ENVIRONMENTAL MATERIALS* 3(3):286–305. doi: 10.1002/eem2.12102.
- 13 E. Elkholy, Ayman, F. El-Taib Heakal, and Nageh K. Allam. 2017a. “Nanostructured Spinel Manganese Cobalt Ferrite for High-Performance Supercapacitors.” *RSC Advances* 7(82):51888–95. doi: 10.1039/C7RA11020K.
- 14 Gheytnazadeh, Majedeh, Alireza Baghban, Sajjad Habibzadeh, Ahmad Mohaddespour, and Otman Abida. 2021. “Insights into the Estimation of Capacitance for Carbon-Based Supercapacitors.” *RSC Advances* 11(10):5479–86. doi: 10.1039/D0RA09837J.
- 15 Guney, Mukrimin Sevket, and Yalcin Tepe. 2017a. “Classification and Assessment of Energy Storage Systems.” *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 75:1187–97. doi: 10.1016/j.rser.2016.11.102.
- 16 Kafle, Bhim Prasad. 2020. “Chapter 6 - Introduction to Nanomaterials and Application of UV–Visible Spectroscopy for Their Characterization.” Pp. 147–98 in *Chemical Analysis and Material Characterization by Spectrophotometry*, edited by B. P. Kafle. Elsevier.
- 17 Khan, Rashid, Muhammad Habib, Mohammed A. Gondal, Adnan Khalil, Zia Ur Rehman, Zahir Muhammad, Yasir A. Haleem, Changda Wang, Chuan Qiang Wu, and Li Song. 2017. “Facile Synthesis of CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>–Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite for High-Performance Supercapacitor Electrode Applications.” *Materials Research Express* 4(10):105501. doi: 10.1088/2053-1591/aa8dc4.
- 18 Khorramshahi, Vahid, and Fatemeh Safari. 2023. “Chapter Two - 2D Metal Oxides.” Pp. 27–62 in *Semiconductors and Semimetals*. Vol. 113, *Non-layered 2D materials*, edited by I. H. Abidi. Elsevier.

- 19 Kothandam, Gopalakrishnan, Gurwinder Singh, Xinwei Guan, Jang Mee Lee, Kavitha Ramadass, Stalin Joseph, Mercy Benzigar, Ajay Karakoti, Jiabao Yi, Prashant Kumar, and Ajayan Vinu. 2023. "Recent Advances in Carbon-Based Electrodes for Energy Storage and Conversion." *Advanced Science* 10(18):2301045. doi: 10.1002/advs.202301045.
- 20 Lefdhil, Chikh, Safa Polat, and Hüseyin Zengin. 2023. "Synthesis of Zinc Oxide Nanorods from Zinc Borate Precursor and Characterization of Supercapacitor Properties." *Nanomaterials* 13(17):2423. doi: 10.3390/nano13172423.
- 21 Li, A. D., and W. C. Liu. 2010. "4 - Optical Properties of Ferroelectric Nanocrystal/Polymer Composites." Pp. 108–58 in *Physical Properties and Applications of Polymer Nanocomposites, Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering*, edited by S. C. Tjong and Y.-W. Mai. Woodhead Publishing.
- 22 Li, Jiao, Yilong Mei, Qiwei Su, Zhaoxin Wang, and Guanlun Guo. 2023. "Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanosheet on Nickel Foam for High-Performance Asymmetric Supercapacitors." *Crystals* 13(11):1561. doi: 10.3390/cryst13111561.
- 23 Liang, Ruibin, Yongquan Du, Peng Xiao, Junyang Cheng, Shengjin Yuan, Yonglong Chen, Jian Yuan, and Jianwen Chen. 2021. "Transition Metal Oxide Electrode Materials for Supercapacitors: A Review of Recent Developments." *Nanomaterials* 11(5):1248. doi: 10.3390/nano11051248.
- 24 Licht, F., M. A. Davis, and H. A. Andreas. 2020. "Charge Redistribution and Electrode History Impact Galvanostatic Charging/Discharging and Associated Figures of Merit." *Journal of Power Sources* 446:227354. doi: 10.1016/j.jpowsour.2019.227354.
- 25 Liu, Tingting, Shuai Zhou, Xuehan Yu, Chao Mao, Yujie Wei, Xinyong Yu, Lei Chen, Xin Zhao, Guoxing Tian, and Ling Chen. 2022. "Hexadecyl Trimethyl Ammonium Bromide Assisted Growth of NiCo<sub>2</sub>O<sub>4</sub>@reduced Graphene Oxide/ Nickel Foam Nanoneedle Arrays with Enhanced Performance for Supercapacitor Electrodes." *RSC Advances* 12(7):4029–41. doi: 10.1039/d1ra09139e.
- 26 Lu, Yang-Ming, and Sheng-Huai Hong. 2023. "Preparation of Electrodes with  $\beta$ -Nickel Hydroxide/CVD-Graphene/3D-Nickel Foam Composite Structures to Enhance the Capacitance Characteristics of Supercapacitors." *Materials* 17(1):23. doi: 10.3390/ma17010023.
- 27 Lv, Huizhen, Qing Pan, Yu Song, Xiao-Xia Liu, and Tianyu Liu. 2020a. "A Review on Nano-/Microstructured Materials Constructed by Electrochemical Technologies for Supercapacitors." *Nano-Micro Letters* 12:118. doi: 10.1007/s40820-020-00451-z.

