KAYSERİ ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
HESAPLAMALI BİLİMLER VE MÜHENDİSLİK ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

METAL OKSİT TABANLI GEÇİŞ METALİ MOLİBDATLARININ SENTEZLENMESİ VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ASİYE ALTAN

DOÇ. DR. FATMA KILIÇ DOKAN



2025

T.C.
KAYSERİ ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
HESAPLAMALI BİLİMLER VE MÜHENDİSLİK ANABİLİM DALI

METAL OKSİT TABANLI GEÇİŞ METALİMOLİBDAT LARININ SENTEZLENMESİ VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Hazırlayan
Asiye ALTAN

Danışman
Doç. Dr. Fatma KILIÇ DOKAN

Jüri Üyeleri
1. Doç.Dr. Fatma KILIÇ DOKAN
2. Prof. Dr. Ertuğrul ŞAHMETLİOĞLU
3. Prof. Dr. M. Serdar ÖNSES

Haziran 2025
KAYSERİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu tezin kendi çalışmam olduğunu, planlanmasından yazımına kadar hiçbir aşamasında etik dışı davranışımın olmadığını, tezdeki bütün bilgileri akademik ve etik kurallar içinde elde ettiğimi, tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve bu kaynakları kaynaklar listesine aldığımı, tez çalışması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını beyan ederim.

Asiye ALTAN

	TEZ İNTİHAL RAPORU TESLİM FORMU	Doküman No	FR-287
		İlk Yayın Tarihi	8/02/2022
		Revizyon Tarihi	-
		Revizyon No	0
		Sayfa No	ii/1

T.C.
Kayseri Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürlüğü

Anabilim Dalı : Hesaplamalı Bilimler ve Mühendislik
Program Adı : Yüksek Lisans
Tez Başlığı : Metal Oksit Tabanlı Geçiş Metali Molipdatlarının Sentezlenmesi ve Elektrokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi

Yukarıda bilgileri verilen tez çalışmasının a) Giriş, b) Ana bölümler ve c) Sonuç kısımlarından oluşan (Kapak, Önsöz, Özet, İçindekiler ve Kaynakça hariç) toplam 62 sayfalık kısmına ilişkin 30/06/2025 tarihinde ***Turnitin*** intihal programından aşağıda belirtilen filtreleme uygulanarak alınmış olan özgünlük raporuna göre tezin benzerlik oranı**: %11'**dİr.

Uygulanan filtrelemeler:

1- Giriş dahil
2- Ana Bölümler dahil
3- Sonuç dahil
4- Alıntılar dahil
5- Kapak hariç
6- Önsöz ve Teşekkür hariç
7- İçindekiler hariç
8- Kaynakça hariç
9- Özet hariç
10- Yedi (7) kelimeden daha az örtüşme içeren metin kısımları hariç

Kayseri Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Tez Önerisi Hazırlama, Tez Yazma ve Teslim Yönergesini inceledim ve bu yönergede belirtilen azami benzerlik oranlarına göre tez çalışmamın herhangi bir intihal içermediğini, aksinin tespit edileceği muhtemel durumlarda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve yukarıda vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Gereğini bilgilerinize arz ederim. 26/08/2025.

Danışman	Öğrenci
Doç. Dr. Fatma KILIÇ DOKAN	Asiye ALTAN
İmza	İmza

KILAVUZA UYGUNLUK

"Metal Oksit Tabanlı Geçiş Metali Molipdatlarının Sentezlenmesi ve Elektrokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi"başlıklı Yüksek Lisans, Kayseri Üniversitesi Lisansüstü Tez Yazım Kılavuzuna uygun olarak hazırlanmıştır.

Tezi Hazırlayan	**Tez Danışmanı**
Asiye ALTAN	Doç. Dr. Fatma KILIÇ DOKAN
İmza	İmza

Hesaplamalı Bilimler ve Mühendislik ABD Başkanı

Prof. Dr. Ercan KARAKÖSE

İmza

KABUL VE ONAY TUTANAĞI

Doç. Dr. Fatma KILIÇ DOKAN danışmanlığında Asiye ALTAN tarafından hazırlanan **"Metal Oksit Tabanlı Geçiş Metali Molipdatlarının Sentezlenmesi ve Elektrokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi"** başlıklı bu çalışma jürimiz tarafından Kayseri Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Hesaplamalı Bilimler ve Mühendislik Anabilim Dalında Yüksek Lisans olarak kabul edilmiştir.

28/07/ 2025

(Tez savunma sınav tarihi yazılacaktır.)

JÜRİ:

Danışman	**: Doç.Dr.Fatma KILIÇ DOKAN**	İmza
Üye	**: Prof. Dr. Ertuğrul ŞAHMETLİOĞLU**	İmza
Üye	**: Prof.Dr.M.Serdar ÖNSES**	İmza

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun ……...…… tarih ve …… sayılı kararı ile onaylanmıştır.

……. /……../ ……

Doç. Dr. Ahmet TERZİ

İmza

Enstitü Müdürü

ÖN SÖZ / TEŞEKKÜR

Bu yüksek lisans eğitimim süresince değerli bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, her konuda desteklerini esirgemeyen danışman hocam Doç. Dr. Fatma KILIÇ DOKAN'a en içten teşekkürlerimi sunarım. Kendisi araştırmamın her aşamasında bana rehberlik ettiği için minnettarım.

Tez çalışmam sürecinde çalışma ortamının sağlanmasında ve araştırma süreçlerimin verimli bir şekilde ilerlemesinde katkılarını esirgemeyen Kurum (Safiye Çıkrıkçıoğlu Meslek Yüksekokulu) Müdürüm Prof. Dr. Ertuğrul ŞAHMETLİOĞLU' na en içten teşekkürlerimi sunarım.

Eğitim hayatım boyunca maddi ve manevi açıdan her türlü desteğini esirgemeyen her daim yanımda olan annem Döne ÇİFÇİ ve babam Mehmet ÇİFÇİ'ye şükranlarımı sunarım.

Bu süreçte herzaman bana inanan eşim Murat ALTAN'a ve varlıklarıyla hayatıma anlam katan sevgili çocuklarım Ali ALTAN, Mehmet Emin ALTAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım boyunca imkânlarından faydalandığım ERNAM (Erciyes Nanoteknoloji Araştırma Merkezi) çalışanlarına da destekleri ve yardımlarından dolayı teşekkür ederim. ERNAM bünyesinde bulunan öğrenci ofiisnde bulunan tüm ekibe desteklerinden dolayı cok teşekkür ederim.

Son olarakta tezimi bitirmenin gururuyla özellikle de kendime cok teşekkür ediyorum.

Asiye ALTAN, Kayseri, 2025

METAL OKSİT TABANLI GEÇİŞ METALİ MOLİBDATLARININ SENTEZLENMESİ VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Asiye ALTAN

Kayseri Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Haziran 2025

Danışman: Doç. Dr. Fatma KILIÇ DOKAN

ÖZET

Enerji, modern toplumların sürdürülebilir gelişimi için temel bir ihtiyaçtır. Ancak, günümüzde enerji üretimi büyük oranda fosil yakıtların yakılmasına dayandığı için hem ekolojik dengeyi hem de ekonomik istikrarı ciddi şekilde tehdit etmektedir. Bu durum, yenilenebilir enerji kaynaklarının kullanımının yaygınlaştırılmasını ve enerji depolama teknolojilerine yönelik araştırmaların hız kazanmasını zorunlu kılmıştır. Özellikle elektrokimyasal enerji depolama sistemleri yakıt hücreleri, piller ve süperkapasitörler (SC'ler) temiz enerji üretimi açısından büyük bir potansiyele sahiptir. Süperkapasitörler, yüksek özgül kapasitans, üstün güç yoğunluğu, uzun çevrim ömrü ve çevre dostu yapıları ile dikkat çekmektedir. Süperkapasitörlerin performansı büyük ölçüde kullanılan elektrot malzemesine bağlıdır. Son yıllarda, geçiş metali bazlı bileşikler, özellikle molipdatlar, çoklu oksidasyon durumları sayesinde enerji yoğunluğunu ve döngüsel kararlılığı artırma potansiyelleri ile ön plana çıkmaktadır. Molipdatlar, uygun bant aralıkları, kimyasal kararlılıkları ve kolay sentezlenebilir yapıları sayesinde süperkapasitör elektrotları için umut vadeden adaylardır. Bu tez çalışmasında, hidrotermal yöntem ile sentezlenen geçiş metali molipdatların, farklı çözücüler olan DMSO (Dimetil Sülfoksit) ve NMP (N-metilpirolidon) kullanılarak hazırlanmış elektrotlarda performansları incelenmiştir. Amaç, bu elektrotların elektrokimyasal özelliklerini değerlendirerek yüksek kapasitans, düşük iç direnç ve uzun çevrim ömrü sunan süperkapasitör elektrotları geliştirmektir. Elde edilen sonuçların, geçiş metali bazlı kompozitlerin enerji depolama teknolojilerindeki potansiyelini ortaya koyması beklenmektedir.

Anahtar kelimeler: Süperkapasitör, Elektrokimyasal enerji depolama, Geçiş metali molipdatlar

SYNTHESIS AND ELECTROCHEMICAL CHARACTERIZATION OF METAL OXIDE-BASED TRANSITION METAL MOLYBDATES

Asiye ALTAN

Kayseri University Institute of Graduate Education
Master Thesis June 2025
Thesis Advisor: Associate Professor Dr. Fatma KILIÇ DOKAN

ABSTRACT

Energy is a fundamental requirement for the sustainable development of modern societies. However, as energy production today largely relies on the combustion of fossil fuels, it poses a significant threat to both ecological balance and economic stability. This situation has necessitated the widespread adoption of renewable energy sources and accelerated research into energy storage technologies. Among alternative energy storage methods, electrochemical energy storage systems such as fuel cells, batteries, and supercapacitors (SCs) offer great potential for clean energy production. Supercapacitors have gained considerable attention due to their high specific capacitance, superior power density, long cycle life, and environmentally friendly nature. The performance of supercapacitors largely depends on the electrode materials used. In recent years, transition metal-based compounds, particularly molybdates, have come to the forefront due to their multiple oxidation states, which enhance energy density and cyclic stability. Molybdates are considered promising candidates for supercapacitor electrodes owing to their suitable band gaps, chemical stability, and ease of synthesis.

In this thesis, the performance of transition metal molybdates synthesized via the hydrothermal method was investigated using electrodes prepared with different solvents, namely DMSO (dimethyl sulfoxide) and NMP (N-methyl-2-pyrrolidone). The aim is to evaluate the electrochemical properties of these electrodes and to develop high-performance supercapacitor electrodes that offer high capacitance, low internal resistance, and extended cycle life. The findings are expected to reveal the potential of transition metal-based composites in next-generation energy storage Technologies.

Keywords: Supercapacitor, Electrochemical energy storage, Transition metal molybdates

İÇİNDEKİLER

METAL OKSİT TABANLI GEÇİŞ METALİ MOLİBDATLARININ SENTEZLENMESİ VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK i
TEZ İNTİHAL RAPORU TESLİM FORMU ii
KILAVUZA UYGUNLUK iii
KABUL VE ONAY TUTANAĞI iv
ÖN SÖZ / TEŞEKKÜR viii
ABSTRACT x
İÇİNDEKİLER xi
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ xiv
TABLOLAR LİSTESİ xvi
ŞEKİLLER LİSTESİ xvii
GİRİŞ 1

BİRİNCİ BÖLÜM
GENEL BİÇİM VE GÖRÜNÜM

1.1. Metal Oksit Tabanlı Geçiş Metali Molipdatlar 5
1.2. Süperkapasitör Bileşenleri 6
1.2.1. Süperkapasitörler için Elektrot Malzemeleri 7
1.2.1.1. Karbon Bazlı Elektrot Malzemeleri 9
1.2.1.2. Geçiş Metali Elektrot Malzemeleri 10
1.2.1.3. İletken Polimer Elektrot Malzemeleri 11
1.2.2. Elektrolit Malzemeleri 11
1.2.2.1. Sulu Elektrolitler 11
1.2.2.2. Susuz Elektrolitler 12
1.2.2.3. Katı ve Yarı Katı Hal Elektrolitler 12
1.2.2.4. Redoks Aktif Elektrolitler 12
1.2.3. Ayırıcılar 13
1.2.4. Akım Toplayıcılar 13

1.2.5. Bağlayıcılar 14
1.3. Elektrokimyasal Hücre Türleri 14
1.3.1. Üç Elektrotlu Sistem 14
1.3.2. İki Elektrotlu Sistem 15
1.4. Süperkapasitörler için Yapısal Karakterizasyon Teknikleri 16
1.4.1. Döngüsel Voltametri (CV) 16
1.4.2. Galvanostatik Şarj-Deşarj (GCD)/ Kronopotansiyometri (KP) 16
1.4.3. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) 17
1.5. Bakır Moliptad ($CuMoO_4$) 18
1.6. Nikel Moliptad ($NiMoO_4$) 18
1.7. Kobalt Moliptad ($CoMoO_4$) 19
1.8. NMP (N-metil-2-pirrolidon) ve DMSO (Dimetilsülfoksit) Çözücüleri 19
1.8.1. N-metil-2-pirolidon (NMP) 19
1.8.2. Dimetil sülfoksit (DMSO) 19
1.9. Elektrot Malzemelerinin Sentez Yöntemleri 20
1.9.1. Hidrotermal Yöntem 20
1.9.2. Solvotermal Yöntem 21
1.9.3. Elektro Biriktirme Yöntemi 21
1.9.4. Sol-jel Yöntemi 21
1.9.5. Doğrudan Kaplama 22
1.10. DMSO ve NMP Çözücülerinin Özellikleri ve Süperkapasitörlerde Kullanımı 22
1.11. Metal Oksit Tabanlı Geçiş Metali Molipdatlar Üzerine Yapılan Çalışmalar Temelinde Literatür Taraması 23

İKİNCİ BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYAL

2.1. Kullanılan Malzemeler 25
2.1.1. Elektrot Malzemeleri Üretimi İçin Gerekli Malzemeler 25
2.2. Elektrot Bileşenlerinin Sentezlenmesi 25
2.2.1. Spinel Yapılı Bakır Moliptad ($CuMoO_4$) Sentezi 25
2.2.2. Spinel Yapılı Kobalt Moliptad ($CoMoO_4$) Sentezi 25
2.2.3. Spinel Yapılı Nikel Moliptad ($NiMoO_4$) Sentezi 26
2.2.4. Asetilen Siyahı Sentezi 26
2.3. Elektrotların Hazırlanması 26

2.4. Yapısal Karekterizasyon 27
2.4.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD) 27
2.4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX veya EDS) 28
2.4.3. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) 29
2.4.4. The Brunauer-Emmett-Teller (BET) 30
2.4.5. Elektrokimyasal Karakterizasyon 31
2.4.5.1. Süperkapasitör Elektrotlarında Kullanılan Geçiş Metali Molptadların Elektrokimyasal Karakterizasyonu 31

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM
BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Bakır Moliptad ($CuMoO_4$) Süperkapasitör Elektrodunun Bulguları 33
3.1.1. XRD Karakterizasyonu 33
3.1.2. BET Analizi 34
3.1.4. FT-IR Karakterizasyonu 37
3.1.5. $CuMoO_4$ NMP ve DMSO Çözüzü Maddelere Göre Karşılaştırma 38
3.2. Nikel Moliptad ($NiMoO_4$) Süperkapasitör Elektrodunun Bulguları 42
3.2.1. XRD Karakterizasyonu 42
3.2.2. BET Analizi 43
3.2.3. FESEM ve EDX Karakterizasyonu 44
3.2.4. FT-IR Karakterizasyonu 47
3.2.5. $NiMoO_4$ NMP ve DMSO Çözüzü Maddelere Göre Karşılaştırma 48
3.3. Kobalt Moliptad ($CoMoO_4$) Süperkapasitör Elektrodunun Bulguları 50
3.3.1. XRD Karakterizasyonu 50
3.3.2. BET Analizi 51
3.3.3. FESEM ve EDX Karakterizasyonu 53
3.3.4. FT-IR Karakterizasyonu 55
3.3.5. $CuMoO_4$ NMP ve DMSO Çözücü Maddelere Göre Karşılaştırma 55
KAYNAKÇA 63
TEZ İNTİHAL RAPORU 71
ÖZGEÇMİŞ 74

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

˚C	: Santigrat derece
A	: Amper
AC	: Asetilen Siyahı
AK	: Aktif Karbon
Ag/AgCI	: Gümüş/gümüş klorür
BET	: The Brunauer-Emmett-Teller
C	: Karbon
CE	: Karşıt elektrot
CNT	: Karbon nanotüp
Cu	: Bakır
Co	: Kobalt
CV	: Döngüsel voltametri
DMSO	: Dimetilsülfoksit
EDLC	: Elektriksel Çift Tabakalı
EDX	: Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi
EIS	: Elektrokimyasal empedans spektroskobisi
F	: Farad
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
g	: Gram
GCD	: Galvanostatik şarj/deşarj
GM	: Geçiş metali
HCl	: Hidroklorik asit
H_2SO_4	: Sülfirik Asit
IR	: Kızılötesi
KCl	: Potasyum Klorür
KOH	: Potasyum hidroksit
KP	: Kronopotansiyometri
mA	: Miliamper
mg	: Miligram
ml	: Mililitre
Mo	: Molibden

Ni	: Nikel
nm	: Nanometre
NMP	: N-metil 2-pirolidon
PANI	: Polianilin
PTFE	: Politetrafloroetilen
PVDF	: Poliviniliden florür
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X-Işını Difraksiyonu
Z	: Empedans

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 3.1. NMP ve DMSO Çözücüleri ile Hazırlanan $CoMoO_4$ Elektrotlarının Farklı Akım Yoğunluklarındaki Özgül Kapasiteleri ve Elektrokimyasal Karakterizasyon Sonuçlarının Karşılaştırılması 59

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Ragone eğrisi 2
Şekil 1.2. Süperkapasitör bileşenleri 7
Şekil 1.3. Süperkapasitörlerin sınıflandırılması 9
Şekil 1.4. Üç elektrot ile iki elektrot sistemi 15
Şekil 1.5. Üçlü elektrot çalışma sistemi 15
Şekil 1.6. Nyquist grafiği özellikleri 18
Şekil 1.7. Hidrotermal temsili görseli 21
Şekil 2.1. Elektrot çamuru hazırlama ve nikel köpük üzerine kaplama süreci 27
Şekil 2.2. GAMRY Reference 3000 potansiyostat cihazı 31
Şekil 3.1. $CuMoO_4$ numunesinin X-ışını kırınımı 33
Şekil 3.2. $CuMoO_4$ numunesinin bet analizi 34
Şekil 3.3. $CuMoO_4$ numunesinin farklı büyütme oranlarındaki FESEM görüntüleri 35
Şekil 3.4. $CuMoO_4$ numunesinin EDX analizi 36
Şekil 3.5. $CuMoO_4$ numunesinin FT-IR karakterizasyon sonucu 37
Şekil 3.6. $CuMoO_4$ numunesinin NMP çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri 38
Şekil 3.7. $CuMoO_4$ numunesinin DMSO çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri 40
Şekil 3.8. $NiMoO_4$ numunesinin X-ışını kırınımı 42
Şekil 3.9. NiMoO4 numunesinin BET analizi 43
Şekil 3.10. NiMoO4 numunesinin farklı büyütme oranlarındaki FESEM görüntüleri (a)10.000 (b)20.000 (c)30.000 (d)50.000 44
Şekil 3.11. NiMoO4 numunesinin EDX analizi 45
Şekil 3.12. NiMoO4 numunesinin FT-IR karakterizasyon sonucu 47
Şekil 3.13. NiMoO4 numunesinin NMP çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri 48
Şekil 3.14. NiMoO4 numunesinin DMSO çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri 49

Şekil 3.15.CoMoO4 numunesinin X-ışını kırınımı..... 50
Şekil 3.16. $CoMoO_4$ numunesinin BET analizi 51
Şekil 3.17. $CoMoO_4$ numunesinin farklı büyütme oranlarındaki FESEM görüntüleri (a)10.000 (b)20.000 (c)30.000 (d)50.000).....53
Şekil 3.18. $CoMoO_4$ numunesinin EDX analizi 54
Şekil 3.19. $CoMoO_4$ numunesinin FT-IR karakterizasyon sonucu.....55
Şekil 3.20. CoMoO4 numunesinin NMP çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri 57
Şekil 3.21. CoMoO4 numunesinin DMSO çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri 57

GİRİŞ

Enerji krizi ve azalan fosil yakıt rezervleri, yenilenebilir ve sürdürülebilir enerji kaynaklarının bulunmasını zorunlu hale getirmektedir. Bu kaynaklardan bazıları, etkin bir şekilde kullanılabilmeleri için enerji depolama cihazlarına ihtiyaç duyar. Yenilenebilir kaynaklardan elde edilen elektriğin depolanması için uygun ve verimli enerji depolama sistemleri gereklidir. Bu bağlamda, elektrokimyasal enerji depolama cihazları, uygulanabilirlikleri ve çevre dostu olmaları nedeniyle öne çıkmaktadır (Jalal, Ibrahim, ve Oudah 2021; Zhang vd. 2018).

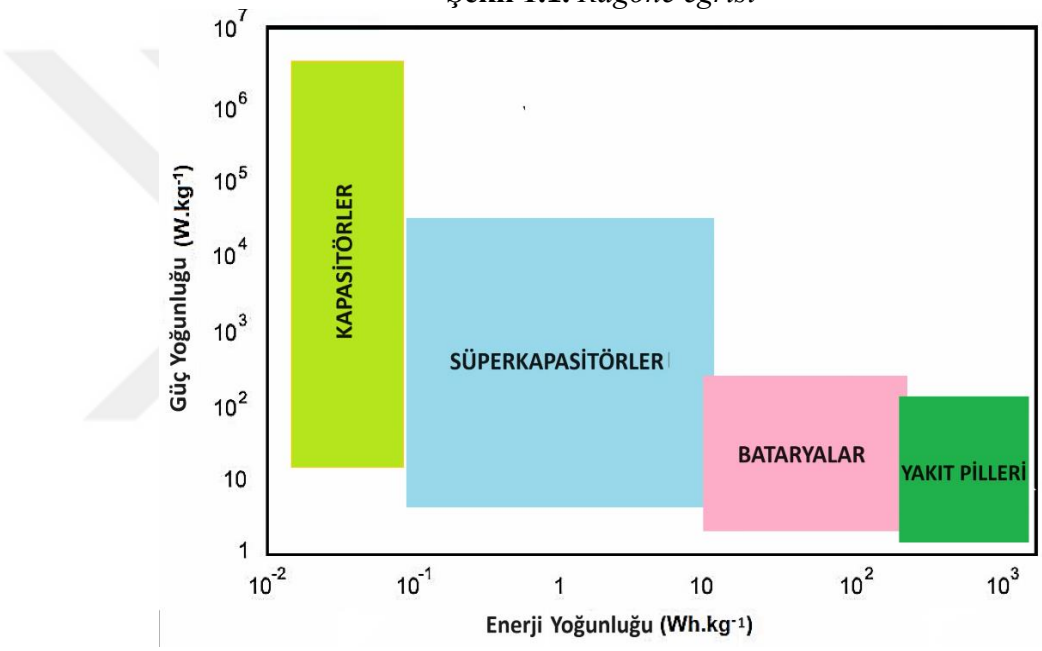
Yeni nesil enerji depolama cihazları arasında bataryalar, süperkapasitörler (SK'ler) ve yakıt hücreleri bulunmaktadır (Jalal vd. 2021).

Bu cihazlar, elektrokimyasal enerji prensipleri ile çalışmaktadır. SK'ler, yüksek spesifik kapasitans, uzun çevrim ömrü, yüksek güç yoğunluğu ve mükemmel döngüsel performans, ultra hızlı şarj-deşarj oranları gibi özellikleri ile dikkat çekmektedir. Geleneksel kapasitörler ve bataryalar arasında bir performans sunan SK'ler, güç ve enerji yoğunluğu açısından önemli bir yere sahiptir. Küçük boyutları, hafif ve esnek yapıları sayesinde SK'ler, cep telefonları, dizüstü bilgisayarlar ve dijital kameralar gibi taşınabilir cihazlar için ideal bir güç kaynağıdır. Ayrıca, elektrikli ve hibrit araçlarda kısa süreli hızlanma için gereken yüksek güç yoğunluğunu sağlayarak, frenleme sırasında enerjinin geri kazanılmasını mümkün kılarak enerji verimliliğini artırır ve akülerin yüksek frekanslı hızlı şarj-deşarj döngülerinden korunmasına yardımcı olur (Zhang vd. 2018).

Elektrokimyasal enerji depolama cihazlarının değerlendirilmesinde en önemli iki unsur güç yoğunluğu ve enerji yoğunluğudur. Ragone grafikleri, bu özelliklerin karşılaştırılmasına yardımcı olmak için kullanılır. Ragone grafiği, cihazların enerji ve güç yoğunluklarını belirli eğrilerle göstererek karşılaştırmalı bir değerlendirme yapmamızı sağlar. Şekil 1, süperkapasitörler, kapasitörler, bataryalar ve yakıt hücrelerinin enerji ve güç yoğunlukları açısından performanslarını karşılaştıran Ragone grafiğini göstermektedir (Beyers, Bensmann, ve Hanke-Rauschenbach 2023; Shariq vd. 2025).

Ragone grafiğinde (Şekil 1.1.) yatay eksen enerji yoğunluğunu ve dikey eksen güç yoğunluğunu gösterir. Bu grafikte her cihaz türü bir eğri ile gösterilir. Örneğin, bataryalar, geleneksel kapasitörler ve süperkapasitörler arasındaki performansı gösteren bir eğri gösterilir. Bataryalardan daha düşük enerji yoğunluğuna rağmen, süperkapasitörler yüksek güç yoğunluğu sunar. Bataryalar, süperkapasitörlerden daha düşük güç yoğunluklarına rağmen daha yüksek enerji yoğunlukları sağlar. Daha sonra, yakıt hücreleri tipik olarak her iki parametrededе geniş bir aralıkta çalışan eğrilerle gösterilir (Beyers vd. 2023; Shariq vd. 2025).

Şekil 1.1. *Ragone eğrisi*



Geleneksel kapasitörler, iki bitişik iletken plakadan ve bu plakalar arasında bir dielektrik ortamdan oluşur. Kapasitör teknolojisinin başlangıcı olan 1745 yılındaki Leyden kavanozunun icadı, bu önemli elektronik bileşenin gelişimine öncülük etti. Daha sonraki yıllarda bir dizi temsili kapasitör ortaya çıktı.

1876'da kâğıt kapasitörler geliştirildi. Bu kapasitörler, metal folyolar arasına yerleştirilmiş ve sıkıca sarılmış bir mumlu kâğıt kullanılarak yapıldı. 1896'da daha az yabancı madde aşındıran alüminyum yapraklarla birlikte alümina dielektrik kullanılarak ilk elektrolitik kapasitör patent edildi. Mika dielektrik kapasitör (1909), polietilen tereftalat bazlı kapasitör (1941) ve plastik dielektrik kapasitör (1959) gibi birçok önemli kapasitör türü de bu dönemde geliştirildi (Ghazanfar vd. 2025).

İlk başlarda, kapasitörler genellikle elektrikli ve elektronik cihazlarda kullanılmaktaydı. Ancak günümüzde, ultra yüksek güç yoğunluklarına ve son derece hızlı şarj-deşarj hızlarına sahip olmaları nedeniyle, araçlar, uçaklar, havacılık, tıp ve güç şebekeleri gibi çeşitli alanlarda kullanılmaktadırlar. Ayrıca, kapasitörlerin üstün hizmet ömrü de bu bileşenleri tercih edilen bir seçenek haline getirmektedir.

Süperkapasitörler, elektrokimyasal kapasitörler olarak da bilinir ve geleneksel kapasitörlerden ve pillerden farklı olarak, yeni bir enerji depolama sistemi türüdür. Geleneksel kapasitörlerin aksine, süperkapasitörlerin elektrot ile dielektrik arasındaki alan oldukça geniştir ve dielektrik kalınlığı nanometreler düzeyindedir. Bu nedenle, süperkapasitörlerin kapasitansı, elektrolitik kapasitörlerden çok daha yüksektir ve genellikle farad (F) cinsinden ifade edilir. Bazı durumlarda, süperkapasitörlerin kapasitansı milyonlarca farad (mF) seviyesine ulaşabilir, bu da onları "süper" olarak adlandırılmasını sağlar (Jalal vd. 2021).

