

**T.C.
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI**

**BAZI METAL İÇERİKLİ BORAT, FOSFAT ve VANADAT
BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ ve KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MELİKE YERLİ

Balıkesir, Temmuz-2009

T.C.
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI

BAZI METAL İÇERİKLİ BORAT, FOSFAT ve VANADAT BİLEŞİKLERİNİN
SENTEZİ ve KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MELİKE YERLİ

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. FİGEN KURTULUŞ

Sınav Tarihi: 25/08/2009

Jüri Üyeleri: Doç. Dr. HALİL GÜLER (BAÜ)

Yrd. Doç. Dr. FİGEN KURTULUŞ (Danışman-BAÜ)

Yrd. Doç. Dr. Orhan ZEYBEK (BAÜ)

Balıkesir, Temmuz-2009

ÖZET

BAZI METAL İÇERİKLİ BORAT, FOSFAT ve VANADAT BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ ve KARAKTERİZASYONU

Melike Yerli

Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi/Tez Danışmanı
Yrd. Doç. Dr. Figen KURTULUŞ
Balıkesir, 2009

Bu tezde; metal içerikli borat, fosfat ve vanadat bileşikleri ısı yardımıyla katı-hal reaksiyonları kullanılarak sentezlenmeye çalışılmıştır. Elde edilen ürünler X-Işınları Kırınımı (XRD) ve Fourier Transform Infrared (FT-IR) spektroskopisi ile karakterize edilmiştir.

Bu çalışmalar sonucunda; termal yöntem kullanılarak sentezlenen $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}$ (ICDD 15-0551) ve SrB_2O_4 (ICDD 15-0779) bileşikleri tek fazlı olarak ve SrB_4O_7 (ICDD 15-0801) bileşiği; SrB_2O_4 (ICDD 15-0779) bileşiği ile birlikte çift fazlı olarak 900°C ve 20 saat sürede katı-hal reaksiyonları ile kül fırınında elde edilmiştir.

Mikrodalga enerji tekniği kullanılarak sentezlenen $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ bileşiği 600 W güç değerinde 10 dakika süre ile gerçekleştirilen reaksiyon sonucu tek fazlı olarak elde edilmiştir [34].

$\text{Ni}_2\text{V}_2\text{O}_7$ (ICDD 29-0945) bileşiği; 360 W güç değerinde 10 dakika süre ile gerçekleştirilen reaksiyon sonucu NiCo_2O_4 (ICDD 20-0781) bileşiği ile birlikte çift fazlı olarak mikrodalga enerji tekniği ile ilk kez sentezlenmiştir.

$\text{Mo}_{0.67}\text{V}_{0.33}\text{O}_2$ (ICDD 30-0849) bileşiği; $\beta\text{-(NH}_4\text{)}_{0.38}\text{V}_2\text{O}_5$ (ICDD 27-1019) bileşiği ile birlikte çift fazlı olarak ve $(\text{V}_{0.07}\text{Mo}_{0.93})_5\text{O}_{14}$ (ICDD 31-1437) bileşiği; $(\text{NH}_4)_2(\text{Mo}_2\text{O}_7)$ (ICDD 89-7113) bileşiği ile birlikte çift fazlı olarak 600 W güç değerinde 10 dakika süre ile gerçekleştirilen reaksiyon sonucu mikrodalga enerji tekniği ile ilk kez sentezlenmişlerdir.

ANAHTAR SÖZCÜKLER: katı-hal yöntemi / mikrodalga enerji tekniği / katı-hal kimyası / metal boratlar / metal fosfatlar / metal vanadatlar / X-ışınları toz kırınımı

ABSTRACT

THE SYNTHESIS and CHARACTERIZATION OF SOME METAL CONTAINING BORATE, PHOSPHATE and VANADATE COMPOUNDS

Melike Yerli

Balıkesir University, Institute of Science
Department of Chemistry

M.S Thesis / Supervisors

Figen KURTULUŞ

Balıkesir, 2009

In this thesis; metal containing borate, phosphate and vanadate compounds have been tried to synthesized using solid-state reactions. The experimental products are characterized by X-ray Diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopy.

Our results show that, compounds of $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}$ (ICDD 15-0551) and SrB_2O_4 (ICDD 15-0779) were synthesized the unique phases and compound of SrB_4O_7 (ICDD 15-0801) was synthesized the couple phases with compound SrB_2O_4 (ICDD 15-0779) for 20 hours of time at 900°C by using thermal energy have been obtained.

Compound of $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ was synthesized the unique phase for 10 minutes of time at 600 W by using microwave energy technique has been obtained [34].

Compound of $\text{Ni}_2\text{V}_2\text{O}_7$ (ICDD 29-0945) was synthesized first time the couple phases with compound of NiCo_2O_4 (ICDD 20-0781) for 10 minutes of time at 360 W by using microwave energy technique has been obtained.

Compound of $\text{Mo}_{0.67}\text{V}_{0.33}\text{O}_2$ (ICDD 30-0849) was synthesized first time the couple phases with compound of $\beta\text{-(NH}_4\text{)}_{0.38}\text{V}_2\text{O}_5$ (ICDD 27-1019) and compound of $(\text{V}_{0.07}\text{Mo}_{0.93})_5\text{O}_{14}$ (ICDD 31-1437) was synthesized first time the couple phases with compound of $(\text{NH}_4)_2(\text{Mo}_2\text{O}_7)$ (ICDD 89-7113) for 10 minutes of time at 600 W by using microwave energy technique have been obtained.

KEY WORDS: solid-state methods / microwave energy technique / solid-state chemistry / metal borates / metal phosphates / metal vanadates / X-ray powder diffraction

İÇİNDEKİLER

Sayfa Numarası

ÖZET, ANAHTAR SÖZCÜKLER	ii
ABSTRACT, KEY WORDS	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SEMBOL LİSTESİ	vii
ŞEKİL LİSTESİ	viii
TABLO LİSTESİ	xiii
ÖNSÖZ	xvi
1. GİRİŞ	1
1.1 Bor Tarihçesi	1
1.2 Bor Mineralleri	2
1.3 Borun Elementel Özellikleri	4
1.4 Bor Bileşiklerinin Sanayideki Genel Kullanım Alanları	5
1.4.1 Cam ve Cam Elyafı Sanayi	5
1.4.2 Temizleme ve Beyazlatma Sanayi	5
1.4.3 Seramik ve Emaye Sanayi	6
1.4.4 Metalurji	6
1.4.5 Nükleer Sanayi	6
1.4.6 Tarım	7
1.4.7 Diğer Bor Kullanım Alanları	7
1.5 Elementel Fosfor ve Fosfatlar	9
1.6 Elementel Vanadyum ve Vanadatlar	10
1.7 Mikrodalga Enerji Tekniği	11
1.7.1 Mikrodalga Enerjinin Özellikleri	11
1.7.2 Mikrodalga Işın-Materyal Etkileşimi	12
1.7.3 Mikrodalga Aktif Elementler, Doğal Mineraller ve Bileşikler	13
1.8 X-Işınları Kırınımı ve Teorisi	14
1.8.1 Bragg Yasası	15
1.9 Çalışmanın Amacı	17
2. MATERYAL ve YÖNTEM	18
2.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler	18
2.2 Kullanılan Cihazlar	18
2.3 Yöntem	19
2.3.1 Katı-Hal Yöntemi	19
2.3.2 Mikrodalga Enerji Tekniği	19

3. BULGULAR	20
3.1 Katı-Hal Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneyle	20
3.1.1 $M^{+2} / H_3BO_3 / M^{+3}$ Sisteminde Yapılan Deneyle	20
3.1.2 $Sr^{+2} / H_3BO_3 / M^{+4}$ Sisteminde Yapılan Deneyle	21
3.2 Mikrodalga Enerji Tekniđi Kullanılarak Yapılan Deneyle	21
3.2.1 Sr^{+2} / H_3BO_3 Sisteminde Yapılan Deneyle	21
3.2.2.1 $Mo^{+6} / B_2O_3 - H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	22
3.2.2.2 Mo^{+6} / H_3BO_3 Sisteminde Yapılan Deneyle	22
3.2.3 Mo^{+6} / NH_4VO_3 Sisteminde Yapılan Deneyle	23
3.2.4 $Mo^{+6} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneyle	24
3.2.5 $Mo^{+6} / H_3BO_3 / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneyle	24
3.2.6 $Mo^{+6} / H_3BO_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	25
3.2.7 $Mo^{+6} / NH_4VO_3 / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneyle	25
3.2.8.1 $M^{+2/+3/+4} / B_2O_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	26
3.2.8.2 $Mo^{+6} / B_2O_3 - H_3BO_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	27
3.2.9 $M_1^{+2/+3} / M_2^{+2/+3} / H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	27
3.2.10 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	29
3.2.11 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O - P_2O_5$ Sisteminde Yapılan Deneyle	29
4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA	30
4.1 Katı-Hal Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneylelerin Sonuçları	30
4.1.1 $M^{+2} / H_3BO_3 / M^{+3}$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	30
4.1.2 $Sr^{+2} / H_3BO_3 / M^{+4}$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	44
4.2 Mikrodalga Enerji Tekniđi Kullanılarak Yapılan Deneylelerin Sonuçları	47
4.2.1 Sr^{+2} / H_3BO_3 Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	47
4.2.2.1 $Mo^{+6} / B_2O_3 - H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	50
4.2.2.2 Mo^{+6} / H_3BO_3 Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	53
4.2.3 Mo^{+6} / NH_4VO_3 Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	59
4.2.4 $Mo^{+6} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	74
4.2.5 $Mo^{+6} / H_3BO_3 / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	79
4.2.6 $Mo^{+6} / H_3BO_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	81
4.2.7 $Mo^{+6} / NH_4VO_3 / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	82
4.2.8.1 $M^{+2/+3/+4} / B_2O_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	85
4.2.8.2 $Mo^{+6} / B_2O_3 - H_3BO_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	95
4.2.9 $M_1^{+2/+3} / M_2^{+2/+3} / H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	98
4.2.10 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	111
4.2.11 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O - P_2O_5$ Sisteminde Yapılan Deneylelerin Sonuçları	119
4.3 Sonuçlar	121

5. EKLER	123
EK:A Bazı Fonksiyonel Grupların FTIR Spektrumu Dalga Sayıları	123
EK:A.1 Bazı Fonksiyonel Gruplara Ait Literatürde Bulunan Makalelerden Elde Edilmiş Dalga Sayıları	123
6. KAYNAKÇA	124

SEMBOL LİSTESİ

Sembol	Adı
XRD	X-Işımları Toz Difraksiyonu
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spektroskopisi
ICDD	International Centre for Diffraction Data
KF	Kül Fırını Deneyi
MD	Mikrodalga Fırın Deneyi
CPS	Cycle Per Seconds (Counts Per Seconds)

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil Numarası	Adı	Sayfa Numarası
Şekil 1.1	X-Işınlarının Üretimi	15
Şekil 1.2	Bir Kristal Tarafından Oluşturulan X-Işınları Kırınımı	16
Şekil 4.1	KF-0' ın X-Işınları Toz Kırınım Deseni	33
Şekil 4.2	KF-0' ın FT-IR Spektrumu ve Verileri	33
Şekil 4.3	KF-1' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	34
Şekil 4.4	KF-1' in FT-IR Spektrumu ve Verileri	34
Şekil 4.5	KF-2' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	35
Şekil 4.6	KF-2' nin FT-IR Spektrumu ve Verileri	35
Şekil 4.7	KF-3' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	36
Şekil 4.8	KF-3' ün FT-IR Spektrumu ve Verileri	36
Şekil 4.9	KF-4' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	37
Şekil 4.10	KF-5' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	45
Şekil 4.11	KF-6' mın X-Işınları Toz Kırınım Deseni	45
Şekil 4.12	KF-7' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	46
Şekil 4.13	KF-8' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	46
Şekil 4.14	MD-1' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	48
Şekil 4.15	MD-2' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	48
Şekil 4.16	MD-3' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	49
Şekil 4.17	MD-4' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	51
Şekil 4.18	MD-4' ün FT-IR Spektrumu ve Verileri	51
Şekil 4.19	MD-5' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	52

Şekil 4.20	MD-5' in FT-IR Spektrumu ve Verileri	52
Şekil 4.21	MD-6' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni	55
Şekil 4.22	MD-6' nın FT-IR Spektrumu ve Verileri	55
Şekil 4.23	MD-7' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	56
Şekil 4.24	MD-7' nin FT-IR Spektrumu ve Verileri	56
Şekil 4.25	MD-8' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	57
Şekil 4.26	MD-8' in FT-IR Spektrumu ve Verileri	57
Şekil 4.27	MD-9' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni	58
Şekil 4.28	MD-9' un FT-IR Spektrumu ve Verileri	58
Şekil 4.29	MD-10' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni	61
Şekil 4.30	MD-10' un FT-IR Spektrumu ve Verileri	61
Şekil 4.31	MD-11' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	62
Şekil 4.32	MD-11' in FT-IR Spektrumu ve Verileri	62
Şekil 4.33	MD-12' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	63
Şekil 4.34	MD-12' nin FT-IR Spektrumu	63
Şekil 4.35	MD-13' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	64
Şekil 4.36	MD-13' ün FT-IR Spektrumu	64
Şekil 4.37	MD-14' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	65
Şekil 4.38	MD-14' ün FT-IR Spektrumu	65
Şekil 4.39	MD-15' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	66
Şekil 4.40	MD-15' in FT-IR Spektrumu	66
Şekil 4.41	MD-16' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni	75
Şekil 4.42	MD-16' nın FT-IR Spektrumu	75
Şekil 4.43	MD-17' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	76
Şekil 4.44	MD-17' nin FT-IR Spektrumu	76

Şekil 4.45	MD-18' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	77
Şekil 4.46	MD-18' in FT-IR Spektrumu	77
Şekil 4.47	MD-19' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni	78
Şekil 4.48	MD-19' un FT-IR Spektrumu ve Verileri	78
Şekil 4.49	MD-20' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	80
Şekil 4.50	MD-20' nin FT-IR Spektrumu	80
Şekil 4.51	MD-21' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	81
Şekil 4.52	MD-22' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	83
Şekil 4.53	MD-23' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	83
Şekil 4.54	MD-24' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	84
Şekil 4.55	MD-24' ün FT-IR Spektrumu	84
Şekil 4.56	MD-25' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	87
Şekil 4.57	MD-26' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	87
Şekil 4.58	MD-27' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	88
Şekil 4.59	MD-28' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	88
Şekil 4.60	MD-29' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni	89
Şekil 4.61	MD-29' un FT-IR Spektrumu ve Verileri	89
Şekil 4.62	MD-30' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni	90
Şekil 4.63	MD-30' un FT-IR Spektrumu	90
Şekil 4.64	MD-31' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	91
Şekil 4.65	MD-31' in FT-IR Spektrumu	91
Şekil 4.66	MD-32' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	92
Şekil 4.67	MD-32' nin FT-IR Spektrumu	92
Şekil 4.68	MD-33' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	93
Şekil 4.69	MD-34' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	93

Şekil 4.70	MD-35' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	94
Şekil 4.71	MD-36' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni	96
Şekil 4.72	MD-36' nın FT-IR Spektrumu	96
Şekil 4.73	MD-37' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	97
Şekil 4.74	MD-38' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	100
Şekil 4.75	MD-38' in FT-IR Spektrumu	100
Şekil 4.76	MD-39' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni	101
Şekil 4.77	MD-39' un FT-IR Spektrumu	101
Şekil 4.78	MD-40' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	102
Şekil 4.79	MD-41' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	102
Şekil 4.80	MD-42' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	103
Şekil 4.81	MD-43' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	103
Şekil 4.82	MD-44' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	104
Şekil 4.83	MD-45' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	105
Şekil 4.84	MD-45' in FT-IR Spektrumu	105
Şekil 4.85	MD-46' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni	106
Şekil 4.86	MD-46' nın FT-IR Spektrumu ve Verileri	106
Şekil 4.87	MD-47' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	107
Şekil 4.88	MD-47' nin FT-IR Spektrumu	107
Şekil 4.89	MD-48' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	108
Şekil 4.90	MD-48' in FT-IR Spektrumu	108
Şekil 4.91	MD-49' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni	109
Şekil 4.92	MD-49' un FT-IR Spektrumu	109
Şekil 4.93	MD-50' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	113
Şekil 4.94	MD-50' nin FT-IR Spektrumu	113

Şekil 4.95	MD-51' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	114
Şekil 4.96	MD-51' in FT-IR Spektrumu ve Verileri	114
Şekil 4.97	MD-52' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni	115
Şekil 4.98	MD-52' nin FT-IR Spektrumu ve Verileri	115
Şekil 4.99	MD-53' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	116
Şekil 4.100	MD-53' ün FT-IR Spektrumu ve Verileri	116
Şekil 4.101	MD-54' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni	119
Şekil 4.102	MD-55' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni	120
Şekil 4.103	MD-55' in FT-IR Spektrumu	120

TABLO LİSTESİ

Tablo Numarası	Adı	Sayfa Numarası
Tablo 1.1	Başlıca Bor Mineralleri ve Bileşimleri	3
Tablo 1.2	Bor Minerallerinin Genel Kullanım Alanları	8
Tablo 1.3	Bazı Mikrodalga Aktif Element, Mineral ve Bileşikler	14
Tablo 3.1	$M^{+2} / H_3BO_3 / M^{+3}$ Sisteminde Yapılan Deneyle	20
Tablo 3.2	$Sr^{+2} / H_3BO_3 / M^{+4}$ Sisteminde Yapılan Deneyle	21
Tablo 3.3	Sr^{+2} / H_3BO_3 Sisteminde Yapılan Deneyle	21
Tablo 3.4	$Mo^{+6} / B_2O_3 - H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	22
Tablo 3.5	Mo^{+6} / H_3BO_3 Sisteminde Yapılan Deneyle	22
Tablo 3.6	Mo^{+6} / NH_4VO_3 Sisteminde Yapılan Deneyle	23
Tablo 3.7	$Mo^{+6} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneyle	24
Tablo 3.8	$Mo^{+6} / H_3BO_3 / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneyle	24
Tablo3.9	$Mo^{+6} / H_3BO_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	25
Tablo 3.10	$Mo^{+6} / NH_4VO_3 / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneyle	25
Tablo 3.11	$M^{+2/+3/+4} / B_2O_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	26
Tablo 3.12	$Mo^{+6} / B_2O_3 - H_3BO_3 / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	27
Tablo 3.13	$M_1^{+2/+3} / M_2^{+2/+3} / H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	27
Tablo 3.14	$M_1^{+2} / M_2^{+2} / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyle	29
Tablo 3.15	$M_1^{+2} / M_2^{+2} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O - P_2O_5$ Sisteminde Yapılan Deneyle	29
Tablo 4.1	$M^{+2} / H_3BO_3 / M^{+3}$ Sisteminde Yapılan Deneyle ve Kodları	30

Tablo 4.2	KF-0 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	31
Tablo 4.3	KF-1 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	31
Tablo 4.4	KF-2 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	32
Tablo 4.5	KF-3 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	32
Tablo 4.6	KF-0 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınımı Verileri	38
Tablo 4.7	KF-1 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınımı Verileri	40
Tablo 4.8	KF-2 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınımı Verileri	41
Tablo 4.9	KF-3 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınımı Verileri	42
Tablo 4.10	$Sr^{+2} / H_3BO_3 / M^{+4}$ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	44
Tablo 4.11	Sr^{+2} / H_3BO_3 Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	47
Tablo 4.12	$Mo^{+6} / B_2O_3 - H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	50
Tablo 4.13	MD-4 ve MD-5 Deneylerine Ait IR Spektrum Verileri	50
Tablo 4.14	Mo^{+6} / H_3BO_3 Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	53
Tablo 4.15	MD-6 ve MD-7 Deneylerine Ait IR Spektrum Verileri	54
Tablo 4.16	MD-8 ve MD-9 Deneylerine Ait IR Spektrum Verileri	54
Tablo 4.17	Mo^{+6} / NH_4VO_3 Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	59
Tablo 4.18	MD-10 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	59
Tablo 4.19	MD-11 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	60
Tablo 4.20	MD-10 Deneyine Ait X-ışınları Toz Kırınımı Verileri	67
Tablo 4.21	MD-11 Deneyine Ait X-ışınları Toz Kırınımı Verileri	68
Tablo 4.22	MD-12 Deneyine Ait X-ışınları Toz Kırınımı Verileri	70
Tablo 4.23	MD-13 Deneyine Ait X-ışınları Toz Kırınımı Verileri	72
Tablo 4.24	$Mo^{+6} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	74

Tablo 4.25	MD-19 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	74
Tablo 4.26	Mo ⁺⁶ / H ₃ BO ₃ / NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	79
Tablo 4.27	Mo ⁺⁶ / H ₃ BO ₃ / NH ₄ VO ₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	81
Tablo 4.28	Mo ⁺⁶ / NH ₄ VO ₃ / NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	82
Tablo 4.29	M ^{+2/+3/+4} / B ₂ O ₃ / NH ₄ VO ₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	85
Tablo 4.30	MD-29 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	86
Tablo 4.31	Mo ⁺⁶ / B ₂ O ₃ -H ₃ BO ₃ / NH ₄ VO ₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	94
Tablo 4.32	M ₁ ^{+2/+3} / M ₂ ^{+2/+3} / H ₃ BO ₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	98
Tablo 4.33	MD-46 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	99
Tablo 4.34	MD-46 Deneyine Ait X-ışınları Toz Kırınımı Verileri	110
Tablo 4.35	M ₁ ⁺² / M ₂ ⁺² / NH ₄ VO ₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Sonuçları	111
Tablo 4.36	MD-52 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri	111
Tablo 4.37	MD-51 ve MD-53 Deneylerine Ait IR Spektrum Verileri	112
Tablo 4.38	MD-52 Deneyine Ait X-ışınları Toz Kırınımı Verileri	117
Tablo 4.39	M ₁ ⁺² / M ₂ ⁺² / NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O-P ₂ O ₅ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları	119

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın her aşamasında bilgi birikimi ve tecrübesiyle bana her zaman destek olan çok değerli danışman hocam Yrd. Doç. Dr. Figen KURTULUŞ' a,

Yardım ve desteklerini benden esirgemeyen çok değerli hocam Doç. Dr. Halil GÜLER' e,

X-ışınları toz kırımını çekimlerinde büyük yardımını gördüğüm sevgili arkadaşım İrfan DOĞAN' a,

Hep yanımda olan kıymetli arkadaşım Ahmet KARAHAN' a,

Tez çalışmamın her anında yanımda olan, ilgi ve desteklerini benden esirgemeyen canım ailem; annem-babam Mürvet-Mehmet YERLİ ve kardeşim Merve YERLİ' ye

Teşekkürlerimi sunarım.

Balıkesir, 2009

Melike YERLİ

1. GİRİŞ

1.1 Bor Tarihçesi

Boraksın, tarihte ilk olarak 4000 yıl önce Babilliler tarafından kuyumculukta kullanıldığı tahmin edilmektedir. Ayrıca Mısırlıların mumyalama işlerinde, tedavi amaçlı ve değişik metalleri işlemede borakstan yararlandıkları, Eski Yunanlılarla Romalıların boraksı temizlik maddesi olarak kullandıkları tahmin edilmektedir. İlaç olarak ilk kez Arap doktorlar tarafından M.S. 875 yılında kullanılmıştır [1,2].

Avrupa'ya ilk olarak Marco Polo tarafından Tibet'ten getirilmiş ve yaşadığı yer olan Venedik Limanı, borat ithalatının merkezi olmuş ve Orta Çağ dönemi boyunca kullanılmıştır [3].

Borik asit 1700' lü yılların başında borakstan yapılmış, 1800' lü yılların başında ise elementel bor elde edilmiştir. Elementel bor 1808 yılında Fransız Kimyacı Gay-Lussac ile Baron Louis Thenard ve bağımsız olarak İngiliz Kimyacı Sir Humphry Davy tarafından elde edilmiştir [2,4].

19. yüzyılın sonlarına doğru dünyanın farklı bölgelerinde borat yataklarının keşfedilmesi ve sanayideki hızlı gelişmelere paralel biçimde rafine bor ürünlerinin geliştirilmesi ve pek çok alandaki kullanımı konusunda önemli adımlar atılmıştır [1].

Ülkemizde gerçek anlamda bor madenciliği; 1861 yılında Balıkesir-Susurluk ilçesinin Sultançayırı bölgesinde yabancı bir firma tarafından başlatılmıştır. 1978 yılında bor yatakları ülke yararına işletilmesi amacıyla devletleştirilmiş ve ETİBANK' a devredilmiştir. 1998 yılında yeniden yapılandırılan ve 'Eti Holding A.Ş.' adını alan ETİBANK, dünyada yılda yaklaşık 1.5 milyon ton olan B₂O₃ bazındaki bor üretiminin % 32' sini gerçekleştirmektedir [1].

1.2 Bor Mineralleri

Bor, oksijene karşı olan yüksek afinitesi nedeniyle doğada elementel halde bulunmaz. Değişik molekül yapılarına sahip olabilen bu bor-oksijen bileşiklerine 'borat' denmektedir.

Doğada yaklaşık 230 çeşit doğal bor minerali bulunmasına rağmen ticari değere sahip olanları; tinkal, kolemanit, üleksit, probertit, borasit, pandermite, szyabelit, hidroborasit ve kernit' tir [5].

Tinkal (boraks); doğal sodyum borat dekahidratıdır. Doğada genellikle renksiz ve saydam olarak bulunur ve borik asit eldesinde kullanılır. Bor endüstrisi için en önemli mineraldir. Kolay kırılabilir ve suda rahatlıkla çözünür [6,7].

Kolemanit; bor mineralleri içinde en yaygın olanıdır. Oluşumunda termal kaynakların etkisi vardır. Asitte kolaylıkla eriyebilmesine karşın sudaki çözünürlüğü düşüktür [6,7].

Üleksit; yumuşak ve lifsi kristal toplulukları şeklinde bulunan bir borat mineralidir [7].

Probertit; kirli beyaz, açık sarımsı renklere olup ışınal ve lifsi şekilli kristaller şeklinde bulunan bir sodyum-kalsiyumlu bor mineralidir [6].

Pandermite; suda çözünmeyen asitlerde kolaylıkla çözünen bir kalsiyumlu borat mineralidir. Sıcak su kaynaklarının çevresinde oluşmuştur [2,6].

Szyabelit; suda düşük çözünürlüğü olan bir magnezyum borat mineralidir. Yüksek magnezyum içeriği nedeniyle daha az kullanım alanına sahiptir [7].

Hidroborasit; kaynar suda kısmen çözünüp asitlerde kolayca eriyen bir kalsiyum-magnezyumlu borat mineralidir [2].

Kernit; soğuk suda yavaşça, sıcak su ve asitlerde çok hızlı çözünebilen bir sodyum borat mineralidir [2].

Başlıca bor minerallerinin bileşimleri aşağıda verilmiştir [3].

Tablo 1.1 Başlıca Bor Mineralleri ve Bileşimleri

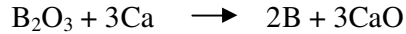
Mineral	Formül
Boraks (Tinkal)	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
Kolemanit	$\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Üleksit	$\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$
Probertit	$\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Borasit	$\text{Mg}_3\text{B}_7\text{O}_{13}\text{Cl}$
Pandermit	$\text{Ca}_4\text{B}_{10}\text{O}_{19} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
Szyabelit	$\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Hidroborasit	$\text{CaMgB}_6 \text{O}_{11} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Kernit	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Sasolit	$\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
Tinkalkonit	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
İnyoit	$\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 13\text{H}_2\text{O}$
Meyerhofferit	$\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
İnderborit	$\text{CaMgB}_6 \text{O}_{11} \cdot 11\text{H}_2\text{O}$
Kurnakovit	$\text{Mg}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 15\text{H}_2\text{O}$
İnderit	$\text{Mg}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 15\text{H}_2\text{O}$
Suanit	$\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5$
Kotoit	$\text{Mg}_3\text{B}_2\text{O}_6$
Pinnoit	$\text{MgB}_2\text{O}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
Datolit	$\text{Ca}_2\text{B}_2\text{Si}_2\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Kahnit	$\text{Ca}_2\text{AsBO}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Danburit	$\text{CaB}_2\text{Si}_2\text{A}_8$
Hovlit	$\text{Ca}_4\text{Si}_2\text{B}_{10}\text{O}_{23} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Pinnoit	$\text{MgB}_2\text{O}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
Vonsenit	$(\text{Fe},\text{Mg})_2\text{FeBO}_5$
Tünnelit	$\text{SrB}_6\text{O}_{10} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Ludvigit	$(\text{FeMg})_4\text{Fe}_2\text{B}_2\text{O}_7$

1.3 Borun Elementel Özellikleri

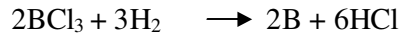
Bor elementi 'B' simgesiyle gösterilen, periyodik tablonun 3A grubunda yer alan ilk elementtir. Atom numarası 5, atom ağırlığı 10.81 akb' dir. Elektronik konfigürasyonu $1s^2 2s^2 2p^1$ şeklindedir. Değerlik basamağı +3' tür. Doğal olarak bulunan kararlı izotopları ^{10}B ve ^{11}B ve bulunma oranları sırasıyla % 19.57 ve % 80.43' tür. Yoğunluk değerleri; kristalize form için 2.34 g/cm^3 , amorf toz form için 2.45 g/cm^3 şeklindedir. Erime noktası $2075 \text{ }^\circ\text{C}$, buharlaşma noktası $4000 \text{ }^\circ\text{C}$, sertliği 9.3 Mohs, elektriksel direnci ($100 \text{ }^\circ\text{C}$ ' de) $3 \times 10^6 \text{ ohm.cm}$ ' dir [8].

Bor, biri amorf ve altısı kristalize polimorf olmak üzere çeşitli allotropik formlarda bulunur. α ve β -rombohedral formlar en çok çalışılmış olan kristalize polimorflarıdır. α -rombohedral yapısı $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ ' nin üzerinde bozulur ve $1500 \text{ }^\circ\text{C}$ ' de β -rombohedral form oluşur. Amorf form yaklaşık $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ ' nin üzerinde β -rombohedrale dönüşür ve borun her türlü saf formu ergime noktasının üzerinde ısıtılıp tekrar kristalleştirildiğinde β -rombohedral forma dönüşür [9].

Bor elementi; bor bileşiklerinin kimyasal redüksiyonu, susuz fazda elektrolitik redüksiyon veya termal bozunma gibi farklı kimyasal yöntemlerle elde edilebilir. Birçok bor bileşimi, reaktif bir metal veya hidrojen gazı ile yüksek sıcaklıkta reaksiyona sokularak elementel bor elde edilebilir [8].



Metal kullanıldığı durumda siyah amorf ürün elde edilir [8].



Flaman kullanılarak yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilen hidrojen gazıyla redüksiyon reaksiyonu ile yüksek saflıkta bor elde edilebilir [8].

Elektrolitik redüksiyon ve termal bozunma ticari uygulamalar için çok kullanışlı değildir. Alkali veya toprak alkali metal içeren boratların elektrolizi sonucunda düşük saflıkta bor elde edilir [8].

Bor, oda sıcaklığında suda çözünmez. Amorf toz formu, 100 °C' de borik asit oluşturmak üzere yavaşça reaksiyona girer. Amorf metal formu, seyreltik mineral asitleriyle oda sıcaklığında yavaşça reaksiyon verir, kristalize formu inerttir. Fakat karıştırılan konsantre nitrik asit çözeltisi ile reaksiyon verir [8].

1.4 Bor Bileşiklerinin Sanayideki Genel Kullanım Alanları

1.4.1 Cam ve Cam Elyafı Sanayi

Bor; pencere camı, şişe camı vb. sanayilerde ender hallerde kullanılmaktadır. Özel camlarda ise borik asit vazgeçilemeyen bir unsur olup, ısıya karşı izolasyonunun gerekli görüldüğü cam mamüllerine katılmaktadır. Camın sıcaklık ile genişmesini önemli ölçüde indirgediği, camı asite ve çizilmeye karşı koruduğu, titreşim, yüksek sıcaklık ve sıcaklık şoklarına karşı dayanıklılığı sağladığı için bor bileşikleri, cam sanayinde önemli yer tutar. Ayrıca camın saydamlığını ve parlaklığını artırır. Cam tipine bağlı olarak cam erişiminin % 0.5 ile % 0.23' ü bor oksitten oluşmaktadır. Genellikle boraks, kolemanit, borik asit halinde karma olarak ilave edilir [6, 9-11].

1.4.2 Temizleme ve Beyazlatma Sanayi

Güçlü beyazlatıcı ve antibakteriyel etkisi, pH'ı dengeleyerek suyu yumuşatması ve aktif oksijeni dengelemesi gibi nedenlerle bor bileşikleri temizleme ve beyazlatma sanayinde önemli yer tutar. Sabun ve deterjanlara; antibakteriyel ve su yumuşatıcı etkisi nedeniyle % 10 boraks dekahidrat ve beyazlatıcı etkisini arttırmak için toz deterjanlara % 10-20 oranında sodyum perborat katılmaktadır. Perboratların, klorlu temizleyicilerin yerini alması sıcak veya soğuk su kullanımına bağlıdır. Çünkü perboratlar ancak 55 °C' nin üstünde aktif hale geçerler. Ayrıca kağıda daha fazla parlaklık kazandırmak amacıyla kağıt hamurunu beyazlatmak için sodyum borohidrit kullanılır [5, 9-11].

1.4.3 Seramik ve Emaye Sanayi

Bor bileşikleri, özellikle seramiklerin sırlanmasında ve emaye sanayinde kullanılır. Parlaklığı ve saydamlığı artırır. Ayrıca emayelerin akışkanlığını ve doyunlaşma ısını azaltan boroksit % 20' ye kadar kullanılabilir. Özellikle emayeye katılan hammaddeler için sulu boraks, boroksit, susuz boraks tercih edilir. Seramiği çizilmeye karşı dayanıklı kılan bor % 3-24 miktarında kolemanit halinde sırlara katılır. Ayrıca seramik boyaları üretiminde bakır metaborat bileşiği kullanılır [5, 9-11].

1.4.4 Metalurji

Bor bileşikleri demir-çelik hammaddelerinin ergime sıcaklığını düşürür. Yüksek sertliği nedeniyle aşındırıcı ve kesici aletlerde kullanılır. Son dönemlerde, sürekli yüksek manyetik alan şiddeti oluşturan magnetlerin içinde bor da bulunmaktadır. Ayrıca kaplama sanayinde elektrolitlerin oluşturulması ve lehimleme işlemlerinde de kullanılmaktadır. Boratlar; yüksek sıcaklıklarda düzgün, yapışkan, koruyucu ve temiz bir sıvı oluşturma özelliği nedeniyle demir dışı metal sanayinde koruyucu bir cüruf oluşturma özelliği nedeniyle kullanılırlar. Borik asit, nikel kaplamada; fluoborat ve fluoborik asitler ise kalay, kurşun, bakır, nikel gibi demir dışı metaller için elektrolit olarak kullanılmaktadır. Alaşımlarda, özellikle çeliğin sertliğini artırıcı olarak ferrobora kullanılmaktadır [10, 11].

1.4.5 Nükleer Sanayi

Nükleer sanayinde; borlu bileşiklerin özellikle yüksek sıcaklığa dayanıklılığı, yüksek sertliği ve nötron absorpsiyon yeteneğinden yararlanır. Bor izotopları, nükleer reaksiyonların denetlenmesine yardımcı olur. Bu özellikleri sayesinde askeri araçların zırhlanmasında ve nükleer reaktörlerde kullanılır. Nükleer enerji santrallerinde borlu çelikler, borkarbürler ve titanyum-bor alaşımları kullanılır. Paslanmaz borlu çelik; nötron absorbe edici malzeme olarak tercih edilmektedir.

Reaktörlerin kontrol sistemleri ile soğutma havuzlarında ve reaktörün acil bir şekilde alarm ile kapatılmasında bor (^{10}B) kullanılır. Ayrıca nükleer atıkların depolanmasında çevreye olan etkiyi azaltmak için ‘kolemanit’ kullanılmaktadır. Bazı tip güç reaktörlerinde fazla reaktiviteyi önlemek için soğutma suyuna borik asit ilave edilir [6, 9, 10].

1.4.6 Tarım

Bor, bitki gelişimi için önemli 16 temel besin maddesinden biridir. Bitkilerde; şekerin hormon faaliyeti üzerine etkisini, fotosentez miktarını, köklerin büyümesini ve havadan emilen karbondioksit miktarını artırır. Bor’un bir diğer işlevi hücre büyümesi ve yapısı olup, bor eksikliği hücre duvarlarını inceltici etki yapmaktadır. Bu nedenle tarımsal uygulamalarda susuz boraks ve boraks pentahidrat içeren karışık bir gübre kullanılmaktadır. Suda çabuk eriyebilen sodyum pentaborat veya disodyum oktoboratın tarım ürünlerinin üzerine püskürtülmesi suretiyle uygulanır. Ayrıca bor’un çok yüksek konsantrasyonlarda kullanımı toksik etki yarattığından zararlı bitkilerle mücadelede de önemli yer tutar. Bor, sodyum klorat ve bromosol gibi bileşiklerle birlikte yabancı otların yok edilmesi veya toprağın sterilleştirilmesi gereken durumlarda da kullanılmaktadır. Aynı zamanda tarım ürünlerine zarar veren böceklerle mücadelede de bor bileşikleri etkili sonuçlar vermektedir [6, 11].

1.4.7 Diğer Bor Kullanım Alanları

Bor bileşikleri; ahşap malzemelerde bakteri ve çürümeye karşı koruyucu ve alev geciktirici, plastiklerde yanmayı önleyici, polimer sanayinde katalizör olarak, inşaat ve çimento sektöründe mukavemet artırıcı ve izolasyon amaçlı olarak, otomotiv sektöründe hava yastıkları, antifriz ve hidrolik sistemlerde, atık temizleme sistemlerinde ağır metallerin sudan temizlenmesi amacıyla, füze/uçuş yakıtı olarak, tekstil sanayinde yanmayı önleyici / geciktirici ürün üretimi ve nişastalı yapıstırıcıların vizkozitelerinin ayarlanmasında, sodyum borohidrattan enerji üreten

borlu katı yakıtlar olarak, bor, demir ve nadir toprak elementleri kombinasyonunun enerji tasarrufu sağlama amaçlı olarak, çevre dostu pil / akü üretimi, sağlık alanında kanser tedavisinde özellikle beyin kanseri tedavisinde hasta hücrelerin seçilerek imha edilmesinde kullanılır [9, 11].

Ayrıca magnezyum diboridin geleceğin süper iletkeni olabileceği keşfedilmiştir. Süper iletkenlik; sıcaklığın belli bir noktanın altına düşürülmesiyle (kritik sıcaklığın altına) her türlü elektriksel direncin kaybolması durumudur [1].

Borik asit bileşiğinin özelliklerinden yararlanılarak yapılan sürtünmeyi neredeyse ortadan kaldıran karbon film kaplaması son yılların en önemli buluşlarından biridir. En önemli özelliği 0.001 gibi olağanüstü düşük bir sürtünme katsayısına sahip olmasıdır. Oluşturulan bu süper kaygan yüzeyler sayesinde sürtünmeyle oluşan enerji kaybı önlenerek materyallerde oluşan aşınmalar en aza indirilebilecektir [1].

Bor bileşiklerinin genel kullanım alanları tabloda verilmiştir [5, 10].

Tablo 1.2 Bor Minerallerinin Genel Kullanım Alanları

Kalsiyum borat cevherleri	Bor alaşımları, yangın söndürücüler, yüksek fırın eritgeni, tekstil cam elyafı
Kalsiyum sodyum borat cevherleri	Selülozik, izolasyon, fiberglas, metalurji, nükleer, sert camlar
Sodyum borat cevherleri	Rafine boraks pentahidrat ve boraks dekahidrat, susuz boraks
Boraks pentahidrat, boraks dekahidrat, susuz boraks	Gübre, fiberglas, izolasyon, metalurji, cam ağartıcılar, yapıştırıcılar, kozmetik ve ilaç, fotoğraf, tekstil boyaları, dericilik, yün koruyucu, emaye, seramik sıırı
Borik asit/ Bor oksit	Porselen boyaları, cam hamuru ve vernikler, tekstil cam elyafı, sert camlar, antiseptikler, kaynak ve lehim eritgenleri, fotoğrafçılık, kozmetik sanayi, refrakter malzeme, yangın söndürücü, nükleer uygulamalar, sabun ve deterjanlar
Bor Metali	Refrakter malzeme, yüksek sıcaklık transistörleri, gecikmeli sigortalar, fişek ve roket yakıtı, zımpara ve aşındırıcılar, güneş pillerinde koruyucu malzeme, vakum tüpleri imali, yarı iletkenler, çelik sertleştirme
Ağır metal boratlar	Petrol ve seramik boyaları, yanmayan ve erimeyen boyalar, ahşapları yanmaya karşı koruyucu, ultraviyole soğutucu
Çeşitli organik boratlar	Jet yakıt antifrizi, nötron bombada nükleer koruyucu

Bu arařtırmada sentezlenen bileřiklerden; $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}$ (ICDD 15-0551); genel olarak bir kalsiyum borat bileřik eřidi olduėundan, antifriz bileřiklerinde, metalurjik fluxlarda ve porselen üretiminde kullanılabilir. Yapılan bir alıřmayla ieriėindeki $(\text{B}_3\text{O}_8)^{-7}$ halkalı anyonik grup sebebiyle, kristal yapının avantajlı nonlinear optik etkilere sahip olduėu anlařılmıřtır. SrB_2O_4 (ICDD 15-0779) bileřiėi; dedektör ve dozimetrelerde kullanılan ilk etap malzemelerdendir. Dozimetre; radyasyonla alıřan kiřilerin maruz kaldıėı radyasyon miktarının belirlenmesi iin kullanılan cihazdır. Genel olarak SrB_2O_4 bileřiėi mükemmel dielektrik özelliklere, SrB_4O_7 bileřiėi ise mükemmel mekanik ve lüminesans özelliklere sahip olduka kullanıřlı materyallerdir. SrB_4O_7 (ICDD 15-0801) bileřiėi; UV floresan lambalarda kullanılabilir. Bu lamba; iinde üç bileřen ihtiva eden bir fosfor tabakası ihtiva eder. Bu fosfor karıřımı tercihen kütlege %25-27 $\text{SrB}_4\text{O}_7:\text{Eu}$, %23-26 $\text{LaPO}_4:\text{Ce}$ ve %47-52 $\text{YPO}_4:\text{Ce}$ oranlarında bulunmalıdır. Ayrıca nonlinear kristal SrB_4O_7 yapısının (<125 nm) ultra hızlı diagnostik (teřhis/tanıma) uygulamaları üzerinde alıřmalar yapılmıřtır. SrB_4O_7 bileřiėi boratlar iinde nadir görülen bir yapıya sahiptir. BO_4 birimlerinin bütün boron atomları tetrahedral koordinasyon düzenindedir ve tetrahedral yapıların ortak noktaları köřelerde bulunur. Bu yapı; eğilip bükülmeyen sabit bir molekül özelliėi oluřturarak ift baėlı metal iyonlarının okside olmasını önler ve yüksek etkili lüminesans özelliklerin oluřumunu saėlar [12-19].

1.5 Elementel Fosfor ve Fosfatlar

'P' simgesiyle gösterilen fosfor elementi periyodik tablonun 5A grubunda yer alır. Atom numarası 15, atom aėırlıėı 30.974 akb' dir. Elektron konfigürasyonu $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^3$ şeklindedir. Deėerlik basamakları -3, +3 ve +5, en kararlı deėerlik basamaėı +3' tür. Bir doėal izotopu (P-31), 26, 28-30, 32-36 akb aralıklarında bulunan dokuz radyoaktif izotopu mevcuttur. En uzun ömürlü radyoizotopu ise yarılanma ömrü 25.3 gün olan P-33 izotopudur [8].

Fosfor elementi, oksijene olan yüksek afinitesi nedeniyle doğada serbest halde bulunmaz. Fosforik asitin tuzu veya esterleri şeklinde bulunur [20].

Dünyadaki fosfat minerallerinin yaklaşık % 85' lik kısmı gübre sanayinde, % 15' lik kısmı ise yem, gıda, deterjan, alaşım metalurjisi, kağıt, kibrit, su tasfiyesi, savaş sanayi ve kimya sanayinde kullanılmaktadır. Fosfor elementi, canlılığın devamı için gerekli bir element olduğundan gübre üretiminde kullanım oranı diğer alanlara göre oldukça yüksektir [20].

Son dönemlerde $Li_3M_2(PO_4)_3$ genel formülüyle verilen lityum iletken fosfatlar ve bu bileşik temelli materyaller lityum-iyon pillerde katot materyali olarak en fazla umut vadeden bileşikler olarak karşımıza çıkmaktadır [21].

1.6 Elementel Vanadyum ve Vanadatlar

'V' simgesi ile gösterilen vanadyum elementi periyodik tablonun 5B grubunun ilk elementidir. Atom numarası 23, atom ağırlığı 50.942 akb' dir. Elektronik konfigürasyonu $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^3$ şeklindedir. Kararlı bileşiklerindeki değerlik basamakları +2, +3, +4 ve +5 şeklindedir. Oksijenle oluşturduğu bileşikler 'vanadat' olarak adlandırılır. Vanadyum metali ilk olarak 1801 yılında Andres Manuel del Rio tarafından keşfedilmiştir [8].

Bazı vanadyum minerallerine örnek olarak; vanadinit- $Pb_5(VO)_4Cl$, patronit- VS_4 , deselemite- $Pb(Zn,Cu).VO_4OH$, karnotit- $KCa_2(UO_4)(VO_4).3H_2O$ verilebilir [23].

Vanadyumunun en fazla kullanıldığı alan çelik endüstrisidir. Otomobil endüstrisi, uzay araçları ve uçak sanayinde titanyumlu alaşımlarla birlikte kullanılır. Ayrıca maleik anhidrit ve sülfirik asit üretiminde katalizör olarak, seramik sanayinde, boya üretiminde kullanılır. Vanadyum alaşımları; karbon ve manganlı diğer alaşımların paslanmaya karşı direncini arttırdığı için özel boru (denizaltı) yapımında ve vanadyum-galyum alaşımı; süper iletken mıknatısların yapımında kullanılır. Vanadyumun gelişen son kullanım alanları ise; gözlük camlarının, sanayi

ve büyük bina camlarının ultraviyole ışınlar karşı filtrasyonu ile A vitamini tabletlerin yapımı (katalizör) olarak sayılabilir [22,23].

Vanadyum bileşikleri, son dönemlerde enerji depolama alanında, lityum-iyon bateriler için negatif elektrot materyali adayı olarak karşımıza çıkmaktadırlar [24].

Bu araştırmada sentezlenen $Ni_2V_2O_7$ (ICDD 29-0945) bileşiği ile ilgili yapılan bir çalışma; bu bileşiğin, şarj edilebilir mikrobaterilerde negatif elektrot materyali olarak kullanıldığında bu malzemeleri daha avantajlı hale getirmesi ile ilgilidir [25].

1.7 Mikrodalga Enerji Tekniği

1.7.1 Mikrodalga Enerjinin Özellikleri

Mikrodalgalar; 1 mm-1 m dalgaboyu ve 0.3-300 GHz frekans aralığına sahip elektromanyetik radyasyondur. Koherent ve polarize ışınlardır [26,27].

Mikrodalga spektrumun büyük bir kısmı iletişim amaçlı kullanılır. 900 MHz ve 2.45 GHz olan dar bir frekans aralığı ise ısıtma amaçlı kullanılır. Bazı ısıtma amaçlı mikrodalga uygulamalarda 28, 30, 60 ve 83 GHz frekans değerlerinin kullanılmış olduğu rapor edilmiştir [26].

Mikrodalgaların en önemli karakteristik özelliği; partikülleri bütünüyle ve derinliklerine nüfuz ederek ısıtmasıdır. Isı materyalin içinde oluşturulduğundan ortamın ısınması için enerji ve zaman harcanmaz [27].

Mikrodalgalar, magnetron tarafından üretilir. Magnetron; ısıtılan katodun elektron kaynağı olarak davrandığı bir termoiyonik diyottur. *‘Bir diyot; bir yöne olan iletkenliği diğer yöne olan iletkenliğinden daha büyük olan doğrusal olmayan bir düzendir’*. Diyot olarak adlandırılmasının nedeni, diğer elektron tüplerinden

farklı olarak gridlerinin olmamasıdır. Magnetronun anodu ve katodu arasında oluşan manyetik alan grid görevi görmektedir [26,28,29].

1.7.2 Mikrodalga Işın-Materyal Etkileşimi

Materyaller, mikrodalga enerji ile etkileşimine göre üç kategoriye ayrılır:

- (i) Mikrodalga yansıtıcılar; örneğin pirinç gibi ağır metal ve alaşımları, mikrodalga enerjiyi yansıtırlar. Bu nedenle mikrodalgaların oluşturulmasında kullanılırlar.
- (ii) Mikrodalga geçirgenler; örneğin erimiş kuvars, zirkon, çeşitli camlar, geçiş elementleri içermeyen seramikler ve teflon gibi materyaller mikrodalga enerjiye karşı geçirgen davranırlar. Bu nedenle içlerinde mikrodalgalarla ilgili kimyasal reaksiyonların gerçekleştirildiği reaksiyon kapları olarak kullanılırlar.
- (iii) Mikrodalga absorblayıcılar; mikrodalga sentezinde en önemli sınıfı oluşturan materyallerdir. Mikrodalga alanda enerji alırlar ve çok hızlı şekilde ısınırlar [26].

Mikrodalga enerji etkisindeki materyalin ne ölçüde ısınacağını, materyalin dielektrik özellikleri belirler [30].

Dielektrik sabiti (ϵ^1); mikrodalga enerji-materyal etkileşimi esnasında enerjinin materyal tarafından tutulabilme / alıkoyma yeteneğinin bir ölçüsüdür. Bu büyüklük enerjinin ne kadarının malzeme tarafından ısıya dönüştürüldüğünü göstermektedir [31].

Dielektrik (kayıp) faktörü (ϵ'') ise; malzemenin enerjiyi tüketmesinin bir ölçüsüdür. Giren mikrodalga enerjinin malzeme içinde ısı olarak tükenmesiyle kayıp miktarını vermektedir. Malzemenin, gelen enerjinin ne kadarını ısıya çevirebildiğinin bir göstergesidir [31].

Mikrodalga enerji etkisindeki materyalin ısınma miktarı; dielektrik kayıp faktörünün materyalin dielektrik sabitine oranı olarak tanımlanan 'dielektrik kayıp tanjant' değerine bağlıdır:

$$\text{tang}\delta = \epsilon'' / \epsilon'$$

Bu değer belirli bir frekans ve sıcaklıkta elektromanyetik enerjinin, ısı enerjisine dönüştürülme yeteneği olarak tanımlanabilir. Bir materyalin dielektrik kayıp tanjant değeri ne kadar büyükse mikrodalga enerjiyi alma kabiliyeti de o kadar yüksektir [30,31].