- 28 Mandal, Manoranjan, Alok Kumar Nayak, Pundrikaksha Upadhyay, Santosini Patra, Subhasri Subudhi, Apurba Mahapatra, and Pitamber Mahanandia. 2023a. "Hydrothermal Synthesis of ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>
- 29 Anchored Graphene and Activated Carbon as a New Hybrid Electrode for High-Performance Symmetric Supercapacitor Applications." *Diamond and Related Materials* 139:110300. doi: 10.1016/j.diamond.2023.110300.
- 30 Mandal, Manoranjan, Alok Kumar Nayak, Pundrikaksha Upadhyay, Santosini Patra, Subhasri Subudhi, Apurba Mahapatra, and Pitamber Mahanandia. 2023b. "Hydrothermal Synthesis of ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Anchored Graphene and Activated Carbon as a New Hybrid
- 31 Electrode for High-Performance Symmetric Supercapacitor Applications." *Diamond and Related Materials* 139:110300. doi: 10.1016/j.diamond.2023.110300.
- 32 Mashrah, Muwafaq, and Safa Polat. 2023b. "Hydrothermal Synthesis and Electrochemical Performance of GNPs-Doped MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Electrodes for Supercapacitors." *Solid State Ionics* 391:116107. doi: 10.1016/j.ssi.2022.116107.
- 33 Mbebou, Moctar, Safa Polat, and Huseyin Zengin. 2023. "Sustainable Cauliflower-Patterned CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Electrode Production from Chalcopyrite for Supercapacitor Applications." *Nanomaterials* 13(6):1105. doi: 10.3390/nano13061105.
- 34 Miao, Ling, Ziyang Song, Dazhang Zhu, Liangchun Li, Lihua Gan, and Mingxian Liu. 2020a. "Recent Advances in Carbon-Based Supercapacitors." *Materials Advances* 1(5):945–66. doi: 10.1039/D0MA00384K.
- 35 Modi, Pranjal D., Vaibhavkumar N. Mehta, Vimalkumar S. Prajapati, Swati Patel, and Jigneshkumar V. Rohit. 2023. "Chapter 2 - Bottom-up Approaches for the Preparation of Carbon Dots." Pp. 15–29 in *Carbon Dots in Analytical Chemistry*, edited by S. K. Kailasa and C. M. Hussain. Elsevier.
- 36 Nguyen, Tuyen, and Maria de Fátima Montemor. 2019a. "Metal Oxide and Hydroxide-Based Aqueous Supercapacitors: From Charge Storage Mechanisms and Functional Electrode Engineering to Need-Tailored Devices." *Advanced Science* 6(9):1801797. doi: 10.1002/advs.201801797.
- 37 Olabi, Abdul Ghani, Qaisar Abbas, Mohammad Ali Abdelkareem, Abdul Hai Alami, Mojtaba Mirzaeian, and Enas Taha Sayed. 2023a. "Carbon-Based Materials for Supercapacitors: Recent Progress, Challenges and Barriers." *Batteries* 9(1):19. doi: 10.3390/batteries9010019.
- 38 Parveen, Sajida, Eric W. Cochran, Sonia Zulfiqar, Mohammed A. Amin, Muhammad Farooq Warsi, and Khadija Chaudhary. 2024. "Iron/Vanadium Co-Doped Tungsten Oxide Nanostructures Anchored on Graphitic Carbon Nitride Sheets (FeV-WO<sub>3</sub>@g-