Geçiş metali ailelerinden oluşan metal oksitler, hızlı ve geri dönüşümlü redoks reaksiyonları yoluyla yükleri depolar; bu nedenle karbon malzemelere kıyasla daha yüksek spesifik kapasitansa ve iletken polimerlere göre daha iyi döngü stabilitesine sahiptirler. Bu özellikleri sayesinde geçiş metal oksitleri, süperkapasitörlerin elektrokimyasal kapasitesini artırmak amacıyla oldukça cazip elektrot malzemeleri olarak öne çıkmaktadır. Bu kapsamda, özellikle molipden esaslı bileşikler olan molipdatlar, yüksek iletkenlikleri, çoklu oksidasyon basamakları ve yapısal kararlılıkları sayesinde süperkapasitör uygulamalarında yoğun olarak kullanılmaktadır. Molipdat kullanılan süperkapasitörler metal oksit bazlı süperkapasitörler kategorisine girer. Molipdat, genellikle molipden ve oksijen atomlarından oluşan bir kimyasal bileşiği ifade eder. Bu tür malzemeler, enerji depolama cihazlarında elektrot malzemesi olarak kullanılır ve özellikle yüksek yüzey alanına sahip olmaları ve redoks özellikleri nedeniyle süperkapasitörler için uygundurlar (Ahmed vd. 2025).

Süperkapasitörlerin performansını daha da artırmak için çeşitli metal molipdatlar (MoO4) kullanılmaktadır. Bu malzemeler arasında CoMoO4, NiMoO4 ve CuMoO4 dikkat çekmektedir (El Hayaoui vd. 2025). Kobalt molipdat ($CoMoO_4$), elektrokimyasal enerji depolama uygulamalarında yüksek spesifik kapasitans ve üstün stabilite sunan önemli bir elektrot malzemesi olarak öne çıkmaktadır. $CoMoO_4$ ’ün yapısal ve morfolojik özellikleri, elektrot yüzey alanının genişlemesiyle birlikte yüksek enerji yoğunluğu ve

uzun çevrim ömrü gibi kritik performans parametrelerinin elde edilmesini mümkün kılar (Dashtian et al., 2024). Yüksek yüzey alanı, elektrokimyasal reaksiyonların gerçekleştiği aktif alanı artırarak, enerji depolama kapasitesinin maksimum düzeye çıkarılmasına katkıda bulunmaktadır. Bu bağlamda, $CoMoO_4$ tabanlı elektrotlar, süperkapasitör teknolojilerinde performans ve dayanıklılık açısından cazip alternatifler olarak değerlendirilmektedir.

Nikel molipdat ($NiMoO_4$) ise, mükemmel elektriksel iletkenlik özellikleri ve yüksek spesifik kapasitans değerleriyle dikkat çeken bir diğer önemli bileşiktir. $NiMoO_4$ hem anodik hem de katodik elektrokimyasal reaksiyonlarda yüksek verimlilikle görev yapabilme kapasitesine sahiptir. Bu çok yönlü elektrokimyasal aktivite, süperkapasitörlerde hem enerji hem de güç yoğunluğunun artırılmasını sağlar. Ayrıca, $NiMoO_4$ tabanlı elektrotların uzun çevrim ömrü, cihazların dayanıklılığını ve güvenilirliğini artırarak ticari uygulamalar için avantaj teşkil etmektedir (Muthu et al., 2021).

Bakır molipdat ($CuMoO_4$) ise yüksek spesifik kapasitans ve hızlı şarj-deşarj özellikleri ile süperkapasitör elektrot malzemeleri arasında önemli bir konuma sahiptir. $CuMoO_4$ 'ün üstün elektriksel iletkenliği, elektrot yüzeyinde hızlı yük taşıma ve enerji transferi süreçlerini destekleyerek cihazların genel verimliliğini artırmaktadır. Bu hızlı kinetik süreçler, süperkapasitörlerin enerji depolama ve boşaltma performanslarını optimize etmeye olanak verir ve uygulamalarda yüksek güç taleplerinin karşılanmasını sağlar (N. U. H. L. Ali vd. 2022; Shanmugam vd. 2024).

Sonuç olarak, $CoMoO_4$, $NiMoO_4$ ve $CuMoO_4$ gibi geçiş metali molipdatlar, süperkapasitör teknolojilerinde yenilenebilir enerji depolama çözümlerinin geliştirilmesinde kritik rol oynamaktadır. Bu malzemelerin elektrokimyasal özellikleri, enerji depolama cihazlarının kapasite, güç yoğunluğu ve çevrimsel kararlılık gibi temel performans kriterlerini önemli ölçüde iyileştirmektedir. Böylece, bu tür metal molipdat tabanlı elektrotlar, daha sürdürülebilir, çevre dostu ve yüksek verimli enerji depolama sistemlerinin geliştirilmesine yönelik araştırmalar için umut vadeden materyaller olarak kabul edilmektedir.

BİRİNCİ BÖLÜM

GENEL BİÇİM VE GÖRÜNÜM

1.1. Metal Oksit Tabanlı Geçiş Metali Molipdatlar

Metal oksit tabanlı geçiş metali molipdatları, geçiş metalleri (örneğin, Ni, Co, Cu, Fe, Mn vb.) ile molipden (Mo) elementinin oksijenle oluşturduğu inorganik bileşiklerdir ve genel formülleri genellikle $MMoO_4$ şeklinde ifade edilmektedir (Ahmed et al., 2025). Bu bileşikler, sahip oldukları çoklu oksidasyon durumları sayesinde elektrokimyasal enerji depolama sistemlerinde önemli avantajlar sunmaktadır. Özellikle enerji yoğunluğunun artırılması, döngü kararlılığının iyileştirilmesi ve deşarj süresinin uzatılması gibi performans parametreleri üzerinde olumlu etkileri nedeniyle, bu bileşikler süperkapasitör elektrot malzemesi olarak büyük ilgi görmektedir.

Geçiş metali molipdatları, geniş yüzey alanları, gözenekli yapıları ve yüksek teorik kapasiteleri sayesinde çeşitli enerji depolama uygulamalarında potansiyel malzeme sınıfı içerisinde değerlendirilmektedir. Bu tür malzemeler, çift katmanlı kapasitans (EDLC) ile psödokapasitans mekanizmalarının birleşimiyle çalışan hibrit süperkapasitör sistemlerinde özellikle tercih edilmektedir. Örneğin, nikel molipdat ($NiMoO_4$), kobalt molipdat ($CoMoO_4$) ve bakır molipdat ($CuMoO_4$) gibi bileşikler, farklı elektrokimyasal özelliklere sahip olmaları nedeniyle çok sayıda çalışmada kapsamlı olarak incelenmiştir.

Bununla birlikte, metal molipdatların kullanımı bazı önemli sınırlamaları da beraberinde getirmektedir. Bu sınırlamalar arasında özellikle düşük elektriksel iletkenlik, uzun çevrimler sonrasında yapısal kararsızlık (çökme, hacim değişimleri) ve yüksek ölçekli üretim sırasında karşılaşılan ekonomik zorluklar gibi etkenler öne çıkmaktadır (El Hayaoui et al., 2025; Gurusamy et al., 2024). Bu sınırlamaları aşmak amacıyla, son yıllarda karbon bazlı malzemeler (grafen, karbon nanotüp, karbon fiber vb.) ile hibrit yapılar oluşturulması; çoklu metal içeren (örneğin Ni-Co, Cu-Fe gibi) molipdat

sistemlerinin geliştirilmesi ve sentez parametrelerinin (sıcaklık, pH, reaksiyon süresi vb.) optimize edilmesi üzerine yoğun çalışmalar yürütülmektedir (Ahmed et al., 2025)

Bu bağlamda, geçiş metali molipdatlarının süperkapasitör sistemlerinde hem yüksek enerji yoğunluğu hem de yüksek güç yoğunluğu sağlamaya uygun olması, onları yeni nesil elektrot malzemeleri arasında öne çıkarmaktadır. Performanslarının iyileştirilmesine yönelik yapılan yapısal modifikasyonlar sayesinde, bu malzemelerin ticari ölçekli süperkapasitörlerde kullanılabilirliği de gün geçtikçe artmaktadır. Bu tez çalışması kapsamında, kobalt molipdat ($CoMoO_4$), bakır molipdat ($CuMoO_4$) ve nikel molipdat ($NiMoO_4$) bileşikleri hidrotermal yöntemle sentezlenmiş; yapısal, morfolojik ve elektrokimyasal karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Elde edilen elektrot malzemeleri, elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS), çevrimli voltametri (CV) ve galvanostatik şarj-deşarj (GCD) yöntemleri ile detaylı olarak değerlendirilmiş ve süperkapasitör performansları karşılaştırmalı biçimde analiz edilmiştir. Bu analizler sonucunda, sentezlenen geçiş metali molipdatlarının enerji depolama kapasitesi, çevrim ömrü ve güç yoğunluğu gibi temel parametreler açısından potansiyel elektrot adayları oldukları ortaya konmuştur (Ahmed vd. 2025)

1.2. Süperkapasitör Bileşenleri

Günümüzde hem endüstriyel uygulamalarda hem de bilimsel araştırmalarda elektrokimyasal enerji depolama sistemlerinin geliştirilmesi ve ticarileştirilmesi, artan enerji talebi ve sürdürülebilir enerji hedefleri doğrultusunda büyük önem arz etmektedir. Bu bağlamda, süperkapasitörler, lityum iyon piller gibi geleneksel enerji depolama sistemlerine kıyasla yüksek güç yoğunluğu, hızlı şarj-deşarj kapasitesi ve uzun çevrim ömrü gibi çeşitli avantajlar sunmaları nedeniyle dikkat çekmektedir (Özada, Ünal, & Yazıcı, 2023; Riaz et al., 2021; Ansari, Ansari, & Kim, 2022). Ancak, süperkapasitörlerin doğası gereği düşük enerji yoğunluğu dezavantajını dengelemek amacıyla, yüksek kapasitans sağlayabilen ve geniş yüzey alanına sahip aktif elektrot malzemeleri kullanımı elzemdir. Süperkapasitör hücreleri temel olarak beş ana bileşenden oluşmaktadır:

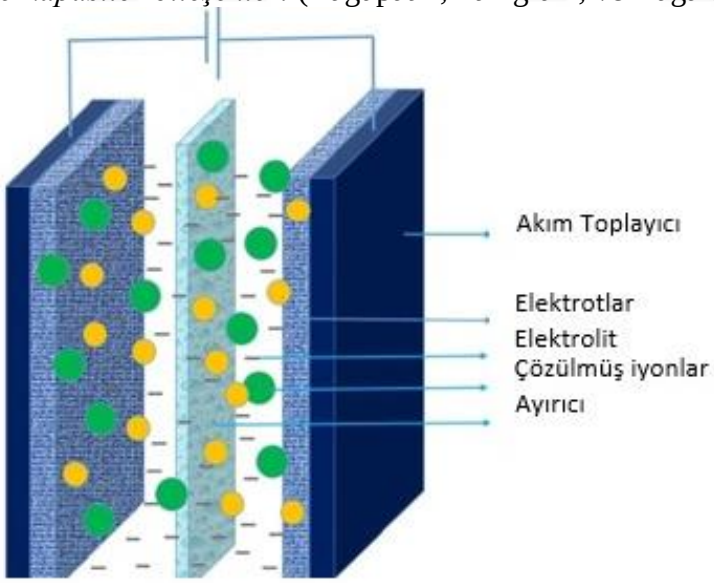
1. Elektrot malzemesi (aktif madde)
2. Elektrolit
3. Akım toplayıcı (collector)
4. Bağlayıcı (binder)

5. Ayırıcı (separator)

Bir süperkapasitör sisteminde enerji depolama mekanizması esasen, aktif madde ile kaplanmış iki elektrot, iletkenliği sağlayan elektrolit ve elektrotlar arası doğrudan teması önleyen ayırıcı veya membran aracılığıyla sağlanır (Şekil 1.1). Bu yapısal bileşenlerin tamamı cihaz performansı üzerinde belirli ölçüde etkili olmakla birlikte, literatürde yaygın olarak belirtildiği üzere (Özada et al., 2023), elektrot malzemesi ve elektrolit, cihazın elektrokimyasal davranışı üzerinde belirleyici olan başlıca unsurlardır. Bağlayıcı, akım toplayıcı ve ayırıcı gibi yardımcı bileşenler ise genellikle sistemin mekanik bütünlüğünü sağlamaya ve iletkenliği optimize etmeye yönelik destekleyici rollere sahiptir (Ansari, Ansari, ve Kim 2022).

Bu doğrultuda, yüksek performanslı süperkapasitörlerin geliştirilmesinde özellikle elektrot malzemelerinin yapısal, elektriksel ve kimyasal özelliklerinin iyileştirilmesine yönelik çalışmalar ön plandadır. Bu tür araştırmalar, enerji depolama kapasitesini ve çevrim ömrünü artırırken; cihazların ticari uygulanabilirliğini de artırmayı hedeflemektedir.

Şekil 1.2. *Süperkapasitör bileşenleri* (Ragupathi, Panigrahi, ve Nagarajan 2023)



1.2.1. Süperkapasitörler için Elektrot Malzemeleri

Elektrot malzemeleri, süperkapasitörlerin kapasitesi ve verimliliği üzerinde belirleyici bir etkiye sahiptir. Bu malzemelerin, yüksek sıcaklıklar ve korozyon gibi zorlu koşullara karşı dayanıklı olmaları, yüksek elektrik iletkenliği, termal kararlılık, kimyasal direnç ve

uygun yüzey ıslanabilirliği gibi özelliklere sahip olmaları gerekmektedir. Elektrot malzemeleri, genel olarak üç ana kategoriye ayrılmaktadır: karbon bazlı malzemeler, geçiş metali oksitleri ve iletken polimerler (Iro, Subramani, ve Dash 2016).

Elektrot malzemeleri, elektrokimyasal cihazların enerji depolama performansını belirlemede önemli bir rol oynamaktadır. Elektrot malzemelerine bağlı olarak, süperkapasitörler üç ana kategoriye ayrılabilir: elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörler (EDLC), pseudo kapasitörler ve hibrit kapasitörler (Şekil 1.2) (Choudhary vd. 2024; Sharma ve Chand 2023).

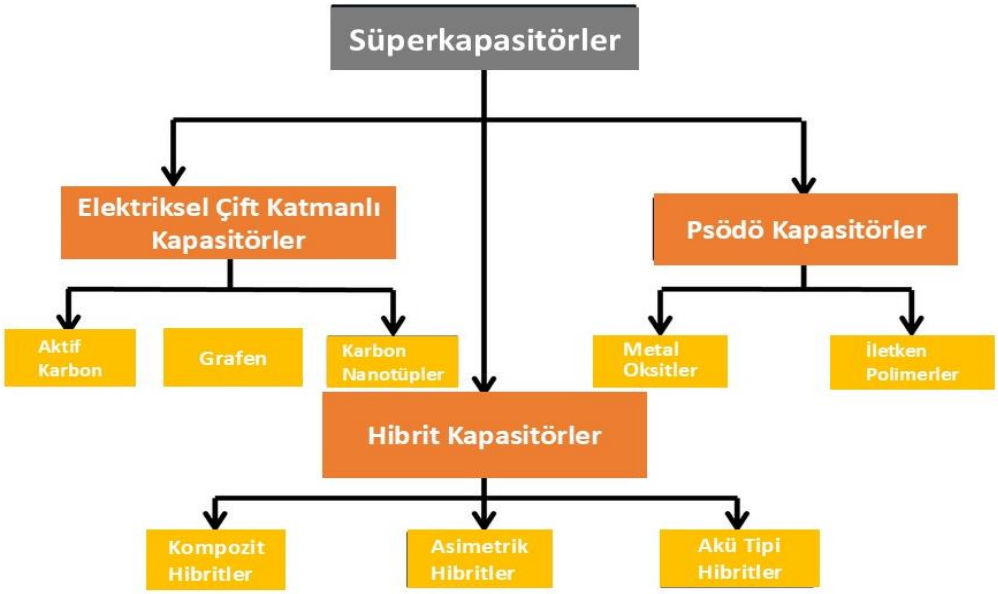
Elektrokimyasal çift katmanlı kapasitörler (EDLC), çoğunlukla karbon bazlı malzemelerden (örneğin aktif karbon, karbon aerojelleri, karbon nanotüpleri ve grafen) yararlanmaktadır. Bu malzemeler elektrokimyasal olarak inert olup, yük depolama yalnızca elektrot yüzeyindeki yüklerin ve iyonların fiziksel birikimi ile gerçekleşir. Karbon bazlı malzemelerin tercih edilme sebebi geniş yüzey alanı sunması, maliyetlerinin düşük olması ve çevre dostu özelliklere sahip olmalarından kaynaklanmaktadır (Ansari vd. 2022)

Hibrit süperkapasitörlerde ise geçiş metali oksitleri ise özellikle tercih edilmektedir. Bu malzemeler, redoks reaksiyonları gerçekleştirebilecek özelliklere sahiptir. Yaygın olarak kullanılan geçiş metallerine titanyum (Ti), kobalt (Co), demir (Fe) ve vanadyum (V) örnek olarak verilebilir (Cui ve Meng 2020)

Pseudo kapasitörlerde de geçiş metali oksitler kullanılmaktadır. Geçiş metali oksitleri ise redoks aktif özellik göstererek, elektrot yüzeyinde fiziko-kimyasal adsorpsiyonla (redoks reaksiyonu) yük depolarlar ve bu nedenle pseudo kapasitif davranış sergileyen malzemeler arasında yer alır (Choudhary vd. 2024)

Geçiş metali oksitleri, karbon bazlı elektrot malzemelerine kıyasla daha yüksek özgül kapasitans ve daha düşük direnç sunarak, süperkapasitörlerde alternatif bir malzeme seçeneği olarak değerlendirilmektedir (Ansari vd. 2022)

Şekil 1.3. *Süperkapasitörlerin sınıflandırılması* (Choudhary vd. 2024)



1.2.1.1. Karbon Bazlı Elektrot Malzemeleri

Elektrot malzemesi olarak karbon bazlı yapılar üzerine yapılan araştırmalar, süperkapasitör performansının artırılması açısından büyük bir önem taşımaktadır. Karbon esaslı malzemeler, yüksek özgül yüzey alanları ve iyi seviyedeki elektriksel iletkenlik özellikleri sayesinde özellikle çift katmanlı elektriksel kapasitörlerde (EDLC) yaygın olarak tercih edilmektedir. Bu tür yapıların sahip olduğu gözenekli morfoloji, gözenek çapı ve dağılımı gibi fiziksel özellikler, süperkapasitörlerin elektriksel iletim davranışlarını doğrudan etkilemektedir. Ayrıca, karbon bazlı malzemelerin yüksek termal kararlılıkları ve kimyasal/elektrokimyasal dayanıklılıkları sayesinde, galvanostatik şarj-deşarj testlerinde simetrik profiller elde edilmekte ve döngüsel voltametrisi (CV) eğrilerinde ideal dikdörtgen şekiller gözlemlenmektedir (Frackowiak ve Béguin 2001).

Bu malzemeler arasında yer alan aktif karbon, yüksek yüzey alanı, uygun elektriksel özellikleri ve düşük maliyetli üretim imkânları sayesinde süperkapasitör elektrotları için en çok kullanılan karbon türevlerinden biridir. Aktif karbonlar genellikle kömür, odun ve tarımsal atıklar gibi karbon içeriği yüksek hammaddelerin çeşitli fiziksel veya kimyasal işlemlerden geçirilmesiyle elde edilmektedir. Bu malzemenin tercih edilmesinde, yoğun gözenekli yapısı sayesinde yüksek adsorpsiyon kapasitesine ve etkin elektrik iletkenliğine sahip olması temel rol oynamaktadır.

Bir diğer önemli karbon türevi olan karbon nanotüpler (CNT), nano ölçekte tübüler bir yapıya sahip olup tek duvarlı (SWCNT) ve çok duvarlı (MWCNT) olmak üzere sınıflandırılmaktadır. CNT'ler, yüksek spesifik yüzey alanlarının yanı sıra kimyasal ve termal stabiliteleri ile dikkat çekmektedir. Aynı zamanda mükemmel elektriksel iletkenlikleri sayesinde süperkapasitör elektrotları için oldukça uygun bir seçenek sunmaktadır.

Son olarak, grafen ve grafen türevi malzemeler, üstün yüzey alanı, olağanüstü elektriksel iletkenlik ve kimyasal dayanıklılık gibi özellikleri nedeniyle yalnızca süperkapasitörlerde değil, birçok enerji depolama cihazında da yoğun ilgi görmektedir. Düşük üretim maliyetleri ve sürdürülebilir kaynaklardan elde edilebilme potansiyelleri sayesinde, bu malzemeler üzerine yürütülen çalışmaların önümüzdeki yıllarda da artarak devam etmesi beklenmektedir (Forouzandeh, Kumaravel, ve Pillai 2020).

1.2.1.2. Geçiş Metali Elektrot Malzemeleri

Karbon bazlı malzemeler, yüksek özgül yüzey alanları ve elektriksel iletkenlikleri nedeniyle süperkapasitör elektrotlarında yaygın olarak kullanılsa da enerji depolama kapasiteleri yalnızca fiziksel adsorpsiyona dayalı çift katman oluşumuyla sınırlıdır. Buna karşın, geçiş metalleri (GM) ve bu metallerin oluşturduğu bileşikler, yüzeyde ve yapı içerisinde gerçekleşen faradaik reaksiyonlar sayesinde daha yüksek özgül kapasitans değerlerineulaşabilmektedirler.

Geçiş metali bileşikleri; oksit, hidroksit, sülfür, selenid ve fosfit gibi birçok farklı yapıda sentezlenebilir. Bu bileşiklerin süperkapasitör uygulamalarındaki tercih sebebi, yüksek kapasitans, kimyasal kararlılık ve uygun maliyet gibi avantajlardır.

Özellikle geçiş metali oksitlerden oluşan nanoyapıların enerji depolama teknolojilerinde kullanımı önemli ölçüde artmıştır. Ayrıca çevre dostu özellikleri ve yenilenebilir enerji teknolojilerine uygunlukları, bu malzemelerin araştırmalardaki önemini artırmaktadır

Ancak GM oksitleri gibi bileşikler her ne kadar yüksek kapasitans sağlasa da genellikle düşük elektriksel iletkenliğe sahiptirler. Bu durum, enerji aktarımında kayıplara neden olabilir. Bu nedenle son dönem çalışmalar, bu tür malzemelerin karbon bazlı iletken yapılar (örneğin grafen veya karbon nanotüpler) ile kompozit hale getirilmesini hedeflemektedir. Böylece hem yüksek kapasite hem de iyi iletkenlik özelliklerine sahip

hibrit elektrot sistemleri geliştirilmesi amaçlanmaktadır (Okafor vd. 2025; Sharma ve Kumar 2020).

1.2.1.3. İletken Polimer Elektrot Malzemeleri

İletken polimerler, özellikle esnek süperkapasitör teknolojilerinde, yüksek yüzey alanı, hızlı redoks tepkimeleri ve esnek yapılarıyla önemli avantajlar sunmaktadır. İletken polimerler (Polianilin (PANI), Poliprol (PPy), Politiyofen (PTh) vs.), düşük maliyet, yüksek depolama ve kolay sentezlenme özelliklerinden dolayı tercih edilir. Bu polimerler karbon bazlı elektrot malzemelere göre daha yüksek enerji yoğunluğu sağlar (Sharma ve Kumar 2020; Snook, Kao, ve Best 2011).

1.2.2. Elektrolit Malzemeleri

Süperkapasitörün elektrokimyasal özelliklerini belirleyen temel bileşenlerden biride elektrolittir. Geleneksel kapasitörlerde, elektrolitin dielektrik sabiti kapasitörün şarj depolama kapasitesini belirler. Süper kapasitörde farklı elektrolitler kullanılır. Super kapasitörlerde bulunan elektrolitler, iyonların elektrotlar arasında hareket etmesiyle şarj/deşarj gerçekleşir. Elektrolitte bulunan iyonun türü, boyutu ve derişimi, hücrenin kapasitansını ve enerji performansını doğrudan etkiler (Zhong vd. 2015).

Elektrolitlerin bazı temel gereksinimleride karşılaması beklenir. Bunlar; iyonik iletkenliğin yüksek olması, yalıtkan olması, düşük deşarj, geniş elektrokimyasal pencere, hücre bileşenleriyle kimyasal uyumluluk, termal ve mekanik dayanıklılık ile çevre dostu bileşen içeriği olmasıdır (Frackowiak ve Béguin 2001; Zhong vd. 2015).

1.2.2.1. Sulu Elektrolitler

Süperkapasitörlerde çoğunlukla sulu elektrolitler tercih edilir. Çünkü düşük iç dirençlerinin yanı sıra yüksek iyonik iletkenlikleri ve küçük iyon boyutları sayesinde mikro gözenekli yapılarla daha etkilidir. Bu özellikleri sayesinde iyonlara geçişi kolaylaşmakta ve genel cihaz performansı artmaktadır (Arumugam vd. 2025).

Yaygın olarak kullanılan sulu elektrolitler arasında potasyum hidroksit (KOH), potasyum klorür (KCl) ve sülfürik asit (H_2SO_4) yer almakta olup, hem çift tabakalı kapasitörlerde (EDLC) hem de psödokapasitif kapasitörlere kullanılmaktadır. Sülfürik asit (H_2SO_4) elektroliti en yüksek iletkenliğe sahiptir, bunu potasyum hidroksit (KOH) takip eder. Sulu elektrolitlerin iletkenliği, sulu olmayan elektrolitleri, sulu elektrolitlerin daha düşük

viskozitesi nedeniyle geride bırakır. Elektrolitler, iletkenlik sırasına göre aşağıdaki gibi gruplandırılır: H_2SO_4> KOH> KCl

Sulu elektrolitlerin dezavantajı ise sınırlı olan dar potansiyel aralıklarıdır. Bu sınırın aşılması, suyun ayrışmasına ve hidrojen ile oksijen gazı oluşumuna yol açarak hücre içinde basınç artışına ve olası yapısal hasarlara neden olabilir. Bunu yanı sıra , yüksek asidik ya da bazik ortamlar metal yüzeylerde aşınmaya sebep olabilir (Zhong vd. 2015).

1.2.2.2. Susuz Elektrolitler

Susuz elektrolitler, organik çözücülerden oluşmaktadır. Bunlar asetonitril, propilen karbonat, tetrahidrofuran, dietil karbonat ve γ-bütirolakton gibi çözücülerle birlikte kullanılan kuaterner veya alkil amonyum tuzları (örneğin, [N(Et)4BF4] veya [NMe(Et)3BF4]) dır.

Elektrokimyasal kararlılıkları ve düşük buhar basınçları sayesinde özellikle sızıntı probleminin önlenmesi durumlarında süperkapasitörler için tercih edilmektedirler (Mendhe ve Panda 2023; Sharma ve Chand 2023).

1.2.2.3. Katı ve Yarı Katı Hal Elektrolitler

Katı hal elektrolit bazlı süperkapasitörler taşınabilir, giyilebilir, yazdırılabilir ve özellikle esnek elektronik cihazlara yönelik hızla artan talebi karşılamak için son yıllarda büyük ilgi görmüştür.

Katı hal elektrolitler, üç temel grupta incelenmektedir. Bunlar; katı, jel ve polimer bazlı elektrolitlerdir. Jel polimer elektrolitler, sıvı faz içermeleri nedeniyle yarı katı elektrolitler olarak sınıflandırılır. Bu sistemler genellikle bir polimer (örneğin PEO, PEG, PVA vb.) ve elektrolitik bir tuz (örneğin KOH, H2SO4, K2SO4 vb.) veya çözeltide çözülmüş bir iletken tuz içerir. Jel formdaki elektrolitler, sıvı fazlı olmasından yüksek iyonik iletkenlik gösterir. Dezavantajları ise su içermeleri ve dar çalışma sıcaklık aralığıdır. PVA gibi polimerler; kimyasal kararlılık, hidrofilikliği, uygun mekanik özellikleri, düşük maliyeti ve toksik olmamaları sayesinde yaygın olarak tercih edilmektedir (Hajian vd. 2024).

1.2.2.4. Redoks Aktif Elektrolitler

Süperkapasitörlerin yük depolama kapasitelerini artırmak için elektrolitlere redoks özellik gösteren katkı maddeleri eklenebilir. Redoks özellik gösteren maddeler redoks mekanizması yoluyla kapasitansı arttırır. Hidrokinon, m-fenilendiamin, potasyum iyodür

(KI) ve lignosülfonatlar gibi organik veya inorganik katkılar redoks davranışı göstererek süperkapasitörlerin kapasite artışına fayda sağlar. Özellikle enerji yoğunluğunun artırılması hedeflenen sistemlerde bu tür katkı maddeleri kullanılmaktadır.