1.7.3 Mikrodalga Aktif Elementler, Doğal Mineraller ve Bileşikler

Birçok inorganik materyal, uygun sıcaklıklarda mikrodalga enerjiye karşı etkileşim gösterir. Tablo 1.3' de bazı mineral ve inorganik bileşikler liste halinde verilmiştir. Materyallerin ulaşılan sıcaklık değerleri ve mikrodalga enerjiye maruz kalma süreleri, ev tipi mikrodalga fırınlar esas alınarak verilmiştir. HgS, MoS₂, As₂S₃, ZnS gibi çeşitli kalsonejitler tabloda yer almamaktadır. Bu materyaller mikrodalga enerjiye karşı etkileşim göstermekte fakat diğer örnekler gibi çok hızlı ısınmamaktadırlar. Geçiş metali içeren oksit, halid vb. materyaller mikrodalga enerji ile etkileştiğinde çok hızlı şekilde ısınırlar. Karbonun (C) birçok toz formu mikrodalga enerji ile etkileşim gösterir. Özellikle toz formdaki amorf karbon, 2.45 GHz frekans değerine sahip mikrodalga enerjiyi çok hızlı şekilde absorblar ve sıcaklığı bir dakika içerisinde 1550 K' in üstüne çıkar [26].

Tablo 1.3 Bazı Mikrodalga Aktif Element, Mineral ve Bileşikler [26]

Element/ Mineral/ Bileşik	Süre (dakika)	Sıcaklık (K)
Al	6	850
C (amorf, <1 mikrometre)	1	1556
C (grafit, 200 mesh)	6	1053
C (grafit, <1 mikrometre)	1.75	1346
Co	3	970
Fe	7	1041
Mo	4	933
V	1	830
W	6.25	963
Zn	3	854
TiB ₂	7	1116
Co ₂ O ₃	3	1563
CuO	6.25	1285
Fe ₃ O ₄	2.75	1531
MnO ₂	6	1560
NiO	6.25	1578
V ₂ O ₅	11	987
WO ₃	6	1543
Ag ₂ S	5.25	925
Cu ₂ S	7	1019
CuFeS ₂	1	1193
Fe _{1-x} S	1.75	1159
FeS ₂	6.75	1292
MoS ₂	7	1379
PbS	1.25	1297
PbS (galena)	7	956
CuBr	11	995
CuCl	13	892
WO ₃	6	1543
Ag ₂ S	5.25	925
ZnBr ₂	7	847
ZnCl ₂	7	882

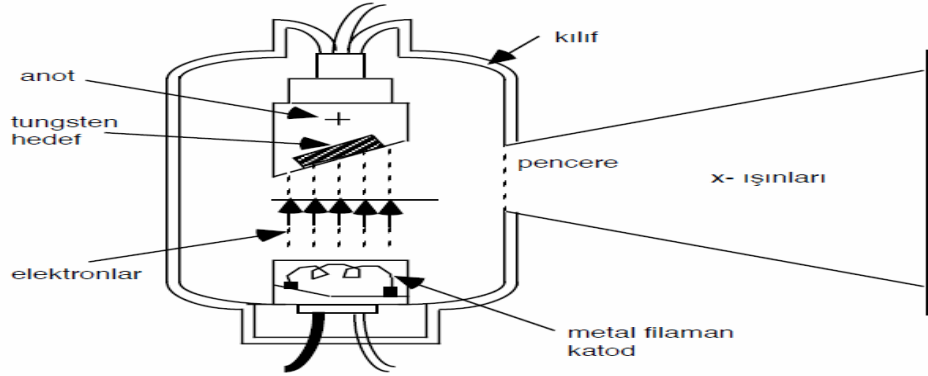
1.8 X-Işınları Kırınımı ve Teorisi

X-ışınları; çok kısa dalgaboylu (0.1-100 Å) elektromanyetik radyasyon formudur. Yüksek voltajlı bir katot ışın tüpü olan X-ışını tüplerinde üretilebilirler [32].

X-ışınları tüpü, içerisinde yüksek hıza sahip elektronların hedef metale çarpması suretiyle sahip oldukları yüksek kinetik enerjinin metalin iç yörünge

elektronlarını koparması ve oluşan boşluğun üst enerji düzeylerindeki elektronlar tarafından doldurulması esnasında açığa çıkan elektromanyetik dalgalar X-ışınları olarak adlandırılır.

X-ışınlarının üretimi Şekil 1.1’ de şema olarak verilmiştir [32].



Şekil 1.1 X-ışınlarının Üretimi

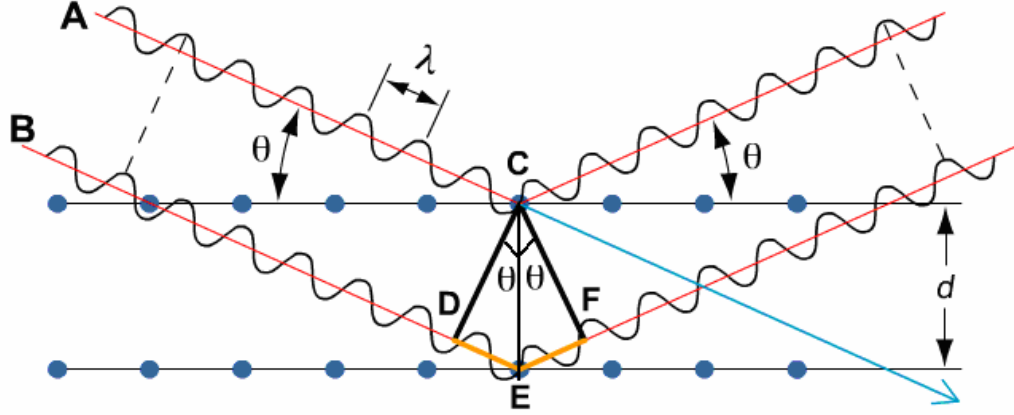
‘X-ışınının elektrik vektörüyle ışının içinden geçtiği madde elektronları arasındaki etkileşme sonucu saçılma meydana gelir. X-ışınları kristaldeki düzenli ortam tarafından saçıldığında, saçılmayı yapan merkezler arasındaki mesafe, ışının dalgaboyu ile (X-ışını dalgaboyu) aynı mertebeden olduğu için saçılan ışınlar girişim (olumlu ve olumsuz) etkisi yaparlar. Bu durumda kırınım meydana gelir’. ‘X-ışını kırınımı için atom tabakaları arasındaki mesafe yaklaşık olarak ışın dalgaboyu ile aynı olmalı ve saçılma yapan merkezler çok düzgün ve tekrarlanır bir düzende bulunmalıdırlar’ [29, s.278].

‘X-ışınları kırınımı kristalin bileşiklerin kalitatif olarak tanınmasında pratik ve uygun bir yöntemdir. X-ışınları toz kırınım yöntemi ise katı bir numunede bulunan bileşikler hakkında kalitatif ve kantitatif bilgi sağlayabilen tek analitik yöntemdir’. ‘X-ışınları toz yöntemleri, her bir kristalin madde için X-ışını kırınım modelinin sadece o kristale özgü olması temeline dayanır’ [29, s.294].

1.8.1 Bragg Yasası

‘Bir X-ışını demeti bir kristal yüzeyine θ açısıyla çarptığında, bir kısmı yüzeydeki atom tarafından saçılır. Işın demetinin saçılmayan kısmı ikinci atom tabakasına ulaşır. Bu tabakada yine bir kısmı saçılırken geriye kalan ışın üçüncü tabakaya geçer’ [29, s.278].

Bir kristal tarafından oluşturulan X-ışınları kırınımı Şekil 1.2’ de görülmektedir.



Şekil 1.2 Bir Kristal Tarafından Oluşturulan X-İşınları Kırınımı [33]

İnce bir ışın demeti, kristal yüzeyine θ açısıyla çarptığında ışının C ve E’deki atomlarla etkileşimi sonucu saçılma olmaktadır. Eğer;

$$DE + EF = n\lambda$$

ise (n bir tamsayıdır) saçılan ışın CF doğrultusunda aynı fazdadır ve kristal, X-ışınını yansıtacaktır.

$$DE = EF = d \sin\theta$$

Burada ‘ d ’ kristaldeki tabakalar arası mesafedir. Bu durumda kristal yüzeyine θ açısı ile gelen ışın demeti için olumlu girişim şartı;

$$n\lambda = 2 d \sin\theta$$

olur ve bu eşitliğe ‘Bragg Eşitliği’ denir.

Bragg Yasası’ nı gerçeklemeden diğer bütün açılarda olumsuz girişim meydana gelir ve kırınım gözlenemez [33].

1.9 Çalışmanın Amacı

Çok eski tarihlerden beri bilinen ve kullanılan, gelişen bilim ve teknolojiye paralel olarak çok sayıda kullanım amacına sahip olan bor bileşiklerinin, insan hayatı için önemi gitgide artmaktadır. Diğer elementlere olan yüksek afinitesi nedeniyle doğada serbest halde bulunmayan bor'un, ülkemizde bulunan bor rezervlerinin zenginliği de gözönünde tutulduğunda bor içerikli teknolojik yeni tip materyallerin sentezlenmesi özellikle endüstriyel anlamda ülke ekonomisine çok büyük katkılar sağlayacaktır. Bununla birlikte fosfor elementinin canlılığın devamı için vazgeçilmez bir element olması ve vanadyum elementinin özellikle çelik endüstrisinde ve ultraviyole ışın filtrasyon özelliğe sahip cam üretimi için önemli bir unsur olması; bu elementleri içeren materyallerin sentezlenmesinin özellikle endüstriyel anlamda ülke ekonomisi açısından büyük katkılar sağlayacağı tartışılmazdır. Çalışmamızda metal içerikli borat, fosfat ve vanadat bileşiklerinin sentezlenmesi amaçlanmış, sentez yöntemi olarak geleneksel katı-hal sentezi ve mikrodalga enerji yöntemleri kullanılmıştır.

2. MATERYAL ve YÖNTEM

2.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneysel çalışmalarda başlangıç maddeleri olarak $\text{Ca}(\text{CO}_3)_2$, $\text{Sr}(\text{CO}_3)_2$, Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , Al_2O_3 , TeO_2 , MnO_2 , TiO_2 , PbO_2 , MoO_3 , CaO , ZnO , $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, H_3BO_3 , B_2O_3 , NH_4VO_3 , $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, P_2O_5 , $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ kimyasal maddeleri kullanılmıştır. Bu bileşikler analitik saflıkta olup Merck, Fluka, Carlo Erba ve Riedel firmalarından temin edilmiştir.

2.2 Kullanılan Cihazlar

Mikrodalga enerji tekniği kullanılarak yapılan sentezlerde Siemens V12 model, 2.45 GHz mutfak tipi mikrodalga fırın kullanılmıştır. Termal yöntem kullanılarak yapılan sentezlerde Barnstead / Thermolyne 47900 model kül fırını kullanılmıştır. X-ışınları kırınım çekimleri $\text{CuK}_\alpha = 1.54056 \text{ \AA}$, 30 mA, 45 kV radyasyonunda PANalytic X'Pert PRO marka X-ışınları difraktometresi ile elde edilmiştir. IR spektrumları ise Perkin Elmer BX 2 FT-IR spektrometresiyle 4000-400 cm^{-1} aralığında çekilmiştir.

2.3 Yöntem

2.3.1 Katı-Hal Yöntemi

Başlangıç maddeleri, reaksiyon denklemlerine uygun mol oranlarında tartılmış, havanda ezilerek öğütülmüştür. Öğütülen karışımlardan yaklaşık 1 gram tam tartım alınarak krozelere konulmuştur. Karışımlar; kül fırınında 600 °C ve 900 °C sıcaklıklarda 20 saat süreyle reaksiyona maruz bırakılmışlardır. Elde edilen ürünler havanda öğütülerek, X-ışınları toz kırınım desenlerinin ve IR spektrumlarının alınması için desikatöre konulmuştur. Katı-hal yöntemiyle yapılan bütün deneylerde aynı işlemler uygulanmıştır.

2.3.2 Mikrodalga Enerji Tekniği

Başlangıç maddeleri, reaksiyon denklemlerine uygun mol oranlarında tartılmış, havanda ezilerek öğütülmüştür. Öğütülen karışımlardan yaklaşık 1 gram tam tartım alınarak krozelere konulmuştur. Karışımlar, 360W ve 600W güç değerlerinde 10-15 dakika sürelerle reaksiyona maruz bırakılmışlardır. Elde edilen ürünler havanda öğütülerek, X-ışınları toz kırınım desenlerinin ve IR spektrumlarının alınması için desikatöre konulmuştur. Mikrodalga enerji tekniği kullanılarak yapılan bütün deneylerde aynı işlemler uygulanmıştır.

3. BULGULAR

3.1 Katı-Hal Yöntemi Kullanılarak Yapılan DeneYler

3.1.1 M⁺² / H₃BO₃ / M⁺³ Sisteminde Yapılan DeneYler

Tablo 3.1 M⁺² / H₃BO₃ / M⁺³ Sisteminde Yapılan DeneYler

DeneYin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Sıcaklık Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-0	CaCO ₃ + H ₃ BO ₃ + Fe ₂ O ₃	1:8:1	900 ⁰ C-20 saat Açık kahverengi renk siyaha dönmüştür.	CaFe ₂ (BO ₃) ₈
KF-1	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + Fe ₂ O ₃	1:8:1	900 ⁰ C-20 saat Kahverengi karışımın renginde koyulaşma gözlenmiştir.	SrFe ₂ (BO ₃) ₈
KF-2	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + Cr ₂ O ₃	1:8:1	900 ⁰ C-20 saat Yeşil renkli karışımın renginde koyulaşma gözlenmiştir.	SrCr ₂ (BO ₃) ₈
KF-3	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + B ₂ O ₃	1:8:1	900 ⁰ C-20 saat Beyaz renkte değışim olmamıştır.	SrB ₁₀ O ₂₄
KF-4	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + Al ₂ O ₃	1:8:1	900 ⁰ C-20 saat Beyaz renkte değışim olmamıştır.	SrAl ₂ (BO ₃) ₈

3.1.2 Sr⁺² / H₃BO₃ / M⁺⁴ Sisteminde Yapılan Deneyle

Tablo 3.2 Sr⁺² / H₃BO₃ / M⁺⁴ Sisteminde Yapılan Deneyle

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Sıcaklık Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-5	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + TeO ₂	1:6:1	600 °C-20 saat Beyaz renkte değişim olmamıştır.	SrTe(BO ₃) ₆
KF-6	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + MnO ₂	1:6:1	600 °C-20 saat Gri renkli karışımın renginde koyulaşma gözlenmiştir.	SrMn(BO ₃) ₆
KF-7	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + TiO ₂	1:6:1	600 °C-20 saat Beyaz renkte değişim olmamıştır.	SrTi(BO ₃) ₆
KF-8	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + PbO ₂	1:6:1	600 °C-20 saat Gri renkli karışımdan, beyaz renkte ürün oluşmuştur.	SrPb(BO ₃) ₆

3.2 Mikrodalga Enerji Tekniği Kullanılarak Yapılan Deneyle

3.2.1 Sr⁺² / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyle

Tablo 3.3 Sr⁺² / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyle

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-1	Sr(NO ₃) ₂ + H ₃ BO ₃	1:1	600 W-10 dakika Beyaz renkte değişim olmamıştır.	Sr-B-O
MD-2	Sr(NO ₃) ₂ + H ₃ BO ₃	1:2	600 W-10 dakika Beyaz renkli karışımdan, bej renkte bölgeler oluşmuştur.	SrB ₂ O ₄
MD-3	Sr(NO ₃) ₂ + H ₃ BO ₃ + C	1:2:3	600 W-10 dakika Koyu gri renkte karışımdan, siyah renkte ürün oluşmuştur.	SrB ₂ O ₄

3.2.2.1 Mo⁺⁶ / B₂O₃-H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.4 Mo⁺⁶ / B₂O₃-H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-4	MoO ₃ + B ₂ O ₃	1:2.5	600 W-10 dakika Beyaz renkte değişim gözlenmemiştir.	Mo-B-O
MD-5	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:5	600 W-10 dakika Beyaz renk, açık yeşile dönmüştür.	Mo-B-O

3.2.2.2 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.5 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-6	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:1	600 W-10 dakika Beyaz renkte değişim olmamıştır.	Mo-B-O
MD-7	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:2	600 W-10 dakika Beyaz renkli karışımdan, açık yeşil renkte bölgeler oluşmuştur.	Mo(BO ₃) ₂
MD-8	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:3	600 W-10 dakika Beyaz renkli karışımdan, açık yeşil renkte faz oluşmuştur.	Mo-B-O
MD-9	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:4	600 W-10 dakika Beyaz renkli karışımdan, açık yeşil renkte faz oluşmuştur.	Mo(BO ₂) ₄

3.2.3 Mo⁺⁶ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.6 Mo⁺⁶ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-10	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1	600 W-10 dakika Kırık beyaz renk, kahverengiye dönmüştür.	MoVO ₅
MD-11	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1.5	600 W-10 dakika Kırık beyaz renk, kahverengiye dönmüştür.	Mo-V-O
MD-12	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:2	600 W-10 dakika Açık sarı renk, koyu sarıya dönmüştür.	MoV ₂ O ₈
MD-13	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:2.5	600 W-10 dakika Açık sarı renkte değişim gözlenmemiştir.	Mo-V-O
MD-14	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:2	600 W-15 dakika Açık sarı renkte karışımdan turuncu ve yeşil renkte fazlar oluşmuştur.	MoV ₂ O ₈
MD-15	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃ + C	1:2:3	600 W-15 dakika Gri renkte karışımdan, kahverengi ve koyu yeşil renkte fazlar oluşmuştur.	MoV ₂ O ₈

3.2.4 Mo⁺⁶ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.7 Mo⁺⁶ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-16	MoO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:1	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, beyaz renkte değişim gözlenmemiştir.	NaMoO ₂ PO ₄
MD-17	MoO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, beyaz renk, krem rengine dönmüştür.	Na-Mo-P-O
MD-18	MoO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:3	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, beyaz renk, sarıya dönmüştür.	Na ₃ Mo(P ₂ O ₇)
MD-19	MoO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + C	1:1:3	600 W-15 dakika Akkor oluşmuş, gri renk, siyaha dönmüştür.	NaMoO ₂ PO ₄

3.2.5 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.8 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-20	MoO ₃ + H ₃ BO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:1:3	600 W-15 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş ve beyaz renk, sarıya dönmüştür.	Na-Mo-B-P-O

3.2.6 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.9 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-21	MoO ₃ + H ₃ BO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:3	600 W-15 dakika Açık sarı renkli karışımdan turuncu renkte ürün oluşmuştur.	Mo(BO ₃)(VO ₃) ₃

3.2.7 Mo⁺⁶ / NH₄VO₃ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.10 Mo⁺⁶ / NH₄VO₃ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-22	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:1:1	600 W-15 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş ve sarı renk, koyu sarıya dönmüştür.	Na-Mo-V-P-O
MD-23	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:2:1	600 W-15 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş ve sarı renk, koyu sarıya dönmüştür.	NaMo(VO ₃) ₂ (PO ₄)
MD-24	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:1:2	600 W-15 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş ve açık sarı renk, koyu sarıya dönmüştür.	NaMo(VO ₂)(PO ₄) ₂

3.2.8.1 M^{+2/+3/+4} / B₂O₃ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.11 M^{+2/+3/+4} / B₂O₃ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-25	CaO + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, turuncu renkte ürün oluşmuştur.	Ca(BO ₂)(VO ₃)
MD-26	ZnO + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımın renginde koyulaşma gözlenmiştir.	Zn(BO ₂)(VO ₃)
MD-27	Pb(NO ₃) ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, turuncu renkte ürün oluşmuştur.	Pb(BO ₂)(VO ₃)
MD-28	Ba(NO ₃) ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, turuncu renkte ürün oluşmuştur.	Ba(BO ₂)(VO ₃)
MD-29	Bi(NO ₃) ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, açık kahverengi ürün oluşmuştur.	Bi(BO ₂)(VO ₃)
MD-30	Al(NO ₃) ₃ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:1	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, koyu yeşil ve kahverengi fazlar oluşmuştur.	Al(BO ₂) ₂ (VO ₃)
MD-31	Cr(NO ₃) ₃ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:1	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, koyu yeşil renkte ürün oluşmuştur.	Cr(BO ₂) ₂ (VO ₃)
MD-32	Fe(NO ₃) ₃ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:1	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, kahverengi ürün oluşmuştur.	Fe(BO ₂) ₂ (VO ₃)
MD-33	MnO ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:2	600 W-10 dakika Gri renkli karışımdan, kahverengi ürün oluşmuştur.	Mn(BO ₂) ₂ (VO ₃) ₂
MD-34	TeO ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:2	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, turuncu renkte ürün oluşmuştur.	Te(BO ₂) ₂ (VO ₃) ₂
MD-35	TiO ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:2	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, açık kahverengi ürün oluşmuştur.	Ti(BO ₂) ₂ (VO ₃) ₂

3.2.8.2 Mo⁺⁶ / B₂O₃ -H₃BO₃ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.12 Mo⁺⁶ / B₂O₃ -H₃BO₃ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-36	MoO ₃ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:3	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, kahverengi ve koyu yeşil fazlar oluşmuştur.	Mo(BO ₃)(VO ₃) ₃
MD-37	MoO ₃ + H ₃ BO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:3	600 W-10 dakika Sarı renkli karışımdan, turuncu renkte ürün oluşturmuştur.	Mo(BO ₃)(VO ₃) ₃

3.2.9 M₁^{+2/+3} / M₂^{+2/+3} / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.13 M₁^{+2/+3} / M₂^{+2/+3} / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-38	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + Mn(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + H ₃ BO ₃	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş ve beyaz renk, açık sarıya dönmüştür.	Ca ₂ Mn(BO ₃) ₂
MD-39	Cd(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + Mn(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + H ₃ BO ₃	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş ve beyaz renk, sarıya dönmüştür.	Cd ₂ Mn(BO ₃) ₂
MD-40	Cd(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + H ₃ BO ₃	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, beyaz renkte değişim olmamıştır.	Cd ₂ Ca(BO ₃) ₂
MD-41	Zn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Mg(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + H ₃ BO ₃	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, beyaz renkte değişim olmamıştır.	Zn ₂ Mg(BO ₃) ₂
MD-42	Zn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + H ₃ BO ₃	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, açık yeşil renkte koyulaşma gözlenmiştir.	Zn ₂ Ni(BO ₃) ₂
MD-43	Zn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + H ₃ BO ₃	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, açık pembe renk kırmızıya dönmüştür.	Zn ₂ Co(BO ₃) ₂

Tablo 3.13' ün Devamı

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-44	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + H_3BO_3	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, açık yeşil renkte koyulaşma gözlenmiştir.	$\text{Ni}_2\text{Mg}(\text{BO}_3)_2$
MD-45	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + H_3BO_3	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı ve akkor gerçekleşmiş, açık pembe renkli karışımdan mor ve siyah renkli fazlar oluşmuştur.	$\text{Co}_2\text{Mg}(\text{BO}_3)_2$
MD-46	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + H_3BO_3	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı ve akkor gerçekleşmiş, koyu bej renkli karışımdan mor ve siyah renkli fazlar oluşmuştur.	$\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$
MD-47	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + H_3BO_3	2:1:3	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, beyaz renkli karışımdan sarı ve kahverengi fazlar oluşmuştur.	$\text{Al}_2\text{Fe}(\text{BO}_3)_3$
MD-48	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + H_3BO_3	2:1:3	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, gri renk, koyu yeşile dönmüştür.	$\text{Al}_2\text{Cr}(\text{BO}_3)_3$
MD-49	$\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + H_3BO_3	2:1:3	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, gri renk, siyaha dönmüştür.	$\text{Cr}_2\text{Fe}(\text{BO}_3)_3$

3.2.10 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.14 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-50	$Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ + $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ + NH_4VO_3	2:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, sarı renk, kahverengiye dönmiştir.	$Cd_2Mn(VO_4)_2$
MD-51	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + NH_4VO_3	2:1:2	600 W-5 dakika Gaz çıkışı ve akkor gerçekleşmiş, bej renk, koyu griye dönmiştir.	$Co_2Ni(VO_4)_2$
MD-52	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + NH_4VO_3	1.5:1.5:2	360 W-10 dakika Gaz çıkışı ve akkor gerçekleşmiş, bej renk, koyu griye dönmiştir	$Co_{1,5}Ni_{1,5}(VO_4)_2$
MD-53	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + NH_4VO_3	1:1:2	360 W-15 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, bej renk koyu griye dönmiştir.	$CoNiV_2O_7$

3.2.11 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O - P_2O_5$ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.15 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O - P_2O_5$ Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan Güç Değeri/Süresi Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-54	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$	1:1:2	600 W-10 dakika Gaz çıkışı ve akkor gerçekleşmiş, bordo renk siyaha dönmiştir.	$Na_2CoNi(PO_4)_2$
MD-55	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + P_2O_5	1:1:1	600 W-10 dakika Gaz çıkışı gerçekleşmiş, pembe renk lilaya dönmiştir.	$CoNiP_2O_7$

4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

4.1 Katı-Hal Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneylein Sonuçları

4.1.1 $M^{+2} / H_3BO_3 / M^{+3}$ Sisteminde Yapılan Deneylein Sonuçları

Tablo 4.1 $M^{+2} / H_3BO_3 / M^{+3}$ Sisteminde Yapılan Deneylein ve Kodları

Deneylein Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
KF-0	$CaCO_3 + H_3BO_3 + Fe_2O_3$	1:8:1
KF-1	$SrCO_3 + H_3BO_3 + Fe_2O_3$	1:8:1
KF-2	$SrCO_3 + H_3BO_3 + Cr_2O_3$	1:8:1
KF-3	$SrCO_3 + H_3BO_3 + B_2O_3$	1:8:1
KF-4	$SrCO_3 + H_3BO_3 + Al_2O_3$	1:8:1

KF-0 deneylein sonucunda elde edilen ürünün Şekil 4.1' de verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; $Ca_2B_6O_{11}$ (ICDD 15-0551) bileşiğinin oluştuğu ve giriş maddelerinden Fe_2O_3 (ICDD 89-8103) bileşiğinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Tablo 4.6' da X-ışınları toz kırınım verileri verilen, KF-0 deneyleininde elde edilen $Ca_2B_6O_{11}$ (ICDD 15-0551) bileşiğinin kristal yapısı ve uzay grubu belirlenememiş, hücre parametreleri hesaplanamamıştır. Ürünün Şekil 4.2' de verilen IR spektrumunun incelenmesinden; BO_2 , BO_3 ve BO_4 fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, $Ca_2B_6O_{11}$ (ICDD 15-0551) bileşiğinin oluştuğunu desteklemektedir. Bu ürüne ait IR spektrum verileri Tablo 4.2' de verilmiştir.

Tablo 4.2 KF-0 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

Titreşimler	ν_1 -BO ₂ [35]	ν_3 -BO ₂ [35]	ν_2 -BO ₃ [36]	ν_1 -BO ₄ [37]	ν_4 -BO ₄ [37]
Frekans (cm ⁻¹)	1045.61	2356.80	778.94	886.54	465.75

KF-1 deneyi sonucunda elde edilen ürünün Şekil 4.3' de verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; SrB₂O₄ (ICDD 15-0779) bileşiğinin oluştuğu ve giriş maddelerinden Fe₂O₃ (ICDD 89-0597) bileşiğinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Tablo 4.7' de X-ışınları toz kırınım verileri verilen, KF-1 deneyinde elde edilen SrB₂O₄ (ICDD 15-0779) bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri a=6.589 Å, b=12.01 Å, c=4.337 Å' dur ve uzay grubu Pnca (60)' dır. Ürünün Şekil 4.4' de verilen IR spektrumunun incelenmesinden; BO₂, BO₃ ve BO₄ fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, SrB₂O₄ (ICDD 15-0779) bileşiğinin oluştuğunu desteklemektedir. Bu ürüne ait IR spektrum verileri Tablo 4.3' de verilmiştir.

Tablo 4.3 KF-1 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

Titreşimler	ν_1 -BO ₂ [35]	ν_3 -BO ₂ [35]	ν_1 -BO ₃ [36]	ν_2 -BO ₃ [36]	ν_3 -BO ₃ [36]	ν_1 -BO ₄ [37]	ν_4 -BO ₄ [37]
Frekans (cm ⁻¹)	1097.07	2356.80	1040.93	783.62	1228.07	867.83	492.05

KF-2 deneyi sonucunda elde edilen ürünün Şekil 4.5' de verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; SrB₂O₄ (ICDD 15-0779) bileşiğinin oluştuğu, giriş maddelerinden Cr₂O₃ (ICDD 38-1479) bileşiğinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Tablo 4.8' de X-ışınları toz kırınım verileri verilen, KF-2 deneyinde elde edilen SrB₂O₄ (ICDD 15-0779) bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri a=6.589 Å, b=12.01 Å, c=4.337 Å' dur ve uzay grubu Pnca (60)' dır. Ürünün Şekil 4.6' da verilen IR spektrumunun incelenmesinden; BO₂, BO₃ ve BO₄ fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, SrB₂O₄ (ICDD 15-0779)

bileşiminin oluştuğunu desteklemektedir. Bu ürüne ait IR spektrum verileri Tablo 4.4’ de verilmiştir.

Tablo 4.4 KF-2 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

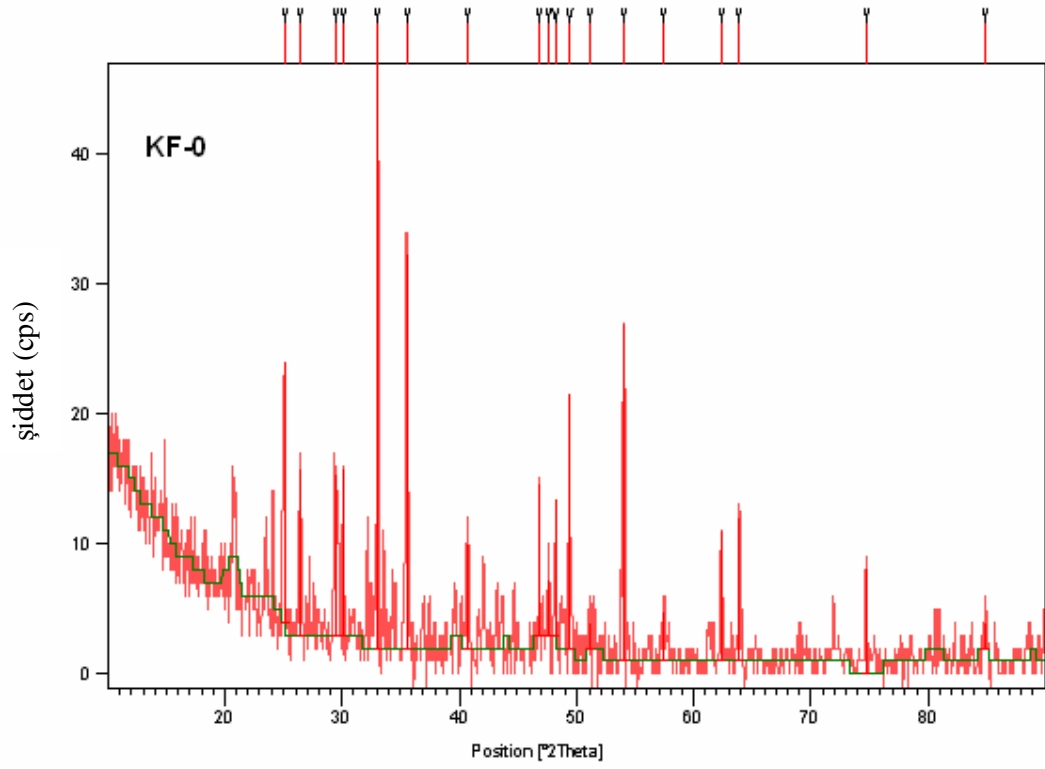
Titreşimler	ν_1 -BO ₂ [35]	ν_3 -BO ₂ [35]	ν_1 -BO ₃ [36]	ν_2 -BO ₃ [36]	ν_3 -BO ₃ [36]	ν_1 -BO ₄ [37]	ν_4 -BO ₄ [37]
Frekans (cm ⁻¹)	1097.07	2356.80	1040.93	783.62	1228.07	867.83	492.05

KF-3 deneyi sonucunda elde edilen ürünün Şekil 4.7’ de verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; SrB₄O₇ (ICDD 15-0801) ve SrB₂O₄ (ICDD 15-0779) bileşiklerinin birlikte çift faz olarak elde edildiği belirlenmiştir. Tablo 4.9’ da X-ışınları toz kırınım verileri verilen, KF-3 deneyinde elde edilen bileşiklerden SrB₄O₇ (ICDD 15-0801) ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri a=4.426 Å, b=10.70 Å, c=4.233 Å’ dur ve uzay grubu Pnm2₁ (31)’ dir. SrB₂O₄ (ICDD 15-0779) bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri a=6.589 Å, b=12.01 Å, c=4.337 Å’ dur ve uzay grubu Pnca (60)’ dır. Ürünün Şekil 4.8’ de verilen IR spektrumunun incelenmesinden; BO₂, BO₃ ve BO₄ fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, SrB₄O₇ (ICDD 15-0801) ve SrB₂O₄ (ICDD 15-0779) bileşiklerinin birlikte çift faz olarak oluştuğunu desteklemektedir. Bu ürüne ait IR spektrum verileri Tablo 4.5’ de verilmiştir.

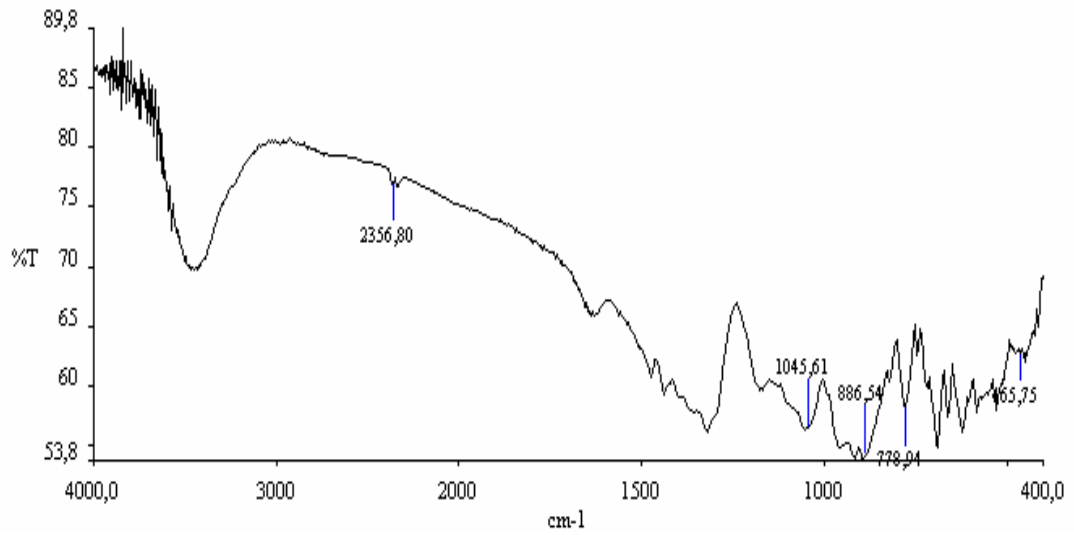
Tablo 4.5 KF-3 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

Titreşimler (MD-4)	ν_1 -BO ₂ [35]	ν_2 -BO ₂ [35]	ν_3 -BO ₂ [35]	ν_1 -BO ₃ [36]	ν_2 -BO ₃ [36]	ν_3 -BO ₃ [36]	ν_1 -BO ₄ [37]	ν_4 -BO ₄ [37]
Frekans (cm ⁻¹)	991.78	463.56	2356.80	1045.61	774.26	1232.74	881.82	512.28

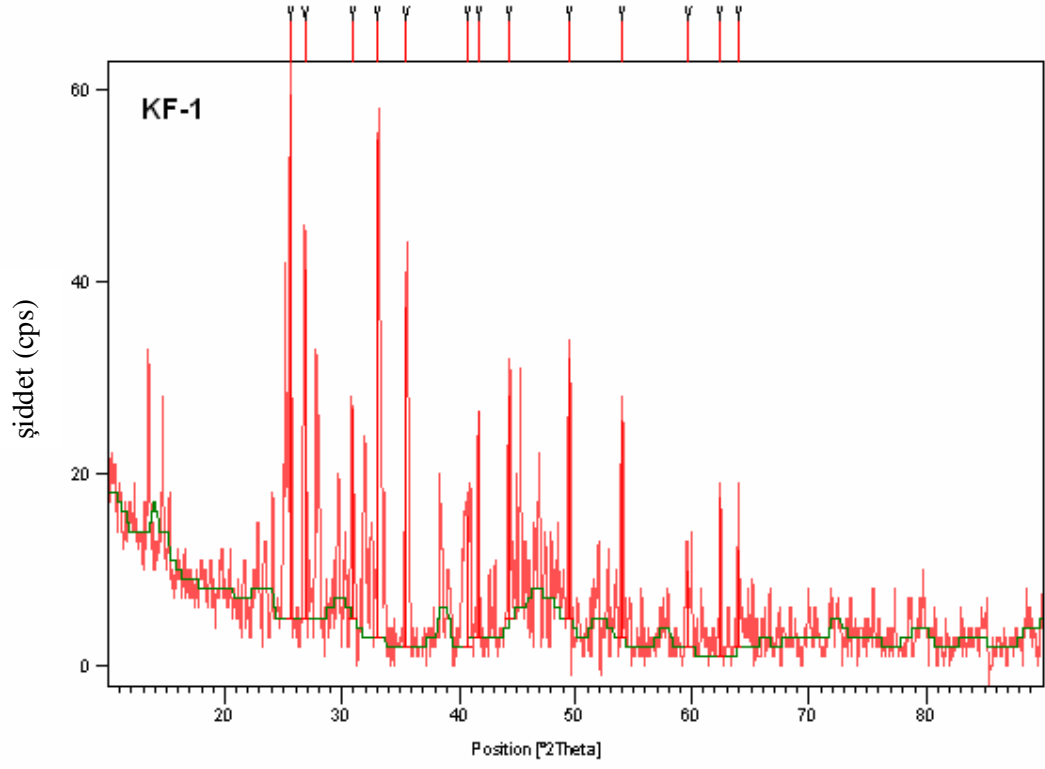
KF-4 deneyi sonucunda elde edilen ürünün Şekil 4.9’ da verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir.



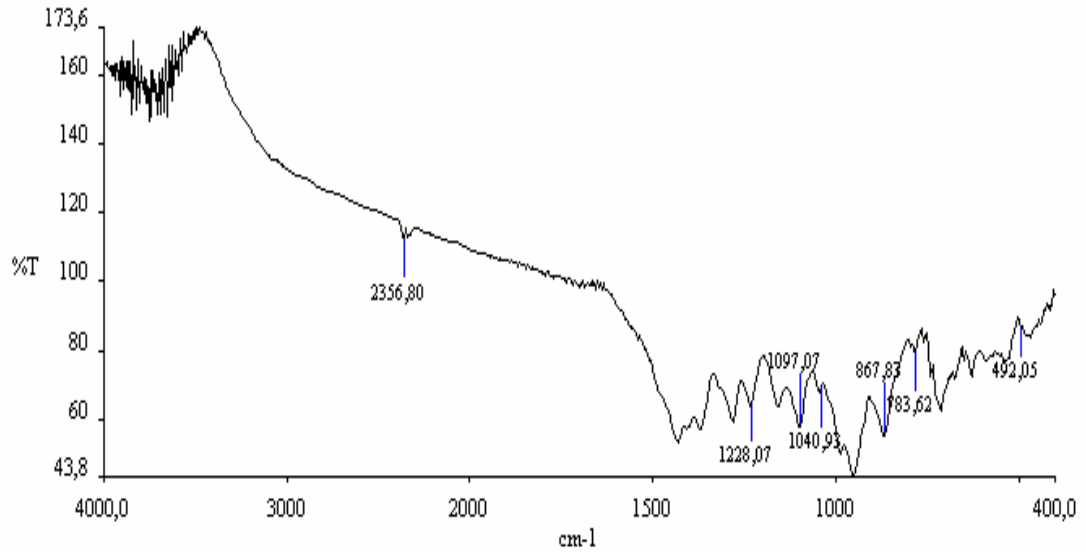
Şekil 4.1 KF-0' ın X-Işınları Toz Kırınım Deseni



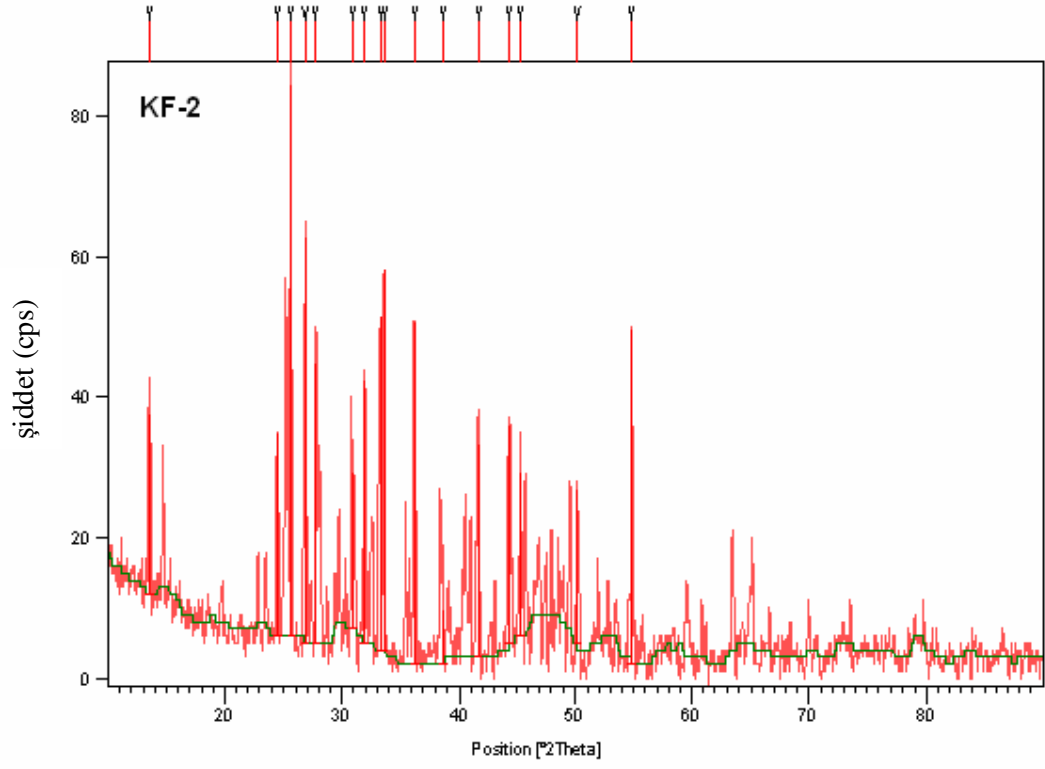
Şekil 4.2 KF-0' ın FT-IR Spektrumu ve Verileri



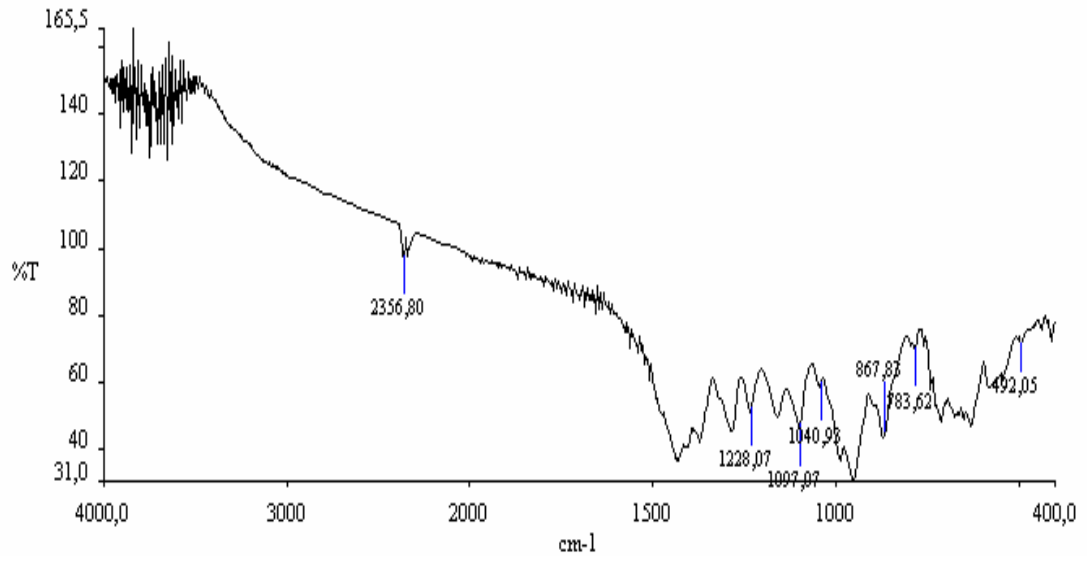
Şekil 4.3 KF-1' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



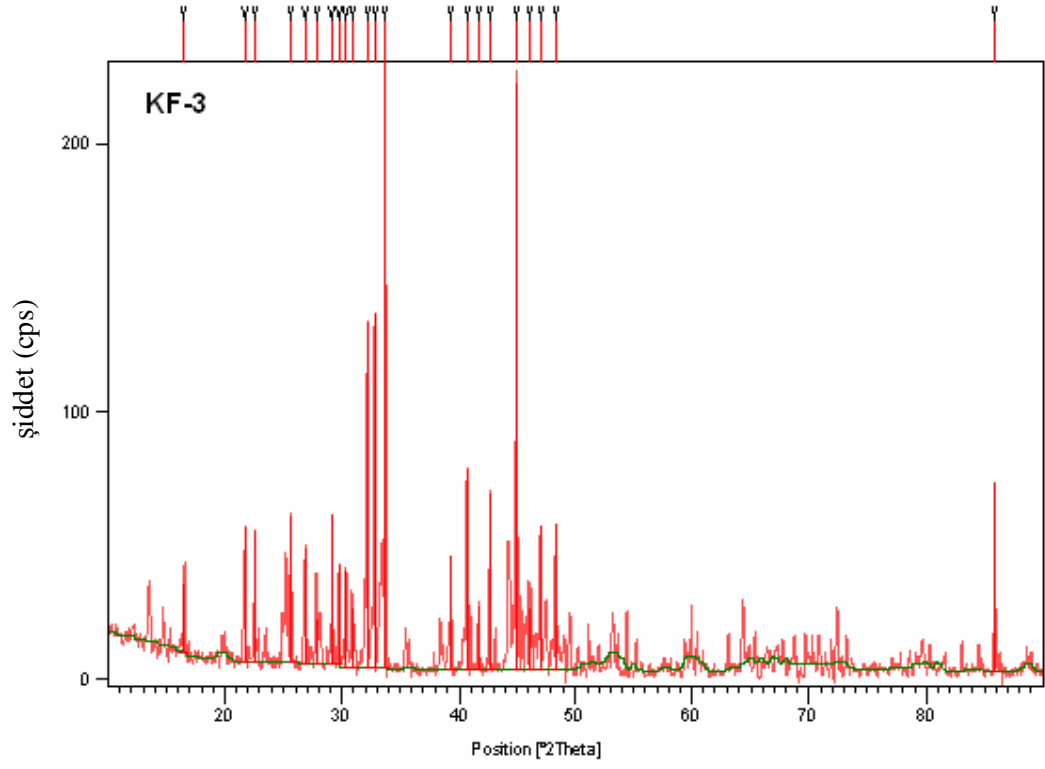
Şekil 4.4 KF-1' in FT-IR Spektrumu ve Verileri



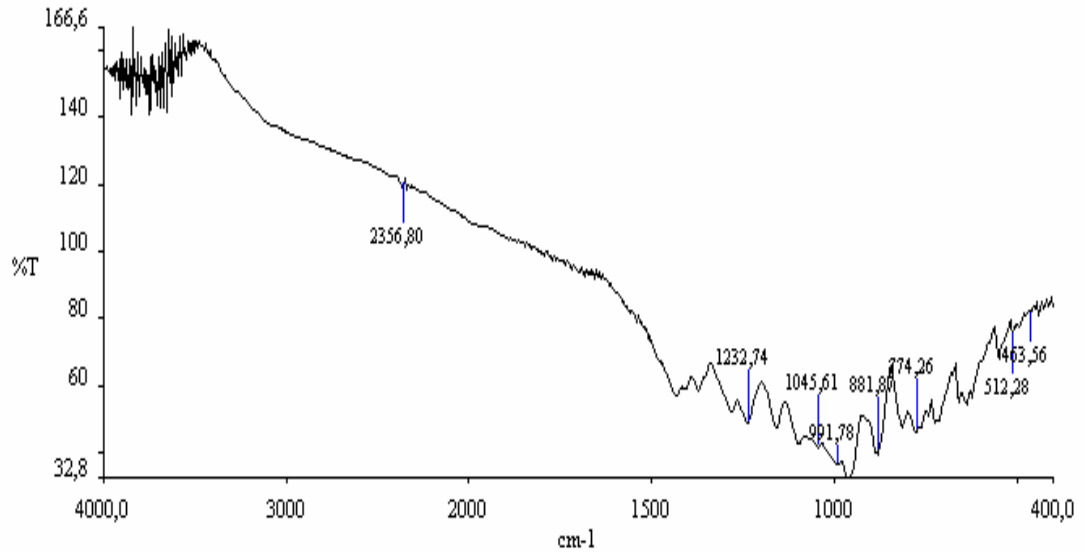
Şekil 4.5 KF-2' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



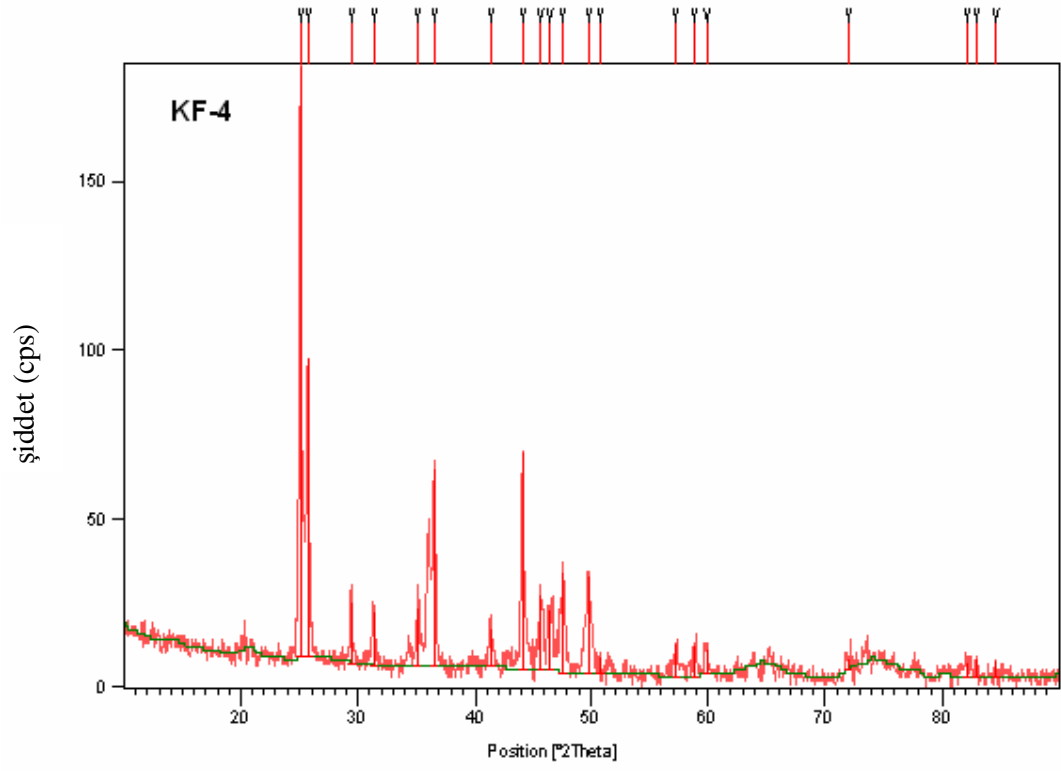
Şekil 4.6 KF-2' nin FT-IR Spektrumu ve Verileri



