



T.C.
KONYA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ



**ISLAK KİMYA YÖNTEMİ İLE MXENE $Ti_3C_2T_x$ ÜRETİMİ:
SENTEZ PARAMETRELERİNİN
MXENE TABAKA BOYUTUNA ETKİSİ**

Rıza Turgut YAMAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Haziran-2023
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

TEZ KABUL VE ONAYI

Rıza Turgut YAMAN tarafından hazırlanan “Islak Kimya Yöntemi ile MXene $Ti_3C_2T_x$ Üretimi: Sentez Parametrelerinin MXene Tabaka Boyutuna Etkisi” adlı tez çalışması 13/07/2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Başkan

Prof. Dr. Handan KAMIŞ

.....

Danışman

Prof. Dr. Handan KAMIŞ

.....

Üye

Doç. Dr. Volkan ESKİZEYBEK

.....

Üye

Dr. Öğr. Üyesi Bircan HASPULAT TAYMAZ

.....

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Saadettin Erhan KESEN
Enstitü Müdürü

Bu tez çalışması TÜBİTAK tarafından 221M523 nolu proje ve Konya Teknik Üniversitesi BAP tarafından 221016050 nolu proje ile desteklenmiştir.

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

Rıza Turgut YAMAN

13/07/2023

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ISLAK KİMYA YÖNTEMİ İLE MXENE $Ti_3C_2T_x$ ÜRETİMİ: SENTEZ PARAMETRELERİNİN MXENE TABAKA BOYUTUNA ETKİSİ

Rıza Turgut YAMAN

Konya Teknik Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Handan KAMIŞ

2023, 68 Sayfa

Jüri
Prof. Dr. Handan KAMIŞ
Doç. Dr. Volkan ESKİZEYBEK
Dr. Öğr. Üyesi Bircan HASPULAT TAYMAZ

MXene'ler, diğer 2 boyutlu (2B) malzemelere kıyasla daha yüksek yüzey alanı, üstün kimyasal kararlılık, termal iletkenlik, hidrofilitiklik ve çevresel uyumluluk sunan yeni 2B bileşiklerdir. MXene'ler bu üstün özellikleri sayesinde su arıtma, foto ve elektrokataliz, şeffaf iletkenler, antibakteriyel film, süper kapasitörler vb. gibi uygulamalarda kullanılmaktadır. MXene'ler, tipik olarak HF asidi kullanılarak MAX fazlarından Al katmanlarının aşındırılmasıyla elde edilirler. MAX fazları $M_{n+1}AX_n$, olarak temsil edilen üçlü metallerin düzenli olarak hizalanmış karbürleri ve nitrürleridir. Burada n, 1 ila 3 arasındadır, M bir geçiş metalidir. A, periyodik tablodaki 13-16 grubu elementi olabilir. X ise karbon, azot veya bunların karışımı olabilir. MAX fazından A elementinin dağılması sonucu $M_{n+1}X_nT_x$ MXene elde edilir. Elde edilen bileşikte T_x , -O, F veya -OH gibi fonksiyonel grupları içerirler.

Küçük MXene tabakaları daha çok iyonik iletkenlik sağlarken elektriksel iletkenliği düşer. Büyük MXene tabakaları ise daha çok elektriksel iletkenlik sağlar. Bu çalışmada MAX fazından elde edilen MXene tabakalarının boyut ayırımına sonikasyon süresi, gücü ve santrifuj süreç parametreleri olan zaman devir parametrelerinin etkisi ilk kez incelenmiş ve üretilen MXene tabakalarının morfolojik, elektriksel ve spektroskopik özellikleri karakterize edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: 2B malzemeler, MXene, MAX, boyut ayırımı

ABSTRACT

MS THESIS

PRODUCTION OF MXENE $Ti_3C_2T_x$ BY WET CHEMICAL METHOD: THE EFFECT OF SYNTHESIS PARAMETERS ON MXENE LAYER SIZE

Rıza Turgut YAMAN

Konya Technical University
Institute of Graduate Studies
Department of Chemical Engineering

Advisor: Prof. Dr. Handan KAMIŞ

2023, 68 Pages

Jury
Prof. Dr. Handan KAMIŞ
Doç. Dr. Volkan ESKİZEYBEK
Dr. Öğr. Üyesi Bircan HASPULAT TAYMAZ

MXenes are new two-dimensional (2D) compound that offers higher surface area, superior chemical stability, thermal conductivity, hydrophilicity and environmental compatibility compared to other 2D materials. Thanks to these superior properties, MXenes are used in applications such as water purification, photo and electrocatalysis, transparent conductors, antibacterial films, super capacitors, etc. MXenes are typically obtained by etching Al layers from the MAX phases using HF acid. The MAX phases are regularly aligned carbides and nitrides of ternary metals represented as $M_{n+1}AX_n$. Here n is from 1 to 3, M is a transition metal. A could be the element of group 13-16 in the periodic table. X can be carbon, nitrogen, or a mixture thereof. $M_{n+1}X_nT_x$ MXene is obtained as a result of etching element A from the MAX phase. They contain functional groups such as T_x , -O, F or -OH in the resulting compound.

Smaller Mxene layers provide more ionic conductivity, while electrical conductivity decreases. Larger MXene layers provide greater electrical conductivity. In this study, the effect of time cycle parameters, which are sonication time, power and centrifuge process parameters, on the size separation of MXene layers obtained from the MAX phase was investigated for the first time and the morphological, electrical and spectroscopic properties of the produced MXene layers were characterized.

Keywords: 2D materials, MXene, MAX, size selection

ÖNSÖZ

Çalışmalarında bana yol gösteren, destek ve emeklerini esirgemeyen veengin bilgileriyle ışık tutan kıymetli danışman hocam sayın Prof. Dr. Handan KAMIŞ'a, teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Laboratuvar çalışmalarım sırasında bilgi ve tecrübeleri ile yol gösteren ve her türlü desteği esirgemeyen sayın Dr. Öğr. Üyesi Bircan HASPULAT TAYMAZ'a

Laboratuvarda birlikte yürüdüğümüz çalışma arkadaşlarım Arş. Gör. Aleyna AKILLI, Ayşenur ÖZLER ve Halime AK'a

Bu zor süreçte yardım ve desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen ve yanımda olan değerli arkadaşlarım Merve AVCI, Meryem COPLAN, Nimet ÖZMERAL, Murat IŞIK ve Bayram ÜNAL'a teşekkür ederim.

Hayatım boyunca yanımda olan ve desteklerini hep hissettiğim değerli babam Cevdet YAMAN ve annem Sevgi YAMAN'a, fikirleri ve motivasyonları ile beni cesaretlendiren ablam Dilşad YAMAN TAŞATAN ve abim Alperen YAMAN'a en içten duygularla teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca, bu tez çalışmasının gerçekleştirilmesindeki katkılarından dolayı, TÜBİTAK (proje no: 221M523) ve Konya Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne (proje no: 221016050) katkılarından dolayı teşekkürlerimi sunarım.

Rıza Turgut YAMAN
KONYA-2023

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
ÖNSÖZ	vi
İÇİNDEKİLER	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	x
TABLO LİSTESİ.....	xii
1. GİRİŞ	1
1.1. MXene Sentez Yöntemleri.....	3
1.1.1. Hidroflorik asit aşındırma.....	4
1.1.2. Florür tuzları ile aşındırma	5
1.1.3. Kimyasal buhar biriktirme	5
1.1.4. Alkali aşındırma	6
1.1.5. Erimiş tuz aşındırma	6
1.2. MXene'lerin İnterkalasyonu ve Delaminasyonu	7
1.3. MXene'lerin Özellikleri.....	7
1.3.1. Yapısal özellikler	7
1.3.2. Elektronik özellikler	8
1.4. MXene Uygulamaları.....	9
1.4.1. MXene bazlı kompozitler	9
1.4.2. Antibakteriyel uygulamalar	10
1.4.3. Elektromanyetik girişim koruması.....	11
1.4.4. Hidrojen depolama.....	12
1.4.5. Sensör uygulamaları	13
1.4.6. Fotokatalizör uygulamaları.....	13
1.4.7. Süperkapasitör uygulamaları	14
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	15
3. MATERYAL VE METOT.....	19

3.1. Kullanılan Kimyasallar	19
3.2. Kullanılan Cihazlar	19
3.3. Kullanılan Yöntemler	22
3.3.1. Optik mikroskop	22
3.3.2. Taramalı elektron mikroskopu (SEM).....	22
3.3.3. Fourier dönüşümlü infrared (FTIR) spektroskopisi	23
3.3.4. Raman spektroskopisi	23
3.3.5. X-ışını fotoelektron (XPS) spektroskopisi	24
3.3.6. UV-görünür bölge absorpsiyon spektroskopisi	25
3.3.7. X-ışını kırınım (XRD) spektroskopisi.....	25
3.3.8. Dinamik ışık saçıcısı (DLS) spektrometresi	26
3.3.9. Zeta potansiyeli	26
3.3.10. Elektriksel iletkenlik	27
3.4. MAX Fazı Boyut Ayrımı	27
3.5. MXene Sentezi	28
3.6. MXene Boyut Sınıflandırması	29
4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	31
4.1. MAX Fazının Boyutunun Ayarlanması	31
4.2. MXene Sentezi	36
4.3. $Ti_3C_2T_x$ Karakterizasyonu	50
4.4. MXene boyut ayrılması	56
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	59
KAYNAKÇA.....	61

SİMGELER VE KISALTMALAR

2B: 2 boyutlu

3B: 3 boyutlu

CVD: Kimyasal buhar biriktirme

EMI: Elektromanyetik girişim

FT-IR: Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi

MILD: Minimal yoğun katman delaminasyonu

SEM: Taramalı elektron mikroskobu

UV: Ultraviyole

XRD: X-ışını kırınımı

XPS: X-ışını fotoelektron spektroskopisi

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1.1. Periyodik tabloda MAX oluşturan elementler.....	2
Şekil 1.2. Periyodik tablo üzerinde MXene ve MXene'lerin atomik şeması	3
Şekil 1.3. MAX fazından alüminyum tabakasının aşındırılması (Zhou ve ark., 2022)....	4
Şekil 1.4. Farklı konsantrasyonlardaki MXene'in E. coli ve B. subtilis bakterileri üzrindeki etkisi a) 0 µg/ml b) 10 µg/ml c) 20 µg/ml d) 50 µg/ml e) 100 µg/ml f) 200 µg/ml (Rasool ve ark., 2016)	10
Şekil 1.5. MXene tabakaları arasında elektromanyetik girişim koruması mekanizması (Shahzad ve ark., 2016)	12
Şekil 3.1. Mxene analizinde kullanılan FTIR spektrofotometresi.....	19
Şekil 3.2. Çalışmalarda Kullanılan a) spektrofotometre ve b) kuartz küvet	20
Şekil 3.3. İletkenlik ölçüm cihazı	20
Şekil 3.4. Optik mikroskop cihazı	21
Şekil 3.5. Sentez aşamalarının şematik gösterimi	29
Şekil 4.1. Satın alınan MAX tozunun boyut ayrımı yapılmadan optik mikroskop görüntüleri.....	32
Şekil 4.2. MAX fazı boyut ayrımı yapılmadan önce boyut dağılımı histogramı	32
Şekil 4.3. Satın alınan MAX tozunun boyut ayrımı yapıldıktan sonra optik mikroskop görüntüleri.....	34
Şekil 4.4. MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra boyut dağılımı histogramı.....	34
Şekil 4.5. Sentez sonrası safsızlıklar bulunan MXene sulu çözeltisinin optik mikroskop görüntüsü	37
Şekil 4.6. Safsızlık içeren MXene'e ait XRD spektrumu.....	37
Şekil 4.7. LiF tuzları bulunan MXene optik mikroskop görüntüsü.....	38
Şekil 4.8. a) İkinci yıkama prosesi öncesi elde MXene'lerin optik mikroskop görüntüsü b) İkinci yıkama prosesi sonrası elde MXene'lerin optik mikroskop görüntüsü.....	39
Şekil 4.9. MXene'e ait XRD spektrumu.....	40
Şekil 4.10. Farklı bölgelerden kaydedilen MXene ince filmine ait optik mikroskop görüntüleri.....	41
Şekil 4.11. İmage J programı yardımı ile işlenmiş olan optik mikroskop görüntüleri ...	41
Şekil 4.12. Satın alınan MAX tozundan boyut ayrımı yapılmadan elde edilen MXene'lerin optik mikroskop görüntüleri.....	43

Şekil 4.13. Satın alınan MAX tozundan boyut ayrımı yapılmadan elde edilen MXene'lerin boyut dağılımları	43
Şekil 4.14. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılan) optik mikroskop görüntüleri	45
Şekil 4.15. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılan) boyut dağılımları	46
Şekil 4.16. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılmayan) optik mikroskop görüntüleri.....	47
Şekil 4.17. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılmayan) boyut dağılımları	48
Şekil 4.18. MXene'e ait optik mikroskop görüntüsü.....	50
Şekil 4.19. MXene'e ait SEM görüntüsü.....	51
Şekil 4.20. Toz haldeki MAX ve MXene ait FTIR spektrumları	51
Şekil 4.21. Boyut ayrımı yapılmış MXene çözeltilerinin FTIR spektrumu	52
Şekil 4.22. MXene'e ait Raman spektrumu.....	53
Şekil 4.23. $Ti_3C_2T_x$ MXene a) genel, b) Ti2p, c) C1s, d) O1s ve e) F1s alanlarına ait XPS spektrumları	54
Şekil 4.24. MXene ait UV-gör spektrumu.....	55
Şekil 4.25. MAX ve MXene'e ait XRD spektrumu	56
Şekil 4.26. Boyut ayrımı yapılmış MXene'lerin optik mikroskop görüntüsü a) 0-1 μm arası yanal boyut olan MXene'ler b) 1-2 μm arası yanal boyut olan MXene'ler a) $\gg 2$ μm yanal boyut olan MXene'ler	58

TABLO LİSTESİ

Tablo 4.1. MAX boyutunun ayırımı için denklem parametreleri.....	31
Tablo 4.2. MAX fazı boyut ayırımı yapılmadan önce.....	33
Tablo 4.3. MAX fazı boyut ayırımı yapıldıktan sonra	35
Tablo 4.4. MAX fazı yanal boyutunun ayırımından önce ve sonrasının karşılaştırma ...	35
Tablo 4.5. Optik mikroskop görüntülerinin analizi ile elde edilen boyut dağılımı	42
Tablo 4.6. DLS analizi ile elde edilen boyut dağılımı.....	42
Tablo 4.7. Satın alınan MAX tozundan boyut ayırımı yapılmadan elde edilen MXene'lerin boyut dağılımları	44
Tablo 4.8. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayırımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılan) boyut dağılımları.....	46
Tablo 4.9. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayırımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılmayan) boyut dağılımları	48
Tablo 4.10. Farklı şartlarda sentezlenen MXene'lerin boyut dağılımlarının karşılaştırılması.....	49
Tablo 4.11. Santrifüj yardımı ile boyut ayırımı yapılan denklem parametreleri	57
Tablo 4.12. Boyut ayırımı için gerekli santrifüj süreleri	57

1. GİRİŞ

2004 yılında grafenin keşfinden bu yana, iki boyutlu (2B) malzemeler ortaya çıkan nanomalzemelerden biri haline gelmiştir. 2 boyutlu malzemeler, yalnızca bir atom veya molekül kalınlığında olan malzemelerdir. Bu malzemeler, atomik düzeyde kontrol edilebilen tek tabaka kalınlığına sahip olmalarıyla dikkat çekerler. Şimdiye kadar, geçiş metali dikalkojenitler, grafit karbon nitrür ve siyah fosfor gibi birçok sayıda 2B malzeme keşfedilmiştir. Bu yeni sınıf malzemeler, benzersiz fiziksel, kimyasal ve elektronik özelliklere sahiptir. Grafen gibi bazı 2 boyutlu malzemelerin mükemmel mekanik dayanıklılığa, yüksek iletkenliğe, geniş bant aralığına ve yüksek termal iletkenliğe sahip olmaları, onları çeşitli uygulama alanlarında büyük ilgi odağı haline getirmiştir (Tan ve ark, 2017; Wu ve ark., 2021).

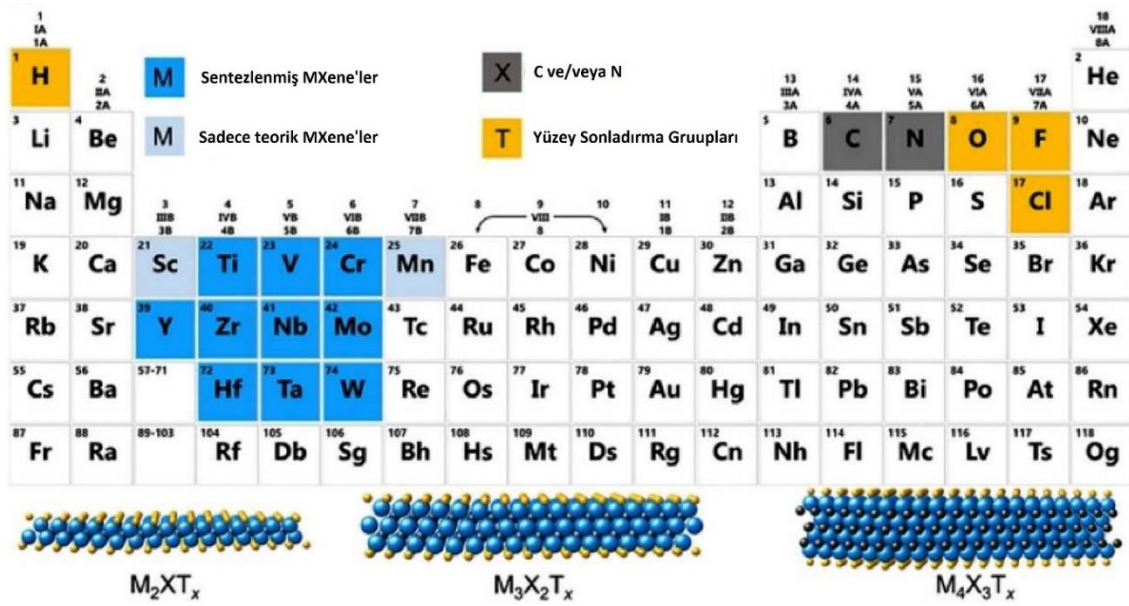
2011 yılında MXene'lerin ilk keşfinden bu yana, iki boyutlu (2B) metal karbür/nitrürler olan MXene'ler, 2B katmanlı nanoyapısı sayesinde, geniş spesifik yüzey alanı, ultra yüksek iletkenlik, hidrofilitiklik, fonksiyonel yüzey gruplarının bağlanabilirliği ve mükemmel mekanik özelliklerine sahip olması nedeniyle ilgi kaynağı olmaya devam etmektedir (Naguib ve ark., 2012; Ling ve ark., 2014; Naguib ve ark., 2014; Halim ve ark., 2016). MAX fazlı bileşikler ailesi, $n = 1, 2$ veya 3 olmak üzere $M_{n+1}AX_n$ üçlü karbürler ve nitrürlerdir. MAX fazında M, A ve X sırasıyla geçiş metali, A grubu elementi ve çoğunlukla (IIIA ve IVA grubu elementleri) ve X, C ve/veya N elementlerini temsil etmektedir. Şekil 1.1'de de görüldüğü üzere M geçiş metalleri olarak Sc, Ti, V, Cr, Mn, Mo vb. elementleri içerir. A grubu ise IIIA-VA elementlerinden Al, Si, Ga, Ge içerir, X ise C, N veya bunların birleşiminden oluşmaktadır. Şu anda, 50'den fazlası M_2AX (Ti_2AlC , Ti_2AlN , V_2GeC , vb.) fazı, beş M_3AX_2 (Ti_3SiC_2 , Ti_3GeC_2 , Ti_3AlC_2 , Ti_3SnC_2 , Ta_3AlC_2) fazı ve dört M_4AX_3 (Nb_4AlC_3 , V_4AlC_3 , Ti_4GaC_3) fazı olarak bilinen toplam 70'ten fazla MAX fazı vardır (Sun ve ark., 2004; Magnuson ve Mattesini, 2017; Ouisse ve Barsoum, 2017).

H		M										A					X					He					
Li	Be	Geçiş Metali Elementleri										A Grubu Elementleri					C ve/veya N					B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg																					Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr										
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe										
Cs	Ba	Lu	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn										

Şekil 1.1. Periyodik tabloda MAX oluşturan elementler

MAX fazları, seramikler gibi, sert ve elastik olarak rijit, hafif, yüksek erime noktaları ile korozyona dirençli, yüksek sıcaklıkta yüksek mukavemet ve düşük genleşme katsayısına sahip olmakla beraber iyi elektriksel ve termal iletkenlik sergiler. Ayrıca MAX fazları, yüksek aşınma direncine sahip düşük sürtünmeli yüzeylere sahiptir. Bu nedenle MAX fazları çok çeşitli uygulamalarda kullanışlıdır. Yüksek basınç ve sıcaklıkta sinterleme yoluyla yanmalı motorlarda, roketlerde ve ısıtma elemanlarında parça olarak faydalı dökme yapı malzemeleri olarak sentezlenebilir veya fiziksel buhar biriktirme (tek tek atomik katmanların püskürtülmesi) ile yüzey kaplamaları için ince filmler olarak biriktirilir. Bu yüzey kaplamaları ise kesici aletler, elektrik anahtarları ve difüzyon bariyerleri gibi uygulamalarda kullanılır (Magnuson ve Mattesini, 2017).

Geçiş metali karbürleri, karbonitrürleri ve nitrürleri (MXene'ler), MAX fazlarının pul pul dökülmesi sonucu elde edilir ve bu alanda en son keşfedilenler arasındadır. İlk MXene olan $Ti_3C_2T_x$, 2011 yılında Naguib ve ark. tarafından MAX fazından HF aşındırma yolu ile sentezlenmiştir (Naguib ve ark., 2012). Genel formülleri $M_{n+1}X_nT_x$ 'dir ve burada n 1 ile 3 arasındadır. Şekil 1.2'de gösterilen mavi renkli erken geçiş metalleri ve şekil 1.2'nin alt kısmında atomik şemalarda mavi küreler M elementini temsil etmektedir. X ise gri renkte olan karbon ve/veya nitrürleri, turuncu ile gösterilen kısımlar ise -OH, -O, -F veya -Cl gibi yüzey sonlandırmalarını gösterir. Birden fazla M elemanına sahip MXene'lerde bildirilmiştir (Anasori ve ark., 2017; Baig ve ark., 2022).



Şekil 1.2. Periyodik tablo üzerinde MXene ve MXene'lerin atomik şeması

Değişken hacminden (M) ve yüzey kimyasından (T_x) yararlanan MXene'ler, grafen'den sonra en çok çalışılan 2B malzeme sınıfı haline gelmiştir. Ayarlanabilir yüzey kimyaları hem organik hem de inorganik çözücülere üstün kimyasal afinite sağlar. Negatif yüklü yüzeylere sahip MXene'ler, 2B malzeme aileleri arasında benzersiz bir özellik olan yüksek elektriksel iletkenliği korurken, su ve bir dizi yaygın polar solventte (örneğin, dimetilformamid (DMF), dimetil sülfoksit (DMSO), asetonitril (ACN), tetrahidrofuran (THF)) yüksek konsantrasyonda dağılıbilir. MXene'ler, başlangıç fazı MAX'larda olduğu gibi sağlam kimyasal kovalent ve metalik bağlar tarafından oluşturulur. Mekanik özellikleri açısından, katmanlara ayrılmış MXene nanotabakalara ek olarak, çok katmanlı MXene parçacıklarında da içsel sertlik ve tokluk yüksektir (Li ve ark., 2022).

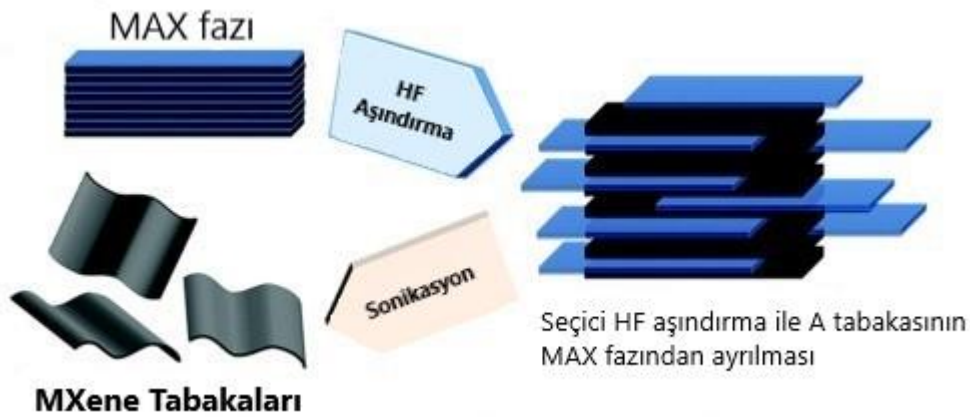
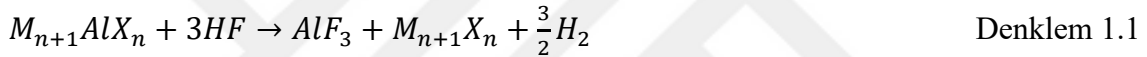
1.1. MXene Sentez Yöntemleri

2011 yılında MXene'lerin keşfinden sonra, MAX fazlarının aşındırılması için çeşitli kimyasal ve fiziksel yöntemlerle sentezi yoğun bir şekilde araştırılmıştır. MXene'lerin çeşitlilik gösteren yapılarını ve benzersiz özelliklerini elde etmek için farklı sentez stratejileri geliştirilmiştir. MAX fazında bulunan M-X bağları genellikle yüksek bağlanma gücüne sahip kovalent ve iyonik bağlardır. Bununla birlikte, M-A bağları genellikle metalik bağlardır ve daha zayıf bir bağlanma gücüne sahiptir. Bu nedenle, uygun aşındırıcılar kullanılarak MAX fazındaki "A" katmanlarının seçici

olarak aşındırılması mümkündür. İlk çalışmalarda, Ti_3AlC_2 'den Al katmanlarını uzaklaştırmak için HF kullanılmıştır. Bu zamandan beri, doğrudan veya dolaylı HF tabanlı sentezlerin yanı sıra alkali ve erimiş tuz aşındırma yöntemleri gibi birçok proses geliştirilmiştir (Wei ve ark., 2021; Lim ve ark., 2022).