Redoks özellik gösteren maddeler için temel ihtiyaçlar yüksek çözünürlük, iyon taşınımı, yüksek redoks reaksiyon geri dönüşümlülüğü, kararlı potansiyel penceresi ve güvenli kullanımdır (Bhat, Patil, ve Rakhi 2022; Mendhe ve Panda 2023).

1.2.3. Ayırıcılar

Ayırıcılar, süperkapasitörlerde iki elektrot arasında ara tabaka gibi işlev görür. Kapasitans üzerine doğrudan etkileri bulunmamakla birlikte, elektrotlar arasında fiziksel teması engellemek, kısa devreleri önlemek, gözeneklerinde elektrolit depolanması ve şarj/deşarj işlemleri sırasında iyonların geçmesine izin vermek şeklinde önemli görevleri vardır.Ayırıcıların elektriksel yalıtkanlığı, iyon geçirgenliği, kimyasal ve elektrokimyasal kararlılığı, mekanik dayanıklılığı, gözenek yapısı, ıslanabilirlik özellikleri ve yüzey morfolojisi gibi nitelikleri, cihazın genel performansını doğrudan etkileyebilir. Bu sebeple polipropilen (PP), poliviniliden florür (PVDF), politetrafloroetilen (PTFE), selüloz bazlı polimer membranlar ve cam elyaf gibi çeşitli ayırıcı materyaller kullanılmaktadır (Liu vd. 2021; Oyedotun vd. 2023).

1.2.4. Akım Toplayıcılar

Akım toplayıcılarda ayırıcılar ve bağlayıcılarla gibi, elektrokimyasal kapasitörlerde yer alan pasif bileşenler arasında yer alır. Ancak, cihazın elektriksel verimliliği, hücre dayanıklılığı ve çalışma potansiyelinin arttırılması açısından etkin bir rol üstlenmiştir. Elektrot yapısına ve elektrolit türüne bağlı olarak kullanılacak akım toplayıcı malzemesi belirlenir. Geniş yüzey alanı sağlaması nedeniyle nikel köpük, geleneksel metal folyo tabanlı toplayıcılara kıyasla daha avantajlı bir seçenek olarak öne çıkmaktadır.

Genel olarak kullanılan akım toplayıcı malzemeler arasında alüminyum, bakır ve nikel gibi metaller bulunmaktadır. İyi iletkenlik ve dayanıklılık özellikleri gösterdiği için bu metaller seçilir. Ayrıca, yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla bazı kaplamalar da uygulanabilir. Nikel köpük, daha yüksek bir yüzey alanına sahip olması nedeniyle akım toplayıcı olarak tercih edilen diğer metal folyoların önüne geçmiştir (Oyedotun vd. 2023).

1.2.5. Bağlayıcılar

Süperkapasitörlerde bağlayıcılar, elektrot malzemeleri ile aktif bileşenler arasında tutunmayı sağlayarak, elektrot yapısının bütünlüğünü korumada rol oynayan pasif bileşenlerdir. Kapasitif performansa direk katkı sağlamasalar da elektrot yapısının uzun ömürlü ve kararlı çalışması açısından stratejik öneme sahiptirler. Bağlayıcı olarak poliviniliden florür (PVDF), politetrafloroetilen (PTFE), Nafyon, doğal selüloz, polivinil pirolidon (PVP) gibi polimerlerin yanı sıra çeşitli iletken polimerler de yaygın olarak tercih edilmektedir. PTFE gibi bağlayıcılar hidrofobik özelliklerinden dolayı süperkapasitör performansında düşüşe sebep olmaktadır. Dolayısıyla PVDF içerikli veya bağlayıcı içermeyen süperkapasitörler tercih edilmeye başlanmıştır (Zhu vd. 2016).

1.3. Elektrokimyasal Hücre Türleri

Süperkapasitörlerde elektrotların performanslarını değerlendirmek ve cihaz performansını analiz etmek amacıyla üç elektrotlu ve iki elektrotlu hücreler tercih edilir. Üç elektrotlu sistem genellikle elektrot malzemelerinin elektrokimyasal özelliklerini belirlemek için kullanılırken, iki elektrotlu sistem hazırlanan cihazı karakterize etmek için uygulanır (Iqbal vd. t.y.).

1.3.1. Üç Elektrotlu Sistem

Çalışma elektrodu: İlgi duyulan bileşiğin indirgendiği veya oksitlendiği çalışma elektrodu (ÇE), adından da anlaşılacağı üzere, bu elektrokimyasal reaksiyonun gerçekleştiği elektrottur. Yüklerin çözeltiye girip çıkabilmesi için ÇE iletken olmalıdır. ÇE, eylemsizliğe ulaşmak için tepkisiz malzemeden oluşur ve kendi başına herhangi bir redoks özelliğine sahip olmamalıdır. Örnek: platin, altın, grafit vb. elektrotlar. Elektrolit, çözücü ve ÇE'nin yapısı, bir CV deneyi için kullanılabilecek potansiyel penceresini etkiler. ÇE türü deneyden deneye değişebilir. Elektrot yüzeyi temiz olmalı ve yüzey alanı iyi tanımlanmış olmalıdır. Elektrot yüzeyinin temizliği, ultra saf suda sonikasyonla takip edilen mekanik parlatma ile yapılır.

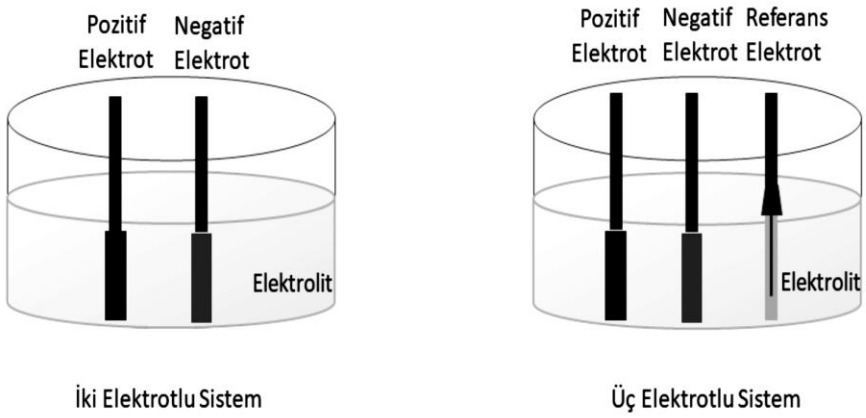
Referans elektrot (RE): Kararlı ve polarize olmayan bir elektrottur. Bir elektrokimyasal hücrede diğer elektrotların potansiyelinin ölçülebileceği bir referans noktası olarak kullanılır. En yaygın RE doymuş kalomel elektrot, Gümüş/Gümüş Klorür (Ag/AgCl) elektrotudur. Sulu olmayan çözücülerde, genellikle Ag^{+}/Ag çiftine dayalı referans elektrotlar kullanılır.

Karşı elektrot (KE): KE'ye potansiyel uygulandığında akım KE ve ÇE arasında akar. Bu akım, elektrokimyasal bir hücredeki elektrik devresini tamamlamak için ÇE tarafından kaydedilir. Genellikle platin veya karbon gibi inert malzemelerden yapılır (Eom vd. 2022).

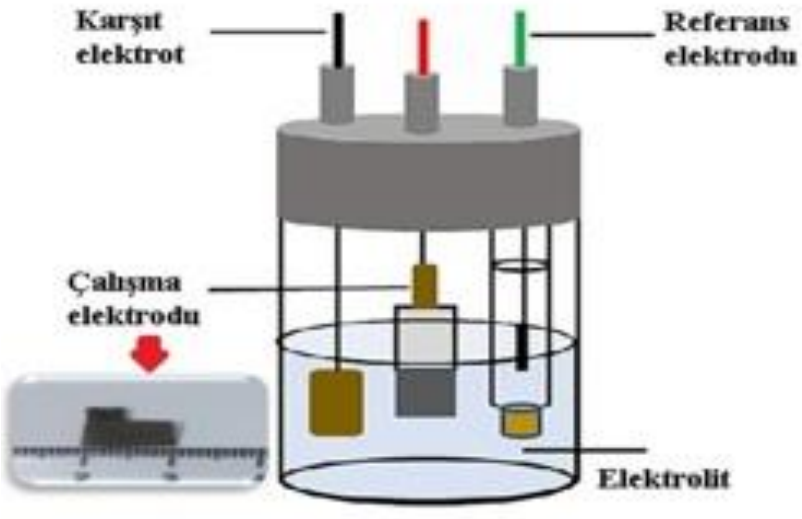
1.3.2. İki Elektrotlu Sistem

İki elektrotlu sistem pozitif ve negatif olmak üzere iki çeşit elektrottan meydana gelmektedir: bir katot ve bir anot. Katot ve anot arasında kısa devreyi önlemek için bir ayırıcı bulunur. Akım toplayıcı olarak metal kasa, üç bileşeni de (yani anot, katot ve ayırıcı) birbirine bağlar. Ölçümü yapılacak enerji depolama cihazlarını karakterize etmek kullanılır (Baig vd. 2021).

Şekil 1.4. *Üç elektrot ile iki elektrot sistemi*



Şekil 1.5. *Üçlü elektrot çalışma sistemi*



1.4. Süperkapasitörler için Yapısal Karakterizasyon Teknikleri

Elektrokimyasal karakterizasyon, süper kapasitörlerin performansını değerlendirmek için önemlidir. Bu teknikler, kapasitans, iç direnç, şarj/deşarj davranışı ve uzun vadeli kararlılık hakkında içgörüler sağlar. En yaygın kullanılanları döngüsel voltametri (CV), galvanostatik şarj/deşarj (GCD), Kronopotansiyometri (KP) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi tekniklerdir (Baig vd. 2021).

1.4.1. Döngüsel Voltametri (CV)

Karmaşık elektrokimyasal tekniklerden biri olmasına rağmen, döngüsel voltametri birçok kimyasal sistemin hem kinetik hem de termodinamik ayrıntılarına ilişkin çok sayıda deneysel bilgi ve içerik sunmasından ötürü çok sıklıkla kullanılır. CV, bir redoks aktif çözeltisinin akım tepkisini ölçmek ve akıma karşı potansiyeli kaydetmek için yararlı bir yöntemdir. CV, elektrokimyasal analizin ayırt edici özelliğidir. Bu, gelişmiş bir potansiyometrik ve voltametrik yöntemdir. Potansiyometri, statik koşullar altında bir elektrokimyasal hücrenin elektrik potansiyelini ölçme yöntemidir ve voltametride iki elektrot arasındaki potansiyel değiştirilirken akım ölçülür. CV ölçümleri, Ag^{-1} cinsinden sabit akım yoğunluğu ile mVs^{-1} biriminde farklı tarama hızlarında gerçekleştirilir. Yük Q'nun potansiyel V'ye göre türevi, işlem hakkında ilgili bilgileri veren diferansiyel kapasitans C'dir. CV tekniği ile elektrot yüzeyinde kullanılan aktif malzemenin kapasitansını hesaplamak için aşağıda verilen Denklem 1 kullanılmaktadır (Iqbal vd. 2025; Sharma ve Chand 2023)

$$C = \frac{\int I(V)dV}{mxkx\Delta V} \qquad (1.1.)$$

$\int$ I(V) dV: CV eğrisinin integral alanı

m: aktif malzemenin kütlesi

mV/s: Tarama hızı

ΔV: Uygulanan potansiyel aralığı.

1.4.2. Galvanostatik Şarj-Deşarj (GCD)/ Kronopotansiyometri (KP)

Galvanostatik şarj-deşarj (GCD) metodu özgül kapasitans, enerji ve güç yoğunluklarını değerlendirmek için de kullanılır. Bu metotla sistem içerisinde yer alan çalışma elektrodu belirli bir voltaj değerine kadar şarj edildikten sonra deşarj işlemine tabi tutulur. Deşarj

süresi özellikle kapasitans değerinin sonucunu görmek için kullanılır. Sonuçta elde edilen verilerin literatür sonuçları ile uyumlu olması gerekmektedir. Döngüsel kararlılık, şarj-deşarj süresini ölçerek GCD eğrisi ile belirlenir. Akım yoğunluğu ve özgül kapasitans ters orantılı bir ilişkiye sahiptir. EDLC malzemeleri için, GCD eğrisi doğrusaldır ve b değeri her zaman 1'e eşittir, bu da iyi elektrokimyasal kapasitif doğayı gösterir. Psödokapasitif malzemeler için, şarj-deşarj profilleri yarı geri dönüşümlü faradik reaksiyonlar nedeniyle doğrusal olmayan değişime sahiptir. Bu faradik reaksiyonların şarj/voltaj oranı artık sabit kalmaz ve zamanla değişir, simetrik olmayan bir eğri verir. GCD değerinin hesaplanmasında Denklem 2'de verilen eşitlik kullanılır (Ali, Iqbal, ve Hegazy 2023)

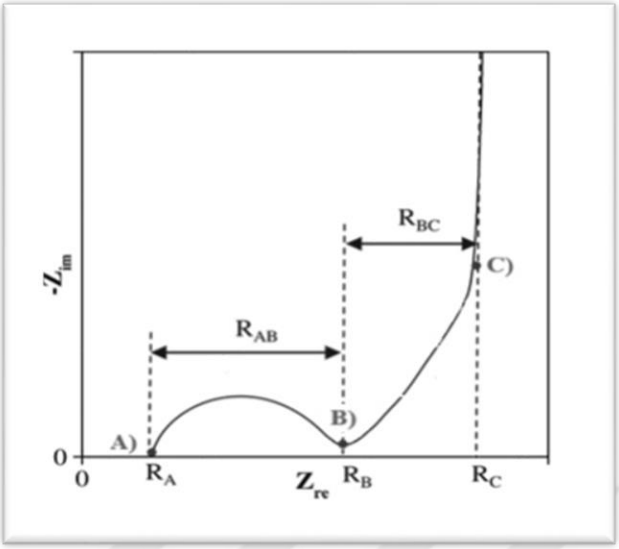
$$C = \frac{I \times \Delta t}{m \times \Delta V} \tag{1.2}$$

1.4.3. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS)

Elektrokimyasal Empedans (EIS), alternatif akım altında elektriksel direncin zamanla değişen koşullardaki genelleştirilmiş bir şeklidir. Ohmik direnç (R) üzerine bir elektrik potansiyeli (E) uygulandığında, sistemden geçen akım (I), Ohm yasasına göre belirlenir. Öte yandan elektrokimyasal sistemlerde bu ilişki, yük transferi, iyon difüzyonu ve çift tabaka kapasitansı gibi karmaşık süreçlerin etkisiyle farklılık gösterir. Bu nedenle, bu tür sistemlerin karakterizasyonunda Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. EIS, malzeme özelliklerini ve elektrot reaksiyonlarını anlamak amacıyla geliştirilen oldukça geniş uygulama alanına sahip güvenilir bir tekniktir (Kemeny vd. 2024; Magar, Hassan, ve Mulchandani 2021)

Empedans terimi gerçek ve sanal kısımlar olmak üzere iki bileşene ayrılır. Sanal kısım (Z_{im}) ise Y ekseninde Gerçek kısım (Z_{re}) X ekseninde, çizildiğinde "Nyquist Grafiği" elde edilir (Şekil 1.4.). Nyquist grafiğindeki her nokta, belirli bir frekanstaki empedans değerini temsil eder ve sanal kısım (Z_{im}) genellikle negatiftir. Grafikte, sağ tarafta yer alan empedans değerleri düşük frekansları, sola doğru ilerledikçe ise daha yüksek frekansları gösterir. Ayrıca, Nyquist grafiğinde empedans, |Z| büyüklüğünde bir vektör olarak temsil edilir; bu vektör ile X ekseni arasındaki açı "faz açısı" olarak adlandırılır (Xie vd. 2018)

Şekil 1.6. *Nyquist grafiği özellikleri*



1.5. Bakır Moliptad ($CuMoO_4$)

Bakır molipdat ($CuMoO_4$), geçiş metali okşitleri arasında yük depolama mekanizmalarına olanak tanıyan birden fazla değerliğe sahip olması (Cu^{2+} ve Mo^{6+}) nedeniyle süperkapasitör uygulamaları için umut verici bir elektrot malzemesi olarak ortaya çıkmıştır.

Birden fazla oksidasyon durumu ve elektrokimyasal aktivitesi nedeniyle $CuMoO_4$, yüksek bir teorik özgül kapasitans sunarak onu enerji depolama için verimli bir malzeme haline getirir. $CuMoO_4$, diğer birçok metal oksitle karşılaştırıldığında, iyi iletkenliğe sahip görülmüştür (N. U. H. L. Ali vd. 2022; Farahpour ve Arvand 2021).

1.6. Nikel Moliptad ($NiMoO_4$)

$NiMoO_4$ (Nikel molipdat), geçiş metali molipdatları arasında dikkat çeken bir bileşik olup, özellikle yüksek kapasitansı, çok değerlikli iyonlarının redoks aktiviteleri ve elektrokimyasal kararlılığı sayesinde süperkapasitörlerde elektrot malzemesi olarak yaygın biçimde araştırılmaktadır.

Bileşikte yer alan Ni^{2+} ve Mo^{6+} iyonları, hızlı ve tersinir faradaik (psödokapasitif) tepkimeler yoluyla enerji depolamaya katkı sağlar. Bu redoks süreçleri, şarj-deşarj sırasında yüksek kapasitans elde edilmesini mümkün kılar (Luo vd. 2022).

1.7. Kobalt Moliptad ($CoMoO_4$)

$CoMoO_4$ Kobalt Molipdat zengin redoks aktivitesi, yüksek kapasitansı ve elektrokimyasal kararlılığı nedeniyle süper kapasitörler için bir elektrot malzemesi olarak önemli ilgi gören bir geçiş metali oksittir.

Bileşikte yer alan Co^{2+} ve Mo^{6+} iyonlarının varlığı, psödokapasitif enerji depolama mekanizmalarına katkıda bulunan birden fazla geri dönüşümlü redoks reaksiyonuna izin verir. Yüksek redoks potansiyeli ve çeşitli oksidasyon durumlarını gösterme kapasitesi nedeniyle $CoMoO_4$, mükemmel hız performansı ve uzun çevrim ömrü sergiler (Pitcheri vd. 2025).

1.8. NMP (N-metil-2-pirrolidon) ve DMSO (Dimetilsülfoksit) Çözücüleri

Çözücüler süperkapasitör üretiminde elektrotların iletken karbonlar, bağlayıcı polimerlerle ve su ile homojen bir şekilde karıştırılması için kullanılır. Bu süreç genellikle yüksek çözme gücüne sahip aprotik çözücüler yardımıyla gerçekleştirilir. Bunlar N-metil-2-pirolidon (NMP) ve Dimetil sülfoksit (DMSO) çözücüleridir (Kang vd. 2025).

1.8.1. N-metil-2-pirolidon (NMP)

Düşük uçuculuğu, yüksek termal ve kimyasal kararlılığı ile bağlayıcı polimerlerin ve iletken katkı maddelerinin aktif malzeme ile homojen şekilde dağılmasını sağlar. Higroskopik yapısı ve ışığa duyarlılığı nedeniyle kontrollü koşullarda kullanılması gereken bu çözücü; su, etanol, eter, aseton, etil asetat, kloroform ve benzen gibi çözücülerle kolayca karışabilir ve çok çeşitli organik ve inorganik bileşikleri çözebilme yeteneğine sahiptir. Geniş bir çözünürlük yelpazesine sahip olması, başta PVDF olmak üzere çeşitli polimerlerin çözünmesini kolaylaştırarak elektrot üretiminde etkin bir ortam sunar. Bu özellikleri sayesinde enerji depolama sistemlerinin yanı sıra birçok endüstriyel alanda da yaygın kullanım alanı bulur (Sliz vd. 2022).

1.8.2. Dimetil sülfoksit (DMSO)

Düşük toksisitesi, yüksek kaynama noktası ve su ile her oranda karışabilirliği sayesinde elektrokimyasal sistemlerde dikkat çeken bir çözücü olarak öne çıkmaktadır. Özellikle hidrojel bazlı elektrolit sistemlerinde, DMSO'nun su molekülleriyle güçlü hidrojen bağları kurabilmesi, buz kristallerinin oluşumunu engelleyerek sistemin donma noktasını düşürmekte ve suyun buharlaşmasını önlemektedir. Bu özellikler, DMSO'yu hem düşük hem de yüksek sıcaklıklarda çalışabilen esnek süperkapasitörler için uygun hale getirir.

Yine dimetilsülfoksit (DMSO) çözücüsüde PVDF bağlayıcısının elektrot aktif maddeleri ile homojen şekilde karışmasını sağlayarak süperkapasitör elektrotlarının yapısal bütünlüğünü ve iletkenliğini artırmada etkili bir çözücü olarak kullanılır. Diğer yandan NMP'ye kıyasla daha düşük toksisiteye sahip olması, onu çevre dostu çözücü arayışlarında daha cazip bir seçenek haline getirir. Bu çözücüler, elektrotların homojenliğini, iletkenliğini ve yapısal stabilitesini doğrudan etkileyerek süperkapasitör performansını iyileştirir (Cai vd. 2025).

1.9. Elektrot Malzemelerinin Sentez Yöntemleri

1.9.1. Hidrotermal Yöntem

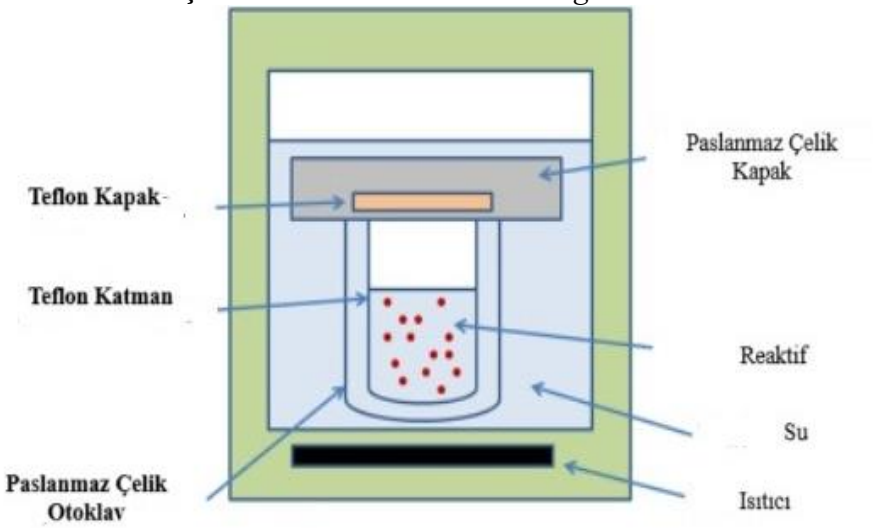
Hidrotermal yöntem süperkapasitörlerdeki elektrot malzemelerinin sentezinde kullanılan etkili bir kimyasal yöntemdir.

Bu yöntem sulu çözeltilerin yüksek sıcaklıklarda (yaklaşık 100–250 °C) ve basıç latonda kapalı bir ortamda kimyasal reaksiyon oluşmasını sağlar. Kapalı ve kontrollü reaksiyon koşulları, malzeme kristalliği ve morfolojisi üzerinde hassas kontrol imkânı oluşumunu sağlar. Kimyasal reaksiyon süresi, istenen malzeme özelliklerine bağlı olarak birkaç saat ya da bir günden fazla sürebilir.

Hidrotermal yöntem kullanılarak geçen bu süreçte, metal tuzları veya organik öncüler uygun oranlarda sulu ortamda çözündürülür ve bu karışım, genellikle teflon astarlı paslanmaz çelik bir otoklav içerisine yerleştirilir. Otoklav, önceden belirlenen sıcaklık ve sürede ısıtılarak reaksiyonun gerçekleşmesi sağlanır. Yüksek sıcaklık ve basınç koşulları, katı malzeme parçacıklarının kontrollü büyümesini ve kristalleşmesini destekler. Reaksiyon tamamlandıktan sonra sistem oda sıcaklığına soğutulur, çökelti toplanır, yıkanır ve kurutulur.

Özetle, hidrotermal yöntem hem yapısal hem de morfolojik olarak üstün, yüksek saflıkta elektrot malzemelerinin sentezlenmesinde tercih edilen yeşil ve ekonomik bir yöntemdir (Asim vd. 2014).

Şekil 1.7. *Hidrotermal temsili görseli*



1.9.2. Solvotermal Yöntem

Solvotermal yöntem, hidrotermal teknikle benzerlik gösterse de tek fark bu yöntemde çözücü olarak su kullanılmaz. Burada su yerine yüksek kaynama noktasına sahip organik çözücüler kullanılır. Bu sebeple reaksiyon sıcaklığı hidrotermal yönteme kıyasla daha yüksek değerlere ulaşabilir. Bu yöntem, yüksek dispersiyon özellikleri sergileyen homojen boyutlu partiküllerin sentezinde çok yönlü bir teknik olarak kullanılmaktadır (Song vd. 2025).

1.9.3. Elektro Biriktirme Yöntemi

Elektro biriktirme, elektrolit ortamında malzemenin elektrot yüzeyine kaplanmasını sağlayan ekonomik ve çok yönlü bir prosedürdür. Bu yöntem, potansiyostatik ve galvanostatik olmak üzere iki ana uygulama şekline sahiptir ve bu sayede kaplama kalitesi, morfoloji ve bileşim üzerinde hassas kontrol imkânı tanımaktadır. Bununla birlikte, bu yöntemin temel dezavantajı, kaplamanın elektrot yüzeyine zayıf bir şekilde bağlanması sonucu aktif materyallerin elektrolit içinde çözünmesidir (Asim vd. 2014).

1.9.4. Sol-jel Yöntemi

Bu yöntem metal oksitler, nitrürler ve karbürler gibi materyallerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılanılır. Bu yöntem, geleneksel işleme teknolojilerine kıyasla çeşitli avantajlar sunmaktadır. Bunlar arasında düşük reaksiyon sıcaklığı, etkili kompozisyon kontrolü, yüksek saflık seviyeleri ve geniş uygulama alanları için süreç geliştirme yeteneği bulunmaktadır. Temel olarak, bu yöntem bir öncünün (inorganik veya metal-

organik) hidrolizi ve yoğunlaşması ile başlar ve ardından bir takım kimyasal reaksiyon veya hafif termal işlemler sonucunda, kalsine edilen bir jel formasyonunun istenilen malzemeye dönüşmesiyle tamamlanır (Low vd. 2019).

1.9.5. Doğrudan Kaplama

Doğrudan Kaplama Yöntemi, süperkapasitör elektrotlarının üretiminde, bulamaç formundaki aktif malzemenin doğrudan bir alt tabakaya uygulandığı bir metottur. Bu metotta, kaplamanın yapışma gücü ve elektriksel iletkenliği sağlamak amacıyla karbon siyahı, poliviniliden florür (PVDF), asetilen siyahı ve politetrafloroetilen (PTFE) gibi bağlayıcı ve katkı maddeleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Sonuç olarakta elektrotların performansı artmaktadır (Low vd. 2019).

1.10. DMSO ve NMP Çözücülerinin Özellikleri ve Süperkapasitörlerde Kullanımı

Süperkapasitörlerde kullanılan elektrot malzemelerinin hazırlanmasında çözücüler, aktif maddelerin homojen dağılımını sağlamak, bağlayıcılarla uyumlu karışımlar elde etmek ve kaplama işlemlerinde istenilen yüzey morfolojisini oluşturmak açısından önemli bir rol oynamaktadır. Bu amaçla, yüksek polariteye ve geniş çözme kapasitesine sahip aprotik çözücüler sıklıkla tercih edilmektedir. Dimetil sülfoksit (DMSO) ve N-metil-2-pirolidon (NMP), bu tür çözücüler arasında öne çıkmaktadır.

DMSO (Dimetil Sülfoksit), polar bir aprotik çözücü olup birçok organik ve inorganik bileşiği çözebilme özelliğine sahiptir. Yüksek kaynama noktası (189 °C), düşük uçuculuğu ve düşük yüzey gerilimi sayesinde işlem sırasında kararlılık sunar. Özellikle karbon bazlı nanomalzemelerin, iletken polimerlerin ve bazı metal oksitlerin çözeltilerinin hazırlanmasında tercih edilmektedir. DMSO'nun sağladığı homojen dağılım, elektrot yüzeyinde düzgün bir film oluşmasına katkıda bulunur ve bu durum, süperkapasitörün kapasite ve çevrim kararlılığı gibi performans parametrelerini olumlu yönde etkiler.