- C3N4) as a Cost-Effective Novel Electrode Material for Advanced Supercapacitor Applications.” *RSC Advances* 13(38):26822–38. doi: 10.1039/d3ra04108e.
- 39 Peyrow Hedayati, Davood, Gita Singh, Michael Kucher, Tony D. Keene, and Robert Böhm. 2023a. “Physicochemical Modeling of Electrochemical Impedance in Solid-State Supercapacitors.” *Materials* 16(3):1232. doi: 10.3390/ma16031232.
- 40 Peyrow Hedayati, Davood, Gita Singh, Michael Kucher, Tony D. Keene, and Robert Böhm. 2023b. “Physicochemical Modeling of Electrochemical Impedance in Solid-State Supercapacitors.” *Materials* 16(3):1232. doi: 10.3390/ma16031232.
- 41 Polat, Safa, and Dana Faris. 2022. “Fabrication of CuFe2O4@g-C3N4@GNPs Nanocomposites as Anode Material for Supercapacitor Applications.” *Ceramics International* 48(17):24609–18. doi: 10.1016/j.ceramint.2022.05.106.
- 42 Polat, Safa, and Muwafaq Mashrah. 2022b. “Synthesis and Electrochemical Performance of MgFe2O4 with G-C3N4 on Ni-Foam as Composite Anode Material in Supercapacitors.” *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 33(30):23427–36. doi: 10.1007/s10854-022-09104-w.
- 43 Qi, Zhenjun, Shihao Huang, Adnan Younis, Dewei Chu, Sean Li, Zhenjun Qi, Shihao Huang, Adnan Younis, Dewei Chu, and Sean Li. 2016. “Nanostructured Metal Oxides-Based Electrode in Supercapacitor Applications.” in *Supercapacitor Design and Applications*. IntechOpen.
- 44 Quispe-Garrido, Vanessa, Gabriel Antonio Cerron-Calle, Antony Bazan-Aguilar, José G. Ruiz-Montoya, Elvis O. López, and Angélica M. Baena-Moncada. 2021a. “Advances in the Design and Application of Transition Metal Oxide-Based Supercapacitors.” *Open Chemistry* 19(1):709–25. doi: 10.1515/chem-2021-0059.
- 45 Rajasekaran, Sofia Jeniffer, Andrews Nirmala Grace, George Jacob, Abdullah Alodhayb, Saravanan Pandiaraj, and Vimala Raghavan. 2023. “Investigation of Different Aqueous Electrolytes for Biomass-Derived Activated Carbon-Based Supercapacitors.” *Catalysts* 13(2):286. doi: 10.3390/catal13020286.
- 46 Saeed, Maryam, Yousef Alshammari, Shereen A. Majeed, and Eissa Al-Nasrallah. 2020. “Chemical Vapour Deposition of Graphene—Synthesis, Characterisation, and Applications: A Review.” *Molecules* 25(17):3856. doi: 10.3390/molecules25173856.
- 47 Şenpınar, Ahmet, and Muhsin Tunay Gençoğlu. 2006. “YENİLENEBİLİR ENERJİ KAYNAKLARININ ÇEVRESEL ETKİLERİ AÇISINDAN KARŞILAŞTIRILMASI.” *Fırat Üniversitesi Doğu Araştırmaları Dergisi* 4(2):49–54.