1.1.1. Hidroflorik asit aşındırma

Hidroflorik asit (HF) aşındırma, Al bazlı MAX fazından MXene elde etmek için yaygın olarak kullanılır. Naguib ve ark. (2012), ilk olarak ağırlıkça %50 HF asit kullanarak MAX fazından Al tabakasının aşındırılması sonucu MXene'leri elde etmişlerdir. MAX fazı tozu, belirli bir HF sulu çözeltisi konsantrasyonuna daldırıldıktan ve belirli bir süre oda sıcaklığında karıştırılıp, elde edilen katılar, santrifüjleme veya süzme yoluyla süpernatanttan ayrılır ve ardından süspansiyon zayıf asidik olana kadar (pH = 4-6) deiyonize su ile yıkanır. Son olarak katılar kurutularak MXene tozu elde edilir. MAX fazları, Denklem 1.1'de ki reaksiyona göre HF tarafından aşındırılır.



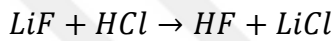
Şekil 1.3. MAX fazından alüminyum tabakasının aşındırılması (Zhou ve ark., 2022)

Elde edilen MXene'ler izopropil amin, tetra propil amonyum hidroksit (TPAOH) veya tetra-bütül-amonyum hidroksit (TBAOH) gibi kimyasallarla ve ardından uygulanan sonikasyon işlemi ile MXene ara katman mesafesi arttırılarak katmanlarına ayrılması sağlanır (Şekil 1.3). HF aşındırmanın avantajları, Al tabakasının seçici aşındırılmasında etkilidir, MXene tabakalarının hızlı ve kolay bir şekilde ayrılmasını sağlar. HF'nin güçlü aşındırıcı özellikleri, dağlama koşulları iyi kontrol edilmediğinde dağlanmış MXene'yi aşındırabilir ve MXene'nin yüzeyine zarar verebilir. Ayrıca HF zararlı bir maddedir ve

bu da HF dađlama yönteminin uygulanmasını sınırlar (Zhou ve ark., 2022; Zahra ve ark., 2022).

1.1.2. Florür tuzları ile aşındırma

Ghidiu ve ark., (2015) HF'nin zararları nedeniyle dađlama işleminde HF yerine HCl asit ve florür tuzları arasında bir reaksiyon (Denklem 1.2) kullanarak HF asidini yerinde sentezleyerek aşındırma için daha güvenli bir yol önermişlerdir. Daha önceden hazırlanmış HCl asit ve LiF tuzu çözeltisine MAX tozu ekleyerek iki boyutlu MXene elde etmişlerdir. Bu yöntemde daha tehlikeli olan HF'in doğrudan eklenmesi yerine LiF, NaF ve KF gibi florür tuzları ile HCl reaksiyona girerek daha güvenli bir HF üretimi hedeflenmektedir.



Denklem 1.2

Florür tuzla aşındırma yönteminin bir başka yararı da florür tuzu iyonlarının MXene'lerde yerinde interkalasyonudur. Sonuç olarak, MXene'lerin katmanlar arası mesafesi, HF ile dađlanmış MXene'lerden daha büyüktür. Bu, daha hızlı iyon interkalasyon kinetiğine izin verir ve fazlalık kapasitif aktif bölgeler sunar. Ayrıca, mutlak asitlerin (HCl, H₂SO₄) LiF ile karıştırılması, yüksek kalitede çok katmanlı MXene elde edilebilir.

1.1.3. Kimyasal buhar biriktirme

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) genellikle 2B nano-tabakaların üretiminde benimsenen ve flor içermeyen koşullar altında dađlama yöntemlerinden biridir. Xu ve arkadaşları, CVD ile geniş alanlı, yüksek kaliteli 2B ultra ince α -Mo₂C kristalleri üretmişlerdir. İlgili CVD büyüme koşullarının deđiştirilmesi, α -Mo₂C'nin 2B yapısını ayarlayabilir ve yüksek sıcaklık, kalınlık büyümesine ve düşük sıcaklık, yanal boyut büyümesine katkıda bulunur. Özellikle, CVD aşındırma ile elde edilen α -Mo₂C kristalleri, ortam koşulları altında süper elektriksel iletkenliğe, mükemmel termal ve kimyasal kararlılığa sahiptir. CVD büyütme yöntemi çok yönlüdür ve elde edilen MXene büyük enine boyutlar sergiler. Çok çeşitli yüksek kaliteli 2B MXene üretimine izin veren bu çok yönlü strateji, MXene'nin gelecekteki araştırma geliştirmesi için daha fazla olanak sağlamıştır (Xu ve ark., 2015).

1.1.4. Alkali aşındırma

Asidik çözelti kullanan MXene hazırlığı için, protonları ve florür iyonlarını aşındırmak önemlidir. Temel olarak toksik doğası ve MXene'nin süperkapasitör gibi uygulamalarda performansı için elverişsiz tekli bağ F gruplarının varlığı nedeniyle HF ile ilgili zorluklar göz önüne alınarak, flor içermeyen yollarla yeni yöntemler geliştirilmiştir. Xuan ve ark., ağırlıkça %20-30 HF ve tetra metil amonyum hidroksit kullanarak MAX fazından alüminyumun ayrılmasını gerçekleştirmişlerdir. Fakat bu uygulama ile MXene verimi çok düşük kalmıştır. Alkali aşındırma işlemi, geliştirilmiş katmanlar arası boşluk ve azaltılmış tek bağ F sonlandırmaları sağlayan bazı avantajlara sahiptir, MXene tabakalarının sentezi için daha fazla tabakalara ayrılması gerekir (Xuan ve ark., 2016; Thomas ve ark., 2022).

1.1.5. Erimiş tuz aşındırma

Şu anda, karbürler (Ti_3AlC_2) ve karbonitrürler (Ti_3AlCN) en çok sentezlenen MXene malzemeleridir ve çok az sayıda nitrür MXene de sentezlenmektedir. Kimyasal sıvı faz yöntemi kullanılarak, MXene'ler nitrür MAX fazından hazırlanamaz. Genel olarak, bir malzemenin oluşum enerjisi düşükse, yapısal kararlılığı düşük olacaktır ve bir malzemenin oluşum enerjisi yüksekse, o zaman hazırlamak kolay değildir. Teorik hesaplamalar, $Ti_{n+1}N_n$ 'nin $Ti_{n+1}C_n$ 'den daha düşük polimerizasyon enerjisine ve daha yüksek oluşum enerjisine sahip olduğunu göstermiştir. Bu, nitrürün MAX fazındaki MX katmanı ile Al atomik katmanı arasındaki bağ kuvvetinin daha önemli olduğunu ve M-Al bağını kırmak için daha fazla enerjiye ihtiyaç olduğunu gösterir. $Ti_{n+1}N_n$, düşük kararlılığı nedeniyle doğrudan HF içinde çözülebilir. Bu zorluğun üstesinden gelmek geleneksel yöntemlerin dışında nitrür bazlı MXene sentezlemek için erimiş tuz aşındırma yaklaşımı kullanılmıştır. Bu süreçte, KF, NaF, LiF gibi bir toz karışımı ve Ti_4AlN_3 , inert bir atmosferde çok yüksek bir sıcaklığa ısıtılır. Florür tuzu (KF, NaF, LiF) eritilir, Ti_4AlN_3 'teki Al tabakası dağlanır ve ürün, artık Ti_4AlN_3 , tozunu çıkarmak için TBAOH ile kaplanır ve katmanlı metal nitrür ($Ti_4N_3T_x$) MXene oluşturulur. Erimiş tuzla aşındırma yöntemi esas olarak sıcaklık ve atmosfer korumasına bağlıdır. Atmosfer herhangi bir koruma olmadan havada ısıtılırsa veya sıcaklık çok yüksekse ürün kübik faz yapısı olarak elde edilebilir (Bhattacharjee ve ark., 2022).

1.2. MXene'lerin İnterkalasyonu ve Delaminasyonu

Katmanlı malzemelerin, katmanları arasında çeşitli iyonlar, moleküller ve polimerlerin araya girmesi ve katmanlarına ayrılmasına interkalasyon ve delaminasyon adı verilmektedir (Mashtalir ve ark., 2013).

MAX fazından elde edilen MXene'ler bir akordeon gibi istiflenmiş durumundadır. Katman aralığını arttırmak, katmanlar arasındaki kuvvetleri zayıflatarak istiflenme problemi ortadan kaldırılmaktadır. Tek katmanlı MXene levhaları elde etmek için interkalasyon ve delaminasyon önemlidir. İstiflenmiş MXene'lere kıyasla, tek veya birkaç katmanlı MXene'ler yüksek yüzey alanı, daha iyi hidrofiliğe ve elektrokimyasal aktivite gibi özelliklerde daha iyidir. (Venkateshalu ve Grace, 2020; Xu ve ark., 2022; Pershaanaa ve ark., 2023).

Bir interkalasyon işleminden sonra hafif bir sonikasyon çok katmanlı yapıların tek veya birkaç katmana ayrılmasına yol açabilir fakat ultra sonikasyon, MXene pullarının kusurlarını arttırmaktadır. Bununla birlikte, hidroklorik asit (HCl) içinde çözülmüş KF, NaF veya LiF gibi florür tuzları kullanıldığında, aşındırma işlemi sırasında ek sonikasyon veya interkalasyon gerekli değildir. Delaminasyon, florür tuzlarındaki katyonlar MXene katmanlarına karıştığı için aşındırma ile eş zamanlı olarak gerçekleşir (Nikkhah ve ark., 2023).

1.3. MXene'lerin Özellikleri

1.3.1. Yapısal özellikler

MAX fazından pul pul döküldükten sonra, MXene her zaman F, OH ve O grupları gibi yüzey gruplarıyla sonlanır. Kuru veya sulu ortamda saklamanın ardından F sonlandırmaları OH gruplarıyla değişeceğinden dolayı, O- ve/veya OH- sonlandırılmış MXene türlerinin en kararlı olduğu öne sürülmüştür (Xie ve ark., 2014a).

Xie ve ark. OH gruplarının, yüksek sıcaklık işlemleri ve/veya metal adsorpsiyon işlemleri yoluyla O sonlandırmalarına dönüştürülebileceğini de bulmuştur. Ek olarak, O-sonlu MXene, Mg, Ca, Al veya diğer metallerle temas ettiğinde MXene'e ayrışabilir (Xie ve ark., 2014a; Xie ve ark., 2014b). Erken tahminler, yüzey gruplarının üç komşu C atomu arasındaki içi boş bölgelerin üzerinde yer alma olasılığının daha yüksek olduğunu göstermiştir. Ancak daha sonraki çalışmalar, yüzey gruplarının konumlarının ve yönelimlerinin beklenenden daha karmaşık olduğunu göstermiştir. Bu malzeme

sisteminin karmaşık yapısını daha doğru bir şekilde yansıtmak için belirli MXene'ler içindeki farklı yüzey gruplarının bir arada bulunmasını ve rastgele adsorpsiyonunu barındırmak için gelecekteki modelleme gereklidir. Van der Waals kuvvetleri ve/veya hidrojen bağı gibi katmanlar arası etkileşimler de dikkate alınmalıdır, çünkü gerçekte çok katmanlı istiflenme sıklıkla meydana gelir (Tang ve ark., 2012; Khazaei ve ark., 2013; Wang ve ark., 2015).

1.3.2. Elektronik özellikler

MXene'nin elektronik, dielektrik, manyetik, termoelektrik ve optik özellikleri rapor edilmiştir. $Ti_{n+1}X_n$ gibi MXene türlerinin metalik davranışta olduğu bilinmektedir. Ancak n değeri arttıkça ek Ti-X bağlarının oluşması nedeniyle metalik özellikler zayıflar. X atomları açısından, titanyum nitürler, titanyum karbürlerden daha fazla metalik özellik sergiler, çünkü N atomu C atomundan bir fazla elektrona sahiptir. Tersine, sonlandırılmış MXene levhaları, yüzey gruplarının türlerine ve yönelimlerine bağlı olarak dar bant aralıklı yarı iletkenler veya metallerdir (Kurtoglu ve ark., 2012; Khazaei ve ark., 2014; Lashgari ve ark., 2014)

MXene'lerin elektriksel iletkenliği, enerji depolama, şeffaf iletken filmler, elektromanyetik girişim kalkanı, gaz ve gerinim sensörleri gibi çeşitli uygulamalar için çok önemli bir parametredir. Bu verileri bağlama oturtmak ve $Ti_3C_2T_x$ 'in farklı formlardaki taşıma özelliklerini karşılaştırmak önemlidir. Lipatov ve ark. (2016), aynı gruptan ancak filtrelenmiş kağıt biçimindeki $Ti_3C_2T_x$ malzemesi üzerinde gerçekleştirdikleri özdirenç ölçümlerinde, $15.8 \pm 1.3 \mu\Omega m$ özdirenci ortaya çıkardı. Yığın ve tek katmanlı pul özdirençleri arasındaki fark, tek tek MXene pulları arasındaki arayüzlerdeki temas direncinin, yani bazal düzleme dik olan direncin katkısıyla açıklanabilir. Bireysel $Ti_3C_2T_x$ pulları, $4600 \pm 1100 S cm^{-1}$ 'lik yüksek bir iletkenlik ve $2,6 \pm 0,7 cm^2 V^{-1} s^{-1}$ 'lik alan etkili elektron hareketliliği sergiler. Tek bir tek tabakalı $Ti_3C_2T_x$ pulunun ve bir filmin özdirençleri arasındaki fark, şaşırtıcı derecede küçük olan bir merteye içindedir. Hu ve ark. $Ti_3C_2T_x$ partikülleri üzerine yaptıkları araştırmada, direnç anizotropisi de yaklaşık bir büyüklük mertebesinde olduğu tespit etmişlerdir. Bunların yanı sıra, taban düzlemine dik olan mekanik yüke (germe veya sıkıştırma) güçlü bir şekilde bağlı olmakla beraber ve $Ti_3C_2T_x$ katmanları birbirine bastırıldığında düzlem içi ve dışı karşılaştırılabilir dirençler elde edilebilir. Genel olarak, bu sonuçlar,

yüzey fonksiyonel grupları boyunca çok iyi bir pullar arası iletkenliği göstermektedir (Hu ve ark., 2015; Ying ve ark., 2017; Zhang ve ark., 2018)

1.4. MXene Uygulamaları

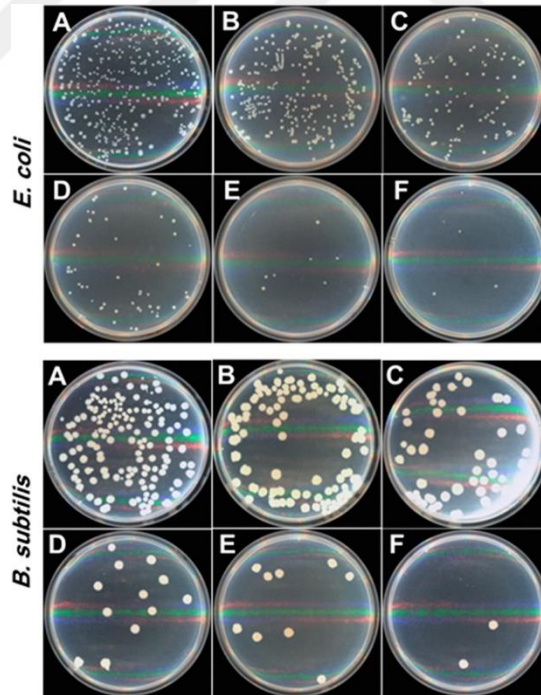
MXene'lerin çok yönlü ve arzu edilen özellikleri, bu malzemeleri geniş bir uygulama yelpazesinde potansiyel bir seçim haline getirmektedir. Young Modülü, yüksek elektrik iletkenliği ve benzersiz morfolojisi gibi üstün özellikleri, onu kompozit oluşumunda da oldukça elverişli hale getirirken, iyi elektronik iletkenliği, kimyasal kararlılığı, iyon interkalasyonu ve ayarlanabilir bant boşlukları, onları kataliz sensörler ve enerji depolama uygulamaları gibi birçok uygulama için güçlü bir aday haline getirir. MXene öncüsü, kullanılan aşındırıcı, kullanılan aşındırma prosedürü, interkalasyon tekniği ve sonikasyonun frekansı MXene'lerin mekanik, yapısal, yüzey, elektronik, optik, taşıma ve manyetik özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Naguib ve ark., 2014; Jun ve ark., 2019; Yang ve ark., 2019).

1.4.1. MXene bazlı kompozitler

İki boyutlu bileşiklerin çoğunda olduğu gibi, MXene'ler de yeniden istiflenme nedeniyle uygulama alanları sınırlı olabilmektedir ancak kompozitleri oluşturularak katkı maddelerinin MXene katmanları arasında bir ayırıcı olarak kullanılması ve yeniden istiflenmesinin önlenmesi sağlanmıştır. Polimerler, karbon bazlı malzemeler, geçiş metali bazlı bileşikler, kuantum noktaları, metal alaşımları ve metal-organik yapılar gibi birçok inorganik ve organik bileşik, MXene'nin tabakaları arasına entegre edilerek başarılı bir şekilde kompozitleri oluşturulmuştur. Oluşan bu MXene temelli kompozitler, iki bileşen arasında meydana gelen sinerjistik etkileşim nedeniyle tekli bileşenlere kıyasla daha üstün ve kararlı özellikler sergilemektedirler. Ayrıca 2B MXene'lerin 3B yapılara entegrasyonu da yeniden istiflemeyi büyük ölçüde engelleyebilmekte ve bu da malzemenin özelliklerini iyileştirebilmektedir. Yüzey alanındaki artış, kataliz ve elektrokimyasal korumada kullanılabilen adsorpsiyon etkinliği gibi yüzey özelliklerine olumlu etki etmektedir. Bunların dışında, 3B MXene'ler, sensör uygulamalarında faydalı olabilecek iyi mekanik özellikler sunan tabakalı bir yapıya sahiptir. MXene kompozitlerinin geleneksel olarak kullanılan malzemelerle rekabet eden özellikler göstermesi ve bunların sentezinin çok ölçeklenebilir olması ve nispeten ucuz olması, onu çeşitli endüstriyel uygulamalar için ideal hale getirmektedir (Jaya Prakash ve Kandasubramanian, 2021).

1.4.2. Antibakteriyel uygulamalar

MXene'lerin yarı iletken özelliğe sahip olduğundan dolayı antibakteriyel uygulamalarda kullanılabilir. Bir ışık vasıtası ile MXene uyarıldığında negatif elektronlar ve pozitif boşluklar üreten yarı iletkenlere benzer şekilde MXene'ler, reaktif elektronları çevredeki hücre zarlarına kaydırmak için reaktif metal-F çiftlerini kullanabilir ve bu da tip-I fotodinamik terapiye benzer hücre öldürmeye yol açar. Ayrıca, Ti_3C_2 'nin yüksek hidrofilikliği, doğrudan temasla öldürme mekanizmasına göre yapışan mikroorganizmaların inaktivasyonu ile sonuçlanarak membran yüzeyine bakteri temasını artırabilir. Ayrıca, Ti_3C_2 MXene'lerin oksijenli grupları ile hücre zarının lipopolisakkarit dizileri arasındaki hidrojen bağı, besin alımını önleyebilir, böylece grafen oksit nano-yapraklardakine benzer bir durumda bakteri büyümesini engelleyebilir, grafen oksit ile kıyaslandığında MXene daha yüksek elektriksel iletkenliğe sahip olduğundan dolayı daha yüksek verimlilik sağlar. Yüzeyi oksitlenmiş Ti_3C_2 MXene'ler ayrıca taze Ti_3C_2 MXene'lere kıyasla antibakteriyel aktivitede daha yüksek performans gösterdiği gözlemlenmiştir (Huang ve ark., 2018).



Şekil 1.4. Farklı konsantrasyonlardaki MXene'in *E. coli* ve *B. subtilis* bakterileri üzerindeki etkisi a) 0 µg/ml b) 10 µg/ml c) 20 µg/ml d) 50 µg/ml e) 100 µg/ml f) 200 µg/ml (Rasool ve ark., 2016)

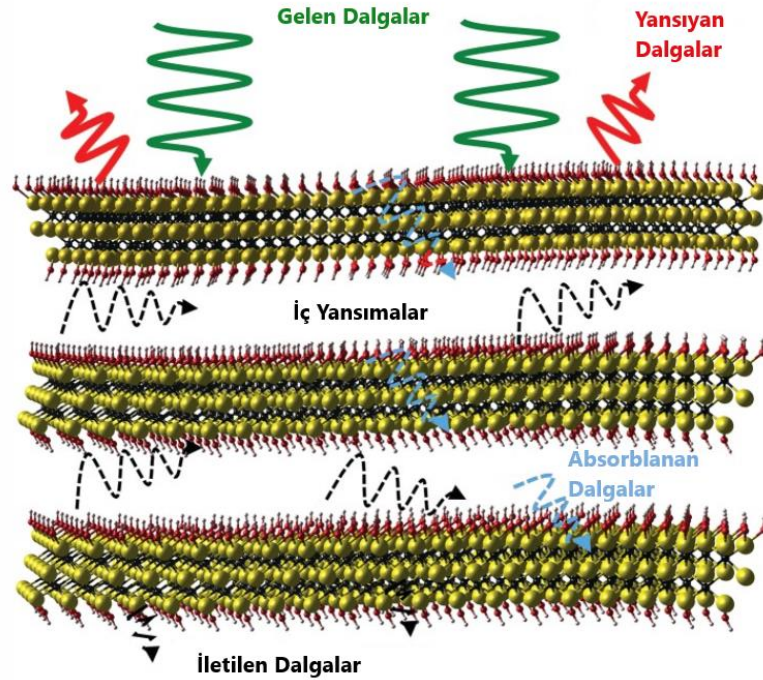
Rasool ve ark. (2016), yaptıkları deneysel çalışmalarda $Ti_3C_2T_x$ 'in Gram (+) *B. subtilis* ve Gram (-) *E. coli*'ye karşı antibakteriyel aktivitesini incelemiştir. Şekil

1.4'te de görüldüğü gibi artan $Ti_3C_2T_x$ konsantrasyonu ile koloni sayısı önemli ölçüde azalmaktadır. Bakteriyel hücre kaybı, artan $Ti_3C_2T_x$ konsantrasyonu ile kademeli olarak artmıştır. 200 $\mu\text{g/mL}$ $Ti_3C_2T_x$ konsantrasyonda ise %99 üzerinde bakteri azalması gözlemlenmiştir.

1.4.3. Elektromanyetik girişim koruması

Elektrik enerjisini ileten, üreten, dağıtan ve kullanan cihaz, elektromanyetik girişim (EMI) oluşturur ve cihazların genel performansı üzerinde büyük etkiye sahiptir. EMI koruması, insan sağlığını ve çevredeki ortamı etkileyebilecek elektromanyetik kirliliği azaltmak için önemlidir. Etkili koruyucu malzeme, cihaz bileşenlerini istenmeyen harici sinyallerden korur ve istenmeyen emisyonu azaltır. EMI koruma malzemeleri, elektromanyetik radyasyonu ya yansıtır ya da emer. Bu nedenle koruyucu malzemenin yüksek elektriksel iletkenliği, yansıtma ve soğurma özelliğinin belirlenmesinde en önemli faktördür (Nashim ve Parida, 2022).

İki boyutlu malzemeler, elektromanyetik girişim koruma uygulamaları için çekici olan benzersiz özelliklere sahiptir. Bununla birlikte, grafen malzemelerinin nispeten yüksek sentez maliyeti ve düşük elektrik iletkenliği, potansiyel uygulamalarını sınırlandırarak yüksek iletken MXene'leri ön plana çıkarır. Yüksek elektriksel iletkenlik, elektromanyetik girişim ekranlama malzemeleri için önemli bir parametredir. 2B MXene'ler, 5 S/cm'den 20.000 S/cm'in üzerinde bir dizi elektriksel iletkenliğe sahiptir. Mükemmel mekanik esneklik, ayarlanabilir yüzey kimyası, hidrofilitiklik ve uygun işlenebilirlik ile birleşen bu üstün elektriksel iletkenlik, metallere, manyetik kalkanlar diğer tüm koruyucu malzemelerin faydalarından daha ağır basar. MXene'ler, herhangi bir katkı maddesi veya yüzey aktif madde olmaksızın kararlı sulu dispersiyonlar oluşturarak, daha düşük süzülme eşiklerine sahip oldukça iletken polimerik kompozitlerin geliştirilmesini kolaylaştırır. Ek olarak, çeşitli yapısal tasarım parametreleri de elektromanyetik dalgaların kalkan içindeki yolunu geliştirmede önemli bir rol oynar ve iletimden önce enerjilerini azaltır (Iqbal ve ark., 2021).



Şekil 1.5. MXene tabakaları arasında elektromanyetik girişim koruması mekanizması (Shahzad ve ark., 2016)

MXene'nin EMI koruma mekanizması, Şekil 1.5'te gösterilmektedir. EM dalgalar MXene tabakasının yüzeyine çarptıktan sonra serbest elektronlar sayesinde bazı EM dalgalar yansıtılır. Geriye kalan dalgalar MXene'nin yüksek elektron yoğunluğundan dolayı EM dalgaların enerjisinde bir düşüş meydana gelir. Katmanlar arasına girmiş EM dalgaların enerji düşüşü devam eder. EM dalgaların enerjisi MXene tabakalarında tamamen emilene kadar tabakalar arası yansımalar devam eder (Shahzad ve ark., 2016).