Şekil 4.7 KF-3' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.8 KF-3' ün FT-IR Spektrumu ve Verileri



Şekil 4.9 KF-4' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni

Tablo 4.6 KF-0 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

Deneyisel Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			Ca ₂ B ₆ O ₁₁ (ICDD 15-0551)		Fe ₂ O ₃ (ICDD 89-8103)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	4.4200	50-(---)	---	---
---	---	---	4.0100	20-(---)	---	---
---	---	---	3.9300	20-(---)	---	---
---	---	---	3.7600	30-(---)	---	---
---	---	---	3.7400	10-(---)	3.6724	32.4-(012)
25.1235	44.53	3.54174	3.5400	100-(---)	---	---
26.4734	28.18	3.36412	3.3580	75-(---)	---	---
---	---	---	3.3290	65-(---)	---	---
---	---	---	3.2560	12-(---)	---	---
---	---	---	3.2130	20-(---)	---	---
---	---	---	3.1600	10-(---)	---	---
29.4385	27.37	3.03168	3.0300	10-(---)	---	---
---	---	---	3.0220	35-(---)	---	---
30.1080	28.19	2.96577	2.9540	30-(---)	---	---
---	---	---	2.8770	8-(---)	---	---
---	---	---	2.7750	50-(---)	---	---
33.0738	100.00	2.70629	2.7210	25-(---)	2.6928	100-(104)
---	---	---	2.6610	30-(---)	---	---
---	---	---	2.6390	20-(---)	---	---
---	---	---	2.6010	16-(---)	---	---
---	---	---	2.5830	14-(---)	---	---
35.5811	67.06	2.52112	2.5330	18-(---)	2.5103	72.2-(110)
---	---	---	2.5040	16-(---)	---	---
---	---	---	2.4220	30-(---)	---	---
---	---	---	2.4150	18-(---)	---	---
---	---	---	2.3690	14-(---)	---	---
---	---	---	2.3070	16-(---)	2.2866	2.0-(006)
---	---	---	2.2630	30-(---)	---	---
---	---	---	2.2390	12-(---)	---	---
40.7967	17.71	2.21004	2.2290	14-(---)	2.2005	19.2-(113)
---	---	---	---	---	2.0724	1.8-(202)
46.7798	25.72	1.94037	---	---	---	---
47.6059	9.36	1.90860	---	---	---	---
48.1936	23.08	1.88669	---	---	---	---
49.3775	43.17	1.84420	---	---	1.8362	34.7-(024)
51.1500	4.42	1.78437	---	---	---	---
54.0305	57.41	1.69584	---	---	1.6904	41.5-(116)
57.4737	8.36	1.60216	---	---	1.5981	2.8-(122)
---	---	---	---	---	1.5953	8.3-(018)
62.3300	22.18	1.48849	---	---	1.4820	26.4-(214)
63.8703	24.44	1.45626	---	---	1.4493	25.1-(300)
---	---	---	---	---	1.3464	2.5-(208)

Tablo 4.6' nin Devamı

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			$\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}$ (ICDD 15-0551)		Fe_2O_3 (ICDD 89-8103)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	---	---	1.3083	9.2-(1 0 10)
---	---	---	---	---	1.3029	2.0-(119)
74.7268	18.04	1.26930	---	---	1.2592	0.3-(217)
---	---	---	---	---	1.2551	5.4-(220)
---	---	---	---	---	1.2241	2.0-(036)
---	---	---	---	---	1.1865	3.5-(128)
---	---	---	---	---	1.1602	4.4-(0 0 12)
84.8708	4.12	1.14159	---	---	1.1433	0.2-(0 0 12)
---	---	---	---	---	1.1376	6.3-(134)
---	---	---	---	---	1.1002	5.8-(226)

Tablo 4.7 KF-1 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			SrB ₂ O ₄ (ICDD 15-0779)		α-Fe ₂ O ₃ (ICDD 89-0597)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	6.0130	70-(020)	3.6858	29.9-(012)
25.5922	100.00	3.47793	3.4670	100-(111)	---	---
26.8270	66.73	3.32058	3.2920	35-(200)	---	---
---	---	---	3.1760	45-(210)	---	---
---	---	---	3.1010	16-(121)	---	---
---	---	---	3.0040	35-(040)	---	---
30.9199	39.99	2.88972	2.8880	40-(220)	---	---
33.1110	95.16	2.70334	2.6880	65-(131)	2.7027	100-(104)
35.5574	65.12	2.52275	---	---	2.5195	72.8-(110)
---	---	---	2.3130	6-(141)	2.2950	1.7-(006)
40.7142	25.05	2.21433	2.2210	30-(240)	2.2086	14.3-(113)
41.6543	43.20	2.16650	2.1690	25-(002)	---	---
44.2857	42.39	2.04368	2.0410	20-(022)	2.0800	1.2-(202)
---	---	---	2.0030	60-(060)	---	---
---	---	---	1.9770	10-(241)	---	---
---	---	---	1.9480	8-(122)	---	---
---	---	---	1.9340	45-(311)	---	---
49.5487	49.73	1.83822	1.8120	8-(202)	1.8429	33.8-(024)
---	---	---	1.7600	25-(331)	---	---
---	---	---	1.7340	14-(222)	---	---
54.0298	41.59	1.69586	1.7120	10-(260)	1.6966	30.8-(116)
---	---	---	1.5890	12-(420)	1.6012	9.1-(018)
59.6758	14.48	1.54819	1.5518	20-(171)	---	---
---	---	---	1.5023	4-(080)	---	---
62.4195	30.36	1.48657	1.4712	4-(062)	1.4874	24.9-(214)
63.9803	18.41	1.45402	1.4447	6-(440)	1.4546	20.0-(300)
---	---	---	1.3667	6-(280)	---	---
---	---	---	1.3434	8-(262)	1.3513	2.9-(208)
---	---	---	1.3320	8-(133)	1.3131	7.0-(1 0 10)
---	---	---	1.2911	6-(371)	1.3077	1.1-(119)
---	---	---	1.2724	4-(460)	1.2597	5.2-(220)
---	---	---	1.2543	10-(511)	1.2286	2.1-(306)
---	---	---	1.1564	4-(282)	1.1645	3.3-(0 2 10)
---	---	---	---	---	1.1418	5.7-(134)
---	---	---	---	---	1.1043	3.6-(226)

Tablo 4.8 KF-2 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			SrB ₂ O ₄ (ICDD 15-0779)		Cr ₂ O ₃ (ICDD 38-1479)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
13.5633	32.75	6.52321	---	---	---	---
---	---	---	6.0130	70-(020)	---	---
24.4890	36.78	3.63205	---	---	3.6313	73-(012)
25.6485	100.00	3.47042	3.4670	100-(111)	---	---
26.8314	73.58	3.32005	3.2920	35-(200)	---	---
27.7859	50.81	3.20813	3.1760	45-(210)	---	---
---	---	---	3.1010	16-(121)	---	---
---	---	---	3.0040	35-(040)	---	---
30.9403	28.60	2.88786	2.8880	40-(220)	---	---
31.9387	47.95	2.79983	---	---	---	---
33.3191	60.56	2.68693	2.6880	65-(131)	---	---
33.5862	69.16	2.66616	---	---	2.6653	100-(104)
36.2091	61.99	2.47882	---	---	2.4796	93-(110)
38.6954	9.82	2.32508	2.3130	6-(141)	---	---
---	---	---	2.2210	30-(240)	2.2658	7-(006)
41.6347	38.41	2.16747	2.1690	25-(002)	2.1752	35-(113)
44.2813	39.26	2.04388	2.0410	20-(022)	2.0477	6-(202)
45.2609	29.65	2.00189	2.0030	60-(060)	---	---
---	---	---	1.9770	10-(241)	---	---
---	---	---	1.9480	8-(122)	---	---
---	---	---	1.9340	45-(311)	---	---
50.1981	27.93	1.81595	1.8120	8-(202)	1.8152	38-(024)
---	---	---	1.7920	4-(212)	---	---
---	---	---	1.7600	25-(331)	---	---
---	---	---	1.7340	14-(222)	---	---
---	---	---	1.7120	10-(260)	---	---
54.8294	60.57	1.67301	1.6470	<2-(400)	1.6723	87-(116)
---	---	---	1.5518	20-(171)	1.5790	7-(122)
---	---	---	1.5023	4-(080)	---	---
---	---	---	1.4712	4-(062)	1.4649	28-(214)
---	---	---	1.4447	6-(440)	1.4315	39-(300)
---	---	---	1.4020	4-(113)	---	---
---	---	---	1.3667	6-(280)	---	---
---	---	---	1.3434	8-(262)	---	---
---	---	---	1.3320	8-(133)	---	---
---	---	---	1.2911	6-(371)	1.2958	14-(1 0 10)
---	---	---	1.2820	6-(422)	1.2900	6-(119)
---	---	---	1.2724	4-(460)	---	---
---	---	---	1.2543	10-(511)	1.2394	9-(220)
---	---	---	1.2174	6-(153)	1.2103	6-(306)
---	---	---	1.2027	16-(531)	1.1958	1-(223)

Tablo 4.9 KF-3 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			SrB ₄ O ₇ (ICDD 15-0801)		SrB ₂ O ₄ (ICDD 15-0779)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	---	---	6.0130	70-(020)
16.5108	11.37	5.36472	5.3500	25-(020)	---	---
---	---	---	4.4300	4-(100)	---	---
21.6981	22.07	4.09250	4.0990	30-(110)	---	---
22.5489	21.60	3.93998	3.9400	30-(011)	---	---
25.6417	24.23	3.47132	---	---	3.4670	100-(111)
26.8337	19.16	3.31976	---	---	3.2920	35-(200)
27.9456	7.31	3.19015	---	---	3.1760	45-(210)
29.1530	24.84	3.06072	3.0610	30-(101)	3.1010	16-(121)
29.7261	16.38	3.00300	---	---	3.0040	35-(040)
30.3719	15.99	2.94060	2.9420	14-(111)	---	---
30.9426	9.70	2.88766	---	---	2.8880	40-(220)
32.1716	57.05	2.78009	2.7780	45-(130)	---	---
32.7739	58.49	2.73036	2.7290	50-(031)	---	---
---	---	---	2.6770	16-(040)	2.6880	65-(131)
33.7106	100.00	2.65661	2.6570	100-(121)	---	---
39.2893	18.75	2.29129	2.2920	18-(140)	2.3130	6-(141)
40.7297	33.18	2.21352	2.2140	25-(200)	2.2210	30-(240)
41.6753	10.31	2.16546	2.1680	2-(210)	2.1690	25-(002)
42.6662	29.05	2.11743	2.1180	30-(002)	---	---
---	---	---	2.0460	12-(220)	2.0410	20-(022)
44.9226	96.81	2.01618	2.0150	65-(141)	2.0030	60-(060)
46.1372	10.24	1.96588	1.9690	14-(022)	1.9770	10-(241)
---	---	---	1.9620	16-(201)	1.9480	8-(122)
47.0455	23.62	1.93003	1.9290	20-(211)	1.9340	45-(311)
48.3465	24.10	1.88109	1.8810	25-(230)	1.8120	8-(202)
---	---	---	1.7990	2-(122)	1.7920	4-(212)
---	---	---	1.7846	6-(060)	1.7600	25-(331)
---	---	---	1.7187	8-(231)	1.7340	14-(222)
---	---	---	1.7060	4-(240)	1.7120	10-(260)
---	---	---	1.6839	8-(132)	---	---
---	---	---	1.5818	2-(241)	1.5890	12-(420)
---	---	---	1.5549	4-(142)	1.5518	20-(171)
---	---	---	1.5419	8-(161)	---	---
---	---	---	1.4708	6-(222)	1.4712	4-(062)
---	---	---	1.4461	6-(251)	1.4447	6-(440)
---	---	---	1.4059	2-(232)	1.4020	4-(113)

Tablo 4.9' un Devamı

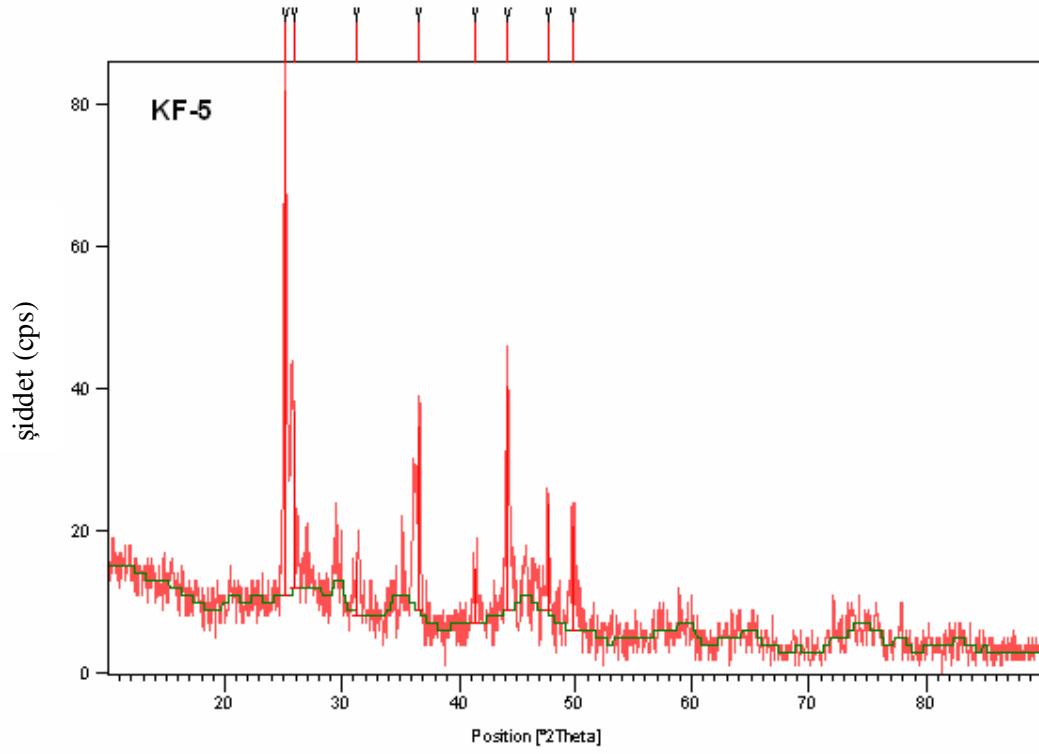
Deneysel Sonuca Ait X-Işınlari Toz Kırınım Verileri			SrB ₄ O ₇ (ICDD 15-0801)		SrB ₂ O ₄ (ICDD 15-0779)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	1.3817	3-(311)	---	---
---	---	---	1.3677	3-(171)	1.3667	6-(280)
---	---	---	1.3644	2-(062)	---	---
---	---	---	1.3481	6-(321)	1.3434	8-(262)
---	---	---	1.3444	3-(103)	1.3320	8-(133)
---	---	---	1.3384	5-(080)	---	---
---	---	---	1.3280	4-(242)	---	---
---	---	---	1.3198	3-(261)	---	---
---	---	---	1.3122	3-(033)	---	---
---	---	---	1.3040	7-(123)	---	---
---	---	---	1.2919	7-(340)	1.2911	6-(371)
---	---	---	1.2450	1-(252)	1.2543	10-(511)
---	---	---	1.2360	2-(341)	---	---
---	---	---	1.2264	3-(181)	---	---
---	---	---	1.2150	2-(350)	1.2174	6-(153)
---	---	---	1.2062	2-(271)	---	---
---	---	---	1.2026	4-(312)	---	---
---	---	---	1.1940	4-(172)	---	---
---	---	---	1.1825	3-(213)	---	---
---	---	---	1.1784	4-(053)	---	---
---	---	---	1.1616	3-(223)	---	---
---	---	---	1.1456	3-(091)	---	---
85.8593	1.13096	31.39	1.1313	3-(082)	---	---
---	---	---	1.1288	4-(233)	---	---
---	---	---	1.1030	3-(342)	---	---
---	---	---	1.0982	3-(361)	---	---
---	---	---	1.0739	3-(163)	---	---
---	---	---	1.0652	1-(411)	---	---
---	---	---	1.0540	1-(352)	---	---
---	---	---	1.0498	2-(421)	---	---
---	---	---	1.0402	2-(253)	---	---
---	---	---	1.0379	2-(024)	---	---
---	---	---	1.0300	1-(371)	---	---
---	---	---	1.0247	2-(114)	---	---
---	---	---	1.3817	3-(311)	---	---
---	---	---	1.3677	3-(171)	---	---
---	---	---	1.3644	2-(062)	---	---
---	---	---	1.3481	6-(321)	---	---
---	---	---	1.3444	3-(103)	---	---
---	---	---	1.3384	5-(080)	---	---

4.1.2 Sr⁺² / H₃BO₃ / M⁺⁴Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuçları

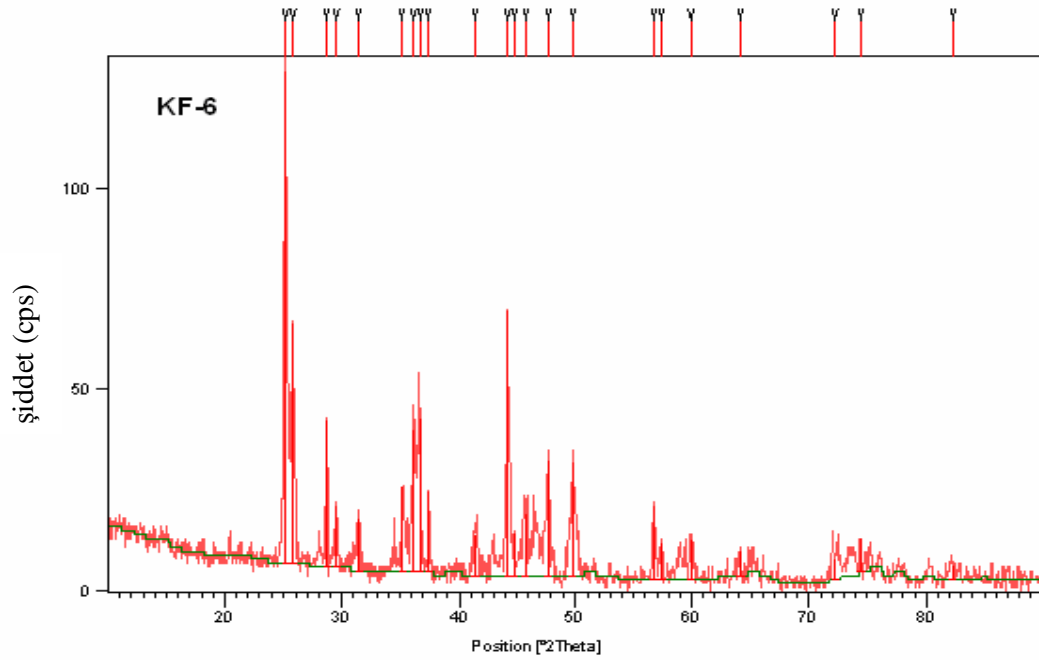
Tablo 4.10 Sr⁺² / H₃BO₃ / M⁺⁴Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
KF-5	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + TeO ₂	1:6:1
KF-6	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + MnO ₂	1:6:1
KF-7	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + TiO ₂	1:6:1
KF-8	SrCO ₃ + H ₃ BO ₃ + PbO ₂	1:6:1

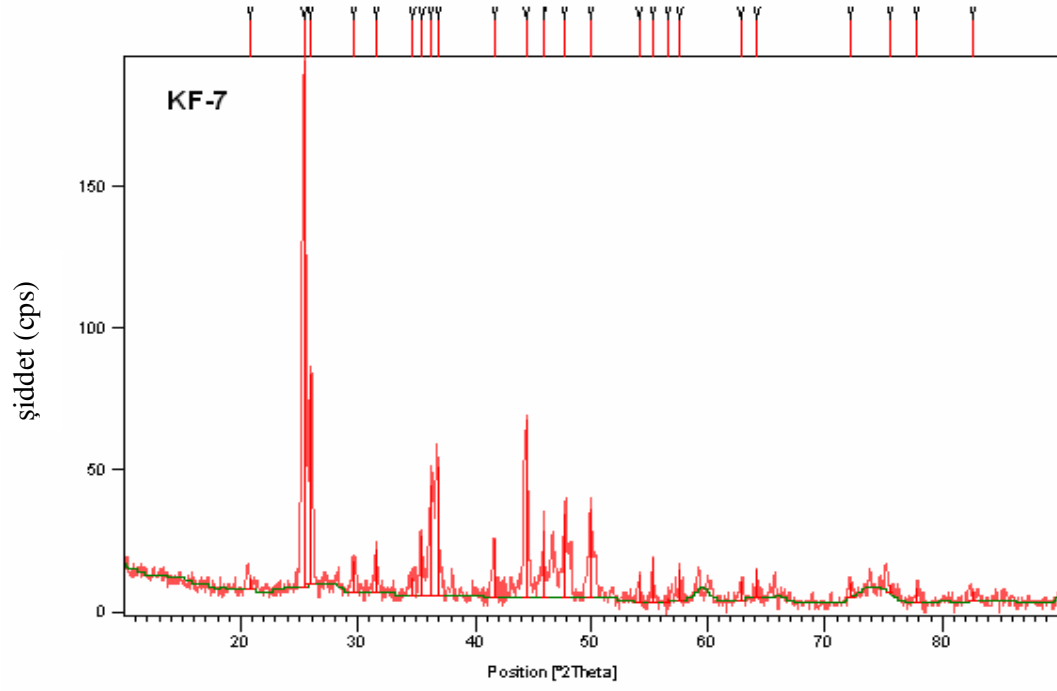
Tablo 4.10' da kimyasal reaksiyonları verilen deneyler sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.10, 4.11, 4.12 ve 4.13' de verilmiştir.



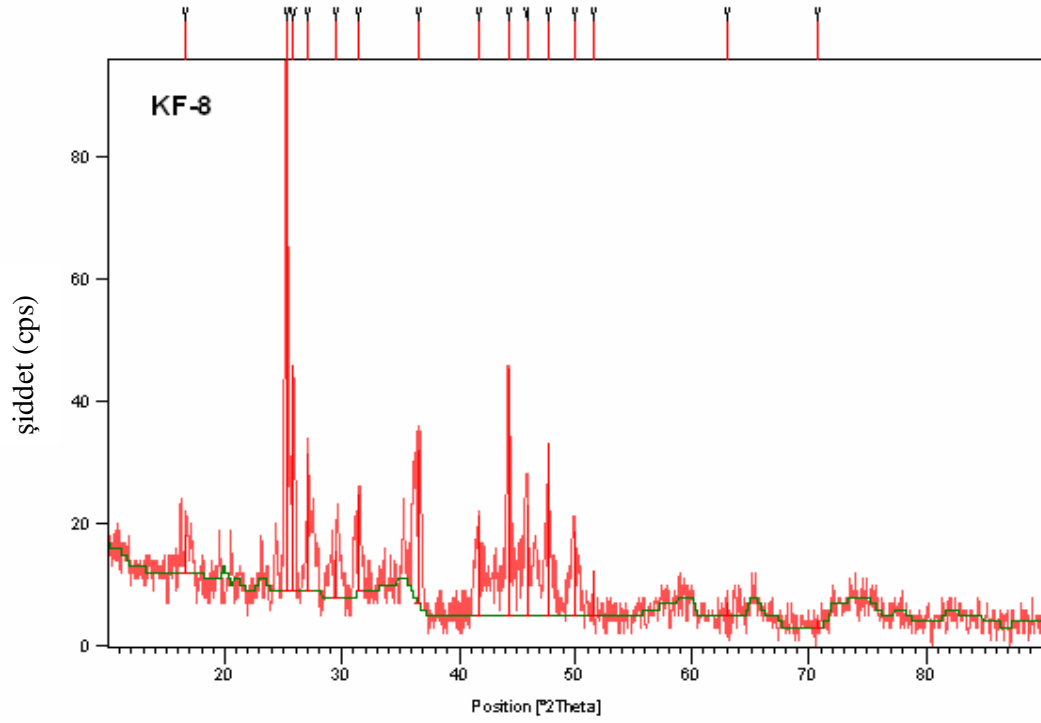
Şekil 4.10 KF-5' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.11 KF-6' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.12 KF-7' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.13 KF-8' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni

4.2 Mikrodalga Enerji Tekniđi Kullanılarak Yapılan Deneylerin Sonuđları

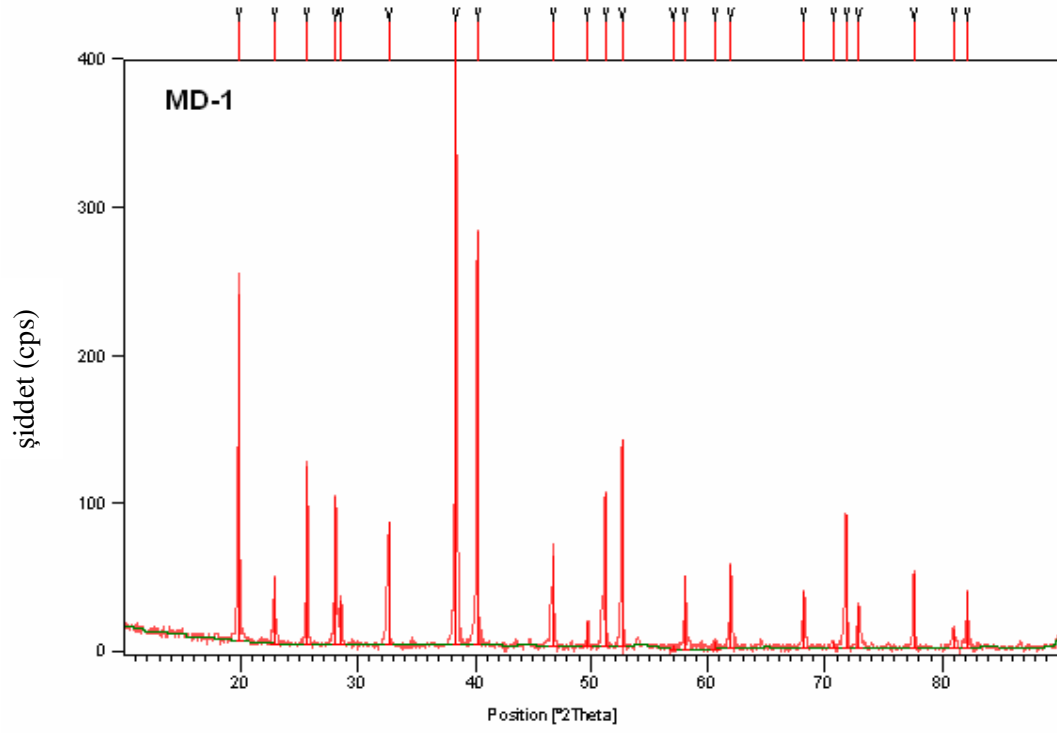
4.2.1 Sr⁺² / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuđları

Tablo 4.11 Sr⁺² / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları

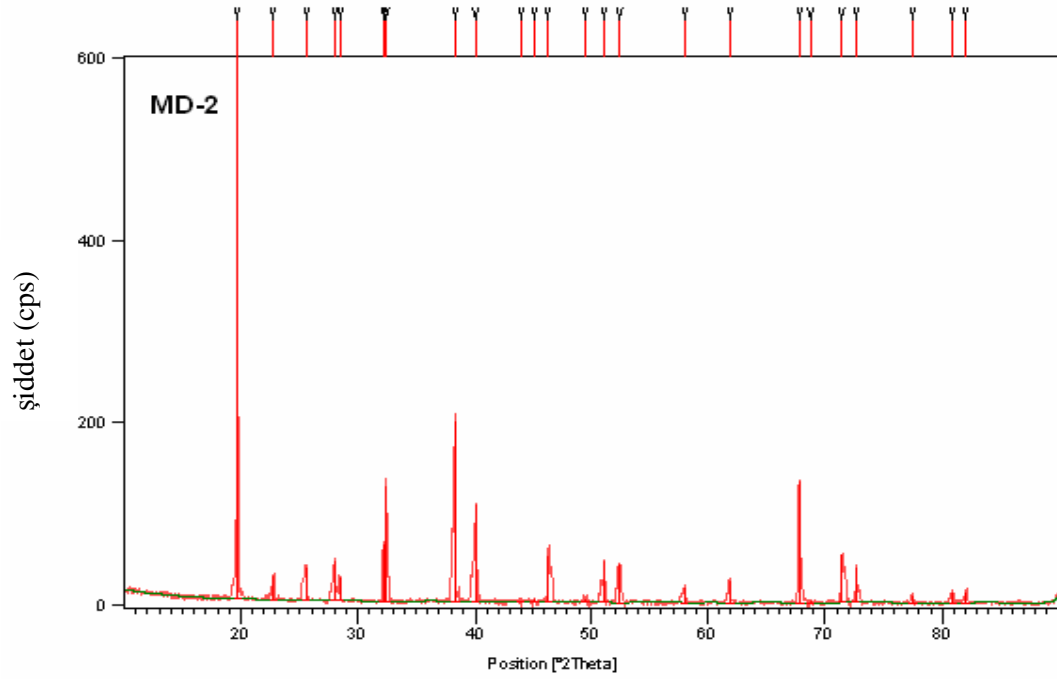
Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-1	Sr(NO ₃) ₂ + H ₃ BO ₃	1:1
MD-2	Sr(NO ₃) ₂ + H ₃ BO ₃	1:2
MD-3	Sr(NO ₃) ₂ + H ₃ BO ₃ + C	1:2:3

Tablo 4.11' de kimyasal reaksiyonları verilen deneyler sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.14, 4.15 ve 4.16' da verilmiştir.

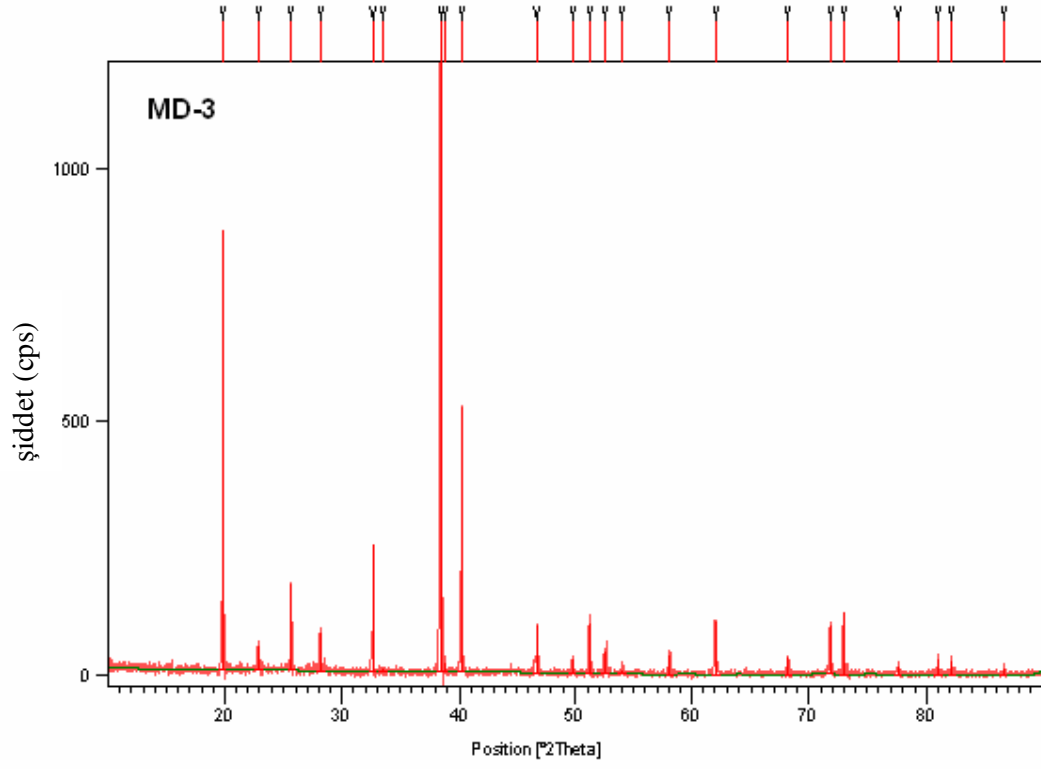
MD-3 deneyinde, giriş maddesi olarak eklenen aktif karbonun; reaksiyonu aktifleştirmedeği ve kristallenmeye katkıda bulunmadığı görülmüştür.



Şekil 4.14 MD-1' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.15 MD-2' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.16 MD-3' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni

4.2.2.1 Mo⁺⁶/B₂O₃-H₃BO₃ Sisteminde Yapılan DeneYlerin Sonuları

Tablo 4.12 Mo⁺⁶ / B₂O₃- H₃BO₃ Sisteminde Yapılan DeneYler ve Kodları

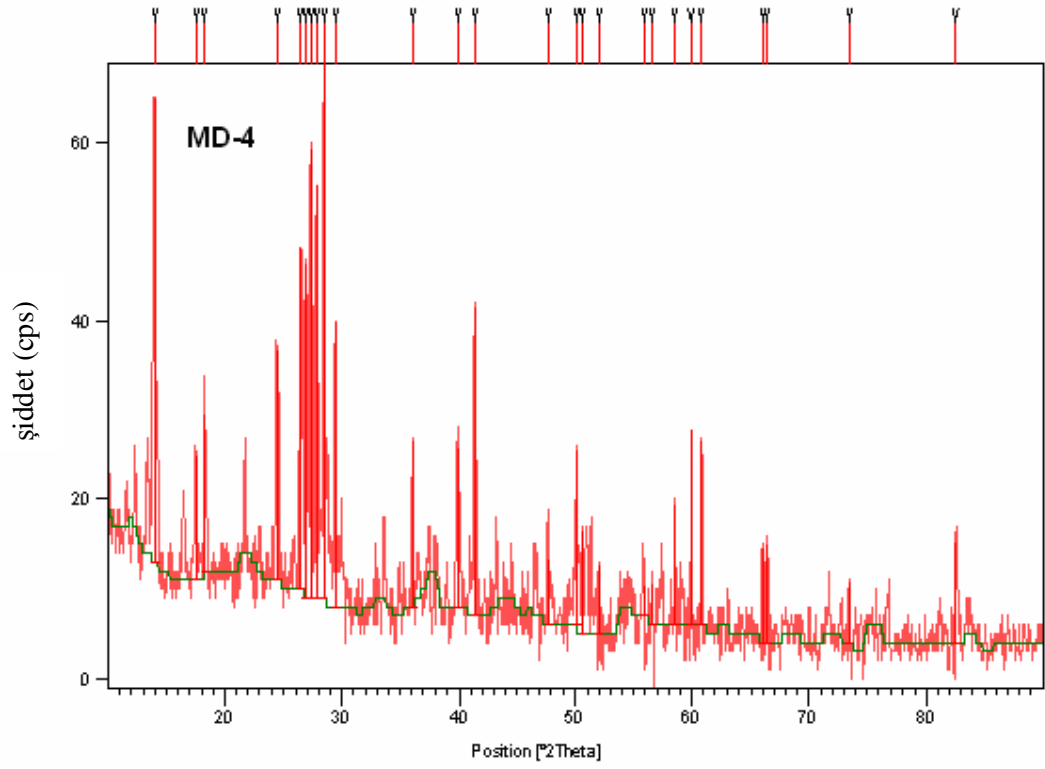
DeneYin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-4	MoO ₃ + B ₂ O ₃	1:2.5
MD-5	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:5

Tablo 4.12’ de kimyasal reaksiyonları verilen deneYler sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğE benzer desenler gözlemlenmiştir. DeneYlere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.17 ve 4.19’ da verilmiştir. X-ışınları toz kırınım desenleri karşılaştırıldığında, giriş maddesi olarak B₂O₃ kullanıldığında amorf özelliğE arttığı görülmektedir.

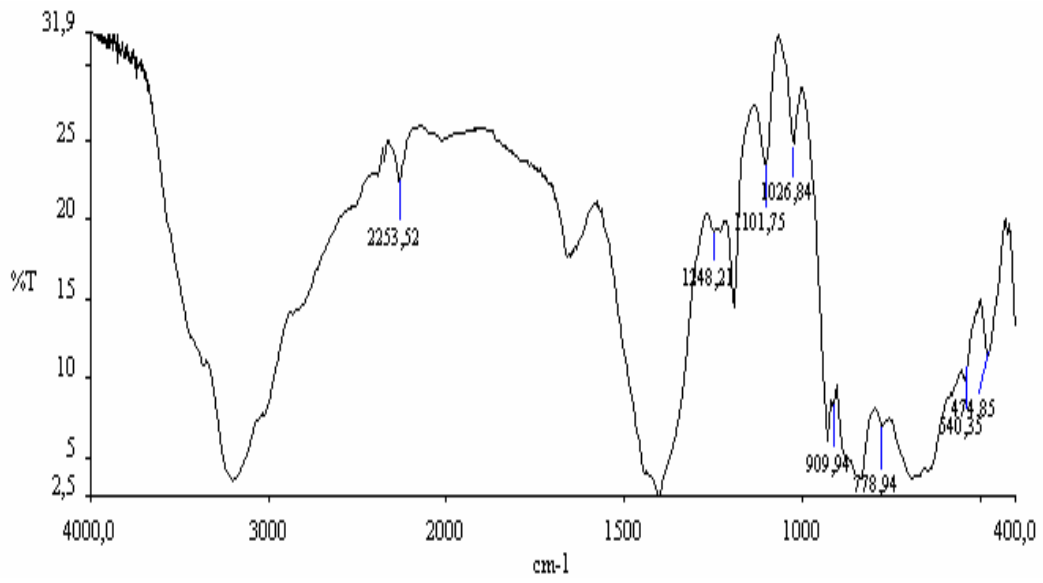
MD-4 ve MD-5 deneYleri sonucunda elde edilen ürünlerin Şekil 4.18 ve 4.20’ de verilen IR spektrumlarının incelenmesinden; BO₂, BO₃ ve BO₄ fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, amorf özellikte molibden borat bileşiklerinin oluşmuş olabileceğini göstermektedir. Bu ürünler için IR spektrum verileri Tablo 4.13’ de verilmiştir.

Tablo 4.13 MD-4 ve MD-5 DeneYlerine Ait IR Spektrum Verileri

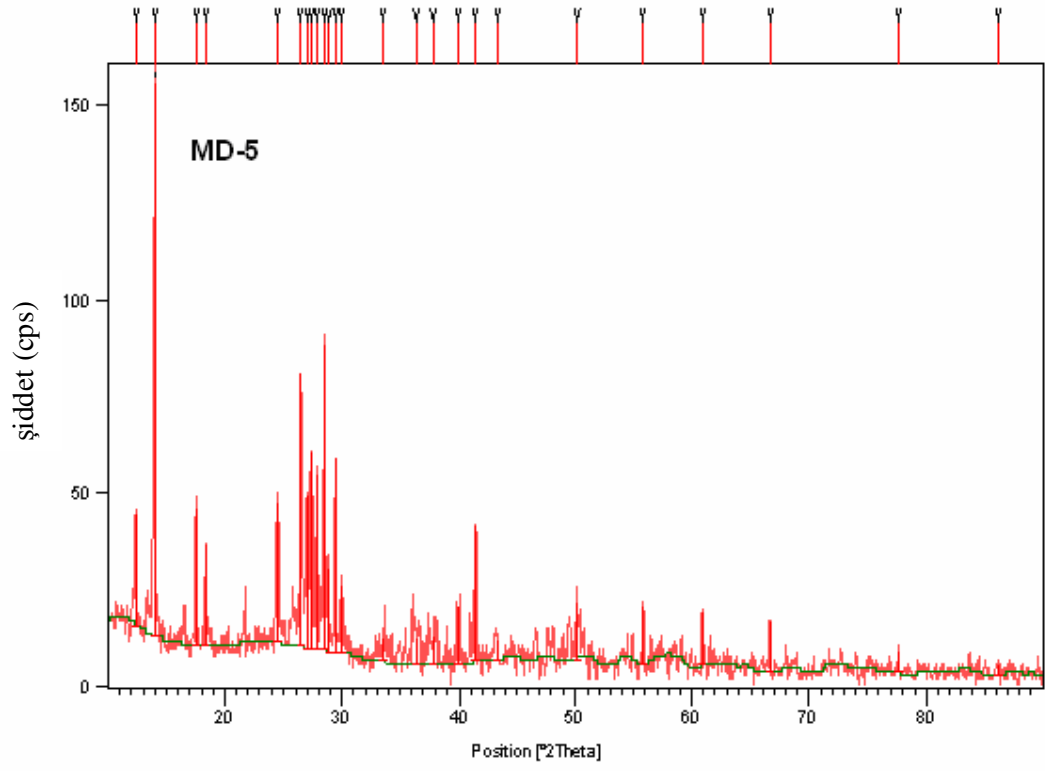
Titreşimler (MD-4)	v ₁ -BO ₂ [35]	v ₂ -BO ₂ [35]	v ₃ -BO ₂ [35]	v ₁ -BO ₃ [36]	v ₂ -BO ₃ [36]	v ₃ -BO ₃ [36]	v ₃ -BO ₄ [37]	v ₄ -BO ₄ [37]
Frekans (cm ⁻¹)	909.94	474.85	2253.52	1026.84	778.94	1248.21	1101.75	540.35
Titreşimler (MD-5)	v ₁ -BO ₂ [35]	v ₂ -BO ₂ [35]	v ₃ -BO ₂ [35]	v ₁ -BO ₃ [36]	v ₂ -BO ₃ [36]	v ₃ -BO ₃ [36]	v ₃ -BO ₄ [37]	v ₄ -BO ₄ [37]
Frekans (cm ⁻¹)	909.94	474.85	2356.80	1022.22	774.26	1195.32	1101.75	545.02



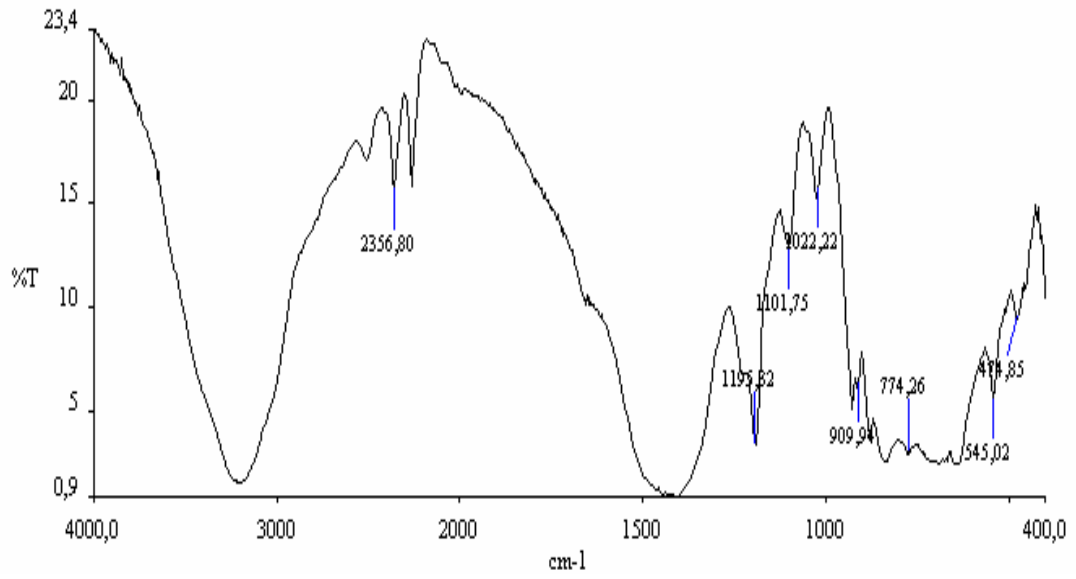
Şekil 4.17 MD-4' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.18 MD-4' ün FT-IR Spektrumu ve Verileri



Şekil 4.19 MD-5' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.20 MD-5' in FT-IR Spektrumu ve Verileri

4.2.2.2 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuçları

Tablo 4.14 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-6	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:1
MD-7	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:2
MD-8	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:3
MD-9	MoO ₃ + H ₃ BO ₃	1:4

Tablo 4.14’de kimyasal reaksiyonları verilen deneyler sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; MD-6, MD-7, MD-8 ve MD-9 deneyleri sonucunda karakteristik amorf özelliğe benzer desenler gözlemlenmiştir. Deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.21, 4.23, 4.25 ve 4.27’ de verilmiştir.

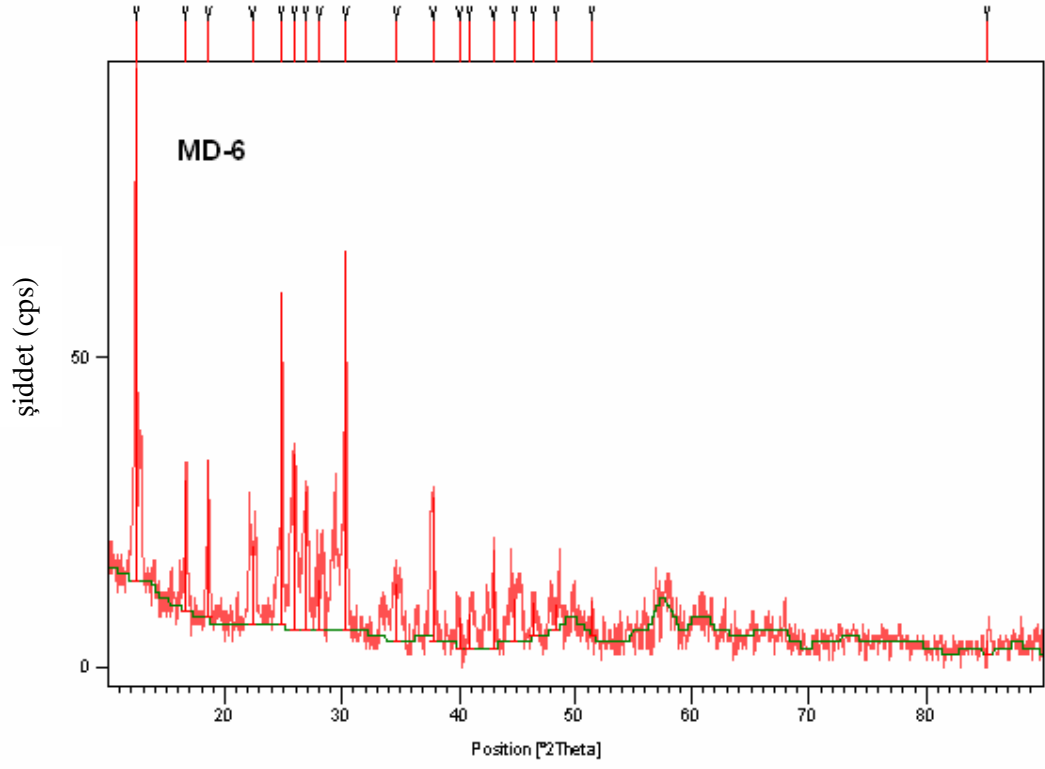
Bu ürünlere ait Şekil 4.22, 4.24, 4.26 ve 4.28’ de verilen IR spektrumlarının incelenmesinden; BO₂, BO₃ ve BO₄ fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, amorf özellikte molibden borat bileşiklerinin oluşmuş olabileceğini göstermektedir. Bu ürünler için IR spektrum verileri Tablo 4.15 ve 4.16’ da verilmiştir.