NMP (N-Metil-2-Pirolidon) ise özellikle karbon nanotüpler, grafen ve aktif karbon gibi elektrot malzemelerinin bağlayıcı (örneğin PVDF) ile birlikte kullanıldığı sistemlerde yaygın olarak tercih edilmektedir. Yüksek çözme gücü ve termal kararlılığı ile elektrot pastalarının hazırlanmasında verimli sonuçlar sunar. Ayrıca, yüksek kaynama noktası (202 °C) sayesinde elektrot yüzeyinde kontrollü buharlaşma sağlar ve çatlak oluşumunu

azaltır. Bu özellikler, kaplanan elektrot filmlerinin mekanik ve elektriksel özelliklerini iyileştirmektedir.

Her iki çözücü de süperkapasitör uygulamalarında elektrot yapısının homojenliğini ve gözenek dağılımını kontrol etmeye yardımcı olur. Bu sayede iyon iletimi kolaylaşır ve cihazın genel enerji depolama kapasitesi artırılabilir. Literatürde yapılan birçok çalışmada, DMSO ve NMP'nin kullanıldığı sistemlerde elde edilen elektrotların daha yüksek spesifik kapasiteler ve daha uzun çevrim ömrü sunduğu gösterilmiştir (Cai vd. 2025; Chernysh vd. 2019).

1.11. Metal Oksit Tabanlı Geçiş Metali Molipdatlar Üzerine Yapılan Çalışmalar Temelinde Literatür Taraması

Priyadharshini Shanmugam ile Kei Hosomi arkadaşları yaptığı bir çalışmada $NiMoO_4$, $MnMoO_4$ ve $Fe_2(MoO_4)_3$ gibi geçiş metali molipdatlarının sol-jel yöntemiyle başarıyla sentezlendiğini söylemiştir. XRD (X-ışını kırınımı) analizleri, bu moliptadların tek fazlı monoklinik kristal yapıya sahip olduğunu göstermektedir.

Elektrokimyasal performans açısından incelendiğinde, $NiMoO_4$, $MnMoO_4$ ve $Fe_2(MoO_4)_3$ elektrotlarının sırasıyla 1 A g^{-1} akım yoğunluğunda 424,6 F g^{-1}, 325,5 F g^{-1} ve 157,8 F·g^{-1} özgül kapasitans değerlerine ulaştığı bildirilmiştir. Ayrıca $NiMoO_4$ içeren asimetrik elektrot sistemleri kullanılarak 1 A·g^{-1}'de 41,6 Wh·kg^{-1} düzeyinde enerji yoğunluğu elde edilmiştir.

Öte yandan bu metal molipdatların fotokatalitik etkinliği de değerlendirilmiş; özellikle $Fe_2(MoO_4)_3$'ün metilen mavisi boyasının bozulmasında, diğer molipdatlara kıyasla daha yüksek bir performans sergilediği gösterilmiştir. Sonuç olarak metal molipdatların hem enerji depolama sistemlerinde hem de çevresel arıtma süreçlerinde çift işlevli malzemeler olarak değerlendirilebilinir. Bu doğrultuda yapılan çalışmalar, söz konusu bileşiklerin çok yönlü uygulamalara uygun hale getirilmesi adına gelecek araştırmalar için önemli bir temel oluşturmaktadır (Shanmugam vd. 2024).

Muzaffar ve Ahamed tarafından yapılan bir çalışmada; FeMoO4@MnO2 mikro çubuk hibrit yapılar iki aşamlı hidrotermal yöntemle sentezlenmiştir. FeMoO4@MnO2'nin faz oluşumu ve morfolojisi sırasıyla X-ışını kırınımı (XRD) desenleri ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak analiz edilmiştir. Simetrik süperkapasitör hücresi, daha yüksek döngüsel kararlılık ve performansa ek olarak 10 Ag^{-1} akım yoğunluğunda 839.29

Fg^{-1}'lik özgül bir kapasitans sağlamıştır. Malzemenin çalışma potansiyeli CV analizi için 1,4 V'a kadar ulaşırken ve GCD için akım yoğunluğu 5 A g-1'e kadar çıktı. Bu sonuçlar, benzer ölçümlere sahip diğer sistemlerle kıyaslandığında hem pozitif hem de negatif potansiyel aralıklarında umut vadeden sonuçlar ortaya koymaktadır. Malzemenin enerji yoğunluğu 418,46 Wkg^{-1},güç yoğunluğunda 56,95 $Whkg^{-1}$'lik yüksek bir özgül enerji yoğunluğu sergilemiştir. Buna ek olarak, cihaz 10.000 döngüden sonra %80'lik bir verimlilikle %87'lik umut verici bir kapasite tutma göstermiştir. Elektrokimyasal sonuçlar, FeMoO4@MnO2'nin bir sonraki nesil süperkapasitör uygulamaları için umut verici bir elektrot malzemesi olarak kendini gösterebileceğini göstermektedir (Muzaffar ve Ahamed 2019).

.

İKİNCİ BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYAL

2.1. Kullanılan Malzemeler

2.1.1. Elektrot Malzemeleri Üretimi İçin Gerekli Malzemeler

Bakır (II) Klorür Dihidrat ($CuCl_2.2H_2O$), Kobalt (II) Nitrat Hekza Hidrat (Co $(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) ve Nikel (II) Nitrat Hekza Hidrat (Ni $(NO_3)_2$. $6H_2O$), Amonyum Heptamolibdat Tetrahidrat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$), Potasyum Hidroksit (KOH), Üre (CH_4N_2O), N-metil 2-pirolidon (NMP) ve Dimetil Sülfoksit (DMSO) MERCK Firmasından; Grafit, Poliviniliden florür (PVDF), Etanol (C_2H_6O), SİGMA ALDRİCH firmasından, Nikel Köpük ise MTI KOREA firmasından tedarik edilmiştir.

2.2. Elektrot Bileşenlerinin Sentezlenmesi

2.2.1. Spinel Yapılı Bakır Moliptad ($CuMoO_4$) Sentezi

$CuMoO_4$ sentezi literatürdeki bir yöntem kullanılarak gerçekleştirilmiştir. 5 mmol $CuCl_2.2H_2O$ 30 mL saf suda çözdürülür. Farklı bir beherde 5/7 mmol oranında $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ bu çözeltiye katkılanmıştır ve Cu ve Mo oranı 1:1 olması planlanmıştır. Oluşturulan bu çözelti oda koşullarında 30 dakika boyunca magnetik karıştırıcıda karıştırılarak, 150^oC de 10 saat boyunca hidrotermal işleme maruz bırakılmıştır. Saf su ve etanol ile yıkanan partiküller daha sonra 500^oC 2 saat boyunca kalsine edilmiştir.

2.2.2. Spinel Yapılı Kobalt Moliptad ($CoMoO_4$) Sentezi

$CoMoO_4$ sentezi hidrotermal yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. İlk olarak 0.441 g Co $(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ve 0.2675 g $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ ölçülerek behere eklenir. Hazırlanan bu katı karışım üzerine 30 ml distile su eklenerek manyetik karıştırıcıda oda sıcaklığında homojen olana kadar 10 dakika karıştırılmıştır. Oluşturulan bu çözelti 0.3621 g üre yavaşça eklenerek homojen olana kadar 1 saat manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Elde

edilen bu homojen çözelti 180°C 1 saat boyunca hidrotermal işleme maruz bırakılmıştır. Safsızlıklarından arındırmak amaçlı elde edilen katı madde saf su ve etanol ile yıkanıyor. Arındırılan katı madde kurutulması için 60°C de 10 saat vakum işlemi uygulanıyor. Vakumlanan madde 400°C de 2 saat kül fırında kalsine edilmiştir.

2.2.3. Spinel Yapılı Nikel Moliptad ($NiMoO_4$) Sentezi

$NiMoO_4$ sentezi hidrotermal yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. İlk olarak 0.35 g Ni $(NO_3)_2$. $6H_2O$ ve 0.371 g $(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$ ölçülerek behere ekleniyor. Hazırlanan bu katı karışım üzerine 30 ml distile su ve pH değeri 7 olana kadar amonyak ekleniyor. Elde edilen bu homojen çözelti 150°C 6 saat boyunca hidrotermal işleme maruz bırakılmıştır. Oda sıcaklığına geldiğinde elde edilen katı madde birkaç kez saf su ve etanol ile yıkanarak safsızlıklarından arındırılıyor. Arındırılan madde 450°C de 3 saat kül fırında kalsine edilmiştir.

2.2.4. Asetilen Siyahı Sentezi

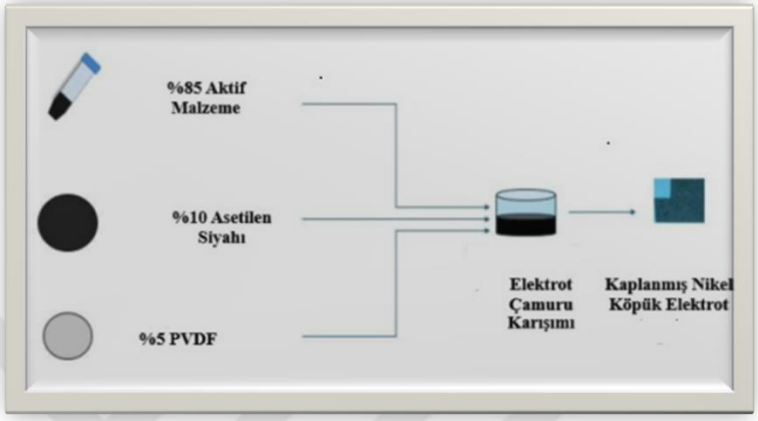
Grafit örneği üzerine eşit hacimlerde hidroklorik asit (HCl) eklenmiş ve bu karışım, homojen bir çözeltinin elde edilmesi amacıyla 24 saat süreyle manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Daha sonra karışımdaki HCl'yi uzaklaştırmak için, birkaç kez deiyonize su ile yıkama işlemi uygulanmıştır. Yıkama işleminin ardından, numune oda sıcaklığında kurutulmuş ve yağ kalıntılarından arındırmak amacıyla, eşit oranlarda benzen ve aseton karışımı ile işlem görmüştür. Bu aşamayı takiben numune süzülerek yeniden kurutulmuş ve içeriğindeki gazların uzaklaştırılması için 600°C sıcaklıkta vakumlu fırında 24 saat boyunca ısıtılmıştır.

2.3. Elektrotların Hazırlanması

Spinel yapılı süperkapasitör elektrotları, Şekil 2.1'de gösterildiği şekilde nikel köpük kullanılarak hazırlanmıştır. İlk olarak, 1M hidroklorik asit (HCl) ile yıkanan nikel köpük, bu işlem 2-3 kez tekrarlandıktan sonra vakumlu etüvde kurutulmaya bırakılmıştır. Kurutulan nikel köpüğün hazırlanması için %85 oranında aktif malzeme ($MCoMO_4$ (Cu, Co, Ni)), %10 aktif karbon ve %5 PVDF, uygun büyüklükte bir cam behere alınarak, elektrot çamuru hazırlamak amacıyla yeterli miktarda birinci ölçüm için N-metil-2-pirolidon (NMP); ikinci ölçüm için Dimetil Sülfoksit (DMSO) eklenmiştir. Elde edilen karışımın ne çok katı ne de çok akışkan olmamasına dikkat edilmiştir. Son aşamada, bu karışım ultrasonik banyo içinde tüm bileşenlerin homojen bir şekilde dağılması sağlanana

kadar tutulmuş ve elde edilen homojen çamur nikel köpük yüzeyine uygulanmıştır. Bu şekilde kaplanan nikel köpük elektrotlar, vakumlu etüvde bir gece boyunca bekletilerek kurutulmuş ve ardından elektrokimyasal ölçümler için kullanıma hazır hale getirilmiştir.

Şekil 2.1. *Elektrot çamuru hazırlama ve nikel köpük üzerine kaplama süreci*



2.4. Yapısal Karekterizasyon

Süperkapasitör hücresinde KOH Elektrot ve elektrolit malzeme arasındaki en iyi uyum yakalandığında ilk olarak üçlü elektrot sisteminde çalışmalar gerçekleştirilecektir. Üçlü elektrot ölçümleri sonrası yapılan optimizasyonlarla en iyi sonuç veren elektrotlar kullanılarak simetrik ve asimetrik tam hücreler oluşturularak süperkapasitörlerin elektrokimyasal özellikleri dönüşümlü voltametri (CV) ve galvanostatik şarj / deşarj teknikleri ile analiz edilecektir. Süperkapasitör hücresinin çevrim ömrü, şarj/deşarj süresi ve spesifik kapasitansı yapılacak ölçümler neticesinde tespit edilecektir.

2.4.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD)

X-ışını Kırınımı (XRD), nanoparçacıkların tanımlanmasında en yaygın kullanılan tekniklerden biridir. Bu teknik, bir malzemenin kristal yapısını, faz bileşimini, kafes parametrelerini ve kristal tane boyutlarını belirlemek için kullanılır. XRD, dalga boylarının periyodik yapılarla etkileşiminden yararlanır; kristallerin yapısal özellikleri, bu dalga boyları ve kristalin periyodikliği benzer boyutlarda olduğunda kırınım etkilerini ortaya çıkarır. X-ışınları, kristallerin birim hücre boyutlarına uygun dalga boylarında kolayca üretilebilir. Bununla birlikte, kristaller üzerinde kırınım deneyleri için uygun enerjiye sahip elektronlar veya nötronlar da kullanılabilir.

XRD, kırınım etkilerinin kalitesine ve atomların düzenine bağlı olduğundan, kristalin ideal düzeninden herhangi bir sapma, X-ışını kırınım deseninde gözlemlenebilir. İdeal

düzen sapmaları, atomların yer değiştirmesi, iç gerilmeler nedeniyle optimal konumlarından hafif geometrik sapmalar veya daha büyük iki veya üç boyutlu düzensizliklerden kaynaklanabilir. Kırınım etkisi olmadığında, birincil X-ışını demetinin bir numune üzerine düşmesiyle her yönde saçılma meydana gelir. Kırınım, yoğunluğun belirli yönlerde dağılmasına neden olur; bu da bazı yönlerde yoğunluk zirvelerinin artmasına, diğer bölgelerde ise yoğunluğun önemli ölçüde azalmasına yol açar (Jisha vd. 2009; Stanjek ve Häusler 2004).

Kırınım yönlerini tanımlamanın bir yolu, saçılmanın kafes düzlemleri ve komşu kafes düzlemleri arasındaki ilişkisine bakmaktır. Bragg yansıması, iki düzlem arasında saçılan dalgaların yolu, bir üst düzlemde saçılan dalga boyundan λ tamsayı kadar daha uzun olduğunda gerçekleşir. Bu durumda, Bragg denklemi uyarınca bir yansıma meydana gelir:

$$n\lambda=2d\sin\theta n\lambda = 2d \sin \theta n\lambda=2d\sin\theta \quad (1.3)$$

Burada, λ radyasyonun dalga boyunu, nnn bir tamsayıyı, θ kafes düzlemleri ile gelen ışın arasındaki açıyı ve ddd, kırınım tepe noktasının oluştuğu kafes düzlemleri arasındaki mesafeyi ifade eder. Bu denklem, elektromanyetik radyasyonun dalga boyu ile kristal bir numunedeki kırınım açısı ve kafes aralığı arasında bir ilişki kurar. Kırılan X-ışınları daha sonra algılanır, işlenir ve sayılır. Numunenin 2θ açı aralığında taranması, toz halindeki malzemelerin rastgele yönelimlerinden dolayı tüm olası kırınım yönlerinin elde edilmesini sağlar. Kırınım tepe noktalarının d-aralıklarına dönüştürülmesi, her mineralin kendine özgü bir d-aralık dizisine sahip olması nedeniyle, mineralin tanımlanmasına imkân tanır. Bu dönüşüm genellikle d-aralıklarının standart referans desenleri (JCPDS) ile karşılaştırılması yoluyla gerçekleştirilir (A. Ali, Chiang, ve Santos 2022).

Bu tez çalışmasında, elektrot hazırlamak için sentezlenen malzemelerin kimyasal bileşimini belirlemek ve doğrulamak amacıyla XRD tekniği tercih edilmiştir.

2.4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX veya EDS)

Süperkapasitör elektrot malzemelerinin yapısal ve kimyasal karakterizasyonu için SEM ve EDX teknikleri yaygın olarak kullanılmaktadır. SEM, elektrot yüzeyinin morfolojik özelliklerini yüksek çözünürlükle görüntüleyerek, gözenek yapısı ve partikül boyutu gibi parametrelerin belirlenmesine olanak tanır. EDX ise, belirli bölgelerdeki elementel

bileşimi tespit ederek, malzemenin homojenliği ve safsızlıkların varlığı gibi kimyasal özelliklerin analizini sağlar. Bu tekniklerin kombinasyonu, elektrot malzemelerinin performansını etkileyen faktörlerin anlaşılmasında kritik bir rol oynamaktadır.

Enerji Dağılımlı X-ışını Spektrometresi (EDX), elektron mikroskoplarıyla birlikte kullanılan bir elemental analiz yöntemidir. Bu teknik, karakteristik X-ışınları üreterek numunelerde bulunan elementleri tespit eder. Numunenin haritalandırılması amacıyla EDX ve SEM bir arada kullanılır. Nanomalzemelerin modülleri veya yakın yedeklemeleri yer alan elemanların türleri ve miktarları bu şekilde analiz edilebilir. EDX, özellikle para birimindeki yakın nanopartiküllerdeki ağır metal iyonlarının bileşimini ve miktarını ölçen etkili bir yöntemdir. Ancak atom numarası 11'in altında olan elemanların tespitinde sınırlamalar mevcuttur (Abd Mutalib vd. 2017; Hodoroaba 2020).

2.4.3. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

FTIR Spektrokopisii bir malzemedeki fonksiyonel grupları bulmak ve kimyasal bağların belirlenmesinde sıklıkla tercih edilen etkili ve sık başvurulan bir analiz yöntemidir. Klasik kızılötesi (IR) spektroskopi yönetmlerine kıyasla hem hız hemde doğruluk açısından dah etkin bir şekilde spektrum elde edilmesini sağlar. Bu yöntemle, parlayan siyah cisim kaynağından yayılan kızılötesi (IR) ışınımı, Michelson interferometresi aracılığıyla spektral olarak kodlanır. Interferometrede ışınların farklı yol uzunluklarından geçmesi, y apıcı ve yıkıcı girişimlere neden olarak interferogram adı verilen sinyali oluşturur.

Oluşan interferogram, numune hücresine yönlendirilir ve örnekle etkileşerek, yalnızca numuneye özgü olan belirli frekanslardaki IR ışınımını absorplar. Molekülde dipol moment değişimine yol açan bu titreşimler, örneğe ait kimyasal bağlar ve fonksiyonel gruplar hakkında bilgi sağlar. Dedektör, bu sinyalleri zamana bağlı olarak toplar ve arka plan sinyaliyle birlikte kaydeder. Bunu takiben Fourier dönüşümü yazılımı yardımıyla, oluşan sinyaller işlenerek arka plan spektrumu çıkarılır ve numuneye ait özgün IR spektrumu elde edilir (Jaleh ve Fakhri 2016; Kumar vd. 2019).

FTIR spektroskopisinde en cok gözlenen titreşim modları; kimyasal bağların uzunluğundaki değişime yol açan uzama (stretching, ν) ve bağ açılarındaki değişimi ifade eden bükülme (bending, δ – düzlem içi, π – düzlem dışı) titreşimleri olarak sınıflandırılır. Özellikle polar bağlara sahip gruplar (C=O, N–H, O–H vb.) karakteristik ve güçlü IR absorpsiyonları gösterir. Ek olarak, FTIR spektrumlarını 1500-400 cm^{-1} aralığında yer alan "parmak izi bölgesi" spesifik ve ayırtedici titreşimlerini içeren alandır. Bu özellik

farklı bileşiklerin tanımlanmasında büyük önem taşır. Bu sayede, FTIR spektroskopisi ile katı, sıvı ve gaz hâlindeki numunelerin moleküler yapısı detaylı bir biçimde analiz edilebilir (Shukla 2025).

Bu tez çalışmasında, sentezlenen malzemlerin fonksiyonel gruplar ve kimyasal bağların belirlenmesinde FTIR spektroskopisi kullanılmıştır.

2.4.4. The Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Bir nanomalzemenin yüzeyi birçok önemli özelliğini belirleyen atomların büyük bir kısmını içerir. Nanomalzemeler hakkında daha fazla bigi edinmek için yüzey alanı ölçümü oldukça önemlidir. Malzemenin yüzey alanını ölçerken genellikle saf gaz adsorpsiyon teknikleri kullanılır. Bu uygulamada, Brunauer-Emmett-Teller (BET) yöntemi çoğunlukla kullanılan yaklaşımdır. Ancak, malzemelerde oluşacak topaklanmalar, ölçüm sırasında yüzey alanının az çıkmasına sebep olmasından dolayı genellikle bu ölçüm tekniği yalnızca kuru malzemelerde kullanılabilir (Dmitriev, Nashchekin, ve Popkov 2020; Gibson vd. 2020).

Bu tez çalışmasında sentezlenen malzemelerin karakterizasyonu kapsamında, yüzey alanlarının belirlenmesi ve buna bağlı olarak elektrokimyasal performanslarının yorumlanması amacıyla Brunauer–Emmett–Teller (BET) analizi uygulanmıştır. Malzeme yüzey özellikleri, özellikle özgül yüzey alanı ve gözenek yapısı, elektrokimyasal uygulamalarda iyon taşınımı, aktif alan miktarı ve genel performans üzerinde doğrudan etkili olduğundan, bu analiz büyük önem taşımaktadır.

BET analizleri, mikro-metik Gemini IV marka yüzey alanı analiz cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu cihaz aracılığıyla, azot adsorpsiyon-desorpsiyon izotermleri elde edilerek örneklerin spesifik yüzey alanları hesaplanmıştır. Ayrıca, Barrett–Joyner–Halenda (BJH) yöntemiyle gözenek hacmi ve gözenek boyutu dağılımları da detaylı bir şekilde incelenmiştir. Böylece, malzemelerin fiziksel yapılarıyla elektrokimyasal davranışları arasındaki ilişki daha sağlıklı bir biçimde ortaya konulmuştur (Sing 1985).

2.4.5. Elektrokimyasal Karakterizasyon

Bu tez kapsamında tüm elektrokimyasal ölçümler oda sıcaklığında ve Şekil 2.2 de yer potansiyeli kontrol eden alan GAMRY Reference 3000 Potansiyostat cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

Bu cihaz referans ve çalışma elektrodu arasındaki potansiyeli kontrol eden ve çalışma elektrodunda potansiyeli sabit tutmak amacıyla karşı eletroda akım sağlayan cihazdır.

Şekil 2.2. *GAMRY Reference 3000 potansiyostat cihazı*



2.4.5.1. Süperkapasitör Elektrotlarında Kullanılan Geçiş Metali Molptadların Elektrokimyasal Karakterizasyonu

Bu çalışmada, üç elektrotlu elektrokimyasal hücre sistemi kullanılarak bakır moliptadat ($CuMoO_4$), nikel moliptadat ($NiMoO_4$) ve kobalt moliptadat ($CoMoO_4$) esaslı elektrot malzemelerinin süperkapasitör uygulamalarına yönelik elektrokimyasal performansları değerlendirilmiştir. Çalışma elektrodu olarak hazırlanan bu aktif malzemeler, 2 M potasyum hidroksit (KOH) çözeltisi içerisinde test edilmiştir. Ölçümlerde Ag/AgCl (gümüş/gümüş klorür) elektrot referans elektrot olarak tercih edilmiş; platin tel ise karşı (yardımcı) elektrot görevini üstlenmiştir. Bu üçlü yapı sayesinde, her bir aktif

malzemenin potansiyel davranışı ve kapasite özellikleri detaylı bir şekilde analiz edilmiştir.

Moliptadat bazlı elektrot malzemelerinin karşılaştırmalı değerlendirmesinin sağlıklı yapılabilmesi amacıyla, tüm elektrokimyasal testler aynı koşullarda gerçekleştirilmiştir. Döngüsel voltametri (CV) analizleri, 0 V ile 0,45 V arasında tanımlanan potansiyel aralığında, 5 mV/s ila 100 mV/s arasında değişen tarama hızlarıyla uygulanmıştır. Bu sayede hem düşük hem de yüksek tarama hızlarında elektrotların yük depolama davranışları incelenmiştir. CV eğrileri, elektrotların kırılma potansiyelleri, geri dönüşüm kabiliyetleri ve kapasitif özellikleri hakkında önemli bilgiler sunmuştur.

Galvanostatik şarj-deşarj (GCD) testleri, farklı akım yoğunluklarında (A/g) gerçekleştirilerek elektrotların özgül kapasitans davranışları detaylı bir şekilde ortaya konmuştur. Bu ölçümler, aynı zamanda malzemelerin enerji depolama ve boşaltma kapasitelerini zaman ekseninde izlemeye olanak sağlamıştır. GCD eğrilerinden elde edilen veriler, Denklem 2 kullanılarak spesifik kapasitans (Cs) değerlerinin hesaplanmasında kullanılmıştır. Bu değerler, elektrotların enerji depolama kapasitesini sayısal olarak ifade ederek, performans karşılaştırmalarında temel parametrelerden biri olmuştur.

Tüm bu ölçümlerin ardından, elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) testlerine geçilmiştir. Bu testler, elektrotların iç direnç bileşenleri, yük transfer direnci ve iyon difüzyonu gibi önemli parametrelerini belirlemek amacıyla gerçekleştirilmiştir. EIS analizleri geniş bir frekans aralığında (tipik olarak 10^5 Hz – 10^{-2} Hz) uygulanmış olup, Nyquist eğrileri yardımıyla direnç ve kapasitans bileşenleri ayrıntılı olarak incelenmiştir.

Sonuç olarak, $CuMoO_4$, $NiMoO_4$ ve $CoMoO_4$ bileşiklerinin elektrokimyasal özellikleri aynı koşullarda test edilerek kapsamlı şekilde karşılaştırılmış; her bir malzemenin enerji depolama potansiyeli belirlenmiştir. Bu analizler, moliptadat esaslı malzemelerin süperkapasitör elektrotları olarak kullanılabilirliğini değerlendirmede temel veri seti oluşturmuştur.

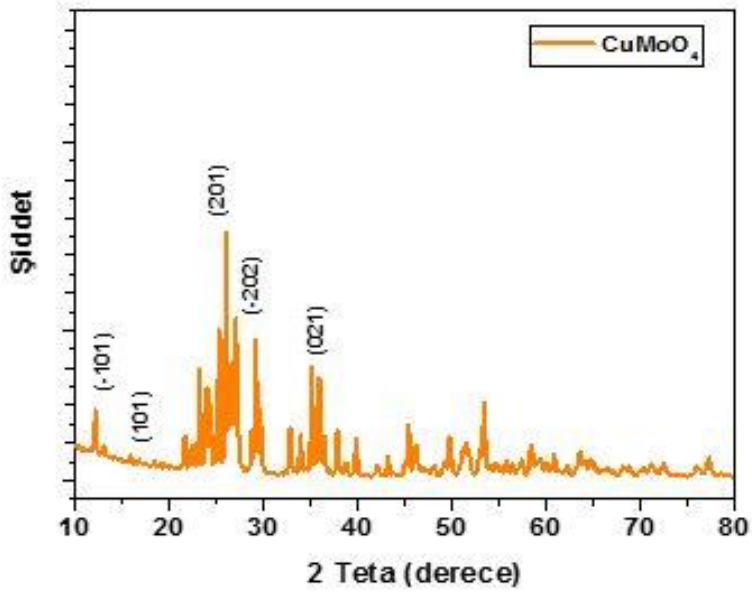
ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Bakır Moliptad ($CuMoO_4$) Süperkapasitör Elektrodunun Bulguları

3.1.1. XRD Karakterizasyonu

Şekil 3.1. *$CuMoO_4$ numunesinin X-ışını kırınımı*



$CuMoO_4$ numunesinin şekil 3.1'de de görüldüğü üzere sahip olduğu XRD spektrumları, (-1 0 1), (1 0 1), (2 0 1), (-2 0 2), (-2 0 2), (0 2 1) kafes düzlemlerine karşılık gelen sırasıyla 18.91^o, 31.24^o, 36.60^o, 38.31^o, 44.70^o, 55.29^o, 59.09^o ve 65.09^o tepe noktalarına sahiptir. Bununla beraber bu tepe noktaları spinel $NiCo_2O_4$ yapısı ile bir eşleşmeye sahiptir (JCPDS; 73-1702) [108]. Bu düzlemler, monoklinik kristal sistemine sahip $CuMoO_4$ fazının kristalografik özelliklerini ortaya koymaktadır.