1.4.4. Hidrojen depolama

Hidrojen depolama, hidrojen ekonomisi ve yakıt hücreli araçlar için büyük önem taşır. Mevcut araçlar, hacimsel ve gravimetrik depolama yoğunluklarının yanı sıra güvenlik üzerinde sınırlamaları olan kaplarda sıkıştırılmış hidrojen kullanır. Yüksek özgül yüzey alanına sahip bazı gözenekli malzemeler, fiziksel adsorpsiyon yoluyla hidrojen moleküllerini yakalayabilir; ayrıca önemli kapasitelere, mükemmel kinetiklere ve daha iyi çevrim performansına sahip olabilirler. Bununla birlikte, zayıf adsorpsiyon nedeniyle, bunları son derece düşük bir sıcaklıkta (örneğin, $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$) ve yüksek basınçta çalıştırmak gerekir.

Hidroflorik asit (HF) aşındırması ile hazırlanan çok katmanlı Ti_2CT_x yığınlarında yüksek oranda flor (-F) içermektedir ve $\sim 7 \text{ \AA}$ 'lık dar bir ara katman mesafesine sahiptir, böylece hidrojene karşı nanopompa etkisi destekli zayıf kimyasal soğurma oluşturur. Hazırlandığı haliyle Ti_2CT_x , 60 bar gibi nispeten güvenli bir basınç altında ağırlıkça %8,8'den fazla hidrojen alabilir. Bilinen oda sıcaklığında hidrojen depolama malzemeleriyle karşılaştırıldığında Ti_2CT_x , aynı basınç altında daha önce bildirilen en yüksek depolama kapasitesinin neredeyse iki katına sahiptir. Ortam koşullarında bile ($25 \text{ }^\circ\text{C}$ ve 1 bar hava), Ti_2CT_x ağırlıkça %4 hidrojen tutabilir. Ek olarak, dehidrojenasyon, vakum derecesi ve $95 \text{ }^\circ\text{C}$ 'nin altındaki bir sıcaklıkta hızlı ve kontrol edilebilir proses sağlar (Liu ve ark., 2022).

1.4.5. Sensör uygulamaları

İyi iletkenliğine bakılmaksızın, düşük hidrofilitik ve tabakaların katlanması veya yeniden istiflenmesi gibi nedenlerle elektrot sistemleriyle entegre edilmesi zor olan grafenin aksine, MXene'ler, tercih edilen diğer fonksiyonel grupları sabitlemek için bol miktarda yüzey -OH, -O ve/veya -F, yani yüzey işlevselleştirme kolaylığı ile nispeten yüksek hidrofilitik sunar. Ek olarak, MXene'lerin ($850\text{-}2410 \text{ S/cm}$) son derece yüksek iletkenliği, bir elektrokimyasal sensör tasarlama söz konusu olduğunda onları tercih edilen bir alt tabaka haline getirir. Sağlam mekanik özelliklerle birleşen bu iletkenlik, MXene'leri gerinim ve basınç sensörleri için uygun bir iletken dolgu maddesi olarak da kullanılmasına olanak sağlar. Mükemmel yüzey özellikleri, metal benzeri iletkenlik ve doğru sertlik büyüklüğü ile esneklik, MXene'i elektrokimyasal, biyo-elektrokimyasal, gerinim, basınç ve kemilüminesan ve fotokimyasal sensörler dahil olmak üzere birçok sensör türü için çekici bir dönüştürücü malzeme olarak kabul eder (Soomro ve ark., 2020).

1.4.6. Fotokatalizör uygulamaları

MXene'lerin uygulama alanlarından biri de fotokatalitik proseslerdir. Bu süreçte ilk olarak fotokatalizör ışık enerjisi ile uyarılıp yüzeyde elektron ve boşluklar oluşur. Ardından ışık ile üretilen elektron ve boşluklar ayrılır ve indirgeme ve yükseltgenme reaksiyonları ile reaktif radikaller oluşur. MXene'ler yalnızca elektronlar ve boşluklar için iyi bir ayırıcı olarak hareket etmekle kalmaz, aynı zamanda yüzey fonksiyonel gruplarına sahip olması nedeniyle reaktanların adsorpsiyonu için erişilebilir aktif

bölgeler sağlar. MXene, metal-organik yapıların fotokatalitik performansını artırmak için kullanılabilir (Mallakpour ve ark., 2021).

1.4.7. Süperkapasitör uygulamaları

Bir malzeme aktif malzeme olarak kullanıldığında, ölçeklenebilirlik, elektrokimyasal performans ve benzeri gibi çeşitli hususlar dikkate alınmalıdır. Bu nedenle, katmanlar arası boşluk, yüzey sonlandırmaları, elektrot mimarileri ve kompozitler dahil olmak üzere MXene'lerin tasarım stratejilerindeki değişiklik, süper kapasitörler için elektrokimyasal performansın belirlenmesinde önemli bir rol oynar. Günümüzde 2B MXene, hidrofilikliği, yüksek kimyasal kararlılığı, ayarlanabilir ara katman aralığı ve yüksek elektrik iletkenliği nedeniyle süper kapasitör malzemesi için kapsamlı bir şekilde incelenmiştir. $Ti_3C_2T_x$ MXene, metalik iletkenlik ve hızlı, geri dönüşümlü oksidasyon ve indirgeme reaksiyonu için çok sayıda sözde kapasitif bölge nedeniyle süper kapasitör uygulamaları için en sık bildirilen MXene'dir. Bağımsız $Ti_3C_2T_x$ kağıt elektrodun nötr ve bazik elektrolitlerdeki hacimsel kapasitansının 300–400 F/cm³ olduğu gösterilmiştir. Giyilebilir ve esnek cihazlar, geniş uygulama alanları nedeniyle son birkaç on yıl içinde geniş çapta değerlendirilmiştir. MXene'ler, mikro süperkapasitörlerde ve esnek süperkapasitörler elektrot malzemeleri için uygun adaylar olma konusunda büyük bir potansiyel göstermiştir. MXene'ler olağanüstü hacimsel kapasitansları ve büyük paketleme yoğunlukları sayesinde yüksek özgül enerji/güç, uzun döngü ömrü ve hızlı şarj-deşarj oranı sağlar (Forouzandeh ve Pillai, 2021; Baig ve ark., 2022; Nashim ve Parida, 2022).

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

MXene'lerin özellikleri ve performansları önemli ölçüde stokiometrik oranlarına, yüzey sonlandırıcı fonksiyonel gruplarına, pul kalınlıklarına ve yanal boyutlarına bağlıdır. Sentez yönteminin değiştirilmesi MXene pullarının yanal boyutlarını etkilemektedir. MXene'ler tipik olarak birleştirilmiş filmler veya fiberler olarak kullanıldığından, pul boyutu iletkenlik, mekanik ve termal özellikler için önemli olan pullar arası temasları büyük ölçüde etkiler. Delaminasyon için yapılan sonikasyon nedeniyle Mxene pul boyutu azalır ve MXene pulları üzerindeki kusurlar artar bu nedenle bu kusurlu ve düzensiz pulların istiflenmesinden dolayı elde edilen düşük boyutlu MXene filmde boşluklar oluşur ve bu filmler daha düşük elektriksel iletkenlik ve gerilme mukavemeti değerlerine sahiptir. Bununla birlikte, daha küçük pullar, prensipte, daha erişilebilir iyon difüzyon yolları sağlamalı ve üretilen elektrotların daha yüksek iyonik iletkenliğine yol açmalıdır. Sentez sırasında MXene pullarının boyutunu, yönünü ve istiflenme yoğunluğunu kontrol etmek, MXene filmlerinin genel özelliklerini geliştirmek için çok önemlidir (Kayali ve ark., 2018; Maleski ve ark., 2018; Shekhirev ve ark., 2022; Zhang ve ark., 2020b).

Xu ve arkadaşları (2020), başlangıç öncü fazı olan MAX fazının yanal boyutunu değiştirerek minimal yoğun katman delaminasyonu (MILD) sentez yöntemi ile MXene elde etmişlerdir. Öncü olarak 300 mesh, 400 mesh ve 500 mesh yanal boyuta sahip Ti_3AlC_2 tozlarını HCl ve LiF ile aşındırarak çok katmanlı $Ti_3C_2T_x$ 'ler sentezlenmiştir. Daha sonra birkaç katmanlı $Ti_3C_2T_x$ 'leri elde etmek için 2 saat boyunca Argon gazı altında bir buz banyosunda sonikasyon işlemi uygulanmış ve ardından 60 dakika 3500 rpm'de santrifüjlenmiştir. 300 mesh başlangıç fazından elde edilen $Ti_3C_2T_x$ 'lerden daha büyük yanal boyut sentezlenmiştir. Literatüre göre küçük yanal boyuta sahip $Ti_3C_2T_x$ 'lerin elektrik iletkenliği ve kapasitans özellikleri daha düşüktür fakat bu çalışmada elde edilen sonuçlara göre 500 mesh başlangıç fazından elde edilen $Ti_3C_2T_x$ 'ler daha küçük yanal boyuta sahip olmalarına rağmen daha iyi elektriksel ve kapasitans özellikleri göstermişlerdir. Yapılan XPS analizlerine göre 500 mesh başlangıç MAX fazından yani en küçük yanal boyu elde edilen MXene'lerde yüzey sonlandırıcı fonksiyonel gruplardan en çok olanı -O ve en az olanı da -F olarak belirlenmiştir ve bu da elektriksel iletkenliğin artmasına sebep olmuş olabilir. Tüm numuneler arasında 500 mesh MAX'dan elde edilen $Ti_3C_2T_x$ 'ler 3174 S/cm'lik en iyi elektrik iletkenliğine sahip

olduğunu belirlemişlerdir. 364 F/g'lık yüksek bir kapasitans değerine ve 10000 döngüden sonra %88 kapasitans tutma elde edilmiştir.

Kayali ve arkadaşları (2018), MILD sentez yöntemini kullanarak 1 g Ti_3AlC_2 öncü fazını 20 mL HCl ve LiF karışımına eklemişlerdir. Bu karışımı 20 ml 6 M HCl çözeltisine 1 g LiF ekleyerek hazırlamışlardır. Elde edilen $Ti_3C_2T_x$ 'lerin yanal boyutları 1 ila 10 μm arasındadır ve ortalama boyutu ise yaklaşık 3,8 μm 'dir. Ortalama boyut sonikasyon ile azalmaktadır. Yapılan sonikasyon işlemi 2,5, 5, 10, 15 ve 30 dakikadır. Sonikasyonla birlikte oluşan yeni ortalama boyutlar ise sırasıyla 0,18 μm 0,30 μm 0,48 μm 0,68 μm 1,00 μm 'dir.30 dakika sonikasyon süresi için, üretilen MXene pullarının %70'i 0,25 μm 'den küçüktür ve geri kalanı 0,25 μm ile 0,5 μm arasındadır. En yüksek gravimetrik ve hacimsel kapasitans sırasıyla yaklaşık 370 F/g ve 1100 F/cm³'tür. Bununla birlikte, yanal boyutlar küçüldükçe elektrotların kapasitansı önemli ölçüde azalır ve en düşük kapasitans, ortalama boyutu 0.18 μm olan MXene'lerle üretilen elektrot için yaklaşık 273 F/g ve 819 F/cm³'tür. Fakat En küçük ve en büyük sentezlenmiş pulların 1:1 ağırlık oranında karıştırılmasıyla elde edilen MXene dispersiyonun kapasitansı büyük pulların kapasitans değerlerine düşük tarama hızlarında yakındır fakat tarama hızı arttıkça hala yüksek kapasitans değerlerine sahiptir. Bu büyük pulların sağladığı yüksek elektronik iletkenlikten ve küçük pullardan kaynaklanan yüksek iyonik iletkenlikten kaynaklandığını gözlemlemişlerdir.

Shekhirev ve arkadaşları (2022), MXene pul boyutunun artırılması için öncelikle öncü fazın pul boyutunun artırılması gerektiğini ileri sürmüşlerdir. Yaptıkları çalışmalarda MAX fazının boyutunu arttırmak için geleneksel sentez yöntemlerinden farklı olarak 1400 °C'de 2 saat tavlama yerine 24 saat tavlamışlardır ve bu da MAX fazının pul boyutunun artması ile sonuçlanmıştır. Elde edilen MAX başlangıç fazıyla sentezlenen MXene pullarının boyutu 40 μm 'ye kadar çıkmaktadır. Daha sonra MXene pullarının delaminasyonu sırasında çalkalama, santrifüjleme, sonikasyon vb. işlemlerin parçacık boyutunu azalttığını ileri sürerek yeni bir delaminasyon yöntemi önermişlerdir. Yumuşak delaminasyon olarak adlandırdıkları bu yöntemde hiçbir ek işlem uygulanmadan delaminasyon işlemi için LiCl eklendikten sonra çözeltinin 30 dk boyunca çökmesine izin vermişlerdir. Ardından süpernatant dikkatli bir şekilde pipet yardımıyla alıp toplamışlardır. Şişeyi tekrardan saf su ile doldurup ve çözelti nazikçe çalkalandıktan sonra 30 dk çökmesine izin verilir ve en son süpernatant şeffaf hale geleşiye kadar yani düşük konsantrasyonda MXene içeresiye kadar devam edilir.

Konsantrasyonu en yüksek çözelti yaklaşık %47 verimle 2,5 g/ml olarak bulunmuştur. Elde edilen sonuçlara göre sonikasyon ve çalkalamanın, MXene pullarının ortalama boyutunu azalttığını ve pulların daha küçük parçacıklara ayrılmasına neden olduğunu gösterilmiştir. Bu sebepten dolayı MXene'lerin elektriksel özellikleri geleneksel delaminasyon yöntemlerine göre daha yüksek olduğu ispatlanmıştır.

Sun ve arkadaşları (2021), 2 gram LiF ve 2 gram Ti_3AlC_2 karışımına 9 M HCl asit ekleyerek 35 °C'de 24 saat boyunca 500 rpm'de karıştırılmıştır. Daha sonra elde edilen MXene'ler 0,24 µm gözenek boyutlu membran filtreden süzülerek pH 6 olana kadar yıkanmıştır. Sentezlenen MXene'ler silindirik filtreler kullanılarak boyut ayrımı yapılmıştır. 4 farklı filtre kullanılarak 5 farklı yanal boyut elde etmişlerdir. Bunlar 21 µm, 14,5 µm, 8,2 µm 4,7 µm ve 0,9 µm ortalama yanal boyuta sahiplerdir. MXene'lerdeki ortalama boyutun azalması spesifik kapasitanslarda bir artma meydana geldiğini gözlemlemişlerdir. Spesifik kapasitanslar sırasıyla 88.4, 120.1, 141.2, 238.7 ve 318.5 F/g'dır. Diğer MXene örnekleriyle karşılaştırıldığında, 0,9 µm ortalama boyuta sahip MXene'ler yüksek frekans bölgesinde en küçük yarım daireye ve düşük frekans bölgesinde düz çizgi için en yüksek eğime sahiptir. Bu gözlemler, 0,9 µm ortalama boyuta sahip MXene'lerin en küçük arayüz yük transfer direncine ve en yüksek iyon difüzyonuna sahip olduğunu göstermektedir. Bu, MXenenin en yüksek elektriksel iletkenliği, en küçük su temas açısını ve en büyük spesifik yüzey alanını sunduğu gerçeğiyle uyumludur. Elde edilen MXene'ler karbon nanotüp levhalar (CNTS) üzerinde biriktirilerek bir esnek elektrot oluşturulmuştur. Oluşturulan MXene/CNTS elektrotu 329 F/g spesifik kapasitans ve 10000 döngüden sonra %92 tutma sağlamıştır.

Tu ve arkadaşları (2019), 1 g öncü MAX fazı Ti_3AlC_2 tozunu, 40 ml 9 M HCl ve 2 g LiF karışımına ekleyerek 10 dk karıştırmışlardır ve ardından yağ banyosuna koymuşlardır. Yağ banyosunda 24 saat boyunca 35 °C'de karıştırılmıştır. Dağlama işleminden sonra pH>6 olana kadar deiyonize su ile yıkanmıştır. Elde edilen MXene'leri ultra sonikasyon süresini değiştirerek farklı boyutlarda $Ti_3C_2T_x$ pulları elde etmişlerdir. 1 saatlik sonikasyonun ardından oluşan MXene pulları büyük MXene pulları olarak adlandırılmış ve ortalama yanal boyutu 4,5 µm'dir. Sonikasyon süresinin 3 saate çıkarılması ile elde edilen MXene pulları, küçük MXene pulları olarak adlandırılmış ve ortalama yanal boyutu 1,5 µm'dir. Daha sonra elde edilen bu farklı yanal boyutlardaki MXene'ler, poli(viniliden florür-trifloro-etilen-klorofloroehilen) polimeri ile kompozit haline getirilmiştir. Ağırlıkça %15.3 büyük MXene içeren

kompozit durumunda 100.000 dielektrik sabitine ulaşıldı ve ağırlıkça % 16.8 küçük MXene içeren polimer kompozit durumunda ise 10.000'lik bir dielektrik sabitine ulaşıldı. Ayrıca ağırlıkça %10'a kadar büyük MXene/polimer kompozitinin dielektrik sabiti ve kayıp faktörü sırasıyla 25 kat (55'ten 1425'e) ve 5 kat (0,06'dan 0,35'e) artar. Aynı MXene yükleme aralığında ise küçük MXene/polimer kompozitinin dielektrik sabiti ve kayıp faktörü 10 kat (55'ten 560'a) ve 9 kat (0,06'dan 0,61'e) arttığını bildirmişlerdir.

Zhang ve arkadaşları (2020a), büyük pullardan MXene lifleri elde etmek için, öncelikle MILD sentez yöntemi ile $Ti_3C_2T_x$ sentezlemişlerdir. Dağlama çözeltisini 20 mL 9 M HCl ve 1,6 g LiF karıştırılarak hazırlanmıştır. Dağlama çözeltisinin içine 1 g Ti_3AlC_2 yavaşça eklenmiştir. Reaksiyonun gerçekleşmesi için 35 °C'de 24 saat boyunca karıştırılmıştır. Elde edilen MXene çözeltisi 3500 rpm'de 30 dk boyunca santrifüjlenmiştir. Elde edilen çökelti alınarak tekrar su içerisinde dağıtılmış ve büyük MXene olarak adlandırılmıştır. Küçük MXene için ise kalan süpernatant alınarak 20 dk boyunca probu sonikasyon işlemine tabi tutulmuştur. Büyük MXene pullarından elde edilen liflerin elektriksel iletkenliği, küçük MXene pullarından elde edilen liflerden 2.2 kat daha fazladır ve sırasıyla 7748 S/cm ve 3512 S/cm'dir.

Bu yüksek lisans tezinde MXene'lerin sentezi için LiF+HCl asit kullanılarak yerinde HF sentezi yöntemi kullanılmıştır. Sentez sonrası oluşan safsızlıkların giderilmesi için LiF tuzunun miktarının ve yıkama prosesinin etkisi incelenmiştir. Mxene tabaklarının boyutunu etkileyen faktörler olarak başlangıç MAX fazı boyutu ve sentez esnasında atmosfer etkisi incelenmiştir. MAX fazından elde edilen MXene tabakalarının boyut ayırımına sonikasyon süresi, gücü ve santrifuj süreç parametreleri olan zaman devir parametrelerinin etkisi ilk kez incelenmiştir. Elde edilen Mxene'lerin karakterizasyonları elektrokimyasal, spektroskopik, yapısal ve morfolojik olarak incelenmiştir.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Kullanılan Kimyasallar

Tüm kimyasallar analitik saflıkta satın alındı ve daha fazla saflaştırılmadan kullanıldı. MXene sentezinde kullanılan MAX fazı Carbon-Ukraine'den satın alındı. MAX fazından seçici Al dağılması için kullanılan hidroklorik asit (HCl) Sigma Aldrich ve Lityum florür tuzu (LiF) Merck tarafından sağlanmıştır. Kullanılan deiyonize Direct Q Milipore marka cihazdan sağlanmıştır.

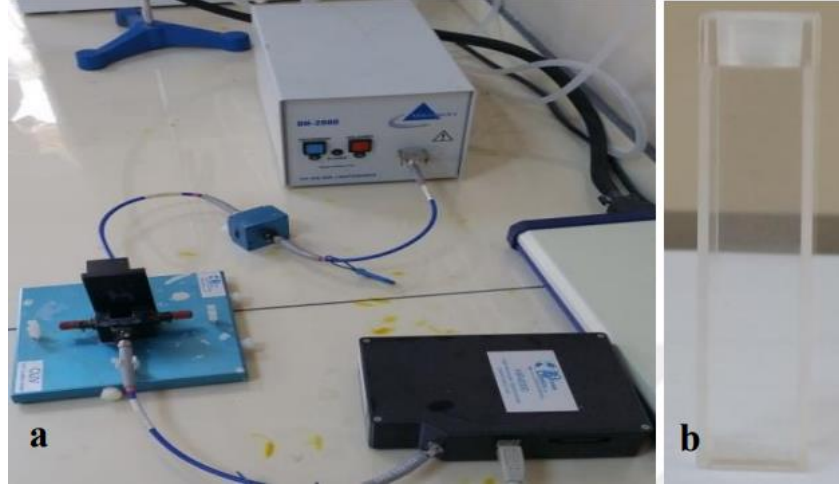
3.2. Kullanılan Cihazlar

Şekil 3.1'de elde edilen MXene'lerin yapılarını incelemek ve yapıdaki bağların oluşumu ve kaybolmasını amacıyla 4 cm^{-1} çözünürlükte, $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ aralığında ATR ünitesi ile Perkin Elmer model FT-IR spektrofotometre kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Mxene analizinde kullanılan FTIR spektrofotometresi

Elde edilen Mxene'lerin UV-görünür bölge absorpsiyon spektrumu ölçümü için Şekil 3.2a'da Ocean Optics marka HR 4000 model spektrofotometresi ve Şekil 3.2b'de 1 cm ışık geçiş yoluna sahip kuartz küvet kullanılmıştır.



Şekil 3.2. Çalışmalarda Kullanılan **a)** spektrofotometre ve **b)** kuartz küvet

Sentezlenen MXene'lerin vakum altında kurutularak elde edilen filmlerin iletkenliği film yüzeyinden Şekil 3.3'teki ENTEK marka Dört Nokta Ölçüm Sistemiyle ölçülmüştür.



Şekil 3.3. İletkenlik ölçüm cihazı

Elde edilen MXene'lerin sentez sonrası boyut dağılımı ve boyut ayrımı için Şekil 4.4'teki SOIF BK5000-TR/L optik mikroskop kullanılmıştır.



Şekil 3.4. Optik mikroskop cihazı

MXene'lerin yüzey özelliklerinin incelenmesi için PHI VersaProbe marka X-Işını fotoelektron (XPS) spektrometresi kullanılmış, sentez sonrası boyut dağılımı için Malvern CGS-3 marka Dinamik Işık Saçılım (DLS) Spektrometresi ve zeta potansiyeli için MALVERN Nano ZS90 marka cihaz kullanılmış ve Ortadoğu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvar'dan hizmet alımı yolu ile yapılmıştır.

MXene'lerin yüzey morfolojileri FEI Quanta 250 FEG marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı kullanılmış ve Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji ve Ar-Ge Merkezi'nden hizmet alımı yolu ile yapılmıştır.

MXene'lerin moleküler yapısını ve kimyasal bileşimini belirlemek için Renishaw inVia Reflex Konfokal Raman Mikroskobu kullanılmış ve Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nden hizmet alımı yolu ile yapılmıştır.

MXene'lerin kristal yapısının incelenmesi için Cu K α radyasyonu ($\lambda = 0.15418$ nm) kullanan bir Shimadzu XRD-6000 kullanılmış ve Konya Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvar Uygulama ve Araştırma Merkezi'nden hizmet alımı yolu ile yapılmıştır.

3.3. Kullanılan Yöntemler

3.3.1. Optik mikroskop

Bir yüzeyin morfolojisini incelemek için kullanılan ilk tekniklerden biri optik mikroskopydi, aynı zamanda ışık mikroskopisi olarak da bilinir. Genellikle görüntüleme için bir kamerayla donatılmış tek bir gözlüklü bir alet kullanılır. Geleneksel optik mikroskopinin çözünürlüğü, submikron ölçekte sınırlıdır ve görünür ışığın dalga boyunu (400-700 nm) kullanır. Işık etkileşiminin türüne bağlı olarak iki tür optik mikroskopi bulunmaktadır. Transmisyon: Işık demeti örnekten geçer. Örnek olarak, genellikle ince tozları veya ince dilimleri (saydam olanları) analiz etmek için kullanılan polarize ve petrografik mikroskoplar verilebilir. Reflection: Işık demeti örnek yüzeyinden yansır. Bir örnek, esas olarak opak yüzey malzemelerini analiz etmek için kullanılan yansıtma mikroskopudur (Goodwin 2015).

3.3.2. Taramalı elektron mikroskopu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM), yüksek çözünürlüklü görüntüler elde etmek amacıyla elektron demetlerini kullanarak örnekleri incelemek için kullanılan etkili bir mikroskop yöntemidir. SEM, örnek yüzeyine odaklanmış bir elektron demeti gönderir ve yüzeyden yansıyan, saçılan veya ikincil olarak üretilen elektronları algılayarak görüntüler oluşturur.

SEM'in temel işlevi, örnek yüzeyini elektron demetiyle taramaktır. Yüksek gerilim kaynağına bağlı iki elektrot kullanılmasına dayanır. Bu yapıda, üst kısımda negatif yüklü bir katot ve alt kısımda pozitif yüklü bir anot bulunur. Elektrotlar arasındaki güçlü elektrik alan, elektron demetinin hızla hareket etmesini sağlar. Elektron demeti, genellikle 200-300 eV ila 100 keV arasında değişen enerjilerle üretilir. Elektron demeti, elektromanyetik mercekle yardımcıyla toplanır ve odaklanır. Odaklanan demet, elektromanyetik saptırıcı bobinler aracılığıyla örnek yüzeyinde tarama işlemi gerçekleştirir. Bu tarama işlemi, örnek yüzeyinden yansıyan, saçılan veya ikincil olarak üretilen elektronları algılar ve bu elektronları detektörlere ileterek görüntü oluşturur.

