



**LİTYUM İYON PİLLERDE HEKZAGONAL
BOR NİTRÜRÜN AYIRICI ÖZELLİKLERİNE
ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

Doktora Tezi

Benan ELMUSA

Eskişehir 2025

**LİTYUM İYON PİLLERDE HEKZAGONAL BOR NİTRÜRÜN AYIRICI
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

Benan ELMUSA

Doktora Tezi

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Nuran AY

Eskişehir

Eskişehir Teknik Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Ocak 2025

*Bu tez çalışması TÜBİTAK tarafından kabul edilen 119C079 no.lu proje ve BAP
Komisyonu tarafından kabul edilen 23DRP228 no.lu kapsamında desteklenmiştir.*

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Benan ELMUSA'nın LİTYUM İYON PİLLERDE HEKZAGONAL BOR NİTRÜRÜN AYIRICI ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI başlıklı çalışması 17/01/2025 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Eskişehir Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği"nin ilgili maddeleri uyarınca, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim dalında Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Unvan Adı Soyadı

İmza

Üye	: Prof. Dr. Nuran AY
Üye	: Prof. Dr. Servet TURAN
Üye	: Prof. Dr. Taner KAVAS
Üye	: Doç. Dr. Yapıncak GÖNCÜ
Üye	: Doç. Dr. Cihan KURU

Prof. Dr. Semra KURAMA

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

DANIřMAN ONAYI

Daniřmanlıęını yrttęm Doktora ęrencisi Benan ELMUSA, LİTYUM İYON PİLLERDE HEKZAGONAL BOR NİTRRN AYIRICI ZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAřTIRILMASI bařlıklı tez alıřmasını tamamlamıřtır. Hazırlamıř olduęu tez tarafımca incelenmiř ve ęrencinin tez savunma sınavına alınması bilimsel ve etik aıdan uygun grlmřtir.

Tez Daniřmanı

Prof. Dr. Nuran AY

ÖZET

LİTYUM İYON PİLLERDE HEKZAGONAL BOR NİTRÜRÜN AYIRICI ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Benan ELMUSA

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Ocak 2025

Danışman: Prof. Dr. Nuran AY

Bu çalışmada, farklı ticari ayırıcıların (Celgard 2400, Celgard 3501, cam fiber Gelon ve Whatman GF/D) Bor Nitrür Nano Sheet (BNNS) ile kaplanmasının lityum iyon pil performansına etkileri incelenmiştir. BNNS, SDS ve CTAC yüzey aktif maddeleri kullanılarak su, izopropil alkol ve etanol içinde eksfoliasyon işlemi yapılmıştır. FTIR, XRD, Zeta potansiyeli ve SEM analizleriyle karakterize edilmiştir. En stabil BNNS içeren L_25-1S kodlu numune ile farklı oranlarda PVDF içeren altı kaplama çözeltisi hazırlanmıştır. Kaplanan ayırıcıların XRD, FTIR, katlanma davranışı, temas açısı, termal kararlılık ve mikroyapı analizleri yapılmıştır. Polimer ayırıcılarda elektrolit temas açısı önemli ölçüde düşmüş (PP'de 40,28°'den 0-18,08°'ye), (3501'de 16,02°'den 2,5-10,08°'ye). BNNS kaplama, polimer ayırıcıların termal dayanımını artırmış, özellikle 3501 kodlu ayırıcı 150°C'de kaplanmamış halde deforme olurken, kaplanmış halde bozulmamıştır. Elektrokimyasal testlerde, BNNS kaplı ayırıcıları içeren hücrelerin şarj kapasiteleri artmış ve yaklaşık 3,6V'a kadar deşarj kapasiteleri yükselmiştir. Nyquist grafiklerinde tüm kaplanmış ayırıcılı hücrelerde yük transfer direnci azalmıştır. Bu sonuçlar, BNNS kaplamanın ayırıcı özelliklerini ve pil performansını iyileştirdiğini göstermiştir.

Anahtar Sözcükler: Hekzagonal bor nitrür (hBN), hBN Eksfoliasyon, Lityum iyon pil, Ayırıcıları, Elektrokimyasal testleri.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF HEXAGONAL BORON NITRIDE ON THE SEPARATOR PROPERTIES IN LITHIUM-ION BATTERIES

Benan ELMUSA

Department of Materials Science and Engineering

Eskişehir Technical University, Institute of Graduate Programs, January 2025

Supervisor: Prof. Dr. Nuran AY

In this study, the effects of coating different commercial separators (Celgard 2400, Celgard 3501, glass fiber Gelon, and Whatman GF/D) with Boron Nitride Nano Sheets (BNNS) on lithium-ion battery performance were investigated. BNNS was exfoliated using SDS and CTAC surfactants in water, isopropyl alcohol, and ethanol and characterized by FTIR, XRD, zeta potential, and SEM analyses. Six coating solutions containing different ratios of PVDF were prepared using the I_25-1S sample, which exhibited the most stable BNNS. The coated separators were analyzed in terms of XRD, FTIR, folding behavior, contact angle, thermal stability, and microstructure. The electrolyte contact angle significantly decreased in polymer separators (from 40.28° to 0-18.08° in PP and from 16.02° to 2.5-10.08° in 3501). BNNS coating enhanced the thermal stability of polymer separators, particularly in the 3501 separator, which deformed at 150°C in its uncoated state but remained intact when coated. Electrochemical tests showed that the charge capacities of cells containing BNNS-coated separators increased, and their discharge capacities rose to approximately 3.6V. Nyquist plots indicated a reduction in charge transfer resistance in all cells with coated separators. These findings demonstrate that BNNS coating improves separator properties and enhances battery performance.

Keywords: Hexagonal boron nitride (hBN), hBN exfoliation, Lithium-ion battery, Separators, Electrochemical tests.

TEŞEKKÜR

Doktora çalışmalarım boyunca değerli fikirleri, desteği ve teşvikleriyle bana yol gösteren, alışılmışın ötesinde verimli bir çalışma ortamı sağlayan danışmanım Prof. Dr. Nuran AY'a en içten teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan BORTEK Yönetim Kurulu Başkanı Süleyman AY'a minnettarlığımı ifade etmek isterim.

Tez izleme jürisinde yer alarak değerli katkılarını sunan Prof. Dr. Servet TURAN ve Doç. Dr. Yapıncak GÖNCÜ hocalarıma teşekkürlerimi sunarım.

Elektrokimyasal testlerdeki danışmanlığı için Dr. Semih ENGÜN'e eksik malzemelerin teminindeki yardımları için Dr. Öğr. Üyesi Umut SAVACI'ya; temas açısı ölçümlerindeki destekleri için Doç. Dr. Zerrin GÜNKAYA ve Araş. Gör. Mahmut ÖZTÜRK'e; zeta potansiyeli ölçümlerindeki katkıları için Prof. Dr. Ender SUVACI teşekkürlerimi sunarım.

Danışmanım Prof. Dr. Nuran AY'ın emekliliğinden sonra TÜBİTAK 2244 No'lu 119C079 ve BAP No'lu 23DRP228 projelerinin yürütücülüğünü üstlenen Dr. Öğr. Üyesi İrfan TÖRE hocama içten teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar çalışmalarım süresince desteklerini esirgemeyen Dr. Öğr. Üyesi Zuhul YILMAZ, Janserin ÖZKURT, Yağmur ŞENGÜL ve Yeşim ÖZDEN'e; SEM eğitimi veren Araş. Gör. Dr. Enes İbrahim DÜDEN'e ve eğitim sürecinde desteğini sürdüren Araş. Gör. Dr. Levent KOROĞULU'na; yeterlilik sınav sürecinde desteğini esirgemeyen Araş. Gör. Dr. Kübra GÜRCAN BAYRAK'a teşekkür ederim.

Seramik Araştırma Merkezi A.Ş. ailesine ve Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)'ın 2244 ve 2250 Programları kapsamındaki değerli katkıları için şükranlarımı sunarım.

Son olarak, çalışmalarım boyunca manevi desteklerini her zaman yanımda hissettiğim sevgili aileme babam Abdülhadi ELMUSA annem Havle ELAMAŞ ablalarım Merve ELMUSA, Safa ELMUSA, Muna ELMUSA ve abim Tarık ELMUSA ve kardeşlerim Fatıma ELMUSA, Mustafa ELMUSA, Ahmet ELMUSA ve Yusuf ELMUSA sonsuz şükranlarımı sunarım.

Benan ELMUSA

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Eskişehir Teknik Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programı”yla tarandığını ve hiçbir şekilde “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Benan ELMUSA

İÇİNDEKİLER

Sayfa

BAŞLIK SAYFASI	I
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI.....	II
DANIŞMAN ONAYI	III
ÖZET	IV
ABSTRACT.....	V
TEŞEKKÜR	VI
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ.....	VII
İÇİNDEKİLER.....	VIII
TABLolar DİZİNİ.....	XI
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XIV
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTYUM İYON PİLLER.....	6
3. LİP'LER İÇİN AYIRICILAR.....	20
3.1. Ayırıcı Türleri ve Özellikleri.....	20
3.1.1. Mikroporoz polimer ayırıcılar	20
3.1.2. Dokusuz ayırıcılar	23
3.1.3. Seramik kompozit ayırıcılar	24
3.1.4. Ayırıcıların özellikleri	24
3.1.4.1. Gözeneklilik.....	24
3.1.4.2. Gözenek boyutu ve dağılımı.....	25
3.1.4.3. Geçirgenlik.....	25
3.1.4.4. Elektrolit ıslatılabilirliği	26
3.1.4.5. kalınlık.....	27
3.1.4.6. Boyutsal kararlılık	27
3.1.4.7. Isıl küçülme.....	27
3.1.4.8. İyonik iletkenlik	28
3.1.4.9. Mekanik Dayanım	28

3.1.4.10. Kimyasal Kararlılık.....	28
3.2. Ayırıcıların Üretim Yöntemleri	29
3.2.1. Kuru ve yaş yöntem	29
3.2.2. Faz evrilme (Inversion) yöntemi.....	30
3.2.3. Döküm yöntemi	30
3.2.4. Kuru ve yaş serme yöntemi.....	31
3.2.5. Eriyik-üfleme yöntemi.....	31
3.2.6. Elektroeğirme yöntemi	31
3.2.7. Kaplama yöntemi	32
4. HEKZAGONAL BOR NİTRÜR (HBN).....	33
4.1. hBN Eksfoliasyon	36
4.1.1. Mekanik eksfoliasyon.....	36
4.1.2. Çözücü destekli ultrasonikasyon veya sonikasyon	36
4.1.3. Kimyasal eksfoliasyon	37
4.2. Hekzagonal Bor Nitridin Ayırıcılarda Kullanımı	37
5. MATERYAL VE METOD	46
5.1. Kullanılan Malzemeler	46
5.2. hBN Eksfoliasyonu	46
5.3. Kaplama Çözeltisinin Hazırlaması.....	48
5.4. Ayırıcıların Kaplaması	49
5.5. Pillerin Hazırlaması	50
5.5. Numunelerin Karakterizasyonu ve Testler	51
5.5.1. Yapıdaki bağların tayini	51
5.5.2. Mineralojik faz analizi	51
5.5.3. Zeta potansiyel ölçümleri.....	52
5.5.4. Mikroyapının incelenmesi	52
5.5.5. Numunelerin katlanabilir boyutsal kararlılık deneyleri	53
5.5.6. Temas açısı ölçümleri.....	53
5.5.7. Elektrolit alma ve tutma deneyleri	53
5.5.8. Isıl boyutsal kararlılık deneyleri	54
5.5.9. Kalınlık ve ağırlık ölçüm deneyleri.....	54
5.5.10. Elektrokimyasal analizleri.....	54

6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR.....	56
6.1. Kullanılan Mazlemelerin Karakterizasyonu	56
6.2. hBN Eksfoliasyon Numunelerin Karakterizasyonu.....	71
6.2.1. FTIR analiz sonuçları	71
6.2.1.1. SDS ile hazırlanan numunelerin sonuçları.....	71
6.2.1.2. CTAC ile hazırlanan numunelerin sonuçları.....	80
6.2.2. XRD analiz sonuçları	89
6.2.2.1. SDS ile hazırlanan numunelerin sonuçları.....	90
6.2.2.2. CTAC ile hazırlanan numunelerin sonuçları.....	98
6.2.3. Zeta potansiyel ölçüm sonuçları	107
6.2.3.1. SDS ile hazırlanan numunelerin sonuçları.....	107
6.2.3.2. CTAC ile hazırlanan numunelerin sonuçları.....	110
6.2.4. Mikroyapı sonuçları.....	112
6.3. Kaplama Çözeltilerinin Analiz Sonuçları	122
6.4. Ayırıcıların Karakterizasyon Sonuçları.....	124
6.4.1. Ayırıcıların FTIR analiz sonuçları	124
6.4.2. Ayırıcıların mikroyapı analiz sonuçları.....	126
6.4.3. Ayırıcıların katlanabilir boyutsal kararlılık sonuçları.....	130
6.4.4. Ayırıcıların temas açısı analiz sonuçları	136
6.4.5. Ayırıcıların elektrolit alma ve tutma sonuçları.....	140
6.4.6. Ayırıcıların ısı boyutsal kararlılık sonuçları	144
6.4.7. Ayırıcıların kalınlık ve ağırlık sonuçları	149
6.4.8. Ayırıcıların elektrokimyasal analiz sonuçları.....	152
7. GENEL SONUÇLAR.....	173
KAYNAKÇA.....	178
ÖZGEÇMİŞ	

TABLÖLAR DİZİNİ

Sayfa

Tablo 2.1. C oranları ile deşarj süreleri	9
Tablo 2.2. Pillerin adı ve özellikleri	12
Tablo 3.1. Mikroporoz poliolefin ayırıcıların özellikleri	22
Tablo 3.2. Dokusuz ayırıcıların genel özellikleri	23
Tablo 3.3. Seramik kompozit ayırıcı ayırıcıların genel özellikleri	24
Tablo 3.4. Lityum iyon piller için ayırıcıların ideal gereksinimleri	29
Tablo 4.1. hBN fiziksel özellikleri	34
Tablo 5.1. Ticari ayırıcıların özellikleri	46
Tablo 5.2. BNNS içeren numunelerin SDS ile hazırlanma koşulları	47
Tablo 5.3. BNNS içeren numunelerin CTAC ile hazırlanma koşulları	48
Tablo 5.4. Kaplama çözeltilerin hazırlanma koşulları ve kodları	49
Tablo 5.5. Kaplamasız ve kaplama yapılan numunelerin kodları	49
Tablo 6.1. W-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	73
Tablo 6.2. W-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	73
Tablo 6.3. I_50-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	74
Tablo 6.4. I_50-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	75
Tablo 6.5. I_25-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	76
Tablo 6.6. I_25-xS Kodlu Numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	76

Tablo 6.7. E_50-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında	77
Tablo 6.8. E_50-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	77
Tablo 6.9. E_25-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	79
Tablo 6.10. E_25-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	79
Tablo 6.11. W-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	81
Tablo 6.12. W-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	82
Tablo 6.13. I_50-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	83
Tablo 6.14. I_50-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	83
Tablo 6.15. I_25-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	84
Tablo 6.16. I_25-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	85
Tablo 6.17. E_50-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	86
Tablo 6.18. E_50-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	86
Tablo 6.19. E_25-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma	87
Tablo 6.20. E_25-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma	87

Tablo 6.21. W-xS kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	92
Tablo 6.22. I_50-S kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	93
Tablo 6.23. I_25-xS kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	94
Tablo 6.24. E_50-xS kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	97
Tablo 6.25. E_25-xS kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe FWHM ve L_{002} değerleri	98
Tablo 6.26. W-xC kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	100
Tablo 6.27. I_50-xC kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	101
Tablo 6.28. I_25-xC kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	103
Tablo 6.29. E_50-xC kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	104
Tablo 6.30. E_25-xC kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri	106

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1. Dünyanın 2050 yılına kadar enerji ihtiyacının geçmişi, bugünü ve tahmini ...1	
Şekil 1.2. Enerji kaynakları 2	
Şekil 1.3. Enerjiyle ilgili 1900- 2023 yılları arasında CO ₂ emisyonlarındaki toplam artış 3	
Şekil 1.4. 2024 yılı Ekim ayı sonu itibarıyla ülkemiz kurulu gücü kaynaklara göre dağılımı 4	
Şekil 2.1. Yıllara göre “LİP” yayın sayısı 7	
Şekil 2.2. Lityum iyon pilin elamanlarının şematik gösterimi 8	
Şekil 2.3. Lityum iyonunun bir elektrottan diğerine yer değiştirmesinin şematik gösterimi 8	
Şekil 2.4. Farklı katot malzemelerinin özgül kapasiteleri 11	
Şekil 2.5. En yaygın bazı interkalasyon tipi katotların ortalama deşarj potansiyellerinin ve özgül kapasitelerinin yaklaşık aralığı 13	
Şekil 2.6. LiCoO ₂ kristal yapısı 14	
Şekil 2.7. LiMn ₂ O ₄ kristal yapısı 14	
Şekil 2.8. LiNiMnCoO ₂ kristal yapısı 15	
Şekil 2.9. LiNiCoAlO ₂ kristal yapısı 16	
Şekil 2.10. LiFePO ₄ kristal yapısı 17	
Şekil 2.11. Li ₂ TiO ₃ kristal yapısı, (a) β-Li ₂ TiO ₃ , Li tabakalarının LiTi ₂ tabakaları arasında sıkıştırıldığı monoklinik bir yapıya sahiptir, (b) LiTi ₂ tabakalarında, TiO ₆ oktahedraları, lityum atomlarının petek biriminin merkezinde olduğu petek benzeri bir yapı oluşturur 17	
Şekil 3.1. Ayırıcılarda uygulanan bazı kaplama işlemlerinin şematik gösterimleri 32	
Şekil 4.1. hBN yapısı 34	

Şekil 4.2. hBN katmanlı ve BNNS'a ait şematik görüntüler	36
Şekil 4.3. Yıllara göre “hBN ayırıcı” üzerine yayınlanan makale sayısı	38
Şekil 4.4. LİP'in çeşitli bileşenlerindeki hBN'nin potansiyel uygulamalarının ve işlevlerinin şematik gösterimi	38
Şekil 4.5. BNNT ayırıcısının şematiği üretim sürecine, (a) Ticari poliolefin ayırıcı (Celgard-PP), (b) Daldırma kaplama tekniği, (c) Oda sıcaklığında kurutma, (d) Silindirik presleme ve (e) BNNT ayırıcısının son ürünü	41
Şekil 4.6. Karbon kaplı hBN/PVDF kompozit ayırıcının üretimi ve hazırlanması a) Karbon kaplı hBN/PVDF çözeltisinin hazırlanması ve çözelti içindeki yapının şematik gösterimi, b) Karbon kaplı hBN/PVDF kompozit ayırıcının hazırlanması	41
Şekil 4.7. Üç katmanlı BN-karbon ayırıcı	43
Şekil 4.8. 3D yazıcı ile ayırıcının üretim aşamalarını ait görüntüler	44
Şekil 4.9. Çift katmanlı ayırıcıların hazırlanmasının şematik gösterimi	44
Şekil 5.1. Deneysel Akış Şeması a) hBN eksfoliasyonu, b) kaplama çözeltisinin hazırlanması, c) ayırıcıların kaplanması	50
Şekil 5.2. Lityum iyon düğme pil kapatma sırasının şematik gösterimi	51
Şekil 6.1. FTIR analiz sonuçları a) hBN, b) SDS, c)CTAC, d) PVDF, e) İPA, f)ET, g) DMF, h) PP, j)5301, k) GF ve l) WT	63
Şekil 6.2. XRD analiz sonuçları a) hBN, b) SDS, c) PVDF, d) PP, e)3501, f) GF ve g) WT	68
Şekil 6.3. SEM analiz sonuçları a) hBN, b) PP, c)3501, d) GF ve e) WT	71
Şekil 6.4. W-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	73
Şekil 6.5. I_50-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	74
Şekil 6.6. I_25-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	75
Şekil 6.7. E_50-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	77

Şekil 6.8. E_25-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	78
Şekil 6.9. SDS ile yapılan numunelerin B-N-B pikin FWHM değerlerin değişimi	80
Şekil 6.10. W-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	81
Şekil 6.11. I_50-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	83
Şekil 6.12. I_25-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	84
Şekil 6.13. E_50-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	85
Şekil 6.14. E_25-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları	87
Şekil 6.15. CTAC ile yapılan numunelerin B-N-B pikin FWHM değerlerin değişimi	89
Şekil 6.16. a) W-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) W-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	92
Şekil 6.17. a) I_50-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) I_50-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	93
Şekil 6.18. a) I_25-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) I_25-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	94
Şekil 6.19. a) E_50-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) E_50-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	96
Şekil 6.20. a) E_25-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) E_25-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	97
Şekil 6.21. a) W-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) W-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	99
Şekil 6.22. a) I_50-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) I_50-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	101
Şekil 6.23. a) I_25-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) I_25-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	102
Şekil 6.24. a) E_50-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) E_50-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	104

Şekil 6.25. a) E_25-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) E_25-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi	106
Şekil 6.26. SDS ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin 30 gün sonra görüntüleri	108
Şekil 6.27. SDS ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin zeta potansiyel analiz sonuçları	109
Şekil 6.28. SDS ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin pH değerleri	109
Şekil 6.29. CTAC ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin 30 gün sonra görüntüleri	111
Şekil 6.30. CTAC ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin zeta potansiyel analiz sonuçları	111
Şekil 6.31. CTAC ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin pH değerleri	112
Şekil 6.32. W_xS numunelerin mikroyapı görüntüleri	114
Şekil 6.33. I_50-xS numunenin SEM görüntüleri	116
Şekil 6.34. I_25-xS numunenin SEM görüntüleri	118
Şekil 6.35. E_50-xS numunenin SEM görüntüleri	120
Şekil 6.36. E_25-xS numunenin SEM görüntüleri	122
Şekil 6.37. Kaplama çözeltisi hazırlamak için kullanılan malzemelerin FTIR sonuçları	122
Şekil 6.38. Kaplama çözeltilerin FTIR sonuçları	123
Şekil 6.39. PP ve PP/B-xP ayırıcıların FTIR sonuçları	124
Şekil 6.40. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların FTIR sonuçları	125
Şekil 6.41. GF ve GF/B-xP ayırıcıların FTIR sonuçları	125
Şekil 6.42. WT ve WT/B-xP ayırıcıların FTIR sonuçları	126
Şekil 6.43. PP/B-xP ayırıcıların mikroyapı görüntüleri	127
Şekil 6.44. 3501/B-xP ayırıcıların mikroyapı görüntüleri	128

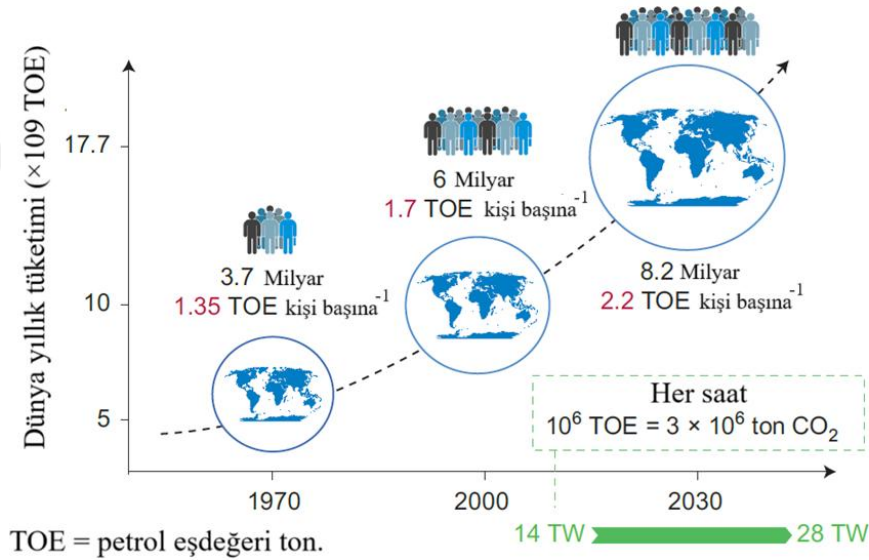
Şekil 6.45. GF/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri	129
Şekil 6.46. WT/B-xP ayırıcıların mikroyapı görüntüleri	130
Şekil 6.47. PP/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri	132
Şekil 6.48. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri	133
Şekil 6.49. GF ve GF/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri	134
Şekil 6.50. WT ve WT/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri	135
Şekil 6.51. PP/B-xP ayırıcıların a) Temas acısı ölçüm sonuçları, b) Elektrolit damlatma görüntüleri, c) Su damlatma görüntüleri	137
Şekil 6.52. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların a) Temas acısı ölçüm sonuçları, b) Elektrolit damlatma görüntüleri, c) Su damlatma görüntüleri	138
Şekil 6.53. GF ve GF/B-xP ayırıcıların a) Temas acısı ölçüm sonuçları, b) Elektrolit damlatma görüntüleri, c) Su damlatma görüntüleri	139
Şekil 6.54. WT ve WT/B-xP ayırıcıların a) Temas acısı ölçüm sonuçları, b) Elektrolit damlatma görüntüleri, c) Su damlatma görüntüleri	140
Şekil 6.55. PP ve PP/B-xP ayırıcıların zamana bağlı olarak % elektrolit alımının değişimi	142
Şekil 6.56. PP ve PP/B-xP ayırıcıların zamana bağlı olarak % elektrolit tutmanın değişimi	142
Şekil 6.57. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların zamana bağlı olarak % elektrolit alımının değişimi	143
Şekil 6.58. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların zamana bağlı olarak % elektrolit tutmanın değişimi	144
Şekil 6.59. PP ve PP/B-xP ayırıcıların 25, 50, 75, 100, 125, 150 ve 200°C'deki ısı kararlılık sonuçları	146
Şekil 6.60. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların 25, 50, 75, 100, 125, 150 ve 200°C'deki ısı kararlılık sonuçları	147

Şekil 6.61. GF ve GF/B-xP ayırıcıların 25, 50, 75, 100, 125, 150 ve 200°C’deki ısıl kararlılık sonuçları	148
Şekil 6.62. WT ve WT/B-xP ayırıcıların 25, 50, 75, 100, 125, 150 ve 200°C’deki ısıl kararlılık sonuçları	149
Şekil 6.63. PP ve PP/B-xP ayırıcıların kalınlık ve ağırlık grafikleri	150
Şekil 6.64. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların kalınlık ve ağırlık grafikleri	151
Şekil 6.65. GF ve GF/B-xP ayırıcıların kalınlık ve ağırlık grafikleri	151
Şekil 6.66. WT ve WT/B-xP ayırıcıların kalınlık ve ağırlık grafikleri	152
Şekil 6.67. PP ve PP/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10’dan 2Cye kadar performans testleri	153
Şekil 6.68. PP ve PP/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında ve 2,75-4,25V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri	154
Şekil 6.69. PP ve PP/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında farklıdeşarj çevrimlerindeki kapasite – potansiyel grafikleri	155
Şekil 6.70. PP ve PP/B-xP kodlu hücrelerin 1C oranında çevrim sayısında bağlı olarakdeşarj kapasite değişimi	156
Şekil 6.71. PP ve PP/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri	157
Şekil 6.72. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10’dan 2Cye kadar performans testleri	158
Şekil 6.73. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında ve 2,75-4,25V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri	159
Şekil 6.74. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında farklıdeşarj çevrimlerindeki kapasite – potansiyel grafikleri	160
Şekil 6.75. 3501 ve 3501/B-xP kodlu hücrelerin 1C oranında çevrim sayısında bağlı olarakdeşarj kapasite değişimi	161
Şekil 6.76. 3501 ve 3501/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri	162

Şekil 6.77. GF ve GF/B-xP ayırıcılar ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10'den 2Cye kadar performans testleri	163
Şekil 6.78. GF ve GF/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında ve 2,75-4,25V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri	164
Şekil 6.79. GF ve GF/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında farklıdeşarj çevrimlerindeki kapasite – potansiyel grafikleri	165
Şekil 6.80. GF ve GF/B-xP kodlu hücrelerin 1C oranında çevrim sayısında bağlı olarakdeşarj kapasite değişimi	166
Şekil 6.81. GF ve GF/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri	167
Şekil 6.82. WT ve WT/B-xP ayırıcılar ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10'den 2Cye kadar performans testleri	168
Şekil 6.83. WT ve WT/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında ve 2,75-4,25V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri	169
Şekil 6.84. WT ve WT/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında farklıdeşarj çevrimlerindeki kapasite – potansiyel grafikleri	170
Şekil 6.85. WT ve WT/B-xP kodlu hücrelerin 1C oranında çevrim sayısında bağlı olarakdeşarj kapasite değişimi	171
Şekil 6.86. WT ve WT/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri	172
Şekil 7.1. Çalışmanın en iyi kaplamalı ve kaplamasız ayırıcıların 1C de 100 çevrim boyunca çevrim sayısına karşıdeşarj kapasitesi grafiği	177

1. GİRİŞ

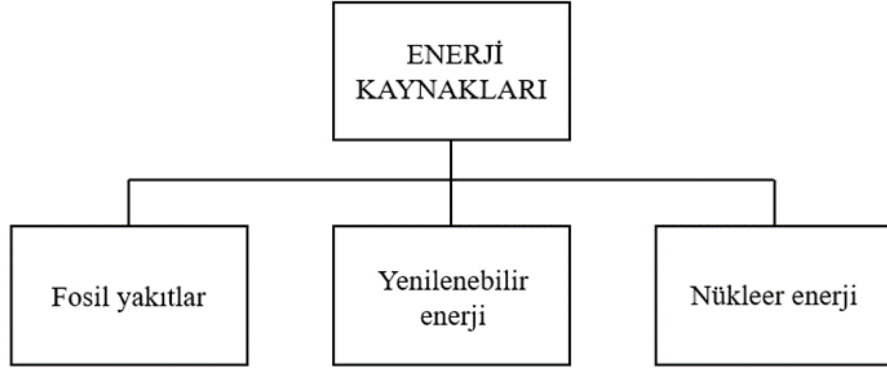
Günümüzde küresel ısınma, enerji üretimi ve enerji depolaması toplumlarda popüler tartışma konularıdır. Dünya nüfusu 2000'den 2024'e yaklaşık %31 oranında artmıştır [1, 2]. Toplumun endüstriyel ve teknolojik gelişimi, küresel enerji ihtiyacı ve talebinde artışa yol açtı ve bunun da önümüzdeki yıllarda ciddi sorunlarına yol açacağı belirtilmektedir. Sürekli artan küresel nüfusun enerji talepleriyle başa çıkmak için, enerji üretimini artırmak gerekmektedir. Giderek artan nüfus sayısı ve insanların değişen yaşam tarzlarıyla birlikte enerji oranı talebi 14 TW'den (2010) 28 TW'ye (2050) iki katına çıkacağını düşünülmektedir (Şekil 1.1) [3]. Küresel enerji tüketiminin özellikle BRICS ülkelerinde (Brezilya, Rusya, Hindistan, Çin ve Güney Afrika) güçlü bir şekilde artmış ve 2023'te küresel enerji tüketiminin %42'sini olarak tespit edilmiştir [3-5]. Her geçen gün artan enerji talebi, özellikle sanayi ve hanelerdeki enerji tüketimindeki yükselişle birlikte küresel ölçekte büyük bir enerji ihtiyacını ortaya çıkarmaktadır.



Şekil 1.1. Dünyanın 2050 yılına kadar enerji ihtiyacının geçmişi, bugünü ve tahmini [3]

Enerji talebini karşılamak için çoğunlukla fosil yakıtlar tercih edilmektedir [6]. Enerji kaynakları fosil yakıtlar, yenilenebilir enerji ve nükleer enerji olarak üç grupta ayrılmaktadır (Şekil 1.2) [7]. Fosil yakıtların ucuz, bol, kolay erişilebilir olması ve yüksek teknoloji gerektirmemesi özellikle gelişmekte olan ekonomiler için daha cazip ve tercih edilir olmalarını sağlamaktadır [8]. Fosil yakıtlar hâlâ dünya enerji pazarına hakimdir ve küçük değişiklikler bile sürdürülebilirlik hedeflerine ulaşmada önemli etkiler yaratabilir.

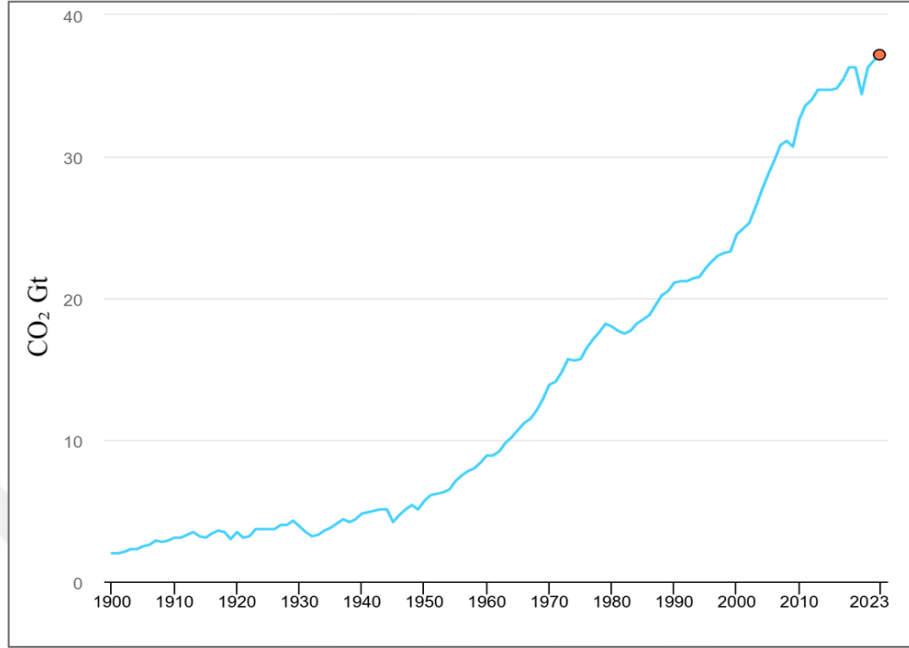
Sürdürülebilir enerji yolunun hâlâ belirsiz olduğunu belirtmiş ve kömür yerine petrolün, enerji talebini karşılamak için nispeten ucuz bir elektrik kaynağı olarak uygun olduğunu vurgulanmıştır. Bu nedenle, fosil yakıtlara büyük ölçüde bağımlı olan gelişmekte olan ülkeler, enerji taleplerini karşılamak için fosil yakıtları birincil enerji kaynağı olarak görmektedir [9].



Şekil 1.2. Enerji kaynakları

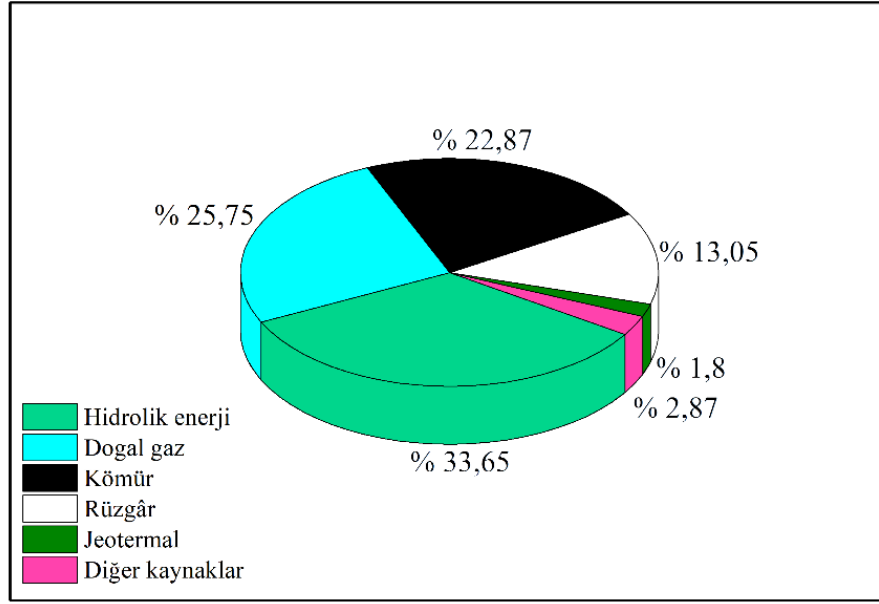
Fosil yakıtlar, küresel enerji ihtiyacının önemli bir kısmını karşılamasına rağmen, hava ve su kirliliği, iklim değişikliği ve çevresel tahribat gibi ciddi sorunlara yol açmaktadır. Fosil yakıtların kullanımı sırasında atmosfere salınan karbondioksit, ciddi çevresel sorunlara yol açmaktadır. Atmosferde biriken karbondioksit miktarındaki artış, küresel düzeyde iklim değişikliği riskini önemli ölçüde artırmaktadır [10]. Bu durum, sürdürülebilir enerji politikalarının gerekliliğini ve yenilenebilir enerji kaynaklarına yönelimin önemini açıkça ortaya koymaktadır [11, 12]. Artan fosil yakıt kullanımı, atmosferde karbondioksit (CO₂) gibi sera gazlarının birikimine neden olmaktadır. Sera gazlarının birikimi, 0,6 °C'lık bir sıcaklık artışıyla bağlantılı olarak küresel ısınmayı tetiklemiştir. Eğer sera gazlarının salınımına neden olan faktörler durdurulmaz veya minimum seviyeye indirgenmezse, gelecekte yüzey sıcaklığının 1,4 °C ile 5,8 °C arasında artacağı öngörülmektedir [13]. Böyle bir senaryoda, kuraklık riski, buzulların erimesi, deniz seviyesinin yükselmesi ve su taşkınları gibi ciddi çevresel etkiler meydana gelebilir. Bu durum, doğal ekosistemler ve tarımsal üretim başta olmak üzere, çok çeşitli olumsuz sonuçlar doğurarak ekolojik ve ekonomik dengeyi tehdit edecektir [14, 15]. Karbondioksit emisyonları küresel iklim değişikliğinin birincil itici gücüdür. 2023 yılında

küresel karbon dioksit (CO₂) emisyonlarının yaklaşık 37 Gt (Gt = 1 milyar ton) ulaştığı tahmin edilmektedir (Şekil 1.3) [16].



Şekil 1.3. Enerjiyle ilgili 1900- 2023 yılları arasında CO₂ emisyonlarındaki toplam artış [16]

Fosil yakıtların sebep olduğu çevresel zararları azaltmak için yenilenebilir enerji kaynaklarına yönelim hız kazanmaktadır [17]. CO₂ emisyonlarını artırmadan veya yalnızca sınırlı fosil yakıt kaynaklarına güvenmeden elde edilmesi gereken enerji artışı, gelişmiş yenilenebilir enerji teknolojilerinin geliştirilmesini küresel bir zorunluluk haline getirmiştir [3]. Yenilenebilir enerji kaynakları, doğada tükenmeyen, sürekli olarak kendini yenileyebilen ve çeşitli şekillerde dönüştürülerek yeniden kullanılabilen enerji türleridir [4]. Yenilenebilir enerji kaynakları rüzgâr enerjisi, jeotermal enerji, hidrolik enerji, biyokütle/biyoenjerji, biyogaz, kentsel atıklar, denizden enerji üretimi, dalga enerjisi, güneş enerjisi sistemleri, fotovoltaik sistemler ve yoğunlaştırılmış güneş enerjisi sistemleri gibidir [18]. Yenilenebilir enerji teknolojilerinin geliştirilmesi ve enerji verimliliği stratejilerinin uygulanması, çevresel sürdürülebilirliği sağlamada önemli bir rol oynamaktadır. Bu kaynakların kullanımı tüm dünyada her geçen gün büyük bir hızla artmaktadır [5, 6]. Ülkemizde enerji tedarikine ait dağılım Şekil 1.4'tedir. Gün gittikçe yenilebilir enerji kaynaklar kullanımı artmaktadır. 2024 yılı ekim ayı sonu itibarıyla ülkemiz yenilebilir enerji kaynağı kurulu gücü 114.599 MW'a ulaşmıştır [19].



Şekil 1.4. 2024 yılı Ekim ayı sonu itibarıyla ülkemiz kurulu gücü kaynaklara göre dağılımı [19]

Enerji kaynaklarını en iyi şekilde kullanmak için iyi enerji depolama sistemlerine ihtiyaç vardır. Enerji yoğunluğunun yanı sıra dikkate alınması gereken diğer önemli seçim parametrelerini, örneğin çevrim başına sermaye maliyeti, ölçeklenebilirlik, güvenlik, kullanım kolaylığı ve bakım maliyetidir [3]. Sera gazı emisyonlarını azaltma potansiyeli ve petrol kaynaklarına olan bağımlılığı azaltma hedefi nedeniyle, elektrikli araçların (EV) kullanımı artmaktadır. Bununla birlikte, bu araçların geniş ölçekte ticarileştirilmesinin önündeki en büyük engel, enerji depolama teknolojilerinin sınırlamalarıdır [20]. Enerji depolama için kimyasal enerji, mekaniksel enerji, ısı enerjisi ve elektriksel enerji depolama yöntemleri gibi farklı yöntemler kullanılmaktadır [21]. Yenilenebilir enerji elektrokimyasal depolama ile depolanabilmektedir. Piyasada birçok farklı pil türü vardır ve bunların çoğu daha fazla araştırma ve geliştirmeye ihtiyaç duymaktadır [22]. Piller şarj edilmeyen (alkalin piller, çinko piller, gümüş oksit, lityum piller) ve şarj edilebilir (Lityum İyon, Lityum Polimer (Li-Po), Nikel-Kadmiyum (Ni-Cd), Nikel-Metal Hidrit (Ni-Mh) ve Kurşun Asit) piller olarak ikiye ayrılmaktadır [23]. Elektrokimyasal enerji depolaması her türlü şarj edilebilir pilleri kapsar. Piller, aktif maddelerinde bulunan kimyasal enerjiyi elektrokimyasal oksidasyon-redüksiyon ters reaksiyonu ile elektrik enerjisine dönüştürür. Günümüzde piller, geniş uygulama yelpazesi için birçok boyutta üretilmektedir [24]

Elde edilen enerjiyi depolamak için yüksek güç yoğunluğu, uzun ömür, nispeten yavaş deşarj oranı ve uygun maliyetli şarj edilebilir pil teknolojisinin bir çözümüdür [25], [26]. Dünya enerji kaynaklarını daha verimli kullanmaya çalışırken pil teknolojisini geliştirmek önceliklidir. Son yılda günlük kullanıma hızla giren şarj edilebilir piller sahip olduğu özellikleriyle dizüstü bilgisayarlar, cep telefonları, elektrikli araçlar, hibrit elektrikli araçlar, yenilenebilir güç istasyonları gibi pek çok yerde kullanılabilmektedir [27]. 1970'lere kadar birincil piller (gümüş oksit, karbon çinko, alkali manganez ve birincil lityum hücreleri gibi) baskın olsa da kurşun-asit ve nikel-kadmiyum (Ni-Cd) gibi ikincil piller sonunda onların yerini aldı. Bununla birlikte, tipik olarak küçük boyutlu ikincil bir pil olan Ni-Cd, taşınabilir cihazlar için güç kaynağı olarak düşük enerji yoğunluğu ve çevresel sorunlar gibi birkaç dezavantaja sahiptir. Ni-Cd performansında önemli bir iyileştirme yapıldı, ancak enerji yoğunluğu 1980'lerin sonuna doğru bir sınıra ulaştı. Ni-Cd sisteminin seçenek olmadığı anlaşıldığından 1985'te ikincil pillerin geliştirilmesine başlandı. Sony ilk kez 1991'de lityum iyon ikincil pil (LIP) geliştirmeyi başardı [28]. Teknolojik yükseltme, geleneksel hücre tasarımının optimizasyonu ve alternatif elektrot kimyalarının kullanılması, enerji yoğunluğunu artırmak için şu ana kadar çok araştırılan konulardandır [29]. Hücre teknolojisindeki iyileştirmelerin yanı sıra, geliştirilmiş performanslara sahip yeni anot, katot ve elektrolit malzemelerin geliştirilmesi son zamanlarda artmıştır. 2000'li yıllarda başlamış olan bu teknoloji, henüz gelişimi tamamlamamıştır [30]. Li iyon pillerin, enerji yoğunluğu ve güç yoğunluğu bakımından alternatiflerine kıyasla üstün özellikler sunması, elektrikli araçlar için ideal bir seçenek olmalarını sağlamaktadır. Bu pillerin aynı enerji depolama kapasitesine sahip diğer şarj edilebilir pillere göre daha hafif ve kompakt olması, araç tasarımı ve performansını olumlu yönde etkilemektedir. Günümüzde hibrit araçlarda yaygın olarak kullanılan nikel-metal hidrit (NiMH) pillerin yerini, on yıl içinde Li iyon pillerin alması beklenmektedir [31]. Öngörülere göre, 2030 yılı itibarıyla hibrit araçların %70'i ve tüm elektrikli araçların %100'ü Li iyon pillerle çalışacağı öngörülmektedir [32]. Elektronik cihazlardan kaynaklanan yüksek talep, elektrikli araç pillerinin maliyetlerinin düşmesine ve teknoloji deneyim eğrisinin hızlanmasına katkı sağlayacaktır. Sonuç olarak, Li iyon pil teknolojisindeki gelişmeler, elektrikli araç sektörünün büyümesi ve çevresel sürdürülebilirliğe katkı sağlaması açısından kritik bir role sahiptir [33].

2. LİTYUM İYON PİLLER

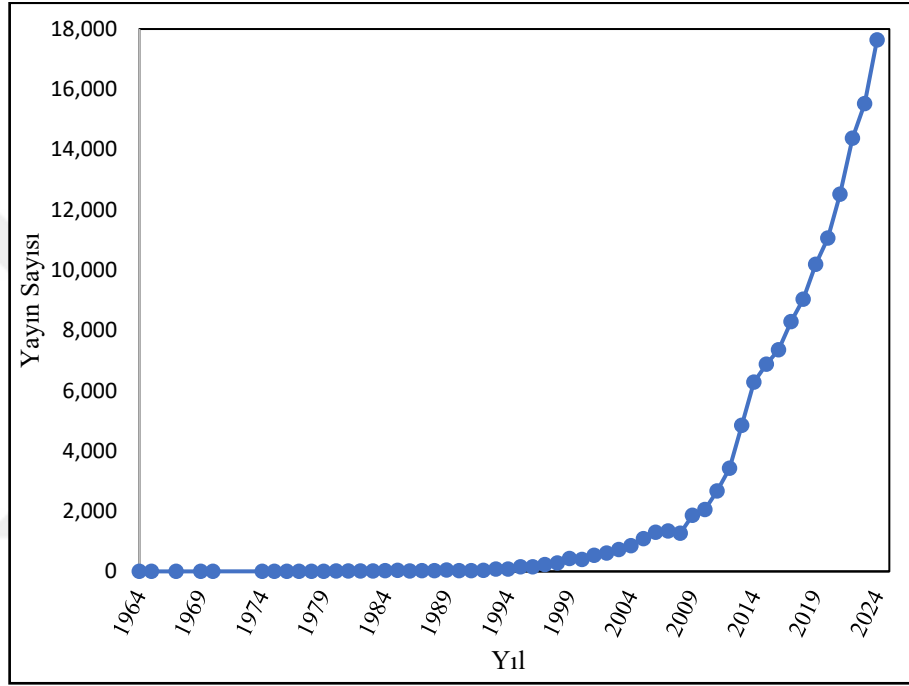
Geleneksel pillerle karşılaştırıldığında, Li iyon piller elektronik ürünlerin geliştirilmesinde küçük boyutları, hafiflikleri, yüksek çalışma voltajları, yüksek enerji yoğunlukları, iyi çevrim performansları, hafıza etkisinin olmaması ve çevre dostu olmaları nedeniyle önemli bir yer almaktadır [34]. Li iyon piller taşınabilir elektrokimyasal enerji depolamanın ilk tercih kaynağı olduğundan, maliyetlerini ve performanslarını iyileştirmek uygulamalarını büyük ölçüde genişletebilir ve enerji depolamaya bağlı yeni teknolojilere olanak sağlayabilir [35].

Birçok şarj edilebilir enerji depolama aygıtı arasında, LİP'ler şarj edilebilirliği, hafiflik, yüksek esneklik ve çevresel olumsuz etkinsin azlığı nedeniyle yenilenebilir kaynakları ve yüksek güç uygulamalarını entegre etmek için umut vadeden enerji kaynaklarıdır [36]. Lityum iyon pil, yüksek enerji depolama kapasiteleri, düşük iç direnç ve %90'ın üzerinde verimliliğe sahip olmalarından dolayı kullanımları yaygınlaşmaktadır [21]. Lityum iyon pillerinin avantajları, uzun ömürlü olması, çalışma sıcaklık aralığının genişliği, bakımı gerektirmemesi, hızlı şarjı olması ve uzun süre şarj koruyabilmesi, yüksek enerji yoğunluğu, verimliliği ve hafıza etkisinin olmamasıdır. Lityum iyon pillerinin dezavantajları ise daha pahalı olması, yüksek sıcaklıklarda bozulması, aşırı şarjın pilin kapasitesi azaltması ve ısıl bozulma ve silindirik tasarımdan kaynaklanan problemlerdir [37, 38]. Lityum iyon piller gümüş-çinko, nikel-çinko, nikel-hidrojen gibi diğer ikincil pillerle karşılaştırılabilir [39]. Lityum pillerin çoğu şarj edilemez. Kimyasal açıdan lityum pillerde saf metalik lityum kullanılır. LİP'ler ise çok daha kararlı olan lityum bileşiklerinden yapılır.

Şarj edilebilir lityum iyon pillerin çekici özellikleri, dizüstü bilgisayarlar, cep telefonları, elektrikli araçlar, hibrit elektrikli araçlar, yenilenebilir enerji santralleri, sabit enerji depolama sistemleri, savunma cephanelikleri, yeraltı keşifleri, ısıl reaktörler ve uzay araçları gibi geniş bir uygulama yelpazesinde kullanılmalarını teşvik etmektedir. Günümüzde, LİP'ler, 1991'de Sony tarafından geliştirilen ilk ticari LİP'lere kıyasla iki kat daha fazla enerji yoğunluğuna sahiptir [40, 41]. LİP'lere olan talep büyümeye devam etmektedir. Pazar talebi ve teknolojik gelişmelere dayanarak, 2030 yılına kadar küresel LİP pazarının 116,6 milyar ABD dolarına ulaşacağı tahmin edilmektedir [30, 42].

LİP'ler, yüksek enerji yoğunluğuna sahip olmalarına rağmen, yüksek ve düşük sıcaklıklarda yüksek güç yoğunluğu ve verimli performans sağlamak için hâlâ çözülmesi

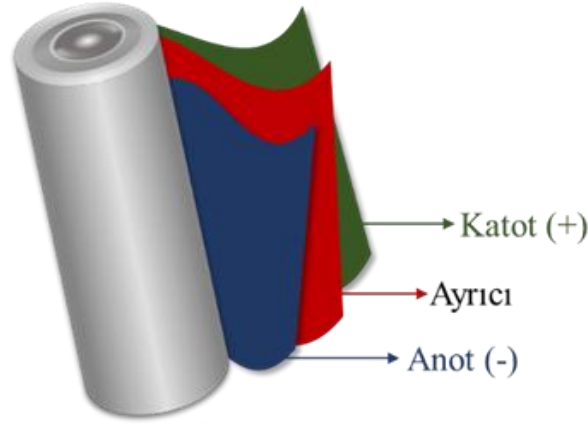
gereken önemli zorluklarla karşı karşıyadır. Bu sorunlar, güvenlik endişeleri, maliyetler ve enerji ile güç yoğunluklarının artırılması gibi faktörlerdir. Bu sebeplerle, yeni nesil LİP'lerin geliştirilmesi sürecinde, mevcut zorlukları aşmak amacıyla yapılan araştırmalar giderek artmaktadır. Araştırmacılar, daha güvenli, maliyet etkin ve performansı yüksek lityum iyon Piller üretmeye yönelik çözümler geliştirmek için farklı teknolojiler ve malzemeler üzerinde yoğun çalışmalar yürütmektedirler [43]. Aralık 2024'te Scopus ile yapılan taramada LİP için araştırmaların yıllara göre artışı bulunmuştur (Şekil 2.1).



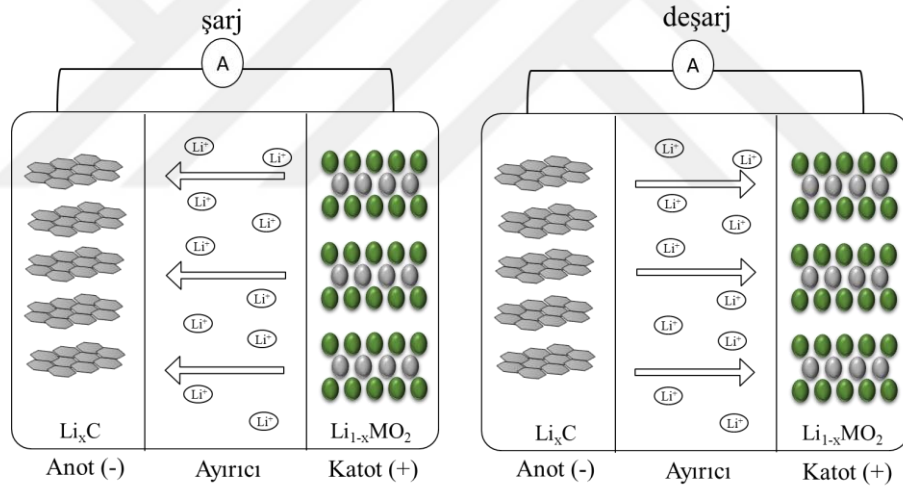
Şekil 2.1. Yıllara göre “LİP” yayın sayısı

Lityum iyon piller diğer pil tiplerine benzer şekilde, pil hücreleri dört ana bileşenden oluşur: katot, anot, elektrolit ve ayırıcı (Şekil 2.2) [44]. Bir lityum iyon hücresinde meydana gelen elektrokimyasal işlem Şekil 2.3'te şematik olarak gösterilmiştir. Lityum iyon pillerinde elektrot malzemelerinin seçimi, toplumsal, ekonomik ve teknik faktörler doğrultusunda çeşitli kriterlere dayanır. Bu kriterler arasında malzemenin doğada bulunma oranı, diğer endüstriyel uygulamalarla rekabet edebilirliği, işlenebilirliği, kullanımı ve geri dönüşüm açısından çevre dostu olması ile düşük maliyetli olması yer alır. Teknolojik açıdan ise, elektrot malzemelerinde aranan en önemli özellikler, istenilen elektrokimyasal potansiyele ve yüksek enerji depolama kapasitesine sahip olmalarıdır. Bu bağlamda, kristal yapı, elektrot malzemesinin

elektrokimyasal potansiyelini ve enerji depolama kapasitesini belirlemede kritik bir rol oynar [45].



Şekil 2.2. Lityum iyon pilin elamanlarının şematik gösterimi



Şekil 2.3. Lityum iyonunun bir elektrottan diğerine yer değiştirmesinin şematik gösterimi

Pil, kimyasal enerjiyi elektrik enerjisine dönüştüren bir cihazdır. Bir pilde depolanabilen enerji miktarı, pilin kapasitesi ile ifade edilir. C oranı, farklı koşullar altında bir lityum iyon pilin akım değerini şarj/deşarj süresini belirlemek için kullanılan bir birimdir. Kapasite, pilin tam şarjlı bir durumdan son voltaja kadar belirli bir deşarj akımında deşarj edilmesi durumunda mevcut olan toplam Amper saattir. Kapasite, deşarj akımının (Amper cinsinden) deşarj süresiyle (saat cinsinden) çarpılmasıyla hesaplanır ve

artan deşarj akımıyla azalır. C oranının hesaplanması herhangi bir pil kullanıcısı için önemlidir ve çıkış akımını, gücü ve enerjiyi kullanarak Eşitlik 2.1 ile hesaplanır:

$$C = I/E \quad (2.1)$$

E = Ah cinsinden depolanan nominal enerji, I = A cinsinden şarj/deşarj akımı, C = Pilin C oranı

t = Şarj/deşarj süresi Eşitlik 2.2 hesaplanır.

$$t = E / I \quad (2.2)$$

Deşarj akımı ve şarj akımı genellikle C oranı olarak ifade edilir. Bir pilin kapasitesi 1 C olarak derecelendirilir bu 1 Ah olarak derecelendirilmiş tam şarjlı bir pilin bir saat boyunca 1A sağladığı anlamına gelir. 1 saatlik deşarj için gereken akım 1C, 2 saatlik deşarj C/2 veya 0,5C ve 10 saatlik deşarj C/10 veya 0,1C olarak tanımlanır. Tablo 2.1.'de farklı C oranları için deşarj sürelerini göstermektedir.

Tablo 2.1. C oranları ile Şarj/deşarj süreleri [46]

C oranı	süre
5C	12 dk
2C	30 dk
1C	1 saat
0,5 C veya C/2	2 saat
0,2 C veya C/5	5 saat
0,1C veya C/10	10 saat
0,05 C veya C/20	20 saat

Farklı C oranlarına sahip pilleri boşaltmak farklı kapasite ölçümleri verecektir. Nominal kapasitenin belirlendiği C oranından daha yüksek bir boşaltma akımı, pil tamamen boşalmadan önce pilden daha düşük kapasitenin çıkarılmasıyla sonuçlanacaktır. Örneğin, 100 Ah nominal kapasiteye sahip bir pil (10 saatlik bir boşaltma için C10 kapasitesi), 10 A akımla (C/10 oranı) boşaltıldığında pili tamamen boşaltmak için 10 saat sürecektir. Ancak, aynı pil iki katı akımla (20 A) boşaltılırsa, dahili kayıplar nedeniyle boşaltma süresi beklenen 5 saat değil, daha kısa bir süre olacaktır. Aynısı ve tam tersi de

geçerlidir. Nominal kapasitenin belirlendiği orandan daha düşük C oranlarıyla boşaltıldığında, kapasite artacaktır [47–50].

Özgül kapasite (specific capacity) terimi bir elektrodun performansını tanımlamak için kullanılır (Eşitlik 2.3). Pilde özgül kapasite malzemenin gram başına iletebileceği elektrik yükü miktarına (mAh) olarak tanımlar. LİP’de elektrik yükün taşıyıcısı katottur.

$$\text{Özgül kapasite (C/g veya mAhg}^{-1}\text{)} = Q/M \quad (2.3)$$

Q: Toplam yük

M: Aktif malzemenin kütlesi

Bir katot malzemesinde lityum atomlarının sayısı ve kristal yapısındaki yeri önemlidir. Dolayısıyla farklı katot malzemelerinin özgül kapasite değerleri de değişmektedir (Şekil 2.4) [51].

Aktif malzeme: Anot ya da katot elektrotlarında Li iyonlarını barındıran ve pilin teorik kapasitesini doğrudan belirleyen malzemedir.

Teorik kapasite: Bir aktif malzemenin teorik kapasitesi (C_{th}) elektrokimyasal reaksiyonda teorik olarak üretilen elektronların mol başına yük olup Eşitlik 2.4 ile gösterilir.

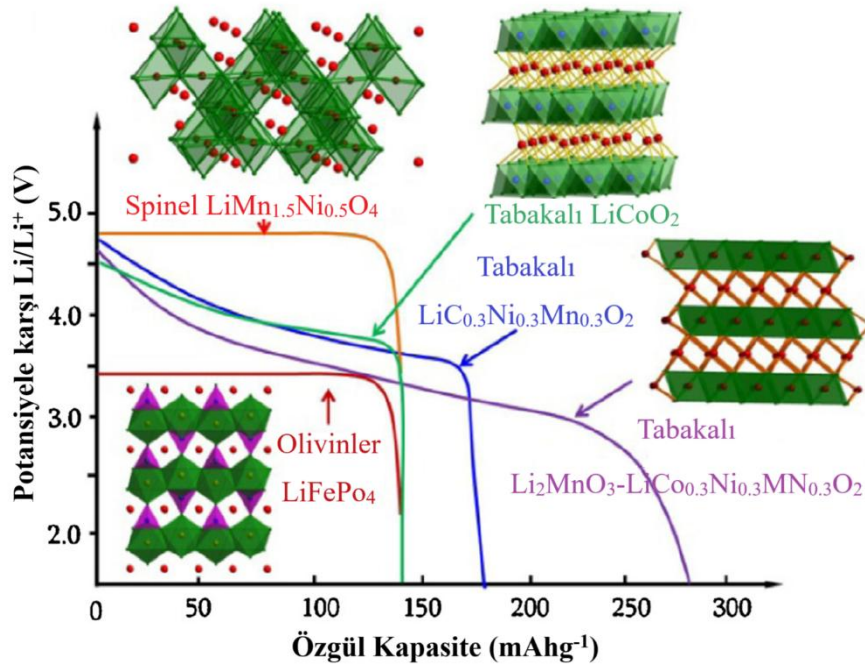
$$C_{th} = \frac{n.F}{3,6 M} \quad (2.4)$$

Burada n formül birimi başına barındırılan lityum iyonlarının sayısıdır, F Faraday sabiti (96,48 C/mol yada 26,8 A.h) ve M ise aktif malzemenin molekül ağırlığını ifade etmektedir. Teorik kapasite değeri genellikle mAhg⁻¹ cinsinden gösterildiği için M değeri 3,6 ile çarpılmaktadır.

Enerji Yoğunluğu: Aktif malzeme miktarı başına depolanan enerji miktarına denir. Eşitlik 2.5 ile ifade edilen enerji yoğunluğu genellikle (Wh/kg) ile gösterilir.

$$\text{Enerji yoğunluğu (Wh/kg)} = \text{kapasite (Ah/kg)} \times \text{Voltaj (V)} \quad (2.5)$$

Günümüzde Li iyon piller üzerine yapılan çalışmaların genel amacı teorik kapasiteye en yakın ve yüksek voltaj değerlerinde çalışabilen piller geliştirmektir. Bu da enerji yoğunluğunun artırılması anlamına gelmektedir.



Şekil 2.4. Farklı katot malzemelerinin özgül kapasiteleri [51]

Katot: Bir lityum iyon pildeki tüm aktif lityum iyonlarının ana kaynağıdır. Bu nedenle, yüksek enerji kapasitesi sağlamak için, bu malzeme yapıldığı haliyle büyük miktarda lityum içerebilmelidir. Dahası, katot malzemeleri, uzun çevrim ömrü, yüksek kulomb verimliliği ve düşük maliyetli sentez, yüksek lityum iyon difüzyonu ve yüksek enerji verimliliğini sağlamak için iyi elektronik iletkenliğe sahip ucuz reaktiflerden hazırlanan elektrolitte çözünmeyen lityumu, çok az yapısal değişiklikle geri dönüşümlü olarak değiştirmelidir [44].

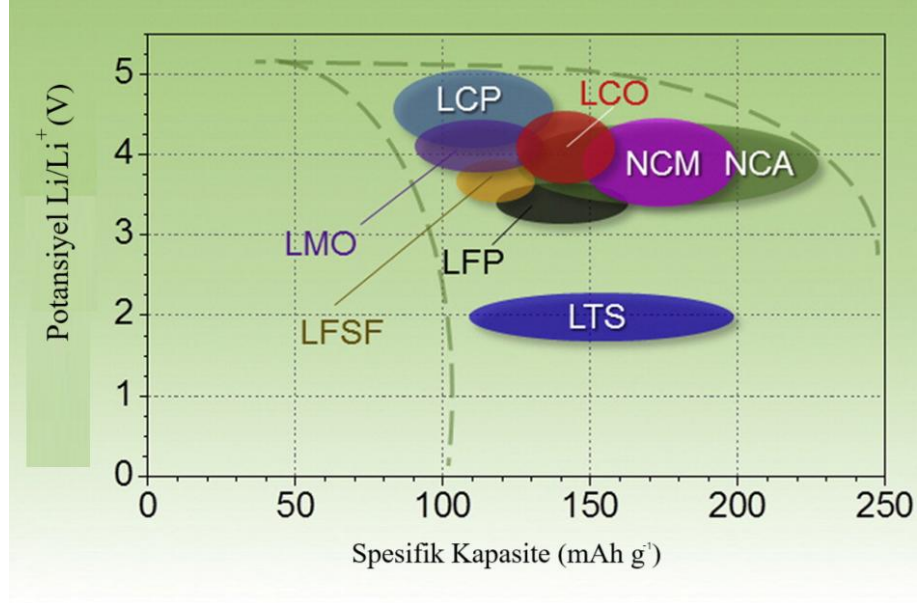
Katot, elektrokimyasal oksidasyon reaksiyonu meydana geldiğinde hücrenin şarjı sırasında elektronları ve Li iyonlarını serbest bırakır. Deşarj sırasında, elektrokimyasal sistem tersine çevrilebilir ise, bu elektrotta genel bir ters işlemle bir elektrokimyasal indirgeme reaksiyonu meydana gelir [52, 53].

Literatürde birçok farklı katot malzemesi kullanılmıştır. Bunlar olivin tipi (LiMPO_4 ($\text{M}=\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Co}, \text{Mn}$)), katmanlı tip (LiCoO_2) ve spinel tipi ($\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$)'dir [45]. Spinel ve olivin tipi elektrotlar yüksek enerji yoğunlukları, katmanlı tip elektrotlar ise uzun çevrim ömrü nedeniyle kullanılmaktadırlar [54, 55].

Lityum iyon piller daha çok katot malzemelerinin adına göre adlandırılmaktadır. lityum kobalt oksit (LiCoO_2) – LCO, lityum mangan oksit (LiMn_2O_4) – LMO, lityum nikel mangan kobalt oksit (LiNiMnCoO_2) – LNMC, lityum nikel kobalt alüminyum oksit (LiNiCoAlO_2) – LNCA, lityum demir fosfat (LiFePO_4) - LFP, katot olmamasına rağmen anot olarak kullanılan lityum titanat (Li_2TiO_3) - LTO pil ismi olarak kullanılmaktadır [56]. Tablo 2.2’de lityum iyon pillerin türleri ve özellikleri özetlenmiştir [57, 58]. En yaygın bazı interkalasyon tipi katotların ortalama deşarj potansiyellerinin ve özgül kapasitelerinin yaklaşık aralığı Şekil 2.5’de verilmiştir [59].

Tablo 2.2. Pillerin adı ve özellikleri [57, 58]

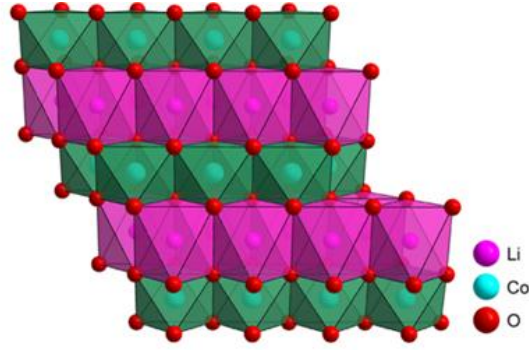
Pil adı / özellikler	LCO	LNMC	LNCA	LFP	LTO
Katot	LCO	LNMC	NCA	LFP	LNMC
Anot	Grafit	Grafit	Grafit	Grafit	LTO
Voltaajlar	3.04-2V	2,7-4,2V	3,0–4,2 V	2.5-3.65V	1,8–2,85 V
Spesifik enerji (kapasite)	150-200Wh/kg	150-220Wh/kg	200-260Wh/kg; 300Wh/kg	90-120Wh/kg	50–80Wh/kg
Şarj (C oranı)	0,7-1C, 4,2V'a kadar şarj olur.	0,7-1C, 4,2V'a kadar şarj edilir.	0,7C, 4,20V'a kadar şarj olur.	0,7-1C, 3,65V'a kadar şarj edilir.	1C; maksimum 5C, 2,85V'a kadar şarj edilir.
Deşarj (C oranı)	1C, 2,5V kesme. 1C'nin üzerindeki deşarj akımı pil ömrünü kısaltır.	Bazı hücrelerde 1C, 5C mümkündür. 2,5V kesme	Tipik 1C; 3,00V kesme; yüksek deşarj oranı pil ömrünü kısaltır	1C, 25C bazı hücrelerde kesinti (2V'dan düşük hasara neden olur)	10C mümkün, 30C 5s darbe; LCO/LTO'da 1,80V kesme
Çevrim ömrü	500-1000, deşarj derinliğine,	1000-2000, deşarj derinliği	500 deşarj derinliğine	1000-2000, deşarj derinliği	3,000–7,000
Isıl kaçak	150°C. Tam şarj termal kaçağı teşvik eder.	Tipik olarak 210°C. Yüksek şarj termal kaçağı teşvik eder	Tipik olarak 150°C, Yüksek şarj termal kaçağı teşvik eder	270°C. Tam şarjlı olsa bile çok güvenli pil	En güvenli Li iyon pillerden biri



Şekil 2.5. En yaygın bazı interkalasyon tipi katotların ortalama deşarj potansiyellerinin ve özgül kapasitelerinin yaklaşık aralığı [59]

Lityum Kobalt Oksit (LiCoO_2) – LCO

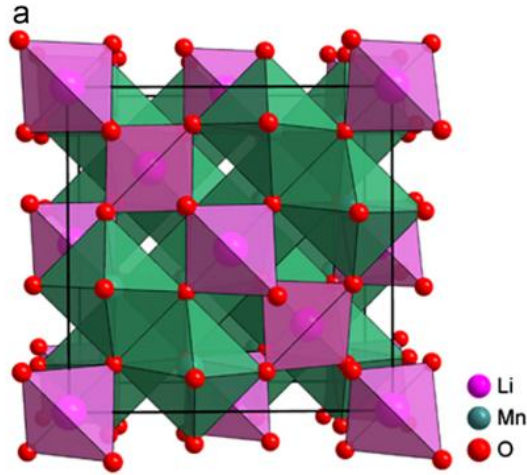
Lityum kobalt oksit, 1991 yılında Sony'nin ürünleriyle ticari olarak başarılı bir şekilde piyasaya sürülen ilk lityum iyon pil katot malzemesi olarak kullanılmıştır [60]. Kübik sıkı paketlenmiş kaya tozu yapısındadır. LCO kristal yapısı Şekil 2.6'dadır [61]. Lityum tamamen çıkarıldığında, yapı CoO_2 'de altıgen sıkı paketlenmiş bir düzene dönüşür. LCO, yaklaşık 155 mAh/g kapasite ve 3,9 V nominal voltaj sunarak, iyi elektriksel performans gerektiren uygulamalar için cazip bir seçenek olmuştur [62]. Tesla Roadster'in batarya paketlerinde yaygın olarak kullanılmıştır. Malzemenin avantajları arasında kolay hazırlanabilirliği ve işleme değişkenliklerine karşı dayanıklılığı bulunmaktadır [60]. Ancak, kobalt kaynaklarının sınırlı olması nedeniyle maliyeti yüksektir bundan dolayı elektrikli araçlar gibi büyük ölçekli uygulamalarda kullanımını zorlaştırmaktadır [63].



Şekil 2.6. LiCoO_2 kristal yapısı [61]

Lityum Mangan Oksit (LiMn_2O_4) – LMO

LMO, spinel yapıdadır (Şekil 2.7) [61, 64]. Doğada bol miktarda mangan element bulunması nedeniyle maliyeti düşüktür ve çevreyle uyumludur. Bu nedenle, LMO ticari olarak da kullanılan bir katot malzemesidir [44]. LMO, ortam sıcaklığında iyi oran kapasitesine ve mükemmel çevrim ömrüne sahip olsa da kapasitesi düşüktür ($100\text{-}120\text{ mAhg}^{-1}$) ve yüksek sıcaklıklarda elektrolitte mangan çözünmesi nedeniyle kapasite kaybının yaşandığı belirtilmektedir [65–67].

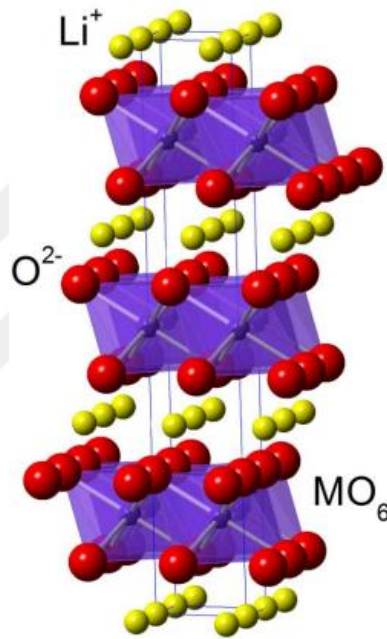


Şekil 2.7. LiMn_2O_4 kristal yapısı [61]

Lityum Nikel Mangan Kobalt Oksit (LiNiMnCoO_2) – LNMC veya NMC

En yaygın ticari LNMC malzemeleri arasında $\text{LiNi}_{0,33}\text{Mn}_{0,33}\text{Co}_{0,33}\text{O}_2$, $\text{LiNi}_{0,5}\text{Mn}_{0,3}\text{Co}_{0,2}\text{O}_2$ ve $\text{LiNi}_{0,42}\text{Mn}_{0,42}\text{Co}_{0,16}\text{O}_2$ bulunmaktadır (Şekil 2.8) [68]. LNMC,

LCO ile benzer bir yapıya sahiptir ve karşılaştırılabilir performans sunar, ancak daha düşük hammadde maliyetleri ve kötüye kullanım sırasında geliştirilmiş ısıl kararlılık gibi avantajlar sağlar. Özellikle NMC, 4,8-2,0V arasında 200 mAh/g'yi aşan bir ilk deşarj kapasitesi ve aynı pencere içinde benzer bir şarj edilebilir kapasite sağlar. Ancak, ısıl kararlılığı daha az elverişlidir. Ayrıca, üretim sürecindeki bileşen karıştırma karmaşıklığı, yanlış işlem yapılması durumunda doğrudan pil performansını etkileyebilir [69–71]. 2008'den beri farklı metal kombinasyonları ile benzer şekilde NMC (NCM, CMN, CNM, MNC, MCN) kullanılmaktadır [58].

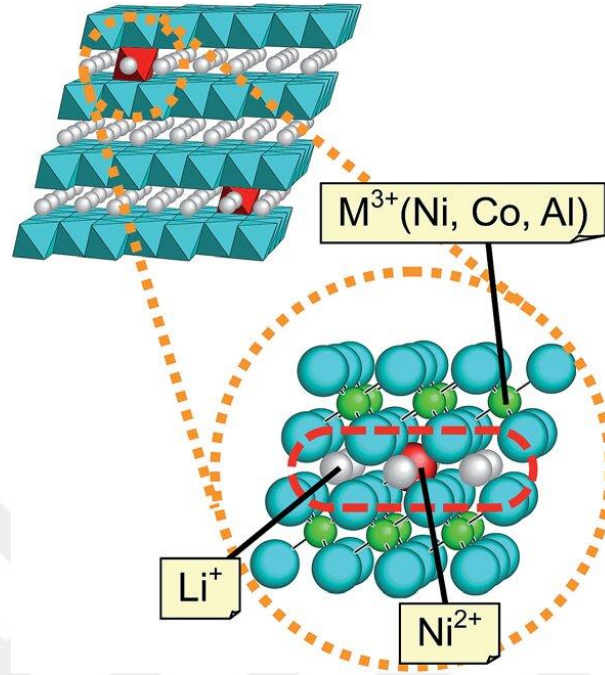


Şekil 2.8. LiNiMnCoO_2 kristal yapısı [68]

Lityum Nikel Kobalt Alüminyum Oksit (LiNiCoAlO_2) – LNCA veya NCA

LNCA, 1999'dan beri özel uygulamalar için kullanılmaktadır. Yüksek özgül enerji, makul derecede iyi özgül güç ve uzun bir kullanım ömrü sunarak NMC ile benzer performans ve özellikler gösterir. Ancak bozulma davranışları farklıdır [58]. LNCA parçacıkları daha yüksek iç mekanik gerilmeler yaşayabilirken, yüzeyler ikincil faz kaplama etkisiyle korunur. Bu özellikler LNCA'ya sağlam yüzeyler kazandırır ancak iç gerilme kaynaklı parçacık kırılmasına uğrayabilir [72]. NCA, lityum nikel oksidin daha

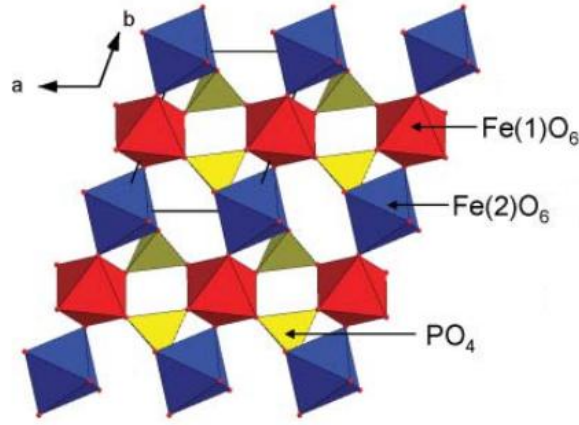
da geliştirilmiş halidir; alüminyum eklemek ısıl stabilitesi kazandırır, kristal yapısı Şekil 2.9'dedir [73, 74].



Şekil 2.9. LiNiCoAlO_2 kristal yapısı [73]

Lityum Demir Fosfat (LiFePO_4) — LFP

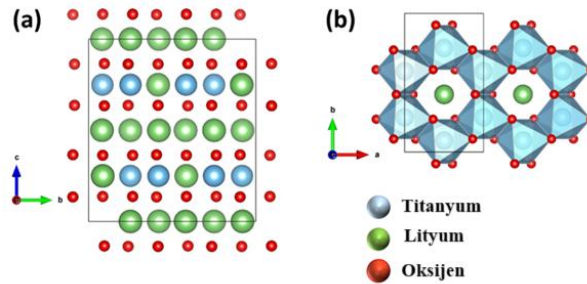
LFP, fosfatların katot malzemesi olarak kullanılması sayesinde LCO ve LMO gibi diğer katot malzemelerine göre daha güvenlidir. Fosfatlar, aşırı şarj veya kısa devre durumlarında son derece kararlı olup yüksek sıcaklıklarda bile bozulmadan dayanabilir. Isıl kaçak eğilimi göstermemeleri ve yanmama özellikleri, -30°C ile $+60^\circ\text{C}$ çalışma sıcaklığı ve -50°C ile $+60^\circ\text{C}$ depolama sıcaklık aralığını kullanılabilir [44, 75]. LFP olivin kristal yapısına sahiptir Şekil 2.10'da verilmiştir [76]. Bu yapı deşarj işlemi sırasında kristal kafes deformasyonunu en aza indirir, malzeme yapısını kararlı ve güvenli hale getirir ve pilin çevrim ömrünü önemli ölçüde uzatır. Ayrıca, oksidasyon ve asidik ortam direnci yüksektir, elektrolit seçenekleri artar ve pil performansı optimize edilebilir. LFP, toksik değildir, diğer katot malzemelerine göre daha düşük maliyetlidir ve demir ve fosfatın bol bulunması nedeniyle büyük ölçekte üretilir. Hücreler, yaklaşık 160 mAhg^{-1} özgül kapasite ve ortalama 3,40 V sunar [77].



Şekil 2.10. LiFePO_4 kristal yapısı [76]

Lityum Titanat (Li_2TiO_3) – LTO

LTO anot olarak kullanmasın rağmen pillerin isimlendirilmesinde LTO pil olarak kullanılmaktadır ve 1980'lerden beri bilinmektedir. Lityum titanat, tipik bir lityum iyon pilin anodundaki grafitin yerini alır. LTO spinel yapıdadır (Şekil 2.11) [78]. LTO anodlu pillerin katodu, lityum mangan oksit veya NMC olabilir. Lityum titanatın nominal hücre voltajı 2,40V'dur, hızlı şarj edilebilir ve 10°C veya nominal kapasitenin 10 katı yüksek bir deşarj akımı sağlar. Çevrim sayısının normal bir Li iyondan daha yüksek olduğu söylenmektedir. Lityum titanat güvenlidir, mükemmel düşük sıcaklık deşarj özelliklerine sahiptir ve -30°C'de %80 kapasiteye sahiptir. Yüksek sıcaklıklarda ısı kararlılık özelliği diğer Li iyon sistemlerinden de daha iyidir; ancak pil pahalıdır. Lityum titanat 2,80V'da hücreye şarj olur ve deşarjın sonu 1,80V'tur. Tipik kullanım alanları elektrikli güç aktarma organları, UPS ve güneş enerjili sokak aydınlatmalarıdır [58].