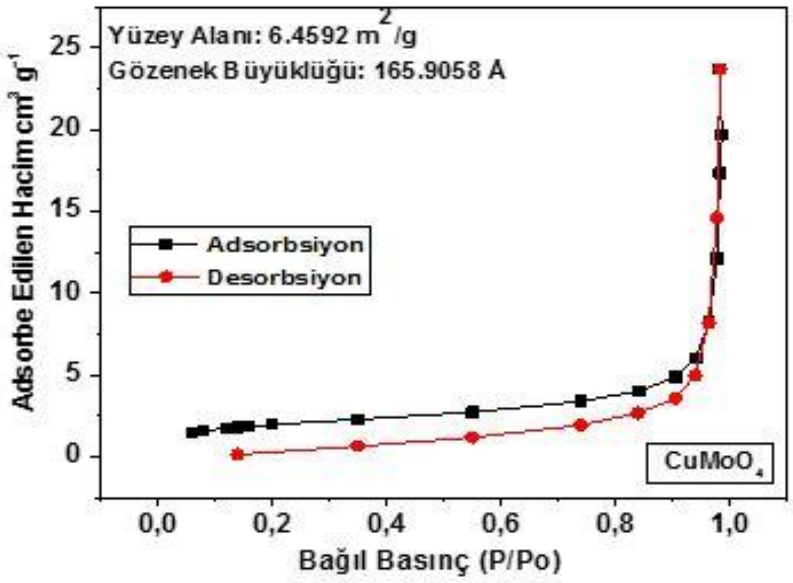
XRD deseninde gözlenen bu tepe noktaları, özellikle 31.24°, 36.60° ve 44.70° gibi baskın zirveler, numunenin iyi kristallenmiş bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Bu durum, sentezlenen malzemenin yüksek saflıkta ve düzenli kristal örgü yapısıyla elde edildiğini göstermesi açısından önemlidir. Ayrıca, bu tepe noktalarının konumu ve

şiddeti, $CuMoO_4$ fazının kristal yapısının hedeflenen şekilde oluştuğuna dair güçlü bir kanıt sunmaktadır.

Bununla birlikte, elde edilen XRD spektrumunda yer alan bazı tepe noktalarının spinel yapıdaki $NiCo_2O_4$ fazı ile örtüşme gösterdiği tespit edilmiştir. Bu örtüşme özellikle JCPDS kart numarası 73-1702'ye ait olan standart veri seti ile yapılan karşılaştırma sonucunda belirlenmiştir. Her ne kadar sentezlenen numune $CuMoO_4$ temelli olsa da, literatürde de benzer şekilde raporlandığı üzere, moliptadat yapılarının bazı kristal düzlemleri, spinel yapılarla örtüşen benzer kırınım desenleri gösterebilmektedir.

3.1.2. BET Analizi

Şekil 3.2. *$CuMoO_4$ numunesinin bet analizi*



$CuMoO_4$ malzemesine ait yüzey morfolojisinin ve gözenek yapısının belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilen Brunauer–Emmett–Teller (BET) analizi sonuçları, malzemenin yüzey alanı ve gözenek büyüklüğü hakkında önemli bilgiler sunmaktadır. Yapılan ölçümler sonucunda, $CuMoO_4$ numunesinin spesifik yüzey alanı 6.4592 m^2/g olarak belirlenmiştir. Bu değer, aktif yüzey alanının oldukça sınırlı olduğunu ve bu nedenle elektrokimyasal süreçlerde iyonların yüzeye erişiminin kısmen sınırlı olabileceğini göstermektedir. Yine de, bu yüzey alanı, $CuMoO_4$ malzemesinin özellikle düşük hızlı enerji depolama uygulamaları için potansiyel taşıyabileceğine işaret etmektedir.

Gözenek boyutu analizinde ise ortalama gözenek çapı 165.9058 Å (yaklaşık 16.59 nm) olarak tespit edilmiştir. Bu değer, malzemenin mezogözenekli (2–50 nm arası) bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Mezogözenekli yapılar, özellikle elektrokimyasal enerji

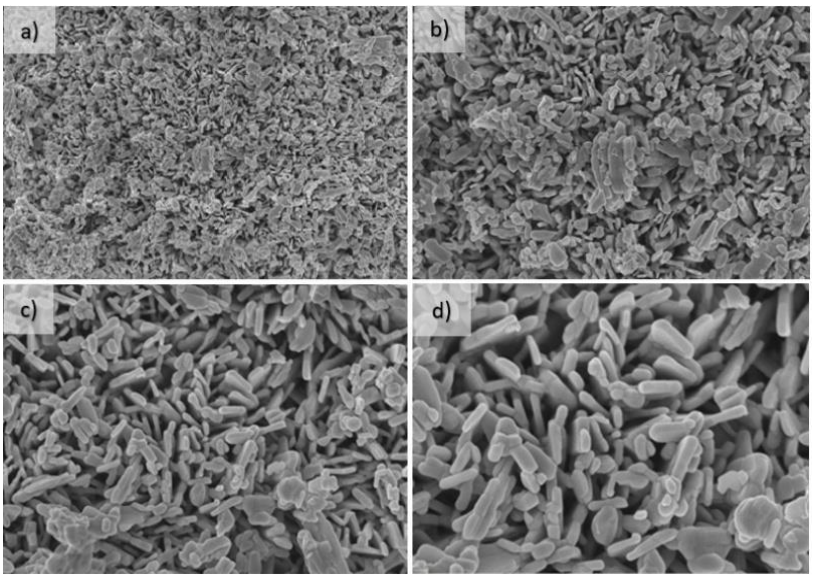
depolama sistemlerinde iyon difüzyonunu kolaylaştırıcı etki göstermektedir. Bu boyuttaki gözenekler, elektrolit iyonlarının elektrot yüzeyine daha rahat ulaşmasını sağlayarak, şarj-deşarj süreçlerinde direnç oluşumunu azaltabilir. Aynı zamanda, bu tür gözenek yapıları, yük taşıma kapasitesini artırarak genel performans üzerinde olumlu bir etki yaratabilir.

$CuMoO_4$ malzemesinin yüzey alanı nispeten düşük olmakla birlikte, düzenli ve uygun boyutta gözenek yapısına sahip olması, bu eksikliği bir ölçüde dengeleyebilecek bir özelliktir. Mezogözenekli yapının, yüzeyde aktif alan sağlayarak iyon transferini kolaylaştırması sayesinde, malzemenin elektrokimyasal uygulamalarda işlevsel olabileceği düşünülmektedir. Bununla birlikte, daha yüksek yüzey alanına sahip türev yapıların veya kompozit malzemelerin sentezlenmesiyle performansın daha da iyileştirilmesi mümkündür (Sing 1985).

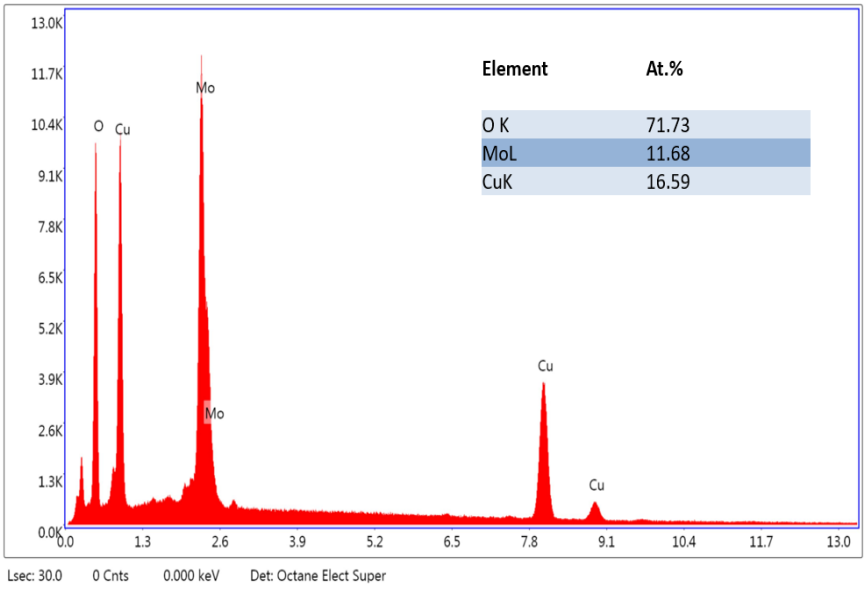
BET analizi verileri $CuMoO_4$ numunesinin orta düzeyde bir yüzey alanına ve elektrokimyasal uygulamalar açısından avantajlı sayılabilecek bir mezogözenek yapısına sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Bu özelliklerin, elektrokimyasal enerji depolama sistemleri açısından değerlendirilmesi, malzemenin performansını artırmaya yönelik sentez stratejilerinin geliştirilmesine ışık tutabilir.

3.1.3. FESEM ve EDX Karakterizasyonu

Şekil 3.3. *$CuMoO_4$ numunesinin farklı büyütme oranlarındaki FESEM görüntüleri (a)10.000 (b)20.000 (c)30.000 (d)50.000*



Şekil 3.4. *$CuMoO_4$ numunesinin EDX analizi*



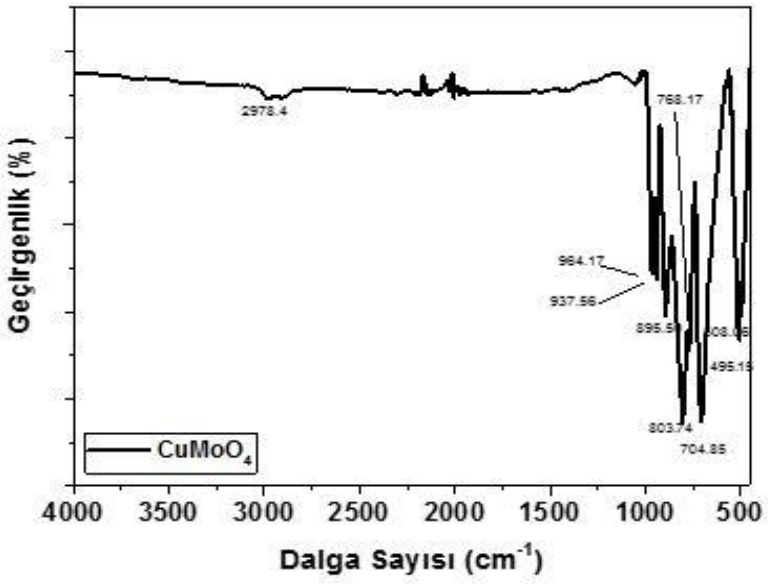
$CuMoO_4$ numunesinin yüzey morfolojisini incelemek amacıyla gerçekleştirilen Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) görüntüleri, farklı büyütme oranlarında (Şekil 3.3) (10.000x, 20.000x, 30.000x ve 50.000x) elde edilmiştir. Bu çok kademeli büyütmeler, numunenin yüzey yapısının mikro ölçekte detaylı şekilde analiz edilmesine olanak sağlamıştır. Düşük büyütme oranlarında (10.000x ve 20.000x) yüzeyin genel yapısı gözlemlenebilirken, yüksek büyütmelerde (30.000x ve 50.000x) parçacıkların morfolojik özellikleri, boyut dağılımı ve yüzey pürüzlülüğü daha belirgin hâle gelmiştir. Görüntülerde, $CuMoO_4$ numunesinin yüzeyinde homojen dağılmış, gözenekli ve düzensiz şekilli taneciklerden oluşan bir yapı gözlemlenmiştir. Bu yapının, özellikle enerji depolama uygulamalarında iyon transferine olanak sağlayabilecek yüzey alanı ve aktif bölge sunması açısından avantaj sağladığı değerlendirilmektedir.

FESEM görüntülerine ek olarak gerçekleştirilen Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDX) analizi ise morfolojik verilerin kimyasal kompozisyon açısından desteklenmesini sağlamıştır. EDX sonuçları(Şekil 3.4), numunede bakır (Cu), molibden (Mo) ve oksijen (O) elementlerinin varlığını doğrulamış ve bu elementlerin dağılımının homojen olduğunu ortaya koymuştur. Gözlenen elementel oranlar, hedeflenen $CuMoO_4$ bileşiği ile uyum göstermektedir. Ayrıca, numunede herhangi bir yabancı elementin tespit edilmemesi, sentez sürecinin saflık açısından başarılı bir şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir.

FESEM görüntüleri ve EDX analizleri birbiriyle yüksek oranda tutarlılık göstermektedir. Yüzey morfolojisine dair elde edilen bulgular, malzemenin gözenekli yapıda olduğunu ve bu yapının elektrokimyasal performansa katkı sağlayabileceğini ortaya koyarken, EDX analizi ise $CuMoO_4$ bileşiğinin kimyasal bütünlüğünü ve saflığını doğrulamaktadır. Bu veriler birlikte değerlendirildiğinde, sentezlenen $CuMoO_4$ numunesinin yapısal ve kimyasal açıdan istenilen özellikleri başarıyla taşıdığı sonucuna varılabilir.

3.1.4. FT-IR Karakterizasyonu

Şekil 3.5. *$CuMoO_4$ numunesinin FT-IR karakterizasyon sonucu*



$CuMoO_4$ numunesine ait fonksiyonel grupların ve metal-oksijen bağlarının belirlenmesi amacıyla Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.5). Analiz sonucu elde edilen spektrum, malzemenin moleküler düzeyde yapısı hakkında önemli bilgiler sunmaktadır. FT-IR spektrumunda 400–4000 cm^{-1} dalga boyu aralığında belirgin emilim bantları gözlemlenmiş olup, bu bantlar $CuMoO_4$ bileşiğinin karakteristik titreşim modlarına karşılık gelmektedir.

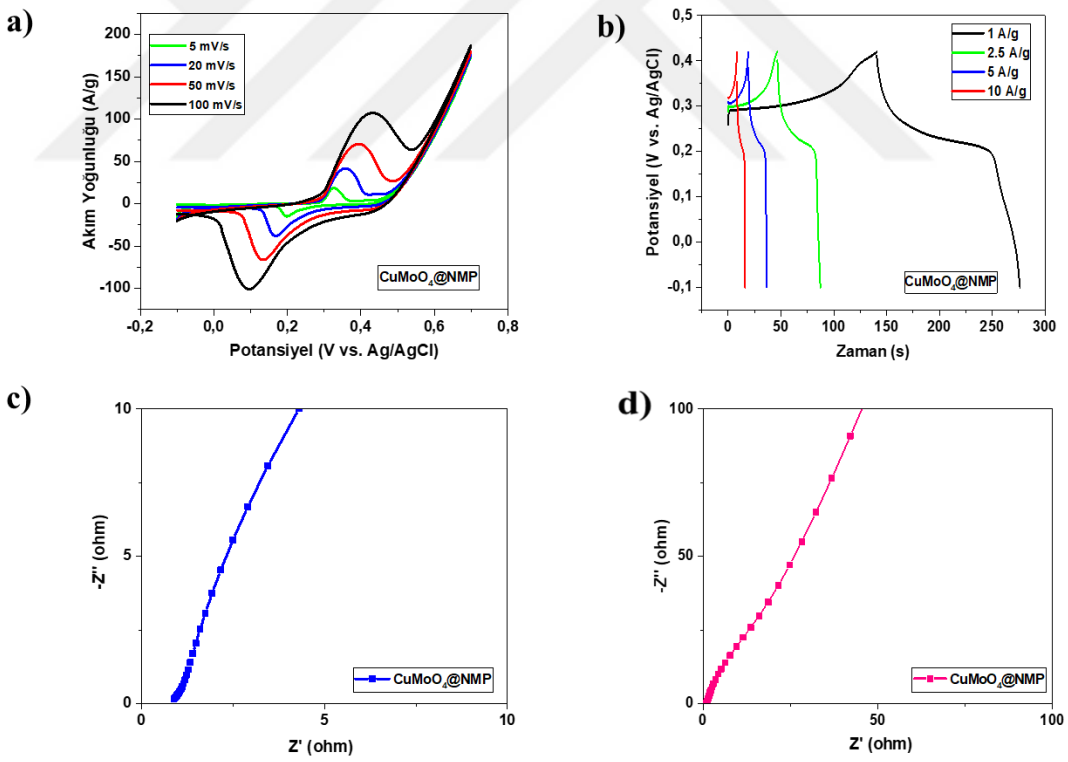
Spektrumda yaklaşık 807 cm^{-1} ve 895 cm^{-1} civarında gözlemlenen güçlü emilim bantları, Mo–O bağlarının asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerine işaret etmektedir. Bu bantlar, özellikle MoO_4^{2-} tetraedrik yapı birimlerinin varlığını teyit etmekte ve molibden oksijen bağlarının kristal yapı içerisindeki düzenini yansıtmaktadır. 500–700 cm^{-1} aralığında gözlemlenen daha düşük frekanslı bantlar ise Cu–O bağlarının titreşim modlarına atfedilmektedir. Bu, Cu^{2+} iyonlarının oksijenle koordineli bir yapıda yer

aldığını ve $CuMoO_4$ bileşiğinin oluşumunun başarılı şekilde gerçekleştiğini göstermektedir (Saliu vd. 2025).

Ayrıca, FT-IR spektrumunda geniş bir şekilde 3400 cm^{-1} civarında gözlemlenen emilim bandı, yüzeyde adsorbe olmuş –OH gruplarına veya nem içeriğine işaret etmektedir. Bu bant, özellikle numunenin yüzeyinde hidroksil gruplarının bulunduğunu ve bu grupların elektrokimyasal aktivite açısından potansiyel katkılar sağlayabileceğini düşündürmektedir. Yaklaşık 1620 cm^{-1} civarında gözlemlenen zayıf bant ise, su moleküllerinin bükülme titreşimleriyle ilişkilendirilmiştir ve bu da numunenin çevresel nemden bir miktar etkilenmiş olabileceğine işaret etmektedir.

3.1.5. $CuMoO_4$ NMP ve DMSO Çözüzü Maddelere Göre Karşılaştırma

Şekil 3.6. *$CuMoO_4$ numunesinin NMP çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri*



NMP çözücü kullanılarak hazırlanan $CuMoO_4$ elektrodunun elektrokimyasal karakterizasyonu, üç temel teknik kullanılarak detaylı bir şekilde incelenmiştir: döngüsel voltametri (CV), galvanostatik şarj-deşarj (GCD) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS). Şekil 3.6. (a), (b), (c) ve (d)'de sırasıyla bu analizlere ait grafiksel

veriler sunulmuştur. Bu tekniklerin her biri, elektrodun enerji depolama mekanizmasını, kapasitesini ve iç direnç davranışlarını ortaya koymak açısından tamamlayıcı niteliktedir.

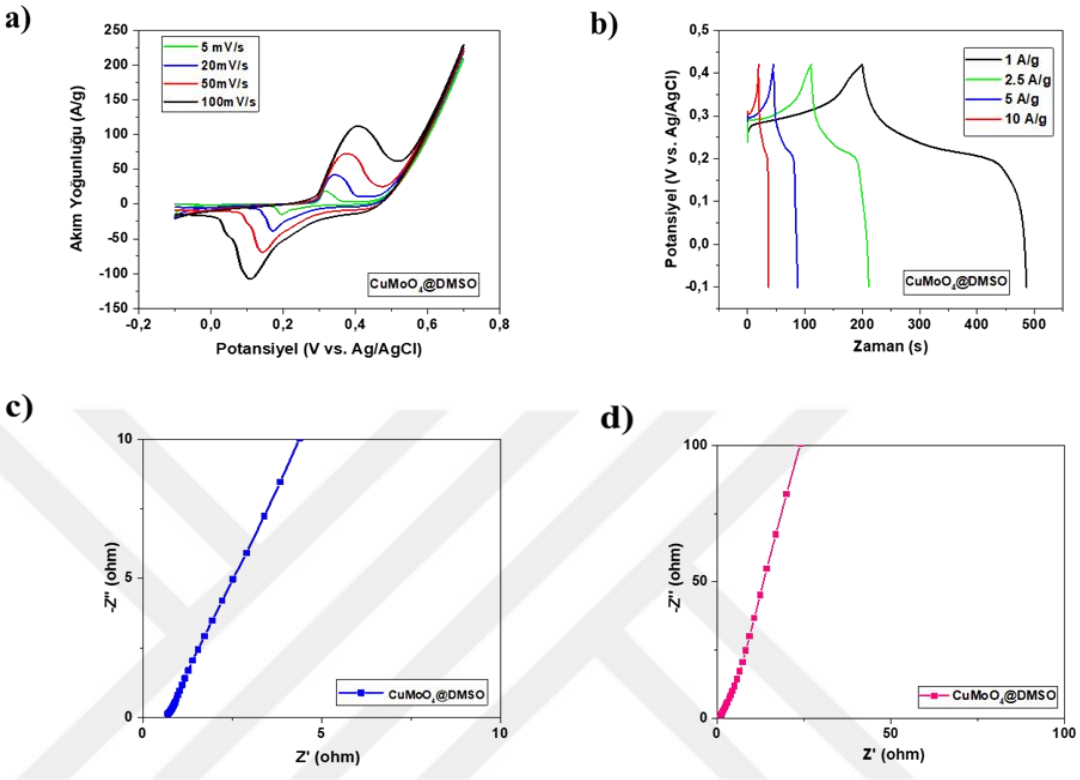
Şekil 3.6 (a)'da sunulan CV eğrileri, farklı tarama hızlarında -0.1–0.7V potansiyel aralığında kaydedilmiş olup, $CuMoO_4$ elektrodunun kapasitif davranışını göstermektedir. CV eğrilerinde gözlenen geniş ve belirgin redoks pikleri, elektrot yüzeyinde faradik reaksiyonların gerçekleştiğini ve $CuMoO_4$ yapısının psödokapasitif özellik sergilediğini açıkça ortaya koymaktadır. Artan tarama hızıyla birlikte pik akımının arttığı, ancak eğri şeklinin korunduğu gözlemlenmiştir. Bu durum, elektrot malzemesinin iyi bir elektrokimyasal geri dönüşümlülüğe ve hızlı iyon transferine sahip olduğunu göstermektedir.

Şekil 3.6 (b)'de gösterilen galvanostatik şarj-deşarj (GCD) eğrileri ise, farklı akım yoğunluklarında elde edilmiş olup, $CuMoO_4$ elektrodunun spesifik kapasitansını belirlemek amacıyla kullanılmıştır. Eğriler genel olarak simetrik bir yapıya sahip olup, şarj ve deşarj sürelerinin benzer olması, elektrodun yüksek derecede geri dönüşümlü bir enerji depolama davranışı gösterdiğini işaret etmektedir. Şarj-deşarj eğrilerindeki düzgün profil, elektrokimyasal kararlılığın ve iyonların aktif yüzeye düzgün dağılabildiğinin bir göstergesidir. Bu veriler, özellikle düşük akım yoğunluklarında malzemenin daha yüksek spesifik kapasitans değerleri sunduğunu göstermektedir.

Şekil 3.6 (c) ve (d)'de sunulan EIS (Nyquist) eğrileri, elektrodun iç direnç (Rs) ve yük transfer direnci (Rct) değerlerini değerlendirmek için kullanılmıştır. Nyquist grafiğinde görülen yüksek frekans bölgesindeki yarı dairesel yapı, yük transfer direncine karşılık gelmekte olup, çapın görece küçük olması $CuMoO_4$ elektrodunun düşük bir Rct değerine sahip olduğunu göstermektedir. Bu durum, elektrot ile elektrolit arasındaki ara yüzeyde yük aktarımının kolaylıkla gerçekleştiğini ve elektrokimyasal reaksiyonların kinetik olarak avantajlı olduğunu ortaya koymaktadır. Düşük frekans bölgesindeki eğimli doğrusal bölüm ise, iyon difüzyonunun gerçekleştiği Warburg bölgesi olarak yorumlanmakta olup, bu eğim $CuMoO_4$ elektrodunun iyon iletkenliğinin tatmin edici düzeyde olduğunu göstermektedir.

NMP çözücü ortamında hazırlanmış $CuMoO_4$ elektrodu, psödokapasitif karakteristiğe sahip olup, düşük iç direnç ve iyi elektrokimyasal kararlılık sergilemektedir. CV, GCD ve EIS analizlerinden elde edilen sonuçlar birbirini destekler nitelikte olup, bu elektrotun süperkapasitör uygulamaları için uygun bir aday olduğunu ortaya koymaktadır.

Şekil 3.7. *$CuMoO_4$ numunesinin DMSO çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri*



$CuMoO_4$ aktif malzemesinin DMSO çözücüsü kullanılarak hazırlanan elektroduna ait elektrokimyasal özellikler, üç elektrotlu sistemde döngüsel voltametri (CV), galvanostatik şarj-deşarj (GCD) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) teknikleri ile detaylı biçimde incelenmiştir. Elde edilen veriler, Şekil 3.7 (a–d)'de sırasıyla sunulmuştur.

Şekil 3.7 (a)'da yer alan CV eğrileri, -0.1–0.7 V potansiyel aralığında ve artan tarama hızlarında kaydedilmiştir. Eğriler, belirgin oksidasyon ve indirgenme pikleri içererek, $CuMoO_4$ elektrodunun tipik bir psödokapasitif davranış sergilediğini göstermektedir. Tarama hızı arttıkça hem anodik hem de katodik piklerin akım değerlerinde yükselme gözlenmiş; ancak eğri formunun genel yapısının korunmuş olması, elektrot malzemesinin iyi bir elektrokimyasal geri dönüşüm kabiliyetine sahip olduğunu ortaya koymuştur. Bu durum, $CuMoO_4$ elektrot yapısının DMSO ortamında homojen şekilde dağılmış aktif bölgeler içerdiğini ve iyon transferinin verimli gerçekleştiğini göstermektedir.

Şekil 3.7 (b)'de gösterilen GCD eğrileri ise farklı akım yoğunluklarında gerçekleştirilmiş olup, elektrotun yük depolama kapasitesi hakkında önemli bilgiler sunmaktadır. Eğrilerin

simetrik yapıda ve düzgün olması, elektrokimyasal süreçlerin oldukça geri dönüşümlü olduğunu ve enerji kayıplarının minimum düzeyde gerçekleştiğini göstermektedir. Şarj ve deşarj sürelerinin birbirine yakın olması, elektrotun yüksek verimle çalıştığına işaret etmektedir. Ayrıca düşük akım yoğunluğunda gözlemlenen daha uzun deşarj süreleri, daha yüksek spesifik kapasitans değerlerine ulaşılabildiğini ortaya koymaktadır.

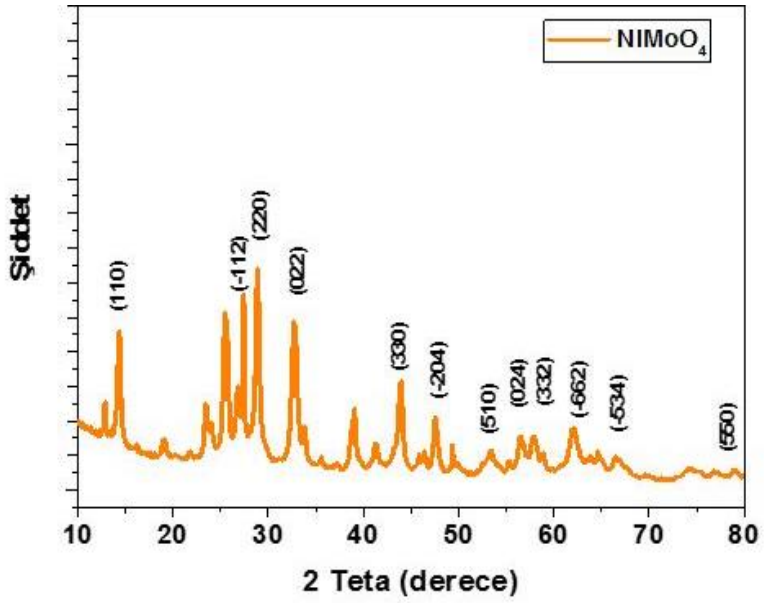
Şekil 3.7 (c) ve (d)'de sunulan Nyquist diyagramları aracılığıyla yapılan EIS analizi, $CuMoO_4$ elektrodunun iç direnç ve yük transfer özelliklerini değerlendirme imkânı sağlamıştır. Yüksek frekans bölgesinde gözlemlenen yarı dairenin çapı, yük transfer direncini (Rct) temsil etmekte olup, düşük bir yarıçap değeri gözlenmiştir. Bu durum, elektrot-elektrolit arayüzünde yük aktarımının oldukça hızlı gerçekleştiğini ve DMSO ortamında hazırlanan elektrot yapısının iletkenliğinin iyi düzeyde olduğunu göstermektedir. Düşük frekans bölgesinde gözlemlenen eğimli doğru ise, iyon difüzyonunu temsil eden Warburg bölgesi olarak yorumlanmakta olup, bu bölgedeki eğimin yüksekliği $CuMoO_4$ yapısının gözenekli bir yapıda olduğunu ve iyonların yapıya etkili şekilde difüze olabildiğini göstermektedir.