Tablo 4.15 MD-6 ve MD-7 Deneilerine Ait IR Spektrum Verileri

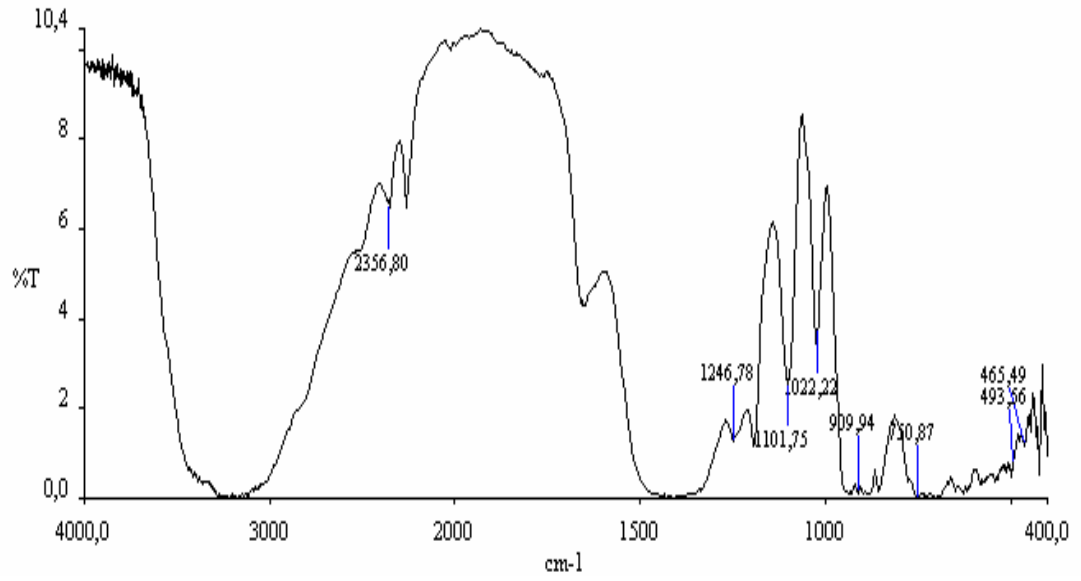
Titreşimler (MD-6)	$\nu_2\text{-BO}_2$ [35]	$\nu_3\text{-BO}_2$ [35]	$\nu_1\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_2\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_3\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_1\text{-BO}_4$ [37]	$\nu_3\text{-BO}_4$ [37]	$\nu_4\text{-BO}_4$ [37]
Frekans (cm^{-1})	465.49	2356.80	1022.22	750.87	1246.78	909.94	1101.75	498.56
Titreşimler (MD-7)	$\nu_2\text{-BO}_2$ [35]	$\nu_3\text{-BO}_2$ [35]	$\nu_1\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_2\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_3\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_1\text{-BO}_4$ [37]	$\nu_3\text{-BO}_4$ [37]	$\nu_4\text{-BO}_4$ [37]
Frekans (cm^{-1})	479.53	2356.80	1022.22	778.94	1190.64	881.87	1101.75	545.02

Tablo 4.16 MD-8 ve MD-9 Deneilerine Ait IR Spektrum Verileri

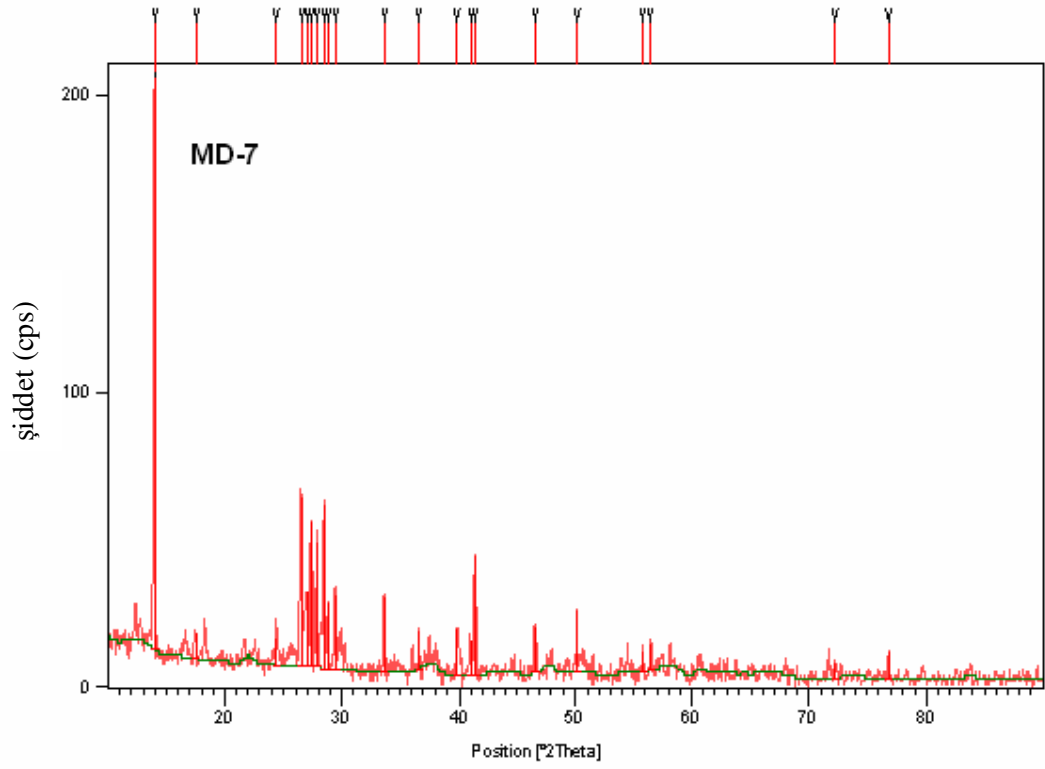
Titreşimler (MD-8)	$\nu_2\text{-BO}_2$ [35]	$\nu_3\text{-BO}_2$ [35]	$\nu_1\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_2\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_3\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_4\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_1\text{-BO}_4$ [37]	$\nu_3\text{-BO}_4$ [37]
Frekans (cm^{-1})	479.53	2356.80	1026.90	778.94	1190.64	545.02	881.87	1101.75
Titreşimler (MD-9)	$\nu_2\text{-BO}_2$ [35]	$\nu_3\text{-BO}_2$ [35]	$\nu_1\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_2\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_3\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_4\text{-BO}_3$ [36]	$\nu_1\text{-BO}_4$ [37]	$\nu_3\text{-BO}_4$ [37]
Frekans (cm^{-1})	474.85	2253.52	1022.22	778.94	1190.64	545.02	881.87	1101.75



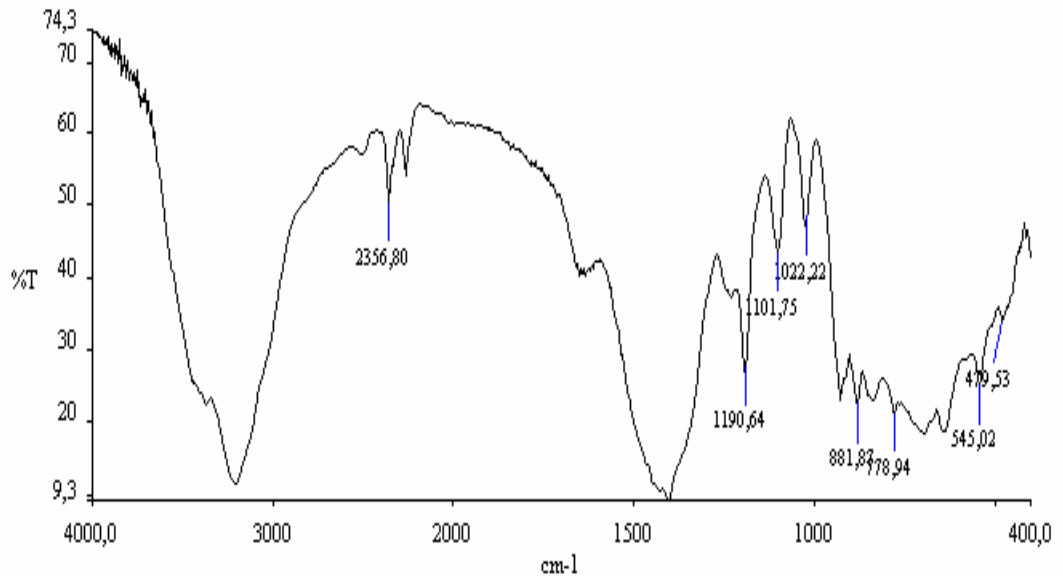
Şekil 4.21 MD-6' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni



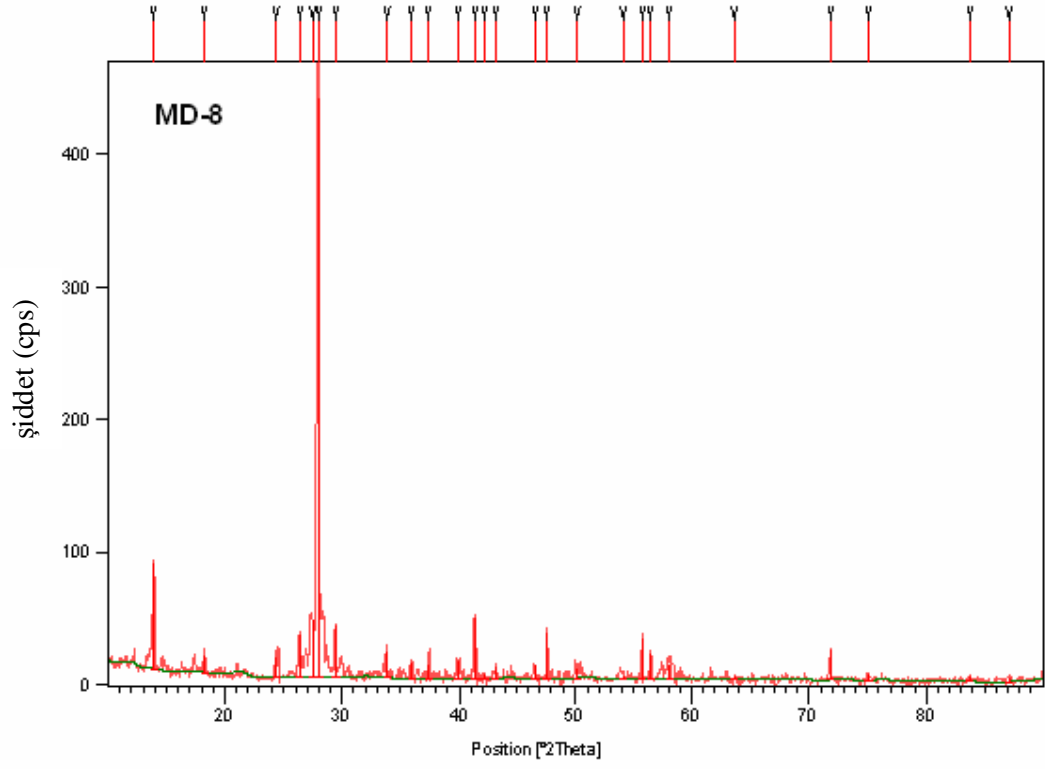
Şekil 4.22 MD-6' nın FT-IR Spektrumu ve Verileri



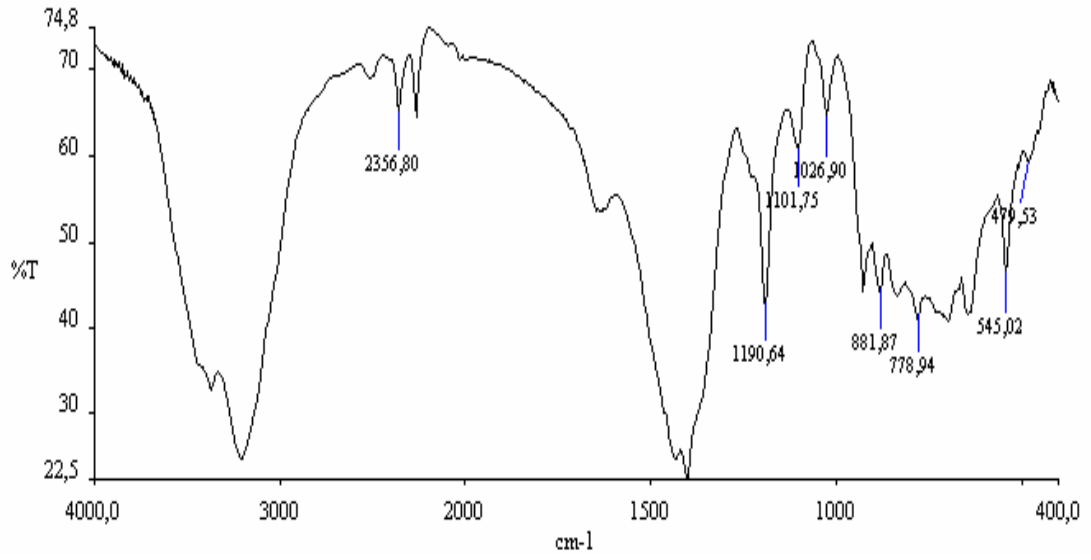
Şekil 4.23 MD-7' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



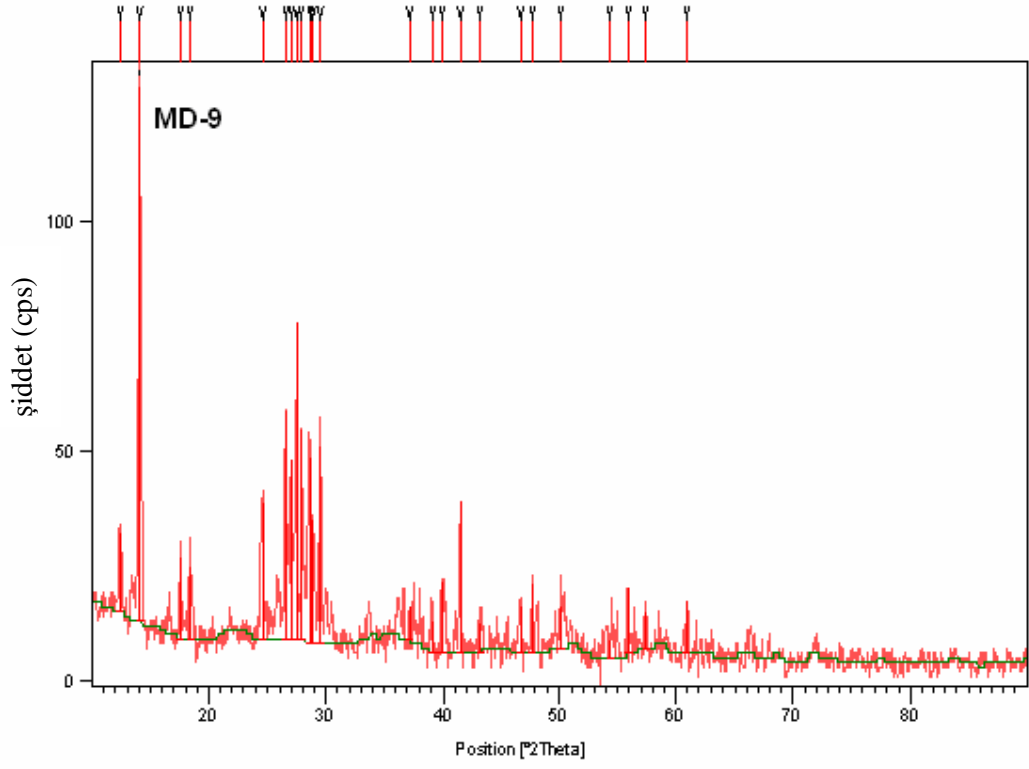
Şekil 4.24 MD-7' nin FT-IR Spektrumu ve Verileri



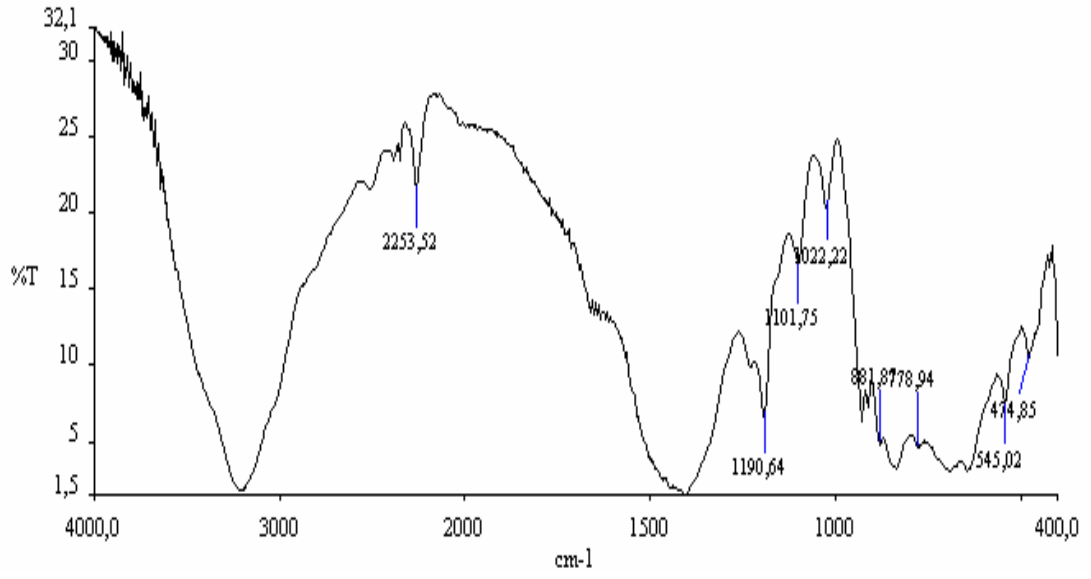
Şekil 4.25 MD-8' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.26 MD-8' in FT-IR Spektrumu ve Verileri



Şekil 4.27 MD-9' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.28 MD-9' un FT-IR Spektrumu ve Verileri

4.2.3 Mo⁺⁶ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuçları

Tablo 4.17 Mo⁺⁶ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-10	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1
MD-11	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1.5
MD-12	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:2
MD-13	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:2.5
MD-14	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:2
MD-15	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃ + C	1:2:3

MD-10 deneyi sonucunda elde edilen ürünün Şekil 4.29' da verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; Mo_{0.67}V_{0.33}O₂ (ICDD 30-0849) ve β-(NH₄)_{0.38}V₂O₅ (ICDD 27-1019) bileşiklerinin birlikte çift faz olarak elde edildiği belirlenmiştir. Tablo 4.20' de X-ışınları toz kırınım verileri verilen, MD-10 deneyinde elde edilen Mo_{0.67}V_{0.33}O₂ (ICDD 30-0849) bileşiği monoklinik yapıda olup; hücre parametreleri a=9.465 Å, b=5.672 Å, c=4.745 Å, β=90.30⁰' dir ve uzay grubu belirlenememiştir. Ürünün Şekil 4.30' da verilen IR spektrumunun incelenmesinden; V=O, V-O ve V-O-V fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, Mo_{0.67}V_{0.33}O₂ (ICDD 30-0849) bileşiğinin oluştuğunu desteklemektedir. Bu ürüne ait IR spektrum verileri Tablo 4.18' de verilmiştir.

Tablo 4.18 MD-10 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

Titreşimler	Frekans (cm ⁻¹)
V=O [38]	938.01
V-O [39]	736.84
V-O-V [38]	853.80

MD-11 deneyi sonucunda elde edilen ürünün Şekil 4.31’ de verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; $(V_{0.07}Mo_{0.93})_5O_{14}$ (ICDD 31-1437) ve $(NH_4)_2(Mo_2O_7)$ (ICDD 89-7113) bileşiklerinin birlikte çift faz olarak elde edildiği ve giriş maddelerinden NH_4VO_3 (ICDD 70-0678) bileşiğinin bir kısmının reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Tablo 4.21’ de X-ışınları toz kırınım verileri verilen, MD-11 deneyinde elde edilen $(V_{0.07}Mo_{0.93})_5O_{14}$ (ICDD 31-1437) bileşiği tetragonal yapıda olup; hücre parametreleri $a=22.83 \text{ \AA}$, $c=3.990 \text{ \AA}$ ’ dur ve uzay grubu belirlenememiştir. Ürünün Şekil 4.32’ de verilen IR spektrumunun incelenmesinden; V=O, V-O ve V-O-V fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, $(V_{0.07}Mo_{0.93})_5O_{14}$ (ICDD 31-1437) bileşiğinin oluştuğunu desteklemektedir. Bu ürüne ait IR spektrum verileri Tablo 4.19’ da verilmiştir.

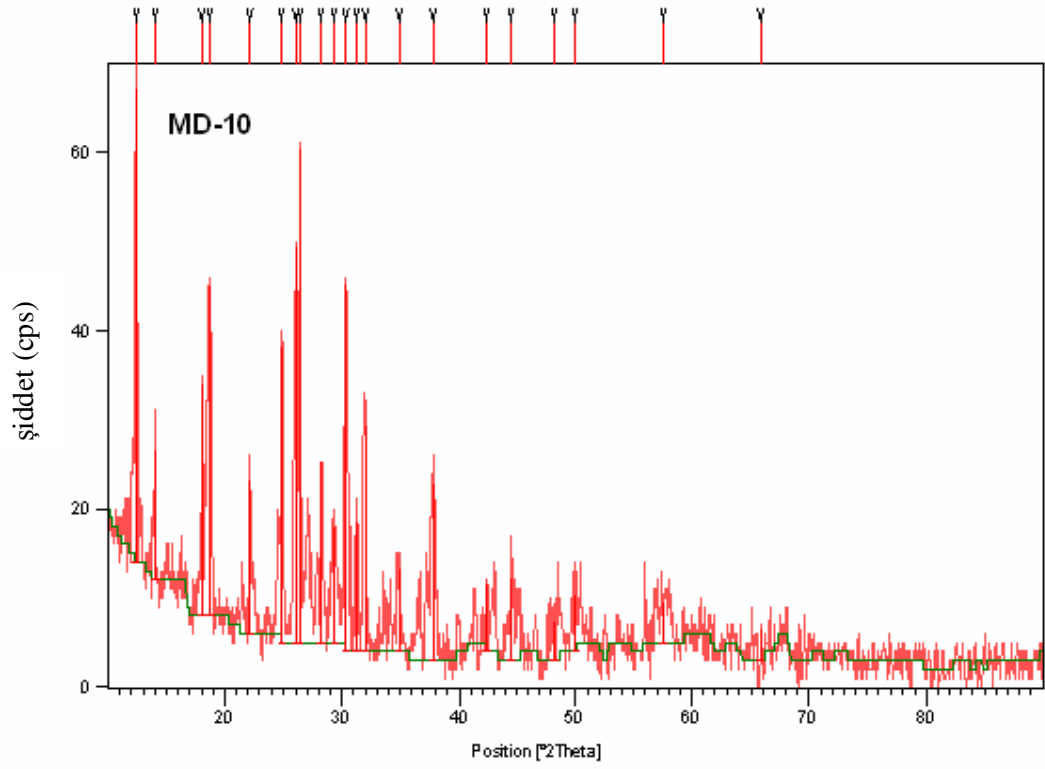
Tablo 4.19 MD-11 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

Titreşimler	Frekans (cm^{-1})
V=O [38]	938.01
V-O [39]	746.19
V-O-V [38]	853.80

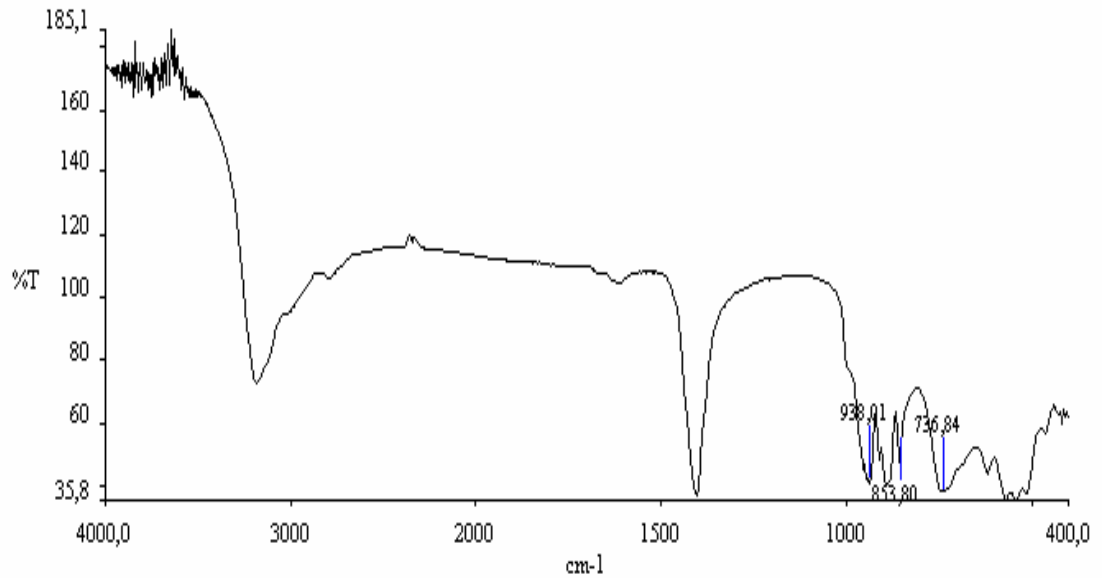
MD-12 ve MD-13 deneyleri sonucunda elde edilen ürünlerin Şekil 4.33 ve 4.35’ de verilen X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde $(NH_4)_2Mo_2O_7$ (ICDD 37-0379) bileşiğinin oluştuğu ve giriş maddelerinden NH_4VO_3 (ICDD 70-0678) bileşiğinin bir kısmının reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Deneylere ait X-ışınları toz kırınım verileri Tablo 4.22 ve 4.23’ de verilmiştir.

MD-14 ve MD-15 deneyleri sonucunda elde edilen ürünlerin Şekil 4.37 ve 4.39’ da verilen X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer desenler gözlemlenmiştir.

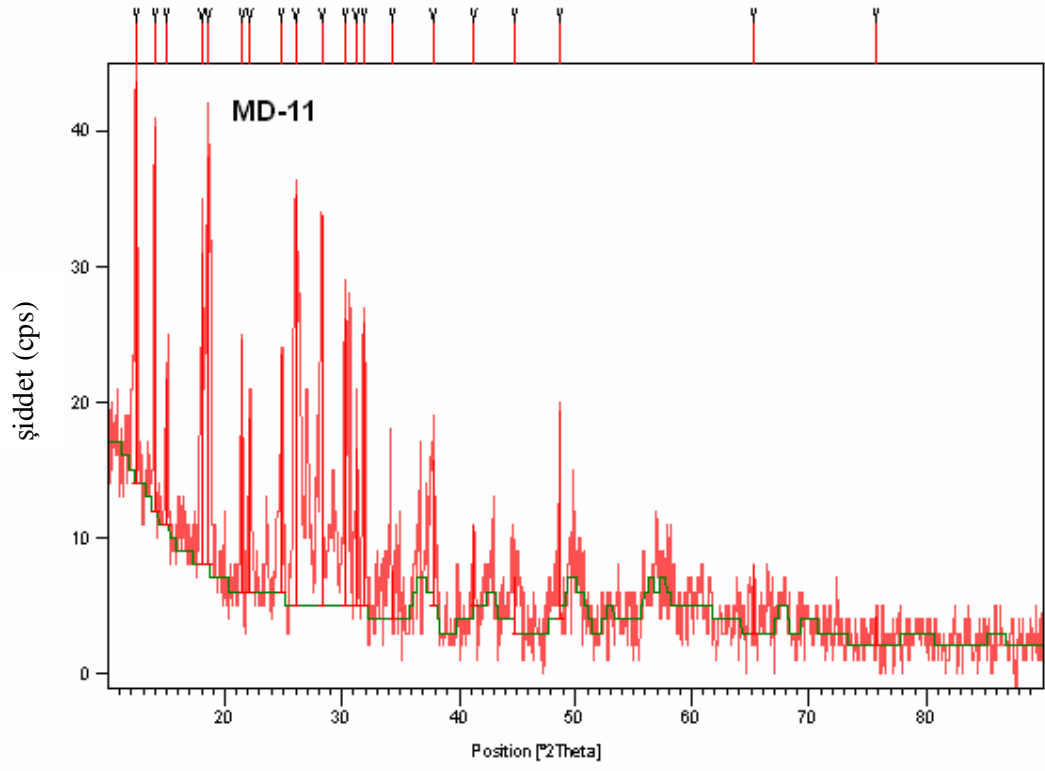
MD-15 deneyinde; giriş maddesi olarak eklenen aktif karbonun; reaksiyonu aktifleştirmede ve kristallenmeye katkıda bulunmadığı görülmüştür.



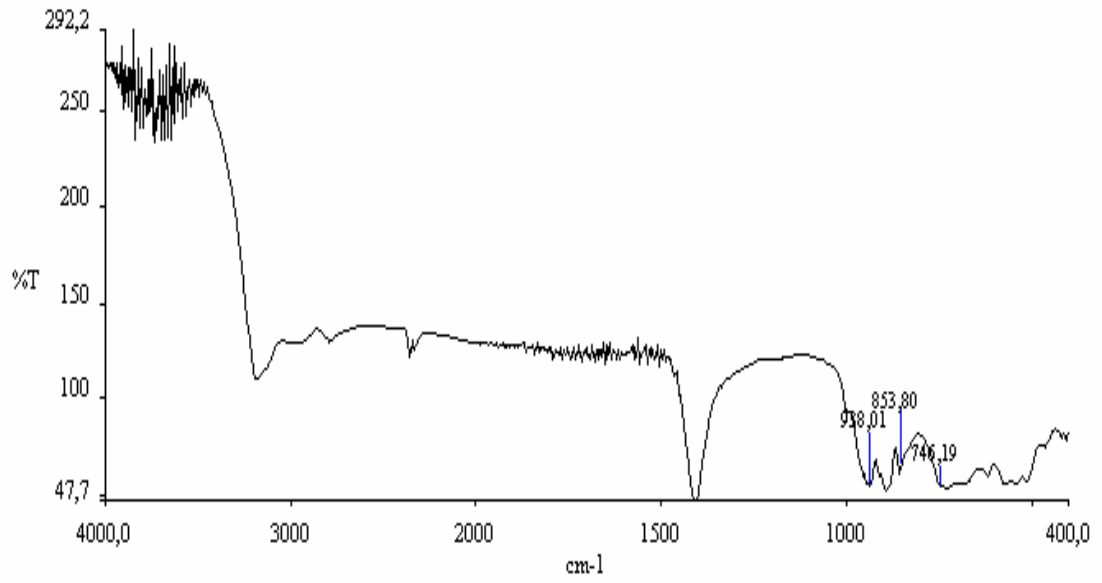
Şekil 4.29 MD-10' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni



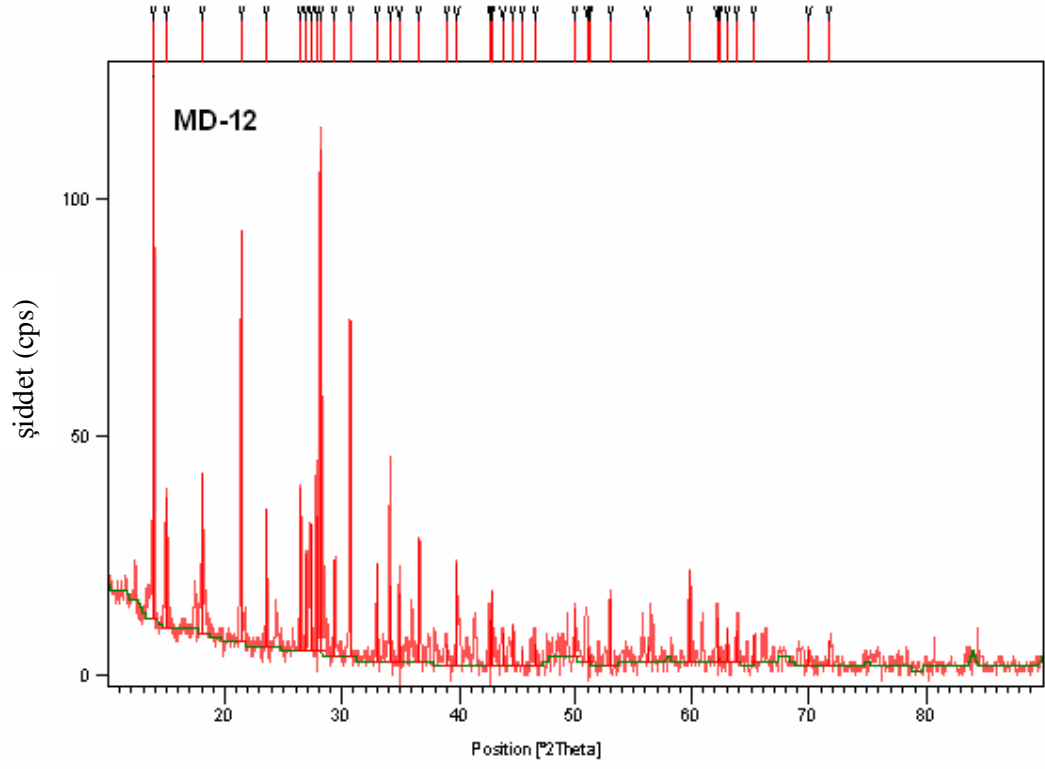
Şekil 4.30 MD-10' un FT-IR Spektrumu ve Verileri



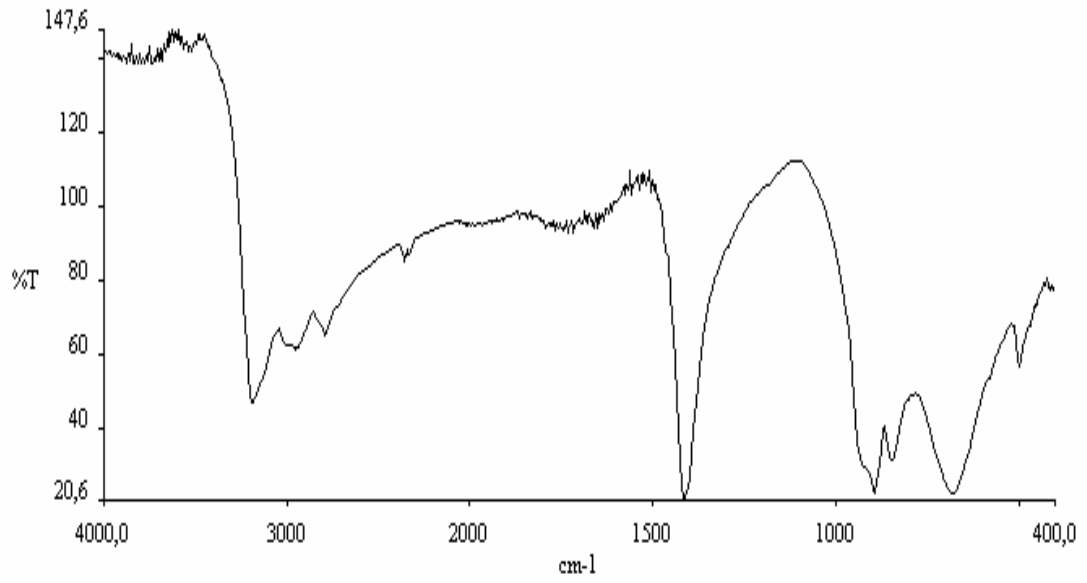
Şekil 4.31 MD-11' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



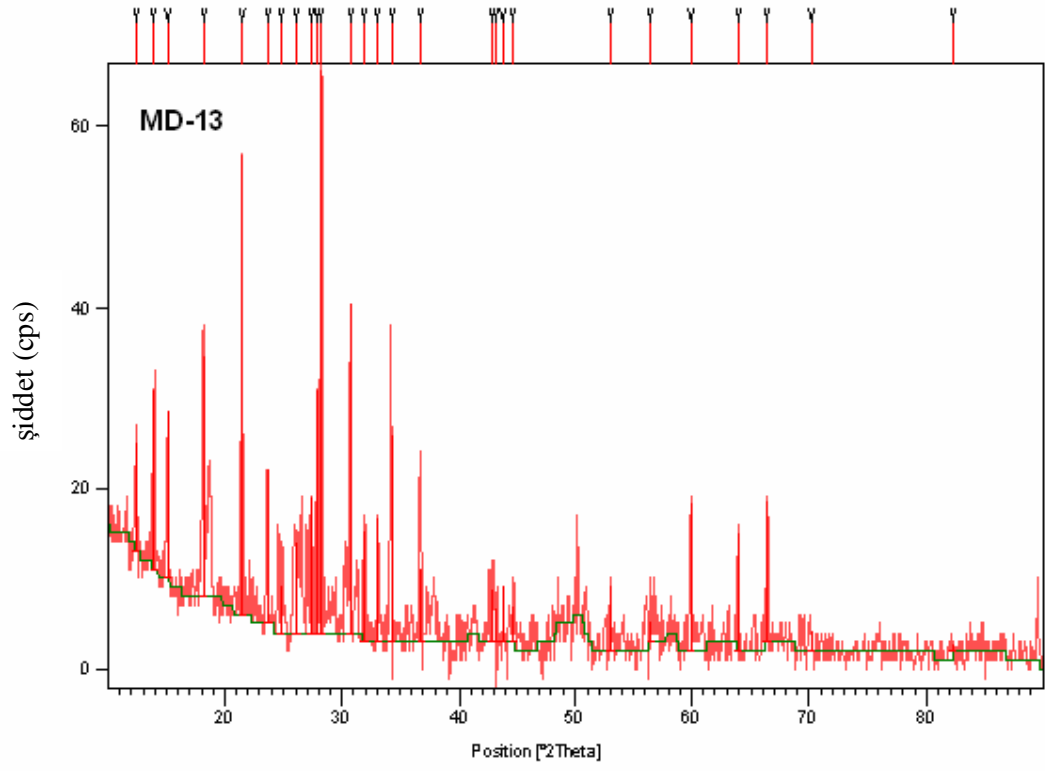
Şekil 4.32 MD-11' in FT-IR Spektrumu ve Verileri



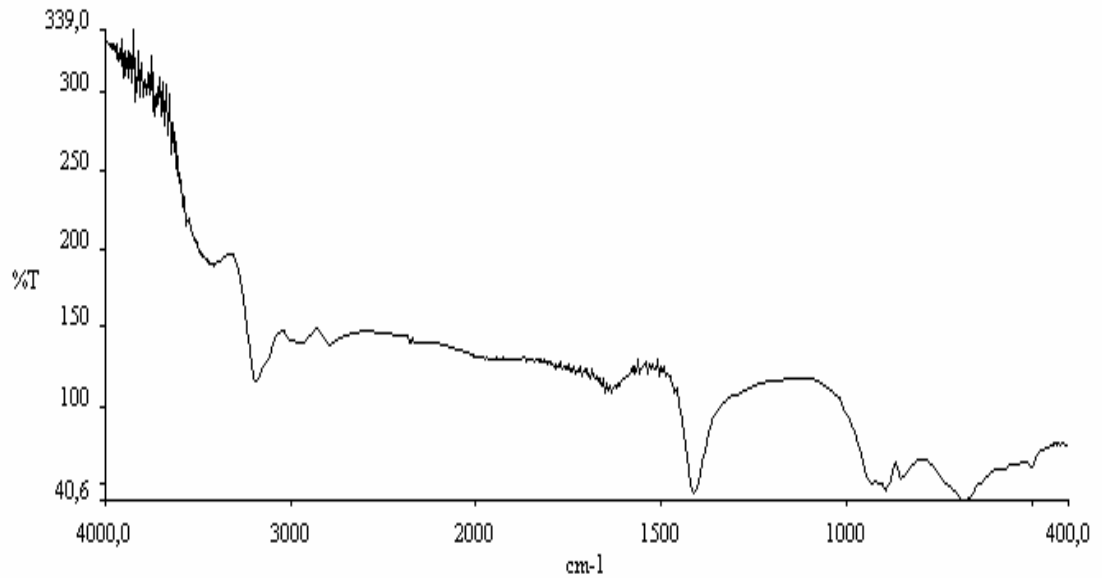
Şekil 4.33 MD-12' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



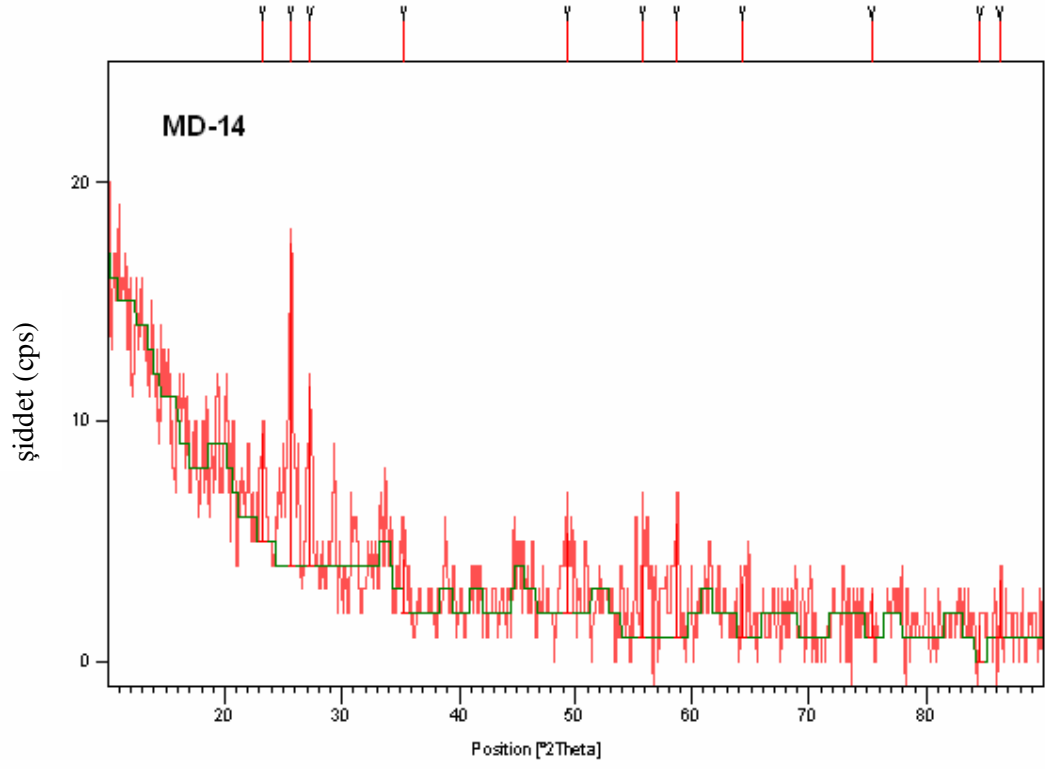
Şekil 4.34 MD-12' nin FT-IR Spektrumu



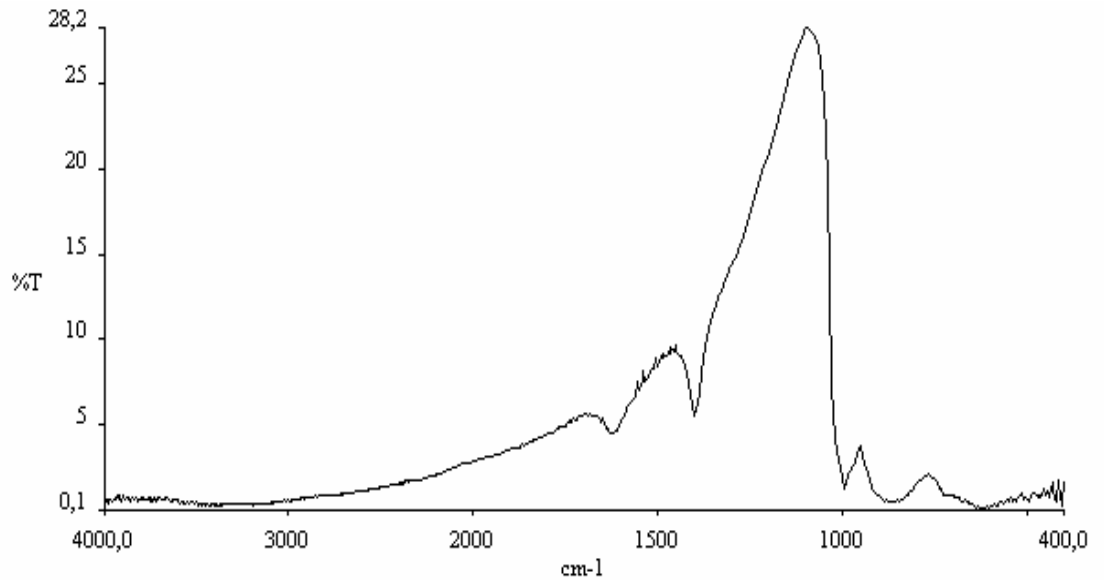
Şekil 4.35 MD-13' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



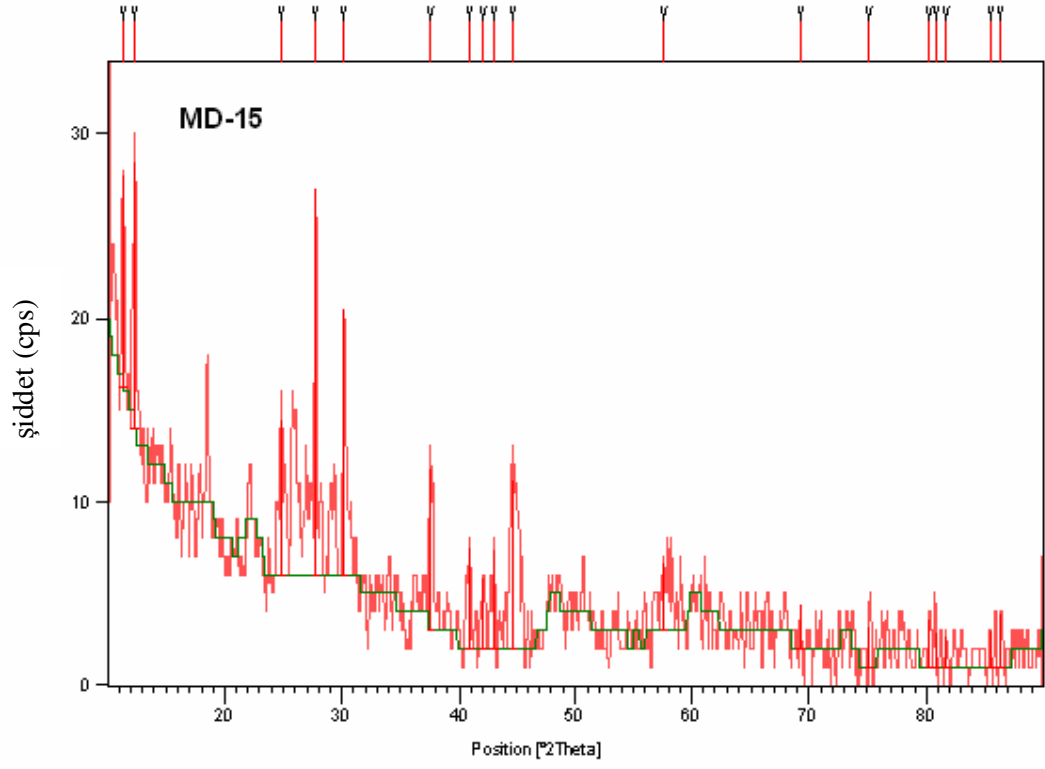
Şekil 4.36 MD-13' ün FT-IR Spektrumu



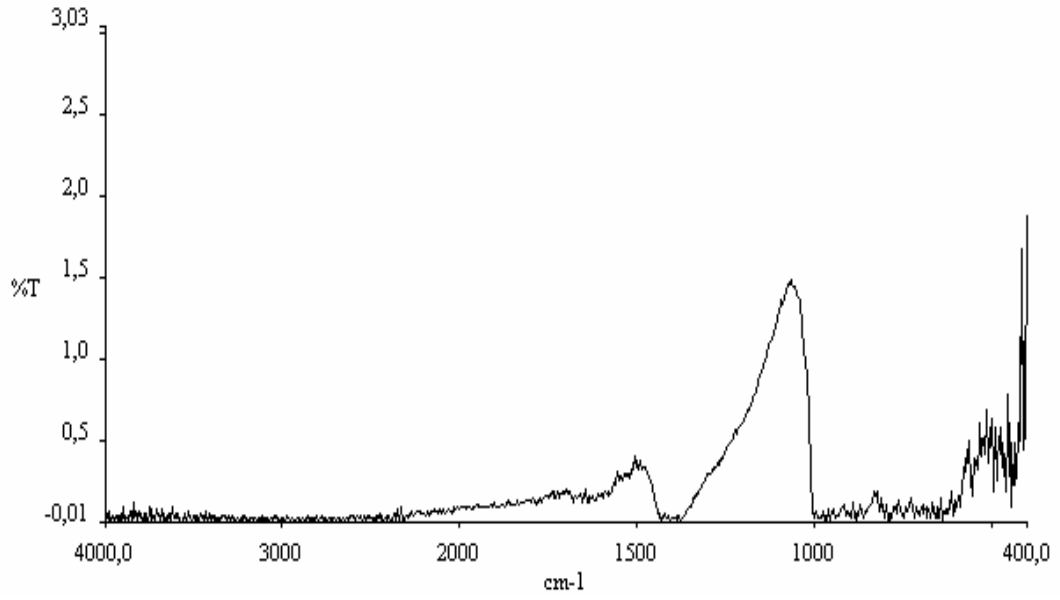
Şekil 4.37 MD-14' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.38 MD-14' ün FT-IR Spektrumu



Şekil 4.39 MD-15' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.40 MD-15' in FT-IR Spektrumu

Tablo 4.20 MD-10 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			Mo _{0.67} V _{0.33} O ₂ (ICDD 30-0849)		β-(NH ₄) _{0.38} V ₂ O ₅ (ICDD 27-1019)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	---	---	9.6700	80-(001)
---	---	---	---	---	7.4400	35-(200)
12.4574	95.92	7.09970	---	---	7.1000	100-(101)
14.0407	26.38	6.30247	---	---	---	---
18.0519	47.10	4.91006	4.8650	20-(110)	4.8600	9-(202)
18.7229	66.85	4.73558	4.7430	20-(001)	4.6700	25-(---
22.1639	31.04	4.00754	---	---	4.1200	25-(102)
24.9023	60.02	3.57270	---	---	3.5100	18-(202)
---	---	---	---	---	3.4600	35-(110)
26.0612	80.17	3.41640	3.4050	20-(111)	3.4300	35-(203)
26.4171	100.00	3.37117	3.3600	100-(201)	---	---
---	---	---	3.3430	80-(201)	3.2600	9-(303)
28.2381	36.83	3.15777	---	---	3.1800	16-(111)
29.4145	23.40	3.03410	---	---	3.1200	30-(401)
30.3653	74.63	2.94123	---	---	2.9210	14-(211)
31.2466	26.12	2.86025	---	---	2.8580	18-(012)
31.9815	45.55	2.79619	2.7630	20-(310)	---	---
34.8715	16.83	2.57078	---	---	2.6370	9-(311)
---	---	---	2.4330	80-(220)	2.4620	9-(113)
37.7709	35.61	2.37984	2.3740	60-(002)	2.3800	8-(603)
---	---	---	2.3690	60-(400)	2.3380	6-(411)
---	---	---	2.1680	40-(221)	2.1660	4-(513)
42.3690	13.85	2.13160	2.1150	20-(202)	---	---
44.4406	16.63	2.03692	---	---	2.0580	10-(114)
---	---	---	---	---	1.9850	5-(613)
---	---	---	---	---	1.9330	4-(304)
48.2872	8.09	1.88326	1.8540	20-(130)	1.8410	6-(105)
50.0949	11.39	1.81945	1.8040	10-(312)	1.8040	16-(214)
---	---	---	1.7250	10-(131)	1.7650	8-(121)
---	---	---	1.7020	80-(222)	1.7010	4-(314)
---	---	---	1.6950	80-(421)	---	---
---	---	---	1.6810	60-(511)	---	---
---	---	---	1.6710	60-(402)	---	---
---	---	---	1.5370	10-(331)	1.5950	4-(222)
---	---	---	1.5030	20-(113)	---	---
---	---	---	1.4990	20-(601)	---	---
---	---	---	1.4950	20-(601)	---	---
---	---	---	1.4610	10-(132)	---	---
---	---	---	1.4170	40-(303)	---	---
---	---	---	1.3810	60-(023)	---	---
---	---	---	1.3050	40-(241)	---	---