Şekil 2.11. Li_2TiO_3 kristal yapısı, (a) $\beta\text{-Li}_2\text{TiO}_3$, Li tabakalarının LiTi_2 tabakaları arasında sıkıştırıldığı monoklinik bir yapıya sahiptir, (b) LiTi_2 tabakalarında, TiO_6 oktahedraları, lityum atomlarının petek biriminin merkezinde olduğu petek benzeri bir yapı oluşturur [78]

Anot: Negatif elektrot olarak da bilinen bu elektrot tabakalı yapılara sahip malzemelerdendir. Anot şarj sırasında ve aynı zamanda bir elektrokimyasal indirgeme reaksiyonu yaşarken elektronları ve Li iyonlarını kabul eder. Deşarj sırasında, elektrokimyasal işlem tersine çevrilebilir ise bu reaksiyonların tersi gerçekleşir. LİP'ler için düşünülen en eski anot malzemesi lityum metalidir. Ancak, reaksiyon süreci sırasında lityum dendritleri oluşabilir ve bu da ticarileştirilmesini sınırlamıştır. Lityum metal anotun yerini grafit almıştır. Grafit, 372 mAh g^{-1} teorik özgül kapasitesiyle kararlı ve güvenli olmasına rağmen, yüksek enerji yoğunluğu gereksinimini karşılayamaz. Bu nedenle, farklı alternatif anot malzemeler: Lityum, grafit, karbon nano tüp, grafen, lityum titanat (Li_2TiO_3), $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$, silisyum (Si), kalay (Sn), antimon (Sb), gümüş (Ag), alüminyum (Al), ve magnezyum (Mg) metalleri ve alaşımları, manyetit (Fe_3O_4), pirit (FeS_2) ve pirolüzit (MnO_2) kalay sülfür (SnS), molibden disülfür (MoS_2), demir disülfür (FeS_2) ve kobalt sülfür (CoS_2), çinko oksalat (ZnC_2O_4), kobalt oksalat (CoC_2O_4), mangan oksalat (MnC_2O_4), nikel oksalat (NiC_2O_4) ve demir oksalat (FeC_2O_4), titanyum karbür ($\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$), CoSe, FeSe₂ ve NiSe₂ gibi MXeneler ve selenidler, $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}$ titanyum niobatlar (TiNb_2O_7 ve $\text{Ti}_2\text{Nb}_{10}\text{O}_{29}$) kullanılmaktadır [34, 54, 79].

Elektrolit: Elektrolitler genel olarak, iyonik iletkenlik kazandırmak için tuzlar (LiPF_6 , LiBF_4 , LiClO_4 , LiAsF_6 , LiSO_3CF_3 , $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{C}_2\text{F}_5)_2$), asitler veya alkalilerin su veya başka bir çözelti içerisinde çözündürülmesiyle oluşur. Hücre içerisinde pozitif elektrot ve negatif elektrot arasında iyonik olarak yük aktarımı için ortam sağlarlar. Li iyon pillerde sıvı elektrolitler, jel elektrolitler, polimer elektrolitler ve seramik elektrolitler kullanılmaktadır. Bazı pillerde, hücrenin çalışma sıcaklığına bağlı olarak iyonik iletken katı elektrolitler veya jel tipi polimer elektrolitler de kullanılır [80]. Elektrolitler yüksek iyonik iletkenliğe, yüksek kimyasal kararlılığa sahip olmalı, güvenli, uygun maliyetli ve elektrokimyasal indirgeme ve oksidasyona dayanıklı olmalıdır [81]. LİP'nin çalışma sıcaklığı (-20 ila $+60^\circ\text{C}$) dikkate alındığında, çözücünün düşük erime noktasına, yüksek kaynama noktasına ve düşük buhar basıncına sahip olması gerekir. En yaygın uygulamalarda etilen karbonat (EC) (yüksek dielektrik sabiti ve viskoziteye sahip) ve dimetil karbonat (DMC) (düşük dielektrik sabiti ve viskoziteye sahip) karışımı kullanılır. Elektrolit olarak lityum hekzaflorofosfatın (LiPF_6) etilen karbonat (EC), dimetil karbonat (DMC) ve etil metil karbonat (EMC) içeren çözücü karışımlarında çözünebilmektedir dolayısıyla çözücüler çalışma potansiyeli göre seçilmelidir. Geleneksel sıvı elektrolitlerin yüksek yanıcılığı, çevre ve insan sağlığı için tehlikesi gibi

dezavantajları olduđu belirtilmiřtir. Bu nedenle özücü içermeyen katı elektrolit kullanılması için arařtırmalar yapılmaktadır [54].

Ayırıcı: LİP'lerin önemli bir bileřenidir. İki elektrot arasında fiziksel bir bariyeri görevi görerek elektriksel teması önler. Birbirine baėlı gözenekli bir yapı sahiptir. İyonik iletim için gözenekler aracılığıyla řarj ve deřarj sırasında iyon tařınmasını saėlar. Elektriksel olarak yalıtkandır [82]. Ayırıcı iyon tařınmasında önemli bir role sahip olduėundan, LİP performansını, çevrim ömrünü ve güvenliėi etkiler. Ayırıcının temel işlevleri pillerin içindeki elektrokimyasal reaksiyona doğrudan dahil olmayan ancak dahili kısa devreleri önlemek için elektrotlar arasındaki teması engelleyen, sıvı elektrolitleri depolayan, řarj-deřarj işlemleri sırasında iyonların verimli bir şekilde aktarılmasını saėlayan ve yüksek sıcaklıklarda LİP'lerin sürdürülebilirliėi için kullanılan en önemli pil bileřenlerindendir [39, 56, 83].

3. LİP'LER İÇİN AYIRICILAR

Pil bileşenlerinden biri ayırıcıdır. Ayırıcıların birinci görev iyon taşımayı sağlamak ve elektrotların teması engellemektir. Anot ve katot temasının oluşması sonucu dahili kısa devre oluşumuna neden ayırıcının arızalanmasıdır [84–86]. Lityum iyon ayırıcılar tek katmalı, çok katmalı, seramik katkı ve çok fonksiyonlu olarak kullanılmaktadır. Piller, birçok farklı şekil ve boyutlar üretilir, örneğin, düğme şeklinde, levha, prizmatik (dikdörtgen) veya silindir şeklindedir [87]. Pil bileşenleri üretilen pilin şekline göre tasarlanır. Pil şekilli farklı olsa da ayırıcılar levha şeklinde kullanılır. Ayırıcılarda kullanılan malzemeler organik (selülozik kâğıt, polimerler, kumaşlar vd.), inorganik (asbest, cam yünü, SiO₂ vd.) ve doğal malzemelerden oluşur [88]. Bu malzemeler katmanlı, kalıplanmış, dokusuz, mikroporoz, bağlanmış ve dokunmuş ayırıcılar şeklindedir [89, 90]. Ayırıcılarda kullanılan polimer malzemeler, polipropilen (PP) [37], [91–96], polietilen (PE) [97–99], polivinil alkol (PVA) [100], poliakrilonitril (PAN) [56], poli (vinylidene fluoride-hexafluoropropylene (PVDF-HFP=PVH) [101], polikaprolakton (PCL) [102] 'dır.

3.1. Ayırıcı Türleri ve Özellikleri

Piller için ayırıcılar, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre birçok türe ayrılabilir [103]. Son yıllarda, ayırıcı ve elektroliti birleştiren katı ve jel elektrolitler popüler hale gelmiştir. Ayırıcılar genellikle mikroporoz polimer filmler, dokusuz kumaşlar, seramik kompozitlerden yapılır. Alkali pillerde mikroporoz polimer levhalar veya yüzey işlemi yapılmış selülozlar, lityum iyon pillerde ise organik elektrolitlerle kullanılan mikroporoz filmler tercih edilmektedir. Ayırıcıların farklı şekilde üretilmeleri ve sahip oldukları gözeneklilik, gözenek boyutu dağılımı, kalınlık, elektrolit afinitesi ve mekanik özellikler gibi yapısal özellikleri farklılık gösterir [104, 105].

3.1.1. Mikroporoz polimer ayırıcılar

Mikroporoz ayırıcılar ticari lityum iyon pillerde yaygın olarak kullanılan yüksek performanslı ayırıcılardır. Mikroporoz polimer ayırıcılar polietilen (PE), polipropilen (PP), poli(tetrafloroetilen) (PTFE), poli(vinil klorür) (PVC) gibi polimer filmler ve lastik, asbest, odun gibi doğal malzemelerden üretilirler [89]. Mikroporoz poliolefinler tek tabakalı PP, PE veya üç katmanlı (PP/PE/PP) yapı halinde kullanılmaktadır [106]. Poliolefinler ayırıcılar genellikle (PE) [97–99] veya (PP) [37, 91–96] malzemelerden yapılır ve yaklaşık %40-%50 gözenekliliğe sahip olup, ortalama gözenek boyutları 50-

100 Å arasında değişmektedir. PE ve PP ayırıcılarının kalınlıkları 18-25 µm, iyonik dirençleri ise 1,5-2,5 Ω cm²'dir. Ayrıca, bu ayırıcılar yüksek mekanik dayanım, elektrokimyasal stabiliteye sahiptir [107]. Ayırıcılar ise güvenlik sağlamak için kullanılır; sıcaklık 130 °C'ye yaklaştığında PE katmanı erir ve iyon taşınımını durdurur, ancak PP katmanı 160 °C'ye kadar stabil kalır [88]. Poliolefin ayırıcıların düşük elektrolit emilimi, yüzey hidrofobisitesi, zayıf ıslanabilirlik, düşük gözeneklilik [37, 108, 109] ve düşük erime noktalarına sahip olmaları (PE için ~135 C ve PP için ~165 C erime noktaları) daha da geliştirilmesini lüzumlu kılmaktadır [110–113]. Yüksek çalışma sıcaklığında poliolefin ayırıcılarda önemli bir boyutsal kararsızlık gözlemlenmiştir [114, 115]. Bazı mikroporoz poliolefin ayırıcıların genel özellikleri Tablo 3.1'de verilmiştir [116, 117].

Tablo 3.1. Mikroporoz poliolefin ayırıcıların özellikleri [88]

Üretici	Ürün adı	Malzemeler	Üretimi	Kalınlık (μm)	Gözeneklilik (%)
Celgard	Celgard 2730	Tek katmanlı PE	Kuru	20	43
Asahi Kasei	Hipore	Tek katmanlı PE	Islak	16	41
Asahi Kasei	Hipore	Tek katmanlı PE	Islak	25	40
Ton	Setela	Tek katmanlı PE	Islak	25	41
DSM	Solupur	Tek katmanlı PE	Islak	28	
Celgard	Celgard 2400	Tek katlı PP	Kuru	25	41
Celgard	Celgard 2500	Tek katlı PP	Kuru	25	55
Celgard	Celgard A273	Tek katlı PP	Kuru	16	40
Celgard	Celgard 3400/3401	Yüzey aktif madde kaplı PP	Kuru	25	41
Celgard	Celgard 3500/3501	Yüzey aktif madde kaplı PP	Kuru	25	55
Celgard	Celgard 2340	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	38	45
Celgard	Celgard 2325	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	25	39
Celgard	Celgard 2320	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	20	39
Celgard	Celgard C500	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	25	35
Celgard	Celgard C480	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	21.5	50
Celgard	Celgard C300	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	20	36
Celgard	Celgard C250	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	18	35
Celgard	Celgard C200	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	17	35
Celgard	Celgard C212	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	16	35
Celgard	Celgard M825	Üç katmanlı PP/PE/PP	Kuru	16	39

3.1.2. Dokusuz ayırıcılar

Dokusuz ayırıcılar farklı uzunluktaki liflerin kimyasal, mekanik veya ısı yoluyla bir araya getirerek üretilirler. Dokusuz ayırıcılar açık gözenekli, elektrolit afinite yüksek, yüksek ısıl stabiliteye sahip olup çeşitli polimer matriks ve seramik malzemelerden üretilirler. Dokusuz ayırıcılar yönlendirilmiş veya rastgele düzenlenmiş liflerden yapılan, yaş ve kuru döşeme, erime üfleme, elektrospinning yöntemleriyle üretilen lifli malzemelerdir. Selüloz bazlı, flor içeren polimerikler, polivinil alkol (PVA), poliakrilonitril (PAN), polietilen tereftalat (PET), poliimid (PI), polieterimid (PEI), naylon 6,6, polieter eter keton (PEEK), polimetilmetakrilat (PMMA), polibenzimidazol (PBI), poli(para-fenilen benzobisoksazol), poli (m -fenileneizothalamid) (PMIA), polifenilen sülfür, polifenilen oksit, polisülfon ve polilaktid gibi çeşitli malzemeler ile dokusuz ayırıcılar elde edilir (Tablo 3.2) [88]. Bu ayırıcılar, yüksek poroziteye (yaklaşık %80), mükemmel ısıl stabiliteye (200°C'ye kadar) ve büyük bir elektrolit afinitesine sahiptir [52].

Tablo 3.2. Dokusuz ayırıcıların genel özellikleri [88]

Ayırıcı malzeme	Kalınlık (μm)	Gözeneklilik (%)
Selüloz/PVDF	27	65
Selüloz/PSA	40	66
Selüloz/PDA	40	62
Selüloz / Al ₂ O ₃	30	74
Selüloz/ SiO ₂	–	75
Selüloz/Halloysit	30	83
PTFE/PDA/ SiO ₂	–	56
PVDF/PDA	–	85
PVDF/Selüloz	49	60
PVDF/ SiO ₂	83	85
PVDF / Sb ₂ O ₃	42	72
PVDF/Montmorillonit	58	84
PVDF/Zeolit/PMMA/	–	80
PAN/PSA	20	87
PAN/PDA	50	83
PAN/ SiO ₂	–	72
PI/PEO	80	90
PI/ SiO ₂	20	90
PEI/PVDF	35	64
Florlu PEEK	25	88

3.1.3. Seramik kompozit ayırıcılar

Seramik kompozit ayırıcılar inorganik partiküllerden yapılır ve bu partiküller, küçük miktarda polimerik bağlayıcı ile üretilir ya da diğer ayırıcılar üzerine kaplanabilir. Çeşitli seramik ayırıcılar, CaCO_3 , Al_2O_3 , SiO_2 , MgAl_2O_4 , LiAlO_2 , boehmit, ZrO_2 [118, 119] cam elyaf ve hidroksiapatit gibi malzemeleri içerir (Tablo 3.3) [52, 88]. Seramik kompozit ayırıcılar yüksek gözenekli, büyük yüzey alanlı lifli yapılardan oluşur. Hidrofilik özellikleri sayesinde organik elektrolitlerle kullanıldığında yüksek dielektrik sabite sahiptirler [120]. Bu ayırıcılar ayrıca yüksek sıcaklıkta (200°C 'ye kadar) bile boyutsal kararlıdır. Seramik kompozit ayırıcılar kabul edilebilir performans göstermelerine rağmen zayıf mekanik özellikleri ve düşük iyonik iletkenlikleri başlıca dezavantajlarıdır [88].

Tablo 3.3. Seramik kompozit ayırıcı ayırıcıların genel özellikleri [88]

Ayırıcı malzeme	Kalınlık (μm)	Gözeneklilik (%)
Al_2O_3 destekli kâğıt	48	56
Cam elyaf/PVDF/ TiO_2	65	58
Cam elyaf/PI	46	49
Hidroksiapatit/selüloz lifleri	56	81

3.1.4. Ayırıcıların özellikleri

Li iyon pil ayırıcısının performansı, gözeneklilik, gözenek boyutu ve dağılımı, geçirgenlik, kimyasal kararlılık, iyonik iletkenlik, elektrolit alımı ve elektrolit ıslatabilirlik, kalınlık, boyutsal kararlılık, mekanik dayanım, termal ve kimyasal kararlılık gibi çeşitli faktörler tarafından belirlenir. LİP'lerde kullanılan ayırıcıların özellikleri Tablo 3.4'te verilmiştir [52]. Belirli bir pil ve uygulama için en uygun ayırıcı çeşitli parametrelerin sağlanmasıyla belirlenir. Piyasadaki her ayırıcının niteliklerini, teknik özelliklerle karşılaştırmak ve bu gereksinimleri en iyi karşılayıcıyı seçmek gerekir. Farklı tipteki pillerde kullanılan ayırıcılar çok çeşitli nitelikleri ve gereksinimleri karşılamalıdır [89].

3.1.4.1. Gözeneklilik

Gözeneklilik, iyon iletkenlik ve elektrolitin ayırıcı içinde depolanabilmesi için önemli bir parametredir. Tipik olarak Li iyon pil ayırıcıların gözenekliliği %40-%60 arasında değişmektedir [52, 121]. Ayırıcıların düşük gözenekli pilin iç direncini artırarak daha az elektrolit tutulmasına sebep olur [122]. Yüksek gözeneklilik termal kararlılığı ve

mekanik özellikleri düşmesine ve pilin yüksek sıcaklık performansını ve ömrünü daha da etkileyecektir. Gözenek miktarı ve dağılımı civalı porozimetri cihazı ile belirlenebilir [52].

Ayırıcının gözenekliliği, Eşitlik 3.1’te verilen boşluk hacminin görünen geometrik hacme oranı olarak da açıklanmaktadır. Pratik olarak, ayırıcıların gözenekliliği Eşitlik 3.2 kullanılarak da hesaplanabilmektedir.

$$gözeneklilik(\%) = \left[\frac{\frac{\text{numune ağırlığı}}{\text{numune hacmi}}}{\text{polimerin yoğunluğu}} \right] \times 100 \quad (3.1)$$

$$gözeneklilik(\%) = \frac{W-W_0}{\rho_L V_0} \times 100 \quad (3.2)$$

Burada, W ve W₀ ayırıcının sıvı elektrolite daldırılmadan önceki ve sonraki ağırlıklarıdır, ρ_L sıvı elektrolitin yoğunluğudur ve V₀ ayırıcının hacmidir [123].

3.1.4.2. Gözenek boyutu ve dağılımı

Pilde, daha iyi performans ve düzgün akım dağılımı için gözenek boyutu ve dağılımı önemlidir. Gözeneklerin boyutu, elektrotlarda kullanılan malzemelerin parçacık boyutundan daha küçük olmalıdır. Ayırıcının mikrometreden daha küçük gözenek boyutuna sahip olması tercih edilir [124]. Ayırıcıların gözeneklilik, iyon taşımada bir ağ sağlamak için önemlidir, düşük kıvrımlılık ise iyonların ayırıcıdan minimum dirençle geçebilmesini sağlar. Bu da iyonik iletkenliği ve genel pil performansını artırır [89]. Gözenekli yapı boyunca düzgün bir akım dağılımı ve yüksek elektrolit tutulması sağlayarak dendritik lityum büyümesini baskılar [114, 121]. Ayırıcının işlevselliği ve pilin çevrim performansı açısından önemi nedeniyle ayırıcılar birbirine bağlı gözenekli yapıya sahip olacak şekilde tasarlanabilir [52].

3.1.4.3. Geçirgenlik

Pillerin iç direncini etkileyen geçirgenlik bir diğer ayırıcı özelliğidir. Genellikle, elektrolit ile doldurulmuş ayırıcının ve basit elektrolitin direnç oranı değeri ile ifade edilen MacMullin sayısı ile açıklanır [52]. MacMullin sayısı bir pil ayırıcısının içinde bulunduğu elektrolit çözeltisi üzerindeki etkisini tanımlayan önemli bir niceliktir. MacMullin sayısı, N_M, bir elektrolit ile ıslatılmış ayırıcının iletkenliğinin elektrolit çözeltisinin iletkenliğine kıyasla ne kadar azaldığını söyler. Yani, 10'luk bir MacMullin sayısı elektrolit çözeltisinin iletkenliği 10 mScm⁻¹ ise, elektrolit ıslatılmış ayırıcının etkin

iletkenliği 1 mScm^{-1} 'dir veya elektrolite kıyasla 10 kat azalır. MacMullin sayısı üç faktörden etkilenir: gözeneklilik, kıvrımlılık (gözenek boyutuna, gözenek boyutu dağılımına ve gözenekler arası bağlantıya bağlıdır) ve elektrolit-ayırıcı malzeme arayüzünün termodinamiği. Seçilen fiziksel model bağlamında, bilimsel literatürde MacMullin sayısını (N_M) hem gözeneklilikle hem de kıvrımlılıkla bağlayan çeşitli formüller bulunmaktadır. Genel olarak Eşitlik 3.3 ile ifade edilmektedir.

$$N_M = \frac{\sigma_{\text{elektrolit}}}{\sigma_{\text{ayırıcı}}} \quad (3.3)$$

$\sigma_{\text{elektrolit}}$ saf elektrolitin iyonik iletkenliği, $\sigma_{\text{ayırıcı}}$ elektrolit ile doldurulmuş ayırıcının iyonik iletkenliği.

MacMullin sayısı, havanın ayırıcıdan sabit basınç altında geçmesi için gereken süre olarak ölçülen Gurley sayısı ile ifade edilen hava geçirgenliği ile orantılıdır. Gurley sayısı sabit bir hava basıncı ($0,46 \text{ kg/cm}^2$) altında 100 cm^3 havanın ayırıcıdan geçmesi için geçen süreyi (s) ölçer [125]. Gurley sayısı ayırıcının gaz geçirgenliği hakkında bilgi verir bu da gözeneklilik ve kıvrımlılık ile ilgilidir. Gurley sayısı ne kadar düşükse, ayırıcının gözenekliliği o kadar yüksek ve kıvrımlılık o kadar düşüktür. MacMullin sayısı, Gurley sayısı ile doğru orantılıdır. Daha düşük Gurley sayısı, ayırıcının daha yüksek gözenekliliğini ifade eder. Ayırıcının gözenekliliği ve kalınlığı sabitlenmişse, Gurley numarası aynı zamanda ayırıcının kıvrımlılığını da belirlemektedir. Ayırıcının tek tip geçirgenliği, akımın eşit olmayan dağılımını, dendrit oluşumunu önler ve LİP'lerin uzun çevrim performanslarını garanti eder. LİP'ler için Gurley ayırıcı sayısı $0,025 \text{ s.}\mu\text{m}^{-1}$ 'den az olmalıdır [114, 121, 126].

3.1.4.4. Elektrolit ıslatılabilirliği

Pillerinin içindeki iyonun etkili bir şekilde taşınması ayırıcının elektrolit absorpsiyonuna bağlıdır. Elektrolit ıslatılabilirliği genellikle temas açısı ölçümü, sıvı emilim oranı ve sıvı tutma oranı ile karakterize edilir. Ayırıcı, yeterli miktarda elektroliti emmeli ve şarj-deşarj işlemi sırasında emilen elektroliti tutmalıdır. Yüksek elektrolit ıslatılabilirliği, iyonik direnci azaltarak pilin çalışmasını iyileştirmektedir. Ayırıcının elektrolit ıslatılabilirliği, ayırıcıda kullanılan malzemenin tipine, gözenekliliğe, gözenek boyutuna ve kıvrımlılığa bağlıdır [52, 114] Elektrolit ıslatılabilirliği ve tutma, sırasıyla Eşitlik 3.4 ve Eşitlik 3.5 kullanılarak hesaplanır.

$$elektrolit\ alımı(\%) = \frac{W_{islak} - W_{kuru}}{W_{kuru}} \times 100 \quad (3.4)$$

$$elektrolit\ tutma(\%) = \frac{W_{islak} - W_{kuru}}{W_{islak}} \times 100 \quad (3.5)$$

Burada W_{kuru} sıvı elektrolite daldırılmadan önceki ayırıcı ağırlığı ve W_{islak} ıslatılmış ayırıcının ağırlığıdır [123].

3.1.4.5. kalınlık

Ayırıcının kalınlığı, güvenlik ve elektrokimyasal performanslar açısından önemli bir rol oynar. Lityum iyon hücre poliolefin ayırıcıları çoğu mikro gözenekli ayırıcının kalınlığı 20-25 μm 'nin arasında değişir [127] diğer ayırıcı türleri 200 μm ve üstü olabilmektedir. Ayırıcı verimli elektrokimyasal performans için yüksek iyonik iletkenlik sağlarken, dendritinin büyümesinin penetrasyonuna karşı dayanması ve montaj işlemleri sırasında basıncı taşıması için minimum kalınlığa sahip olmalıdır. Ayırıcılar tüm yüzeyleri boyunca homojen kalınlıkta olmalıdırlar. Kalınlık homojenliği tutarlı bir performans sağlar ve iyon taşınmasına karşı dirençteki değişiklikleri önler [89]. Çok ince ayırıcı mekanik mukavemeti etkiler ve lityum dendritleri tarafından kolayca delinir ve akım arttıkça ayırıcı da kırılabilir [52, 114, 128, 129].

3.1.4.6. Boyutsal kararlılık

Ayırıcı, yerleştirilirken ve sıvı elektrolit ile doldurulurken kıvrılmamalı veya eğilmemelidir. Bu durumlar pilin montaj işlemi sırasında elektrotlarla yanlış dizilimlere ve pilin çalışmamasına neden olur [52, 114]. Boyutsal kararlık ayırıcıları çeşitli sıcaklıklarda ısıtılarak veya yanma testine tabi tutularak tespit edilmektedir.

3.1.4.7. Isıl küçülme

Isıl kararlılık, ısıl büzülme ve ısıl kaçak, LİP'lerin yüksek hızlı ve uzun çevrimli çalışma sırasında sıklıkla karşılaştığı önemli bir sorundur [89]. Ayırıcı, şarj ve deşarj çevrimleri sırasında genleşme ve büzülme gibi mekanik gerilme altında yapısal bütünlüklerini korumalıdır. Boyutsal kararlılığa sahip bir ayırıcı pilin ömrü boyunca tutarlı performans sağlar [89]. Sıcaklık artışı ile ayırıcının ısıl olarak küçülmesi hücre içinde ciddi sorunlara neden olur. Belirli bir noktada, ayırıcılar yeterince küçülür veya ergir ise kısa devreler ortaya çıkarır, bu da ısıl kaçak ve patlamaya neden olur [130]. Ayırıcıların iyi ısıl kararlılığı pilin aşırı ısınmasını ve patlamasını önleyebilir. LİP'ler için

ayırıcının ısı küçülmesi 100 °C’de 1 saat sonra ısı küçülme % 5’ten küçük olmalıdır. Isı küçülme Eşitlik 3.6 ile hesaplanabilir [52].

$$\text{ısı küçülme}(\%) = \frac{D_i - D_f}{D_i} \times 100 \quad (3.6)$$

D_i ve D_f , ayırıcının sırasıyla ısıtmadan önceki sıcaklıkta ve ısıtmadan sonraki sıcaklıktaki alanlarıdır.

3.1.4.8. İyonik iletkenlik

Eğer ayırıcı kendisi bir miktar iyonik iletkenliğe sahipse, pilin içinde iyonik taşınma mümkündür. Ama ayırıcıların çoğu iyonik iletken değildir sıvı elektrolit ile doldurulmadıkça herhangi bir iyonik iletkenlik göstermezler. Yüksek iyonik iletkenlik, iyonların elektrotlar arasında hareketini kolaylaştırmak, iç direnci azaltmak ve pil verimliliğini optimize etmek için gereklidir [89]. LİP’lerde farklı uygulamalar için tamamen ıslatılmış ayırıcıların iyonik iletkenliği 10^{-3} ile 10^{-1} Scm^{-1} aralığındadır [124]. Ayırıcının iyonik iletkenliği Eşitlik 3.7 kullanılarak hesaplanır.

$$\sigma = \frac{l}{R_b A} \quad (3.7)$$

σ iyonik iletkenlik (S.cm^{-1}), R_b elektrolitin direnci, l ayırıcının kalınlığını ve A ayırıcının alanıdır [52, 131].

3.1.4.9. Mekanik Dayanım

Mekanik dayanım, ayırıcının iyonik iletkenliği ile ters orantılıdır. Mekanik dayanım ne kadar yüksekse iyonik iletkenlik o kadar küçük olacaktır [89]. Ayırıcının minimum gereksinimi, montaj işlemi sırasında kuvvete dayanması için 25 μm kalınlık için 1000 kg.cm^{-2} veya 98,06 MPa’dır [52].

3.1.4.10. Kimyasal Kararlılık

Ayırıcılar şarj deşarj işlemi sırasında yüksek bir kimyasal kararlılığa sahip olmalı ve pillerin işlevini etkileyecek kirlilikler üretmemelidir. Ayırıcının kimyasal kararlılığı, korozyon direncinin ölçülmesi ve elektrolitin içine belirli bir süre daldırıldığında genleşme ve büzülme oranının ölçülmesiyle değerlendirilir [123]. Piller kimyasal olarak zorlu ortamlarda çalışır ve ayırıcılar elektrolit, safsızlıklar ve elektrot arayüzlerindeki reaktanlar ve ürünlerle etkileşimlerden kaynaklanan bozulmaya karşı dayanıklı olmalıdır. Uzun vadeli pil performansı için kimyasal kararlılık çok önemlidir. Ayırıcıların kimyasal

kararlılığı iki elektrot arasında kolloidal veya çözünür parçacıkların taşınımını önlemede etkilidir [89].

Tablo 3.4. *Lityum iyon piller için ayırıcıların ideal gereksinimleri [52]*

Parametreler	Değer
Gözeneklilik (%)	40-60
Gözenek boyutu(μm)	<1
Geçirgenlik (Gurley sayısı) ($\text{s} \cdot \mu\text{m}^{-1}$)	0,025
Kalınlık (μm)	20-25
Isıl kararlılık	90°C'de 60 dakika sonra <%5 büzülme
Mekanik dayanım (MPa)	98,06
Isıl küçülme	1 saat sonra 100°C'de <%5
İyonik iletkenlik (S cm^{-1})	10^{-3} - 10^{-1}

3.2. Ayırıcıların Üretim Yöntemleri

Ayırıcı olarak uygun malzemeler arasında doğal ve sentetik polimerler, inorganik malzemeler vb. bulunur. Ayırıcı hazırlamada yaş ve kuru yöntem, faz evrilme yöntemi [132], döküm yöntemi [133], yaş ve kuru serme yöntemi [134, 135] veya eriyik ve üfleme yöntemi [104], elektro eğirme tekniği [97], magnetron püskürtme yöntemi [136] veya kaplama [37] kullanılmıştır [137].

3.2.1. Kuru ve yaş yöntem

Ticari ayırıcıların çoğunlukla kuru ve ıslak yöntemle üretilir. Bu yöntemlerle hazırlanan ayırıcılar poliolefin ayırıcılardır (PE, PP veya PE/PP, PP/PE/PP gibi). Bu iki işlem arasında iki ortak adım vardır, biri ince filmler hazırlamak için ekstrüzyon, ikincisi germe işlemidir. Bu yöntemler arasındaki en büyük fark ayırıcıların mikro gözenekli yapısıdır. Kuru yöntemle hazırlanan ayırıcılar mikro gözenekli bir yapı sergilerken, yaş yöntemle geliştirilen ayırıcılar birbirine bağlı eliptik ve küresel mikro gözenekli bir yapıya sahiptir. Kuru yöntemle ayırıcı üretimi büyük ölçekte poliolefin ayırıcıların hazırlanmasına yönelik çözücüsüz bir işlemdir. Bu yöntemin dört adım vardır, eritme, ekstrüzyon, tavlama ve germe [123]. Eritme işleminde, polimerler erime sıcaklığının üzerine ısıtılır ve ardından polimer ince levhalar oluşturmak için ekstrüzyon yapılır. Ekstrüzyondan sonra polimer levhalar kristal oluşumu için ısıl işleminden geçirilir ve yönlendirilmiş lamel yapılar elde edilir. Ardından, düşük ve yüksek sıcaklıkta germe ile gevşetme işlemleri uygulanarak gözenekler oluşturulur. Endüstride çoğunlukla tek eksenli germe tercih

edilir, bu yöntemle yüksek çekme dayanımı sağlanarak pil montajı sırasında oluşabilecek arızalar önlenir. yaş yöntemi, büyük ölçekli ayırıcı üretimi için dört aşamadan oluşur polimerler ve katkı maddelerinin karıştırılıp ısıtılması, çözeltinin ekstrüzyonu, uçucu çözücülerle sıvıların çıkarılması ve son olarak germe işlemi. Germe, ekstraksiyon öncesi ve sonrası olmak üzere iki aşamada yapılır. Ayırıcıların mikro gözenekli yapısı, çözeltinin bileşimine, çözücülerin ekstraksiyonuna ve germe işlemine bağlıdır. Bu yöntem, çok çeşitli polimerler için uygulanabilir ve kuru işlemlere göre daha geniş polimer seçeneği sunar [52].

3.2.2. Faz evrilme (Inversion) yöntemi

Faz evrilme yöntemi, polimerlerin veya kompozitlerin sıvı fazdan katı faza dönüştürülerek ayırıcı hazırlanmasında kullanılan bir tekniktir. Bu yöntem, termal büzülme azaltan gözenekli bir yapı oluşturur ve geleneksel germe işleminin yol açtığı üretim hatalarını önler. Ayırıcının hazırlanmasında dört ana teknik bulunur: buhar fazından çökeltme, kontrollü buharlaştırmayla çökeltme, termal olarak indüklenen faz ayrımı ve daldırma çökeltme. Daldırma çökeltme, en yaygın kullanılan yöntemdir ve burada polimer ve çözücü çözeltisi, bir yüzeye dökülüp çözücü olmayan bir pıhtılaşma banyosuna daldırılır. Çözücüler ve çözücü olmayan maddelerin etkileşimleri, gözenek oluşumuna yol açarak farklı morfolojilerde yapılar (sünger benzeri, parmak benzeri) oluşturur [52].

3.2.3. Döküm yöntemi

Döküm yöntemi, lityum iyon pilleri (LİP'ler) için ayırıcı hazırlamada yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Bu yöntemde, polimer ve diğer katkı maddeleri bir çözücünün içinde çözülerek homojen bir çözelti oluşturulur ve ardından düz bir yüzeye, örneğin cam veya petri kabına dökülür. Çözeltinin, çözücünün buharlaşma hızına bağlı olarak oda sıcaklığında veya yükseltilmiş sıcaklıklarda kuruması sağlanır. Çözücünün tamamıyla buharlaşmasının ardından, dökülen çözelti cam kabından soyulur. Bu yöntem, yalnızca tek tabakalı mikro gözenekli ayırıcıların hazırlanmasında değil, aynı zamanda çok tabakalı ayırıcılara da çok madde içeren çözelti kaplama ile altlık üzerinde sentezlenir. Çözünürlük döküm yöntemiyle hazırlanan ayırıcının morfolojisi ve gözenek boyutu, polimerlerin çözünürlüğü, kullanılan faz ayırma türü (çözücüsüz, termal veya buharlaştırmalı), çözücünün buharlaşma hızı ve çözücüler ile çözücü içermeyenlerin karışabilirliği gibi faktörlere bağlıdır [52].

3.2.4. Kuru ve yaş serme yöntemi

Kuru serme (hava serme) ve yaş serme, LİP'lerde ayırıcı olarak kullanılan dokusuz lifli keçeler/lifler üretiminde yaygın olarak kullanılan yöntemlerdir [52]. Hava serme tekniğinde, lifler hava akışıyla toplayıcı bantlara aktarılır ve bu sayede lif matları oluşur. Elde edilen matlar, mekanik, termal veya kimyasal bağlama yöntemleriyle güçlendirilebilir [124]. Yaş serme yönteminde ise, lifler suda dağılır ve bir kâğıt yapım makinesi ile düzgün bir ağ oluşturulur. Bu ağlar, kurutulup bağlanarak mekanik bütünlük sağlanır. Yaş serme, yüksek işlem hızıyla tekstil benzeri ağ yapıları üretmeye odaklanır. Bağlama malzemeleri genellikle su bazlı emülsiyonlar veya bağlanabilir sentetik polimer lateksleridir. Yaş serme yöntemiyle üretilen dokusuz matlar, daha küçük gözenek boyutları ve yüksek düzgünlükleri sayesinde büyük ölçekli ticarileşmeye uygundur ve dendrit etkilerini etkili bir şekilde önleyebilir [52].

3.2.5. Eriyik-üfleme yöntemi

Eriyik üfleme işlemi, hava serme veya yaş serme tekniklerinden farklı olarak, matların sıvı formdaki plastiklerden/polimerlerden elde edilen liflerden doğrudan üretildiği bir yöntemdir. Bu süreçte, erimiş polimer sıvısı bir nozuldan geçirilerek polimer akışı oluşturulur. Nozul ucundan çıkan lifler, yüksek hızlı ve sıcak hava akımlarıyla ince bir çapa getirilir. Lifler, toplayıcıya doğru ilerlerken soğur. Son aşamada, toplanan lifler, yüksek sıcaklık ve basınç altında sıkıştırma (calendering) işlemiyle bağlanarak matların mekanik mukavemeti sağlanır. Eriyik üfleme yöntemi, lityum iyon pillerde kullanılan ısıt ve mekanik olarak kararlı ince ayırıcıların üretimi için düşük maliyetli ve etkili bir tekniktir [52].

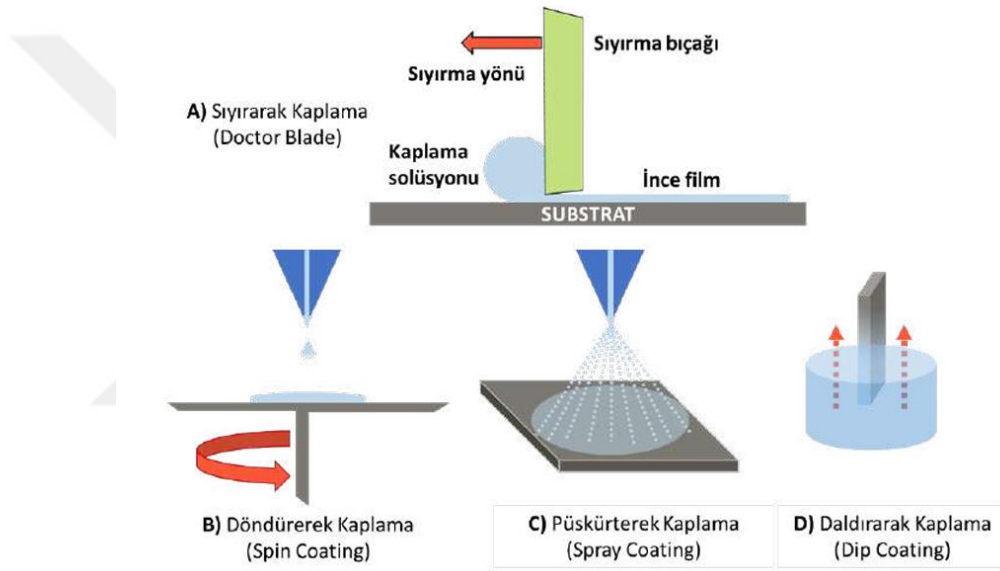
3.2.6. Elektroegirme yöntemi

Elektroegirme, lityum iyon pilleri için nanofiber bazlı dokusuz ayırıcıların üretiminde kullanılmaktadır. Bu yöntemde, yüksek voltajda polimerik çözeltiler veya eriyikler kullanılarak nano boyuttan mikron boyuta kadar lifler üretilir. Polimerik çözelti, bir şırınga aracılığıyla iğneden pompalanarak damlacık formunda çıkar. Yüksek voltaj uygulandığında, elektrostatik kuvvetler yüzey gerilimini aşarak polimerin elektrik alanı yönünde hareket etmesini sağlar. Bu süreçte jet incelir, kurur ve nanolifler oluşur. Elektroegirme parametreleri, liflerin morfolojisini, boyutunu ve matların homojenliğini etkiler. Parametreler, sistem ve işlem olmak üzere iki ana kategoriye ayrılır. Sistem parametreleri arasında polimer türü, çözücü, viskozite ve yüzey gerilimi yer alırken, işlem

parametreleri arasında polimer konsantrasyonu, akış hızı, nem ve sıcaklık bulunur. Elektroegirme ile üretilen matlar genellikle dokusuzdur, ancak yeni tekniklerle düzenli, uzun ve hizalanmış lifler üretmek için çeşitli iyileştirmeler yapılmıştır [52, 123].

3.2.7. Kaplama yöntemi

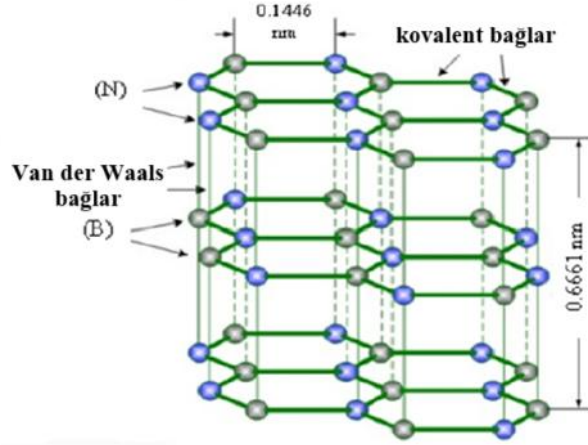
Bu yöntemde, homojen bir çözelti ile ayırıcıların yüzeyleri kaplanır. Kaplama ile iyi gelişmiş gözenekli bir yapı elde edilebilir. Kaplamada kullanılan partiküllerin boyutlarının ayırıcı özelliklerini önemli ölçüde etkilediği belirtilmektedir. İlave olarak kaplama ayırıcının ısıl stabiliteye, ıslatılabilirliğe, sıvı elektrolit alımına ve ısıl büzülme özelliklerini etkiler (Şekil 3.1) [52, 127].



Şekil 3.1. Ayırıcılarda uygulanan bazı kaplama işlemlerinin şematik gösterimleri [127]

4. HEKZAGONAL BOR NİTRÜR (hBN)

Bor nitrür (BN), karbona izoelektronik ve izoyapısal özelliklere sahip, eşit oranda bor ve azot atomları içeren bir bileşiktir. İlk defa 1842 yılında Balmain tarafından erimiş borik asit ve potasyum siyanür kullanılarak sentezlenmiş, ancak malzemenin toz formda elde edilmesi uzun süre zorlu bir süreç olmuştur. Bor nitrür, amorf ve kristalin formda üretilen bir bileşiktir [138]. Kristalin formda, bor nitrür üç ana allotropta bulunur: grafit benzeri hekzagonal bor nitrür (hBN), kübik elmas yapısına benzeyen sfalerit bor nitrür (β BN) ve wurtzit bor nitrür (γ BN). Karbona benzer şekilde, BN fullerenleri beşgenler yerine genellikle kareler veya sekizgenlerden oluşur, çünkü B–B ve N–N bağlarının oluşumunu önlemek termodinamik olarak daha elverişlidir [139]. BN nanotüpleri (BNNT'ler) ve karbon nanotüpleri (CNT'ler) birbirine benzer [140]. hBN, bor nitrürün en yaygın ve kararlı formudur. hBN, tabakalı bir yapıya sahiptir (Şekil 4.1) ve her bir tabakada bor ve azot atomları güçlü kovalent bağlarla birbirine bağlanırken, tabakalar arasındaki etkileşimler Van der Waals kuvvetleriyle sağlanır [141, 142]. Tek bir hBN katmanı, BN nano tabaka (BNNS) olarak adlandırılır [143]. Daha büyük en-boy oranına sahip malzemeler ise BN nanoribbon (BNNR) olarak adlandırılır [139, 144]. hBN, grafene benzer bir yapı sergilemesine rağmen, grafene kıyasla 5,9 eV'lik geniş bir bant aralığına sahip olup elektriksel iletkenliğe sahip değildir. Bununla birlikte, yüksek ısı iletkenlik özellikleri sayesinde polimer veya seramik kompozitler, ısı ileticiler ve UV yayıcılar gibi pek çok uygulama için çekici bir malzeme olarak kullanılmaktadır. hBN, birçok asit, çözücü ve oksitleyici maddeye karşı kimyasal direnç gösterir. Normal asitlerde çözünmezken, alkali tuzlar ve nitrürlerle dağlama yapılır. Kimyasal direnci ve yüksek termal kararlılığı nedeniyle hBN, tehlikeli ortamlarda kimyasal inert kaplama malzemesi olarak tercih edilmektedir [145]. hBN'de tabakalı bir yapıdır ve üç-boyutlu yapıyı oluştururlar. hBN için kristal yapı, $P6_3 / mmc$ uzay grubu ile altıgendir, kafes sabitleri $a = b = 0,2504$ nm, $c = 0,6661$ nm, bağ açıları $\alpha = \beta = 90^\circ$ ve $\gamma = 120^\circ$ 'dir. hBN tabakaları içinde B-N bağ uzunluğu 1,446 nm, tabakaların arasındaki mesafe 0,6661nm'dir [146].



Şekil 4.1. hBN yapısı [147]

İdeal üç boyutlu hBN yapısının levhaların c eksenine boyunca B ve N atomları birbiri üzerine gelecek şekilde AAA paketleme dizilişinde oluşmuştur [148, 149]. hBN'in iki farklı kristalografik yönündeki bağ uzunlukları arasındaki fark, anizotropik doğasını ve kolay deforme olabilmesini açıklamaktadır. Kayma kuvvetleri Van der Waals kuvvetlerinden büyük olduğunda, tabakalar birbiri üzerinde kayar ve diğerlerinden ayrılırlar [150]. Birçok özellikleri bir arada bulundurması nedeniyle hBN ve ürünlerinin kullanımı her geçen gün artmaktadır [151, 152]. Tablo 4.1'de hBN fiziksel özellikleri bulunmaktadır.

Tablo 4.1. hBN fiziksel özellikleri [153]

Özellik	hBN
Yoğunluk (g cm^{-3})	2,27
Termal iletkenlik 25°C ($\text{W cm}^{-1} \text{K}^{-1}$)	0,627 (a ve b ekseninde) 0,015 (c ekseninde)
Dilektik sabiti	4,2
Ergime sıcaklığı (°C)	2700
Oksitlenme sıcaklığı (°C)	980
Latis sabiti (Å)	a=b=2,504 c=6,661
Elektrik direnci ($\Omega \text{ cm}$)	$3,0 \times 10^7$ (a ve b ekseninde) $3,0 \times 10^9$ (c ekseninde)
B-N arası mesafe (Å)	1,446

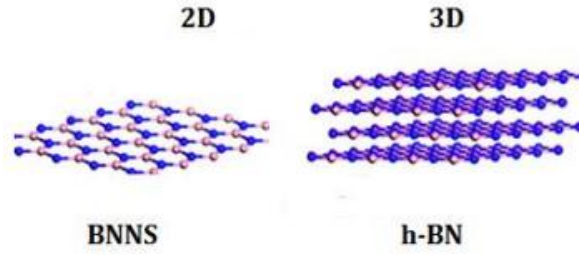
Bor Nitrür Nano Tabaka (BNNS)

Tek bir hBN tabakası bor nitrür nano tabaka (BNNS) olarak adlandırılır [154]. Bu isimlendirme, yalnızca en-boy oranı küçük olan hBN tabakaları için geçerlidir. hBN'nin tabakalar arası bağları zayıf olduğundan, düzensiz tabakalaşma çok kolay olur [155]. Diğer taraftan, B'dan N atomlarına önemli bir yük transferi bulunmaktadır. Böylece, kısmi olarak iyonik sp^2 -hibritleşmiş BN, özellikle optik ve elektronik uygulamalarda grafenden farklı özellikler sergilemektedir.

BNNS üstün kimyasal, elektriksel ve ısı özelliklere sahip bir bileşiktir. Fakat, genel olarak BNNS enerji aralığı 5,2 eV olduğu kabul edilir. Buna ek olarak, dielektrik sabitinin de literatürde farklı araştırmacılar tarafından birbirine yakın ama değişik değerlerde verildiği çalışmalara rastlamak mümkündür [156]. Yapı ve özelliklerinin bir sonucu olarak, BNNS'lar farklı işlevsellikler göstermektedirler. BNNS'lar yalıtkan malzeme uygulamaları için iyi bir alternatif malzeme olarak değerlendirilebilir [157, 158].

Görünür ışığa karşı BNNS karşı neredeyse şeffaftır [159, 160]. Dielektrik sabitinin de literatürde farklı araştırmacılar tarafından birbirine yakın ama değişik değerlerde verildiği çalışmalara rastlamak mümkündür [158]. BNNS kristal yapısı, bor ve azot atomları bir düzlemde altıgen şeklinde atomik boyutlu petek kafesi şeklindedir (Şekil 4.2). Bor ve azot atomları arasında elektronegatiflik konusunda önemli bir fark vardır. Bu nedenle, bor nitrür bağı, doğada biraz iyoniktir ve sonuç olarak, tabakalar arasındaki Van der Waals kuvvetlerine ek olarak, komşu bor ve azot atomları tabakaları arasında bir etkileşimi vardır [157].

Tek tabakalı BNNS'nin oda sıcaklığında ısı iletkenliği 751 W/mK'dir [161]. Üstün ısı ve mekanik özellik sergileyen BNNS'lar kimyasal ve fiziksel yöntemler kullanılarak çok farklı şekilde üretilebilirler. Kimyasal yöntemlerle hBN'ü tabakalarına ayırma esnasında BNNS'ların mekanik ve kimyasal stabilitesini azaltan çok sayıda yüzey kusuru oluşur. BNNS üretimi iki şekilde olmaktadır. Yukarıdan aşağıya mekanik, kimyasal, fiziksel eksfoliasyon yöntemleri veya aşağıdan yukarıya yaklaşımlar CVD, PVD veya diğer biriktirme teknikleri yoluyla elde edilebilir [154]. Fiziksel eksfoliasyonu yöntemi ile BNNS üretilirken hBN'leri tabakalarına ayırmak için, bilyeli öğütme veya ultra sonikasyon gibi yöntemleri kullanılır [157].



Şekil 4.2. hBN katmanlı ve BNNS'a ait şematik görüntüler [162]

4.1. hBN Eksfoliasyon

hBN eksfoliasyonunda en yaygın kullanan yöntemler mekanik eksfoliasyon [138], [163–166], çözelti destekli ultrasonikasyon [167–171], kimyasal eksfoliasyondur [172–177]. Bu yöntemlerin çoğu, belirli hedefli uygulamalar için kullanıldıklarından hepsini ayrı ayrı avantaj ve dezavantajları vardır.

4.1.1. Mekanik eksfoliasyon

Mekanik eksfoliasyon, mikro mekanik ayırma yöntemiyle, hBN katmanlarının tek tabakaya kadar ayrıştırılmasını sağlayan basit bir tekniktir. Bu yöntemle elde edilen BN nano tabakalar, başlangıçtaki kristalin boyutunu ve düşük kusur yoğunluğunu korur. Ancak, büyük ölçekli üretim için ölçeklenebilir değildir. Daha fazla verim için bilyeli değirmen ve mikro-akışkanlaştırma gibi yöntemler geliştirilmiştir. Geleneksel bilyeli değirmen teknikleri agresif olup kusur yoğunluğunu artırırken, çözücü kullanımı ve planet değirmenle bu sorunlar azaltılmıştır. Mikro-akışkanlaştırma işlemiyle yüksek kesme kuvvetleri uygulanarak %45'e varan verimle kusursuz BN nano tabakalar elde edilmiştir. Bu yöntemler, fizik ve elektronik gibi alanlarda temel araştırmalarda kullanılmaktadır [144, 145].

4.1.2. Çözücü destekli ultrasonikasyon veya sonikasyon

Sonikasyon destekli eksfoliasyon, 2D malzemelerin çözücü içinde ultrasonik enerji yardımıyla eksfoliye edilmesini sağlayan yaygın bir yöntemdir. Bu süreçte, malzemenin çözücüyle uyumlu olması önemlidir; bu nedenle yüzey enerjileri benzer çözücüler seçilir. hBN için ideal çözücüler, yaklaşık 65 mJ/m² yüzey enerjisine sahip olan IPA ve NMP gibi çözücülerdir. Çözücü seçiminde eksfoliasyon enerjisinin minimize edilmesi hedeflenir. Etanol ve su bazlı çözücü karışımları da başarılı sonuçlar göstermiştir. Bununla birlikte, bazı çözücüler (örneğin su), nano malzemelerle kimyasal reaksiyona

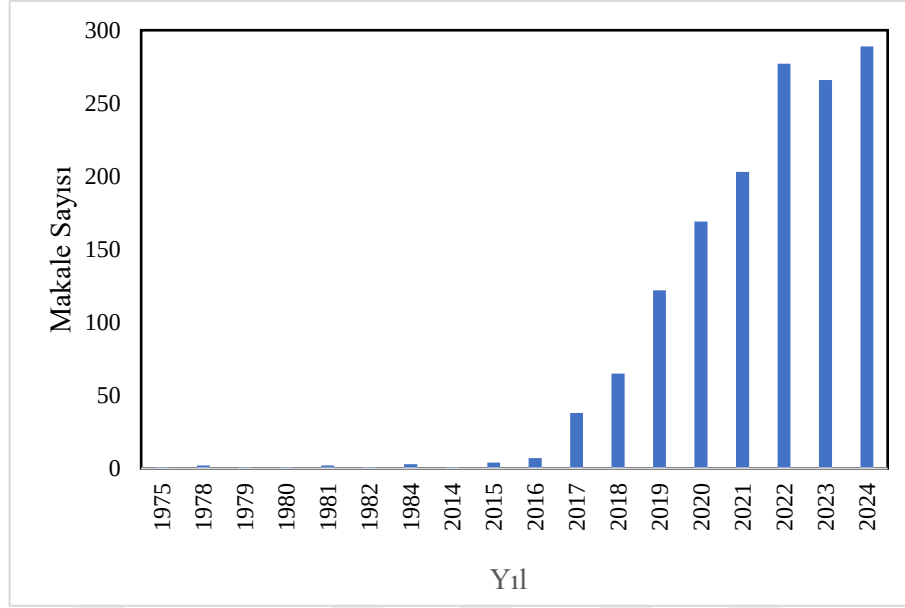
girerek davranış sapmalarına neden olabilir. Suda, hBN'nin hidrofobik özelliğine rağmen yüksek eksfoliasyon verimi sağlanmıştır. Bu durum, hidroliz sonucu oluşan bor oksit ve amonyak gibi yan ürünlerle ilişkilendirilmiştir. Ayrıca, hBN yüzeyindeki OH grupları, dispersiyon kararlılığını artırarak sulu çözeltilerde daha iyi eksfoliasyon sağlamıştır. Bu etkiler, eksfoliasyon sonrası yüzey özellikleri ve çözücü stabilitesini açıklamaktadır [145].

4.1.3. Kimyasal eksfoliasyon

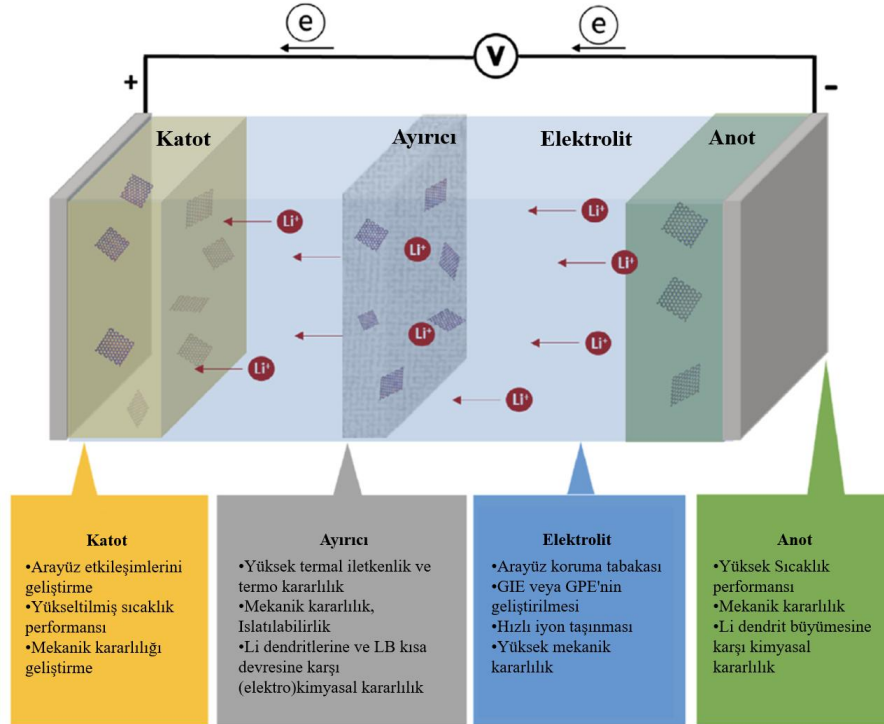
Kimyasal eksfoliasyon için etkili bir yöntemdir ve karbon nanotüpler (CNT'ler) gibi grafit allotroplarında yaygın olarak kullanılmıştır. hBN'nin eksfoliasyon için de benzer yöntemler uygulanmıştır. hBN genellikle ıslak ve kuru oksidasyona dirençlidir, ancak B–N bağlarının yerel polarizasyonu nedeniyle iyonik olarak aktiftir ve bu durum eksfoliasyona olanak tanır. hBN'yi havada yüksek sıcaklıkta (800 °C) ısıtarak, yapısına az miktarda oksijen dahil edilmesidir. Daha sonra, bu oksijenli yapı saf su ile karıştırılarak B–O fonksiyonel gruplarının oluşumu ve eksfoliasyon sağlanır. Bu işlem, sonikasyona benzer şekilde çalışır, ancak verimi (%2-4) düşüktür [145].

4.2. Hekzagonal Bor Nitrürün Ayırıcılarda Kullanımı

Bor nitrürün ayırıcı olarak kullanımı ilk defa 1978 yılındadır [178]. Araştırmalar 2016 yılından itibaren artmaya başlamıştır. Scopus'da 17 Aralık 2024 tarihinde yapılan tarama sonucuna göre yayınlanan makale sayısındaki değişim Şekil 4.3'tedir. hBN pil araştırma ve geliştirmede alanında uygulanma olanağı bulmuştur. Özellikle, hBN'nin enerji depolama araştırmalarındaki uygulanabilirliği, mükemmel termokimyasal kararlılığı, yüksek proton ve iyon değişim oranları, üstün ısıl iletkenliği ve yüzey fonksiyonelleştirme yoluyla elektronik özelliklerin ayarlanabilirliği sayesinde pil araştırmalarında hızlı bir büyüme göstermiştir. Şekil 4.4'de LİP'in çeşitli bileşenlerindeki hBN'nin potansiyel uygulamalarının ve işlevlerinin şematik gösterimi yer almaktadır [179].



Şekil 4.3. Yıllara göre “hBN ayırıcı” üzerine yayınlanan makale sayısı



Şekil 4.4. LİP'in çeşitli bileşenlerindeki hBN'nin potansiyel uygulamalarının ve işlevlerinin şematik gösterimi [179]

hBN ayırıcıların ısıl stabilitesini artırmak, elektrolit ıslatılabilirliğini iyileştirmek ve özellikle yüksek sıcaklık ve yüksek şarj/deşarj akım hızlarında elektrokimyasal

performansı iyileştirmek için kullanılmıştır [180]. hBN, elektrokimyasal performansı artırırken lityum metalinin homojen çekirdeklenmesini ve büyümesini önlemek için polimer matrislere dahil edilmiştir. hBN lityum metal anotların stabilitesini artırmak için ticari poliolefin ayırıcıların yüzeyine de kaplanmıştır [82].

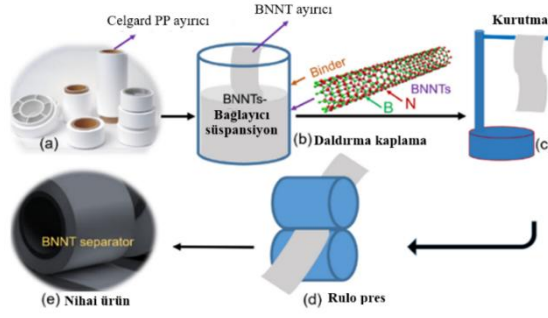
hBN'nın ayırıcılarda kullanımı morfolojik, mekanik, termal, elektrokimyasal özelliklerini ve arayüz kararlılığını artırır. hBN ayırıcıların ısıl stabilitesini artırmak, elektrolit ıslatılabilirliğini iyileştirmek ve özellikle yüksek sıcaklık ve yüksek şarj/deşarj akım hızlarında elektrokimyasal performansı iyileştirmek için kullanılmıştır [82]. hBN, elektrokimyasal performansı artırırken lityum metalinin homojen çekirdeklenmesini ve büyümesini önlemek için polimer matrislere dahil edilmiştir [181]. Bu özellikler sayesinde hBN pillerde kullanılmaya başlanmıştır.

Liu ve ark. [180] tarafından yapılan çalışmada, poliamid (PI) ayırıcılar doktor blade ile bor nitrür (hBN) kaplanarak ısıl stabilite ve iletkenliğin artırılması hedeflenmiştir. PI/hBN ayırıcı, LİP'lerde uygulandığında iyi elektrolit ıslatılabilirliği, yüksek mekanik mukavemet, mükemmel termal kararlılık ve gelişmiş düzlem içi ısıl iletkenliğin yanı sıra iyi elektrokimyasal performans sergiler. Bu çalışmada PI/hBN ile PP kıyaslama yapılmıştır. PI/hBN ayırıcısı, PP ayırıcısına göre daha düşük temas açısı gösterdiği ifade edilmiştir. PI/hBN temas açısı $7,2^\circ$ iken PP ise $40,4^\circ$ göstermiştir. Isıl kararlılık açısından, PP ayırıcısı 120°C 'de belirgin geometrik deformasyona uğramış, 160°C ve 200°C 'de şiddetli büzülme, 240°C 'de ise tamamen erimiştir. Buna karşın, PI/hBN ayırıcısı 120°C ile 280°C arasında 30 dakika boyunca ihmal edilebilir deformasyon göstermiştir. Çevrim performansı PI/hBN ayırıcı pil, PP ayırıcı göre daha yüksek kapasite ve daha az kapasite kaybı göstermiş. 300 çevrim sonrası PI/hBN ayırıcı pil $135,6\text{ mA h g}^{-1}$ kapasitesini korurken, PP ayırıcı pil $113,9\text{ mA h g}^{-1}$ 'ye düşmüştür. PI/hBN ayırıcılı piller $0,1$ 'den 2 C 'ye kadar artan akım yoğunluklarında daha kararlı kapasiteler sağlamış ($0,1\text{ C}$ 'de $168,1\text{ mA h g}^{-1}$, 2 C 'de $122,3\text{ mA h g}^{-1}$). PP ayırıcı ise daha düşük kapasiteler göstermiştir ($0,1\text{ C}$ 'de $162,2\text{ mA h g}^{-1}$, 2 C 'de $94,7\text{ mA h g}^{-1}$).

Sohn ve ark. [182] hBN nano tabakaların hazırlanmasında, hBN ($5\text{ }\mu\text{m}$ parçacık boyutu) sulu NaOH çözeltisine dağıtılmış ve 90°C 'de mekanik karıştırma eşliğinde 5 gün boyunca ısıtılmıştır. Bu işlemin ardından, malzeme deiyonize su ile yıkanmış ve prob sonikasyonu kullanılarak dağıtılmıştır. Elde edilen hidroksit fonksiyonelleştirilmiş hBN, vakum altında kurutulmuş ve 400°C 'de H_2 gazı ortamında hızla ısıtılarak ara katman

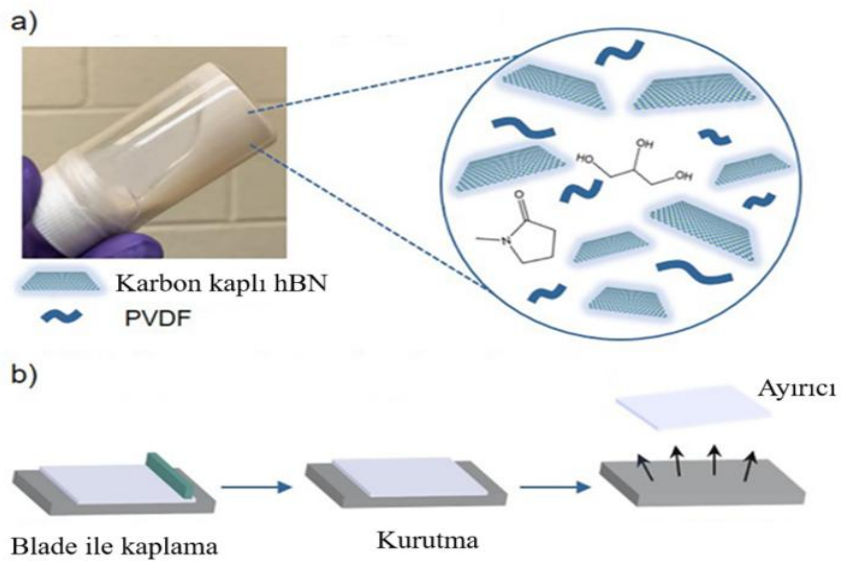
geniřletilmiřtir. Geniřletilmiř hBN tozu, IPA özeltisinde 1 saat boyunca prob sonikasyonu ile eksfoliye edilmiř ve kümelenmiř paracıkları uzaklařtırmak için 5000 rpm’de 30 dakika santrifüj edilmiřtir. Son olarak, hBN nano tabakalar vakum filtrasyonu yöntemiyle hazırlanmıř ve 90 °C’de 12 saat boyunca kurutulmuřtur. Geliřtirilen ayırıcılar, ticari polimer ayırıcılara kıyasla üřtün iyonik iletkenlik ve ısı kararlılık gösterdi. BNNS’ler 550°C’ye kadar yapısal bütünlüğünü korurken, ticari ayırıcılar 80°C’de bozulmaya bařlamıřtır. Elektrolit etkileřimi aısından BNNS’ler 20° temas aısıyla ticari ayırıcıların (53°) iki katı performans sergilemiř. Lityum titanat (LTO) pillerde test edildiğinde, BNNS’ler 600 evrim sonrası %99 Coulombic verimlilik ve yüksek evrim kararlılığı göstermiřtir. Bu sonular, BNNS’lerin gelecek nesil yüksek performanslı lityum iyon piller için umut verici bir ayırıcı teknolojisi olacağını göstermektedir.

Bařka bir alıřmada PVA baėlayıcı, su ile karıřtırılarak 90 °C’de ısıtılmıř ve 1 saat boyunca sürekli karıřtırılmıřtır. Daha sonra, baėlayıcı süspansiyona BNNT eklenmiř ve karıřım 30 dakika boyunca prob sonikasyonuna tabi tutulmuřtur. Ticari poliolefin esaslı bir ayırıcı (Celgard (PP) ayırıcı) düz bir yüzeye yerleřtirilmiř ve hazırlanan BNNT ieren süspansiyon, doktor blade tekniėi kullanılarak ayırıcı üzerine homojen bir řekilde yayılmıřtır (řekil 4.5). Bor nitür nanotüp (BNNT) kaplı polipropilen ayırıcılar geliřtirilerek yüksek sıcaklık ve yüksek akım kořullarında lityum iyon pillerin performansı incelenmiřtir. BNNT kaplı ayırıcılar 150°C’ye kadar ısı kararlılık gösterirken, standart PP ayırıcılar 80°C’de bozulmaya bařlamıřtır. Elektrokimyasal testlerde, BNNT kaplı ayırıcılar yüksek sıcaklık (70°C) ve yüksek akım yoğunluklarında (5-10C) daha iyi performans sergilemiřtir. Bařlangı evrim sırasında ift taraflı kaplanmış BNNT ayırıcı, tek taraflı kaplanmış BNNT ayırıcı ve Celgard (PP) ayırıcı kullanılan hücrelerin Li⁺ difüzyon katsayılarının hesaplanan deėerleri sırasıyla 4,7x 10⁻⁸, 3,9x10⁻⁸ ve 3,5x10⁻⁸ cm².s⁻¹’dir. Bu sonular, BNNT kaplı ayırıcıların yüksek performanslı enerji depolama sistemleri için umut verici bir malzeme olduėunu ortaya koymaktadır. Ayırıcıda hBN gibi BNNT’de yüksek ısı iletkenlik, sıvı elektrolit ile üřtün ısılatılabilirlik, elektrot/elektrolit arayüzeyleri arasında etkili iyonik tařıma, yüksek Li iyon difüzyon katsayısı ve yanmaya dayanıklılık gösterdiėi belirlenmiřtir [37].



Şekil 4.5. BNNT ayırıcısının şematiki üretim sürecine (a) Ticari poliolefin ayırıcı (Celgard-PP), (b) Daldırma kaplama tekniği, (c) Oda sıcaklığında kurutma, (d) Silindir presleme ve (e) BNNT ayırıcısının son ürünü [37]

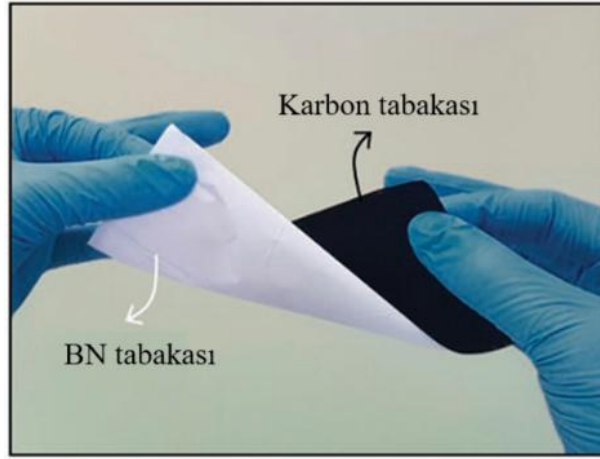
Mevcut bir ayırıcıyı modifiye etmek yerine tamamen yeni bir kompozit ayırıcı geliştirmek için karbon kaplı hBN ve PVDF kullanılmıştır. Faz evrilme yöntemiyle hazırlanan karbon kaplı hBN/PVDF çözelti cam üzerine döküp filmler şeklinde elde edilmiştir (Şekil 4.6). Geliştirilen bu özgün kompozit ayırıcı, 120°C'ye kadar ısı kararlılık, gelişmiş elektrolit ıslatılabilirliği ve üstün elektrokimyasal performans göstermiştir. Ayırıcını ölçülen ilk temas açısı 12° ve Celgard 2325 47°'dir. 20 sn sonra temas açıları 0° ve Celgard 2325 46° olarak bulunmuştur. Özellikle oda sıcaklığında 0,95 mS.cm⁻¹ iyon iletkenliği ile ticari ayırıcıların iki katı performans sergilemiş, yüksek şarj/deşarj oranlarında (5C) 132 mAh/g kapasite değerine ulaşmış ve 0,5C'de 100 çevrim sonrası 158 mAh/g⁻¹ kararlı kapasite göstermiştir [82].



Şekil 4.6. Karbon kaplı hBN/PVDF kompozit ayırıcının üretimi ve hazırlanması a) Karbon kaplı hBN/PVDF çözeltisinin hazırlanması ve çözelti içindeki yapının şematik gösterimi, b) Karbon kaplı hBN/PVDF kompozit ayırıcının hazırlanması [82]

He ve ark. [83] PE-BN/PVDF-HFP çift katmanlı ayırıcıyı yaş yöntemiyle hazırlamışlar. İlk katman için PE, THF içinde çözündürülmüş, gözenek oluşturuca ajan ve 1 µm tane boyutlu hBN eklenerek karışım demir yüzeye kaplanmış ve vakum altında kurutulmuştur. İkinci katman için PVDF-HFP/aseton karışımı hazırlanmış ve PE-BN katmanının üzerine kaplanmıştır. Hazırlanan ayırıcı, 40 µm kalınlık ve 2,11 mg cm⁻² yüzey ağırlığına sahiptir. Üretilen çift katmanlı ayırıcı %348 elektrolit tutma kapasitesi, 140°C'de 1 saat ısıtmada sadece %6,6 ısıl küçülme ve 4,4×10⁻⁴ S/cm iyonik iletkenlik değeri göstermiştir. Temas açısı ölçümlerinde, Celgard 2325 ticari ayırıcı için 45,1° değeri elde edilirken, PE-BN/PVDF-HFP ayırıcının PE-BN tarafında 25,2° ve PVDF-HFP tarafında 15,6° değeri ölçülmüştür. Performans testlerinde 2C oranında 500 çevrim sonrası %95 kapasite koruması ve 4C oranında 108 mAh/g kapasite değeri elde edilmiştir. Bu sonuçlar ışığında, geliştirilen PE-BN/PVDF-HFP çift katmanlı ayırıcı geleneksel çok katmanlı ayırıcılara alternatif olabilecek yüksek performanslı bir malzeme olarak öne çıkmaktadır.

Karbon ve BN mürekkepleri, ticari karbon nano toz ve BN nano toz ile poli (viniliden florür) (PVDF) bağlayıcı N-metilpirolidon (NMP) çözeltisinde dağıtılarak hazırlanmıştır. Hazırlanan mürekkep, bir ticari ayırıcı yüzeyine doktor blade tekniği ile kaplanmış ve 50 °C'de 12 saat boyunca kurutulmuştur. BN-karbon ayırıcı, karbon kaplı ayırıcı tamamen kuruduktan sonra, karşı yüzeye BN mürekkebi uygulanarak aynı koşullarda kurutulmasıyla üretilmiştir. Lityum sülfür (Li/Li₂S) pillerin elektrokimyasal performansını artırmak ve Li anodun polisülfidin çözünmesiyle oluşan korozyon reaksiyonlardan korumak için PP ayırıcının üzerine bir katman karbon bir katman bor nitrürden oluşan üç katmanlı bir ayırıcı kullanılmıştır. Üç katmanlı ayırıcı kullanıldığında (Şekil 4.7), sülfür katot başlangıçta 0,5C oranında 1018,5 mAhg⁻¹ yüksek deşarj kapasitesine ulaşmış ve 250 çevrim üzerinde bile 780,7mAhg⁻¹ deşarj kapasitesini sürdürmüştür. BN-karbon ayırıcılı Li-S pillerinin elektrokimyasal performansının artması ise katot tarafında polisülfidlerin etkin bir şekilde baskılanma, karbonun bulunmasının ek elektron yolunun açılmasına sebep oluşu ve BN varlığıyla ayırıcıda ısıl dağılımın homojenleşmesiyle olmuştur [133].



Şekil 4.7. Üç katmanlı BN-karbon ayırıcı [133]

Rodriguez ve ark., [91] Li/LiFePO₄ pilinde PP ayırıcı üzerine BN ve grafen (Gr) kaplayarak özelliklerini incelemişlerdir. Modifiye edilmiş BN_xGr_y/PP ayırıcısının kaplama çözeltisi, uygun miktarlarda BN-Gr tozu ve PVDF'nin NMP çözeltisinde karıştırılmasıyla hazırlanmıştır. Elde edilen çözelti, Celgard 2500 polipropilen ayırıcıya doktor blade yöntemiyle uygulanmış ve ardından vakum altında gece boyunca kurutulmuştur. Bu işlem sonucunda çift katmanlı BN_xGr_y /PP ayırıcısı elde edilmiştir. PP'nin bir tarafı üzerine kaplanmış, bor nitrür-grafen (BN_xGr_y) katmanının polarizasyonu ve empedansı önemli ölçüde azalttığını ve Li/Cu yarı hücrelerinin performansını ve kararlılığını önemli ölçüde artırdığını tespit edilmiştir. BN₅₀Gr₅₀/PP ayırıcı ile Li/LiFePO₄ pil 1C oranlarında 114mAhg⁻¹ özgül kapasiteye ulaşmış, oldukça kararlı 1000 şarj-deşarj çevrimine sahip olduğu tespit edilmiştir. Ayırıcında grafenin BN ile bulunması sinerjik etkiler ile özellikleri geliştirmiş, pillerin farklı olmasının (Li-S veya Li/LiFePO₄) etkisi olmadığı ifade edilmiştir.

Liu ve ark. [181] ekstrüzyon esaslı 3D yazıcı metoduyla 1-5µm arasında değişen gözenekli bir ağ yapısıyla 30 µm'lik bir kalınlıklı, yaklaşık %73 toplam gözenekli ve yaklaşık 3,9 nm gözenek boyutuna sahip PVDF-HFP-hBN içeren ayırıcı üretmişler (Şekil 4.8). Ayırıcı 110 °C'lik bir sıcaklıkta, büzülme olmadan neredeyse orijinal boyutunu korurken, 150 °C'ye 0,5 saat maruz kaldığında %6 küçülmüştür. Ayırıcıda BN bulunması Li iyon pilinin şarjdeşarj işlemleri sırasında ara yüzeyde hızlı ısı yayılımı ve homojen ısı dağılımı ile elektrokimyasal performansın iyileşmesine sebep olmuştur. hBN

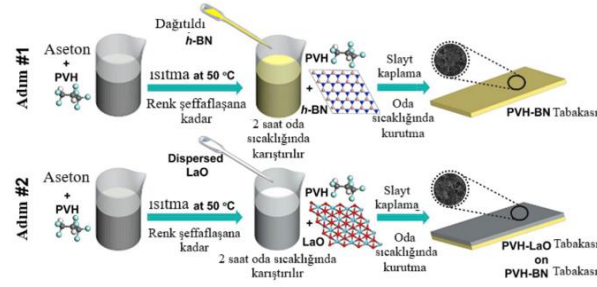
ayırıcının kalınlığının da bir pildeki iyonların taşınması için kritik bir faktör olduğu belirtilmiştir.



Şekil 4.8. 3D yazıcı ile ayırıcının üretim aşamalarını ait görüntüler [181]

Poliakrilonitril (PAN) ve bor nitrür (hBN $\approx$ 70 nm) den hazırlanan kompozit çözelti elektroegirme yöntemiyle nanolif olarak üretilmiştir. Nanolifler, sıvı elektrolit ile 1 saat bekletip emdirilerek Li iyon piller için ayırıcı olarak kullanılması incelenmiştir. Ağırlıkça %10 hBN içeren kompozit nanofiberlerin 280 °C'ye kadar ısıl stabiliteye, en büyük elektrolit alımına (%1250), en yüksek iyonik iletkenliğe ($1,0 \times 10^{-3} \text{ S.cm}^{-1}$), en iyi elektrokimyasal kararlılık (4,7 V) ve mükemmel çevrim performansı sahip olduğu tespit edilmiştir [56].

Çift katmanlı ayırıcının hazırlanmasında her katman için iki farklı çözelti hazırlanmıştır. Birinci katman için, çözelti-A (PVH ve La_2O_3) ve çözelti-B (La_2O_3) aseton içinde karıştırılmıştır. Çözelti-A, şeffafa dönene kadar 50°C'de ısıtılmış, ardından çözeltiler karıştırılarak kâğıda uygulanmış ve oda sıcaklığında kurutulmuştur (Şekil 4.9). İkinci katman için aynı işlem uygulanmış ancak çözelti-B'de La_2O_3 yerine hBN ($\approx 1 \mu\text{m}$) kullanılmıştır. İkinci katman, birinci katman üzerine kaplanmış hazırlanan tüm ayırıcılarda kalınlık 25 μm olarak sabit tutulmuştur. PVH- LaO /PVH-hBN çift katmanlı ayırıcı hazırlanarak yapılan çalışmada ısıl, boyutsal ve mekanik kararlılıklar, pil güvenliği için özellikler incelenmiştir. 25 μm kalınlıktaki iki katmanlı ayırıcıda ortalama 0,7 μm gözenek çapı ve %58,3 gözenek ölçülmüştür. 150 °C'de 1 saat tavlama sonucu, 28MPa mekanik mukavemet, %5,2 ısıl küçülme göstermiştir. Pil oda sıcaklığında yüksek lityum iyon aktarım sayısı 0,72 ve iyonik iletkenlik $7,5 \times 10^{-4} \text{ S.cm}^{-1}$ performans sergilemiştir. Lityum demir fosfat pilde iki katmanlı ayırıcı kullanıldığında, 100 çevrimden sonra 0,5C'de 158 mAhg^{-1} deşarj kapasitesi ve oda sıcaklığında 1500 çevrimden sonra 10C'de 81 mAhg^{-1} kapasite sağlamıştır. Celgard 2325 ticari ayırıcı ile karşılaştırıldığında tüm özelliklerinde daha başarılı olduğu belirlenmiştir [39].