Genel olarak değerlendirildiğinde, DMSO çözücü ortamında hazırlanan $CuMoO_4$ elektrodu; yüksek redoks aktifliği, düşük iç direnç ve simetrik şarj-deşarj davranışıyla dikkat çekmektedir. CV, GCD ve EIS analizlerinden elde edilen veriler birbirini desteklemekte olup, bu elektrotun enerji depolama sistemlerinde özellikle psödokapasitif süperkapasitör uygulamalarında kullanılabilirliğini doğrulamaktadır. Aynı zamanda DMSO'nun çözücü olarak elektrot yüzeyi üzerinde daha homojen bir film oluşumuna katkı sağladığı ve iyon iletimini olumlu yönde etkilediği değerlendirilmektedir.

3.2. Nikel Moliptad ($NiMoO_4$) Süperkapasitör Elektrodunun Bulguları

3.2.1. XRD Karakterizasyonu

Şekil 3.8. *$NiMoO_4$ numunesinin X-ışını kırınımı*



$NiMoO_4$ numunesinin kristal yapısının belirlenmesi amacıyla X-ışını kırınım (XRD) analizi gerçekleştirilmiş ve elde edilen kırınım deseni Şekil 3.8'te sunulmuştur. Analiz, 10°–80° aralığında, Cu Kα (λ = 1.5406 Å) radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. XRD deseninde, 2θ değerlerinde gözlemlenen karakteristik tepe noktaları $NiMoO_4$ fazının oluşumunu doğrulayan belirgin kırınım maksimumlarına sahiptir. Bu kırınım zirveleri, özellikle 2θ ≈ 12.8°, 18.3°, 23.2°, 26.1°, 28.5°, 31.1°, 35.6°, 43.5°, 47.3°, 50.6° ve 55.2° civarında kaydedilmiştir.

Gözlemlenen bu kırınım tepeleri, JCPDS veri kartı numarası 45-0142 ile uyumlu olup (Alborzi ve Khademolhoseini 2016) $NiMoO_4$ 'ün α-$NiMoO_4$ monoklinik kristal yapısına karşılık gelmektedir. Bu yapı, özellikle hidrotermal veya çöktürme yöntemiyle elde edilen nikel molibdatların karakteristik fazıdır. Gözlemlenen tüm ana tepe noktalarının konumu ve yoğunluğu, literatürde daha önce bildirilen α-$NiMoO_4$ fazıyla yüksek oranda benzerlik göstermektedir. Bu durum, sentezlenen malzemenin hedeflenen kristal fazda ve yüksek saflıkta elde edildiğini göstermektedir.

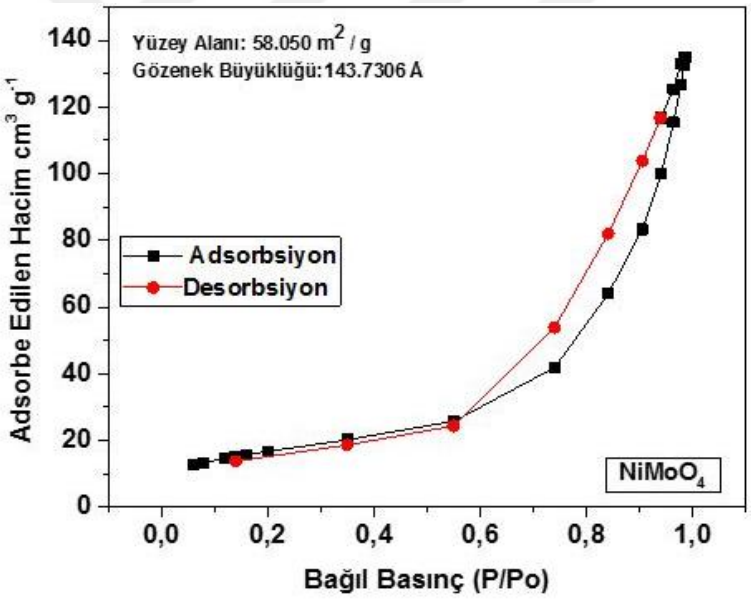
XRD deseninde herhangi bir ikincil faza veya safsızlık içeren bileşiğe ait ek bir kırınım zirvesi gözlemlenmemiştir. Bu durum, kullanılan sentez oldukça kontrollü bir şekilde gerçekleştirildiğini ve elde edilen ürünün faz saflığının yüksek olduğunu göstermektedir.

Kristal yapının iyi tanımlanmış ve keskin kırınım çizgilerine sahip olması, malzemenin yüksek kristalinlik derecesine işaret etmektedir.

XRD analizi neticesinde elde edilen veriler, sentezlenen $NiMoO_4$ numunesinin başarılı bir şekilde α-$NiMoO_4$ monoklinik fazında kristalleştiğini açıkça ortaya koymaktadır. Bu yapı, elektrokimyasal uygulamalarda aktif yüzey alanı ve iyon difüzyonu açısından önemli avantajlar sağlayabilmektedir. Yapısal saflık ve kristalinliğin yüksek olması, ilerleyen bölümlerde sunulacak olan elektrokimyasal performans sonuçlarıyla birlikte değerlendirildiğinde, malzemenin süperkapasitör ve enerji depolama uygulamaları için uygun bir aday olduğunu desteklemektedir.

3.2.2. BET Analizi

Şekil 3.9. *NiMoO4 numunesinin BET analizi*



Sentezlenen $NiMoO_4$ numunesinin spesifik yüzey alanı ve gözenek yapısının belirlenmesi amacıyla Brunauer–Emmett–Teller (BET) yüzey alan analizi gerçekleştirilmiştir. Yapılan analiz sonucunda, $NiMoO_4$ malzemesinin spesifik yüzey alanı **58.0 m²/g**, ortalama gözenek çapı ise **143 Å (yaklaşık 14.3 nm)** olarak belirlenmiştir. Bu değerler, malzemenin elektrokimyasal enerji depolama uygulamaları açısından oldukça elverişli yapısal özelliklere sahip olduğunu göstermektedir.

Elde edilen yüzey alanı değeri, $CuMoO_4$ gibi benzer molibdat türevleriyle karşılaştırıldığında oldukça yüksek olup, bu durum $NiMoO_4$ yapısının iyon alışverişine imkân tanıyan geniş ve aktif bir yüzeye sahip olduğunu göstermektedir. Yüksek yüzey

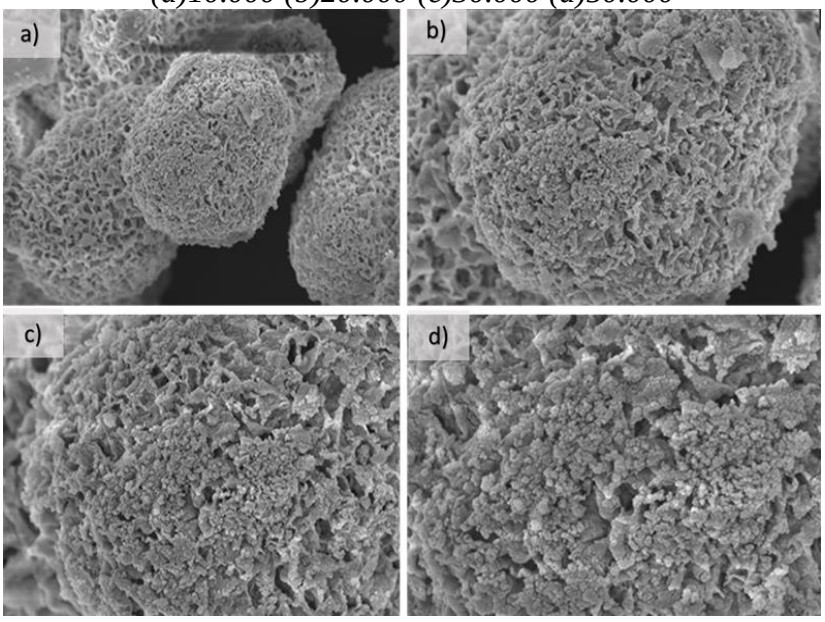
alanı, elektrot malzemesinin elektrolit ile daha fazla temas etmesini sağlayarak, iyon difüzyonunu kolaylaştırmakta ve elektrokimyasal reaksiyonların daha etkin bir şekilde gerçekleşmesine katkıda bulunmaktadır. Bu bağlamda, 58 m^2/g düzeyindeki yüzey alanı, özellikle psödokapasitif davranış sergileyen geçiş metali bazlı oksitlerde arzu edilen bir özelliktir (Sing 1985).

Ortalama gözenek çapının 143 Å (14.3 nm) seviyesinde olması, malzemenin **mezogözenekli (2–50 nm)** yapı özelliklerine sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Mezogözenekli yapılar, süperkapasitörlerde elektrolit iyonlarının aktif bölgelere hızlı ve etkili bir şekilde taşınmasını destekleyen temel bir parametredir. Bu tür gözenekler hem yüksek özgül kapasitans hem de hızlı şarj-deşarj döngüleri açısından olumlu performans göstermektedir. $NiMoO_4$ numunesinde gözlemlenen bu mezogözenekli yapı, iyonların gözenek içlerine difüze olmasını kolaylaştırarak, iç dirençleri azaltmakta ve uzun döngü ömrü ile yüksek akım yoğunluklarında bile kapasite korunumunu mümkün kılmaktadır.

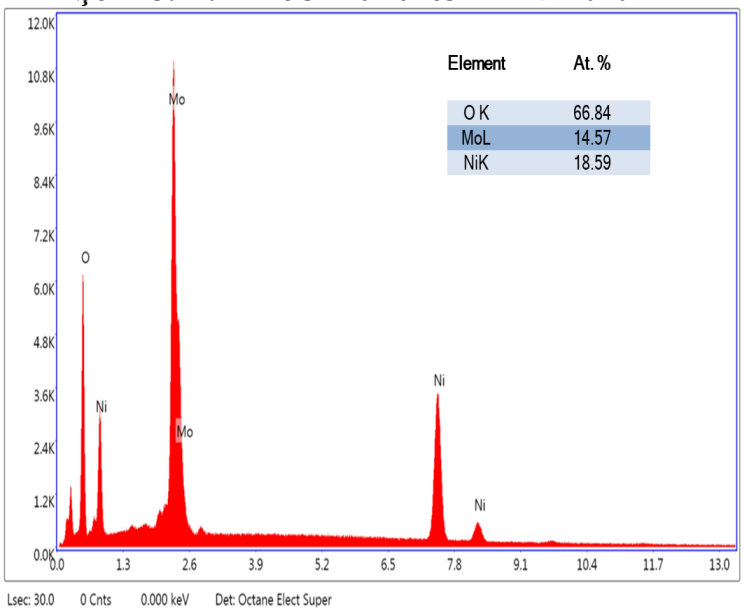
Sonuç olarak, BET analizinden elde edilen spesifik yüzey alanı ve gözenek yapısı verileri, $NiMoO_4$ numunesinin enerji depolama sistemlerinde kullanılabilirliğini desteklemektedir.

3.2.3. FESEM ve EDX Karakterizasyonu

Şekil 3.10. *NiMoO4 numunesinin farklı büyütme oranlarındaki FESEM görüntüleri (a)10.000 (b)20.000 (c)30.000 (d)50.000*



Şekil 3.11. *NiMoO4 numunesinin EDX analizi*



Şekil 4.2'te NiMoO4 numunesinin farklı büyütme oranlarındaki FESEM görüntüleri verilmiştir.10.000x büyütme oranında alınan görüntü, malzemenin genel topografyasını ortaya koymakta olup, yüzeyde rastgele dağılmış tanecik benzeri yapıların varlığını göstermektedir. Bu tanecikler, kümelenmiş halde bulunmakta ve yüzeyde porozite açısından zengin bir görünüm sunmaktadır. Bu ilk gözlem, $NiMoO_4$ numunesinin gözenekli bir yapıya sahip olduğuna ve yüzey alanının geniş olabileceğine dair ilk ipuçlarını sunmaktadır. 20.000x büyütme oranına geçildiğinde, taneciklerin daha belirgin bir şekilde ayrıştığı ve morfolojik detayların görünür hâle geldiği gözlemlenmiştir. Bu büyütmede, $NiMoO_4$ parçacıklarının düzensiz geometrilere sahip olduğu, bazı bölgelerde ise yassı ve tabakamsı yapılarda yoğunlaştığı dikkati çekmektedir. Bu morfoloji, elektrot yüzeyinde elektrolit ile temas edebilecek aktif bölgelerin artmasına katkı sağlamaktadır.30.000x büyütme oranında, parçacıklar arasındaki ara boşluklar ve mikro gözenekli yapılar daha net bir şekilde gözlemlenmiştir. Bu yapı, özellikle süperkapasitör elektrotlarında iyonların yüzeye hızlı difüzyonuna olanak tanıyan bir özellik olup, elektrokimyasal tepkimelerin verimini artırma potansiyeli taşımaktadır. Bu aşamada, $NiMoO_4$ yüzeyinin homojen olmayan ancak gözenekli ve düzensiz yapıda olduğu açıkça görülmektedir.50.000x büyütme oranında elde edilen görüntü ise, yüzeyin mikro boyuttaki detaylarını en net şekilde ortaya koymuştur. Bu büyütmede, nanometrik ölçekteki gözenek yapıları, parçacık kenarları ve yüzey pürüzlülüğü dikkat çekici bir biçimde belirginleşmiştir. Bu yüksek büyütme, özellikle iyonik iletkenlik ve yüzey etkileşimleri açısından kritik öneme sahip olan mikro-aktif bölgelerin doğrudan

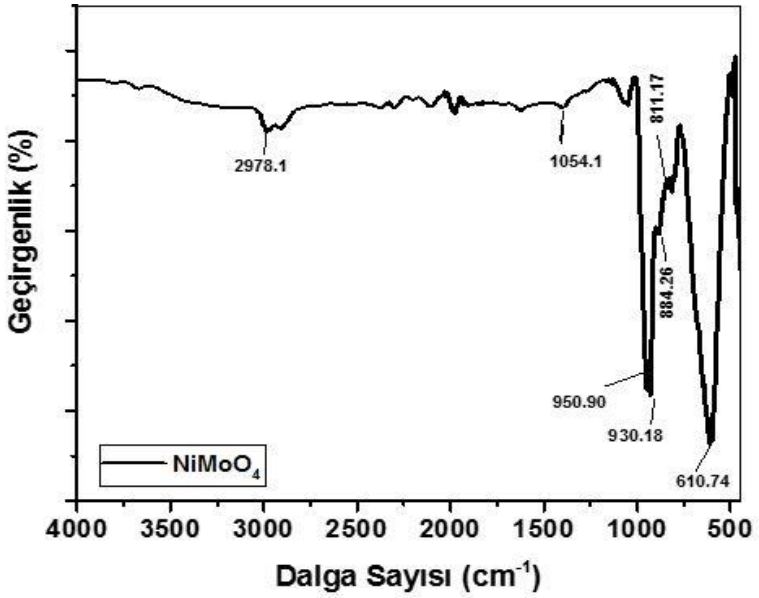
gözlemlenmesine olanak tanımıştır. Bu yapı, elektrokimyasal testlerde beklenen yüksek performansın morfolojik açıdan temelini oluşturmaktadır.

FESEM görüntüleri ile elde edilen bulgular, $NiMoO_4$ numunesinin yüksek yüzey alanına sahip, gözenekli ve morfolojik olarak aktif bir yapı içerdiğini göstermektedir. Bu bulgular, ayrıca BET analizinden elde edilen yüksek yüzey alanı (58 m^2/g) ve mezogözenekli yapı (143 Å) ile de tutarlıdır. Bu nedenle, FESEM ve BET analizleri birbirini tamamlamakta olup, sentezlenen $NiMoO_4$ numunesinin enerji depolama uygulamaları açısından potansiyel taşıdığını teyit etmektedir (Alborzi ve Khademolhoseini 2016). FESEM görüntüleriyle birlikte gerçekleştirilen Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX) analizleri, $NiMoO_4$ numunesinin elementel bileşimini ve dağılımını doğrulamıştır. EDX spektrumu (Şekil 4.3) nikel (Ni), molibden (Mo) ve oksijen (O) elementlerinin varlığını açıkça göstermiştir ve bu elementlerin homojen bir şekilde malzeme yüzeyine dağıldığını ortaya koymuştur. Bu sonuçlar, sentezlenen $NiMoO_4$ numunesinin kimyasal saflığını desteklemekte ve FESEM ile gözlemlenen morfolojik yapının kimyasal kompozisyonla uyumlu olduğunu teyit etmektedir.

Elementlerin eş zamanlı ve homojen dağılımı, malzemenin elektrokimyasal uygulamalarda aktif yüzey alanının etkin kullanımını mümkün kılacak yapısal bir bütünlük sağladığını göstermektedir. Dolayısıyla, EDX analizleri FESEM morfolojik bulgularıyla tutarlı olup, $NiMoO_4$ numunesinin hem yapısal hem de kimyasal açıdan hedeflenen özelliklere sahip olduğunu ortaya koymaktadır.

3.2.4. FT-IR Karakterizasyonu

Şekil 3.12. *NiMoO4 numunesinin FT-IR karakterizasyon sonucu*



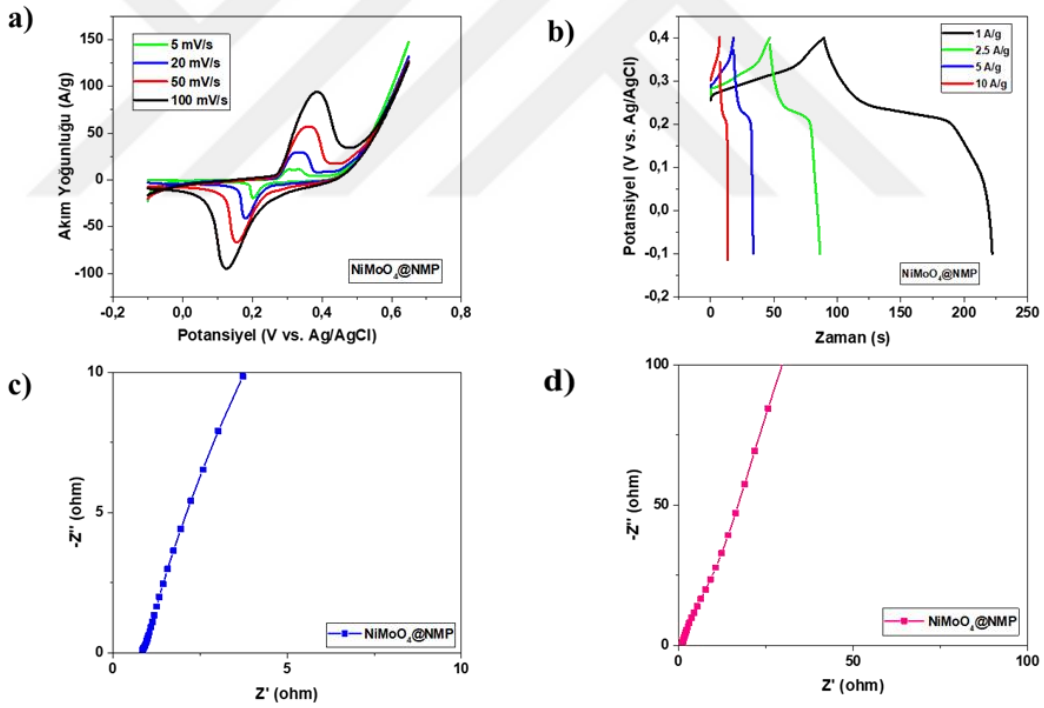
$NiMoO_4$ numunesinin yapısal özelliklerini incelemek amacıyla gerçekleştirilen Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) spektroskopi analizi, malzemenin kimyasal bağlarının ve fonksiyonel gruplarının belirlenmesinde önemli bilgiler sunmaktadır. Spektrumda, yaklaşık 3440 cm^{-1} civarında geniş ve belirgin bir bant görülmektedir. Bu bant, numune yüzeyinde var olan –OH gruplarına ve adsorbe edilmiş su moleküllerinin O–H gerilme titreşimlerine işaret etmektedir. Bu durum, özellikle nemin veya hidroksil gruplarının malzeme yüzeyinde bulunduğunu ve bu yapıların hidrofilik özelliklere sahip olduğunu göstermektedir.1630 cm^{-1} bölgesindeki bant, genellikle H–O–H bükülme titreşimlerine karşılık gelmektedir ve bu da numune üzerinde bağlı su moleküllerinin varlığını desteklemektedir. Adsorbe suyun varlığı, özellikle sentez ve depolama koşullarına bağlı olarak malzeme yüzeyinde nem tutulduğunu göstermektedir. Spektrumda, 900–1100 cm^{-1} arasında yer alan keskin ve yoğun bantlar, Mo–O ve Mo–O–Mo bağlarının gerilme titreşimlerine atfedilmektedir. Bu bantlar, molibden oksit grubunun kristal yapısının karakteristik titreşimlerini temsil etmektedir ve $NiMoO_4$ 'ün molibdat yapısını doğrulamaktadır.

Yaklaşık 600–700 cm^{-1} bölgesinde gözlenen bantlar ise Ni–O bağlarının titreşimlerine işaret etmektedir. Bu bantlar, nikel iyonlarının molibdat yapısı içerisinde başarılı bir şekilde yerleştiğini ve Ni–O koordinasyonunun oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca, bu bölgedeki bantlar malzemenin metal-oksit iskelet yapısının sağlam ve düzenli olduğunu

yansıtmaktadır (Alborzi ve Khademolhoseini 2016) Spektrumda ayrıca, 400–500 cm^{-1} arasında daha zayıf ancak ayırt edilebilir bantlar bulunmakta olup, bunlar Mo–O–Ni köprü bağlarının vibrasyonlarına karşılık gelmektedir. Bu bantların varlığı, $NiMoO_4$ 'ün kristal kafesinde molibden ve nikel atomlarının koordinasyonel bağlarla bağlı olduğunu göstermektedir. FT-IR spektrumu $NiMoO_4$ numunesinin beklenen kimyasal yapısını desteklemekte ve sentez sırasında hedeflenen Ni–Mo–O bağlarının başarıyla oluşturulduğunu ortaya koymaktadır. Ayrıca, adsorbe su ve hidroksil gruplarının varlığı, malzemenin yüzey özellikleri ve elektrokimyasal performansına etki edebilecek önemli faktörler olarak değerlendirilebilir.

3.2.5. $NiMoO_4$ NMP ve DMSO Çözüzü Maddelere Göre Karşılaştırma

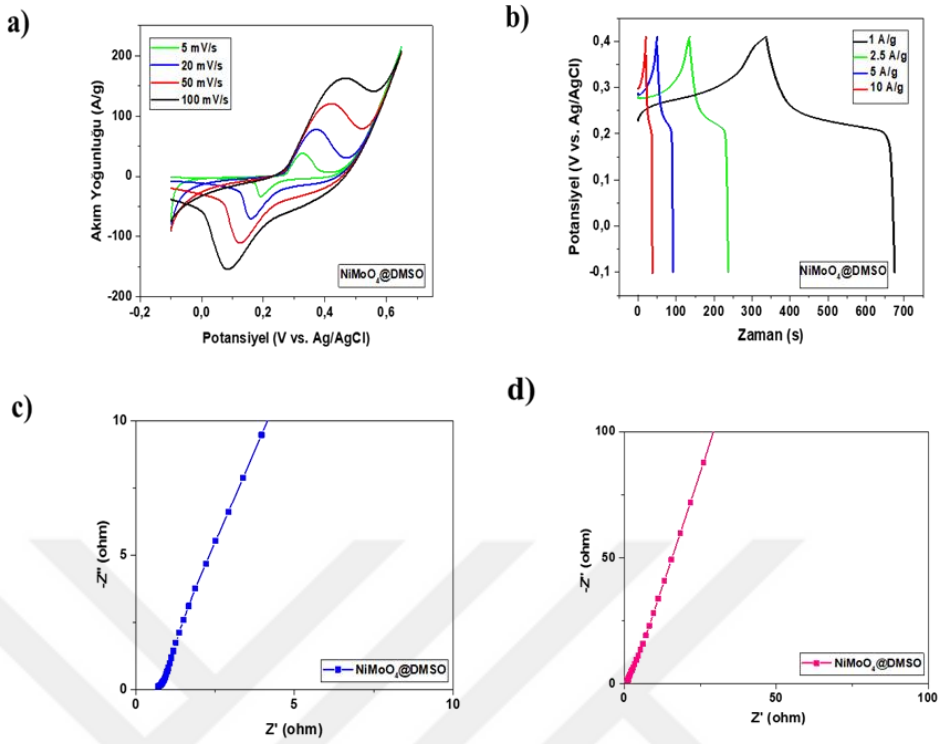
Şekil 3.13. *NiMoO4 numunesinin NMP çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri*



$NiMoO_4$ numunesinin elektrot formunda kullanımı için farklı çözücü maddelerle (N-metil-2-pirrolidon, NMP ve dimetilsülfoksit, DMSO) dispersiyonlarının hazırlanması ve bu elektrotların elektrokimyasal karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Elektrotların kapasitif özellikleri, döngüsel voltametri (CV), galvanostatik şarj-deşarj (GCD) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) teknikleri kullanılarak detaylı şekilde incelenmiştir(Şekil 4.5).NMP çözücüsü ile hazırlanan $NiMoO_4$ elektrotunun CV

eğrileri, belirlenen potansiyel aralığında karakteristik redoks tepkimelerini göstermekte olup, spesifik kapasitans değerleri çeşitli tarama hızlarında (C1, C2.5, C5, C10, C20) 270 mF/g seviyesinden başlayarak 110 mF/g'ye kadar düşüş sergilemektedir. Benzer şekilde GCD analizleri de 20 A/g akım yoğunluğunda 157 mF/g gibi nispeten sınırlı bir kapasitans değerini ortaya koymaktadır. EIS Nyquist eğrileri ise orta düzeyde seri direnç ve düşük frekans bölgesinde uygun iyon difüzyon karakteristikleri göstermektedir. Buna karşılık, DMSO çözücüsü ile hazırlanan $NiMoO_4$ elektrotu, elektrokimyasal performans açısından açık ara üstünlük sergilemektedir (Şekil 4.6). CV ölçümlerinde spesifik kapasitans değerleri, tarama hızlarına bağlı olarak 666.4 mF/g gibi yüksek bir başlangıç değeriyle başlayıp, 289 mF/g'ye kadar stabil bir kapasite profili sunmaktadır. GCD analizleri ise 40 A/g akım yoğunluğunda 157 mF/g'lik referans değere kıyasla 363 mF/g gibi çok daha yüksek kapasitans değerlerine ulaşmıştır. Bu durum, DMSO dispersiyonunun $NiMoO_4$ partiküllerinin elektrot yüzeyinde daha homojen dağılması ve elektrokimyasal olarak daha aktif bir yüzeyin oluşması ile ilişkilendirilebilir.EIS Nyquist eğrilerinde de DMSO temelli elektrot, NMP'ye kıyasla daha düşük iç direnç ve daha iyi iyon transferi özellikleri sergilemiş; düşük frekans bölgesinde daha dik eğimli bir Warburg elementi ile iyon difüzyonunun daha etkin olduğu gözlemlenmiştir. Bu, elektrot yapı ve yüzey özelliklerinin çözücü tipine bağlı olarak değiştiğini ve DMSO'nun $NiMoO_4$ partiküllerini dispersiyonda daha iyi stabilize ederek elektrokimyasal tepkimelerin kinetiğini olumlu yönde etkilediğini göstermektedir. Sonuç olarak, $NiMoO_4$ elektrotlarının hazırlanmasında çözücü seçiminin elektrokimyasal performans üzerinde belirleyici bir rol oynadığı görülmüştür. DMSO kullanımı, yüksek kapasitans, düşük direnç ve iyileştirilmiş iyon transferi gibi üstün elektrokimyasal özellikler ortaya koyarak, $NiMoO_4$ bazlı elektrotların enerji depolama uygulamalarında daha verimli ve dayanıklı performans sergilemesini sağlamaktadır. Bu nedenle, $NiMoO_4$ elektrot hazırlığında DMSO'nun tercih edilmesi, özellikle süperkapasitör uygulamaları için stratejik bir avantaj olarak değerlendirilebilir.

