

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



**BAZI ÇİFT METALLER İÇEREN OKSİT VE VANADAT
BİLEŞİKLERİNİN SENTEZLENMESİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ŞEYMA SOMUNKIRANOĞLU

BALIKESİR, MART - 2014

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



BAZI ÇİFT METALLER İÇEREN OKSİT VE VANADAT
BİLEŞİKLERİNİN SENTEZLENMESİ VE
KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ŞEYMA SOMUNKIRANOĞLU

BALIKESİR, MART - 2014

KABUL VE ONAY SAYFASI

ŞEYMA SOMUNKIRANOĞLU tarafından hazırlanan “BAZI ÇİFT METALLER İÇEREN OKSİT VE VANADAT BİLEŞİKLERİNİN SENTEZLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 26.02.2014 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman
Doç. Dr. Figen KURTULUŞ

Üye
Prof. Dr. Halil GÜLER

Üye
Yrd. Doç. Dr. Züriye GÜNDÜZ


.....

.....

.....

Jüri üyeleri tarafından kabul edilmiş olan bu tez BAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca onanmıştır.

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Cihan ÖZGÜR

.....

ÖZET

**BAZI ÇİFT METALLER İÇEREN OKSİT VE VANADAT BİLEŞİKLERİNİN
SENTEZLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU
YÜKSEK LİSANS TEZİ
ŞEYMA SOMUNKIRANOĞLU
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI**

(TEZ DANIŞMANI: DOÇ. DR. FİGEN KURTULUŞ)

BALIKESİR, MART - 2014

Bu çalışmada bazı çift metaller içeren oksit ve vanadat bileşikleri katı-hal kimyasal reaksiyonları kullanılarak sentezlenmiştir. Elde edilen ürünler X-Işınları Kırınımı (X-Ray Diffraction, XRD) ve Fourier Geçişli Kızılötesi Spektroskopi (Fourier Transform Infrared, FT-IR) ile karakterize edilmiştir.

Mikrodalga enerji yönteminde, 800 watt gücünde, 10 dakika süreyle, hidrotermal yöntemde 180 °C' de üç gün süreyle çalışılmıştır. Yüksek sıcaklık katı hal yöntemiyle gerçekleştirilen reaksiyonlarda ise 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C olmak üzere farklı sıcaklık parametrelerinde çalışılmıştır. Mikrodalga sentez yöntemiyle gerçekleştirilen katı-hal kimyasal tepkimelerle; MgTi₂O₅ (ICSD 157256), Mg_{0.01}V₂O₅ (ICSD 82150), Mg_{0.1551}V_{1.8966}O₃ (ICSD 51171) bileşikleri ilk kez bu çalışmada literatürden farklı saf olarak, Li_{0.5}TiO₂ (ICDD 77-1387)-Li₂TiO₃ (ICDD 33-0831), CaTiO₃ (ICSD 31865)-TiO₂ (ICDD 84-1770), Li₂V₆O₁₃ (ICDD 87-0471)-V₂O₅ (ICDD 89-2482), Na₅V₃O₁₀ (ICDD 50-0024)-V₂O₅ (ICDD 89-2482), Mg_{0.01}V₂O₅ (ICDD 89-0610)-V₂O₅ (ICDD 89-2482), Ca₂V₆O₁₇ (ICDD 28-0250) - V₂O₅ (ICDD 09-0387), CaV₂O₅ (ICDD 30-0286)-V₂O₅ (ICDD 09-0387), β-NaFeO₂ (ICSD 76-0243)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8104), Ca₂Fe₂O₅ (ICDD 88-989)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8104), Ca₂Fe₂O₅ (ICSD 27111)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8104) bileşikleri çift faz olarak mikrodalga sentez yöntemiyle sentezlenmiştir. LiV₂O₅ (ICDD 89-8318) bileşiği ilk kez bu çalışmada literatürden farklı olarak, Mg_{0.01}V₂O₅ (ICDD 89-0610)-β-Mg_{1.9}V₃O₈ (ICDD 23-1232), Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O₃ (ICDD 89-3084)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8103), CaFe₂O₄ (ICDD 65-1333)- Fe₂O₃ (ICDD 89-8103) bileşikleri çift faz olarak hidrotermal yöntemle sentezlenmiştir.

ANAHTAR KELİMELER: Katı-hal yöntemi, mikrodalga sentez yöntemi, hidrotermal yöntem, metal vanadatlar, metal oksitler, X-ışınları toz kırınımı

ABSTRACT

THE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF VANADATE AND OXIDE TYPES OF COMPOUNDS CONTAINING SOME DOUBLE METALS

MSC THESIS

ŞEYMA SOMUNKIRANOĞLU

BALIKESİR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

CHEMISTRY

(SUPERVISOR: ASSOC. PROF. DR. FİGEN KURTULUŞ)

BALIKESİR, MARCH 2014

In this study, oxides and vanadates containing double metals have been tried to synthesized using solid-state reactions. The products are characterized by X-ray Diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopy.

The compounds synthesized by microwave method. These syntheses were carried out 800 watt source for 10 minutes. The hydrothermal methods were placed at oven 3 days at 180 °C. In high temperature solid state reaction according to the methods and 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C has been studied in parameters including different temperatures.

MgTi₂O₅ (ICSD 157256), Mg_{0.01}V₂O₅ (ICSD 82150), Mg_{0.1551}V_{1.8966}O₃ (ICSD 51171) as pure compounds of the literature different from the first time it was synthesized; Li_{0.5}TiO₂ (ICDD 77-1387)-Li₂TiO₃ (ICDD 33-0831), CaTiO₃ (ICSD 31865)-TiO₂ (ICDD 84-1770), Li₂V₆O₁₃ (ICDD 87-0471)-V₂O₅ (ICDD 89-2482), Na₅V₃O₁₀ (ICDD 50-0024)-V₂O₅ (ICDD 89-2482), Mg_{0.01}V₂O₅ (ICDD 89-0610)-V₂O₅ (ICDD 89-2482), Ca₂V₆O₁₇ (ICDD 28-0250)-V₂O₅ (ICDD 09-0387), CaV₂O₅ (ICDD 30-0286)-V₂O₅ (ICDD 09-0387), β-NaFeO₂ (ICSD 76-0243)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8104), Ca₂Fe₂O₅ (ICDD 88-989)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8104), Ca₂Fe₂O₅ (ICSD 27111)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8104) compounds, in dual phase synthesized by microwave synthesis method. LiV₂O₅ (ICDD 89-8318) was synthesized the first time in this study using different route from literature, Mg_{0.01}V₂O₅ (ICDD 89-0610)-β-Mg_{1.9}V₃O₈ (ICDD 23-1232), Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O₃ (ICDD 89-3084)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8103), CaFe₂O₄ (ICDD 65-1333)-Fe₂O₃ (ICDD 89-8103) were synthesized by hydrothermal method.

KEYWORDS: Solid-state method, microwave synthesis technique, hydrothermal method, metal vanadates, metal oxides, X-ray powder diffraction

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	v
TABLO LİSTESİ	vii
KISALTMALAR LİSTESİ	x
ÖNSÖZ	xi
1. GİRİŞ	1
1.1 Vanadyum Elementi Ve Özellikleri	1
1.2 Vanadyumun Reaksiyonları	2
1.2.1 Hava ile Reaksiyonları	2
1.2.2 Su ile Reaksiyonu	3
1.2.3 Halojenler ile Reaksiyonu	3
1.2.4 Baz ile Reaksiyonu	3
1.3 Vanadyumun Kullanım Alanları	3
1.4 Oksitler ve Özellikleri	4
1.5 Mikrodalga Enerjiyle Sentez	9
1.5.1 Malzemelerin Mikrodalga ile Etkileşimi	12
1.6 Hidrotermal Sentez Yöntemi	14
1.7 Yüksek Sıcaklık Katı Hal Sentezi	17
1.8 X-Işınlari Kırınımı ve Teorisi	18
1.8.1 X-Işınlariinin Genel Özellikleri	19
1.8.2 X-Işınlariinin Kullanım Alanları	19
1.8.3 Bragg Yasası	20
1.8.4 X-Işınlariinin Üretilmesi	20
1.9 Çalışmanın Amacı	21
2. MATERYAL VE YÖNTEM	22
2.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler	22
2.2 Kullanılan Cihazlar	22
2.3 Yöntem	22
2.3.1 Katı Hal Yöntemi	22
2.3.2 Mikrodalga Enerji Tekniği	23
2.3.3 Hidrotermal Yöntem	23
3. BULGULAR	24
3.1 Katı Hal Sentez Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneyler	24
3.1.1 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler	24
3.1.2 M^+ (Li^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler	27
3.1.3 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler	29
3.2 Mikrodalga Enerji Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneyler	32
3.2.1 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler	32
3.2.2 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler	33

3.2.3	M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler	34
3.3	Hidrotermal Yöntem Kullanılarak Yapılan Deneyler	35
3.3.1	M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler	35
3.3.2	M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler	35
3.3.3	M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler	36
3.4	Katı-Hal Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneylerin Sonuçları	36
3.4.1	M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler	36
3.4.2	M^+ (Li^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler	66
3.4.3	M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler	86
3.5	Mikrodalga Sentez Yöntemiyle Yapılan Deneyler	117
3.5.1	M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler	117
3.5.2	M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler	125
3.5.3	M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler	139
3.6	Hidrotermal Yöntem Kullanılarak Yapılan Deneyler	151
3.6.1	M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler	151
3.6.2	M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler	152
3.6.3	M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler	159
4.	SONUÇ VE ÖNERİLER	165
5.	KAYNAKLAR	167

ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 1.1: Elektromanyetik spektrum	10
Şekil 1.2: Malzemelerin mikrodalga ile etkileşimi	13
Şekil 1.3: Paslanmaz çelik teflon otoklav	15
Şekil 3.1: KF-1, KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerine ait X-Işınları toz kırınım desenleri	37
Şekil 3.2: KF-1, KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	41
Şekil 3.3: KF-5 ve KF-6 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	42
Şekil 3.4: KF-5 ve KF-6 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	45
Şekil 3.5: KF-7, KF-8 ve KF-9 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	46
Şekil 3.6: KF-7, KF-8 ve KF-9 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	47
Şekil 3.7: KF-10, KF-11, KF-12, KF-13 ve KF-14 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	49
Şekil 3.8: KF-10, KF-11, KF-12, KF-13 ve KF-14 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	54
Şekil 3.9: KF-15, KF-16, KF-17 ve KF-18 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	55
Şekil 3.10: KF-15, KF-16, KF-17 ve KF-18 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	59
Şekil 3.11: KF-19, KF-20, KF-21, KF-22 ve KF-23 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	60
Şekil 3.12: KF-19, KF-20, KF-21, KF-22 ve KF-23 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	66
Şekil 3.13: KF-24, KF-25 ve KF-26 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	67
Şekil 3.14: KF-24, KF-25 ve KF-26 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	71
Şekil 3.15: KF-27, KF-28 ve KF-29 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	72
Şekil 3.16: KF-27, KF-28 ve KF-29 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	76
Şekil 3.17: KF-30, KF-31, KF-32 ve KF-33 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	77
Şekil 3.18: KF-30, KF-31, KF-32 ve KF-33 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	81
Şekil 3.19: KF-34, KF-35 ve KF-36 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	82
Şekil 3.20: KF-34, KF-35 ve KF-36 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	86
Şekil 3.21: KF-37, KF-38, KF-39 ve KF-40 Deneylerine Ait X-Işınları Toz Kırınım Desenleri	87
Şekil 3.22: KF-37, KF-38, KF-39 ve KF-40 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	90
Şekil 3.23: KF-41, KF-42 ve KF-43 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	91
Şekil 3.24: KF-41, KF-42 ve KF-43 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	95
Şekil 3.25: KF-44, KF-45 ve KF-46 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	96
Şekil 3.26: KF-44, KF-45 ve KF-46 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	99
Şekil 3.27: KF-47, KF-48, KF-49, KF-50 ve KF-51 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	100
Şekil 3.28: KF-47, KF-48, KF-49, KF-50 ve KF-51 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	105
Şekil 3.29: KF-52, KF-53, KF-54, KF-55 ve KF-56 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	106

Şekil 3.30: KF-52, KF-53, KF-54, KF-55 ve KF-56 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	112
Şekil 3.31: KF-57, KF-58 ve KF-59 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	112
Şekil 3.32: KF-57, KF-58 ve KF-59 deneylerine ait X-ışınları FT-IR spektrumları ve verileri	117
Şekil 3.33: MD-1 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	118
Şekil 3.34: MD-1 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	120
Şekil 3.35: MD-2 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	120
Şekil 3.36: MD-3 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	121
Şekil 3.37: MD-4 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	121
Şekil 3.38: MD-4 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	123
Şekil 3.39: MD-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	123
Şekil 3.40: MD-5 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	125
Şekil 3.41: MD-6 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	126
Şekil 3.42: MD-6 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	128
Şekil 3.43: MD-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	128
Şekil 3.44: MD-7 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	130
Şekil 3.45: MD-8 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	130
Şekil 3.46: MD-9 Deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	131
Şekil 3.47: MD-9 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	133
Şekil 3.48: MD-10 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	134
Şekil 3.49: MD-10 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	135
Şekil 3.50: MD-11 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	135
Şekil 3.51: MD-11 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	137
Şekil 3.52: MD-12 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	137
Şekil 3.53: MD-12 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	139
Şekil 3.54: MD-13 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	140
Şekil 3.55: MD-14 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	140
Şekil 3.56: MD-14 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	142
Şekil 3.57: MD-15 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	142
Şekil 3.58: MD-16 ve MD-17 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	143
Şekil 3.59: MD-16 ve MD-17 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri	146
Şekil 3.60: MD-18 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	147
Şekil 3.61: MD-18 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	148
Şekil 3.62: MD-19 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	149
Şekil 3.63: MD-19 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	150
Şekil 3.64: HT-1, HT-2 ve HT-3 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	151
Şekil 3.65: HT-4 deneyine ait X-ışınları toz kırınım desenleri	152
Şekil 3.66: HT-4 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	154
Şekil 3.67: HT-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	155
Şekil 3.68: HT-5 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	158
Şekil 3.69: HT-6 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	158
Şekil 3.70: HT-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	159
Şekil 3.71: HT-8 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	160
Şekil 3.72: HT-8 Deneyine Ait FT-IR Spektrumu ve Verileri	161
Şekil 3.73: HT-9 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni	162
Şekil 3.74: HT-9 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri	164

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1: X ₂ O ve XO tipleri	6
Tablo 1.2: Spinel yapılar	8
Tablo 3.1: Li ⁺ / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	24
Tablo 3.2: Na ⁺ / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	24
Tablo 3.3: K ⁺ / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	25
Tablo 3.4: Mg ⁺² / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	25
Tablo 3.5: Ca ⁺² / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	26
Tablo 3.6: Li ⁺ / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	27
Tablo 3.7: K ⁺ / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	27
Tablo 3.8: Mg ⁺² / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	28
Tablo 3.9: Ca ⁺² / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	28
Tablo 3.10: Li ⁺ / Fe ₂ O ₃ sisteminde yapılan deneyler	29
Tablo 3.11: Na ⁺ / Fe ₂ O ₃ sisteminde yapılan deneyler	29
Tablo 3.12: K ⁺ / Fe ₂ O ₃ sisteminde yapılan deneyler	30
Tablo 3.13: Mg ⁺² / Fe ₂ O ₃ sisteminde yapılan deneyler	30
Tablo 3.14: Ca ⁺² / Fe ₂ O ₃ sisteminde yapılan deneyler	31
Tablo 3.15: M ⁺ (Li ⁺ , Na ⁺ , K ⁺); M ⁺² (Mg ⁺² , Ca ⁺²) / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	32
Tablo 3.16: M ⁺ (Li ⁺ , Na ⁺ , K ⁺); M ⁺² (Mg ⁺² , Ca ⁺²) / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	33
Tablo 3.17: M ⁺ (Li ⁺ , Na ⁺ , K ⁺); M ⁺² (Mg ⁺² , Ca ⁺²) / Fe ₂ O ₃ sisteminde yapılan deneyler	34
Tablo 3.18: M ⁺ (Li ⁺ , Na ⁺ , K ⁺); M ⁺² (Mg ⁺² , Ca ⁺²) / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	35
Tablo 3.19: M ⁺ (Li ⁺); M ⁺² (Mg ⁺² , Ca ⁺²) / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	35
Tablo 3.20: M ⁺ (Li ⁺); M ⁺² (Mg ⁺² , Ca ⁺²) / Fe ₂ O ₃ sisteminde yapılan deneyler	36
Tablo 3.21: Li ⁺ / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	36
Tablo 3.22: KF-1 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	38
Tablo 3.23: KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	39
Tablo 3.24: Na ⁺ / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	41
Tablo 3.25: KF-5 ve KF-6 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	43
Tablo 3.26: K ⁺ / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	45
Tablo 3.27: KF-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	46
Tablo 3.28: Mg ⁺² / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	48
Tablo 3.29: KF-10, KF-11 ve KF-12 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	50
Tablo 3.30: KF-13 ve KF-14 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	52
Tablo 3.31: Ca ⁺² / TiO ₂ sisteminde yapılan deneyler	54
Tablo 3.32: KF-15 ve KF-16 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	56
Tablo 3.33: KF-17 ve KF-18 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	58
Tablo 3.34: KF-19 ve KF-20 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	61
Tablo 3.35: KF-21 ve KF-22 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	63
Tablo 3.36: KF-23 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	65
Tablo 3.37: Li ⁺ / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	66
Tablo 3.38: KF-24 ve KF-25 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	68
Tablo 3.39: KF-26 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	70
Tablo 3.40: K ⁺ / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	71
Tablo 3.41: KF-27 ve KF-28 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	73
Tablo 3.42: KF-29 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	75
Tablo 3.43: Mg ⁺² / V ₂ O ₅ sisteminde yapılan deneyler	76

Tablo 3.44: KF-30 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	78
Tablo 3.45: KF-31 ve KF-32 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	79
Tablo 3.46: Ca^{+2} / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler	81
Tablo 3.47: KF-34 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	83
Tablo 3.48: KF-35 ve KF-36 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	84
Tablo 3.49: Li^+ / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler	86
Tablo 3.50: KF-37 ve KF-38 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	88
Tablo 3.51: KF-39 ve KF-40 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	89
Tablo 3.52: Na^+ / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler	90
Tablo 3.53: KF-41 ve KF-42 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	92
Tablo 3.54: KF-43 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	94
Tablo 3.55: K^+ / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler	95
Tablo 3.56: KF-45 ve KF-46 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	97
Tablo 3.57: Mg^{+2} / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler	99
Tablo 3.58: KF-47, KF-48 ve KF-49 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	101
Tablo 3.59: KF-50 ve KF-51 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	103
Tablo 3.60: Ca^{+2} / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler	105
Tablo 3.61: KF-52 ve KF-53 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	107
Tablo 3.62: KF-54 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	109
Tablo 3.63: KF-55 ve KF-56 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	110
Tablo 3.64: KF-57 ve KF-58 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	114
Tablo 3.65: KF-59 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	116
Tablo 3.66: $M^+ (Li^+, Na^+, K^+); M^{+2} (Mg^{+2}, Ca^{+2}) / TiO_2$ Sisteminde Yapılan Deneyler	117
Tablo 3.67: MD-1 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	118
Tablo 3.68: MD-1 deneyine ait IR spectrum verileri	120
Tablo 3.69: MD-4 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	122
Tablo 3.70: MD-4 deneyine ait IR spectrum verileri	123
Tablo 3.71: MD-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	124
Tablo 3.72: MD-5 deneyine ait IR spektrum verileri	125
Tablo 3.73: $M^+ (Li^+, Na^+, K^+); M^{+2} (Mg^{+2}, Ca^{+2}) / V_2O_5$ sisteminde yapılan deneyler	125
Tablo 3.74: MD-6 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	127
Tablo 3.75: MD-6 deneyine ait IR spektrum verileri	128
Tablo 3.76: MD-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	129
Tablo 3.77: MD-7 deneyine ait IR spektrum verileri	130
Tablo 3.78: MD-9 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	131
Tablo 3.79: MD-9 deneyine ait IR spektrum verileri	133
Tablo 3.80: MD-10 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	134
Tablo 3.81: MD-10 deneyine ait IR spektrumları	135
Tablo 3.82: MD-11 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	136
Tablo 3.83: MD-11 deneyine ait IR spektrumları	137
Tablo 3.84: MD-12 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	138
Tablo 3.85: MD-12 deneyine ait IR spektrum verileri	139
Tablo 3.86: $M^+ (Li^+, Na^+, K^+); M^{+2} (Mg^{+2}, Ca^{+2}) / Fe_2O_3$ sisteminde yapılan deneyler	139
Tablo 3.87: MD-14 deneyine ait x-ışınları toz kırınım verileri	141
Tablo 3.88: MD-14 deneyine ait IR spektrum verileri	142
Tablo 3.89: MD-16 ve MD-17 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri	144
Tablo 3.90: MD-16 ve MD-17 deneylerine ait IR spektrum verileri	146
Tablo 3.91: MD-18 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	147
Tablo 3.92: MD-18 deneyine ait IR spectrum verileri	148

Tablo 3.93: MD-19 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	149
Tablo 3.94: MD-19 deneyine ait IR spektrum verileri	150
Tablo 3.95: M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler	151
Tablo 3.96: M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler	152
Tablo 3.97: HT-4 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	153
Tablo 3.98: HT-4 deneyine ait IR spektrum verileri	154
Tablo 3.99: HT-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	156
Tablo 3.100: HT-5 deneyine ait IR spektrum verileri	158
Tablo 3.101: M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler	159
Tablo 3.102: HT-8 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	160
Tablo 3.103: HT-8 deneyine ait IR spektrum verileri	161
Tablo 3.104: HT-9 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri	162
Tablo 3.105: HT-9 deneyine ait IR spektrum verileri	164

KISALTMALAR LİSTESİ

XRD	:	X-ışınları toz kırınımı
FT-IR	:	Fourier transform infrared spektrometresi
ICDD	:	International centre for diffraction data
ICSD	:	Inorganic crystal structure database
KF	:	Kül fırını deneyi
MD	:	Mikrodalga fırın deneyi
HT	:	Hidrotermal deney

ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim boyunca bilgisini, deneyimini ve desteğini hiçbir zaman benden esirgemeyen, tecrübelerinden yararlanırken göstermiş olduğu hoşgörü ve sabırdan dolayı çok değerli hocam Doç. Dr. Figen KURTULUŞ' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bilgi ve deneyimleriyle bana yol gösteren Prof. Dr. Halil GÜLER hocama çok teşekkür ederim.

Karşılaştığım sorunları aşmamda yardımlarını benden esirgemeyen, sabır ve özveri göstererek yanımda olan çok kıymetli arkadaşım Gülşah ÇELİK' e çok teşekkür ederim.

Beni hiçbir zaman yalnız bırakmayan, hiç bir zaman desteğini eksik etmeyen ve birçok şeyi borçlu olduğum Duygu OMAK, Selin ÖZDEMİR, Burcu BIYIKLI ve Murat KOLUMAN' a çok teşekkür ederim.

Her zaman yanımda olan ve hayatımda çok önemli yerleri olan canım arkadaşlarım Elif TEZBAŞARAN ve Neslihan TEZBAŞARAN' a, X-ışınları toz kırımını çekimlerinin alınmasında, yardımını benden hiç esirgemeyen değerli arkadaşım Devran UYSAL' a çok teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışma arkadaşım Burçin ORHAN' a yardımlarından dolayı teşekkür ederim.

Her zaman manevi desteğini hissettiğim abim Mevlüt ALNIAÇIK' a çok teşekkür ederim.

Bu araştırmaya maddi olarak sağlayan Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi' ne teşekkür ederim.

Benim bugünlere gelmemi sağlayan, maddi ve manevi olarak her zaman yanımda olan canım annem ve babama teşekkürü bir borç bilirim.

1. GİRİŞ

1.1 Vanadyum Elementi Ve Özellikleri

Çelik parlaklığında, gri renkte olan Vanadyum metali ilk olarak 1801 yılında Andres Manuel del Rio tarafından keşfedilmiştir [1]. Atom numarası 23, atom ağırlığı 50.95 g/mol ve özgül ağırlığı 6.1 g/cm³ tür. 1710 °C' de erir ve 3000 °C' de kaynar. Elektron düzeni [Ar] 3d³4s² şeklinde olup, bileşiklerinde 2+, 3+, 4+ ve 5+ değerliklerini alabilmektedir. Metalik vanadyum havada kararlıdır ve seyreltik asit veya bazların çoğundan etkilenmez. Saf vanadyum metali soğukta işlenebilecek yumuşaklıktadır, işlendiğinde de gerilme direnci artar ve az miktardaki oksijen, azot veya karbon varlığında metal oldukça sertleşir [2]. Vanadyum 5. grup geçiş elementlerine dahil olup, bitki ve hayvan aleminde oldukça yaygın olan bir elementtir [3].

Bazı vanadyum mineralleri şunlardır: Vanadinit-Pb₅(VO)₄Cl, patronit-VS₄, deselemite-Pb(Zn,Cu).VO₄OH, karnotit-KCa₂(UO₄)(VO₄) ve kosceelit (Vanadyum ihtiva eden muskovit olarak da bilinir) [4].

Birkaç bileşiğinin önemli olduğu bilinen vanadyum dünya üzerinde oldukça yaygın olan bir eser elementtir. Gıdalar düşük vanadyum konsantrasyonları (1 mg / g altında) içerir. Vanadyum solunum yoluyla, gastrointestinal kanal ve cilt ile organizmaya girer ve özellikle karaciğer, böbrek ve kemik gibi belli organlarda depolanır.

Vanadyum insan ve hayvanlarda temel eser elementlerden biri olarak kabul edilir. Biyolojik sistemlerde vanadyum daha çok vanadat (+5) ve vanadil (+4) formunda bulunmaktadır. Yaklaşık %90'ı proteinlere (özellikle transferrine) bağlıdır [5]. Vanadyumun, biyokimyasal ve fizyolojik işlevleri çok çeşitlidir. Vanadyum kompleksleri katalitik organik kimya için de yayınlanan son çalışmalara göre, canlı organizmalarda önemli rol oynar. Bunların arasında en dikkat çekici olanı, insüline alternatif olarak, ona benzer şekilde antidiyabetik etkiye sahip olmasıdır [6]. Birkaç

doku içinde vanadatın çok sayıda etkisi tanımlanmaktadır ve fosforil transferi reaksiyonları içinde enzim aktivitesindeki değişikliklere dayandırılmaktadır. Vanadatın, aynı zamanda belirli sinyal iletim mekanizmalarını aktive ettiği gösterilmiştir [3]. Buna ek olarak vanadat enzimlerinin doğada bulunan iki sınıfı vanadyum/nitrojenler ve vanadat bağımlı haloperoksidazlar, vanadyumun insülin benzeri etki ve antikanser aktivitesi araştırmalarında önemli olmaktadır [7].

Vanadyum vücudun çeşitli doku bölümlerinde değişen miktarlarda mevcuttur. Vanadyum halkalı solucanlarda, deniz üzümlerinde ve bazı mantarlarda yüksek konsantrasyonlarda bulunmaktadır. En yüksek konsantrasyonları, karaciğer, böbrek ve kemikte görülür [7,8].

Ayrıca şimdiye kadar sentezlenmiş çeşitli vanadyum bileşikleri daha iyi tolerans, daha güçlü etki, daha iyi seçicilik ve kanser tedavisinde daha az toksiklik göstermektedir. Vanadyum bileşiklerinin antikanserojen etkilerini, kimyasal ve biyokimyasal özellikleri belirlemektedir [9].

Koordinasyon kimyası alanında donör atomlarının hızlı değişiminden dolayı vanadyum kompleksleri kararsızdır. Peroksitler ve birçok dişli ligand varlığında vanadyum (V), kristal perokso-heteroligand kompleksler oluşturur [9].

1.2 Vanadyumun Reaksiyonları

1.2.1 Hava ile Reaksiyonları

Vanadyum metali normal sıcaklıklarda havadan etkilenmez. Isıtmaya bağlı olarak oksijen ile reaksiyon verir [10].

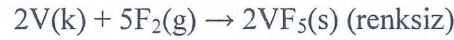


1.2.2 Su ile Reaksiyonu

Vanadyum metalinin yüzeyi ince bir tabaka halinde oksit ile kaplandığı için normal koşullar altında su ile reaksiyon vermez [10].

1.2.3 Halojenler ile Reaksiyonu

Vanadyum metalinin flor ile gerçekleştirdiği reaksiyon aşağıdaki gibidir [10].