Şekil 4.9. Çift katmanlı ayırıcıların hazırlanmasının şematik gösterimi [39]

Bu çalışmada, Lityum iyon pilleri güvenliği ve yüksek sıcaklık sorunları çözmek amacıyla pillerin elektrotlar arasındaki ayırıcıyı geliştirmek üzerine hazırlanmıştır. Tezin ilk aşamasında, hBN eksfoliasyonu işlemi anyonik ve katyonik sürfaktan ile farklı çözücüler kullanılarak BNNS oluşturulmuştur. Elde edilen BNNS'lar en iyi ayırma işlemi gerçekleşen sürfaktan ve çözücüyü tespit etmek için farklı analizler yapılmıştır. Yapılan analizler yapıdaki bağların tayini (FTIR), kristal yapısı ve fazları (XRD), yüzey özellikleri ve kararlılığı (Zeta potansiyel ölçümü), morfolojisi ve mikroyapısı (SEM) cihazlarıyla yapılmıştır. İkinci aşamada, hBN eksfoliasyonu işleminde elde edilen en iyi ayırma işleminin gerçekleştiği numuneyle kaplama çözeltisi hazırlanmıştır. Kullanılacak ayırıcı malzemeler iki çeşit poliolefin ticari ayırıcı Celgard 2400, Celgard 3501 ve iki çeşit cam fiber Gelon ve Whatman GF/D ayırıcılar seçilmiştir. Seçilen ticari ayırıcılar ile yerli üretim nano hBN 'den elde edilen BNNS ile farklı kaplama çözeltileri hazırlanarak kaplama işlemi yapılmıştır. Kaplanmış ve kaplanmamış ayırıcıların faz analizleri XRD, yapıdaki bağların tayini (FTIR), katlanma davranışı, temas açıları, sıcaklığa karşı davranışları, mikroyapıları incelenmiş, kalınlık ve ağırlık değişimi ölçülmüştür. Son aşama ise ayırıcılar Glovebox içerisine yerleştirilmiştir. Ayırıcıların üzerine 1 M LiPF₆ çözeltisi, etilen karbonat/dimetil karbonat (EC/DEC, 1:1) karışımından oluşan elektrolit damlatılmıştır. Elektrotlar, kaplanmış ve kaplanmamış ayırıcıların kullanılarak birbirlerinden ayrılmıştır. Hücre bileşenleri, argon atmosferli Glovebox içerisinde CR-2032 tipi hücreler şeklinde monte edilmiştir. Pil yapımında anot Li ve katot LiNi_{0,5}Co_{0,2}Mn_{0,3}O₂ (NCM523) olarak kullanılmıştır. CR-2032 tipi hücrelerin performans testleri yapılmıştır. Kapasite testleri (şarj/deşarj), hız yeteneği (farklı C oranları), çevrim performansı (uzun süreli stabilite), ilave olarak Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) testleri yapılmıştır.

5. MATERİYAL VE METOD

5.1. Kullanılan Malzemeler

Hekzagonal bor nitrür (hBN, D50:120 nm, BORTEK Bor Teknolojileri ve Mekatronik San. Tic. A.Ş.), sürfaktant olarak sodyum dodesil sülfat (SDS, ALDRICH) ve setil trimetil amonyum klorür (CTAC, %25 wt in H₂O ALDRICH), çözücü olarak su, izopropil alkol (IPA) ve etanol (ET) ve dimetilformamid (DMF, CARLO ERBA) bağlayıcı olarak polivinilidin florür (PVDF, ALDRICH), elektrolit olarak doğrusal formül LiPF₆ olarak bilinen lityum hekzaflorofosfat çözeltisi (ALDRICH) 1,0 M LiPF₆, EC/DMC=50/50 (1,0 M LiPF₆ EC/DMC) ve ayırıcı olarak Celgard 2400 ve Celgard 3501 (Material & laboratory Equipment), Cam elyaf (GELON) ve Whatman GF/D (CYTIVA WHATMAN) kullanılmıştır. Ayırıcıların satıcı tarafından verilen değerleri içeren bazı özellikleri Tablo 5.1’dedir.

Tablo 5.1. Ticari Ayırıcıların özellikleri

Ayırıcı	Kalınlık (µm)	Gözenekler %
Celgard 2400	25	41
Celgard 3501	25	55
Gelon cam fiber	290	90
Whatman GF/D	670	80-85

5.2. hBN Eksfoliasyonu

hBN eksfoliasyonu üç farklı çözücü iki farklı sürfaktan ile on farklı grupta, her grupta dört farklı numune olmak üzere hazırlanmıştır. 10 mL farklı oranlarda çözücü (su (kod: W), izopropil alkol (kod:I), etanol (kod:E)) üzerine sürfaktan (SDS veya CTAC) eklenip 1 saat manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Sonra hBN ilave edilerek 48 saat manyetik karıştırıcıda BNNS içeren numuneler hazırlandı. Tablo 5.2 ve 5.3’te BNNS içeren numunelerin hazırlanma koşulları bulunmaktadır. Her bir hBN eksfoliasyonu işlemi 5 kez tekrarlıdır.

Tablo 5.2. BNNS içeren numunelerin SDS ile hazırlanma koşulları

Kod	Çözücü	Çözücü Konsantrasyonu (%)	SDS miktarı (g)
W-1S	Su	100	0,01
W-2S	Su	100	0,005
W-3S	Su	100	0,002
W-4S	Su	100	0,0001
I_50-1S	IPA: Su	50:50	0,01
I_50-2S	IPA: Su	50:50	0,005
I_50-3S	IPA: Su	50:50	0,002
I_50-4S	IPA: Su	50:50	0,0001
I_25-1S	IPA: Su	25:75	0,01
I_25-2S	IPA: Su	25:75	0,005
I_25-3S	IPA: Su	25:75	0,002
I_25-4S	IPA: Su	25:75	0,0001
E_50-1S	ET: Su	50:50	0,01
E_50-2S	ET: Su	50:50	0,005
E_50-3S	ET: Su	50:50	0,002
E_50-4S	ET: Su	50:50	0,0001
E_25-1S	ET: Su	25:75	0,01
E_25-2S	ET: Su	25:75	0,005
E_25-3S	ET: Su	25:75	0,002
E_25-4S	ET: Su	25:75	0,0001

Tablo 5.3. BNNS içeren numunelerin CTAC ile hazırlanma koşulları

Kod	Çözücü	Çözücü Konsantrasyonu (%)	CTAC Miktarı (g)
W-1C	Su	100	0,01
W-2C	Su	100	0,005
W-3C	Su	100	0,002
W-4C	Su	100	0,0001
I_50-1C	IPA: Su	50:50	0,01
I_50-2C	IPA: Su	50:50	0,005
I_50-3C	IPA: Su	50:50	0,002
I_50-4C	IPA: Su	50:50	0,0001
I_25-1C	IPA: Su	25:75	0,01
I_25-2C	IPA: Su	25:75	0,005
I_25-3C	IPA: Su	25:75	0,002
I_25-4C	IPA: Su	25:75	0,0001
E_50-1C	ET: Su	50:50	0,01
E_50-2C	ET: Su	50:50	0,005
E_50-3C	ET: Su	50:50	0,002
E_50-4C	ET: Su	50:50	0,0001
E_25-1C	ET: Su	25:75	0,01
E_25-2C	ET: Su	25:75	0,005
E_25-3C	ET: Su	25:75	0,002
E_25-4C	ET: Su	25:75	0,0001

5.3. Kaplama Çözeltisinin Hazırlaması

PVDF'nın farklı oranlarını çözmek için DMF manyetik karıştırıcıda 60°C de 15dk ile çözülerek farklı miktarlarda PVDF içeren çözeltiler elde edilmiştir. hBN eksfoliasyonu işlemi yapılarak elde edilen I_25_1S kodlu çözeltiye 7500 rpm 20dk santrifüj işlemi yapılarak BNNS elde edilmiştir. Santrifüj işleminde elde edilen 0,2 g BNNS 2cc izopropil alkol çözeltisi içinde dağıtılmıştır. PVDF çözeltisi BNNS çözeltisi ile 1 saat mekanik karıştırılarak kaplama çözeltileri hazırlanmıştır. Tablo 5.4'te kaplama çözeltilerin hazırlanma koşulları ve kodları yer almaktadır. Her bir kaplama çözeltisi en az 10 kez tekrarı hazırlanmıştır.

Tablo 5.4. *Kaplama çözeltilerin hazırlanma koşulları ve kodları*

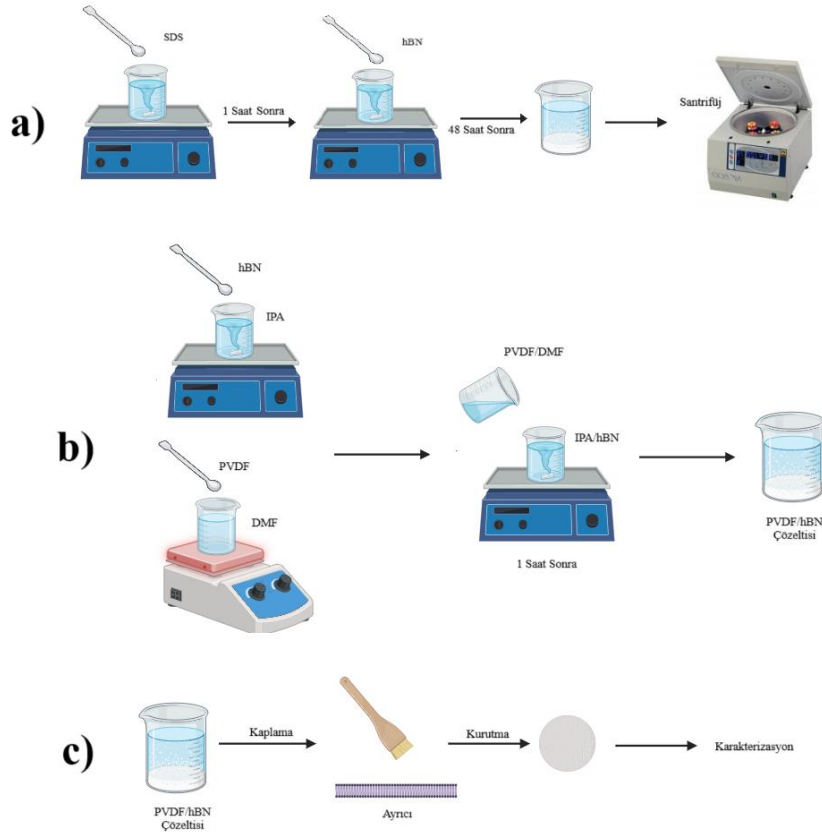
Kod	BNNS (g)	IPA (cc)	PVDF (g)	DMF (cc)
B-1P	0,20	2,00	0,01	1,00
B-2P	0,20	2,00	0,02	1,00
B-3P	0,20	2,00	0,04	1,00
B-4P	0,20	2,00	0,06	1,00
B-5P	0,20	2,00	0,08	1,00
B-6P	0,20	2,00	0,10	1,00

5.4. Ayırıcıların Kaplaması

Celgard 2400 (PP), Celgard 3501 (3501), Gelon cam fiber (GF) ve Whatman GF/D (WT) ayırıcılar 16 mm kesilerek, ayırıcıların tek yüzeyine hazırlanan kaplama çözeltileri fırçayla sürülerek kaplama işlemi yapılmıştır. Kaplama işleminden sonra kaplanmış ayırıcılar etüvde 50°C’ de 12 saat kurutulmuştur. Kaplanan ayırıcıların kodları Tablo 5.5’tedir. Deneysel çalışmasını ait akış şeması Şekil 5.1’tedir Her bir ayırıcı için kaplama işlemi en az on tekrar yapılmıştır. Kaplanan ayırıcılar X/B-xP olarak kodlanmıştır, koddaki X: ayırıcı türü, B: BNNS ve xP: kaplama çözeltisindeki PVDF oranını göstermektedir.

Tablo 5.5. *Kaplamasız ve kaplama yapılan numunelerin kodları*

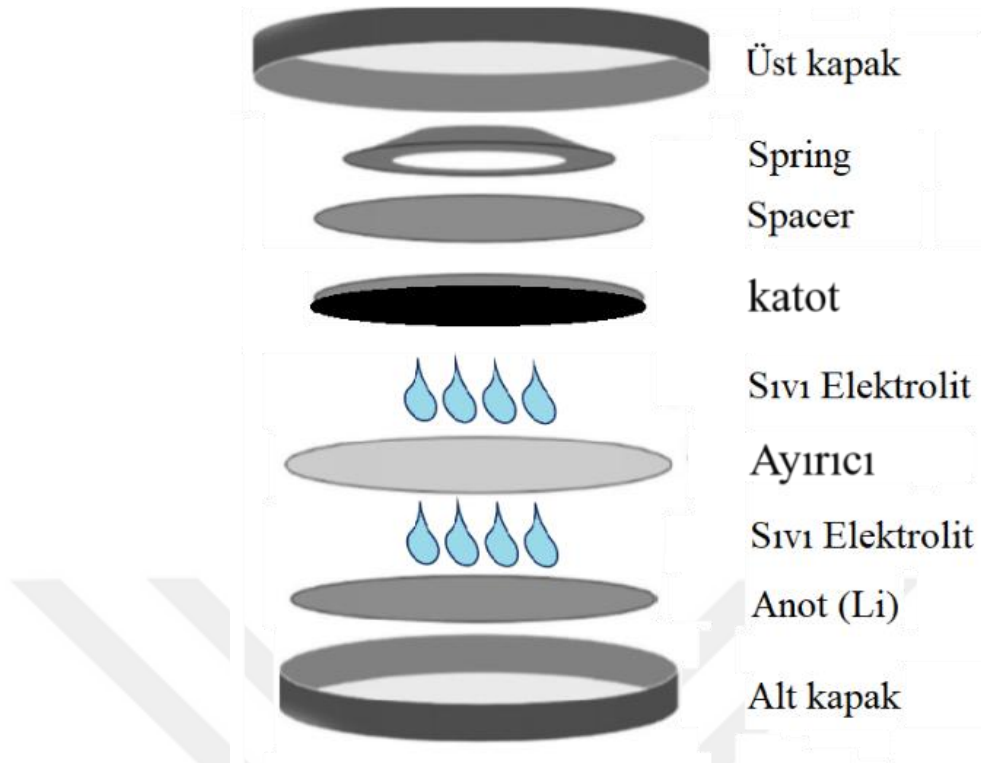
Çözeltilerin kodu	CELGARD 2400 ayırıcı kodları	CELGARD 3501 ayırıcı kodları	GELON Cam elyaf ayırıcı kodları	WHATMAN GF/D ayırıcı kodları
kaplamasız	PP	3501	GF	WT
B-1P	PP/B-1P	3501/B-1P	GF/B-1P	WT/B-1P
B-2P	PP/B-2P	3501/B-2P	GF/B-2P	WT/B-2P
B-3P	PP/B-3P	3501/B-3P	GF/B-3P	WT/B-3P
B-4P	PP/B-4P	3501/B-4P	GF/B-4P	WT/B-4P
B-5P	PP/B-5P	3501/B-5P	GF/B-5P	WT/B-5P
B-6P	PP/B-6P	3501/B-6P	GF/B-6P	WT/B-6P



Şekil 5.1. Deneyel Akış Şeması a) hBN ekfoliasyonu, b) kaplama çözeltisinin hazırlanması, c) ayırıcıların kaplanması

5.5. Pillerin Hazırlanması

Montaj işlemi sırasında gerçekleştirilen tüm işlemler, Inert I-Lab glove box (eldivenli kabin) içerisinde yapılmıştır. İşlemler boyunca glovebox içinde oksijen ve nem seviyesi 1 ppm'in altında tutulmuştur. CR2032 tip düğme pil haznesinin alt kapağına, anot olarak 16 mm çapında ve 1 mm kalınlığında saf lityum yerleştirilmiştir. Lityum anodun üzerine, 16 mm çapında kesilmiş kaplamalı ve kaplamasız ayırıcılar yerleştirilmiştir. Ayırıcıların üzerine yaklaşık 90 µL elektrolit damlatılmıştır. Elektrolit olarak 1 M LiPF₆ kullanılmıştır ve katot olarak LiNi_{0,5}Co_{0,2}Mn_{0,3}O₂ (NCM523) kullanılmıştır. Şekil 5.2'te gösterilen sıraya uygun şekilde bileşenler dizilmiş ve eldivenli kabin içerisinde daha önceden yerleştirilmiş olan dijital kontrollü elektrikli pil kapatma makinesi kullanılarak hücre montajı gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.2. Lityum iyon düğme pil kapatma sırasının şematik gösterimi

5.5. Numunelerin Karakterizasyonu ve Testler

5.5.1. Yapıdaki bağların tayini

Karakterizasyon işlemlerinden önce hBN ve tüm numuneler 80 °C'de 24 saat kurutulmuştur. Bruker Tensor 27 cihazı kullanılarak hazırlanan çözeltilerin her bir çözelti için 4000–700 cm^{-1} aralığında 4 cm^{-1} çözünürlükte 32 tek ışın taramasının ortalaması alınmıştır. Temiz, kuru elmas kristal, arka plan düzeltmesi için sürekli olarak kullanılmıştır. Sonuçlar OPUS 8.5 yazılımı kullanılarak geçirgenlik ünitesinde incelenmiştir.

5.5.2. Mineralojik faz analizi

Numuneler Rigaku MiniFlex XRD difraktometresi kullanılarak faz analizi yapılmıştır. Analizler nikel filtreli $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu kullanılarak 10° ile 70° 2θ dereceleri arasında $2^\circ/\text{dakika}$ tarama hızında, 40 kV ve 15 mA altında gerçekleştirilmiştir. X-ışını kırınım piklerinden kristallik boyutunu ve düzlemler arasındaki mesafe belirlemek için, Scherrer ve Bragg denkleminin kullanılması [183, 184]. Bragg yasasına göre (Eşitlik 5.1), katmanlar arası mesafenin hesaplanmasını sağlar:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (5.1)$$

Burada d_{hkl} , kristal düzleme (hkl) karşılık gelen nm cinsinden katmanlar arası mesafedir, λ , X-ışını dalga boyu kaynağıdır (nm) ve θ , düzleme karşılık gelen kırınım açısıdır (rad). Kristal boyutu hesaplamak için Scherrer denklemini kullanarak (Eşitlik 5.2), L_c hesaplanmıştır $k=0,9$, $\lambda=0,15406$.

$$L_c = \frac{k\lambda}{\beta_{002}\cos\theta_{002}} \quad (5.2)$$

5.5.3. Zeta potansiyel ölçümleri

Zeta potansiyeli, yüzeyin potansiyelindeki ve parçacıklar arasındaki itme/çekme kuvvetlerindeki değişiklikleri gösterdiğinden, sistemin elektrostatik davranışını değerlendirmenin etkili bir yoludur [185]. Zeta Potansiyeli, bir sıvı çözelti içerisinde bulunan katı parçacıkların ölçülebilen yüzey potansiyelidir. Birimi milivolt (mV) veya voltur. Zeta potansiyeli, artı veya eksi olması parçacığın yüzeyinin elektriksel yükünü gösterir. Zeta potansiyeli, çözeltinin pH'sına, ortamda bulunan organik veya inorganik iyonlara (elektrolitlere) ve bu iyonların konsantrasyonuna ve ayrıca ortamın (çözeltinin) cinsine bağlı olarak değişkenlik gösterir. Sıfır yük noktası parçacıkların yüzeyi üzerindeki toplam net yükünün sıfır olduğu pH değerini ifade eder. Katı parçacıkların sıfır yük noktası çözelti içerisinde pH'ya göre yapılan zeta potansiyel ölçümleri sonucu elde edilir. Bu değere izoelektrik nokta (i.e.p.) dendiği gibi bu ifade katının kayma düzlemi üzerindeki eksi ve artı yüklerin toplamı olan net yükün sıfır olduğu pH değerini göstermektedir [186]. Zeta potansiyelinin değeri, bir dağılım numunesindeki nanoparçacıklar arasındaki elektrostatik itme derecesini gösterir. Zeta potansiyelinin büyüklüğü, malzemelerin dağılım stabilitesi ile orantılıdır (yani, daha yüksek büyüklük, daha yüksek dağılım stabilitesi [187]. Deneyisel çalışmalarda kullanılan hBN ve nihai ürün BNNS'nin yüzey yüklerinin belirlenmesi ve farklı dağıtıcılar içerisindeki süspansiyon özelliklerinin belirlenmesi için zeta potansiyelleri Malvern marka Zeta-NanoSizer cihazı ile %1 konsantrasyonlar ile 3 tekrarlı olarak ölçülmüştür.

5.5.4. Mikroyapının incelenmesi

Taramalı elektron mikroskopunda görüntü, yüksek voltaj etkisi ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine bir demet halinde odaklanması ile elektron demetinin numune yüzeyini tarayarak elektron ve numune arasında oluşan girişimlerin sonucunda meydana gelen etkilerin detektörler tarafından toplanması ve sinyal güçlendiriciden

geçtikten sonra katot ışını tüpü ekranına aktarılmasıyla elde edilir. SEM’de numunelerin incelenmesi için hazırlanan X/B-xP numuneleri tutucuya yerleştirilerek mikro yapı incelenmiştir. Etüvde kurutulan numuneler elektronların yüzeye şarj olmasını engellemek için Agar Sputter Coater marka kaplama cihazı kullanılarak Au-Pd ile 30 saniye kaplanmıştır. Numunelerin görüntü analizleri ZEIS SUPRA VP50 marka model taramalı elektron mikroskobunda gerçekleştirilmiştir.

5.5.5. Numunelerin katlanabilir boyutsal kararlılık deneyleri

Kaplama işleminden sonra kurutulmuş ayırıcılar pens yardımıyla iki kenar bir araya getirilerek tutulup bırakıldığında eski hale edip gelmediği ve kaplamanın dökülüp dökülmediği kontrol edilmiştir. Her bir numune için katlama işlemi üç kere tekrar edilmiştir.

5.5.6. Temas açısı ölçümleri

Statik temas açısı ölçümü, bir numune yüzeyi üzerine mikrolitre büyüklüğündeki damlacıkların yerleştirilmesini içerir. Damlacık sınırında oluşan açı, bir yüzeyin ıslatabilirliğini karakterize eden temas açısıdır. Yüzey ne kadar hidrofilik karakterde olursa o zaman sıvı ile yüzey arasındaki adhezyon kuvvetleri sıvının kendi molekülleri arasındaki kohezyon kuvvetlerinden daha baskın hale gelir ve sıvıyı kendine çeker ve temas açısı küçülür. Sıfır derecede veya buna yakın bir açıda mükemmel ıslanma yani süper hidrofilik durum gerçekleşir [188]. Aksine, yüzey ne kadar hidrofobik yapıda olursa o zaman da sistemde sıvı molekülleri arasındaki kohezyon kuvvetleri, sıvı ile yüzey arasındaki adhezyon kuvvetlerinden daha baskın olur ve bu sayede sıvı damlası yüzeyden uzaklaşarak toplanır buna ıslanmazlık durumu denir. Bu temas açısı 90° ve üzerinde olursa genel anlamda malzeme hidrofobik (ıslanmaz) kabul edilir ve eğer θ 150° ’nin üzerinde olursa buna mükemmel ıslanmazlık hali veya süperhidrofobik hali denir [180], [189]. Temas açısı ölçümleri Attension Theta Biolin Scientific cihazı ile her bir numune için 3 tekrarlı analiz yapılmıştır. Temas açısı ölçümleri ayırıcıların üzerine 5 μ L elektrolit üzerine damlatılarak 10 sn’de ölçülmüştür. Ayrıca, 5 μ L elektrolit ve 5 μ L saf su ayırıcıların üzerine damlatılarak makro görüntülenmiştir.

5.5.7. Elektrolit alma ve tutma deneyleri

Elektrolit alımı ve tutma testi, pillerde kullanılan ayırıcı malzemelerin performansını değerlendirmek amacıyla gerçekleştirilen bir süreçtir. Test, elektrotlar arasındaki ayırıcının elektroliti ne kadar etkili bir şekilde emip tutabildiğini belirlemek üzere

tasarlanmıştır. Ayırıcı laboratuvar koşullarında hazırlanarak elektrolit alımı testi yapıp, ayırıcının elektroliti emme hızı ve kapasitesi değerlendirilir. Elektrolit tutma kapasitesi testi, ayırıcının emdiği elektroliti ne kadar süreyle tutabildiğini belirler. Uzun vadeli stabilite testleri, ayırıcının performansını belirli bir süre boyunca değerlendirerek malzemenin uzun ömürlülüğünü belirlemeye yöneliktir. Bu testler, pillerin güvenilirliğini, dayanıklılığını ve güvenliğini artırmak için önemlidir ve pil teknolojisinin gelişimi açısından kritik bir rol oynamaktadır.

Hazırlanmış ayırıcılar lityum hekzaflorofosfat elektrolit kullanılarak elektrolit alımı ve tutması belirlenmiştir. Her bir ayırıcı kuru ağırlığı (W_{kuru}) ölçülmüştür. Gloveboxte elektrolit içinde farklı süreler (1-168 saat) ile bekletilerek ıslak ağırlıkları ($W_{ıslak}$) ölçülmüştür. Elde edilen sonuçlar %elektrolit alımı ve %elektrolit tutma, sırasıyla Eşitlik 5.3 ve Eşitlik 5.4 kullanılarak hesaplanır.

$$elektrolit\ alımı(\%) = \frac{W_{ıslak} - W_{kuru}}{W_{kuru}} \times 100 \quad (5.3)$$

$$elektrolit\ tutma(\%) = \frac{W_{ıslak} - W_{kuru}}{W_{ıslak}} \times 100 \quad (5.4)$$

Burada W_{kuru} sıvı elektrolite daldırılmadan önceki ayırıcı ağırlığı ve $W_{ıslak}$ ıslatılmış ayırıcının ağırlığıdır.

5.5.8. Isıl boyutsal kararlılık deneyleri

Sıcaklığa karşı davranışın belirlenmesi için 50°C kurtulan ayırıcılar Binder Ed 23 marka etüv ile her bir sıcaklıkta 30 dk bekletilerek 25, 50, 75, 100, 125, 150 ve 200°C’de ayırıcıların boyutsal değişimi ölçülmüştür. Isıl boyutsal kararlılık deneyleri her bir ayırıcı için 4 tekrarlı olarak yapılmıştır.

5.5.9. Kalınlık ve ağırlık ölçüm deneyleri

Kalınlık ölçümü Mitutoyo 293-821 dijital mikrometre ile yapılmıştır. Deney 2 tekrarlı her bir numune için 4 farklı yerden kalınlık ölçülerek kalınlık ortalamalar alınmıştır. Ayırıcıların ağırlıkları OHAUS AV264C analitik terazi ile ölçülmüştür. Deney 2 tekrarlı ölçüm alınarak ayırıcıların ağırlıkları belirlenmiştir.

5.5.10. Elektrokimyasal analizleri

Pillerin uzun süreli performansını değerlendirmek amacıyla sabit akım altında (galvanostatik) iki farklı test uygulanmıştır. BaSyTec marka batarya test cihazı ile hız

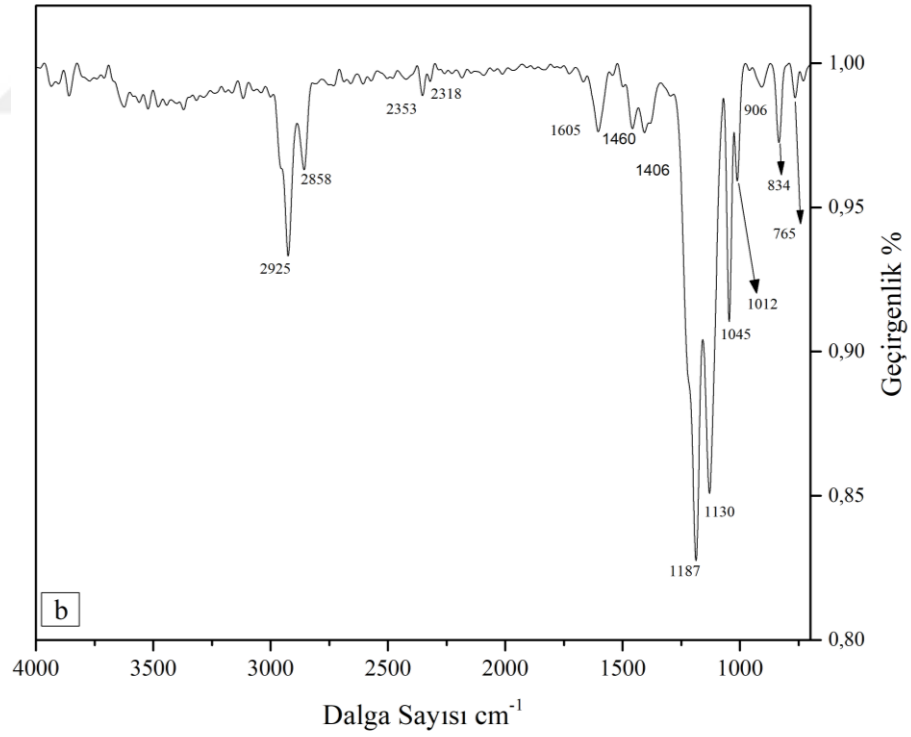
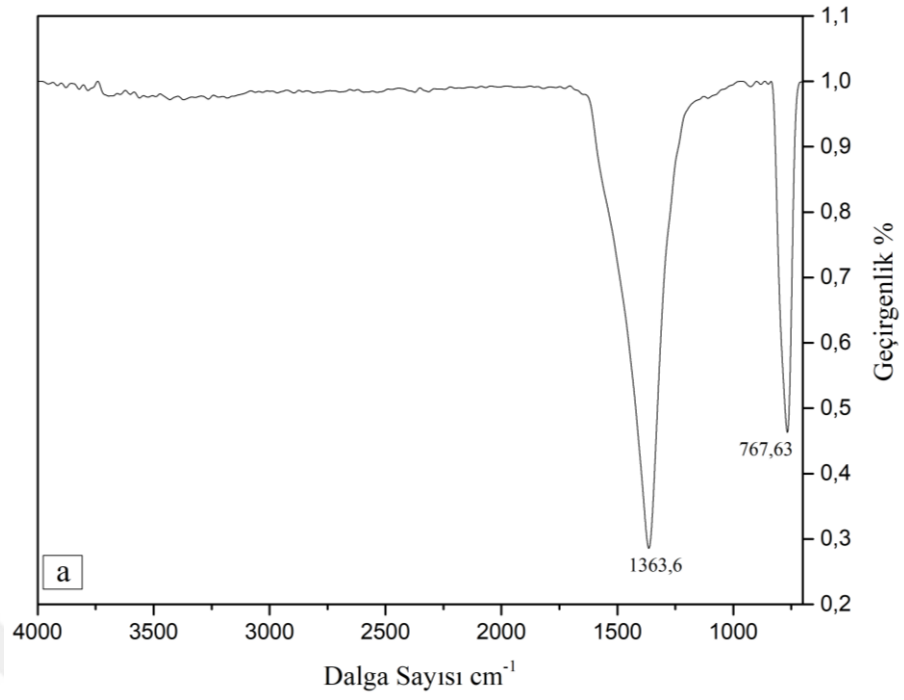
performans testleri, farklı akımlarda pilin davranışını analiz etmek için önemli bir yöntemdir. Bu testte, sabit akım değerleri $C/10$, $C/5$, $C/2$, C ve $2C$ oranlarında değiştirilerek şarj-deşarj işlemleri gerçekleştirilmiş ve pilin çeşitli hızlarda elektrik enerjisini depolama vedeşarj yeteneđi değerdendirilmiştir. Çevrim performansı testleri, pillerin belirli bir akım ve voltaj aralığında tekrarlanan şarj-deşarj çevrimlerine tabi tutulmasıyla gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda, $1C$ oranında 100 çevrimde gerçekleştirilen testler ile pilin kapasite korunumu, çevrim ömrü ve bozulma mekanizmaları incelenmiştir. Ayrıca, Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS), enerji depolama sistemlerindeki elektriksel ve elektrokimyasal reaksiyon mekanizmalarını araştırmak için kullanılan bir yöntemdir. Empedans, elektrik akımına karşı bir direnç olarak tanımlanır ve genellikle Nyquist ve Bode grafikleri ifade edilir. Bu çalışmada, empedans testleri Gamry Instrument Interface 600 cihazı ile 0,01 Hz-10 mHz frekans aralığında, 10 mV genliğinde gerçekleştirilmiştir.

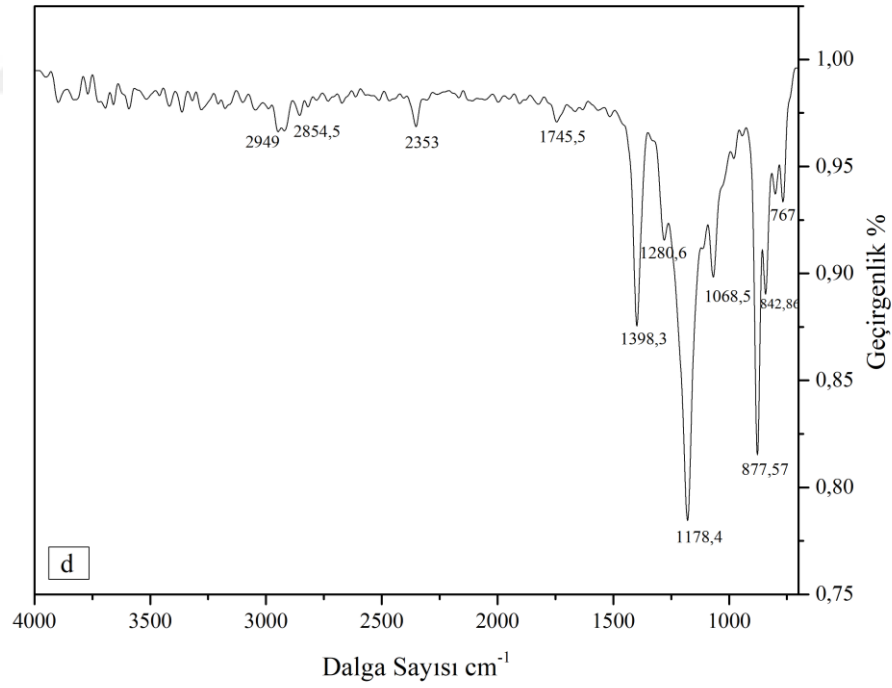
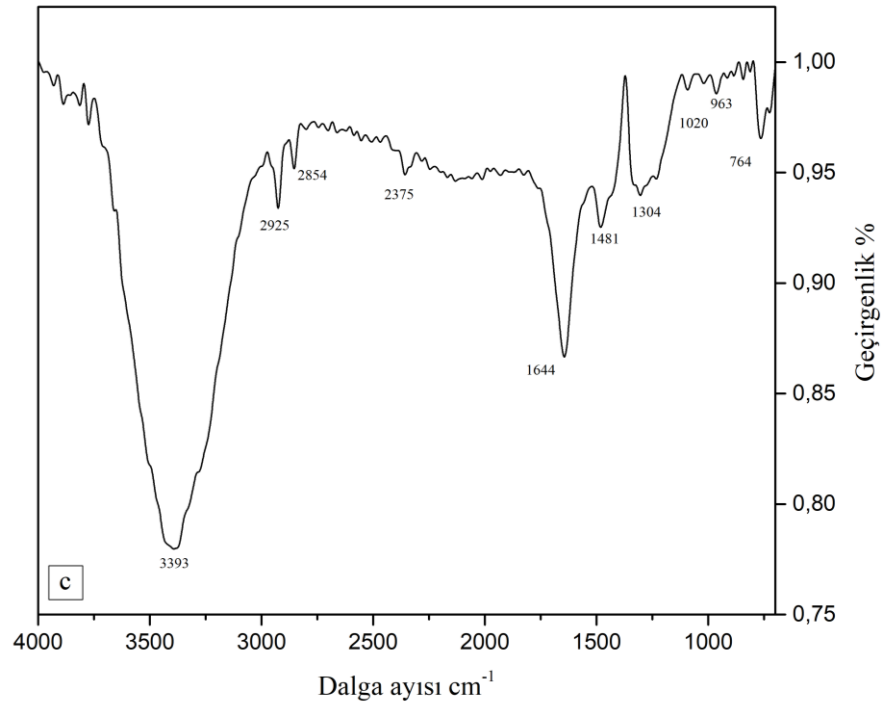
6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMALAR

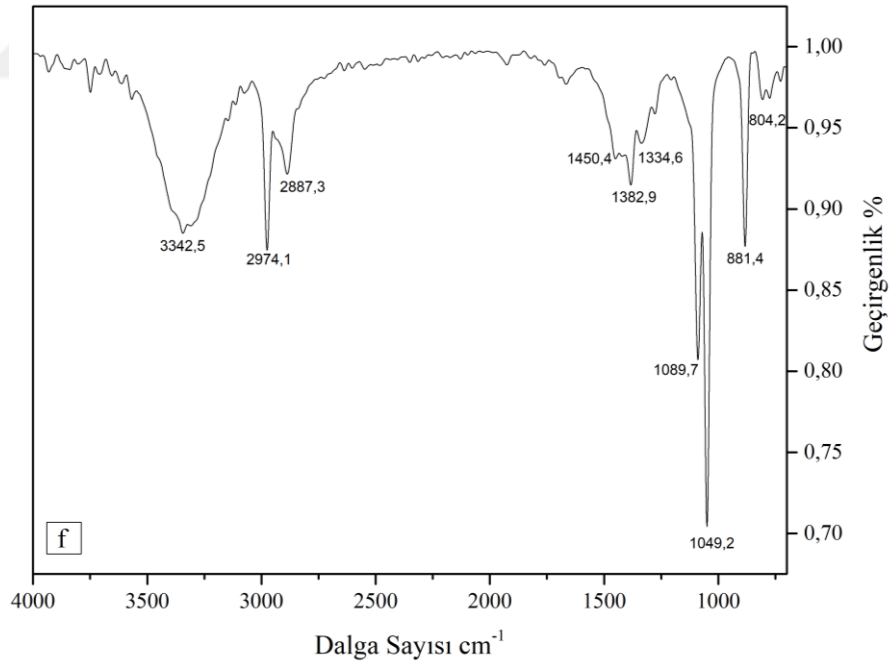
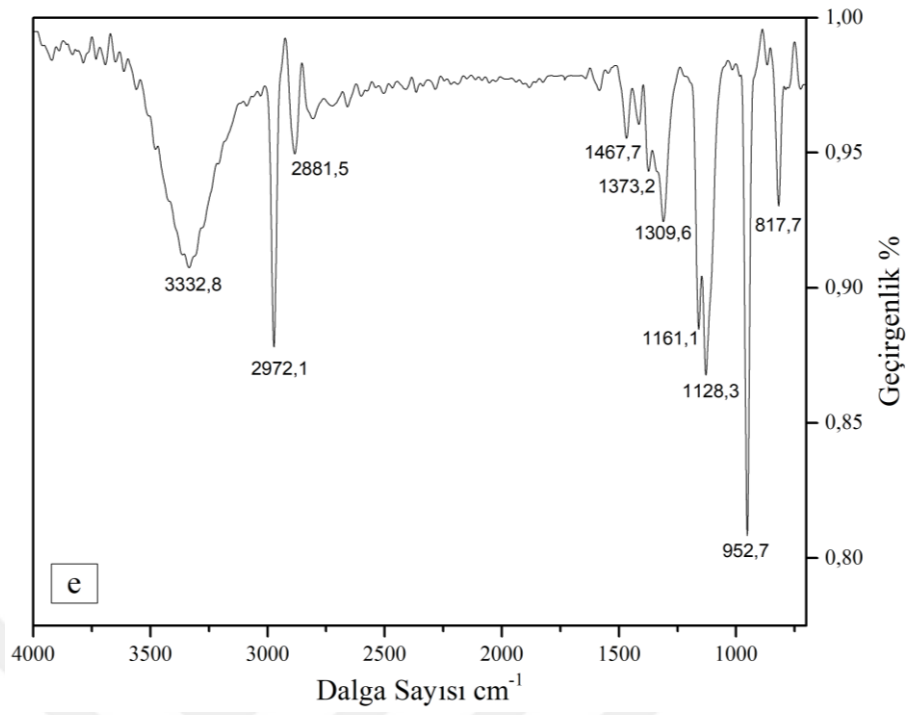
6.1. Kullanılan Mazlemelerin Karakterizasyonu

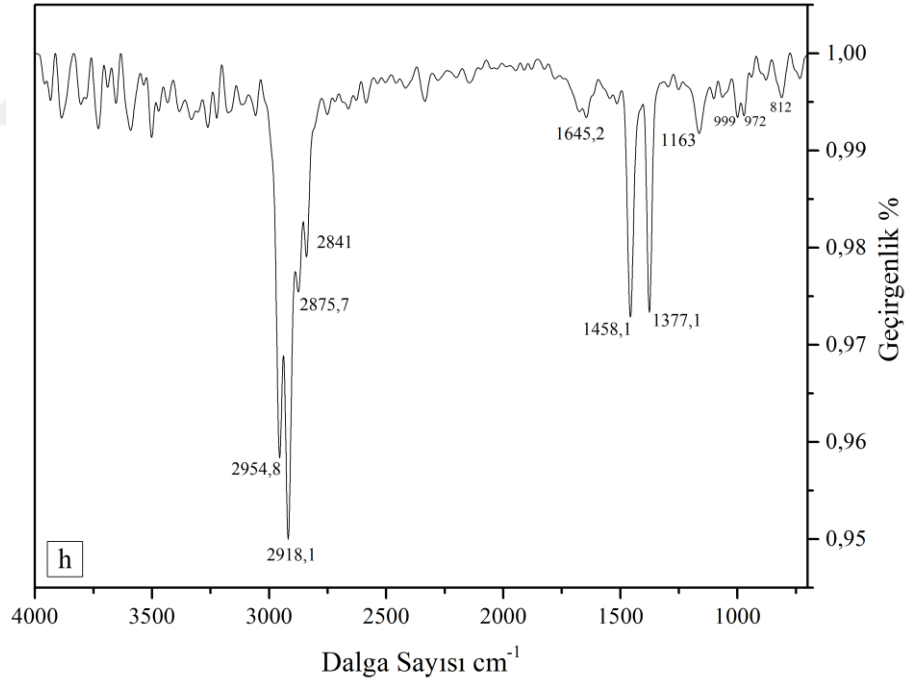
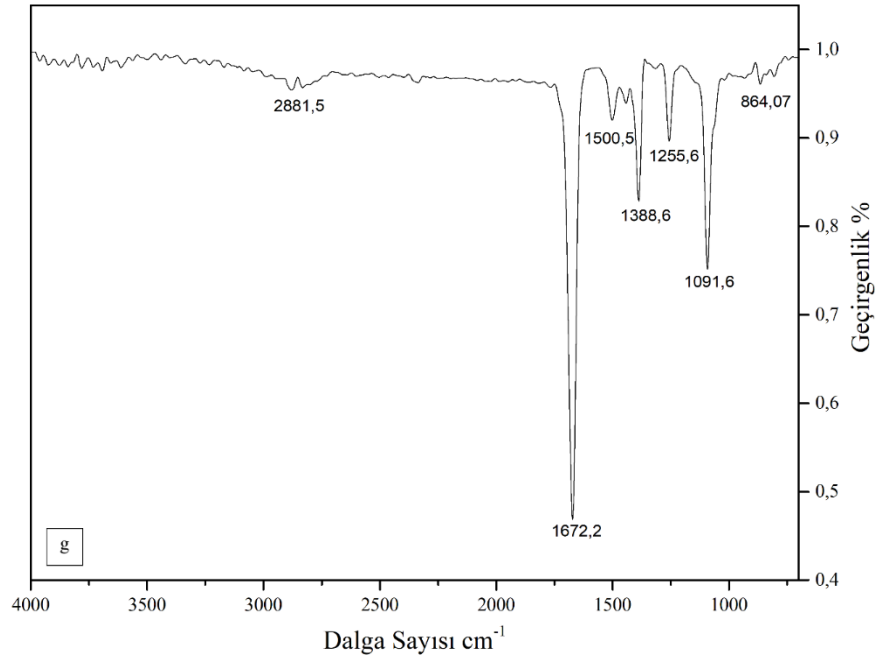
Kullanılan hammaddelerin hBN, SDS, CTAC, İPA, ET, PVDF, DMF ve ayrıcıların analizleri yapılmıştır. FTIR analiz sonucu hBN'nin $1363,6$ ve $767,63\text{ cm}^{-1}$ 'de iki karakteristik tepe noktası sahip olduğu Şekil 6.1a'da ve bunlar sırasıyla düzlem içi B-N germe titreşimi ve düzlem dışı B-N-B eğilme titreşimidir [169, 190–192]. SDS pikleri S = O germe titreşimini gösteren $906-1187\text{ cm}^{-1}$ 'de, $2858-2925\text{ cm}^{-1}$ pikleri C-H, 1460 cm^{-1} CH_2 ve 1406 cm^{-1} CH_3 'dir (Şekil 6.1b). Bu pikler, SDS işlevselleştirilmiş nanopartiküller için tipiktir [193, 194]. CTAC zincirinin $-\text{CH}_2$ gerilmesinden kaynaklanan $2854-2925\text{ cm}^{-1}$, 1644 cm^{-1} 'deki gerilme titreşimi tepe noktası aldehit C=O bağlarına atfedilebilir. 1481 cm^{-1} 'deki karakteristik bant, doymamış benzen halkalarındaki C-C gerilmesine ve $1400-1000\text{ cm}^{-1}$ ve $963-68\text{ cm}^{-1}$ 'deki pikler esas olarak aromatik halkadaki C-H bükülmesiyle ilişkilendirildi (Şekil 6.1c) [195, 196]. PVDF için, $2949-2854\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde görülen pikler CH_2 gruplarının gerilme titreşimlerini gösterirken 1745 cm^{-1} 'de gözlemlenen pik C=O gerilme titreşimine aittir. $1398-1280\text{ cm}^{-1}$ aralığında görülen pikler C-H gruplarının titreşimleri, $1187-1068\text{ cm}^{-1}$ arasındaki pikler, C-F gruplarının gerilme titreşimlerini göstermektedir (Şekil 6.1d) [197, 198]. Şekil 6.1e'de İPA FTIR spektrumunu göstermektedir. Spektrumda gözlenen $3332,8\text{ cm}^{-1}$ 'deki geniş bant hidroksil gruplarının (O-H) varlığına işaret ederken, $2972,1$ ve $2881,5\text{ cm}^{-1}$ 'deki pikler alifatik CH_2 ve CH_3 gruplarına ait C-H gerilme titreşimlerini göstermektedir. Orta bölgede görülen $1467,7\text{ cm}^{-1}$ 'deki bant C-H deformasyonuna, $1373,2\text{ cm}^{-1}$ 'deki bant C-H bükülmesine ve $1309,6\text{ cm}^{-1}$ 'deki bant C-O gerilmesine atanabilir. Spektrumun parmak izi bölgesinde gözlenen $1161,1$ ve $1128,3\text{ cm}^{-1}$ 'deki bantlar C-O-C asimetrik gerilme titreşimlerine, $952,7$ ve $817,7\text{ cm}^{-1}$ 'deki bantlar ise C-H dışarı bükülme titreşimlerine karşılık gelmektedir. Şekil 6.1f'de etanolün karakteristik yapısını $3342,5\text{ cm}^{-1}$ 'deki geniş ve kuvvetli pik, etanolün yapısındaki O-H gerilme titreşimini ve hidrojen bağı etkileşimlerinin varlığını gösterirken, $2974,1$ ve $2887,3\text{ cm}^{-1}$ 'de görülen pikler CH_3 ve CH_2 gruplarına ait asimetrik ve simetrik C-H gerilme titreşimlerini temsil etmektedir. Orta bölgede gözlenen $1450,4$ ve $1382,9\text{ cm}^{-1}$ 'deki bantlar CH_2 ve CH_3 gruplarının bükülme titreşimleri, $1334,6\text{ cm}^{-1}$ 'deki bant ise O-H bükülme titreşimi ile ilişkilidir. Spektrumun parmak izi bölgesinde bulunan ve etanol için oldukça karakteristik olan $1089,7$ ve $1049,2\text{ cm}^{-1}$ 'deki keskin ve şiddetli bantlar C-O gerilme titreşimlerini gösterirken, $881,4$ ve $804,2\text{ cm}^{-1}$ 'deki bantlar C-C iskelet titreşimleri ve CH_2 sallanma titreşimlerine karşılık gelmektedir. Tüm bu

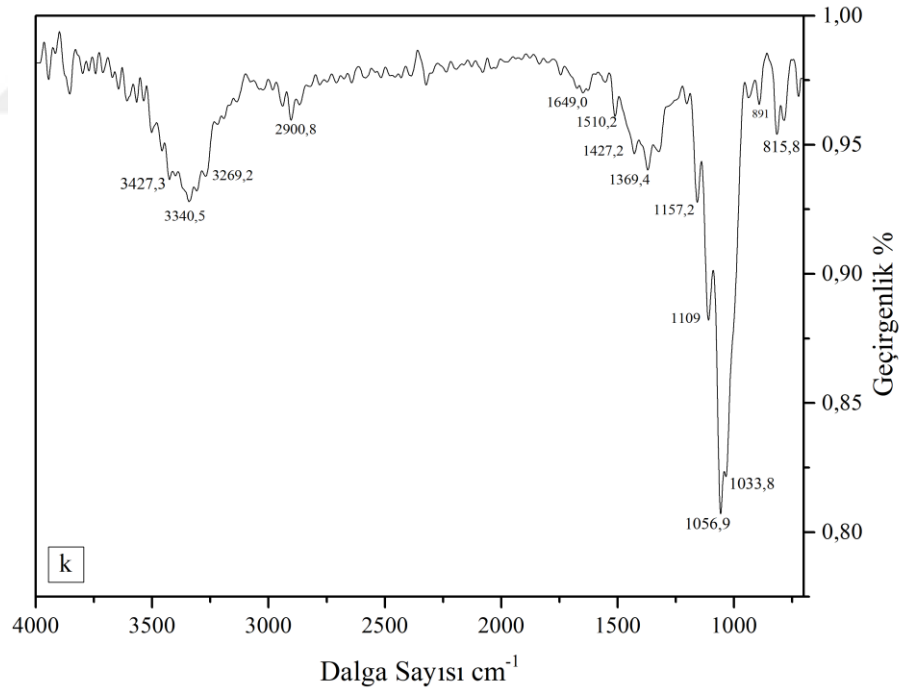
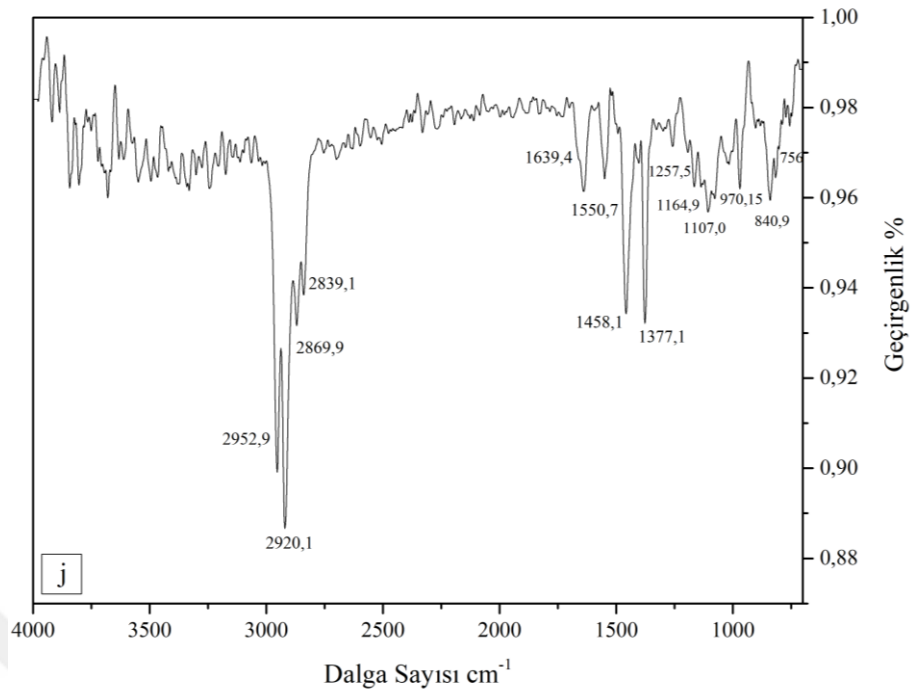
spektral veriler, analiz edilen numunenin etanol olduğunu açıkça doğrulamaktadır [199]. Şekil 6.1g’de N, N-Dimetilformamid (DMF)’in titreşim bantlarını göstermektedir. 1672,2 cm^{-1} ’de gözlenen çok şiddetli ve keskin bant, DMF molekülünün yapısındaki C=O (karbonil) grubunun gerilme titreşimini temsil etmektedir ve bu bantın konumu ve şiddeti DMF için ayırt edici niteliktedir. Spektrumda görülen 2881,5 cm^{-1} ’deki zayıf bant CH_3 gruplarına ait C-H gerilme titreşimlerini gösterirken, 1500,5 ve 1388,6 cm^{-1} ’deki bantlar bu CH_3 gruplarının bükülme titreşimlerine karşılık gelmektedir. Orta dalga sayısı bölgesinde gözlenen 1255,6 cm^{-1} ’deki bant C-N gerilme titreşimini, 1091,6 cm^{-1} ’deki bant C-H ve N-C titreşim kombinasyonlarını göstermekte, düşük dalga sayısı bölgesindeki 864,07 cm^{-1} ’deki bant ise N-C iskelet titreşimlerine atfedilmektedir. Polipropilen (PP) FTIR spektrumu Şekil 6.1h Celgard 2400 karakteristik yapısını göstermektedir. 2954-2841 cm^{-1} bölgesindeki güçlü pikler CH_3 ve CH_2 gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1458,1 cm^{-1} ise CH_3 ait ve 1377,1 cm^{-1} ’deki belirgin pik, CH_2 grubuna, 1163 cm^{-1} , 999 cm^{-1} , 972 cm^{-1} ve 812 cm^{-1} ’deki pikler PP’nin titreşimlerini ve C-C gerilme titreşimlerini temsil etmektedir [200]. Celgard 3501 ayırıcı malzemesinin yapısının PP ile aynı piklere sahip olduğu tespit edilmiştir (Şekil 6.1j) [201, 202]. Şekil 6.1k’de yer alan FTIR spektrumu Gelon cam elyaf malzemesinin yapısını göstermektedir. 3427,3-3269,2 cm^{-1} bölgesindeki geniş pik malzemenin yapısındaki -OH (hidroksil) gruplarının varlığını göstermektedir. 2900,8 cm^{-1} ’deki pik C-H gerilme titreşimlerini temsil etmektedir. 1649,0 ve 1510,2 cm^{-1} ’deki pikler, C-C ait, 1427,2 ve 1369,4 cm^{-1} ’deki pikler Si-O-Si asimetric gerilme titreşimlerini temsil ederken, 1157,2 ve 1109 cm^{-1} ’deki pikler Si-O-Si simetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. En şiddetli pikler 1056,9 ve 1033,8 cm^{-1} ’deki bantlar, Si-O-Si bağlarının varlığını doğrulamaktadır. 891 ve 815,8 cm^{-1} ’deki pikler ise Si-OH gruplarının deformasyon titreşimlerini temsil etmektedir [203]. Şekil 6.1l’de WT’ye ait 1377,1 cm^{-1} ’deki en şiddetli ve keskin pik, yapıdaki Si-O-Si asimetric gerilme titreşimlerini göstermektedir. Bu pikin şiddeti, malzemenin silika yapısına sahip olduğunu doğrulamaktadır. 1143,7 cm^{-1} ’deki geniş pik, Si-O-Si gerilme titreşimlerini temsil ederken, 1064,6 ve 1033,8 cm^{-1} ’deki pikler Si-O gerilme titreşimlerini göstermektedir. 1200 ve 900 cm^{-1} ’de tespit edilen pikler, sırasıyla siloksanların ve epoksi gruplarının gerilme titreşimlerinden kaynaklanmıştır [204].

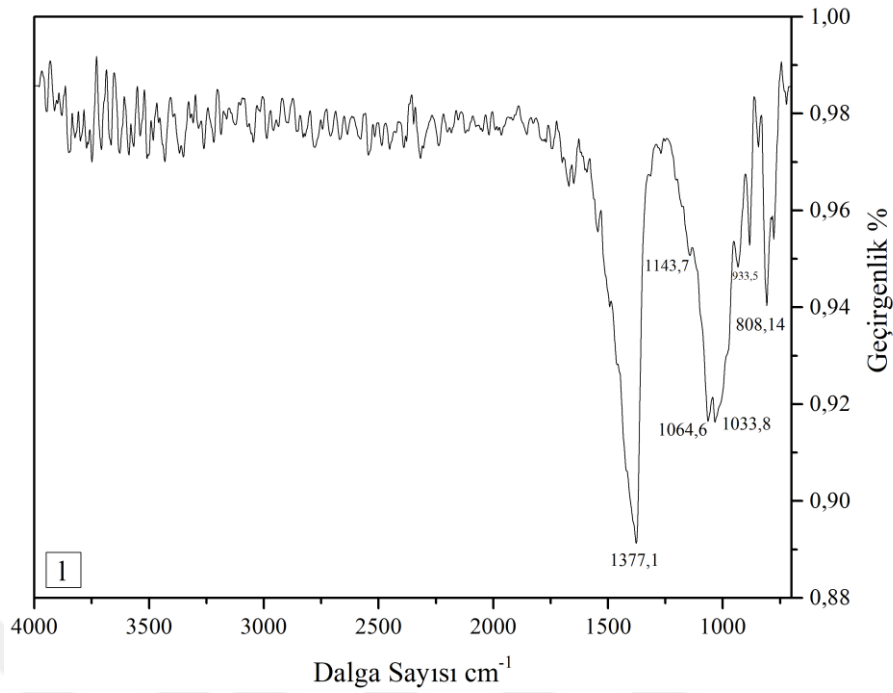










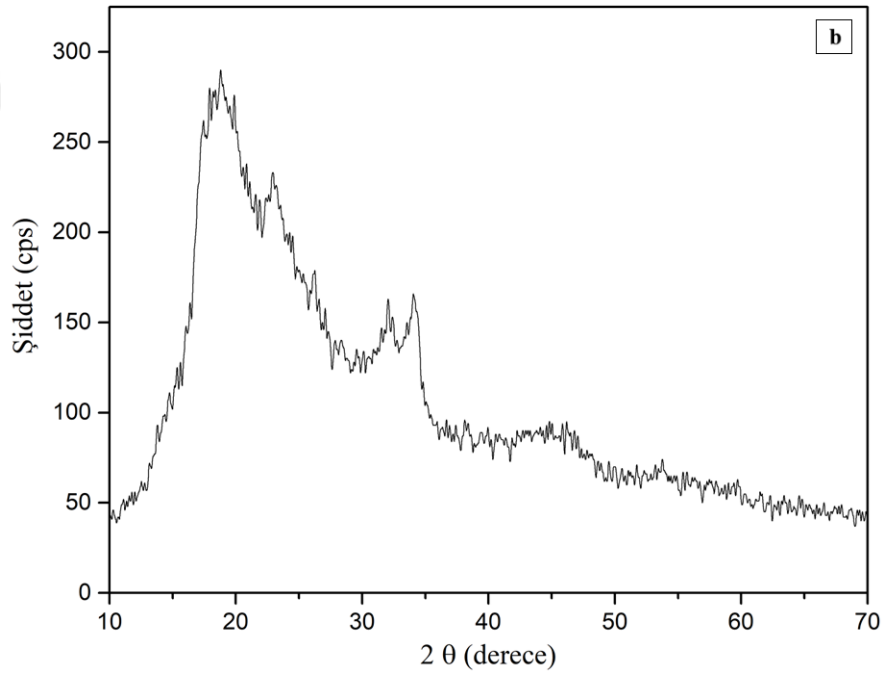
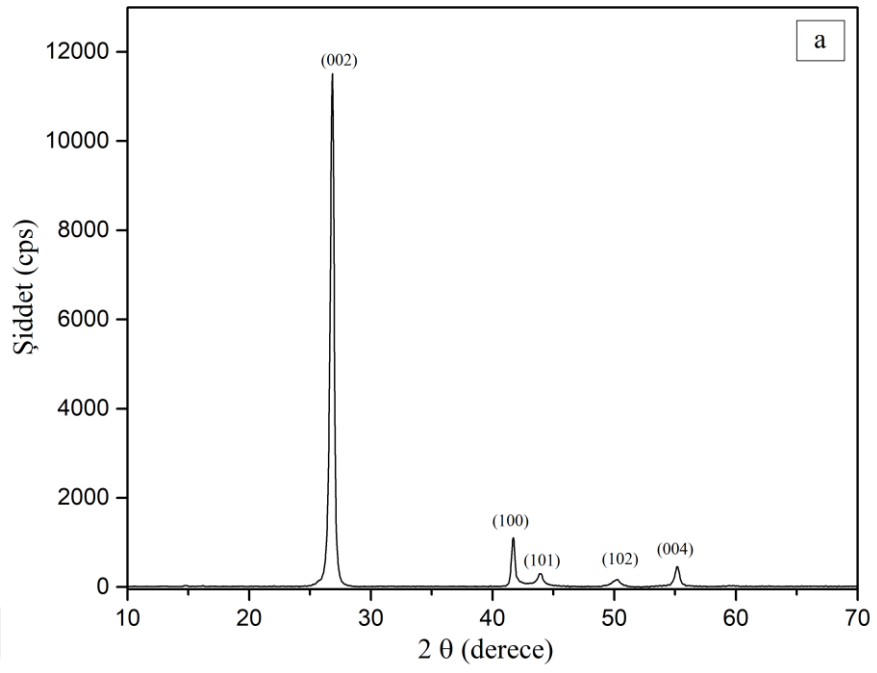


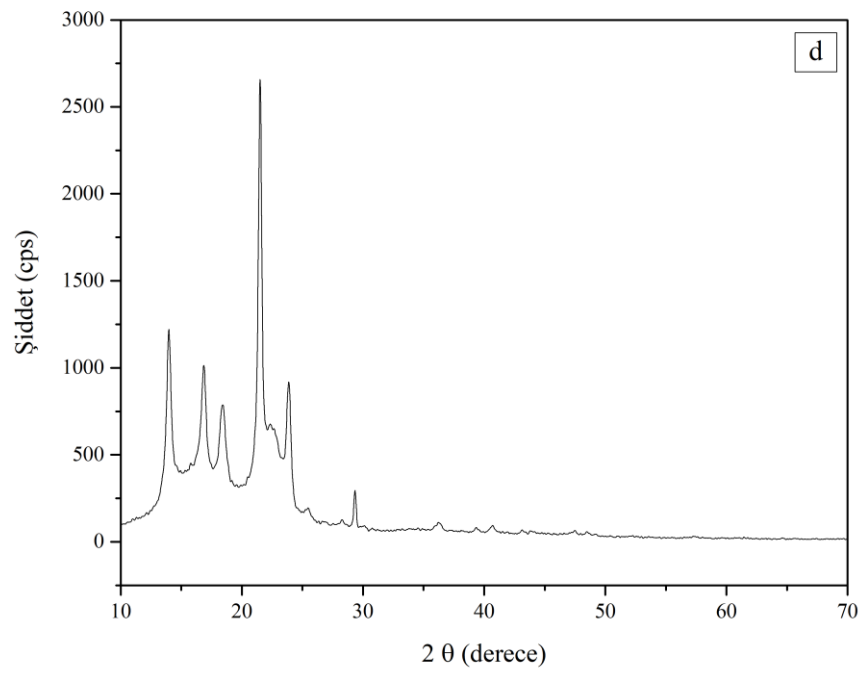
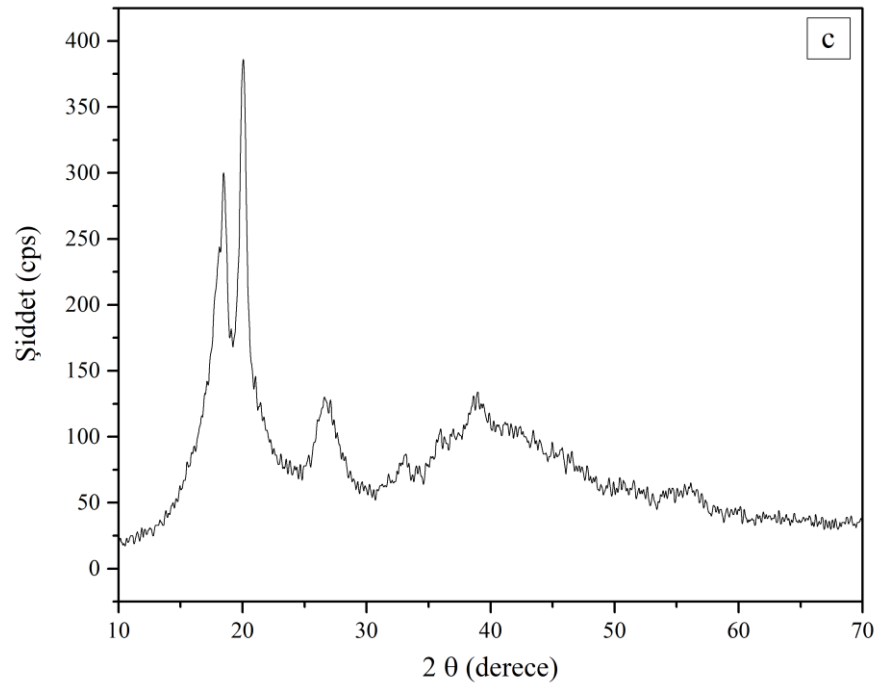
Şekil 6.1. FTIR analiz sonuçları a) hBN, b) SDS, c)CTAC, d) PVDF, e) İPA, f)ET, g) DMF, h) PP, j)5301, k) GF ve l) WT

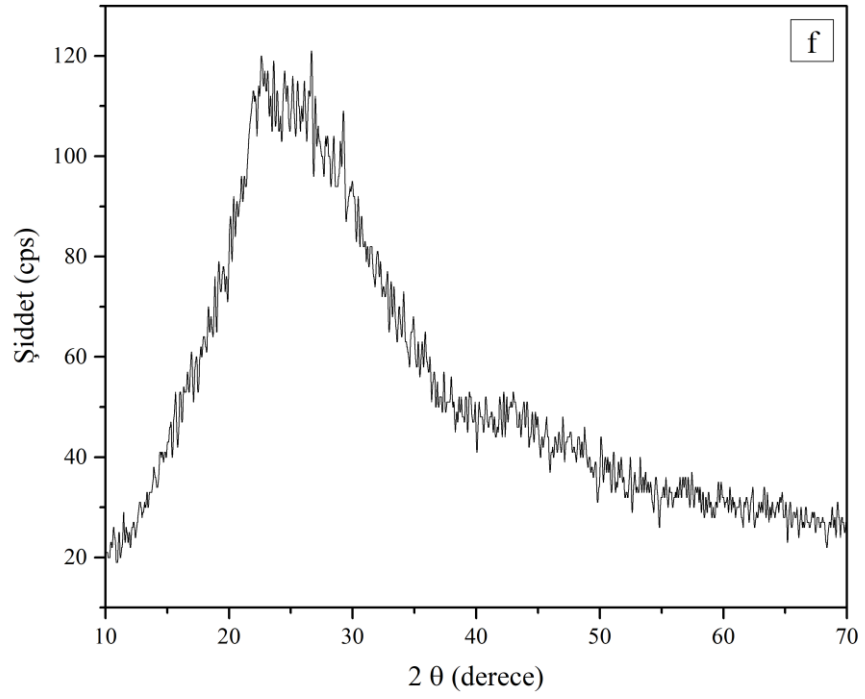
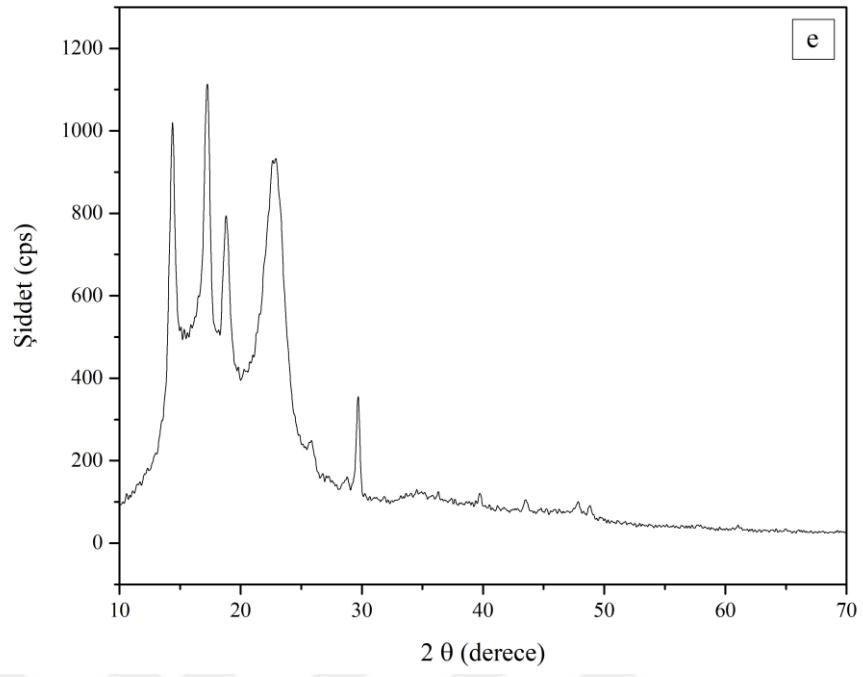
XRD analizleri hBN, SDS, PVDF, PP, 3501, GF ve WT yapılabilmektedir. CTAC sıvı olduğundan XRD'si yapılamamıştır. Şekil 6.2a'de XRD spektrumu hekzagonal bor nitrür (hBN) yapısının kristal özelliklerini göstermektedir. Spektrumda gözlenen en şiddetli ve keskin pik $2\theta \approx 26,7^\circ$ civarında (002) düzlemine ait olup, hBN'nin karakteristik c-ekseni yönelimini ve tabakalar arası istiflenmesini göstermektedir. Bunun yanında $2\theta \approx 42,5^\circ$ ve $44,5^\circ$ 'de gözlenen (100) ve (101) pikleri sırasıyla hBN'nin hekzagonal yapısının iç düzlem yansımalarını temsil etmektedir ve düşük şiddetli (102) ve (004) pikleri de kristal yapının düzenliliğini doğrulamaktadır. Özellikle (002) pikinin yüksek şiddeti ve keskinliği, malzemenin iyi kristallenmiş gösterdiğini işaret etmektedir. Bu XRD paterni, sentezlenen malzemenin saf ve kristal yapıda hBN olduğunu açıkça doğrulamaktadır[190]. hBN 5 kristal düzleme ait ayrılmış piklerin varlığıyla (JCPDS No:034-0421) yüksek kristallığe ve saflığa sahip olduğu belirlenmiştir [205]. Şekil 6.2b'de bu XRD spektrumu SDS'in faz analizi görülmektedir. Spektrumda gözlenen en karakteristik ve şiddetli pik $2\theta \approx 20^\circ$ civarında olup, bu SDS moleküllerinin düzenli paketlenmesinden kaynaklanan yansımayı temsil etmektedir. 30-35° arasında görülen daha geniş ve düşük şiddetli pikler ise, SDS'in lameller yapısının varlığını göstermektedir.

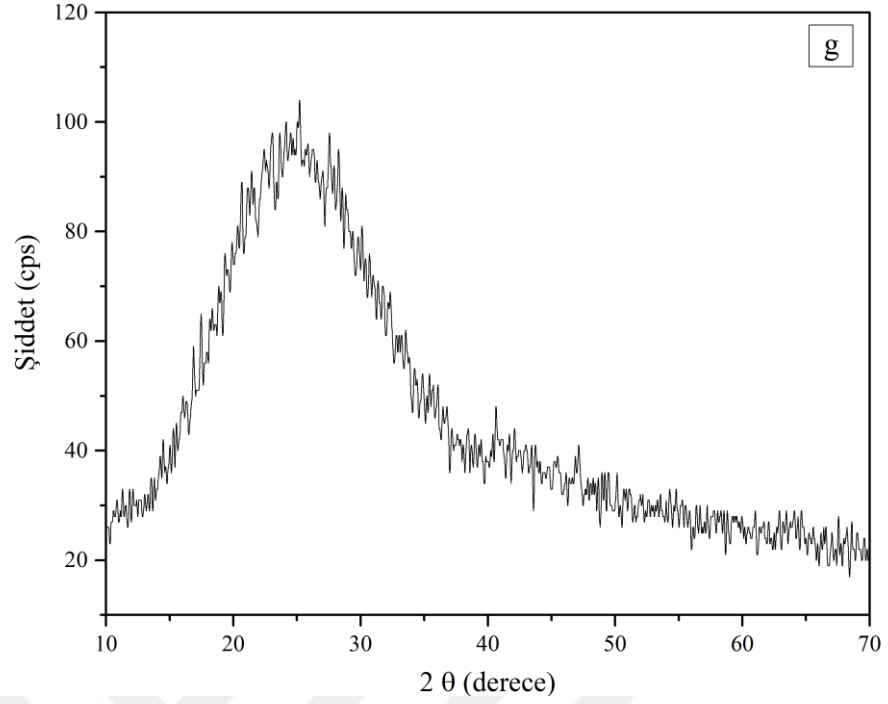
Spektrumda gözlenen piklerin genişliği ve şiddetlerinin düşük olması, malzemenin kısmen kristal ve kısmen amorf yapıda olduğunu belirtmektedir [206].

PVDF faz analizi Şekil 6.2c'dedir. En belirgin pikler yaklaşık 20° civarında görülmektedir. Bu bölgede iki keskin pik mevcuttur, $18-19^\circ$ ve 20° civarında bu pikler PVDF'nin β kristal fazına işaret etmektedir. 30° civarında görülen orta şiddetli pik PVDF'nin α fazının varlığını gösterirken, $35-40^\circ$ aralığında görülen geniş pik bölgesi de polimerin yarı-kristal yapısını desteklemektedir. Faz analizi incelendiğinde malzemenin yarı-kristal bir yapıya sahip olduğu hem β fazı hem de α fazı içerdiği görülmektedir (JCPDS No: 38-1638) [207]. PP (Şekil 6.2d) polimer malzemesinin kristal yapısını göstermektedir. Grafikte 10° ile 30° 2θ aralığında gözlemlenen yüksek şiddetli ve keskin piklerdir. Özellikle 14° , 17° , $18,5^\circ$ ve $21,5^\circ$ civarlarında karakteristik PP pikleri net bir şekilde görülmektedir. $21,5^\circ$ civarındaki pik en yüksek şiddete sahip olup, PP'nin α -formunun (110) düzlemini temsil etmektedir. Grafikteki keskin ve yüksek şiddetli pikler, malzemenin yüksek kristallenme derecesine sahip olduğunu göstermektedir. 30° sonrasında gözlemlenen düşük şiddetli pikler ve azalan temel çizgi, polimerin amorf bölgelerinin varlığını işaret etmektedir (JCPDS No: 66-1214) [208]. Calgard 3501 (Şekil 6.2'e) için en belirgin pikler 10° ile 30° 2θ aralığında gözlemlenmektedir. Özellikle 14° , 17° , ve 21° civarlarında karakteristik yüksek şiddetli pikler görülmektedir. Bu pikler arasında 17° civarındaki pik en yüksek şiddete sahiptir. (Şekil 6.2d ve 6.2g) Gelon ve Whatman cam elyaf malzemelerinin kristal yapılarını karşılaştırmalı olarak göstermektedir. Her iki örnekte de $20-30^\circ$ 2θ aralığında geniş bir amorf pik gözlemlenmektedir. Gelon cam elyaf örneğinde en yüksek şiddet yaklaşık 120 cps civarındayken, Whatman cam elyaf örneğinde bu değer 100 cps civarındadır. Her iki örnekte de keskin kristal pikler yerine geniş ve yayvan pikler görülmekte olup, 40° sonrası kademeli olarak azalan bir şiddet profili sergilemektedir. Temel çizginin dalgalı yapısı, malzemelerin amorf karakterini desteklemektedir. Bu durum, her iki cam elyaf örneğinin de tipik amorf cam yapısını gösterdiğini doğrulamaktadır.