Tablo 4.21 MD-11 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

Deneysel Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			$(V_{0.07}Mo_{0.93})_5O_{14}$ (ICDD 31-1437)		$(NH_4)_2(Mo_2O_7)$ (ICDD 89-7113)		NH_4VO_3 (ICDD 70-0678)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	D[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	11.400	30-(200)	---	---	---	---
---	---	---	10.200	25-(210)	---	---	---	---
---	---	---	7.2100	11-(310)	7.2204	31.9-(100)	---	---
12.4489	97.92	7.10454	---	---	7.0921	100-(010)	---	---
---	---	---	---	---	6.6762	64.2-(011)	---	---
14.0471	93.33	6.29960	6.3300	4-(320)	6.2863	75.4-(001)	---	---
15.0621	35.72	5.87729	---	---	---	---	5.8930	52.2-(020)
---	---	---	5.3800	19-(330)	5.3968	0.5-(110)	---	---
---	---	---	---	---	5.0455	3.4-(101)	---	---
18.0297	75.91	4.91605	---	---	4.9301	0.8-(111)	4.9090	77.8-(100)
---	---	---	---	---	4.8741	8.6-(111)	---	---
18.6537	99.37	4.75300	---	---	4.7786	24.7-(110)	---	---
---	---	---	4.4800	2-(510)	4.4860	34.2-(101)	4.5316	2.1-(110)
21.5322	61.65	4.12365	---	---	4.1054	1.0-(021)	4.1445	91.7-(021)
22.1646	42.52	4.00742	3.9910	100-(001)	---	---	---	---
---	---	---	3.8070	30-(600)	3.8366	8.3-(011)	3.7717	31.6-(120)
---	---	---	---	---	3.6369	3.2-(012)	---	---
---	---	---	3.6090	9-(620)	3.6102	9.5-(200)	---	---
24.8825	57.88	3.57549	3.5670	65-(540)	3.5994	9.3-(111)	3.5778	5.0-(111)
---	---	---	3.4920	1-(311)	3.4759	0.7-(121)	---	---
26.0177	100.00	3.42200	3.4030	10-(630)	3.3874	3.1-(210)	---	---
---	---	---	---	---	3.3500	4.0-(112)	---	---
---	---	---	---	---	3.3037	18.1-(201)	---	---
---	---	---	3.2280	17-(550)	3.2099	18.7-(111)	---	---
---	---	---	---	---	3.1909	14.6-(211)	---	---
28.2566	95.01	3.15575	3.1660	19-(640)	3.1550	3.0-(211)	3.1668	100-(121)
---	---	---	---	---	3.0705	2.4-(210)	3.0673	1.0-(130)
---	---	---	3.0010	3-(730)	3.0152	10.4-(122)	2.9465	1.1-(040)
30.3087	69.78	2.94659	2.9240	1-(650)	---	---	2.9150	48.1-(002)
31.2246	38.37	2.86222	2.8530	8-(800)	2.8307	4.2-(211)	---	---
31.9329	69.39	2.80033	2.8340	45-(740)	2.8009	0.7-(221)	---	---
---	---	---	2.7690	6-(820)	2.7649	8.4-(102)	---	---
---	---	---	2.6920	7-(660)	2.7117	2.3-(031)	2.7145	19.0-(131)
---	---	---	2.6590	30-(541)	2.6634	8.9-(212)	---	---
34.3892	11.82	2.60573	2.5890	4-(631)	2.6384	3.5-(032)	2.6297	37.5-(041)
---	---	---	---	---	2.5227	7.4-(202)	2.5263	3.5-(140)
---	---	---	2.5090	6-(551)	2.5074	3.2-(132)	2.5064	5.9-(102)
---	---	---	2.4660	6-(721)	2.4650	2.7-(211)	2.4545	25.2-(200)
37.8017	35.66	2.37797	---	---	2.4068	4.2-(300)	2.4029	0.4-(210)
---	---	---	2.3970	2-(731)	2.3419	2.0-(301)	---	---

Tablo 4.21' in Devamı

Deneysel Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			$(V_{0.07}Mo_{0.93})_5O_{14}$ (ICDD 31-1437)		$(NH_4)_2(Mo_2O_7)$ (ICDD 89-7113)		NH_4VO_3 (ICDD 70-0678)	
2θ	I/Io	d[Å]	D[Å]	I/Io-(hkl)	d[Å]	I/Io-(hkl)	d[Å]	I/Io-(hkl)
---	---	---	2.3100	15-(741)	---	---	---	---
41.3340	19.45	2.18255	2.2100	3-(751)	2.1995	5.8-(310)	2.2216	3.5-(211)
---	---	---	---	---	2.1639	2.7-(212)	2.1249	5.7-(150)
---	---	---	2.1490	2-(870)	2.1359	1.8-(133)	2.1119	13.0-(221)
---	---	---	---	---	2.0792	5.1-(312)	2.0722	5.9-(042)
44.8174	13.86	2.02066	---	---	2.0214	2.5-(321)	1.9964	0.5-(151)
---	---	---	---	---	1.9629	1.2-(322)	1.9643	2.5-(060)
---	---	---	---	---	1.9117	3.8-(203)	1.9091	1.1-(142)
---	---	---	---	---	1.8721	1.5-(141)	1.8775	8.2-(202)
48.7211	50.66	1.86749	---	---	1.8610	2.7-(143)	1.8615	3.1-(061)
---	---	---	---	---	---	---	1.8541	2.9-(212)
---	---	---	---	---	---	---	1.8455	7.4-(023)
---	---	---	---	---	1.8205	2.8-(241)	1.8237	3.3-(160)
---	---	---	---	---	1.7937	1.5-(122)	1.7943	8.1-(241)
---	---	---	---	---	1.7825	2.3-(113)	1.7889	4.7-(222)
---	---	---	---	---	---	---	1.7405	2.7-(161)
---	---	---	---	---	1.7235	2.3-(134)	1.7275	9.4-(123)
---	---	---	---	---	1.6818	1.0-(401)	1.6940	1.1-(232)
---	---	---	---	---	1.6519	1.3-(402)	1.6416	2.2-(133)
---	---	---	---	---	1.6302	1.4-(144)	1.6363	2.7-(300)
---	---	---	---	---	1.6247	1.4-(214)	1.6289	7.2-(062)
---	---	---	---	---	1.6221	2.0-(144)	1.6222	6.2-(043)
---	---	---	---	---	1.5795	2.1-(422)	1.5834	1.4-(242)
---	---	---	---	---	1.5747	2.4-(104)	1.5766	1.3-(320)
---	---	---	---	---	1.5715	1.9-(004)	1.5615	0.5-(311)
---	---	---	---	---	---	---	1.5460	9.2-(162)
---	---	---	---	---	1.5216	1.7-(244)	1.5363	1.0-(171)
---	---	---	---	---	1.5152	2.2-(342)	1.5220	4.9-(321)
---	---	---	---	---	1.4933	1.6-(251)	1.4832	1.1-(261)
---	---	---	---	---	---	---	1.4622	5.2-(331)
---	---	---	---	---	---	---	1.4575	5.9-(004)
65.3426	16.55	1.42696	---	---	---	---	1.4283	3.8-(081)
---	---	---	---	---	---	---	1.4165	3.2-(312)
---	---	---	---	---	---	---	1.3893	3.0-(341)
---	---	---	---	---	---	---	1.3411	2.5-(332)

Tablo 4.22 MD-12 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			(NH ₄)Mo ₂ O ₇ (ICDD 37-0379)		NH ₄ VO ₃ (ICDD 70-0678)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	D[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	7.1880	24-(100)	---	---
---	---	---	6.6090	12-(001)	---	---
13.9488	100.00	6.34378	6.3280	100-(101)	---	---
15.0260	23.59	5.89132	---	---	5.8930	52.2-(020)
---	---	---	5.3880	7-(110)	---	---
---	---	---	5.0670	17-(111)	---	---
18.0658	28.79	4.90630	4.9290	1-(011)	4.9090	77.8-(100)
---	---	---	4.8400	20-(110)	---	---
21.4399	73.78	4.14120	4.0990	5-(1019)	4.1445	91.7-(021)
---	---	---	3.8990	2-(201)	---	---
23.5913	24.74	3.76819	---	---	3.7717	31.6-(120)
---	---	---	3.6341	26-(211)	3.5778	5.0-(111)
26.4817	29.50	3.36309	3.3626	31-(210)	---	---
26.9643	17.69	3.30398	3.3046	23-(002)	---	---
27.3646	23.05	3.25655	3.2564	41-(211)	---	---
27.8670	24.24	3.19897	3.2041	22-(021)	---	---
28.2117	90.02	3.16067	3.1627	6-(202)	3.1668	100-(121)
---	---	---	3.1349	12-(021)	---	---
---	---	---	3.0968	9-(120)	3.0673	1.0-(130)
29.4251	17.64	3.03303	3.0335	18-(012)	---	---
30.6930	60.21	2.91057	2.9808	7-(121)	2.9150	48.1-(002)
33.0096	17.63	2.71140	2.7220	2-(201)	2.7145	19.0-(131)
---	---	---	2.6950	2-(220)	---	---
---	---	---	2.6676	4-(122)	---	---
34.1849	13.69	2.62082	2.6230	1-(301)	2.6297	37.5-(041)
34.9040	12.41	2.56846	2.5720	3-(311)	---	---
---	---	---	2.5320	1-(222)	2.5263	3.5-(140)
---	---	---	2.4907	7-(221)	2.5064	5.9-(102)
36.6448	21.99	2.45035	2.4574	5-(122)	2.4545	25.2-(200)
---	---	---	2.4515	3-(122)	---	---
---	---	---	2.4190	2-(220)	---	---
---	---	---	2.4010	6-(103)	2.4029	0.4-(210)
---	---	---	2.3960	5-(300)	---	---
---	---	---	2.3709	4-(311)	---	---
---	---	---	2.3630	3-(130)	---	---
38.9411	4.00	2.31098	2.3100	3-(213)	2.3180	2.9-(141)
39.8245	18.52	2.26172	2.2598	9-(312)	2.2658	3.0-(220)
---	---	---	2.2534	7-(221)	---	---
---	---	---	2.2047	5-(310)	2.2216	3.5-(211)
---	---	---	2.1807	14-(322)	---	---
42.6065	8.35	2.12026	2.1413	1-(122)	2.1249	5.7-(150)
42.7986	13.66	2.11119	2.1032	2-(122)	2.1119	13.0-(221)

Tablo 4.22' nin Devamı

Deneysel Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			(NH ₄)Mo ₂ O ₇ (ICDD 37-0379)		NH ₄ VO ₃ (ICDD 70-0678)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	D[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	2.0940	5-(313)	2.0816	0.8-(230)
43.7044	6.27	2.06951	2.0620	1-(123)	2.0722	5.9-(042)
44.6625	7.41	2.02731	2.0373	1-(131)	---	---
45.4163	3.21	1.99540	1.9968	2-(212)	1.9964	0.5-(151)
46.6314	4.10	1.94620	1.9483	7-(212)	1.9643	2.5-(060)
---	---	---	1.9091	5-(230)	1.9091	1.1-(142)
---	---	---	1.9043	5-(320)	---	---
---	---	---	1.8714	1-(231)	1.8775	8.2-(202)
---	---	---	---	---	1.8615	3.1-(061)
---	---	---	---	---	1.8541	2.9-(212)
---	---	---	1.8409	3-(113)	1.8455	7.4-(023)
50.0185	8.76	1.82205	1.8182	9-(422)	1.8237	3.3-(160)
51.0631	2.66	1.78720	---	---	1.7943	8.1-(241)
51.2544	1.45	1.78098	---	---	1.7889	4.7-(222)
---	---	---	---	---	1.7405	2.7-(161)
53.0231	12.29	1.72567	---	---	1.7275	9.4-(123)
---	---	---	---	---	1.7171	1.5-(152)
---	---	---	---	---	1.7001	1.4-(250)
---	---	---	---	---	1.6940	1.1-(232)
---	---	---	---	---	1.6416	2.2-(133)
56.1899	2.82	1.63568	---	---	1.6363	2.7-(300)
---	---	---	---	---	1.6321	2.3-(251)
---	---	---	---	---	1.6289	7.2-(062)
---	---	---	---	---	1.6222	6.2-(043)
---	---	---	---	---	1.5834	1.4-(242)
---	---	---	---	---	1.5766	1.3-(320)
59.8092	16.35	1.54506	---	---	1.5460	9.2-(162)
---	---	---	---	---	1.5363	1.0-(171)
---	---	---	---	---	1.5336	1.3-(260)
62.1362	7.91	1.49267	---	---	1.5220	4.9-(321)
62.3075	0.98	1.48897	---	---	1.4832	1.1-(261)
63.0523	5.93	1.47316	---	---	1.4751	2.8-(223)
---	---	---	---	---	1.4622	5.2-(331)
63.7908	5.51	1.45788	---	---	1.4575	5.9-(004)
65.3107	4.76	1.42758	---	---	1.4283	3.8-(081)
---	---	---	---	---	1.4283	3.8-(081)
---	---	---	---	---	1.4165	3.2-(312)
---	---	---	---	---	1.4110	1.4-(180)
---	---	---	---	---	1.3893	3.0-(341)
---	---	---	---	---	1.3595	1.8-(124)
69.9573	3.11	1.34369	---	---	1.3411	2.5-(332)
71.7076	4.91	1.31513	---	---	1.3148	2.9-(082)

Tablo 4.23 MD-13 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			(NH ₄)Mo ₂ O ₇ (ICDD 37-0379)		NH ₄ VO ₃ (ICDD 70-0678)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	D[Å]	I/I ₀ -(hkl)
12.3945	19.23	7.13560	7.1880	24-(100)	---	---
---	---	---	6.6090	12-(001)	---	---
13.9836	32.12	6.32808	6.3280	100-(101)	---	---
15.1142	29.81	5.85717	---	---	5.8930	52.2-(020)
---	---	---	5.3880	7-(110)	---	---
---	---	---	5.0670	17-(111)	---	---
---	---	---	4.9290	1-(011)	4.9090	77.8-(100)
18.1709	42.88	4.87816	4.8400	20-(110)	---	---
---	---	---	4.5050	1-(111)	4.5316	2.1-(110)
21.5099	81.74	4.12788	4.0990	5-(1019)	4.1445	91.7-(021)
---	---	---	3.8990	2-(201)	---	---
23.6718	27.48	3.75555	---	---	3.7717	31.6-(120)
24.7909	8.41	3.58850	3.6341	26-(211)	3.5778	5.0-(111)
26.1714	16.27	3.40225	3.3626	31-(210)	---	---
---	---	---	3.3046	23-(002)	---	---
27.3924	24.28	3.25331	3.2564	41-(211)	---	---
27.8596	43.22	3.19981	3.2041	22-(021)	---	---
28.2371	100.00	3.15788	3.1627	6-(202)	3.1668	100-(121)
---	---	---	3.1349	12-(021)	---	---
---	---	---	3.0968	9-(120)	3.0673	1.0-(130)
---	---	---	3.0335	18-(012)	2.9465	1.1-(040)
30.7492	58.58	2.90537	2.9808	7-(121)	2.9150	48.1-(002)
31.9249	19.69	2.80102	2.7790	1-(212)	---	---
---	---	---	2.7220	2-(201)	2.7145	19.0-(131)
33.0631	22.06	2.70714	2.6950	2-(220)	---	---
---	---	---	2.6676	4-(122)	---	---
34.2228	36.87	2.61801	2.6230	1-(301)	2.6297	37.5-(041)
---	---	---	2.5720	3-(311)	---	---
---	---	---	2.5320	1-(222)	2.5263	3.5-(140)
---	---	---	2.4907	7-(221)	2.5064	5.9-(102)
---	---	---	2.4574	5-(122)	2.4545	25.2-(200)
---	---	---	2.4515	3-(122)	---	---
---	---	---	2.4190	2-(220)	---	---
36.8255	13.12	2.43873	2.4010	6-(103)	2.4029	0.4-(210)
---	---	---	2.3960	5-(300)	---	---
---	---	---	2.3709	4-(311)	---	---
---	---	---	2.3630	3-(130)	---	---
---	---	---	2.3100	3-(213)	2.3180	2.9-(141)
---	---	---	2.2598	9-(312)	2.2658	3.0-(220)
---	---	---	2.2534	7-(221)	---	---
---	---	---	2.2047	5-(310)	2.2216	3.5-(211)
---	---	---	2.1807	14-(322)	---	---
42.8011	9.40	2.11107	2.1032	2-(122)	2.1119	13.0-(221)

Tablo 4.23' ün Devamı

Deneysel Sonuca Ait X-Işınlari Toz Kırınım Verileri			(NH ₄)Mo ₂ O ₇ (ICDD 37-0379)		NH ₄ VO ₃ (ICDD 70-0678)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
43.2159	6.19	2.09176	2.0940	5-(313)	2.0816	0.8-(230)
43.7494	10.16	2.06749	2.0620	1-(123)	2.0722	5.9-(042)
44.5951	6.32	2.03022	2.0373	1-(131)	---	---
---	---	---	1.9483	7-(212)	1.9643	2.5-(060)
---	---	---	1.9091	5-(230)	1.9091	1.1-(142)
---	---	---	1.8714	1-(231)	1.8775	8.2-(202)
---	---	---	---	---	1.8615	3.1-(061)
---	---	---	---	---	1.8541	2.9-(212)
---	---	---	1.8409	3-(113)	1.8455	7.4-(023)
---	---	---	1.8182	9-(422)	1.8237	3.3-(160)
---	---	---	---	---	1.7943	8.1-(241)
---	---	---	---	---	1.7889	4.7-(222)
---	---	---	---	---	1.7405	2.7-(161)
53.0468	11.73	1.72495	---	---	1.7275	9.4-(123)
---	---	---	---	---	1.7171	1.5-(152)
---	---	---	---	---	1.6940	1.1-(232)
---	---	---	---	---	1.6416	2.2-(133)
---	---	---	---	---	1.6363	2.7-(300)
56.4777	3.73	1.62803	---	---	1.6289	7.2-(062)
---	---	---	---	---	1.6222	6.2-(043)
---	---	---	---	---	1.5834	1.4-(242)
---	---	---	---	---	1.5766	1.3-(320)
59.8543	26.26	1.54400	---	---	1.5460	9.2-(162)
---	---	---	---	---	1.5363	1.0-(171)
---	---	---	---	---	1.5220	4.9-(321)
---	---	---	---	---	1.4832	1.1-(261)
---	---	---	---	---	1.4751	2.8-(223)
---	---	---	---	---	1.4622	5.2-(331)
63.9401	21.05	1.45483	---	---	1.4575	5.9-(004)
---	---	---	---	---	1.4283	3.8-(081)
---	---	---	---	---	1.4165	3.2-(312)
66.4293	24.91	1.40623	---	---	1.4110	1.4-(180)
---	---	---	---	---	1.3893	3.0-(341)
---	---	---	---	---	1.3595	1.8-(124)
70.1432	3.55	1.34058	---	---	1.3411	2.5-(332)
---	---	---	---	---	1.3148	2.9-(082)
---	---	---	---	---	1.2700	2.3-(182)
---	---	---	---	---	1.2532	2.3-(272)
---	---	---	---	---	1.2243	1.7-(323)
---	---	---	---	---	1.1926	1.6-(333)
82.3024	1.52	1.17058	---	---	1.1740	1.6-(083)

4.2.4 Mo⁺⁶ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuçları

Tablo 4.24 Mo⁺⁶ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları

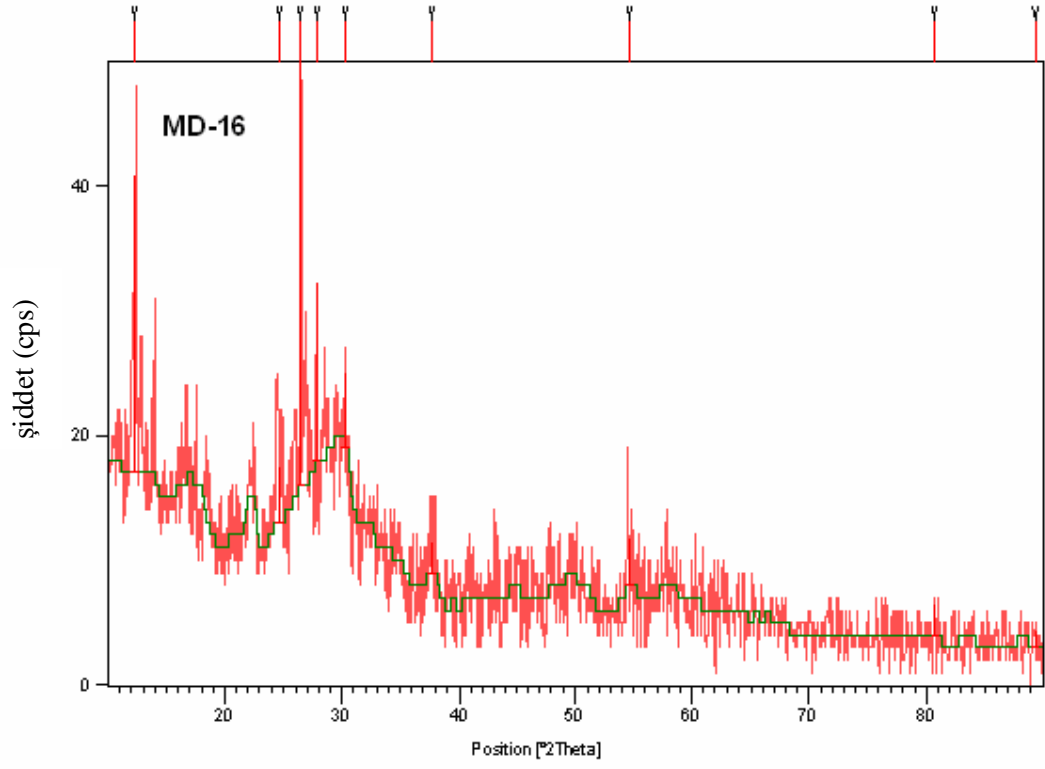
Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-16	MoO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:1
MD-17	MoO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:2
MD-18	MoO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:3
MD-19	MoO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + 3C	1:1:3

Tablo 4.24’de kimyasal reaksiyonları verilen deneyler sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer desenler gözlemlenmiştir. Deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.41, 4.43, 4.45 ve 4.47 ’ de verilmiştir.

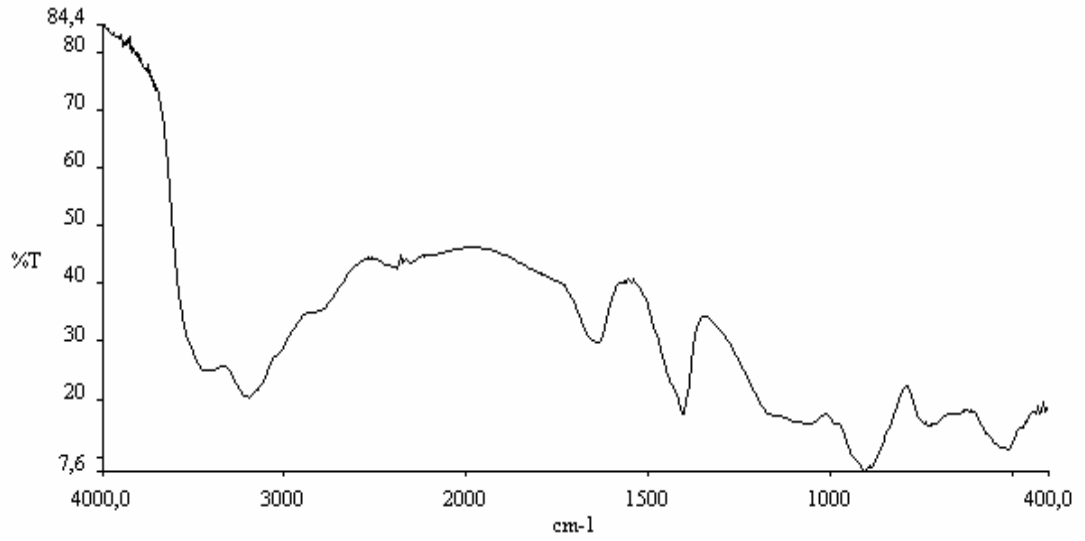
MD-19 deneyine ait Şekil 4.48’ de verilen IR spektrumunun incelenmesinden; P=O, POP ve PO₄ fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, amorf özellikte molibden fosfat bileşiğinin oluşmuş olabileceğini göstermektedir. Bu ürün için IR spektrum verileri Tablo 4.25’ de verilmiştir.

Tablo 4.25 MD-19 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

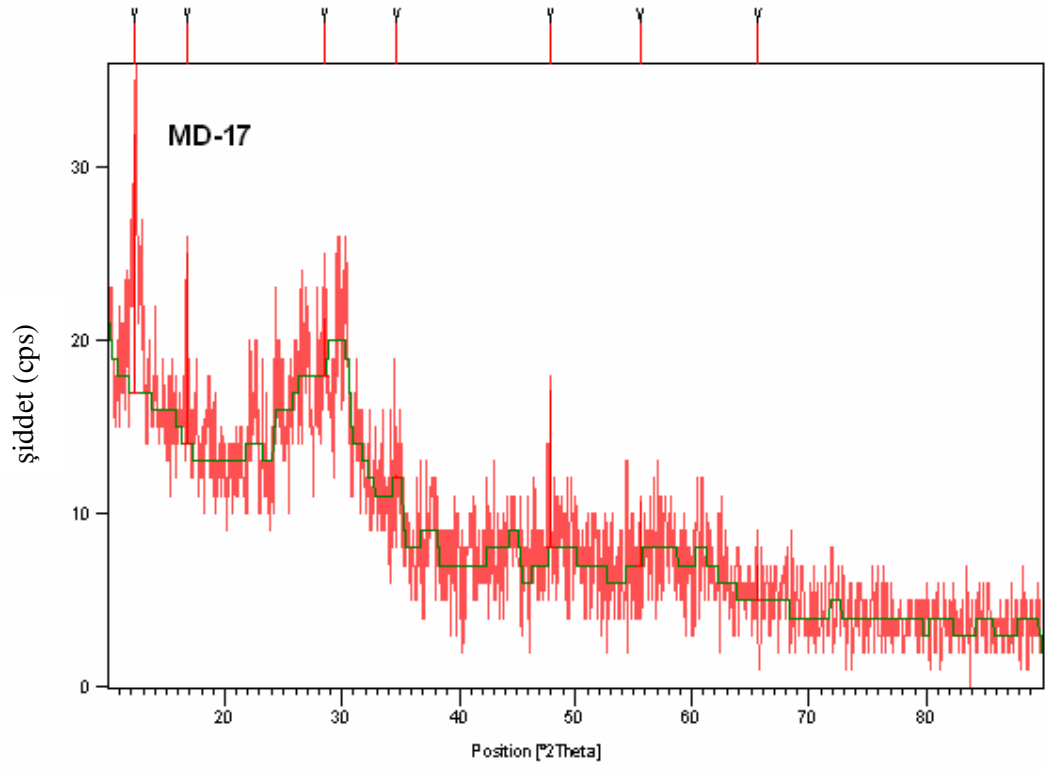
Titreşimler	Frekans (cm ⁻¹)
P=O [42,43]	1200.00
POP [43]	736.84
ν_1 -PO ₄ [37,42]	989.47
ν_4 -PO ₄ [37,42]	423.39



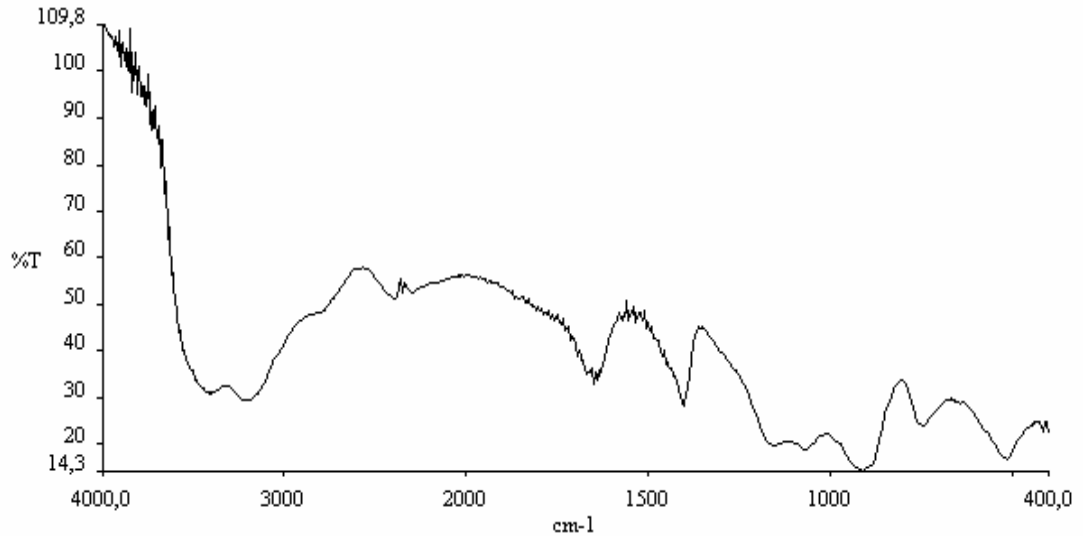
Şekil 4.41 MD-16' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni



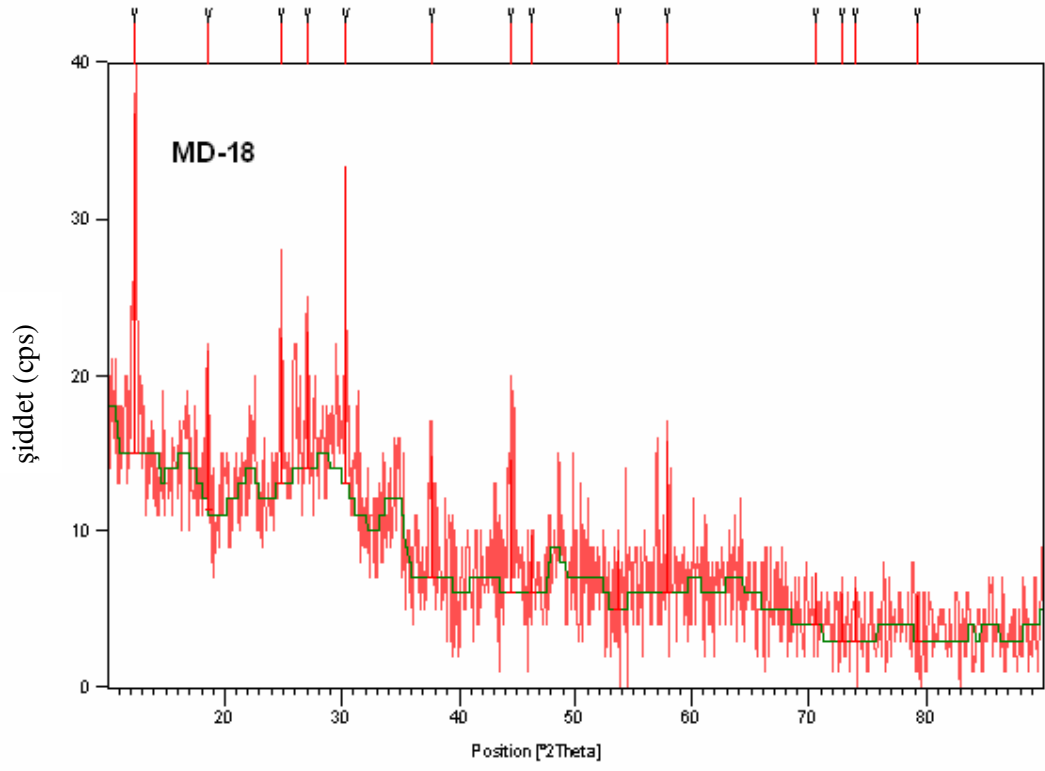
Şekil 4.42 MD-16' nın FT-IR Spektrumu



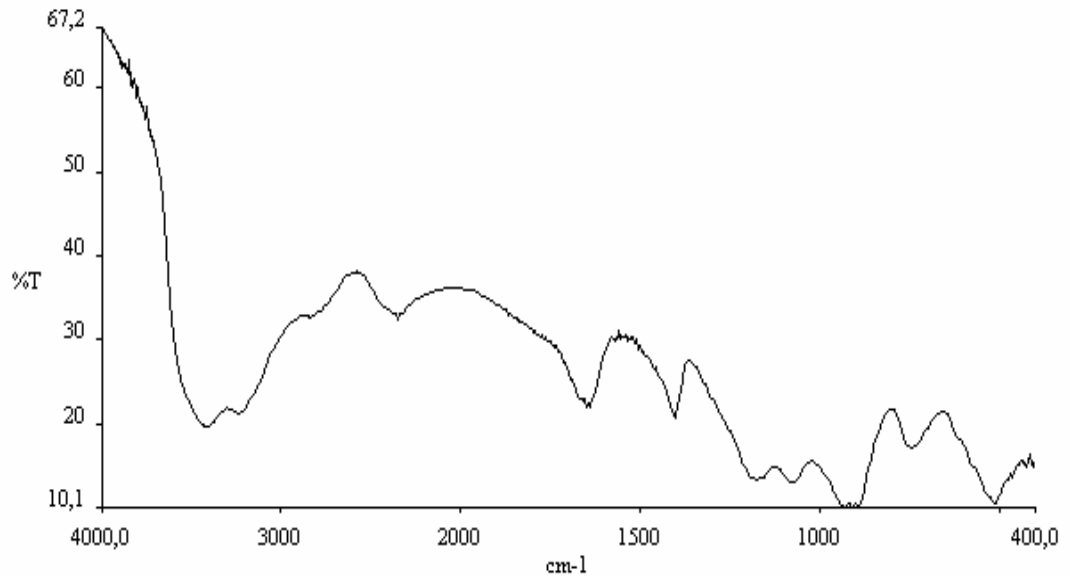
Şekil 4.43 MD-17' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



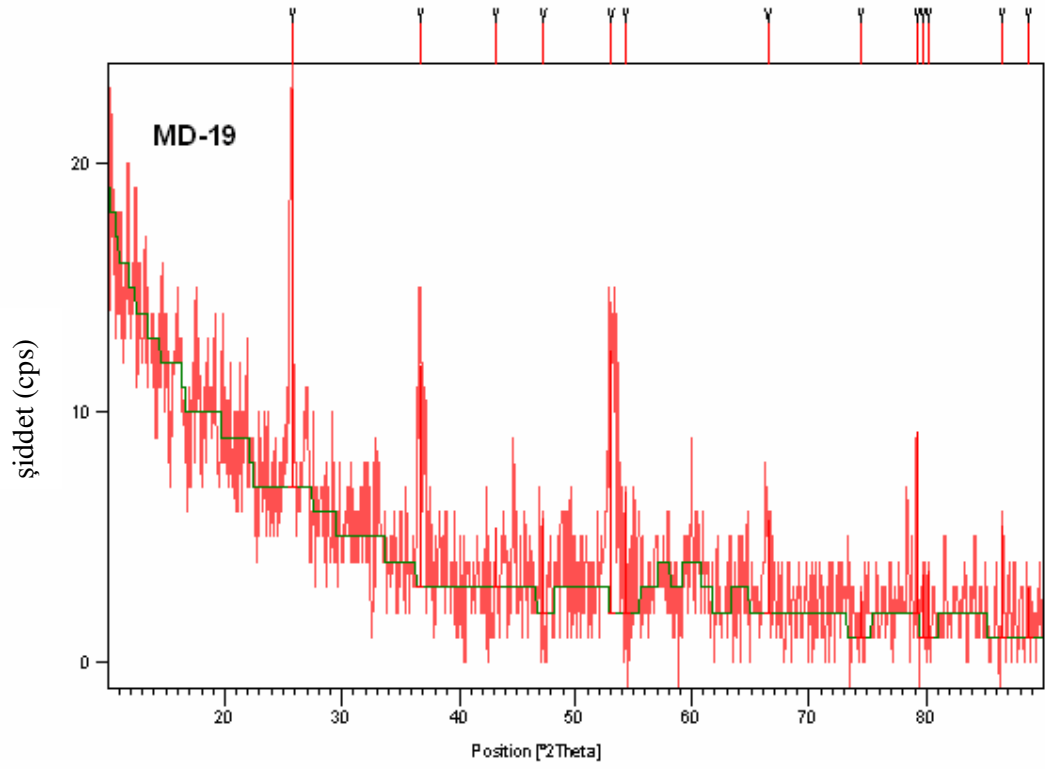
Şekil 4.44 MD-17' nin FT-IR Spektrumu



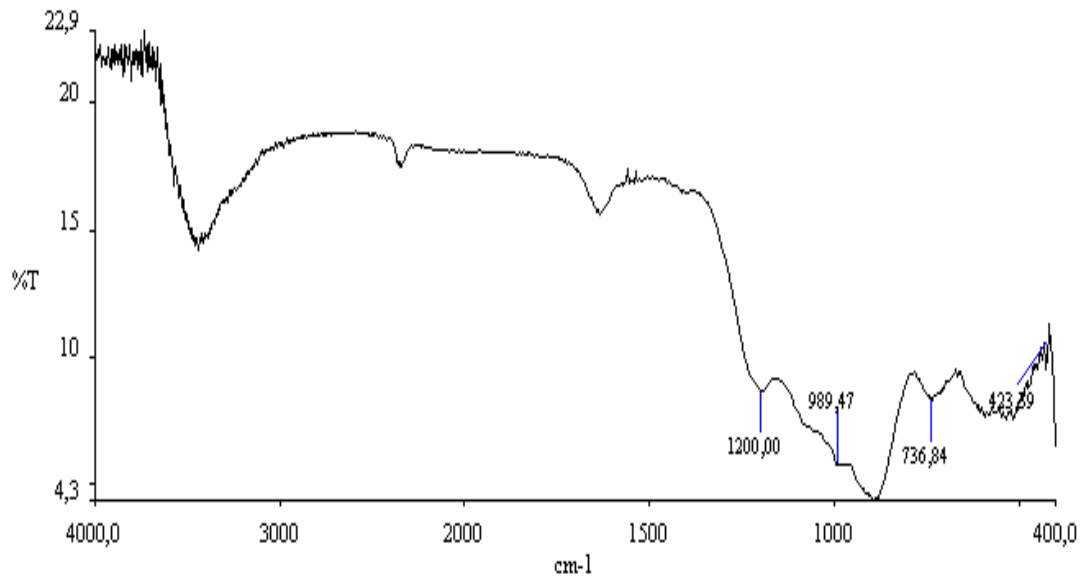
Şekil 4.45 MD-18' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.46 MD-18' in FT-IR Spektrumu



Şekil 4.47 MD-19' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni



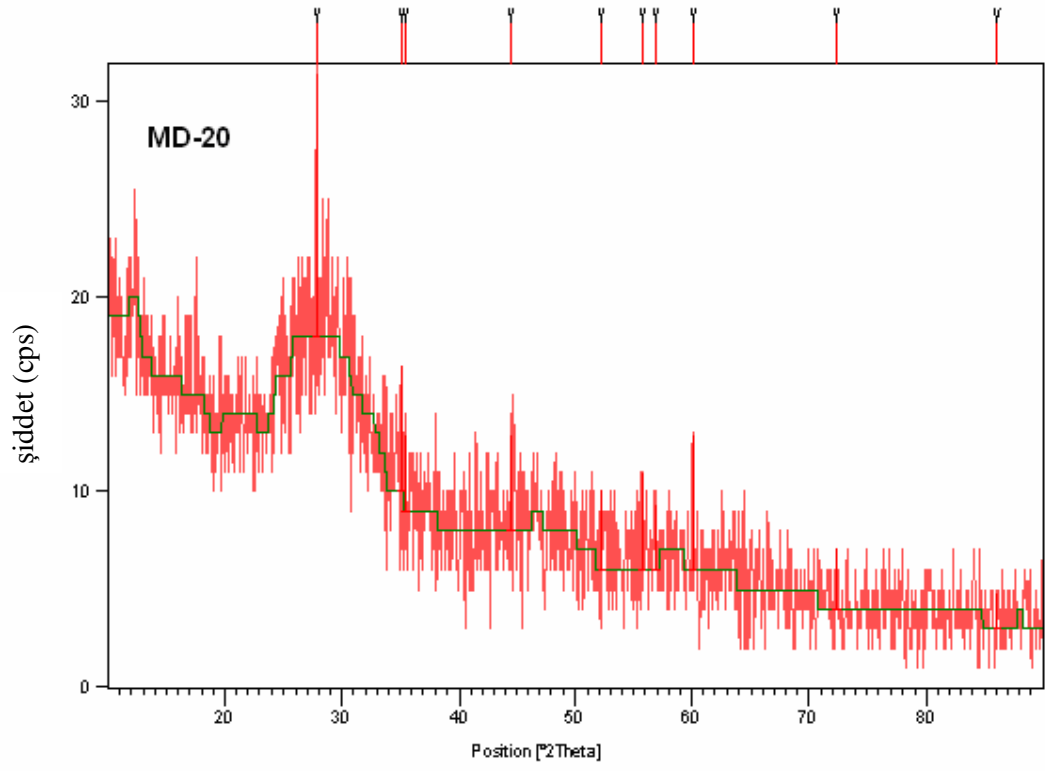
Şekil 4.48 MD-19' un FT-IR Spektrumu ve Verileri

4.2.5 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan DeneYlerin Sonuları

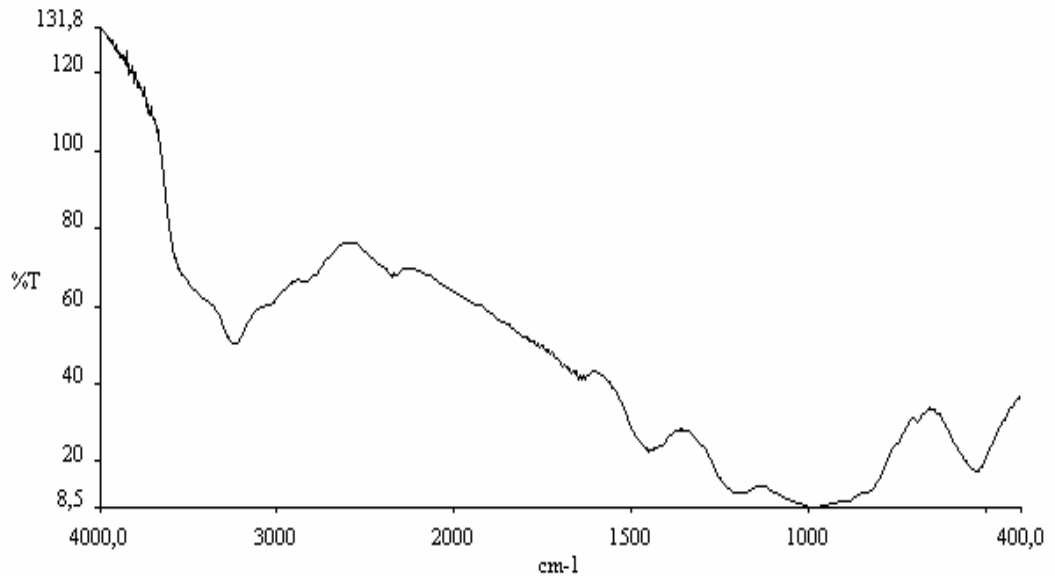
Tablo 4.26 Mo⁺⁶ / H₃BO₃ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan DeneYler ve Kodları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-20	MoO ₃ + H ₃ BO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:1:3

Tablo 4.26’da kimyasal reaksiyonu verilen MD-20 deneyi sonucunda elde edilen ürünün X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer bir desen gözlemlenmiştir. MD-20 deneyi sonucunda elde edilen ürünün X-ışınları toz kırınım deseni Şekil 4.49’ de verilmiştir.



Şekil 4.49 MD-20' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



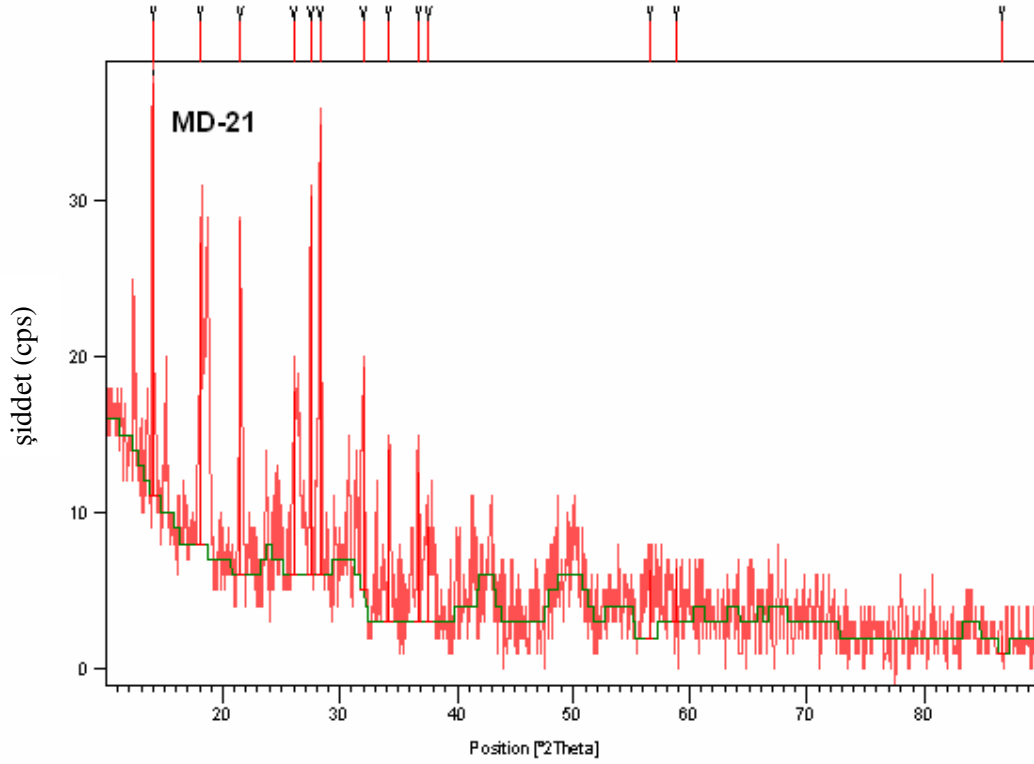
Şekil 4.50 MD-20' nin FT-IR Spektrumu

4.2.6 Mo⁺⁶/ H₃BO₃/ NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuçları

Tablo 4.27 Mo⁺⁶/ H₃BO₃/ NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-21	MoO ₃ + H ₃ BO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:3

Tablo 4.27’ de kimyasal reaksiyonu verilen MD-21 deneyi sonucunda elde edilen ürünün X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. MD-21 deneyi sonucunda elde edilen ürünün X-ışınları toz kırınım deseni Şekil 4.51’ de verilmiştir.



Şekil 4.51 MD-21’ in X-ışınları Toz Kırınım Deseni

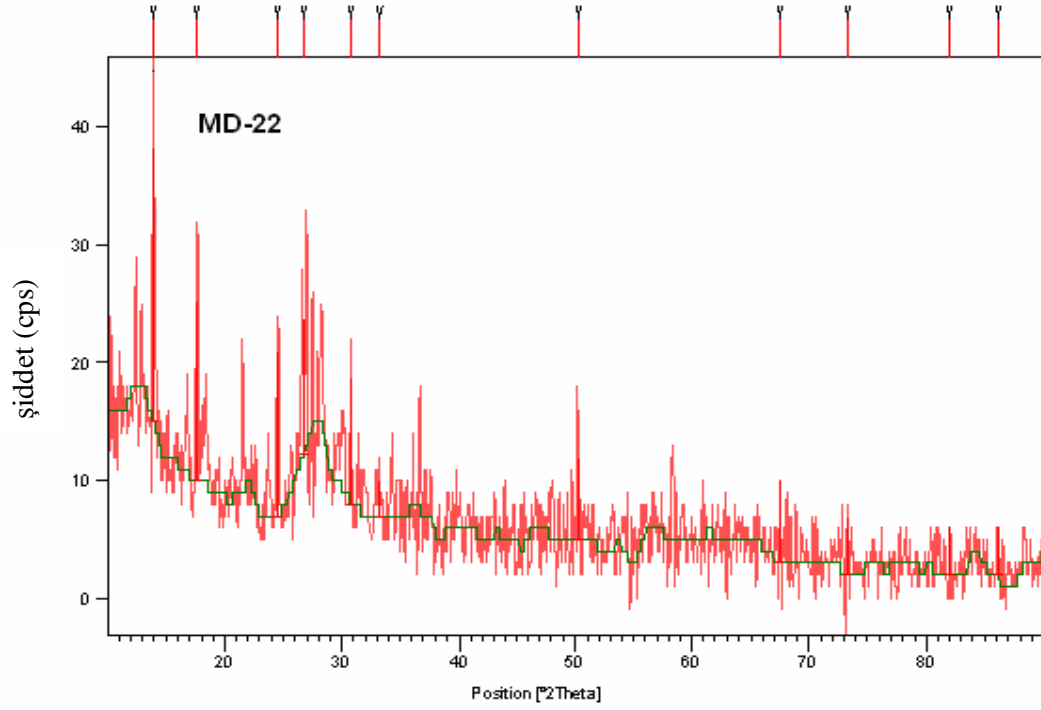
4.2.7 Mo⁺⁶ / NH₄VO₃ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuçları

Tablo 4.28 Mo⁺⁶ / NH₄VO₃ / NaH₂PO₄.2H₂O Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları

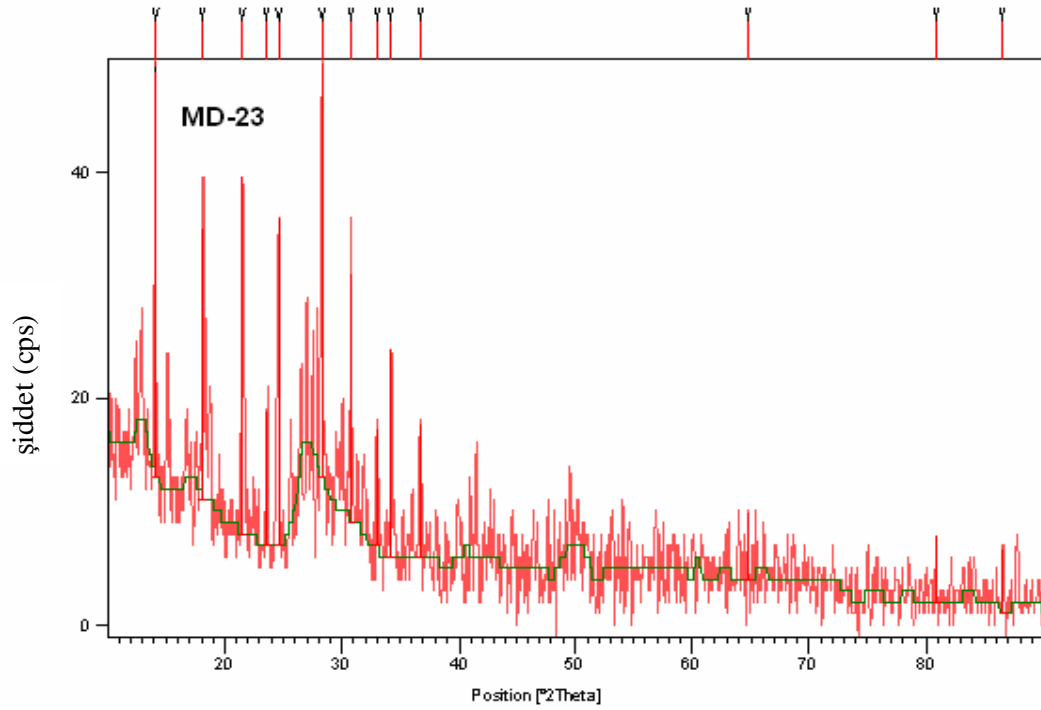
Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-22	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:1:1
MD-23	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:2:1
MD-24	MoO ₃ + NH ₄ VO ₃ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:1:2

Tablo 4.28’ de kimyasal reaksiyonları verilen deneyler sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; MD-22 ve MD-23 deneyleri sonucunda başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. MD-22 ve MD-23 deneyleri sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.52 ve 4.53’ de verilmiştir.