1.2.4 Baz ile Reaksiyonu

Vanadyum metali alkali çözeltilerine karşı dirençlidir. Bu yüzden reaksiyon vermez [10].

1.3 Vanadyumun Kullanım Alanları

Vanadyum üretiminin % 90'dan fazlası demir ve çelik alaşımlarında kullanılır. Yapı çelikleri % 0,03-0,2 arasında vanadyum ihtiva ederler. Bu az orandaki vanadyum ilavesi çeliklerin mekanik özelliklerini iyileştirir. Nitekim vanadyum çelikleri özel yerlerde mesela lokomotif konstrüksiyonlarında, uçak motorlarının parçalarında, yay ve dişlilerde vs. kullanılır. % 4 kadar vanadyum ihtiva eden çelikler, alet çelikleridir. Bunların sertlik, dayanıklılık ve sağlamlıkları yüksektir. Kimya endüstrisinde vanadyum bileşikleri katalizör olarak kullanılırlar. Mesela naftalinin oksidasyonla ftalitik anhidrite dönüştürülmesinde ve benzer reaksiyonlarda, keza amonyağın nitrik aside oksitlenmesinde kullanılır. V_2O_5 bileşiği sülfat asidi üretiminde kükürt dioksitten kükürt trioksit elde edilmesinde katalizör olarak geniş çapta kullanılır. Vanadyum tuzları fotoğrafçılıkta, seramiklerde bir boya olarak, cam sanayiinde renk verici ve ultraviyole ışınlarının geçişini engelleyici olarak kullanılırlar. Mürekkep yapımında kullanılan az miktardaki vanadyum bileşikleri mürekkebe çabuk kuruma özelliği verirler [2]. Vanadyumun en fazla kullanıldığı alan çelik endüstrisidir. Otomobil endüstrisi, uzay araçları ve uçak

sanayinde titanyumlu alaşımlarla birlikte kullanılır. Ayrıca maleik anhidrit ve sülfirikasit üretiminde katalizör olarak, seramik sanayinde, boya üretiminde kullanılır. Vanadyum alaşımları; karbon ve manganlı diğer alaşımların paslanmaya karşı direncini arttırdığı için özel boru (denizaltı) yapımında kullanılır. Ayrıca vanadyum-galyum alaşımı; süper iletken mıknatısların yapımında kullanılır. Vanadyumun gelişen son kullanım alanları ise; gözlük camlarının, sanayi ve büyük bina camlarının ultraviyole ışınlarla karşı filtrasyonu ile A vitamini tabletlerin yapımı (katalizör) olarak sayılabilir [11].

1.4 Oksitler ve Özellikleri

Oksit, içeriğinde en az bir adet oksijen atomu ve en az bir adet başka element içeren bileşiklere verilen genel isimdir [12].

Lavoisier'in geliştirdiği kimyasal adlandırma kurallarına göre oksijenle birleşen elementin adından sonra oksit ifadesi eklenir. CuO =Bakır oksit gibi... Ancak bazı istisnalar söz konusu olabilir, örneğin OH^- iyonunun adı hidroksildir, ancak OH^- iyonu başka bir elementle birleşirken hidroksit (hidrojen oksit) adını alır. $NaOH$ =Sodyum hidroksit gibi... [12].

Metal oksitler genellikle -2 oksidasyon durumunda bir oksijen anyon içerir [13]. Oksijenin pozitif değerlik aldığı OF_2 oksit olarak kabul edilmez [14].

Oksijen bileşiklerinde (-2) yükseltgenme basamağında bulunur. Bazı bileşiklerinde -1 (peroksit) ve -1/2 (süperoksit) halinde olabilir. En çok bilinen peroksit H_2O_2 'dir. Kokusu çok keskindir. Renksiz bir sıvıdır. Işık veya ısı ile kolayca bozulur, renkli şişelerde saklanır. Kuvvetli bir yükseltgendir. Bilinen süperoksit bileşikleri çok azdır. K, Rb, Cs gibi çok aktif metaller süperoksit yapabilir.

Oksijen ile oksitleri vermek için hemen hemen tüm elementler ile bağlar oluştururlar. Soy metaller (altın ve platin gibi) oksijenle doğrudan kimyasal bileşimlere karşı koyarlar ve altın (III) oksit gibi maddeler dolaylı yollardan üretilirler [13]. Sülfür yapılarındaki iyonik, kovalent ve metalik bağların aksine, oksit yapılarındaki bağlar kuvvetli iyonik türdedir [15]. Oksitlerin birçoğu, elementin, hava veya saf oksijenle direkt yakılmasıyla elde edilir. Çinko, alüminyum ve

magnezyum, oksit vererek yanarlar, fakat oda sıcaklığında yüzeylerinde var olan ince bir oksit tabakası, metalin geriye kalan kısmının daha ileri derecede oksitlenmesini önler. Bazı oksitler karşılık gelen hidroksit veya karbonatlarının ısıtılmasıyla elde edilirler [16].

Oksitler göreceli olarak sert, yoğun ve refrakter olan bir grup mineraldir. Bu mineraller magmatik ve metamorfik kayalarda genellikle aksesuar olarak, sedimenter kayalarda ise kırıntılar halinde bulunurlar. Hidroksitlerin sertlikleri ve özgül ağırlıkları daha düşük olup başlıca değişme veya bozuşma ürünleri olarak meydana gelirler [15].

Oksitler, asitler ve bazlar tarafından saldırıya uğrayabilirler. Bu saldırı sadece asitler tarafından gerçekleştiriliyorsa bazik oksit; bu saldırı sadece bazlar tarafından gerçekleştiriliyorsa asidik oksittir. Oksitler hem asitle hem bazla tepkime veriyorsa amfoteriktir. Metaller temel oksitleri oluşturma eğilimindedirler, metal olmayanlar asidik oksit oluşturma eğilimindedir ve amfoter oksitleri, metaller ve metal olmayanlar arasındaki sınıra yakın elementler tarafından oluşturulur [13].

Metallerin oksitleri, M-O-M çapraz bağları ile polimerik yapılar olarak kabul edilir. Bu çapraz bağlar kuvvetli olduğu için, asitler ve bazlar tarafından saldırıya uğramasına rağmen katılar, çözücüde çözünmemeye eğilimindedirler. Formülleri bazen aldaticı bir biçimde basittir. Birçoğu stokiyometrik olmayan bileşiktir. Bu oksitler, oksit ligandın koordinasyon sayısı daha çok elektronegatif elementler için 2 ve çoğu metal için 3-6'dır [13].

Metal oksitler genellikle katı bileşikler olup, bazik çözeltiler verirler. Ametalik oksitler genellikle gaz halinde olup, su ile asitleri meydana getirirler. Birçok metal, oksidinden, indergeme ile elde edilebilir [16]. Çoğu metal oksitlerin polimerik olmasına rağmen, bazı oksitler molekülerdir. En ünlü moleküler oksitler karbondioksit ve karbonmonoksittir. Fosfor pentaoksit, daha karışık moleküler oksittir ve formülü P_4O_{10} 'dur. Isıtıldığında depolimerize molekül veren bazı polimerik oksitlere örnek olarak; selenyum dioksit ve sülfür trioksit verilebilir. Tetraoksitler nadirdir ve sadece bilinen beş örnekleri vardır: rutenyum tetraoksit, osmiyum tetraoksit, hassiyum tetraoksit, iridyum tetraoksit ve ksenon tetraoksit [13].

Oksit mineralleri, oksijenin bir veya birden fazla metal ile bağlandığı doğal bileşikleridir. Tek metalli oksitlerde oksijen ve metal iyonları, X : O oranları (metal oksijene oranı) farklı olan X_2O , XO , X_2O_3 gibi çeşitli tipler gösterirler. Çok metalli oksitlerde (XY_2O_4) birbirleri ile eşdeğer olmayan iki metal atom konumu (A ve B) vardır [15].

Tablo 1.1: X_2O ve XO tipleri

X_2O ve XO tipleri		XY_2O_4 tipi Spinel Grubu		X_2O_3 tipi Hematit Grubu	
Kuprit	Cu_2O	Spinel	$MgAl_2O_4$	Korund	Al_2O_3
Zinkit	ZnO	Gahnit	$ZnAl_2O_4$	Hematit	Fe_2O_3
		Magnetit	Fe_3O_4	İlmenit	$FeTiO_3$
		Franklinit	(Zn,Fe,Mn)- $(Fe,Mn)_2O_4$		
		Kromit	$FeCr_2O_4$		
		Krizoberil	$BeAl_2O_4$		
		Kolumbit	(Fe,Mn)- $(Nb,Ta)_2O_6$		

Kuprit'in yapısında oksijen atomları, tetraedral grupların köşelerinde ve merkezinde yer alırlar. Bakır atomları ise tetraedral grupların içinde ve oksijenlerin arasında bulunurlar [15].

Hematit grubunun yapısı, hegzagonal en yakın paketlenme gösteren oksijenler ve bunların arasında yer alan ve oksijenler ile oktahedral koordinasyon yapan katyonlardan meydana gelir. Bu yapının bazal projeksiyonundan görüldüğü gibi Fe^{3+} veya Al^{3+} , oktahedral yerlerin sadece 2/3'ünü doldurmuştur. Geriye kalan oktahedrallerin 1/3'ünün merkezleri ise boştur [15].

Periklas (MgO), $NaCl$ ile hemen hemen aynı yapıdadır. Altılı koordinasyon halindeki Mg ile O arasındaki altı $Mg-O$ bağından her birinin e.v.'ı 1/3'tür. Üst üste gelen katlar arasındaki her oksijen altı $Mg-O$ oktahedrali tarafından ortak olarak kullanılır. Bu durumda her oksijenden altı bağ çıkar ve bunların da e.v.'ı 1/3'e eşittir.

Hematit grubu yapısında ise her oksijen dört Al–O (veya Fe–O) oktahedralini bağlar. Bu nedenle periklas tipindeki yapıda boş katyon yerleri yoktur [15].

XO₂ tipindeki oksitlerin yapısı iki yapısal tipe ayrılır. Bunlardan rutil yapısında katyonlar oksijenle altılı koordinasyon halindedir. Florit yapısında ise her oksijenin, az veya çok düzenli bir tetrahederin köşelerinde yer alan dört komşu katyonu vardır. Diğer yandan her katyon bir kübün köşelerinde yer alan sekiz oksijen ile çevrilidir [15].

XY₂O₄ genel formülü ile gösterilen spinel grubunda oksijen ağı arasında yer alan katyonlar, oksijen ile tetrahedral ve oktahedral koordinasyonlu poliederler meydana getirirler. Kenar uzunluğu yaklaşık 8 Å olan spinelin birim hücresinde, 32 oktahedral ve 64 tetrahedral yer bulunur. Bunlardan 16 oktahedral ve 8 tetrahedral yer katyonlarla doludur [15].

Spinel grubunun genel kimyasal formülü XY₂O₄ (veya birim hücrede X₈Y₁₆O₃₂) olup X ve Y değişik valanslı çeşitli katyonlardır. Örneğin magnetit'te X = Fe²⁺, Y = Fe³⁺; ulvöspinel'de ise X = Ti⁴⁺, Y = Fe²⁺'dir. "Normal spinel" ve "ters spinel" olmak üzere iki tip spinel yapısı vardır. Normal spinel yapısında X₈Y₁₆O₃₂ genel formülüne uygun olarak X katyonları 8 tetrahedral boşluğu, Y katyonları ise 16 oktahedral boşluğu doldurur. Ters spinel yapısında ise 16 Y katyonundan sekizi, 8 tetrahedral boşluğu doldurur ve sonuçta Y(YX)O₄ formülü ortaya çıkar. Doğal spinellerin çoğu normal ve ters spinel yapı tipleri arasında katyon dağılımı gösterirler [15].

Tablo 1.2: Spinel yapılar

Normal Spinelles		Ters Spinelles	
Spinel	$MgAl^{+3}_2O_4$	Magnetit	$Fe^{+3}(Fe^{+2}Fe^{+3})O_4$
Hersinit	$FeAl^{+3}_2O_4$	Magnezyoferrit	$Fe^{+3}(Mg^{+2}Fe^{+3})O_4$
Gahnit	$ZnAl^{+3}_2O$	Yakobsit	$Fe^{+3}(Mn^{+2}Fe^{+3})O_4$
Galaksit	$MnAl^{+3}_2O_4$	Ulvöspinel	$Fe^{+2}(Fe^{+2}Ti^{+4})O_4$
Franklinit	$ZnFe^{+3}_2O_4$		
Kromit	$Fe^{+2}Cr^{+3}_2O_4$		
Magnezyokromit	$Mg^{+2}Al^{+3}_2O_4$		

Perovskit minerali, 1839 yılında Ural Dağlarında bulunan örneklerde Gustav Rose tarafından keşfedilmiştir ve bu minerale, Rus mineralojist Kont Lev Aleksevich von Perovski'nin adı verilmiştir. Bulunan orjinal bileşik, kalsiyum titanyum oksit (CaTiO₃). Bu isim, daha sonra ABO₃ genel formülüne sahip benzer yapıda oksit gruplarının genel adı haline gelmiştir. Bazı hallerde benzer yapıda olup oksit olmayan yapılara da perovskit adı verilmektedir. Diğer oksit sınıflarına nisbeten perovskit bileşikleri, çok farklı çeşitte elementin kombinasyonu ile üretilebilmektedir. Bunun nedeni, perovskit yapısının hem büyük (A konumu) hem de küçük (B konumu) katyonları yapıya alabilmesi, ideal kübik yapının distorsiyonu ile, farklı büyüklükte katyonların yapıya girişine izin verecek yapı esnekliğinin sağlanabilmesi ve yapının boşluk oluşumu ve atomik boyutta diğer yapısal motiflerin oluşmasına elverişli olmasıdır. ABO₃ perovskit yapısında A konumu, M⁺ (Na, K vb.), M⁺² (Ca, Sr, Ba vb.) ve M⁺³ (La, Fe vb.) ve B konumu ise M⁺⁵ (Nb, W vb.), M⁺⁴ (Ce, Ti vb.) veya M⁺³ (Mn, Fe vb.) katyonları tarafından doldurulabilmektedir [17].

Stokiyometrik olmayan oksitlerin termodinamik davranış farklılıkları oksitlerin iki gruba ayrılmasına neden olur. Bunlar, yarı metalik oksitler ve kısmen iyonik oksitlerdir. Bunlardan ilki; atom kusurlarıyla ilişkili elektronik kusurların geniş iletim bandına daldırılmış ve iletim elektronlarının taranmasından dolayı kusur-kusur etkileşimlerinin kısa menzilli olması beklenmektedir. Örnek olarak; TiO, VO ve NbO verilebilir. İkinci modelde ise; elektronik kusurlar katyon üzerinde lokalize olan küçük polaron modeli çerçevesinde klasik parçacıklar olarak kabul edilir. Bu

oksitlerin dielektrik sabiti küçüktür ve kusur-kusur etkileşimlerinin temelinde Coulomb vardır [18].

Tarihte, dayanıklılığı ve kimyasal dirençli karakterinden dolayı oksitlere hayranlık duyulmuştur. Katıların elektriksel özelliklerine uzun yıllardır ilgi olduğundan, oksitler alümina (Al₂O₃) veya kuvars (SiO₂) gibi, onların yalıtım veya dielektrik özellikleri için seçilmiştir. Bu nedenle, dayanıklı oksitler ya da seramikler büyük ölçüde yalıtkan olma imajını bugünlere kadar korumuştur [19].

Katalitik işlem sırasında karışık oksitlerin temel özellikleri şunlardır:

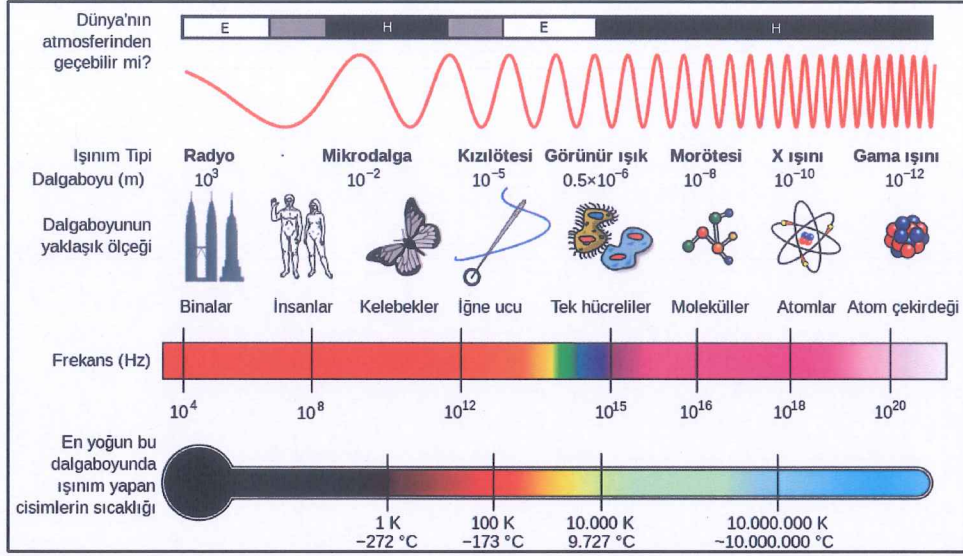
1. Redoks Özellikleri
2. Lewis Asitliği
3. Brønsted Asitliği
4. Temel Özellikler
5. Yüzey Koordinasyonu (Geçiş elementlerinin doymamış koordinasyonu)
6. Yüzey Topolojisi (geçiş elementi yanı komşularının türleri)
7. Kafes Oksijen Hareketliliği
8. Aktif Moleküler Oksijenin Mümkün Kusurlarının Varlığı [20].

1.5 Mikrodalga Enerjiyle Sentez

Son yıllarda, mikrodalga ısıtma analitik ve organik laboratuvar uygulamalarında çok etkili ve çevreyi kirletmeyen yöntem olarak yer almaktadır. Elektromanyetik spektrumda, mikrodalga radyasyon alanı, kızılötesi radyasyon ve radyo dalgaları arasında yer almaktadır. Mikrodalgalar 30 ve 3 GHz arasında frekanslara karşılık gelen, 1 m ile 1 mm aralığındaki dalga boyuna sahiptir. Telekomünikasyon ve mikrodalga radar ekipmanları bu bölgedeki birçok bant frekanslarından meydana gelir. Bu nedenle endüstriyel ve bilimsel amaçlar için, mikrodalga frekansları uluslararası kongre tarafından en çok kullanılan 2.45 GHz (12.2 cm dalga boyu) olarak yürürlüğe konulmuştur [14].

Metalik bir levha benzeri aynadan yansıyan mikrodalgalar, dielektrik ara yüzeyde kırılır ve parabolik yansıtıcı ile odaklanır [21]. Mikrodalga enerjisi, 2.450 MHz için yaklaşık %50-72, 915 MHz için yaklaşık %80-87'lik bir dönüşüm

verimiyle elektrik enerjisinden elde edilebilmektedir. (mikrodalga önemli kaynak) Mikrodalgalar; görünür, ultraviyole gibi elektromanyetik enerji şekillerinden daha yüksek dalga boylarına ve daha düşük enerji miktarına sahiptirler [21]. Mikrodalgalar çok kısa dalga boylu elektromagnetik dalgalardır. Dalga boyu olarak radyo dalgaları kilometrelerle, televizyon dalgaları metrelerle, mikrodalgalar santimetrelerle ve kızılötesi (IR) dalgalar mikronlarla ölçülmektedir.



Şekil 1.1: Elektromanyetik spektrum

Mikrodalgalar elektromanyetik dalga olarak yayılırlar, radarlarda, mikrodalga fırınlarında, cep telefonlarında, kablosuz internet erişiminde, bluetooth kulaklıklarda, mağaza güvenlik sistemlerinde, mikrodalga frekansları kullanılır. "Mikrodalga" sözü elektromanyetik dalganın dalga boyunun 1 metreden kısa olduğu frekansları tanımlar [22].

Mikrodalga elektrik ve manyetik alandan oluşur ve böylece elektromanyetik enerjiyi temsil eder. Bu enerji iyonlaştırıcı olmayan radyasyon gibi hareket edebilir ki bu da dipollerin dönme ve iyonların moleküler hareketlerine neden olur, ancak moleküler yapıyı etkilemez [14].

Mikrodalga ısıtmaya olan ilgi hem akademik hem de endüstriyel laboratuvarlarda artmaktadır [23]. Mikrodalga ışınlama sentetik organik kimyada oldukça yararlı bir araç haline gelmiştir ve çeşitli reaksiyonlarda kullanılmıştır.

Mikrodalga destekli sentez yöntemleri standart termal iletim ile karşılaştırıldığında, daha verimli ısıtma ile birlikte reaksiyon hızında ve veriminde artış olduğu bulunmuştur [24]. Mikrodalga sentez sentetik organik kimyada önemli bir ilerlemeyi temsil eder. Mikrodalga merkezli işlemlerin verimi yalnızca saatlerden dakikalara reaksiyon süresinin azaltılması değil, aynı zamanda yan reaksiyonları azaltması, verimi artırması ve tekrarlanabilirliği geliştirdiği bilinmektedir [25]. Fizikokimyasal özellikler ve yeni madde fazlarının gelişmesi gibi çeşitli ve önemli avantajları vardır [26]. Genellikle çözücü olmayan ortamda meydana geldiği için daha temiz şartlar altında oluşmaktadır. Ayrıca oluşan ürünler daha kolay saflaştırılabilmektedir. Bu nedenle bu tip tepkimeler temiz kimya (Green Chemistry) sınıfına girmektedirler.

İlk katı hal reaksiyonu deneyleri değiştirilmiş ev tipi fırınlarda yapılmıştır ve hala kullanılmaktadır. Fakat daha kontrollü koşullar sağlamak için daha özel fırınlar geliştirilmiştir [27]. Katı hal sentezde mikrodalga ısıtma kullanabilmek için, reaksiyon karışımındaki en az bir bileşen mikrodalga radyasyonu absorbe etmelidir. Reaksiyon işleminin hızı, artan katı hal reaksiyonu oranı ve artan difüzyon oranı ile artar [27]. Isı dış kaynaklardan elde edilmesi yerine malzemenin içinde içsel olarak meydana gelir. Bu yöntem vasıtasıyla, yeni yapılar ve çok işlevsel özelliklere sahip malzemeler ve bileşikler elde edilmiştir [28]. Mikrodalga ile ısıtma, numunenin derinliklerine nüfuz edebilen elektromanyetik enerji formu ile olduğu için klasik ısıtmadan farklıdır. Klasik ısıtma sistemleri taşınım (konveksiyon), iletim (kondüksiyon) ve yayılma gibi standart ısı transfer mekanizmasından geçerek numuneyi dışarıdan ısıtırken, mikrodalga ile ısıtma seçimli ve matriksteki bazı fazların diğerlerinden çok daha hızlı ısınabilmesi avantajına sahiptir. Bu avantajlar ise mikrodalga enerjinin cevher/kömür hazırlama ve ekstraktif metalürji endüstrisinde kullanımını teşvik etmektedir [29].

Bir sıvı veya katıda, moleküller veya iyonlar dönmek için serbest değildir ve bu nedenle, gaz fazında olduğu gibi ısınma, dönme geçişlerine uğrayan moleküller tarafından mikrodalgaların emiliminin sonucu değildir. Katı veya sıvı içinde mikrodalga radyasyonunun alternatif elektrik alanı iki şekilde hareket edebilir. Eğer yüklü parçacıklar katı veya sıvı boyunca serbestçe hareket edebilirse daha sonra bu, titreşen elektrik akımı üreten alanın etkisi altında hareket eder. Isı olarak çevreye aktarılacak enerji onların hareketlerinde dirence neden olur. Bu iletim ısıdır. Her bir parçacık serbestçe hareket edebilir. Bu etki dielektrik ısınmaya neden olur ve

gıdaların içinde su molekülleri hareket ettiği zaman genellikle ev tipi mikrodalga fırının içinde gıdaları ısıtmaktan sorumludur [27].

Mikrodalgalar, iyonik parçacıkların göçü ve/veya dipolar parçacıkların rotasyonu ile moleküler bir harekete sebep olurlar. Dolayısıyla, iyonik iletim ve dipolar rotasyon mikrodalga enerjisi kaybının (malzemedeki enerji dağılması) iki önemli mekanizmasını oluşturmaktadır [30].

Mikrodalga ısıtmadan dolayı bir malzemedeki depolanan termal enerji miktarı şu faktörlere bağlıdır [30]:

- Elektrik alan gerilimi (güç yoğunluğu)
- Mikrodalga ışınımının frekansı
- Malzemenin dielektrik özellikleri

Bir mikrodalga ışınımının frekansı ne kadar yüksek olursa, o ışınımın oluşturulabilmesi için harcanması gereken enerji miktarı da o oranda yüksek olmaktadır. Mikrodalga enerjisi, 2.450 MHz için yaklaşık %50-72, 915 MHz için yaklaşık %80-87'lik bir dönüşüm verimiyle elektrik enerjisinden elde edilebilmektedir [31].

Mikrodalga başlangıçta gıda, kimya ve kağıt sanayisinde kullanılırken daha sonraları cevher hazırlama, ısıtma, kurutma, liç işlemi, kavurma, ergitme, oksitli minerallerin karbotermik redüksiyonu ve metalürji sanayinde de kullanılmaya başlanmıştır [18]. Seramik malzemelerde ise mikrodalga enerjisi; sentezleme, kurutma, kalsinasyon ve sinterleme... vb işlemler için kullanılır. Endüstriyel işlemler için mikrodalga ısıtma; işlem zamanını azaltması ve düşük enerji maliyetinden dolayı tercih edilmektedir [32].

1.5.1 Malzemelerin Mikrodalga ile Etkileşimi

Mikrodalga ışımayla maddelerin etkileşimi farklı olduğundan bütün maddeler mikrodalga ısıtma için uygun değildir. Malzemeler mikrodalga enerji ile etkileşmelerine göre üçe ayrılırlar.

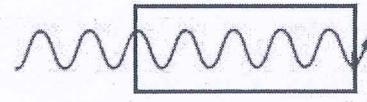

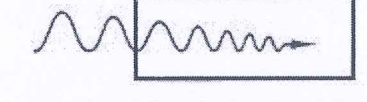

i-) Mikrodalga yansıtıcılar: Metal ve alasımlar.

ii-) Mikrodalgayla etkileşmeyenler: Kuvars cam, bazı camlar, seramikler (geçiş metali elementi içermeyen) ve teflon gibi (teflon, yemek ve kimyasal tepkimelerde kap olarak tercih edilmektedir).

iii-) Mikrodalga enerji soğurucular: Etkileşme sonucu ani ısı yükselmesi gerçekleşir [33].

Mikrodalgalar iyonik parçacıkların göçü veya dipolar parçacıkların rotasyonu ile moleküler harekete neden olurlar. Mikrodalgalar malzeme tipine bağlı olarak yansıma, absorbe etme veya geçirimli olabilirler ve optik kurallara uyum gösterirler.

Metaller saydam olmadıkları için mikrodalgalar yüzeyden yansıma yaparlar. Bu nedenle metalleri mikrodalga ile ısıtamayız. Genelde metaller yüksek iletkenliğe sahiptir ve iyi yansıtıcılardır. Dielektrik özelliğe sahip olan seramik malzemelerden mikrodalgalar geçirimli olarak geçer. Bu nedenle seramikler yalıtandır ve mikrodalga fırında malzemenin ısıtılmasını desteklemek için kullanılırlar. Belli bir kritik sıcaklığın üzerine çıktığı zaman bu malzemeler mikrodalgadan daha fazla etkilenerek absorbe ederler. İletkenlik ve fiber oluşumunu sağlayan mağnetik fazların eklenmesiyle oluşan geçirimli seramikler ile mikrodalgaların absorpsiyonu daha da hızlı olur. Mikrodalga enerjiyi mükemmel absorbe edebilen bu malzemeler kolaylıkla ısıtılırlar [34].

	Malzeme Tipi	Mikrodalğanın Hıfuz Etmesi
	Geçirimli (düşük dielektrik kaybı)	Toplam geçirim
	Saydam Olmayan (kondüktör, metaller)	Yok (yansıma olmuş)
	Absorbe Edilme (kayıpsız dielektrik)	Kısmen Toplam Geçirim
	Absorbe Edilme (Karıştırılmış)	Kısmen Toplam Geçirim

(a) Matris=düşük kayıplı yalıtıcı
(b) Fiber/parteküller/laveler= (absorblayıcı malzeme)

Şekil 1.2: Malzemelerin mikrodalga ile etkileşimi

Mikrodalga enerji kaybının iki önemli mekanizması; iyonik iletim ve polar rotasyondur. Buna göre dielektrik sabiti ve dielektrik kaybının oranı malzemenin harcama (tükenme) faktörünü verir. Dielektrik sabiti, malzemenin mikrodalga enerjisinin iç kısımdan geçmesi sırasında absorbe etme yeteneğinin bir ölçüsüdür. Kayıp faktörü ise giren mikrodalga enerjinin malzeme içerisinde ısı olarak tüketilmesiyle kayıp olma miktarını vermektedir. Bu nedenle yüksek kayıp faktörlü bir malzeme mikrodalga enerjisiyle kolaylıkla ısıtılabilir [34].