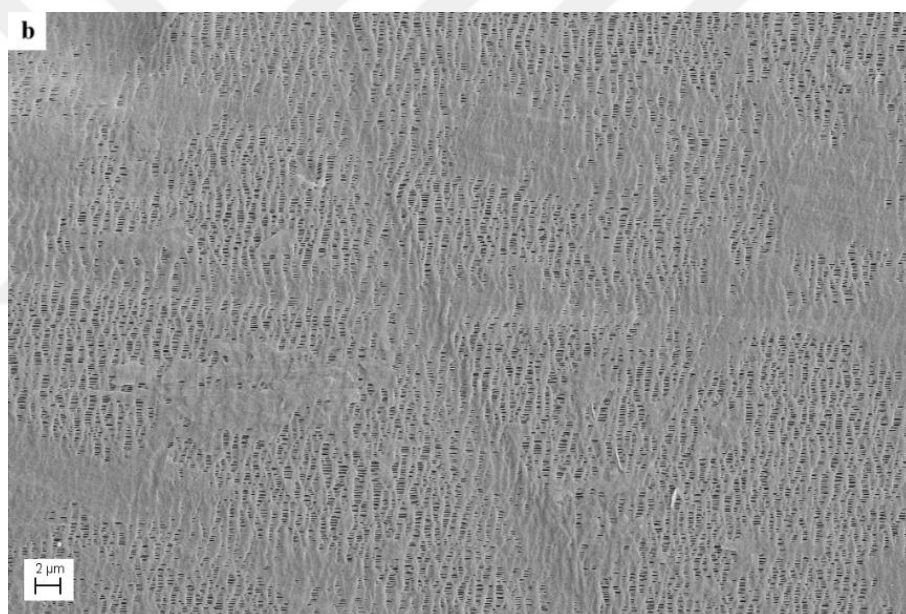
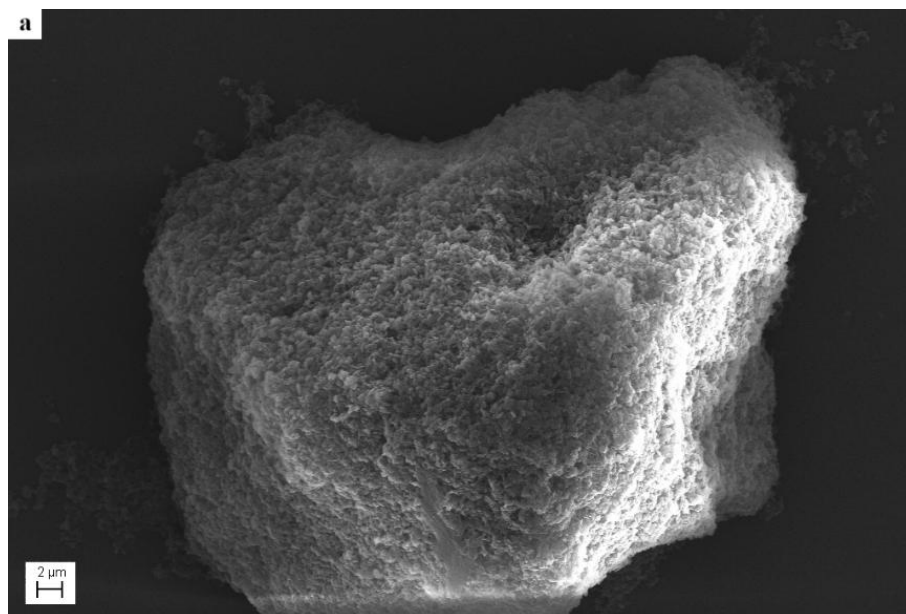


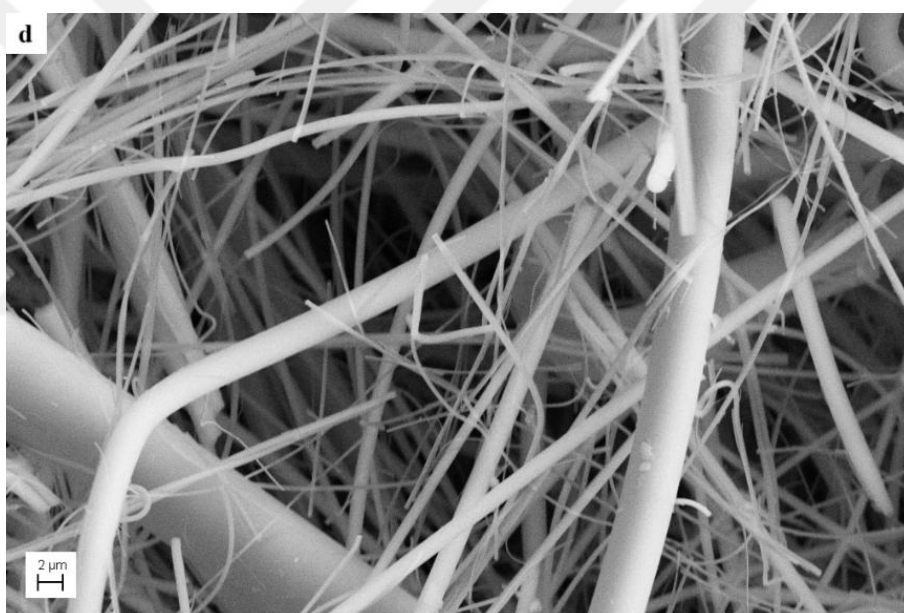
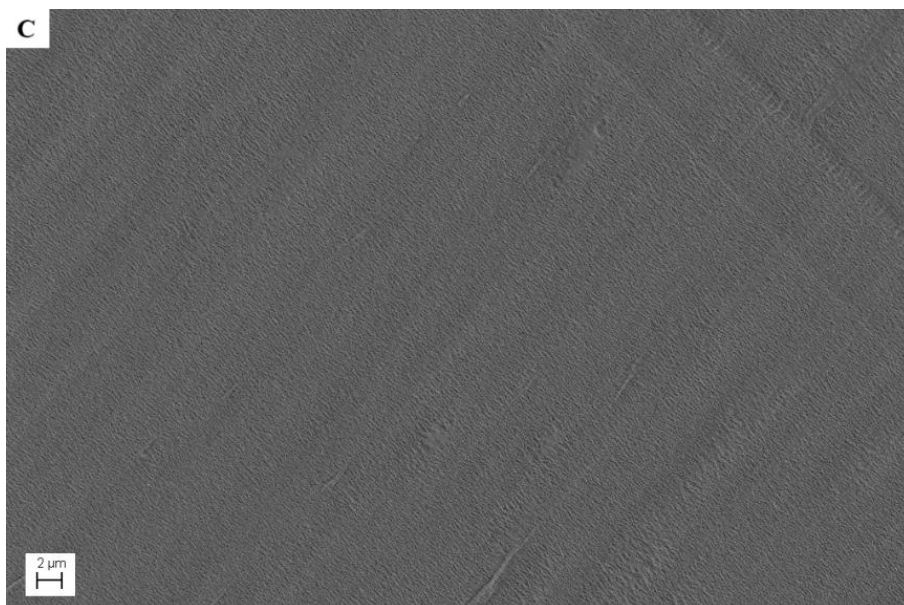


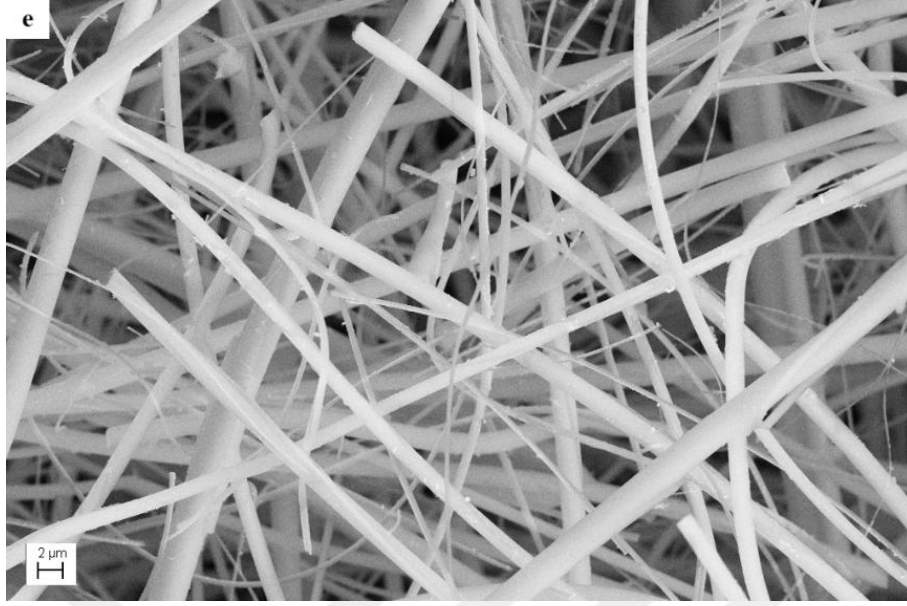


Şekil 6.2. XRD analiz sonuçları a) hBN, b) SDS, c) PVDF, d) PP, e)3501, f) GF ve g) WT

Şekil 6.3a'da hBN'e ait mikroyapı incelendiğinde hBN tabakalarının üst üste dizilmiş aglomere olmuş şekilde görüntülenmiştir. Hekzagonal bor nitrür yapısının tabakalı ve aglomere olmuş partiküller gözlemlenmektedir. PP (Şekil 6.3b) ve 3501 (Şekil 6.3c) ayırıcıların yüzeyleri düzenli bir yapıdadır ve firmanın [116, 117] sayfasında bulunan SEM görüntüsüyle uyumludur [116]. Paralel dizilimli dağılmış nano boyutlu gözenekler mevcuttur. Aynı boyutta ve düzenli bir geometriye sahiptir. Yapının bu düzenli gözenek dağılımı, malzemenin spesifik uygulamalarda kontrollü difüzyon veya iyon transfer özellikleri gösterebileceğini belirtilmektedir [117]. GF rastgele yönlenmiş ve birbiriyle kesişen lifi ağ yapısı belirgindir (Şekil 6.3d). Lifler arası boşluklar makro gözenekler oluşturmakta çapları düzensiz olup, gözenek boyut dağılımı lif yerleşimine bağlı olarak değişkenlik göstermektedir aynı zamanda yüksek gözenekliliğe sahiptir. WT yapısı GF yapısına benzerdir (Şekil 6.3'e).







Şekil 6.3. SEM analiz sonuçları a) hBN, b) PP, c)350I, d) GF ve e) WT

6.2. hBN Eksfoliasyon Numunelerin Karakterizasyonu

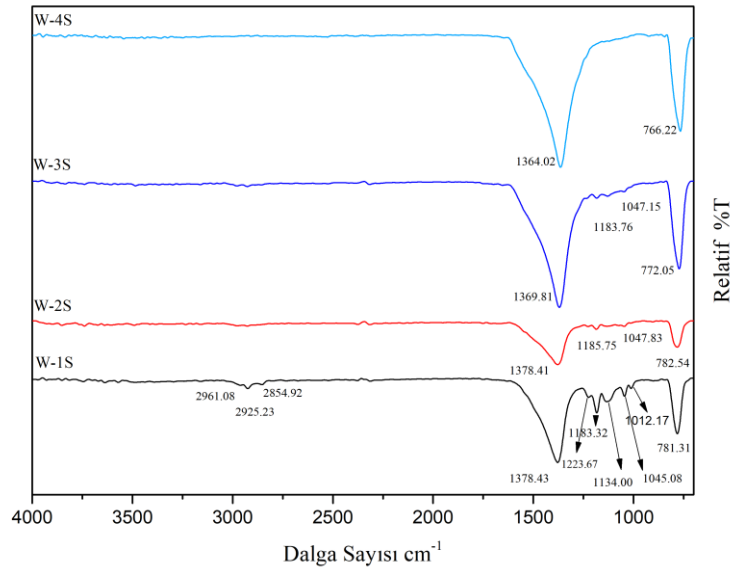
6.2.1. FTIR analiz sonuçları

6.2.1.1. SDS ile hazırlanan numunelerin sonuçları

FTIR spektroskopisi, hBN'yi karakterize etmek için FWHM analiz edilmesi, yapısal ve morfolojik özellikleri hakkında fikir verebilir. B-N Gerilme piki (yaklaşık 1370 cm^{-1}) Bu, hBN'nin FTIR spektrumundaki en belirgin pik noktasıdır. Hekzagonal kafes içindeki B-N bağının gerilme titreşimine karşılık gelir. Bu pike ait daha dar bir FWHM'si genellikle daha az kusur veya gerinim ile daha düzgün ve düzenli bir hBN yapısını gösterir. Daha geniş bir FWHM, yerel bağlanma ortamında kusurların, gerinimlerin veya varyasyonların varlığını gösterebilir. B-N-B Bükülme piki (yaklaşık 800 cm^{-1}) Bu pik, B-N-B bağlarının bükülme titreşiminden kaynaklanır. Gerilme moduna benzer şekilde, daha dar bir FWHM genellikle daha yüksek yapısal kaliteyi gösterir. hBN'de FWHM'yi etkileyen faktörlerden biri kusurlar, nokta kusurları, boşluklar ve tane sınırları, B-N bağlarının düzenli düzenini bozarak pik genişlemesine yol açabilir. Gerilim, hBN kafesindeki mekanik gerinim de FTIR tepe noktalarını genişletebilir. Tabaka sayısı, Çok tabakalı hBN'de, tabakalar arası etkileşimler titreşimi etkileyebilir ve potansiyel olarak FWHM'yi etkileyebilir [209–212].

Şekil 6.4'te FTIR analizi sonuçlarına göre, hazırlanan çözeltiler hBN'nin karakteristik pikleri olan B-N düzlem içi gerilme ($1364\text{--}1378\text{ cm}^{-1}$) ve B-N-B düzlem dışı eğilme (766--

782 cm^{-1}) titreşimleri tüm örneklerde açıkça görülmektedir. En çok SDS bulunan W-1S'den en az SDS bulunan W-4S'ye doğru gidildikçe bu piklerde kayma gözlenmektedir, bu durum eksfoliasyon işlemi nedeniyle ve hBN tabakaların sayısını değiştirdiğini göstermektedir [190]. SDS piklerinin görünürlüğü konsantrasyonla ilişkilidir. W-4S örneğinde SDS konsantrasyonu çok düşük olduğundan, bu pikler spektrumda belirgin değildir. Ancak W-3S ve W-2S örneklerinde artan SDS konsantrasyonu ile 1047 cm^{-1} ve 1183 cm^{-1} civarında zayıf SDS pikleri ortaya çıkmaya başlamıştır. En yüksek SDS konsantrasyonuna sahip W-1S örneğinde ise CH_2 , CH_3 gerilmelerinden kaynaklanan 2961 cm^{-1} , 2925 cm^{-1} , 2854 cm^{-1} pikleri ve diğer karakteristik SDS pikleri (1045 cm^{-1} , 1134 cm^{-1} , 1223 cm^{-1} , 1183 cm^{-1}) net bir şekilde görülmektedir. Bu durum, artan SDS konsantrasyonunun daha etkili bir eksfoliasyon sağladığını ve hBN tabakaları ile daha güçlü etkileşime girdiğini göstermektedir [213]. SDS miktarı arttıkça BNNS piklerin yüksekliği ve genişliğinde değişim oluşmaktadır. FTIR spektrumundaki B-N ve B-N-B piklerinin FWHM analizler değerlerinde sırasıyla Tablo 6.1 ve Tablo 6.2'dedir. Eksfoliasyon işleminin hBN yapısı üzerindeki etkilerini göstermektedir. Saf hBN 767,6 cm^{-1} 'de gözlenen karakteristik pik, eksfoliasyon sonrası W-1S 781,3 cm^{-1} 'e kaymış, bu kayma tabakaların başarıyla ayrıldığının göstergesi olmuştur. FWHM değerlerindeki değişim de dikkat çekicidir. B-N pikinin üzerinde de FWHM değerlerinde de SDS etkili olduğu belirlenmiştir. En az SDS bulunan W-4S'teki FWHM değeri BNNS değerine yakındır. BNNS'de B-N-B pikine ait (FWHM) 60,6 cm^{-1} iken W-2S'de en düşük (FWHM) değeri olan 51,1 cm^{-1} 'e oluşmuştur. Bu fark tabakaların sayısını azaldığını işaret etmektedir [190]. SDS kullanılarak gerçekleştirilen eksfoliasyon işleminin en başarılı numune W-2S'tir.



Şekil 6.4. W-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları

Tablo 6.1. W-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma

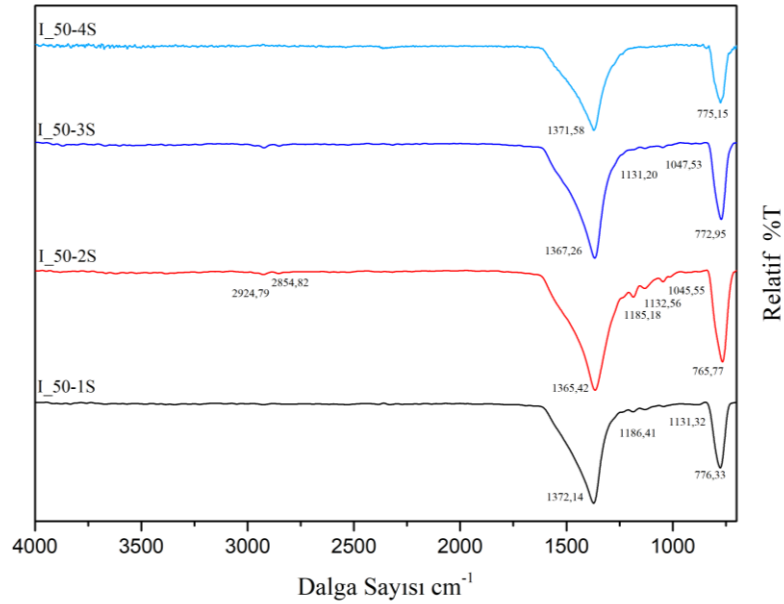
Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	1363,6	151,9
W-1S	1378,4	112,6
W-2S	1378,4	127,3
W-3S	1369,8	124,4
W-4S	1364,0	145,6

Tablo 6.2. W-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
W-1S	781,3	56,1
W-2S	782,5	51,1
W-3S	772,0	55,4
W-4S	766,2	60,3

Çözelti olarak %50 izopropil alkol %50 su ve SDS ile hazırlanan numuneler (I_50-xS) için FTIR analiz sonuçları Şekil 6.5'tedir. FTIR spektrumundaki B-N ve B-N-B piklerinin FWHM analizler değerlerinde sırasıyla Tablo 6.3 ve Tablo 6.4'tedir. I_50-xS numunelerinde B-N piki 1365,42 -13 cm⁻¹ 72,14 cm⁻¹ ve B-N-B 765,77 cm⁻¹ -776,33

cm^{-1} arasındadır. SDS konsantrasyonuna bağılı olarak gözlenen pik kaymaları ve şiddet değişimleri, yüzey aktif maddenin hBN yüzeyiyle etkileşiminin bir göstergesidir. Özellikle I_50-1S örneğinde belirginleşen 2924 cm^{-1} - 2854 cm^{-1} aralığındaki CH_2/CH_3 gerilme pikleri, SDS moleküllerinin başarılı bir şekilde hBN yüzeyine tutunduğunu kanıtlamaktadır. Eksfoliasyon işleminin hBN yapısı üzerindeki etkilerini göstermektedir. BNNS $767,6\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen karakteristik pik, eksfoliasyon sonrası I_50-1S $776,3\text{ cm}^{-1}$ olmuş. FWHM değerlerindeki değişim de dikkat çekicidir. B-N pikinin ise en az SDS bulunana I_50-4S'teki FWHM değeri ile BNNS değerine değişimi bulunmuştur. BNNS'de B-N-B pikine ait (FWHM) $60,6\text{ cm}^{-1}$ iken I_50-1S'de en düşük (FWHM) değeri olan $54,4\text{ cm}^{-1}$ 'e oluşmuştur. Bu fark tabakların sayısını azaldığını işaret etmektedir. SDS kullanılarak gerçekleştirilen eksfoliasyon işleminin en başarılı numune I_50-1S'tir.



Şekil 6.5. I_50-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları

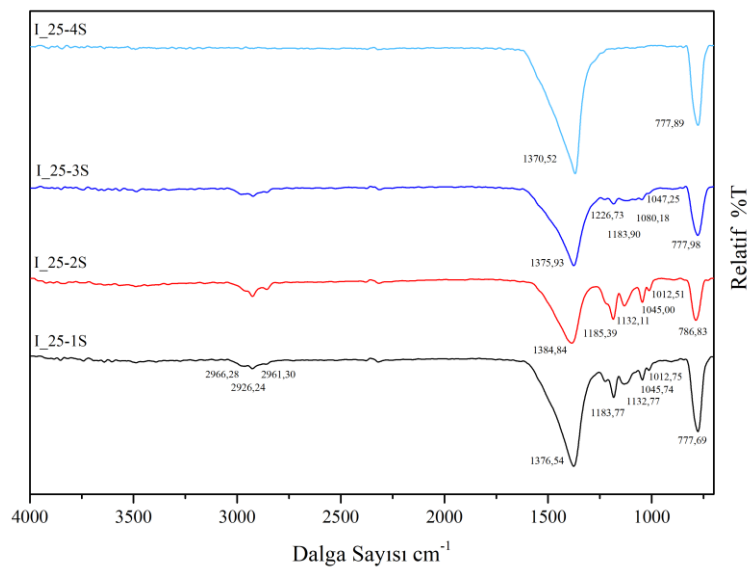
Tablo 6.3. I_50-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm^{-1})	FWHM (cm^{-1})
hBN	1363,6	151,9
I_50-1S	1372,9	133,7
I_50-2S	1365,4	140,9
I_50-3S	1367,2	130,3
I_50-4S	1371,5	137,3

Tablo 6.4. I_50-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
I_50-1S	776,3	54,4
I_50-2S	765,7	63,5
I_50-3S	772,9	56,0
I_50-4S	775,1	55,1

%25 IPA ve %75 su konsantrasyonunda gerçekleştirilen hBN eksfoliasyonuna ait FTIR spektrum analizi Şekil 6.6'dadır. FTIR analiz sonuçları ve Tablodaki veriler incelendiğinde (Tablo 6.5 ve 6.6), %25 IPA ve farklı SDS konsantrasyonlarıyla gerçekleştirilen hBN eksfoliasyonun'da I_25-1S numunesinin en etkili sonucu verdiği görülmektedir. Bu numunede gözlenen 45,4 cm⁻¹'lik en düşük FWHM değeri kristal yapının düzenliliğini ve tabakaların optimum seviyede ayrıldığını göstermektedir. Spektrumda gözlenen B-N-B pikinin 767,6 cm⁻¹'den 786,8 cm⁻¹'e kayması ve SDS'ye ait CH₂/CH₃ gerilme piklerinin (2926 cm⁻¹ 2957 cm⁻¹) varlığı, yüzey aktif maddenin hBN yüzeyiyle etkileşimini kanıtlamaktadır. Diğer numunelerde (I_25-2S, I_25-3S, I_25-4S) gözlenen daha yüksek FWHM değerleri ve pik alanları, eksfoliasyon etkinliğinin daha düşük olduğuna işaret etmektedir. %25 IPA ve en yüksek SDS konsantrasyonunun (1S) BNNS tabakalarının eksfoliasyonu ince tabakaların elde edildiğini doğrulamaktadır.



Şekil 6.6. I_25-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları

Tablo 6.5. *I_25-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma*

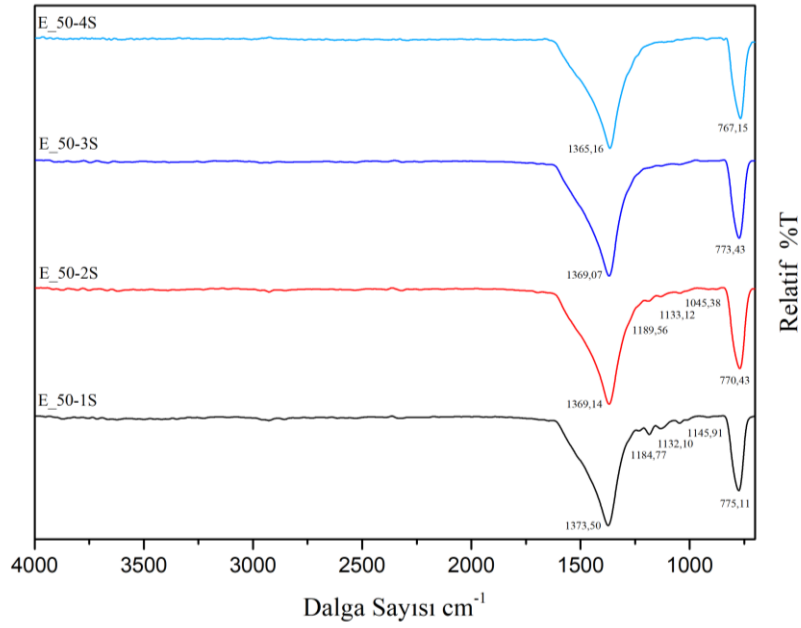
Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	1363,6	151,9
I_25-1S	1384,8	124,9
I_25-2S	1376,5	123,7
I_25-3S	1375,9	126,1
I_25-4S	1370,5	134,4

Tablo 6.6. *I_25-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma*

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
I_25-1S	786,8	45,4
I_25-2S	777,6	49,9
I_25-3S	777,9	57,0
I_25-4S	775,8	52,5

Çözelti olarak %50 etanol %50 saf su numuneler (E_50-xS) için FTIR analiz sonuçları Şekil 6.7’de spektrumun FWHM değerleri Tablo 6.7 ve 6.8 de verilmiştir. %50 etanol ve farklı SDS konsantrasyonlarında gerçekleştirilen eksfoliasyon işleminin etkilerini göstermektedir. B-N düzlem içi gerilme titreşimleri 1365,1 cm⁻¹ -1373,5 cm⁻¹ aralığında, B-N-B düzlem dışı eğilme titreşimleri ise 767,1 cm⁻¹ -770,4 cm⁻¹ aralığında gözlenmiştir. En belirgin değişimler E_50-2S numunesinde gözlenmiştir, B-N düzlem piki 1369,1 cm⁻¹’de ve B-N-B düzlem piki 770,4 cm⁻¹’de optimum kayma göstermiştir. E_50-1S numunesinde SDS’e ait karakteristik pikler (1132-1184 cm⁻¹) daha belirgin görünürken, diğer numunelerde bu piklerin şiddeti azalmıştır. E_50-4S’den E_50-1S’ye doğru gidildikçe B-N düzlem içi gerilme pikinin pozisyonunda sistematik bir kayma (1365,1 cm⁻¹’den 1373,5 cm⁻¹’e) gözlenmiştir. Bu değişimler, etanol-SDS kombinasyonunun hBN tabakalarının ayrılmasında etkili olduğunu ve eksfoliasyon sürecinin başarıyla gerçekleştiğini göstermektedir. FWHM değerlerinin incelendiğinde nano hBN ile karşılaştırıldığında E_50-1S numunesi, hem B-N hem de B-N-B pikleri en düşük FWHM değerlerine sahip olması (136,8 cm⁻¹ ve 56,77 cm⁻¹) daha iyi kristallendiğini ve yapısal olarak daha homojen olduğunu göstermektedir. Seri içinde ilerledikçe 2S, 3S ve 4S FWHM değerlerinde birbirine yakın değerler sergilemiştir,

kristallenme 1S göre daha düşük işaret etmektedir. Numunelerin en iyi ayrılma ve kristallenmeyi gösteren numunenin E_50-1S olduğu açıkça görülmektedir.



Şekil 6.7. E_50-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları

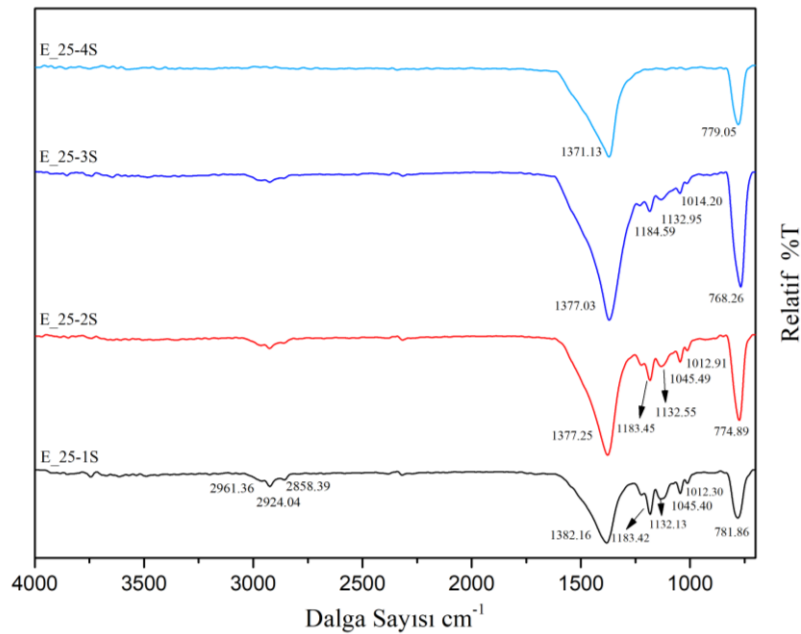
Tablo 6.7. E_50-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	1363,6	151,9
E_50-1S	1373,5	136,8
E_50-2S	1369,1	142,9
E_50-3S	1369,0	142,1
E_50-4S	1365,1	144,3

Tablo 6.8. E_50-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,605
E_50-1S	775,1	56,779
E_50-2S	770,4	62,218
E_50-3S	773,4	58,390
E_50-4S	767,1	58,163

FTIR spektrumlarının çözelti olarak %25 etanol numuneler (E_25-S) için FTIR analiz sonuçları Şekil 6.8'tedir. Alifatik bölgede 2961 cm^{-1} - 2964 cm^{-1} , 2924 cm^{-1} - 2925 cm^{-1} ve 2858 cm^{-1} - 2860 cm^{-1} 'de gözlenen CH_3 ve CH_2 gerilme bantları, alifatik zincir yapısının korunduğunu göstermektedir. E_25-1S'den E_25-4S'e doğru $1382,16\text{ cm}^{-1}$ 'den $1371,13\text{ cm}^{-1}$ 'e gözlenen sistematik kayma, moleküller arası hidrojen bağı etkileşimlerinin güçlendiğine işaret etmektedir. 1132 cm^{-1} - 1184 cm^{-1} aralığında gözlenen C-O gerilme bantları ve 1012 cm^{-1} - 1014 cm^{-1} civarındaki karakteristik pikler, etanol-SDS etkileşiminin şiddetlerini yansıtmaktadır. Parmak izi bölgesinde 768 cm^{-1} - 781 cm^{-1} aralığında gözlenen pikler ise moleküler konformasyon değişikliklerini göstermektedir. FTIR spektrumundaki B-N ev B-N-B piklerinin FWHM analizler değerlerinde sırasıyla Tablo 6.9 ve Tablo 6.10'tedir. Saf hBN $767,6\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen karakteristik pik, eksfoliasyon sonrası 1S $781,8\text{ cm}^{-1}$ 'e kaymış, bu kayma tabakaların ayrıldığına göstergesi olmuştur. B-N pikinin üzerinde de FWHM değerlerinde de SDS etkili olduğu belirlenmiştir. En düşük FWHM değeri $121,1$ E_25-2S aittir ve BNNS'de B-N-B pikine ait (FWHM) $52,6\text{ cm}^{-1}$ dir. hBN ile kıyaslandığında bu fark tabakaların sayısını azaldığını işaret etmektedir.



Şekil 6.8. E_25-xS kodlu numunelerinin FTIR sonuçları

Tablo 6.9. E_25-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	1363,6	151,9
E_25-1S	1382,1	122,2
E_25-2S	1377,2	121,1
E_25-3S	1377,0	134,3
E_25-4S	1371,1	139,8

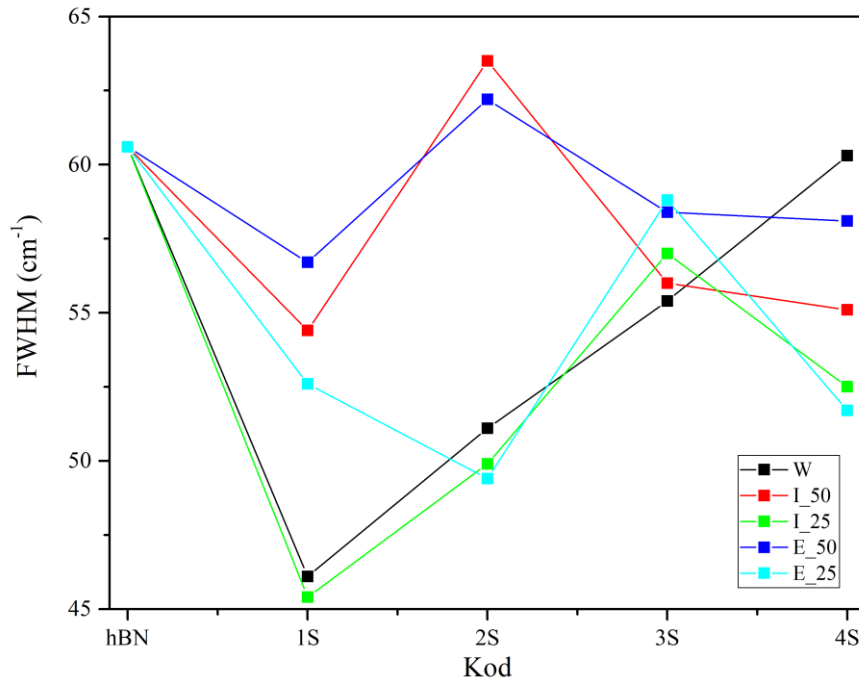
Tablo 6.10. E_25-xS kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
E_25-1S	781,8	52,6
E_25-2S	774,8	49,4
E_25-3S	768,2	58,8
E_25-4S	779,0	51,7

FWHM değerlerinin farklı çözücü sistemleri ve SDS konsantrasyonlarına bağlı değişimini gösteren grafik, sistemlerdeki yapısal değişimlere dair önemli bilgiler sunmaktadır (Şekil 6.9). Tüm sistemler hBN noktasında yaklaşık 60 cm⁻¹ civarında benzer FWHM değerleriyle başlamış olup, en yüksek SDS konsantrasyonunda (1S) özellikle su ve %25 izopropil alkol sistemlerinde keskin bir düşüş (~45 cm⁻¹) gözlenmiştir. 2S oranlı tüm sistemlerde FWHM değerlerinde artış gözlenirken, özellikle %50'lik alkol sistemlerinde belirgin bir pik (~63 cm⁻¹) oluşmuştur. 3S ve 4S oranlarda su sistemi sürekli artış gösterirken, alkol sistemleri genel olarak düşüş eğilimi sergilemiş ve özellikle %25'lik alkol sistemleri en düşük değerlere ulaşmıştır. Bu değişimler, SDS konsantrasyonunun ve çözücü türünün malzemenin kristal yapısı üzerindeki etkisini açıkça göstermektedir. Özellikle düşük FWHM değerleri daha düzenli kristal yapısına işaret ederken, değerlerdeki artışlar yapısal düzensizliğin arttığını göstermektedir FWHM değeri düşmesi, eksfoliasyon işleminin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini ve malzemenin yapısal bütünlüğünün korunduğunu gösteren önemli bir göstergedir.

FTIR analiz sonuçlarına göre, farklı çözücü sistemleri ve SDS konsantrasyonlarında hazırlanan hBN numuneleri arasında önemli farklılıklar gözlenmiştir. Su bazlı sistemde

W-2S numunesi $51,1 \text{ cm}^{-1}$ 'lik FWHM değeriyle iyi bir eksfoliasyon gösterirken, %50 izopropil alkol içeren sistemde I_50-1S numunesi $54,4 \text{ cm}^{-1}$ 'lik FWHM değeriyle başarılı sonuçlar vermiştir. Ancak tüm sistemler arasında en dikkat çekici sonuçlar %25 izopropil alkol sisteminde (I_25-1S) elde edilmiştir. Bu numune $45,4 \text{ cm}^{-1}$ ile en düşük FWHM değerini göstermiş ve en belirgin pik kaymasını ($767,6 \text{ cm}^{-1}$ 'den $786,8 \text{ cm}^{-1}$ 'e) sergilemiştir. Bu sonuç, düşük alkol konsantrasyonu ve yüksek SDS miktarının optimal eksfoliasyon koşullarını sağladığını göstermektedir. Etanol bazlı sistemlerde ise %50 konsantrasyonda E_50-1S numunesi $56,77 \text{ cm}^{-1}$ FWHM değeriyle, %25 konsantrasyonda E_25-2S numunesi $49,4 \text{ cm}^{-1}$ FWHM değeriyle en iyi sonuçları vermiştir. Bu sonuçlar, genel olarak düşük alkol konsantrasyonlarının (%25) ve yüksek SDS miktarının (1S) daha etkili eksfoliasyon sağladığını göstermektedir. Ayrıca, izopropil alkolün etanole kıyasla daha başarılı sonuçlar verdiği gözlenmiştir.

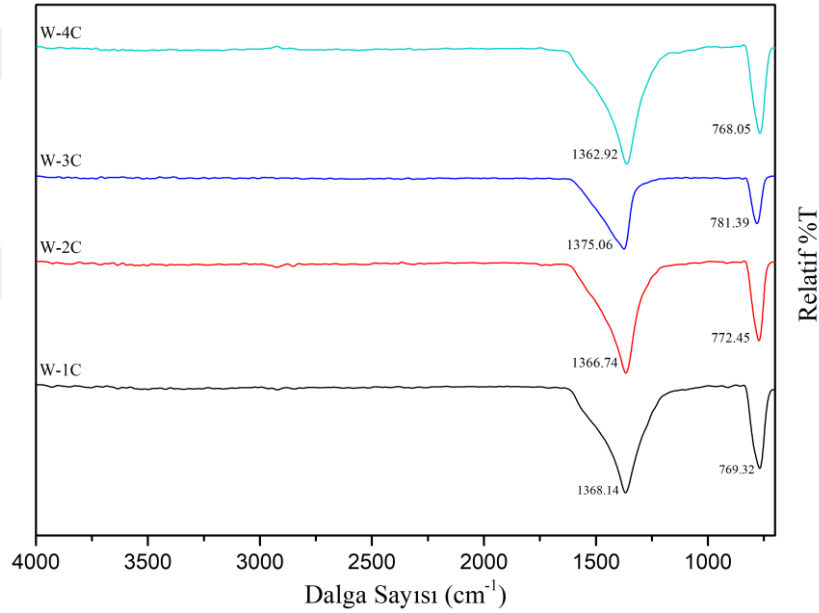


Şekil 6.9. SDS ile yapılan numunelerin B-N-B pikin FWHM değerlerin değişimi

6.2.1.2. CTAC ile hazırlanan numunelerin sonuçları

Su ortamında CTAC ile hazırlanan BNNS numunelerinin FTIR spektrumları Şekil 6.10'tedir. Spektrumlarda hBN'nin temel pikleri olan B-N bölgesinde ($1363,6 \text{ cm}^{-1}$), hazırlanan numunelerin $1362,9 \text{ cm}^{-1}$ - $1375,0 \text{ cm}^{-1}$ arasında değişmektedir ve hBN'nin B-N-B piki $767,6 \text{ cm}^{-1}$ iken hazırlanan numunelerin $769,3 \text{ cm}^{-1}$ - $781,3 \text{ cm}^{-1}$ arasındadır. CTAC

konsantrasyonunun değişimiyle birlikte her iki bölgede de gözlenen pik pozisyonlarındaki ve şiddetlerindeki sistematik değişimler vardır. W-C kodlu numunelerin FTIR analiz sonuçlarını incelediğimizde (Tablo 6.11), nano hBN'nin B-N FWHM değeri $151,9 \text{ cm}^{-1}$ iken, W serisi numunelerin FWHM değerleri $135,9 \text{ cm}^{-1}$ - $157,1 \text{ cm}^{-1}$ aralığında değişmektedir. W-1C numunesinin FWHM değeri ($157,1 \text{ cm}^{-1}$), hBN'den bile daha yüksek çıkmıştır, bu durum bu numunenin daha düşük kristallenme gösterdiğine işaret etmektedir. B-N-B pikin FWHM değerleri (Tablo 6.12) ise, referans hBN'nin FWHM değeri $60,6 \text{ cm}^{-1}$ olup, W serisi numunelerin FWHM değerleri $46,9 \text{ cm}^{-1}$ - $61,4 \text{ cm}^{-1}$ aralığında değişmektedir. Bu bölgede özellikle W-3C numunesi en düşük FWHM değeri ($46,9 \text{ cm}^{-1}$) ile dikkat çekmektedir. Bu durum, W-3C numunesinin daha iyi kristallenme gösterdiğini ve tabakalar daha iyi ayrıldığını gösterir.



Şekil 6.10. W-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları

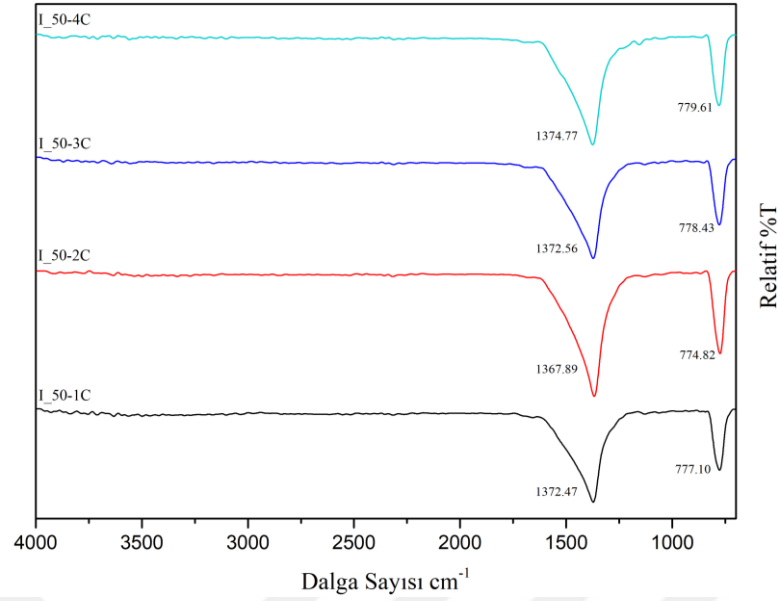
Tablo 6.11. W-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm^{-1})	FWHM (cm^{-1})
hBN	1363,6	151,9
W-1C	1368,1	157,1
W-2C	1366,7	135,9
W-3C	1375,0	138,0
W-4C	1362,9	143,8

Tablo 6.12. W-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
W-1C	769,3	61,4
W-2C	772,4	52,8
W-3C	781,3	46,9
W-4C	768,0	60,9

I_50-xC Kodlu numunelerinin FTIR spektrumlarında, BNNS yapısının karakteristik iki ana bölgesi açıkça gözlenmektedir (Şekil 6.11). B-N bağının titreşimlerini gösteren pikler I_50-1C'den I_50-4C'ye doğru sırasıyla 1372,47 cm⁻¹, 1367,89 cm⁻¹, 1372,56 cm⁻¹ ve 1374,77 cm⁻¹'de tespit edilmiştir. İkinci karakteristik bölgede ise B-N-B bağlarının bükülme titreşimlerini temsil eden pikler aynı sırayla 777,10 cm⁻¹, 774,82 cm⁻¹, 778,43 cm⁻¹ ve 779,61 cm⁻¹'de gözlenmiştir. CTAC konsantrasyonunun değişimiyle her iki bölgede de görülen sistematik pik kaymaları, %50 izopropil alkol ortamında CTAC-BNNS etkileşiminin yapısal organizasyonu etkilediğini göstermektedir. FTIR analiz sonuçlarına göre FWHM değerleri üzerinden inceleyebilir. Tablo 6.13 ve Tablo 6.14'te hBN ile karşılaştırıldığında I_50-2C numunesinin B-N piki en düşük FWHM değeri (129,9 cm⁻¹) ve B-N-B FWHM değeri (52,6 cm⁻¹) tabaka ayrılması için en iyi olduğunu göstermektedir. Tüm numunelerin B-N-B pikin FWHM değerlerinin birbirine yakın olması (52,1 cm⁻¹ - 53,1 cm⁻¹) ve hBN değerden düşük olması, ayrılma işleminin gerçekleştirdiğini göstermektedir.



Şekil 6.11. *I_50-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları*

Tablo 6.13. *I_50-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma*

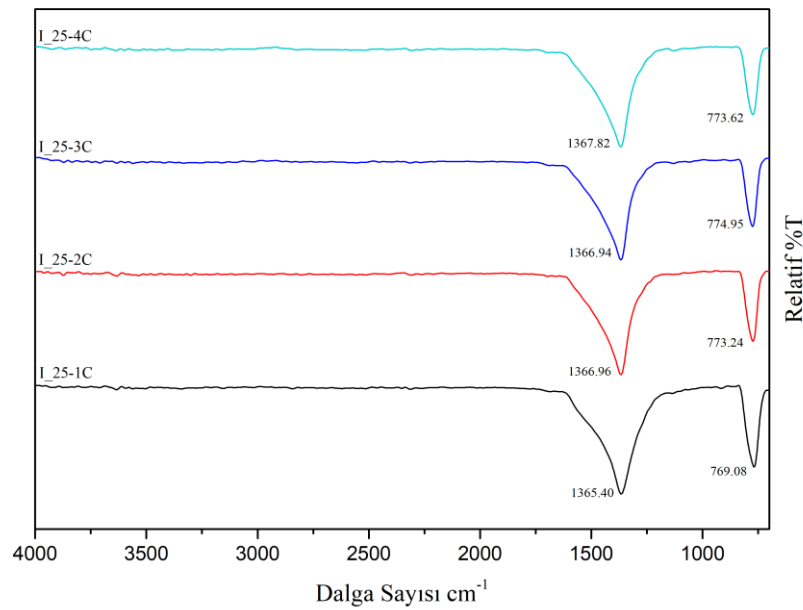
Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	1363,6	151,9
I_50-1C	1372,4	132,5
I_50-2C	1367,8	129,9
I_50-3C	1372,5	136,3
I_50-4C	1374,7	131,9

Tablo 6.14. *I_50-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma*

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
I_50-1C	777,1	52,1
I_50-2C	774,8	52,6
I_50-3C	778,4	52,2
I_50-4C	779,6	53,1

Şekil 6.12’te %25 IPA ve CTAC ile hazırlanan numunelere ait FTIR spektrumu, dalga sayısına karşı geçirgenlik değerlerini tüm spektrumlarda yaklaşık 1365 cm⁻¹ -1367 cm⁻¹ B-N ve 769 cm⁻¹ -775 cm⁻¹ B-N-B bölgelerinde belirgin pikler gözlemlenmiştir. Numuneler arasında dalga sayısı değerlerinde ve geçirgenlik seviyelerinde küçük farklılıklar tespit edilmiştir. Bu durum, kullanılan %25 IPA oranının veya işlem

koşullarının numunelerin yapısal özellikleri üzerinde sınırlı bir etkiye sahip olabileceğini göstermektedir. Tablo 6.15 ve Tablo 6.16’da FWHM değerleri verilmiştir. I_25-C kodlu numunelerin B-N piki (1363 cm^{-1} - 1367 cm^{-1}), nano hBN’nin FWHM değeri $151,9\text{ cm}^{-1}$ iken, I_25-xC numunelerin tümünün daha düşük FWHM değerleri ($128,1$ - $146,3\text{ cm}^{-1}$) görülmektedir. I_25-3C numunesi B-N-B’nin en düşük FWHM $52,2\text{ cm}^{-1}$ gözlenmektedir. hBN’nin FWHM değeri $60,6\text{ cm}^{-1}$ iken, I_25-xC numunelerin çoğu daha düşük FWHM değerleri göstermektedir.



Şekil 6.12. I_25-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları

Tablo 6.15. I_25-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma

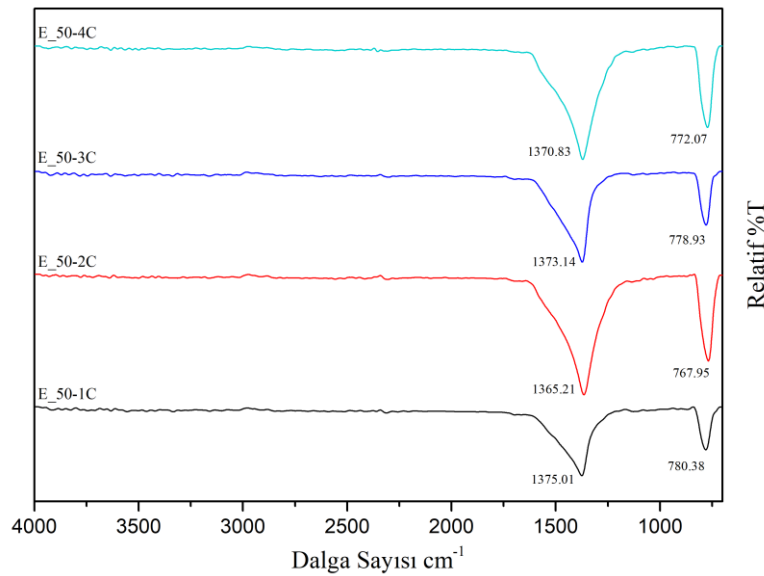
Kod	Pik (cm^{-1})	FWHM (cm^{-1})
hBN	1363,6	151,9
I_25-1C	1365,4	146,3
I_25-2C	1366,9	130,6
I_25-3C	1366,9	128,1
I_25-4C	1367,8	137,4

Tablo 6.16. *I_25-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma*

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
I_25-1C	769,0	60,5
I_25-2C	773,2	52,7
I_25-3C	774,9	52,2
I_25-4C	773,6	54,8

Şekil 6.13'tedir etanol ve CTAC kullanılarak hBN tabakalarının ayrılmasına ait FTIR spektrumunda, 1370 cm⁻¹ 1375 cm⁻¹ ve 767 cm⁻¹ -780 cm⁻¹ bölgelerinde pikler gözlemlenmiştir. E_50-xC numunesi, pikleri B-N için 1365,2 cm⁻¹ -1375,0 cm⁻¹ ve B-N-B pikleri ise 767,9 cm⁻¹ -780,3 cm⁻¹ arasındadır.

E_50-C kodlu numunelerin FTIR analiz FWHM değerleri Tablo 6.17 ve Tablo 6.18'de verilmektedir. B-N piki FWHM değeri hBN'nin 151,9 cm⁻¹ iken, E_50-xC numunelerin daha düşük FWHM değerleri göstermektedir. B-N-B pikin FWHM değeri hBN'nin 60,6 cm⁻¹ iken, E_50-3C numunesi en düşük FWHM değerini (49,7 cm⁻¹) sergilemektedir. FWHM değerleri incelendiğinde en düşük E_50-3C kodlu numunenin tabaka ayrılması için optimum olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.13. *E_50-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları*

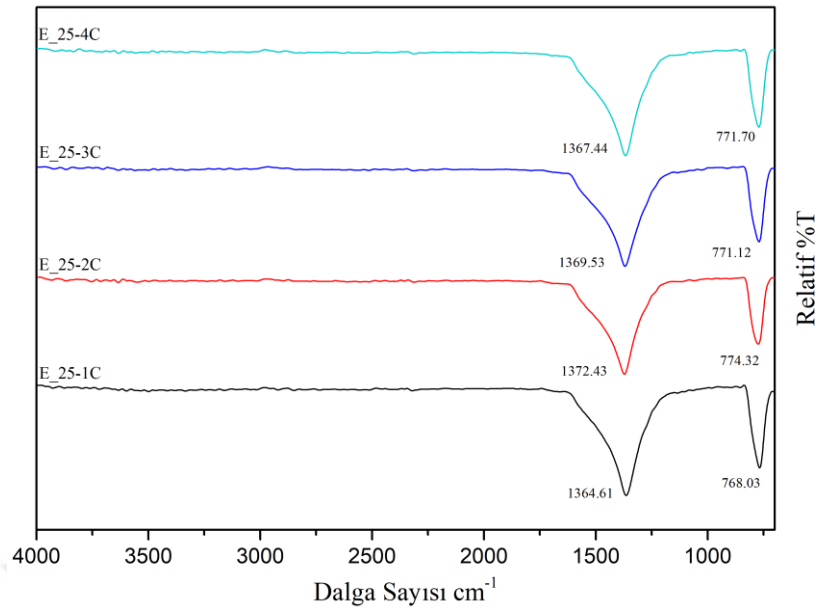
Tablo 6.17. E_50-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	1363,6	151,9
E_50-1C	1375,0	134,9
E_50-2C	1365,2	145,5
E_50-3C	1373,1	130,2
E_50-4C	1370,8	148,6

Tablo 6.18. E_50-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
E_50-1C	780,3	50,3
E_50-2C	767,9	61,2
E_50-3C	778,9	49,7
E_50-4C	772,0	60,2

FTIR spektrumlarında incelenen E_25-xC numunelerine ait spektrumlar Şekil 6.14'te görülmektedir. Bu pikler sırasıyla 1364,6 cm⁻¹ -1372,4 cm⁻¹ B-N piki ve 768,0 cm⁻¹ -774,3 cm⁻¹ B-N-B pikin bağları temsil etmektedir. FWHM değerleri Tablo 6.19 ve Tablo 6.20 incelendiğinde, E_25-1C'den E_25-4C'ye doğru gidildikçe piklerin genişlediği gözlemlenmektedir. Daha düşük FWHM değerleri, daha iyi ayrılma işlemi olmuş ve daha az tabakalı hBN yapısının varlığına işaret etmektedir. FWHM en iyi tabaka ayrılmasını gösteren değerler E_50-2C numunesinde gözlenmiştir. Bu numune B-N piki 129,9 cm⁻¹ ve B-N-B piki 52,6 cm⁻¹ FWHM değerleri sergilemektedir. Bu değerler nano hBN'nin değerlerinden (151,9 cm⁻¹ ve 60,6 cm⁻¹) belirgin şekilde düşük olduğunu ve daha iyi tabakalarına ayrılmadığını göstermektedir.



Şekil 6.14. E_25-xC kodlu numunelerinin FTIR sonuçları

Tablo 6.19. E_25-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	1363,6	151,9
E_25-1C	1364,6	145,4
E_25-2C	1372,4	145,1
E_25-3C	1369,5	155,1
E_25-4C	1367,4	145,6

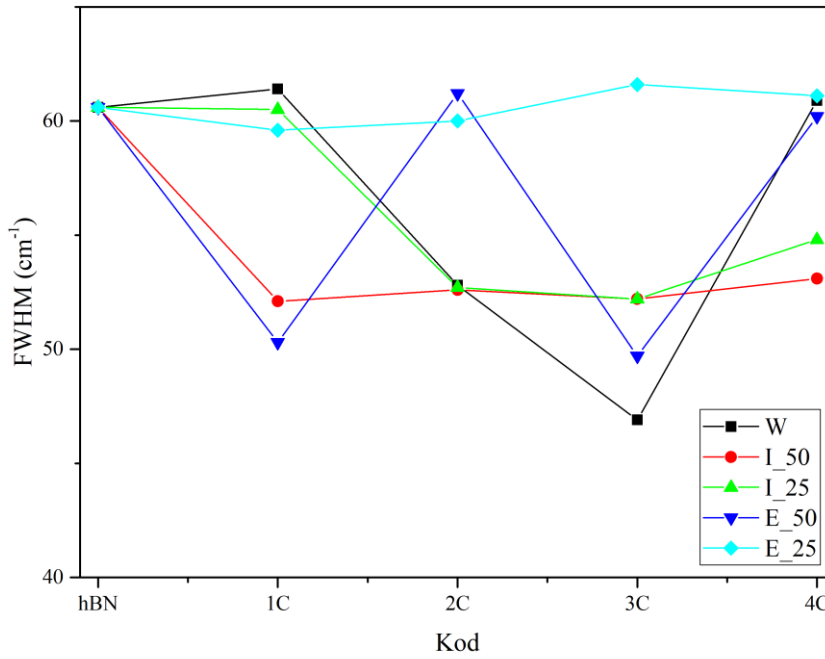
Tablo 6.20. E_25-xC kodlu numunelerinin FTIR analiz sonucu hBN ve BNNS B-N-B piki arasında karşılaştırma

Kod	Pik (cm ⁻¹)	FWHM (cm ⁻¹)
hBN	767,6	60,6
E_25-1C	768,0	59,6
E_25-2C	774,3	60,0
E_25-3C	771,1	61,6
E_25-4C	771,7	61,1

Şekil 6.15'te CTAC ile hazırlanan farklı çözücü sistemlerinin B-N-B pikinin FWHM değerlerini göstermektedir. Tüm sistemler yaklaşık 60 cm⁻¹ referans değerinden

başlamıştır. En düşük FWHM değeri W (su) sisteminde W-3C numunesinde yaklaşık 46 cm^{-1} olarak elde edilmiştir. Bu durum, su bazlı sistemde 3C CTAC konsantrasyonunda en etkili tabaka ayrılmasının gerçekleştiğini göstermektedir. Diğer sistemler ise genellikle daha yüksek FWHM değerleri sergilemiş ve özellikle E_25 sistemi neredeyse sabit bir değerde kalarak en zayıf performansı göstermiştir.

FTIR analiz sonuçları, farklı çözücü sistemleri ve CTAC konsantrasyonlarında hazırlanan h-BN numunelerinin yapısal özelliklerinde önemli farklılıklar ortaya koymuştur. Su bazlı sistemde W-3C numunesi $46,9 \text{ cm}^{-1}$ ile en düşük B-N-B FWHM değerini göstermiş ve belirgin pik kayması ($781,3 \text{ cm}^{-1}$) ile en başarılı eksfoliasyonu sergilemiştir. %50 etanol sisteminde E_50-3C numunesi $49,7 \text{ cm}^{-1}$ B-N-B FWHM değeriyle ikinci en iyi performansı gösterirken, %50 izopropil alkol sisteminde I_50-2C numunesi $129,9 \text{ cm}^{-1}$ B-N ve $52,6 \text{ cm}^{-1}$ B-N-B FWHM değerleriyle iyi bir tabaka ayrılması sağlamıştır. %25'lik sistemlerde genel olarak performans düşüşü gözlenmiş, özellikle %25 etanol sisteminde tüm numuneler $59-61 \text{ cm}^{-1}$ aralığında yüksek FWHM değerleri sergilemiştir. Ancak %25 izopropil alkol sisteminde I_25-3C numunesi $128,1 \text{ cm}^{-1}$ B-N ve $52,2 \text{ cm}^{-1}$ B-N-B FWHM değerleriyle dikkat çekici bir performans göstermiştir. Bu sonuçlar, düşük alkol konsantrasyonlarının CTAC ile eksfoliasyon işleminde daha az etkili olduğunu ortaya koymaktadır. Tüm sistemler içinde en başarılı sonuç, su bazlı W-3C numunesinde elde edilmiştir. Bu başarının nedeni, suyun CTAC için uygun bir ortam sağlaması ve optimum CTAC konsantrasyonunun (3C) tabakalar arası etkileşimi en etkili şekilde düzenlemesidir.



Şekil 6.15. CTAC ile yapılan numunelerin B-N-B pikin FWHM değerlerin değişimi

6.2.2. XRD analiz sonuçları

BN'nin kristalografik düzleminde (002) dolaylı $2\theta = 26^\circ$ 'de gözlemlenen en şiddetli ve keskin tepe noktasına sahip oldukça kristalli bir yapı ortaya koymaktadır daha zayıf tepe noktaları, sırasıyla $2\theta = 41^\circ, 43^\circ, 50^\circ, 54^\circ$ 'de (100), (101), (102) ve (004)'ün kristalografik düzlemlerinden kaynaklanmaktadır. XRD sonuçlarında hBN'ye ait (002), (100), (101), (102) ve (004) kristal kafes düzlemlerinin pikleri görülmüştür [214]. Manyetik karıştırma işlemiyle birlikte (002) düzleminin pikinde azalma gözlemlenmiştir. Bu sonuçlara göre karıştırma işlemi ile Van der Waals bağlarının kırıldığı ve (002) düzleminde hBN tozlarının yönlendiği yorumu yapılmıştır. X-ışını kırınım tepelerinden kristallik boyutunu belirlemek için, Scherrer denkleminde yararlanılmıştır [183]. BNNS kristal yapısını korumuştur. Bor nitrürün kristalin yapısı "117th Committee of Japan Society for the Promotion of Science" tarafından tanımlanan ölçüm metoduna göre sınıflandırılmaktadır. Kristal boyut c eksenini yönündeki ortalama kalınlık (L_c) ve a eksenini yönündeki L_a olarak ifade edilmektedir. Koshida (1991) çalışmasında, bor nitrürün kristalin yapısının ölçülen L_c değerine göre sınıflandırılabilirliğini belirtmektedir. L_c değeri yaklaşık 100 Å olduğunda bor nitrür kristalin yapısı turbostrattiktir. L_c değeri 100 Å ile 400 Å aralığında değişkenlik gösteriyorsa kristal yapı kısmi üç boyutlu dizilim

haline gelir. Lc değeri 400 Å'dan daha büyük olduğunda ise tamamen üç boyutlu düzenli dizilime geçer. Buna ek olarak bor nitrürün Lc değeri 400 Å'dan küçük ise yağlayıcılık özelliği düşük olmaktadır [186].

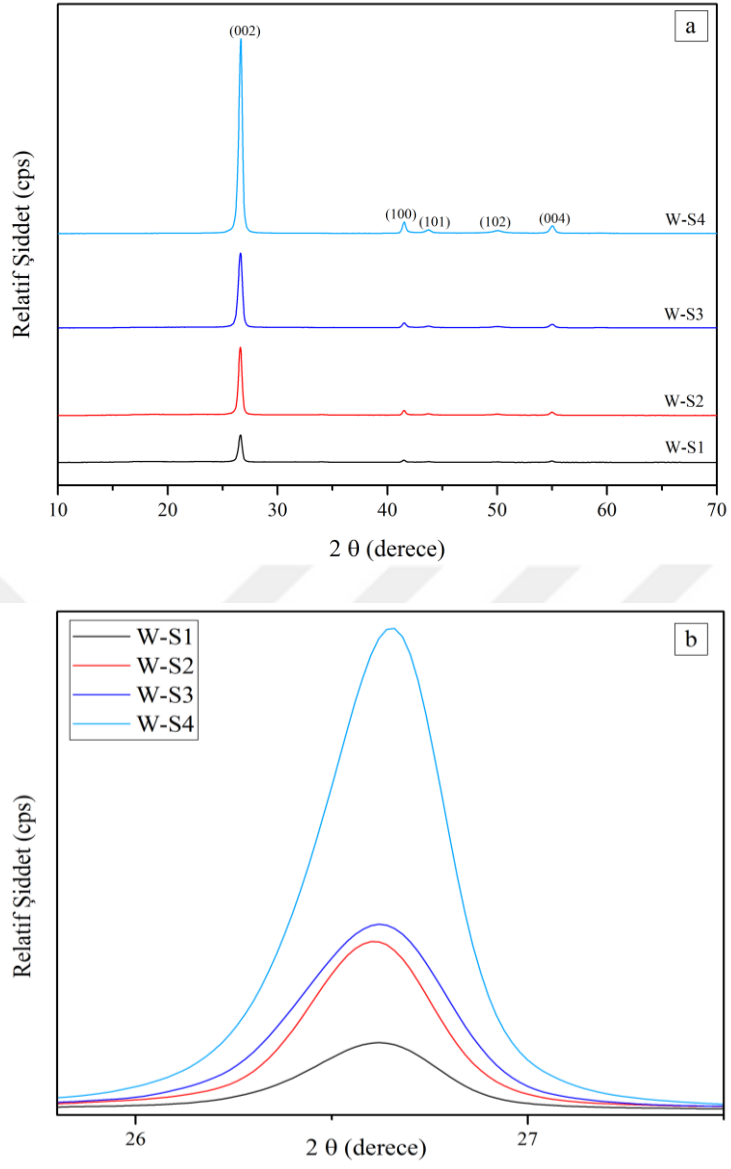
6.2.2.1. SDS ile hazırlanan numunelerin sonuçları

XRD'de, X ışınları kristal bir malzemeye etkileşime girdiğinde ve kristal kafesteki atomların düzenlenmesi nedeniyle belirli açılarda kırındığında bir kırınım tepe noktası oluşur. FWHM, malzemenin kristal kalitesi, tane boyutu ve kafes gerilimi hakkında bilgi sağlar. Daha küçük bir FWHM, daha keskin ve daha iyi tanımlanmış bir tepe noktasını gösterir; bu da daha yüksek bir kristallik derecesi ve daha büyük bir tane boyutunu gösterir. Öte yandan, daha büyük bir FWHM, daha düşük bir kristallik derecesi ve daha küçük bir tane boyutunu gösteren daha geniş ve daha az iyi tanımlanmış bir tepe noktasını gösterir. FWHM, deneysel verilere uygun bir tepe şekli fonksiyonu uygulanarak veya tepe noktasının genişliği maksimum yoğunluğunun yarısında ölçülerek belirlenebilir. Tepe noktasının doğasına ve gerçekleştirilen belirli analize bağlı olarak Gauss, Lorentz veya Voigt fonksiyonları gibi çeşitli tepe şekli fonksiyonları kullanılabilir. FWHM'nin genişlemesi, numune hazırlama ve kristal kusurları gibi çeşitli faktörlerden etkilendiğini belirtmek önemlidir. Bu nedenle, XRD verilerinden elde edilen FWHM değerlerini yorumlarken bu faktörleri göz önünde bulundurmak çok önemlidir. [215].

hBN'nın SDS ile tabakalar ayrılma işlemi sonucunda numunelerin XRD analizi incelendiğinde tüm örneklerde karakteristik (002) düzlem piki 26° civarında net bir şekilde gözlemlenmiştir (Şekil 6.16a). Diğer karakteristik pikler olan (100), (101), (102) ve (004) düzlemleri de tespit edilmiştir. SDS konsantrasyonunun etkisi incelendiğinde, en yüksek SDS içeren W-S1 numunesinde (002) pikinin şiddetinin en düşük olduğu, SDS konsantrasyon azaldıkça BNNS pik şiddeti artar dolayısıyla W-S4'e doğru (002) pikin şiddetinin arttığı belirlenmiştir (Şekil 6.16b). Tablo 6.21'de, W-S kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerlerini göstermektedir. Analiz sonuçlarına göre, saf hBN'nin d_{002} değeri 3,31 Å iken, W-2S numunesinde maksimum değere (3,55 Å) ulaşmıştır. Bu artış, yapıya dahil edilen maddeler tabakalar arası mesafeyi genişlettiğini işaret etmektedir. FWHM değerleri incelendiğinde, W-3S numunesinde gözlenen belirgin artış (0,43 derece), bu numunedeki kristal yapının diğerlerine kıyasla daha düzensiz olduğunu göstermektedir. Kristal boyutunu temsil eden L_{002} parametresi açısından, W-2S numunesi en yüksek değeri (22,73 nm) sergilerken, W-

3S numunesi en düşük değeri (18,85 nm) göstermiştir. Bu sonuçlar, yapısal özelliklerini önemli ölçüde etkilediğini ve W-2S numunesinin optimum modifikasyon seviyesini temsil ettiğini ortaya koymaktadır.

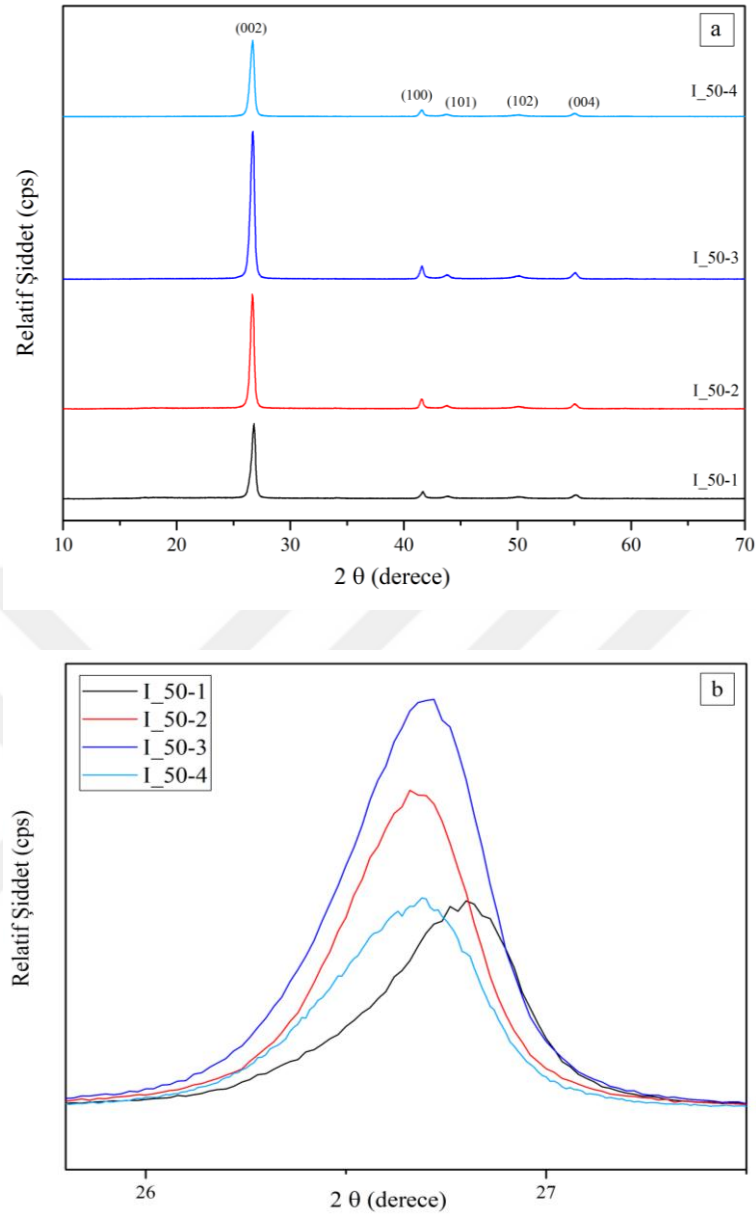
İzopropil alkol (IPA) kullanılarak gerçekleştirilen hBN tabakalaşma işleminin XRD analiz sonuçları Şekil 6.17’de verilmiştir. Tüm numunelerde gözlenen (002) düzlem pikinin varlığı, kristal yapının korunduğunu göstermektedir. Saf hBN’de 3,31 Å olan tabakalar arası mesafenin (d_{002}), Tablo 6.22’te işlem sonrasında I_50-2S, I_50-3S ve I_50-4S numunelerinde 3,33 Å’e yükselmesi, FWHM değerlerindeki artış, özellikle I_50-4S numunesinde gözlenen 0,44 derece 'lik maksimum değer, tabaka ayırma işleminin düşüktür ve kristalinitenin bir miktar azaldığını işaret etmektedir. Kristal boyutunu gösteren L_{002} değerlerinin saf hBN ‘deki 21,95 nm’den I_50-4S numunesinde 18,47 nm’ye kadar düşmesi, tabakaların ayrılmasının azlığına neden olmuştur.



Şekil 6.16. a) W-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) W-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.21. W-xS kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L_{002} (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
W-1S	26,62	3,34	0,38	21,26
W-2S	26,58	3,35	0,35	22,73
W-3S	26,60	3,34	0,43	18,85
W-4S	26,65	3,34	0,38	21,48

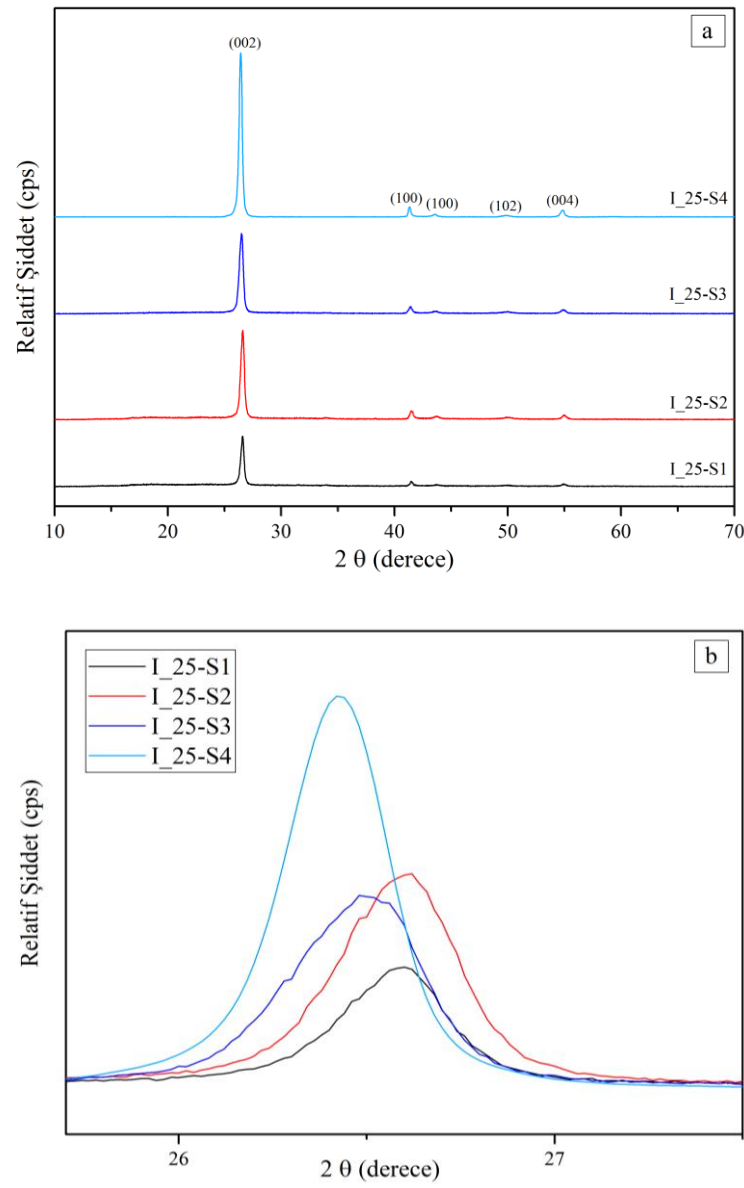


Şekil 6.17. a) I_50-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) I_50-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.22. I_50-xS kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L_{002} (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
I_50-1S	26,85	3,31	0,40	20,01
I_50-2S	26,67	3,33	0,38	21,42
I_50-3S	26,70	3,33	0,42	19,44
I_50-4S	26,68	3,33	0,44	18,47

Şekil 6.18'de İzopropil alkol (IPA) %25 çözücüsü kullanılarak gerçekleştirilen hBN tabakalaşma eksfoliasyon sonucunda elde edilen X-ışını kırınımı gösterilmektedir. hBN'ye ait kristal düzlemlerinin malzemenin temel kristal yapısının korumuştur. Tablo 6.23'te tabakalar arası mesafe parametresi olan d_{002} değerinin saf hBN'deki 3,31 Å değerinden kademeli olarak artış göstererek I_25-1S ve I_25-2S numunelerinde 3,35 Å'ye ulaşması, tabakalar arası mesafenin genişlediğini göstermektedir. FWHM değerlerinin en düşük I_25-1S numunesinde 0,32 derece değerine ulaştığını, L_{002} ise 24,96 nm en büyük değerdir.



Şekil 6.18. a) I_25-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) I_25-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

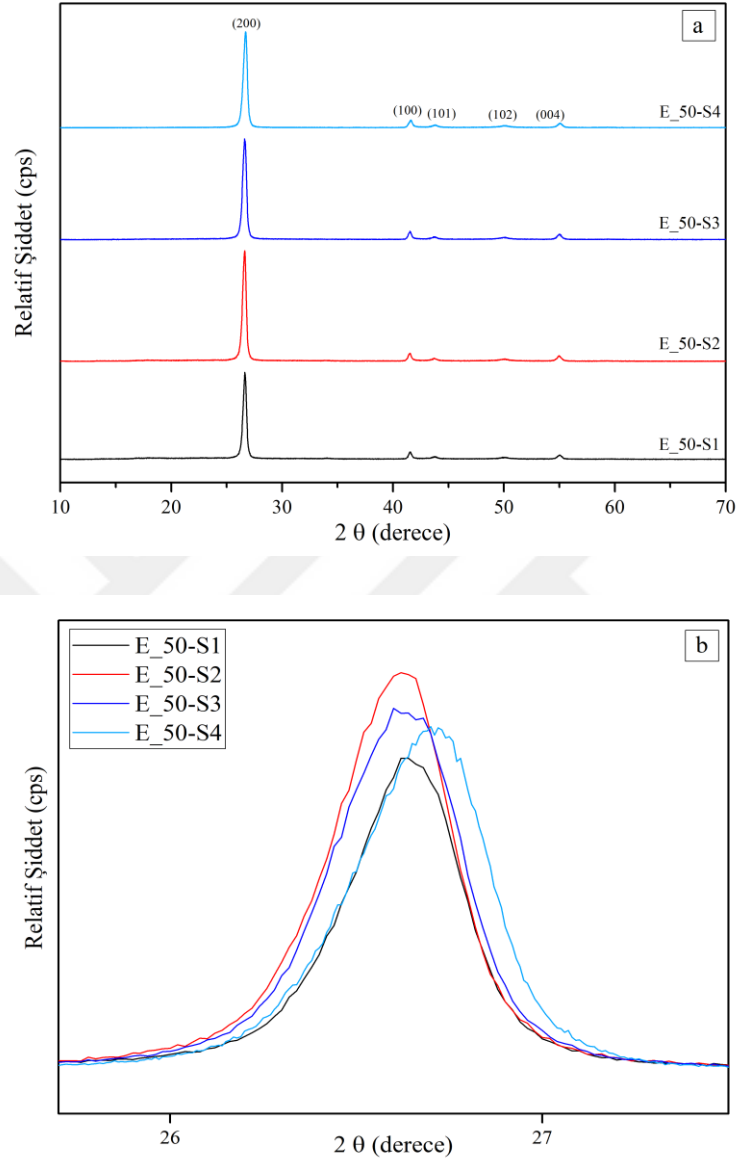
Tablo 6.23. *I*_{25-xS} kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L₀₀₂ değerleri

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L ₀₀₂ (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
I_25-1S	26,57	3,35	0,32	24,96
I_25-2S	26,58	3,35	0,36	22,48
I_25-3S	26,49	3,34	0,40	20,40
I_25-4S	26,42	3,34	0,36	23,58

Şekil 6.19’te etanol çözücüsü kullanılarak gerçekleştirilen hBN tabakalaştırma işleminin XRD analiz sonuçları ve yapısal parametreleri önemli değişimler göstermektedir. Tablo 6.24’te yer alan verilere göre, saf hBN’de 3,11 Å olan tabakalar arası mesafe (d_{002}), işlem sonrası E_50-1S, E_50-2S ve E_50-3S numunelerinde 3,34 Å’e artış göstermiştir. Bu artış, SDS moleküllerinin tabakalar arasına yerleştiğini göstermektedir. Tablodaki FWHM değerleri, saf hBN’de 0,37 derece olan değer E_50-4S numunesinde 0,42 dereceye kadar kademeli olarak arttığı görülmektedir. FWHM değerindeki bu artış, kristal yapıda bir miktar bozulma başladığını işaret etmektedir. En düşük FWHM değeri olan E_50-1S 0,35 derece’dir. FWHM değeri düşmesi tabakalar ayrılma daha homojen gerçekleştiği ifade eder. L₀₀₂ ise saf hBN’de 21,95 nm iken E_50-1S numunesinde 22,74 nm hesaplanmıştır. Bu artış, etanol ve SDS yardımıyla gerçekleşen tabakalaşma işleminin olduğunu ve daha büyük L₀₀₂ boyutlarının elde edildiğini göstermektedir.

SDS ile hazırlanan BNNS Şekil 6.20’te X-ışını kırınımı %25 etanol konsantrasyonlu hBN tabakaları ayırma işlemi, malzemenin yapısal özelliklerinde önemli değişimler göstermiştir. Tüm numunelerde (E_25-S1’den E_25-S4’e) $2\theta = 26-27^\circ$ aralığında gözlenen karakteristik (002) piki ile (100), (101), (102) ve (004) kristal düzlemlerine ait piklerin belirgin şekilde korunması, etanol ve SDS ile tabakaları ayırma işleminin hBN’nin temel kristal yapısını muhafaza ettiğini göstermektedir. Şekil 6.20b’de (002) pikinin şiddetinde değişiklik oluşmuştur. E_25-xS kodlu numunelerde Tablo 6.25 değerlerine göre, hBN’nin d_{002} değeri 3,31 Å’dan 3,35-3,36 Å’a artırmıştır. FWHM değerleri çoğunlukla sabit kalırken (0,37 derece), sadece E_25-2S numunesinde 0,42 dereceye yükselmiştir. Kristal boyutunu gösteren L₀₀₂ değerleri, E_25-4S numunesi en yüksek değeri (22,06 nm) gösterirken, E_25-2S en düşük değeri (19,38 nm) sergilemiştir.

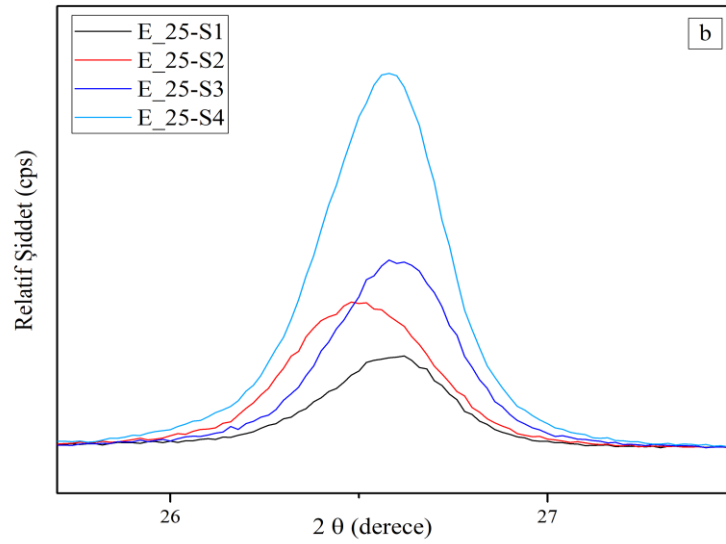
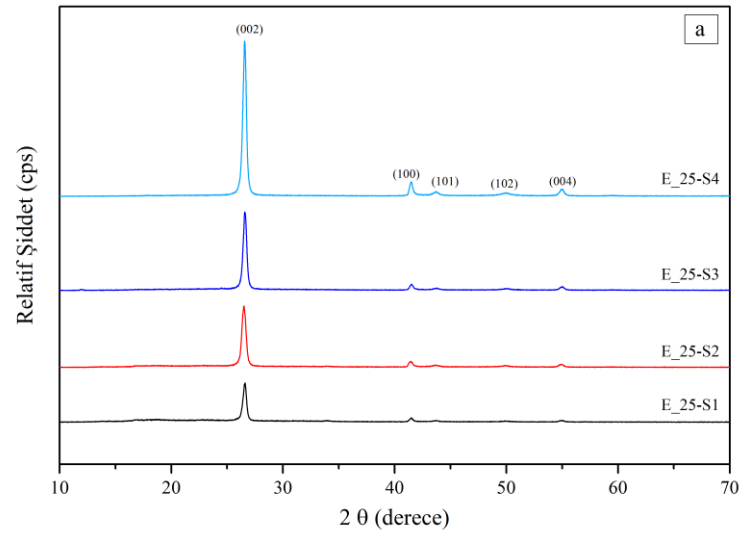
Bu sonuçlar, E_25-4S numunesi optimum tabaka ayırma işlemi gösterirken, E_25-2S numunesi daha zayıf ayırma sergilemiştir.