SEM, optik mikroskopların sınırlamalarını aşarak yüksek çözünürlüklü görüntüler elde etmeyi sağlar. Elektron demeti kullanılması, optik ışınların dalga boyu sınırlamasını aşar ve nanometre ölçeğinde ayrıntıları görmemizi sağlar. SEM, incelemesi yapılan örneklerdeki yüzey topografisini, parçacık boyutunu ve bileşimini

ayrıntılı olarak analiz etmek için kullanılan bir araştırma aracı olarak büyük bir öneme sahiptir (Echlin, 2009; Yiğit, 2015).

3.3.3. Fourier dönüşümlü infrared (FTIR) spektroskopisi

Fourier dönüşümlü infrared (FTIR) spektroskopisi, çeşitli organik moleküller için fonksiyonel grup analizi yapmak amacıyla kullanılan bir yöntemdir. Bir molekülün kızılötesi (infrared) ışığı absorbe edebilmesi için dipol momentinde net bir değişiklik olması gerekmektedir. Molekül üzerine gönderilen kızılötesi ışığın frekansı, molekülün titreşim frekansına eşit olduğunda absorpsiyon gerçekleşir. Ancak homonükleer moleküllerde (örneğin O₂, N₂ ve Cl₂), titreşim ve dönme hareketleri sırasında net bir dipol moment değişimi olmadığı için bu moleküller kızılötesi ışığı absorbe edemezler.

FTIR spektroskopisinde katı, sıvı, gaz ve çözelti halindeki örneklerin spektrumları alınabilir. Spektrum almadan önce "background" ölçümü yapmak önemlidir. Katı, sıvı veya gaz örnekler için hava, çözelti örnekleri için ise çözücüye karşı "background" ölçümü alınır.

FTIR spektroskopisi, basit ve güvenilir bir ölçüm yöntemi olması nedeniyle akademik ve endüstriyel alanda sıkça kullanılmaktadır. Bu yöntemde amaç, herhangi bir bileşiğin yapısında bulunan fonksiyonel gruplar hakkında bilgi edinmek veya yapıda meydana gelen değişiklikleri incelemektir. Alınan IR spektrumuyla bileşiğin yapısındaki bağların durumu, bağlanma yerleri ve yapının aromatik veya alifatik olup olmadığı gibi bilgilere ulaşabiliriz. Ancak, FTIR spektroskopisi tek başına yeterli bir bilgi sağlamamaktadır ve diğer spektroskopik yöntemlerle desteklenmelidir (Hillel, 2005).

3.3.4. Raman spektroskopisi

Raman, bir molekülün veya malzemenin ışıkla etkileşimini temel alan bir spektroskopi tekniğidir. Bu teknikte, uyarıcı bir lazer ışını moleküllerle etkileşime girer ve moleküllerin içsel titreşim ve dönme hareketlerini değiştirir. Bu değişiklik sonucunda, yayılan ışıkta enerji kayması meydana gelir, bu da Raman saçılması olarak adlandırılır.

Raman saçılması ile yayılan fotonlar, uyarılan fotonlardan daha az enerjiye sahiptir çünkü uyarılan moleküllerin çok küçük bir kısmı titreşimsel olarak uyarılmış bir duruma geri döner. Uyarıldıktan sonra, daha önce titreşimsel olarak uyarılmış bir durumda bulunan moleküller, orijinal olarak onları uyarlayanlardan daha yüksek

enerjiye sahip fotonlar üreterek temel duruma gelir. Raman yöntemi, uyarılmış titreşim durumuna dolaylı olarak yaklaşan IR spektroskopisine alternatif bir yöntemdir. Farklı uyarılma koşulları; IR spektrumu için dipol momentindeki değişiklik ve Raman spektrumu için polarizasyondaki değişiklik, iki spektrumun birbirini tamamlayıcı olmasının temelini oluşturur (Stewart ve ark., 2012; Mitsutake ve ark., 2019)

3.3.5. X-ışını fotoelektron (XPS) spektroskopisi

X-ışını fotoelektron (XPS) olarak bilinen yüzeye duyarlı bir analitik yöntem, bir malzemenin yüzeyini X-ışınlarıyla bombardıman eder ve ardından yayılan elektronların kinetik enerjisini ölçer. Bu tekniğin yüzey hassasiyeti ve numunedeki elementlerin kimyasal durumları hakkında bilgi elde etme yeteneği, onu etkili bir analitik yöntem yapan iki temel özelliğidir. Yarı iletkenler, polimerler, tekstiller ve kir dahil olmak üzere hemen hemen tüm malzemelerin yüzeyleri, hidrojen ve helyum dışındaki tüm elementleri tanımlayabilen XPS kullanılarak incelenir. XPS işlemi üç aşamaya ayrılmıştır. X ışını fotoemisyon süreci, bir X ışını fotonu emildiğinde ve enerjisini bir çekirdek elektrona aktardığında başlar. Hedef atom, bu uyarılmaya bir fotoelektron yayarak yanıt verir ve böylece boş bir çekirdek durumu oluşturur. Daha sonra, fotoelektron malzemenin yüzeyine hareket eder ve enerjisini ölçen elektron detektörünü karşılamak için vakuma kaçar (Susi ve ark., 2015).

XPS, atom yüzdesinin tahmin edilmesi yoluyla verimli bir kantitatif analiz sağlayarak, geniş bir element yelpazesini analiz edebilme özelliğine sahiptir. Bu nedenle, XPS, çeşitli malzemelerin yüzeylerinin kimyasal bağlanma bilgilerini elde etmek için kullanılan bir yöntemdir. Bu malzemeler arasında saf metaller, metal alaşımları, polimerler, seramikler, organik ve biyolojik numuneler, ince filmler ve biyomalzemeler bulunur. XPS ayrıca numunelere zarar vermeden kullanılabilen ve son derece hassas bir yüzey analiz aracı olan ultra-duyarlı bir tekniktir. Bununla birlikte, XPS'in önemli bir dezavantajı, hidrojen ve helyum yüzeylerini inceleme konusunda sınırlı olmasıdır. Ayrıca, tutarlı pik yoğunlukları ve doğru bir XPS spektrumu elde etmek için numunenin en az 10 nm kalınlığında homojen bir tabakaya sahip olması gerekmektedir. Numuneler ayrıca analiz için yeterli bir alanı kapsayacak şekilde yaklaşık 1 cm² boyutunda olmalıdır. Bunun yanı sıra, XPS enstrümantasyonunun yüksek maliyeti ve düşük çözünürlüğü, diğer dezavantajlarını temsil etmektedir. Ayrıca,

XPS analizi zaman alıcı bir işlemdir. Numunenin içeriğine bağlı olarak, analiz süresi yarım saat ile sekiz saat arasında değişebilir (Korin ve ark., 2017; Tougaard, 2018).

3.3.6. UV-görünür bölge absorpsiyon spektroskopisi

UV-görünür bölge spektrofotometrenin çalışması, entegre lambanın UV veya görünür ışık yaydığı anda başlar. Bu iki dalga boyu farklıdır ve bu nedenle farklı lambalar kullanılır. Örneğin, döteryum lambası ultraviyole ışık yayarken, tungsten lambası görünür ışık üretir. Bir sonraki bileşen olan monokromatör, UV-görünür bölge spektrofotometrenin işleyişinde önemli bir rol oynar. Monokromatör, bir prizma veya difraksiyon kırılması ile ayrılmış iki yarıktan oluşan bir ışık demeti üreterek son derece dar bir bant genişliğine sahip bir ışık demeti oluşturur. İlk ışık demeti, monokromatörün ilk yarığından geçer ve prizmaya çarptığında renk yelpazesinde bir gökkuşağı şeklinde kırılır. Her dalga boyu farklı bir yerde hareket eder, ancak sadece belirli bir dalga boyu ikinci yarıktan geçer. UV-görünür bölge spektrofotometrenin bir sonraki bileşeni, ışığı iki eşit yoğunlukta paralel ışık demetlerine bölen bir ışık ayırıcısıdır. Bu ışın demetleri, örnek ve referans numunelerini içeren iki kuvete çarpar ve numune kaplarından çıktıklarında dedektöre ulaşır. Son olarak, dedektör, fotonların etkisini elektriksel akıma dönüştürerek bu bilgileri hesaplama programları aracılığıyla işler. Bu adımlar, spektrofotometrenin çalışması için temel mekanizmayı oluşturur ve numunelerin ışık emilim ve geçirgenlik özelliklerini analiz etmemizi sağlar (Wang ve Chu, 2013).

UV-görünür bölge spektroskopisi, düşük maliyetli, tahrip edici olmayan ve otomatik olarak kalibre olabilen bir tekniktir. Bu yöntem için özel bir operasyon eğitimi gerektirmez ve yüksek duyarlılık sağlar. Yapısal ve kimyasal analiz için hızlı ve etkili bir yöntemdir. Ayrıca, sıvı örneklerdeki bileşik konsantrasyonunu doğru bir şekilde ölçebilir, reaksiyon kinetiğini değerlendirebilir ve nanopartiküllere karşı yüksek bir seçicilik gösterebilir. Bu özellikler, UV- görünür bölge spektroskopisinin çok yönlülüğüne katkıda bulunur ve bu nedenle araştırma ve endüstriyel ortamlarda birçok uygulama alanı bulur (Tomaszewska ve ark., 2013; Rocha ve ark., 2018).

3.3.7. X-ışını kırınım (XRD) spektroskopisi

X-ışını kırınım spektroskopisi (XRD) yöntemi, nanopartiküllerin kristal yapılarını, kristal boyutlarını, kristallik derecelerini ve benzeri parametreleri belirlemek için kullanılır. Ayrıca, XRD desenleri karışık numunelerdeki element oranlarını belirlemek için de kullanılabilir. Bu teknik, dalga boylarının periyodik yapılarla

etkileşimini kullanarak çalışır, yani kristallerin dalga boyu ve periyodunun benzer büyüklükte olduğu durumlarda kırınım etkilerini ortaya çıkarır (Stanjek ve Häusler 2004).

XRD analizi, kristallerin birim hücre boyutlarının eşleştiği X-ışını dalga boylarını kullanarak gerçekleştirilebilir. Bu nedenle X-ışınları, kristal yapılarının incelenmesi için uygundur. Birim hücreler, birkaç angstrom (Å) boyutlarında olan ve milyarlarca hücre biriminden oluşan kristallerin temel yapı taşlarıdır. XRD, bu düzenli yapıların X-ışınlarıyla etkileşimini kullanarak kırınım desenlerini elde eder.

XRD, kristallerin yapısal özelliklerinin yanı sıra kristallik derecelerini ve boyutlarını da belirleyebilir. Kırınım desenleri, numunedeki kristallerin düzenlenmesinin kalitesine ve atomların periyodikliğine bağlıdır. Herhangi bir sapma veya düzensizlik, X-ışını kırınım diyagramında belirgin hale gelir. Bu sapmalar, atomların yerlerinin değiştirilmesi, hafif geometrik sapmalar veya daha büyük ölçekli sapmalardan kaynaklanabilir (Epp, 2016).

3.3.8. Dinamik ışık saçıcısı (DLS) spektrometresi

Dinamik Işık Saçıcısı (DLS), nanopartikülleri ve diğer kolloidal çözeltileri karakterize etmek için önemli bir araçtır. DLS, bir lazerden geçirilen ışığın kolloidal çözültiden saçılmasını ölçer. Saçılan ışığın yoğunluğunun zamanla nasıl değiştiğini analiz ederek, çözültideki parçacıkların büyüklüğü hakkında bilgi elde edilebilir. DLS, seyreltilmiş bir çözültideki nanopartiküllerden saçılan ışığın şiddetini ve değişimini ölçerek çalışır. Saçılan ışığın şiddetindeki değişim, parçacığın hareketine, büyüklüğüne, ortamın viskozitesine, sıcaklığa ve tuzluluk gibi faktörlere bağlıdır. Bu nedenle, sıvı ortamdaki nanopartiküllerin karakteristik özelliklerini belirlemek için DLS analizleri önemlidir (Sapsford ve ark., 2011).

3.3.9. Zeta potansiyeli

Zeta potansiyeli, parçacık ve içinde bulunduğu sıvı arasında oluşan bir potansiyeldir. Bu potansiyel parçacıklar arasında itme ve çekme kuvvetlerine neden olur. Aynı yüke sahip parçacıklar birbirlerini iterken, farklı yüklere sahip parçacıklar ise çeker. Bu çekme ve itme kuvvetleri, parçacığın zeta potansiyel değerine bağlıdır. Zeta potansiyeli ölçümü, dağılma mekanizmalarıyla ilgili ayrıntılı bilgi sağlar ve elektrostatik dağılmanın kontrolünde kritik bir rol oynar. Belirli bir yükteki parçacık,

süspansiyon içindeki zıt yüklü iyonları çeker. Bu etkileşim sonucunda, yüklü parçacığın yüzeyinde güçlü bir elektriksel çift tabaka oluşur. Çift tabakanın içinde, parçacığın yüzeyinden dışarı doğru uzanan bir "kayma yüzeyi" bulunur. Yüklü parçacık ve çevresindeki iyonlar, kayma yüzeyine kadar olan bölümde birlikte hareket eder. Bu kayma yüzeyindeki potansiyel, zeta potansiyeli olarak adlandırılır ve parçacığın yüzey yapısı ile içinde bulunduğu sıvının özelliklerinden etkilenir. Zeta potansiyeli değeri 0-5 mV arasında parçacıklar kümeleşme veya bir araya gelme eğilimi sergilerler, 5-20 mV arasında parçacıklar minimal düzeyde kararlıdır, 20-40 mV arasında arçacıklar orta düzeyde kararlıdır, +40 mV' de ise parçacıklar son derece kararlıdır.

Zeta potansiyeli, aynı zamanda elektrokinetik potansiyel olarak da bilinir ve nanopartikül yüzeyindeki "etkili" elektrik yükünün bir ölçüsüdür. Bu potansiyel, kolloidal nanopartiküllerin yük kararlılığının miktarını belirtir. Bir nanopartikül net bir yüzey yüküne sahipken, yüzeye yakın bölgede bulunan zıt yüklü iyonların artan konsantrasyonu tarafından kamufle edilir. Bu zıt yüklü iyon tabakası, nanopartiküllerle birlikte hareket eder ve yüzey yük tabakasıyla birlikte elektrik çift tabaka olarak adlandırılır (Baalousha ve Lead, 2007; Ateş, 2018).

3.3.10. Elektriksel iletkenlik

Dört noktalı elektrot tekniği, iletkenlik ölçümü için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu teknikle genellikle 1 μ A ile 1 mA arasındaki iletkenlik değerleri ölçülebilir. Bu ölçüm cihazı, yalıtkan bir yüzey üzerine yerleştirilen bir polimer üzerinde eşit aralıklarla sıralanmış dört farklı noktadan temas eden elektrotlar kullanır. İletkenlik ölçümü için dıştaki iki elektrot arasından sabit bir akım uygulanırken iç kısımdaki iki elektrotla potansiyel ölçümü yapılır. Uygulanan sabit akım ve ölçülen potansiyel değerleri kullanılarak Ohm kanununa göre direnç hesaplanır. Bu dört noktalı elektrot tekniği, özellikle polimerlerin iletkenlik özelliklerini belirlemek için önemlidir. Bu yöntem, örnek yüzeyinin direncindeki temas kaybını en aza indirerek daha doğru iletkenlik ölçümleri yapmayı sağlar. Ayrıca, yüksek dirençli malzemelerin ölçümünde daha hassas sonuçlar elde etmek için kullanışlıdır (Li ve ark., 2012).

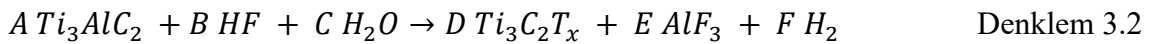
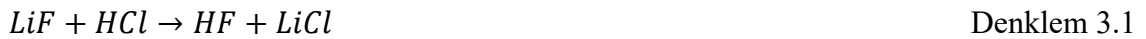
3.4. MAX Fazı Boyut Ayrımı

Büyük plaka boyutlarına sahip MXene sentezleyebilmek amacıyla, öncelikle başlangıç maddesinin boyut ayrımı yapılarak MAX fazı büyük ve küçük MAX olarak ikiye ayrılmak istenmiştir (Zhang ve ark., 2020a).

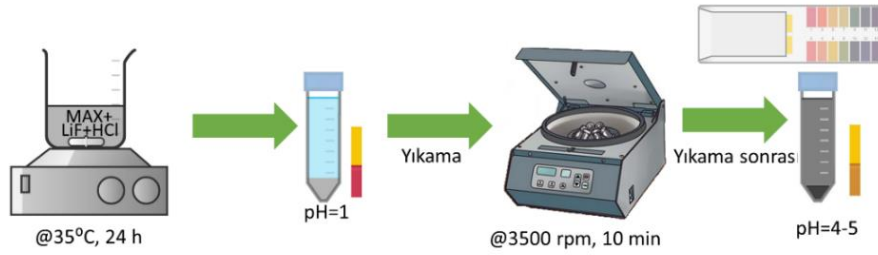
Bu amaçla 15 g MAX fazı tartıldı ve bir beher içerisine alındı. Sıvı yüksekliği 6 cm olacak şekilde su ilave edildi. Manyetik karıştırıcıda 350 rpm'de 5 dk boyunca karıştırılıp, manyetik karıştırıcı kapatıldıktan sonra 6 dk bekletilmiştir. Bu sayede büyük plaka boyutuna sahip olan MAX tozlarının çökmesi sağlanırken küçük boyutlu olanların ise askıda kalması sağlanmıştır. 6 dk sonunda beherde büyük boyutlu MAX tozları çöktürülmüştür. Askıda kalan MAX tozları ise dekantasyon yapılarak beherden boşaltılmıştır. Bu işlem 3 defa daha tekrarlandıktan sonra beherin dibinde kalan MAX tozları etüvde 40 °C'de kurumaya bırakılmıştır.

3.5. MXene Sentezi

MXene, MAX tozundan Al seçici dağlanması için LiF+HCl ortamında sentezlenmiştir. Bir beher içerisine 20 ml 9 M HCl asit eklenir ve üzerine 1 g LiF ilave edilir. Daha sonra bir manyetik karıştırıcı yardımıyla 200 rpm'de 45 dk LiF tuzunun çözünmesi sağlanır. 100 rpm'de 1 g/15 dk olacak şekilde 1 g MAX tozu üzerine yavaşça eklenir. MAX tozunun yavaş eklenmesinin nedeni oluşan reaksiyonun oldukça ekzotermik olmasından kaynaklanmaktadır. Manyetik karıştırıcı hızı 300 rpm'e çıkarılarak 24 saat boyunca karıştırılır. Sentez ortamında oluşan reaksiyon denklem 3.1 ve 3.2'de gösterilmiştir.



24 saat sonunda elde edilen MXene'ler 50 ml'lik santrifüj tüpüne alınarak üzeri deiyonize su ile tamamlanır. 3500 rpm'de 10 dk boyunca santrifüjlenir ve çökeltir. Üzerinde kalan süpernatant'ın rengi yeşil ise sentezin gerçekleşmediği anlaşılır ve tekrarlanır. Eğer süpernatant şeffaf bir sıvı ise atılır ve tekrardan deiyonize su eklenerek yıkama işlemi başlatılır. 3500 rpm'de 10 dakika boyunca santrifüjlenir ve süpernatant atılır. Bu işlem pH> 5 olasıya kadar devam ettirilir. Mxene sentezine ait şematik gösterim Şekil 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.5. Sentez aşamalarının şematik gösterimi

pH 5 olduktan sonra tek katmanlı MXene'leri ayırmak için süpernatant rengi şeffaf bir sıvı olasıya kadar yıkamaya devam edilir ve süpernatant bir beher içerisine toplanır. Beher içerisinde toplanan çözelti içerisinde reaksiyona girmeyen LiF tuzları da bulunabilir. Süpernatant rengi şeffaf olduktan sonra santrifüj içerisinde kalan katı çökelek reaksiyona girmeyen MAX tozu ve çok katmanlı MXene karışımıdır.

Beher içerisine toplanan tek katmanlı MXene'lerden LiF tuzunu uzaklaştırmak için yıkama işlemi daha yüksek rpm'de ve daha yüksek sürede gerçekleştirilir. Çözelti 15 ml'lik santrifüj tüpüne eklenir ve 6000 rpm'de 1 saat boyunca santrifüjlenir. Santrifüj sonunda süpernatant dekantasyon yapılarak atılır. Kalan katı çökeleğin üzerine deiyonize su eklenerek bu işlem 2 defa daha tekrarlanır. Son yıkamadan sonra saf tek katmanlı MXene elde edilmektedir.

Santrifüj içerisinde kalan MAX tozu ve çok katmanlı MXene'leri ayırmak için elde edilmiş olan katı çökeleğin 50 ml'lik santrifüj tüpünde üzeri deiyonize su ile tamamlanmıştır. Daha sonra 500 rpm'de 1 dk santrifüjlendikten sonra süpernatant başka bir santrifüj tüpüne aktarılır. Santrifüj sonrası çöken katı çökelek MAX fazlarıdır. Tam ayırımın gerçekleşmesi için bu işlem 2 defa daha tekrarlanır. Son ayırmadan sonra kalan sıvı çözelti artık çok katmanlı MXene'lerdir.

3.6. MXene Boyut Sınıflandırması

MXene'lerin özellikleri ve performansları tabaka boyutlarına göre değiştiğinden dolayı sentez işlemi tamamlandıktan sonra $Ti_3C_2T_x$ tabakaları santrifüj yardımı ile partikül boyutuna göre sınıflandırılmıştır. Santrifüj ile gerçekleştirilen boyutsal sınıflandırma prosesleri düşük hızlı çökelme olarak adlandırılır ve küresel parçacıkların Reynold sayıları 1'den küçük olmaktadır. Sürtünme katsayısı f , Stoke yasasına göre;

$$f = 3\pi\eta d$$

Denklem 3.3 (Walter ve ark., 2014)

olarak ifade edilebilir. Denklem 3.3'te η ; çözücünün viskozitesi d; parçacığın çapıdır. Parçacığa etki eden kuvvet dengesi denklemi ise;

$$w^2rm_p - w^2rm_s - fu = 0 \quad \text{Denklem 3.4 (Walter ve ark., 2014)}$$

olarak ifade edilir. Denklem 3.4'te w; açısal hız, r; parçacığın dönme ekseninden olan uzaklığı, m_p ; parçacığın kütlesi, m_s ; parçacık tarafından yer değiştirilen solventin miktarı u; çökelme hızıdır.

Çözelti içindeki partiküle etki eden kuvvet hem dönüş hızına (w) hem de santrifüjün dönme yarıçapına (R) bağlıdır. Farklı santrifüj modellerinde bunlar santrifüj zamanını ve hızını farklı cihazlar kullanıldığında karşılaştırmak zor olmuştur. Bu sorun relatif santrifüj kuvveti (RCF) bulunarak çözülmüştür. RCF santrifüj sırasında partiküle etki eden kuvvetin yerçekimine etkisinin oranıdır. Buna ek olarak RCF değeri santrifüj sırasında partikülün dayanabileceği g kuvvetini aşağıdaki denklemde gösterilmiştir;

$$RCF = \frac{w^2R}{g} \quad \text{Denklem 3.5 (Walter ve ark., 2014)}$$

Denklem 3.5'te w santrifüjün açısal hızını, R ise santrifüjün dairesel hareketinin yarıçapını göstermektedir. Sonuç olarak santrifüj süresi denklem 4 kullanılarak hesaplanır.

$$RCF = \frac{w^2R}{g} = \frac{18\ln f_t/f_0}{gt(\rho_M - \rho_C)} \left(\frac{3h^3}{2q^2}\right) \quad \text{Denklem 3.6 (Walter ve ark., 2014)}$$

Denklem 3.6'da yüksekliği h, eş değer hidrokinamik çapı d, yükseklik/çap oranı q olan MXene tabakaları ile eş değer hacme sahip disk şeklindeki partiküllerin çökmesi sabit santrifüj hızında ve sabit tüp içerisinde çökelme süresinin (t) bulunabilmesi için gerekli bağıntıdır. Bu bağıntıda, l santrifüj tüpündeki sıvı derinliğini, η çökeltinin viskozitesinin, ρ_m MXene tabakaların yoğunluğunu, ρ_c çözelti yoğunluğunu, R santrifüjün dönme yarıçapını, w ise açısal hızı ifade etmektedir. Deneysel sonuçta elde edilen parçacık boyutları ışık mikroskobu ile elde edilecek fotoğraflarla analiz edilmiştir.