1.6 Hidrotermal Sentez Yöntemi

Hidrotermal terimi jeolojik kökenlidir. Hidrotermal terimi ilk olarak İngiliz Jeolog Sir Roderic Murchison (1792-1871) tarafından yüksek sıcaklık ve basınçta çeşitli kayaç ve minerallerin oluşumu esnasında suyun davranışını açıklamak amacıyla kullanmıştır. Yunanca su anlamına gelen 'hydros' ve ısı anlamına gelen 'termos' kelimelerinden türetilmiştir [35].

Hidrotermal sentez yüksek buhar basıncında yüksek sıcaklık sulu çözeltilerinden maddelerin kristallenmesi için çeşitli teknikler içerir ve hidrotermal metot olarak da adlandırılır [36].

Hidrotermal sentez düşük sıcaklıkta saf ürünlerin oluşumu gibi önemli bir avantaj ile birlikte saf bir kimyasal yol olduğu belirtilmiştir. Hidrotermal sentez 1 atm basınç üzerinde ve 100 °C üzerinde sıcaklık etkisi altında bir hidrotermal çözelti içinde bir bileşiğin sentezi anlamına gelir [37].

Son yıllarda hidrotermal teknik yaygın olarak sentezlerde ve inorganik kristallerin büyümesinde yaygın olarak kullanılır. Çünkü hidrotermal sentez, daha az enerji şiddetine sahip, daha az çevreyi kirleten ve kesin bileşimi ile yüksek homojenlik ve iyi kristalize ürünlere öncülük eder [38]. Ayrıca bu yöntem, organik bileşiklerin yapısal bütünlüğünü korur [39]. Hidrotermal sentez metodu, cihaz, sıcaklık ve basınç uygulamaları ve kontrolünü, kristallenme kinetiğini ve çözünürlük ölçümlerini içerir. Bunların hepsi hidrotermal çalışmada oldukça önemlidir.

Hidrotermal sentez yöntemi en önemli yöntemlerden biridir. Hidrotermal işlem normal şartlar altında çözünmeyen maddeleri çözmek ve maddeleri

kristallendirmek amacıyla yüksek basınç ve sıcaklık altında sulu çözücüler veya mineralleştiricilerin varlığında gerçekleştirilen heterojen bir reaksiyon olarak tanımlanır. Bugün bu yöntem birçok türde malzemenin gerekli olan nispeten ılımlı koşullar nedeniyle tek adımlı sentez yöntemi olarak ve kontrol edilebilir parçacık boyutu dağılımı hazırlamak için kullanılır [40].

Reaksiyon süresinin kısa olması bu tekniği daha da ekonomik yapmaktadır. Nano yapılara artan talep ile hidrotermal tekniğin metal kompleksi, polimer ve seramiklerin sentezinde kullanılması bu yöntemi benzersiz kılmaktadır. Hidrotermal sentez çevre dostu işlem olarak kabul edilmiştir [41]. Hidrotermal yöntemde atık oluşumu olmamaktadır. Yöntemde işlenecek veya temizlenecek atık bırakmamak üzere, tamamen etkin, çok az zararlı veya zararsız kimyasal sentezler yapılmaktadır. Kapalı sistemde gerçekleştiği için insan sağlığına ve çevreye hiç zararı olmayan işlemlerdir. Çözücü olarak kullanılan suyun tehlikesiz olması, diğer zararlı organik çözücülerin kullanılmıyor olması daha güvenli çözücü ve tepkime koşulları sağlamaktadır. Kimyasal tepkimeleri uygun ortam sıcaklığı ve uygun ortam basıncında gerçekleştirerek enerji etkinliğini arttırmaktadır. Kolay sentez basamakları sayesinde kaza ihtimalini en aza indirgeyerek, patlama, yangın ve çevreye yayılma gibi etkileri yoktur.



Şekil 1.3: Paslanmaz çelik teflon otoklav

Hidrotermal metot kapalı bir kaptaki, otoklavda, suyla reaktantların ısıtılmasını kapsar. Otoklav, genellikle yüksek basınca dayanıklı kalın paslanmaz çelikten imal edilir ve güvenli valflerle donatılmıştır. Otoklav, teflon gibi reaktif olmayan bir malzeme ile kaplanabilir. Otoklav ısıtılır, basınç artırılır ve su normal kaynama sıcaklığı 373 K üzerinde sıvı (süper ısıtılmış sıvı) olarak aynen kalır. Basınç atmosfer basıncı üstüne yükseltilir, sıcaklık suyun kaynama noktası üstüne yükseltilir ki bu koşullar hidrotermal şartı olarak bilinir. Doğada bulunan, doğal olarak oluşan zeolitler de dahil olmak üzere çok sayıda mineral bu işlem tarafından oluşturulur. Sentetik zümrüt de hidrotermal koşullar altında yapılır. Bu yöntem genellikle kullanılan seramik ve sol-jel yöntemlerinden daha gelişmiştir. Hidrotermal sentezde, kısmen artırılmış basınç ve sıcaklık seramik ve sol-jel yöntemlerine göre daha düşüktür. Kullanılan düşük sıcaklıklarda bu yöntemin avantajlarından biridir. Bileşikler hazırlanmasındaki diğer içerenler yükseltilmiş basınç ve sıcaklık tarafından dengelenmiş alışılmadık oksidasyon dereceleri ve fazlarıdır [27].

Hidrotermal sentez tekniği nano yapı malzemelerin işlenmesi açısından özellikle elektronik, optoelektronik, manyetik veri depolama, kataliz, biomedikal, biofotonik gibi alanlarda avantajlı olmasından dolayı tercih edilmektedir. Hidrotermal teknik sadece homojen nano partiküllerin işlenmesinde değil, aynı zamanda nano-hibrit ve nano-kompozit malzemelerin işlenmesinde de önemli rol oynamaktadır [35].

Hidrotermal metodun diğer kimyasal sentez tekniklerine göre bazı önemli avantajları vardır [42]. Bu avantajları şöyle sıralayabiliriz:

- Hidrotermal metotta, sol-jel metodunda kullanılan pahalı alkoksitlerin yerine basit asetat ve nitrat tuzları kullanılır.
- Materyallerin çoğu nispeten düşük sıcaklıklarda istenilen kristal fazda doğrudan üretilir.
- Hidrotermal metod, düşük sıcaklık katı hal reaksiyonları için elverişlidir. Örneğin; CuI 'nın çinko blend yapısının kristalleri, 390 °C'de bozunma sıcaklığı altında HI içeren çözeltilerden elde edilebilir.
- Özellikle önemli geçiş metal bileşiklerini elde etmenin zor olduğu oksidasyon basamağındaki elementlerle bileşikler kapalı sistemlerde hidrotermal sentezle elde edilebilir.

21.yüzyılda hidrotermal sentez yöntemi jeoteknoloji, biyoteknoloji, nanoteknoloji ve ileri malzeme teknolojisi gibi dallara yeni bir bakış açısı sunmuştur. Bugün son derece disiplinler arası bir konu ve teknik olan hidrotermal yöntem jeologlar, fizikçiler, kimyacılar, biyologlar, seramikçiler, mühendisler, malzeme bilim adamları tarafından yaygın olarak kullanılmaktadır [35].

1.7 Yüksek Sıcaklık Katı Hal Sentezi

Katıları hazırlamak için en basit ve yaygın yöntemdir. Bu metot, hem endüstride hem de laboratuvarlarda çokça kullanılmaktadır. Metal oksitler, sülfürler, nitritler, alüminasilikatlar ve diğer birçok türün sentezinde kullanılabilir. Yüksek sıcaklık katı hal sentez yönteminde, istenilen ürünü elde etmek için uçucu olmayan en az iki katı madde birlikte ısıtılır. Katı hal reaksiyonlar, gaz ve sıvı faz reaksiyonlarından daha zordur. Genellikle katı hal reaksiyonları ekzotermiktir. Bu reaksiyonlarda kristal reaktantları ve reaksiyon ürünleri arasındaki Gibbs enerjisinin farklı olmasından kaynaklanır. Bu sentez yöntemi sıkça kullanılmasına rağmen dezavantajları da vardır. Genellikle reaksiyon difüzyon sınırlı olduğu için 500-2000 °C aralığında yüksek sıcaklık gereklidir ve bundan dolayı yüksek enerji tüketimi gerçekleşir. Çünkü, ikili iyonik bileşiklerin, iyonun boyutu ve yüküne göre 4' ten 12' ye kadar değişen yüksek koordinasyon numaralarına sahiptir ve bundan dolayı örgü enerjisini karşılamak oldukça zordur. Ayrıca böyle yüksek sıcaklıklarda, elde edilen bileşik kararsız olabilir veya bozunabilir. Genellikle katılar, erime noktalarına kadar ısıtılamazlar. Bu yüzden reaksiyonlar katı-halde meydana gelir. Katı-hal reaksiyonları, sadece iki katının ara yüzeyinde gerçekleşir. Reaksiyon, reaktanlar ara yüzeye girdiği sürece devam eder. En önemli kural katıyı, erime noktasının iki-üç katı sıcaklığa ısıtarak uygun bir reaksiyon zamanı sağlamaktır [27].

Katı hal reaksiyonları: (I) katı → ürünler, ayrışma ve polimerizasyon reaksiyonları gibi; (II) katı + gaz → ürünler, oksidasyon gibi; (III) katı + katı → ürünler, basit bileşenlerden kompleks oksitlerin oluşumu gibi; (IV) katı + sıvı → ürünler, araya ekleme ve (V) katı hal yüzey reaksiyonları gibi sınıflandırılabilir. Katı hal reaksiyonları: (I) katı yüzeyinde gaz türlerinin adsorpsiyonu; (II) atomik ölçekte kimyasal reaksiyonlar; (III) yeni bir fazın çekirdeklenmesi ve (IV) katı ile taşıma aşamalarından bir veya daha fazlasını içerebilir. Bunların yanı sıra sıcaklık, ortam

atmosferi, ışınlama gibi dış faktörler reaktiviteyi etkiler. İnorganik katı hal reaksiyonlarının çeşitli türleri ve katıların reaktivitesini etkileyen faktörler literatürde gözden geçirilmiştir. Sinterleme ve faz geçişleri de katı hal reaksiyonları ile benzer özellikler gösterirler. Fakat, kimyasal anlamda reaksiyon olarak kabul edilemezler. Aslında polimorfik bir geçiş olduğu düşünülürse, kimisi kimyasal değişiklik olmadığını varsayar [43].

Çeşitli faktörler, özellikle katı-katı reaksiyonlar olmak üzere, katı hal reaksiyonlarını etkiler. Partikül boyutu, gaz atmosferi ve yabancı katkı maddeleri bunlardan önemli olanlarıdır. Azalan partikül boyutuyla birlikte reaktivitenin artması heterojen katalizlerde iyi bilinir; küçük partikül boyutu da katı-katı reaksiyonlardan yanadır. Eğer gaz aynı zamanda katı fazlar arasında değiştirilebilir bir bileşen ise, gaz atmosferinin reaksiyona önemli etkileri olabilir [43].

1.8 X-Işınları Kırınımı ve Teorisi

X-ışınları 1895 yılında Alman fizikçi Wilhelm Conrad Röntgen tarafından keşfedilmiştir. X-ışını kırınımı atomik pozisyonları kesin olarak birim hücre içerisindeki moleküllerin bağ uzunluklarını ve bağ açılarını belirlemede kullanılır. Bundan dolayı x-ışınları kırınımı (XRD) kristalin bileşiklerin kalitatif olarak tanınmasında pratik ve uygun bir yöntemdir. X-ışınları ışık hızında yayılan, dalga ve parçacık özelliği gösteren elektromanyetik ışınlardır X-ışınları elektromanyetik dalga kimliğinde oldukları ve kutuplanma özelliği taşıdığı ilk olarak Charles Glover Barkla (1906) tarafından kanıtlanmıştır [44]. Normal ışıktan farklı olarak görünmez olup doğru çizgiler boyunca dağılır, elektrik ve manyetik alandan etkilenmezler. Elektromanyetik çizelgede X-ışınları ya da Röntgen ışınları, 0,125 ile 125 keV enerji aralığında veya buna karşılık, dalgaboyu 10 ile 0,01 nm aralığında olan elektromanyetik dalgalar veya foton demetidir. 30 ile 30.000 PHz (1015 hertz) aralığındaki titreşim sayısı aralığına eşdeğerdir. Elektromanyetik spektrumda (gama) ışınları ile mor ötesi ışınları arasında yer alırlar. Elektronların yavaşlama süresi çok küçük olduğundan enerjileri yüksektir ($E= h \nu$) [45,46].

1.8.1 X-Işınlarının Genel Özellikleri

- Fotoğraf filmini etkiler.
- ZnS, CdS, NaI gibi maddeler X-ışınlarının etkisiyle floresans özellik gösterir.
- Bu özelliklerden yararlanarak sintilatör tipi algılayıcılar yapılabilir.
- X-ışınları gazları iyonize eder.
- X-ışınları kırılma indisi yaklaşık 1' dir. Bu nedenle X-ışınları mercekle sistemlerinde görüntü vermez.
- X-ışınları uygun şartlarda kristal yapıdaki malzemelerde kırınımına uğrar.
- X-ışınları madde içine nüfuz edebilir.
- X-ışınları elektrik ve manyetik alandan etkilenmezler.
- Gözle görülmezler.
- Hızları ışık hızındadır.
- Normal ışıktan farklı olarak maddenin yalnız yüzeyinden değil şiddetine bağlı olarak çok daha derine geçerler ve kırınımına uğrarlar [33].

X-ışınları hem dalga hem tanecik özelliği gösterirler. Dolayısıyla çift karakterlidirler. Fotoelektrik soğurulma, Compton saçılması (inkoherent saçılma), gaz iyonizasyonu ve sintilasyon tanecik özellikleri; hız, polarizasyon ve Rayleigh saçılması (koherent saçılma) dalga özellikleridir. Tanecik karakteri gösteren elektromagnetik radyasyona foton denir [47,48].

1.8.2 X-Işınlarının Kullanım Alanları

- Malzemenin içerdiği fazları belirlemede,
- Nicel ve nitel faz analizinde,
- Sıcaklık, basınç gibi fiziksel parametrelere bağlı faz değişimlerinde,
- Tanecik boyutunu belirlemede,
- Örgü sabitlerini bulmada,
- Kristalin doğrultularını belirleme kullanılır
- X ışınları özellikle tıpta tanısal amaçlarla kullanılmaktadırlar. İyonlaştırıcı radyasyon sınıfına dahil olduklarından zararlı olabilirler [44, 47, 48].

1.8.3 Bragg Yasası

X-ışınları kırınımı yöntemiyle kristal ve molekül yapı analizi, çok sayıda Bragg yansımasının şiddetinin ölçümünü gerektirir. Kristal yapıya sahip bir numune üzerine gönderilen elektromanyetik dalganın bu numune ile etkileşip kırınımına uğraması için dalga boyunun atomlar arası uzaklık mertebesinde olması gerekir. Belli bir kristal yapıya sahip olan numunelerde, kırınımına uğrayan dalgalar ancak belli doğrultularda yapıcı girişim yaparlar ve bu doğrultularda maksimumlar gözlenir. Bu doğrultuların dışında kırınımına uğrayan dalgalar birbirleriyle yıkıcı girişim yaparlar ve gözlemlenemezler. Kırınımına uğrayan dalgaların hangi doğrultularda yapıcı girişim yapacakları Bragg Yasası ile belirlenir.

Bragg yasası, farklı iki paralel düzlemden kırınımına uğrayan dalgaların, yapıcı girişim yapabilmeleri için, aralarındaki optik yol farkının dalga boyunun tam katları olması gerektiğini söyler.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1.1)$$

d: Düzlemler arası mesafe

n: Kırınım mertebesi (n: 1,2,3, ...)

λ : X ışınının dalgaboyu

Bragg yasasının gerçekleşmesi için dalga boyunun 2d' den küçük olması gerekir. Görünen ışık kullanılamamasının nedeni budur.

1.8.4 X-Işınlarının Üretilmesi

X-ışınları, katottan çıkan ve 1 milyon volta kadar ulaşabilen yüksek bir gerilimle hızlandırılan elektronlar tungstenden yapılmış ağır bir çubuğa çarpması sonucu oluşur. Elektron kaynağı olarak tungsten filament kullanılır. Tungsten çubuğun filamana yakın olan ucu belirli bir eğimle kesilmiştir; bu uca hedef denir. Hedef metal genellikle Cu' dır. Buna alternatif olarak Mo, Fe, Ni, Co kullanılabilir. Anot ve katot arasına yüksek gerilim uygulanır ve elektronların hız kazanması sağlanır. Anota çarpan elektronlar enerjilerini aktarır. Bu enerji aktarımı ile X-ışınları

oluşumu sağlanmış olur. Enerji fazlalığı ise anotta ısı olarak açığa çıkar. Bu ısının anodu eritmemesi için anot su ile soğutulur [4, 47].

1.9 Çalışmanın Amacı

Vanadyum bileşikleri çelik endüstrisi, biyolojik sistemler, nanoteknolojik uygulamalar, basit kimyasal uygulamalar ve özellikle ultraviyole ışın filtrasyon özelliğine sahip cam üretimi gibi birçok kullanım alanına sahiptir. Vanadyum elementinin sentezlenmesi ülke ekonomisi için çok fazla katkı sağlamaktadır ve bu nedenle vanadyum bileşiklerinin sentezlenmesi için yapılan çalışmalar büyük bir hız kazanmıştır. Dayanıklı olması ve kimyasal dirençli karakterlerinden dolayı oksitler oldukça dikkat çekmektedir. Yüksek yalıtkan özelliğe de sahip oksitlerin sentezlenmesi oldukça önemlidir. Çalışmamızda, vanadat ve oksit bileşiklerin sentezlenmesi amaçlanmış, sentez yöntemi olarak yüksek sıcaklık katı-hal sentezi, mikrodalga sentez ve hidrotermal sentez yöntemleri kullanılmıştır. Sentezlenen ürünlerin karakterizasyonu ise X-ışınları toz kırınımı ve FT-IR spektrofotometresi ile gerçekleştirilmeye çalışılmıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneysel çalışmalarda başlangıç maddeleri olarak CaO, TiO₂, CaCO₃, MgO, Li₂CO₃, K₂CO₃, Na₂CO₃, V₂O₅, Fe₂O₃, Ca(NO₃)₂.4H₂O, CaCl₂.2H₂O, Mg(NO₃)₂.6H₂O, FeCl₃.6H₂O, MgCl₂.6H₂O, LiCl, NaNO₃, KNO₃, LiNO₃, kimyasal maddeleri kullanılmıştır. Bu bileşikler analitik saflıkta olup Merck, Fluka, Carlo Erba ve Riedel firmalarından temin edilmiştir.

2.2 Kullanılan Cihazlar

Mikrodalga enerji yöntemi kullanılarak yapılan sentezlerde Siemens V12 model, 2.45 GHz ev tipi mikrodalga fırın kullanılmıştır. Termal yöntem kullanılarak yapılan sentezlerde Barnstead / Thermolyne 47900 model kül fırını kullanılmıştır. X-ışınları kırınım çekimleri Cu K α =1,54056 Å, 30 mA, 45 kV radyasyonunda PANalytic X'Pert PRO marka X-ışınları difraktometresi ile elde edilmiştir. IR spektrumları ise Perkin Elmer Spektrum 100 FT-IR spektrometresiyle 4000-600 cm⁻¹ aralığında çekilmiştir. Hidrotermal sentezlerde Binder marka ED 53/E2 model etüv ve 091106 kodlu Parr Instrument Company tarafından tasarlanmış olan hidrotermal kap kullanılmıştır.

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, 700 °C,

800 °C, 900 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda 4 saat süreyle reaksiyona maruz bırakılmışlardır. Elde edilen ürünler havanda öğütülerek, X-ışınları toz kırınımı desenlerinin ve IR spektrumlarının alınması için desikatörde saklanmıştır. 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, 800 W güç değerinde 10 dakika sürede reaksiyona maruz bırakılmışlardır. Elde edilen ürünler havanda öğütülerek, X-ışınları toz kırınımı desenlerinin ve IR spektrumlarının alınması için desikatöre konulmuştur. Mikrodalga yöntem kullanılarak yapılan bütün deneylerde aynı işlemler uygulanmıştır.

2.3.3 Hidrotermal Yöntem

Başlangıç maddeleri, reaksiyon denklemlerine uygun mol oranlarında tartılmıştır, havanda ezilerek öğütülmüştür. 27 ml çözelti, paslanmaz çelik-teflon otoklavın içerisine boşaltılmıştır (% 60 doluluk oranı). Etüvde, 3 gün süreyle ve 180 °C sıcaklıkta bırakılmıştır. Oluşan malzeme etil alkol ile yıkanarak açık havada kurutulmuştur.

3. BULGULAR

3.1 Katı Hal Sentez Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneyler

3.1.1 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.1: Li^+ / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-1	$Li_2CO_3 + TiO_2$	1:1	600 °C / 6 saat / Beyaz renkli ürün	Li_2TiO_3
KF-2	$Li_2CO_3 + TiO_2$	1:1	800 °C / 6 saat / Krem renkli ürün	Li_2TiO_3
KF-3	$Li_2CO_3 + TiO_2$	1:1	900 °C / 6 saat / Açık pudra renkli ürün	Li_2TiO_3
KF-4	$Li_2CO_3 + TiO_2$	1:1	1000 °C / 6 saat / Pudra renkli ürün	Li_2TiO_3

Tablo 3.2: Na^+ / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-5	$Na_2CO_3 + TiO_2$	1:1	800 °C / 6 saat / Beyaz renkli ürün	Na_2TiO_3
KF-6	$Na_2CO_3 + TiO_2$	1:1	900 °C / 6 saat / Beyaz renkli ürün	Na_2TiO_3

Tablo 3.3: K^+ / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-7	$K_2CO_3 + TiO_2$	1:1	600 °C / 6 saat / Beyaz renkli ürün	K_2TiO_3
KF-8	$K_2CO_3 + TiO_2$	1:1	800 °C / 6 saat / Beyaz renkli ürün	K_2TiO_3
KF-9	$K_2CO_3 + TiO_2$	1:1	900 °C / 6 saat / Beyaz renkli ürün	K_2TiO_3

Tablo 3.4: Mg^{+2} / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-10	$MgO + TiO_2$	1:1	600 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	$MgTiO_3$
KF-11	$MgO + TiO_2$	1:1	700 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	$MgTiO_3$
KF-12	$MgO + TiO_2$	1:1	800 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	$MgTiO_3$
KF-13	$MgO + TiO_2$	1:1	900 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	$MgTiO_3$
KF-14	$MgO + TiO_2$	1:1	1000 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	$MgTiO_3$

Tablo 3.5: Ca⁺² / TiO₂ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-15	CaCO ₃ + TiO ₂	1:1	600 °C / 6 saat / Beyaz renkli ürün	CaTiO ₃
KF-16	CaCO ₃ + TiO ₂	1:1	800 °C / 6 saat / Beyaz renkli ürün	CaTiO ₃
KF-17	CaCO ₃ + TiO ₂	1:1	900 °C / 6 saat / Çok açık pembe	CaTiO ₃
KF-18	CaCO ₃ + TiO ₂	1:1	1000 °C / 6 saat / Pudra renkli ürün	CaTiO ₃
KF-19	CaO + TiO ₂	1:1	600 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	CaTiO ₃
KF-20	CaO + TiO ₂	1:1	700 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	CaTiO ₃
KF-21	CaO + TiO ₂	1:1	800 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	CaTiO ₃
KF-22	CaO + TiO ₂	1:1	900 °C / 4 saat / Beyaz renkli ürün	CaTiO ₃
KF-23	CaO + TiO ₂	1:1	1000 °C / 4 saat / Krem renkli ürün	CaTiO ₃

3.1.2 M^+ (Li^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.6: Li^+ / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-24	$Li_2CO_3 + V_2O_5$	1:1	700 °C /6 saat / Açık kese kağıdı renkli ürün	$Li_2V_2O_6$
KF-25	$Li_2CO_3 + V_2O_5$	1:1	800 °C /6 saat / Açık kese kağıdı renkli ürün	$Li_2V_2O_6$
KF-26	$Li_2CO_3 + V_2O_5$	1:1	1000 °C /6 saat / Kese kağıdı renkli ürün	$Li_2V_2O_6$

Tablo 3.7: K^+ / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-27	$K_2CO_3 + V_2O_5$	1:1	700 °C /6 saat / Açık turuncu renkli ürün	$K_2V_2O_6$
KF-28	$K_2CO_3 + V_2O_5$	1:1	800 °C /6 saat / Turuncu renkli ürün	$K_2V_2O_6$
KF-29	$K_2CO_3 + V_2O_5$	1:1	900 °C /6 saat / Koyu turuncu renkli ürün	$K_2V_2O_6$

Tablo 3.8: Mg^{+2} / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-30	$MgO + V_2O_5$	1:1	600 °C / 4 saat / Sarı renkli ürün	MgV_2O_6
KF-31	$MgO + V_2O_5$	1:1	700 °C / 4 saat / Koyu hardal renkli ürün	MgV_2O_6
KF-32	$MgO + V_2O_5$	1:1	900 °C / 4 saat / Koyu hardal renkli ürün	MgV_2O_6
KF-33	$MgO + V_2O_5$	1:1	1000 °C / 4 saat / Kese kağıdı renkli ürün	MgV_2O_6

Tablo 3.9: Ca^{+2} / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-34	$CaO + V_2O_5$	1:1	600 °C / 4 saat / Açık sarı renkli ürün	CaV_2O_6
KF-35	$CaO + V_2O_5$	1:1	900 °C / 4 saat / Hardal renkli ürün	CaV_2O_6
KF-36	$CaO + V_2O_5$	1:1	1000 °C / 4 saat / Hardal renkli ürün	CaV_2O_6

3.1.3 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+) ; M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.10: Li^+ / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-37	$Li_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	700 °C / 6 saat / Koyu kahverengi ürün	$Li_2Fe_2O_4$
KF-38	$Li_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	800 °C / 6 saat / Koyu kahverengi ürün	$Li_2Fe_2O_4$
KF-39	$Li_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	900 °C / 6 saat / Koyu kahverengi ürün	$Li_2Fe_2O_4$
KF-40	$Li_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	1000 °C / 6 saat / Koyu kahverengi ürün	$Li_2Fe_2O_4$

Tablo 3.11: Na^+ / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-41	$Na_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	700 °C / 4 saat / Kızıl renkli ürün	$Na_2Fe_2O_4$
KF-42	$Na_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	900 °C / 4 saat / Açık kahverengi ürün	$Na_2Fe_2O_4$
KF-43	$Na_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	1000 °C / 4 saat / Kahverengi ürün	$Na_2Fe_2O_4$

Tablo 3.12: K^+ / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-44	$K_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	700 °C/6 saat/ Kızıl renkli ürün	$K_2Fe_2O_4$
KF-45	$K_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	800 °C /6 saat / Kahverengi ürün	$K_2Fe_2O_4$
KF-46	$K_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1	1000 °C /6 saat / Kahverengi ürün	$K_2Fe_2O_4$

Tablo 3.13: Mg^{+2} / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-47	$MgO + Fe_2O_3$	1:1	600 °C / 4 saat / Kızıl renkli ürün	$MgFe_2O_4$
KF-48	$MgO + Fe_2O_3$	1:1	700 °C / 4 saat / Kahverengi Ürün	$MgFe_2O_4$
KF-49	$MgO + Fe_2O_3$	1:1	800 °C / 4 saat / Kızıl renkli ürün	$MgFe_2O_4$
KF-50	$MgO + Fe_2O_3$	1:1	900 °C / 4 saat / Kahverengi Ürün	$MgFe_2O_4$
KF-51	$MgO + Fe_2O_3$	1:1	1000 °C / 4 saat / Kahverengi Ürün	$MgFe_2O_4$