Şekil 6.19. E_50-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) E_50-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.24. E_50-xS kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L_{002} (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
E_50-1S	26,64	3,34	0,35	22,74
E_50-2S	26,61	3,34	0,37	21,82
E_50-3S	26,62	3,34	0,39	20,51
E_50-4S	26,70	3,33	0,42	19,25



Şekil 6.20. a) E_25-xS kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) E_25-xS kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.25. E_25-xS kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe FWHM ve L_{002} değerleri

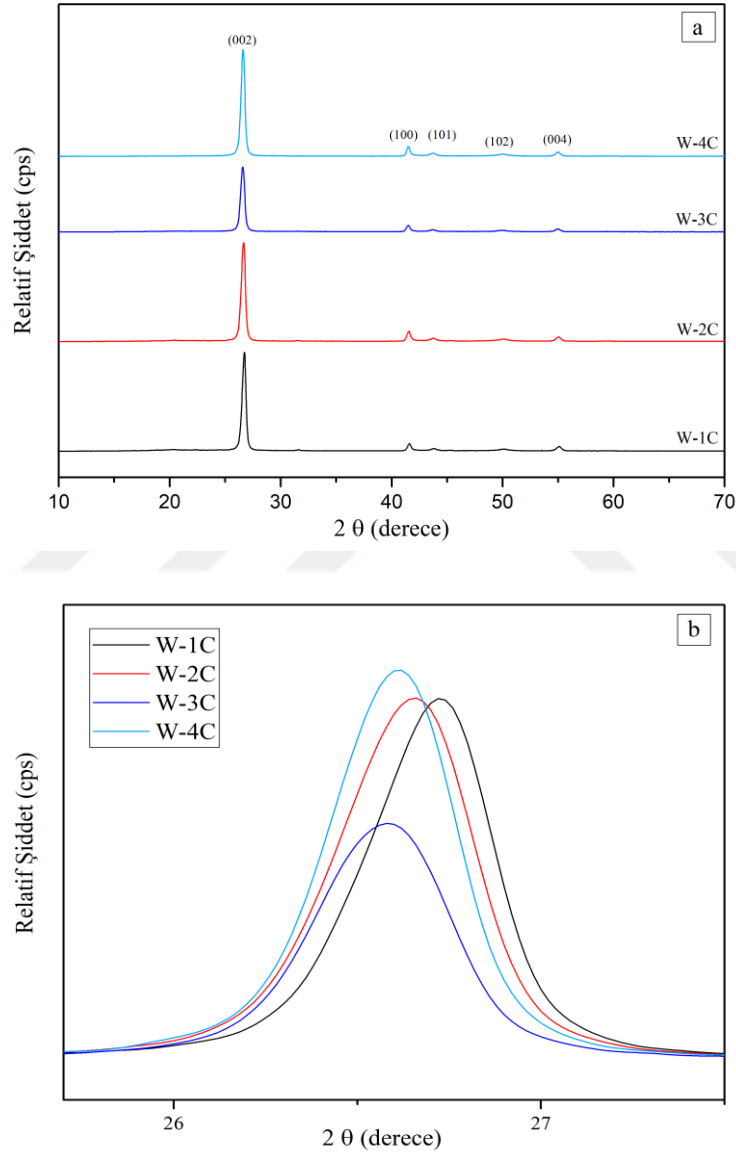
Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L_{002} (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
E_25-1S	26,57	3,35	0,37	22,00
E_25-2S	26,46	3,36	0,42	19,38
E_25-3S	26,58	3,35	0,37	21,71
E_25-4S	26,56	3,35	0,37	22,06

XRD analiz sonuçları, farklı çözücü sistemleri ve SDS konsantrasyonlarında hazırlanan h-BN numunelerinin yapısal özelliklerinde önemli farklılıklar ortaya koymuştur. Su bazlı sistemde W-2S numunesi 22,73 nm kristal boyutu ve 0,35 derece FWHM değeriyle iyi bir performans gösterirken, %50 izopropil alkol sisteminde sonuçlar genel olarak daha zayıf kalmıştır. I_50-2S numunesi bu grupta 21,42 nm kristal boyutu ile en iyi sonucu verse de sistem genelinde kristalinitenin azaldığı gözlemlenmiştir. Tüm sistemler arasında en dikkat çekici sonuçlar %25 izopropil alkol sisteminde (I_25-1S) elde edilmiştir. Bu numune 24,96 nm ile en yüksek kristal boyutunu, 0,32 derece ile en düşük FWHM değerini ve 3,35 Å optimum tabakalar arası mesafeyi göstermiştir. Bu üstün performans, düşük alkol konsantrasyonu ve yüksek SDS miktarının tabaka ayrılması için ideal koşulları oluşturduğunu kanıtlamaktadır. Etanol bazlı sistemlerde ise %50 konsantrasyonda E_50-1S numunesi 22,74 nm kristal boyutu ve 0,35 derece FWHM değeriyle, %25 konsantrasyonda E_25-4S numunesi 22,06 nm kristal boyutu ve 0,37 derece FWHM değeriyle iyi sonuçlar vermiştir. Bu karşılaştırmalı analiz sonucunda, h-BN'nin eksfoliasyonu için en uygun koşulların %25 izopropil alkol ve yüksek SDS konsantrasyonu kombinasyonunda (I_25-1S) elde edildiği açıkça görülmektedir.

6.2.2.2. CTAC ile hazırlanan numunelerin sonuçları

Şekil 6.21'te CTAC yüzey aktif madde ve su kullanılarak elde edilen BNNS XRD analizi sonucu verilmiştir. Tüm numunelerde (W-1C'den W-4C'ye) gözlenen keskin ve yüksek şiddetli (002) piki ($\sim 26-27^\circ$), BNNS'lerin kristal yapısını korunduğunu göstermektedir. İkincil pikler olan (100), (101), (102) ve (004) düzlemlerinin varlığı da yapının stabilitesini doğrulamaktadır. Tabakalaşmanın başarısı, (002) pikinin şiddetinde ve genişliğindeki değişimlerden anlaşılmaktadır. W-1C'den W-4C'ye doğru pik şiddetlerindeki değişim, CTAC'ın tabakalar arasına yerleşerek Van der Waals bağlarını zayıflatmış ve eksfoliasyon gerçekleştiğini göstermektedir. W-xC kodlu numunelerin

Tablo 6.26 analizin verilerine sonuçlarına göre saf hBN'nin tabakalar arası mesafesi (d_{002}) 3,31 Å'dan kademeli olarak artarak W-3C'de 3,35 Å'a ulaşmıştır. FWHM değerleri tüm numunelerde artış göstermiş, özellikle W-2C'de en yüksek değere (0,42 derece) ulaşmıştır. Kristal boyutunu gösteren L_{002} değerleri ise tüm numunelerde saf hBN'ye (21,95 nm) göre azalma göstermiş, en düşük değer W-2C'de (19,12 nm) bulunmuştur. Genel olarak, ayırma işlemi kristal kalitesinde bir miktar düşüşe neden olmuştur.

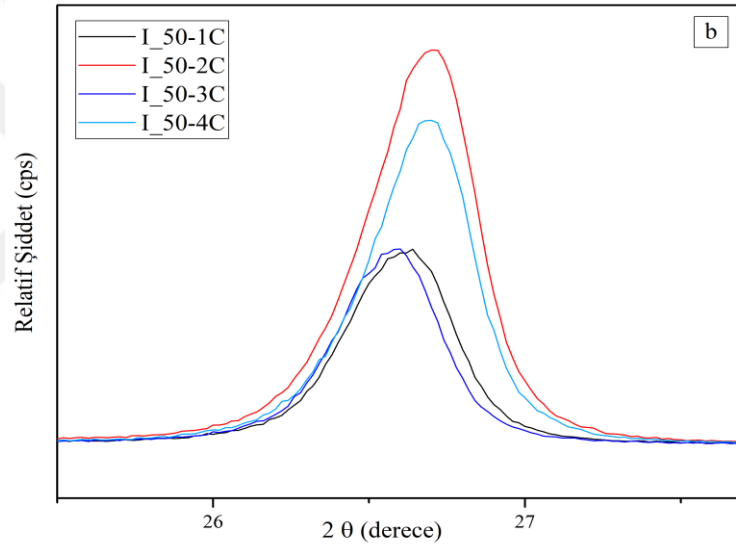
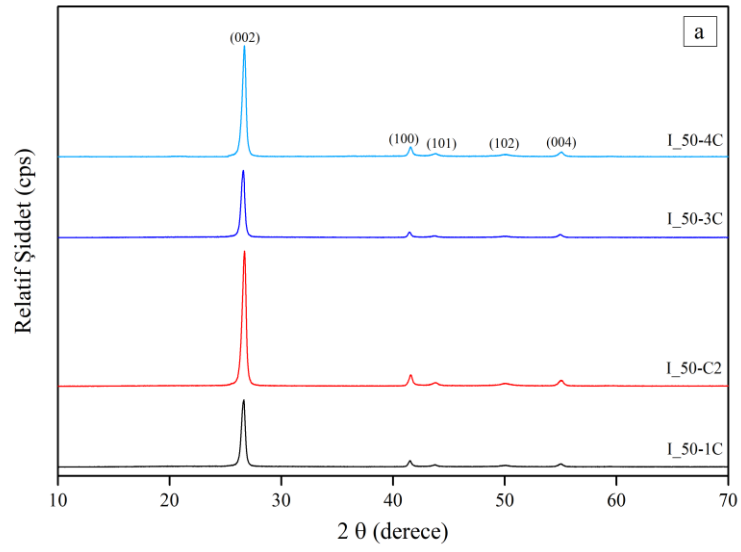


Şekil 6.21. a) W-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) W-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.26. *W-xC kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri*

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L_{002} (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
W-1C	26,74	3,33	0,39	20,62
W-2C	26,66	3,34	0,42	19,12
W-3C	26,58	3,35	0,41	19,52
W-4C	26,60	3,34	0,39	20,61

Şekil 6.22’te izopropil alkol ile hazırlanan BNNS (002) zirvesinin $2\theta = 26,8^\circ$ ’den (hBN) $26,7^\circ$ ve $26,5^\circ$ ’ye (BNNS’lar) hafif pik kayması var, d_{002} değeri arttığını hBN $3,318$ Å BNNS ise $3,33-3,35$ Å hesaplanmıştır. Numunelerde (002) pikinin şiddetindeki değişimler, CTAC ve IPA’nın birlikte tabakalar arasına girerek Van der Waals bağlarını etkilediğini ve eksfoliasyon işleminin gerçekleştiğini göstermektedir. Tablo 6.27’deki sonuçlarına göre, ayırma işlemiyle saf hBN’nin tabakalar arası mesafesi (d_{002}) $3,31$ Å’den artış göstererek I_50-3C’de maksimum değer olan $3,35$ Å’a ulaşmıştır. FWHM değerleri I_50-3C numunesi hariç ($0,37$ derece) diğer numunelerde artış göstermiş, en yüksek değer I_50-2C’de ($0,41$ derece) gözlenmiştir. Kristal boyutunu gösteren L_{002} değerleri incelendiğinde, I_50-3C numunesi saf hBN’ye yakın bir değer ($21,82$ nm) gösterirken, diğer numunelerde azalma eğilimi gözlenmiş ve en düşük değer I_50-2C’de ($19,77$ nm) tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre, I_50-3C numunesi en iyi kristal kalitesini sergilemiştir.

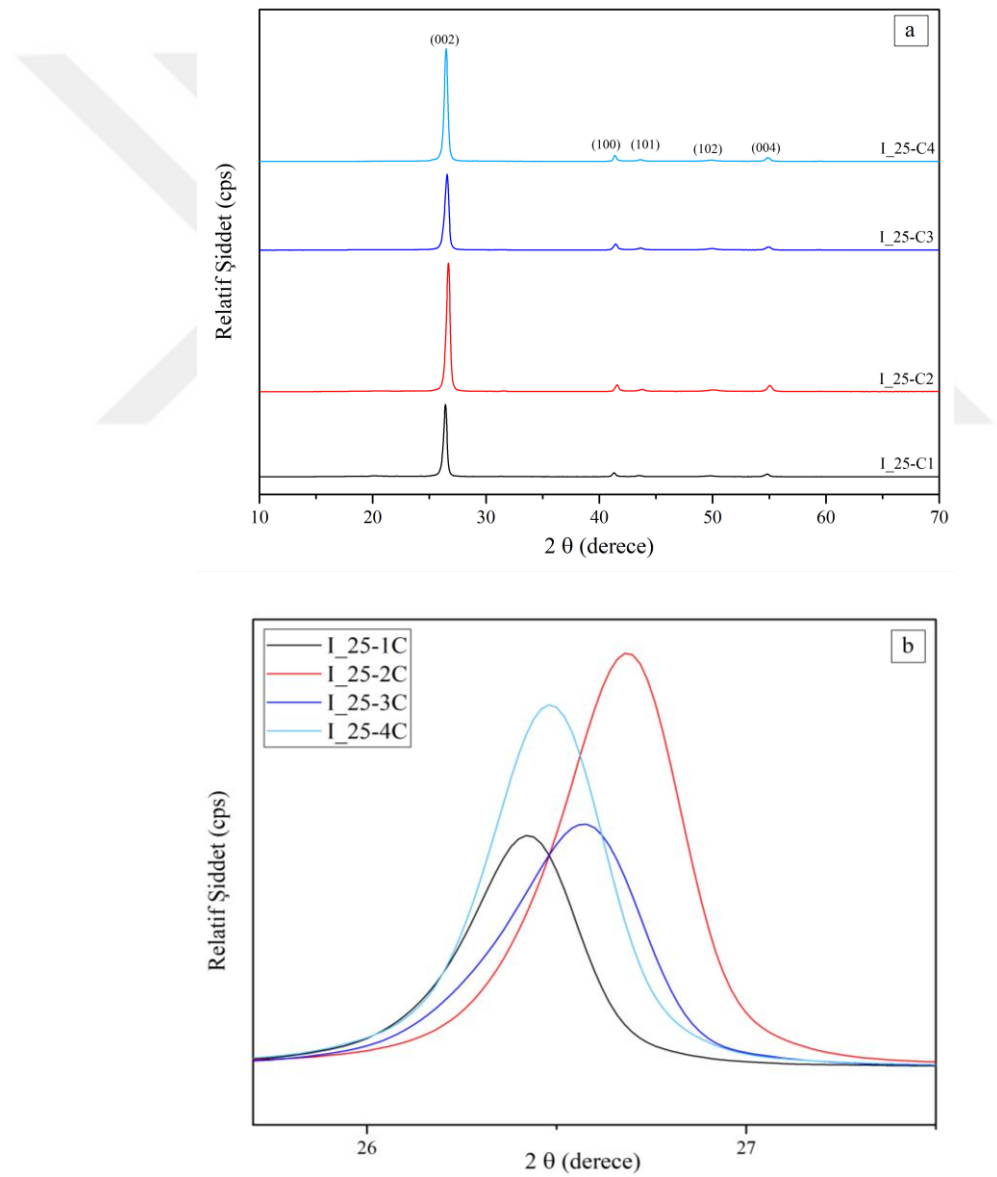


Şekil 6.22. a) I_{50-xC} kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) I_{50-xC} kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.27. I_{50-xC} kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L_{002} (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
I_{50-1C}	26,59	3,34	0,39	20,71
I_{50-2C}	26,70	3,33	0,41	19,77
I_{50-3C}	26,55	3,35	0,37	21,82
I_{50-4C}	26,70	3,33	0,39	20,46

CTAC ile hazırlanan BNNS (002) zirvesinin $2\theta = 26,8^\circ$ den (hBN) $26,6^\circ$ ve $26,4^\circ$ 'ye (BNNS'ler) hafif bir kayması var d_{002} değeri arttığını hBN $3,31 \text{ \AA}$ BNNS ise $3,33 \text{ \AA}$ - $3,37 \text{ \AA}$ hesaplanmıştır (Şekil 6.23). FWHM değerleri I_25-3C numunesinde maksimum $0,41$ dereceye ulaşırken, diğer numunelerde saf hBN'ye yakın değerlerde seyretmiştir. Tablo 6.28'de kristal boyutu (L_{002}) değerlerinin $19,71$ - $24,28 \text{ nm}$ aralığında değişmesi, kontrollü bir tabakalaşmanın gerçekleştiğini göstermektedir. d_{002} en yüksek değeri $3,37 \text{ \AA}$ I_25-1C aittir. Diğer piklerin ((100), (101), (102) ve (004)) varlığını koruması, %25 IPA ve CTAC kombinasyonunun kristal yapıyı bozmadan etkili bir eksfoliasyon sağladığını doğrulamaktadır.

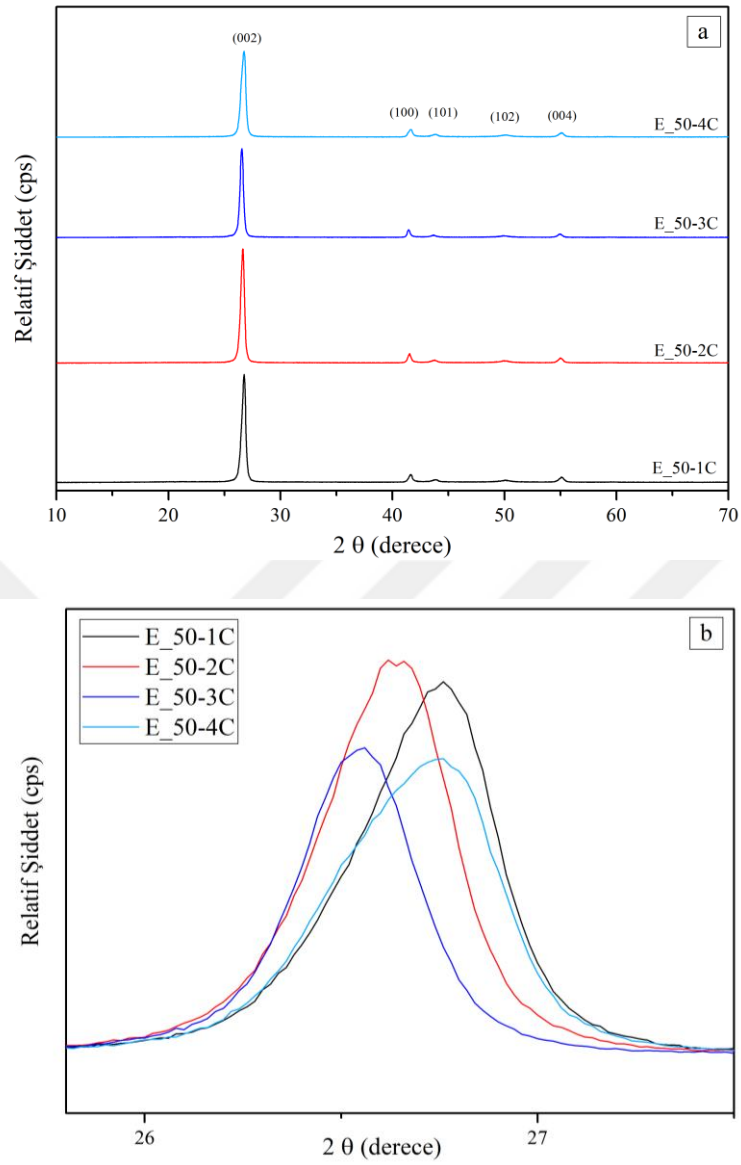


Şekil 6.23. a) I_25-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) I_25-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.28. *I*_{25-xC} kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L₀₀₂ değerleri

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L ₀₀₂ (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
I_25-1C	26,43	3,37	0,33	24,28
I_25-2C	26,69	3,33	0,37	21,71
I_25-3C	26,60	3,34	0,41	19,71
I_25-4C	26,46	3,36	0,35	23,31

CTAC ile hazırlanan BNNS Şekil 6.24'te XRD grafiğinde görünmektedir. E_50-xC kodlu numunelerin XRD analiz verilerine göre, ayırma işlemiyle hBN'nin tabakalar arası mesafesi (d_{002}) 3,31 Å'dan kademeli olarak artarak E_50-3C'de en yüksek değer olan 3,35 Å'a ulaşmıştır. FWHM değerleri incelendiğinde, E_50-3C numunesinde en düşük değer (0,34 derece) gözlenirken, E_50-4C'de en yüksek değere (0,47 derece) ulaşmıştır. Kristal boyutunu gösteren L₀₀₂ değerleri açısından, E_50-3C numunesi en yüksek değeri (23,52 nm) gösterirken, E_50-4C'de en düşük değer (17,26 nm) tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, E_50-3C numunesinin en iyi kristal kalitesine sahip olduğunu, E_50-4C'nin ise en düşük kristal kalitesini sergilediğini göstermektedir (Tablo 6.29).



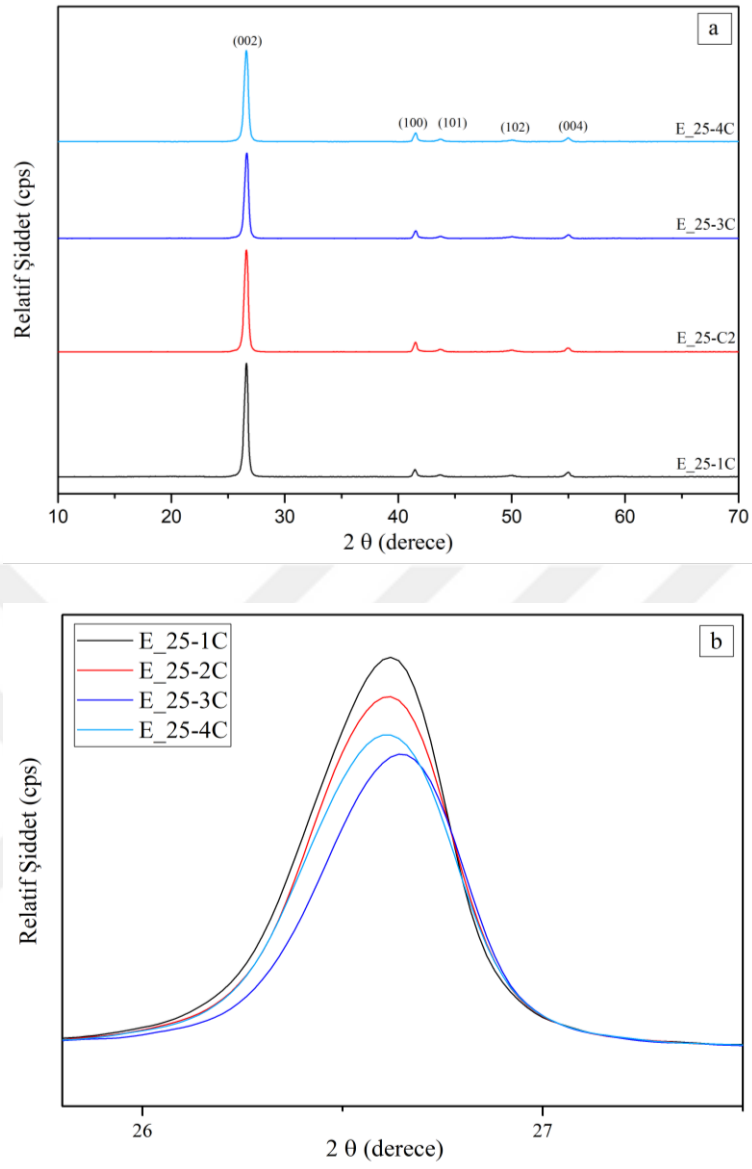
Şekil 6.24. a) E_50-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) E_50-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.29. E_50-xC kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L_{002} (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
E_50-1C	26,76	3,32	0,42	19,35
E_50-2C	26,64	3,34	0,39	20,77
E_50-3C	26,52	3,35	0,34	23,52
E_50-4C	26,73	3,33	0,47	17,26

XRD analizi incelendiğinde (Şekil 6.25'a), tüm E_50-C numunelerinde karakteristik hBN yapısına ait pikler gözlenmiştir. En şiddetli pik olan (002) düzlemi yaklaşık 26-27° de görülürken, daha düşük şiddette (100), (101), (102) ve (004) pikleri de tespit edilmiştir. (002) pikinin detaylı analizi (Şekil 6.25b) incelendiğinde, modifikasyon seviyesine bağlı olarak pik şiddetlerinde ve genişliklerinde değişimler gözlenmiştir. Bu gözlemler, XRD verilerinin sayısal analizi (Tablo 6.30) ayırma işlemi sonrası saf hBN'nin d_{002} değeri 3,31 Å'dan artış göstererek 3,34-3,34 Å aralığına ulaşmış, FWHM değerleri kademeli olarak artarak E_25-4C'de maksimum değere (0,42 derece) ulaşmıştır. Kristal boyutunu gösteren L_{002} değerleri ise tüm numunelerde azalma eğilimi göstermiş ve en düşük değer E_25-4C numunesinde (19,163 nm) tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, modifikasyon işleminin kristal yapı üzerinde önemli etkiler oluşturduğunu ve kristal kalitesinde genel bir düşüş eğilimi olduğunu göstermektedir.

Tabaka ayırma işlemi kullanılan farklı çözücüler ve farklı surfaktanlar ile d_{002} 'de ve L_c boyunca gözlemlenen değişikliklerle de desteklenir. Elde edilen değerleri BNNS d_{002} literatür değerlerine uymaktadır. BNNS'lerin pik şiddetleri, hBN'den, özellikle (002) pikinden daha zayıftır. Bununla birlikte, BNNS'lerin pik şiddetleri hBN'den, özellikle (002) pikinden daha zayıftır. Pik şiddetini zayıflaması, BNNS'lerin yapısal düzeninin önemli ölçüde azaldığı anlamına gelir. BNNS'lerin katmanlar arası mesafesinin (d_{002}) ve L_{002} değişmesiyle de doğrulanmıştır [187].



Şekil 6.25. a) E_25-xC kodlu numunelerinin XRD grafiği, b) E_25-xC kodlu numunelerin (002) pikinin değişimi

Tablo 6.30. E_25-xC kodlu numunelerin hBN ve BNNS düzlemler arasındaki mesafe, FWHM ve L_{002} değerleri

Kod	Θ (derece)	d_{002} (Å)	FWHM (derece)	L_{002} (nm)
hBN	26,85	3,31	0,37	21,95
E_25-1C	26,62	3,34	0,39	20,66
E_25-2C	26,61	3,34	0,40	20,25
E_25-3C	26,64	3,34	0,40	20,15
E_25-4C	26,61	3,34	0,42	19,16

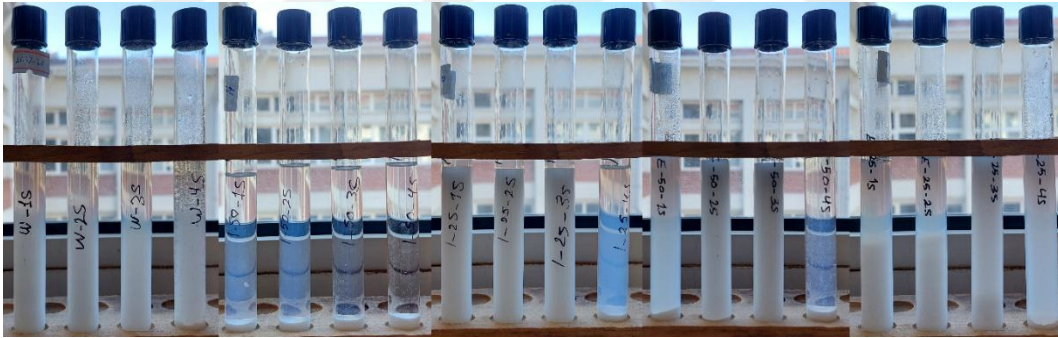
XRD analiz sonuçları, farklı çözücü sistemleri ve CTAC konsantrasyonlarında hazırlanan h-BN numunelerinin yapısal özelliklerinde dikkat çekici farklılıklar ortaya koymuştur. Su bazlı sistemde W-3C numunesi 3,35 Å tabakalar arası mesafe ve 19,52 nm kristal boyutu ile iyi bir performans gösterirken, %50 izopropil alkol sisteminde I_50-3C numunesi 0,37 derece FWHM değeri ve 21,82 nm kristal boyutu ile üstün kristal kalitesi sergilemiştir. Ancak en dikkat çekici sonuçlar %25 izopropil alkol sisteminde I_25-1C numunesinde elde edilmiştir. Bu numune 3,37 Å ile en yüksek tabakalar arası mesafeyi, 0,33 derece ile en düşük FWHM değerini ve 24,28 nm ile en yüksek kristal boyutunu göstermiştir. %50 etanol sisteminde E_50-3C numunesi 0,34 derece FWHM değeri ve 23,52 nm kristal boyutu ile ikinci en iyi performansı sergilerken, %25 etanol sistemindeki tüm numuneler 3,34 Å'da sabit d_{002} değerleri ve yüksek FWHM değerleri (0,39-0,42 derece) ile daha düşük performans göstermiştir. Bu sonuçlar, etanol sistemlerinin izopropil alkol sistemlerine göre genel olarak daha az etkili olduğunu ortaya koymaktadır. Tüm sistemler içinde en başarılı sonuç, %25 izopropil alkol ve yüksek CTAC konsantrasyonu kombinasyonunda (I_25-1C) elde edilmiştir.

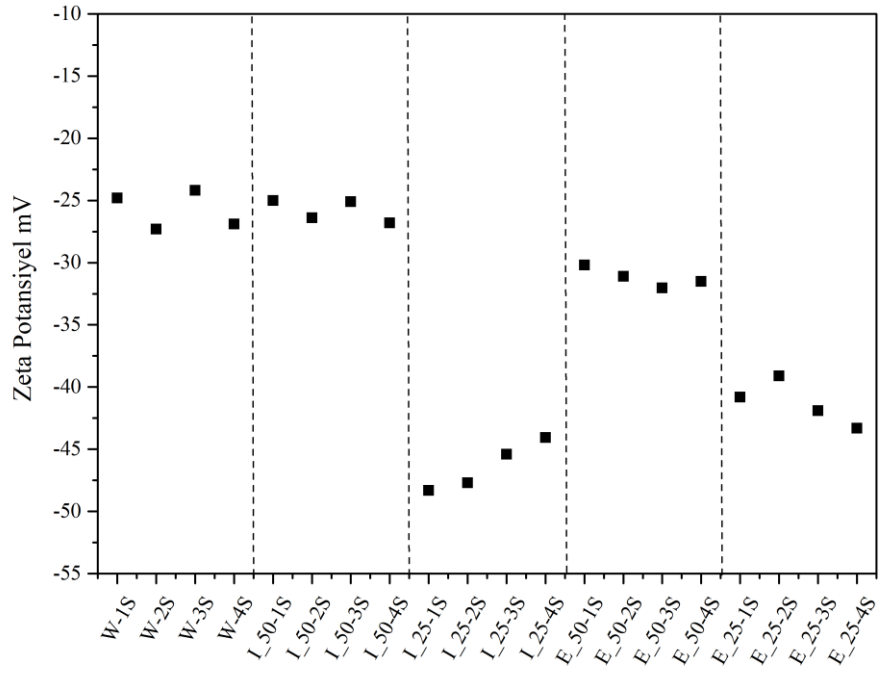
6.2.3. Zeta potansiyel ölçüm sonuçları

6.2.3.1. SDS ile hazırlanan numunelerin sonuçları

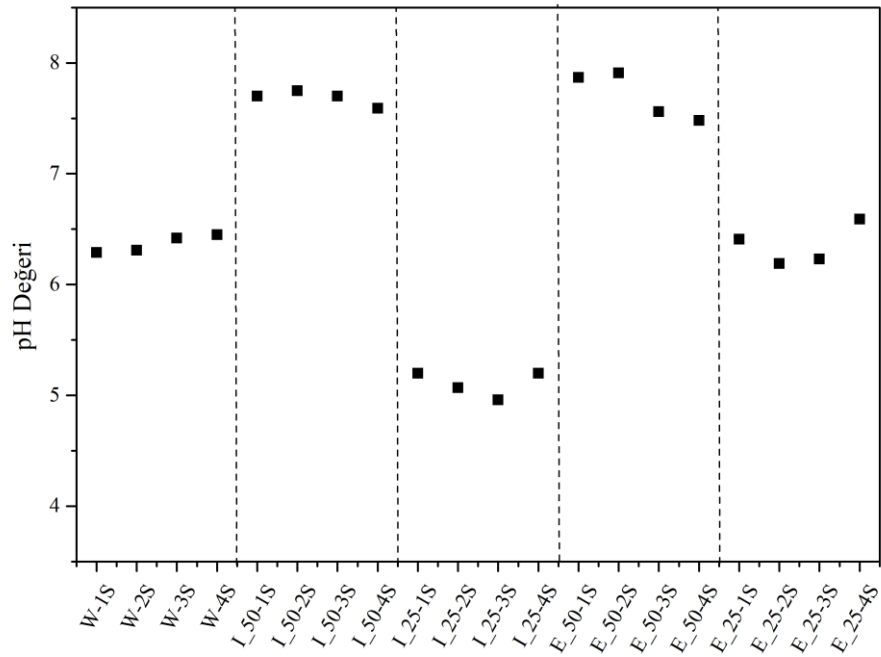
Zeta potansiyeli değerleri ile ilgili olarak, >30 mV değerlerinin çok kararlı pozitif miseller gösterdiği ve <-30 mV değerlerinin misellerin kararlı değerlerine karşılık geldiği bildirilmiştir [185]. SDS kullanılan sistemlerde gözlenen negatif zeta potansiyeli değerleri, bu yüzey aktif maddenin yapısal özelliklerinden kaynaklanmaktadır. SDS, negatif yüklü bir baş grup (SO_4^-) içeren anyonik bir yüzey aktif madde olup, suda çözüldüğünde negatif yüklü moleküller oluşturur [216]. Bu moleküller h-BN yüzeyine tutunduğunda, negatif yüklü sülfat grupları dışa doğru yönelirken, hidrofobik kuyruklar yüzeye tutunur ve böylece partiküller etrafında negatif bir yük tabakası oluşur. Bu durumda, elektriksel çift tabaka oluşumu gerçekleşir; iç tabakada negatif yüklü SDS molekülleri bulunurken, dış tabakada bunları dengeleyen karşı iyonlar (Na^+) yer alır. Zeta potansiyel ölçümleri SDS ile hazırlanan BNNS içeren numunelerin 30 gün bekletilerek çökme davranışı incelenmiştir. Çözeltilerin 30 gün sonraki görüntüleri Şekil 6.26'da verilmiştir. Tüm çözeltiler çökme göstermesine rağmen %50 İPA tamamen çökerken %25 İPA en az çökme olmuştur, I_25_1S kodlu numune ise 30gün geçmesine rağmen çok çok az çökme olmuştur. Zeta potansiyeli Şekil 6.27 ve pH analizleri Şekil 6.28, farklı çözücü sistemlerinde hazırlanan hBN dispersiyonlarının kararlılığı ve yüzey özellikleri

hakkında önemli bilgiler sunmaktadır. Su bazlı sistemler hafif asidik (pH 6,3-6,5) karakterde ve orta düzeyde kararlı (-24 ile -27 mV) bir zeta potansiyeli gösterirken, %50 konsantrasyonlu alkol sistemleri daha bazik bir karaktere (pH 7,5-8,0) sahip olmasına rağmen benzer zeta potansiyeli değerleri sergilemiştir. En dikkat çekici sonuçlar %25 konsantrasyonlu sistemlerde gözlenmiştir. Özellikle %25 IPA sistemi pH 5,0-5,2 aralığında asidik karakter gösterirken, -43 ile -48 mV aralığında en düşük zeta potansiyeli değerlerlidir. Bu durum, düşük alkol konsantrasyonunun daha kararlı dispersiyonlar oluşturduğunu göstermektedir. Benzer şekilde, %25 etanol sistemi de hafif asidik pH (6,2-6,6) ve düşük zeta potansiyeli (-38 ile -43 mV) göstererek daha karardır. Bu sonuçlar, düşük alkol konsantrasyonlarının (%25) daha kararlı dispersiyonlar oluşturduğunu ve pH ile zeta potansiyeli arasında belirgin bir ilişki olduğunu göstermektedir. Özellikle asidik pH değerlerinde gözlenen düşük zeta potansiyeli değerleri, sistemin elektrostatik kararlılığının arttığına işaret etmektedir. Bu bulgular, hBN eksfoliasyonu için optimal koşulların belirlenmesinde pH ve zeta potansiyelinin önemli parametreler olduğunu ortaya koymaktadır.





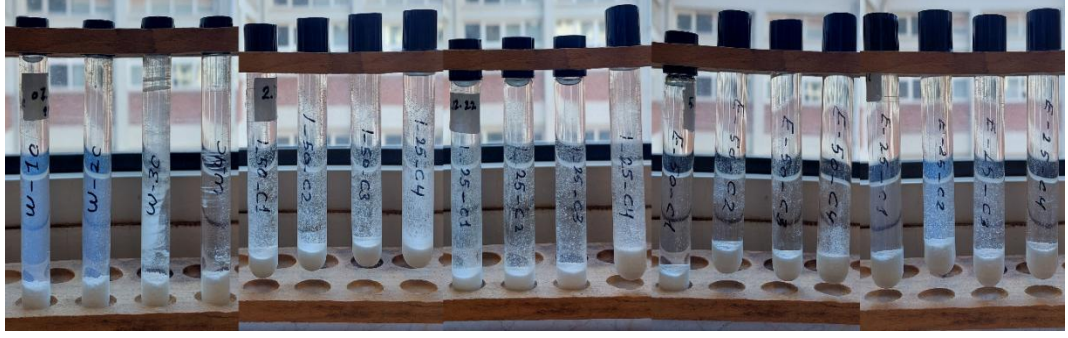
Şekil 6.27. SDS ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin zeta potansiyel analiz sonuçları



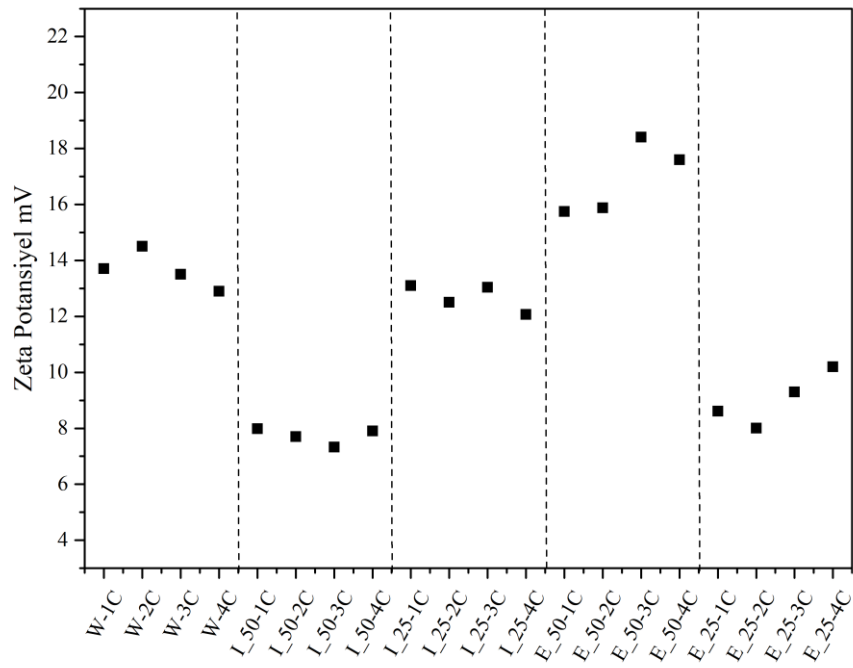
Şekil 6.28. SDS ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin pH değerleri

6.2.3.2. CTAC ile hazırlanan numunelerin sonuçları

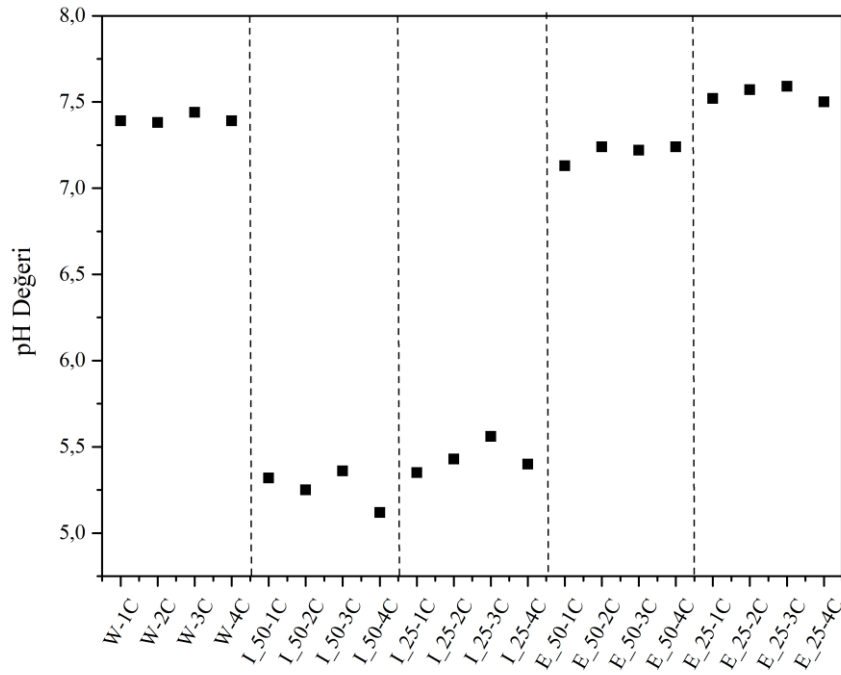
Çözeltilerin hazırlanmasında kullanılan çözücülere göre değerlendirildiğinde farklılıklar göstermektedir. Kullanılan yüzey aktif madde CTAC katyonik olduğundan dolayı zeta sonuçları pozitif olarak verilmektedir. Çözeltilerin 30 gün sonraki çökme davranışı takip edildikten sonra Şekil 6.29’te verilmiş. Tüm çözeltiler aynı gün içinde tamamen çökmesi olmuştur. CTAC kullanılan sistemlerde gözlenen pozitif zeta potansiyeli değerleri, bu yüzey aktif maddenin yapısal özelliklerinden kaynaklanmaktadır. CTAC, pozitif yüklü bir baş grup (N^+) içeren katyonik bir yüzey aktif madde olup, suda çözündüğünde pozitif yüklü moleküller oluşturur. Bu moleküller hBN yüzeyine tutunduğunda, pozitif yüklü baş gruplar dışa doğru yönelirken, hidrofobik kuyruklar yüzeye tutunur ve böylece partiküller etrafında pozitif bir yük tabakası oluşur [217], [218]. Bu durumda, elektriksel çift tabaka oluşumu gerçekleşir; iç tabakada pozitif yüklü CTAC molekülleri bulunurken, dış tabakada bunları dengeleyen karşı iyonlar (Cl^-) yer alır. CTAC ile hazırlanan farklı çözücü sistemlerinin zeta potansiyeli Şekil 6.30 ve pH Şekil 6.31’dedir. Su bazlı sistemler hafif bazik karakterde (pH 7,3-7,4) ve orta düzeyde pozitif zeta potansiyeli (+13-14 mV) gösterirken, izopropil alkol sistemleri daha asidik bir karaktere sahiptir. Özellikle %50 IPA sistemi pH 5,2-5,4 aralığında asidik özellik gösterirken, en düşük zeta potansiyeli değerlerini (+7-8 mV) sergilemiştir. Etanol sistemleri ise daha yüksek pH değerleri ve zeta potansiyeli değerleri göstermiştir. %50 etanol sistemi pH 7,1-7,3 aralığında hafif bazik karakter gösterirken, en yüksek zeta potansiyeli değerlerine (+15-18 mV) ulaşmıştır. %25 etanol sistemi ise pH 7,5-7,6 ile en bazik karakteri göstermiş, ancak daha düşük zeta potansiyeli değerleri (+8-10 mV) sergilemiştir. Bu veriler, en kararlı sistemin %50 etanol sistemi olduğu görülmektedir. Bu sistemin yüksek zeta potansiyeli değerleri ve uygun pH aralığı, daha iyi bir dispersiyon kararlılığı sağladığını göstermektedir. Ayrıca, alkol konsantrasyonunun artışı genel olarak sistemi bazik bölgeye kaydırırken, zeta potansiyeli değerlerini de etkilemektedir.



Şekil 6.29. CTAC ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin 30 gün sonra görüntüleri



Şekil 6.30. CTAC ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin zeta potansiyel analiz sonuçları

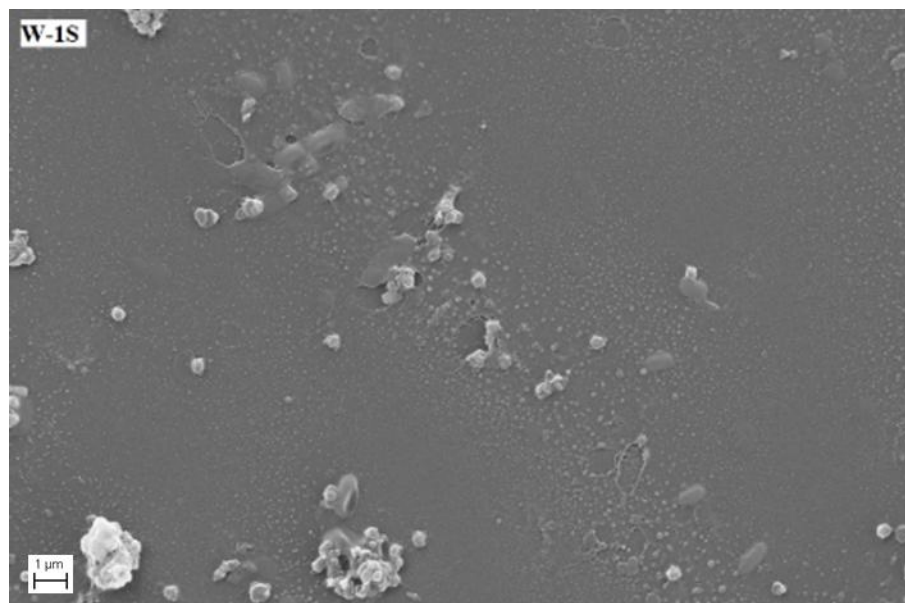


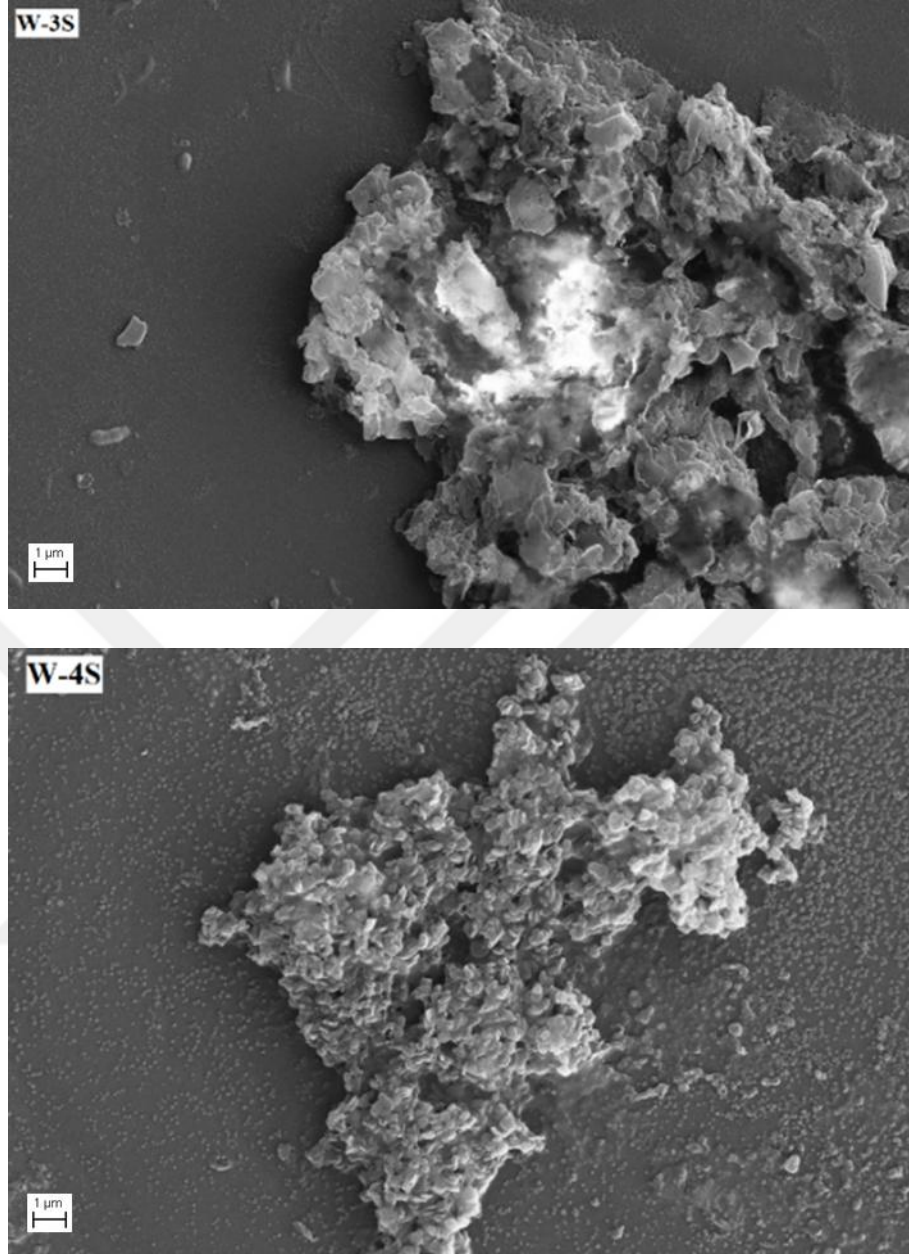
Şekil 6.31. CTAC ile yapılan eksfoliasyon numunelerinin pH değerleri

6.2.4. Mikroyapı sonuçları

Eksfoliasyon işleminden sonra numunelerden elde edilen BNNS'lerin mikroyapıları incelenmiştir. BNNS plakalar halinde bir morfolojidedir.

Saf su ile yapılan ayırma işleminde SEM görüntüleri incelendiğinde Şekil 6.32'de saf su ve SDS kullanılarak yapılan hBN ayırma işleminin tamamen gerçekleşmemiş. W-1S çözeltisi dağınık ve heterojen bir yapı görülmekte olup, parçacıklar birbirinden ayrılmış olmasına rağmen topaklanma eğilimi göstermektedir. Nano boyutlu parçacıklar ve daha büyük aglomeratların bir arada olduğu dikkat çekmektedir. W-2S ise büyük topaklanmalar ve yığılmalar mevcuttur. Tabakaların tam olarak ayrışmadığı, birbiri üzerine yığıldığı net bir şekilde gözlenmektedir. W-3S kodlu tabakaların birbirine yapışık kaldığı ve aglomerasyonun devam ettiği gözlenmektedir. W-4S ise yine 48 saat karışmasına rağmen aglomerasyonun devam ettiği ve parçacıkların hala topaklanmış durumda olduğu ve tabakalar ayrılmadığı belirlenmiştir.

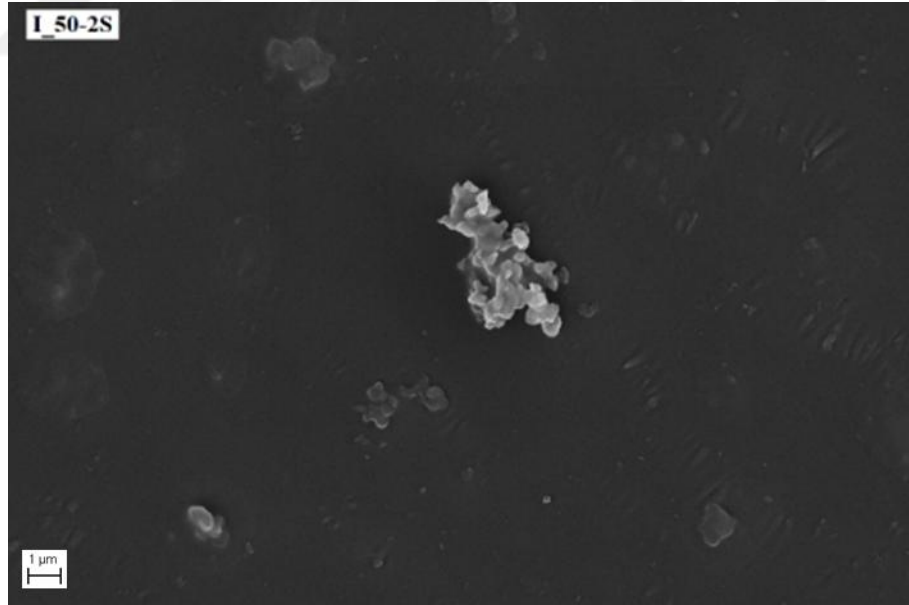
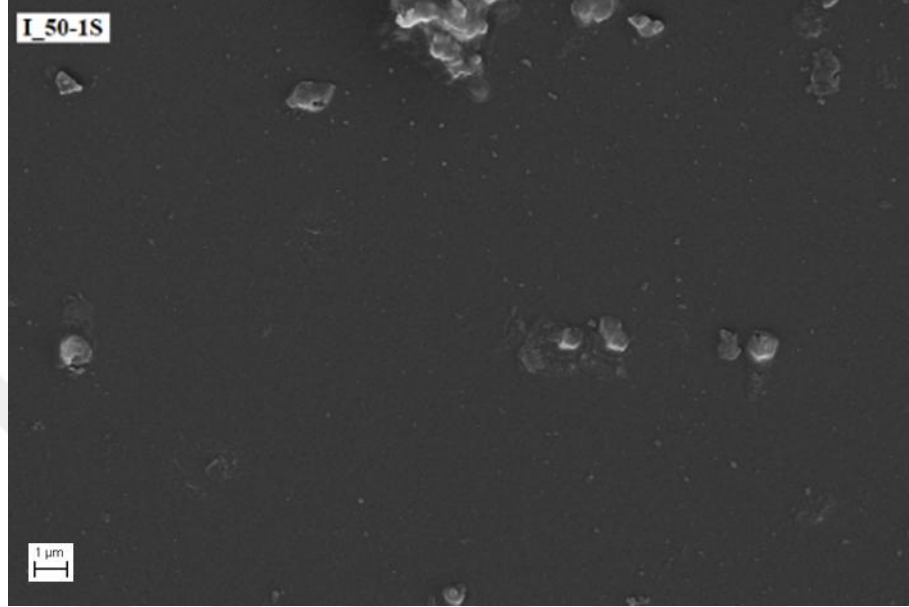


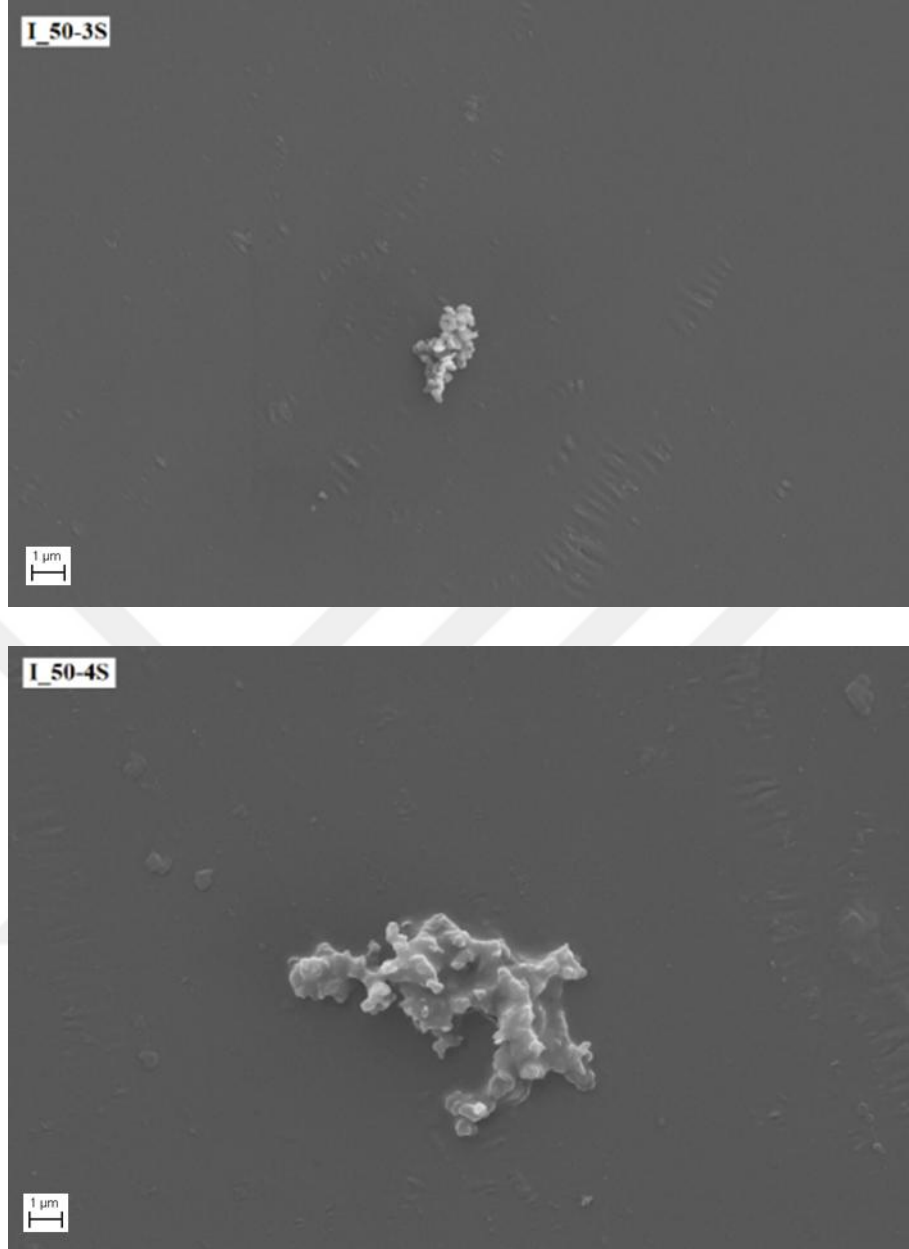


Şekil 6.32. *W_xS* numunelerin mikroyapı görüntüleri

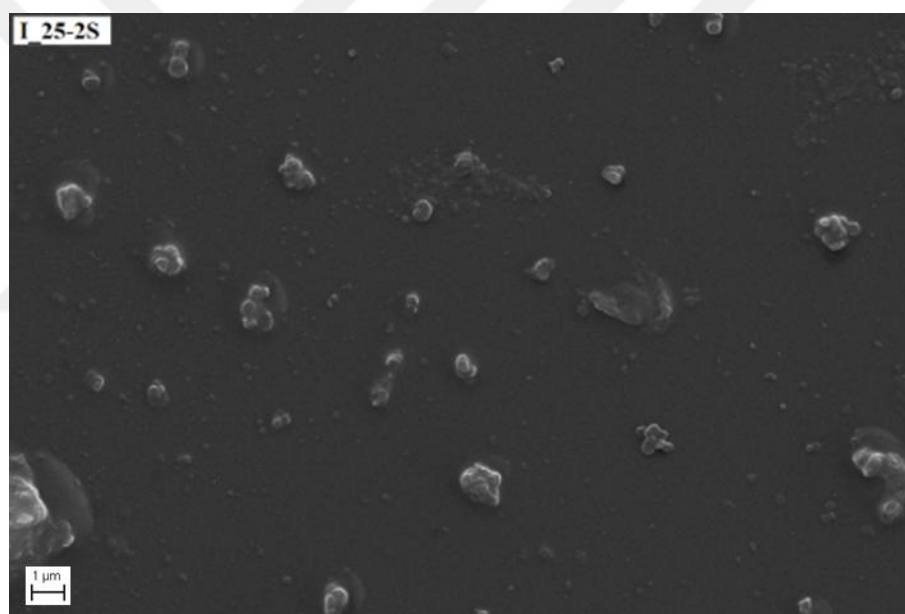
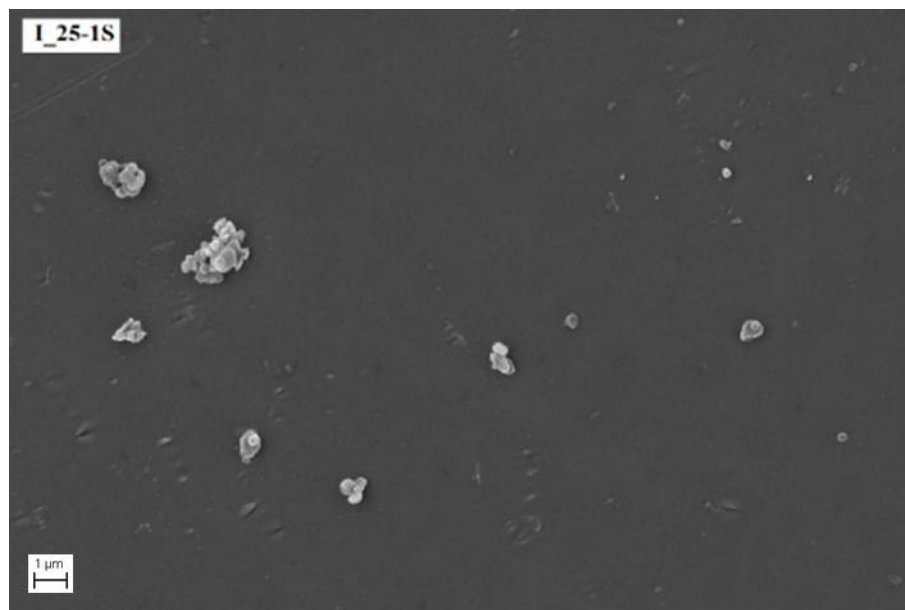
SEM görüntüleri incelendiğinde (Şekil 6.33), %50 IPA konsantrasyonu kullanılan I_50 kodlu numunelerde ayırma işlemi gerçekleşmiş olmasına rağmen, etkinliği sınırlı kalmıştır. Bu numunelerde SDS miktarının azalmasıyla (1'den 4'e doğru) tabakaların ayrılma derecesi değişiklik göstermekte olup, plakaların tam olarak ayrılmadığı ve topaklanmaların devam ettiği homojen bir dağılım elde edilemediği belirlenmiştir. Şekil 6.34'te %25 IPA konsantrasyonu kullanılan I_25 kodlu numunelerde ise daha etkili bir eksfoliasyon işlemi gözlenmiştir. Özellikle I_25-1S, I_25-2S ve I_25-3S numunelerinde

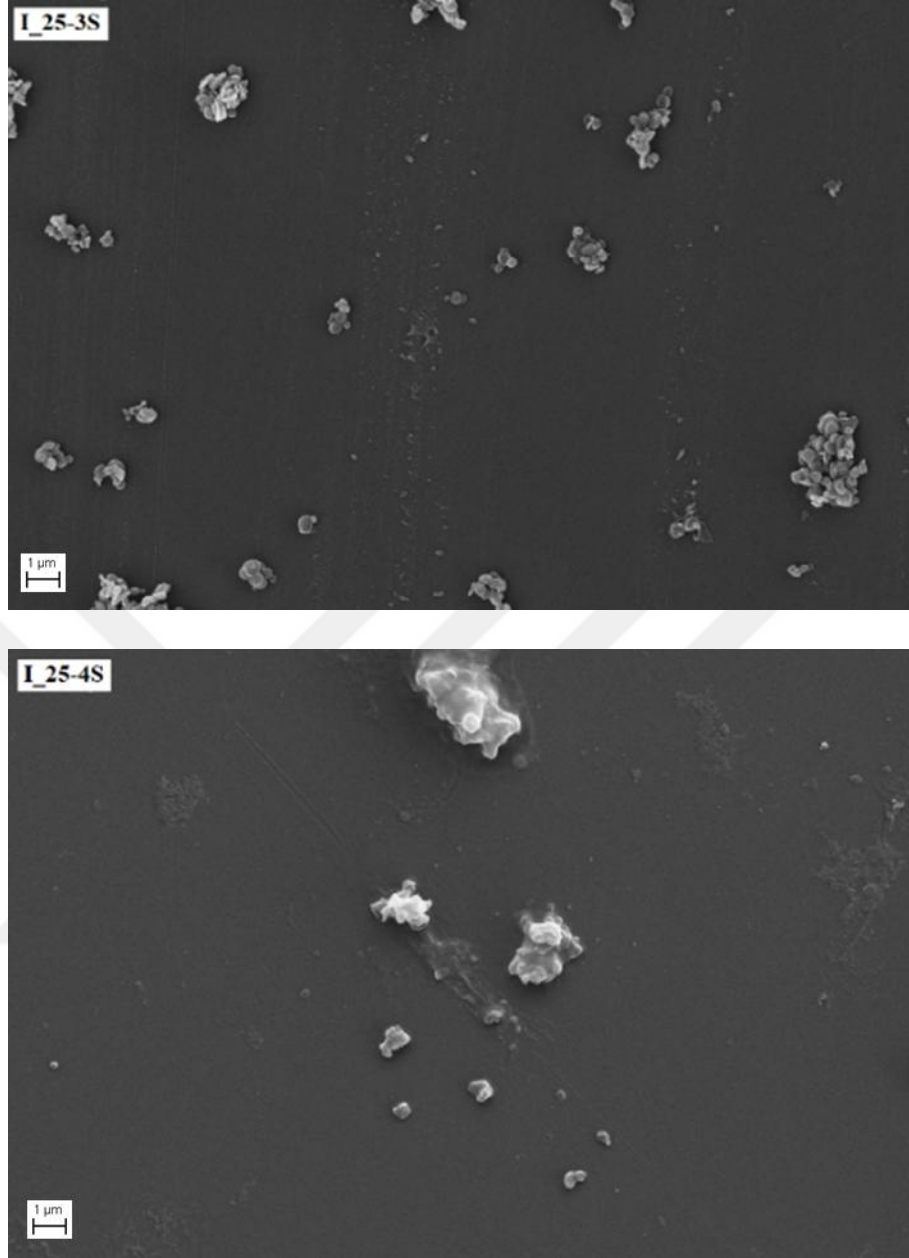
plakaların daha iyi ayrıldığı ve dağılımın daha homojen olduğu açıkça görülmektedir. Bu numuneler arasında en başarılı sonuç I_25-1S numunesinde elde edilmiş olup, tabakalar daha ince ve daha iyi ayrılmış durumdadır. Diğer analiz sonuçlarıyla da desteklendiği üzere, en optimum ayırma koşulları bu numunede sağlanmıştır.





Şekil 6.33. *I_50-xS* numunenin SEM görüntüleri

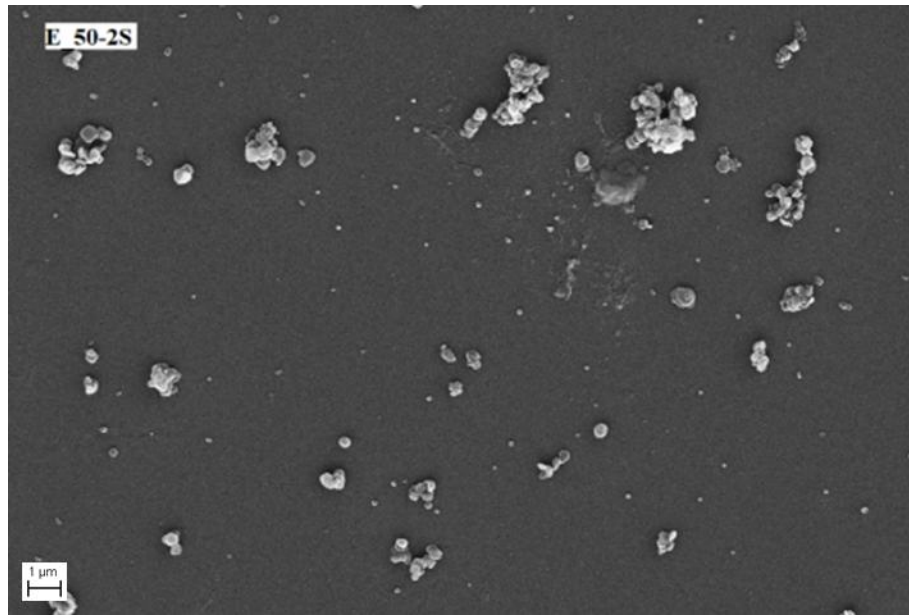
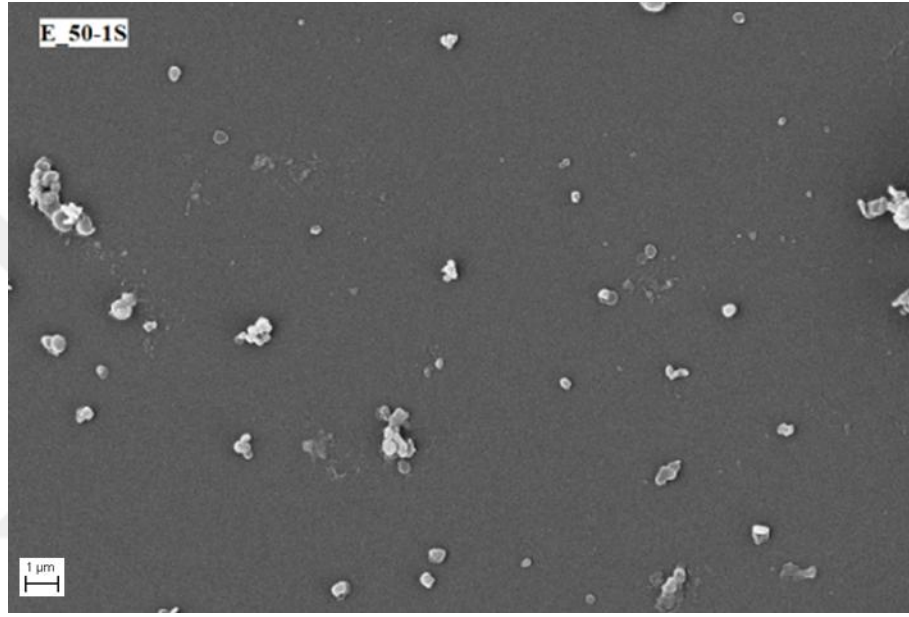


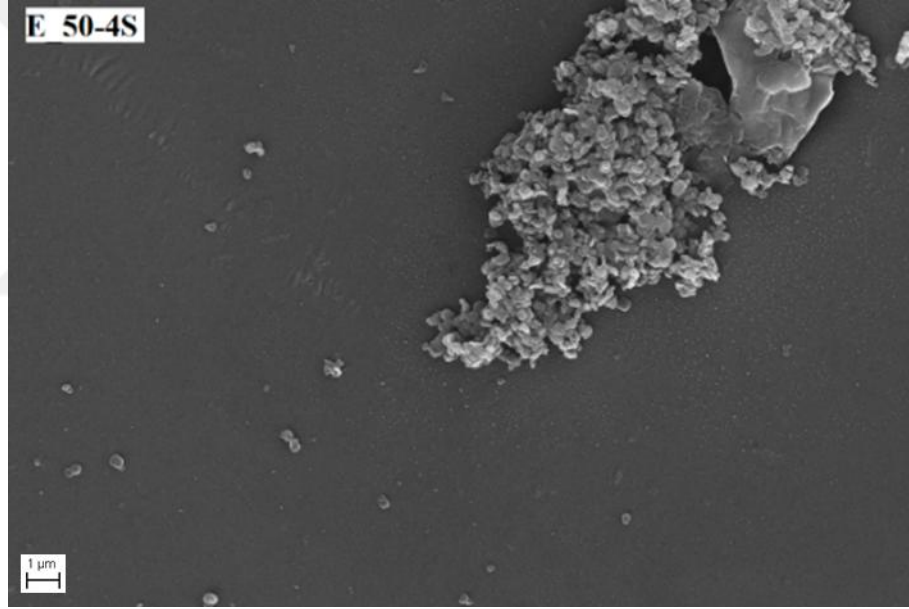
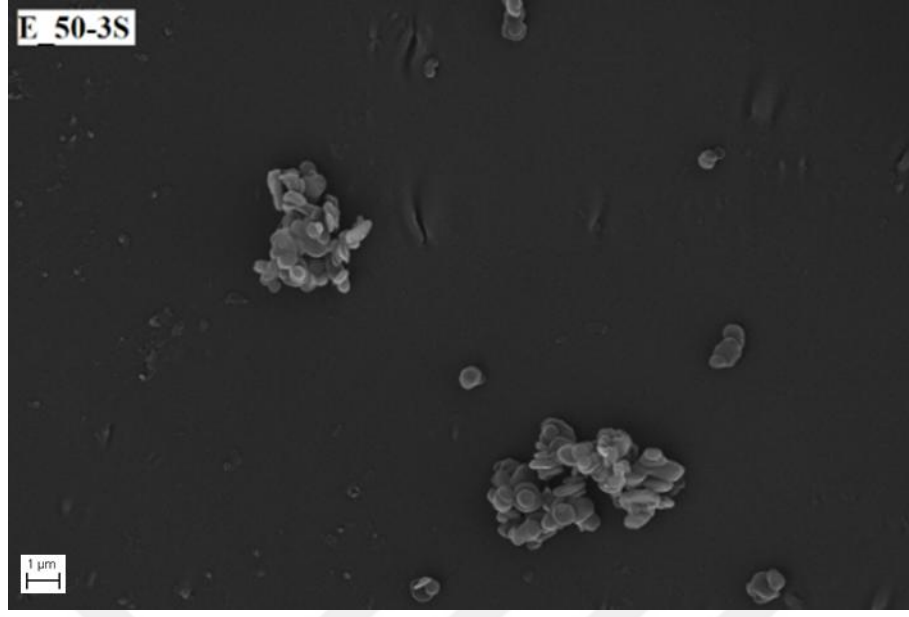


Şekil 6.34. *I_25-xS* numunenin SEM görüntüleri

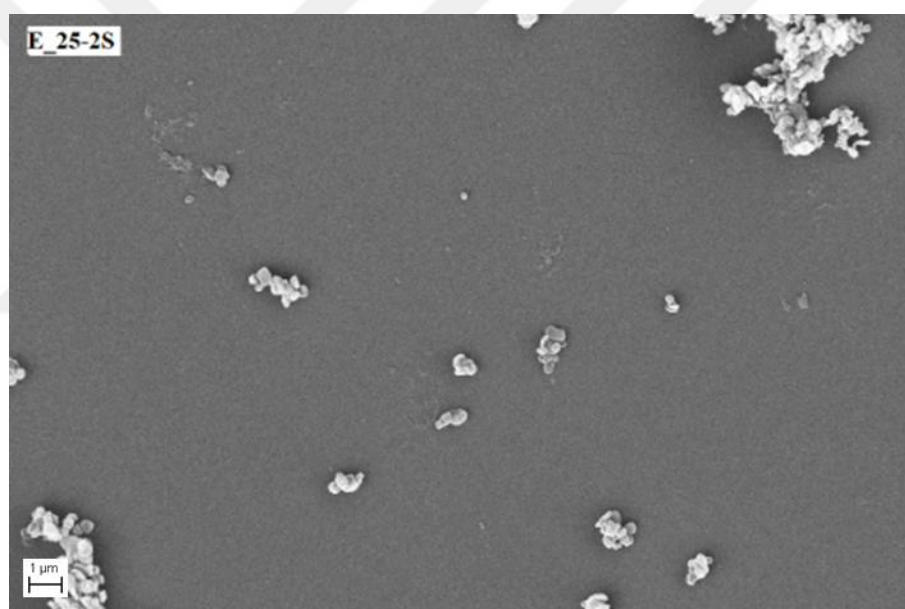
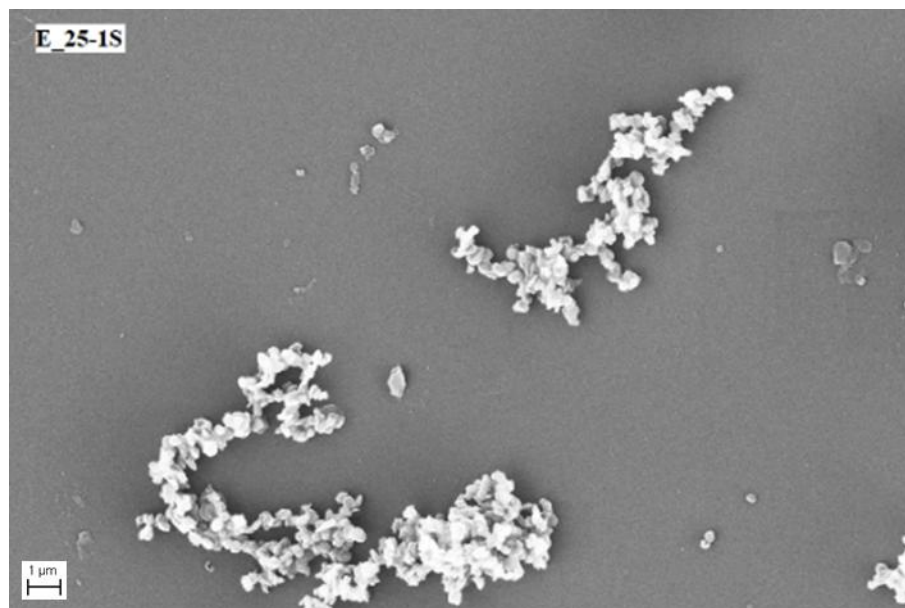
SEM mikroyapılarının incelenmesi sonucunda, farklı konsantrasyonlarda etanol çözücüsü (%50 ve %25) ve değişken SDS miktarlarıyla gerçekleştirilen hBN eksfoliasyon işleminde morfolojik karakterizasyonu ortaya konulmuştur Şekil 6.35'te %50 etanol konsantrasyonuna sahip E_50 kodlu numunelerde, SDS konsantrasyonunun kademeli olarak azaltılmasıyla (1'den 4'e) sınırlı düzeyde bir eksfoliasyon gözlemlenmiştir. Bu numunelerde tabakaların halen güçlü van der Waals etkileşimleri sergiledi. Aglomerasyon eğiliminin devam ettiği ve homojen dispersiyonun

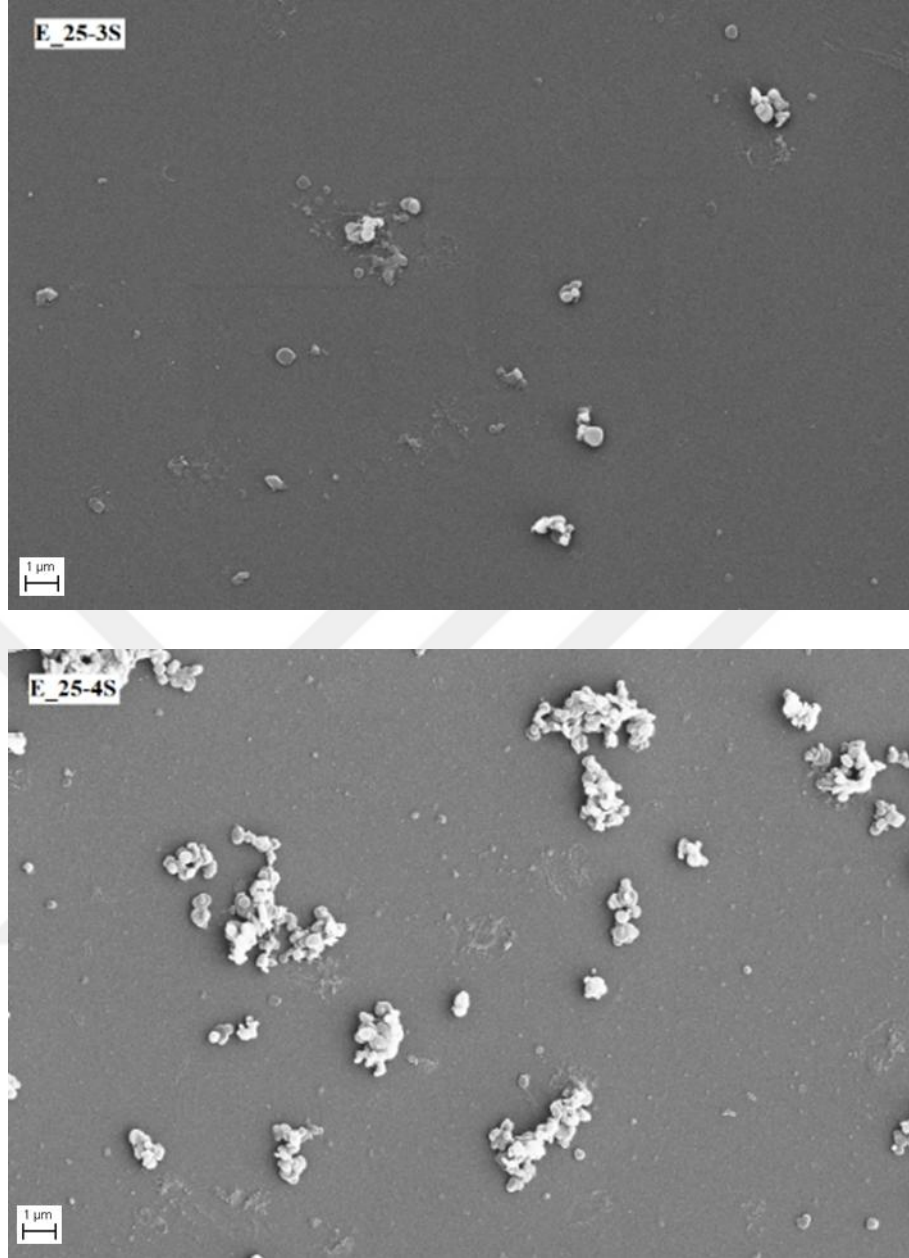
sağlanamadığı da dikkat çeken bulgular arasındadır. Şekil 6.36'da %25 etanol konsantrasyonlu E_25 kodlu numunelerde ise daha etkin bir eksfoliasyon işlemi gözlenmiştir. Özellikle optimize edilen SDS konsantrasyonu ile, hBN nano tabakların daha etkili bir şekilde ayrıldığı ve çözeltiler homojenitesinin arttığı mikroyapısal karakterizasyonla doğrulanmıştır. Düşük etanol konsantrasyonunun, çözelti-tabaka ara yüzey etkileşimlerini modifiye ederek daha uygun bir eksfoliasyon ortamı sağladığı değerlendirilmektedir.