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

4.1. MAX Fazının Boyutunun Ayarlanması

Satın alınan MAX tozlarının boyutunun MXene boyutuna etkisini incelemek için Denklem 4.1 kullanılarak katı parçacıklarının çözelti içerisinde düşme hızı hesaplanmıştır. Tablo 4.1’de v düşüş hızı, ρ_p MAX fazının yoğunluğunu, ρ_f suyun yoğunluğunu, R elde edilmek istenilen MAX’ın yarıçapını, μ suyun kinematik viskozitesini, h sıvı yüksekliğini ve t ise gerekli olan bekleme süresini ifade etmektedir. Denklem 4.1 sonucu elde edilen düşme hızını kullanarak Denklem 4.2 sonucunda istenilen yarıçap değeri için gerekli olan bekleme süresi hesaplanmıştır.

$$v = \frac{2 \times (\rho_p - \rho_f) \times g \times R^2}{9 \times \mu} \quad \text{Denklem 4.1}$$

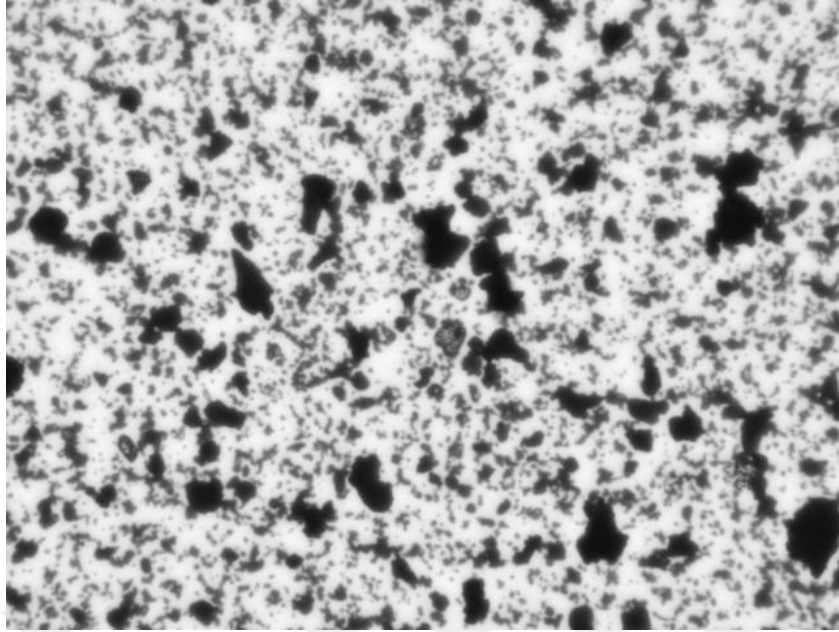
Tablo 4.1. MAX boyutunun ayırımı için denklem parametreleri

Sembol	Değer
v	$1,676 \times 10^{-4}$ (m/s)
ρ_p	4200 (kg/m ³)
ρ_f	995,1 (kg/m ³)
g	9,80665 (m/s ²)
R	$4,4 \times 10^{-6}$ m
μ	$8,07 \times 10^{-4}$ Pa.s
h	6 cm
t	6 dk

$$t = \frac{h}{v} \quad \text{Denklem 4.2}$$

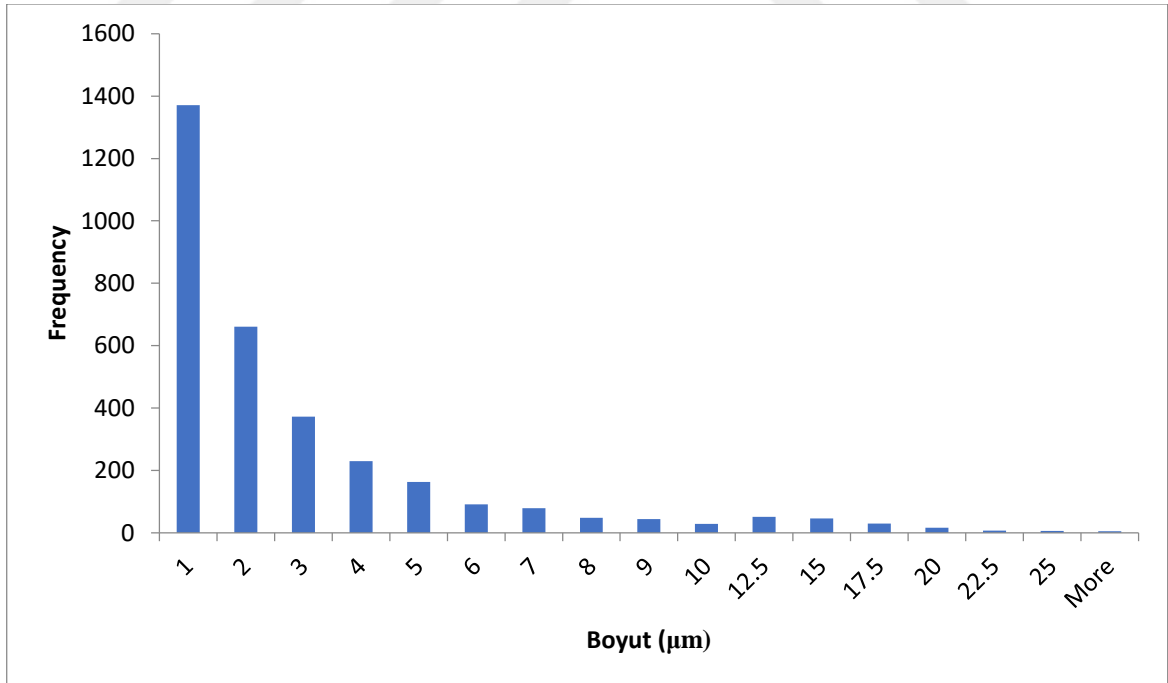
Bu amaçla 15 g MAX fazı tartıldı ve bir beher içerisine alındı. Sıvı yüksekliği 6 cm olacak şekilde su ilave edildi. Manyetik karıştırıcıda 350 rpm’de 5 dk boyunca karıştırılıp, manyetik karıştırıcı kapatıldıktan sonra 6 dk bekletilmiştir. Bu sayede büyük plaka boyutuna sahip olan MAX tozlarının çökmesi sağlanırken küçük boyutlu olanların ise askıda kalması sağlanmıştır. 6 dk sonunda beherde büyük boyutlu MAX tozları çöktürülmüştür. Askıda kalan MAX tozları ise dekantasyon yapılarak beherden boşaltılmıştır. Bu işlem 3 defa daha tekrarlandıktan sonra beherin dibinde kalan MAX tozları etüvde 40 °C’de kurumaya bırakılmıştır.

Şekil 4.1’de satın alınan MAX fazının boyutunun belirlenmesi için mikroskop görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4.1. Satın alınan MAX tozunun boyut ayrımı yapılmadan optik mikroskop görüntüleri

Alınan mikroskop görüntülerinin Image J programı ile incelenip boyutlarının belirlenmesine ait histogramlar Şekil 4.2 ve Tablo 4.2’de verilmiştir.



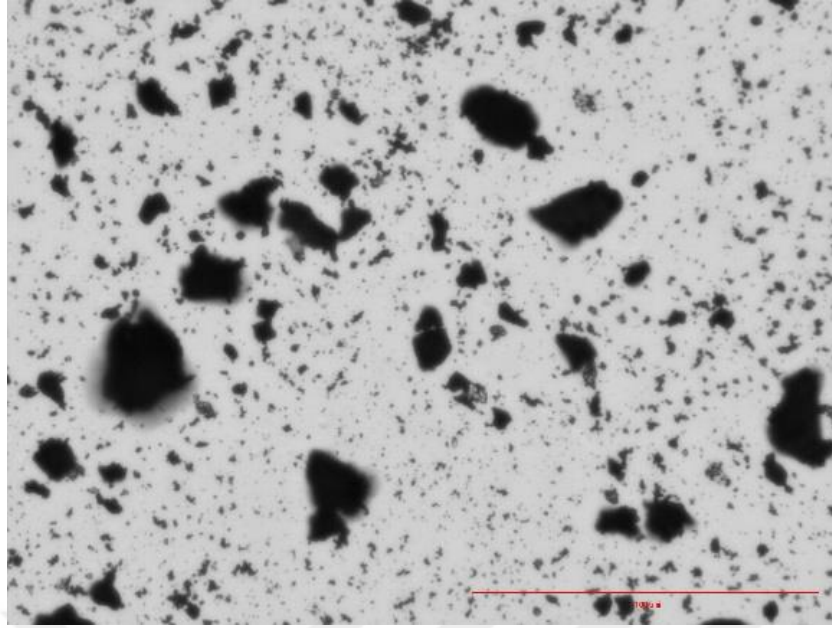
Şekil 4.2. MAX fazı boyut ayrımı yapılmadan önce boyut dağılımı histogramı

Tablo 4.2. MAX fazı boyut ayrımı yapılmadan önce

Numune boyutu (μm)	% dağılımı
1	42.1976
2	20.34472
3	11.44968
4	7.079101
5	5.016928
6	2.800862
7	2.431517
8	1.477378
9	1.354263
10	0.892582
12,5	1.569714
15	1.41582
17,5	0.923361
20	0.492459
22,5	0.215451
25	0.184672
More	0.153894

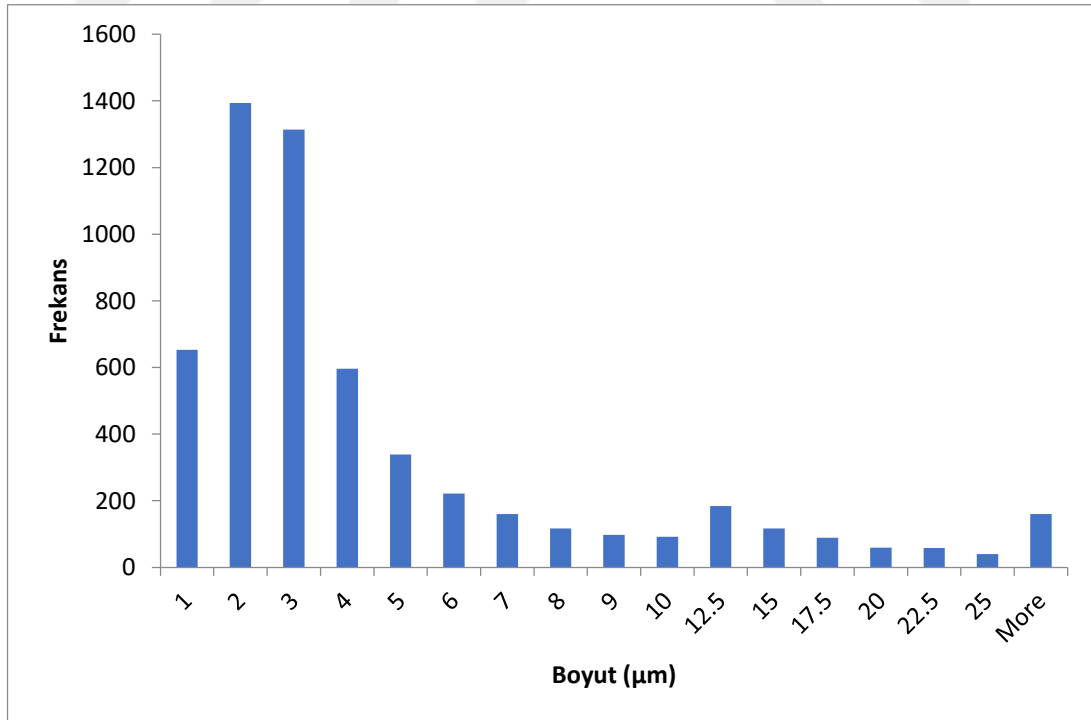
Yapılan boyut belirlemesi sonucunda MAX fazının boyut dağılımının %42'lik oranda en yüksek 0-1 μm arasında olduğu belirlenmiştir. Yanal boyutun 1-2 μm arasında olan MAX tozları ise %20 oranında mevcuttur. Diğer yanal boyutlar Şekil 4.2 ve Tablo 4.2'de gösterilmiştir.

Elde edilen sonuçları karşılaştırmak için daha sonra MAX fazının boyut ayrımı yapılmıştır. MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra boyut belirlemesi yapılmak için optik görüntü alınmıştır (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Satın alınan MAX tozunun boyut ayırımı yapıldıktan sonra optik mikroskop görüntüleri

Alınan mikroskop görüntülerinin Image J programı ile incelenip boyutlarının belirlenmesine ait histogramlar Şekil 4.4 ve Tablo 4.3'te verilmiştir.



Şekil 4.4. MAX fazı boyut ayırımı yapıldıktan sonra boyut dağılımı histogramı

Tablo 4.3. MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra

Numune boyutu (μm)	% dağılımı
1	11.47224
2	24.49051
3	23.08503
4	10.47084
5	5.955727
6	3.900211
7	2.810963
8	2.055517
9	1.721715
10	1.616304
12,5	3.232607
15	2.055517
17,5	1.563598
20	1.036543
22,5	1.018974
25	0.702741
More	2.810963

Şekil 4.4 ve Tablo 4.3'te boyut ayrımı yapıldıktan sonra elde edilen yanal boyut miktarları gösterilmektedir. 1-2 μm arasında olan MAX fazı yanal boyut oranı %24, 2-3 μm arasında olan MAX fazı yanal boyut %23 oranındadır. Diğerleri tabloda gösterilmiştir.

Tablo 4.4. MAX fazı yanal boyutunun ayırımından önce ve sonrasının karşılaştırma

Boyut ayrımı öncesi		Boyut ayrımı sonrası	
Numune boyutu (μm)	% dağılımı	Numune boyutu (μm)	% dağılımı
1	42.1976	1	11,4722
2	20.34472	2	24,4905
3	11.44968	3	23,08503
4	7.079101	4	10,47083
5	5.016928	5	5,9557
6	2.800862	6	3,9002
7	2.431517	7	2,81096
8	1.477378	8	2,05551
9	1.354263	9	1,72171
10	0.892582	10	1,6163
12,5	1.569714	12,5	3,2326
15	1.41582	15	2,0555
17,5	0.923361	17,5	1,5635
20	0.492459	20	1,0365
22,5	0.215451	22,5	1,01897
25	0.184672	25	0,70274
More	0.153894	More	3,514

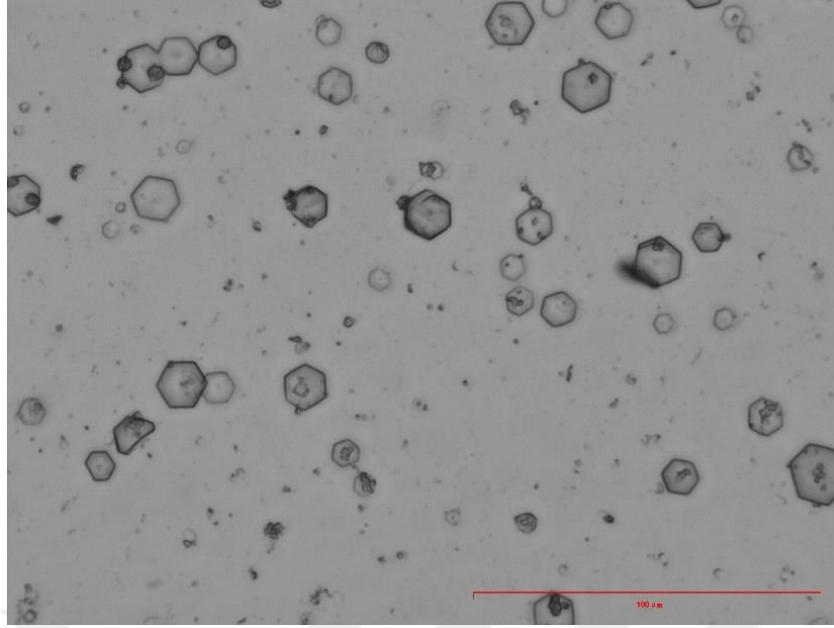
MAX fazı yanal boyutunun, boyut ayrımı ve öncesinin karşılaştırılması Tablo 4.4'te verilmiştir. Bu sonuçları bakıldığında 0-1 μm arasında olan yanal boyutunun,

ayrımdan önce %42 iken ayrımdan sonra %11 e düřtüęü görülmüřtür. 1-2 μm arasında olan boyut oranı ise boyut ayrımdan sonra %20'den %24'e çıkmıřtır. Fakat 2 μm yanal boyuttan büyük MAX fazının boyut ayrımdan sonra ciddi bir artışta olduęu saptanmıřtır. Bu artışında sentez sonra elde edilen MXene'lerin yanal boyutundan artış olacaęı düşünölmüřtür.

4.2. MXene Sentezi

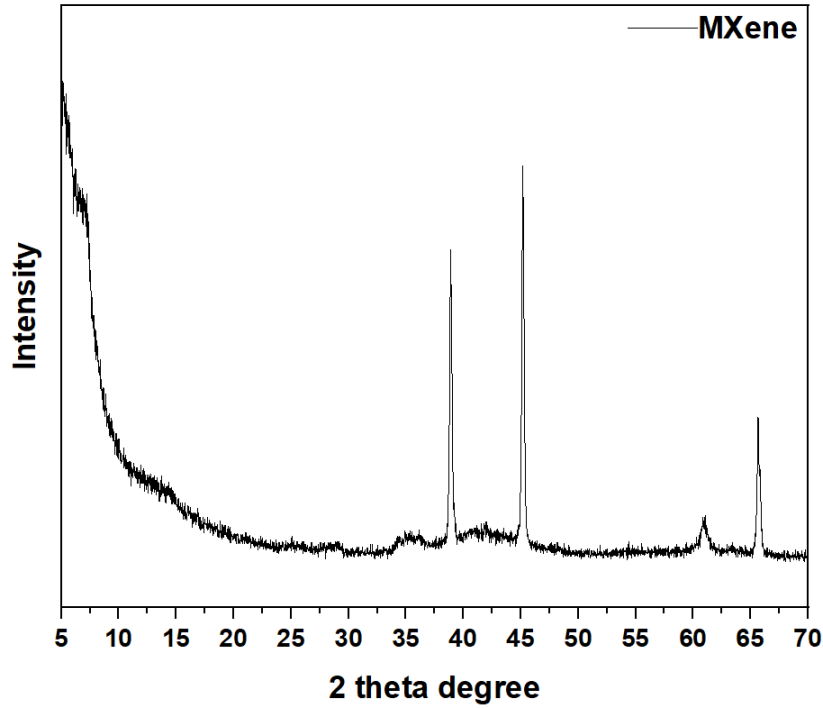
MXene, MAX tozundan Al seçici daęlanması için LiF+HCl ortamında sentezlenmiřtir. Bu amaçla öncelikli olarak 1,6 g LiF 20 mL 9 M HCl ięeren plastik beher ięerisinde 15 dakika boyunca manyetik karıřtırıcı yardımıyla karıřtırılmıřtır. Ardından 1 g MAX tozu LiF+HCl ortamına oldukça yavař (1 g/5 dk) ilave edilmiřtir. Reaksiyon 24 saat boyunca 35 °C'de sürekli karıřtırılmıřtır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra, elde edilen toz 50 ml'lik santrifüj tüpüne aktarılıp 3500 rpm'de 10 dk santrifüj yapılmıř ve üstte kalan sıvı tüpten uzaklařtırılıp üzerine ultra saf su ilave edilmiřtir. Bu iřlem pH>5 olana dek devam edilmiřtir. Yıkama sonucu pH istenilen seviyeye yükseldikten sonra ise reaksiyona girmeyen MAX fazı 1000 rpm'de 1 dk santrifüj ile çöktürölüp ayrılmıřtır.

Elde edilen MXene'lerin sulu çözeltilisin bir lam üzerine damlatılarak film olarak elde edilmesi sonucu alına optik mikroskop görüntüleri Őekil 4.5'te verilmiřtir. Optik mikroskop görüntüleri incelendięinde 2B MXene tabakalarıyla birlikte hekzagonal yapılar görölmüřtür.



Şekil 4.5. Sentez sonrası safsızlıklar bulunan MXene sulu çözeltisinin optik mikroskop görüntüsü

Elde edilen MXene tozlarının XRD analizi sonuçları Şekil 4.6’da verilmiştir. 7.14° ’deki (002) keskin 2 theta zirvesi MAX fazının başarıyla aşındırılıp MXene elde edildiğinin doğrulamaktadır. Ancak 39° , 45° ve 66° ’deki 2 theta zirveleri LiF tuzuna ait karakteristik pikleridir.

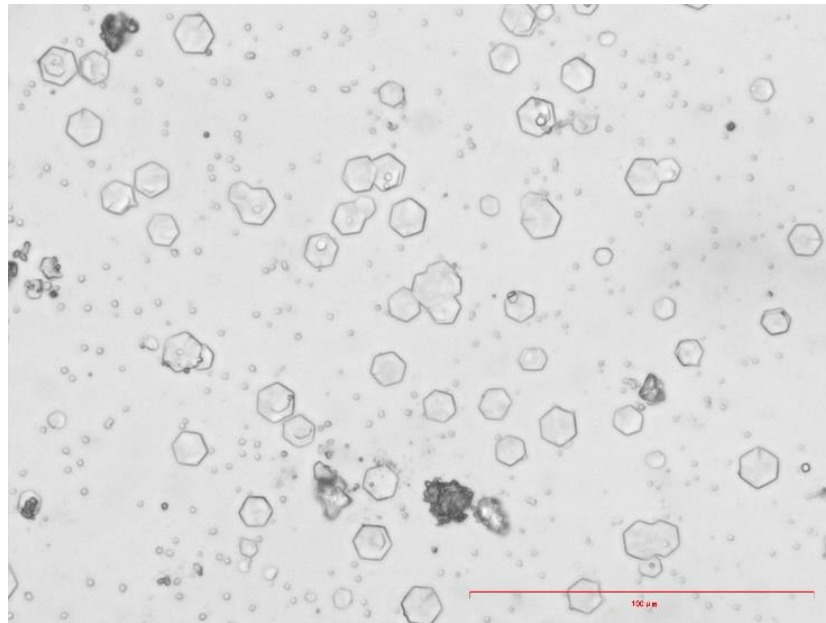


Şekil 4.6. Safsızlık içeren MXene’ e ait XRD spekturumu

Bu sonuçlar doğrultusunda elde edilen MXene'lerin yeterli kadar saflıkta olmadığı görülmüştür. Bu safsızlıkları ortadan kaldırmak için sentez başlangıcında kullanılan LiF tuzu miktarı azaltılmış ve sentez parametreleri gözden geçirilerek yeniden sentez yapılmıştır.

20 ml 9 M HCl asit üzerine 1 g LiF tozu eklenmiştir. Manyetik karıştırıcı yardımıyla LiF tuzunun çözünmesi için 45 dk boyunca 200 rpm'de karıştırılmıştır. Ardından 1 g MAX tozu 1g/15 dk olacak şekilde LiF+HCl çözeltisi üzerine ilave edilmiştir. Reaksiyon 24 saat boyunca 35 °C'de sürekli karıştırılmıştır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra, elde edilen çözelti 50 ml'lik santrifüj tüpüne aktarılıp 3500 rpm'de 10 dk santrifüj yapılmış ve üstte kalan sıvı tüpten uzaklaştırılıp üzerine ultra saf su ilave edilmiştir. Bu işlem pH>5 olana dek devam edilmiştir. Yıkama sonucu pH istenilen seviyeye yükseldikten sonra ise reaksiyona girmeyen MAX fazı 1000 rpm'de 1 dk santrifüj ile çöktürülüp ayrılmıştır.

Şekil 4.7'de elde edilen MXene'lerin sulu çözeltisinin bir lam üzerine damlatılarak film olarak elde edilmesi sonucu alınan optik mikroskop görüntüleri gösterilmektedir. Optik mikroskop görüntülerinde görülen hegzagonal yapılar LiF tuzuna aittir.



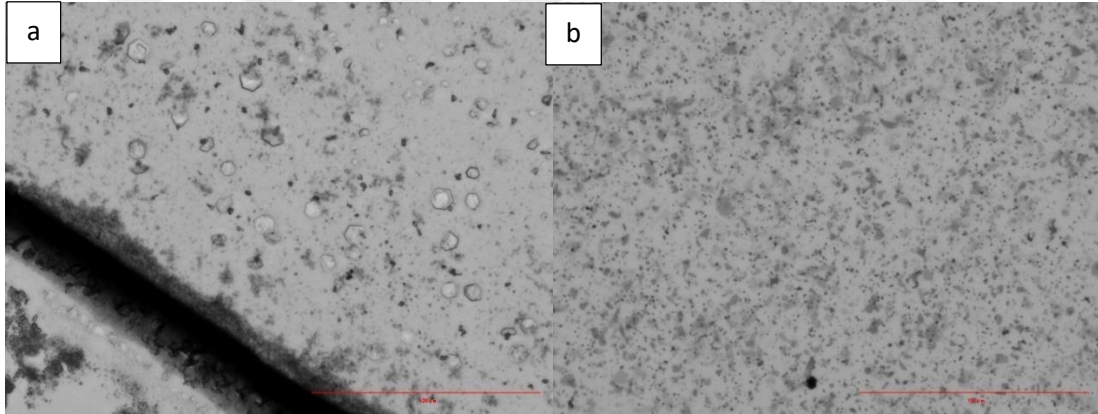
Şekil 4.7. LiF tuzları bulunan MXene optik mikroskop görüntüsü

Elde edilen MXene sulu çözeltilerinde reaksiyona girmeyen LiF tuzuna rastlanmıştır. Sentez esnasında LiF tuzunun miktarının azaltılması bu safsızlıkların

giderilmesi için yeterli olmamıştır. Bu nedenden dolayı ikinci bir yıkama prosesi geliştirilmiştir.

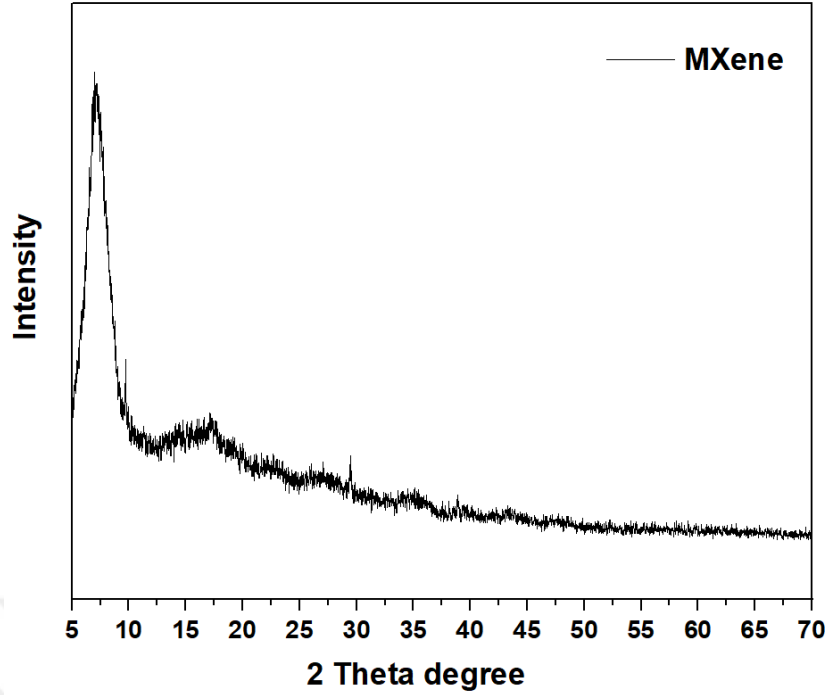
20 ml HCl+LiF çözeltisi üzerine 1 g MAX fazı eklenmiştir. 24 saat reaksiyon süresi sonunda elde edilen MXene'ler yıkama işlemi için 50 ml'lik santrifüj tüpüne alınmıştır. Ardında pH>5 olana kadar 3500 rpm'de 10 dakika boyunca santrifüjlenmiştir. Yıkama işlemi sonunda reaksiyona girmeyen LiF tuzlarının uzaklaştırılması için tekrardan bir yıkama prosesi uygulanmıştır. pH>5 olduktan sonra tekrardan yapılan yıkama işlemi sonrası elde edilen süpernatant başka bir behere alınmıştır. Bu işlem süpernatant şeffaf bir renge sahip olasıya kadar devam etmiştir. Ardından beher içerisinde toplanan MXene'ler 6000 rpm'de 1 saat boyunca çöktürülmüş ve kalan süpernatant atılmıştır. Elde edilen MXene'ler yeterli saflığa ulaşmıştır.