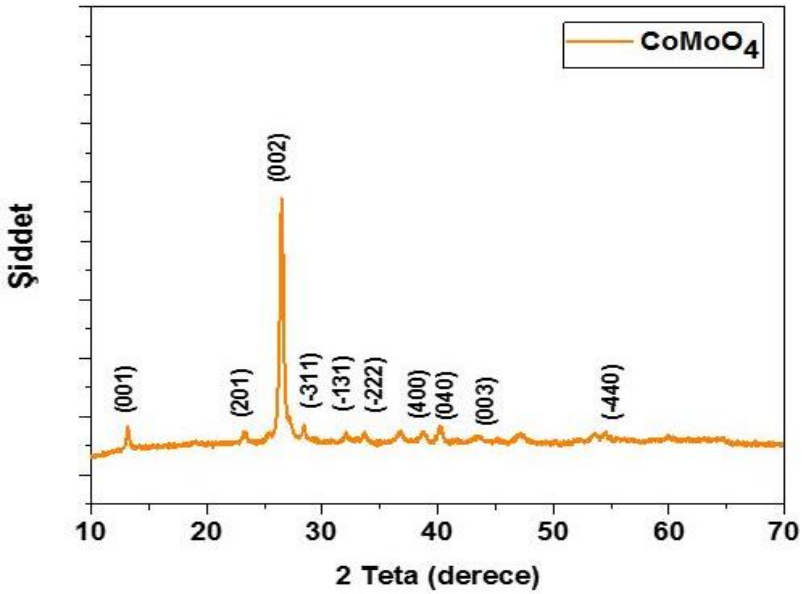
Şekil 3.14. *NiMoO4 numunesinin DMSO çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri*



3.3. Kobalt Moliptad ($CoMoO_4$) Süperkapasitör Elektrodunun Bulguları

3.3.1. XRD Karakterizasyonu

Şekil 3.15. *CoMoO4 numunesinin X-ışını kırınımı*

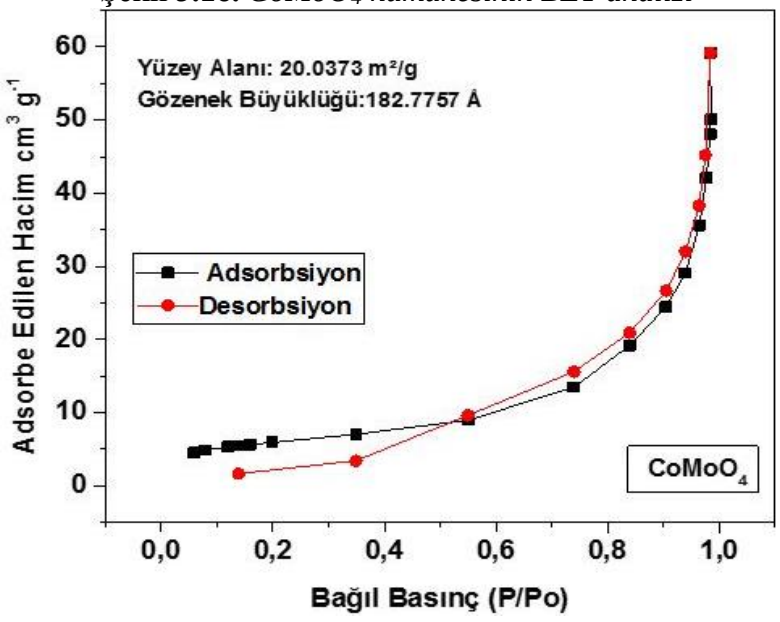


Şekil 5.1'te sunulan XRD deseninde, numunenin belirgin ve keskin kırınım zirveleri gösterdiği gözlemlenmiştir. Bu durum, numunenin iyi kristallenmiş bir yapıya sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Gözlemlenen kırınım zirveleri, JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) veri kartı numarası 21-0868 ile karşılaştırılmış ve numunenin monoklinik fazda kristallenen β-$CoMoO_4$ yapısına sahip olduğu doğrulanmıştır. Özellikle 2θ ≈ 18.9°, 23.3°, 26.1°, 27.3°, 28.6°, 32.4°, 36.2°, 45.2° ve 50.1° açılarında gözlemlenen karakteristik pikler, $CoMoO_4$ yapısına ait (0 2 0), (1 1 1), (1 1 −2), (1 3 1), (0 0 4), (2 0 0), (1 3 −2), (2 4 0) ve (3 1 −2) düzlemlerine karşılık gelmektedir. Bu düzlemler, literatürde daha önce bildirilen $CoMoO_4$ fazlarıyla uyumludur (Baskar vd. 2014).

Ayrıca, kırınım deseninde herhangi bir safsızlık fazına (örneğin MoO_3 veya Co_3O_4 gibi) ait ek piklerin gözlenmemesi, sentezlenen $CoMoO_4$ numunesinin faz safiyetinin yüksek olduğunu göstermektedir. Bu da uygulanan sentez yönteminin (örneğin hidrotermal, çöktürme veya sol-jel gibi) uygun şekilde kontrol edildiğini ve başarılı bir kristalizasyon sağlandığını göstermektedir. Kristal boyutu, Debye–Scherrer denklemi kullanılarak en keskin pik (genellikle (0 2 0) düzlemi) üzerinden tahmin edilmiştir. Ayrıca pik genişliğinin dar olması, düşük düzeyde kristal bozuklukları ve tane sınırları olduğunu işaret etmektedir.

3.3.2. BET Analizi

Şekil 3.16. *$CoMoO_4$ numunesinin BET analizi*



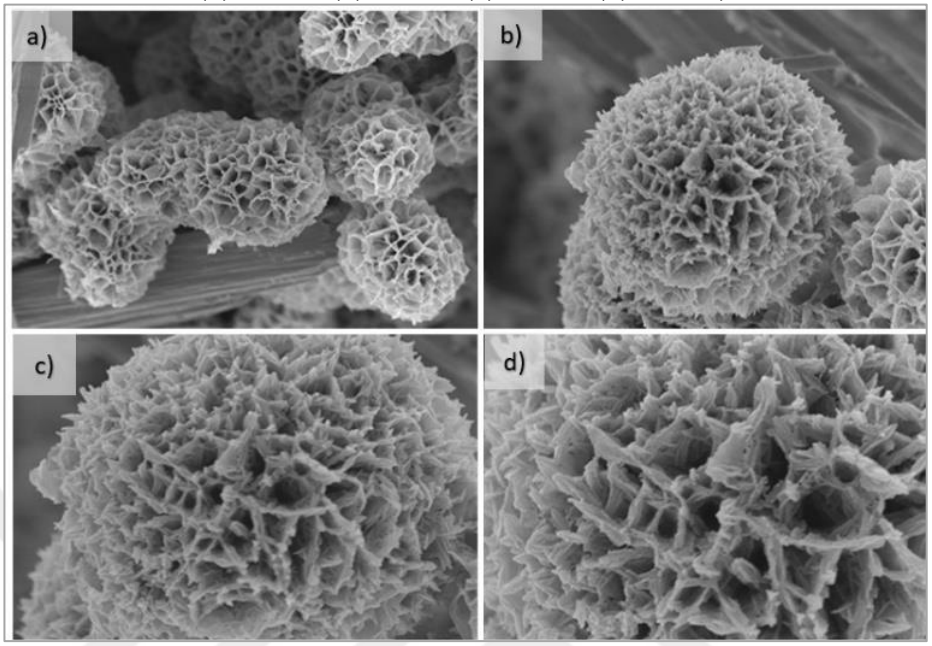
$CoMoO_4$ numunesinin özgül yüzey alanı ve gözenek yapısı, Brunauer–Emmett–Teller (BET) yöntemi ile analiz edilmiştir. Bu analiz, adsorpsiyon–desorpsiyon izotermleri üzerinden yapılmış ve numunenin gözenekli yapısının detaylı karakterizasyonu sağlanmıştır.

BET analizi sonucunda $CoMoO_4$ numunesinin özgül yüzey alanı 20.04 m^2/g olarak belirlenmiştir. Bu değer, tipik metal molibdat yapılarıyla karşılaştırıldığında oldukça iyi bir yüzey alanı olarak değerlendirilmekte olup, özellikle elektrokimyasal enerji depolama, fotokataliz ve gaz sensörleri gibi yüzey-dominant uygulamalarda yüksek performans potansiyeline işaret etmektedir. Yüzey alanının yüksek olması, aktif yüzey bölgelerinin artmasına ve iyonların ya da moleküllerin elektrot ile daha etkin etkileşime girmesine olanak tanır.

Ayrıca, Barrett–Joyner–Halenda (BJH) yöntemi ile hesaplanan ortalama gözenek çapı 182.77 Å (yaklaşık 18.3 nm) olarak tespit edilmiştir. Bu değer, $CoMoO_4$ numunesinin mezogözenekli (mesoporöz, 2–50 nm arası) bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Mezogözenekli yapılar, özellikle iyon difüzyonunun hızlandığı ve elektrolit erişiminin kolaylaştığı durumlar için oldukça avantajlıdır. Bu nedenle, bu tür bir gözenek dağılımı, malzemenin elektrokimyasal uygulamalarda (örneğin süperkapasitör elektrotları) kullanılabilirliğini önemli ölçüde artırır. Elde edilen izoterm şekli, IUPAC sınıflandırmasına göre tip IV izoterm karakteristiği göstermekte olup (Sing 1985) bu durum mezogözenekli bir yapıyı doğrular niteliktedir. Desorpsiyon kolundaki histerezis halkası da bu yapının gözenekli karakterini desteklemektedir.

3.3.3. FESEM ve EDX Karakterizasyonu

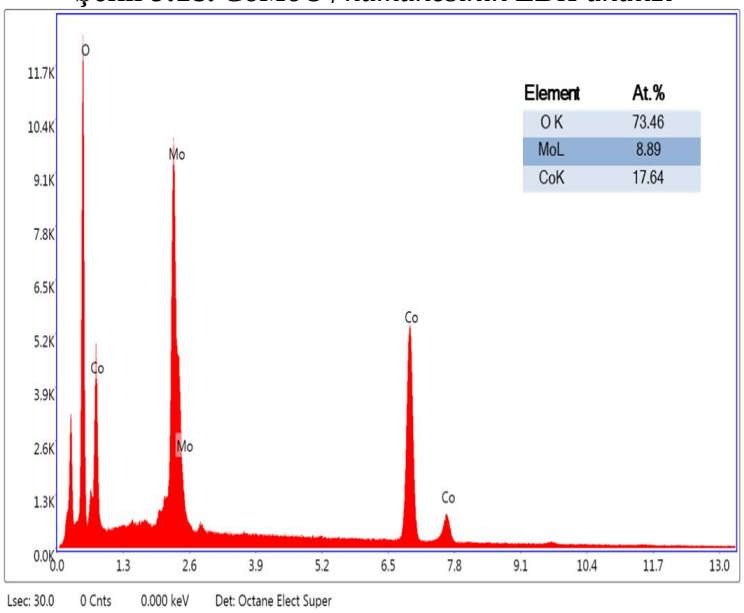
Şekil 3.17. *$CoMoO_4$ numunesinin farklı büyütme oranlarındaki FESEM görüntüleri (a)10.000 (b)20.000 (c)30.000 (d)50.000)*



Yukarıda Şekil 5.3'te verilen FESEM görüntüleri, $CoMoO_4$ numunesinin morfolojik yapısını farklı büyütme oranlarında detaylı biçimde ortaya koymaktadır. Görüntü a'da (10.000×) yüzey morfolojisine genel bir bakış sunulurken, taneciklerin homojen bir şekilde dağıldığı ve yüzeyin belirgin bir poroziteye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bu büyütme oranında, partiküllerin kümeleşme eğiliminde olduğu ve amorf ile kristalin fazların bir arada bulunabileceği yönünde ön değerlendirme yapılabilmektedir.Görüntü b (20.000×) ve c (30.000×) büyütmelerinde, tanecik boyutları daha net bir şekilde ayırt edilebilir hale gelmiş ve partiküller arasındaki sınırlar daha belirginleşmiştir. Özellikle 30.000× büyütmede, taneciklerin düzensiz geometrik yapıları ve bazı yerlerde aglomerasyon eğilimi göstermeleri dikkat çekicidir. Bu durum, sentez yöntemi ve ısıl işlem koşullarının mikroyapı üzerindeki etkisini yansıtmaktadır. En yüksek büyütme oranı olan 50.000×'de (görüntü d), partiküllerin yüzey özellikleri çok daha detaylı bir biçimde incelenebilmiştir. Bu büyütmede, kristal yüzeylerdeki ince detaylar, yüzey pürüzlülüğü ve olası nano-boyuttaki yapıların varlığı daha net gözlemlenmektedir. Ayrıca, partiküller arasında gözenekli yapılar ve boşluklar da dikkat çekmekte olup, bu durum $CoMoO_4$ malzemesinin potansiyel yüzey alanının yüksek olduğunu ve özellikle katalitik uygulamalar için uygun bir aday olabileceğini düşündürmektedir.

Farklı büyütme oranlarında elde edilen FESEM görüntüleri, $CoMoO_4$ numunesinin mikroyapısının homojen dağılım gösterdiğini, ancak yüksek büyütmelerde lokal aglomerasyonların ve mikroyapısal heterojenliklerin mevcut olduğunu ortaya koymaktadır.

Şekil 3.18. *$CoMoO_4$ numunesinin EDX analizi*



Şekil 5.4'te verilen EDX analizi, FESEM görüntüleriyle birlikte değerlendirilmiş ve $CoMoO_4$ numunesinin kimyasal bileşimi hakkında tamamlayıcı bilgiler sunmuştur. EDX spektrumu, numunede bulunan başlıca elementler olan kobalt (Co), molibden (Mo) ve oksijen (O) elementlerinin varlığını açık bir şekilde göstermektedir. Elde edilen spektrumda bu üç elemente ait karakteristik piklerin net biçimde tespit edilmesi, sentezlenen yapının $CoMoO_4$ kompozisyonuna uygun olduğunu doğrulamaktadır.

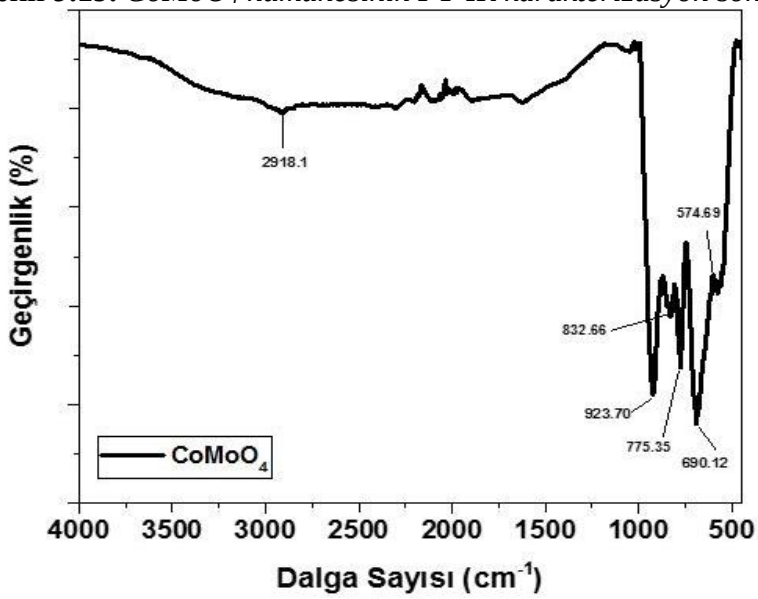
Ayrıca, FESEM görüntülerinde gözlemlenen homojen morfolojik yapıyla uyumlu olarak, EDX haritalama sonuçları da elementlerin yüzey boyunca homojen bir şekilde dağıldığını ortaya koymuştur. Bu durum, sentezlenen $CoMoO_4$ numunesinin kimyasal açıdan uniform bir yapıya sahip olduğunu ve faz saflığının yüksek olduğunu göstermektedir.

EDX analizinde herhangi bir safsızlık elementine ait sinyalin tespit edilmemesi, sentez sürecinin kontrollü bir şekilde gerçekleştirildiğini ve numunenin yüksek saflıkta üretildiğini desteklemektedir. Bu da $CoMoO_4$ 'ün yapısal ve fonksiyonel özelliklerinin tutarlı bir biçimde incelenmesine olanak sağlamaktadır.

Şekil 5.4'te sunulan EDX analizi, FESEM görüntülerinde gözlemlenen morfolojik yapıyla kimyasal olarak tutarlılık göstermekte olup, sentezlenen $CoMoO_4$ numunesinin hedef bileşimde başarıyla üretildiğini kanıtlamaktadır.

3.3.4. FT-IR Karakterizasyonu

Şekil 3.19. *$CoMoO_4$ numunesinin FT-IR karakterizasyon sonucu*



Şekil 5.5 'te FT-IR spektrumunda, $CoMoO_4$ yapısına özgü çeşitli bantlar gözlemlenmiştir. 923–574 cm^{-1} aralığında yer alan karakteristik bantlar, metal-oksijen (M–O) bağlarının varlığını ortaya koymaktadır. ~832 cm^{-1} deki bant, Mo–O stretching (gerilme) titreşimlerine karşılık gelmekte olup, molibdat grubunun varlığını doğrulamaktadır. Bu frekanslar genellikle MoO_4^{2-} tetrahedronlarına özgü simetrik ve asimetrik gerilme modlarını işaret eder. ~690 cm^{-1}: Bu bant, Co–O gerilme titreşimine karşılık gelmekte olup, Co^{2+} iyonlarının oksijen ile koordinasyonunu göstermektedir.

Elde edilen FT-IR sonuçları, $CoMoO_4$ bileşiğinin başarıyla sentezlendiğini göstermektedir. Spektrumda gözlemlenen Mo–O ve Co–O titreşim bantları, literatürde yer alan $CoMoO_4$ yapılarının karakteristik bantları ile uyumludur (Baskar vd. 2014). Ayrıca hidroksil gruplarına ait bantların varlığı, sentez sonrası numunede adsorplanmış su moleküllerinin bulunduğunu göstermektedir.

3.3.5. $CuMoO_4$ NMP ve DMSO Çözücü Maddelere Göre Karşılaştırma

$CoMoO_4$ elektrodu için CV ölçümleri (Şekil 5.6 (a)-0.1 V ile 0.6 V potansiyel aralığında gerçekleştirilmiştir. Farklı tarama hızlarında alınan CV eğrileri, karakteristik olarak

redoks piki içermekte olup bu durum, elektrodun *psödokapasitif* davranış gösterdiğini işaret etmektedir.

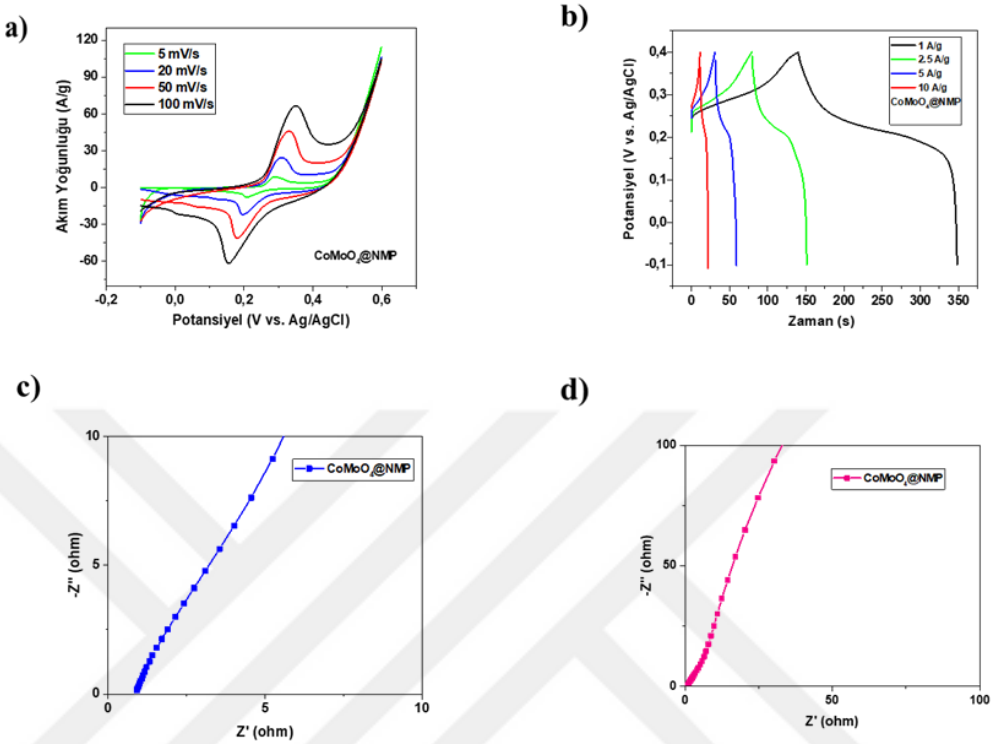
CV eğrilerindeki alan büyüklüğünün yüksek oluşu, elektrodun yüksek özgül kapasitif performansa sahip olduğunu göstermektedir. Tarama hızı arttıkça eğri alanında azalma gözlenmiş, bu da iyon difüzyonunun sınırlanmasıyla açıklanabilir. GCD ölçümleri -0.1 V ile 0.4 V aralığında, artan akım yoğunluklarında (Şekil 5.6 (b) (C1, C2.5, C5, C10, C20) gerçekleştirilmiştir. Şarj-deşarj eğrileri tipik olarak simetrik değildir; bu da $CoMoO_4$ elektrodunun redoks reaksiyonlarına dayalı psödokapasitif bir yapıya sahip olduğunu desteklemektedir.

Görüldüğü üzere, artan akım yoğunluğu ile birlikte özgül kapasitede belirgin bir azalma meydana gelmiştir. Bu durum, yüksek akım altında elektrolit iyonlarının aktif yüzey alanına yeterince difüze olamamasıyla açıklanabilir. Buna rağmen, yüksek akım yoğunluğunda dahi 194 F/g gibi önemli bir kapasite değeri korunmuştur; bu da elektrodun hızlı şarj-deşarj kabiliyetinin iyi olduğunu göstermektedir.

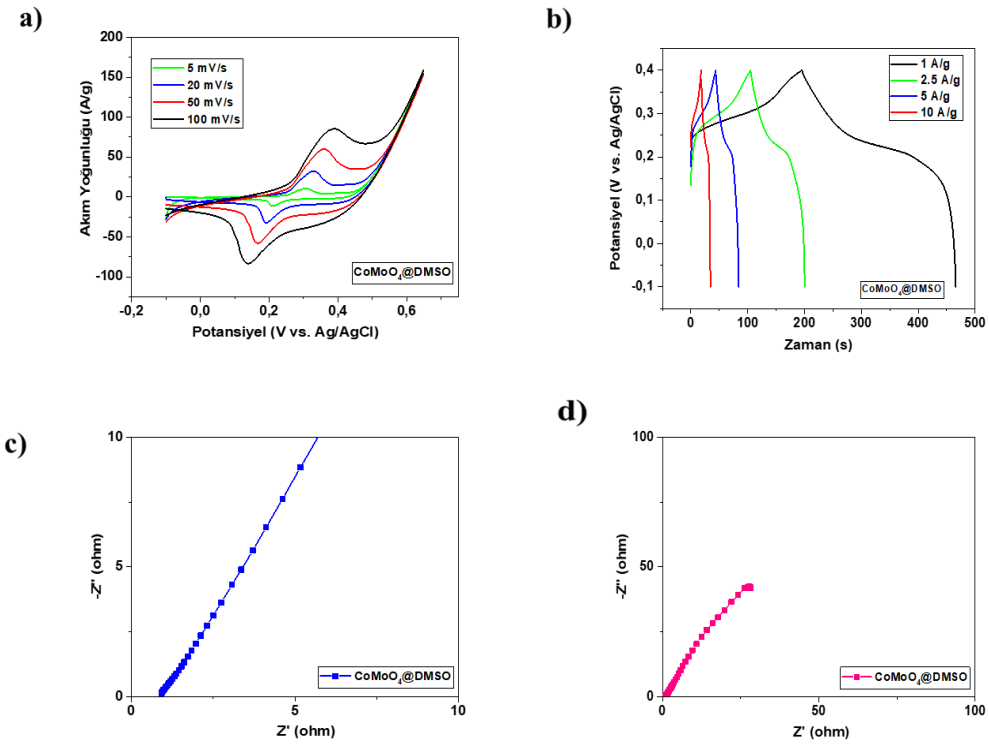
Nyquist eğrileri incelendiğinde (Şekil 5.6 (c),(d), düşük frekans bölgesinde görülen eğimli doğrusal bölge, iyonların elektrot gözeneklerine başarılı şekilde difüze olduğunu göstermektedir. Yüksek frekans bölgesindeki yarıçap ise elektrotun çözünme direncine (Rs) ve yük transfer direncine (Rct) karşılık gelmektedir.

Karşılaştırmalı olarak, EIS eğrilerinde döngü sayısına (Cycle) göre artışla birlikte Rct'de belirgin bir artış gözlenmemiştir; bu da elektrodun çevrim stabilitesinin yüksek olduğunu göstermektedir. Yapılan döngü testlerinde, 20 A akım yoğunluğu altında gerçekleştirilen 1000'e kadar çevrimde kapasite değerinde anlamlı bir düşüş gözlenmemiştir. Bu da $CoMoO_4$ /NMP elektrodunun uzun vadeli kullanıma uygun ve stabil bir elektrokimyasal performans sergilediğini ortaya koymaktadır. $CoMoO_4$ elektrot malzemesinin süperkapasitör uygulamaları için umut vadeden bir aday olduğunu göstermektedir. CV, GCD ve EIS analizleri, bu malzemenin yüksek kapasite, iyi iletkenlik ve çevrim stabilitesi sunduğunu kanıtlamaktadır. Özellikle 1C oranındaki 418.7 F/g gibi yüksek bir kapasite değeri, malzemenin yüksek yüzey alanı ve etkin redoks merkezleri sunduğunu göstermektedir (Tablo 1).

Şekil 3.20. *CoMoO4 numunesinin NMP çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri*



Şekil 3.21. *CoMoO4 numunesinin DMSO çözücü maddesi ile hazırlanan elektrodun elektrokimyasal karakterizsayonu (a) CV eğrisi (b) Şarj-deşarj eğrisi (GCD) (c)-(d) EIS nyquist eğrileri*



$CoMoO_4$ /DMSO elektrodu için CV ölçümleri (Şekil 5.7 (a)) -0.1 V ile 0.65 V potansiyel aralığında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen voltamogramlar belirgin redoks pikleri içermekte olup, bu durum psödokapasitif davranışı doğrulamaktadır. CV eğrilerinde gözlenen geniş alan, elektrodun yüksek şarj depolama kapasitesine işaret etmektedir. Tarama hızı arttıkça eğri şekli korunmuş ve pik kaymaları sınırlı kalmıştır; bu da hızlı redoks kinetiğine ve düşük iç dirençlere işaret etmektedir.

GCD ölçümleri -0.1 V ila 0.4 V potansiyel aralığında(Şekil 5.7 (b)), farklı akım yoğunluklarında yapılmıştır. Bu veriler, DMSO çözücüsü ile hazırlanan elektrodun yüksek özgül kapasite ve düşük iç direnç sunduğunu açıkça ortaya koymaktadır(Tablo 1). Düşük akım yoğunluğunda 542 F/g gibi oldukça yüksek bir kapasite değeri elde edilmiştir. Akım yoğunluğu arttıkça kapasite azalmakla birlikte, 20C'de bile 322 F/g gibi yüksek bir değer korunmuştur. Bu, iyon difüzyonunun ve elektron transferinin DMSO çözücüsü kullanıldığında daha etkin gerçekleştiğini göstermektedir. Nyquist eğrilerinde yüksek frekans bölgesindeki yarıçapın küçük olması, düşük yük transfer direncine (Rct) işaret etmektedir. Düşük frekans bölgesinde gözlenen eğimli çizgi ise iyi iyon difüzyonunu göstermektedir (Şekil 5.7 (c)).NMP çözücüsü ile karşılaştırıldığında, DMSO ile hazırlanan elektrotun empedans eğrileri daha kısa yarıçaplar sergilemiş ve iyon iletimi daha verimli olmuştur. Ayrıca, çevrim sayısındaki artışa rağmen EIS eğrilerinde bozulma gözlenmemiştir; bu da uzun döngü stabilitesine işaret eder (Şekil 5.7 (d)).40 A gibi yüksek bir akım yoğunluğunda gerçekleştirilen çevrim testlerinde, $CoMoO_4$ /DMSO elektrodu yüksek kapasitesini uzun süre korumuştur. Bu durum, elektrod yapısının mekanik ve kimyasal olarak stabil olduğunu ve çözücü etkisinin yüzey özelliklerine olumlu katkı sağladığını göstermektedir.