Tablo 3.14: $\text{Ca}^{+2} / \text{Fe}_2\text{O}_3$ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
KF-52	$\text{CaO} + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1	600 °C / 4 saat / Kızıl renkli ürün	CaFe_2O_4
KF-53	$\text{CaO} + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1	700 °C / 4 saat / Kızıl renkli ürün	CaFe_2O_4
KF-54	$\text{CaO} + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1	800 °C / 4 saat / Kızıl renkli ürün	CaFe_2O_4
KF-55	$\text{CaO} + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1	900 °C / 4 saat / Kahverengi Ürün	CaFe_2O_4
KF-56	$\text{CaO} + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1	1000 °C / 4 saat / Kahverengi Ürün	CaFe_2O_4
KF-57	$\text{CaCO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1	700 °C / 6 saat / Kızıl renkli ürün	CaFe_2O_4
KF-58	$\text{CaCO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1	800 °C / 6 saat / Kızıl renkli ürün	CaFe_2O_4
KF-59	$\text{CaCO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1	1000 °C / 6 saat / Kahverengi Ürün	CaFe_2O_4

3.2 Mikrodalga Enerji Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneyler

3.2.1 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.15: M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-1	$LiNO_3 + TiO_2$	1:1	800 W / 10 dakika / Beyaz renkli maddenin rengi değişmemiştir.	$LiTiO_3$
MD-2	$NaNO_3 + TiO_2$	1:1	800 W / 10 dakika / Beyaz renkli maddenin rengi değişmemiştir.	$NaTiO_3$
MD-3	$KNO_3 + TiO_2$	1:1	800 W / 10 dakika / Beyaz renkli maddenin rengi değişmemiştir.	$KTiO_3$
MD-4	$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + TiO_2$	1:1	800 W / 10 dakika / Beyaz renkli maddenin rengi değişmemiştir.	$MgTiO_3$
MD-5	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + TiO_2$	1:1	800 W / 10 dakika / Beyaz renkli maddenin rengi değişmemiştir.	$CaTiO_3$

3.2.2 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.16: M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-6	$LiNO_3 + V_2O_5$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	LiV_2O_6
MD-7	$NaNO_3 + V_2O_5$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	NaV_2O_6
MD-8	$KNO_3 + V_2O_5$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	KV_2O_6
MD-9	$MgO + V_2O_5$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	MgV_2O_6
MD-10	$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + V_2O_5	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, sarıdan hardal rengine dönmüştür	MgV_2O_6
MD-11	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ + V_2O_5	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	CaV_2O_6
MD-12	$CaO + V_2O_5$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	CaV_2O_6

3.2.3 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.17: M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
MD-13	$LiNO_3 + Fe_2O_3$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	$LiFe_2O_4$
MD-14	$NaNO_3 + Fe_2O_3$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	$NaFe_2O_4$
MD-15	$KNO_3 + Fe_2O_3$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, açık turuncudan koyu turuncuya dönmüştür.	KFe_2O_4
MD-16	$MgO + Fe_2O_3$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, bordodan açık kahverengiye dönmüştür.	$MgFe_2O_4$
MD-17	$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Fe_2O_3$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, bordodan kahverengiye dönmüştür.	$MgFe_2O_4$
MD-18	$CaO + Fe_2O_3$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, bordodan kahverengiye dönmüştür.	$CaFe_2O_4$
MD-19	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + Fe_2O_3$	1:1	800 W / 10 dakika / Renk, koyu kiremitten kahverengiye dönmüştür.	$CaFe_2O_4$

3.3 Hidrotermal Yöntem Kullanılarak Yapılan Deneyler

3.3.1 M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.18: M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
HT-1	$LiCl + TiO_2$	1:1	180 °C- 72 saat / Beyaz renkli ürün	$LiTiO_2$
HT-2	$MgCl_2 \cdot 6H_2O + TiO_2$	1:1	180 °C- 72 saat / Beyaz renkli ürün	$MgTiO_3$
HT-3	$CaCl_2 \cdot 2H_2O + TiO_2$	1:1	180 °C- 72 saat / Beyaz renkli ürün	$CaTiO_3$

3.3.2 M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.19: M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
HT-4	$LiCl + V_2O_5$	1:1	180 °C- 72 saat / Turuncu renkli ürün	LiV_2O_5
HT-5	$MgCl_2 \cdot 6H_2O + V_2O_5$	1:1	180 °C- 72 saat / Turuncu renkli ürün	MgV_2O_5
HT-6	$CaCl_2 \cdot 2H_2O + V_2O_5$	1:1	180 °C- 72 saat / Turuncu renkli ürün	CaV_2O_5

3.3.3 M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.20: M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları	Uygulanan İşlemler/Gözlemler	Hedeflenen Ürün
HT-7	$LiCl + Fe_2O_3$	1:1	180 °C- 72 saat / Mürdüm renkli ürün	$LiFe_2O_3$
HT-8	$MgCl_2 \cdot 6H_2O + Fe_2O_3$	1:1	180 °C- 72 saat / Bordo renkli ürün	$MgFe_2O_3$
HT-9	$CaCl_2 \cdot 2H_2O + Fe_2O_3$	1:1	180 °C- 72 saat / Bordo renkli ürün	$CaFe_2O_3$

3.4 Katı-Hal Yöntemi Kullanılarak Yapılan Deneylerin Sonuçları

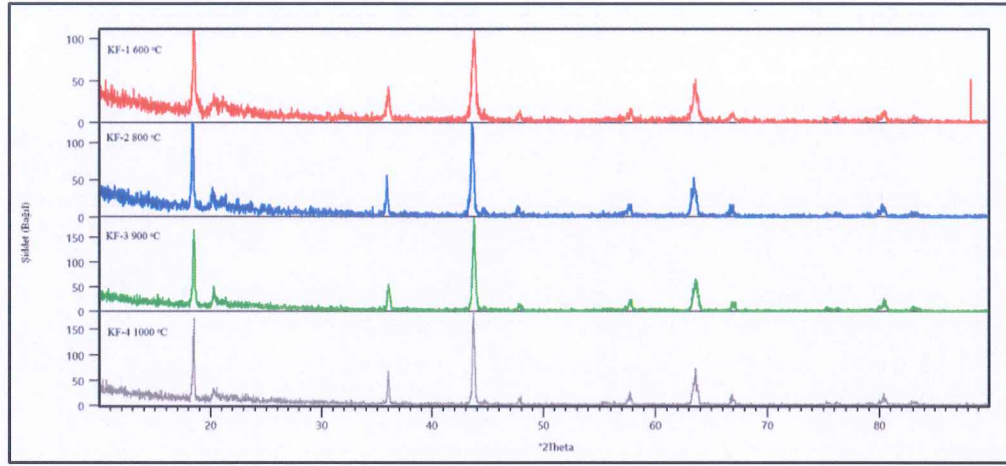
3.4.1 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.21: Li^+ / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-1	$Li_2CO_3 + TiO_2$	1:1
KF-2	$Li_2CO_3 + TiO_2$	1:1
KF-3	$Li_2CO_3 + TiO_2$	1:1
KF-4	$Li_2CO_3 + TiO_2$	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Li^+ / TiO_2 sisteminde Li_2CO_3 başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Li^+ / Ti^{+4} mol parametresi 1:1' de sabit tutulup, 600 °C, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C olmak üzere dört farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-1, KF-2 KF-3 ve KF-4 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin X-ışınları toz difraktometresi (XRD) desenleri Şekil 3.1' de verilmiştir. KF-1 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde hedeflendiği gibi

Li_2TiO_3 (ICDD 33-0831) bileşiđi oluřmuř ve bařlangıç maddelerinden olan TiO_2 'nin reaksiyona girmeyip ortamda kaldıđı grlmektedir. Tablo 3.22' de oluřan bileřiđe ait X-ıřınları toz kırınım verileri grlmektedir. KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerinin sonucunda da hedeflendiđi gibi Li_2TiO_3 (ICDD 33-0831) bileřiđi oluřmuřtur. Bu bileřiđik monoklinik yapıda olup; hcre parametreleri $a=5,069 \text{ \AA}$, $b=8,799 \text{ \AA}$, $c=9,759 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $C2/c(15)$ 'dir. Tablo 3.23' de oluřan bileřiđe ait X-ıřınları toz kırınım verileri grlmektedir.



řekil 3.1: KF-1, KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerine ait X-ıřınları toz kırınım desenleri

Tablo 3.22: KF-1 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-1					
600 °C					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Li ₂ TiO ₃ (ICDD 33-0831)		TiO ₂ (ICDD 89-8304)	
I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
100,0	4,7928	4,8000	54-(002)	-	-
14,05	2,8228	2,7930	1-(-113)	-	-
10,81	2,5953	2,5890	1-(023)	-	-
29,10	2,4878	2,5020	31-(200)	2,4871	51-(101)
6,16	2,2985	2,2540	1-(-114)	2,2966	10-(200)
51,99	2,0595	2,0690	63-(202)	2,0541	10-(210)
19,90	2,0537	2,0460	1-(221)	-	-
6,26	1,9023	1,9030	10-(133)	-	-
14,72	1,5919	1,5998	15-(006)	1,6239	24-(220)
45,51	1,4624	1,4641	35-(-206)	1,4792	12-(002)
7,47	1,3972	1,4005	17-(062)	1,4235	1-(221)
2,60	1,2496	-	-	1,2435	4-(202)
11,62	1,1930	-	-	1,2003	2-(212)
4,74	1,1627	-	-	1,1700	7-(321)
5,94	1,1054	-	-	1,0935	11-(222)

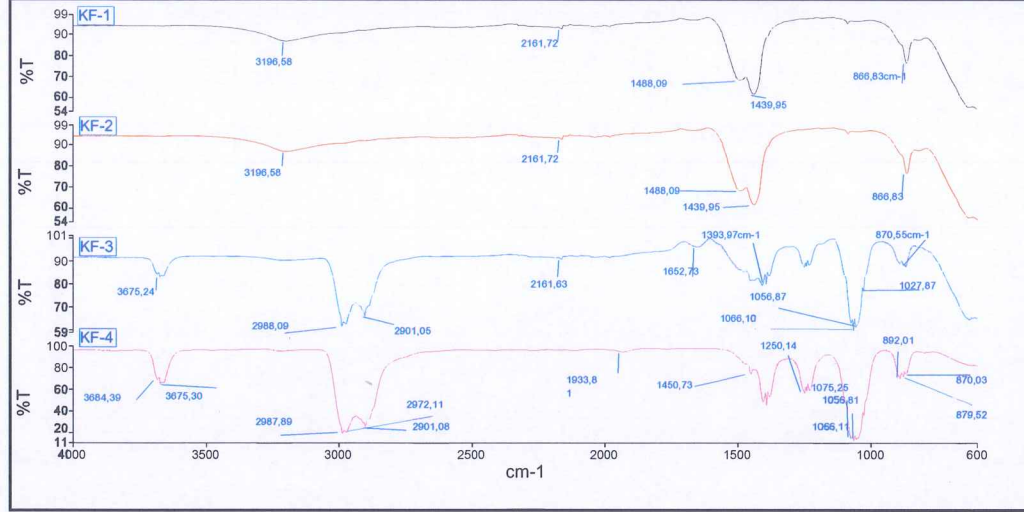
Tablo 3.23: KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-2			KF-3			KF-4		
800 °C			900 °C			1000 °C		
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		L ₂ TiO ₃ (ICDD 33-0831)	Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		L ₂ TiO ₃ (ICDD 33-0831)	Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		L ₂ TiO ₃ (ICDD 33-0831)
I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]
77,86	4,8103	4,8000	83,94	4,7976	4,8000	72,57	4,7930	4,8000
14,30	4,3892	4,4000	13,14	4,3728	4,4000	7,80	4,3752	4,4000
5,97	2,9022	-	4,80	3,5371	3,4990	8,08	3,7252	3,7460
7,48	2,5854	2,5890	29,23	2,4916	2,5020	37,68	2,4924	2,5020
42,82	2,5004	2,5020	4,53	2,3711	2,4040	2,51	2,2699	2,2540
3,89	2,3842	2,4040	2,71	2,2167	2,1910	100,0	2,0712	2,0750
1,91	2,2639	2,2540	100	2,0642	2,0750	5,76	1,8998	1,9030
100,0	2,0736	2,0750	11,61	2,0523	2,0460	1,73	1,8257	1,8128
8,47	2,0292	2,0460	6,51	1,8997	1,9030	12,07	1,5943	1,5998
6,87	1,9048	1,9030	13,13	1,5937	1,5988	32,84	1,4623	1,4641
1,11	1,7957	1,8128	29,25	1,4595	1,4641	7,29	1,3977	1,4005

Tablo 3.23 (devam): KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerine ait X-ışınları toz kırımım verileri

4,90	1,6302	1,6337	2-(310)	14,60	1,3964	1,4005	17-(062)	2,24	1,3930	1,4005	17-(-333)
11,58	1,5981	1,5998	15-(006)	14,05	1,1932	-	-	3,90	1.2606	-	-
40,63	1,4647	1,4641	35-(-206)					10,59	1.1938	-	-
2,06	1,4351	1,4005	17-(062)								
6,25	1,3977	1,4005	17-(-333)								
12,53	1,1953	-	-								

Şekil 3.2' de KF-1, KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.2' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [49].



Şekil 3.2: KF-1, KF-2, KF-3 ve KF-4 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

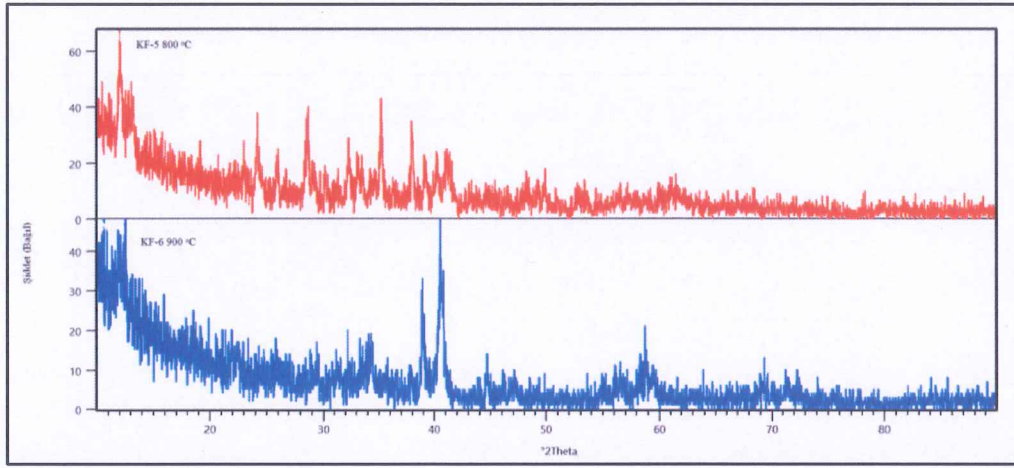
Tablo 3.24: Na⁺ / TiO₂ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-5	Na ₂ CO ₃ + TiO ₂	1:1
KF-6	Na ₂ CO ₃ + TiO ₂	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Na⁺ / TiO₂ sisteminde Na₂CO₃ başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Na⁺ / Ti⁺⁴ mol parametresi 1:1' de sabit tutulup, 800 °C ve 900 °C olmak üzere iki farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-5 ve KF-6 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.3' de verilmiştir. Bu deneylerde Na₂TiO₃ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen KF-5 ve KF-6 deneylerinde elde ürünlerin XRD deseni incelendiğinde farklı bileşiklerin düşük kristallenme ile sentezlendikleri görülmüştür. KF-5 deneyinde elde edilen ürünün XRD deseni incelendiğinde ICDD kart numarası 80-1785 olan anortik yapıda, hücre parametreleri a=8,783 Å, b=5,785 Å, c=6,476 Å ve uzay grubu P1(2) olan Na₄(TiO₄) bileşiğinin ve ICDD kart numarası 76-1648 olan monoklinik yapıda, hücre parametreleri a=14,90 Å b=3,740 Å, c=20,900 Å ve uzay grubu C2/m(12) olan

$\text{Na}_2\text{Ti}_7\text{O}_{15}$ bileşiğinin birlikte oluştukları görülmektedir. Oluşan bileşiğe ait X-ışınları toz kırınım verileri Tablo 3.25' de görülmektedir.

KF-6 kodlu deneyin sonucunda ise NaTiO_2 (ICSD 85658) ve Na_4TiO_4 (ICDD 42-0513) bileşiklerinin birlikte çift faz olarak elde edildiği belirlenmiştir. Elde edilmiş olan bileşiklerden NaTiO_2 (ICSD 85658) bileşiği hekzagonal yapıda, hücre parametreleri $a=3,0480 \text{ \AA}$ $b=3,0480 \text{ \AA}$ $c=16,2690 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $R-3m$ ' dir. Na_4TiO_4 (ICDD 42-0513) bileşiği ise anortik yapıda, hücre parametreleri $a=8,783 \text{ \AA}$ $b=5,785 \text{ \AA}$, $c=6,476 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $P1(1)$ 'dir. Bu bileşiklere ait X-ışınları toz kırınım verileri Tablo 3.25' de verilmiştir.



Şekil 3.3: KF-5 ve KF-6 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

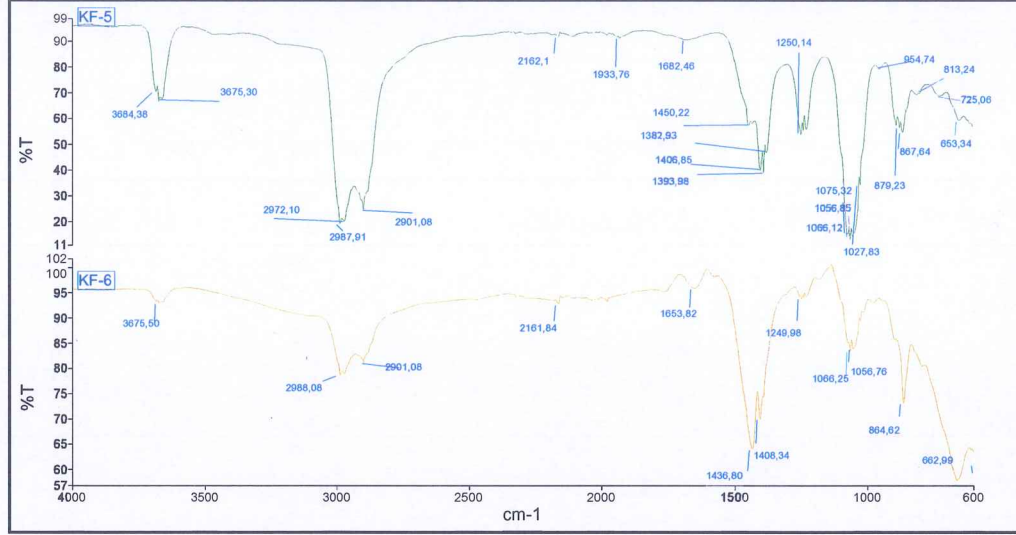
Tablo 3.25: KF-5 ve KF-6 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-5										KF-6							
800 °C										900 °C							
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Na ₄ (TiO ₄) (ICDD 80-1785)			Na ₂ Ti ₇ O ₁₅ (ICDD 80-1785)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			NaTiO ₂ (ICSD 85658)			Na ₄ TiO ₄ (ICDD 42-0513)		
I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl		
98,52	7,3530	-	-	7,4021	100-(200)	7,4021	100-(200)	57,42	2,7734	-	-	2,7784	25-(201)	2,7784	25-(201)		
44,14	6,7766	-	-	6,7354	1-(201)	6,7354	1-(201)	33,82	2,7616	2,7115	11,7-(006)	2,7216	17-(210)	2,7216	17-(210)		
62,62	3,6821	3,6153	24-(110)	3,7010	5-(400)	3,7010	5-(400)	23,82	2,6342	2,6055	5,5-(101)	2,6775	42-(10-2)	2,6775	42-(10-2)		
28,31	3,3293	3,3168	8-(-2-10)	3,2809	1-(-206)	3,2809	1-(-206)	16,32	2,4381	2,5107	22,8-(012)	-	-	-	-		
66,85	3,1176	3,1569	8-(0-12)	3,1201	1-(403)	3,1201	1-(403)	100,0	2,3112	-	-	2,2748	100-(2-12)	2,2748	100-(2-12)		
26,41	3,0065	-	-	2,9806	66-(310)	2,9806	66-(310)	99,91	2,2106	2,2142	100,0-(104)	-	-	-	-		
38,80	2,9704	-	-	2,9806	66-(-311)	2,9806	66-(-311)	25,56	2,0273	2,0499	0,5-(015)	-	-	-	-		
58,26	2,7726	2,7790	30-(201)	2,7697	3-(-115)	2,7697	3-(-115)	14,56	1,6220	1,6109	26,8-(018)	-	-	-	-		
26,20	2,6876	2,6845	56-(0-22)	2,6840	7-(-406)	2,6840	7-(-406)	46,79	1,5689	1,5240	25,1-(110)	-	-	-	-		
96,28	2,5455	2,5584	5-(-1-21)	2,5409	2-(-208)	2,5409	2-(-208)	10,00	1,3436	1,3557	3,6-(0012)	-	-	-	-		

Tablo 3.25 (devam): KF-5 ve KF-6 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

100,00	2,3669	2,3911	100-(-120)	2,3672	1-(208)				
41,99	2,2997	2,2944	9-(-220)	2,3095	1-(009)				
43,71	2,2397	2,2205	2-(102)	-	-				
46,51	2,1932	2,1817	21-(-221)	2,1965	5-(407)				
22,80	2,0868	2,0976	3-(-1-23)	2,1076	12-(-515)				
16,50	1,8801	1,8969	6-(202)	1,8943	1-(318)				
20,86	1,8281	1,8204	7-(-121)	1,8239	1-(-713)				
6,12	1,2587	1,2753	7-(-1-25)	-	-				

Şekil 3.4’ de KF-5 ve KF-6 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.4’ de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [49].



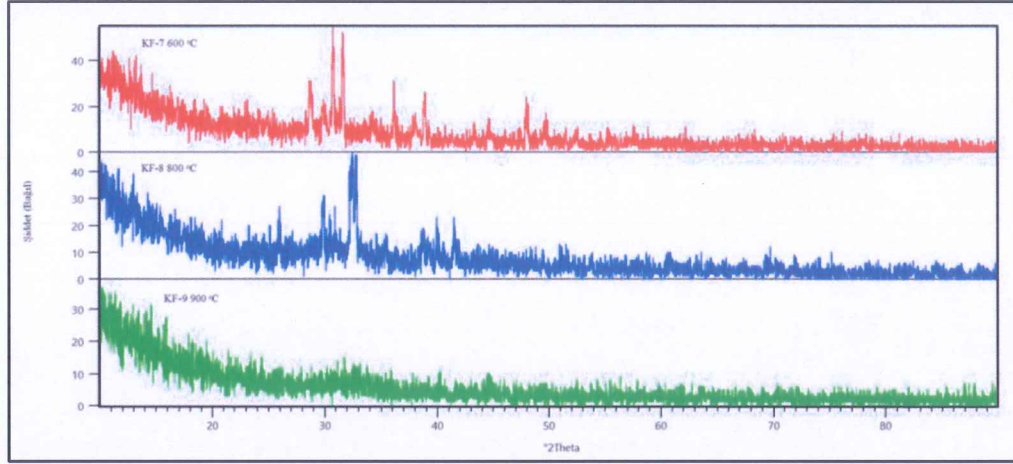
Şekil 3.4: KF-5 ve KF-6 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.26: K^+ / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-7	$K_2CO_3 + TiO_2$	1:1
KF-8	$K_2CO_3 + TiO_2$	1:1
KF-9	$K_2CO_3 + TiO_2$	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle K^+ / TiO_2 sisteminde K_2CO_3 başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde K^+ / Ti^{+4} mol parametresi 1:1’ de sabit tutulup, 600 °C, 800 °C ve 900 °C olmak üzere üç farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-7, KF-8 ve KF-9 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.5’ de verilmiştir. KF-7 kodlu deneyde elde edilen ürünün XRD deseni incelendiğinde K_2TiO_3 elde edilmesi hedeflenmesine rağmen başlangıç maddelerinden TiO_2 ’ nin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı ve kristallenme iyi olmamakla birlikte $K_4Ti_3O_8$ (ICDD 41-0167) bileşiğinin oluştuğu belirlenmiştir. Oluşan bileşiğe ait X-ışınları toz kırınım verileri Tablo 3.27’ de verilmiştir. KF-8 kodlu deneyde kristallenmenin düşük olduğu belirlenmiş ve bu nedenle karakteristik

amorf özelliğe benzer desen görülmektedir. KF-9 deneyinin sonucunda elde edilen ürünün Şekil 3.5’ de verilen X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer desen gözlemlenmiştir.



Şekil 3.5: KF-7, KF-8 ve KF-9 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

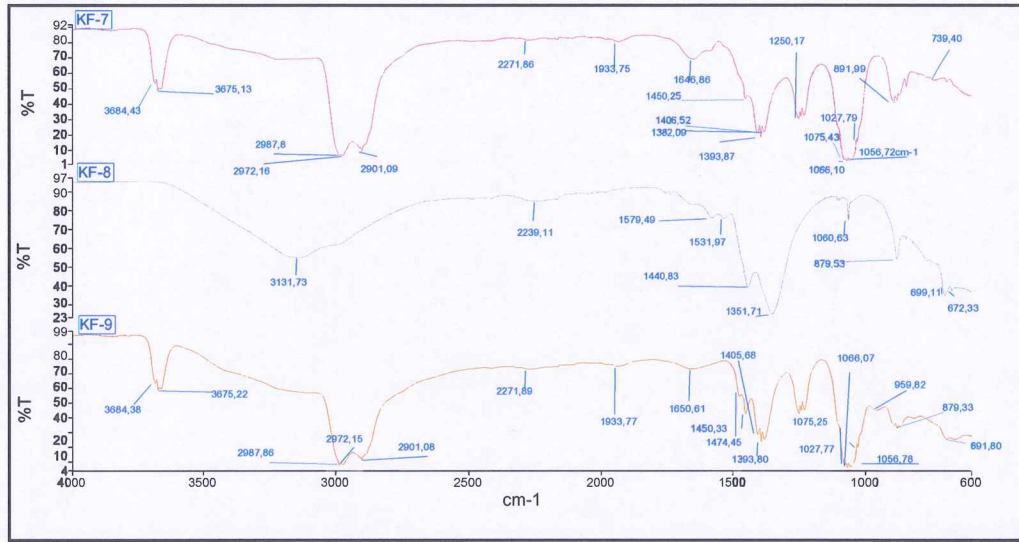
Tablo 3.27: KF-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-7					
600 °C					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		K ₄ Ti ₃ O ₈ (ICDD 41-0167)		TiO ₂ (ICDD 84-1770)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
32,02	3,1126	3,0900	57	-	-
27,05	3,0024	2,9500	100	-	-
63,99	2,9077	2,9000	31	-	-
100,00	2,8278	2,8400	62	2,8492	100-(111)
16,47	2,7702	2,7800	53	2,7509	8-(020)
8,45	2,6240	2,6300	17	-	-
15,48	2,5197	2,4700	72	-	-
38,48	2,4837	2,4600	30	-	-
7,56	2,4502	-	-	2,4531	12-(002)
6,91	2,3989	-	-	2,3995	12-(021)

Tablo 3.27 (devam): KF-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

13,40	2,3656	2,3600	19	-	-
32,12	2,3183	2,2900	64	2,2659	3-(200)
7,39	2,0238	1,9900	37	2,0084	12-(112)
35,75	1,8954	1,8500	48	-	-
10,80	1,8341	-	-	1,8309	7-(022)
9,56	1,7745	-	-	1,7489	7-(220)
18,10	1,6607	1,6900	26	1,6645	28-(202)
8,70	1,6291	1,6000	28	1,6474	43-(221)

Şekil 3.6' da KF-7, KF-8 ve KF-9 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.6' da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [49].