Şekil 6.35. *E_50-xS* numunenin SEM görüntüleri



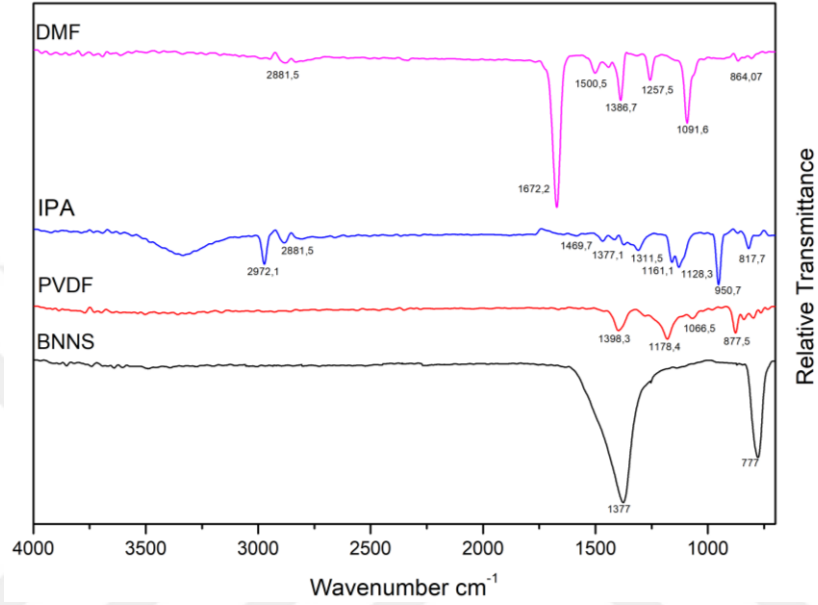


Şekil 6.36. *E_25-xS numunenin SEM görüntüleri*

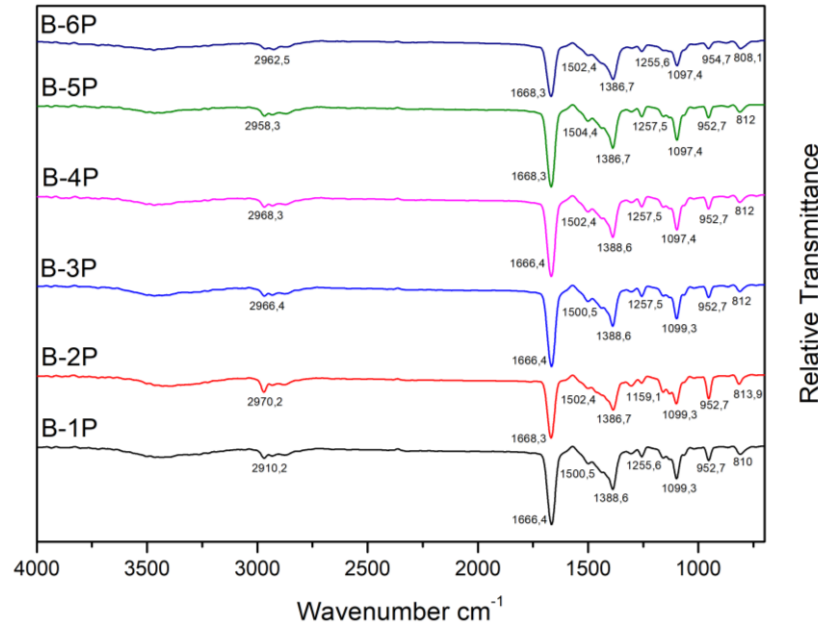
6.3. Kaplama Çözeltilerinin Analiz Sonuçları

Kaplama çözeltisi hazırlarken kullanılan hammaddelerin FTIR spektrumları (Şekil 6.37) incelendiğinde BNNS'nin karakteristik piklerinin mevcut olduğu belirlenmiştir [169, 190–192]. PVDF pikleri ise $877,5\text{ cm}^{-1}$, $1066,5\text{ cm}^{-1}$, $1178,4\text{ cm}^{-1}$ ve $1398,3\text{ cm}^{-1}$ bükimleri sırayla C-F, C-H, C-F ve C-H aittir [219]. İPA 814 cm^{-1} C=O, 950 cm^{-1} C-O, 1161 cm^{-1} C-O, 1377 cm^{-1} C-H, 1469 cm^{-1} C-H, 2881 cm^{-1} C-H, 2972 cm^{-1} C-H [220] ve DMF 864 cm^{-1} C-H, 1091 cm^{-1} C-O, 1257 cm^{-1} C-N, 1386 cm^{-1} , C-H, 1672 cm^{-1} C=O,

2881 cm^{-1} C-H pikleridir. Kaplamada çözeltilerinin FTIR analiz sonucu Şekil 6.38’dadır. Kaplanmış numunelerde BNNS olduğu için BN pikleri sola doğru kaymış, PVDF, İPA ve DMF piklerinin bazıları sağa bazıları sola doğru kaymıştır. Bunun kaplama çözeltisinin konsantrasyonundaki farklılıktan kaynaklandığı düşünülmektedir. Bulunan pikler tüm numunelerde kaplamanın varlığını kanıtlamaktadır.



Şekil 6.37. Kaplama çözeltisi hazırlamak için kullanılan malzemelerin FTIR sonuçları



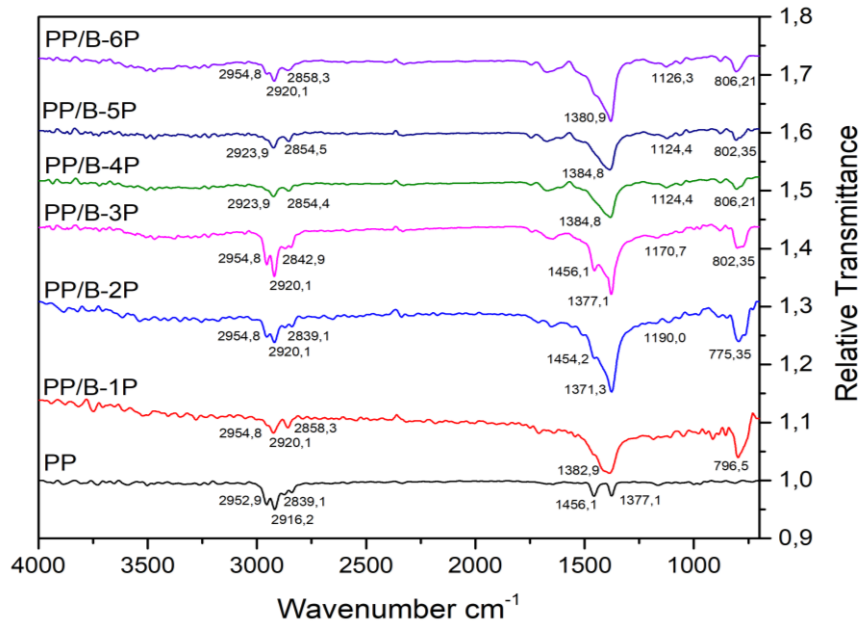
Şekil 6.38. Kaplama çözeltilerin FTIR sonuçları

6.4. Ayırıcıların Karakterizasyon Sonuçları

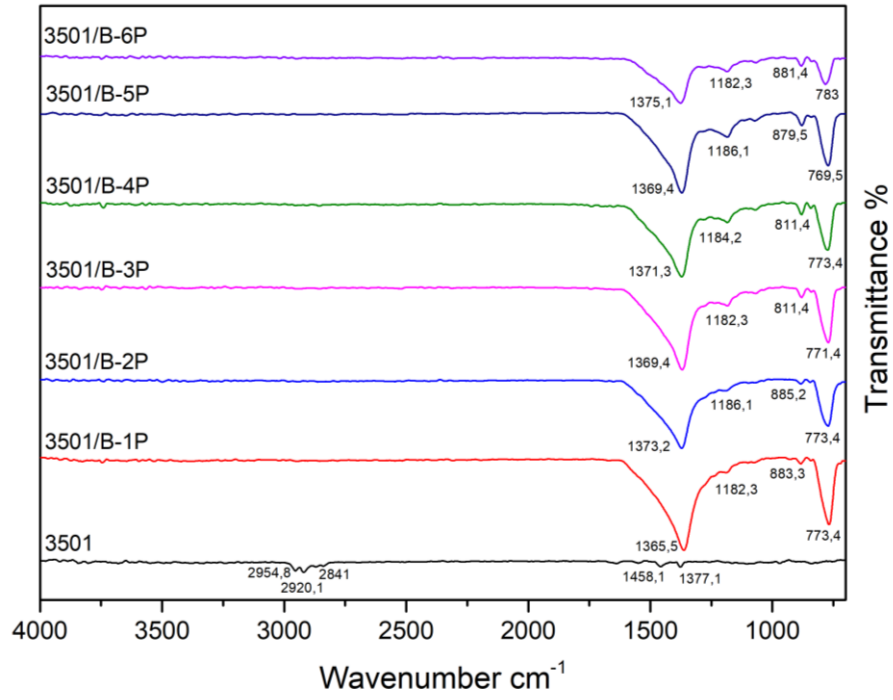
PP, 3501, GF ve WT ayırıcıların altı farklı BNNS içeren kaplama çözeltileri ile kaplanmış ve kaplanmamış ayırıcıların FTIR analizleri, katlanabilir boyutsal kararlılık testleri, temas açısı analizleri, elektrolit alma ve tutma testleri, ısıl boyutsal kararlılık testler, mikroyapı analizleri, kalınlık ve ağırlık ölçümleri ve elektrokimyasal analizler yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar sırasıyla yer almaktadır.

6.4.1. Ayırıcıların FTIR analiz sonuçları

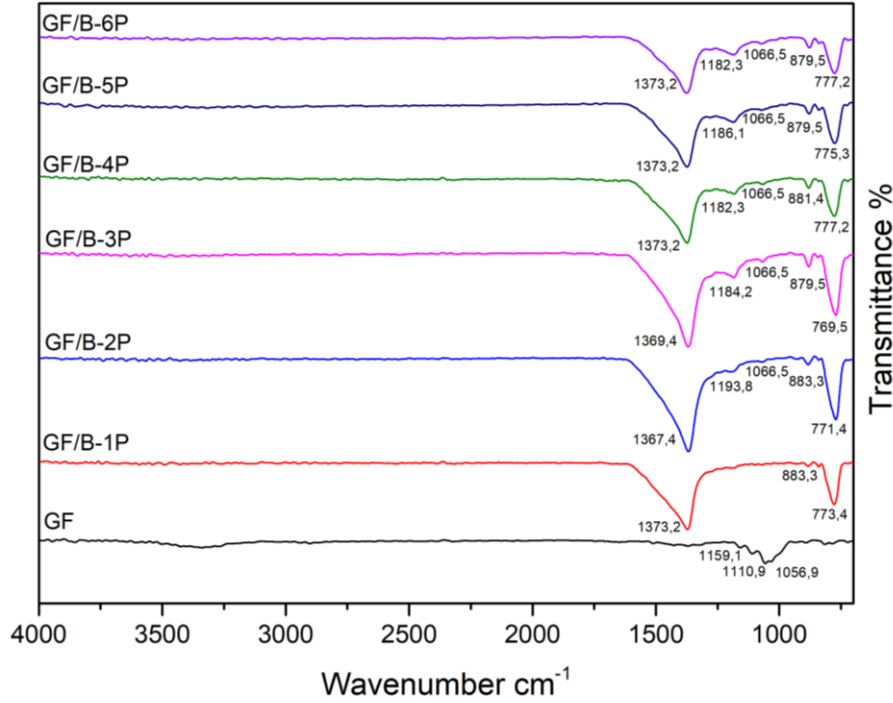
Kaplama çözeltisindeki PVDF miktarına bağlı olarak PVDF piklerin şiddetlerinde değişiklik görülmektedir. FTIR sonucunda PVDF ve BNNS pikleri mevcuttur BNNS'nin 1375 cm^{-1} - 1365 cm^{-1} ve 783 cm^{-1} - 769 cm^{-1} 'de iki karakteristik tepe noktası vardır [169], [190]–[192]. PP ve PP/B-xP ayırıcıların FTIR spektrumları Şekil 6.39'tedir. PP'ye ait pikler tüm numunelerde mevcuttur. Şekil 6.40'ta 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların FTIR analiz sonucunda 3501 ayırıcının ticari firma tarafından yüzey işlemi yapılmış bir ayırıcı olması nedeniyle PP'ye ait pik şiddetleri düşüktür ve bundan dolayı kaplanmış ayırıcılarda tespit edilememiştir. Şekil 6.41'de GF ve GF /B-xP ayırıcıların FTIR analiz sonucunda GF'e ait pikler düşük şiddetlerde tüm kaplanmış numunelerde mevcuttur. Şekil 6.42'de WT ve WT /B-xP ayırıcıların FTIR analiz sonucunda WT ayırıcıya ait pikleri 1375 cm^{-1} ve $808,1\text{ cm}^{-1}$ olup BNNS piklerine yakın oldukları için BNNS pikleri içinde yer aldıkları düşünülmektedir.



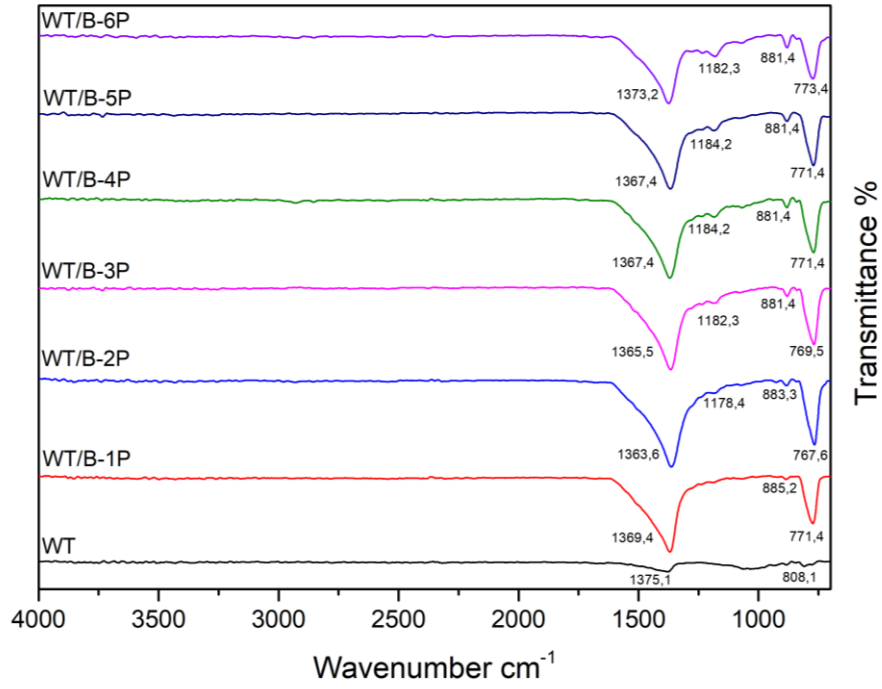
Şekil 6.39. PP ve PP/B-xP ayırıcıların FTIR sonuçları



Şekil 6.40. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların FTIR sonuçları



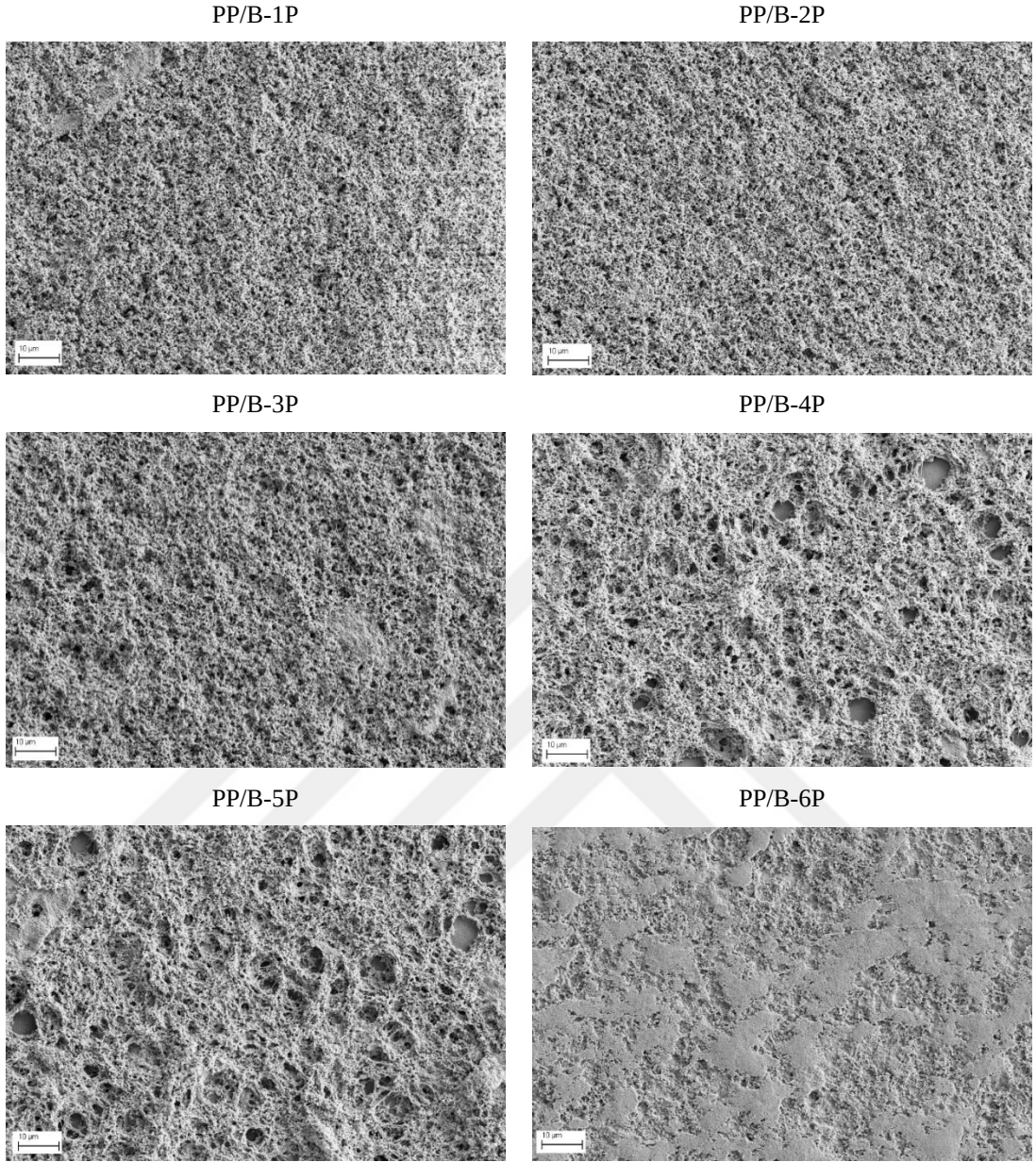
Şekil 6.41. GF ve GF/B-xP ayırıcıların FTIR sonuçları



Şekil 6.42. WT ve WT/B-xP ayırıcıların FTIR sonuçları

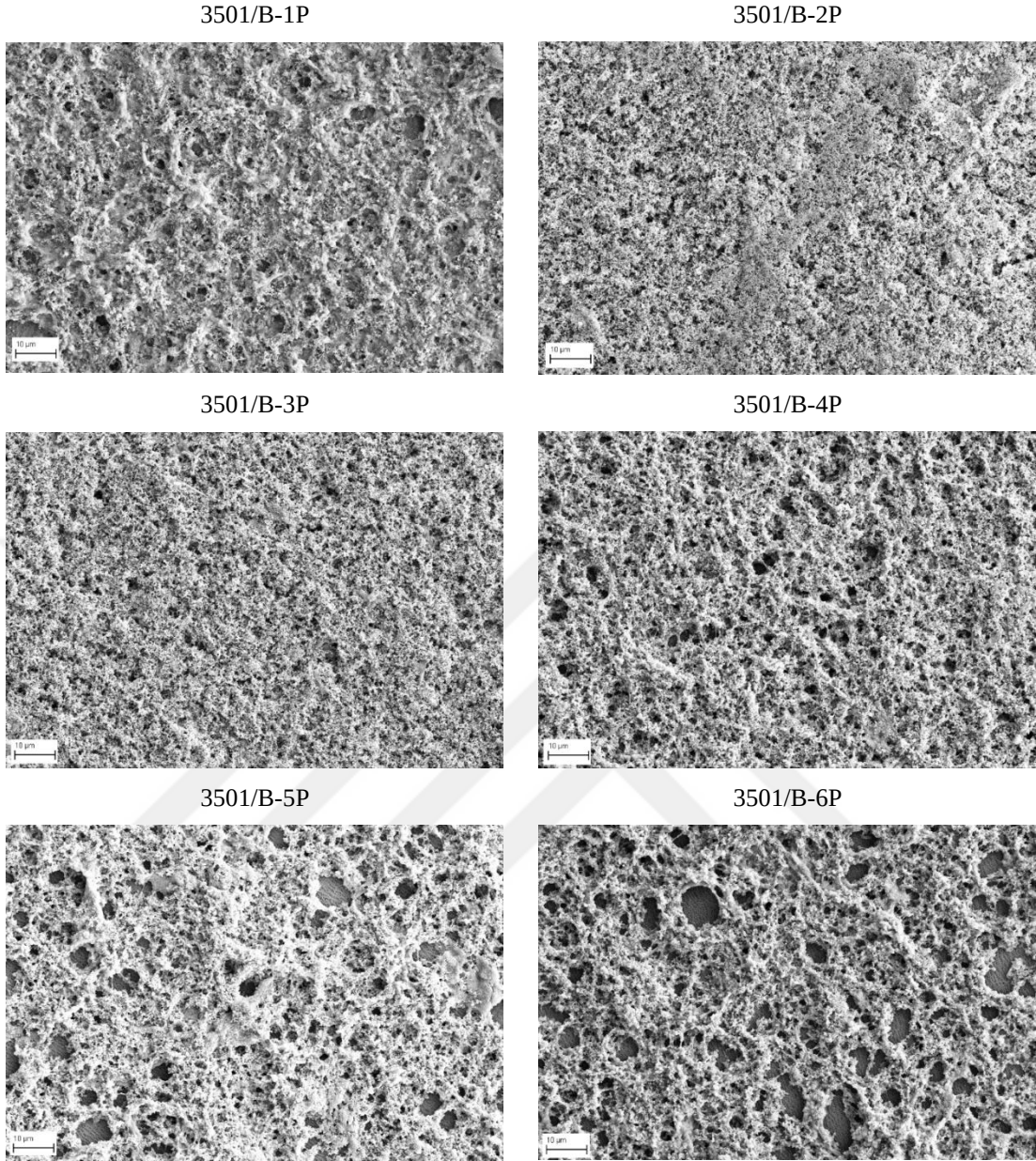
6.4.2. Ayırıcıların mikroyapı analiz sonuçları

Ayırıcıların PP/B-xP ve 3501/B-xP ayırıcıların morfolojisine ait SEM görüntüleri Şekil 6.43 ve Şekil 6.44'tedir. Kaplanmış numunelerde yüzeyler homojendir, fakat gözenek yapısında farklılıklar görülmektedir. Gözenekler ayırıcı yüzeyi üzerinde eşit ve stokastik olarak dağılmıştır. Kaplama çözeltisinde bulunan PVDF yüzeyde engebeli bir yapının oluşmasına sebep olmuştur. Bağlayıcı PVDF oranı kaplamada arttıkça gözenekler daha belirgin hale gelmiş ve büyümüşlerdir. Şekil 6.43'te PP/B-4P, PP/B-5P ve PP/B-6P numunelerin yüzey morfolojisini incelendiğinde ayırıcının yüzeyinin tamamen kapladığı fakat kaplama daha gözenekli bir haldedir.



Şekil 6.43. *PP/B-xP ayırıcıların mikroyapı görüntüleri*

3501/B-xP kaplamalı ayırıcılarda iki tip yüzey yapısı oluşmuştur. 3501/B-1P, 3501/B-2P ve 3501/B-3P yüzeyleri homojen ve gözenek boyutları küçüktür. 3501/B-4P, 3501/B-5P ve 3501/B-6P numunelerde diğerlerine göre daha büyük gözenekler görülmektedir (Şekil 6.44), bunun bağlayıcı olarak kullanılan PVDF'nin karakterinden kaynaklandığı söylenebilir.



Şekil 6.44. 3501/B-xP ayırıcıların mikroyapı görüntüleri

Cam fiber ayırıcılar daha çok gözeneklere sahip, ağ yapısı oluşturan, rastgele düzenlenmiş liflerden oluşmaktadır. Kaplanmış GF/B-xP ayırıcılarda belirgin cam fiber yapıları görülmeyip yüzeylerin homojen kaplandığı tespit edilmiştir. Gözenek boyutlarında önemli bir değişim tespit edilmemiştir (Şekil 6.45). WT/B-1P görüntüsünde belirgin lif yapıları mevcutken, diğerlerinde lifli yapı görünmemektedir. WT/B-2P- WT/B-3P ve WT/B-4P- WT/B-5P benzer yüzey görüntüsüne sahiptir. WT/B-6P'nin yüzeyi ise GF/B-6P 'ye benzerdir (Şekil 6.46).

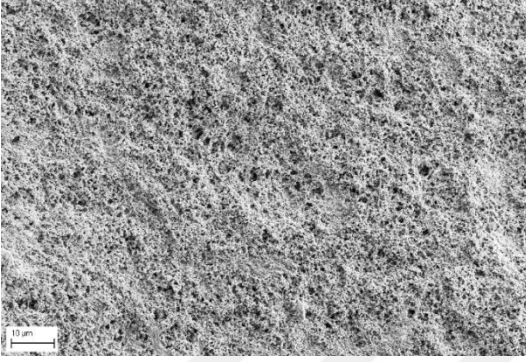
GF/B-1P



GF/B-2P



GF/B-3P



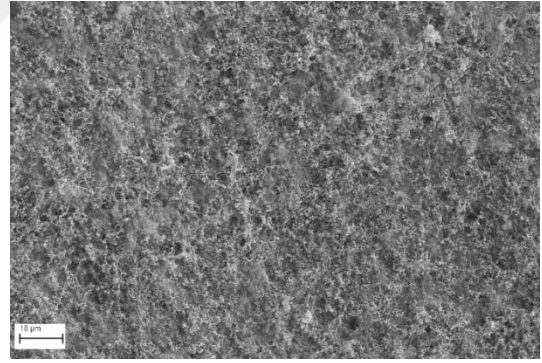
GF/B-4P



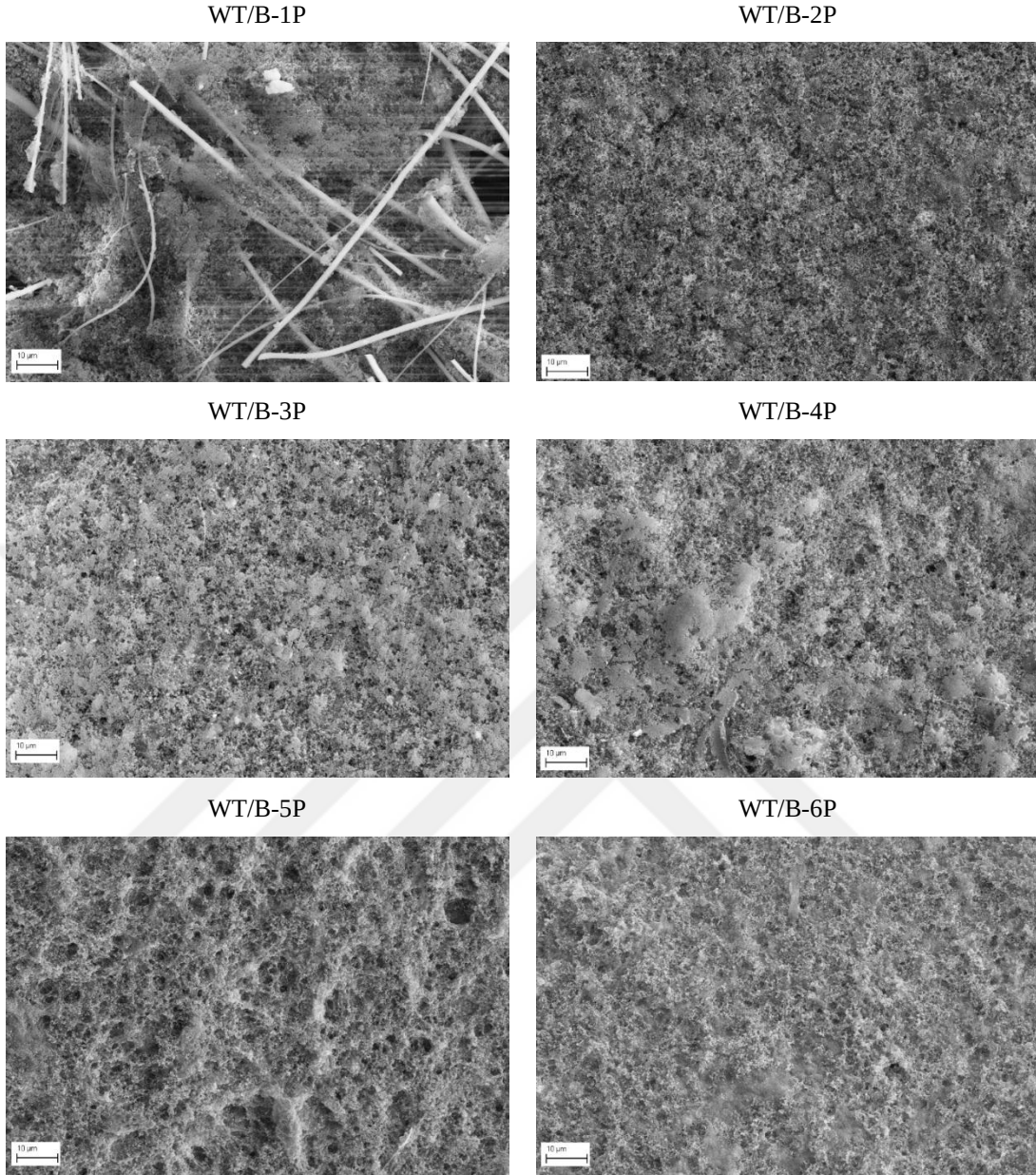
GF/B-5P



GF/B-6P



Şekil 6.45. *GF/B-xP ayırıcıların mikroyapı görüntüleri*



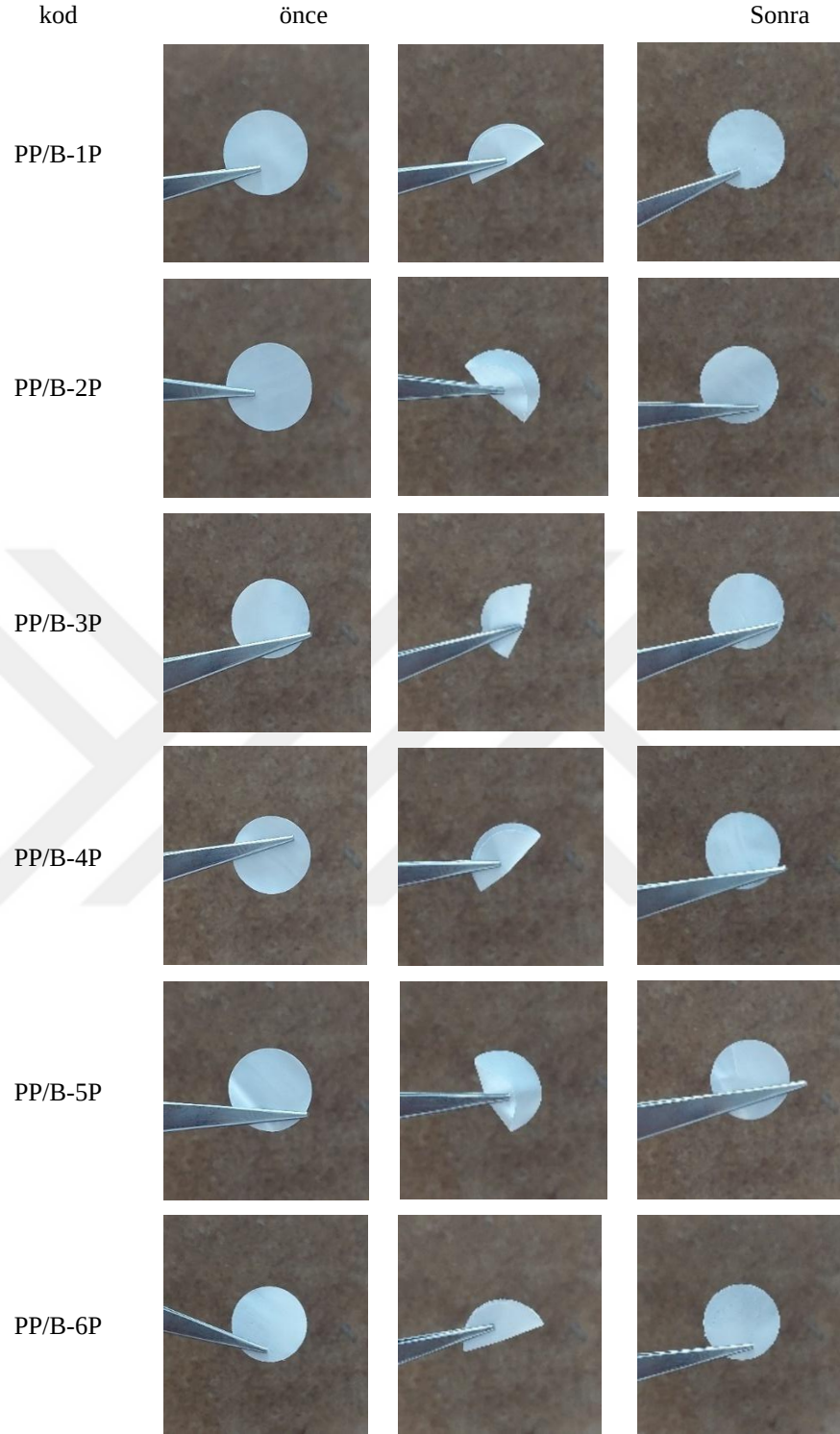
Şekil 6.46. WT/B-xP ayırıcıların mikroyapı görüntüleri

6.4.3. Ayırıcıların katlanabilir boyutsal kararlılık sonuçları

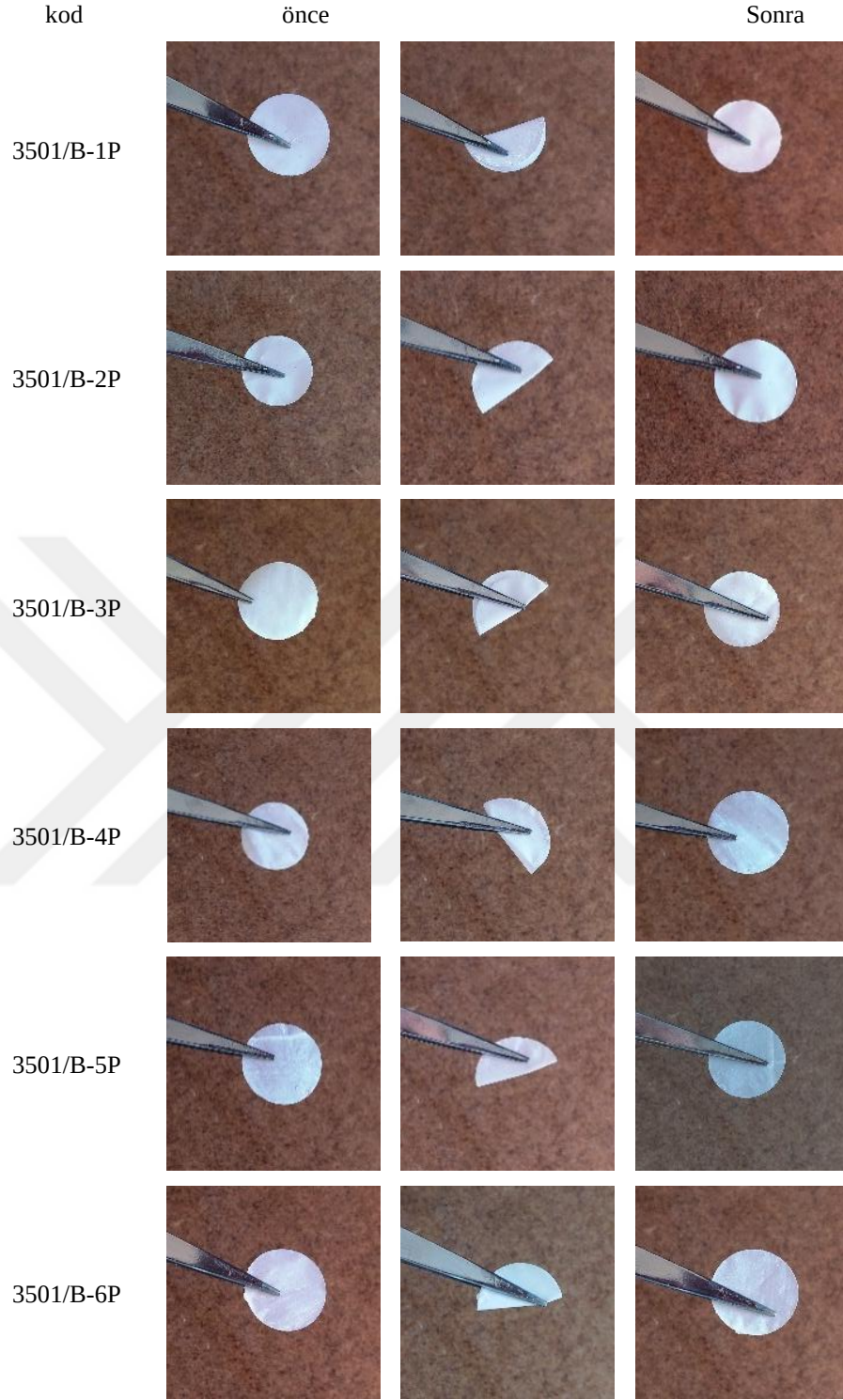
Ayırıcılar, yerleştirilmesi ve sıvı elektrolit ile doldurulması sırasında kıvrılmamalı veya eğilmemelidir. Bu tür durumlar, pilin montajı esnasında elektrotların yanlış hizalanmasına ve pilin çalışmamasına neden olabilir. Bundan dolayı ayırıcı kaplama işleminden sonra kıvrılmasını ve katlanabilmesini incelemek önemlidir [221]. Yüzeyleri kaplanmış X/B-xP ayırıcıların tümüne katlanabilirlik testi yapılmıştır. Ayırıcıların farklı bükülme kuvvetlerine güçlü bir şekilde maruz kaldıklarında bile orijinal yapılarını koruyabilmeliler. PP/B-xP (Şekil 6.47), 3501/B-xP (Şekil 6.48), GF/B-xP (Şekil 6.49),

ve WT/B-xP (Şekil 6.50) ayırıcılar farklı kaplama çözeltileri ile kaplandıktan sonra katlanabilirlik testinden bozulma olmadan kalmışlardır. Kaplamanın dökülmesi veya kopması olmamıştır. Kaplama çözelti içinde bulunan BNNS ile ayırıcı arasında iyi bir yapışma olduğunun kanıtıdır. Tüm ayırıcıların kolayca bükülebilir ve daha sonra orijinal şekline geri dönebilir oldukları da tespit edilmiştir. Ayırıcının katlanabilir boyutsal kararlılığı oldukça etkileyicidir. Kaplama malzemesinin homojenliği korunmuş durumdadır. Bu özellik, pilin dayanıklılığını ve güvenliğini artırmak için önemlidir. Bu durum, pilin hazırlanması ve kullanımı sırasında katlama veya bükülme sebebiyle meydana gelebilecek potansiyel zararlara karşı direnç gösterdiği anlamına gelir.





Şekil 6.47. PP/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri



Şekil 6.48. 3501/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri

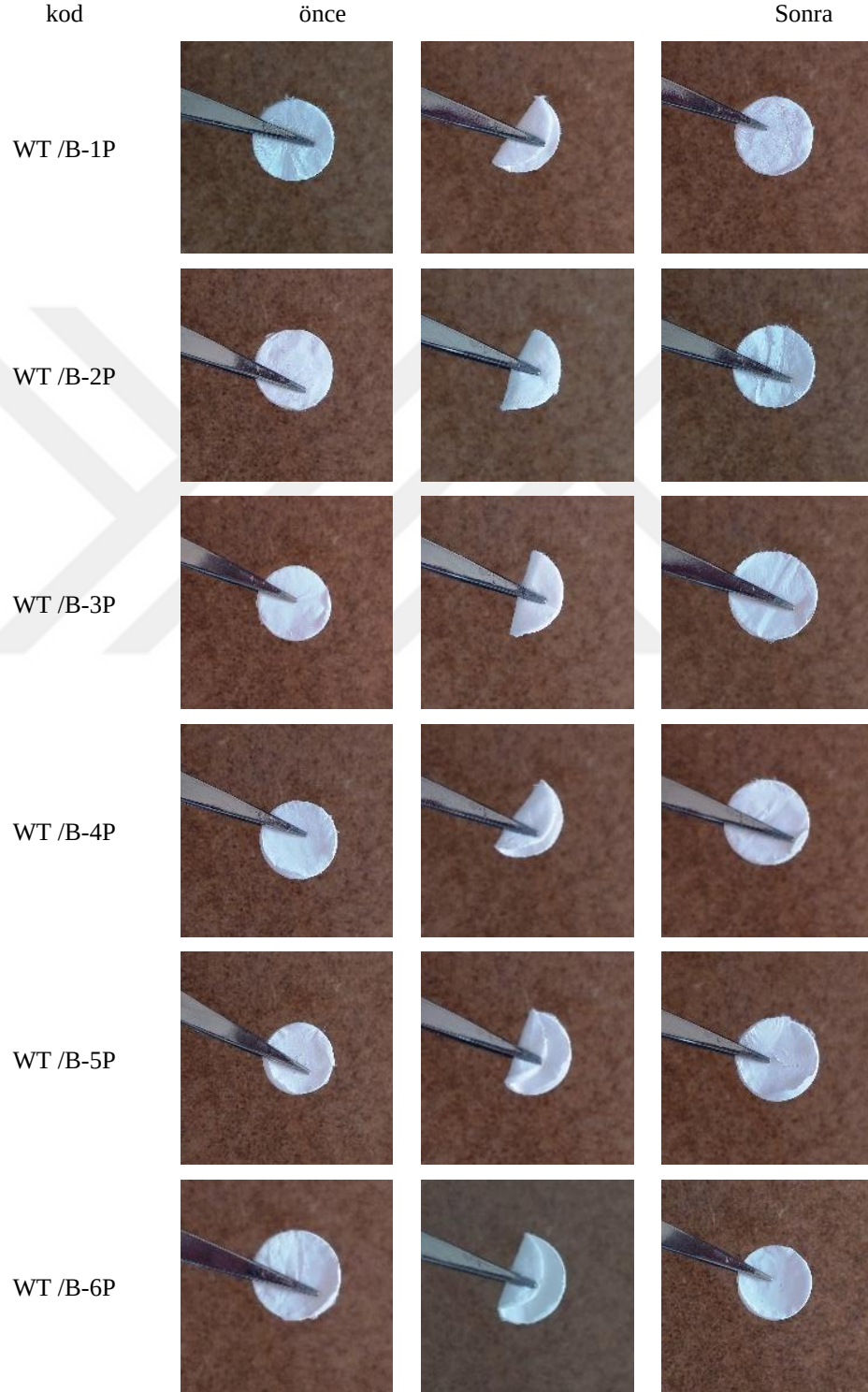
Cam fiber içeren ayırıcılar polimer ayırıcılara göre daha az esnek olmasına rağmen katlanma işlemleri sonucunda eski hallerine dönmüşlerdir. GF ayırıcı kâğıda

benzer bir yapıya sahiptir. GF katlanabilirliği mükemmel olup kaplanmış ayırıcılarda defalarca katlama yapılmasına rağmen dökülmediği belirlenmiştir (Şekil 6.49).



Şekil 6.49. GF/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri

WT ayırıcı lifli yapı sahiptir ve kaplama yapıldıktan sonra kıvrılma ve katlanma esnasında kaplamanın dökülmesine veya hasarlanmasına rastlanmamıştır. Katlama işleminden sonra ayırıcı kuvvet uygulamamış gibi eski şekline dönmektedir (Şekil 6.50). GF ve WT cam fiber ayırıcıların katlanabilirliği ile ilgili bir literatür bulunamamıştır.



Şekil 6.50. WT/B-xP ayırıcıların katlanabilirlik görüntüleri

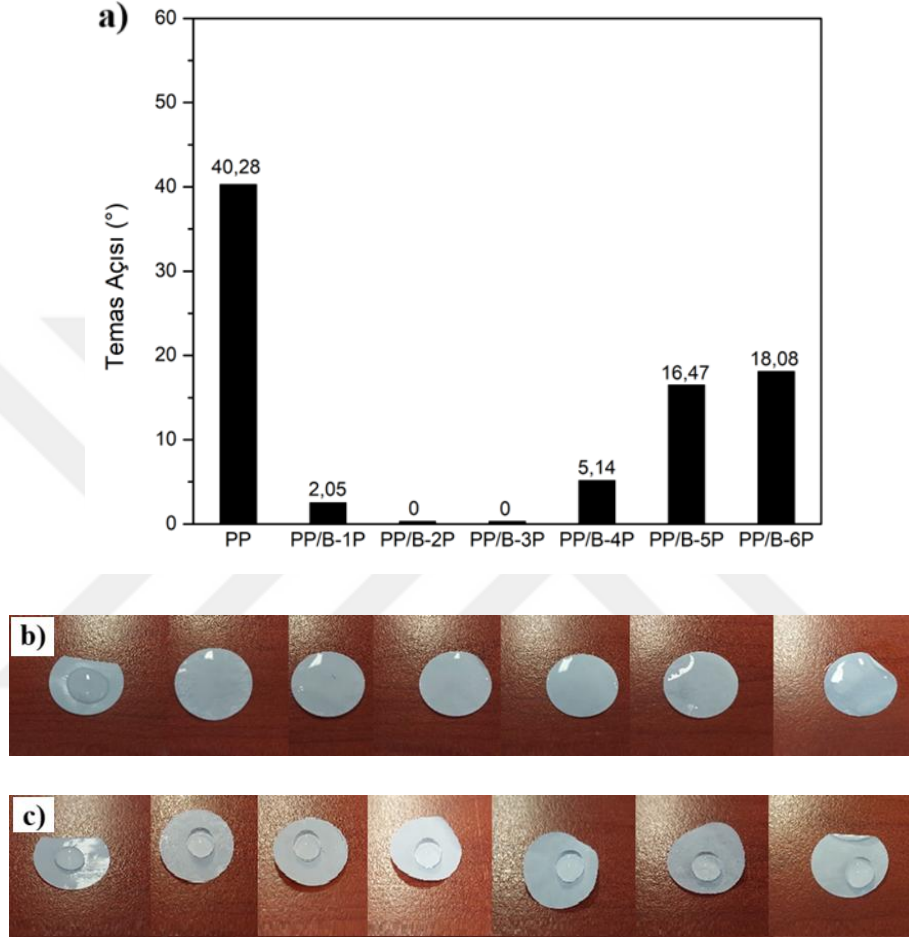
6.4.4. Ayırıcıların temas açısı analiz sonuçları

Ayırıcının elektrolit ile ıslanabilirliği, pil performansını güçlü bir şekilde etkilediği için en kritik parametrelerden biridir [180]. Pillerinin içindeki iyonun etkili bir şekilde taşınması ayırıcının elektrolit absorpsiyonuna bağlıdır. Ayırıcı, yeterli miktarda elektroliti emmeli ve şarj-deşarj işlemi sırasında emilen elektroliti tutmalıdır. Yüksek elektrolit ıslatılabilirliği, iyonik direnci azaltarak pilin çalışmasını iyileştirmektedir. Ayırıcının elektrolit ile ıslanabilirliği, ayırıcıda kullanılan malzemenin tipine, gözenekliliğe, gözenek boyutuna ve kıvrımlılığa bağlıdır [222].

Li vd. [223] 1 sn sonra ıslatma açıları PP, PP-BN ve PP-BNNS ayırıcılarda sırayla 31,1°, 26,1° ve 23,3°, 6sn sonra ise sırayla 27,1°, 4,3° ve 3,1° olarak bulunmuşlar. Liu vd. [180] PI'e hBN kaplayarak temas açısını ölçmüş, PI ayırıcı 27,4°, PI/hBN ayırıcısı 7,2° 'dir. Moraes vd. [82] hBN/PVDF kompozit ayırıcılar kuru faz ters çevirme ile hazırlanmış hBN kompozit ayırıcı ve poliolefin ayırıcı olan 2325 ayırıcının temas açısı 1 sn sonra sırasıyla 12° ve 47°, 20 sn sonra ise 0° ve 46° olarak bulunduğu ifade edilmiştir. Garg vd. [224] PP ayırıcı ve hazırlanan kompozit hBN ayırıcının ıslatma açısı incelendiğinde ilk damlatma yapıldığında PP temas açısı 66° ölçülürken, hBN kaplı ayırıcının 36°, 45sn sonrası sırayla 38° ve 14° olduğu beyanı vardır. Görülüyor ki polimer ayırıcıların temas açıları hBN kaplı ayırıcılara göre hep büyüktür.

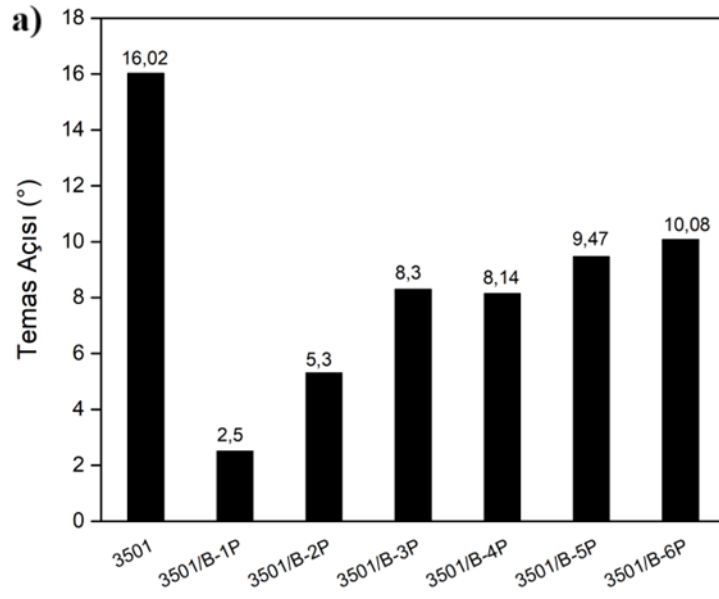
Islatma özelliklerini nicel olarak değerlendirmek için, temas açıları da 5 µL elektroliti 10 sn ile ölçülmüştür. PP ve PP/B-xP ayırıcıların elektrolit damlatılarak tek bir damlacık deneyi ile temas açıları ölçülmüştür (Şekil 6.51). Ayrıca PP ve PP/B-xP ayırıcılar hem elektrolit hemde su damlatılarak makro görüntülenmiştir. PP ayırıcıda damla şeklinde elektrolit kalırken, kaplanmış ayırıcılarda dağılmış damla görülmektedir (Şekil 6.51b). Su damlası her bir ayırıcıda damla şeklindedir ki bu durum su ile büyük temas açısı yaptığının göstergesidir (Şekil 6.51c). PP ayırıcının elektrolit ve organik çözücülerini tutma yeteneğinin zayıf olması nedeniyle sıvı elektrolit tarafından tamamen ıslanamadığını göstermektedir PP ıslatma açısı 40,28° ölçülürken kaplama yapılmış PP/B-xP numunelerin ıslatma açısı 0-18,08° değişmektedir ve kaplanmış numunelerde damlanın 4 saniye içinde hızla emildiği tespit edilmiştir. PP/B-2P ve PP/B-3P'de 0° temas açısı, PP/B-4P, PP/B-5P ve PP/B-6P 5-18° arasında temas açısı ölçülmüştür. Bu durum, kaplama çözeltisindeki PVDF oranının artırılmasıyla BNNS partiküllerinin azalması ve PVDF'den oluşan kaplama tabakasının elektrolit solüsyonu için yüksek bir afiniteye sahip

olmasıyla ilişkilidir. Çok düşük ıslatma açısının nedeni, kaplama tabakasının yeterli gözeneklere sahip olması ve elektrolit solüsyonu ile etkileşim yeteneğinin BNNS partiküllerinden kaynaklanmasıdır. Bu sonuçlara göre, özellikle PP/B-xP ayırıcıların pil performansını geliştirmesi beklenmektedir.



Şekil 6.51. PP/B-xP ayırıcıların a) Temas açısı ölçüm sonuçları, b) Elektrolit damlatma görüntüleri, c) Su damlatma görüntüleri

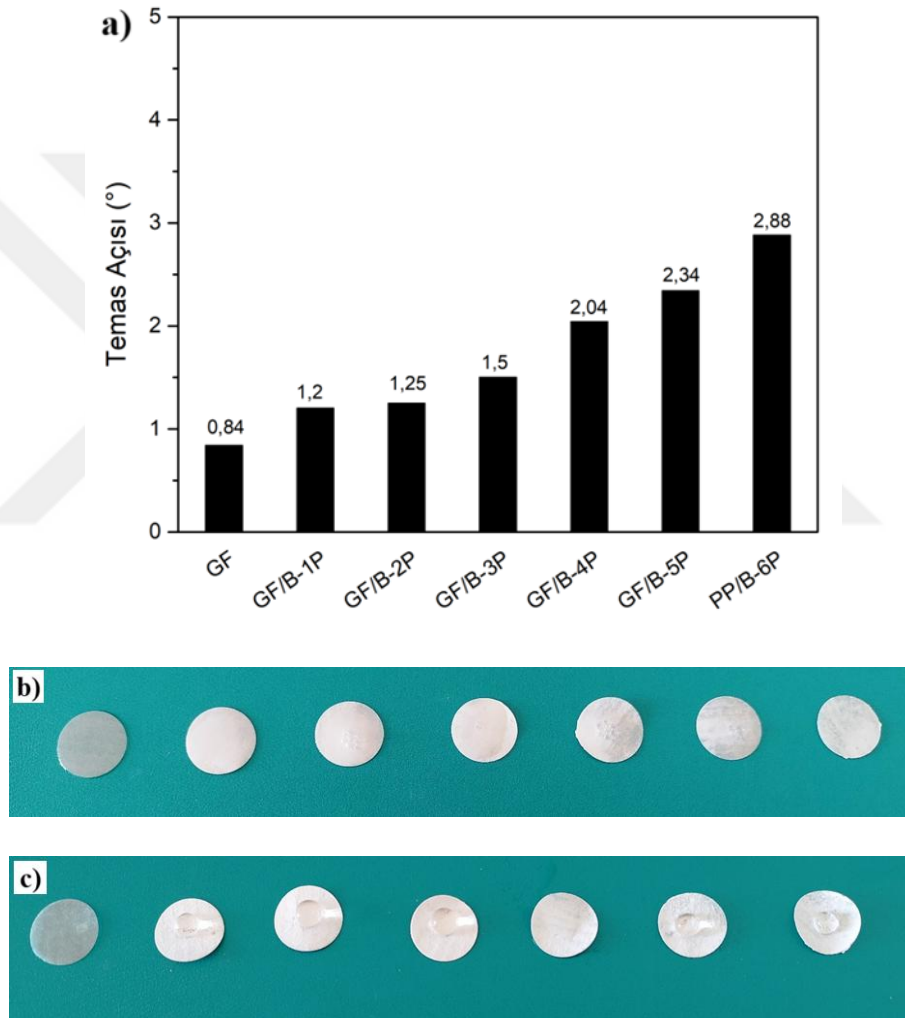
3501 ayırıcıda temas açısı $16,02^\circ$ ölçülürken kaplama yapılmış 3501/B-xP numunelerinin ıslatma açısı $2,5^\circ$ - $10,08^\circ$ arasında değişmektedir. Kapsama çözeltisinde BNNS'nin azalması PVDF oranının artırılmasıyla temas açıları artış tespit edilmiştir. Şekil 6.52b elektrolit ve Şekil 6.52c su damlatarak ıslanabilirlik durumu incelenmiştir. Kapsamalı ayırıcılar yüzeyine uygulanan çözeltideki PVDF miktarı bağlı olarak damlacıkların şekli ve yayılması değişiklik göstermiştir, bu da elektrolit ıslatılabilirlik derecesindeki farklılıkları ortaya koymaktadır.



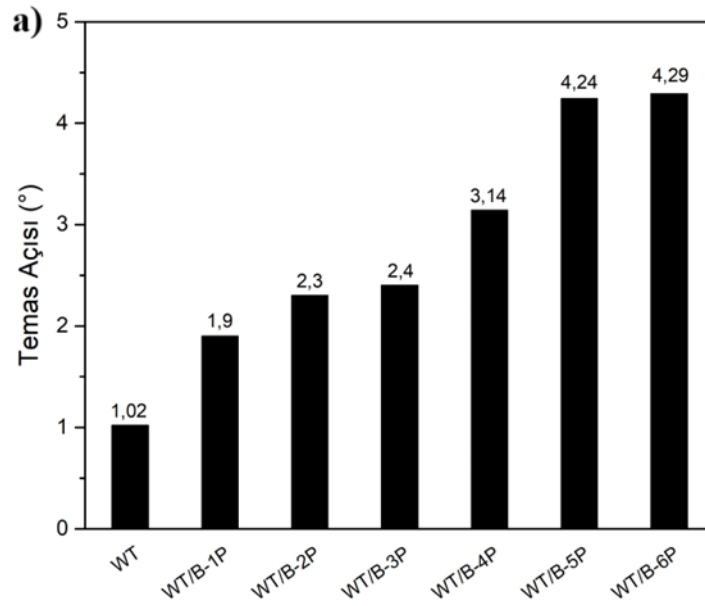
Şekil 6.52. 3501/B-xP ayırıcıların a) Temas açısı ölçüm sonuçları, b) Elektrolit damlatma görüntüleri, c) Su damlatma görüntüleri

GF ayırıcıların Şekil 6.53'te ve WT ayırıcıların Şekil 6.54'te temas açıları ve elektrolit ile suyun ıslatma davranışı görülmektedir. GF ayırıcının temas açısı $0,84^\circ$ ve WT ayırıcının temas açısı $1,02^\circ$ 'dir. Cam fiber ayırıcıların polipropilen ayırıcılardan önemli ölçüde daha iyi elektrolit tarafından ıslatılabilir olduğu belirlenmiştir. GF ayırıcının bu dikkate değer sıvı elektrolit ile ıslanabilirliği, birbirine bağlı mikro gözenekli ve borosilikatın lifli yapısından kaynaklandığı düşünülmektedir. Kirchhöfer ve ark. çeşitli ayırıcılar üzerinde yaptıkları çalışmada cam fiber ayırıcının poliolefin ayırıcılara göre daha düşük temas açısına sahip olduğu tespit edilmiştir [225]. GF ve WT ayırıcılar kaplandığında temas açıları artmaktadır. BNNS bağlayıcısı olarak kullanılan PVDF genellikle hidrofobik bir floropolimerdir, kaplama çözeltisinde miktarı arttıkça temas açısının artmasının sebebidir. Şekil 6.53 b ve 6.54 b) elektrolit damlasının ayırıcıların

yüzeyini tamamen kapladığı ve temas açısı ölçüm sonuçlarıyla uyumlu olduğu belirlenmiştir. Şekil 6.53c ve Şekil 6.54c’de kaplanmamış GF ve WT yüzdelerinde su hızlı bir şekilde yayılırken kaplanmış GF ve WT ayırıcılarda damla olarak kalmıştır. Elektro eğrilmiş P(VDF-HFP) liflerinin suya karşı temas açısı ölçülmüş ve temas açısı değerleri 151,7 °’den 158,6 °’ye kadar değiştiği belirtilmektedir [226]. Kaplanmış ayırıcılarda suyun damla şeklinde kalmasının sebebinin BNNS ve PVDF’nin oluşturduğu söylenebilir.



Şekil 6.53. GF/B-xP ayırıcıların a) Temas açısı ölçüm sonuçları, b) Elektrolit damlatma görüntüleri, c) Su damlatma görüntüleri

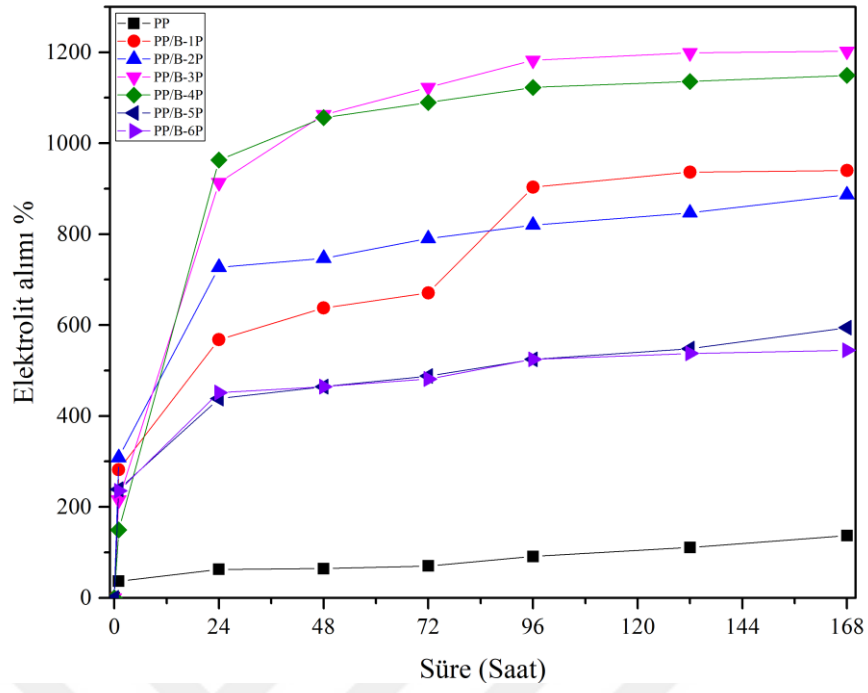


Şekil 6.54. WT/B-xP ayırıcıların a) Temas açısı ölçüm sonuçları, b) Elektrolit damlatma görüntüleri, c) Su damlatma görüntüleri

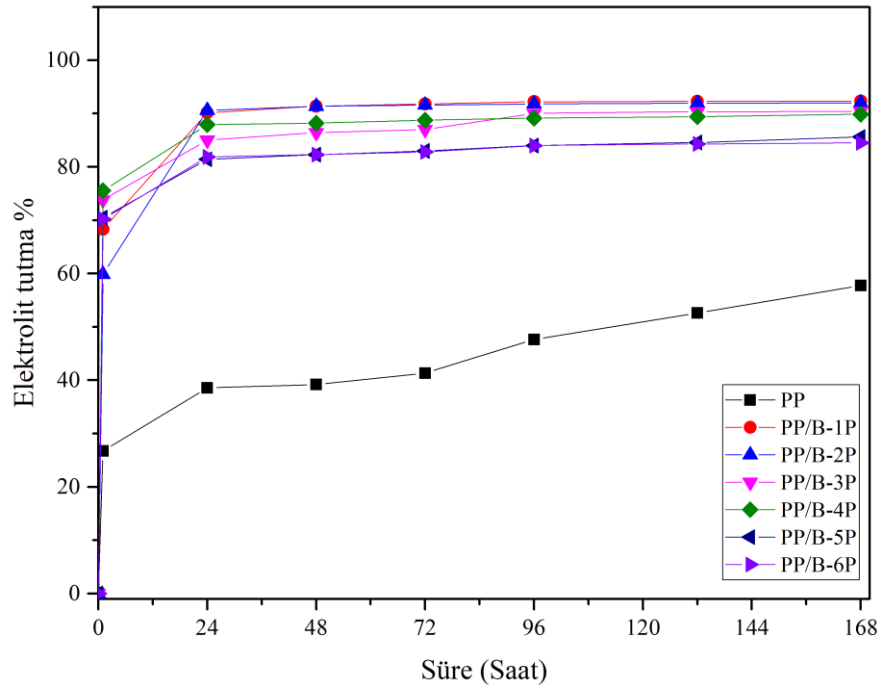
6.4.5. Ayırıcıların elektrolit alma ve tutma sonuçları

LİB'de ayırıcının elektrolit içinde kolayca ıslanması gerekir, bu da pil düzeneğinde elektrolit doldurma işlemini kolaylaştırır [121]. Ayırıcıdaki iyi elektrolit ıslatması, Li⁺ iyon geçişi için yollar sağlar. Ayırıcının elektrolite karşı ıslatılabilirliği zayıf olduğunda, ayırıcıdaki gözenekler sıvı elektrolitle tamamen dolmaz ve dolayısıyla Li⁺ iyon taşınması için tıkalı yollardan dolayı yüksek direnç ortaya çıkar [227]. PP ve PP/B-xP numunelerin farklı sürelerle elektrolit alma ve tutma etkisi incelendiğinde kaplanma tabakasında bulunan PVDF miktarının etki ettiği bulunmuştur. PVDF oranının kaplama çözeltisinde artmasıyla birlikte ayırıcılarda elektrolit alma azalmasının nedenleri olabilir. PVDF, doğası gereği hidrofobik bir polimerdir, yani su iticidir [228]. PVDF oranının artması, ayırıcı yüzeyinin hidrofobik özelliklerini artırabilir. Hidrofobik bir yüzey, elektrolitin

ayırıcıyla etkileşimini azaltarak elektrolit emme kapasitesini düşürebilir. Aynı zamanda PVDF, sıkı bir moleküler yapıya sahip olabilir ve bu durum, ayırıcının gözenekliliğini azaltabilir. Elektrolitin ayırıcı içine nüfuz etme yeteneği düştükçe, elektrolit alma kapasitesi de azalabilir. PVDF kaplama tabakasında içinde fazla ise yüzeyin iyon geçirgenliğini azaltabilir. Bu durum, ayırıcının iyonların geçişini sınırlayarak elektrolitin ayırıcı içine emilimini engelleyebilir. Bu nedenlerle, PVDF oranının artması, ayırıcının yüzey özelliklerini ve iç yapısını değiştirebilir, bu da elektrolit emme kapasitesinde bir azalmaya neden olabilmektedir [93, 229, 230]. Elektrolit alımı Şekil 6.55'te kaplamasız PP ayırıcının %elektrolit alımının en düşük olduğu, 168 saatlik test süresinin sonunda sadece %100 civarında elektrolit alımı gösterdiği ölçülmüştür. Buna karşın, kaplama işlemi uygulandığında % elektrolit alımında artış gözlemlenmiştir. PP/B-3P ve PP/B-4P kaplamalı numunelerde bu artış en üst seviyeye ulaşmış ve yaklaşık %1100'lük bir elektrolit alım elde etmişlerdir. Elektrolit tutma davranışı incelendiğinde Şekil 6.56'te, kaplamasız PP malzemenin en düşük %elektrolit tutma değerini sergilediği ve 168 saat sonunda ancak %60 civarında elektrolit tutabildiği belirlenmiştir. Kaplama yapılan tüm numunelerde %elektrolit tutma değerleri artmış, özellikle PP/B-1P ve PP/B-2P numunelerinde %90-92 gibi yüksek bir tutma oranına ulaşılmıştır. Kaplama çözeltisinde bulunan BNNS ve PVDF oranlarının hem %elektrolit alım hem de % elektrolit tutma değeri üzerinde etkilidir. Kaplanmış ayırıcılarda BNNS az ve PVDF fazla olduğu PP/B-5P ve PP/B-6P ayırıcılarda elektrolit alımı %400-450 seviyelerine, tutma oranı ise %85 civarında kaplanmış ayırıcıların en düşük seviyelerindedir.

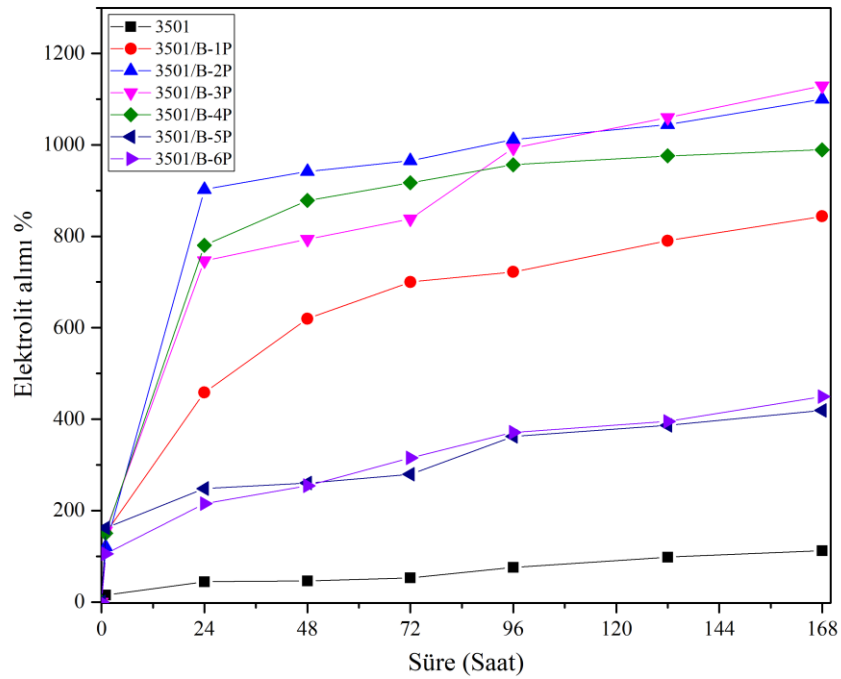


Şekil 6.55. PP ve PP/B-xP ayırıcıların zamana bağlı olarak % elektrolit alımının değişimi

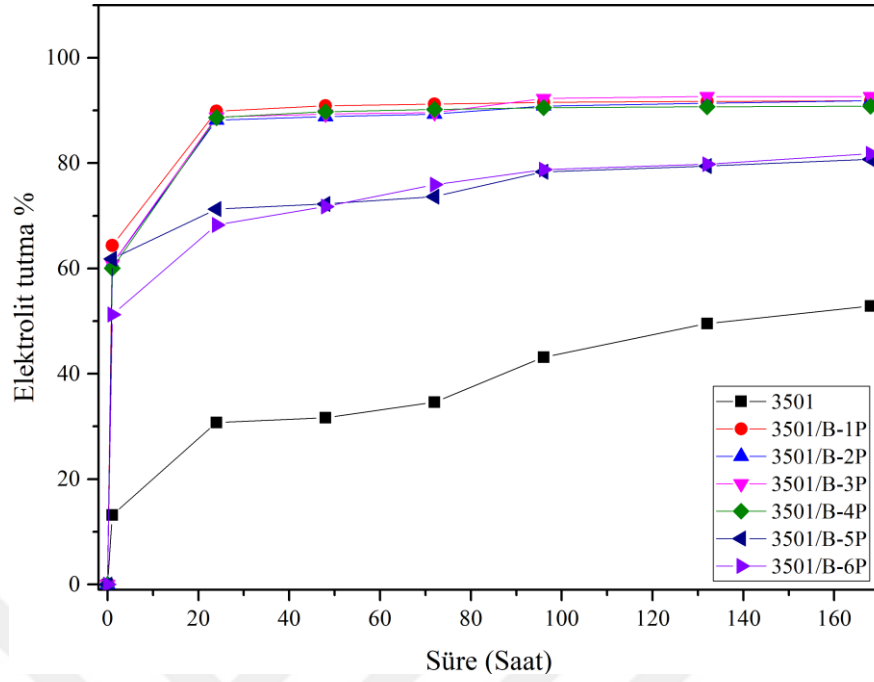


Şekil 6.56. PP ve PP/B-xP ayırıcıların zamana bağlı olarak % elektrolit tutmanın değişimi

Celgard 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların elektrolit alma (Şekil 6.57) ve elektrolit tutma (Şekil 6.58) testlerine ait sonuçlar görülmektedir. 3501/B-xP katkılı tüm kaplamalı ayırıcıların çok daha iyi performans sergilediği, Kaplamada bulunan BNNS ve PVDF oranının değişmesi elektrolit alma ve tutma özelliğini etkilemektedir. PVDF yani aşırı bağlayıcı kullanımının malzeme yapısının değişmesine, gözenekliliğin azaltmasına ve dolayısıyla elektrolit emme kapasitesini düşmesine sebep olmaktadır. % elektrolit almada 3501/B-2P 3501/B-3P ve 3501/B-4P en büyük değere ulaşmışlardır. Elektrolit alma kapasitesi B-3P'ye kadar artış göstermekte ve maksimum değere (%1200 civarı) ulaşmaktadır. Ancak 3501/B-3P'den sonra, kaplama içinde bulunan BNNS miktarının azalması PVDF miktarının artması elektrolit alma kapasitesinde belirgin bir düşüş göstermektedir., 3501 ayırıcı160 saat sonunda sadece %50 civarında elektrolit tutma gösterirken 3501/B-1P'den 3501/B-4P'ye kadar kodlu ayırıcılar, ilk 20 saat içinde hızlı bir artışla %90 civarında elektrolit tutma oranına ulaşmakta ve bu seviyeyi korumaktalar.



Şekil 6.57. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların zamana bağlı olarak % elektrolit alımının değişimi



Şekil 6.58. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların zamana bağlı olarak % elektrolit tutmanın değişimi

GF ve GF/BxP ile WT ve WT/B-xP ayırıcılar üzerinde gerçekleştirilen elektrolit alma ve elektrolit tutma testleri, malzemenin kararlı ve istikrarlı bir performans sergilediğini göstermiştir. Başlangıç aşamasında hızlı bir elektrolit alımı gösteren tüm cam elyaf ayırıcılar, 1dk gibi kısa bir sürede maksimum elektrolit alım kapasitesine ulaşmış ve sonraki süreçte bu seviyeyi kararlı bir şekilde korumayı başarmıştır. Bu durum, cam elyafın homojen yapısı ve düzenli gözenek dağılımının bir sonucu olarak değerlendirilmektedir. Elektrolit tutma davranışında da benzer bir durum gözlenmiştir. İlk 1dk yüksek bir elektrolit tutma oranına (%90) ulaşan cam elyaf ayırıcılar, test süresinin sonuna kadar (168 saat) bu performansı sürdürmüştür. Diğer ayırıcı türlerinde sıklıkla karşılaşılan zamana bağlı performans düşüşü veya dalgalanmalar, cam elyaf ayırıcılarda minimum düzeyde kalmıştır. Bu kararlı davranış, cam elyafın kimyasal kararlılığı ve elektrolitle olan güçlü etkileşiminden kaynaklanmaktadır. Cam elyaf ayırıcıların gösterdiği bu stabil performans, batarya uygulamaları için önemli avantajlar sunmaktadır.

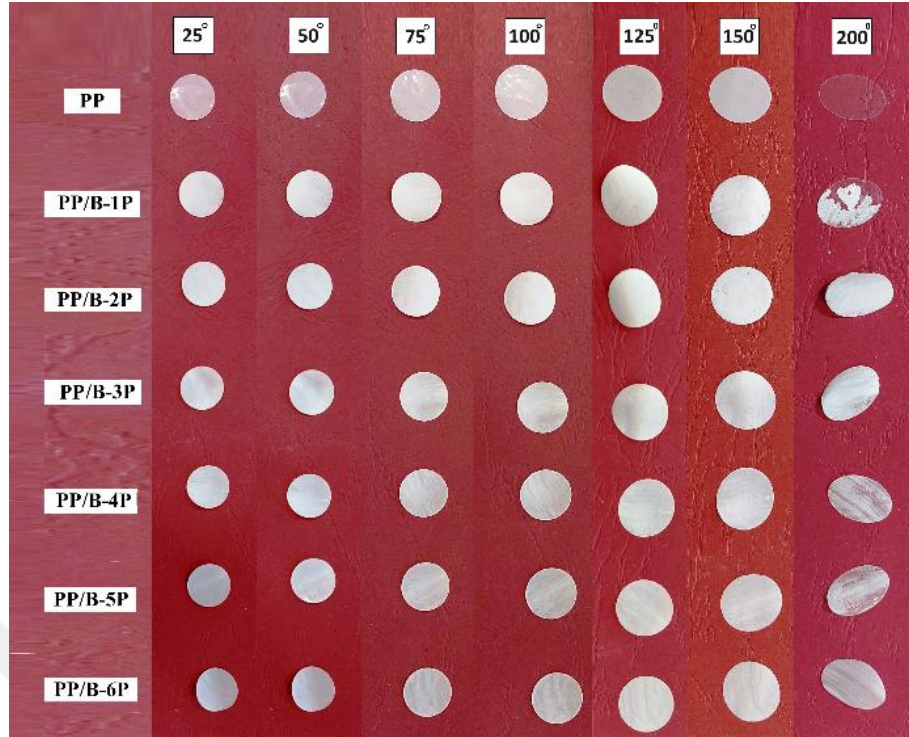
6.4.6. Ayırıcıların ısı boyutsal kararlılık sonuçları

Isıl kararlılık, LİP'lerde uygulanan ayırıcı için kritik bir özelliktir. Sıcaklık artışı ile ayırıcının ısı olarak küçülmesi hücre içinde ciddi sorunlara neden olur. Belirli bir

noktada, ayırıcılar yeterince küçülür veya ergir ise kısa devreler ortaya çıkar, bu da ısı kaçak ve patlamaya neden olur. LİP'ler için ayırıcının ısı küçülmesi $100\text{ }^{\circ}\text{Csa}^{-1}$ 'de $<5\%$ olmalıdır [52, 231]. Ayırıcılar için havada 30dk boyunca 25, 50, 75, 100, 125, 150 ve 200°C sıcaklıklarda ısıtılarak boyutsal ısı kararlılık testleri yapılmıştır.

PP ayırıcı $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de gözle görülür geometrik deformasyona uğrar, 150°C 'de şiddetli büzülme gösterir (şeffaf hale gelir) ve hatta 200°C 'de 30dk da tamamen eridi. Bulunan sonuç literatürle uyumludur. PP ayırıcı 125°C 'de belirgin bir geometrik deformasyona uğrar, 150°C 'de şiddetli büzülme gösterir ve 200°C 'de tamamen erir. PP/B-xP ayırıcılar ise 125°C 'den (PP/B -1P ve PP/B-2P ve PP/B-3P) mükemmel ısı kararlılık gösterirken PP/B-4P, PP/B-5P ve PP/B-6P ise hafif kıvrılma oldu, ihmal edilebilir deformasyonla. 30dk boyunca $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de gözde görülür şekilde (PP/B -1P ve PP/B-2P ve PP/B-3P) hafif kıvrılma gösterirken PP/B-4P, PP/B-5P ve PP/B-6P ise deformasyona uğrayıp boyut küçülme göstermiştir. 200°C 'de ise tüm numuneler gözde görülecek şekilde boyutunda küçülme olmuştur (Şekil 6.59).