- 48 Sharma, Swati, and Prakash Chand. 2023. "Supercapacitor and Electrochemical Techniques: A Brief Review." *Results in Chemistry* 5:100885. doi: 10.1016/j.rechem.2023.100885.
- 49 Sun, Luzhao, Guowen Yuan, Libo Gao, Jieun Yang, Manish Chhowalla, Meysam Heydari Gharahcheshmeh, Karen K. Gleason, Yong Seok Choi, Byung Hee Hong, and Zhongfan Liu. 2021. "Chemical Vapour Deposition." *Nature Reviews Methods Primers* 1(1):1–20. doi: 10.1038/s43586-020-00005-y.
- 50 Tao, Xin, Linlin Zhang, Xuedong He, Lingzi Fang, Hongyan Wang, Li Zhang, Lianghao Yu, and Guang Zhu. 2022. "Nitrogen-Doped Porous MXene (Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>) for Flexible Supercapacitors with Enhanced Storage Performance." *Molecules* 27(15):4890. doi: 10.3390/molecules27154890.
- 51 Uke, Santosh J., Satish P. Mardikar, Devidas R. Bambole, Yogesh Kumar, and Gajanan N. Chaudhari. 2020. "Sol-Gel Citrate Synthesized Zn Doped MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanocrystals: A Promising Supercapacitor Electrode Material." *Materials Science for Energy Technologies* 3:446–55. doi: 10.1016/j.mset.2020.02.009.
- 52 del Valle, M. A., M. A. Gacitúa, F. Hernández, M. Luengo, and L. A. Hernández. 2023. "Nanostructured Conducting Polymers and Their Applications in Energy Storage Devices." *Polymers* 15(6):1450. doi: 10.3390/polym15061450.
- 53 Worsley, Eleri Anne, Serena Margadonna, and Paolo Bertoncello. 2022. "Application of Graphene Nanoplatelets in Supercapacitor Devices: A Review of Recent Developments." *Nanomaterials* 12(20):3600. doi: 10.3390/nano12203600.
- 54 Yang, Yuchen, Zhen Wu, Jing Yao, Tianlei Guo, Fusheng Yang, Zaoxiao Zhang, Jianwei Ren, Liangliang Jiang, and Bo Li. 2024. "An Overview of Application-Oriented Multifunctional Large-Scale Stationary Battery and Hydrogen Hybrid Energy Storage System." *Energy Reviews* 3(2):100068. doi: 10.1016/j.enrev.2024.100068.
- 55 Zhai, Zuozhao, Lihui Zhang, Tianmin Du, Bin Ren, Yuelong Xu, Shasha Wang, Junfeng Miao, and Zhenfa Liu. 2022. "A Review of Carbon Materials for Supercapacitors." *Materials & Design* 221:111017. doi: 10.1016/j.matdes.2022.111017.
- 56 Zhong, H., T. Mirkovic, and G. D. Scholes. 2011. "5.06 - Nanocrystal Synthesis." Pp. 153–201 in *Comprehensive Nanoscience and Technology*, edited by D. L. Andrews, Gregory D. Scholes, and G. P. Wiederrecht. *Amsterdam: Academic Press*.
- 57 AYDIN, Elif Can. 2021. "*Süperkapasitörler için Nanohibrit Yapılı Nikel Köpük Destekli Elektrot Malzemelerin .*"

- 58 Elgrishi, Noemie, Kelley J. Rountree, Brian D. McCarthy, Eric S. Rountree, Thomas T. Eisenhart, and Jillian L. Dempsey. 2018. *"A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry."*
- 59 Emeksiz, Cem, and Burak Kara. 2022. *"Enerji Depolama Teknolojilerinin İncelenmesi ve Karşılaştırmalı."*
- 60 Huang, Jun, Kai Yuan, and Yiwang Chen. 2022. *Wide Voltage Aqueous Asymmetric Supercapacitors: Advances, Strategies, and Challenges.*
- 61 KOZAK, Mehmet, and Şerife KOZAK . 2012. *"ENERJİ DEPOLAMA YÖNTEMLERİ."* SDU International Technologic Science.
- 62 Özada, Çağatay, Çağatay Özada, and Murat Yazıcı. 2024. *"Supercapacitor: Fundamentals and materials ."*
- 63 Özada, Çağatay, Merve Ünal, and Murat Yazıcı. 2024. *"Supercapacitor: Fundamentals and materials."* Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University 39:2 (2024) 1315-1331.
- 64 Ran, Jing, Yafei Liu, Huixia Feng, Haixiong Shi, and Qing Ma. 2024. *"A review on graphene-based electrode materials for supercapacitor."* Journal of Industrial and Engineering Chemistry.
- 65 TAŞKESEN, Edip, Hamza ALAHMAD, and Elif Nur BİLEN. 2024. *"GELECEĞİN ENERJİ DEPOLAMA TEKNOLOJİLERİ."* Mühendis ve Makina / Engineer and Machinery.
- 66 ÜNALAN, Hüsnü Emrah. 2017. *Karbon Nanotüplerle Süperkapasitörlerin Geliştirilmesi.* Ankara.
- 67 Veeresh, S., H. Ganesha, Y.S. Nagaraju, H. Vijeth, and H. Devendrappa. 2023. *"Activated carbon incorporated graphene oxide with SnO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>-Zn nanocomposite for supercapacitor application."* *Journal of Alloys and Compounds.*

## **ÖZGEÇMİŞ**

Muwafaq MASHRAH, Karabük Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Lisans Bölümü'nden 2021 yılında mezun oldu ve 2021-2022 Güz döneminde Karabük Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde yüksek lisans eğitimine başladı.