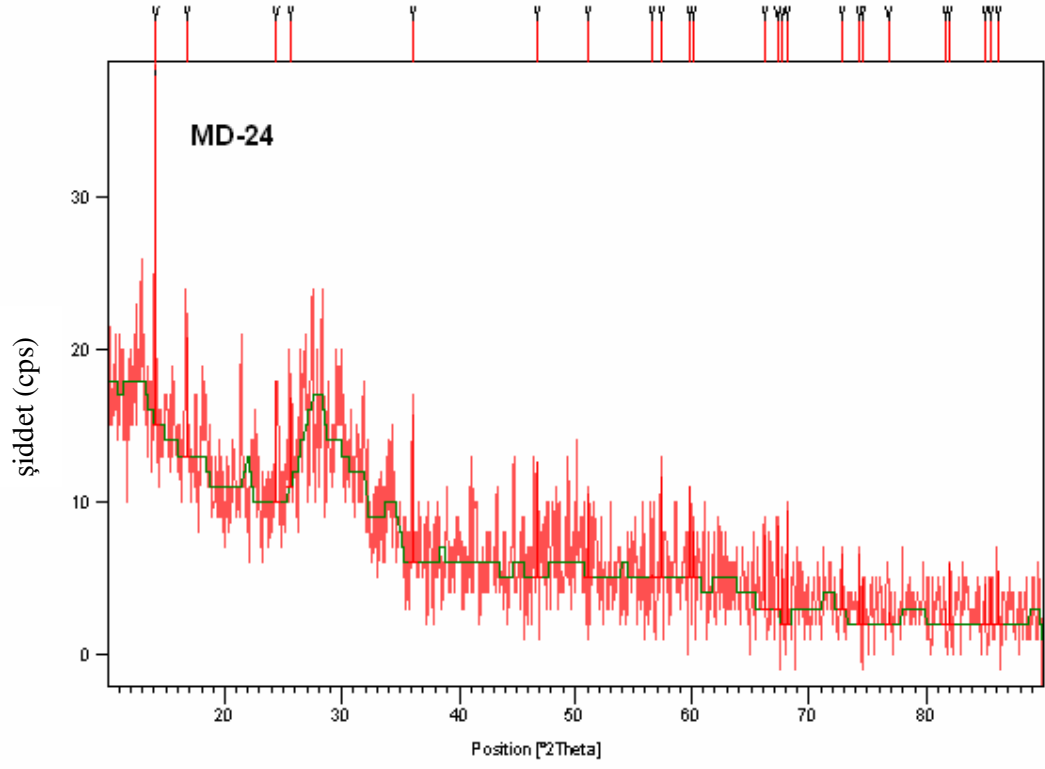
MD-24 deneyi sonucunda elde edilen ürünün X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer bir desen gözlemlenmiştir. MD-24 deneyi sonucunda oluşan ürünün X-ışınları toz kırınım deseni Şekil 4.54’ de verilmiştir.



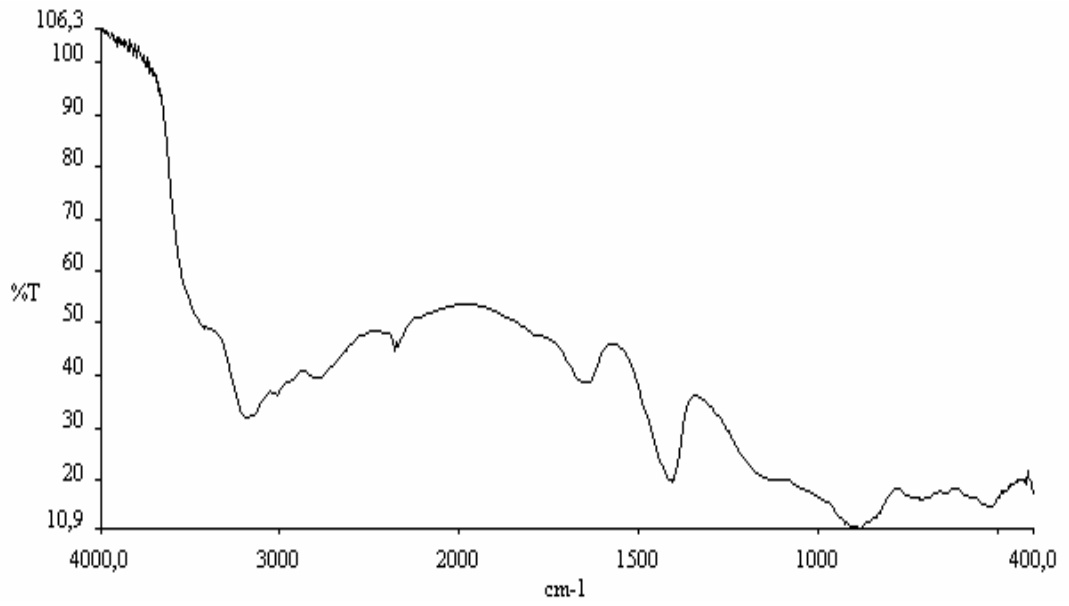
Şekil 4.52 MD-22' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.53 MD-23' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.54 MD-24' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.55 MD-24' ün FT-IR Spektrumu

4.2.8.1 M^{+2/+3/+4}/ B₂O₃/ NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneilerin Sonuçları

Tablo 4.29 M^{+2/+3/+4}/ B₂O₃/ NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan Deneiler ve Kodları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-25	CaO + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1
MD-26	ZnO + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1
MD-27	Pb(NO ₃) ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1
MD-28	Ba(NO ₃) ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1
MD-29	Bi(NO ₃) ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:1
MD-30	Al(NO ₃) ₃ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:1
MD-31	Cr(NO ₃) ₃ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:1
MD-32	Fe(NO ₃) ₃ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:1
MD-33	MnO ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:2
MD-34	TeO ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:2
MD-35	TiO ₂ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:2

Tablo 4.29’ da kimyasal reaksiyonları verilen deneyler sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; MD-25, MD-26, MD-27, MD-28, MD-33, MD-34 ve MD-35 deneyleri sonucunda; başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.56, 4.57, 4.58, 4.59, 4.68, 4.69 ve 4.70’de verilmiştir.

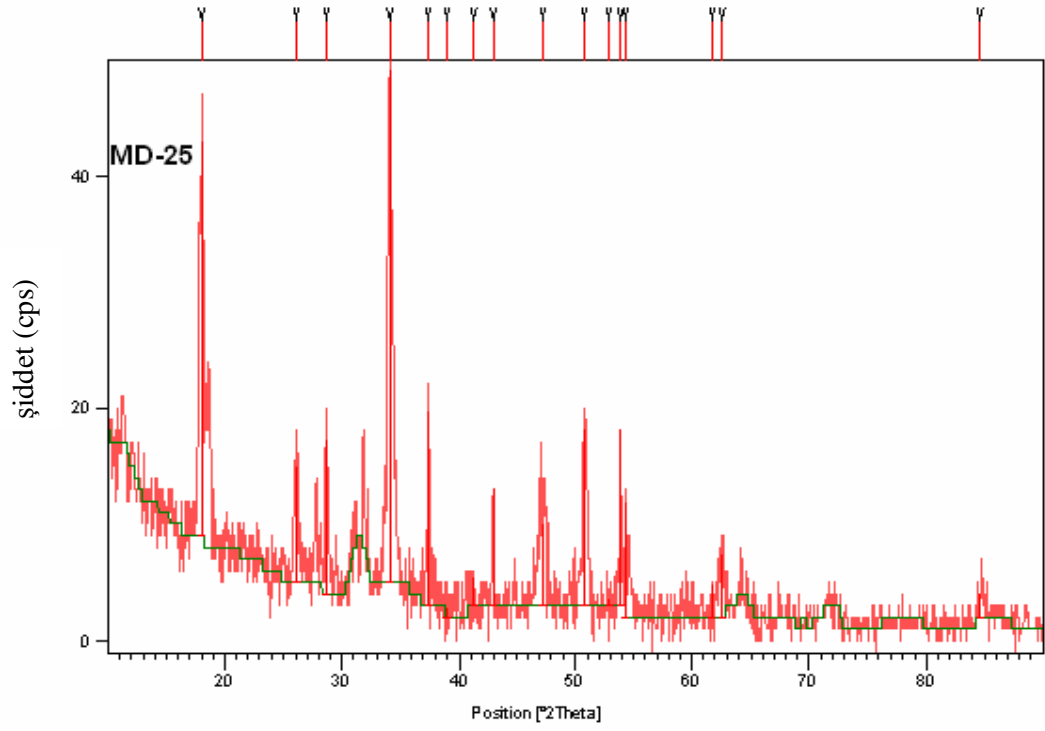
MD-29, MD-30, MD-31, MD-32 deneyleri sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer desenler gözlemlenmiştir. Deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.60, 4.62, 4.64 ve 4.66’ da verilmiştir.

MD-29 deneyine ait Şekil 4.61’ de verilen IR spektrumunun incelenmesinden; VOB ve VBO₃ fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması,

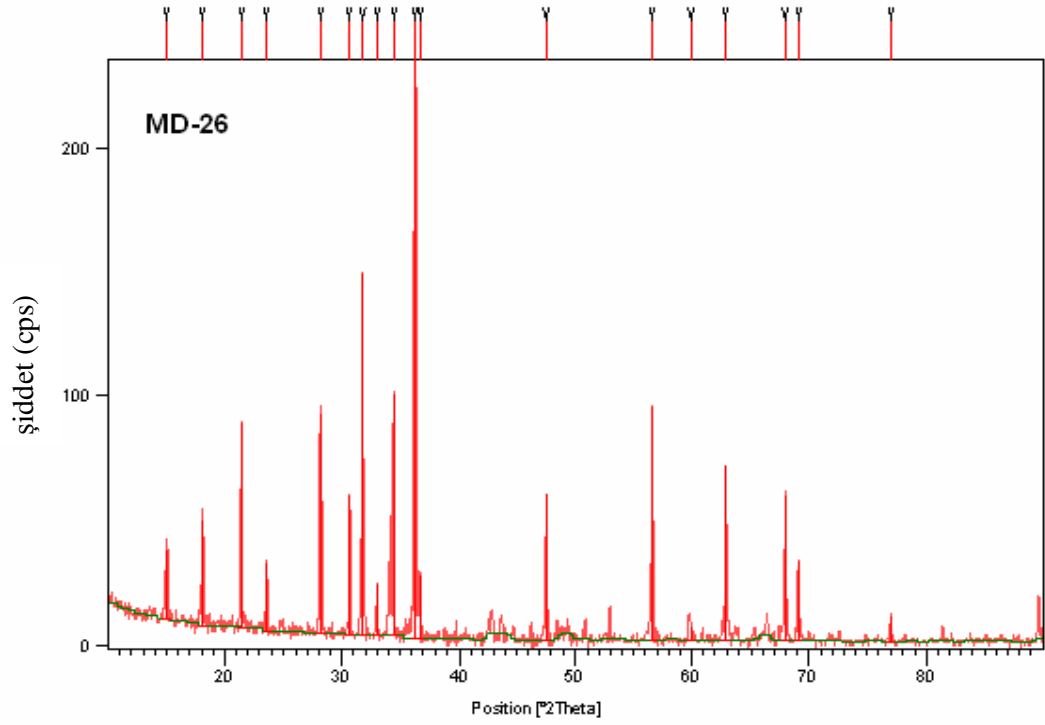
amorf özellikte vanadyum borat bileşiminin oluşmuş olabileceğini göstermektedir. Bu ürün için IR spektrum verileri Tablo 4.30' da verilmiştir.

Tablo 4.30 MD-29 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

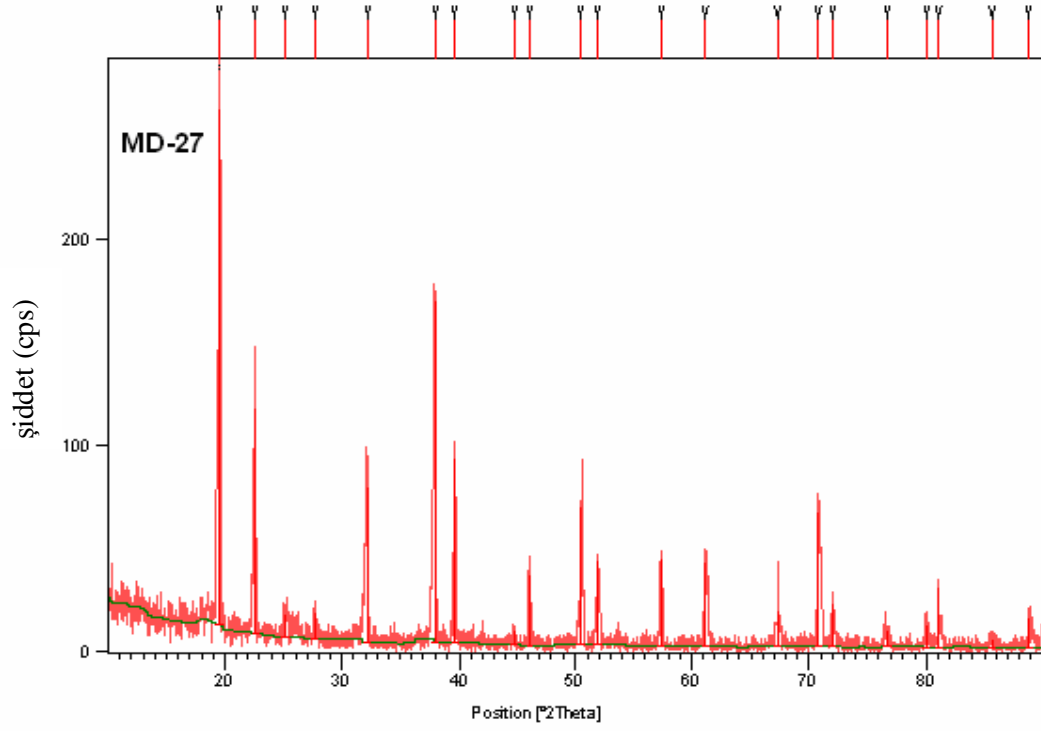
Titreşimler	Frekans (cm⁻¹)
VOB [44]	778.94
VBO₃ [45]	1251.46



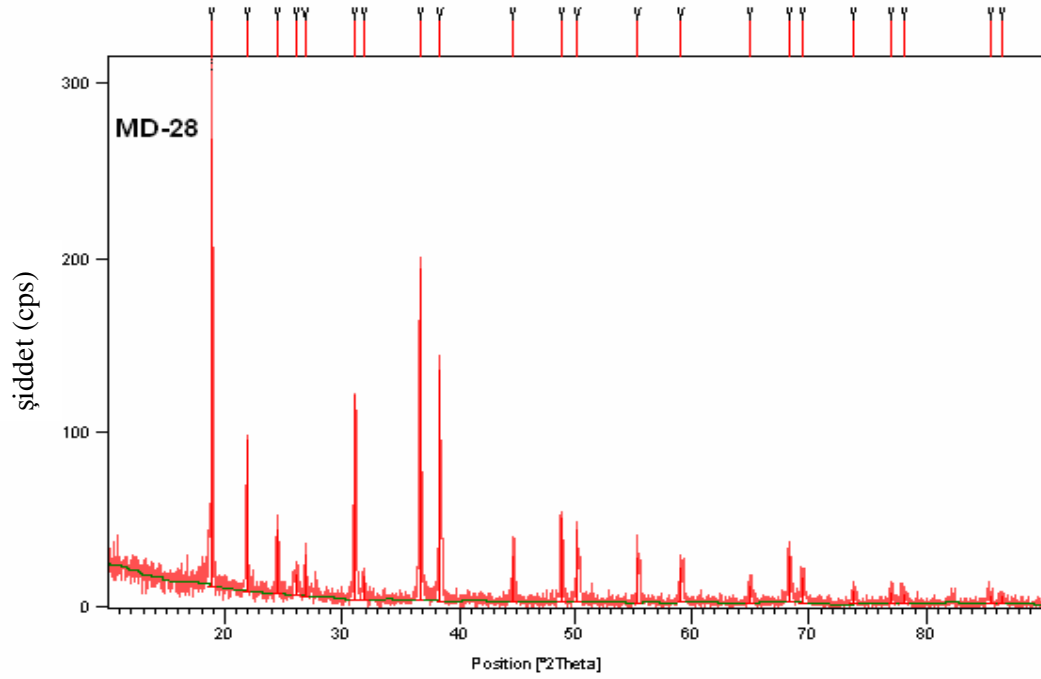
Şekil 4.56 MD-25' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



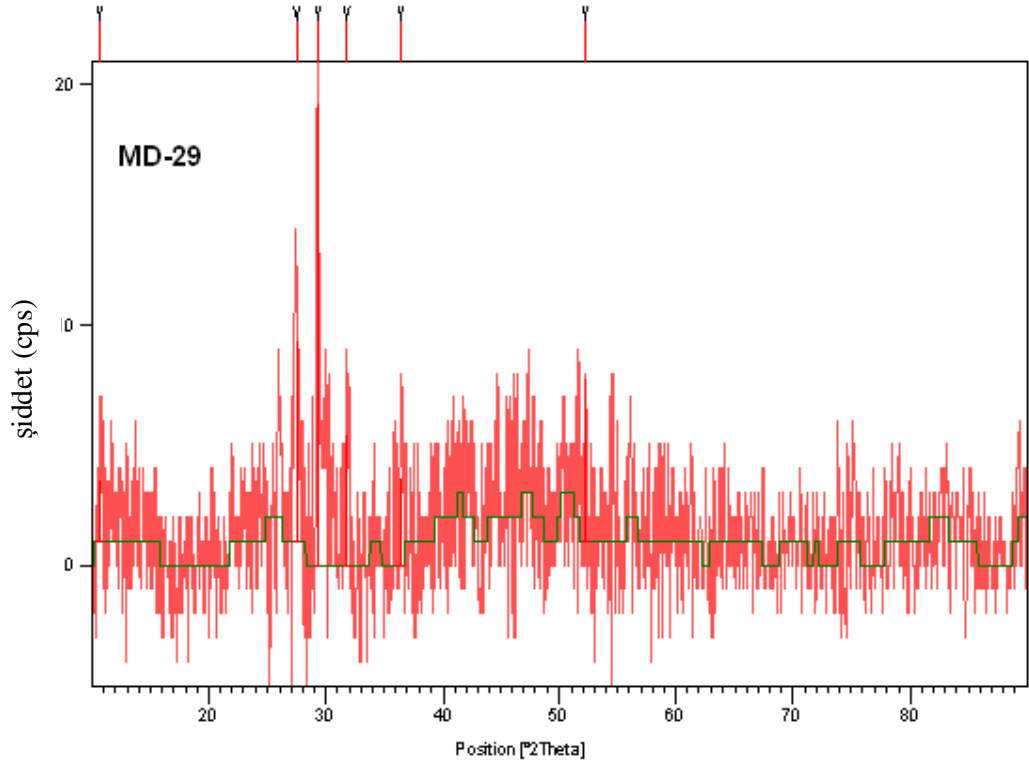
Şekil 4.57 MD-26' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni



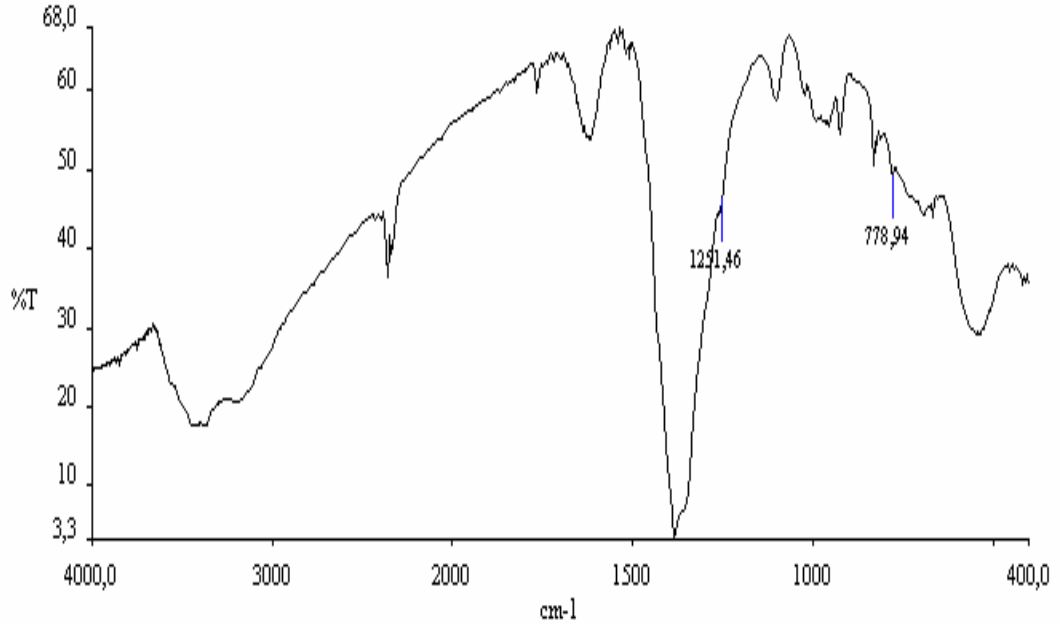
Şekil 4.58 MD-27' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



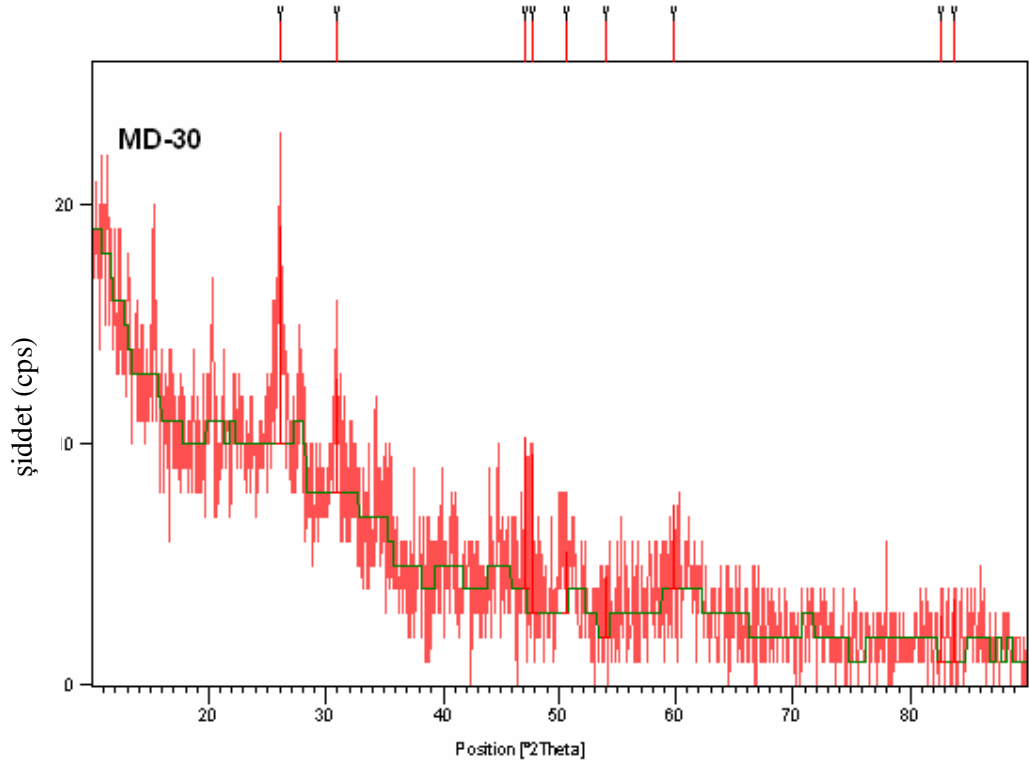
Şekil 4.59 MD-28' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



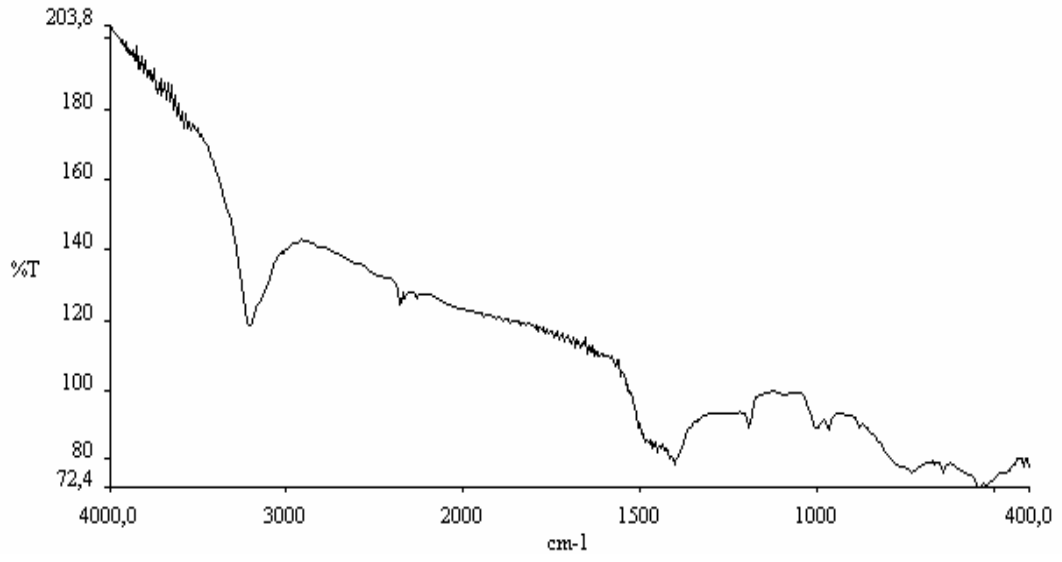
Şekil 4.60 MD-29' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni



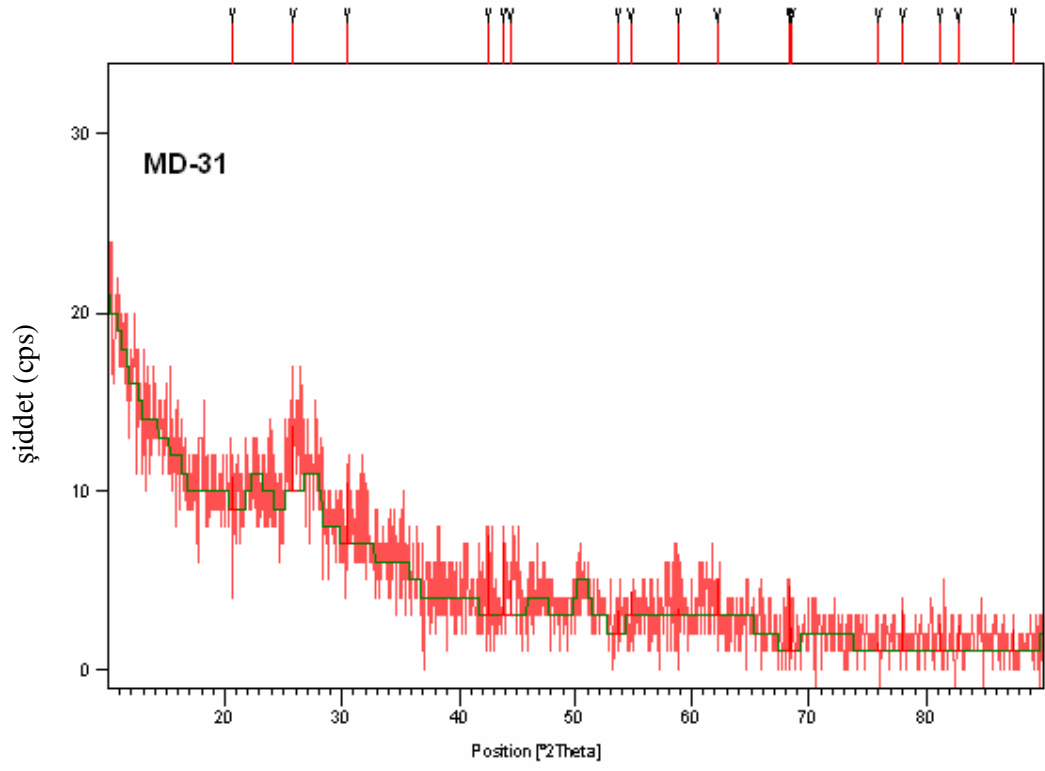
Şekil 4.61 MD-29' un FT-IR Spektrumu ve Verileri



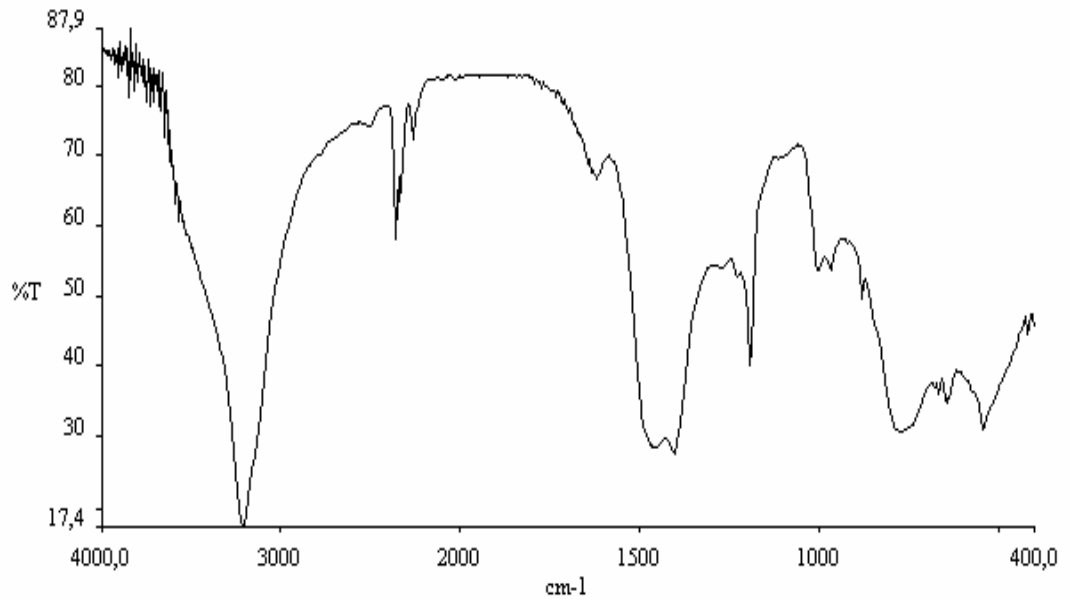
Şekil 4.62 MD-30' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni



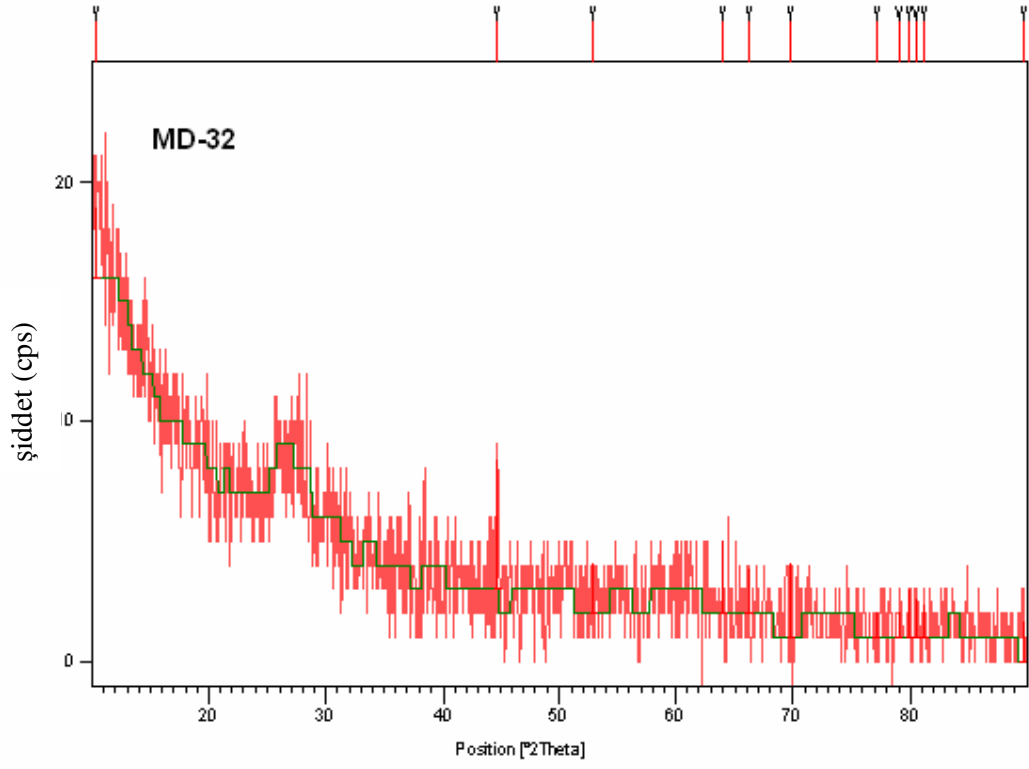
Şekil 4.63 MD-30' un FT-IR Spektrumu



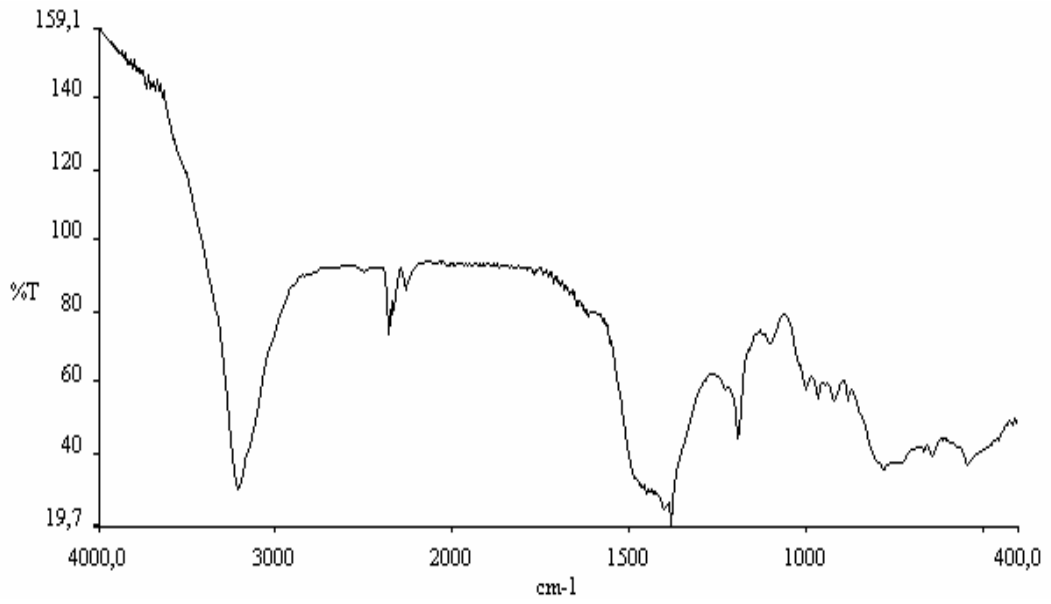
Şekil 4.64 MD-31' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



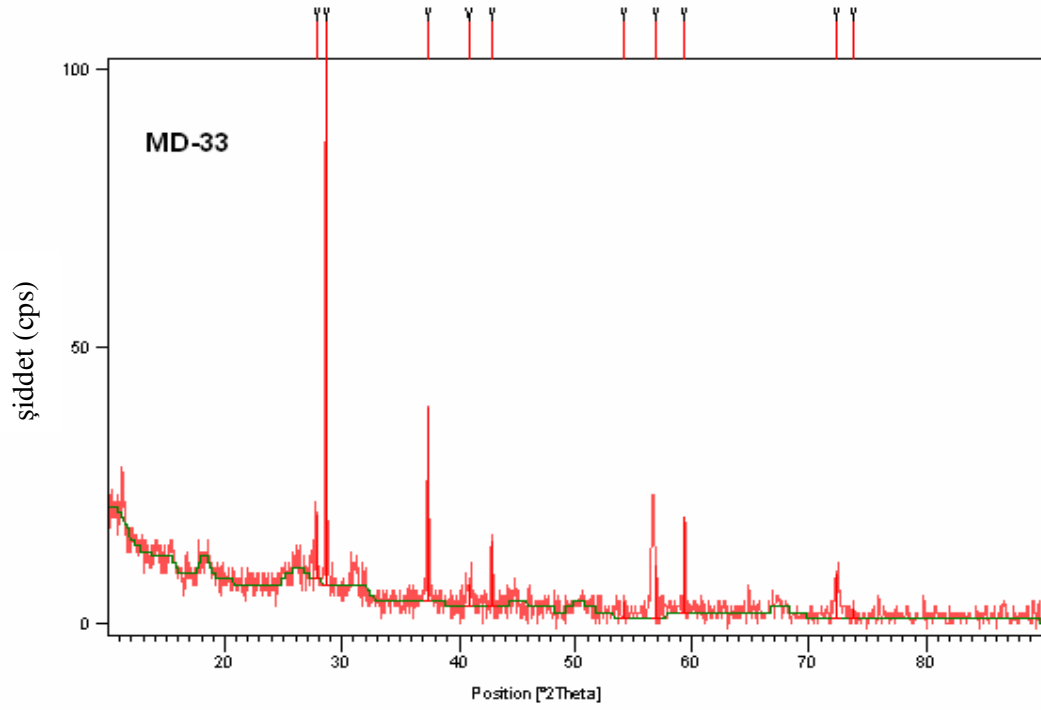
Şekil 4.65 MD-31' in FT-IR Spektrumu



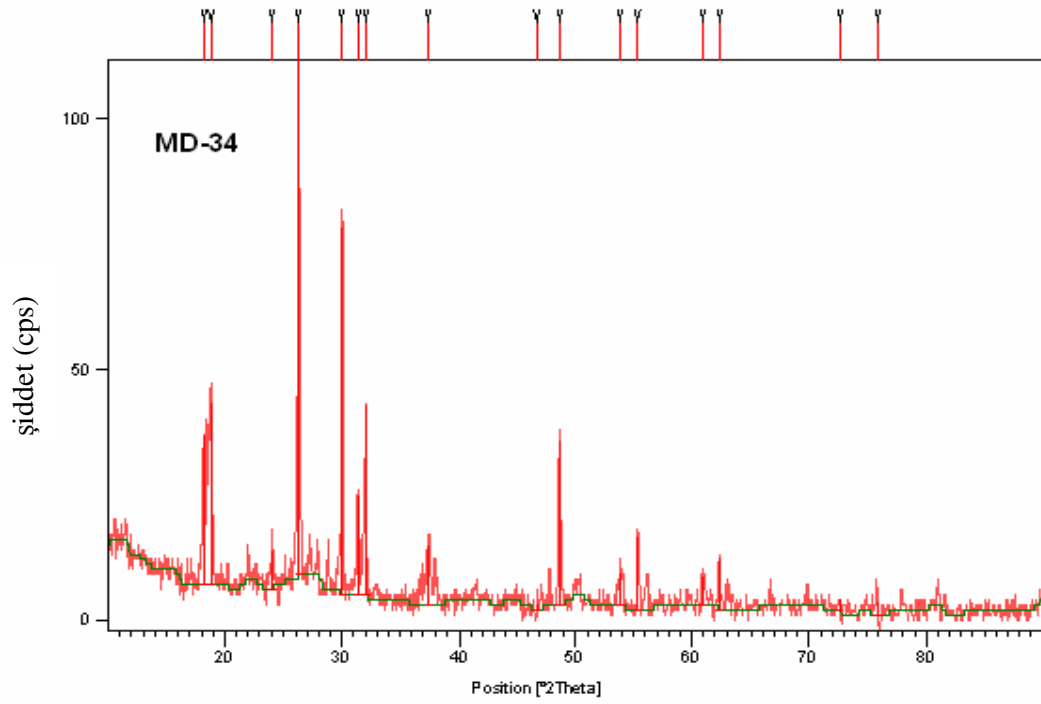
Şekil 4.66 MD-32' nin X-Işınları Kırınım Deseni



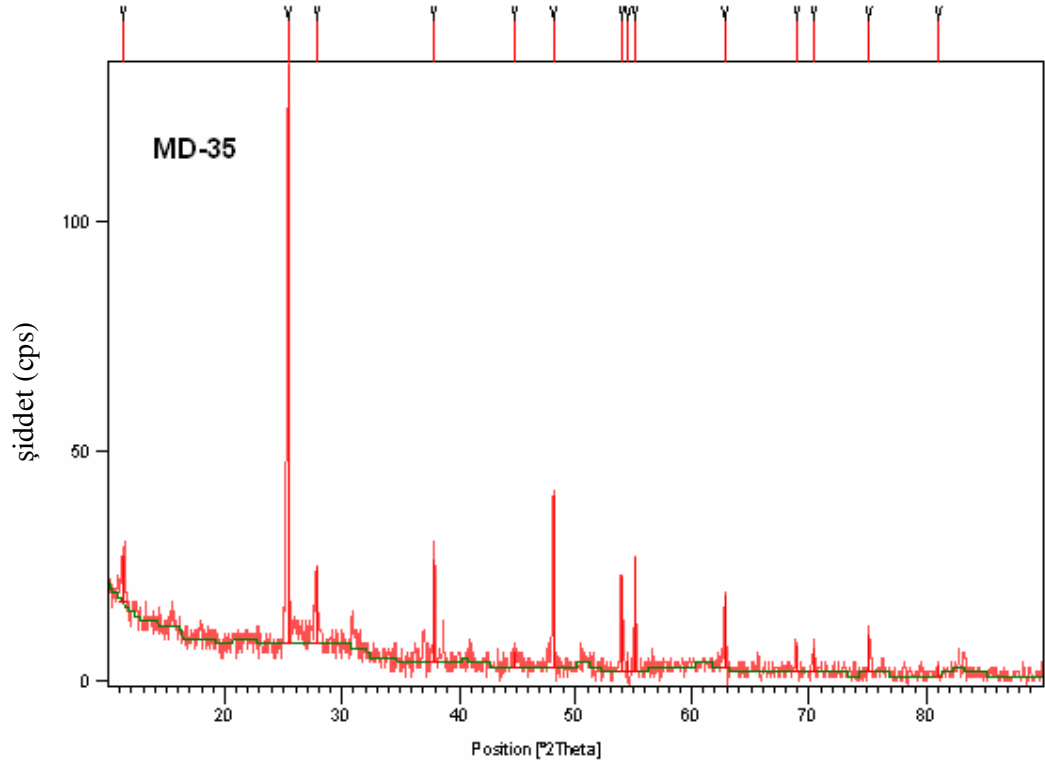
Şekil 4.67 MD-32' nin FT-IR Spektrumu



Şekil 4.68 MD-33' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.69 MD-34' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



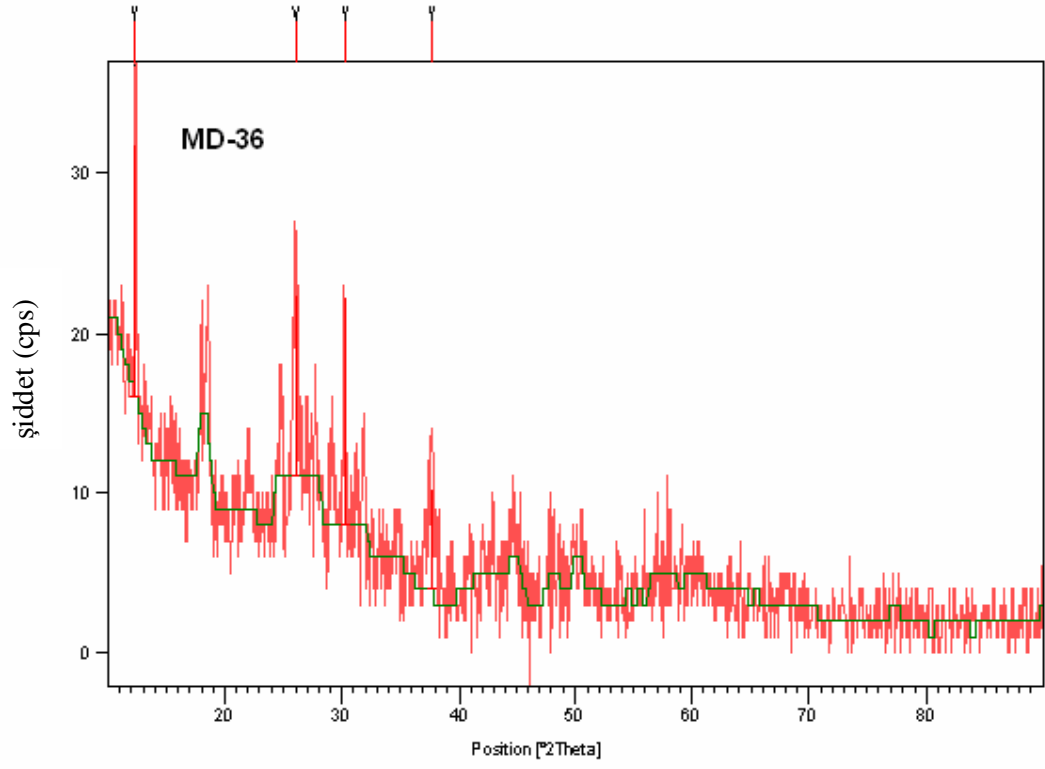
Şekil 4.70 MD-35' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni

4.2.8.2 Mo⁺⁶ / B₂O₃-H₃BO₃ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan DeneYlerin Sonuları

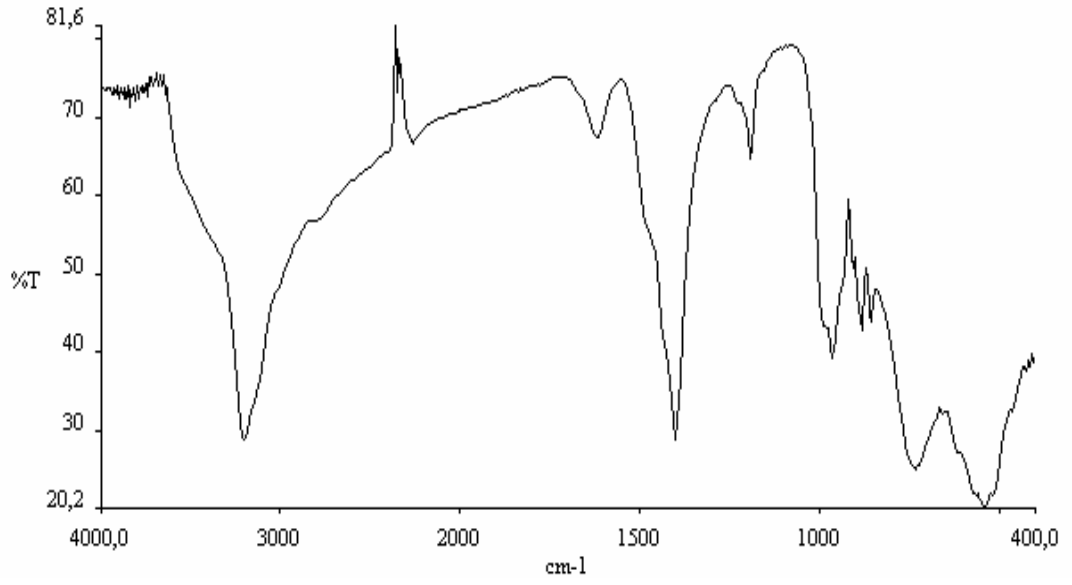
Tablo 4.31 Mo⁺⁶ / B₂O₃-H₃BO₃ / NH₄VO₃ Sisteminde Yapılan DeneYler ve Kodları

DeneYin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-36	MoO ₃ + B ₂ O ₃ + NH ₄ VO ₃	1:0.5:3
MD-37	MoO ₃ + H ₃ BO ₃ + NH ₄ VO ₃	1:1:3

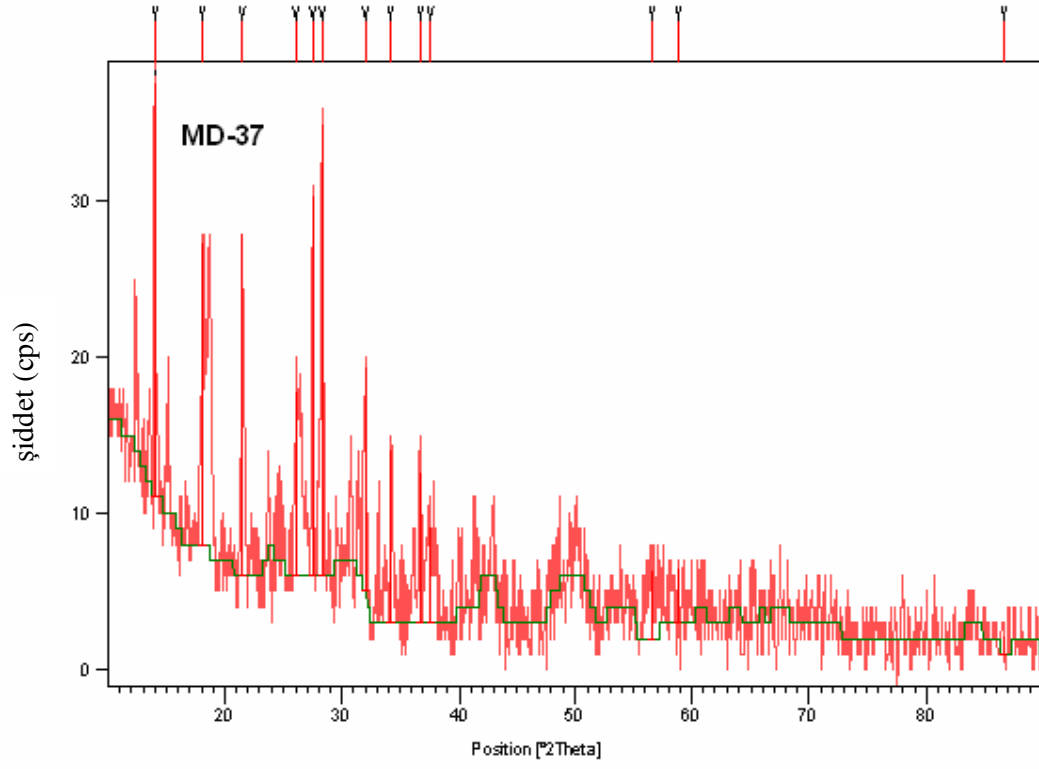
Tablo 4.31' de kimyasal reaksiyonları verilen deneYler sonucunda oluřan ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; MD-36 deneYinde karakteristik amorf özelliğe benzer bir desen gözlemlenmiştir. MD-37 deneYinde ise; başlangı maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. MD-36 ve MD-37 deneYlerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri Őekil 4.71 ve 4.73' de verilmiştir.



Şekil 4.71 MD-36' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.72 MD-36' nın FT-IR Spektrumu



Şekil 4.73 MD-37' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni

4.2.9 $M_1^{+2/+3} / M_2^{+2/+3} / H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuçları

Tablo 4.32 $M_1^{+2/+3} / M_2^{+2/+3} / H_3BO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Kodları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-38	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-39	$Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-40	$Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-41	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-42	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-43	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-44	$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-45	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-46	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + H_3BO_3$	2:1:2
MD-47	$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O + Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O + H_3BO_3$	2:1:3
MD-48	$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O + Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O + H_3BO_3$	2:1:3
MD-49	$Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O + Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O + H_3BO_3$	2:1:3

Tablo 4.32’ de kimyasal reaksiyonları verilen deneyler sonucunda oluşan ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; MD-40, MD-41, MD-42, MD-43 ve MD-44 deneylerinde başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Bu deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.78, 4.79, 4.80, 4.81 ve 4.82’ de verilmiştir.