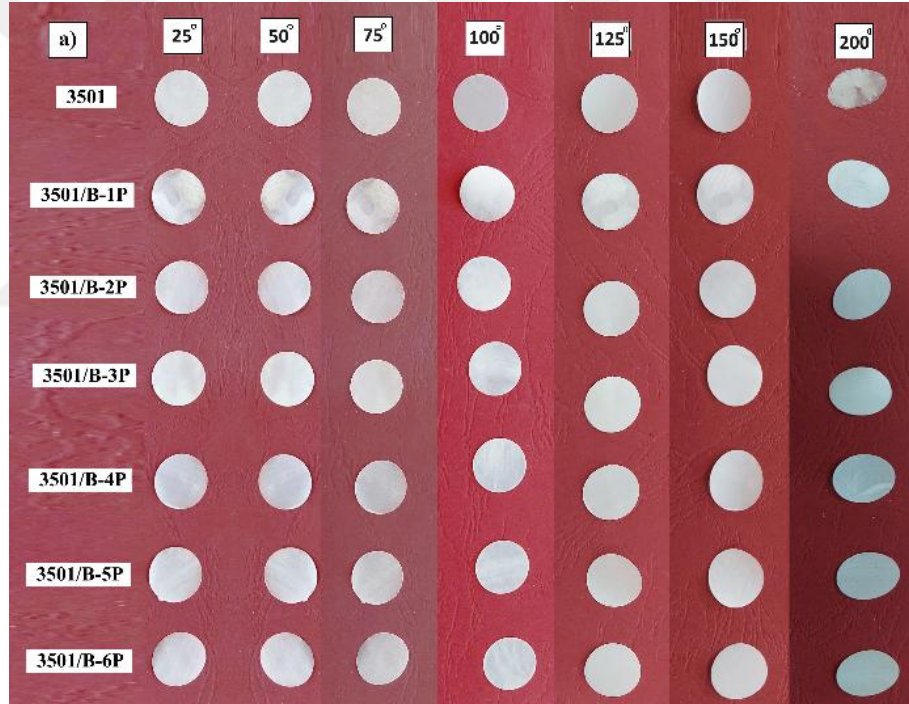
PVDF ve BNNS içeren kaplama tabakalarının eklenmesi, PP/B-xP ayırıcıların genel ısı kararlılığını artırmıştır. Bu, özellikle düşük sıcaklıklarda deformasyonu azaltarak pil performansını olumlu yönde etkilemektedir. PVDF ve BNNS, genellikle yüksek ısı kararlılık gösteren malzemelerdir. Bu kaplama, ayırıcının yüksek sıcaklıklarda bile bütünlüğünü korumasına yardımcı olabilir [232]. PVDF, elastomerik özelliklere sahip olduğundan sıcaklık değişimlerine karşı dayanıklılığı artırabilir. BNNS, yüksek ısı iletkenliğe sahiptir sıcaklığın homojen bir şekilde dağılmasına yardımcı olarak böylece ısı büzülme etkilerini azaltmaktadır [233].



Şekil 6.59. PP ve PP/B-xP ayırıcıların 25°, 50°, 75°, 100°, 125°, 150° ve 200°C'deki ısıl kararlılık sonuçları

Şekil 6.60'ta 3501 ayırıcı 150°C'de gözle görülür geometrik deformasyona uğradığı, 200°C'de şiddetli büzüldüğü ve renk değiştirdiği görülmektedir. 3501 ayırıcı PP ayırıcı ile aynı davranış sergilemektedir. Genellikle polimer bazlı ayırıcıların ısıl kararlılığının sınırları bu değerlerdedir. BNNS içeren kaplama, 3501/B-xP ayırıcıların ısıl kararlılığını artırmıştır. Bu, özellikle düşük sıcaklıklarda deformasyonu azaltarak pil performansını olumlu yönde etkilemesi beklenmektedir. Kaplama çözeltisinde bulunan BNNS ve PVDF, yüksek ısıl kararlılık gösteren malzemelerdir, kaplamanın ayırıcının yüksek sıcaklıklarda bile bütünlüğünü korunmasına yardımcı olacaktır [232]. PVDF'nin sıcaklık değişimlerine karşı dayanıklılığı ve BNNS'nin, yüksek ısıl iletkenliğe sahip olması, sıcaklığın homojen bir şekilde dağılmasına yardımcılığı ısıl büzülme etkilerini azaltabilir [233]. 3501/B-xP kodlu ayırıcılar yüksek sıcaklıklarda daha iyi kararlılık göstermiştir, bundan dolayı elektrokimyasal ile çalışan cihazlar için uygun bir ayırıcı olduğunu söylenebilir. Chen vd. Rapid, [234] PP ayırıcıya BNSS içeren kaplama yaparak bir plaka 80 °C'de 1 dakika ısıtıldıktan sonra ısıl kararlık testi yapmışlar. PP ayırıcı 44,1°C yüzey sıcaklığıyla tam bir kıvrıma uğrarken, PP-BNNS kaplı ayırıcı 58,6°C yüzey sıcaklığıyla sağlam kaldığı ifade edilmiştir. Liu vd. [180] ise PI ayırıcı

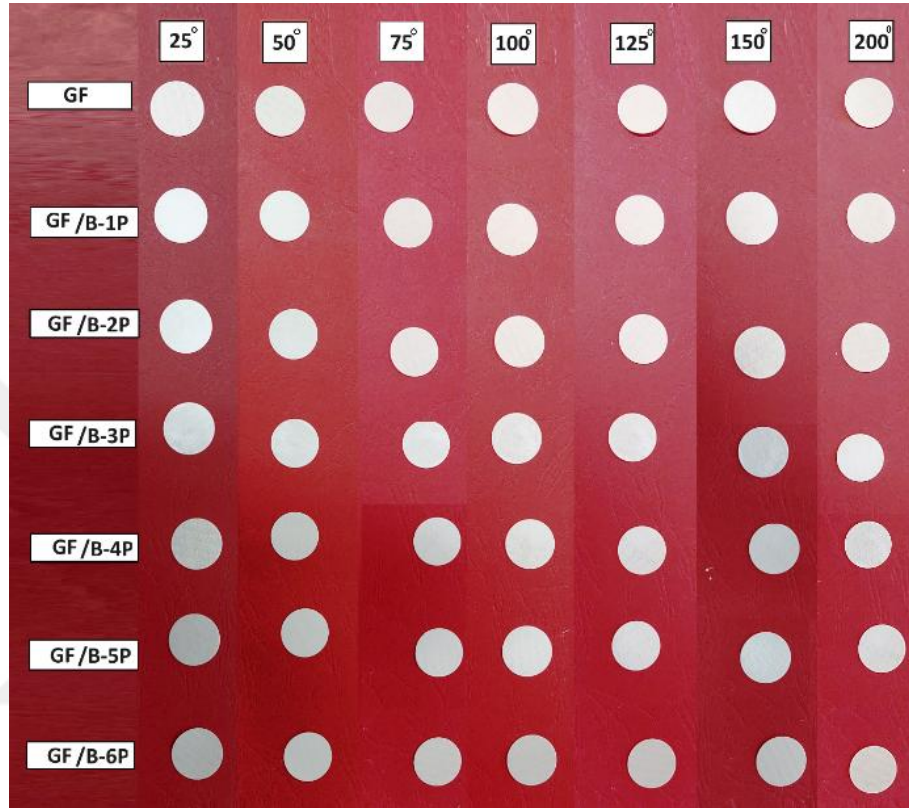
üzerine hBN kaplayarak PP ile kıyaslamışlar. PP ayırıcısı 120°C'de görünür geometrik deformasyona uğramış, 160° ve 200°C'de şiddetli büzülme göstermiş ve hatta 240°C'de tamamen ergimiştir, PI/hBN ayırıcısı ise 120° ila 280°C arasında 0,5 saat boyunca ihmal edilebilir deformasyonla mükemmel ısı kararlılık göstermiştir. Moraes vd. [82] hBN kompozit ayırıcının ve ticari PE ayırıcının ısı kararlılık davranışını inceledikleri çalışmalarında, hBN 'li ayırıcı 130 °C'ye kadar mükemmel ısı kararlılığına sahip olduğunu, ticari PE ayırıcının ise, artan sıcaklıkla yapısal bütünlüğün bozulduğu beyan edilmiştir. Hersam vd. [235] Celgard 2325 ve hBN filmlerinin ısı özellikleri inceledikleri çalışmalarında numuneler sıcak bir plaka üzerinde 150°C'de 10 dakika ısıtıldıktan sonra hBN filmleri hiçbir değişiklik göstermezken, Celgard 2325 önemli morfolojik değişikliklere ve büzülmeye uğradığı açıklanmaktadır.



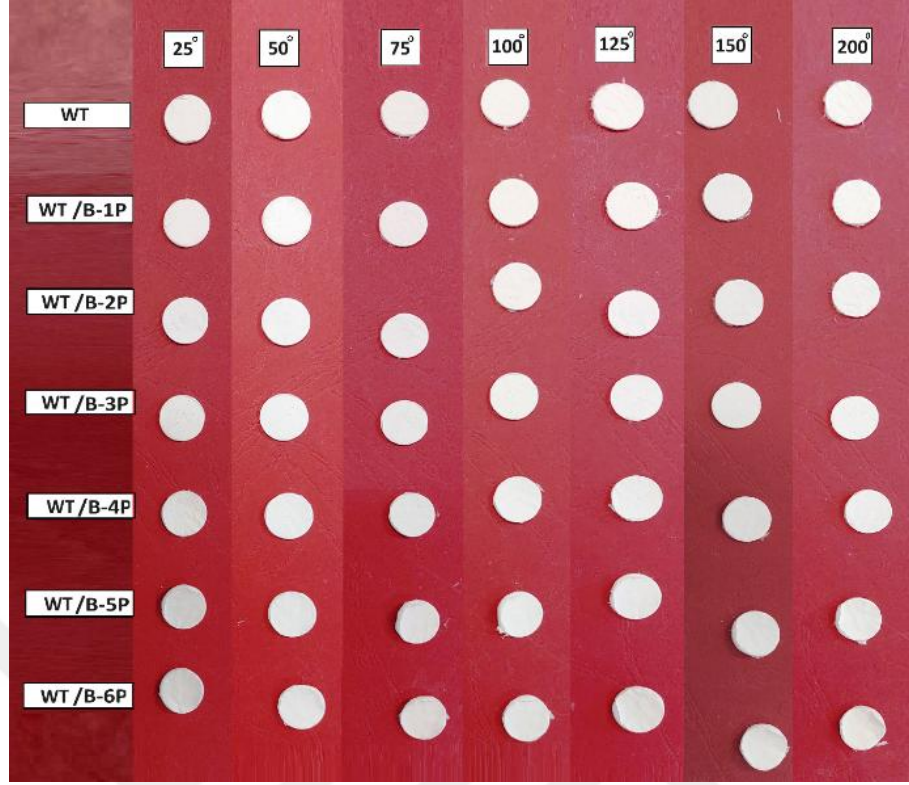
Şekil 6.60. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların 25°, 50°, 75°, 100°, 125°, 150° ve 200°C'deki ısı kararlılık sonuçları

GF ve WT ayırıcılar hem kaplamasız hem de kaplanmış durumda 200°C sıcaklığa kadar hiçbir yanma büzülme ya da kıvrılma olmadığı tespit edilmiştir (Şekil 6.61 ve 6.62). Bu tip malzemelerin yapısında inorganik bileşiklerin bulunması onların daha yüksek sıcaklıklara dayanımını sağlamaktadır.

Cam fiber ayırıcılar ve kaplanmış ayırıcıların hepsi boyut değişimi göstermediler. Cam fiber esaslı ayırıcıların bu mükemmel ısı kararlılığı, özellikle yüksek şarj/deşarj oranlarında veya yüksek sıcaklıklarda çalıştırıldığında pil güvenliği için faydalı olan amorf seramik yapının içsel ısı direncine atfedilmektedir [236]–[238].



Şekil 6.61. GF ve GF/B-xP ayırıcıların 25°, 50°, 75°, 100°, 125°, 150° ve 200°C'deki ısı kararlılık sonuçları



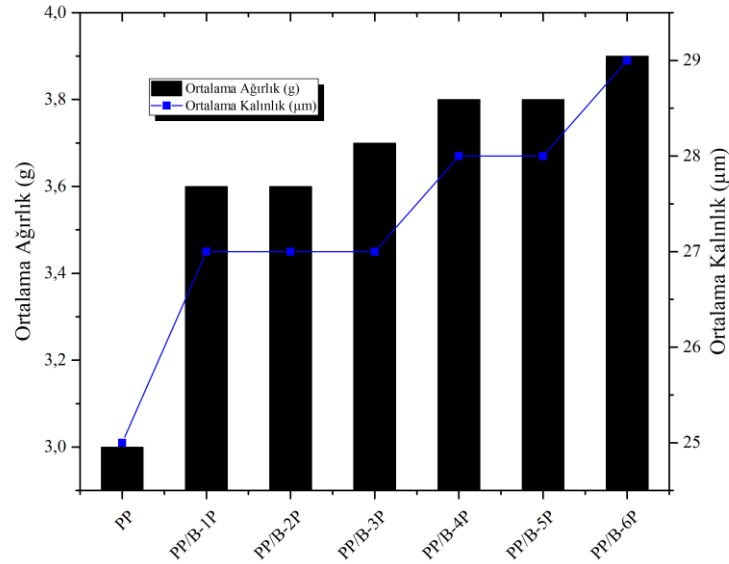
Şekil 6.62. WT ve WT/B-xP ayırıcıların 25°, 50°, 75°, 100°, 125°, 150° ve 200°C'deki ısı kararlılık sonuçları

6.4.7. Ayırıcıların kalınlık ve ağırlık sonuçları

Ayırıcının kalınlığı, güvenlik ve elektrokimyasal performanslar açısından önemli bir rol oynar. Lityum iyon hücre performansı için çoğu mikro gözenekli ayırıcının kalınlığı 50 μm 'nin oldukça altındadır. Ayırıcı verimli elektrokimyasal performans için yüksek iyonik iletkenlik sağlarken, dendritinin büyümesinin penetrasyonuna karşı dayanması ve montaj işlemi sırasında basıncı taşıması için minimum kalınlığa sahip olmalıdır. PP ayırıcılar için $\leq 25 \mu\text{m}$ kalınlık LİP'ler için ideal ayırıcı kalınlık olarak kabul edilir ancak mekanik bütünlük ve penetrasyon ile ilgili güvenlik endişesi dikkate alınmalıdır [39]. Ayırıcılara kaplama yapıldıkça ağırlıkları ve kalınlıkları artmaktadır. Kaplama çözeltisindeki BNNS ve PVDF miktarının değişmesi, kaplanmış ayırıcıların ağırlıklarındaki ve kalınlıklarındaki değişime sebep olmuştur.

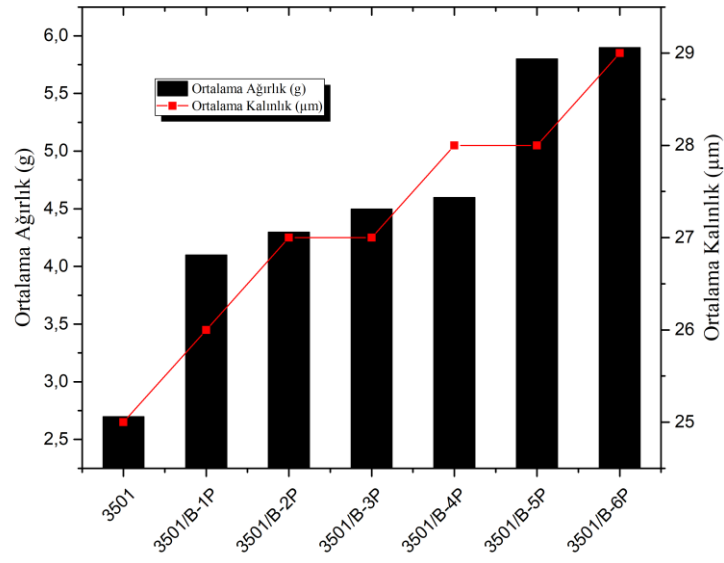
PP, 3501, GF ve WT ayırıcıların kaplama çözeltisine bağlı olarak kalınlık ve ağırlık değişimleri incelendiğinde, tüm ayırıcıların kaplama bileşimi değiştikçe hem ağırlık hem de kalınlık değerlerinde sistematik bir artış gözlemlenmiştir. Şekil 6.63'te PP ayırıcı incelendiğinde başlangıç ağırlığı 3,0 g ve kalınlığı 25 μm iken, ilk kaplama

sonrasında (PP/B-1P) ağırlık 3,6 g'a ve kalınlık 27 μm 'ye bir artış göstermiştir. PP/B-2P ve PP/B-3P ise kalınlık değeri nispeten sabit kalırken, ağırlıkta kademeli bir artış gözlenmiştir. PP/B-4P ayırıcı ise ağırlık 3,8 g'a ve kalınlık 28 μm 'ye ulaşmıştır. PP/B-5P değerler sabit kalırken, PP/B-6P en yüksek değerlere ulaşılmış, ağırlık 3,9 g ve kalınlık 29 μm olarak ölçülmüştür.



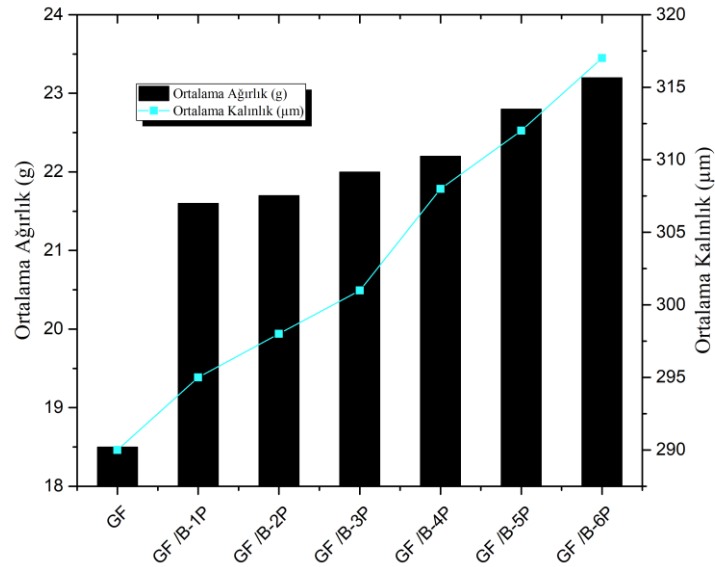
Şekil 6.63. PP ve PP/B-xP ayırıcıların kalınlık ve ağırlık grafikleri

3501 ağırlığı 2,7 g, 3501/B-1P 4,1g olup 3501/B-6P 5,9 g'dır. 3501 ayırıcının kalınlığı 25 μm ve 3501/B-xP ayırıcıların ortalama kalınlığı 26-29 μm arasında değişmektedir (Şekil 6.64).



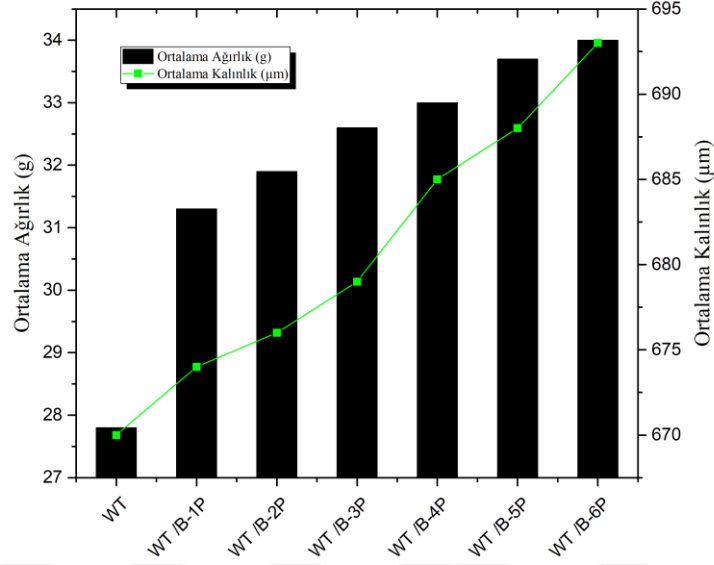
Şekil 6.64. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıların kalınlık ve ağırlık grafikleri

GF ağırlığı 18,5g iken kaplanmış olan ayırıcıların ağırlığında artış olmaktadır ve GF/B-6P'nin ağırlığının 23,2g'a ulaştığı ölçülmüştür. Kaplanmamış GF ayırıcının kalınlığı 290µm, GF/B-1P ayırıcının kalınlığı 295µm'dan artarak GF/B-6P kalınlığı 317µm'ye ulaşmıştır (Şekil 6.65).



Şekil 6.65. GF ve GF/B-xP ayırıcıların kalınlık ve ağırlık grafikleri

WT ayırıcının ağırlığı 27,8 g, WT/B-1P ayırıcının ağırlığı 31,3g olup artarak WT/B6P'nin ağırlığı 34 göçülmüştür. Kaplanmamış WT ayırıcının kalınlığı 670µm, WT/B-1P ayırıcının kalınlığı 674 µm ve WT/B-6P'nin kalınlığı 693 µm'dır (Şekil 6.66).



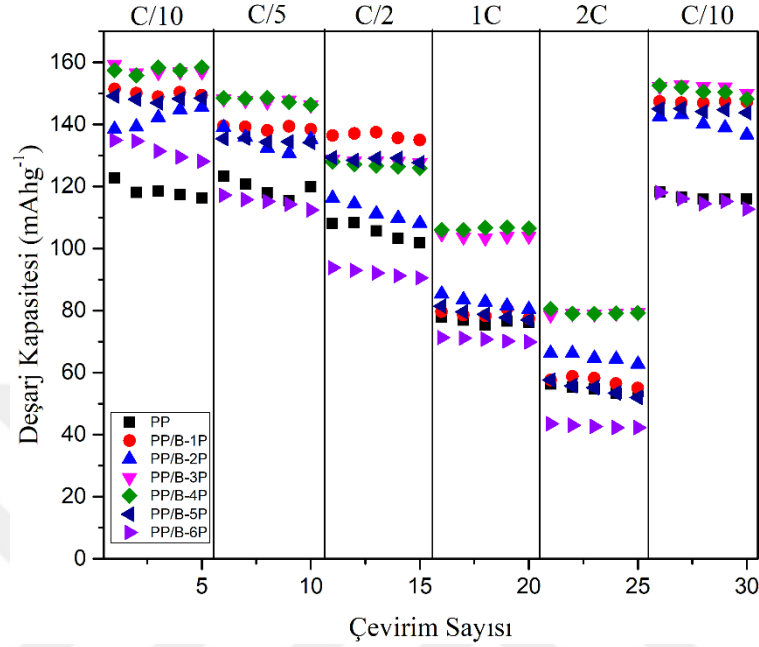
Şekil 6.66. WT ve WT/B-xP ayırıcıların kalınlık ve ağırlık grafikleri

6.4.8. Ayırıcıların elektrokimyasal analiz sonuçları

Elektrokimyasal analizler farklı ayırıcı malzemelerle, farklı kaplama oranlarının deşarj kapasitelerine etkisini incelemek amacıyla, her bir ayırıcı türü için farklı 7 hücre oluşturulmuştur. Oluşturulan hücrelerin deney kodlarında ayırıcıların kodları kullanılmıştır. PP ve PP/B-xP ayırıcılar için oluşturulan hücrelerin hız performans testleri farklı C oranlarındaki (C/10, C/5, C/2, 1C, 2C) deşarj kapasiteleri ölçülmüştür. PP ve PP/B-xP hücrelerine ait deşarj kapasite grafikleri Şekil 6.67'de verilmiştir. PP ayırıcı içeren hücrede C/10 oranında deşarj kapasitesi yaklaşık 120 mAh g⁻¹ iken BNNS kaplı PP ayırıcıları içeren hücreleri ise deşarj kapasiteleri daha yüksektir. Özellikle PP/B-4P kodlu hücrenin deşarj kapasitesi yaklaşık 160 mAh g⁻¹ ile en yüksek değere ulaşmıştır. Diğer PP/B-xP kodlu hücreler ise deşarj kapasiteleri 130-150 mAh g⁻¹ arasında değişmektedir.

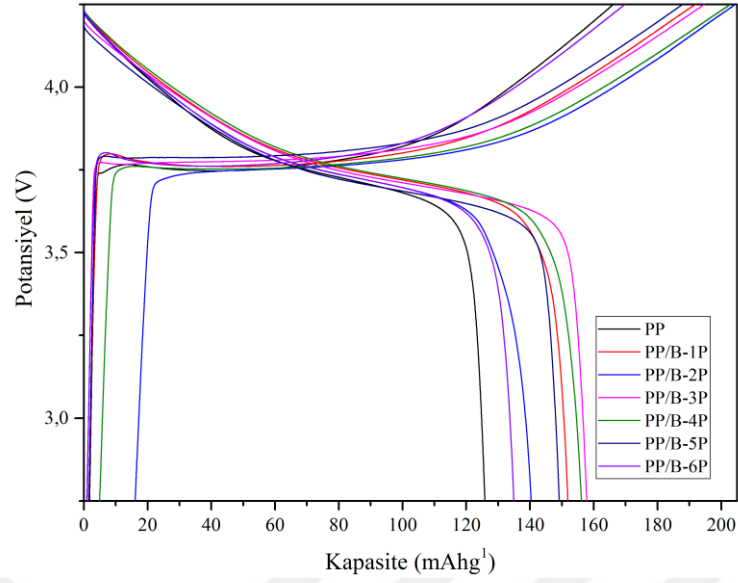
C oranları değiştirildiğinde (C/5, C/2, 1C ve 2C) tüm hücrelerde deşarj kapasitelerinde düşüşü göstermektedir. 2C oranında PP/B-3P ve PP/B-4P kodlu hücrelerin deşarj kapasiteleri yaklaşık 80 mAh g⁻¹'dir. Aynı C oranında PP/B-6P kodlu

hücre ise 40 mAh g⁻¹'a kadar düşerek kaplamasız PP içeren hücrelerin altındadır. Bu sonuçlara göre ayırıcıların kaplamasındaki BNNS oranının etkili olduğu ve en iyi deşarj kapasitelerinin PP/B-3P ve PP/B-4P içeren hücrelerinde olduğunu belirlenmiştir.



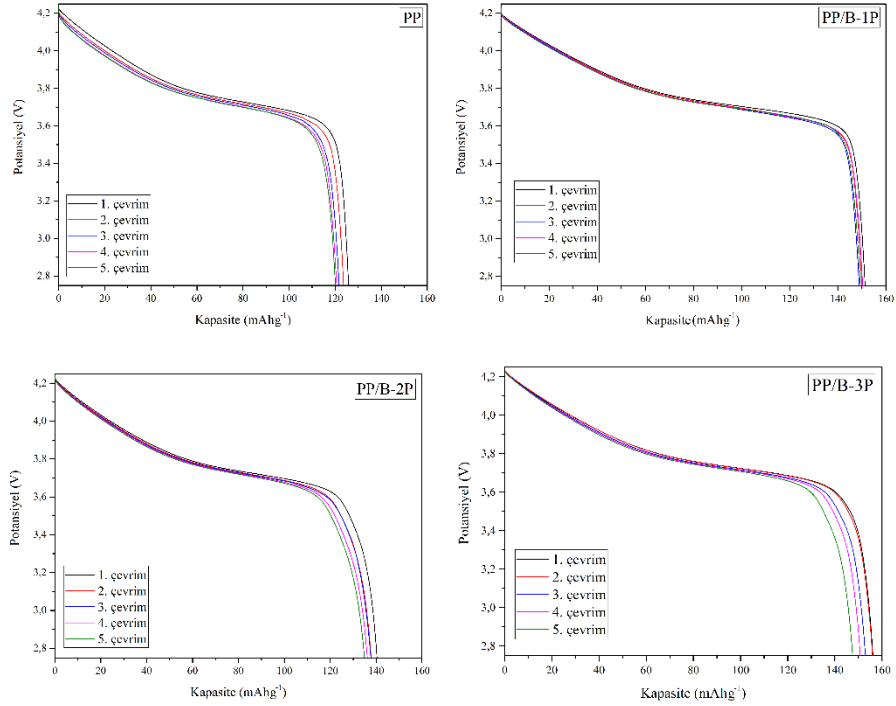
Şekil 6.67. PP ve PP/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10'den 2C'ye kadar performans testleri Parasetamolün kimyasal formülü

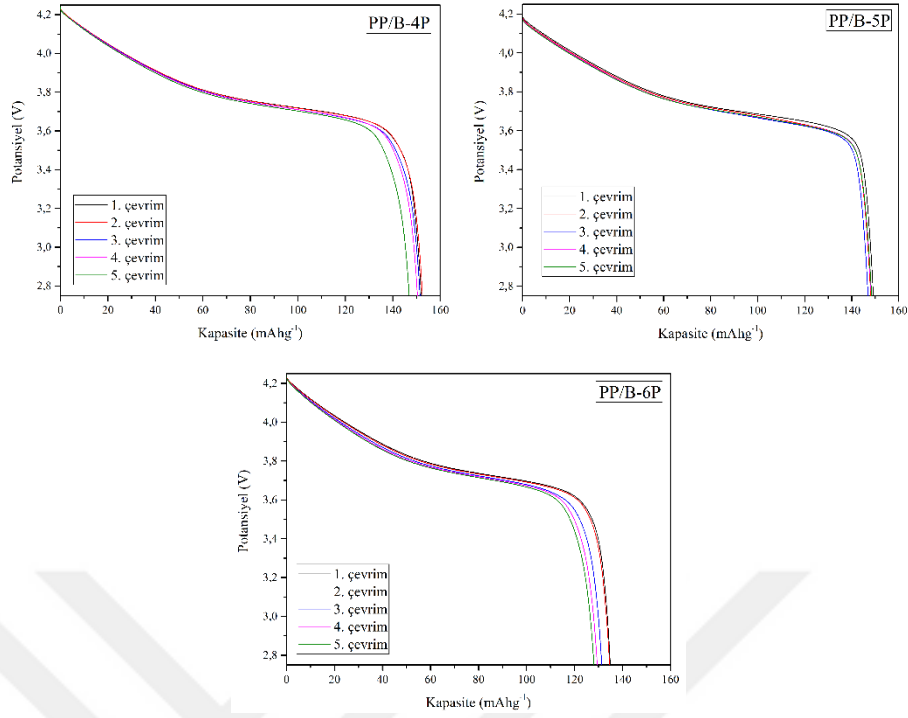
Ticari PP ve PP/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin şarj/deşarj performanslarını belirlemek amacıyla şarj-deşarj testleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.68'de, PP ve PP/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında 1. çevrim için 2,75-4,25 V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri görülmektedir. PP ayırıcı içeren hücrenin ise ilk şarj kapasitesi 166,18 mAh g⁻¹ ve ilk deşarj kapasitesi ise 125 mAh g⁻¹. PP/B-xP ayırıcıların içeren hücrelerin şarj/deşarj performansları BNNS kaplama oranı bağlı olarak değişim göstermektedir. PP/B-1P, PP/B-2P, PP/B-3P, PP/B-4P, PP/B-5P ve PP/B-6P ayırıcı içeren hücrelerin ilk şarj kapasiteleri sırasıyla 191 mAh g⁻¹, 204 mAh g⁻¹, 194 mAh g⁻¹, 202 mAh g⁻¹, 187 mAh g⁻¹ ve 169 mAh g⁻¹; ilk deşarj kapasiteleri ise sırasıyla 151 mAh g⁻¹, 140 mAh g⁻¹, 157 mAh g⁻¹, 156 mAh g⁻¹, 149 mAh g⁻¹ ve 134 mAh g⁻¹ olarak ölçülmüştür.



Şekil 6.68. PP ve PP/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında ve 2,75-4,25V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri

Şekil 6.69'da PP ve PP/B-xP kodlu hücrelerin C/10 oranında çevrim sayısının potansiyel kapasite değerlerini etkileri görülmektedir. 3,6 V'a kadar potansiyel düşerken kapasiteleri artmaktadır. 3,6V sonrası ise her çevrimde potansiyel hızlı düşmektedir, çevrim sayısı artışıyla kapasitenin değiştiği belirlenmiştir.



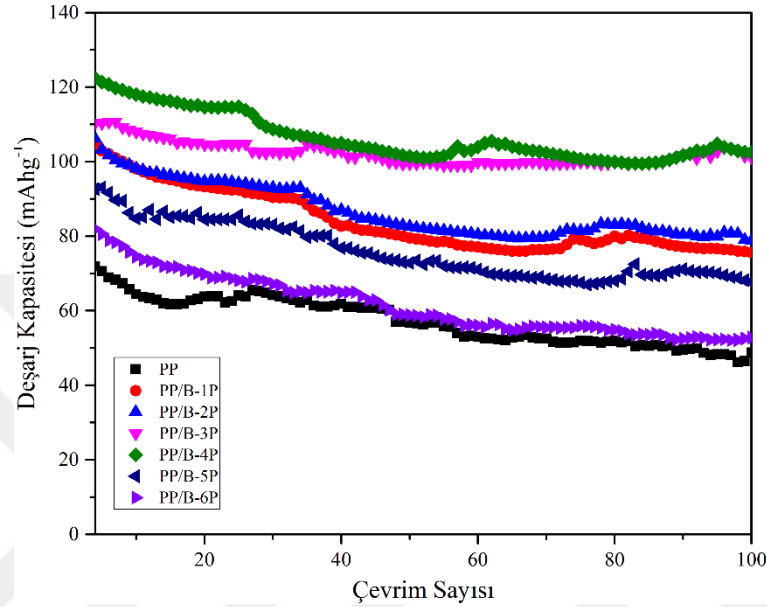


Şekil 6.69. PP ve PP/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında farklı deşarj çevrimlerindeki kapasite – potansiyel grafikleri

Kaplama işleminin ayırıcıların deşarj kapasitesi ve uzun süreli çevrimsel kararlılık üzerindeki etkileri, 1C oranında incelenmiştir. PP kaplamasız ve kaplamalı PP/B-1P, PP/B-2P, PP/B-3P, PP/B-4P, PP/B-5P ve PP/B-6P hücrelerinin performansları, Şekil 6.70’te gösterilmiştir. Kaplamalı ve kaplamasız ayırıcıları içeren hücrelerin deşarj kapasiteleri çevrim sayısına bağlı olarak değişmektedir. İlk çevrimde deşarj kapasiteleri PP, PP/B-1P, PP/B-2P, PP/B-3P, PP/B-4P, PP/B-5P ve PP/B-6P pillerin sırasıyla 71 mAhg⁻¹, 104 mAhg⁻¹, 106 mAhg⁻¹, 110 mAhg⁻¹, 122 mAhg⁻¹, 92 mAhg⁻¹ ve 81 mAhg⁻¹ olarak ölçülmüştür. 25. çevrimde ise deşarj kapasiteleri PP, PP/B-1P, PP/B-2P, PP/B-3P, PP/B-4P, PP/B-5P ve PP/B-6P ise sırasıyla 64 mAhg⁻¹, 92 mAhg⁻¹, 94 mAhg⁻¹, 104 mAhg⁻¹, 114 mAhg⁻¹, 85 mAhg⁻¹ ve 68 mAhg⁻¹ olarak ölçülmüştür.

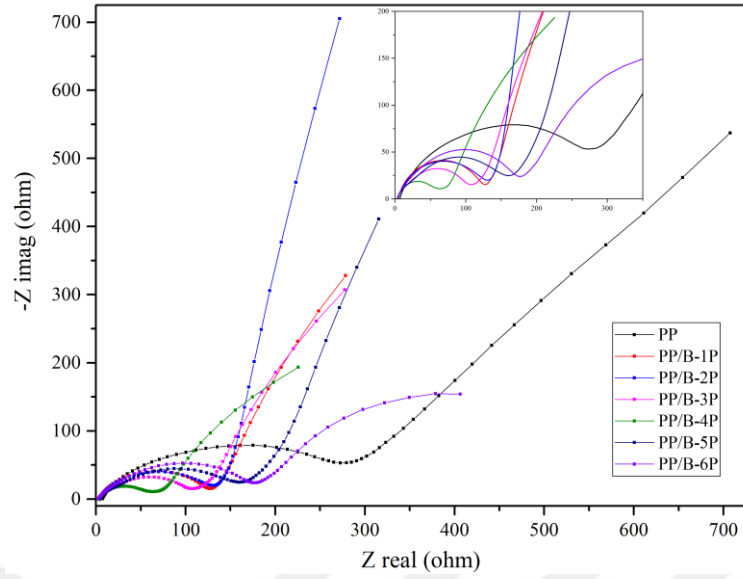
PP kodlu hücrenin deşarj performansı incelendiğinde toplam kapasite kaybının (1-100 çevrim) %35,7’ye olduğu belirlenmiştir. PP/B-1P kodlu hücrenin deşarj toplam kapasite kaybı %26,5 olarak gerçekleşmiştir. PP/B-2P kodlu hücrenin deşarj toplam kapasite 100. çevrim sonunda %23,8’lik bir kapasite kaybı sergilemiştir. PP/B-3P ve PP/B-4P ayırıcıların diğerlerine göre daha iyi performans göstermiştir. PP/B-3P kodlu hücrenin deşarj toplam kapasite kayıpları %7,3 olarak gerçekleşirken, PP/B-4P kodlu

hücresinin deşarj toplam kapasite kayıpları %16,4 olmuştur. Özellikle PP/B-3P'nin 100. çevrimde gösterdiği kapasite geri kazanımı dikkat çekicidir. PP/B-5P kodlu hücresinin deşarj toplam kapasite %26,1'lik kayıp göstermiştir. PP/B-6P diğer kaplı ayırıcıları içeren hücreler arasında en yüksek kapasite kayıplarını sergilemiştir. Toplam kapasite kaybı %36,6'ya yükselmiştir.



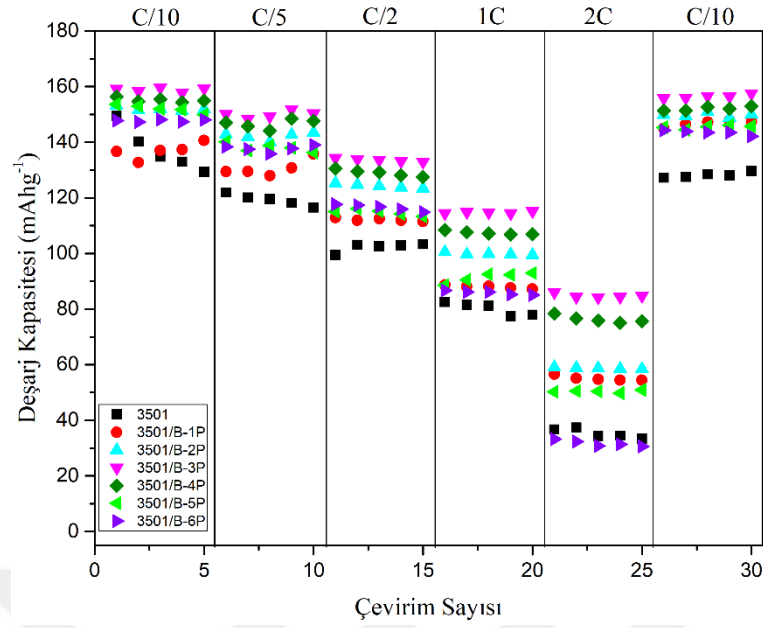
Şekil 6.70. PP ve PP/B-xP kodlu hücrelerin IC oranında çevrim sayısında bağlı olarak deşarj kapasite değişimi

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ile yapılan ölçüm sonucunda Nyquist grafikleri çizilebilmektedir. Nyquist grafiklerindeki yarım dairenin çapı ara yüzey direncini, özellikle elektrot ve elektrolit ara yüzü arasında Li^+ taşınımı ile birlikte yük transfer direnci temsil eder. Nyquist grafiklerinde yarım dairenin çapı ne kadar küçükse yük transfer direnci o kadar küçük olur [37], [239]–[241]. PP ve PP/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri Şekil 6.71'dedir. PP ayırıcı içeren hücre PP/B-xP ayırıcı içeren hücelere göre daha büyük bir yarım daire çapı sergilemektedir. PP/B-xP kodlu hücrelerin yarım daire çapları sırasıyla PP/B-6P, PP/B-5P, PP/B-2P, PP/B-1P, PP/B-3P ve PP/B-4P küçülmektedir. En iyi şarj transfer olan hücre PP/B-4P bu da elektrolit geçirgenliğinin ve arayüz iletkenliğinin iyileştiğini işaret etmektedir. BNNS iyonik iletkenliğinin ve ayırıcıyı kaplanmasında kullanılan miktarın etkili olduğunu işaretidir.



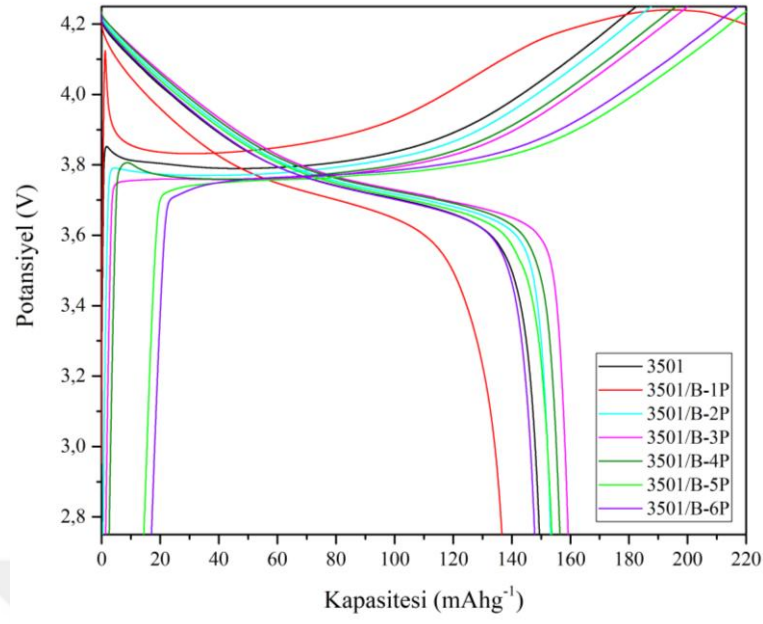
Şekil 6.71. PP ve PP/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri

3501 ve 3501/B-xP ayırıcılar için oluşturulan hücrelerin hız performans testleri farklı C oranlarındaki (C/10, C/5, C/2, 1C, 2C) deşarj kapasiteleri ölçülmüştür. 3501 ve 3501/B-xP hücrelerine ait deşarj kapasite grafikleri Şekil 6.73'te verilmiştir. 3501 ayırıcı içeren hücrede C/10 oranında deşarj kapasitesi yaklaşık 149 mAh g^{-1} iken BNNS kaplı 3501 ayırıcıları içeren hücreleri ise deşarj kapasiteleri daha yüksektir. Özellikle 3501/B-3P kodlu hücrenin deşarj kapasitesi yaklaşık 159 mAh g^{-1} ile en yüksek değere ulaşmıştır. Diğer 3501/B-xP kodlu hücreler ise deşarj kapasiteleri $136\text{-}156 \text{ mAh g}^{-1}$ arasında değişmektedir. C oranları değiştirildiğinde (C/5, C/2, 1C ve 2C) tüm hücrelerde deşarj kapasitelerinde düşüşü göstermektedir. 2C oranında 3501/B-3P kodlu hücrenin deşarj kapasitesi yaklaşık 86 mAh g^{-1} 'dir. Aynı C oranında 3501/B-6P kodlu hücre ise 33 mAh g^{-1} 'a kadar düşerek kaplamasız 3501 içeren hücreye yakın değer göstermiştir.



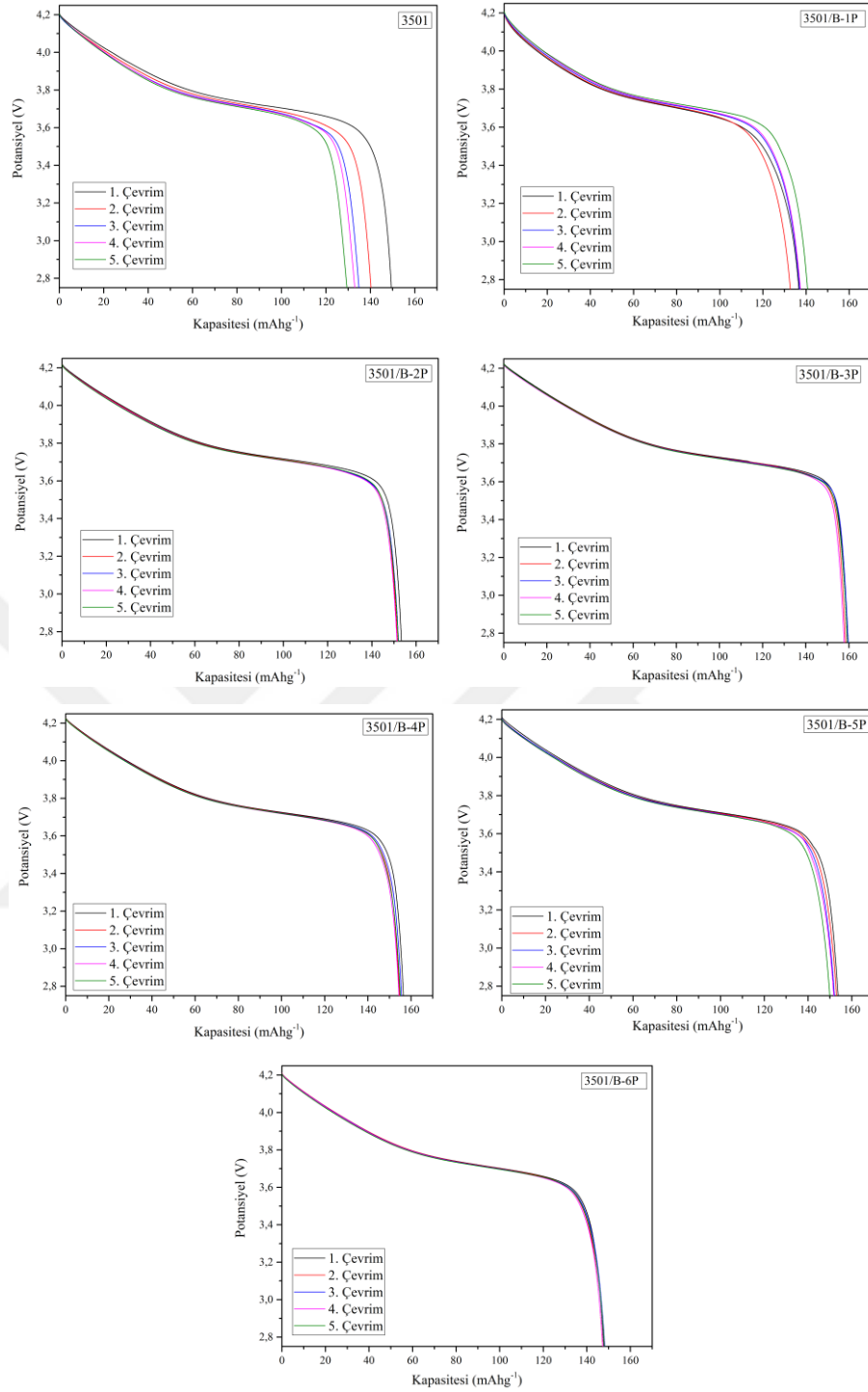
Şekil 6.72. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10'den 2Cye kadar performans testleri

3501 ve 3501/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin şarj-deşarj performanslarını belirlemek amacıyla şarj-deşarj testleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.73'te 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında 1. çevrim için 2,75-4,25 V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri gösterilmektedir. kaplamasız 3501 ilk şarj kapasitesi 182 mAh g⁻¹ ve ilkdeşarj kapasitesi ise 149mAh g⁻¹ iken 3501/B-1P, 3501/B-2P, 3501/B-3P, 3501/B-4P, 3501/B-5P ve 3501/B-6P ayırıcılarının ilk şarj kapasiteleri sırasıyla 220 mAh g⁻¹, 187 mAh g⁻¹, 200 mAh g⁻¹, 196 mAh g⁻¹, 222 mAh g⁻¹ ve 217 mAh g⁻¹; ilkdeşarj kapasiteleri ise sırasıyla 136mAh g⁻¹, 153mAh g⁻¹, 159mAh g⁻¹, 156mAh g⁻¹, 153mAh g⁻¹ ve 147mAh g⁻¹ olarak ölçülmüştür.



Şekil 6.73. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında ve 2,75-4,25V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri

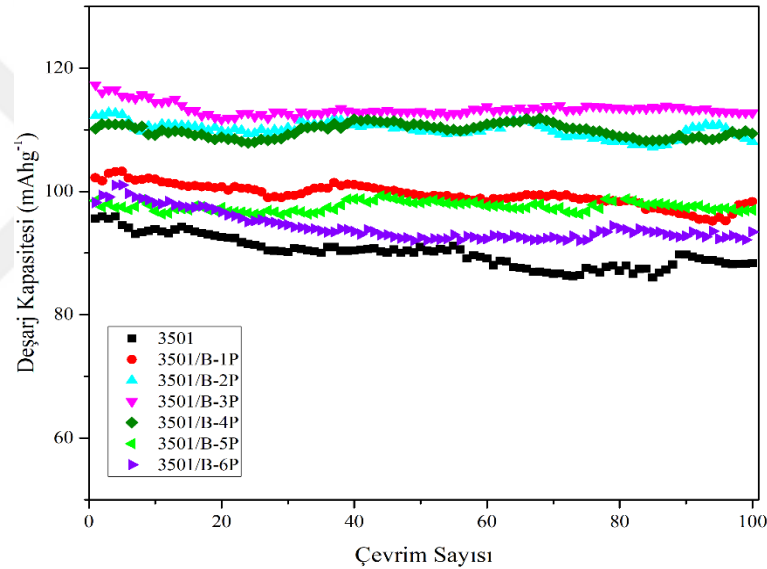
Şekil 6.74'te 3501 ve 3501/B-xP kodlu hücrelerin C/10 oranında çevrim sayısının potansiyel kapasite değerlerini etkileri görülmektedir. 3,6 V'a kadar potansiyel düşerken kapasiteleri artmaktadır. 3,6V sonrası ise her çevrimde potansiyel hızlı düşmektedir, çevrim sayısı artışıyla kapasitenin değiştiği belirlenmiştir.



Şekil 6.74. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında farklı deşarj çevrimlerindeki kapasite – potansiyel grafikleri

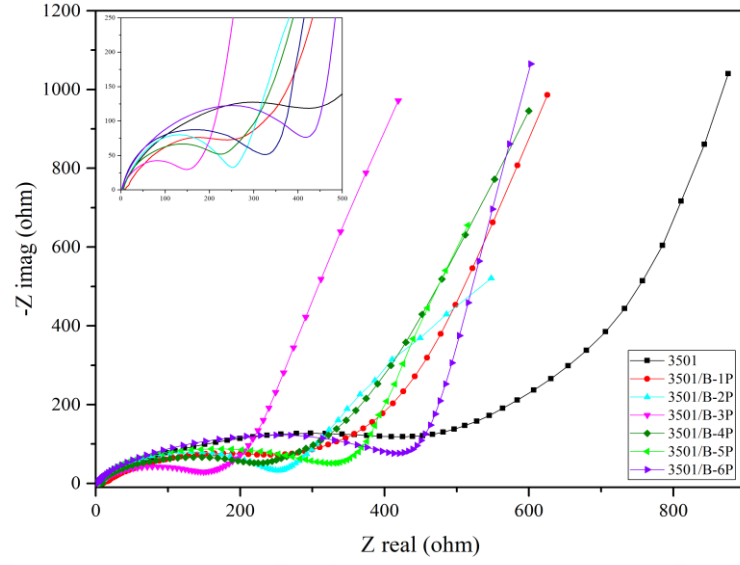
Kaplama işleminin ayırıcıların deşarj kapasitesi ve uzun süreli çevrimsel kararlılık üzerindeki etkileri, 1C oranında incelenmiştir. 3501 ve 3501/B-xP ayırıcı içeren hücrelerin uzun süreli çevrimsel kararlılık performansları Şekil 6.75'te gösterilmiştir.

3501 kodlu hücre 100. çevrim sonunda toplam kapasite kaybı %8,4 olarak gerçekleşmiştir. BNNS kaplamalı ayırıcı içeren hücreleri incelediğimizde 3501/B-1P kodlu hücre 100. çevrimde ise toplam kayıp % 6,9, 3501/B-2P kodlu hücre daha iyi bir performans göstererek 100. çevrimde % 4,5'lik kayıplar yaşamıştır. 3501/B-3P kodlu hücre 100. çevrimde toplam kayıp %4,3, 3501/B-4P kodlu hücre en kararlı performansı sergileyen örnek olmuş, 100. çevrim sonunda toplam kayıp % 2,7'de kalmıştır. 3501/B-5P kodlu hücre 100. çevrimde % 3,1 ve 3501/B-6P kodlu hücre ise 100. çevrimde %10,0'lık kayıplar göstermiştir. Sonuç olarak, 3501/B-4P ve 3501/B-5P en iyi çevrim performansını gösterirken, 3501 ve 3501/B-6P en zayıf performansı sergilemiştir. Bu sonuçlar, uygun oranda BNNS çevrim kararlılığını önemli ölçüde iyileştirdiğini göstermektedir.



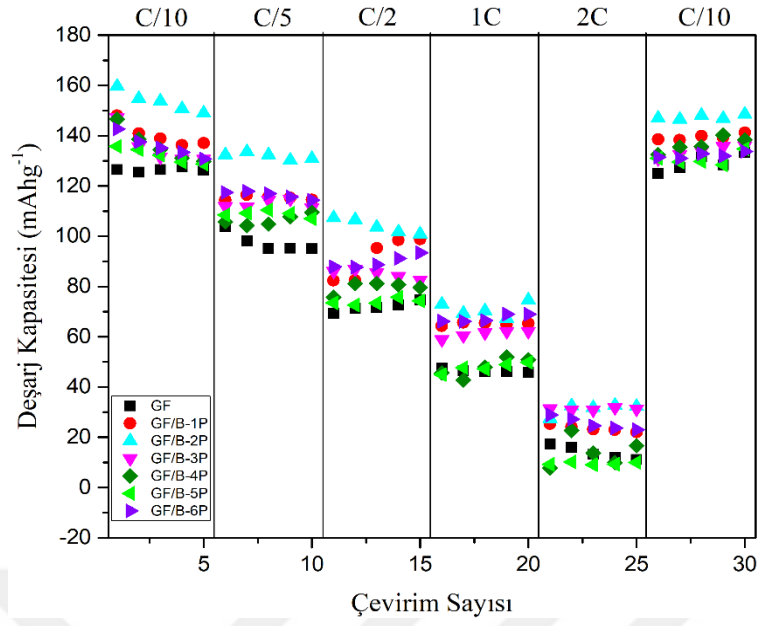
Şekil 6.75. 3501 ve 3501/B-xP kodlu hücrelerin 1C oranında çevrim sayısında bağlı olarak deşarj kapasite değişimi

3501 ve 3501/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri Şekil 6.76'dedir. 3501 ayırıcı içeren hücre 3501/B-xP ayırıcı içeren hücelere göre daha büyük bir yarımküre çapı sergilemektedir. 3501/B-xP kodlu hücrelerin yarımküre çapları sırasıyla 3501/B-6P, 3501/B-5P, 3501/B-1P, 3501/B-2P, 3501/B-4P ve 3501/B-3P küçülmektedir. En iyi şarj transfer olan hücre 3501/B-3P'dir, bu da elektrolit geçirgenliğinin ve arayüz iletkenliğinin iyileştiğini işaret etmektedir. BNNS iyonik iletkenliğinin ve ayırıcını kaplanmasında kullanılan miktarın etkili olduğunu işaretidir.



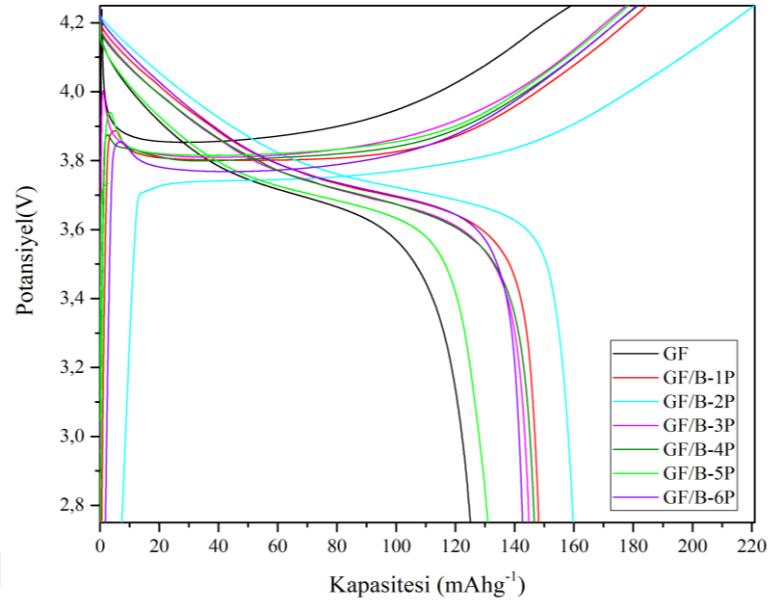
Şekil 6.76. 3501 ve 3501/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri

GF ve GF/B-xP ayırıcılar için oluşturulan hücrelerin hız performans testleri farklı C oranlarındaki (C/10, C/5, C/2, 1C, 2C) deşarj kapasiteleri ölçülmüştür. GF ve GF/B-xP hücrelerine ait deşarj kapasite grafikleri Şekil 6.77’te verilmiştir. GF ayırıcı içeren hücrede C/10 oranında deşarj kapasitesi yaklaşık 126 mAh g⁻¹ iken BNNS kaplı GF ayırıcıları içeren hücrelerin ise deşarj kapasiteleri daha yüksektir. Özellikle GF/B-2P kodlu hücrenin deşarj kapasitesi yaklaşık 159 mAh g⁻¹ ile en yüksek değere ulaşmıştır. Diğer GF/B-xP kodlu hücreler ise deşarj kapasiteleri 135-148 mAh g⁻¹ arasında değişmektedir. C oranları değiştirildiğinde (C/5, C/2, 1C ve 2C) tüm hücrelerde deşarj kapasitelerinde düşüşü göstermektedir. 2C oranında GF/B-2P ve GF/B-3P kodlu hücrelerin deşarj kapasiteleri yaklaşık 30 mAh g⁻¹’dir. Aynı C oranında GF/B-4P kodlu hücre ise 7 mAh g⁻¹’a kadar düşerek kaplamasız GF içeren hücrenin altında değer göstermiştir.



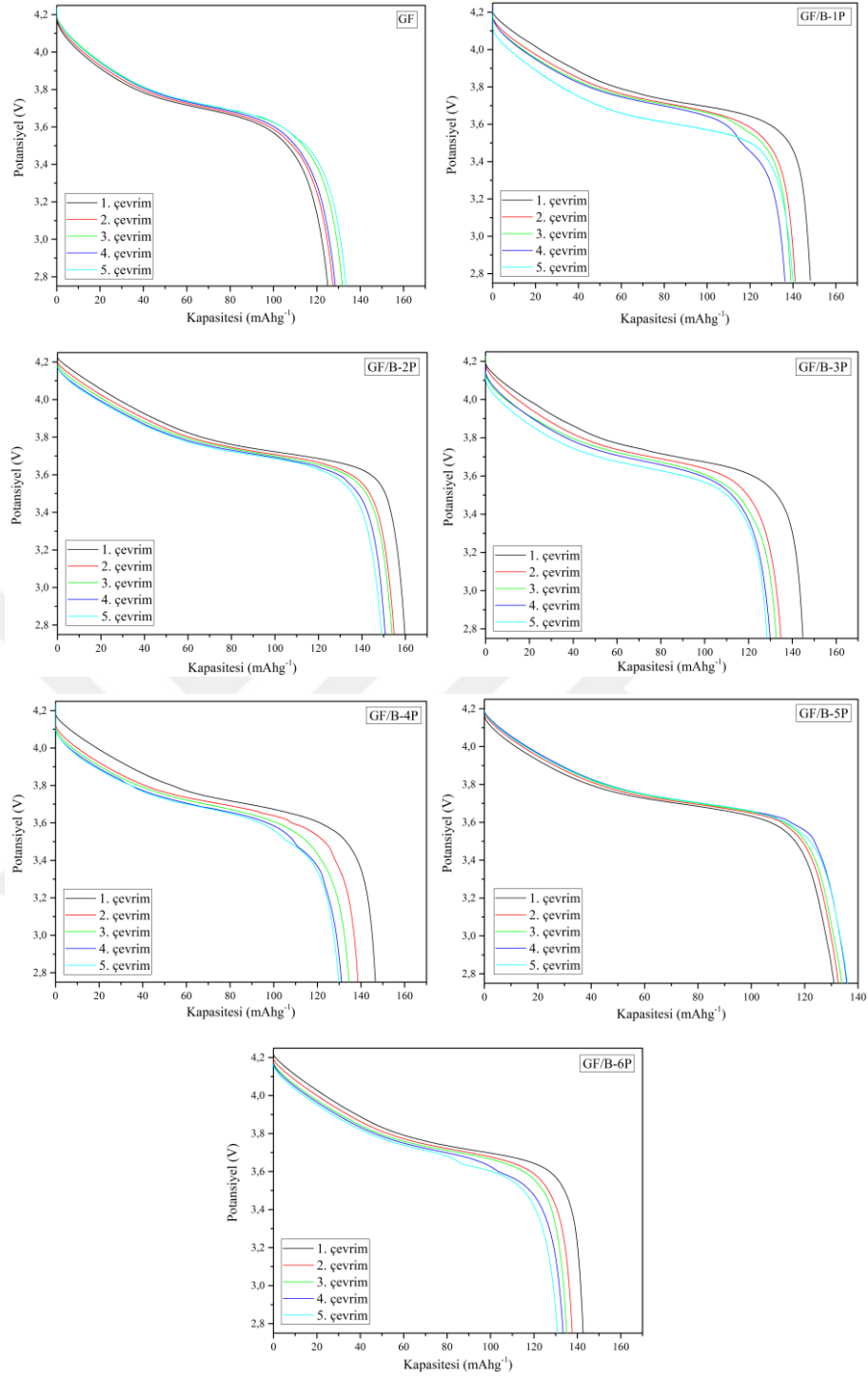
Şekil 6.77. GF ve GF/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10'den 2Cye kadar performans testleri

GF ve GF/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin şarj-deşarj performanslarını belirlemek amacıyla şarj-deşarj testleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.78'te GF ve GF/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında 1. çevrim için 2,75-4,25 V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri gösterilmektedir. Kaplamasız GF ilk şarj kapasitesi 159 mAhg^{-1} ve ilkdeşarj kapasitesi ise 126 mAhg^{-1} 'dir. GF/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin GF/B-1P, GF/B-2P, GF/B-3P, GF/B-4P, GF/B-5P ve GF/B-6P ilk şarj kapasiteleri sırasıyla 184 mAhg^{-1} , 220 mAhg^{-1} , 177 mAhg^{-1} , 181 mAhg^{-1} , 178 mAhg^{-1} ve 181 mAhg^{-1} ; ilkdeşarj kapasiteleri ise sırasıyla 148 mAhg^{-1} , 159 mAhg^{-1} , 147 mAhg^{-1} , 146 mAhg^{-1} , 135 mAhg^{-1} ve 142 mAhg^{-1} olarak ölçülmüştür.



Şekil 6.78. GF ve GF/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında ve 2,75-4,25V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri

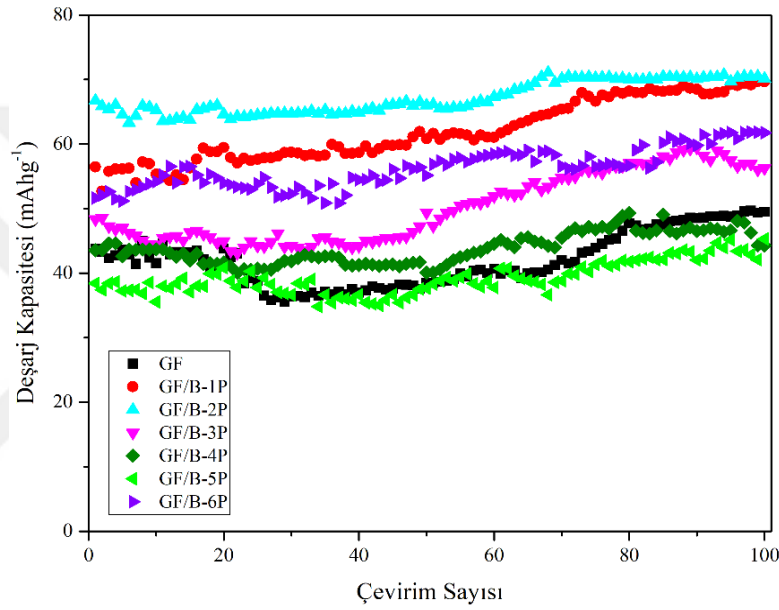
Şekil 6.79’te GF ve GF/B-xP kodlu hücrelerin C/10 oranında çevrim sayısının potansiyel kapasite değerlerini etkileri görülmektedir. 3,6 V’a kadar potansiyel düşerken kapasiteleri artmaktadır. 3,6V sonrası ise her çevrimde potansiyel hızlı düşmektedir, çevrim sayısı artışıyla kapasitenin değiştiği belirlenmiştir.



Şekil 6.79. GF ve GF/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında farklı deşarj çevrimlerindeki kapasite – potansiyel grafikleri

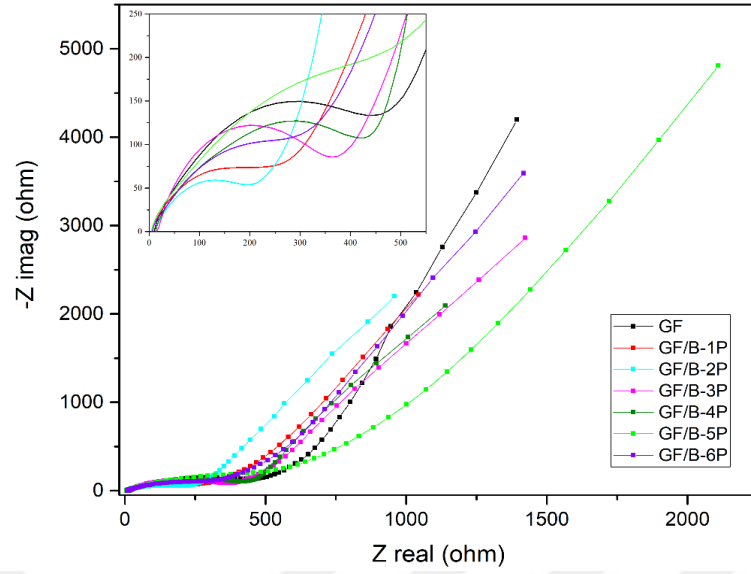
Kaplama işleminin ayırıcıların deşarj kapasitesi ve uzun süreli çevrimsel kararlılık üzerindeki etkileri, 1C oranında incelenmiştir. GF ve GF/B-xP ayırıcı içeren hücrelerin uzun süreli çevrimsel kararlılık performansları Şekil 6.80’te gösterilmiştir. GF ayırıcı

içeren hücre çevrim performansı incelendiğinde, GF kodlu hücre 100. çevrim sonunda başlangıç değerine göre %11,6'lık bir artış sergilediği gözlenmiştir. GF/B-1P kodlu hücre sürekli bir artış trendi göstermiş, 100. çevrimde %19,3'lük bir kapasite artışı sergilemiştir. Benzer şekilde, GF/B-2P kodlu hücre daha kararlı bir performans göstererek 100. çevrimde %7,7'lik artış kaydetmiştir. 100. çevrimde GF/B-3P kodlu hücre %15,6 ve GF/B-4P kodlu hücre %11,6'lık bir artış göstermiştir. GF/B-5P kodlu hücre 100. çevrimde bu artış %13,2'ye ulaşmıştır. GF/B-6P kodlu hücre ise 100. çevrimde %19,2'lik artış kaydetmiştir.



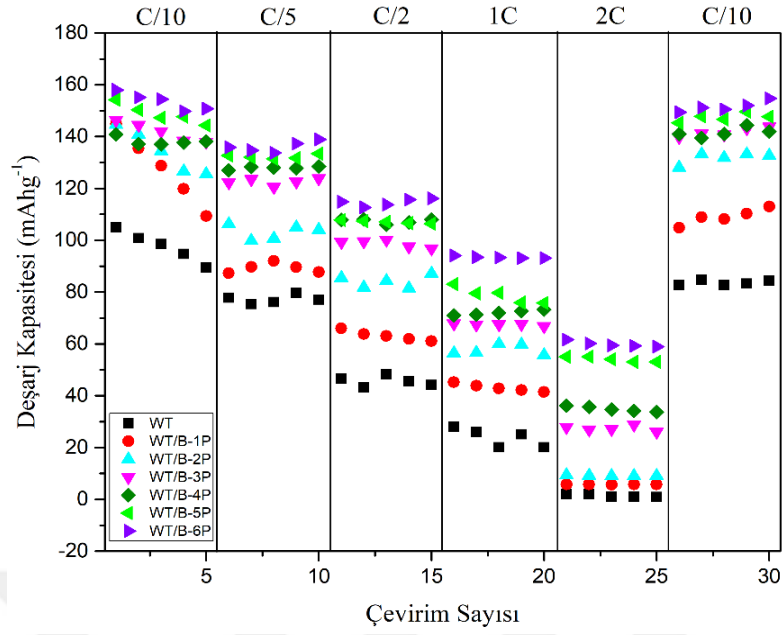
Şekil 6.80. GF ve GF/B-xP kodlu hücrelerin 1C oranında çevrim sayısında bağlı olarak deşarj kapasite değişimi

GF ve GF/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri Şekil 6.81'dedir. GF ayırıcı içeren hücre GF/B-xP ayırıcı içeren hücrelere göre daha büyük bir yarıçapı sergilemektedir. GF/B-xP kodlu hücrelerin yarıçapları sırasıyla GF/B-5P, GF/B-4P, GF/B-3P, GF/B-6P, GF/B-1P ve GF/B-2P küçülmektedir. En iyi şarj transfer olan hücre GF/B-2P bu da elektrolit geçirgenliğinin ve arayüz iletkenliğinin iyileştiğini işaret etmektedir. BNNS iyonik iletkenliğinin ve ayırıcıyı kaplanmasında kullanılan miktarın etkili olduğunu işaretidir.



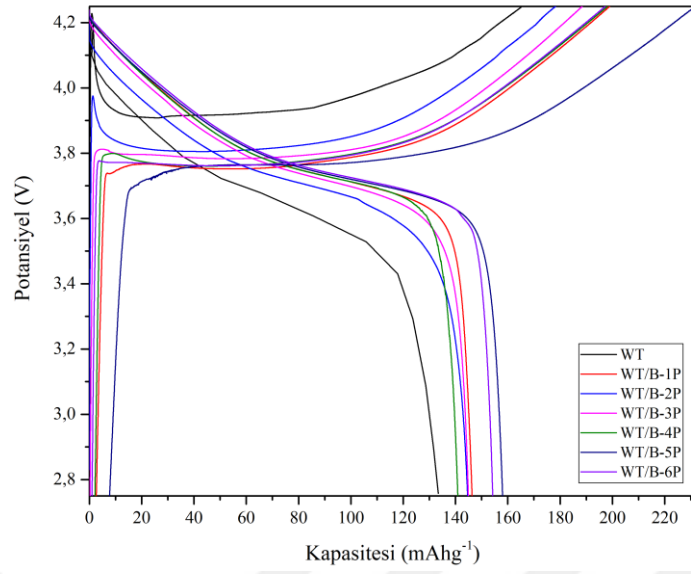
Şekil 6.81. GF ve GF/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri

WT ve WT/B-xP ayırıcılar için oluşturulan hücrelerin hız performans testleri farklı C oranlarındaki (C/10, C/5, C/2, 1C, 2C) deşarj kapasiteleri ölçülmüştür. WT ve WT/B-xP hücrelerine ait deşarj kapasite grafikleri Şekil 6.82’te verilmiştir. WT ayırıcı içeren hücrede C/10 oranında deşarj kapasitesi yaklaşık 105 mAh g⁻¹ iken BNNS kaplı WT ayırıcıları içeren hücrelerin ise deşarj kapasiteleri daha yüksektir. Özellikle WT/B-6P kodlu hücrenin deşarj kapasitesi yaklaşık 158 mAh g⁻¹ ile en yüksek değere ulaşmıştır. Diğer WT /B-xP kodlu hücreler ise deşarj kapasiteleri 140-154 mAh g⁻¹ arasında değişmektedir. C oranları değiştirildiğinde (C/5, C/2, 1C ve 2C) tüm hücrelerde deşarj kapasitelerinde düşüş göstermektedir. 2C oranında WT/B-6P ve WT/B-5P kodlu hücrelerin deşarj kapasiteleri yaklaşık 55-60 mAh g⁻¹’dir. Aynı C oranında WT/B-1P kodlu hücre ise 5 mAh g⁻¹’a kadar düşerek kaplamasız WT içeren hücrenin en yakın değerindedir.



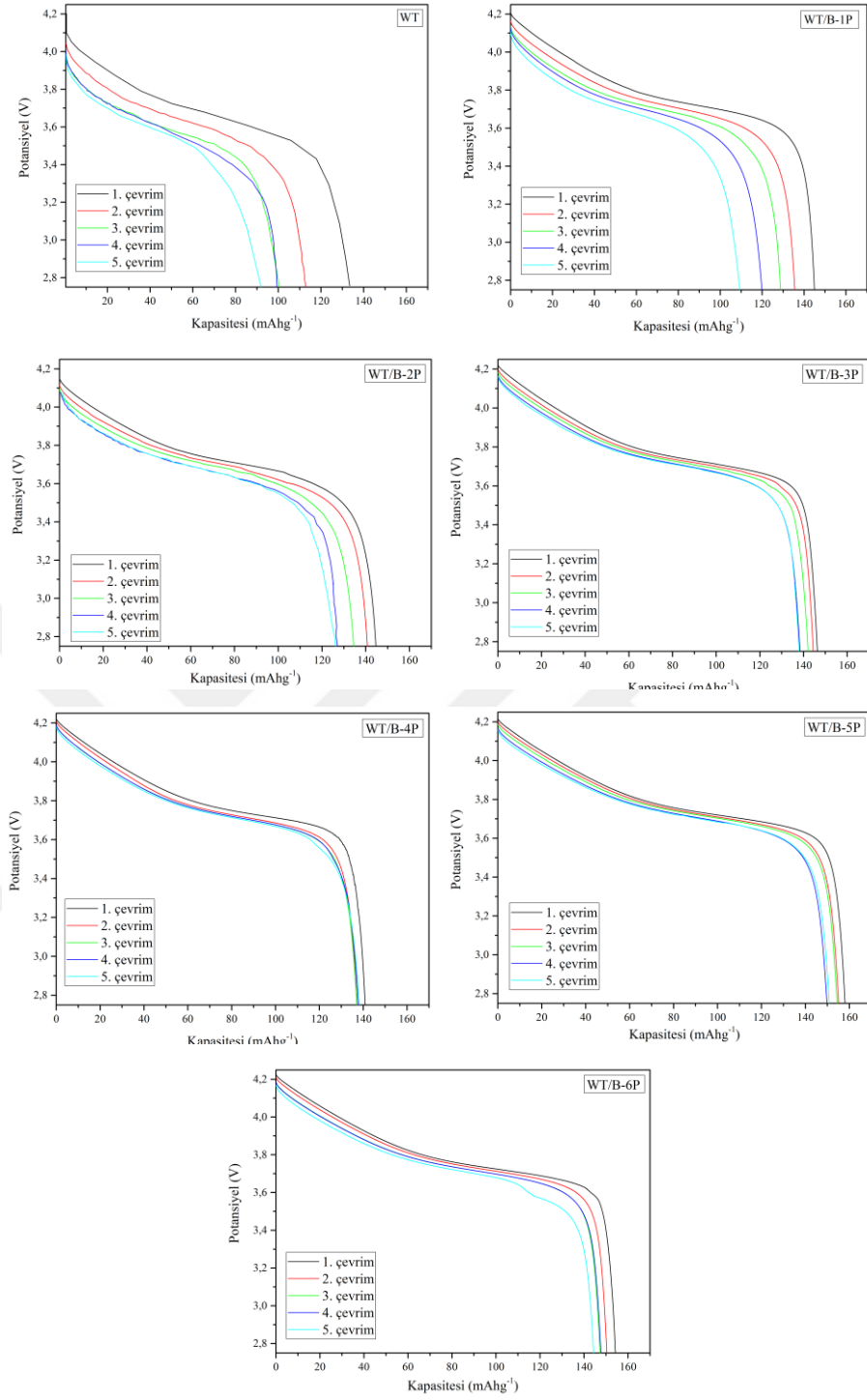
Şekil 6.82. WT ve WT/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10'den 2Cye kadar performans testleri

WT ve WT/B-xP ayırıcılar kullanılarak hazırlanan hücrelerin şarj-deşarj performanslarını belirlemek amacıyla şarj-deşarj testleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.83'te WT ve WT/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında 1. çevrim için 2,75-4,25 V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri gösterilmektedir. WT ilk şarj kapasitesi 165 mAh g^{-1} ve ilkdeşarj kapasitesi ise 105 mAh g^{-1} . WT/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin (WT/B-1P, WT/B-2P, WT/B-3P, WT/B-4P, 35WT01/B-5P ve WT/B-6P) ilk şarj kapasiteleri sırasıyla 198 mAh g^{-1} , 178 mAh g^{-1} , 188 mAh g^{-1} , 198 mAh g^{-1} , 231 mAh g^{-1} ve 197 mAh g^{-1} ; ilkdeşarj kapasiteleri ise sırasıyla 144 mAh g^{-1} , 144 mAh g^{-1} , 146 mAh g^{-1} , 140 mAh g^{-1} , 154 mAh g^{-1} ve 158 mAh g^{-1} olarak ölçülmüştür.



Şekil 6.83. WT ve WT/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında ve 2,75-4,25V aralığında elde edilen şarj/deşarj eğrileri

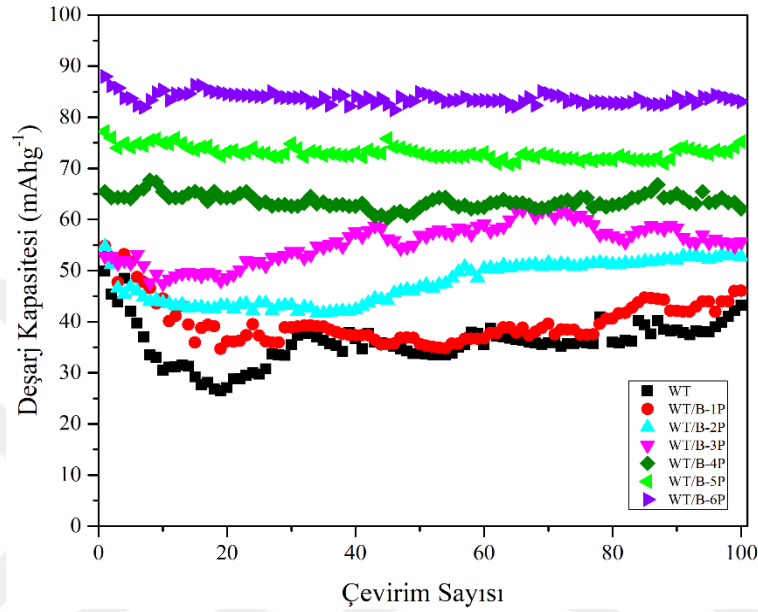
Şekil 6.84'te WT ve WT/B-xP kodlu hücrelerin C/10 oranında çevrim sayısının potansiyel kapasite değerlerini etkileri görülmektedir. 3,6 V'a kadar potansiyel düşerken kapasiteleri artmaktadır. 3,6V sonrası ise her çevrimde potansiyel hızlı düşmektedir, çevrim sayısı artışıyla kapasitenin değiştiği belirlenmiştir.



Şekil 6.84. WT ve WT/B-xP ayırıcıları kullanılarak hazırlanan hücrelerin C/10 oranında farklı deşarj çevrimlerindeki kapasite – potansiyel grafikleri

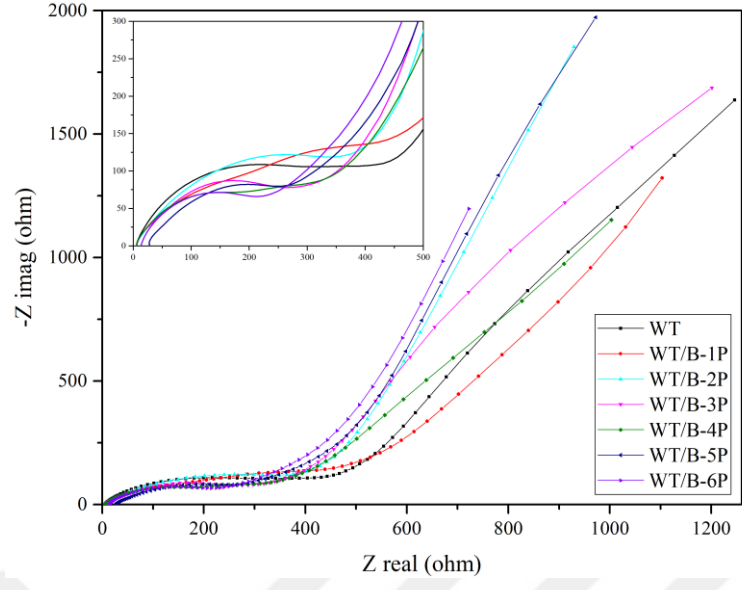
Kaplama işleminin ayırıcıların deşarj kapasitesi ve uzun süreli çevrimsel kararlılık üzerindeki etkileri, 1C oranında incelenmiştir. WT ve WT/B-xP ayırıcı içeren hücrelerin uzun süreli çevrimsel kararlılık performansları Şekil 6.85'te gösterilmiştir. WT kodlu

hücre en dramatik düşüşleri göstermiştir. 100. çevrim sonunda toplam kapasite %13,44'lık bir düşüşle sonuçlanmıştır. Toplam kapasite değişimi WT/B-1P kodlu hücrede %16,03, WT/B-2P kodlu hücrede %3,76, WT/B-3P kodlu hücrede %5,09, WT/B-4P kodlu hücrede %5,44 WT/B-5P kodlu hücrede %2,6 , WT/B-6P kodlu hücrede %5,89 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 6.85. WT ve WT/B-xP kodlu hücrelerin 1C oranında çevrim sayısında bağlı olarak deşarj kapasite değişimi

WT ve WT /B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri Şekil 6.86'dedir. WT ayırıcı içeren hücre WT/B-xP ayırıcı içeren hücrelere göre daha büyük bir yarım daire çapı sergilemektedir. WT/B-xP kodlu hücrelerin yarım daire çapları sırasıyla WT/B-1P, WT/B-2P, WT/B-4P, WT/B-3P, WT/B-5P ve WT/B-6P küçülmektedir. En iyi şarj transfer olan hücre WT/B-6P bu da elektrolit geçirgenliğinin ve arayüz iletkenliğinin iyileştiğine işaret etmektedir.