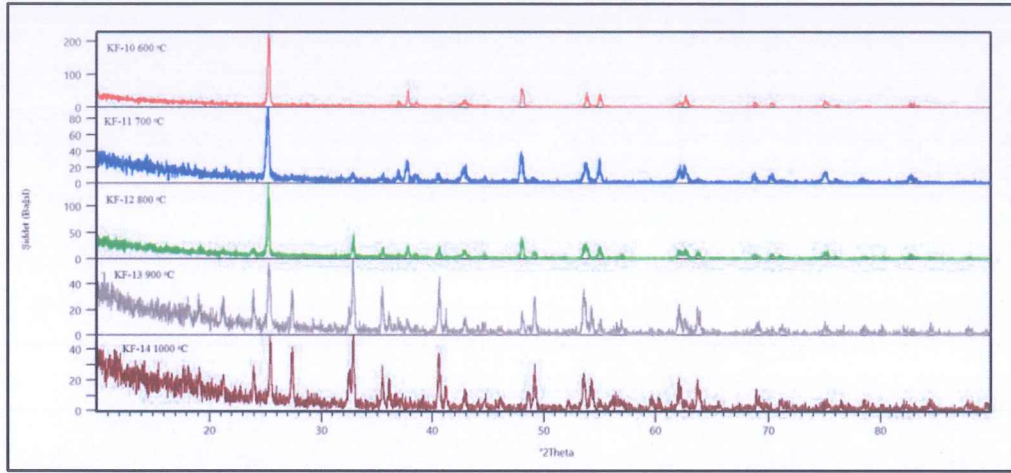


Şekil 3.6: KF-7, KF-8 ve KF-9 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.28: Mg⁺² / TiO₂ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Sayıları
KF-10	MgO + TiO ₂	1:1
KF-11	MgO + TiO ₂	1:1
KF-12	MgO + TiO ₂	1:1
KF-13	MgO + TiO ₂	1:1
KF-14	MgO + TiO ₂	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Mg⁺² / TiO₂ sisteminde MgO başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Mg⁺² / Ti⁺⁴ mol parametresi 1:1' de sabit tutulup, 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C olmak üzere beş farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-10, KF-11, KF-12, KF-13 ve KF-14 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.7' de verilmiştir. KF-10, KF-11 ve KF-12 kodlu deneylerden elde edilen ürünün XRD deseni incelendiğinde MgTiO₃ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ortorombik yapıda, hücre parametreleri a=9,783 Å, b=3,772 Å, c=9,980 Å ve uzay grubu Cmcm(63) olan Mg_{0,6}Ti_{2,4}O₅ (ICDD 82-1129) bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Bu bileşiklere ait XRD verileri Tablo 3.29' da görülmektedir. KF-13 ve KF-14 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen MgTiO₃ (ICDD 79-0831) bileşiği ile birlikte Mg_{0,6}Ti_{2,4}O₅ (ICDD 82-1129) bileşiğinin çift faz olarak oluştuğu görülmektedir. MgTiO₃ (ICDD 79-0831) bileşiği rombohedral yapıda olup; hücre parametreleri a=5,054 Å, c=13, 899 Å ve uzay grubu R $\bar{3}$ (148)' dür. Tablo 3.30' da bu bileşiklere ait XRD verileri görülmektedir.



Şekil 3.7: KF-10, KF-11, KF-12, KF-13 ve KF-14 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

Tablo 3.29: KF-10, KF-11 ve KF-12 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-10				KF-11				KF-12			
600 °C				700 °C				800 °C			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Mg _{0,6} Ti _{2,4} O ₅ (ICDD 82-1129)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Mg _{0,6} Ti _{2,4} O ₅ (ICDD 82-1129)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Mg _{0,6} Ti _{2,4} O ₅ (ICDD 82-1129)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
100,00	3,5143	3,5186	100-(110)	100,0	3,5291	3,5195	100-(110)	100,0	3,5209	3,5195	100-(110)
5,97	2,4324	2,4459	8-(400)	8,71	2,7320	2,7508	83-(203)	7,80	3,3923	3,3192	3-(111)
19,93	2,3765	2,3756	1-(041)	29,46	2,3767	2,3756	1-(401)	34,25	2,7225	2,7508	83-(203)
1,11	2,0206	2,0354	1-(114)	10,68	2,2228	2,2226	18-(204)	14,89	2,5286	2,4950	1-(004)
1,82	1,9369	1,9705	33-(403)	21,63	2,1149	2,1962	26-(402)	4,41	2,4361	2,4459	8-(400)
30,81	1,8933	1,8860	55-(020)	10,14	2,0478	2,0354	1-(114)	18,68	2,3786	2,3756	1-(401)
18,85	1,7003	1,7112	3-(551)	7,50	2,0272	1,9815	8-(313)	14,25	2,2178	2,2226	18-(204)
22,55	1,6660	1,6633	21-(006)	5,61	1,9709	1,9705	33-(403)	3,06	2,0274	2,0354	1-(114)
6,57	1,4922	1,4935	5-(420)	62,67	1,8955	1,8860	55-(020)	28,71	1,8941	1,8860	55-(020)
11,07	1,4789	1,4771	0-(421)	5,04	1,8228	1,8480	19-(205)	11,67	1,8537	1,8480	19-(205)
7,91	1,3632	1,3649	4-(604)	30,65	1,7016	1,7112	3-(511)	17,21	1,7087	1,7112	3-(511)

Tablo 3.29 (devam): KF-10, KF-11 ve KF-12 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

7,85	1,3375	1,3200	13-(225)	50,41	1,6660	1,6633	21-(006)	15,71	1,6668	1,6633	21-(006)
10,16	1,2644	1,2627	5-(605)	25,29	1,4931	1,4935	5-(420)	1,83	1,6193	1,6092	7-(601)
1,51	1,2490	1,2475	20-(103)	31,09	1,4819	1,4771	0-(421)	12,04	1,4939	1,4935	5-(420)
1,55	1,2133	1,2193	1-(713)	3,95	1,4272	1,4255	6-(514)	6,82	1,4757	1,4771	0-(421)
6,17	1,1653	1,1663	1,1974	16,53	1,3649	1,3649	4-(604)	14,22	1,4592	1,4641	4-(603)
				15,65	1,3391	1,3200	13-(225)	5,69	1,3638	1,3625	5-(423)
				24,20	1,2646	1,2627	5-(605)	5,98	1,3377	1,3200	13-(225)
				7,23	1,2508	1,2475	20-(103)	10,21	1,2650	1,2675	14-(712)
				3,30	1,2197	1,2193	1-(713)	3,32	1,2502	1,2475	20-(130)
				14,20	1,1663	1,1974	1-(622)	1,29	1,1997	1,1974	1-(622)
				6,64	1,1598	1,1878	3-(802)				

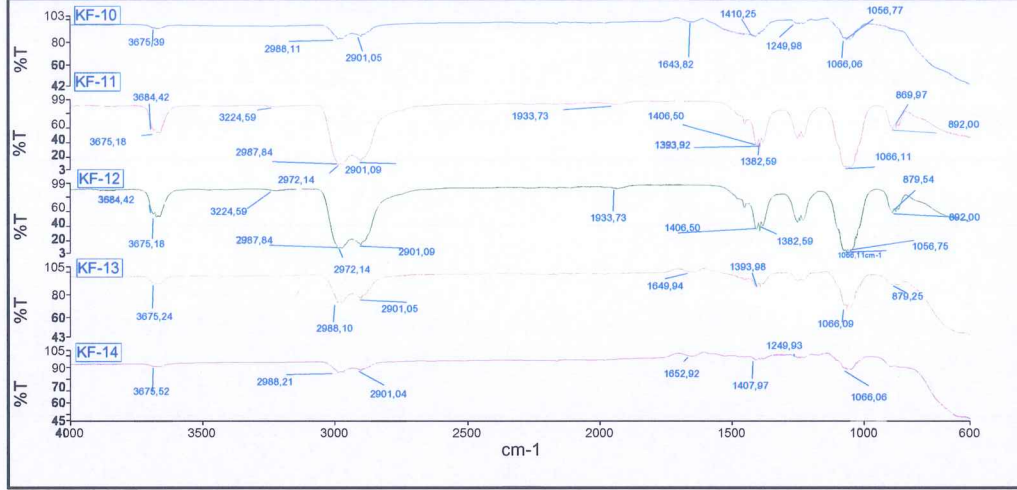
Tablo 3.30: KF-13 ve KF-14 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-13				KF-14							
900 °C				1000 °C							
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		MgTiO ₃ (ICDD 79-0831)		Mg _{0.6} Ti _{2.4} O ₅ (ICDD 82-1129)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		MgTiO ₃ (ICDD 79-0831)		Mg _{0.6} Ti _{2.4} O ₅ (ICDD 82-1129)	
I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]
15,05	4,1943	4,1753	19-(101)	4,1406	3-(210)	3,7039	42,59	3,7060	3,7039	30-(012)	3,6410
29,21	3,7142	3,7039	30-(012)	3,6410	3-(020)	3,4990	73,12	3,4990	-	-	3,4606
67,37	3,5234	-	-	3,4607	80-(112)	3,2547	67,32	3,2547	-	-	2,2815
33,50	3,2548	-	-	3,2815	100(-213)	3,1653	12,41	3,1653	-	-	3,1126
100,00	2,7251	2,7216	100-(104)	2,6794	97-(113)	2,7571	42,27	2,7571	-	-	2,7735
9,53	2,6643	-	-	2,6606	89-(221)	2,7272	100,0	2,7272	2,7216	100-(104)	2,6794
14,57	2,6493	-	-	2,6513	67-(311)	2,5302	59,73	2,5302	2,5273	60-(110)	2,5167
49,65	2,5324	2,5273	60-(110)	2,5167	15-(-314)	2,4904	47,16	2,4904	-	-	2,4954
23,29	2,4879	-	-	2,4954	1-(023)	2,4124	12,93	2,4124	-	-	2,4012

Tablo 3.30 (devam): KF-13 ve KF-14 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

10,07	2,3863	2,3466	0-(015)	2,3957	6-(-404)	18,88	2,3654	2,3466	0-(015)	2,3530	26-(-131)
57,43	2,2195	2,2187	1-(11-3)	2,2161	3-(-124)	80,40	2,2205	2,2187	1-(11-3)	2,2328	9-(-502)
24,04	2,1865	2,1621	1-(021)	2,1863	15-(-421)	35,78	2,1897	2,1621	1-(021)	2,1863	15-(-421)
14,83	2,1068	-	-	2,1126	9-(-513)	19,40	2,1039	2,0876	1-(202)	2,1126	15-(-115)
8,21	2,0926	2,0876	1-(202)	2,0886	9-(-504)	12,66	2,0265	-	-	2,0076	17-(-514)
10,25	2,0245	-	-	2,0173	9-(-332)	9,91	1,9700	-	-	1,9780	12-(015)
4,90	2,0140	-	-	2,0134	9-(500)	24,13	1,8758	-	-	1,8869	15-(412)
5,43	1,9060	-	-	1,9015	9-(421)	72,05	1,8509	1,8519	58-(024)	1,8535	9-(-515)
27,17	1,8937	-	-	1,8869	1-(232)	10,77	1,7496	-	-	1,7471	15-(430)
47,61	1,8528	1,8519	58-(024)	1,8535	26-(-521)	47,59	1,7094	1,7077	87-(11-6)	1,7051	15-(-434)
55,87	1,7086	1,7077	87-(11-6)	1,7022	3-(233)	30,99	1,6878	-	-	1,6829	1-(-516)
30,96	1,6881	-	-	1,7022	15-(-242)	10,32	1,6702	1,6429	5-(12-1)	1,6727	31-(615)
12,19	1,6655	1,6429	5-(12-1)	1,6654	9-(314)	15,13	1,5497	1,5443	0-(009)	1,5496	3-(530)
11,80	1,6243	-	-	1,6232	15-(-624)	14,41	1,5341	-	-	1,5337	3-(-244)
12,96	1,6148	1,6148	15-(018)	1,6075	15-(043)	17,01	1,4880	1,4938	54-(12-4)	1,4999	3-(522)
6,99	1,6036	1,6095	10-(21-2)	1,6024	15-(-621)	10,29	1,4800	1,4706	5-(027)	1,4999	3-(404)

Şekil 3.8’ de KF-10, KF-11, KF-12, KF-13 ve KF-14 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.8’ de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [49].



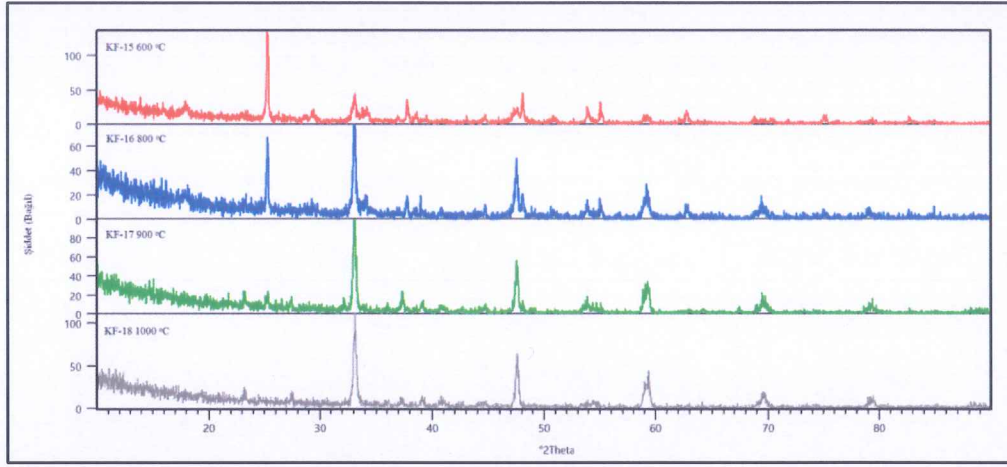
Şekil 3.8: KF-10, KF-11, KF-12 KF-13 ve KF-14 deneylerinin ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.31: Ca⁺² / TiO₂ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-15	CaCO ₃ + TiO ₂	1:1
KF-16	CaCO ₃ + TiO ₂	1:1
KF-17	CaCO ₃ + TiO ₂	1:1
KF-18	CaCO ₃ + TiO ₂	1:1
KF-19	CaO + TiO ₂	1:1
KF-20	CaO + TiO ₂	1:1
KF-21	CaO + TiO ₂	1:1
KF-22	CaO + TiO ₂	1:1
KF-23	CaO + TiO ₂	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Ca⁺² / TiO₂ sisteminde CaCO₃ başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Ca⁺² / Ti⁺⁴ mol parametresi 1:1’ de sabit tutulup, 600 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C olmak üzere dört farklı sıcaklık

parametresi kullanılmıştır. KF-15, KF-16, KF-17 ve KF-18 deneyleri sonucunda elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.9' da verilmiştir.



Şekil 3.9: KF-15, KF-16, KF-17 ve KF-18 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-15 deneyinde elde edilen ürünün XRD desenleri incelendiğinde CaTiO₃ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICDD kart numarası 25-1450 olan ortorombik yapıda hücre parametreleri a=12,92 Å, b=9,90 Å, c=16,04 Å olan CaTi₂O₅ bileşiğinin oluştuğu ve giriş maddelerinden TiO₂' nin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir. KF-15 deneyi ile elde edilen bileşiklerin XRD verileri Tablo 3.32' de verilmiştir. KF-16 kodlu deney sonucunda hedeflenen ürün CaTiO₃ (ICSD 85101) sentezlenmiş olup giriş maddelerinde TiO₂ reaksiyona girmeden ortamda kalmıştır. CaTiO₃ (ICSD 85101) bileşiği ortorombik yapıda olup hücre parametreleri a=5,4440 Å, b= 7,6370 Å, c= 5,3780 Å ve uzay grubu pnma 62' dir. Bu bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.32' de verilmiştir. KF-17 ve KF-18 kodlu deneylerin sonucunda CaTiO₃ (ICDD 89-6949) bileşiği sentezlenmiştir. CaTiO₃ (ICDD 89-6949) bileşiği ortorombik yapıda olup, hücre parametreleri a=5,4460 Å, b=7,6450 Å, c=5,3830 Å ve uzay grubu pnma 62' dir. Bu bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.33' de görülmektedir.

Tablo 3.32: KF-15 ve KF-16 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-15										KF-16					
600 °C										800 °C					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			CaTi ₂ O ₅ (ICDD 25-1450)			TiO ₂ (ICDD 89-4921)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			CaTiO ₃ (ICSD 85101)		TiO ₂ (ICDD 89-4921)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
7,02	4,9413	4,9250	16-(103)	-	-	100,0	3,5123	-	-	-	-	3,5098	100-(101)	3,5098	100-(101)
11,94	3,7811	3,7910	3-(302)	-	-	90,32	2,7021	-	-	2,7027	100-(121)	-	-	-	-
100,0	3,5188	3,4960	63-(123)	35098	100-(101)	17,24	2,3741	2,4101	1,6-(102)	2,4101	1,6-(102)	2,4267	7-(103)	2,4267	7-(103)
11,20	3,3820	3,3660	3-(303)	-	-	14,21	2,0247	2,0386	1,1-(122)	2,0386	1,1-(122)	2,3752	24-(004)	2,3752	24-(004)
7,74	3,0407	3,0010	18-(402)	-	-	63,21	1,9105	1,9129	41,9-(202)	1,9129	41,9-(202)	-	-	-	-
4,51	2,8947	2,8840	27-(231)	-	-	28,04	1,8897	1,9092	22,3-(040)	1,9092	22,3-(040)	1,8885	41-(200)	1,8885	41-(200)
26,15	2,7054	2,7360	8-(133)	-	-	10,53	1,8029	1,8592	1,7-(230)	1,8592	1,7-(230)	-	-	-	-
10,95	2,6234	2,6140	4-(106)	-	-	11,89	1,7031	1,7083	1,3-(141)	1,7083	1,3-(141)	1,6974	29-(105)	1,6974	29-(105)
16,94	2,3779	2,3730	5-(234)	2,3752	24-(004)	17,72	1,6659	1,6619	0,7-(113)	1,6619	0,7-(113)	1,6630	29-(211)	1,6630	29-(211)
5,50	2,3318	2,2800	5-(325)	2,3280	10-(112)	32,09	1,5591	1,5567	9,4-(042)	1,5567	9,4-(042)	-	-	-	-

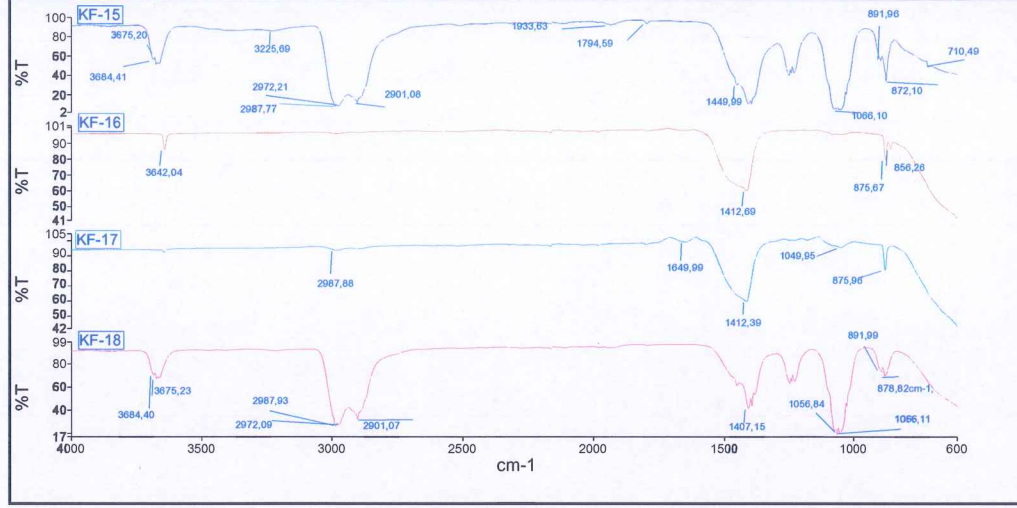
Tablo 3.32 (devam): KF-15 ve KF-16 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

5,49	2,0965	2,0790	5-(144)	-	-	16,68	1,4810	1,4758	0,3-(312)	1,4782	21-(204)
4,08	2,0289	2,0400	5-(612)	-	-	23,24	1,3525	1,3513	16,4-(242)	1,3620	12-(116)
10,19	1,9138	1,9090	12-(442)	-	-	10,32	1,3367	1,3320	0,0-(250)	1,3353	12-(220)
24,66	1,8905	1,8960	41-(604)	1,8885	29-(105)	10,04	1,2636	1,2681	0,3-(024)	1,2624	18-(215)
3,38	1,7926	1,7960	6-(146)	-	-	7,69	1,2103	1,2143	2,3-(402)	1,2480	5-(302)
1,18	1,7587	1,7500	6-(427)	-	-						
19,17	1,6998	1,6780	13-(451)	1,6974	29-(105)						
25,14	1,6662	1,6670	13-(147)	1,6630	29-(211)						
8,01	1,6592	1,6500	20-(060)	-	-						
5,32	1,5593	1,5810	56-(715)								
5,82	1,5508	1,5520	43-(617)	1,4903	4-(213)						

Tablo 3.33: KF-17 ve KF-18 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

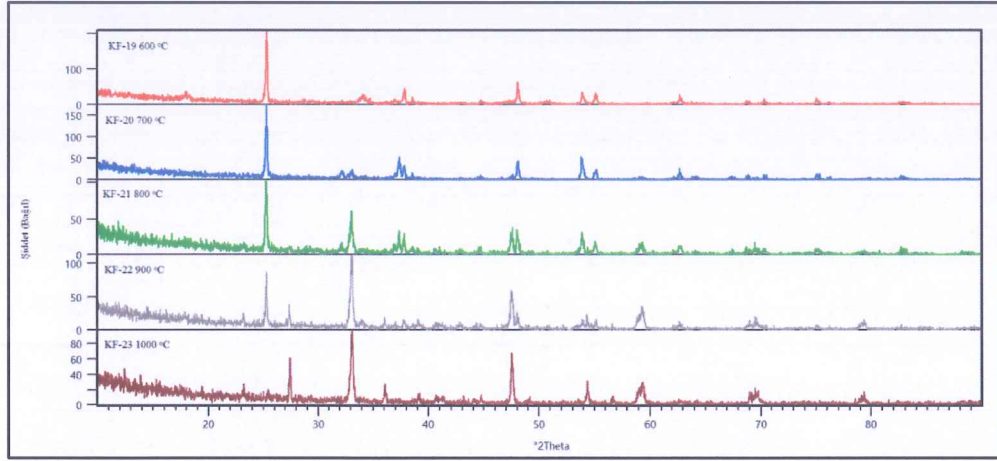
KF-17				KF-18			
900 °C				1000 °C			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaTiO ₃ (ICDD 89-6949)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaTiO ₃ (ICDD 89-6949)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
10,23	3,8139	3,8264	9-(002)	100,0	2,6996	2,7035	100-(112)
100,0	2,6992	2,7035	100-(112)	7,48	2,5528	2,5632	1-(021)
7,31	2,5209	2,5632	1-(021)	8,81	2,4828	2,4281	1-(120)
26,20	2,4046	2,4119	2-(210)	4,88	2,4064	2,4119	2-(210)
13,79	2,2951	2,3021	7-(103)	6,63	2,3026	2,3021	7-(103)
5,99	2,2031	2,2162	6-(002)	5,49	2,2056	2,2162	6-(022)
7,93	2,0265	2,0492	2-(122)	3,59	2,1621	2,1998	5-(202)
70,79	1,9115	1,9132	60-(220)	6,35	2,0273	2,0395	1-(212)
22,41	1,6986	1,6770	2-(131)	67,96	1,9090	1,9132	60-(220)
25,60	1,5528	1,5634	48-(024)	31,87	1,5548	1,5559	36-(204)
3,86	1,4509	1,4665	22-(303)	1,93	1,5100	1,5559	36-(312)
3,31	1,3731	1,3995	36-(232)	15,22	1,3497	1,3453	7-(400)

Şekil 3.10' da KF-15, KF-16, KF-17 ve KF-18 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.10' da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [49].



Şekil 3.10: KF-15, KF-16, KF-17 ve KF-18 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

CaCO₃ yerine CaO kullanılarak yapılan Ca⁺² / TiO₂ sisteminde yapılan yüksek sıcaklık katı hal deneylerinde Ca⁺² / Ti⁺⁴ mol parametresi 1:1, sıcaklık değerleri 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C' dir. KF-19, KF-20, KF-21, KF-22 ve KF-23 kodlu deneylere ait XRD desenleri Şekil 3.11' de verilmiştir.



Şekil 3.11: KF-19, KF-20, KF-21, KF-22 ve KF-23 deneylerine ait X-Işınları toz kırınım desenleri

KF-19 ve KF-20 deneylerinde elde edilen ürünün XRD deseni incelendiğinde CaTiO_3 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICDD kart numarası 25-1450 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=12,92 \text{ \AA}$, $b=9,90 \text{ \AA}$, $c=16,04 \text{ \AA}$ olan CaTi_2O_5 bileşiğinin oluştuğu ve TiO_2 'nin bir kısmının reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir. Tablo 3.34' de bu bileşiklere ait XRD verileri görülmektedir.

KF-21 deneyinin sonucunda giriş maddelerinden TiO_2 'nin bir kısmının reaksiyona girmeden ortamda kaldığı ve hedeflenen ürün olan CaTiO_3 (ICDD 89-6949) bileşiğinin oluştuğu belirlenmiştir. Bu bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.35' de verilmiştir. KF-22 ve KF-23 deneylerinde elde edilen ürünün XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen bileşik olan CaTiO_3 (ICDD 89-6949) bileşiğinin ve CaTi_2O_5 (ICDD 25-1450) bileşiğinin çift faz olarak sentezlendiği görülmektedir. CaTiO_3 (ICDD 89-6949) bileşiği ortorombik yapıda hücre parametreleri $a=5,381 \text{ \AA}$, $b=5,441 \text{ \AA}$, $c=7,640 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{Pbnm}(62)$ 'dir. Bu bileşiklere ait XRD verileri Tablo 3.35 ve Tablo 3.36' da görülmektedir.