İkinci yıkama prosesinden önce elde edilen MXene'lerin optik mikroskop görüntüsünde (Şekil 4.8a) hegzagonal yapıda olan LiF tuzları görülmektedir ancak yıkama prosesi sonucu elde edilen MXene'lerin optik mikroskop görüntüsünde (Şekil 4.8b) bu yapılardan tamamıyla kurtulunmuştur ve saf bir şekilde MXene elde edilmiştir.



Şekil 4.8. a) İkinci yıkama prosesi öncesi elde MXene'lerin optik mikroskop görüntüsü b) İkinci yıkama prosesi sonrası elde MXene'lerin optik mikroskop görüntüsü

Yıkama sonrası elde edilen MXene tozlarının XRD analizi sonuçları Şekil 4.9'da verilmiştir. Bu sonuçlar doğrultusunda MXene'nin karakteristik piki olan $6,33^\circ$ 2 theta açısı görülmektedir. Şekil 4.6'da bulunan LiF tuzuna ait 39° , 45° ve 66° 'deki 2 theta zirveleri ise yıkama sonrası elde edilen MXene'lerde görülmemiştir.



Şekil 4.9. MXene'e ait XRD spektrumu

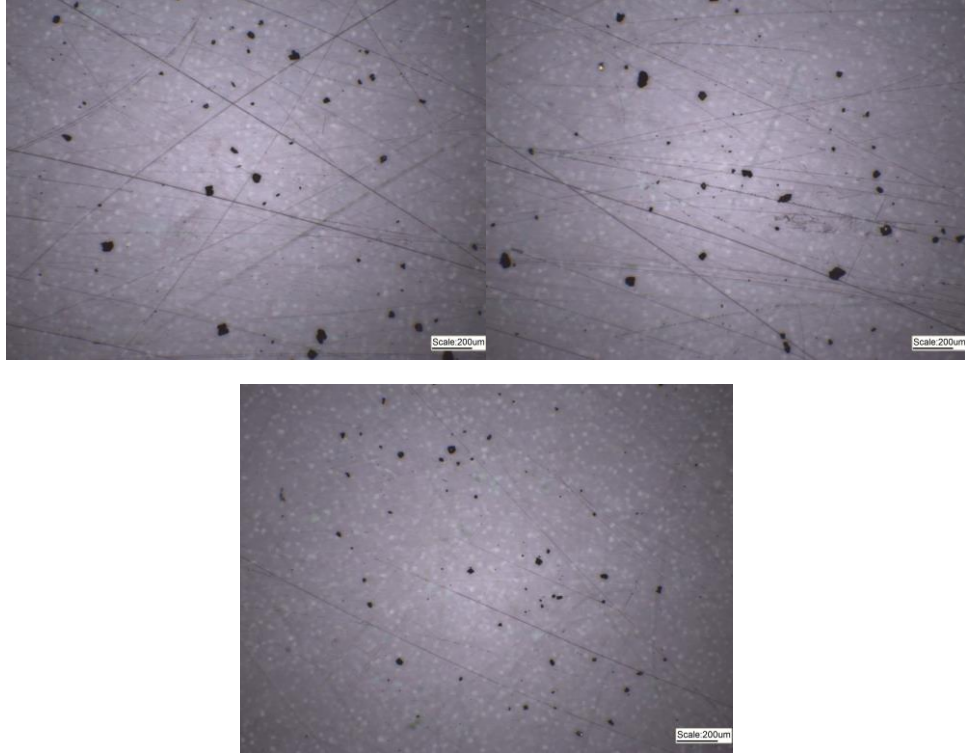
Elde edilen sonuçlara göre yapılan ikinci yıkama prosesi LiF tuzlarının MXene çözeltisinde uzaklaştırılmasını sağlamış ve saf MXene elde edilmiştir. Bu sayede safsızlık sorunu çözülmüştür.

Sentezlenen 2B MXene'lerin tabaka boyutlarına ayrımının yapılabilmesi için, elde edilen bu optik mikroskop görüntülerinden (Şekil 4.10) tabakaların boyutu görüntü işleme yöntemi ile incelenmiştir. Görüntü işleme çalışmaları İmage J programı ile tamamlanmıştır. Bu amaçla öncelikle optik mikroskop fotoğrafları İmage J programında "binary" resime dönüştürülmüştür (Şekil 4.11). Ardından bu fotoğraflar kullanılarak alan hesaplanmıştır. Hesaplanan alanlardan Denklem 4.3'teki formülden yararlanarak tabakaların çapı hesaplanmıştır.

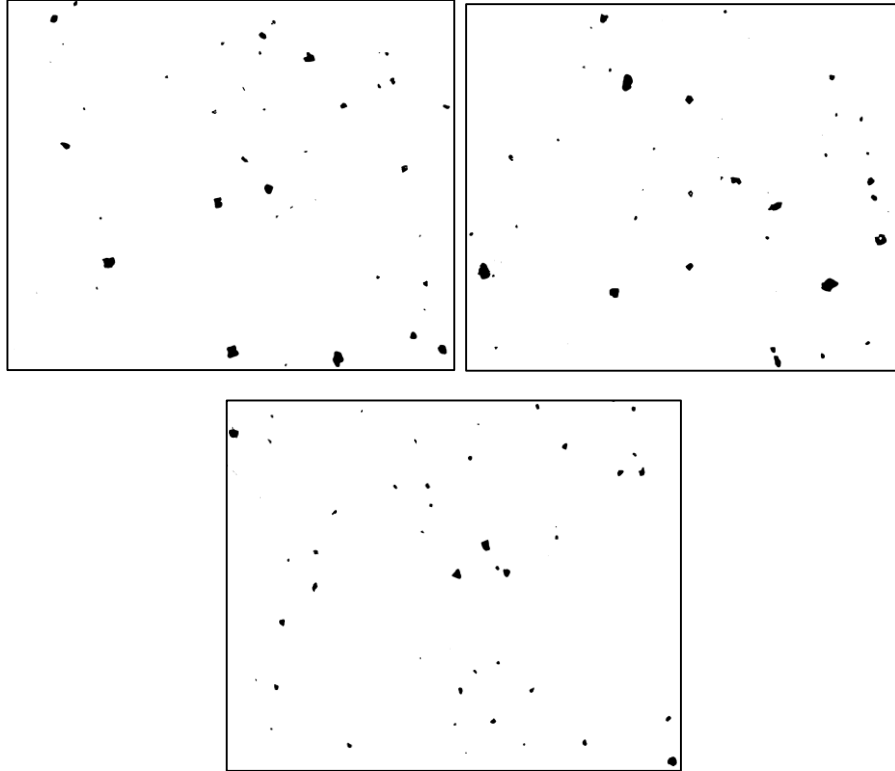
$$Alan = \frac{\pi D^2}{4}$$

Denklem 4.3

Bu hesaplamalarda 2B MXene tabakaları daire olarak kabul edilerek hesaplamalar yapılmıştır.



Şekil 4.10. Farklı bölgelerden kaydedilen MXene ince filmine ait optik mikroskop görüntüleri



Şekil 4.11. İmage J programı yardımı ile işlenmiş olan optik mikroskop görüntüleri

Tablo 4.5'te sentezlenmiş olan 2B MXene tabakalarının boyutlarının dağılımları verilmiştir.

Tablo 4.5. Optik mikroskop görüntülerinin analizi ile elde edilen boyut dağılımı

Boyut Aralığı (μm)	% dağılımı
0-5	26,98
5-10	19,77
10-15	15
15 üstü	37,73

Optik mikroskop görüntülerinin kaydedilmesi ve işlenmesi oldukça pratik ve ucuz bir yöntemdir. Elde edilen boyutların ve dağılımlarının kanıtlanabilmesi için dinamik ışık saçılımı (DLS) analizi gerçekleştirilmiştir. DLS analizi ile elde edilen boyut dağılımları ise Tablo 4.6'te verilmiştir.

Tablo 4.6. DLS analizi ile elde edilen boyut dağılımı

Boyut Aralığı (μm)	% dağılımı
0-5	31,89
5-10	26,21
10-15	15,93
15 üstü	29,05

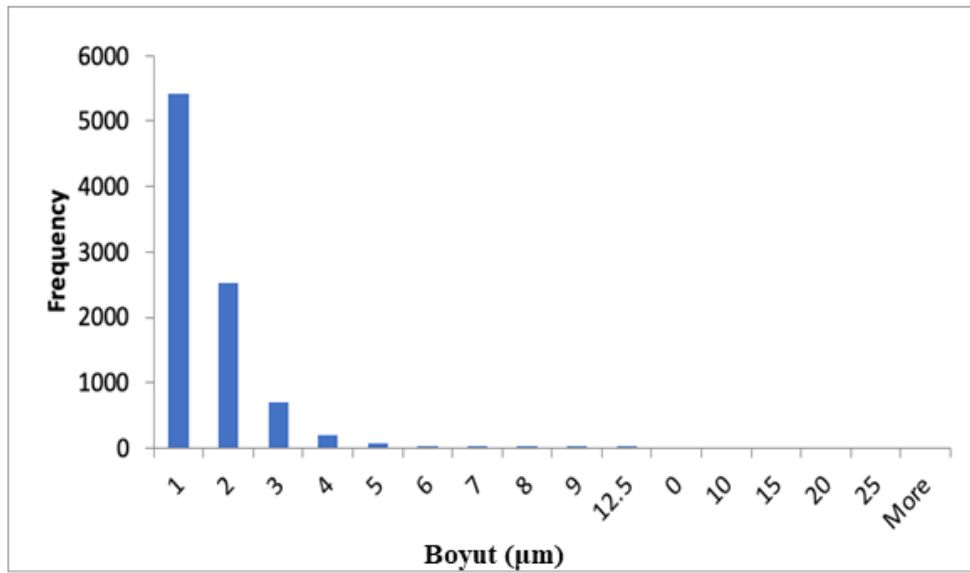
Tablo 4.5 ve 4.6 karşılaştırıldığında optik mikroskop görüntülerinin işlenmesinin ardından elde edilen ve DLS analizi sonucunda elde edilen boyut dağılımlarının birbiri ile uyumlu olduğu kanıtlanmıştır. Böylece, optik mikroskop analizine göre daha pahalı bir analiz olan DLS analizine ihtiyaç olmadığı kanıtlanmıştır.

Üç farklı sentez şu şekilde yapılmıştır. i) satın alınan MAX'ın direkt kullanılması, ii) satın alınan MAX'ların kendi aralarında büyük olanlarının seçildikten sonra sentez kapağı kapalı şekilde sentezlenmesi ve iii) satın alınan MAX'ların kendi aralarında büyük olanlarının seçildikten sonra sentez kapağı açık şekilde sentezlenmesi. Şekil 4.12'de Mxene direkt olarak satın alınan MAX ile sentezlendikten sonra alınan optik mikroskop görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4.12. Satın alınan MAX tozundan boyut ayrımı yapılmadan elde edilen MXene'lerin optik mikroskop görüntüleri

Alınan mikroskop görüntülerinin Image J programı ile incelenip boyutlarının belirlenmesine ait histogramlar Şekil 4.13 ve Tablo 4.7'da verilmiştir.



Şekil 4.13. Satın alınan MAX tozundan boyut ayrımı yapılmadan elde edilen MXene'lerin boyut dağılımları

Tablo 4.7. Satın alınan MAX tozundan boyut ayrımı yapılmadan elde edilen MXene'lerin boyut dağılımları

Numune boyutu (μm)	% dağılımı
1	60.22664
2	28.17465
3	7.899122
4	2.310854
5	0.844351
6	0.377736
7	0.077769
8	0.066659
9	0.011111
12.5	0.011111
0	0
10	0
15	0
20	0
25	0

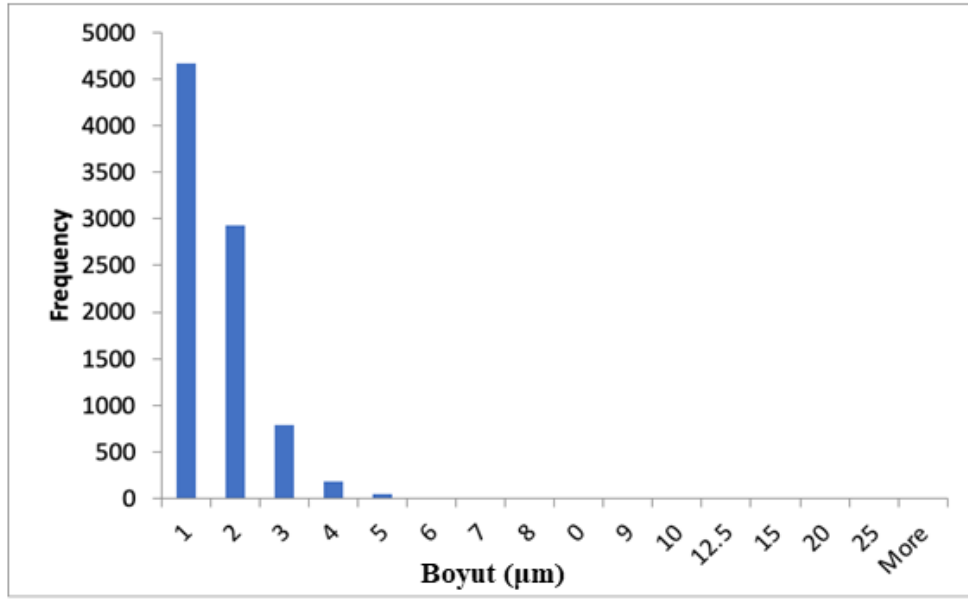
Elde edilen mikroskop görüntüleri sonucundan MAX fazından boyut ayrımı yapılmadan elde edilen MXene boyut dağılımı %60 0-1 μm arasındadır. 1-2 μm arasındaki boyut dağılımı %28'dir ve nispeten küçük bir boyut oranına sahiptir.

Daha sonra sentezden önce MAX fazının boyut ayrımı yapıldıktan sonra sentez sırasında kapağı kapalı tutularak yapılan MXene sentezi yapılmıştır. Şekil 4.14 elde edilen MXene'lerin optik mikroskop görüntüsü göstermektedir.



Şekil 4.14. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılan) optik mikroskop görüntüleri

Elde edilen optik mikroskop görüntüleri image J programı ile işlenmiştir ve boyut dağılımı yapılmıştır. Bu boyut dağılımının histogramik dağılımı Şekil 4.15 ve Tablo 4.8'de verilmiştir.



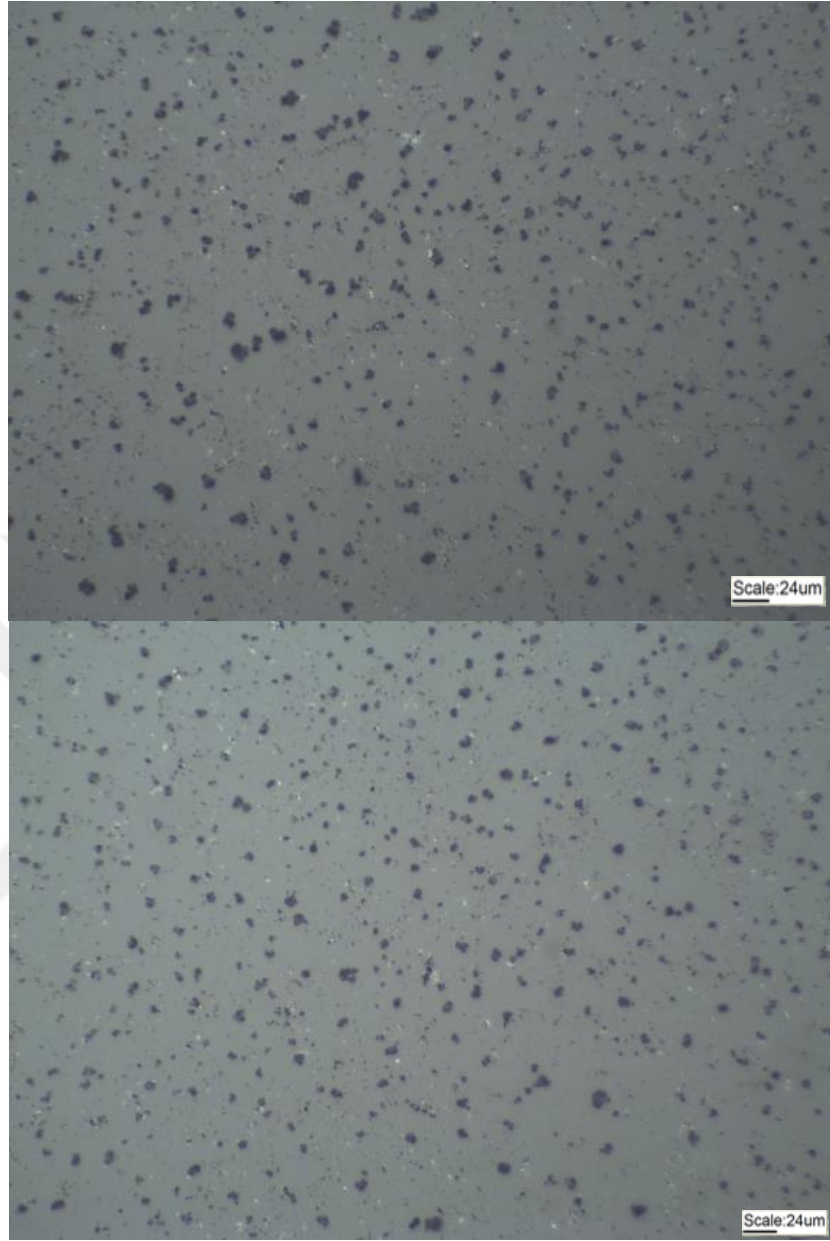
Şekil 4.15. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılan) boyut dağılımları

Tablo 4.8. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılan) boyut dağılımları

Numune boyutu (µm)	% dağılımı
1	54.01181
2	33.86593
3	9.158273
4	2.153526
5	0.590483
6	0.162093
7	0.046312
8	0.011578
0	0
9	0
10	0
12.5	0
15	0
20	0
25	0

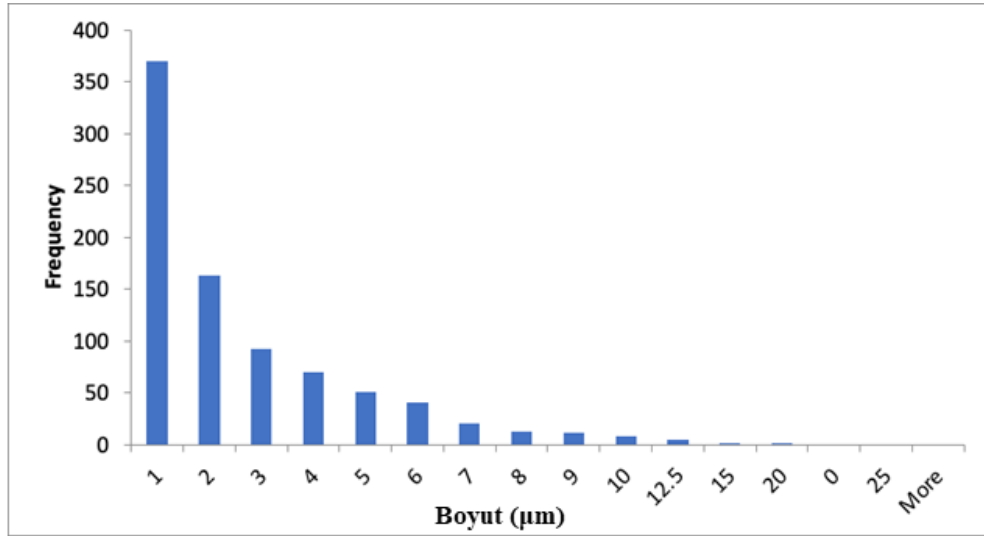
Elde edilen histogramik veriler sonucu sentezden önce MAX fazının boyut ayrımı yapılmış MXene sentezinin 0-1 µm ve 1-2 µm yanal boyut miktarı sırasıyla %54 ve %33'tür.

Bir sonraki sentez modelimiz MAX fazının boyut ayrımı yapıldıktan sonra sentez esnasında kapağın açık tutulmasıdır. Sentez sonucu elde edilen MXene'lerin optik mikroskopik görüntüsü Şekil 4.16'da verilmiştir.



Şekil 4.16. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılmayan) optik mikroskop görüntüleri

Elde edilen mikroskobik görüntüler image J programı ile binary sistemi ile işlenmiştir. İşlem sonrası elde edilen veriler ile Şekil 4.17 ve Tablo 4.9'de ki histogramik veriler oluşturulmuştur.



Şekil 4.17. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılmayan) boyut dağılımları

Tablo 4.9. Satın alınan MAX fazında sentezden önce boyut ayrımı yapıldıktan sonra büyük MAX'ların başlangıç maddesi olarak kullanıldığı sentezdeki MXene'lerin (sentez esnasında üstüne kapak kapatılmayan) boyut dağılımları

Numune boyutu (µm)	% dağılımı
1	43.7869822
2	19.2899408
3	10.887574
4	8.28402367
5	6.03550296
6	4.85207101
7	2.36686391
8	1.42011834
9	1.30177515
10	0.94674556
12.5	0.59171598
15	0.1183432
20	0.1183432
0	0
25	0

Boyut ayrımı yapılmış MAX fazından sentezlenen ve sentez esnasında kapak açık tutularak elde edilen MXene'lerin histogramik veri sonuçları 0-1 µm, 1-2 µm ve 2-3 µm sırasıyla %43, %19 ve %10'dur.

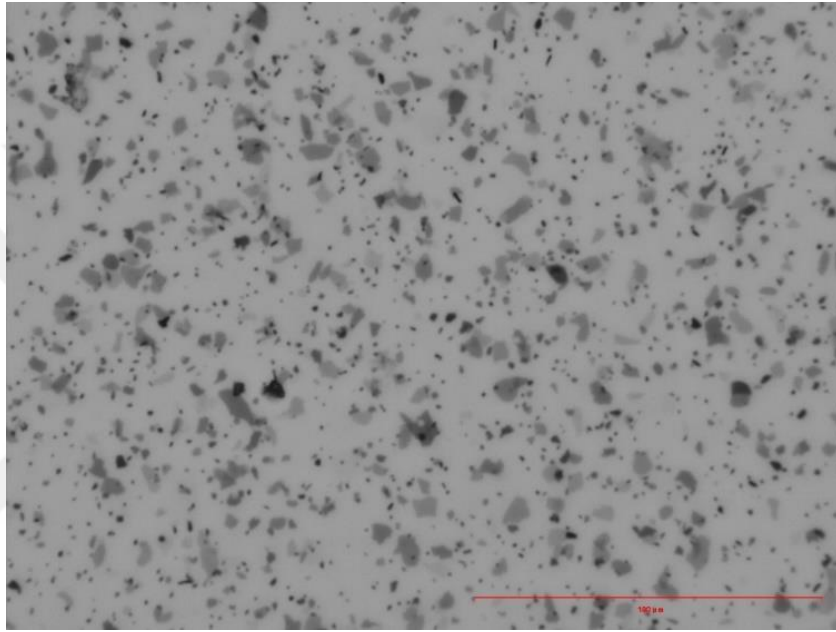
Tablo 4.10. Farklı şartlarda sentezlenen MXene'lerin boyut dağılımlarının karşılaştırılması

1		2		3	
MAX boyut ayrımı yapılmamış		MAX boyut ayrımı yapılmış (Sentez esnasında kapak kapalı)		MAX boyut ayrımı yapılmış (Sentez esnasında kapak açık)	
Numune boyutu (μm)	% dağılımı	Numune boyutu (μm)	% dağılımı	Numune boyutu (μm)	% dağılımı
1	60.22664	1	54.01181	1	43.7869822
2	28.17465	2	33.86593	2	19.2899408
3	7.899122	3	9.158273	3	10.887574
4	2.310854	4	2.153526	4	8.28402367
5	0.844351	5	0.590483	5	6.03550296
6	0.377736	6	0.162093	6	4.85207101
7	0.077769	7	0.046312	7	2.36686391
7	0.077769	7	0.046312	7	2.36686391
8	0.066659	8	0.011578	8	1.42011834
9	0.01111	0	0	9	1.30177515
12.5	0.01111	9	0	10	0.94674556
0	0	10	0	12.5	0.59171598
10	0	12.5	0	15	0.1183432
15	0	15	0	20	0.1183432
20	0	20	0	0	0
25	0	25	0	25	0

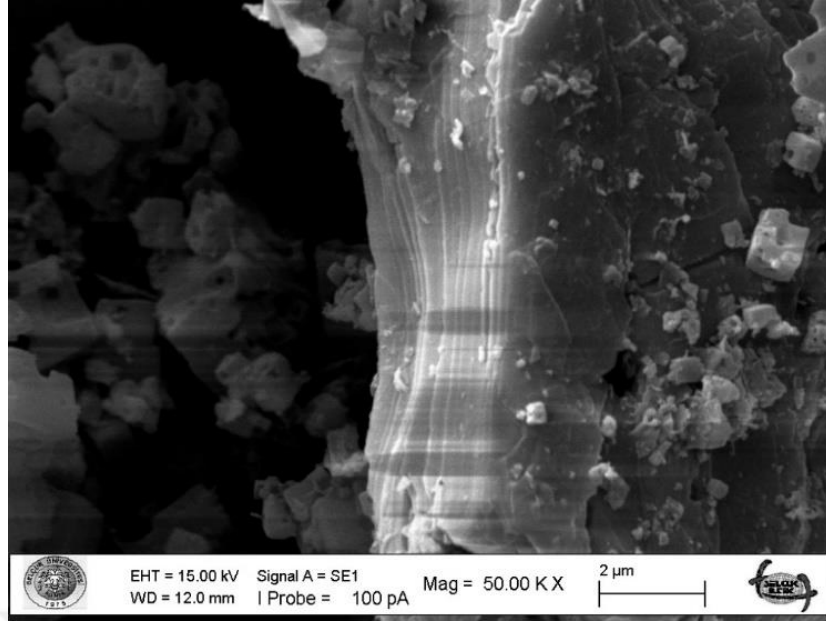
Tablo 4.10 farklı şartlar altından sentezlenen MXene'lerin boyut dağılımlarını göstermektedir. MAX fazı boyut ayrımı yapılmadan önce, MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra sentez esnasında kapağı kapalı tutularak ve MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra sentez esnasında kapağı açık tutularak yapılan sentezlerin 0-1 μm arasındaki histogram sonuçları sırasıyla %60, %54 ve %43'tür. 1-2 μm arasındaki boyut dağılımı %28, %33 ve %19'luk bir histogram verisine sahiptir. 2-3 μm arasındaki boyut dağılımı ise %7, %9 ve %10'dur. Burada elde edilen sonuçlara göre 2 μm 'nin altındaki boyut dağılımı azalmaktadır ve 2 μm üstündeki boyut dağılımı kayda değer bir şekilde artmaktadır. Elde edilen sonuçların MXene boyutlarını büyölmek için sentezden önce MAX fazının boyut ayrımı yapılarak sentezde kullanılacak MAX tozlarının boyutunu arttırmak olumlu sonuçlar vermiştir. MAX tozunun boyutu ne kadar yüksek olursa elde edilecek MXene boyutlarının da o kadar yüksek olduğu belirlenmiştir. Daha sonrasında ikinci bir parametre olarak sentez esnasında kapağın kapalı veya açık tutulması incelenmiştir. Burada sentez sırasında kapağın açık tutularak atmosfere açık olması MXene yanal boyutlarını etkilemiştir. Atmosfer ortamında elde edilen MXene'lerin yanal boyutu atmosfere kapalı olarak sentezlenen MXene'lerden daha yüksektir.