MD-38, MD-39, MD-45, MD-47, MD-48 ve MD-49 deneyleri sonucunda oluşan ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer desenler gözlemlenmiştir. Bu deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.74, 4.76, 4.83, 4.87 ve 4.89 ve 4.91’ de verilmiştir.

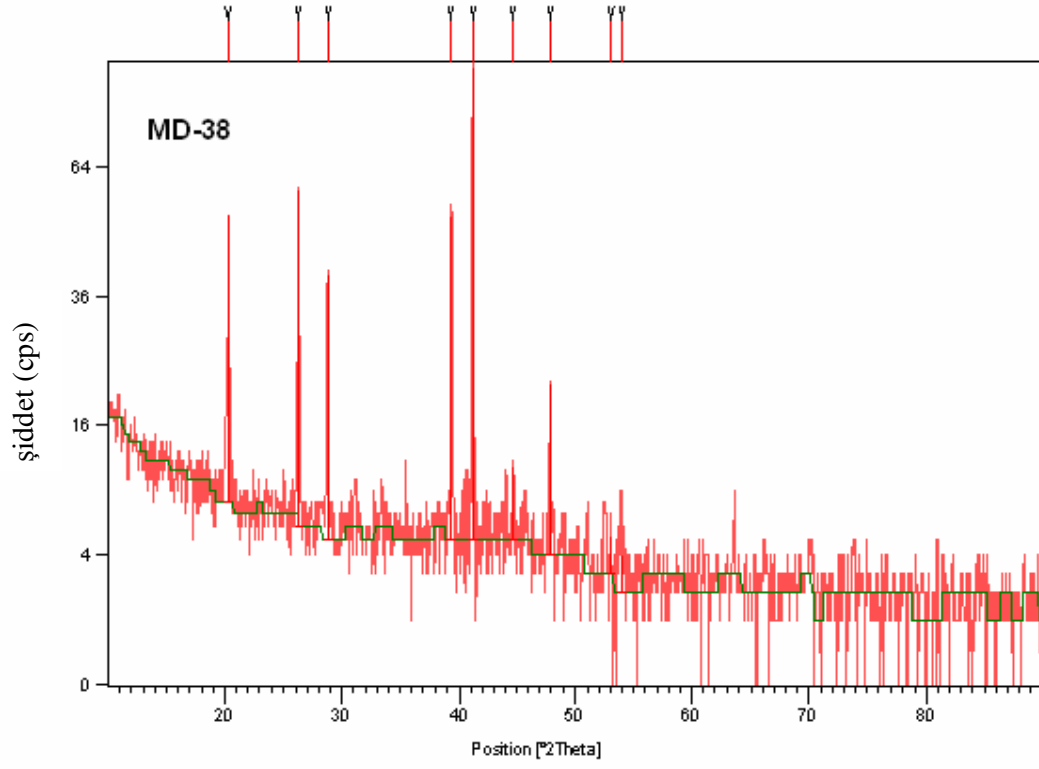
MD-46 deneyi sonucunda elde edilen ürünün, Şekil 4.85’ de verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; $Co_2Ni(BO_3)_2$ bileşiğinin elde edildiği

belirlenmiştir. $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ bileşiğinin X-ışını kırınım deseni incelendiğinde; pik şiddetlerinin yüksek olduğu, bunun da elde edilen maddenin kristallenmesinin literatürde elde edilene göre daha iyi bir kristallenme oranına sahip olduğu anlaşılmaktadır [34, 41].

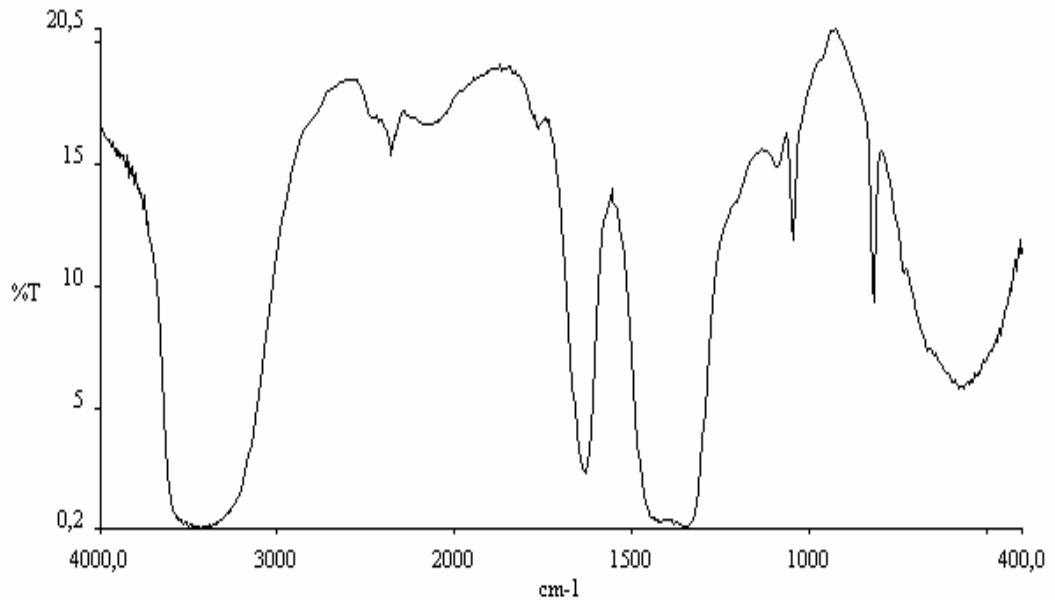
Tablo 4.34' de X-ışınları toz kırınım verileri verilen, MD-46 deneyinde elde edilen $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ bileşiği ortorombik yapıda olup, hücre parametreleri $a=5.444 \text{ \AA}$, $b=8.404 \text{ \AA}$, $c=4.504 \text{ \AA}$ ' dur ve uzay grubu Pnmm ' dir. Ürüne ait Şekil 4.86' da verilen IR spektrumunun incelenmesinden; BO_3 fonksiyonel grubuna ait piklerin bulunması, $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ bileşiğinin oluştuğunu desteklemektedir. Bu ürün için IR spektrum verileri Tablo 4.33' de verilmiştir.

Tablo 4.33 MD-46 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

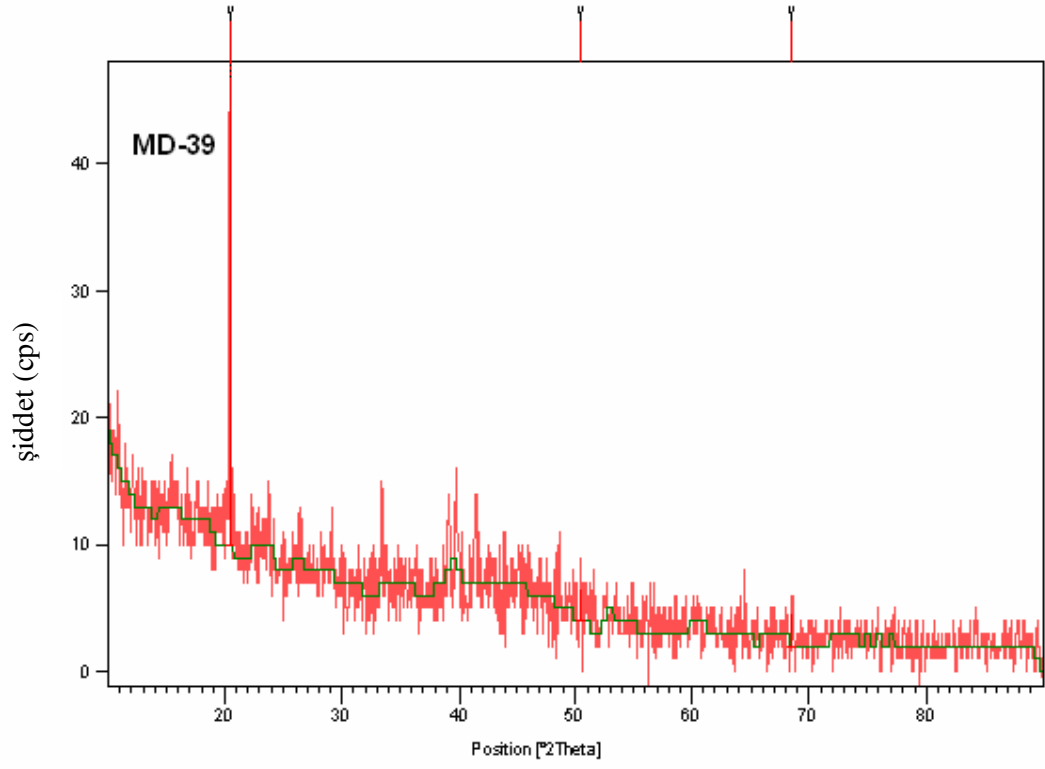
Titreşimler	$\text{BO}_3 \text{ (cm}^{-1}\text{) [34,36]}$
ν_1	1003.50
ν_2	684.93
ν_3	1256.14
ν_4	459.12



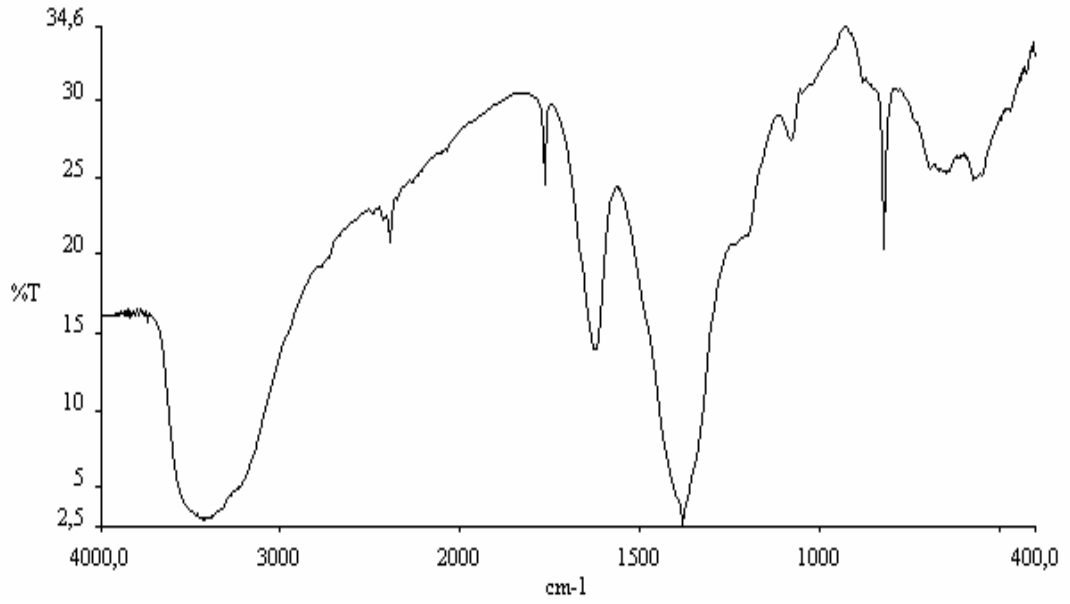
Şekil 4.74 MD-38' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



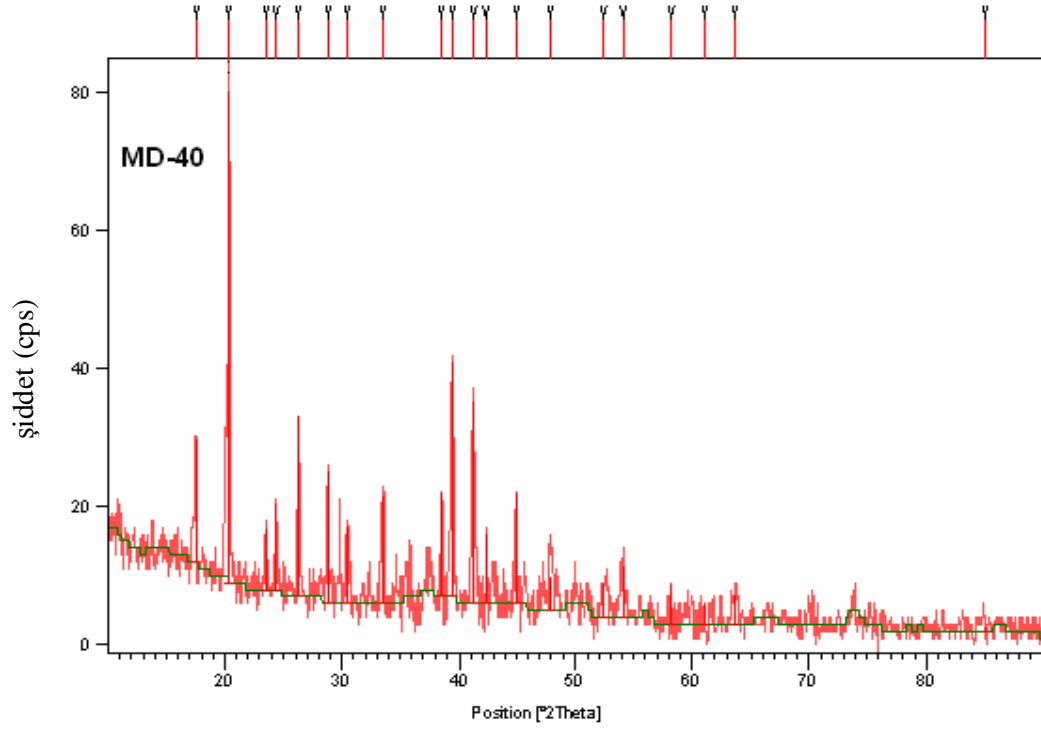
Şekil 4.75 MD-38' in FT-IR Spektrumu



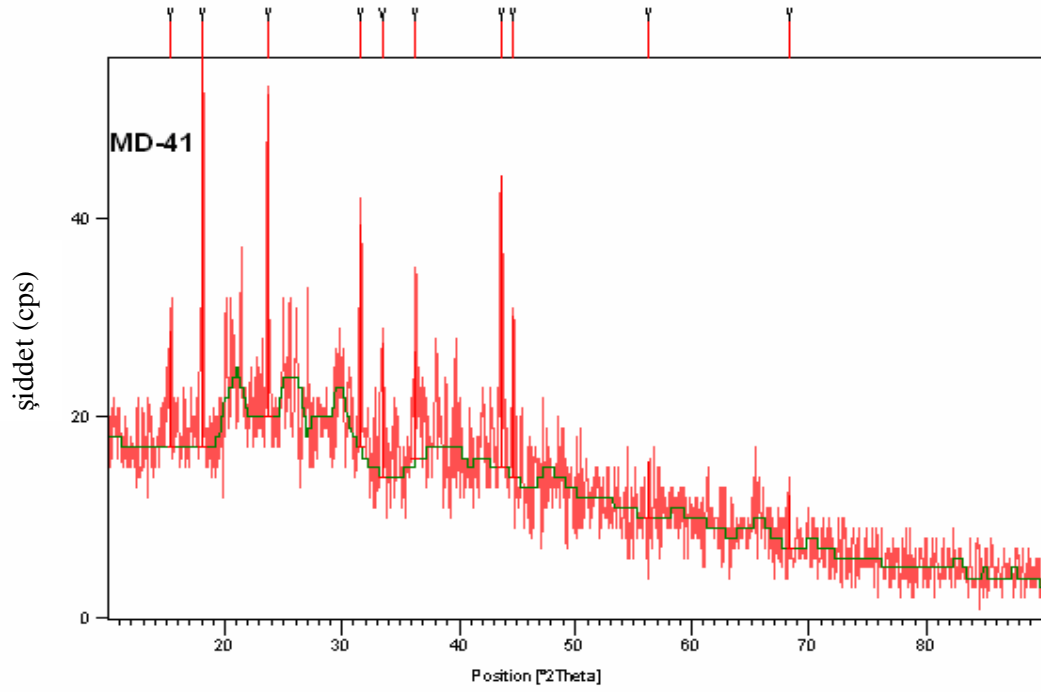
Şekil 4.76 MD-39' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni



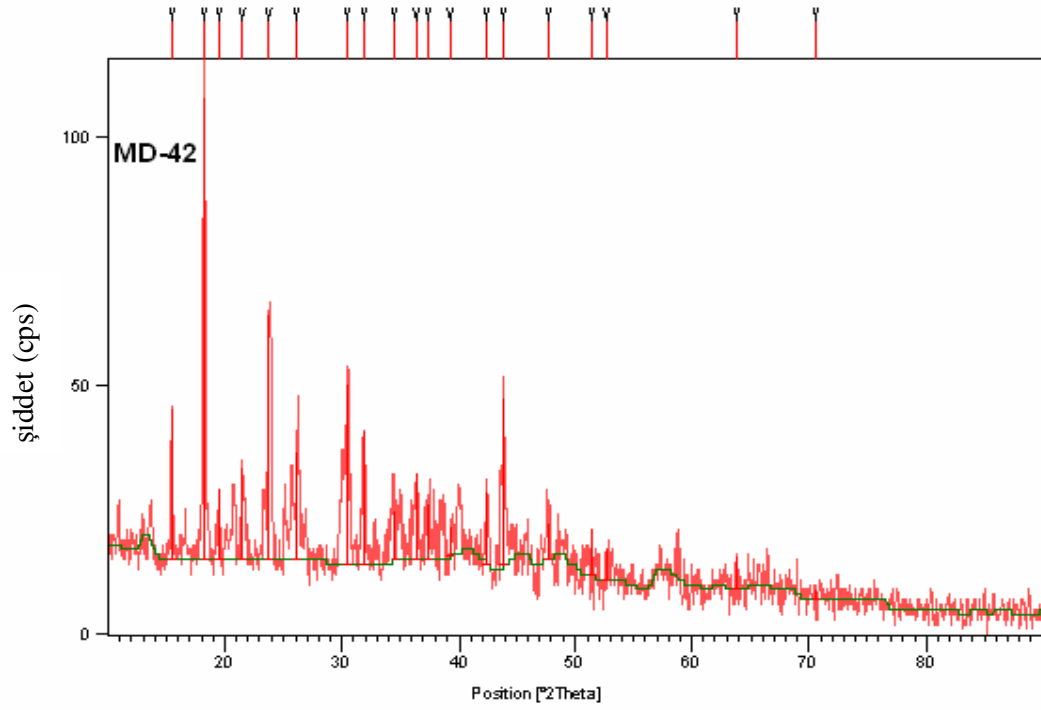
Şekil 4.77 MD-39' un FT-IR Spektrumu



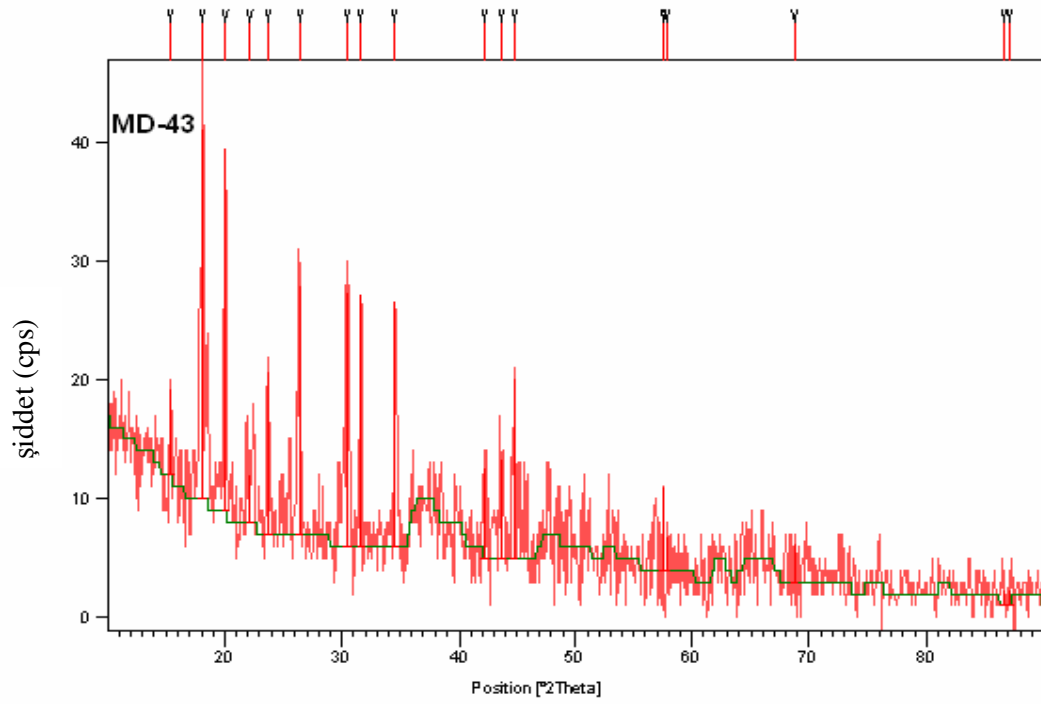
Şekil 4.78 MD-40' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



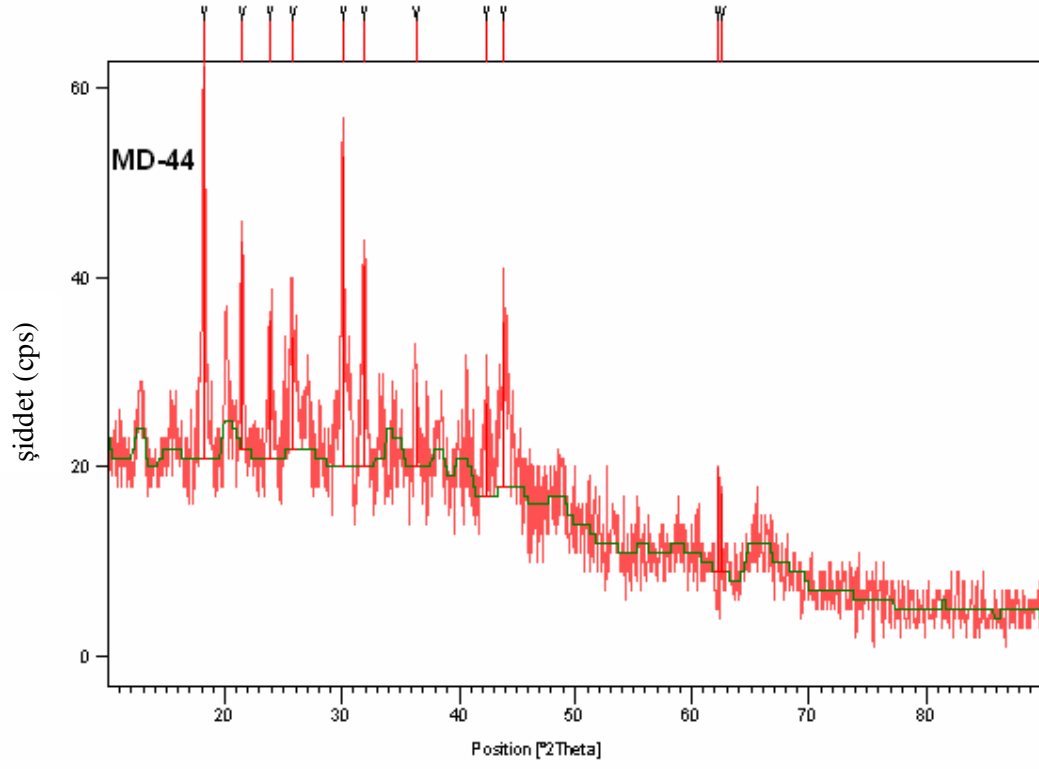
Şekil 4.79 MD-41' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



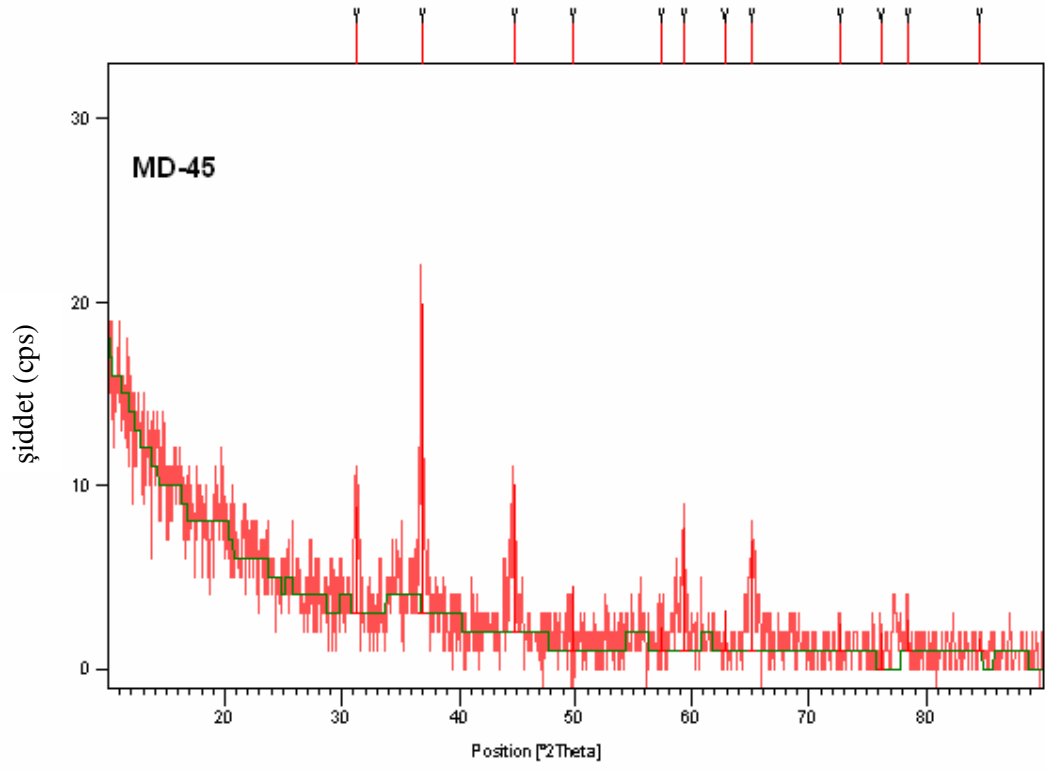
Şekil 4.80 MD-42' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



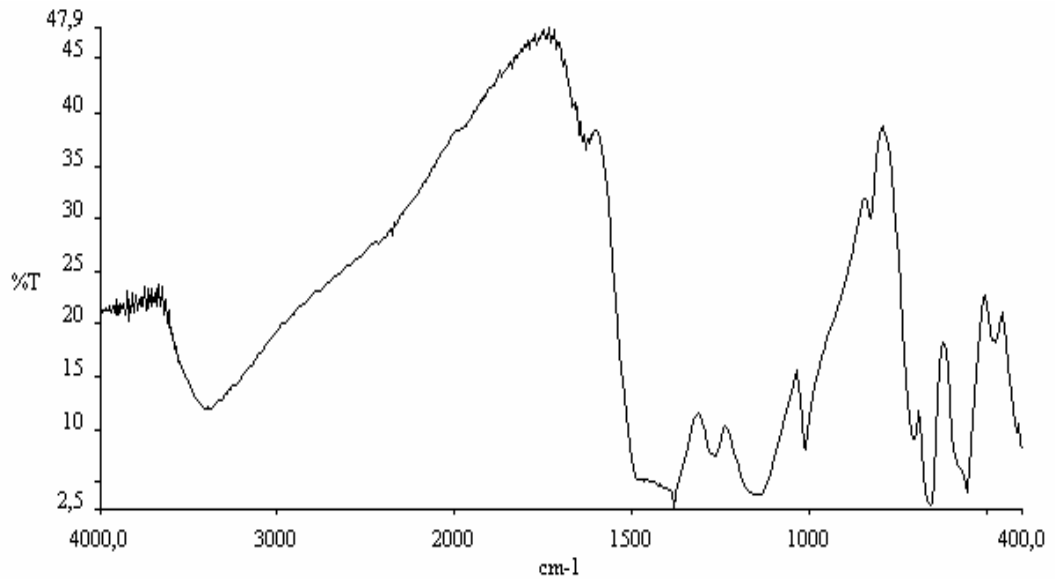
Şekil 4.81 MD-43' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



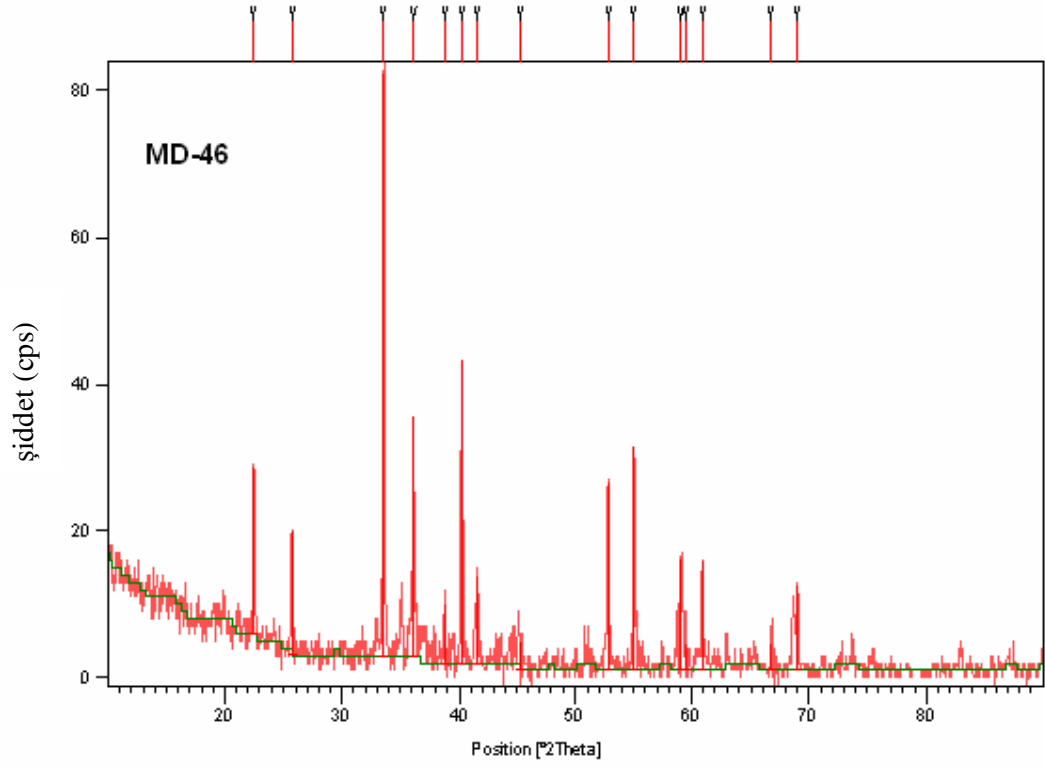
Şekil 4.82 MD-44' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



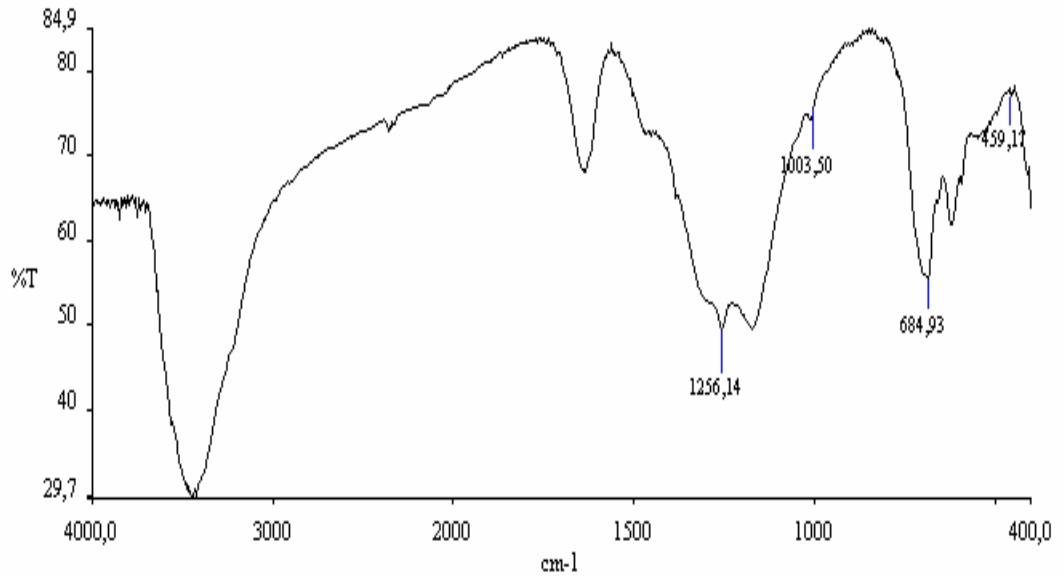
Şekil 4.83 MD-45' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



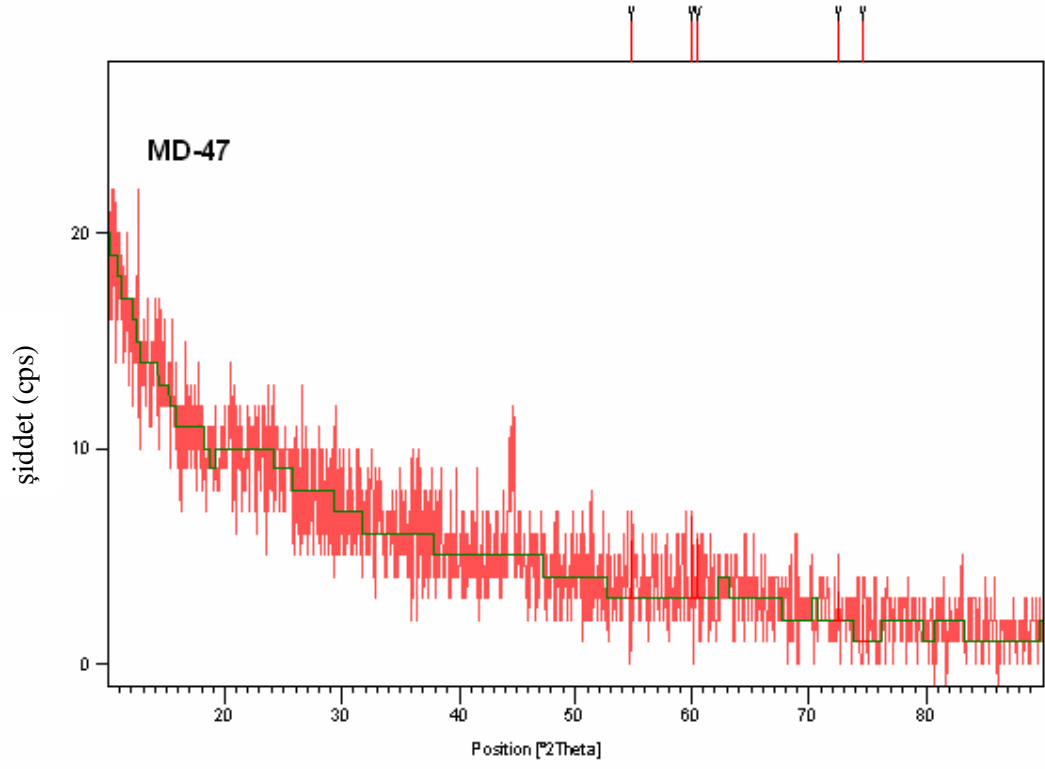
Şekil 4.84 MD-45' in FT-IR Spektrumu



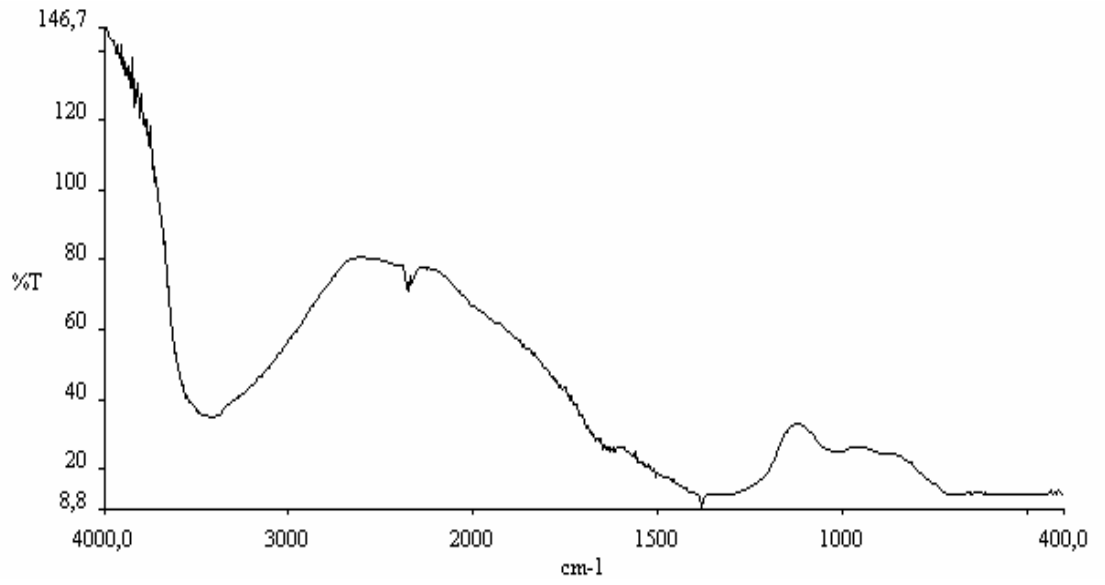
Şekil 4.85 MD-46' nın X-Işınları Toz Kırınım Deseni



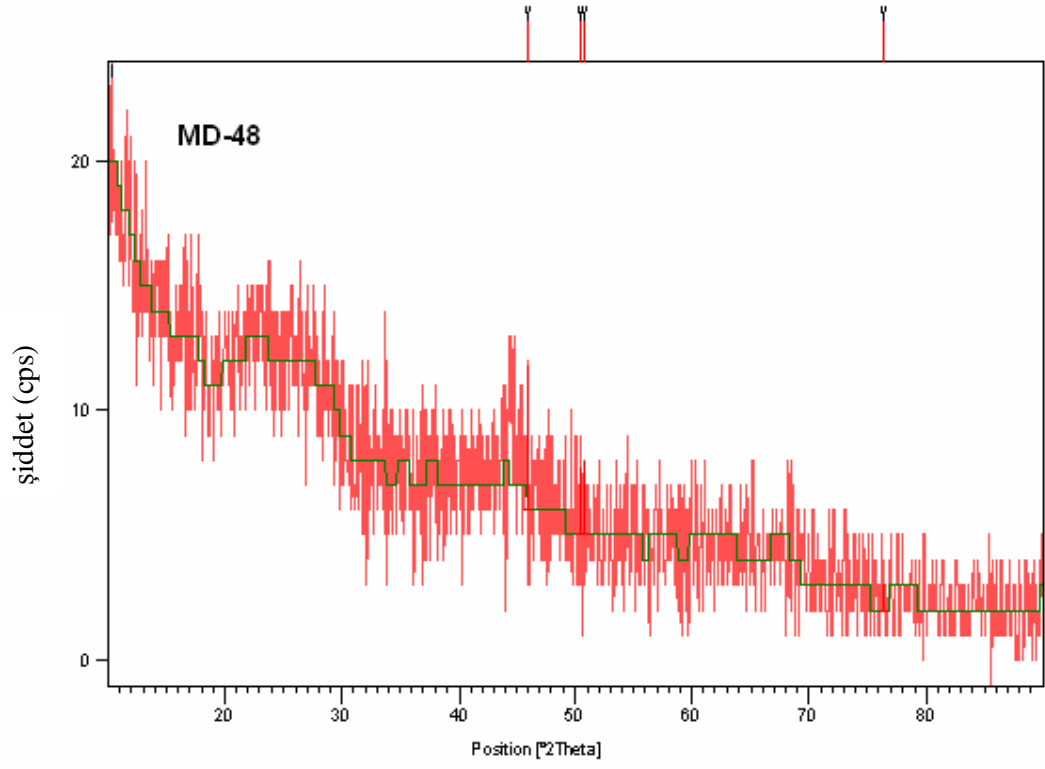
Şekil 4.86 MD-46' nın FT-IR Spektrumu ve Verileri



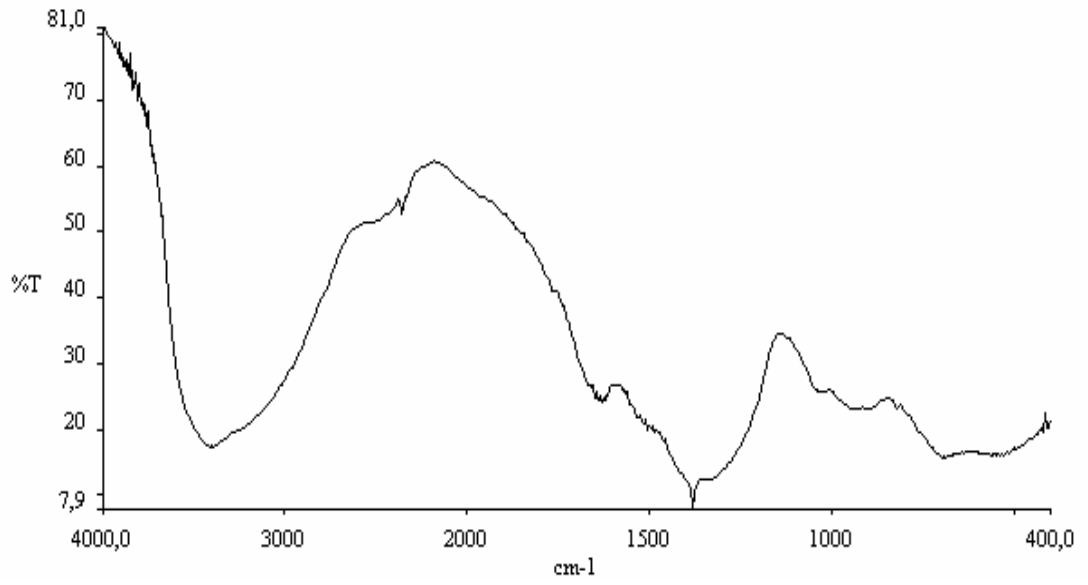
Şekil 4.87 MD-47' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



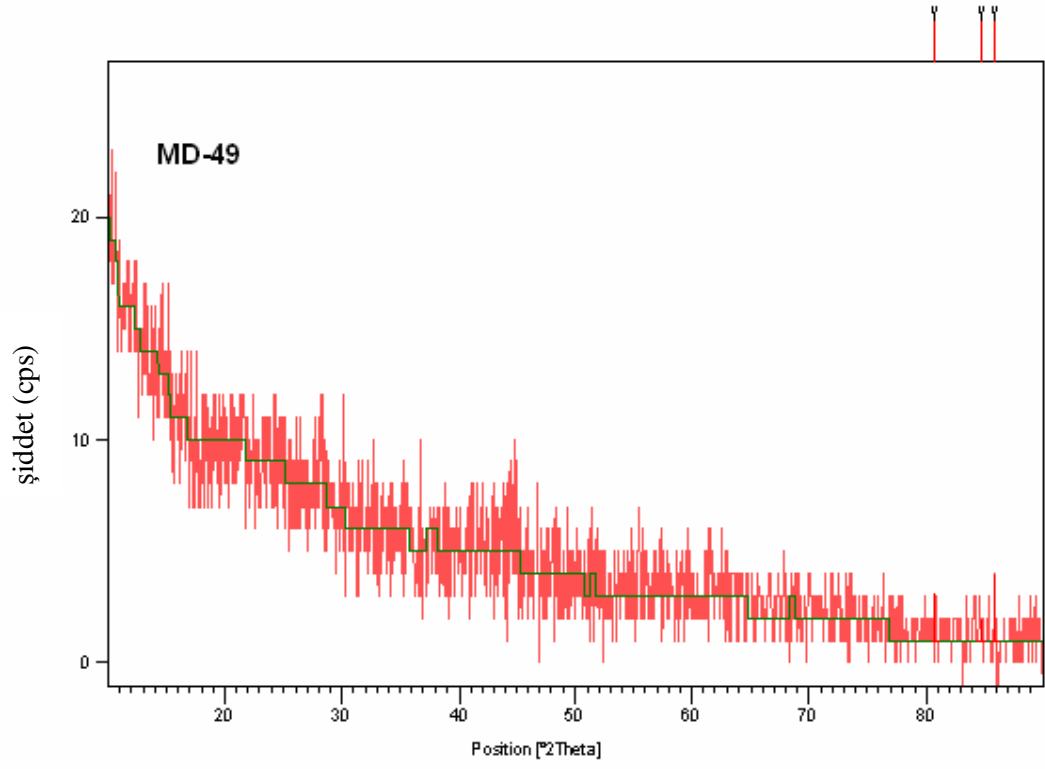
Şekil 4.88 MD-47' nin FT-IR Spektrumu



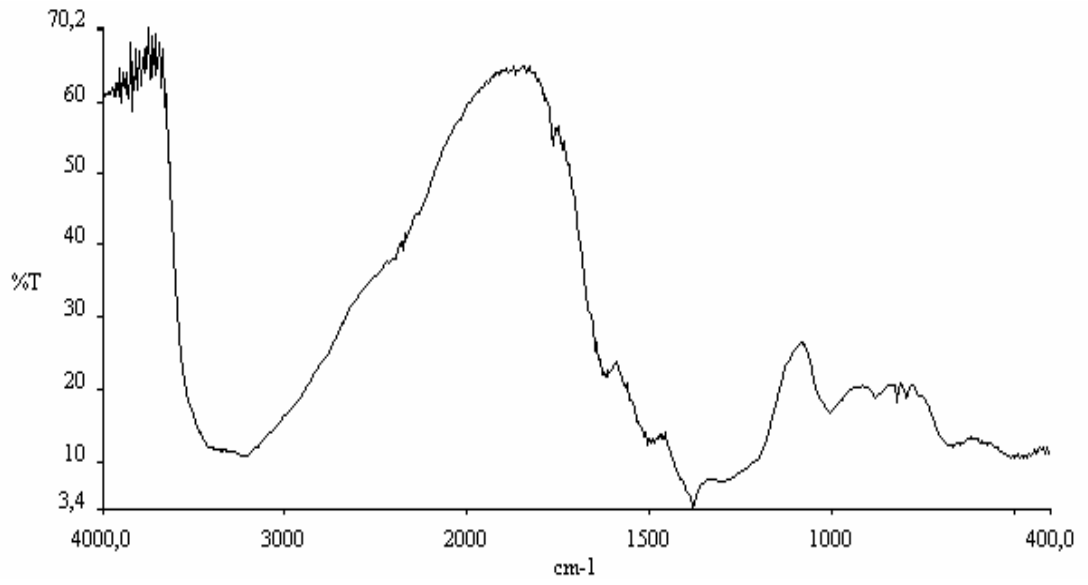
Şekil 4.89 MD-48' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.90 MD-48' in FT-IR Spektrumu



Şekil 4.91 MD-49' un X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.92 MD-49' un FT-IR Spektrumu

Tablo 4.34 MD-46 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			Co ₂ Ni(BO ₃) ₂ [34]	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
---	---	---	4.2020	3-(020)
22.4549	28.70	3.95625	3.9699	32-(011)
25.7681	21.33	3.45458	3.4705	19-(101)
---	---	---	3.2078	2-(111)
---	---	---	2.7224	9-(200)
33.5762	100.00	2.66694	2.6759	100-(121)
36.1428	41.34	2.48322	2.4910	38-(130)
---	---	---	2.3788	5-(031)
38.8034	10.30	2.31886	2.3299	7-(201)
---	---	---	2.2848	4-(220)
40.2234	52.26	2.24021	2.2452	53-(211)
41.5640	15.12	2.17100	2.1798	22-(131)
---	---	---	2.0811	3-(102)
45.2951	4.82	2.00046	---	---
---	---	---	1.7973	9-(141)
---	---	---	1.7913	7-(231)
52.8266	32.58	1.73162	1.7353	33-(202)
55.0371	38.43	1.66718	1.6705	41-(132)
---	---	---	1.6060	3-(150)
---	---	---	1.5747	13-(051)
59.1187	19.40	1.56144	1.5627	15-(321)
59.4913	4.60	1.55255	1.5363	3-(042)
60.9080	18.70	1.51979	1.5232	22-(330)
---	---	---	1.4785	7-(142)
66.7589	4.51	1.40008	1.4007	6-(060)
---	---	---	1.3684	12-(123)
69.0280	14.52	1.35949	1.3631	19-(251)
---	---	---	1.3233	2-(033)
---	---	---	1.2989	5-(213)
---	---	---	1.2876	4-(411)
---	---	---	1.2617	6-(332)
---	---	---	1.2455	2-(260)
---	---	---	1.1894	3-(062)
---	---	---	1.1649	3-(402)
---	---	---	1.1260	3-(004)
---	---	---	1.1197	2-(053)
---	---	---	1.1145	4-(243)
---	---	---	1.1260	3-(004)

4.2.10 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneylerin Sonuçları

Tablo 4.35 $M_1^{+2} / M_2^{+2} / NH_4VO_3$ Sisteminde Yapılan Deneyler ve Sonuçları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-50	$Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + NH_4VO_3$	2:1:2
MD-51	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + NH_4VO_3$	2:1:2
MD-52	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + NH_4VO_3$	1.5:1.5:2
MD-53	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + NH_4VO_3$	1:1:2

MD-52 deneyi sonucunda oluşan ürünün Şekil 4.97' de verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; $Ni_2V_2O_7$ (ICDD 29-0945) bileşiğinin, $NiCo_2O_4$ (ICDD 20-0781) ve V_2O_5 (ICDD 41-1426) bileşikleriyle birlikte elde edildiği belirlenmiştir. Tablo 4.38' de X-ışınları toz kırınım verileri verilen MD-52 deneyi sonucunda elde edilen $Ni_2V_2O_7$ (ICDD 29-0945) bileşiği monoklinik yapıda olup; hücre parametreleri $a=6.515 \text{ \AA}$, $b=8.303 \text{ \AA}$, $c=9.350 \text{ \AA}$, $\beta=99.86^\circ$ dir ve uzay grubu $P2_1/c$ (31)' dir. MD-52 deneyine ait Şekil 4.98' de verilen IR spektrumunun incelenmesinden; V-O ve V=O fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, $Ni_2V_2O_7$ (ICDD 29-0945) bileşiğinin oluştuğunu desteklemektedir. Bu ürün için IR spektrum verileri Tablo 4.36' da verilmiştir.