Tablo 3.34: KF-19 ve KF-20 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-19						KF-20					
600 °C						700 °C					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaTi ₂ O ₅ (ICDD 25-1450)		TiO ₂ (ICDD 89-4921)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaTi ₂ O ₅ (ICDD 25-1450)		TiO ₂ (ICDD 89-4921)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
4,40	4,9133	4,9250	16-(103)	-	-	6,23	3,5982	3,5660	46-(114)	-	-
100,0	3,5178	3,4960	63-(123)	3,5098	100-(101)	100,00	3,5137	3,4960	63-(123)	3,5098	100-(101)
7,55	2,6292	2,6140	4-(106)	-	-	3,49	2,4707	2,4690	67-(206)	-	-
6,88	2,5919	2,5940	8-(331)	-	-	33,76	2,4043	2,4430	14-(041)	2,4267	7-(103)
1,32	2,4629	2,4690	67-(206)	-	-	25,78	2,3792	2,3730	5-(234)	2,3752	24-(004)
3,09	2,4500	2,4430	14-(041)	-	-	5,93	2,3347	2,2800	5-(325)	2,3280	10-(112)
4,77	2,4339	-	-	2,4267	7-(103)	3,07	2,0269	2,0400	5-(612)	-	-
19,92	2,3782	2,3730	5-(234)	2,3752	24-(004)	39,77	1,8911	1,8720	100-(327)	1,8885	41-(200)
7,36	2,3334	2,2800	5-(325)	2,3280	10-(112)	39,75	1,7000	1,7350	6-(119)	1,6974	29-(105)
5,19	2,0229	2,0400	5-(612)	-	-	12,93	1,6650	1,6670	13-(147)	1,6630	29-(211)
28,50	1,8918	-	-	1,8885	41-(200)	11,12	1,4792	1,4740	7-(339)	1,4782	21-(204)

Tablo 3.34 (devam): KF-19 ve KF-20 deneylerine ait X-ışınları toz kırımın verileri

17,53	1,6997	-	-	1,6974	29-(105)	4,09	1,3621	1,3680	7-(3111)	1,3620	12-(116)
17,86	1,6656	-	-	1,6630	29-(211)	3,11	1,3346	1,3390	8-(358)	1,3353	12-(220)
11,80	1,4802	-	-	1,4903	4-(213)	10,93	1,2632	1,2920	8-(1000)	1,2624	18-(215)
6,22	1,3634	-	-	1,3620	12-(116)	2,96	1,2489	-	-	1,2480	5-(301)
4,65	1,3380	-	-	1,3353	12-(220)	0,98	1,2079	-	-	1,1876	1-(008)
9,40	1,2641	-	-	1,2624	18-(215)	7,10	1,1660	-	-	1,1640	8-(224)
1,90	1,2489	-	-	1,2480	5-(301)						
2,60	1,1662	-	-	1,1640	8-(224)						

Tablo 3.35: KF-21 ve KF-22 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-21										KF-22									
800 °C										900 °C									
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			CaTiO ₃ (ICDD 89-6949)			TiO ₂ (ICDD 89-4921)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			CaTi ₂ O ₅ (ICDD 25-1450)			CaTiO ₃ (ICDD 89-6949)				
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl				
100,0	3,5223	-	-	3,5098	100-(101)	3,5098	100-(101)	51,22	3,5212	3,4960	63-(123)	3,4213	2-(111)	3,4213	2-(111)				
7,35	2,7842	2,7209	28-(020)	-	-	-	-	18,67	3,2553	3,2690	3-(320)	-	-	-	-				
45,31	2,7085	2,7035	100-(112)	-	-	-	-	100,0	2,7065	2,7360	8-(133)	2,7035	100-(112)	2,7035	100-(112)				
6,65	2,5960	2,5632	1-(021)	-	-	-	-	60,45	2,6964	2,6660	50-(421)	-	-	-	-				
28,72	2,4063	2,4281	1-(120)	2,4267	7-(103)	2,4267	7-(103)	13,61	2,6834	2,6140	4-(106)	-	-	-	-				
22,69	2,3785	2,4119	2-(210)	2,3752	24-(004)	2,3752	24-(004)	12,46	2,4905	2,4690	67-(206)	2,4281	1-(120)	2,4281	1-(120)				
1,41	2,1972	2,1998	5-(202)	-	-	-	-	11,03	2,3799	2,3730	5-(234)	-	-	-	-				
2,97	2,1072	2,1202	2-(113)	-	-	-	-	10,33	2,3034	2,2800	5-(325)	2,3021	7-(103)	2,3021	7-(103)				
7,52	2,0260	2,0395	1-(212)	-	-	-	-	3,83	2,2043	2,1850	10-(334)	2,2162	6-(022)	2,2162	6-(022)				
20,75	1,9156	1,9132	60-(220)	-	-	-	-	4,95	2,1510	2,1650	5-(235)	2,1998	5-(202)	2,1998	5-(202)				
34,50	1,8940	1,9102	48-(004)	1,8885	41-(200)	1,8885	41-(200)	3,77	2,1154	2,1160	5-(433)	2,1202	2-(113)	2,1202	2-(113)				

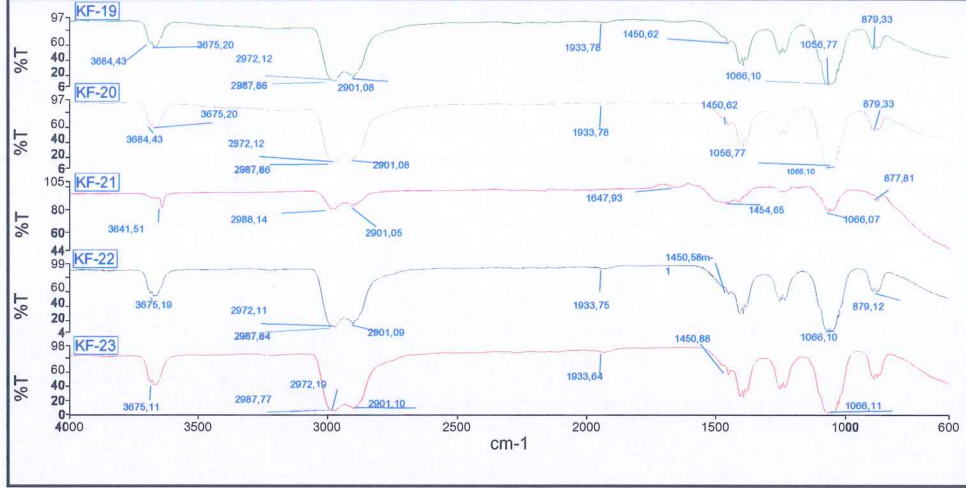
Tablo 3.35 (devam): KF-21 ve KF-22 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

27,46	1,7002	1,7106	3-(114)	1,6974	29-(104)	5,74	2,0279	2,0400	5-(612)	2,0395	1-(212)
18,04	1,6672	1,6770	5-(131)	1,6630	29-(211)	44,06	1,9128	-	-	1,9102	48-(004)
9,01	1,5586	1,5559	36-(312)	-	-	17,02	1,8935	-	-	1,8594	3-(023)
7,13	1,4785	1,4700	1-(321)	1,4782	21-(204)	17,03	1,6868	-	-	1,6770	5-(131)
1,64	1,4663	1,4665	1-(303)	-	-	10,37	1,6648	-	-	1,6628	1-(311)
1,38	1,4110	1,4160	0-(313)	-	-	3,21	1,6082	-	-	1,5675	22-(132)
11,25	1,3518	1,3517	26-(224)	1,3620	12-(116)	25,21	1,5570	-	-	1,5559	36-(204)
8,25	1,3383	1,3393	2-(041)	1,3353	12-(220)	10,28	1,4811	-	-	1,4976	1-(320)
5,38	1,2637	1,2689	0-(402)	1,2624	18-(215)	3,78	1,4748	-	-	1,4700	1-(105)
1,94	1,2343	1,2358	0-(412)	1,2480	5-(301)	9,20	1,3500	-	-	1,3517	26-(224)
3,18	1,2060	1,2098	11-(332)	1,1876	1-(008)	4,37	1,3345	-	-	1,3393	2-(041)
4,29	1,1661	1,1940	1-(225)	1,1699	1-(303)	6,38	1,2641	-	-	1,2754	1-(330)

Tablo 3.36: KF-23 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-23					
1000 °C					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaTiO ₃ (ICDD 89-6949)		CaTi ₂ O ₅ (ICDD 25-1450)	
I/I ₀	deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
11,10	3,7559	3,8265	9-(002)	3,7910	3-(302)
58,79	3,2460	-	-	3,2690	3-(320)
100,00	2,7035	2,7035	100-(112)	2,7360	8-(133)
4,55	2,6056	2,5632	1-(021)	2,6140	4-(106)
22,14	2,4896	2,4281	1-(120)	2,4430	14-(041)
6,72	2,2989	2,3021	7-(211)	2,2800	5-(325)
2,45	2,2656	2,2162	6-(022)	-	-
3,33	2,2021	2,1998	5-(202)	2,1850	10-(334)
5,16	2,0943	2,1202	2-(113)	2,1160	5-(433)
1,56	2,0856	2,0492	2-(122)	2,0400	5-(612)
2,59	2,0456	2,0395	1-(212)	2,0400	5-(612)
1,65	1,9462	1,9132	60-(220)	1,9370	5-(145)
77,05	1,9124	1,9102	48-(004)	1,9090	12-(442)
3,11	1,7927	1,7574	1-(123)	1,7500	6-(427)
20,38	1,6853	1,7106	3-(114)	1,7350	6-(119)
49,7	1,6769	1,6770	5-(131)	1,6780	13-(451)
4,32	1,6412	1,6628	1-(311)	1,6670	13-(147)
9,50	1,6227	1,5675	22-(132)	1,5520	43-(617)
28,56	1,5553	1,5559	36-(312)	1,5440	29-(256)
2,88	1,4786	1,4757	0-(231)	1,4740	7-(339)
3,29	1,4507	1,4665	1-(303)	1,4570	8-(650)
13,78	1,3595	1,3517	26-(224)	1,3680	8-(3111)
17,98	1,3510	1,3453	7-(400)	1,3500	16-(5110)
2,56	1,3210	1,3189	1-(140)	1,3390	8-(358)

Şekil 3.12’ de KF-19, KF-20, KF-21, KF-22 ve KF-23 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.12’ de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [49].



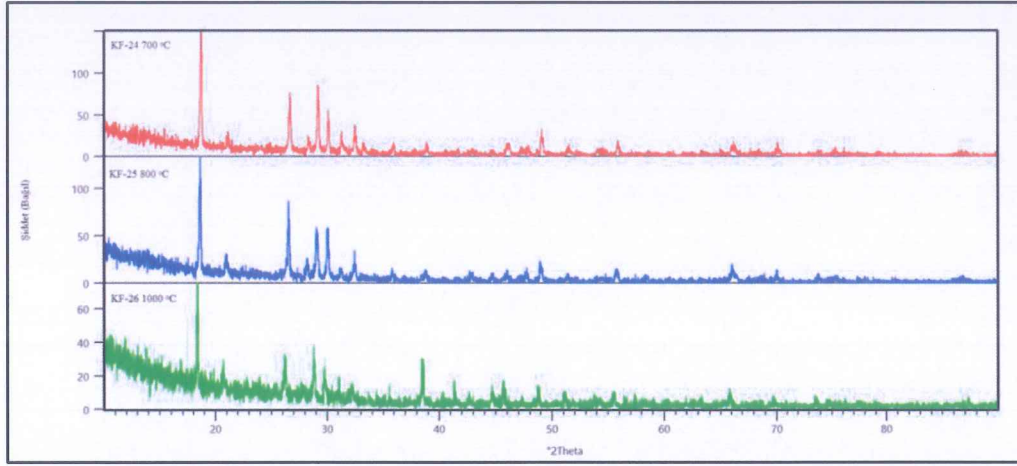
Şekil 3.12: KF-19, KF-20, KF-21, KF-22 ve KF-23 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

3.4.2 M^+ (Li^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.37: Li^+ / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-24	$Li_2CO_3 + V_2O_5$	1:1
KF-25	$Li_2CO_3 + V_2O_5$	1:1
KF-26	$Li_2CO_3 + V_2O_5$	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Li^+ / V_2O_5 sisteminde Li_2CO_3 başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Li^+ / V^{+5} mol parametresi 1:1’ de sabit tutulup, 700 °C, 800 °C ve 1000 °C olmak üzere üç farklı sıcaklık parametresinde çalışılmıştır. KF-24, KF-25 ve KF-26 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.13’ de verilmiştir.



Şekil 3.13: KF-24, KF-25 ve KF-26 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-24 ve KF-25 deneylerinden elde edilen ürünlerin XRD desenleri incelendiğinde $\text{Li}_2\text{V}_2\text{O}_6$ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine karşın ICSD kart numarası 2899 olan monoklinik yapıda hücre parametreleri $a=10,1580 \text{ \AA}$ $b=8,4180 \text{ \AA}$ $c= 5,8850 \text{ \AA}$ ve uzay grubu C12/c1 olan LiVO_3 bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Oluşan bileşikler ait XRD verileri Tablo 3.38' de verilmektedir.

Tablo 3.38: KF-24 ve KF-25 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-24				KF-25			
700 °C				800 °C			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		LiVO ₃ (ICSD 2899)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		LiVO ₃ (ICSD 2899)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
100,00	4,7376	4,7576	100-(200)	100,00	4,7576	4,7579	100-(200)
12,61	4,2081	4,2090	14,2-(-020)	11,41	4,2324	4,2090	14,2-(-020)
57,73	3,3400	3,3454	49,5-(02-1)	59,72	3,3514	3,3454	49,5-(02-1)
10,85	3,1491	3,1525	9,3-(220)	11,31	3,1637	3,1525	9,3-(220)
73,24	3,0584	3,0593	91,0-(22-1)	42,19	3,0674	3,0658	17,1-(31-1)
49,25	2,9650	2,9682	33,8-(310)	49,70	2,9690	2,9682	33,8-(310)
16,57	2,8565	2,8580	32,4-(20-2)	7,75	2,8604	2,8580	32,4-(20-2)
18,10	2,7542	2,7565	47,7-(002)	6,21	2,7870	2,7726	0,5-(11-2)
5,83	2,6910	2,6914	4,4-(130)	12,26	2,7586	2,7565	47,7-(002)
7,38	2,4956	2,4984	11,2-(221)	6,58	2,5004	2,5188	1,1-(13-1)
8,75	2,3150	2,3160	12,6-(311)	4,02	2,3236	2,3294	0,1-(131)
6,59	1,9678	1,9661	6,3-(04-1)	5,96	2,1234	2,1355	0,2-(33-1)

Tablo 3.38 (devam): KF-24 ve KF-25 deneylerine ait X-ışınları toz kırımım verileri

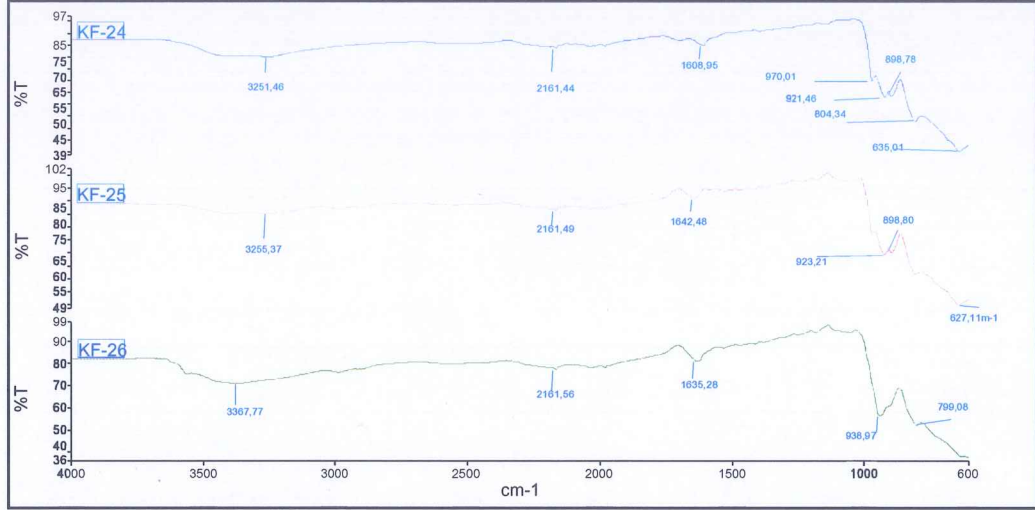
4,91	1,9019	1,9028	12,8-(24-1)	5,24	2,1071	2,1045	3,1-(040)
35,13	1,8544	1,8563	12,5-(510)	6,73	2,0233	2,0286	0,0-(13-2)
9,18	1,7754	1,7769	17,9-(22-3)	10,96	1,9706	1,9748	7,9-(51-1)
3,61	1,6883	1,6841	3,9-(02-3)	5,48	1,9588	1,9661	6,3-(04-1)
14,32	1,6442	1,6455	14,2-(53-1)	6,02	1,9037	1,9028	12,8-(24-1)
7,68	1,4130	1,4140	7,9-(71-2)	17,08	1,8590	1,8583	2,4-(31-3)
12,58	1,3410	1,3420	5,9-(512)	4,63	1,7774	1,7769	17,9-(22-3)
3,08	1,2827	1,2828	6,0-(73-1)	9,16	1,6469	1,6459	0,1-(60-2)
2,68	1,2083	1,2085	0,5-(460)	3,59	1,5286	1,5296	1,3-(44-2)
				2,14	1,5048	1,4989	0,8-(35-1)
				11,44	1,4119	1,4104	7,7-(53-1)

KF-26 kodlu deney sonucunda LiVO_3 (ICSD 2899) bileşiği sentezlenmiştir. Oluşan bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.39' da görülmektedir.

Tablo 3.39: KF-26 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-26			
1000 °C			
DeneySEL ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		LiVO_3 (ICSD 2899)	
I/I_0	DeneySEL [Å]	d [Å]	I/I_0 -hkl
100,00	4,8245	4,7579	100-(200)
35,34	3,3902	3,3454	49,5-(02-1)
50,88	3,0950	3,0658	17,1-(31-1)
44,16	2,9996	2,9682	33,8-(310)
7,64	2,6842	2,6914	4,4-(130)
20,83	2,3330	2,3294	0,1-(131)
7,87	2,3028	2,3060	0,2-(022)
22,48	2,1814	2,1683	4,1-(42-1)
8,44	2,0332	2,0286	0,0-(13-2)
17,07	1,9853	1,9748	7,9-(51-1)
4,77	1,9071	1,9028	12,8-(24-1)
8,82	1,8653	1,8712	3,2-(222)
10,30	1,7824	1,7769	17,9-(22-3)
9,51	1,6525	1,6637	1,7-(113)
3,83	1,4978	1,4989	0,8(35-1)
9,78	1,4152	1,4104	7,7-(53-1)
9,72	1,2861	1,2868	0,1-(60-4)
3,14	1,2691	1,2665	0,7-(640)
13,13	1,1154	-	-
6,25	1,0914	1,0918	2,2-(37-2)

Şekil 3.14' de KF-24, KF-25 ve KF-26 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.14' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [50,51].

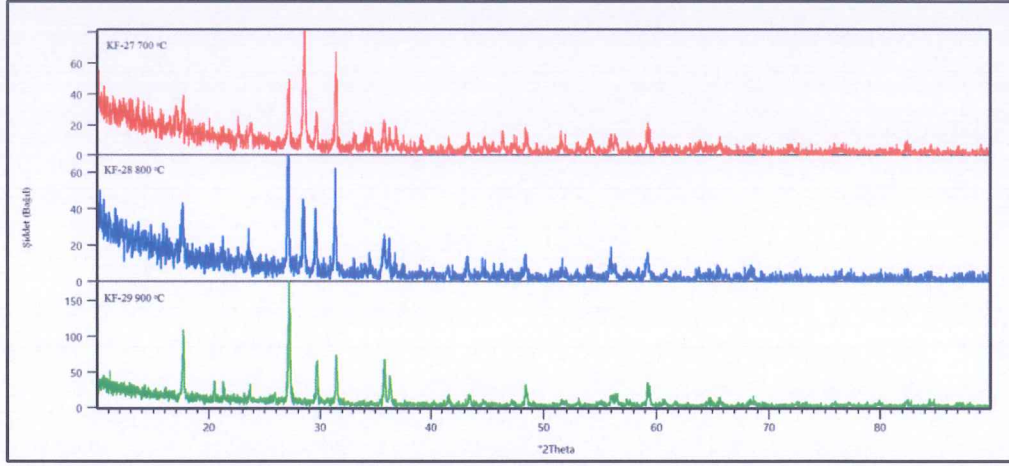


Şekil 3.14: KF-24, KF-25 ve KF-26 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.40: K^+ / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-27	$K_2CO_3 + V_2O_5$	1:1
KF-28	$K_2CO_3 + V_2O_5$	1:1
KF-29	$K_2CO_3 + V_2O_5$	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle K^+ / V_2O_5 sisteminde K_2CO_3 başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde K^+ / V^{+5} mol parametresi 1:1' de sabit tutulup, 700 °C, 800 °C ve 900 °C olmak üzere üç farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-27, KF-28 ve KF-29 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.15' de verilmiştir.



Şekil 3.15: KF-27, KF-28 ve KF-29 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-27 ve KF-28 kodlu deneyler sonucunda elde edilen ürünlerin Şekil 4.15'te verilen X-ışınları toz kırınım deseni incelendiğinde; $K_3V_5O_{14}$ (ICDD 48-1017) ve KVO_3 (ICSD 44528) bileşiklerinin birlikte çift faz olarak elde edildiği belirlenmiştir. Elde edilen bileşiklerden $K_3V_5O_{14}$ (ICDD 48-1017) hekzagonal yapıda olup hücre parametreleri $a=8,689 \text{ \AA}$, $c= 5,002 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $P31m(157)$ 'dir. Bu bileşiklere ait XRD verileri Tablo 3.41' de görülmektedir.

KF-29 kodlu deney sonucunda ise, $K_3V_5O_{14}$ (ICDD 48-1017) bileşiği elde edilmiştir. $K_3V_5O_{14}$ (ICDD 48-1017) bileşiği hekzagonal yapıda olup hücre parametreleri $a=8,689 \text{ \AA}$, $c= 5,002 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $P31m(157)$ ' dir. Tablo 3.42' de bu bileşiğe ait XRD verileri görülmektedir.

Tablo 3.41: KF-27 ve KF-28 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-27										KF-28									
700 °C										800 °C									
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			KVO ₃ (ICSD 44528)			K ₃ V ₅ O ₁₄ (ICDD 48-1017)				Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			K ₃ V ₅ O ₁₄ (ICDD 48-1017)			KVO ₃ (ICSD 44528)			
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl		
20,99	5,0189	-	-	5,0020	38-(001)	5,0020	38-(001)	43,01	5,0239	5,0020	38-(001)	5,0020	38-(001)	-	-	-	-		
16,43	3,7360	3,7469	14,9-(120)	3,7630	13-(200)	3,7630	13-(200)	51,05	3,7728	3,7630	13-(200)	3,7630	13-(200)	3,7469	14-9-(420)				
49,10	3,2865	-	-	3,2800	100-(111)	3,2800	100-(111)	100,00	3,2800	3,2800	100-(111)	3,2800	100-(111)	-	-	-	-		
85,44	3,1284	3,1310	100-(121)	-	-	-	-	45,01	3,1275	-	-	-	-	3,1310	100-(121)				
17,95	3,0008	2,9635	0,4-(130)	3,0070	49-(201)	3,0070	49-(201)	64,87	3,0126	3,0070	49-(201)	3,0070	49-(201)	2,9635	0,4-(130)				
100,0	2,8456	2,8500	39,4-(002)	2,8450	74-(210)	2,8450	74-(210)	97,42	2,8496	2,8450	74-(210)	2,8450	74-(210)	2,8500	39,4-(002)				
9,89	2,7055	2,7075	6,8-(040)	-	-	-	-	30,58	2,5081	-	-	2,5000	39-(002)	2,5220	1,0-(002)				
6,63	2,6809	2,6294	14,8-(131)	-	-	-	-	29,03	2,4758	2,4720	40-(211)	2,4720	40-(211)	2,4456	15,4-(041)				
19,20	2,5915	2,5950	15,3-(200)	-	-	-	-	8,72	2,1736	2,1720	6-(220)	2,1720	6-(220)	2,1648	0,6-(221)				
29,31	2,5065	2,5220	1,0-(022)	2,5000	39-(002)	2,5000	39-(002)	16,10	2,0930	2,0880	35-(310)	2,0880	35-(310)	2,1070	2,4-(230)				

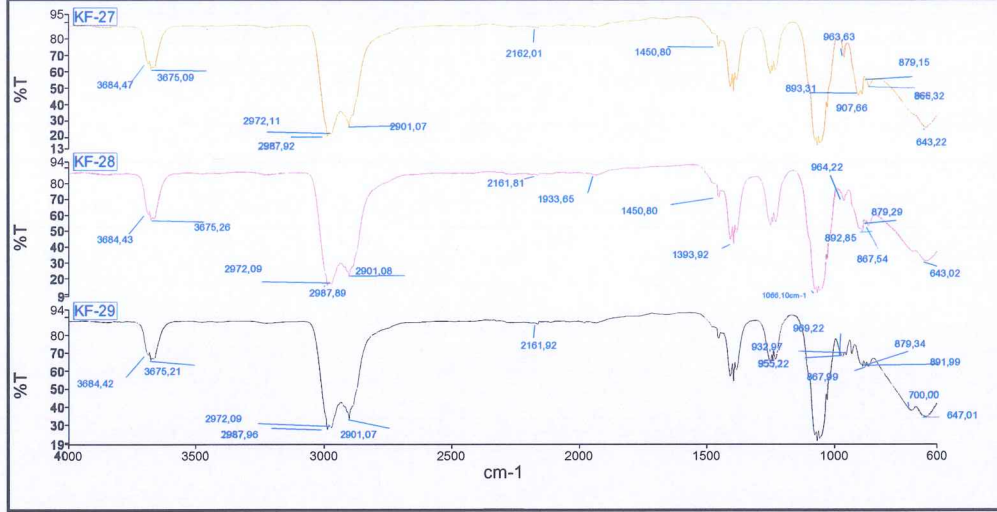
Tablo 3.41 (devam): KF-27 ve KF-28 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

26,47	2,4737	2,4981	0,0-(102)	2,4720	40-(211)	11,55	1,8827	1,8782	42-(212)	1,8734	3,0-(240)
15,90	2,4388	2,4342	1,6-(112)	-	-	8,74	1,6391	1,6319	38-(321)	1,6364	2,4-(311)
15,14	2,3926	2,4004	4,9-(140)	-	-	22,09	1,5591	1,5565	17-(113)	1,5552	3,1-(043)
8,56	2,3349	2,3401	1,5-(220)	-	-	8,03	1,3699	1,3686	22-(421)	1,3684	2,6-(332)
9,30	2,2070	2,2123	0,6-(141)	2,1720	6-(220)						
19,77	2,0865	2,0542	2,8-(132)	2,0880	35-(310)						
13,09	2,0245	1,9989	2,5-(150)	-	-						
17,12	1,9607	1,9629	13,1-(042)	1,9927	5-(221)						
8,38	1,9212	1,9187	7,6-(202)	1,9268	17-(311)						
18,07	1,8728	1,8734	3,0-(240)	1,8782	42-(212)						
4,88	1,8352	1,8360	0,1-(142)	-	-						
13,15	1,7730	1,7797	7,0-(241)	1,7691	15-(302)						
9,37	1,6948	1,6943	13,5-(232)	1,7258	15-(320)						
22,13	1,6318	1,6333	0,9-(161)	1,6319	38-(321)						
22,47	1,5584	1,5552	3,1-(043)	1,5565	17-(113)						

Tablo 3.42: KF-29 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-29			
900 °C			
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		K ₃ V ₅ O ₁₄ (ICDD 48-1017)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
77,36	5,0020	5,0020	38-(001)
11,98	4,1639	4,1650	7-(101)
8,74	3,7591	3,7630	13-(200)
100,00	3,2747	3,2800	100-(111)
58,23	3,0066	3,0070	49-(201)
65,31	2,8391	2,8450	74-(210)
37,57	2,4999	2,5000	39-(002)
41,05	2,4691	2,4720	40-(211)
9,60	2,1697	2,1660	20-(211)
11,77	2,0840	2,0880	35-(310)
3,78	1,9204	1,9268	17-(311)
23,21	1,8781	1,8782	42-(212)
4,50	1,7644	1,7610	15-(401)
6,28	1,6341	1,6319	38-(321)
24,75	1,5585	1,5565	17-(113)
6,01	1,4396	1,4386	25-(213)
4,34	1,4183	1,4218	14-(420)
3,58	1,3694	1,3686	22-(421)
2,45	1,2519	1,2534	18-(332)
4,23	1,1994	1,1995	11-(323)
4,75	1,1691	1,1704	20-(413)
2,68	1,1441	1,1451	20-(214)
2,27	1,1175	1,1185	12-(611)

Şekil 3.16' da KF-27, KF-28 ve KF-29 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.16' da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [50,51].

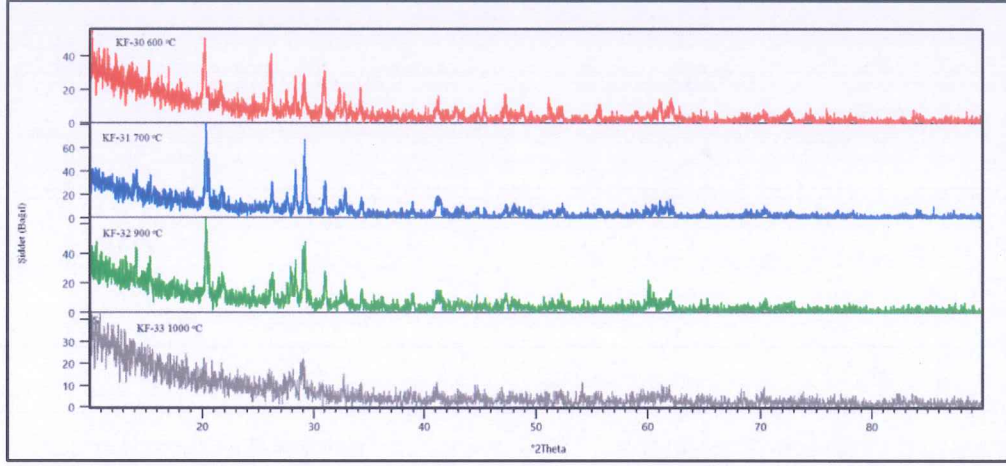


Şekil 3.16: KF-27, KF-28 ve KF-29 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.43: Mg^{+2} / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-30	MgO + V_2O_5	1:1
KF-31	MgO + V_2O_5	1:1
KF-32	MgO + V_2O_5	1:1
KF-33	MgO + V_2O_5	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Mg^{+2} / V_2O_5 sisteminde MgO başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Mg^{+2} / V^{+5} mol parametresi 1:1' de sabit tutulup, 600 °C, 700 °C, 900 °C ve 1000 °C olmak üzere üç farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-30, KF-31, KF-32 ve KF-33 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.17' de verilmiştir.



Şekil 3.17: KF-30,KF-31,KF-32 ve KF-33 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-30 deneyinde MgV_2O_6 (ICSD 34-0013) bileşiğinin elde edildiği ve başlangıç maddelerinde V_2O_5 ' in reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmüştür. KF-31 ve KF-32 deneylerinden elde edilen ürünlerin XRD desenleri incelendiğinde monoklinik yapıda; hücre parametreleri $a=9,279 \text{ \AA}$, $b=3,502 \text{ \AA}$, $c=6,731 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $C2/m(12)$ olan MgV_2O_6 bileşiğinin ve ICSD kart numarası 82150 olan ortorombik yapıda; hücre parametreleri $a=11,5440 \text{ \AA}$, $b=4,3830 \text{ \AA}$, $c=3,5740 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pmn21$ olan $Mg_{0.01}V_2O_5$ bileşiğinin birlikte çift faz olarak elde edildiği belirlenmiştir. Bileşiklere ait XRD verileri Tablo 3.44 ve Tablo 3.45' de verilmektedir. KF-33 deneyinin sonucunda elde edilen ürünün Şekil 3.17' de verilen X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde karakteristik amorf özelliğe benzer desen gözlemlenmiştir.