Şekil 6.86. WT ve WT/B-xP kodlu hücrelerin Nyquist grafikleri

7. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, lityum iyon pillerde kullanılan ayırıcıların özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla hekzagonal bor nitrür (hBN) kaplamanın etkisi kapsamlı olarak araştırılmıştır. hBN eksfoliasyonu için hem anyonik (SDS) hem de katyonik (CTAC) yüzey aktif maddeler kullanılarak farklı çözücülerle (su, izopropil alkol ve etanol) BNNS (Bor Nitrür Nano Sheet) içeren numuneler hazırlanmıştır. Eksfoliasyon işlemi ile hazırlanan numunelerin karakterizasyonu için FTIR, XRD, Zeta potansiyeli ve SEM analizleri yapılmıştır. hBN eksfoliasyon sonucunda yapılan FTIR analizlerinde, hBN ile aynı pikleri veren BNNS'nin karakteristik piklerinin ($1364\text{-}1378\text{ cm}^{-1}$ ve $766\text{-}782\text{ cm}^{-1}$) tüm örneklerde korunduğunu bulunmuştur. XRD sonuçları, eksfoliasyon işleminde surfaktan miktarının önemli olduğu, farklı çözücü sistemlerinin hBN'nin eksfoliasyonunu etkilediği ve BNNS kristal yapısının korunduğunu tespit edilmiştir. Zeta potansiyeli ölçümleri sonucunda, SDS ile hazırlanan numunelerin hepsinin zeta potansiyel değerleri -20mV 'dan daha negatif değerlerdedir. CTAC ile hazırlanan numunelerin zeta potansiyel değerleri $+20\text{mV}$ altındadır. Farklı çözücüler ve surfaktan miktarları numunelerin pH değerlerinin değişinde etkili olmuştur. BNNS içeren numunelerin 30 gün bekletilerek çökme davranışları incelendiğinde sadece I_25-1S kodlu numune çökmemiştir. SEM analizleri ise BNNS yapıların morfolojisini ortaya koymuştur. Surfaktan olarak farklı miktarlarda SDS ve CTAC ile çözücü olarak su, İPA ve etanol kullanılarak yapılan hBN eksfoliasyon işlemleri sonucunda I_25-1S kodlu numunede en stabil BNNS elde edildiği ve en iyi eksfoliasyon işlemi olduğuna karar verilmiştir.

En başarılı eksfoliasyon işlem koşullarında hazırlanan BNNS ile kaplama çözeltileri hazırlanarak dört farklı ticari ayırıcıya (Celgard 2400, Celgard 3501, Gelon cam fiber ve Whatman GF/D) uygulanmıştır. Kaplama çözeltisinde BNNS ve PVDF miktarları değiştirilerek altı farklı kaplama çözeltisi hazırlanmıştır. Kaplama işlemi sonrası ayırıcıların özellikleri incelenmiştir. Tüm ayırıcıların faz analizleri (XRD), FTIR analizleri, katlanma davranışı, temas açıları ölçümü, sıcaklığa karşı davranışları, mikroyapıları incelenmiş, kalınlık ve ağırlık değişimi ölçülmüştür. Tüm ayırıcılar tamamen kaplanabilmiştir ve kaplama dökülmesi veya kopması olmamıştır. Elektrolit ile yapılan temas açısı ölçümlerinde polimer ayırıcılarda temas açısında çok büyük düşüşler olurken cam elyaf ayırıcılarda temas açılarında biraz artış olmasına rağmen tam ıslatma durumu korunmuştur. PP ayırıcıda temas açısı 50° iken PP/B-xP ayırıcılarda temas açısının $0\text{-}18^\circ$ 'ye, 3501 ayırıcıda temas açısı $16,02^\circ$ iken 3501/B-xP ayırıcılarda temas

açısının 2,5-10,08°'ye düşmüştür. GF ayırıcıda temas açısı 0,84° iken GF/B-xP ayırıcılarda temas açısının 1,2-2,88°'ye ve WT ayırıcıda temas açısı 1,02° ölçülürken WT/B-xP ayırıcılarda temas açısının 1,9-4,29°'ye değiştiği kaydedilmiştir. Bu değişimler, kaplamanın elektrolit ıslanabilirliği üzerinde etkili olduğunu göstermektedir. Kaplama çözeltisinde bulunan BNNS miktarı azaldığında, temas açılarında bağlayıcı PVDF'in de etkisiyle artışlar ölçülmüştür. Tüm ayırıcıların elektrolit damlatma görüntülerinde ıslatma durumuna ait görüntü oluşurken su damlatma görüntülerinde su damlasının temas açısının 90°'nin üzerinde olduğu belirlenmiştir. PP ayırıcının %elektrolit alımının en düşük olduğu, 168 saatlik test süresinin sonunda sadece %100 civarında elektrolit alımı gösterdiği ölçülmüştür. Buna karşın, kaplama işlemi uygulandığında % elektrolit alımında artış olmuştur. PP/B-3P ve PP/B-4P kaplamalı numunelerde bu artış en üst seviyeye ulaşmış ve yaklaşık %1100'lük bir elektrolit alım elde etmişlerdir. PP malzemenin en düşük %elektrolit tutma değerini sergilediği ve 168 saat sonunda ancak %60 civarında elektrolit tutabildiği belirlenmiştir. Kaplama yapılan tüm numunelerde %elektrolit tutma değerleri artmış, özellikle PP/B-1P ve PP/B-2P numunelerinde %90-92 gibi yüksek bir tutma oranına ulaşılmıştır. Kaplama çözeltisinde bulunan BNNS ve PVDF oranlarının hem %elektrolit alım hem de % elektrolit tutma değeri üzerinde etkilidir. 3501 /B-xP katkılı tüm kaplamalı ayırıcılar 3501 ayırıcıya göre çok daha iyi performans sergilemişlerdir. % elektrolit almada 3501/B-2P 3501/B-3P ve 3501/B-4P en büyük değere ulaşmışlardır. Elektrolit alma kapasitesi B-3P'ye kadar artış göstermekte ve maksimum değere (%1200 civarı) ulaşmaktadır. Ancak 3501/B-3P'den sonra, kaplama içinde bulunan BNNS miktarının azalması PVDF miktarının artması elektrolit alma kapasitesinde belirgin bir düşüş göstermektedir. 3501 ayırıcı 160 saat sonunda sadece %50 civarında elektrolit tutma gösterirken 3501/B-1P'den 3501/B-4P'ye kadar kodlu ayırıcılar, ilk 20 saat içinde hızlı bir artışla %90 civarında elektrolit tutma oranına ulaşmakta ve bu seviyeyi korumaktalar. GF ve GF/BxP ile WT ve WT/B-xP ayırıcılar üzerinde gerçekleştirilen elektrolit alma ve elektrolit tutma testleri, malzemenin kararlı ve istikrarlı bir performans sergilediğini göstermiştir. Başlangıç aşamasında hızlı bir elektrolit alımı gösteren tüm cam elyaf ayırıcılar, 1dk gibi kısa bir sürede maksimum elektrolit alım kapasitesine ulaşmış ve sonraki süreçte bu seviyeyi kararlı bir şekilde korumayı başarmıştır. İlk 1dk yüksek bir elektrolit tutma oranına (%90) ulaşan cam elyaf ayırıcılar, test süresinin sonuna kadar (168 saat) bu performansı sürdürmüştür. Isıl kararlılık testlerinde, kaplanmış ayırıcıların performansında belirgin iyileşmeler

gözlenmiştir. PP ayırıcı 125°C'de deforme olup 200°C'de erirken, kaplanmış ayırıcılar daha yüksek sıcaklıklara dayanabilmiştir. 3501 kodlu ayırıcı 150°C'de deformasyona uğrarken, kaplanmış ayırıcıların yapısal bütünlüğünü korumuştur. GF ve WT ayırıcıların hem kaplanmış hem kaplanmamış olanları 200°C'de boyutsal kararlılıklarını sürdürmüştür. Tüm ayırıcılar kaplandıklarında kalınlıkları ve ağırlıkları artmıştır.

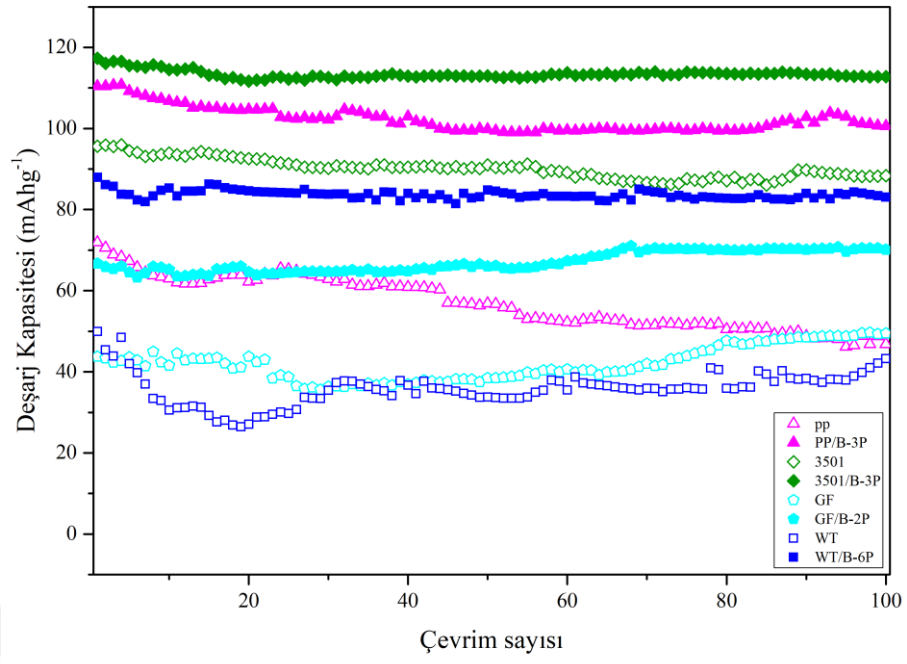
Elektrokimyasal analizler farklı ayırıcı malzemelerle, farklı kaplama oranlarının deşarj kapasitelerine etkisini incelemek amacıyla, her bir ayırıcı türü için farklı 7 hücre (CR2032 tip düğme pil) oluşturulmuştur. Tüm ayırıcılar için oluşturulan hücrelerin hız performans testleri farklı C oranlarında (C/10, C/5, C/2, 1C, 2C) deşarj kapasiteleri ölçülmüştür. PP ayırıcı içeren hücrede C/10 oranında deşarj kapasitesi yaklaşık 120 mAh g⁻¹ iken BNNS kaplı PP ayırıcılar içeren hücrelerin deşarj kapasiteleri daha yüksektir. PP/B-4P numunesi en yüksek başlangıç kapasitesini (160 mAh g⁻¹) göstermiştir. Yüksek şarj/deşarj oranında (2C) PP/B-4P numunesi 80 mAh g⁻¹ kapasite ölçülürken, kaplamasız PP ayırıcıda 50 mAh g⁻¹'a düşmüştür. 3501 ayırıcı içeren hücrede C/10 oranında deşarj kapasitesi yaklaşık 149 mAh g⁻¹ iken BNNS kaplı 3501 ayırıcıları içeren hücreleri ise deşarj kapasiteleri daha yüksektir. 3501/B-3P ve 3501/B-4P en iyi performansı sergilemiştir. GF ayırıcı içeren hücrede C/10 oranında deşarj kapasitesi yaklaşık 126 mAh g⁻¹ iken BNNS kaplı GF ayırıcıları içeren hücrelerin deşarj kapasiteleri daha yüksektir. GF/B-2P ayırıcı lı hücrenin deşarj kapasitesi yaklaşık 159 mAh g⁻¹ ile en yüksek değere ulaşmıştır. Diğer GF/B-xP kodlu hücreler ise deşarj kapasiteleri 135-148 mAh g⁻¹ arasında değişmektedir. WT ayırıcı içeren hücrede C/10 oranında deşarj kapasitesi yaklaşık 105 mAh g⁻¹ iken BNNS kaplı WT ayırıcıları içeren hücrelerin ise deşarj kapasiteleri daha yüksektir. Özellikle WT/B-6P kodlu hücrenin deşarj kapasitesi yaklaşık 158 mAh g⁻¹ ile en yüksek değere ulaşmıştır. Diğer WT /B-xP kodlu hücreler ise deşarj kapasiteleri 140-154 mAh g⁻¹ arasında değişmektedir.

Kaplama işleminin ayırıcıların deşarj kapasitesi ve uzun süreli çevrimsel kararlılık üzerindeki etkileri, 1C oranında incelenmiştir. Çevrim performansı açısından, PP malzeme ilk 25 çevrimde %11,4, 50. çevrimde %21,4 ve 100. çevrim sonunda %35,7 kapasite kaybı gösterirken, PP/B-3P numunesi çok daha stabil performans sergilemiş ve 100. çevrimde sadece %7,3 kapasite kaybı yaşanmıştır. 3501 kodlu hücre 100. çevrim sonunda toplam kapasite kaybı %8,4 olarak gerçekleşmiştir. 3501/B-4P en kararlı performansı göstererek 50. çevrime kadar sadece %1,8 kayıp yaşamış ve 100. çevrim

sonunda toplam kayıp %2,7'de kalmıştır. GF ve GF/B-xP ayırıcı içeren hücrelerin uzun süreli çevrimsel kararlılık performansları incelendiğinde, tüm hücreler 100. çevrim sonunda başlangıç değerine göre artış sergilediği gözlenmiştir. WT kodlu hücre en dramatik düşüşleri göstermiştir. 100. çevrim sonunda toplam kapasite %13,44'luk bir düşüşle sonuçlanmıştır. Toplam kapasite değişimi WT/B-1P kodlu hücrede %16,03, WT/B-2P kodlu hücrede %3,76, WT/B-3P kodlu hücrede %5,09, WT/B-4P kodlu hücrede %5,44 WT/B-5P kodlu hücrede %2,6, WT/B-6P kodlu hücrede %5,89 olarak hesaplanmıştır. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) analizleri, kaplamanın hücre direncini düşürdüğünü ve iyon iletimini iyileştirdiğini göstermiştir.

Şekil 7.1'de farklı başlangıç kapasitesine sahip ayırıcılar arasında çevrimler boyunca gösterilen performans analiz edilmiştir. PP, başlangıçta 71,92 mAh g⁻¹ kapasiteye sahipken çevrimler boyunca kapasite düşüşü sergilemiştir. Buna karşılık, PP/B-3P, başlangıç kapasitesinin daha yüksek 110,41 mAh g⁻¹ olduğu ve çevrimler boyunca kapasitesini daha iyi koruduğu görülmektedir. Başlangıç en yüksek kapasitesi olan 3501/B-3P 112,73 mAh g⁻¹ olduğunu, en yüksek performansı göstermektedir. 3501, başlangıç kapasitesi 95,66 mAh g⁻¹ iken 100 çevrim sonrası kapasitesini sabit kalmıştır. 3501/B-3P ise benzer başlangıç kapasitesine sahip olup çevrimler boyunca daha stabil bir performans ve daha yüksek kapasite sergilemiştir. GF, başlangıç kapasitesi 43,76 mAh g⁻¹ GF/B-2P'nin ise başlangıç kapasitesi 66,74 mAh g⁻¹'dir. Çevrim boyunca sabit performans göstermiştir. WT, başlangıç kapasitesi 49,94 mAh g⁻¹ olması ve çevrimler boyunca yüksek bir kapasite kaybı yaşamasıyla zayıf bir performans göstermiştir. WT/B-6P başlangıç kapasitesine 87,98 mAh g⁻¹ olup diğer kaplanmış ayırıcı içeren hücrelere göre daha düşük başlangıç kapasitesine sahip olmasına rağmen çevrimler boyunca stabil bir performans sergilemiştir. Genel olarak, kaplamalı ayırıcıları içeren hücrelerde çevrim ömrü ve kapasite artışı etkisi açıkça görülmektedir. Kaplanmış ayırıcının pil performansı üzerinde olumlu bir etkisi vardır.

Sonuç olarak, nano hBN kaplama işlemi ayırıcıların elektrolit ıslanabilirliği, ısı kararlılık ve elektrokimyasal performans gibi kritik özelliklerinde önemli iyileşmeler sağlamıştır. Bu gelişmeler, özellikle yüksek sıcaklık ve yüksek güç gerektiren uygulamalarda lityum iyon pillerin güvenliği ve performansı açısından umut verici sonuçlar ortaya koymuştur. Çalışma, gelecekte daha güvenli ve yüksek performanslı lityum iyon pillerin geliştirilmesi için önemli bir temel oluşturmuştur.



Şekil 7.1. Çalışmanın en iyi kaplamalı ve kaplamasız ayırıcıların 1C de 100 çevrim boyunca çevrim sayısına karşı deşarj kapasitesi grafiği

KAYNAKÇA

- [1] <https://www.worldometers.info/world-population/> *World Meters*. (Eriřim Tarihi: 15.02.2025)
- [2] <https://data.tuik.gov.tr/Bulten/Index?p=Dunya-Nufus-Gunu-2024-53680> *Türkiye İstatistik Kurumu*. (Eriřim Tarihi: 15.02.2025)
- [3] Larcher, D., and Tarascon, J. M. (2015). Towards greener and more sustainable batteries for electrical energy storage. *Nature Chemistry*, 7 (1), 19–29.
- [4] Herzog, A. V., Lipman, T. E., and Kammen, D. M. (2001). *Renewable energy sources*. Encyclopedia of Life Support Systems (EOLSS) Forerunner.
- [5] Kaya, K. ve Koç, E. (2015). Enerji kaynakları yenilenebilir enerji durumu. *Mühendis ve Makine*, 56 (668), 36–47.
- [6] Arı, F. (2023). Başlıca enerji kaynakları ve çevresel etkilerinin değeriendirilmesi. *Dicle Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi*, 13 (26), 697–718.
- [7] Devaraj, T., Mani, Y., Aathika, S., Palaniyandi, S., Gurunathan, B., Subramanian, S. (2022). Biogas production potential in India, the latest biogas upgradation techniques and future application in a fuel cell. B. Gurunathan R. Sahadevan Z. A. Zakaria (Editors) *In Biofuels and Bioenergy* (215-231). Elsevier.
- [8] Shahbaz, M., Topcu, B. A., Sarıgöl, S. S., Vo, X. V. (2021). The effect of financial development on renewable energy demand: The case of developing countries. *Renewable Energy*. 178, 1370–1380.
- [9] Goldemberg, J. (2006). The promise of clean energy. *Energy Policy*, 34 (15), 2185–2190.
- [10] Dunn, B., Kamath, H., and Tarascon, J. M. (2011). Electrical energy storage for the grid: A battery of choices. *Science*, 334 (6058), 928–935.
- [11] Freris, L., and Infield, D. (2008). *Renewable energy in power systems*. New Jersey: wiley.
- [12] Bodansky, D. (2007). *Nuclear energy: principles, practices, and prospects*. New York: Springer.
- [13] Preston, B. L., and Jones, R. N. (2006). *Climate change impacts on australia and the benefits of early action to reduce global greenhouse gas emissions*. Canberra: CSIRO Commonwealth Scientific and Industrial Research.
- [14] Kumar, A., Nagar, S., and Anand, S. (2021). Climate change and existential threats. S. Singh, P. Singh, and S. Rangabhashiyam (Editors), *In Global Climate Change* (1–31). Elsevier.

- [15] Diouf, B., and Pode, R. (2015). Potential of lithium-ion batteries in renewable energy. *Renewable Energy*, 76, 375–380.
- [16] <https://www.iea.org/reports/co2-emissions-in-2023> IEA. (Eriřim Tarihi: 15.02.2025)
- [17] Akin, G. (2006). Kresel ısınma, nedenleri ve sonuçları. *Ankara niversitesi Dil ve Tarih-Coęrafya Fakltesi Dergisi*, 46 (2), 29–43.
- [18] Tutar, H., and Atas, M. (2022). A review on turkey’s renewable energy potential and its usage problems. *International Journal of Energy Economics and Policy*, 12 (4), 1–9.
- [19] <https://enerji.gov.tr/bilgi-merkezi-enerji> T.C. Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlıęı. (Eriřim Tarihi: 15.02.2025)
- [20] Armand, M., and Tarascon, J. M. (2010). Building better batteries. *Nature*, 451 (7179), 652–657.
- [21] Kozak, M. ve Kozak, ř. (2012). Enerji depolama yntemleri. *Uluslararası Teknolojik Bilimler Dergisi*, 4 (2), 17–29.
- [22] Amrouche, S. O., Rekioua, D., Rekioua, T., Bacha, S. (2016). Overview of energy storage in renewable energy systems. *International Journal of Hydrogen Energy*, 41 (45), 20914–20927.
- [23] Lankey, R. L., and Mcmichael, F. C. (2000). Life cycle methods for comparing primary and rechargeable batteries. *Environmental Science and Technology*, 34 (11), 2299–2304.
- [24] Bradbury, K. (2010). Energy storage technology review. *Duke University*. 1-34.
- [25] Goodenough, J. B. (2014). Electrochemical energy storage in a sustainable modern society. *Energy and Environmental Science*, 7 (1), 14–18.
- [26] Lu, L., Han, X., Li, J., Hua, J., Ouyang, M. (2013). A review on the key issues for lithium-ion battery management in electric vehicles. *Journal of Power Sources*, 226, 272–288.
- [27] Pampal, E. S., Stojanovska, E., Simon, B., Kilic, A. (2015). A review of nanofibrous structures in lithium ion batteries. *Journal of Power Sources*, 300, 199–215.
- [28] Xu, J., Huang, Z., Zhou, H., He, G., Zhao, Y., Li, H. (2024). Holistic optimization strategies for advanced aqueous zinc iodine batteries. *Energy Storage Materials*, 72, 103596.
- [29] Choi, J. W., and Aurbach, D. (2016). Promise and reality of post lithium-ion batteries with high energy densities. *Nature Reviews Materials*, 1 (4), 1-16.

- [30] Thackeray, M. M., Wolverton, C., and Isaacs, E. D. (2010). Electrical energy storage for transportation—approaching the limits of, and going beyond, lithium-ion batteries. *Energy & Environmental Science*, 5 (7), 7854.
- [31] Yang, P., and Tarascon, J. M. (2012). Towards systems materials engineering. *Nature Materials*, 11 (7), 560–563.
- [32] Etxandi-Santolaya, M., Casals, L. C., Corchero, C. (2024). Extending the electric vehicle battery first life: performance beyond the current end of life threshold. *Heliyon*, 10 (4).
- [33] Niri, A. J., Poelzer, G. A., Zhang, S. E., Rosenkranz, J., Pettersson, M., Ghorbani, Y. (2024). Sustainability challenges throughout the electric vehicle battery value chain. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 191, 114176.
- [34] Chang, H., Wu, Y.R., Han, X., and Yi, T.F. (2022). Recent developments in advanced anode materials for lithium ion batteries. *Energy Materials*, 1 (1), 100003.
- [35] Marie, J. J. (2024). Batteries in stationary energy storage applications. *Faraday Insights*, 21, 1–18.
- [36] Swain, B. (2017). Recovery and recycling of lithium: a review. *Separation and Purification Technology*, 172, 388–403.
- [37] Rahman, M. M., Mateti, S., Cai, Q., Sultana, I., Fan, Y., Wang, X., Hou, C., Chen, Y. (2019). High temperature and high rate lithium-ion batteries with boron nitride nanotubes coated polypropylene separators. *Energy Storage Materials*, 19, 352–359.
- [38] Polat, D., ve Keleş, Ö. (2012). *Lityum iyon pil teknolojisi*. Türk Mühendis ve Mimarlar Odalar Birliği Metalurji Mühendisleri Odası.
- [39] Waqas, M., Ali, S., Chen, D., Boateng, B., Han, Y., Zhang, M., Han, J., Goodenough, J. B., He, W. (2019). A robust bi-layer separator with lewis acid-base interaction for high-rate capacity lithium-ion batteries. *Composites Part B Engineering*, 177, 107448.
- [40] Li, M., Lu, J., Chen, Z., Amine, K. (2018). 30 years of lithium-ion batteries. *Advanced Materials*, 30 (33), 1800561.
- [41] Tang, W., Zhao, T., Wang, K., Yu, T., Lv, R., Li, L., Wu, F., Chen, R. (2024). Dendrite free lithium metal batteries enabled by coordination chemistry in polymer-ceramic modified separators. *Advanced Functional Materials*. 34 (18).
- [42] Yuan, B., Feng, Y., Qiu, X., He, Y., Dong, L., Zhong, S., Liu, J., Liang, Y., Liu, Y., Xie, H., Liu, Z., Han, J., He, W. (2024). A Safe separator with heat-dispersing channels for high rate lithium ion batteries. *Advanced Functional Materials*, 34, 2308929.

- [43] Feng, Y., Zhou, L., Ma, H., Wu, Z., Zhao, Q., Li, H., Zhang, K., Chen, J. (2022). Challenges and advances in wide-temperature rechargeable lithium batteries. *Energy and Environmental Science*, 15, 1711-1759.
- [44] Chen, X., Shen, W., Vo, T. T., Cao, Z., Kapoor, A. (2012). An overview of lithium-ion batteries for electric vehicles. *10th International Power and Energy Conference, IPEC 2012*. 230–235.
- [45] Engün, S. (2021). *Farklı prosesler ve malzemeler kullanılarak lityum iyon piller için katot malzemesi üretimi*. Doktora Tezi. Eskişehir: Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü.
- [46] <https://www.power-sonic.com/category/blog/> Biologic. (Erişim Tarihi: 15.02.2025)
- [47] <https://www.havensis.com.tr/blog/detay/lityumpilsarjmetodu> Havensis. (Erişim Tarihi: 15.02.2025)
- [48] Linden, D., and Reddy, T. B. (2011). *Handbook of batteries*. (3) Columbus: McGraw-Hill Education.
- [49] <https://www.power-sonic.com/blog/what-is-a-battery-c-rating/> Power Sonic. (Erişim Tarihi: 15.02.2025)
- [50] Xu, B., Diao, W., Wen, G., Choe, S. Y., Kim, J., Pecht, M. (2021). Decoupling the thermal and non-thermal effects of discharge C-rate on the capacity fade of lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 510, 230390.
- [51] Liu, C., Neale, Z. G., and Cao, G. (2016). Understanding electrochemical potentials of cathode materials in rechargeable batteries. *Materials Today*, 19 (2), 109–123.
- [52] Waqas, M., Ali, S., Feng, C., Chen, D., Han, J. (2019). Recent development in separators for high temperature lithium ion batteries. *Small*, 15 (33), 1901689.
- [53] Wu, Y., Shuang, W., Wang, Y., Chen, F., Tang, S., Wu, X., Bai, Z., Yang, L., Zhang, J. (2024). Recent progress in sodium-ion batteries: advanced materials, reaction mechanisms and energy applications. *Electrochemical Energy Reviews*, 7 (1).
- [54] Karahan, B. D. (2016). *Engineering M-Si (M: Ag, Cu) Thin films as negative electrodes for lithium ion batteries*. Ph.D. Thesis. İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü
- [55] Barcellona, S., Codecasa, L., Colnago, S., Piegari, L. (2024). Open circuit voltage variation in LiCoO₂ battery cycled in different states of charge regions. *Energies*, 17(10), 1–17.

- [56] Aydın, H., Çelik, S. Ü., and Bozkurt, A. (2017). Electrolyte loaded hexagonal boron nitride polyacrylonitrile nanofibers for lithium ion battery. *Solid State Ionics*, 309, 71–76.
- [57] Patassa, S. (2020). *Design, production and testing of innovative key components of HEV BEV powertrains*. Doctoral Thesis. *Bologna Üniversitesi*.
- [58] <https://batteryuniversity.com/article/bu-205-types-of-lithium-ion> Battery University. (Erişim Tarihi: 15.02.2025)
- [59] Nitta, N., Wu, F., Lee, J. T. Yushin, G. (2015). Li-ion battery materials: present and future. *Material Today*, 18 (5), 252–264.
- [60] Nazer, N. S., Yartys, V. A., Azib, T., Latroche, M., Cuevas, F., Forseth, S., Vie, P. J. S., Denys, R. V., Sørby, M. H., Hauback, B. C., Arnberg, L., Henry, P. F. (2016). In operando neutron diffraction study of a commercial graphite (Ni, Mn, Co) oxide-based multi-component lithium ion battery. *Journal of Power Sources*, 326, 93–103.
- [61] Zhang, T., Li, D., Tao, Z., Chenn, J. (2013). Understanding electrode materials of rechargeable lithium batteries via DFT calculations. *Progress in Natural Science: Materials International*, 23 (3), 256–272.
- [62] Dimitrios, G. (2017). *Techno economical feasibility study on the retrofit of mid size ro pax into hybrid ones battery thermal and energy behavior prediction*. Diploma Thesis. Athens: National Technical University of Athens School.
- [63] Wang, G., Bi, Z., Zhang, A., Das, P., Lin, H., Wu, Z. (2024). High voltage and fast-charging lithium cobalt oxide cathodes: from key challenges and strategies to future perspectives. *Engineering*, 37, 105–127.
- [64] Manthiram, A., and Tsang, C. (1996). Electrode materials for rechargeable lithium batteries. *Anales Des La Asociacion Quimica Argentina*, 84 (3), 265–270.
- [65] Tesfamhret, Y., Liu, H., Chai, Z., Berg, E., Younesi, R. (2021). On the manganese dissolution process from LiMn₂O₄ cathode materials. *Chemistry Europe*, 8 (8), 1516–1523.
- [66] Li, Q., Zhang, J., Gong, C., Guo, J., Yu, L., Zhang, J. (2019). Spinel LiMn₂O₄ cathode materials for lithium storage: The regulation of exposed facets and surface coating. *Ceramics International*, 45 (10), 13198–13202.
- [67] Lee, S., Oshima, Y., Hosono, E., Zhou, H., Kim, K., Chang, H. M., Kanno, R., Takayanagi, K. (2015). Phase transitions in a LiMn₂O₄ nanowire battery observed by operando electron microscopy. *ACS Nano*, 9 (1), 626–632.
- [68] Wang, X.-L., An, K., Cai, L., Feng, Z., Nagler, S. E., Daniel, C., Rhodes, K. J., Stoica, A. D., Skorpenske, H. D., Liang, C., Zhang, W., Kim, J., Qi, Y., Harris, S.

- J. (2012). Visualizing the chemistry and structure dynamics in lithium-ion batteries by in-situ neutron diffraction. *Scientific Reports*, 2, 1–7.
- [69] Cao, D., Sun, X., Li, Y., Anderson, A., Lu, W., Zhu, H. (2022). Long cycling sulfide based all solid-state batteries enabled by electrochemo-mechanically stable electrodes. *Advanced Materials*, 34, 2200401.
- [70] Tatara, R., Yu, Y., Karayaylali, P., Chan, A. K., Zhang, Y., Jung, R., Maglia, F., Giordano, L., Shao-Horn, Y. (2019). Enhanced cycling performance of Ni rich positive electrodes (NMC) in li ion batteries by reducing electrolyte free solvent. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 11 (38), 34973–34988.
- [71] Chavan, S., Venkateswarlu, B., Salman, M., Liu, J., Pawar, P., Joo, S. W., Choi, G. S., Kim, S. C. (2024). Thermal management strategies for lithium-ion batteries in electric vehicles: Fundamentals, recent advances, thermal models, and cooling techniques. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 232, 125918.
- [72] Kim, Y. (2022). Origin of the different degradation mechanisms of LNCM and LNCA cathodes in Li-ion batteries. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 24 (5), 3429–3439.
- [73] Makimura, Y., Sasaki, T., Nonaka, T., Nishimura, Y. F., Uyama, T., Okuda, C., Itou, Y., Takeuchi, Y. (2016). Factors affecting cycling life of $\text{LiNi}_{0.8}\text{Co}_{0.15}\text{Al}_{0.05}\text{O}_2$ for lithium-ion batteries. *Journal of Materials Chemistry A*, 4 (21), 8350–8358.
- [74] Kurzweil, P., and Garche, J. (2017). Overview of batteries for future automobiles. J. Garche, E. Karden, P. T. Moseley, D. A. J. Rand (Editors), In *Lead-acid batteries for future automobiles* (27-96). Elsevier.
- [75] Versaci, D., Colombo, R., Montinaro, G., Buga, M., Felix, N. C., Evans, G., Bella, F., Amici, J., Francia, C., Bodoardo, S. (2024). Tailoring cathode materials: A comprehensive study on LNMO/LFP blending for next generation lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 613, 234955.
- [76] Marx, N., Croguennec, L., Carlier, D., Wattiaux, A., Cras, F. L., Suard, E., & Delmas, C. (2010). The structure of tavorite $\text{LiFePO}_4(\text{OH})$ from diffraction and GGA + U studies and its preliminary electrochemical characterization. *Dalton Transactions*, 39 (21), 5108.
- [77] Saravanan, K. (2011). *Synthesis of nano-structured materials and their applications in lithium ion batteries*. Doctorate Thesis. Chennai: National University Of Singapore.
- [78] Marthi, R., Asgar, H., Gadikota, G., Smith, Y. R. (2021). On the Structure and Lithium Adsorption Mechanism of Layered H_2TiO_3 . *ACS Applied Materials & Interfaces*, 13 (7), 8361–8369.

- [79] Nzereogu, P., Omah, A., Ezema, F., Iwuoha, E., Nwanya, A. (2022). Anode materials for lithium-ion batteries: A review. *Applied Surface Science Advances*, 9, 100233.
- [80] <https://malzemebilimi.net/tesla-bataryalarinin-bilesenleri-ve-sagladigi-faydalar.html> Malzeme Bilimi. (Erişim Tarihi: 15.02.2025)
- [81] Galiński, M., Lewandowski, A., and Stepniak, I. (2006). Ionic liquids as electrolytes. *Electrochimica Acta*, 51 (26), 5567–5580.
- [82] De Moraes, A. C. M., Hyun, W. J., Luu, N. S., Lim, J. M., Park, K. Y., Hersam, M. C. (2020). Phase inversion polymer composite separators based on hexagonal boron nitride nanosheets for high temperature lithium ion batteries. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 12 (7), 8107–8114.
- [83] Waqas, M., Ali, S., Lv, W., Chen, D., Boateng, B., He, W. (2019). High performance PE-BN / PVDF-HFP bilayer separator for lithium ion batteries. *Advanced Materials*, 1801330, 1–10.
- [84] Zhang, X., Sahraei, E., and Wang, K. (2016). Deformation and failure characteristics of four types of lithium-ion battery separators. *Journal of Power Sources*, 327, 693–701.
- [85] Demeuse, M. T. (2021). *Polymer-based separators for lithium-ion batteries: Production, processing, and properties*. Elsevier.
- [86] Kang, D., Lee, K., Ryu, H., Shin, S., Gorospe, A. E., Kang, S. H., Lee, W., Shin, W. H., Lee, D. (2024). Separator-driven synergistic suppression of Li dendrite for > 2600 cycles with simultaneous 10C rate capability. *Chemical Engineering Journal*, 483, 149378.
- [87] Okeke, O. N. (2024). *Flame propagation between battery cells: Effect of distance*. Master Thesis. Haugesund: Western Norway University of Applied Sciences.
- [88] Lingappan, N., Lee, W., Passerini, S., Pecht, M. (2023). A comprehensive review of separator membranes in lithium-ion batteries. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 187, 113726.
- [89] Joia, R., Modaqeq, T., and Mohammadi, M. H. (2024). Principles and requirements of Battery membranes: Ensuring efficiency and safety in energy storage. *European Journal of Theoretical and Applied Sciences*, 2 (2), 493–505.
- [90] Xiang, H., Chen, J., Li, Z., and Wang, H. (2011). An inorganic membrane as a separator for lithium ion battery. *Journal of Power Sources*, 196 (20), 8651–8655.
- [91] Rodriguez, J. R., Kim, P. J., Kim, K., Qi, Z., Wang, H., Pol, V. G. (2021). Engineered heat dissipation and current distribution boron nitride-graphene layer coated on polypropylene separator for high performance lithium metal battery. *Journal of Colloid and Interface Science*, 583, 362–370.

- [92] Choi, S. H., and Nho, Y. C. (1999). Introduction of carboxylic acid group to polypropylene fabric for battery separator. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 16 (4), 505–510.
- [93] Xu, R., Huang, H., Tian, Z., Xie, J., Lei, C. (2020). Effects of coated separator surface morphology on electrolyte interfacial wettability and corresponding li ion battery performance. *Polymers*, 12 (1), 117.
- [94] Deng, Q., Chuan, X., Zhao, Y., Liu, F., Huang, S., Wu, J. (2024b). Development of composite separators by coating hydrochloric acid-treated halloysite nanotubes on polypropylene separators for lithium-ion batteries. *RSC Advances*, 14 (24), 16912–16920.
- [95] Ye, W., Fan, Z., Zhou, X., Xue, Z. (2024b). Functionalized polypropylene separator coated with polyether/polyester blend for high-performance lithium metal batteries. *Energy Materials*, 4 (4).
- [96] Wang, S., Ajji, A., Guo, S., & Xiong, C. (2017). Preparation of Microporous Polypropylene/Titanium Dioxide Composite Membranes with Enhanced Electrolyte Uptake Capability via Melt Extruding and Stretching. *Polymers*, 9 (3), 110.
- [97] Cui, H. W., and Tang, X. (2014). Using polyurethane, ethylene vinyl acetate hotmelt, and nano hexagonal boron nitride particles to electrospin high surface adhesion polymer fibers. *Electronic Materials Letters*, 10 (1), 183–189.
- [98] Shi, J., Li, H., Fang, L., Liang, Z., Zhu, B. (2013). Improving the properties of HDPE based separators for lithium ion batteries by blending block with copolymer PE-b-PEG. *Chinese Journal of Polymer Science*, 31 (2), 309–317.
- [99] Chung, Y. S., Yoo, S. H., Kim, C. K. (2009). Enhancement of Meltdown Temperature of the Polyethylene Lithium-Ion Battery Separator via Surface Coating with Polymers Having High Thermal Resistance. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 48 (9), 4346–4351.
- [100] Hu, J., Xie, K., Liu, X., Guo, S., Shen, C., Liu, X., Li, X., Wang, J. gan, Wei, B. (2017). Dramatically enhanced ion conductivity of gel polymer electrolyte for supercapacitor via h-BN nanosheets doping. *Electrochimica Acta*, 227, 455–461.
- [101] Sousa, R. E., Nunes-Pereira, J., Costa, C. M., Silva, M. M., Lanceros-Méndez, S., Hassoun, J., Scrosati, B., Appetecchi, G. B. (2014). Influence of the porosity degree of poly(vinylidene fluoride-co-hexafluoropropylene) separators in the performance of Li-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 263, 29–36.
- [102] Pietri, T., Wiley, B. J., and Simonato, J. P. (2021). Boron nitride nanotubes for heat dissipation in polycaprolactone composites. *ACS Applied Nano Materials*, 4 (5), 4774–4780.

- [103] Jana, K. K., Lue, S. J., Huang, A., Soesanto, J. F., Tung, K. L. (2018). Separator membranes for high energy density batteries. *ChemBioEng Reviews*, 5 (6), 346–371.
- [104] Huang, X. (2010). Separator technologies for lithium-ion batteries. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 15 (4), 649–662.
- [105] Foreman, E., Zakri, W., Sanatimoghaddam, M. H., Modjtahedi, A., Pathak, S., Kashkooli, A. G., Garafolo, N. G., & Farhad, S. (2017). A review of inactive materials and components of flexible Lithium-Ion batteries. *Advanced Sustainable Systems*, 1 (11).
- [107] Xiang, Y., Li, J., Lei, J., Liu, D., Xie, Z., Qu, D., Li, K., Deng, T., Tang, H. (2016). Advanced Separators for lithium ion and lithium sulfur batteries: a review of recent progress. *Chemistry Europe*, 9 (21), 3023–3039.
- [108] Zhu, X., Jiang, X., Ai, X., Yang, H., Cao, Y. (2015). A Highly thermostable ceramic-grafted microporous polyethylene separator for safer lithium ion batteries. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 7 (43), 24119–24126.
- [109] Lagadec, M. F., Zahn, R., and Wood, V. (2019). Characterization and performance evaluation of lithium ion battery separators. *Nature Energy*, 4 (1), 16–25.
- [110] Yang, Pingting, Zhang, P., Shi, C., Chen, L., Dai, J., Zhao, J. (2015). The functional separator coated with core-shell structured silica-poly (methyl methacrylate) sub-microspheres for lithium-ion batteries. *Journal of Membrane Science*, 474, 148–155.
- [111] Orendorff, C. J., Lambert, T. N., Chavez, C. A., Bencomo, M., Fenton, K. R. (2013). Polyester separators for lithium-ion cells: improving thermal stability and abuse tolerance. *Advanced Energy Materials*, 3 (3), 314–320.
- [112] Yu, L., Miao, J., Jin, Y., Lin, J. Y. S. (2017). A comparative study on polypropylene separators coated with different inorganic materials for lithium-ion batteries. *Frontiers of Chemical Science and Engineering*, 11 (3), 346–352.
- [113] Gong, J., Shi, S., Cheng, S., Yang, K., Zheng, P., Xu, Y., Chai, J., Zheng, Y., Liu, Z., Xie, M. (2024). High-performance and safe lithium-ion battery with precise ultrathin Al₂O₃-coated polyethylene separator. *Applied Surface Science*, 659, 159918.
- [114] Jeong, H., Kim, J. H., Lee, S. (2010). A novel poly(vinylidene fluoride-hexafluoropropylene) poly(ethylene terephthalate) composite nonwoven separator with phase inversion-controlled microporous structure for a lithium-ion battery. *Journal of Materials Chemistry*, 20 (41), 9180–9186.
- [115] Lee, H., Alcoutlabi, M., Watson, J. V., Zhang, X. (2013). Electrospun nanofiber coated separator membranes for lithium ion rechargeable batteries. *Journal of Applied Polymer Science*, 129 (4), 1939–1951.

- [116] <https://www.celgard.com/> Celgard. (Eriřim Tarihi: 15.02.2025)
- [117] <https://www.celgard.com/product-data> Celgard. (Eriřim Tarihi: 15.02.2025)
- [118] Li, Z. H., Zhang, H. P., Zhang, P., Wu, Y. P., and Zhou, X. D. (2008). Macroporous nanocomposite polymer electrolyte for lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 184 (2), 562–565.
- [119] Wang, X.L., Cai, Q., Fan, L.Z., Hua, T., Lin, Y.H. (2008). Gel based composite polymer electrolytes with novel hierarchical mesoporous silica network for lithium batteries. *Electrochimica Acta*, 53 (27), 8001–8007.
- [120] Wang, X., Cai, Q., Fan, L., Hua, T., Lin, Y., Nan, C. (2008). Gel-based composite polymer electrolytes with novel hierarchical mesoporous silica network for lithium batteries. *Electrochimica Acta*, 53 (27), 8001–8007.
- [121] Zhang, S. S. (2007). A review on the separators of liquid electrolyte Li ion batteries. *Journal of Power Sources*, 164 (1), 351–364.
- [122] Costa, C. M., Silva, M. M., and Lanceros-Méndez, S. (2013). Battery separators based on vinylidene fluoride (VDF) polymers and copolymers for lithium ion battery applications. *RSC Advances*, 3 (29), 11404–11417.
- [123] Luo, W., Cheng, S., Wu, M., Zhang, X., Yang, D., & Rui, X. (2021). A review of advanced separators for rechargeable batteries. *Journal of Power Sources*, 509, 230372.
- [124] Lee, H., Yanilmaz, M., Toprakci, O., Fu, K., Zhang, X. (2014). A review of recent developments in membrane separators for rechargeable lithium-ion batteries. *Energy and Environmental Science*, 7 (12), 3857–3886.
- [125] Prasanna, K., and Lee, C. W. (2013). Physical, thermal, and electrochemical characterization of stretched polyethylene separators for application in lithium-ion batteries. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 17 (5), 1377–1382.
- [126] Yang, B., Wang, L., Zhang, M., Li, W., Zhou, Q., Zhong, L. (2021). Advanced separators based on aramid nanofiber (ANF) membranes for lithium-ion batteries a review of recent progress. *Journal of Materials Chemistry A*, 9 (22), 12923–12946.
- [127] Otomotiv Teknoloji Platformu. (2024). *2024 Elektrikli araçlarda lityum iyon batarya kitabı*. İstanbul: Otomotiv Teknoloji Platformu (OTEP).
- [128] Liu, F., and Chuan, X. (2021). Recent developments in natural mineral-based separators for lithium ion batteries. *RSC Advances*, 11 (27), 16633–16644.
- [129] Moon, J., Jeong, J. Y., Kim, J. I., Kim, S., Park, J. H. (2019). An ultrathin inorganic-organic hybrid layer on commercial polymer separators for advanced lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 416, 89–94.

- [130] Francis, C. F. J., Kyratzis, I. L., and Best, A. S. (2020). Lithium ion battery separators for ionic-liquid electrolytes: A Review. *Advanced Materials*, 32 (18), 1–22.
- [131] Nunes-Pereira, J., Lopes, A. C., Costa, C. M., Rodrigues, L. C., Silva, M. M., Lanceros-Méndez, S. (2013). Microporous membranes of NaY zeolite poly(vinylidene fluoride- trifluoroethylene) for Li-ion battery separators. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 689, 223–232.
- [132] Huang, W., Wang, P., Liao, X., Chen, Y., Borovilas, J., Jin, T., Li, A., Cheng, Q., Zhang, Y., Zhai, H., Chitu, A., Shan, Z., & Yang, Y. (2020). Mechanically-robust structural lithium-sulfur battery with high energy density. *Energy Storage Materials*, 33, 416–422.
- [133] Kim, P. J. H., Seo, J., Fu, K., Choi, J., Liu, Z., Kwon, J., Hu, L., Paik, U. (2017). Synergistic protective effect of a BN-carbon separator for highly stable lithium sulfur batteries. *NPG Asia Materials*, 9 (4), e375.
- [134] Kritzer, P. (2006). Nonwoven support material for improved separators in Li-polymer batteries. *Journal of Power Sources*, 161 (2), 1335–1340.
- [135] Yi, W., Huaiyu, Z., Jian, H., Yun, L., & Shushu, Z. (2008). Wet-laid non-woven fabric for separator of lithium-ion battery. *Journal of Power Sources*, 189 (1), 616–619.
- [136] Shi, J., Yao, Y., Xue, L., Li, K., Ning, J., Jiang, F., Huang, F. (2021). Application of magnetron sputtering to deposit a multicomponent separator with polysulfide chemisorption and electrode stabilization for high-performance lithium-sulfur batteries. *Surface and Coatings Technology*, 405, 126580.
- [137] Ding, Y., Jiang, Y., Zeng, C., Jin, H. (2024). Recent progress of advanced separators for Li-ion batteries. *Journal of Materials Science*, 59, 12154–12176.
- [138] Bhimanapati, G. R., Lin, Z., Meunier, V., Jung, Y., Cha, J., Das, S., Xiao, D., Son, Y., Strano, M. S., Cooper, V. R., Liang, L., Louie, S. G., Ringe, E., Zhou, W., Kim, S. S., Naik, R. R., Sumpter, B. G., Terrones, H., Xia, F., Wang, Y., Zhu, J., Akinwande, D., Alem, N., Schuller, J. A., Schaak, R. E., Terrones, M., Robinson, J. A. (2018). Recent advances in two dimensional materials beyond graphene. *ACS Nano*, 9 (12).
- [139] Roy, S., Zhang, X., Puthirath, A. B., Meiyazhagan, A., Bhattacharyya, S., Rahman, M. M., Babu, G., Susarla, S., Saju, S. K., Tran, M. K., Sassi, L. M., Saadi, M. A. S. R., Lai, J., Sahin, O., Sajadi, S. M., Dharmarajan, B., Salpekar, D., Chakingal, N., Baburaj, A., Shuai, X., Adumbumkulath, A., Miller, K. A., Gayle, J. M., Ajsztajn, A., Prasankumar, T., Harikrishnan, V. V. J., Ojha, V., Kannan, H., Khater, A. Z., Zhu, Z., Iyengar, S. A., Autreto, P. A. da Silva, Oliveira, E. F., Gao, G., Birdwell, A. G., Neupane, M. R., Ivanov, T. G., Taha-Tijerina, J., Yadav, R. M., Arepalli, S., Vajtai, R., Ajayan, P. M. (2021). Structure, properties and applications of two-dimensional hexagonal boron nitride. *Advanced Materials*, 33 (44), 1–48.

- [140] Xiang, H., Yang, J., Hou, J., Zhu, Q. (2003). First-principles study of small-radius single-walled BN nanotubes. *Physical Review. B, Condensed Matter*, 68 (3).
- [141] Chung, J., Yuan, Y., Mishra, T. P., Joseph, C., Canepa, P., Ranjan, P., Sadki, E. H. S., Gradečak, S., Garaj, S. (2024). Structure and exfoliation mechanism of two-dimensional boron nanosheets. *Nature Communications*, 15 (1).
- [142] Ma, F., Jiao, Y., Gao, G., Gu, Y., Bilic, A., Chen, Z., Du, A. (2016). Graphene-like two dimensional ionic boron with double dirac cones at ambient condition. *Nano Letters*, 16 (5), 3022–3028.
- [143] Wang, X., Zhi, C., Weng, Q., Bando, Y., Golberg, D. (2013). Boron Nitride Nanosheets: novel Syntheses and Applications in polymeric Composites. *Journal of Physics Conference Series*, 471, 012003.
- [144] Gautam, C., and Chelliah, S. (2021). Methods of hexagonal boron nitride exfoliation and its functionalization: Covalent and non-covalent approaches. *RSC Advances*, 11 (50), 31284–31327.
- [145] Bhimanapati, G. R., Glavin, N. R., Robinson, J. A. (2016). 2D Boron Nitride: Synthesis and Applications. F. Iacopi, J. J. Boeckl, C. Jagadish (Editors), In *Semiconductors and semimetals* (101–139). United States: Academic Press Inc.
- [146] Petrescu, M. (2004). Boron nitride theoretical hardness compared to carbon polymorphs. *Diamond and Related Materials*, 13 (10), 1848–1853.
- [147] Majety, S., Cao, X. K., Dahal, R., Pantha, B. N., Li, J., Lin, J. Y., Jiang, H. X. (2011). Semiconducting hexagonal boron nitride for deep ultraviolet photonics. *Proceedings of SPIE, the International Society for Optical Engineering/Proceedings of SPIE*, 8268, 82682R.
- [148] Marom, N., Bernstein, J., Garel, J., Tkatchenko, A., Joselevich, E., Kronik, L., Hod, O. (2010). Stacking and registry effects in layered materials: The case of hexagonal boron nitride. *Physical Review Letters*, 105 (4), 1–4.
- [149] Alem, N., Erni, R., Kisielowski, C., Rossell, M. D., Gannett, W., & Zettl, A. (2009). Atomically thin hexagonal boron nitride probed by ultrahigh-resolution transmission electron microscopy. *Physical Review B*, 80 (15), 155425.
- [150] Clere, T. M., and Labouré, S. M. (1989). Highly delaminated hexagonal boron nitride powders, process for making, and uses thereof. U.S. Patent, No: US6660241B2.
- [151] Aydın, H. (2018). Nanoyapılı hegzagonal bor nitrür üretimi ve karakterizasyonu. *Fırat Üniv. Müh. Bil. Dergisi*, 30 (2), 269–275.
- [152] Cheng, M., Ramasubramanian, A., Rasul, M. G., Jiang, Y., Yuan, Y., Foroozan, T., Deivanayagam, R., Saray, M. T., Rojaee, R., Song, B., Yurkiv, V. R., Pan, Y., Mashayek, F., Shahbazian-Yassar, R. (2020). Direct Ink Writing of Polymer

- Composite Electrolytes with Enhanced Thermal Conductivities. *Advanced Functional Materials*, 31 (4).
- [153] ÖZ, M. (2016). Hegzagonal bor nitrürün açık atmosferde termal davranışları. *Cumhuriyet Üniversitesi Fen Fakültesi*, 37 (1).
- [154] Guerra, V., Wan, C., McNally, T. (2019). Thermal conductivity of 2D nano-structured boron nitride (BN) and its composites with polymers. *Progress in Materials Science*, 100, 170–186.
- [155] Auwärter, W. (2019). Hexagonal boron nitride monolayers on metal supports: Versatile templates for atoms, molecules and nanostructures. *Surface Science Reports*, 74 (1), 1–95.
- [156] Wang, J., Ma, F., and Sun, M. (2017). Graphene, hexagonal boron nitride, and their heterostructures: properties and applications. *RSC Advances*, 7 (27), 16801–16822.
- [157] Safa, H. (2019). *Bor nitrür nanotabaka sentezi ve karakterizasyonu*. Yüksek Lisan Tezi. Mersin: Mersin Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Nanoteknoloji.
- [158] Yurdakul, A., Subaşı, Ç., Şener, E., Yurdakul, H. (2019). Hegzagonal bor nitrür nano levha (h-BNNS) katkılı termal macun. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 19, 79–88.
- [159] Smith McWilliams, A. D., Martínez-Jiménez, C., Matatyaho Ya’Akobi, A., Ginestra, C. J., Talmon, Y., Pasquali, M., Martí, A. A. (2021). Understanding the exfoliation and dispersion of hexagonal boron nitride nanosheets by surfactants: implications for antibacterial and thermally resistant coatings. *ACS Applied Nano Materials*, 4 (1), 142–151.
- [160] Lei, W., Mochalin, V. N., Liu, D., Qin, S., Gogotsi, Y., Chen, Y. (2015). Boron nitride colloidal solutions, ultralight aerogels and freestanding membranes through one step exfoliation and functionalization. *Nature Communications*, 6, 1–8.
- [161] Cai, Q., Scullion, D., Gan, W., Falin, A., Zhang, S., Watanabe, K., Taniguchi, T., Chen, Y., Santos, E. J. G., Li, L. H. (2019). High thermal conductivity of high-quality monolayer boron nitride and its thermal expansion. *Science Advances*, 5 (6), 1–9.
- [162] Weng, Q., Wang, X., Wang, X., Bando, Y., Golberg, D. (2016). Functionalized hexagonal boron nitride nanomaterials: Emerging properties and applications. *Chemical Society Reviews*, 45 (14), 3989–4012.
- [163] Ghosh, J., Mazumdar, S., Das, M., Ghatak, S., Basu, A. K. (2008). Microstructural characterization of amorphous and nanocrystalline boron nitride prepared by high-energy ball milling. *Materials Research Bulletin*, 43 (4), 1023–1031.

- [164] Li, L. H., Chen, Y., Cheng, B., Lin, M., Chou, S., & Peng, Y. (2012). Photoluminescence of boron nitride nanosheets exfoliated by ball milling. *Applied Physics Letters*, 100 (26).
- [165] Lee, D., Lee, B., Park, K. H., Ryu, H. J., Jeon, S., Hong, S. H. (2015). Scalable exfoliation process for highly soluble boron nitride nanoplatelets by hydroxide-assisted ball milling. *Nano Letters*, 15 (2), 1238–1244.
- [166] Chen, X., Dobson, J. F., Raston, C. L. (2012). Vortex fluidic exfoliation of graphite and boron nitride. *Chemical Communications*, 48 (31), 3703–3705.
- [167] Shen, J., He, Y., Wu, J., Gao, C., Keyshar, K., Zhang, X., Yang, Y., Ye, M., Vajtai, R., Lou, J., Ajayan, P. M. (2015). Liquid phase exfoliation of two-dimensional materials by directly probing and matching surface tension components. *Nano Letters*, 15 (8), 5449–5454.
- [168] Coleman, J. N., Lotya, M., O'Neill, A., Bergin, S. D., King, P. J., Khan, U., Young, K., Gaucher, A., De, S., Smith, R. J., Shvets, I. V., Arora, S. K., Stanton, G., Kim, H.-Y., Lee, K., Kim, G. T., Duesberg, G. S., Hallam, T., Boland, J. J., Nicolosi, V. (2011). Two dimensional nanosheets produced by liquid exfoliation of layered materials. *Science*, 331 (6017), 568–571.
- [169] Zhu, W., Gao, X., Li, Q., Li, H., Chao, Y., Li, M., Mahurin, S. M., Li, H., Zhu, H., Dai, S. (2016). Controlled gas exfoliation of boron nitride into few-layered nanosheets. *Angewandte Chemie*, 128 (36), 10924–10928.
- [170] Lin, Y., Williams, T. V., Xu, T.-B., Cao, W., Elsayed-Ali, H. E., Connell, J. W. (2011). Aqueous dispersions of few layered and monolayered hexagonal boron nitride nanosheets from sonication-assisted hydrolysis: critical role of water. *The Journal of Physical Chemistry C*, 115 (6), 2679–2685.
- [171] Li, X., Hao, X., Zhao, M., Wu, Y., Yang, J., Tian, Y., Qian, G. (2013). Exfoliation of hexagonal boron nitride by molten hydroxides. *Advanced Materials*, 25 (15), 2200–2204.
- [172] Anot, E. C., Tlapale, Y., Villanueva, M. S., Márquez, J. a. R. (2015). Non-covalent functionalization of hexagonal boron nitride nanosheets with guanine. *Journal of Molecular Modeling*, 21 (8).
- [173] Cui, Z., Oyer, A. J., Glover, A. J., Schniepp, H. C., Adamson, D. H. (2014). Large scale thermal exfoliation and functionalization of boron nitride. *Small*, 10 (12), 2352–2355.
- [174] Lee, G., Yu, Y., Cui, X., Petrone, N., Lee, C., Choi, M. S., Lee, D., Lee, C., Yoo, W. J., Watanabe, K., Taniguchi, T., Nuckolls, C., Kim, P., & Hone, J. (2013). Flexible and transparent MOS₂ Field-Effect transistors on hexagonal boron Nitride-Graphene heterostructures. *ACS Nano*, 7 (9), 7931–7936.

- [175] Roy, A. K., Park, B., Lee, K. S., Park, S. Y., In, I. (2014). Boron nitride nanosheets decorated with silver nanoparticles through mussel-inspired chemistry of dopamine. *Nanotechnology*, 25(44), 445603.
- [176] Lin, Y., Williams, T. V., and Connell, J. W. (2010). Soluble, exfoliated hexagonal boron nitride nanosheets. *Journal of Physical Chemistry Letters*, 1 (1), 277–283.
- [177] Wang, Y., Shi, Z., and Yin, J. (2011). Boron nitride nanosheets: large-scale exfoliation in methanesulfonic acid and their composites with polybenzimidazole. *Journal of Materials Chemistry*, 21 (30), 11371–11377.
- [178] Sharma, R. A. (1978). Boron nitride cloth separators in lithium iron-sulfide cells. *American Ceramic Society*, 57 (12), 1103–1108.
- [179] Angizi, S., Alem, S. a. A., Torabian, M., Khalaj, M., Golberg, D., Pakdel, A. (2024). Boron Nitride-Integrated Lithium Batteries: Exploring innovations in longevity and performance. *Energy & Environment Materials*, 7 (6), e12777.
- [180] Liu, J., Cao, D., Yao, H., Liu, D., Zhang, X., Zhang, Q., Chen, L., Wu, S., Sun, Y., He, D., Liu, J. (2022). Hexagonal Boron Nitride-Coated Polyimide Ion Track Etched Separator with Enhanced Thermal Conductivity and High-Temperature Stability for Lithium-Ion Batteries. *ACS Applied Energy Materials*, 5(7), 8639–8649.
- [181] Liu, Y., Qiao, Y., Zhang, Y., Yang, Z., Gao, T., Kirsch, D., Liu, B., Song, J., Yang, B., & Hu, L. (2017). 3D printed separator for the thermal management of high-performance Li metal anodes. *Energy Storage Materials*, 12, 197–203.
- [182] Hong, J., Jang, A., Park, W. B., Hou, B., Lee, J., Sohn, K., Cha, S., Lee, Y., Sohn, J. I. (2021). Thermodynamically and Physically Stable Dendrite-Free Li Interface with Layered Boron Nitride Separators. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 9 (11), 4185–4193.
- [183] Ingham, B., and Toney, M. F. (2014). X-ray diffraction for characterizing metallic films. K. Barmak ve K. Coffey, (Editors), In *Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications* (3-38). United Kingdom: Woodhead Publishing.
- [184] Wang, L., Bai, Y., Ma, Z., Ge, C., Guan, H., Zhang, X. (2021). Tribological performances of hexagonal boron nitride nanosheets via surface modification with silane coupling agent. *SN Applied Sciences*, 3 (368).
- [185] Ysiwata-Rivera, A. P., Hernández-Hernández, E., Cadenas-Pliego, G., Ávila-Orta, C. A., González-Morones, P., Jesús, J. a. V., Cuara-Díaz, E., Gallardo-Vega, C. A., Mata-Padilla, J. M. (2020). Effect of modified hexagonal boron nitride nanoparticles on the emulsion stability, viscosity and electrochemical behavior of nanostructured acrylic coatings for the corrosion protection of AISI 304 stainless steel. *Coatings*, 10 (5), 488.
- [186] Göncü Y. (2012). *Hekzagonal bor nitrür ürün özelliklerine öğütmenin etkisi*.

Yayımlanmış Doktora Tezi. Eskişehir: Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.

- [187] Thachnatharen, N., Khalid, M., Arulraj, A., Sridewi, N. (2021). Tribological performance of hexagonal boron nitride (hBN) as nano additives in military grade diesel engine oil. *Materials Today: Proceedings*, 50, 70–73.
- [188] Evcin, A., Ersoy, B., Uygunoğlu, T., Güneş, İ. (2018). Farklı mineral katkıların epoksi zemin kaplama malzemesinin ıslanmazlığına ve yüzey enerjisine etkisi. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 33 (2), 585–598.
- [189] Shang, H. M., Wang, Y., Takahashi, K., Cao, G. Z., Li, D., Xia, Y. N. (2005). Nanostructured superhydrophobic surfaces. *Journal of Materials Science*, 40 (13), 3587–3591.
- [190] Zhang, B., Wu, Q., Yu, H., Bulin, C., Sun, H., Li, R., Ge, X., Xing, R. (2017). High-efficient liquid exfoliation of boron nitride nanosheets using aqueous solution of alkanolamine. *Nanoscale Research Letters*, 12 (596).
- [191] Chen, Y., Wang, X., Yu, C., Ding, J., Deng, C., Zhu, H. (2019). Low temperature synthesis via molten salt method of r-BN nanoflakes, and their properties. *Scientific Reports*, 9 (1), 16338.
- [192] Yu, Z., Wang, X., Bian, H., Jiao, L., Wu, W., Dai, H. (2018). Enhancement of the heat conduction performance of boron nitride cellulosic fibre insulating composites. *Plos One*, 13 (7), 0200842.
- [193] Gao, X., and Chorover, J. (2010). Adsorption of sodium dodecyl sulfate (SDS) at ZnSe and α -Fe₂O₃ surfaces: combining infrared spectroscopy and batch uptake studies. *Journal of Colloid and Interface Science*, 348 (1), 167–176.
- [194] Saad, P., Flach, C. R., Walters, R. M., Mendelsohn, R. (2011). Infrared spectroscopic studies of sodium dodecyl sulphate permeation and interaction with stratum corneum lipids in skin. *International Journal of Cosmetic Science*, 34 (1), 36-43.
- [195] Liu, Yu, Zhong, Q., and Zhang, T. (2015). Preparation of cationic surfactant intercalated graphene oxide and quantitative determination of the interlamellar spacing. *Fullerenes Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 23 (3), 196–202.
- [196] Lee, S., Cho, H., Kim, H. J., Hong, J. W., Lee, Y. W. (2021). Shape and size controlled palladium nanocrystals and their electrocatalytic properties in the oxidation of ethanol. *Materials*, 14 (11), 1–7.
- [197] Kim, K. M., Woo, S. H., Lee, J. S., Park, H. S., Park, J., Min, B. R. (2015). Improved permeate flux of PVDF ultrafiltration membrane containing PVDF-g-PHEA synthesized via ATRP. *Applied Sciences*, 5 (4), 1992–2008.

- [198] Zeng, Z., Yu, D., He, Z., Liu, J., Xiao, F., Zhang, Y., Wang, R., Bhattacharyya, D., Tan, T. T. Y. (2016). Graphene oxide quantum dots covalently functionalized pvdf membrane with significantly enhanced bactericidal and antibiofouling performances. *Scientific Reports*, 6 (1), 20142.
- [199] Banik, S., Melanthota, S. K., Vannathan, A. A., Mahato, K. K., Mal, S. S., Mazumder, N. (2022). Spectroscopic methods for assessment of hand sanitizers. *Chemical Papers*, 76 (8), 4907–4918.
- [200] Fang, J., Zhang, L., Sutton, D., Wang, X., & Lin, T. (2012). Needleless Melt-Electrospinning of polypropylene nanofibres. *Journal of Nanomaterials*, 2012 (1).
- [201] Vipulanandan, C., and Guezo, Y. J. A. (2017). Effects of temperature and strain rate on the tensile behavior of polypropylene composites insulator coatings used in offshore deepwater pipelines. *Journal of Applied Polymer Science*, 134 (36), 45209.
- [202] Peltzer, M. A., and Simoneau, C. (2013). *Report of an interlaboratory comparison from the European Reference Laboratory for Food Contact: ILC002 2013 - Identification of polymeric materials*. Luxembourg: Publications Office of the European Union
- [203] Bonon, A. J., Weck, M., Bonfante, E. A., Coelho, P. G. (2016). Physicochemical characterization of three fiber reinforced epoxide based composites for dental applications. *Materials Science and Engineering C*, 69, 905–913.
- [204] Daham, A., Zegaoui, A., Gorar, A. a. K., Zhicheng, W., Wang, J., Tian, B., Pan, Z., Liu, W., Derradji, M. (2024). Investigating the synergistic effects of carbon and glass fibers on the mechanical and thermal properties of phenol containing phthalonitrile composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 142 (4), e56402.
- [205] Yamamoto, O. (2001). Crystalline turbostratic boron nitride powder and method for producing same. U.S. Patent, No: US6306358B1.
- [206] Das, M. K., Qin, J., Zhang, X., Li, R., Thueploy, A., Limpanart, S., Boonyongmaneerat, Y., Ma, M., Liu, R. (2017). Effect of sodium dodecyl sulphate and sodium bromide additives on Ni-W nanocoatings. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 17 (2), 1217–1224.
- [207] Abdullah, I. Y., Jumali, M. H. H., Yahaya, M., Shanshool, H. M. (2015). Facile formation of β poly (vinylidene fluoride) films using the short time annealing process. *Advances in Environmental Biology*, 9 (20), 20–27.
- [208] Ariyoshi, S., Hashimoto, S., Ohnishi, S., Negishi, S., Mikami, H., Hayashi, K., Tanaka, S., Hiroshiba, N. (2021). Broadband terahertz spectroscopy of cellulose nanofiber reinforced polypropylenes. *Materials Science and Engineering B*, 265, 115000.

- [209] Biswas, A., Xu, R., Christiansen-Salameh, J., Jeong, E., Alvarez, G. A., Li, C., Puthirath, A. B., Gao, B., Garg, A., Gray, T., Kannan, H., Zhang, X., Elkins, J., Pieshkov, T. S., Vajtai, R., Birdwell, A. G., Neupane, M. R., Pate, B. B., Ivanov, T., Ajayan, P. M. (2023). Phase stability of hexagonal cubic boron nitride nanocomposites. *ACS Publications*, 23 (15), 6927–6936.
- [210] Su, C., Janzen, E., He, M., Li, C., Zettl, A., Caldwell, J. D., Edgar, J. H., Aharonovich, I. (2024). Fundamentals and emerging optical applications of hexagonal boron nitride: a tutorial. *Advances in Optics and Photonics*, 16 (2), 229.
- [211] Harrison, H., Lamb, J. T., Nowlin, K. S., Guenther, A. J., Ghiassi, K. B., Kelkar, A. D., Alston, J. R. (2019). Quantification of hexagonal boron nitride impurities in boron nitride nanotubes via FTIR spectroscopy. *Nanoscale Advances*, 1 (5), 1693–1701.
- [212] Jiang, Y., Shi, X., Feng, Y., Li, S., Zhou, X., Xie, X. (2018). Enhanced thermal conductivity and ideal dielectric properties of epoxy composites containing polymer modified hexagonal boron nitride. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 107, 657–664.
- [213] Hafizah, M. a. E., Riyadi, A. F., Manaf, A., Andreas, N. (2019). Particle size reduction of polyaniline assisted by anionic emulsifier of sodium dodecyl sulphate (SDS) through emulsion polymerization. *IOP Conference Series Materials Science and Engineering*, 515, 012080.
- [214] Akay, A., Durukan, O., Tu, A., Ay, N. (2012). Hexagonal boron nitride filled polymer nanofibers producing and characterization via electrospinning technique. *Usak University Journal of Material Sciences*, 1, 35–41.
- [215] Vashista, M., and Paul, S. (2012). Correlation between full width at half maximum (FWHM) of XRD peak with residual stress on ground surfaces. *Philosophical Magazine*, 92 (33), 4194–4204.
- [216] Jalili, S., and Akhavan, M. (2009). A coarse-grained molecular dynamics simulation of a sodium dodecyl sulfate micelle in aqueous solution. *Colloids and Surfaces a Physicochemical and Engineering Aspects*, 352 (1–3), 99–102.
- [217] Omar, A., Ablajan, K., and Hamdulla, M. (2016). Cetyltrimethylammonium chloride (CTAC) catalyzed one-pot synthesis of novel coumarin-4 H -pyran conjugates in aqueous media. *Chinese Chemical Letters*, 28 (5), 976–980.
- [218] Wang, Z., and Larson, R. G. (2009). Molecular dynamics simulations of threadlike cetyltrimethylammonium chloride micelles: effects of sodium chloride and sodium salicylate salts. *The Journal of Physical Chemistry B*, 113 (42), 13697–13710.
- [219] Shafiullah, G. M., Oo, A. M. T., Ali, A. B. M. S., Wolfs, P. (2013). Potential challenges of integrating large-scale wind energy into the power grid-A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 20, 306–321.

- [220] Shahali, Z., Karbasi, S., Avadi, M. R., Semnani, D., Zargar, E. N., & HashemiBeni, B. (2017). Evaluation of structural, mechanical, and cellular behavior of electrospun poly-3-hydroxybutyrate scaffolds loaded with glucosamine sulfate to develop cartilage tissue engineering. *International Journal of Polymeric Materials*, 66 (12), 589–602.
- [221] Ali, S., Tan, C., Waqas, M., Lv, W., Wei, Z., Wu, S., Boateng, B., Liu, J., Ahmed, J., Xiong, J., Goodenough, J. B., He, W. (2018). Highly efficient PVDF-HFP/Colloidal alumina composite separator for High-Temperature Lithium-Ion batteries. *Advanced Materials Interfaces*, 5 (5).
- [222] Shekarian, E., Nasr, M. R. J., Mohammadi, T., Bakhtiari, O., Javanbakht, M. (2019). Enhanced wettability and electrolyte uptake of coated commercial polypropylene separators with inorganic nanopowders for application in lithium-ion battery. *Journal of Nanostructures*, 9 (4), 736–750.
- [223] Li, C., Bando, Y., Zhi, C., Huang, Y., Golberg, D. (2009). Thickness-dependent bending modulus of hexagonal boron nitride nanosheets. *Nanotechnology*, 20 (38), 385707.
- [224] Garg, S., Singh, A. K., Parmar, A. S., Rosy, N. (2023). Hexagonal boron nitride decorated polypropylene separator for dendritic free sodium deposition and stripping. *Journal of the Electrochemical Society*, 170 (12), 120513.
- [225] Kirchhöfer, M., Von, Z. J., Paillard, E., Passerini, S. (2014). Separators for Li-Ion and Li-Metal battery including ionic liquid based electrolytes based on the TFSI- and FSI- anions. *International Journal of Molecular Sciences*, 15 (8), 14868–14890.
- [226] Yuennan, J., Nawae, S., Tohluebaji, N., Putson, C., Muensit, N. (2021). Preparation of superhydrophobic surface on P(VDF-HFP) fibers by electrospinning technique. *Journal of Physics Conference Series*, 1719 (1), 012069.
- [227] Xie, Y., Zou, H., Xiang, H., Xia, R., Liang, D., Shi, P., Dai, S., Wang, H. (2016). Enhancement on the wettability of lithium battery separator toward nonaqueous electrolytes. *Journal of Membrane Science*, 503, 25–30.
- [228] Mohammad, A. W., Teow, Y. H., Chong, W. C., & Ho, K. C. (2019). Hybrid processes: Membrane bioreactor. A. F. Ismail, M. A. Rahman, M. H. D. Othman, and T. Matsuura (Editors), In *Membrane separation principles and applications* (401–470). Elsevier.
- [229] Kang, G., and Cao, Y. (2014). Application and modification of poly(vinylidene fluoride) (PVDF) membranes – A review. *Journal of Membrane Science*, 463, 145–165.
- [230] Elbinger, L., Enke, M., Ziegenbalg, N., Brendel, J. C., Schubert, U. S. (2023). Beyond lithium-ion batteries: Recent developments in polymer-based electrolytes for alternative metal-ion-batteries. *Energy Storage Materials*, 65, 103063.

- [231] Baldwin, R. S., Guzik, M., and Skierski, M. (2011). *Properties and Performance Attributes of Novel Co-Extruded Polyolefin Battery Separator Materials - Mechanical Properties Part 1*. Cleveland: NASA Glenn Research Center.
- [232] Wang, B., Yin, X., Peng, D., Zhang, Y., Wu, W., Gu, X., Na, B., Lv, R., Liu, H. (2020). Highly thermally conductive PVDF-based ternary dielectric composites via engineering hybrid filler networks. *Composites Part B Engineering*, 191, 107978.
- [233] Dai, X., Zhang, X., Wen, J., Wang, C., Ma, X., Yang, Y., Huang, G., Ye, H. M., Xu, S. (2022). Research progress on high-temperature resistant polymer separators for lithium-ion batteries. *Energy Storage Materials*, 51, 638–659.
- [234] Chen, Yu, Kang, Q., Jiang, P., Huang, X. (2021). Rapid, high efficient and scalable exfoliation of high quality boron nitride nanosheets and their application in lithium sulfur batteries. *Nano Research*, 14, 2424–2431.
- [235] De Moraes, A. C. M., Hyun, W. J., Seo, J. T., Downing, J. R., Lim, J., Hersam, M. C. (2019). Ion-Conductive, Viscosity-Tunable hexagonal boron nitride nanosheet inks. *Advanced Functional Materials*, 29 (39).
- [236] Ma, X., Cheng, Z., Zhang, T., Zhang, X., Ma, Y., Guo, Y., Wang, X., Zheng, Z., Hou, Z., Zi, Z. (2023). High efficient recycling of glass fiber separator for sodium-ion batteries. *Ceramics International*, 49 (14), 23598–23604.
- [237] Zhao, Z., Pan, L., Li, Y., Wang, J., Luo, Z., Chen, W., Liu, Z., He, H. (2020). Aluminum silicate fiber membrane a costeffective substitute for fiber glass separator in LiO₂ battery. *Materials Today Energy*, 17, 100485.
- [238] Wang, L., Liu, J., Haller, S., Wang, Y., Xia, Y. (2015). A scalable hybrid separator for a high performance lithium-sulfur battery. *Chemical Communications*, 51 (32), 6996–6999.
- [239] Laschuk, N. O., Easton, E. B., and Zenkina, O. V. (2021). Reducing the resistance for the use of electrochemical impedance spectroscopy analysis in materials chemistry. *RSC Advances*, 11 (45), 27925–27936.
- [240] Talian, S. D., Brutti, S., Navarra, M. A., Moškon, J., Gaberscek, M. (2024). Impedance spectroscopy applied to lithium battery materials: good practices in measurements and analyses. *Energy Storage Materials*, 69, 103413.
- [241] Zou, Z., Hu, Z., and Pu, H. (2023). Lithium ion battery separators based-on nanolayer co extrusion prepared polypropylene nanobelts reinforced cellulose. *Journal of Membrane Science*, 666, 121120.

ÖZGEÇMİŞ

ORCID NO: 0000-0002-1722-2561

Ad Soyad : **Benan ELMUSA**

Eğitim ve Mesleki Geçmişi:

09/2018- 08/2020 - Yüksek Lisans Derecesi

Kütahya Dumlupınar Üniversitesi / Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı.

09/2014- 07/2018 - Lisans Derecesi

Kütahya Dumlupınar Üniversitesi / Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü

Yayınları ve/veya Bilimsel/Sanatsal Faaliyetleri:

- **Benan ELMUSA**, Nuran AY, “Farklı Çözücülerinin hBN Dispersiyonuna Etkileri” 26. Ulusal Elektron Mikroskopi Kongresi, program ve bildiri özetleri kitabı, Eskişehir Teknik Üniversitesi Yayın no 15, 285, 2023.
- Semih ENGÜN, Burak TARHAN, **Benan ELMUSA**, Servet TURAN, Hikmet KARAKOÇ, Nuran AY, “Enhancing the Thermal and Electrochemical Properties of 18650 Type Li-Ion Batteries via Boron Nitride Coating” Journal of Boron, özel sayı, 19-24, 2023.
- **Benan ELMUSA**, Nuran AY, “Süpfaktanların ve Çözücülerin Hekzagonal Bor Nitrürün Tabakalarına Ayrılmasına Etkisi” 3. Uluslararası Bilimsel Araştırmalar ve Yenilikçi Çalışmalar Sempozyumu (ISSRIS'23), Bildiriler kitabı, 120 - 130, 2023.
- Semih ENGÜN, Burak TARHAN, **Benan ELMUSA**, Servet TURAN, Hikmet KARAKOÇ, Nuran AY, “Batarya Hücrelerinin Bor Nitrür ile Kaplanarak Isıl İletkenliklerinin İyileştirilmesi” International Boron Symposium (BORON 2022), Bildiriler kitabı, 256-257, 2022.
- **Benan ELMUSA**, Nuran AY, “Lityum iyon pilleri ayırıcılarında Hekzagonal Bor Nitrür kullanımı ve Gelişmeler” Journal of Boron, 7 (1), 440-452, 2022.
- Safa ELMUSA, Fatima ELMUSA, Muna ELMUSA, **Benan ELMUSA**, “Grafen Oksit Bazlı Ultra Su Filtreleri” Bartın Üniversitesi IV. Ar-Ge Proje Pazarı, Proje Özetleri Kitabı, 2021.
- Hediye AYDIN, **Benan ELMUSA**, “Fabrication and Characterization of Al₂O₃-TiB₂ Nanocomposite Powder by Mechanochemical Processing,” Journal of the Australian Ceramic Society, 57, 1003-1003, 2021.
- Hediye AYDIN, **Benan ELMUSA**, “Mekanokimyasal Yaklaşımla Mullit/ZrO₂ Seramik Fazın Sentezi ve Karakterizasyonu” AKÜ FEMÜBİD 19 (2019) Özel sayı, 474-482.

Ödülleri:

- **2020:** T.C. Kütahya Dumlupınar Üniversitesi/ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü /Lav Turkuaz Başarı Ödülleri / En Başarılı Yüksek Lisans Tez Ödülü.