Tablo 4.36 MD-52 Deneyine Ait IR Spektrum Verileri

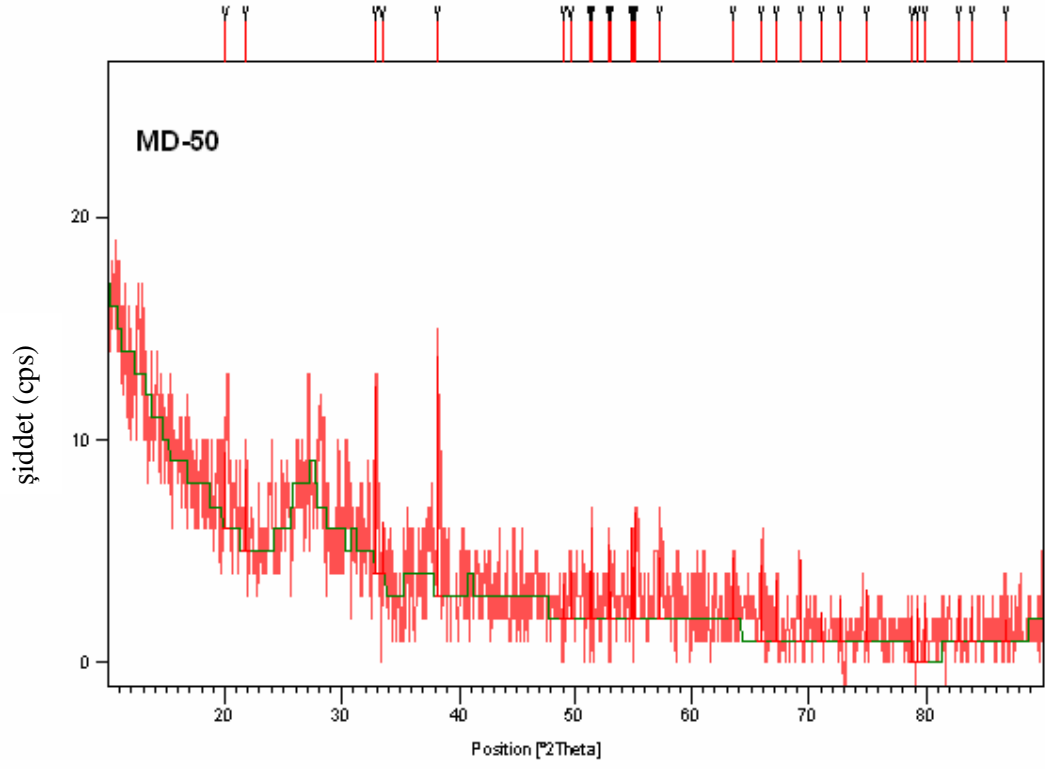
Titreşimler	Frekans (cm^{-1})
V=O [38]	933.33
V-O [39]	633.91

MD-50, MD-51 ve MD-53 deneyleri sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer desenler gözlemlenmiştir. Deneylere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.93, 4.95 ve 4.99' da verilmiştir.

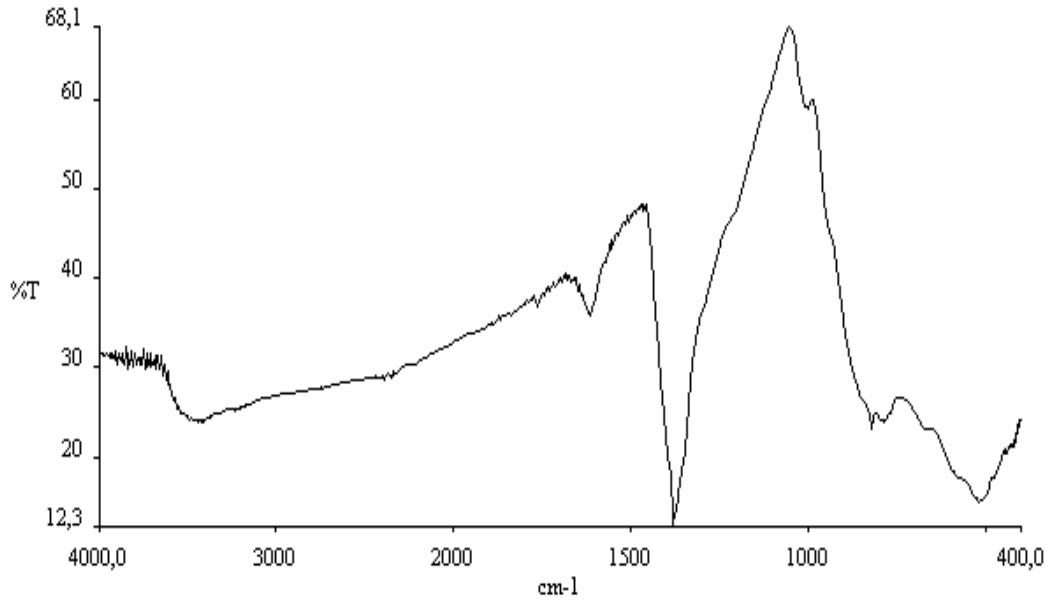
MD-51 ve MD-53 deneylerinde elde edilen ürünlere ait Şekil 4.96 ve 4.100' de verilen IR spektrumları incelenmesinden; V-O ve V=O fonksiyonel gruplarına ait piklerin bulunması, amorf özellikte vanadat bileşiklerinin oluşmuş olabileceğini göstermektedir. Bu ürünler için IR spektrum verileri Tablo 4.37' de verilmiştir.

Tablo 4.37 MD-51 ve MD-53 Deneylerine Ait IR Spektrum Verileri

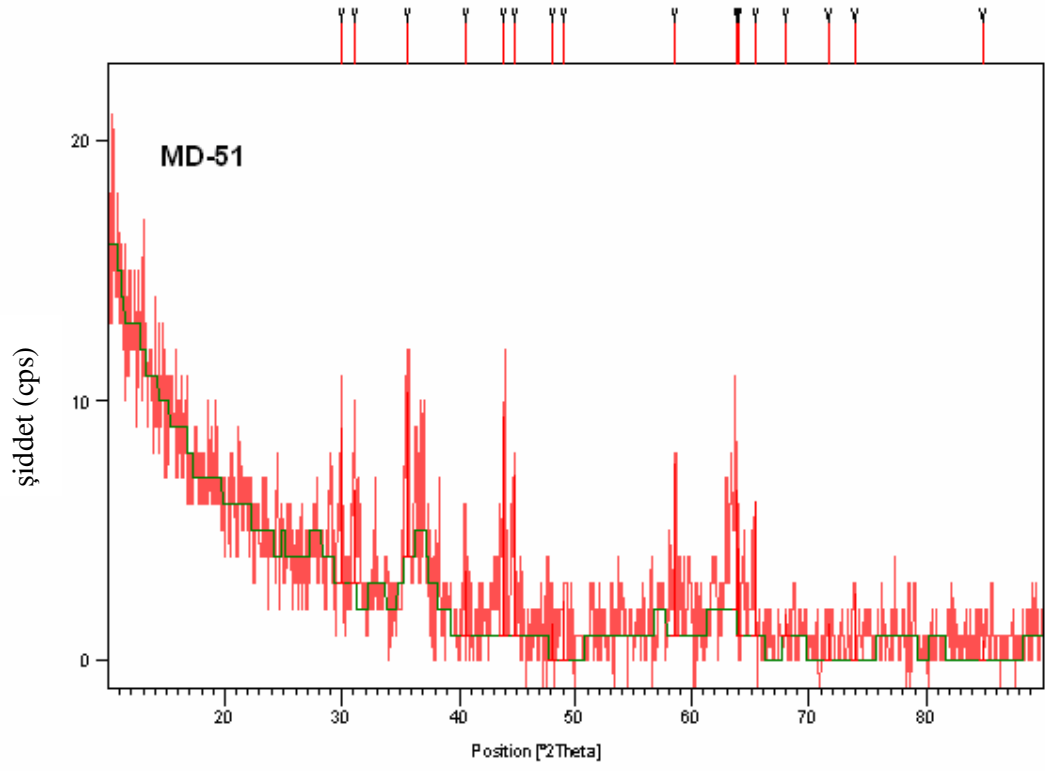
Titreşimler	Frekans (cm ⁻¹)	
	MD-51	MD-53
V=O [38]	933.33	933.33
V-O [39]	638.59	633.91



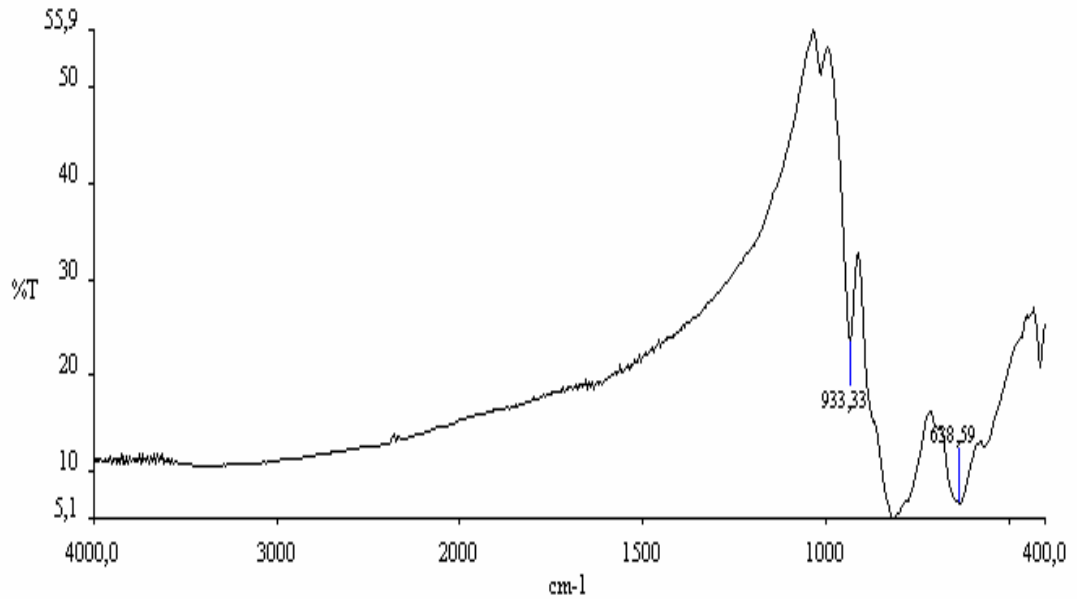
Şekil 4.93 MD-50' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



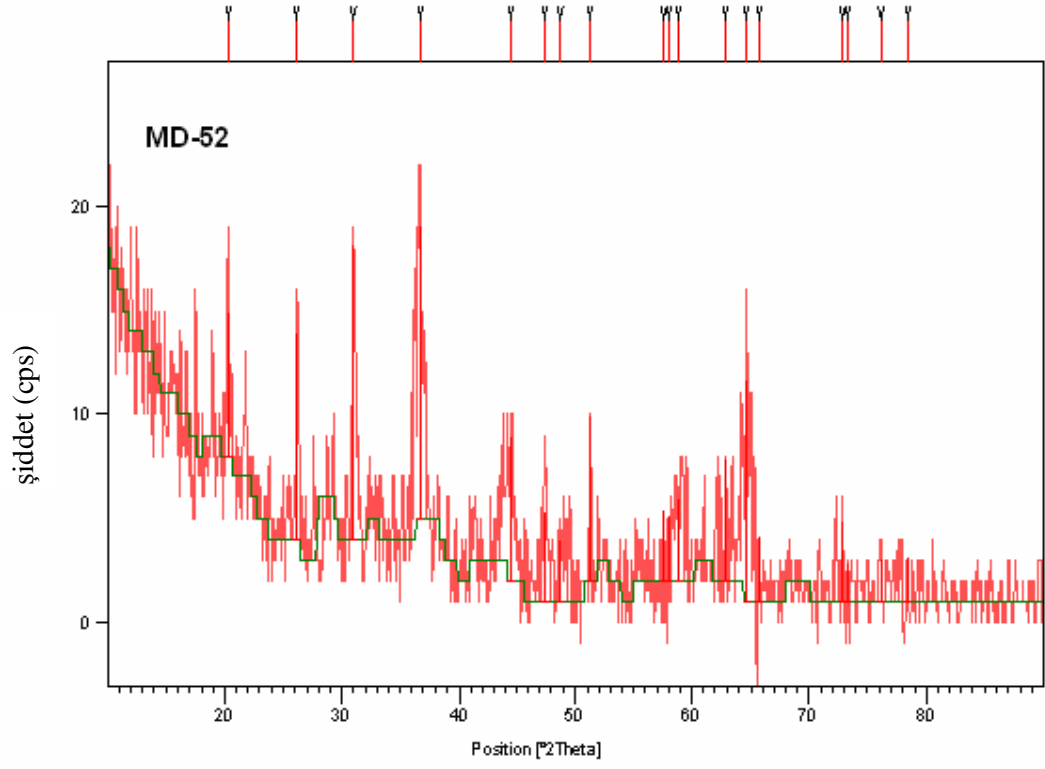
Şekil 4.94 MD-50' nin FT-IR Spektrumu



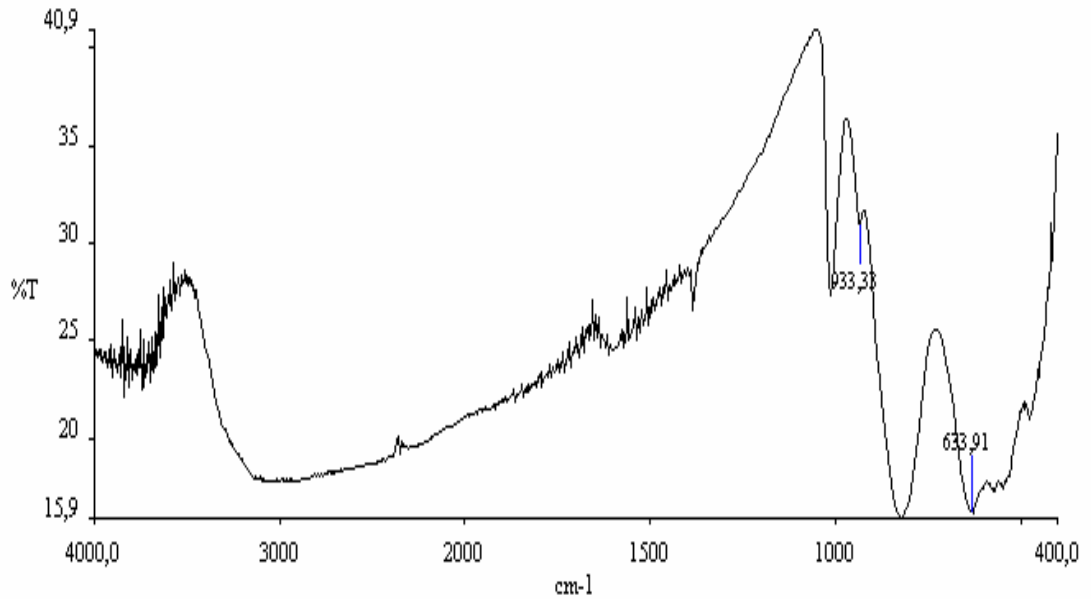
Şekil 4.95 MD-51' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



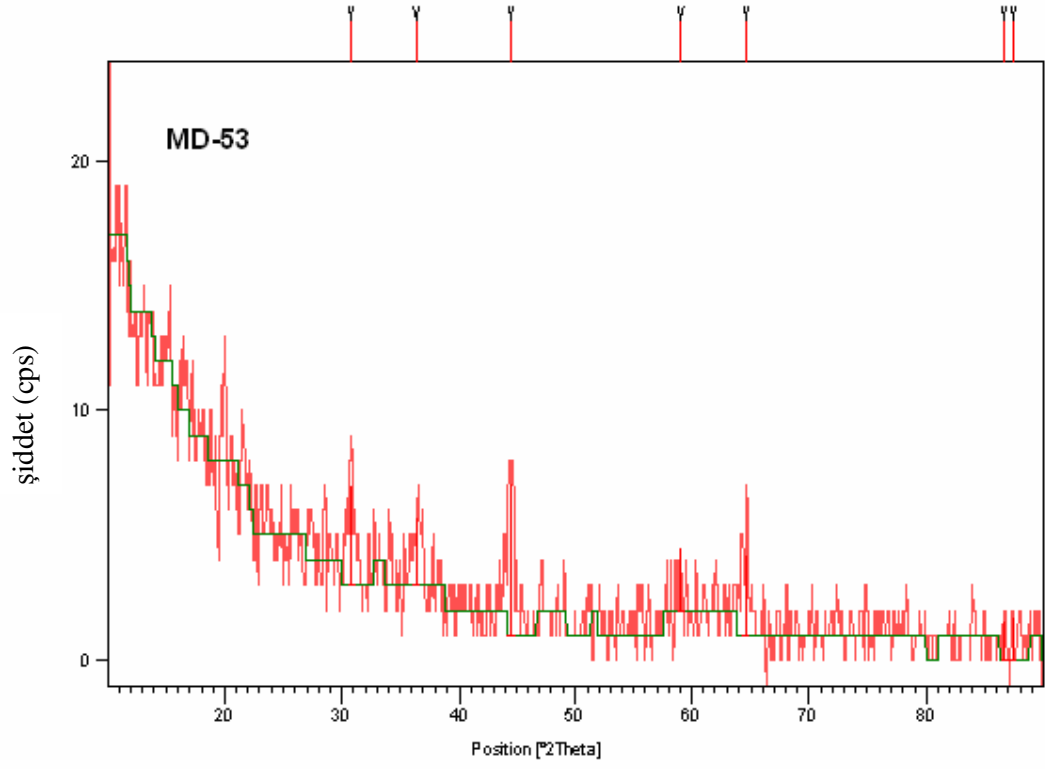
Şekil 4.96 MD-51' in FT-IR Spektrumu ve Verileri



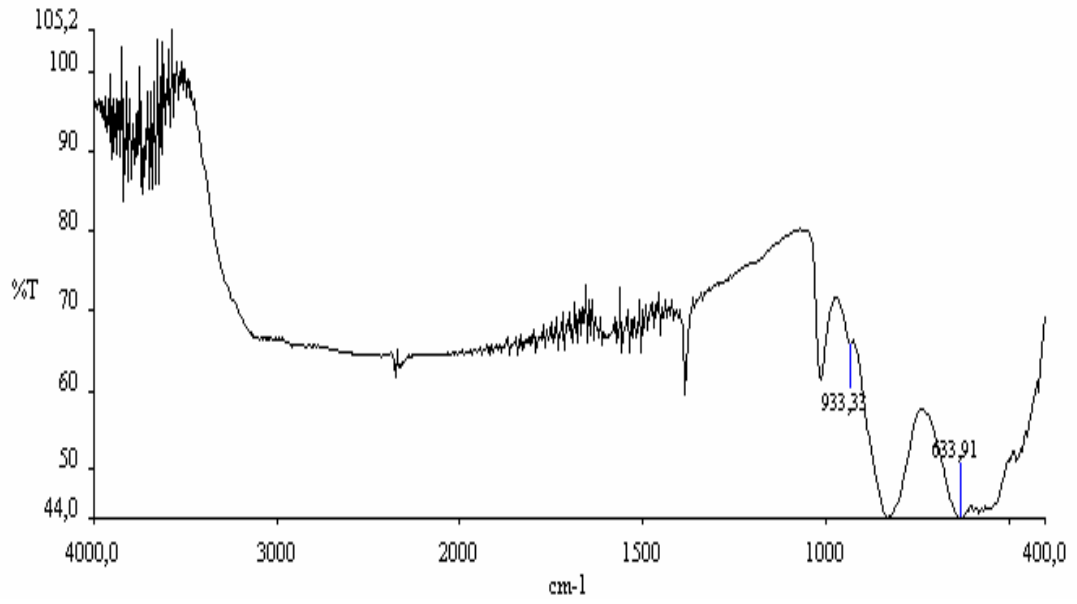
Şekil 4.97 MD-52' nin X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.98 MD-52' nin FT-IR Spektrumu ve Verileri



Şekil 4.99 MD-53' ün X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.100 MD-53' ün FT-IR Spektrumu ve Verileri

Tablo 4.38 MD-52 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri

DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			Ni ₂ V ₂ O ₇ (ICDD 29-0945)		NiCo ₂ O ₄ (ICDD 20-0781)		V ₂ O ₅ (ICDD 41-1426)	
2θ	I/I _o	d[Å]	d[Å]	I/I _o -(hkl)	d[Å]	I/I _o -(hkl)	d[Å]	I/I _o -(hkl)
---	---	---	5.0780	33-(110)	---	---	5.7680	33-(200)
---	---	---	4.7260	25-(111)	4.6900	14-(111)	---	---
---	---	---	4.6060	10-(002)	---	---	---	---
20.3504	48.96	4.36038	---	---	---	---	4.3790	100-(001)
---	---	---	4.2130	7-(111)	---	---	---	---
---	---	---	4.0280	6-(012)	---	---	---	---
---	---	---	3.7850	40-(021)	---	---	---	---
---	---	---	3.6680	14-(112)	---	---	---	---
26.1510	70.24	3.40487	3.4860	37-(120)	---	---	3.4820	4-(201)
---	---	---	---	---	---	---	3.4080	75-(110)
---	---	---	3.2090	52-(200)	---	---	---	---
---	---	---	3.2030	46-(112)	---	---	---	---
---	---	---	3.1640	8-(121)	---	---	---	---
---	---	---	3.0840	58-(022)	---	---	---	---
---	---	---	2.9926	73-(210)	---	---	---	---
---	---	---	2.9130	8-(122)	---	---	---	---
30.9992	100.00	2.88251	2.8800	100-(013)	2.8690	25-(220)	2.8820	52-(301)
---	---	---	2.7160	43-(212)	---	---	2.7640	23-(011)
---	---	---	2.6630	16-(122)	---	---	2.6889	7-(111)
---	---	---	2.6510	12-(031)	---	---	2.6136	25-(310)
---	---	---	2.5408	71-(130)	---	---	---	---
---	---	---	2.4940	5-(131)	---	---	2.4913	3-(211)
---	---	---	2.4830	8-(113)	---	---	---	---
---	---	---	2.4690	4-(023)	---	---	---	---
36.6885	99.53	2.44753	2.4440	24-(202)	2.4470	100-(311)	---	---
---	---	---	2.4080	29-(131)	---	---	2.4044	2-(401)
---	---	---	2.3720	1-(032)	---	---	---	---
---	---	---	2.3630	2-(222)	---	---	---	---
---	---	---	2.3450	18-(212)	2.3420	10-(222)	---	---
---	---	---	2.3380	38-(213)	---	---	---	---
---	---	---	2.3030	5-(004)	---	---	---	---
---	---	---	2.2920	10-(132)	---	---	---	---
---	---	---	2.2190	34-(014)	---	---	2.2426	1-(311)
---	---	---	2.2130	21-(114)	---	---	---	---
---	---	---	2.2050	7-(123)	---	---	2.1864	11-(002)
---	---	---	2.1060	4-(222)	---	---	2.1487	5-(102)
---	---	---	2.0967	9-(311)	---	---	---	---
---	---	---	2.0810	12-(302)	---	---	---	---
---	---	---	2.0760	21-(040)	---	---	---	---
---	---	---	2.0720	12-(310)	---	---	---	---
---	---	---	2.0588	14-(104)	---	---	2.0442	3-(202)

Tablo 4.38' in Devamı

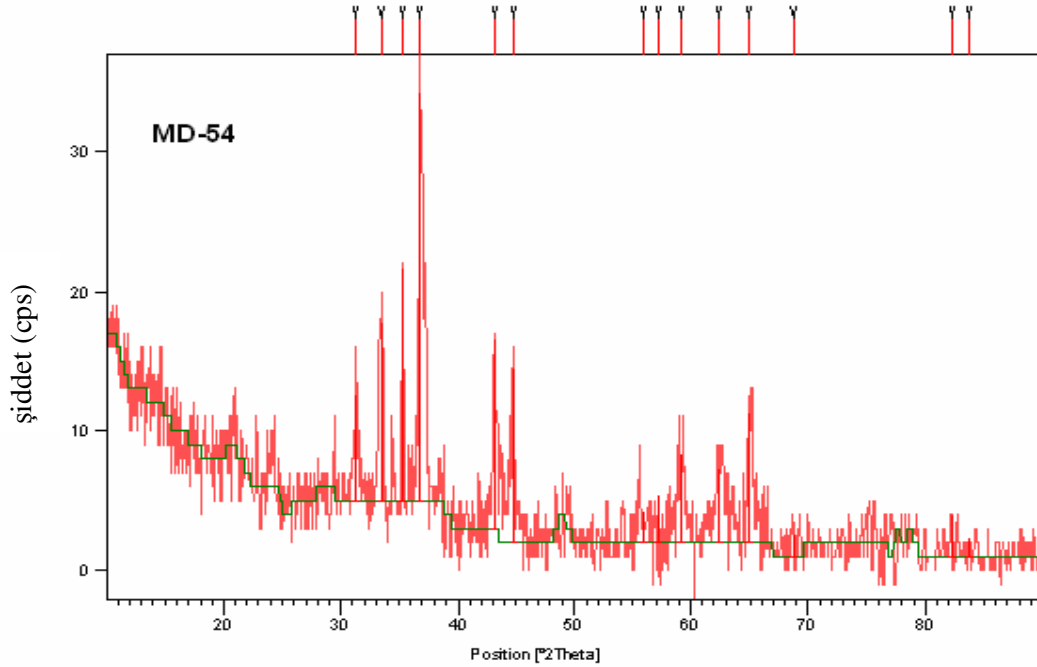
DeneySEL Sonuca Ait X-Işınları Toz Kırınım Verileri			Ni ₂ V ₂ O ₇ (ICDD 29-0945)		NiCo ₂ O ₄ (ICDD 20-0781)		V ₂ O ₅ (ICDD 77-2418)	
2θ	I/I ₀	d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)	d[Å]	I/I ₀ -(hkl)
44.4582	49.14	2.03615	2.0190	2-(312)	2.0290	25-(400)	2.0378	<1-(501)
---	---	---	2.0140	3-(024)	---	---	---	---
---	---	---	2.0090	4-(124)	---	---	---	---
---	---	---	1.9905	2-(213)	---	---	1.9939	10-(411)
---	---	---	1.9750	1-(140)	---	---	---	---
---	---	---	1.9533	1-(311)	---	---	---	---
47.4763	30.20	1.91351	1.9214	9-(321)	---	---	---	---
---	---	---	1.9019	8-(320)	---	---	1.9114	14-(600)
---	---	---	1.8957	5-(133)	---	---	1.8998	8-(302)
48.8220	21.14	1.86387	1.8509	21-(142)	---	---	1.8636	8-(012)
---	---	---	1.8338	9-(224)	---	---	1.8399	2-(112)
---	---	---	1.7986	3-(015)	---	---	1.7824	16-(020)
51.3208	56.04	1.77883	1.7816	4-(142)	---	---	1.7733	3-(212)
---	---	---	1.7672	5-(134)	---	---	1.7569	7-(601)
---	---	---	1.7397	6-(323)	---	---	1.7413	1-(402)
---	---	---	1.6989	10-(214)	---	---	---	---
---	---	---	1.6840	1-(025)	1.6560	8-(422)	1.6505	6-(021)
57.6305	24.43	1.59817	---	---	---	---	1.6341	2-(121)
57.9613	22.47	1.58984	---	---	---	---	1.5869	1-(221)
58.8693	27.55	1.56746	---	---	1.5620	30-(511)	1.5765	3-(611)
---	---	---	---	---	---	---	1.5645	6-(412)
---	---	---	---	---	---	---	1.5397	3-(701)
62.8793	41.57	1.47680	---	---	---	---	1.4576	<1-(003)
64.6454	75.45	1.44065	---	---	---	---	1.4480	2-(512)
---	---	---	---	---	---	---	1.4460	3-(103)
---	---	---	---	---	---	---	1.4424	3-(602)
---	---	---	---	---	---	---	1.4394	2-(800)
---	---	---	---	---	1.4340	45-(440)	1.4321	1-(421)
65.7346	22.26	1.41940	---	---	---	---	1.4134	3-(711)
---	---	---	---	---	---	---	1.3816	2-(022)
---	---	---	---	---	---	---	1.3673	1-(801)
---	---	---	---	---	---	---	1.3492	3-(013)
---	---	---	---	---	---	---	1.3372	3-(612)
---	---	---	---	---	---	---	1.3146	2-(702)
72.8618	27.42	1.29712	---	---	---	---	1.3063	5-(620)
73.2248	13.65	1.29158	---	---	---	---	1.2726	3-(313)
76.1419	14.55	1.24919	---	---	1.2300	16-(---)	1.2333	1-(712)
78.3528	15.34	1.21939	---	---	1.1710	4-(444)	1.2217	2-(413)
---	---	---	---	---	1.1360	2-(551)	---	---
---	---	---	---	---	1.0840	6-(642)	---	---
---	---	---	---	---	1.0560	25-(731)	---	---
---	---	---	---	---	1.0140	14-(800)	---	---

4.2.11 $M_1^{+2}/M_2^{+2}/NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O - P_2O_5$ Sisteminde Yapılan DeneYlerin Sonuları

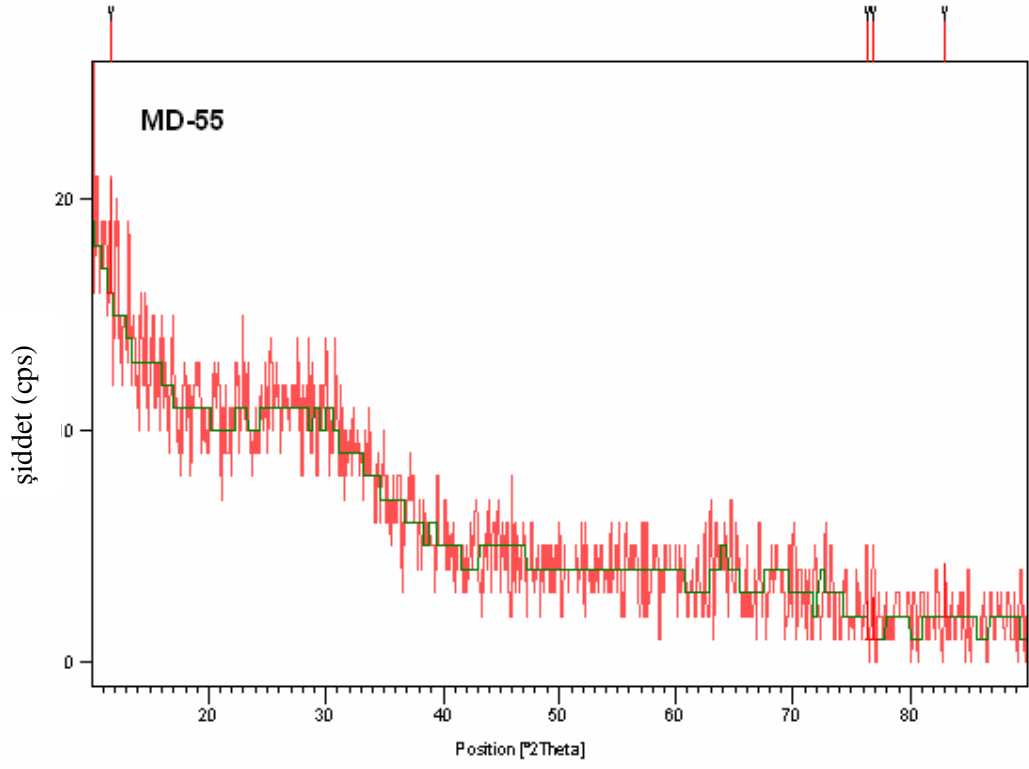
Tablo 4.39 $M_1^{+2}/M_2^{+2}/NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O - P_2O_5$ Sisteminde Yapılan DeneYler ve Kodları

Deneyin Kodu	Reaksiyonda Kullanılan Bileşikler	Mol Oranları
MD-54	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$	1:1:2
MD-55	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + P_2O_5$	1:1:1

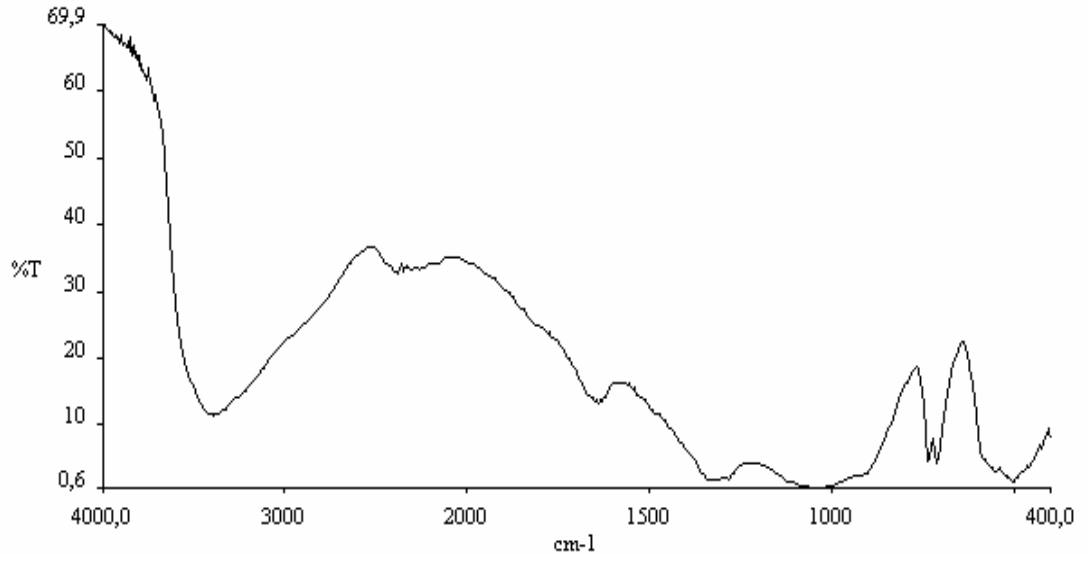
Tablo 4.39’ da kimyasal reaksiyonları verilen deneYler sonucunda elde edilen ürünlerin X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; MD-54 deneYinde başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiş, MD-55 deneYinde karakteristik amorf özelliğe benzer bir desen gözlemlenmiştir. Bu ürünlere ait X-ışınları toz kırınım desenleri Şekil 4.101 ve 4.102’ de verilmiştir.



Şekil 4.101 MD-54’ ün X-ışınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.102 MD-55' in X-Işınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 4.103 MD-55' in FT-IR Spektrumu

4.3 Sonular

Bu tezde; katı-hal kimyasal reaksiyonları kullanılarak; metal ierikli borat, fosfat ve vanadat bileşiklerinin sentezlenmesine alıřılmıştır.

$\text{Sr}^{+2} / \text{H}_3\text{BO}_3 / \text{M}^{+4}$ (Te^{+4} , Mn^{+4} , Ti^{+4} , Pb^{+4}) sisteminde katı-hal yöntemiyle ve $\text{Sr}^{+2} / \text{H}_3\text{BO}_3$, $\text{Mo}^{+6} / \text{B}_2\text{O}_3\text{-H}_3\text{BO}_3$, $\text{Mo}^{+6} / \text{H}_3\text{BO}_3$, $\text{Mo}^{+6} / \text{NaH}_2\text{PO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mo}^{+6} / \text{H}_3\text{BO}_3 / \text{NaH}_2\text{PO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mo}^{+6} / \text{H}_3\text{BO}_3 / \text{NH}_4\text{VO}_3$, $\text{Mo}^{+6} / \text{NH}_4\text{VO}_3 / \text{NaH}_2\text{PO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{M}^{+2/+3/+4}$ (Ca^{+2} , Zn^{+2} , Pb^{+2} , Ba^{+2} , Bi^{+2} , Al^{+3} , Cr^{+3} , Fe^{+3} , Mn^{+4} , Te^{+4} , Ti^{+4}) / $\text{B}_2\text{O}_3 / \text{NH}_4\text{VO}_3$, $\text{Mo}^{+6} / \text{B}_2\text{O}_3\text{-H}_3\text{BO}_3 / \text{NH}_4\text{VO}_3$, M_1^{+2} (Cd^{+2} , Co^{+2}) / M_2^{+2} (Mn^{+2} , Ni^{+2}) / $\text{NaH}_2\text{PO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}\text{-P}_2\text{O}_5$ sistemlerinde mikrodalga enerji tekniđi kullanılarak yapılan denemelerde ürün oluşumu gerçekleşmemiştir.

M^{+2} (Ca^{+2} , Sr^{+2}) / $\text{H}_3\text{BO}_3 / \text{M}^{+3}$ (Fe^{+3} , Cr^{+3} , B^{+3} , Al^{+3}) sisteminde termal yöntemle yapılan denemeler sonucunda SrB_2O_4 (ICDD 15-0779) ve $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}$ (ICDD 15-0551) bileşikleri tek fazlı olarak, SrB_4O_7 (ICDD 15-0801) ve SrB_2O_4 (ICDD 15-0779) bileşikleri ise birlikte çift fazlı olarak 900 °C ve 20 saat sürede katı-hal reaksiyonları ile kül fırınında sentezlenmiştir. Elde edilen $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}$ (ICDD 15-0551) bileşiđinin kristal yapısı ve uzay grubu belirlenememiş, hücre parametreleri hesaplanamamıştır. Elde edilen SrB_2O_4 (ICDD 15-0779) bileşiđi ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri $a=6.589 \text{ \AA}$, $b=12.01 \text{ \AA}$, $c=4.337 \text{ \AA}$ ’ dur ve uzay grubu Pnca (60)’ dır. Elde edilen SrB_4O_7 (ICDD 15-0801) bileşiđi ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri $a=4.426 \text{ \AA}$, $b=10.70 \text{ \AA}$, $c=4.233 \text{ \AA}$ ’ dur ve uzay grubu $\text{Pnm}2_1$ (31)’ dir.

$\text{Mo}^{+6} / \text{NH}_4\text{VO}_3$ sisteminde mikrodalga enerji tekniđi kullanılarak yapılan denemelerde $\text{Mo}_{0.67}\text{V}_{0.33}\text{O}_2$ (ICDD 30-0849) ve $\beta\text{-(NH}_4\text{)}_{0.38}\text{V}_2\text{O}_5$ (ICDD 27-1019) bileşikleri birlikte çift fazlı olarak; $(\text{V}_{0.07}\text{Mo}_{0.93})_5\text{O}_{14}$ (ICDD 31-1437) ve $(\text{NH}_4)_2(\text{Mo}_2\text{O}_7)$ (ICDD 89-7113) bileşikleri ise birlikte çift fazlı olarak 600W güç deđerinde 10 dakika süreyle gerçekleştirilen reaksiyon sonucu mikrodalga enerji tekniđi ile ilk kez sentezlenmişlerdir. Elde edilen $\text{Mo}_{0.67}\text{V}_{0.33}\text{O}_2$ (ICDD 30-0849) bileşiđi monoklinik yapıda olup; hücre parametreleri $a=9.465 \text{ \AA}$, $b=5.672 \text{ \AA}$, $c=4.745 \text{ \AA}$, $\beta=90.30^\circ$ dir ve uzay grubu belirlenememiştir. Elde edilen $(\text{V}_{0.07}\text{Mo}_{0.93})_5\text{O}_{14}$

(ICDD 31-1437) bileşiđi tetragonal yapıda olup; hücre parametreleri $a=22.83 \text{ \AA}$, $c=3.990 \text{ \AA}$ ’ dur ve uzay grubu belirlenememiştir.

$M_1^{+2/+3} (\text{Ca}^{+2}, \text{Cd}^{+2}, \text{Zn}^{+2}, \text{Ni}^{+2}, \text{Co}^{+2}, \text{Al}^{+3}, \text{Cr}^{+3}) / M_2^{+2/+3} (\text{Mn}^{+2}, \text{Ca}^{+2}, \text{Mg}^{+2}, \text{Ni}^{+2}, \text{Co}^{+2}, \text{Fe}^{+3}, \text{Cr}^{+3}) / \text{H}_3\text{BO}_3$ sisteminde mikrodalga enerji tekniđi kullanılarak yapılan denemelerde $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ bileşiđi 600W güç deđerinde 10 dakika süreyle gerçekleştirilen reaksiyon sonucu tek fazlı olarak sentezlenmiştir. $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ bileşiđi ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri $a=5.444 \text{ \AA}$, $b=8.404 \text{ \AA}$, $c=4.504 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pnmm ’ dir [34].

$M_1^{+2} (\text{Cd}^{+2}, \text{Co}^{+2}) / M_2^{+2} (\text{Mn}^{+2}, \text{Ni}^{+2}) / \text{NH}_4\text{VO}_3$ sisteminde mikrodalga enerji tekniđi kullanılarak yapılan denemelerde $\text{Ni}_2\text{V}_2\text{O}_7$ (ICDD 29-0945) bileşiđi 360W güç deđerinde 10 dakika süreyle gerçekleştirilen reaksiyon sonucu NiCo_2O_4 (ICDD 20-0781) bileşiđi ile birlikte çift fazlı olarak mikrodalga enerji tekniđi ile ilk kez sentezlenmiştir. Elde edilen $\text{Ni}_2\text{V}_2\text{O}_7$ (ICDD 29-0945) bileşiđi monoklinik yapıda olup; hücre parametreleri $a=6.515 \text{ \AA}$, $b=8.303 \text{ \AA}$, $c=9.350 \text{ \AA}$, $\beta=99.86^\circ$ ve uzay grubu $\text{P2}_1/\text{c} (31)$ ’ dir.

Özetle bu tez çalışmasında; termal yöntem kullanılarak iki bileşik ($\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}$, SrB_2O_4) tek fazlı olarak, iki bileşik (SrB_4O_7 , SrB_2O_4) iki fazlı olarak elde edilmişlerdir. Mikrodalga enerji tekniđi kullanılarak ise $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ bileşiđi tek fazlı olarak, üç bileşik de ($\text{Ni}_2\text{V}_2\text{O}_7$, $\text{Mo}_{0.67}\text{V}_{0.33}\text{O}_2$, $(\text{V}_{0.07}\text{Mo}_{0.93})_5\text{O}_{14}$) iki fazlı olarak elde edilmişlerdir.

İlerleyen araştırmalarda; iki fazlı elde edilen bileşikler tek fazlı olarak ve safsızlık içermeyecek şekilde sentezlenmeye ve karakterize edilmeye çalışılacaktır.

5. EKLER

EK:A BAZI FONKSİYONEL GRUPLARIN FTIR SPEKTRUMU DALGA SAYILARI

EK:A.1 Bazı Fonksiyonel Gruplara Ait Literatürde Bulunan Makalelerden Elde Edilmiş Dalga Sayıları

Titreşimler	Frekans (cm ⁻¹)			
	v ₁	v ₂	v ₃	v ₄
BO ₂ [35]	1070-994	505-464	2357-1322	---
BO ₃ [34,36]	1040	785-750	1245-1200	600-450
BO ₄ [37]	882	---	1117	519-466
PO ₄ [37,42]	989	482	1103-1024	467-423

Titreşimler	Frekans (cm ⁻¹)
V=O [38]	970-920
V-O [39]	756-732-631
V-O-V [38]	895-840
V-(O=V) [40]	795
VOB [44]	767-790
VBO ₃ [45]	1250
P=O [42,43]	1202-1159, 1377-1342
OPO [43]	1321-1181,1138,1096,1061
POP [43]	1026, 984, 738-670,

6. KAYNAKÇA

- [1] Bilim ve Teknik Dergisi, (Mayıs 2002) 38.
- [2] <http://w3.balikesir.edu.tr/~hguler/>.
- [3] <http://kisi.deu.edu.tr/cahit.helvacı/Boron.pdf>.
- [4] http://www.obitet.gazi.edu.tr/obitet/alternatif_enerji/Bor.pdf.
- [5] Poslü, K., Çebi, H., 'Özel Bor Kimyasalları ve Bor Dünyasında Gelişmeler', *Madencilik Bülteni*, 25.
- [6] <http://dergiler.ankara.edu.tr/dergiler/33/825/10467.pdf>.
- [7] Helvacı, C., 'Türkiye Borat Yatakları: Jeolojik Konumu, Ekonomik Önemi ve Bor Politikası', 5. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, İzmir, (2004) 11.
- [8] Patnaik, P., Handbook of Inorganic Chemicals, McGraw-Hill Handbooks, New York, (2002) s.122, 702, 962.
- [9] DPT, Yedinci Beş Yıllık Kalkınma Planı, 'Kimya Sanayi Hammaddeleri Çalışma Grubu Raporu', Ankara, (1995).
- [10] http://www.maden.org.tr/resimler/ekler/0ae4561193dbf6e_ek.pdf.
- [11] Sarıhan, E., İTO, 'Bor Sektör Profili', (2006).
- [12] TAEK, '2007 Yılı Faaliyet Raporu', Ankara (2007) s.60.
- [13] http://www.taek.gov.tr/sanaem/html/saglik_fizik_sorular.html.
- [14] <http://www.boren.gov.tr/tuket.htm>.
- [15] <http://www.faq.s.org/patents/app/20080211378>.
- [16] Petrov, V., Noack, F., Shen, D., Pan, F., Shen, G., Wang, X., Komatsu, R., Alex, V., 'Application of the nonlinear crystal SrB₄O₇ for ultrafast diagnostic converting to wavelengths as short as 125 nm', *Lasers and Electro-Optics*, v.29, (2004) 373.
- [17] Liu, Z. H., Huang, H.S., 'Synthesis and thermochemistry of SrB₂O₄.4H₂O and SrB₂O₄', *Thermochimica Acta*, v.448, (2006) 59.

- [18] Qinghua, Z., Zhiwu, P., Shubing, W., Qiang, S., Shaozhe, L., ‘The luminescent properties of Sm^{+2} in strontium tetraborates ($\text{SrB}_4\text{O}_7:\text{Sm}^{+2}$)’, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, v.60, (1999) 515.
- [19] Guo, F., Fu, P., Wang, J., Liu, F., Yang, Z., Wu, Y., ‘Hydrothermal synthesis, characterization and nonlinear optical effect of orthorombik phase $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ’, *Chinese Science Bulletin*, v.45, (2000) 1756.
- [20] TMMOB, ‘Mazıdađı ve Fosfat Gerçeđi Raporu’, Ankara, (2006).
- [21] Zhu, X.J., Liu, Y.X., Geng, L.M., Chen, L.B., ‘Synthesis and performance of lithium vanadium phosphate as cathode materials for lithium ion batteries by a sol-gel method’, *Journal of Power Sources*, v.184, (2008) 578.
- [22] <http://www.kimyaevi.org/elementler/vanadyum/vanadyum.asp>.
- [23] DPT, Sekizinci Beş yıllık Kalkınma Planı, ‘Diđer Metal Madenler Çalışma Grubu Raporu’, Ankara, (2001).
- [24] Denis, S., Baudrin, E., Orsini, F., Ouvrard, G., Toubol, M., Tarascon, J.M., ‘Synthesis and electrochemical properties of numerous classes of vanadates’, *Journal of Power Sources*, v.81, (1999) 79.
- [25] Baba, E.A., Bernede, J.C., Guyomard, D., ‘ $\text{Ni}_2\text{V}_2\text{O}_7$ thin films for negative electrode application of rechargeable microbatteries’, *Elsevier Science*, v.402, (2002) 215.
- [26] Rao, K.J., Vaidhyanathan, B., Ganguli, M. and Ramakrishnan, P.A., ‘Synthesis of Inorganic Solids Using Microwaves’, *Chem. Mater*, v.11, (1999) 882.
- [27] Rao, K.J. and Ramesh, P.D., ‘Use of microwaves for the syntesis and processing of materials’, *Mater. Sci.*, v.18, (1995) 447.
- [28] http://biltek.ieee.metu.edu.tr/www1/arsiv/kis2004/biltek_kis_2004_magnetron.pdf.
- [29] Skoog, D.A., Holler, F.J., Nieman, T.A., ‘Principles of Instrumental Analysis’, ed. Kılıç, E., Köseođlu, F., Yılmaz, H., Harcourt Brace Company, Florida (1998) s.39, 278, 294.
- [30] Kuşlu, S., Çavuş, F., ‘Mikrodalga Enerjisinin Analitik Kimya Sahasında ve Katalizör Hazırlamada Kullanımı’, *Mühendislik Bilimleri Dergisi*, v.14, (2008) 267.
- [31] Toraman, Ö.Y., Depçi, T., ‘Kömürde Mikrodalga ile Önişlem Uygulamaları’, *Madencilik*, v.46, (2007) 43.
- [32] <http://www.aof.anadolu.edu.tr/kitap/EHSM/1221/unite10.pdf>.

- [33] http://www.wwnorton.com/college/chemistry/gilbert/tutorials/interface.asp?chapter=chapter_10&folder=xray_diffraction.
- [34] Tekin, B., Guler, H., 'Synthesis and crystal structure of dicobalt nickel orthoborate, $\text{Co}_2\text{Ni}(\text{BO}_3)_2$ ', *Materials Chemistry and Physics*, v.108, (2008) 88.
- [35] Nakamoto, K., 'Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds', A. Willey- Interscience Publication, John Wiley and Sons, New York, (1986) s.112.
- [36] Baykal, A., Kızılyallı, M., Gözel, G., Kniep, R., *Cryst. Res. Technol.*, v.35, (2000) 247.
- [37] Gözel, G., Baykal, A., Kızılyallı, M., Kniep, R., *J. European Ceramic Society*, v.18, (1998) 2241.
- [38] Khan, M. I., Hope, T. And Tabassum, S., 'Synthesis, reactivity, x-ray structure and thermal study of the mixed-metal oxide hydrate $[\text{Mn}(\text{H}_2\text{O})_2\text{V}_2\text{O}_6]$ ', *Solid State Sciences*, v.1, (1999)163.
- [39] Xiao, D., Wang, S., Hou, Y., Wang, E., Li, Y., An, H., Xu, L., Hu, C., 'Hydrothermal synthesis and crystal structure of a new layered titanium vanadate decorated with organonitrogen ligand: $[\text{Ti}(2,2\text{-bpy})\text{V}_2\text{O}_7]$ ', *Journal of Molecular Structure*, v.692, (2004) 107.
- [40] Boudin, S., Chardon, J., Daturi, M. and Raveau, B., 'A Novel Phosphovanadate of Co(III) Hexammine: $\text{Co}(\text{NH}_3)_6(\text{V}_{1,5}\text{P}_{0,5})\text{O}_6\text{OH}$ ', *Journal of Solid State Chemistry*, v.159, (2001) 239.
- [41] Tekin, B., Bazı Metal İçeren Boratlı, Fosfatlı ve Borfosfatlı Bileşiklerin Sentezi ve Yapısal Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir (2007).
- [42] Baykal, A., Kızılyallı, M., *J. Mater. Science*, v.35, (2000) 4621.
- [43] Gözel, G., Kızılyallı, M., Kniep, R., *J.Solid State Chem.*, v.129, (1997) 196.
- [44] Li, H., Lin, H., Chen, W., Luo, L., 'IR and Raman investigation on the structure of $(100-x)[0.33\text{B}_2\text{O}_3-0.67\text{ZnO}]-x\text{V}_2\text{O}_5$ glasses', *Journal of Non-Crystalline Solids*, v.352, (2006) 3069.
- [45] Viswanatha, R., Reddy, M.V.S., Reddy, C.N., Chakradhar, R.P.S., 'Infrared and MAS NMR studies of potassium borovanadate glasses', *Journal of Molecular Structure*, v.889, (2008) 197.