4.3. $Ti_3C_2T_x$ Karakterizasyonu

Şekil 4.18 sentezlenen MXene çözeltisinin bir cam üzerine damlatılarak elde edilen filmin optik mikroskopik görüntüsünü göstermektedir. Elde edilen görüntüler sonucu açık renkli Mxene'ler tek katmanlı veya birkaç katmanlı daha koyu olan Mxene'ler ise çok katmanlıdır. $Ti_3C_2T_x$ MXene tozunun taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü Şekil 4.19'da gösterilmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde MXene'e ait katmanlı yapılar görülmektedir.

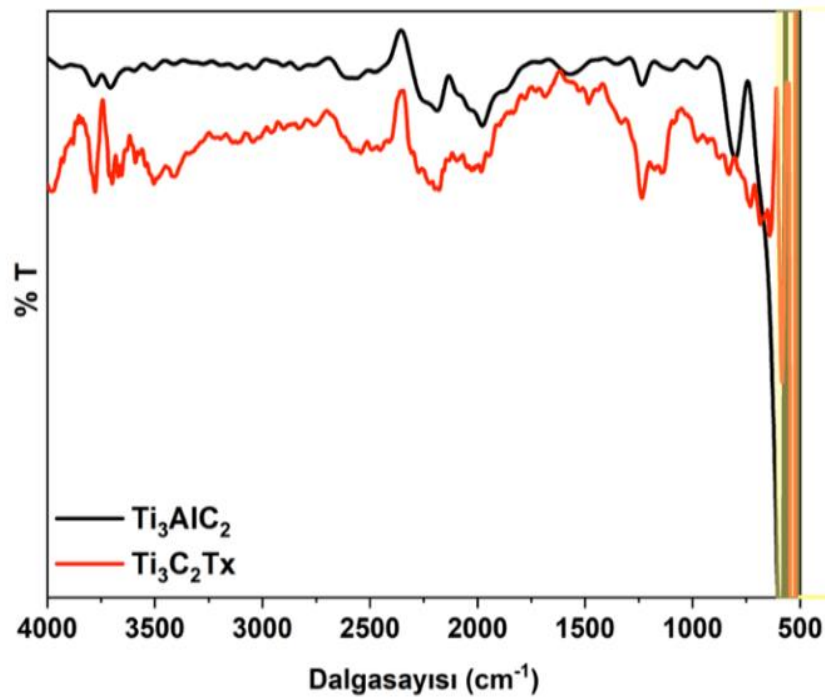


Şekil 4.18. MXene'e ait optik mikroskop görüntüsü



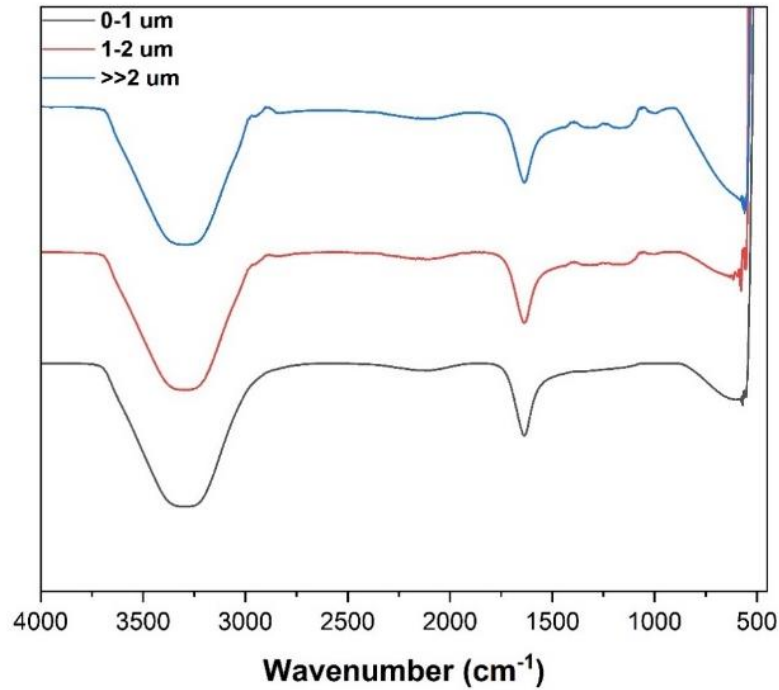
Şekil 4.19. Sentelenen MXene'e ait SEM görüntüsü

Şekil 4.20'de MAX ve MXene ait FTIR spektrumları verilmiştir. MAX fazında 810 cm^{-1} 'de görülen Al-O piki MXene spektrumunda gözlemlenmemesi başarılı bir şekilde dağlama işleminin gerçekleştiğini kanıtlamaktadır. MXene spektrumunda 642 cm^{-1} 'de görülen pik Ti-C bağından kaynaklanmaktadır.



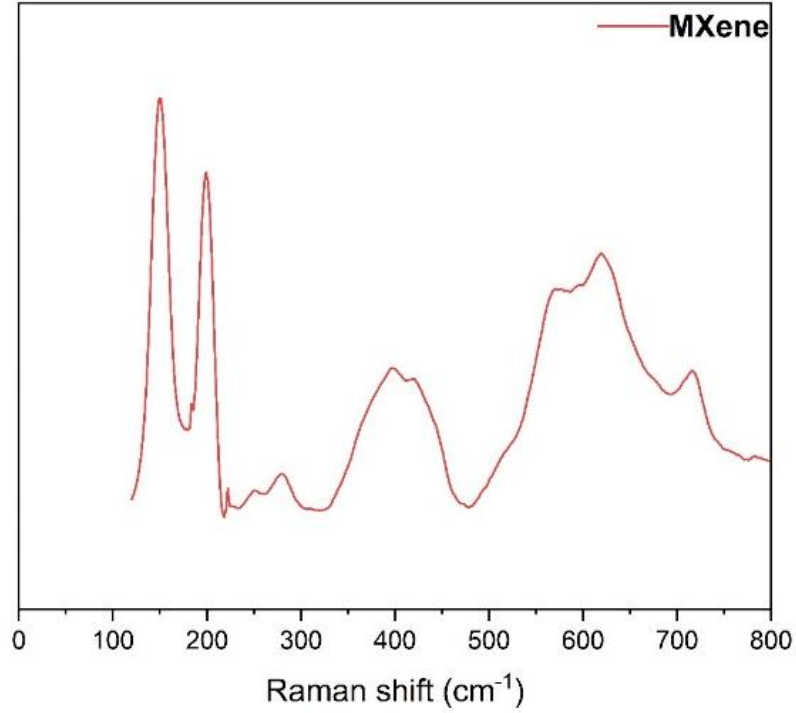
Şekil 4.20. Toz haldeki MAX ve MXene ait FTIR spektrumları

Şekil 4.21’de MXene çözeltisine ait FTIR spektrumuna ait absorpsiyon pikleri görülmektedir. 3300 cm^{-1} ’de görülen bantlar hidroksil grupların varlığına 1600 cm^{-1} ’deki absorpsiyon pikleri C=O bağına, 1308 cm^{-1} ’de elde edilen pik moleküler su (O-H) varlığından dolayı hidrojen bağları ile ilişkilendirilebilir. Son olarak, 564 cm^{-1} ’de elde edilen absorpsiyon pikleri Ti-O bağına atfedilebilir.



Şekil 4.21. Boyut ayrımı yapılmış MXene çözeltilerinin FTIR spektrumu

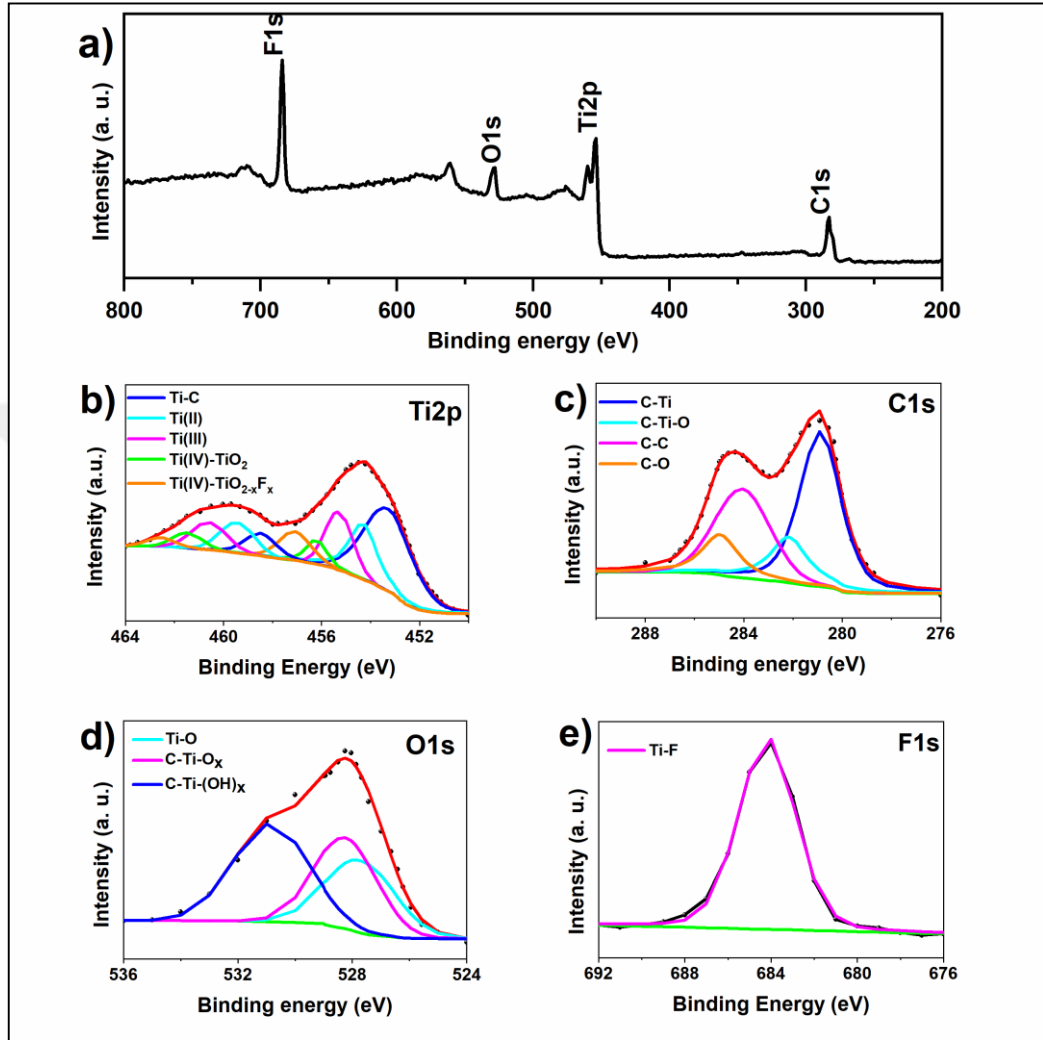
Şekil 4.22’de MXene ait Raman spektrumu verilmiştir. Burada 200 cm^{-1} ’de bulunan Ti, O, C bölgesi düzlem dışı A_{1g} pikidir. 700 cm^{-1} ise C bölgesi düzlem dışı A_{1g} pikidir. Bu pikler MXene’e ait karakteristik piklerdir. 220 ve 500 cm^{-1} arası T_x bölgesidir ve burada bulunan pikler düzlem içi E_g pikleridir. 250 ve 286 cm^{-1} düzlem içi $(\text{OH})_2$ piki ve 400 cm^{-1} ise düzlem içi $\text{O}(\text{OH})$ pikidir. 570 cm^{-1} piki ise C bölgesi O_2 atomlarının düzlem içi titreşimlerine karşılık gelmektedir.



Şekil 4.22. MXene'e ait Raman spektrumu

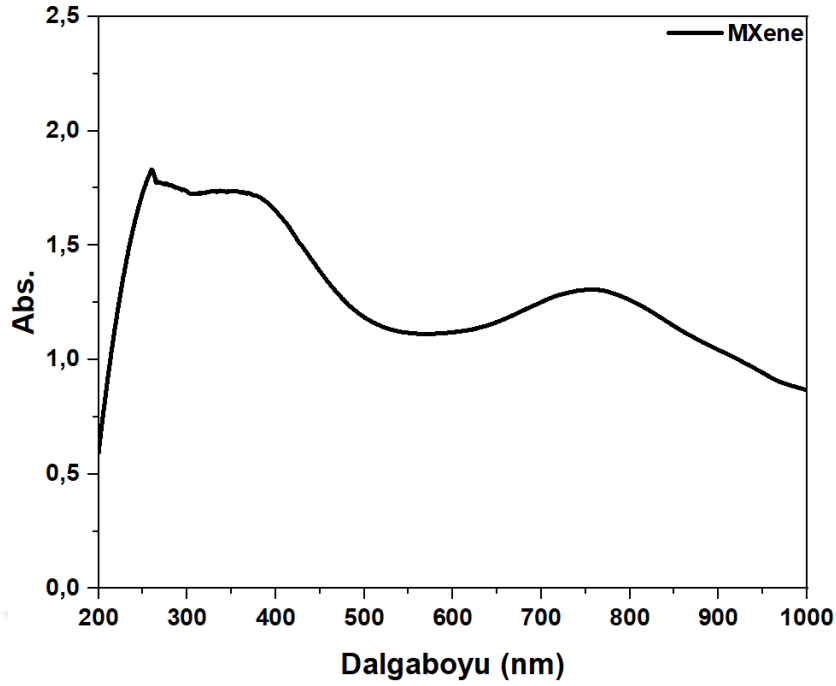
$Ti_3C_2T_x$ MXene ait yüzey kimyasal bileşimini incelemek amacıyla Şekil 4.23'te verilen XPS spektrumu kaydedilmiştir. Şekil 4.23a'da MXene yapısına ait C 1s, Ti 2p, O 1s ve F 1s pikler genel spektrumda sırasıyla 283,80; 454,15; 529,15 ve 684,08 eV tespit edilmiştir. Şekil 4.23b Ti2p bölgesinin yüksek çözünürlüklü spektrumunu göstermektedir. Ti2p bölgesinde pik ayrıştırma yapıldıktan sonra Ti-C, Ti(II), Ti(III), TiO_2 'deki Ti(IV) ve $TiO_{2-x}F_x$ yapısına ait Ti(IV) pikleri görülmektedir. Ti-C piki MXene tabakları arasındaki Ti atomlarından kaynaklanırken Ti atomunun farklı oksidasyon durumlarına ait Ti(II), Ti(III) ve Ti(IV) pikleri oksit (TiO_xF_y) ve karbit (TiC_xO_y) oluşumundan kaynaklanmaktadır. Bu oksidasyon durumları MXene yüzey sonlandırıcılarının homojen olmamasından kaynaklanmaktadır. Şekil 4.23c'de ise C1s bölgesine ait yüksek çözünürlüklü spektrum verilmiştir. Şekil 4.23c incelendiğinde MXene tozunun yapısında bulunan C-Ti, C-Ti-O, C-C ve C-O dan kaynaklı dört ana pik görülmektedir. C-O ve C-Ti-O pikleri MXene oksidasyonu sonucu oluşan TiO_2 ve karbon atomlarının etkileşiminden kaynaklanmaktadır. Şekil 4.23d'de verilen O1s bölgesine ait yüksek çözünürlüklü XPS spektrumu verilmiştir. Şekil 4.23d Ti (IV) oksitlerinin oluşumunu ve MXene yüzeyinde OH/ O_x gruplarına ait bağların oluştuğunu desteklemektedir. Şekil 4.23e verilen F1 s spektrumunda Ti-F bağının oluştuğu açıkça görülmektedir. Bu pik HF dağlama sonucunda oluşan F gruplarının

varlığını kanıtlamaktadır. Özetle, XPS analizi yardımıyla, MXene ait yüzey bileşimini ve $-F$, $-OH$ ve $-O_x$ gibi fonksiyonel grupları kapsamlı bir şekilde netleştirilmiştir.



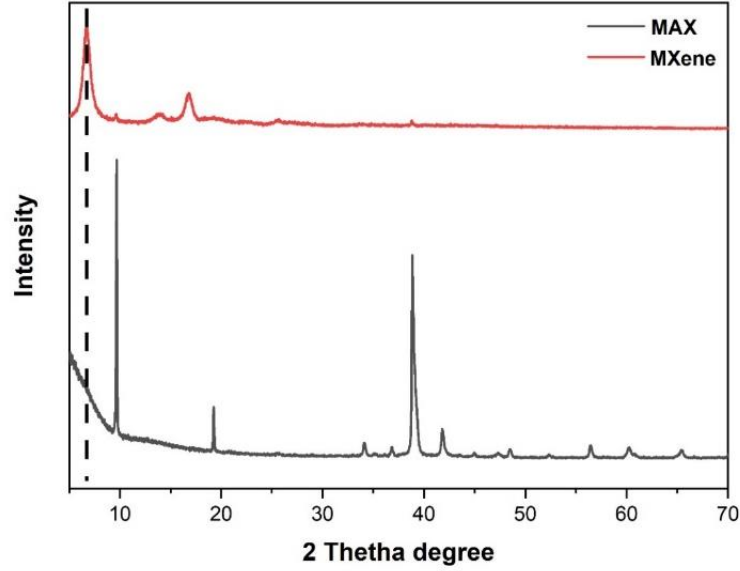
Şekil 4.23. $Ti_3C_2T_x$ MXene a) genel, b) Ti2p, c) C1s, d) O1s ve e) F1s alanlarına ait XPS spektrumları

Sentezlenen MXene tabakalarının UV-görünür bölge absorpsiyon spektrumu (UV-gör), MXene su içinde dağıtıldıktan sonra kaydedilmiştir. Şekil 4.24'te MXene ait UV-gör spektrumunda karakteristik 255 ve 360 nm'de absorpsiyon pikleri görülmektedir ve 700-800 nm arası kapsayan absorpsiyon bandı ise MXene'nin yeşil renginden kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.24. MXene ait UV-gör spektrumu

XRD analizi, tepe konumu, yükseklik ve genişliğe dayalı olarak malzemenin kristal veya amorf doğasını aydınlatmak için kullanılır. Şekil 4.25, Ti_3AlC_2 ve $Ti_3C_2T_x$ MXene XRD profillerini göstermektedir ve 5° ile 70° arasında bir 2θ aralığı çizmektedir. Keskin pikler, MAX fazının ve MXene'nin kristal yapıda olduğunu göstermektedir. Kristal MAX fazı 9.52° (002), 19.53° (004), 34° (101), 35.1° (102), 36.8° (103), 38.99° (008), 41.76° (104), 42.54° (105), 48.48° (107), 52.36° (108), 56.5° (109), 60.16° (110), 52.36° (1011), 64.98° (1011), 70.34° (1012).ve 74.02° (118)'de keskin 2θ pikleri oluşturur. MAX fazının aşındırma işlemi tepe noktalarını ortadan kaldırır veya kaydırır ve yeni kırınım tepe noktaları dizisi oluşturulur. Oluşturulan MXene, kristal bir yapıya sahiptir ve 7.14° 'teki (002) 2θ zirvesi, 12.46 Å'lık MXene düzlemler arası kristal aralığının karakteristik bir zirvesidir. Ek olarak, 14.36° (111), 19.12° (200), 25.3° (101), 25.7° (110), 28.98° (220) ve 38.86° (222)'de başlayan 2θ zirveleri MXene'nin kristal doğasını doğrulayan ve aşındırma işleminin meydana geldiğini ve "akordeon" yapısının oluşumunu onaylamaktadır.



Şekil 4.25. MAX ve MXene'e ait XRD spektrumu

Elektriksel iletkenliği ölçmek için sentezlenen MXene çözeltisi süzülerek film haline getirilmiştir. Elde edilen $Ti_3C_2T_x$ MXene filminin elektriksel iletkenliği 120 S/cm olarak ölçülmüştür.

Elde edilen MXene'lerin zeta potansiyeli -28,7 mV olarak ölçülmüştür ve MXene tabakalarının orta düzeyde kararlı olduğu belirlenmiştir.

4.4. MXene boyut ayrılması

MXene'lerin santrifüj yöntemiyle boyut ayrımı yapılması için Denklem 4.4 kullanılmıştır.

$$t = \frac{18\ln\left(\frac{f_t}{f_0}\right)}{w^2R(\rho_{MXene}-\rho_{su})} \left(\frac{3h^3}{2q^2}\right)^{-\frac{2}{3}} \quad \text{Denklem 4.4}$$

Tablo 4.11. Santrifüj yardımı ile boyut ayrımı yapılan denklem parametreleri

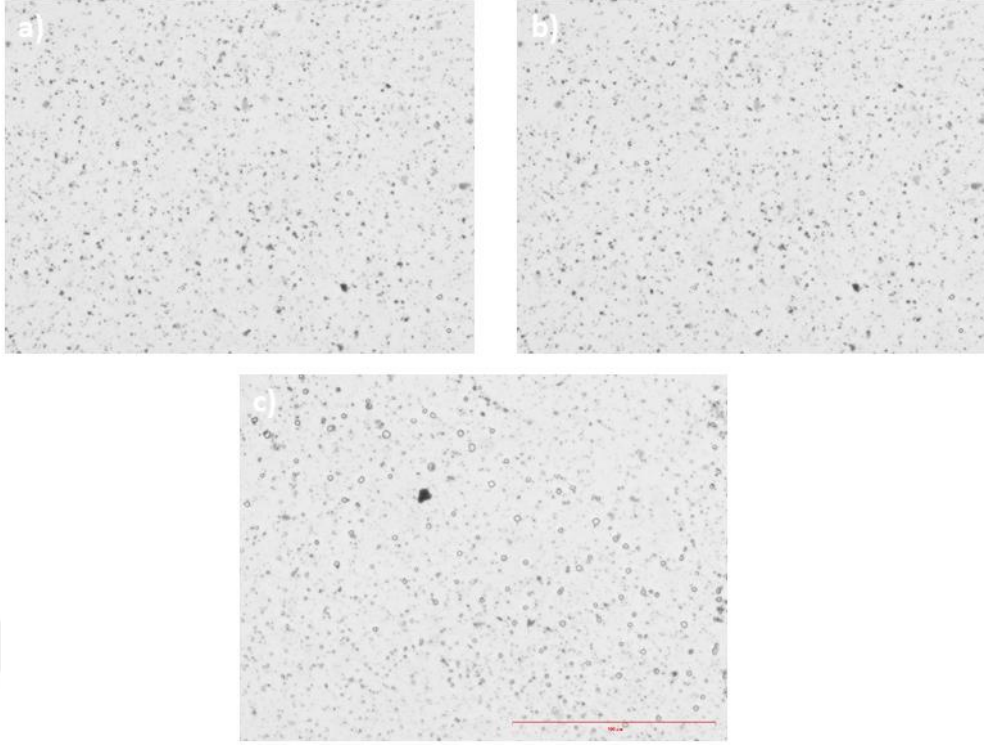
Sembol	Değer
l	0.048 m (5 ml için)
η	0.00089 Pa.s (25 °C)
f_t/f_0	4.877117, 6.131905
w	628 rad/s (6000 rpm)
R	0.086 m
ρ_{MXene}	3700 kg/m ³
ρ_{Su}	997 kg/m ³
h	1.5x10 ⁻⁹ m
q	0.0015, 0.00075
t	20 dk, 40 dk

Kullanılan yöntemde denklem parametreleri Tablo 4.11’de verilmiştir. Bu parametreler; l santrifüj içerisindeki sıvı yüksekliği, η suyun kinematik viskozitesini, f_t/f_0 parçacığın su içerisindeki sürtünme katsayısını, w santrifüj cihazının açısal hızını, R santrifüj cihazının dönme yarıçapını, ρ_{MXene} MXene’nin yoğunluğunu, ρ_{Su} suyun yoğunluğunu, h MXene’nin tabaka kalınlığını, q yükseklik/çap oranını, t ise istenilen çap boyutuna göre çöktürme için santrifüj süresini temsil etmektedir. Yapılan işlemler sonucu istenilen çap boyutu ve süreleri Tablo 4.12’de verilmiştir.