Tablo 3.44: KF-30 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-30					
600 °C					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		MgV ₂ O ₆ (ICDD 34-0013)		V ₂ O ₅ .H ₂ O (ICDD 21-1432)	
I/I ₀	deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
90,52	4.3987	4,3890	45-(20-1)	4,3800	66
36,03	3.5994	-	-	-	-
90,86	3.4198	-	-	3,3700	60
63,75	3.2475	3,2440	8-(110)	-	-
51,32	3.1570	3,1440	29-(20-2)	-	-
71,58	3.0756	3,0600	100-(11-1)	-	-
20,81	2.9611	-	-	-	-
100,0	2.8850	-	-	2,8700	100
52,49	2.7673	2,7280	15-(111)	2,7500	10
46,89	2.6215	-	-	2,6100	11
20,18	2.1928	2,1944	21-(40-2)	2,1900	13
31,67	1.9980	-	-	-	-
54,35	1.9207	1,9258	6-(311)	1,9190	15
22,60	1.9044	1,8880	1-(40-3)	-	-
13,19	1.8952	1,8764	8-(11-3)	-	-
56,49	1.7850	1,7986	3-(31-3)	1,7850	16
9,40	1.7538	1,7510	10-(020)	-	-
16,28	1.6553	1,6515	11-(113)	1,6550	17
18,41	1.5662	1,5627	8-(004)	-	-
42,49	1.5175	1,5287	26-(402)	1,5300	19
37,68	1.4949	1,4917	16-(11-4)	1,5060	19
6,56	1.3380	1,3456	5-(51-4)	-	-
15,45	1.3015	1,3014	19-(601)	-	-
4,89	1.2749	1,2411	7-(71-2)	-	-
7,25	1.1358	1,1335	5-(314)	-	-

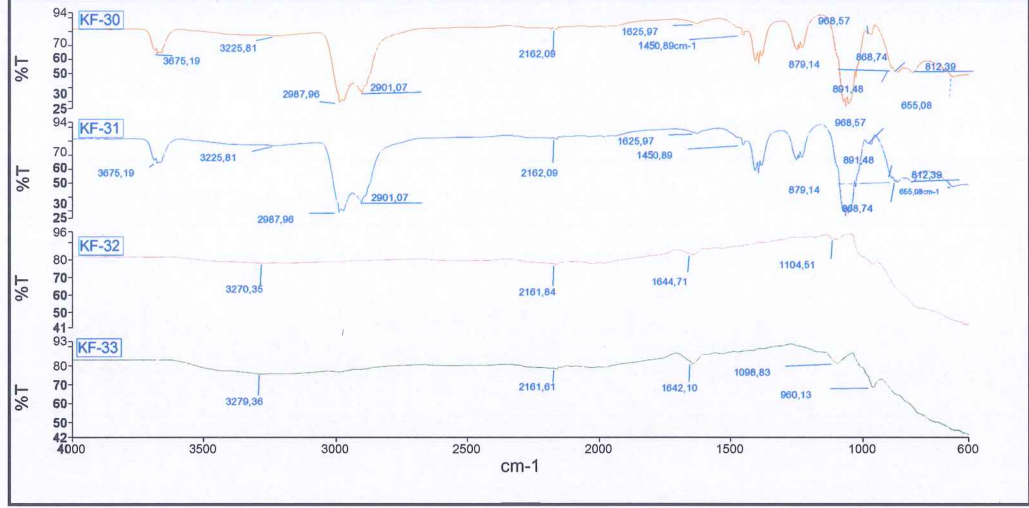
Tablo 3.45: KF-31 ve KF-32 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-31										KF-32									
700 °C										900 °C									
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Mg _{0,01} V ₂ O ₅ (ICSD 82150)			MgV ₂ O ₆ (ICDD 71-1651)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Mg _{0,01} V ₂ O ₅ (ICSD 82150)			MgV ₂ O ₆ (ICDD 71-1651)				
I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl				
100,0	4,3716	4,3830	100,0-(010)	4,3887	3-(-201)	4,3887	3-(-201)	91,76	4,3659	4,3830	100-(010)	4,3887	100-(010)	4,3887	3-(-201)				
26,17	4,0937	4,0975	32,1-(110)	-	-	-	-	48,64	4,3064	-	-	-	-	4,3086	20-(200)				
28,97	3,4104	3,4141	77,4-(101)	-	-	-	-	19,31	4,0916	4,0975	32,1-(110)	4,0975	32,1-(110)	-	-				
34,21	3,2424	-	-	3,2443	25-(110)	3,2443	25-(110)	29,45	3,6148	-	-	-	-	-	-				
70,84	3,1491	-	-	3,1441	46-(-202)	3,1441	46-(-202)	35,77	3,4069	3,4141	77,4-(101)	3,4141	77,4-(101)	-	-				
68,90	3,0668	-	-	3,0570	100-(201)	3,0570	100-(201)	48,58	3,1989	-	-	-	-	3,1441	46-(-202)				
42,77	2,8836	2,8860	36,7-(400)	-	-	-	-	100,0	3,0564	-	-	-	-	3,0570	100-(201)				
31,65	2,7265	2,6934	10,0-(111)	2,7280	37-(111)	2,7280	37-(111)	49,96	2,8804	2,8860	36,7-(400)	2,8860	36,7-(400)	-	-				
12,47	2,6114	2,6187	30,8-(301)	-	-	-	-	12,51	2,7379	-	-	2,7698	28,4-(011)	2,7280	37-(111)				
10,17	2,3126	-	-	2,3123	20-(-311)	2,3123	20-(-311)	29,06	2,6123	2,6187	30,8-(301)	2,6187	30,8-(301)	-	-				

Tablo 3.45 (devam): KF-31 ve KF-32 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

18,53	2,1798	2,1915	13,0-(020)	2,1753	13-(202)	24,79	2,3123	-	2,3123	20-(-311)
15,98	2,1725	2,1530	6,8-(120)	2,1543	2-(400)	17,92	2,1857	2,1915	2,1943	22-(-402)
7,08	2,0832	2,0488	0,0-(220)	2,0836	16-(003)	22,04	2,0893	2,0488	2,0836	16-(003)
20,08	1,9171	1,9240	19,9-(600)	1,9257	6-(311)	26,24	2,0254	2,0427	-	-
10,45	1,8903	1,9043	11,8-(320)	1,8879	13-(403)	19,60	1,9198	1,9240	1,9257	6-(311)
9,11	1,8623	1,8682	10,7-(021)	1,8763	12-(113)	18,95	1,7978	1,7870	1,7985	7-(-313)
5,07	1,7799	1,7774	1,6-(221)	1,7985	7-(-313)	24,04	1,7726	1,7774	1,7510	34-(020)
14,01	1,7450	1,7453	1,2-(420)	1,7510	34-(020)	11,82	1,7500	1,7453	-	-
6,36	1,6500	1,6547	8,9-(012)	1,6514	11-(113)	4,02	1,6771	1,6806	1,6826	6-(-204)
2,74	1,5149	1,5192	6,7-(402)	1,5194	18-(221)	5,63	1,6295	1,6380	1,6221	4-(220)
14,45	1,5022	1,4974	14,6-(701)	1,5041	32-(513)	1,13	1,5956	1,5906	1,6059	11-(312)
7,20	1,4618	1,4610	0,2-(030)	-	-	56,83	1,5390	1,5435	1,5395	7-(-602)
3,76	1,4377	1,4355	1,5-(412)	1,4362	5-(600)	27,41	1,4930	1,4974	1,4957	13-(-314)
5,50	1,3342	1,3403	4,0-(621)	1,3318	4-(-604)	5,39	1,4291	1,4170	1,4362	5-(600)
						5,58	1,3391	1,3403	1,3318	4-(-604)

Şekil 3.18’ de KF-30, KF-31, KF-32 ve KF-33 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.18’ de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [50,51].

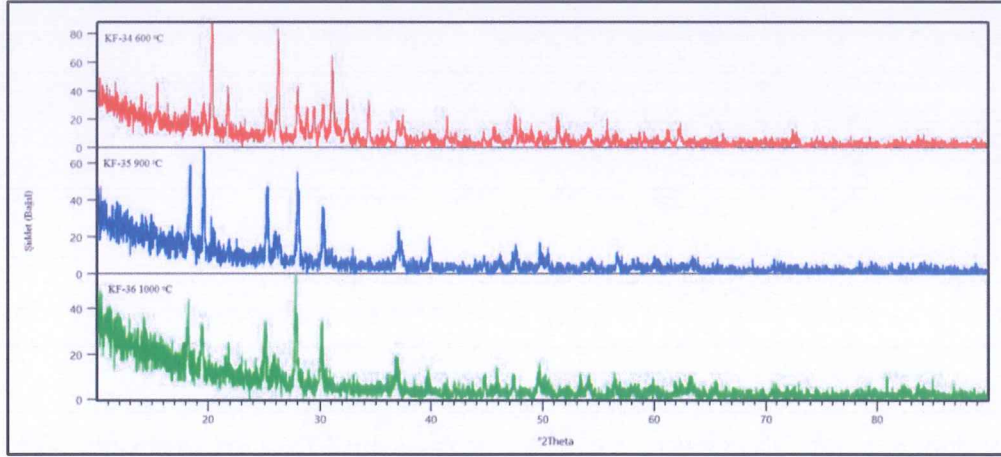


Şekil 3.18: KF-30, KF-31, KF-32 ve KF-33 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.46: $\text{Ca}^{+2} / \text{V}_2\text{O}_5$ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-34	$\text{CaO} + \text{V}_2\text{O}_5$	1:1
KF-35	$\text{CaO} + \text{V}_2\text{O}_5$	1:1
KF-36	$\text{CaO} + \text{V}_2\text{O}_5$	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle $\text{Ca}^{+2} / \text{V}_2\text{O}_5$ sisteminde CaO başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde $\text{Ca}^{+2} / \text{V}^{+5}$ mol parametresi 1:1’ de sabit tutulup, 600 °C, 900 °C ve 1000 °C olmak üzere dört farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-34, KF-35 ve KF-36 deneyleri sonucunda elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.19’ da verilmiştir.



Şekil 3.19: KF-34, KF-35 ve KF-36 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-34 deneyinden elde edilen ürünlerin XRD desenleri incelendiğinde CaV_2O_6 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine karşın ICDD kart numarası 23-0137 olan ortorombik yapıda; hücre parametreleri $a=11,34 \text{ \AA}$, $b=3,605 \text{ \AA}$, $c=4,892 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{Pmmn}(59)$ olan CaV_2O_5 bileşiğinin oluştuğu ve başlangıç maddelerinden olan V_2O_5 'in reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir. Tablo 3.47' de oluşan bileşiğe ait XRD verileri görülmektedir.

KF-35 ve KF-36 kodlu deneyler sonucunda sırasıyla CaV_2O_6 (ICDD 23-0137) ve CaV_2O_6 (ICDD 73-0971) bileşikler sentezlenmiş ve tanımlanamayan faz gözlenmiştir. Tablo 4.28' de XRD verileri literatür değerleri ile karşılaştırılmıştır. CaV_2O_6 (ICDD 23-0137) ve CaV_2O_6 (ICDD 73-0971) bileşikler monoklinik yapıda olup; hücre parametreleri $a=10,06 \text{ \AA}$, $b=3,673 \text{ \AA}$, $c=7,038 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{C2/m}(12)$ ' dir. Oluşan bileşikler ait XRD verileri Tablo 3.48' de verilmektedir.

Tablo 3.47: KF-34 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-34					
600 °C					
Deneyel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaV ₂ O ₆ (ICDD 23-0137)		V ₂ O ₅ (ICDD 09-0387)	
I/I ₀	Deneyel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
21,11	5,7310	-	-	5,7600	26-(200)
18,41	4,8513	4,8600	47-(200)	-	-
16,68	4,5211	4,5400	47-(-201)	-	-
88,18	4,3574	-	-	4,3800	86-(001)
33,12	4,0730	-	-	4,0900	32-(101)
25,56	3,5353	3,5500	100-(201)	3,4800	9-(201)
100,00	3,3920	3,4000	8-(002)	3,4000	100-(110)
32,68	3,1868	3,2000	78-(-202)	-	-
24,66	2,9538	2,9610	90-(111)	-	-
68,28	2,8723	-	-	2,8800	85-(400)
31,64	2,7575	-	-	2,7600	48-(011)
31,84	2,6026	-	-	2,6100	58-(310)
14,65	2,4337	2,4340	51-(310)	2,4050	13-(401)
5,34	2,2660	2,2680	55-(-402)	-	-
28,14	2,1795	2,1610	7-(311)	2,1850	31-(002)
12,04	2,1406	-	-	2,1470	21-(102)
8,25	2,0277	-	-	2,0420	7-(202)
13,88	1,9896	1,9760	36-(-113)	1,9920	34-(411)
24,14	1,9143	1,9210	26-(-403)	1,9190	49-(600)
22,69	1,8957	1,8780	11-(203)	1,8640	28-(012)
20,98	1,8600	1,8380	11-(203)	1,8400	12-(112)
10,05	1,8298	1,8190	31-(113)	-	-
31,46	1,7798	1,7740	4-(021)	1,7780	8-(020)
12,88	1,6967	1,6960	21-(-512)	1,6480	28-(021)
10,71	1,6478	1,6340	22-(221)	1,6320	19-(121)

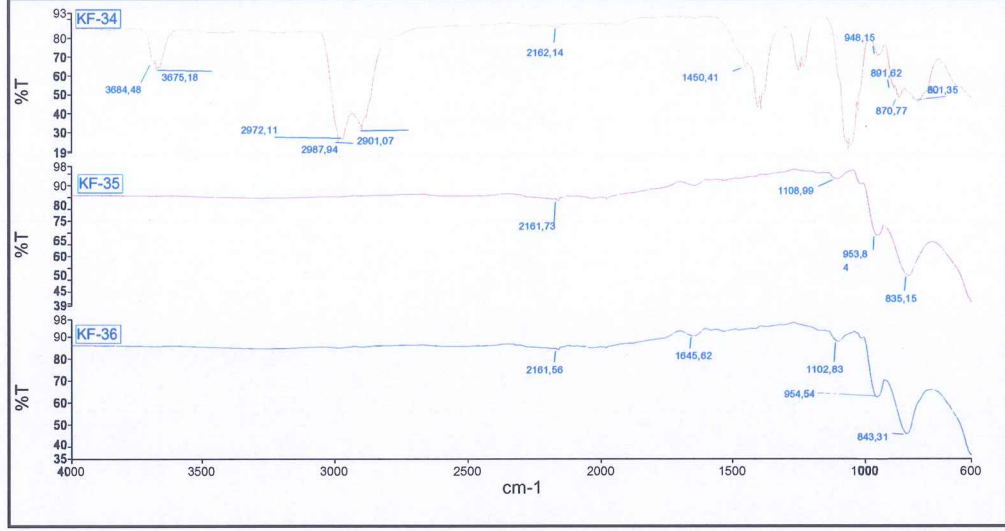
Tablo 3.48: KF-35 ve KF-36 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-35				KF-36			
900 °C				1000 °C			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaV ₂ O ₆ (ICDD 23-0137)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaV ₂ O ₆ (ICDD 73-0971)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
60,37	4,8255	4,8600	47-(200)	45,00	4,8806	4,8631	64-(200)
100,0	4,5218	4,5400	47-(-201)	40,74	4,5525	4,5400	60-(-201)
26,57	3,6822	-	-	80,94	3,5489	3,5506	92-(201)
12,01	3,6633	-	-	38,54	3,5266	-	-
67,12	3,5248	3,5500	100-(201)	100,0	3,2040	3,1977	76-(-202)
88,27	3,1829	3,2000	78-(-202)	50,20	2,9654	2,9615	100-(111)
51,12	2,9503	2,9610	90-(111)	22,93	2,6836	-	-
11,01	2,7660	-	-	10,29	2,6663	-	-
12,17	2,5123	2,5020	6-(-401)	19,87	2,5512	2,5347	11-(-112)
22,21	2,4202	2,4340	51-(310)	52,13	2,4288	2,4315	45-(310)
31,96	2,2599	2,2680	55-(-402)	35,44	2,4193	2,4315	45-(-400)

Tablo 3.48 (devam): KF-35 ve KF-36 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

5,66	2,0292	-	-	32,18	2,2659	2,2681	46-(003)
7,84	1,9714	1,9760	36-(-113)	13,68	2,1471	2,1242	3-(401)
24,16	1,9120	1,9210	26-(-403)	21,40	2,0251	1,9767	27-(-113)
13,47	1,8093	1,8190	31-(113)	23,18	1,9200	1,9213	32-(-403)
8,64	1,6873	1,6960	21-(-512)	25,41	1,8355	1,8365	56-(020)
20,65	1,6224	1,6340	22-(221)	16,30	1,6963	1,6961	26-(-512)
10,89	1,5399	1,5390	9-(-314)	9,07	1,6260	1,6210	5-(600)
6,36	1,4658	1,4720	14-(420)	7,19	1,5444	1,5486	21-(-513)
1,11	1,1600	-	-	7,64	1,4661	1,4654	17-(420)
				10,44	1,4516	1,4322	1-(-223)
				8,96	1,4217	1,4273	21-(023)
				11,07	1,2508	1,2673	5-(-224)

Şekil 3.20’ de KF-34, KF-35 ve KF-36 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.20’ de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [50,51].



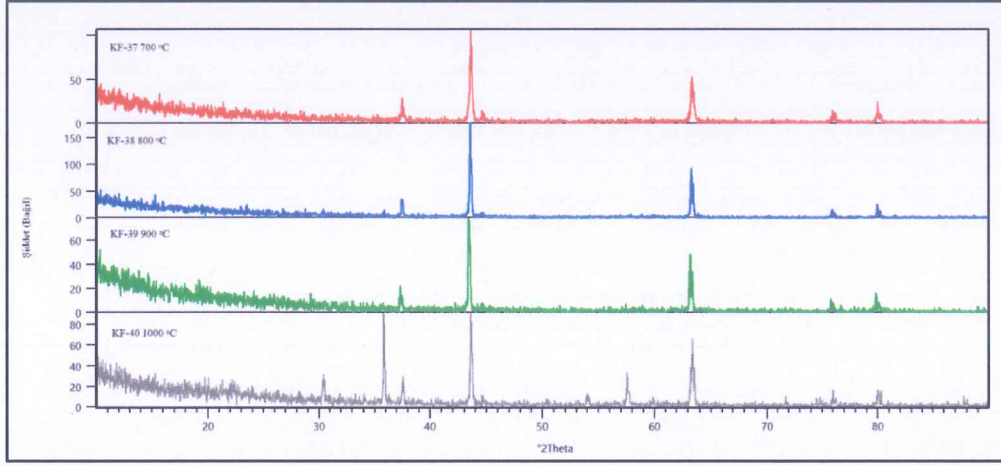
Şekil 3.20: KF-34, KF-35 ve KF-36 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

3.4.3 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.49: Li^+ / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-37	$Li_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1
KF-38	$Li_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1
KF-39	$Li_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1
KF-40	$Li_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Li^+ / Fe_2O_3 sisteminde Li_2CO_3 başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Li^+ / Fe^{+3} mol parametresi 1:1’ de sabit tutulup, 700 °C, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C olmak üzere dört farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-37, KF-38, KF-39 ve KF-40 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.21’ de verilmiştir.



Şekil 3.21: KF-37, KF-38, KF-39 ve KF-40 Deneilerine Ait X-Işınları Toz Kırınım Desenleri

KF-37, KF-38 ve KF-39 deneylerinden elde edilen ürünlerin XRD desenleri incelendiğinde $\text{Li}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine karşın ICSD kart numarası 28365 olan kübik yapıda hücre parametreleri $a=4,1580 \text{ \AA}$, $b=4,1580 \text{ \AA}$, $c=4,1580 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Fm-3m olan LiFeO_2 bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Tablo 3.50 ve Tablo 3.51' de bu bileşiklere ait XRD verileri karşılaştırılmaları verilmiştir. KF-40 kodlu deney sonucunda ana faz olarak $\text{Li}_2\text{Fe}_{2.4}\text{O}_{4.6}$ (ICDD 41-0036) bileşiği ve ikinci faz olarak LiFeO_2 (ICSD 28365) bileşiği sentezlenmiştir. $\text{Li}_2\text{Fe}_{2.4}\text{O}_{4.6}$ (ICDD 41-0036) bileşiği kübik yapıda olup; hücre parametresi $a=8,386 \text{ \AA}$ 'dur.

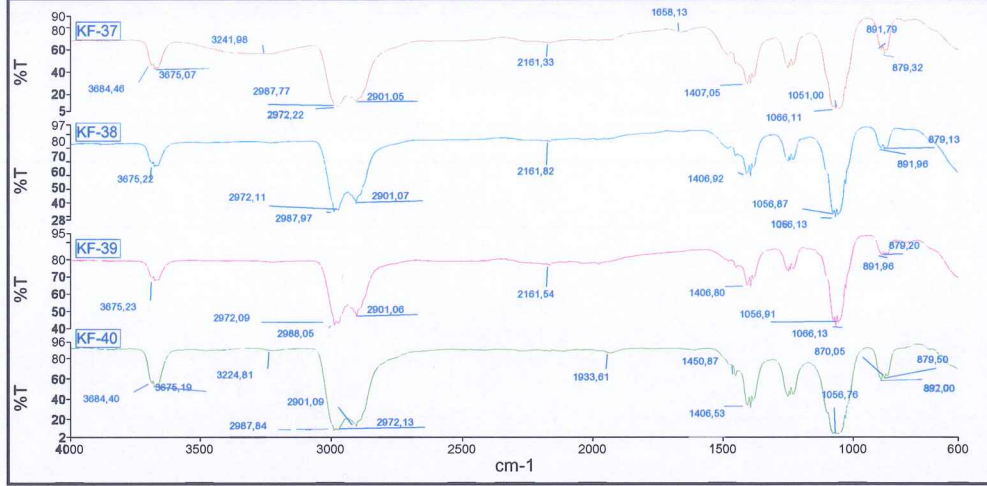
Tablo 3.50: KF-37 ve KF-38 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-37				KF-38			
700 °C				800 °C			
Deneyel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		LiFeO ₂ (ICSD 28365)		Deneyel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		LiFeO ₂ (ICSD 28365)	
I/I ₀	deneyel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	deneyel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
21,57	2,3970	2,4006	20,9-(-111)	21,72	2,39732	2,4006	20,9-(111)
100,0	2,0743	2,0790	100-(002)	100	2,07602	2,0760	100-(022)
57,69	1,4677	1,4700	51,1-(022)	56,52	1,46807	1,4700	51,1-(022)
10,79	1,2519	1,2536	8,9-(113)	4,63	1,25132	1,2536	8,9-(113)
20,16	1,1986	1,2003	14,4-(222)	16,37	1,19862	1,2003	14,4-(222)

Tablo 3.51: KF-39 ve KF-40 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-39										KF-40									
900 °C										1000 °C									
Deneyel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			LiFeO ₂ (ICSD 28365)			Deneyel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri				LiFeO ₂ (ICSD 28365)			Li ₂ Fe ₂ O _{4,6} (ICSD 41-0036)						
I/I ₀	deneyel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	deneyel [Å]	I/I ₀	deneyel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl				
14,76	2,40575	2,4006	20,9-(111)	19,34	2,9398	19,34	2,9398	-	-	-	-	2,9520	6-(220)	2,9520	6-(220)				
100,0	2,08054	2,0790	100-(002)	59,09	2,5018	59,09	2,5018	-	-	-	-	2,5240	65-(311)	2,5240	65-(311)				
52,79	1,46965	1,4700	51,1-(022)	23,08	2,3921	23,08	2,3921	2,4006	20,9-(111)	2,4210	22-(222)	2,4210	22-(222)	2,4210	22-(222)				
9,65	1,25305	1,2536	8,9-(113)	100,0	2,0738	100,0	2,0738	2,0790	100,0-(002)	2,0930	100-(400)	2,0930	100-(400)	2,0930	100-(400)				
15,56	1,20047	1,2003	14,4-(222)	39,01	1,5996	39,01	1,5996	-	-	1,6140	24-(333)	1,6140	24-(333)	1,6140	24-(333)				
				67,92	1,4666	67,92	1,4666	1,4700	51,1-(022)	-	-	-	-	-	-				
				18,59	1,2518	18,59	1,2518	1,2536	8,9-(113)	-	-	-	-	-	-				
				15,79	1,1985	15,79	1,1985	1,2003	14,4-(222)	-	-	-	-	-	-				

Şekil 3.22' de KF-37, KF-38, KF-39 ve KF-40 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.22' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [52].

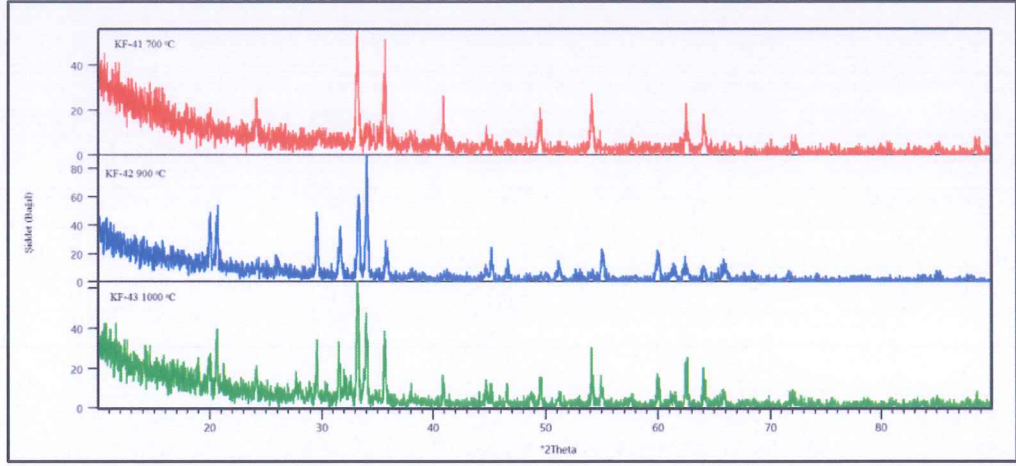


Şekil 3.22: KF-37, KF-38, KF-39 ve KF-40 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.52: $\text{Na}^+ / \text{Fe}_2\text{O}_3$ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-41	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1
KF-42	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1
KF-43	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle $\text{Na}^+ / \text{Fe}_2\text{O}_3$ sisteminde Na_2CO_3 başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde $\text{Na}^+ / \text{Fe}^{3+}$ mol parametresi 1:1' de sabit tutulup, 700 °C, 900 °C ve 1000 °C olmak üzere üç farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-41, KF-42 ve KF-43 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.23' de verilmiştir.



Şekil 3.23: KF-41, KF-42 ve KF-43 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-41 deneyinde elde edilen ürünün XRD deseni incelendiğinde $\text{Na}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$ bileşiğinin elde edilmesinin hedeflenmesine rağmen ICDD kart numarası 76-0600 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=5,672 \text{ \AA}$, $b=7,136 \text{ \AA}$, $c=5,377$ ve uzay grubu $\text{Pna}21(33)$ olan $\beta\text{-NaFeO}_2$ bileşiğinin oluştuğu ve başlangıç maddelerinden Fe_2O_3 'ün reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir. KF-42 kodlu deney sonucunda NaFeO_2 (ICSD 27117) bileşiği sentezlenmiştir. Tablo 3.53' de bu bileşiklere ait XRD verileri literatür değerleri ile karşılaştırılmıştır. NaFeO_2 (ICSD 27117) bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri $a=5,672 \text{ \AA}$, $b=7,136 \text{ \AA}$, $c=5,377 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{Pna}21(33)$ ' dır.

KF-43 kodlu deneyde ise NaFeO_2 (ICSD 27117) bileşiğinin oluştuğu ve Fe_2O_3 'ün reaksiyona girmeden ortamda kaldığı belirlenmiştir. Oluşan bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.54' de verilmiştir.