Tablo 3.1. *NMP ve DMSO Çözücüleri ile Hazırlanan $CoMoO_4$ Elektrotlarının Farklı Akım Yoğunluklarındaki Özgül Kapasiteleri ve Elektrokimyasal Karakterizasyon Sonuçlarının Karşılaştırılması*

NMP	**C1(F/g)**	**C2.5(F/g)**	**C5(F/g)**	**C10(F/g)**	**C20(F/g)**	**DÖNGÜ**	**CV(Volt)**	**GSD**
CuMoO4	266	203.05	175.7	165	158	20A	-0.1/0.7	-0.1/0.42
DMSO	**C1**	**C2.5**	**C5**	**C10**	**C20**	**DÖNGÜ**	**CV**	**GSD**
CuMoO4	549.6	481.7	414	356	323	40A	-0.1/0.7	-0.1/0.42
NMP	**C1**	**C2.5**	**C5**	**C10**	**C20**	**DÖNGÜ**	**CV**	**GSD**
NiMoO4	270	201	163	157	110	20A	-0.1/0.65	-0.1/0.40
DMSO	**C1**	**C2.5**	**C5**	**C10**	**C20**	**DÖNGÜ**	**CV**	**GSD**
NiMoO4	666.4	506	429	363	289	40A	-0.1/0.65	-0.1/0.41
NMP	**C1**	**C2.5**	**C5**	**C10**	**C20**	**DÖNGÜ**	**CV**	**GSD**
CoMoO4	418.7	366	287	215	194	20A	-0.1/0.6	-0.1/0.40
DMSO	**C1**	**C2.5**	**C5**	**C10**	**C20**	**DÖNGÜ**	**CV**	**GSD**
CoMoO4	542	488	407	337	322	40A	-0.1/0.65	-0.1/0.40

4. BÖLÜM

TARTIŞMA-SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, $CuMoO_4$, $NiMoO_4$ ve $CoMoO_4$ gibi geçiş metali molibdatları, metal oksit tabanlı aktif elektrot malzemeleri olarak başarıyla sentezlenmiş ve bu bileşiklerin süperkapasitör uygulamaları için elektrokimyasal özellikleri ayrıntılı şekilde incelenmiştir. Sentezlenen her bir bileşik, farklı çözücülerle hazırlanarak karakterize edilmiş ve çözücü etkisinin elektrokimyasal performans üzerindeki rolü ortaya konmuştur.

$CoMoO_4$, özellikle DMSO çözücüsü ile hazırlandığında 1C oranında 542 F/g gibi yüksek özgül kapasite sunmuş ve 20C oranında dahi 322 F/g kapasitesini koruyarak, yüksek akım yoğunluklarında bile üstün performans sergilemiştir. Bu sonuçlar, Co elementinin yüksek redoks aktivitesi ve elektrik iletkenliği katkısıyla ilişkilidir.

$NiMoO_4$, literatürde genellikle hem kapasitif davranış hem de döngü kararlılığı açısından dengeli bir yapıya sahip olmasıyla öne çıkmaktadır. Ni iyonları, çok değerli redoks dönüşümlerine olanak sağlayarak elektrot malzemesinin enerji depolama kapasitesini artırmaktadır.

$CuMoO_4$ ise nispeten daha düşük redoks aktivitesine sahip olmasına rağmen, uygun morfoloji ve gözenekli yapı ile desteklendiğinde yeterli elektrokimyasal özellikler sunabilmektedir. Ancak Cu içeren molibdatlar, genellikle daha düşük özgül kapasite değerleriyle sınırlı kalmakta ve uzun döngü stabilitesi açısından dezavantajlı olabilmektedir.

Aynı aktif madde kullanılarak NMP ve DMSO çözücüleriyle hazırlanan elektrotlar karşılaştırıldığında, DMSO'nun NMP'ye göre anlamlı derecede daha yüksek performans sağladığı görülmüştür. Bu performans farkı, DMSO'nun daha iyi bir dağılma ortamı sağlaması, aktif maddenin yüzeye daha homojen yayılması ve elektrot yapısında daha uygun gözeneklilik sunmasıyla ilişkilendirilebilir. Ayrıca, DMSO'nun elektrot üretim

sürecinde daha yavaş buharlaşması, daha düzenli bir film oluşumuna katkıda bulunarak iyon iletkenliği ve elektron taşınımını artırmış olabilir. Bu durum, özellikle kapasitans ve çevrim kararlılığı gibi elektrokimyasal performans parametrelerinde belirgin iyileşmelerle kendini göstermiştir.

Sonuç olarak; Çözücü Seçiminin Önemi tez kapsamında irdelenerek açığa kavuşturulmuştur.Aynı aktif madde kullanılarak hazırlanan elektrotlarda, kullanılan çözücünün elektrokimyasal performans üzerinde doğrudan etkili olduğu görülmüştür. DMSO ile hazırlanan elektrotlar, NMP'ye kıyasla daha yüksek kapasitans ve daha iyi çevrim kararlılığı sergilemiştir.

DMSO'nun Avantajları yapılan ölçümlerde gözlemlenmiştir; DMSO'nun daha uygun viskoziteye ve daha yavaş buharlaşma oranına sahip olması, aktif maddenin ve iletken katkı maddelerinin elektrot yüzeyine daha homojen dağılmasını sağlamış; bu da iyon ve elektron iletkenliğini artırmıştır.

Karakterizasyon destekleri ile DMSO ile hazırlanan elektrotların daha gözenekli ve düzgün mikro/yüzey morfolojisine sahip olduğu, bu durumun da elektrot-elektrolit etkileşimini iyileştirdiği belirlenmiştir.

Tez kapsamında elde edilen bulgular doğrultusunda, ileriye dönük çalışmalar için aşağıdaki öneriler sunulmaktadır:

Çözücü Optimizasyonu yapılabilir; Elektrot üretiminde yalnızca aktif maddenin değil, aynı zamanda kullanılan çözücünün de performans üzerinde belirleyici olduğu göz önünde bulundurulmalıdır. Bu nedenle, DMSO gibi yüksek performans sağlayan çözücüler detaylı şekilde değerlendirilmeli ve farklı katkı maddeleriyle birlikte sistematik optimizasyon çalışmaları yapılmalıdır.

Alternatif Çözücü Araştırmaları yapılabilir; DMSO'nun sunduğu olumlu etkiler dikkate alınarak, benzer fizikokimyasal özelliklere sahip, çevre dostu ve düşük toksisiteye sahip çözücüler de araştırılmalıdır. Bu sayede hem yüksek performans hem de sürdürülebilirlik kriterlerini karşılayan üretim süreçleri geliştirilebilir.

Uzun Süreli Kararlılık Testleri yapılabilir; DMSO ile hazırlanan elektrotların uzun vadeli çevrim ömrü, yüksek akım yoğunlukları altındaki davranışı ve sıcaklık değişimlerine karşı gösterdiği dayanım gibi parametreler daha kapsamlı olarak incelenmelidir. Bu

testler, elektrotların gerçek uygulama koşullarında performanslarının değerlendirilmesi açısından büyük önem taşımaktadır.

KAYNAKÇA

Abd Mutalib, M., M. A. Rahman, M. H. D. Othman, A. F. Ismail, ve J. Jaafar. (2017). "Chapter 9 - scanning electron microscopy (sem) and energy-dispersive x-ray (edx) spectroscopy". Ss. 161-79 içinde *Membrane characterization*, editör N. Hilal, Ahmad Fauzi Ismail, T. Matsuura, ve D. Oatley-Radcliffe. Elsevier.

Ahmed, Sultan, Mohammed A. Gondal, Javed A. Khan, Munerah A. Almessiere, Abdulhadi Baykal, ve Ahmar Ali. (2025). "Comparative Transition Molybdates (xmoo4 (x = Co, Mn, Ni, and Zn)) for High-Performance Supercapacitors". *Inorganic Chemistry Communications* 178:114514. doi:10.1016/j.inoche.2025.114514.

Alborzi, Amin, ve Saeid Khademolhoseini. (2016). "Nickel molybdate nanoparticles: synthesis, characterization, optical and photocatalytic properties". *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 27(4):3963-67. doi:10.1007/s10854-015-4249-8.

Ali, Asif, Yi Wai Chiang, ve Rafael M. Santos. (2022). "X-Ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions". *Minerals* 12(2):205. doi:10.3390/min12020205.

Ali, Noor Ul Haq Liyakath, Sindhuja Manoharan, Parthiban Pazhamalai, ve Sang-Jae Kim. (2022). "CuMoO4 nanostructures: A novel bifunctional material for supercapacitor and sensor applications". *Journal of Energy Storage* 52:104784. doi:10.1016/j.est.2022.104784.

Ali, Zafar, Muhammad Zahir Iqbal, ve H. H. Hegazy. (2023). "Recent Advancements in Redox-Active Transition Metal Sulfides as Battery-Grade Electrode Materials for Hybrid Supercapacitors". *Journal of Energy Storage* 73:108857. doi:10.1016/j.est.2023.108857.

Ansari, Mohd Zahid, Sajid Ali Ansari, ve Soo-Hyun Kim. (2022). "Fundamentals and recent progress of sn-based electrode materials for supercapacitors: a comprehensive review". *Journal of Energy Storage* 53:105187. doi:10.1016/j.est.2022.105187.

Arumugam, Gowdhaman, Balaji Chettiannan, Stanleydhinakar Mathan, Manickam Selvaraj, Mohammed A. Assiri, ve Ramesh Rajendran. (2025). "Better understanding of redox additives in aqueous electrolyte for electrochemical supercapacitors". *Journal of Energy Storage* 121:116595. doi:10.1016/j.est.2025.116595.

Asim, Nilofar, Shideh Ahmadi, M. A. Alghoul, F. Y. Hammadi, Kasra Saeedfar, ve K. Sopian. (2014). "Research and Development Aspects on Chemical Preparation Techniques of Photoanodes for Dye Sensitized Solar Cells". *International Journal of Photoenergy* (2014)(1):518156. doi:10.1155/2014/518156.

Baig, Mutawara Mahmood, Iftikhar Hussain Gul, Sherjeel Mahmood Baig, ve Faisal Shahzad. (2021). "The complementary advanced characterization and electrochemical techniques for electrode materials for supercapacitors". *Journal of Energy Storage* 44:103370. doi:10.1016/j.est.2021.103370.

Baskar, Senthilkumar, Danielle Meyrick, Kalai Selvan Ramakrishnan, ve Manickam Minakshi. (2014). "Facile and large scale combustion synthesis of α-comoo4: mimics the redox behavior of a battery in aqueous hybrid device". *Chemical Engineering Journal* 253:502-7. doi:10.1016/j.cej.2014.05.068.

Beyers, Inga, Astrid Bensmann, ve Richard Hanke-Rauschenbach. (2023). "Ragone plots revisited: a review of methodology and application across energy storage technologies". *Journal of Energy Storage* 73:109097. doi:10.1016/j.est.2023.109097.

Bhat, T. S., P. S. Patil, ve R. B. Rakhi. (2022). "Recent trends in electrolytes for supercapacitors". *Journal of Energy Storage* 50:104222. doi:10.1016/j.est.2022.104222.

Cai, Jinyu, Yifan Wang, Qi Li, Lin Cui, Jianning Wu, Zhiyong Liu, ve Junlin Liu. (2025). "Dmso-doped polymer hydrogel electrolyte-based freeze-resistant flexible supercapacitors with high capacitance retention at low temperatures". *Electrochimica Acta* 530:146136. doi:10.1016/j.electacta.2025.146136.

Chernysh, O., V. Khomenko, I. Makyeyeva, ve V. Barsukov. (2019). "Effect of binder's solvent on the electrochemical performance of electrodes for lithium-ion batteries

and supercapacitors". *Materials Today: Proceedings* 6:42-47. doi:10.1016/j.matpr.2018.10.073.

Choudhary, Gaurav, Jyoti Dhariwal, Moumita Saha, Shruti Trivedi, Manoj K. Banjare, Rahul Kanaoujiya, ve Kamalakanta Behera. (2024). "Ionic liquids: environmentally sustainable materials for energy conversion and storage applications". *Environmental Science and Pollution Research* 31(7):10296-316. doi:10.1007/s11356-023-25468-w.

Cui, Mingjin, ve Xiangkang Meng. (2020). *Nanoscale Advances* 2(12):5516-28. doi:10.1039/D0NA00573H.

Dmitriev, D. S., A. V. Nashchekin, ve V. I. Popkov. (2020). "The interfacial surface of an electrode for a supercapacitor as a factor affecting the capacitance and energy density". *Applied Surface Science* 501:144216. doi:10.1016/j.apsusc.2019.144216.

El Hayaoui, Widad, Naoual Tajat, Jamel Talebi, Wail El Mouhri, Iliass Nadif, Abderahim Idlahcen, Nadia Bougdour, Malika Tamimi, Samir Qourzal, Ali Assabbane, ve Idriss Bakas. (2025). "Investigation of the electrocatalytic activity of metal molybdate mmoo4 (m = fe, ni, and zn) and the development of the znmoo4/s-rgo for the electrochemical sensing of pyrimethanil". *Food Chemistry* 486:144651. doi:10.1016/j.foodchem.2025.144651.

Eom, Hojong, Jihyeon Kang, Seohyeon Jang, Ohhyun Kwon, Seyoung Choi, Junhyeop Shin, ve Inho Nam. (2022). "Evaluating the Electrochemical Properties of Supercapacitors Using the Three-Electrode System". *Journal of Visualized Experiments (JoVE)* (179):e63319. doi:10.3791/63319.

Farahpour, Mona, ve Majid Arvand. (2021). "Single-pot hydrothermal synthesis of copper molybdate nanosheet arrays as electrode materials for high areal-capacitance supercapacitor". *Journal of Energy Storage* 40:102742. doi:10.1016/j.est.2021.102742.

Forouzandeh, Parnia, Vignesh Kumaravel, ve Suresh C. Pillai. (2020). "Electrode Materials for Supercapacitors: A Review of Recent Advances". *Catalysts* 10(9):969. doi:10.3390/catal10090969.

Frackowiak, Elzbieta, ve François Béguin. (2001). “Carbon materials for the electrochemical storage of energy in capacitors”. *Carbon* 39(6):937-50. doi:10.1016/S0008-6223(00)00183-4.

Ghazanfar, Esha, Hajira Zahoor, Nasser S. Awwad, Hala A. Ibrahium, Sadullah Mir, ve Ishtiaq Ahmed. (2025). “Ternary composites based next-generation supercapacitors electrode material: emerging trends”. *Electrochemistry Communications* 174:107893. doi:10.1016/j.elecom.2025.107893.

Gibson, Neil, Petra Kuchenbecker, Kirsten Rasmussen, Vasile-Dan Hodoroaba, ve Hubert Rauscher. (2020). “Chapter 4.1 - volume-specific surface area by gas adsorption analysis with the bet method”. Ss. 265-94 içinde *Characterization of nanoparticles*, *Micro and Nano Technologies*, editör V.-D. Hodoroaba, W. E. S. Unger, ve A. G. Shard. Elsevier.

Hajian, Zahra, Seyedeh-Arefeh Safavi-Mirmahalleh, Amir Rezvani Moghaddam, Hossein Roghani-Mamaqani, ve Mehdi Salami-Kalajahi. (2024). “Poly[poly(ethylene glycol) methacrylate]-modified starch-based solid and gel polymer electrolytes for high performance li-ion batteries”. *International Journal of Biological Macromolecules* 276:133893. doi:10.1016/j.ijbiomac.2024.133893.

Hodoroaba, Vasile-Dan. (2020). “Chapter 4.4 - energy-dispersive x-ray spectroscopy (eds)”. Ss. 397-417 içinde *Characterization of nanoparticles, Micro and Nano Technologies*, editör V.-D. Hodoroaba, W. E. S. Unger, ve A. G. Shard. Elsevier.

Iqbal, Muhammad Faisal, Farooq Nasir, Fiza Shabbir, Zaheer Ud Din Babar, Muhammad Farooq Saleem, Kaleem Ullah, Nana Sun, ve Faizan Ali. (2025). “Supercapacitors: an emerging energy storage system”. *Advanced Energy and Sustainability Research* 2400412. doi:10.1002/aesr.202400412.

Iro, Zaharaddeen S., C. Subramani, ve S. S. Dash. 2016. “A brief review on electrode materials for supercapacitor”. *International Journal of Electrochemical Science* 11(12):10628-43. doi:10.20964/2016.12.50.

Jalal, Noor I., Raheek I. Ibrahim, ve Manal K. Oudah. (2021). “A Review on Supercapacitors: Types and Components”. *Journal of Physics: Conference Series* 1973(1):012015. doi:10.1088/1742-6596/1973/1/012015.

Jaleh, B., ve P. Fakhri. (2016). “Chapter 5 - infrared and fourier transform infrared spectroscopy for nanofillers and their nanocomposites”. Ss. 112-29 içinde *Spectroscopy of polymer nanocomposites*, editör S. Thomas, D. Rouxel, ve D. Ponnamma. William Andrew Publishing.

Jisha, M. R., Yun Ju Hwang, Jae Sun Shin, Kee Suk Nahm, T. Prem Kumar, K. Karthikeyan, N. Dhanikaivelu, D. Kalpana, N. G. Renganathan, ve A. Manuel Stephan. (2009). “Electrochemical characterization of supercapacitors based on carbons derived from coffee shells”. *Materials Chemistry and Physics* 115(1):33-39. doi:10.1016/j.matchemphys.2008.11.010.

Kang, Chaeeun, Chaekyung Kim, Sang-Min Lee, Ying Liu, ve Jae-Kwang Kim. (2025). “Eco-friendly solvent alternative to n-methyl-2-pyrrolidone in lithium-ion battery electrode safe manufacturing”. *Electrochimica Acta* 526:146209. doi:10.1016/j.electacta.2025.146209.

Kemeny, M., P. Ondrejka, D. Sismisova, ve M. Mikolasek. (2024). “Determination of internal temperature of ev battery modules via electrochemical impedance spectroscopy (eis) and distribution of relaxation times (drt)”. *Journal of Energy Storage* 104:114566. doi:10.1016/j.est.2024.114566.

Kumar, Atul, Mahima Khandelwal, Sudhir K. Gupta, Vinit Kumar, ve Reshma Rani. (2019). “Chapter 6 - fourier transform infrared spectroscopy: data interpretation and applications in structure elucidation and analysis of small molecules and nanostructures”. Ss. 77-96 içinde *Data processing handbook for complex biological data sources*, editör G. Misra. Academic Press.

Liu, Rong, Botao Yuan, Shijie Zhong, Jipeng Liu, Liwei Dong, Yuanpeng Ji, Yunfa Dong, Chunhui Yang, ve Weidong He. (2021). “Poly(vinylidene fluoride) separators for next-generation lithium based batteries”. *Nano Select* 2(12):2308-45. doi:10.1002/nano.202100118.

Low, Wei Hau, Poi Sim Khiew, Siew Shee Lim, Chiu Wee Siong, ve Ejikeme Raphael Ezeigwe. (2019). “Recent development of mixed transition metal oxide and graphene/mixed transition metal oxide based hybrid nanostructures for advanced supercapacitors”. *Journal of Alloys and Compounds* 775:1324-56. doi:10.1016/j.jallcom.2018.10.102.

Luo, Yuancong, Maozhi Gong, Jiaqi Wang, Pandeng Zhao, Xuechun Yang, Shicong Cui, Zhen Li, Zheng Jiao, ve Lingli Cheng. (2022). "Preparation of nimoo4 nanoarrays electrodes with optimized morphology and internal crystal water for efficient supercapacitors and water splitting". *Colloids and Surfaces a: Physicochemical and Engineering Aspects* 655:130119. doi:10.1016/j.colsurfa.2022.130119.

Magar, Hend S., Rabeay Y. A. Hassan, ve Ashok Mulchandani. (2021). "Electrochemical impedance spectroscopy (eis): principles, construction, and biosensing applications". *Sensors* 21(19):6578. doi:10.3390/s21196578.

Mendhe, Arpit, ve H. S. Panda. (2023). "A Review on Electrolytes for Supercapacitor Device". *Discover Materials* 3(1):29. doi:10.1007/s43939-023-00065-3.

Muzaffar, Aqib, ve M. Basheer Ahamed. (2019). "Iron molybdate and manganese dioxide microrods as a hybrid structure for high-performance supercapacitor applications". *Ceramics International* 45(3):4009-15. doi:10.1016/j.ceramint.2018.11.078.

Okafor, Okechukwu Benjamin, Abimbola Patricia Idowu Popoola, Olawale Muhammed Popoola, ve Samson Oluropo Adeosun. (2025). "Review on the recent development on polyaniline and transition metal oxides composite electrode for supercapacitor application". *Next Materials* 6:100389. doi:10.1016/j.nxmate.2024.100389.

Oyedotun, Kabir O., Joshua O. Ighalo, James F. Amaku, Chijioke Olisah, Adedapo O. Adeola, Kingsley O. Iwuozor, Kovo G. Akpomie, Jeanet Conradie, ve Kayode A. Adegoke. (2023). "Advances in supercapacitor development: materials, processes, and applications". *Journal of Electronic Materials* 52(1):96-129. doi:10.1007/s11664-022-09987-9.

Pitcheri, Rosaiah, Siva Prasad Mooni, Vuba Sridhar, Dhanalakshmi Radhalayam, N. Maaouni, Soumyendu Roy, Fatimah Ali M. Al-Zahrani, ve Madhusudana Rao Kummara. (2025). "Ultra-small one-dimensional rice-like comoo4 nanorods as a promising pseudocapacitive electrode for high-performance supercapacitors". *Materials Science in Semiconductor Processing* 185:108865. doi:10.1016/j.mssp.2024.108865.

Saliu, Oluwaseyi D., Opeyemi Iresemowo, Francis Kubi, Kehinde H. Moberuagba, Adewale G. Adeniyi, ve James Ramontja. (2025). "Enhancing the performance of moo3-based cathodes for aqueous zinc-ion batteries: spinel cumoo3 vs non-spinel cuo–moo3". *Journal of Materials Science: Materials in Engineering* 20(1):72. doi:10.1186/s40712-025-00292-x.

Shanmugam, Priyadharshini, Kei Hosomi, Ramesh Rajendran, Balaji Krishnasamy, Maciej Kretkowski, Wataru Inami, Yoshimasa Kawata, ve Thangaraju Dheivasigamani. (2024). "Promising transition metal molybdate (tmm) single phase microstructures for asymmetric supercapacitor and photocatalytic applications". *Ceramics International* 50(24, Part C):55865-78. doi:10.1016/j.ceramint.2024.10.468.

Shariq, Mohammad, Dalal Alhashmialameer, Hind Adawi, Mazen R. Alrahili, Majed Y. A. Almashnowi, Ali Alzahrani, Mukul Sharma, Syed Kashif Ali, ve Y. Slimani. (2025). "Advancements in Transition Metal Sulfide Supercapacitors: A Focused Review on High-Performance Energy Storage". *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 144:269-91. doi:10.1016/j.jiec.2024.11.012.

Sharma, Priyanka, ve Vinod Kumar. (2020). "Study of electrode and electrolyte material of supercapacitor". *Materials Today: Proceedings* 33:1573-78. doi:10.1016/j.matpr.2020.04.694.

Sharma, Swati, ve Prakash Chand. (2023). "Supercapacitor and Electrochemical Techniques: A Brief Review". *Results in Chemistry* 5:100885. doi:10.1016/j.rechem.2023.100885.

Shukla, Usha. (2025). "Fourier transform infrared spectroscopy: a power full method for creating fingerprint of molecules of nanomaterials". *Journal of Molecular Structure* 1322:140454. doi:10.1016/j.molstruc.2024.140454.

Sing, K. S. W. (1985). "Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (recommendations 1984)". *Pure and Applied Chemistry* 57(4):603-19. doi:10.1351/pac198557040603.

Sliz, Rafal, Juho Valikangas, Hellen Silva Santos, Pauliina Vilmi, Lassi Rieppo, Tao Hu, Ulla Lassi, ve Tapio Fabritius. (2022). "Suitable cathode nmp replacement for

efficient sustainable printed li-ion batteries". *ACS Applied Energy Materials* 5(4):4047-58. doi:10.1021/acsaem.1c02923.

Snook, Graeme A., Pon Kao, ve Adam S. Best. (2011). "Conducting-polymer-based supercapacitor devices and electrodes". *Journal of Power Sources* 196(1):1-12. doi:10.1016/j.jpowsour.2010.06.084.

Song, Yu, Qiulin Chen, Hui Zhang, Shaoze Zhang, Keyu Zhang, Junxian Hu, Yin Li, ve Yaochun Yao. (2025). "Adenosine triphosphate in solvothermal method for preparing high-rate lifepo4 cathode material". *Materials Today Chemistry* 45:102659. doi:10.1016/j.mtchem.2025.102659.

Stanjek, H., ve W. Häusler. (2004). "Basics of x-ray diffraction". *Hyperfine Interactions* 154(1):107-19. doi:10.1023/B:HYPE.0000032028.60546.38.

Xie, Jiale, Pingping Yang, Yi Wang, Tao Qi, Yong Lei, ve Chang Ming Li. (2018). "Puzzles and confusions in supercapacitor and battery: theory and solutions". *Journal of Power Sources* 401:213-23. doi:10.1016/j.jpowsour.2018.08.090.

Zhang, Lei, Xiaosong Hu, Zhenpo Wang, Fengchun Sun, ve David G. Dorrell. (2018). "A review of supercapacitor modeling, estimation, and applications: a control/management perspective". *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 81:1868-78. doi:10.1016/j.rser.2017.05.283.

Zhong, Cheng, Yida Deng, Wenbin Hu, Jinli Qiao, Lei Zhang, ve Jiujun Zhang. (2015). "A review of electrolyte materials and compositions for electrochemical supercapacitors". *Chemical Society Reviews* 44(21):7484-7539. doi:10.1039/C5CS00303B.

Zhu, Zhentao, Shuihua Tang, Jiawei Yuan, Xiaolong Qin, Yuxiao Deng, Renjie Qu, ve Geir Martin Haarberg. (2016). "Effects of various binders on supercapacitor performances". *International Journal of Electrochemical Science* 11(10):8270-79. doi:10.20964/2016.10.04.

TEZ İNTİHAL RAPORU

Asiye_ALTAN_YL_TEZİ[1]turnitin.docx

Yazar Emrah Gokkaya

Gönderim Tarihi: 30-Haz-2025 03:55PM (UTC+0300)
Gönderim Numarası: 2708356654
Dosya adı: Asiye_ALTAN_YL_TEZİ_1_turnitin.docx (2.73M)
Kelime sayısı: 14320
Karakter sayısı: 103943

Asiye_ALTAN_YL_TEZİ[1]turnitin.docx

ORİJİNALLİK RAPORU

%11	%3	%2	%9
BENZERLİK ENDEKSİ	İNTERNET KAYNAKLARI	YAYINLAR	ÖĞRENCİ ÖDEVLERİ

BİRİNCİL KAYNAKLAR

1	Submitted to Erciyes Ãniversitesi Öğrenci Ödevi	%7
2	Submitted to The Scientific & Technological Research Council of Turkey (TUBITAK) Öğrenci Ödevi	<%1
3	acikbilim.yok.gov.tr İnternet Kaynağı	<%1
4	Submitted to Eskisehir Osmangazi University Öğrenci Ödevi	<%1
5	avesis.kayseri.edu.tr İnternet Kaynağı	<%1
6	Sobacı, Cemil. "XS2@polipirol (X: V+4 , Mn+4 ve Fe+4) nanokompozitlerin yüksek performanslı süperkapasitör mimarisinde katot olarak uygulanması", Bartin University (Turkey), 2024 Yayın	<%1
7	Submitted to Bülent Ecevit Üniversitesi Öğrenci Ödevi	<%1
8	Submitted to Hacettepe University Öğrenci Ödevi	<%1

32	tur.acousticbiotech.com İnternet Kaynağı	<%1
33	www.karadenizkongresi.org İnternet Kaynağı	<%1
34	Eraslan, Tevfik. "Daphne Oleoidesden Sentezlenen Gumus Nanopartikullerin Antioksidan Aktivitesinin Degerlendirilmesi", Necmettin Erbakan University (Turkey), 2022 Yayın	<%1

Alıntıları çıkart Kapat
Bibliyografyayı Çıkart Kapat
Eşleşmeleri çıkar Kapat

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı	Asiye ALTAN

EĞİTİM BİLGİLERİ

Derece	**Kurum**	**Mezuniyet Yılı**
Lise	**Fevzi Çakmak Lisesi**	**2000**
Lisans	**Erciyes Üniversitesi**	**2004**
Yüksek Lisans	**Erciyes Üniversitesi**	**2005**

EĞİTİM BİLGİLERİ

Dil	**Derece**
İngilizce	**Orta**

İŞ DENEYİMLERİ

Derece	**Kurum**	**Görev Süresi**
	Hisar Dershanesi	2006-2007
	Mersin Erdemli Nüfus Müdürlüğü	2007-2008
	Kocasinan Nüfus Müdürlüğü	2008-2020
	Kayseri Üniversitesi	2020-Halen

ASİYE ALTAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

2025

Uygulama ve Proje Odaklı, İş Dünyası ile Bütünleşen Üniversite