Tablo 4.12. Boyut ayrımı için gerekli santrifüj süreleri

İstenilen boyut aralığı	Santrifüj süresi
0-1 μm	40 dk
1-2 μm	20 dk
>>2 μm	---

Tablo 4.12’de hesaplanan süreler gereği santrifüj işlemi yapılmıştır. İlk olarak 5 ml MXene çözeltisi bir santrifüj tüpüne eklenmiştir. Çözelti 40 dk boyunca 6000 rpm’de santrifüjlenmiştir. Santrifüj sonucu oluşan süpernatant başka bir tüp içerisine alınmış ve 0-1 μm arasındaki yan boyut olarak adlandırılmıştır. Daha sonra tüp içerisindeki kalan çökelti üzerine tekrardan 5 ml su eklenmiş ve homojen bir karışım olması sağlanmıştır. Oluşan homojen çözelti 6000 rpm’de 20 dk boyunca santrifüjlenmiştir. Santrifüj sonunda elde edilen süpernatant başka bir tüp içerisine alınmış ve 1-2 μm arası yan boyut olarak adlandırılmıştır. Elde edilen çökelti ise 5 ml su ile tamamlanmış ve 2 μm ’den büyük yan boyutlar olarak adlandırılmıştır. Şekil 4.26 boyut ayrımı yapılmış MXene’lerin optik mikroskopik görüntüleri gösterilmiştir.



Şekil 4.26. Boyut ayırımı yapılmış MXene'lerin optik mikroskop görüntüsü a) 0-1 μm arası yanıl boyut olan MXene'ler b) 1-2 μm arası yanıl boyut olan MXene'ler c) $\gg 2$ μm yanıl boyut olan MXene'ler

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışması kapsamında MXene, MILD yöntemi kullanılarak yerinde HF asit oluşturularak sentezlenmiştir. HF asit tehlikeli ve zararlı kimyasallar arasında yer almaktadır. İnsan sağlığına etkilerinden dolayı geleneksel MXene sentezi yerine LiF tuzu ve HCl asit öncülüğünde yerinde HF sentezi kullanılması tercih edilmektedir. Ayrıca kullanılan bu yöntemin bir diğer avantajı ise Li^+ iyonlarının sentez esnasında MXene tabakalarının arasına yerleşerek delaminasyon ve interkalasyon gibi ikinci adımları ortadan kaldırmasıdır. MXene tabakalarının delamine edilmesiyle pul pul dökülmesi ve interkalasyon ile tabakalar arası mesafenin artırılması birçok özelliğinde iyileşmeler sağlar. Örneğin birkaç tabakalı ve bu tabakaların arasına yerleşmiş katyonlar sayesinde MXene'nin elektriksel iletkenliği artmaktadır.

MXene sentezinde karşılaşılan zorluklardan biri, LiF tuzlarının HCl asit ile reaksiyona girerek yüksek verimde HF asit elde edilememiştir. Bu zorluğun üstesinden gelmek amacıyla ilk olarak sentez başlangıcında LiF tuzunun miktarı azaltılmıştır. 1.6 g LiF tuzu kullanıldığında sentez sonrası elde edilen MXene çözeltilerinde safsızlıklar görülmüştür. Bu safsızlıkların optik mikroskop görüntüleri ve XRD sonuçları doğrultusunda LiF tuzları olduğu belirlenmiştir. Reaksiyona girmeyen LiF tuzunu ortadan kaldırmak için LiF tuzunun başlangıç miktarını 1 g'a düşürülmüştür.

Belirlenen yeni miktarda LiF tuzu ile yapılan sentezlerde ise optik mikroskop görüntülerinde görülen hegzagonal yapılar giderilememiştir. Bu safsızlıkları ortadan kaldırmak için ikinci bir yıkama prosesi geliştirilmiştir. Yıkama prosesinin süresi ve sayısı arttıkça LiF tuzlarının uzaklaştırılması da gerçekleştirilmiştir. Proses sonrası saf MXene'ler elde edilmiştir. Zeta potansiyeli ölçümleri MXene tabakalarının orta düzeyde kararlı olduğunu göstermiştir.

MXene'lerin tabaka boyutlarını artırmak için 3 farklı yöntemle sentezleri gerçekleştirilmiştir. MAX fazı boyut ayrımı yapılmadan önce, MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra sentez esnasında kapağı kapalı tutularak ve MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra sentez esnasında kapağı açık tutularak sentezler yapılmıştır. MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra sentez esnasında kapağı açık tutularak sentezin histogram sonuçları 0-1 μm , 1-2 μm ve 2-3 μm sırasıyla %43, %19 ve %10'dur. Burada elde edilen sonuçlara göre 2 μm 'nin altındaki boyut dağılımı azalmaktadır ve 2 μm üstündeki boyut dağılımı kayda değer bir şekilde artmaktadır. MAX fazı boyut ayrımı

yapılmadan önce ve MAX fazı boyut ayrımı yapıldıktan sonra sentez esnasında kapağı kapalı tutularak yapılan sentezlerde 0-1 μm arasındaki histogram sonuçları sırasıyla %60 ve %54'tür. 1-2 μm arasındaki boyut dağılımı %28 ve %33'lük bir histogram verisine sahiptir. 2-3 μm arasındaki boyut dağılımı ise %7 ve %9'dur. Elde edilen sonuçların MXene boyutlarını büyölmek için sentezden önce MAX fazının boyut ayrımı yapılarak sentezde kullanılacak MAX tozlarının boyutunu arttırmak olumlu sonuçlar vermiştir. MAX tozunun boyutu ne kadar yüksek olursa elde edilecek MXene boyutlarının da o kadar yüksek olduđu belirlenmiştir. Daha sonrasında ikinci bir parametre olarak sentez esnasında kapağın kapalı veya açık tutulması incelenmiştir. Burada sentez sırasında kapağın açık tutularak atmosfere açık olması MXene yanıl boyutlarını etkilemiştir. Atmosfer ortamında elde edilen MXene'lerin yanıl boyutu atmosfere kapalı olarak sentezlenen MXene'lerden daha yüksektir.

KAYNAKÇA

- Anasori, B., Lukatskaya, M. R. and Gogotsi, Y., 2017, 2D metal carbides and nitrides (MXenes) for energy storage, *Nature Reviews Materials*, 2 (2).
- Ateş, M., 2018, Nanoparçacıkların Ölçme ve İnceleme Teknikleri, *Turkish Journal of Scientific Reviews*, 11 (1) 63-69.
- Baig, M. M., Gul, I. H., Baig, S. M. and Shahzad, F., 2022, 2D MXenes: Synthesis, properties, and electrochemical energy storage for supercapacitors – A review. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 904.
- Baalousha, M. and Lead, J. R., 2007, Characterization of natural aquatic colloids (<5 nm) by flow-field flow fractionation and atomic force microscopy, *Environmental Science and Technology*, 41 (4), 1111–1117.
- Bhattacharjee, B., Ahmaruzzaman, M., Djellabi, R., Elimian, E. and Rtimi, S., 2022, Advances in 2D MXenes-based materials for water purification and disinfection: Synthesis approaches and photocatalytic mechanistic pathways, *Journal of Environmental Management*, 324.
- Echlin, P., 2009, Scanning electron microscopy and analysis of moist, wet and liquid specimens, *Microscopy and Microanalysis*, 15 (2), 1116–1117.
- Epp, J., 2016, X-Ray Diffraction (XRD) Techniques for Materials Characterization, *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods* 81–124,
- Forouzandeh, P. and Pillai, S. C., 2021, MXenes-based nanocomposites for supercapacitor applications, *Current Opinion in Chemical Engineering*, 33.
- Ghidiu, M., Lukatskaya, M. R., Zhao, M. Q., Gogotsi, Y. and Barsoum, M. W., 2015, Conductive two-dimensional titanium carbide “clay” with high volumetric capacitance. *Nature*, 516 (7529), 78–81.
- Goodwin, P. C., 2015, A primer on the fundamental principles of light microscopy: Optimizing magnification, resolution, and contrast. In *Molecular Reproduction and Development*, 82, (7–8), 502–507.
- Halim, J., Cook, K. M., Naguib, M., Eklund, P., Gogotsi, Y., Rosen J. and Barsoum, M. W., 2016, X-ray photoelectron spectroscopy of select multi-layered transition metal carbides (MXenes), *Applied Surface Science* 362, 406-417.
- Hillel, D., 2005, Encyclopedia of Soils in the Environment, *Hollanda*, Elsevier Inc., p.

- Hu, T., Zhang, H., Wang, J., Li, Z., Hu, M., Tan, J., Hou, P., Li, F. and Wang, X., 2015, Anisotropic electronic conduction in stacked two-dimensional titanium carbide, *Scientific Reports*, 5.
- Huang, K., Li, Z., Lin, J., Han, G. and Huang, P., 2018, Two-dimensional transition metal carbides and nitrides (MXenes) for biomedical applications. *Chemical Society Reviews*, 47(14), 5109–5124.
- Iqbal, A., Kwon, J., Kim, M. K. and Koo, C. M., 2021, MXenes for electromagnetic interference shielding: Experimental and theoretical perspectives, *Materials Today Advances*, 9.
- Jaya Prakash, N. and Kandasubramanian, B., 2021, Nanocomposites of MXene for industrial applications, *Journal of Alloys and Compounds*, 862.
- Jun, B. M., Kim, S., Heo, J., Park, C. M., Her, N., Jang, M., Huang, Y., Han, J. and Yoon, Y., 2019, Review of MXenes as new nanomaterials for energy storage/delivery and selected environmental applications, *Nano Research*, 12 (3), 471–487.
- Kayali, E., Vahidmohammadi, A., Orangi, J. and Beidaghi, M., 2018, Controlling the Dimensions of 2D MXenes for Ultrahigh-Rate Pseudocapacitive Energy Storage, *ACS Applied Materials and Interfaces*, 10 (31), 25949–25954.
- Khazaei, M., Arai, M., Sasaki, T., Chung, C. Y., Venkataramanan, N. S., Estili, M., Sakka, Y. and Kawazoe, Y., 2013, Novel electronic and magnetic properties of two-dimensional transition metal carbides and nitrides, *Advanced Functional Materials*, 23 (17), 2185–2192.
- Khazaei, M., Arai, M., Sasaki, T., Estili, M. and Sakka, Y., 2014, Two-dimensional molybdenum carbides: Potential thermoelectric materials of the MXene family, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 16 (17), 7841–7849.
- Korin, E., Froumin, N. and Cohen, S., 2017, Surface Analysis of Nanocomplexes by X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), *ACS Biomaterials Science and Engineering*, 3(6), 882–889.
- Kurtoglu, M., Naguib, M., Gogotsi, Y. and Barsoum, M. W., 2012, First principles study of two-dimensional early transition metal carbides, *MRS Communications*, 2 (4), 133–137.
- Lashgari, H., Abolhassani, M. R., Boochani, A., Elahi, S. M. and Khodadadi, J., 2014, Electronic and optical properties of 2D graphene-like compounds titanium carbides and nitrides: DFT calculations, *Solid State Communications*, 195, 61–69.

- Li, J. C., Wang, Y. and Ba, D. C., 2012, Characterization of Semiconductor Surface Conductivity by Using Microscopic Four-Point Probe Technique, *Physics Procedia*, 32, 347–355.
- Li, X., Huang, Z., Shuck, C. E., Liang, G., Gogotsi, Y. and Zhi, C., 2022, MXene chemistry, electrochemistry and energy storage applications, *Nature Reviews Chemistry*, 6 (6), 389–404.
- Lim, K. R. G., Shekhirev, M., Wyatt, B. C., Anasori, B., Gogotsi, Y. and Seh, Z. W., 2022, Fundamentals of MXene synthesis. *Nature Synthesis*, 1 (8), 601–614.
- Ling, Z., Ren, C. E., Zhao, M.-Q., Yang, J., Giammarco, J. M., X Qiu, J., Barsoum M. W. and Gogotsi, Y., 2014, Flexible and conductive MXene films and nanocomposites with high capacitance, *Proceedings of the National Academy of Sciences* 111 (47), 16676-16681.
- Lipatov, A., Alhabeab, M., Lukatskaya, M. R., Boson, A., Gogotsi, Y. and Sinitskii, A., 2016, Effect of Synthesis on Quality, Electronic Properties and Environmental Stability of Individual Monolayer Ti_3C_2 MXene Flakes, *Advanced Electronic Materials*, 2 (12).
- Liu, S., Liu, J., Liu, X., Shang, J., Xu, L., Yu, R. and Shui, J., 2022, Hydrogen storage in incompletely etched multilayer Ti_2CT_x at room temperature, *Nature Nanotechnology*, 16 (3), 331–336.
- Magnuson, M. and Mattesini, M., 2017, Chemical bonding and electronic-structure in MAX phases as viewed by X-ray spectroscopy and density functional theory, *Thin Solid Films*, 621, 108–130.
- Maleski, K., Ren, C. E., Zhao, M. Q., Anasori, B. and Gogotsi, Y., 2018, Size-Dependent Physical and Electrochemical Properties of Two-Dimensional MXene Flakes, *ACS Applied Materials and Interfaces*, 10 (29), 24491–24498.
- Mallakpour, S., Behranvand, V. and Hussain, C. M., 2021, MXenes-based materials: Structure, synthesis, and various applications, *Ceramics International*, 47 (19), 26585–26597.
- Mashtalir, O., Naguib, M., Mochalin, V. N., Dall’Agnese, Y., Heon, M., Barsoum, M. W. and Gogotsi, Y., 2013, Intercalation and delamination of layered carbides and carbonitrides, *Nature Communications*, 4.
- Mitsutake, H., Poppi, R. J. and Breitreitz, M. C., 2019, Raman imaging spectroscopy: History, fundamentals and current scenario of the technique, *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 30 (11), 2243–2258.

- Naguib, M., Kurtoglu, M., Presser, V., Lu, J., Niu, J., Heon, M., Hultman, L., Gogotsi, Y. and Barsoum, M. W., 2012, Two-dimensional nanocrystals produced by exfoliation of Ti_3AlC_2 , *Advanced Materials*, 23 (37), 4248–4253.
- Naguib, M., Mochalin, V. N., Barsoum, M. W. and Gogotsi, Y., 2014, 25th anniversary article: MXenes: A new family of two-dimensional materials, *Advanced Materials*, 26 (7), 992–1005.
- Nashim, A. and Parida, K., 2022, A Glimpse on the plethora of applications of prodigious material MXene, *Sustainable Materials and Technologies*, 32.
- Nikkhah, A., Nikkhah, H., langari, H., Nouri, A., Wahab Mohammad, A., Wei Lun, A., law Yong, N., Rohani, R. and Mahmoudi, E., 2023, MXene: From synthesis to Environment remediation, *Chinese Journal of Chemical Engineering*.
- Ouisse, T. and Barsoum, M. W., 2017, Magnetotransport in the MAX phases and their 2D derivatives: MXenes, *Materials Research Letters*, 5 (6), 365–378.
- Pershaanaa, M., Kamarulazam, F., Gerard, O., Goh, Z. L., Bashir, S., Baruah, K., Deb, P., Ramesh, S. and Ramesh, K., 2023, MXenes and Their Transformation to Composites for Potential Applications, *Materials Today Communications*, 106143.
- Rasool, K., Helal, M., Ali, A., Ren, C. E., Gogotsi, Y. and Mahmoud, K. A., 2016, Antibacterial Activity of $Ti_3C_2T_x$ MXene, *ACS Nano*, 10(3), 3674–3684.
- Rocha, F. S., Gomes, A. J., Lunardi, C. N., Kaliaguine, S. and Patience, G. S., 2018, Experimental methods in chemical engineering: Ultraviolet visible spectroscopy—UV-Vis, *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 96(12), 2512–2517.
- Sapsford, K. E., Tyner, K. M., Dair, B. J., Deschamps, J. R. and Medintz, I. L., 2011, Analyzing nanomaterial bioconjugates: A review of current and emerging purification and characterization techniques, *Analytical Chemistry*, 83 (12) 4453–4488
- Shahzad, F., Alhabeab, M., Hatter, C. B., Anasori, B., Hong, S. M., Koo, C. M. and Gogotsi, Y., 2016, Electromagnetic interference shielding with 2D transition metal carbides (MXenes), *Materials Science*, 353 (6304), 1137-1140.
- Shekhirev, M., Busa, J., Shuck, C. E., Torres, A., Bagheri, S., Sinitskii, A. and Gogotsi, Y., 2022, Ultralarge Flakes of $Ti_3C_2T_x$ MXene via Soft Delamination, *ACS Nano*.

- Soomro, R. A., Jawaid, S., Zhu, Q., Abbas, Z. and Xu, B., 2020, A mini-review on MXenes as versatile substrate for advanced sensors, *Chinese Chemical Letters*, 31(4), 922–930.
- Stanjek, H. and Häusler, W., 2004, Basics of X-ray Diffraction, *Hyperfine Interactions*, 154.
- Stewart, S., Priore, R. J., Nelson, M. P. and Treado, P. J., 2012, Raman imaging. *Annual Review of Analytical Chemistry* 5, 337–360.
- Sun, Z., Music, D., Ahuja, R., Li, S. and Schneider, J. M., 2004, Bonding and classification of nanolayered ternary carbides. *Physical Review B- Condensed Matter and Materials Physics*, 70 (9).
- Sun, J., Liu, Y., Huang, J., Li, J., Chen, M., Hu, X., Liu, Y., Wang, R., Shen, Y., Li, J., Chen, X., Qian, D., An, B. and Liu, Z., 2021, Size-refinement enhanced flexibility and electrochemical performance of MXene electrodes for flexible waterproof supercapacitors, *Journal of Energy Chemistry*, 63, 594–603.
- Susi, T., Pichler, T. and Ayala, P., 2015, X-ray photoelectron spectroscopy of graphitic carbon nanomaterials doped with heteroatoms. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 6 (1), 177–192.
- Tan, C., Cao, X., Wu, X. J., He, Q., Yang, J., Zhang, X., Chen, J., Zhao, W., Han, S., Nam, G. H., Sindoro, M. and Zhang, H., 2017, Recent Advances in Ultrathin Two-Dimensional Nanomaterials. In *Chemical Reviews*, 117 (9), 6225–6331.
- Tang, Q., Zhou, Z. and Shen, P., 2012, Are MXenes promising anode materials for Li ion batteries? Computational studies on electronic properties and Li storage capability of Ti_3C_2 and $Ti_3C_2X_2$ ($X = F, OH$) monolayer, *Journal of the American Chemical Society*, 134 (40), 16909–16916.
- Thomas, S. A., Patra, A., Al-Shehri, B. M., Selvaraj, M., Aravind, A. and Rout, C. S., 2022, MXene based hybrid materials for supercapacitors: Recent developments and future perspectives, *Journal of Energy Storage*, 55.
- Tomaszewska, E., Soliwoda, K., Kadziola, K., Tkacz-Szczesna, B., Celichowski, G., Cichomski, M., Szmaja, W. and Grobelny, J., 2013, Detection limits of DLS and UV-Vis spectroscopy in characterization of polydisperse nanoparticles colloids, *Journal of Nanomaterials*, 2013.
- Tougaard, S., 2018, Improved XPS analysis by visual inspection of the survey spectrum, *Surface and Interface Analysis*, 50(6), 657–666.

- Tu, S., Jiang, Q., Zhang, J., He, X., Hedhili, M. N., Zhang, X. and Alshareef, H. N., 2019, Enhancement of Dielectric Permittivity of $Ti_3C_2T_x$ MXene/Polymer Composites by Controlling Flake Size and Surface Termination, *ACS Applied Materials and Interfaces*, 11 (30), 27358–27362.
- Venkateshalu, S. and Grace, A. N., 2020, MXenes—A new class of 2D layered materials: Synthesis, properties, applications as supercapacitor electrode and beyond, *Applied Materials Today*, 18.
- Yiğit, E., 2015, Bazı Oksit Esaslı Katalizörlerin Geliştirilmesi, Karakterizasyonu ve Fotokatalitik Etkilerinin İncelenmesi *İstanbul Üniversitesi*, İstanbul.
- Walter, J., Nacken, T.J., Damm, C., Thajudeen T., Eigler S. and Peukert, W., 2014, Determination of the Lateral Dimension of Graphene Oxide Nanosheets Using Analytical Ultracentrifugation, *Small*, 11, 814-825.
- Wang, H. and Chu, P. K., 2013, Surface Characterization of Biomaterials. *Characterization of Biomaterials* 105–174.
- Wang, X., Shen, X., Gao, Y., Wang, Z., Yu, R. and Chen, L., 2015, Atomic-scale recognition of surface structure and intercalation mechanism of $Ti_3C_2T_x$. *Journal of the American Chemical Society*, 137 (7), 2715–2721.
- Wei, Y., Zhang, P., Soomro, R. A., Zhu, Q. and Xu, B., 2021, Advances in the Synthesis of 2D MXenes, *Advanced Materials*, 33 (39).
- Wu, Y., Li, X., Zhao, H., Yao, F., Cao, J., Chen, Z., Huang, X., Wang, D. and Yang, Q. 2021, Recent advances in transition metal carbides and nitrides (MXenes): Characteristics, environmental remediation and challenges, *Chemical Engineering Journal*, 418.
- Xie, Y., Naguib, M., Mochalin, V. N., Barsoum, M. W., Gogotsi, Y., Yu, X., Nam, K. W., Yang, X. Q., Kolesnikov, A. I. and Kent, P. R. C., 2014, Role of surface structure on li-ion energy storage capacity of two-dimensional transition-metal carbides, *Journal of the American Chemical Society*, 136 (17), 6385–6394.
- Xie, Y., Dall’Agnese, Y., Naguib, M., Gogotsi, Y., Barsoum, M. W., Zhuang, H. L. and Kent, P. R. C., 2014, Prediction and characterization of mxene nanosheet anodes for non-lithium-ion batteries, *ACS Nano*, 8 (9), 9606–9615.
- Xu, C., Wang, L., Liu, Z., Chen, L., Guo, J., Kang, N., Ma, X. L., Cheng, H. M. and Ren, W., 2015, Large-area high-quality 2D ultrathin Mo_2C superconducting crystals. *Nature Materials*, 14 (11), 1135–1141.

- Xu, J., Zhu, J., Gong, C., Guan, Z., Yang, D., Shen, Z., Yao, W. and Wu, H., 2020, Achieving high yield of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene few-layer flakes with enhanced pseudocapacitor performance by decreasing precursor size, *Chinese Chemical Letters*, 31 (4), 1039–1043.
- Xu, J., You, J., Wang, L., Wang, Z. and Zhang, H., 2022, MXenes serving aqueous supercapacitors: Preparation, energy storage mechanism and electrochemical performance enhancement, *Sustainable Materials and Technologies*, 33.
- Xuan, J., Wang, Z., Chen, Y., Liang, D., Cheng, L., Yang, X., Liu, Z., Ma, R., Sasaki, T. and Geng, F., 2016, Organic-Base-Driven Intercalation and Delamination for the Production of Functionalized Titanium Carbide Nanosheets with Superior Photothermal Therapeutic Performance. *Angewandte Chemie-International Edition*, 55(47), 14569–14574.
- Yang, J., Bao, W., Jaumaux, P., Zhang, S., Wang, C. and Wang, G., 2019, MXene-Based Composites: Synthesis and Applications in Rechargeable Batteries and Supercapacitors. In *Advanced Materials Interfaces*, 6 (8).
- Ying, G., Dillon, A. D., Fafarman, A. T. and Barsoum, M. W., 2017, Transparent, conductive solution processed spincoated 2D Ti_2CT_x (MXene) films, *Materials Research Letters*, 5 (6), 391–398.
- Zahra, Q. ul A., Ullah, S., Shahzad, F., Qiu, B., Fang, X., Ammar, A., Luo, Z. and Abbas Zaidi, S., 2022, MXene-based aptasensors: Advances, challenges, and prospects, *Progress in Materials Science*, 129.
- Zhang, Y.-Z., Hyuck Lee, K., Anjum, D. H., Sougrat, R., Jiang, Q., Kim, H. and Alshareef, H. N., 2018, MXenes stretch hydrogel sensor performance to new limits, *Materials Science*, 4 (6).
- Zhang, J., Kong, N., Uzun, S., Levitt, A., Seyedin, S., Lynch, P. A., Qin, S., Han, M., Yang, W., Liu, J., Wang, X., Gogotsi, Y. and Razal, J. M., 2020, Scalable Manufacturing of Free-Standing, Strong $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene Films with Outstanding Conductivity. *Advanced Materials*, 2001093.
- Zhang, J., Uzun, S., Seyedin, S., Lynch, P. A., Akuzum, B., Wang, Z., Qin, S., Alhabeib, M., Shuck, C. E., Lei, W., Kumbur, E. C., Yang, W., Wang, X., Dion, G., Razal, J. M. and Gogotsi, Y., 2020, Additive-Free MXene Liquid Crystals and Fibers. *ACS Central Science*, 6 (2), 254–265.

Zhou, C., Zhao, X., Xiong, Y., Tang, Y., Ma, X., Tao, Q., Sun, C. and Xu, W., 2022, A review of etching methods of MXene and applications of MXene conductive hydrogels. In *European Polymer Journal*, 167.