Tablo 3.53: KF-41 ve KF-42 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-41										KF-42			
700 °C										900 °C			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			β-NaFeO ₂ (ICDD 76-0600)			Fe ₂ O ₃ (ICDD 33-0664)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			NaFeO ₂ (ICSD 27117)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
39,24	3,6811	-	-	3,6840	22-(012)	3,6840	22-(012)	35,91	4,4322	4,4402	44,6-(110)	4,4402	44,6-(110)
100,0	2,7009	2,6885	65-(002)	2,7000	100-(104)	2,7000	100-(104)	31,50	4,2943	4,2943	44,9-(011)	4,2943	44,9-(011)
78,24	2,5216	2,5084	26-(201)	2,5190	75-(110)	2,5190	75-(110)	44,52	3,0198	3,0201	74,7-(120)	3,0201	74,7-(120)
51,73	2,2021	2,1935	1-(130)	2,2070	24-(113)	2,2070	24-(113)	33,99	2,8256	2,8360	29,9-(200)	2,8360	29,9-(200)
32,39	2,0264	2,0310	4-(131)	2,0779	2-(202)	2,0779	2-(202)	23,17	2,6781	2,6885	57,0-(002)	2,6885	57,0-(002)
15,49	1,9423	1,9511	17-(202)	-	-	-	-	100,0	2,6290	2,6355	100-(210)	2,6355	100-(210)
29,75	1,8368	1,8276	5-(310)	1,8406	59-(024)	1,8406	59-(024)	25,80	2,6169	2,6332	1,5-(121)	2,6332	1,5-(121)
50,16	1,6950	1,6996	4-(132)	1,6941	72-(116)	1,6941	72-(116)	11,84	2,5048	2,5084	39,5-(201)	2,5084	39,5-(201)
40,58	1,4850	1,4865	20-(042)	1,4859	55-(214)	1,4859	55-(214)	2,88	2,1901	2,1935	2,8-(130)	2,1935	2,8-(130)
54,02	1,4532	1,4538	11-(241)	1,4538	56-(300)	1,4538	56-(300)	14,86	2,0072	2,0081	24,5-(122)	2,0081	24,5-(122)
4,54	1,2885	1,2865	2-(114)	1,3064	12-(119)	1,3064	12-(119)	6,86	1,9481	1,9511	7,8-(202)	1,9511	7,8-(202)
8,78	1,1625	1,1893	1-(060)	1,1632	12-(0210)	1,1632	12-(0210)	11,24	1,7844	1,7840	24,7-(040)	1,7840	24,7-(040)

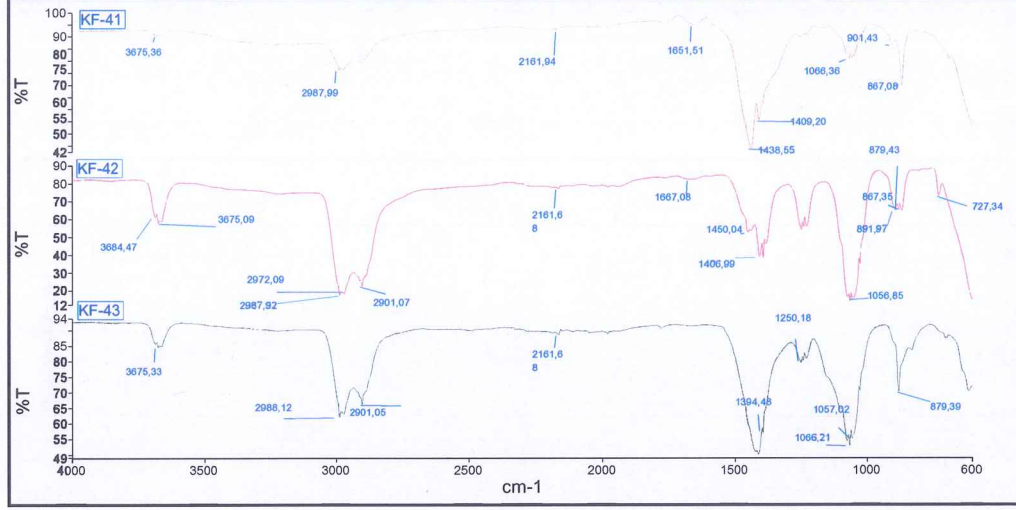
Tablo 3.53 (devam): KF-41 ve KF-42 deneylerine ait X-ışınları toz kırıntı verileri

5,45	1,1402	1,1879	0-(431)	1,1896	11-(128)	18,55	1,6661	1,6620	1,0-(113)
13,20	1,1028	-	-	1,1035	17-(226)	19,20	1,5402	1,5413	36,5-(123)
						7,35	1,5115	1,5114	5,7-(312)
						9,61	1,4892	1,4865	14,1-(042)
						10,16	1,4532	1,4538	12,0-(241)
						8,83	1,4158	1,4180	21,7-(400)
						3,59	1,3147	1,3166	3,5-(242)
						3,17	1,1382	1,1390	0,4-(350)

Tablo 3.54: KF-43 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-43					
1000 °C					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		NaFeO ₂ (ICSD 27117)		Fe ₂ O ₃ (ICDD 33-0664)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
34,76	4,3026	4,2943	44,9-(011)	-	-
46,69	3,0178	3,0201	74,7-(120)	-	-
29,83	2,8331	2,8360	29,9-(200)	-	-
100,0	2,6965	2,6885	57,0-(002)	2,7000	100-(104)
65,91	2,6337	2,6332	100-(121)	-	-
78,83	2,5162	-	-	2,5190	75-(110)
39,77	2,5067	2,5084	39,5-(201)	-	-
3,31	2,0174	2,0081	24,5-(122)	2,0779	4-(202)
17,04	1,8377	1,8276	3,0-(310)	1,8406	59-(024)
6,49	1,7849	1,7840	24,7-(040)	-	-
59,02	1,6931	1,6996	2,2-(132)	1,6941	72-(116)
3,70	1,6826	1,6706	34,5-(320)	-	-
26,28	1,6693	1,6620	1,0-(113)	-	-
6,08	1,5971	1,5953	0,1-(321)	1,5992	17-(018)
36,66	1,5413	1,5413	36,5-(123)	-	-
6,21	1,5100	1,5100	5,7-(240)	-	-
39,13	1,4857	1,4865	12,0-(042)	1,4859	55-(214)
39,85	1,4525	1,4538	12,0-(241)	1,4538	56-(300)
13,84	1,4187	1,4189	21,7-(322)	1,4138	2-(125)
8,05	1,3098	1,3166	3,5-(242)	1,3115	21-(1010)
7,58	1,2579	1,2579	0,1-(024)	1,2592	17-(220)
2,82	1,1379	1,1376	5,0-(161)	1,1411	17-(134)
15,56	1,1024	1,1094	0,8-(432)	1,1035	17-(226)

Şekil 3.24' de KF-41, KF-42 ve KF-43 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.24' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [52].

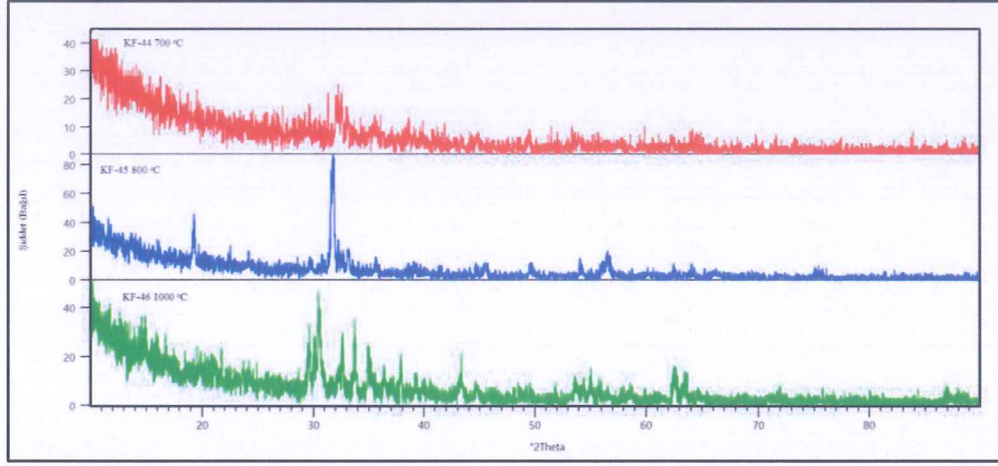


Şekil 3.24: KF-41, KF-42 ve KF-43 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.55: K^+ / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-44	$K_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1
KF-45	$K_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1
KF-46	$K_2CO_3 + Fe_2O_3$	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle K^+ / Fe_2O_3 sisteminde K_2CO_3 başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde K^+ / Fe^{+3} mol parametresi 1:1' de sabit tutulup, 700 °C, 800 °C ve 1000 °C olmak üzere üç farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-44, KF-45 ve KF-46 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.25' de verilmiştir.



Şekil 3.25: KF-44, KF-45 ve KF-46 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-44 deneyinin sonucunda elde edilen ürünün Şekil 4.25' de verilen X-ışınları toz kırınım desenleri incelendiğinde; karakteristik amorf özelliğe benzer desen gözlemlenmiştir. KF-45 deneyinden elde edilen ürünlerin XRD desenleri incelendiğinde $K_2Fe_2O_4$ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine karşın ICSD kart numarası 200255 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=5,6000 \text{ \AA}$, $b=11,2490 \text{ \AA}$, $c=15,9140 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pbc_a olan $KFeO_2$ bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. KF-46 kodlu deneyin sonucunda ise kristallenme iyi olmamakla birlikte $K_6Fe_2O_5$ (ICDD 81-0994) bileşiğinin oluştuğu belirlenmiştir. $K_6Fe_2O_5$ (ICDD 81-0994) bileşiği monoklinik yapıda olup; hücre parametreleri $a=6,912 \text{ \AA}$, $b=11,42 \text{ \AA}$, $c=6,651 \text{ \AA}$ ve uzay grubu C2/m(12)' dir. Tablo 3.56' da XRD verileri literatür değerleri ile karşılaştırılmıştır.

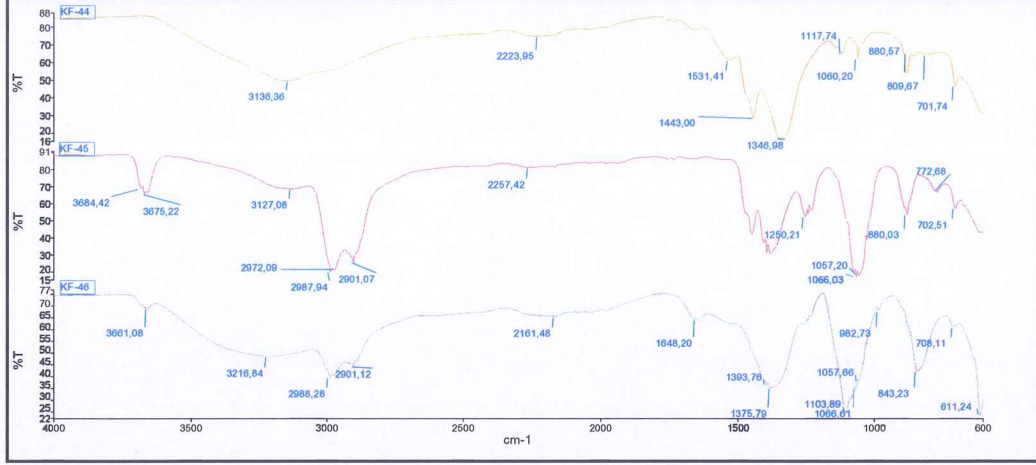
Tablo 3.56: KF-45 ve KF-46 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-45				KF-46			
800 °C				1000 °C			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		KFeO ₂ (ICSD 200255)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		K ₆ Fe ₂ O ₅ (ICDD 81-0994)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
33,26	4,6007	4,5929	14,6-(022)	25,86	3,1076	3,1713	6-(-201)
77,97	2,8323	2,8122	34,7-(040)	17,72	3,0917	-	-
100,0	2,8085	2,8096	100-(124)	46,05	3,0162	3,0291	11-(-131)
25,06	2,7555	2,7693	0,0-(041)	100,0	2,9329	2,9483	100-(201)
24,02	2,7012	2,7170	1,7-(210)	54,91	2,7432	2,7726	15-(-221)
14,38	2,6561	2,6523	0,0-(006)	88,12	2,6549	2,6211	37-(041)
4,63	2,0031	2,0192	0,0-(152)	26,87	2,5554	-	-
7,87	1,6916	1,6959	0,0-(064)	36,40	2,3750	2,4011	5-(-132)
18,63	1,6266	1,6240	9,2-(048)	18,77	2,0877	2,0765	1-(311)
4,00	1,4097	1,4061	2,2-(080)	6,87	1,8890	1,8809	7-(-242)
				11,29	1,8732	1,8467	1-(331)
				13,70	1,6863	1,7029	3-(-401)

Tablo 3.56 (devam): KF-45 ve KF-46 deneylerine ait X-ışınları toz kırım verileri

				19,90	1,6672	1,6660	14-(260)
				9,86	1,6055	1,6037	2-(-243)
				27,01	1,4824	1,4930	6-(-224)
				20,91	1,4648	1,4626	18-(-441)
				4,71	1,4059	1,3996	9-(224)
				7,66	1,2594	1,2566	9-(-372)
				6,31	1,2543	1,2498	14-(064)
				6,95	1,1036	1,1042	16-(006)

Şekil 3.26' da KF-44, KF-45 ve KF-46 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.26' da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [52].

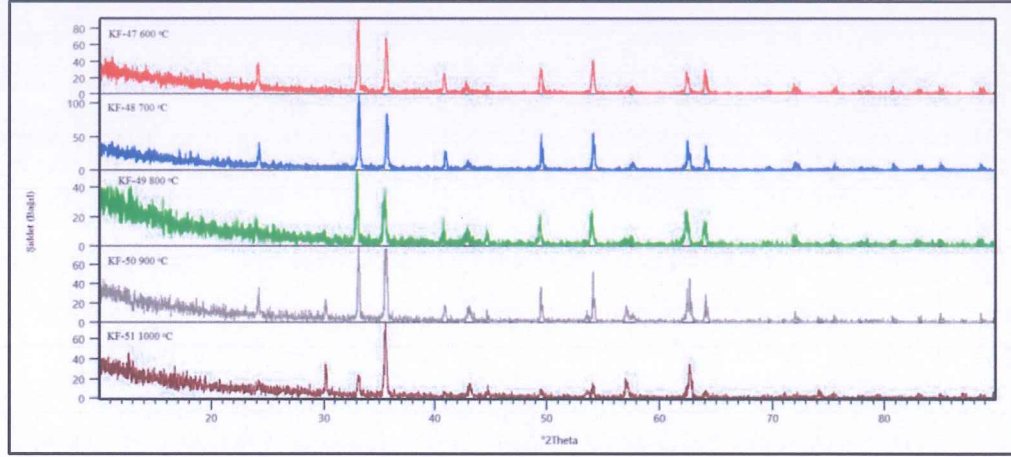


Şekil 3.26: KF-44, KF-45 ve KF-46 deneylerin ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.57: Mg^{+2} / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-47	MgO + Fe_2O_3	1:1
KF-48	MgO + Fe_2O_3	1:1
KF-49	MgO + Fe_2O_3	1:1
KF-50	MgO + Fe_2O_3	1:1
KF-51	MgO + Fe_2O_3	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Mg^{+2} / Fe_2O_3 sisteminde MgO başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Mg^{+2} / Fe^{+3} mol parametresi 1:1' de sabit tutulup, 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C olmak üzere beş farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-47, KF-48, KF-49, KF-50 ve KF-51 deneyleri sonucu elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.27' de verilmiştir.



Şekil 3.27: KF-47, KF-48, KF-49, KF-50 ve KF-51 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-47, KF-48 ve KF-49 deneylerinden elde edilen ürünlerin XRD desenleri incelendiğinde $MgFe_2O_4$ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine karşın ICSD kart numarası 51171 olan hekzagonal yapıda, hücre parametreleri $a=5,0490 \text{ \AA}$, $b=5,0490 \text{ \AA}$, $c=13,7890 \text{ \AA}$ ve uzay grubu R-3c olan $Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Bu bileşiklere ait Tablo 3.58’ da XRD verileri karşılaştırılmaları görülmüştür.

KF-50 kodlu deneyde ana faz olarak Fe_2MgO_4 (ICDD 89-4924) bileşiği ve ikinci faz olarak $Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICSD 51171) bileşiği sentezlenmiştir. Fe_2MgO_4 (ICDD 89-4924) bileşiği kübik yapıda olup; hücre parametreleri $a= 8,366 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Fd \bar{3} m(227)$ ’dir. KF-51 kodlu deneyde ise Fe_2MgO_4 (ICDD 89-4924) bileşiğinin saf olarak sentezlendiği Tablo 3.59’ da verilen XRD verileri karşılaştırılmalarından görülmektedir.

Tablo 3.58: KF-47, KF-48 ve KF-49 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-47			KF-48			KF-49		
600 °C			700 °C			800 °C		
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		$Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICSD 51171)	Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		$Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICSD 51171)	Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		$Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICSD 51171)
I/I_0	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I_0	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I_0	Deneysel [Å]	d [Å]
28,42	3,6927	3,6925	25,87	3,6754	3,6925	18,77	3,7213	3,6925
100,0	2,7029	2,7071	100,0	2,6975	2,7071	100,0	2,7075	2,7071
93,78	2,5211	2,5245	93,47	2,5150	2,5245	52,70	2,5253	2,5245
30,30	2,2086	2,2127	23,81	2,2032	2,2127	11,77	2,2099	2,2127
4,53	2,1169	2,0840	6,35	2,1008	2,0840	43,47	1,8440	1,8462
44,06	1,8427	1,8462	50,88	1,8393	1,8462	40,05	1,6977	1,6994
51,36	1,6937	1,6994	70,01	1,6933	1,6994	8,62	1,6015	1,6035
5,17	1,6028	1,6035	8,32	1,5974	1,6035	45,78	1,4879	1,4902
40,44	1,4871	1,4902	37,74	1,4845	1,4902	24,58	1,4548	1,4575
45,60	1,4538	1,4575	47,23	1,4522	1,4575	16,92	1,3126	1,3150

Tablo 3.58 (devam): KF-47, KF-48 ve KF-49 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

12,95	1,3124	1,3150	8,3-(1010)	12,57	1,3102	1,3150	8,3-(1010)	5,13	1,2607	1,2622	4,9-(220)
7,13	1,2588	1,2622	4,9-(220)	9,47	1,2575	1,2622	4,9-(220)	4,76	1,2178	1,2171	1,1-(223)
4,68	1,2269	1,2171	1,1-(223)	1,62	1,2250	1,2171	1,1-(223)	4,07	1,1639	1,1663	3,8-(0210)
6,25	1,1898	1,1929	2,6-(128)	6,56	1,1883	1,1929	2,6-(128)	7,95	1,1413	1,1440	5,3-(134)
6,62	1,1630	1,1663	3,8-(0210)	10,02	1,1616	1,1663	3,8-(0210)	6,56	1,1036	1,1063	6,0-(226)
7,59	1,1401	1,1440	5,3-(134)	11,53	1,1400	1,1440	5,3-(134)				
7,93	1,1034	1,1063	6,0-(226)	8,69	1,1027	1,1063	6,0-(226)				

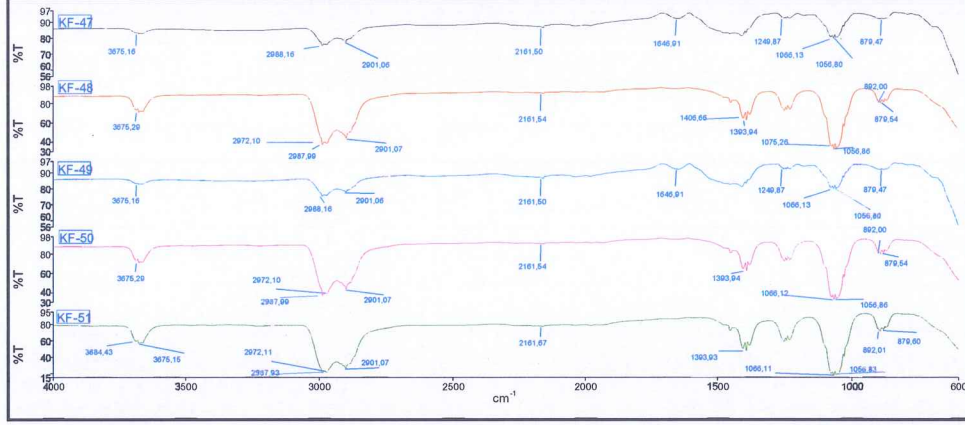
Tablo 3.59: KF-50 ve KF-51 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-50										KF-51			
900 °C										1000 °C			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Fe ₂ MgO ₄ (ICDD 89-4924)			Mg _{0,1551} Fe _{1,8966} O ₃ (ICSD 51171)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Fe ₂ MgO ₄ (ICDD 89-4924)	
I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
29,40	3,6834	-	-	3,6925	31,2-(012)	3,6925	31,2-(012)	26,34	2,9578	2,9578	2,9578	2,9578	32-(220)
21,88	2,9642	2,9578	32-(220)	-	-	-	-	100,0	2,5239	2,5239	2,5239	2,5224	100-(311)
89,26	2,6992	-	-	2,7071	100-(104)	2,7071	100-(104)	17,69	2,0933	2,0933	2,0933	2,0915	23-(400)
100,0	2,5262	2,5224	100-(311)	-	-	-	-	3,11	1,8996	1,8996	1,8996	1,9192	0-(331)
83,38	2,5156	-	-	2,5245	74,9-(110)	2,5245	74,9-(110)	7,23	1,7109	1,7109	1,7109	1,7099	10,9-(224)
17,94	2,2032	-	-	2,2127	23,0-(113)	2,2127	23,0-(113)	13,11	1,6928	1,6928	1,6928	1,7077	15-(422)
11,06	2,1014	2,0915	23-(400)	-	-	-	-	27,25	1,6125	1,6125	1,6125	1,6100	43-(511)
9,80	2,0779	-	-	2,0840	1,9-(202)	2,0840	1,9-(202)	44,60	1,4802	1,4802	1,4802	1,4789	63-(440)
3,82	1,9444	1,9192	0-(331)	-	-	-	-	7,14	1,4534	1,4534	1,4534	1,4141	1-(531)
54,31	1,8408	-	-	1,8462	33,5-(024)	1,8462	33,5-(024)	5,97	1,3235	1,3235	1,3235	1,3227	6-(620)
9,30	1,7104	1,7077	15-(422)	-	-	-	-	1,35	1,2603	1,2603	1,2603	1,2758	12-(533)
60,79	1,6938	-	-	1,6994	46,9-(116)	1,6994	46,9-(116)	1,30	1,1631	1,1631	1,1631	1,1714	0-(551)

Tablo 3.59 (devam): KF-50 ve KF-51 deneylerine ait X-ışınları toz kırım verileri

21,68	1,6117	1,6100	43-(511)	1,6035	6,8-(018)	4,07	1,1406	1,1179	7-(642)
50,15	1,4808	1,4789	63-(440)	1,4902	24,3-(214)				
33,47	1,4526	1,4141	1-(531)	1,4575	13,5-(030)				
2,76	1,3257	1,3227	6-(620)	-	-				
15,09	1,3103	-	-	1,3150	8,3-(1010)				
5,75	1,2777	1,2758	12-(533)	1,2622	4,9-(220)				
2,25	1,1877	1,1714	0-(551)	1,1929	2,6-(128)				
2,81	1,1612	-	-	1,1663	3,8-(0210)				
12,16	1,1401	-	-	1,1440	5,3-(134)				
12,28	1,1025	1,1179	7-(642)	1,1063	6,0-(226)				

Şekil 3.28’ de KF-47, KF-48, KF-49, KF-50 ve KF-51 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.28’ de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [52].

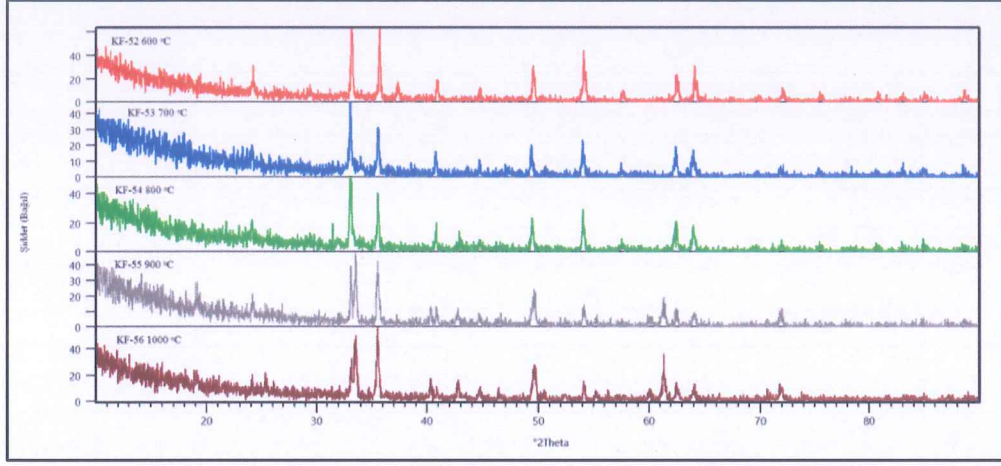


Şekil 3.28: KF-47, KF-48, KF-49, KF-50 ve KF-51 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.60: Ca⁺² / Fe₂O₃ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
KF-52	CaO + Fe ₂ O ₃	1:1
KF-53	CaO + Fe ₂ O ₃	1:1
KF-54	CaO + Fe ₂ O ₃	1:1
KF-55	CaO + Fe ₂ O ₃	1:1
KF-56	CaO + Fe ₂ O ₃	1:1
KF-57	CaCO ₃ + Fe ₂ O ₃	1:1
KF-58	CaCO ₃ + Fe ₂ O ₃	1:1
KF-59	CaCO ₃ + Fe ₂ O ₃	1:1

Klasik yüksek sıcaklık yöntemiyle Ca⁺² / Fe₂O₃ sisteminde CaO başlangıç maddesi kullanılarak yapılan deneylerde Ca⁺² / Fe⁺³ mol parametresi 1:1’ de sabit tutulup, 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C ve 1000 °C olmak üzere beş farklı sıcaklık parametresi kullanılmıştır. KF-52, KF-53, KF-54, KF-55 ve KF-56 deneyleri sonucunda elde edilen ürünlerin XRD desenleri Şekil 3.29’ da verilmiştir.



Şekil 3.29: KF-52, KF-53, KF-54, KF-55 ve KF-56 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-52, KF-53 ve KF-54 deneylerinde elde edilen ürünün XRD desenleri incelendiğinde CaFe_2O_4 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICSD kart numarası 88987 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=5,4440 \text{ \AA}$, $b=14,8970 \text{ \AA}$, $c=5,6080 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pmna olan $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ bileşiğinin oluştuğu ve başlangıç maddelerinden Fe_2O_3 ' ün reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir. Tablo 3,61 ve Tablo 3,62' de bu bileşiklerin XRD 'd' değerleri verileri görülmektedir.

KF-55 ve KF-56 kodlu deneylerin XRD deseni incelendiğinde $\text{Ca}_{1,02}\text{Fe}_{1,98}\text{O}_4$ (ICSD 158770) bileşiğinin oluştuğu ve bu deneylerde elde edilen bileşiklerin XRD 'd' değerleri Tablo 3.63' de verilmiştir. Bu bileşik ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri $a=9,2260 \text{ \AA}$, $b=3,0200 \text{ \AA}$, $c=10,6970 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pnma(62)' dir.

Tablo 3.61: KF-52 ve KF-53 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-52										KF-53							
600 °C										700 °C							
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Ca ₂ Fe ₂ O ₅ (ICSD 88987)			Fe ₂ O ₃ (ICDD 39-1346)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Ca ₂ Fe ₂ O ₅ (ICSD 88987)			Fe ₂ O ₃ (ICDD 39-1346)		
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl		
17,54	3,6876	3,7177	10,9-(031)	-	-	14,95	3,9708	3,9061	11,5-(101)	15,41	3,7072	3,7177	10,9-(031)	3,7400	3-(210)		
4,89	3,0372	3,0701	7,1-(131)	-	-	100,0	2,7040	2,6954	100-(141)	67,59	2,5227	2,5566	0,5-(220)	2,7840	2-(221)		
91,46	2,6985	2,6954	100-(141)	2,6435	2-(310)	10,13	2,3582	2,3639	1,3-(122)	37,71	2,2117	2,2278	0,8-(132)	2,3163	1-(320)		
100,0	2,5141	2,4927	2,1-(102)	2,5177	100-(311)	30,40	2,0268	2,0095	5,5-(240)	67,20	1,6967	1,6819	0,0-(321)	1,7045	15-(422)		
12,45	2,4060	2,3869	0,3-(230)	2,4119	3-(222)	7,02	1,6019	1,6063	0,6-(271)	7,02	1,6019	1,6063	0,6-(271)	1,6073	38-(511)		
4,95	2,2542	2,2400	1,1-(042)	2,2320	1-(321)												
22,03	2,2065	2,1976	5,5-(240)	-	-												
4,95	2,0280	2,0095	0,5-(250)	2,0255	1-(410)												
2,34	1,9739	1,9896	0,0-(071)	1,9685	1-(330)												
41,21	1,8400	1,8547	0,3-(103)	1,8224	3-(421)												

Tablo 3.61 (devam): KF-52 ve KF-53 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

3,48	1,7899	1,7680	0,1-(103)	-	-	9,75	1,5940	1,5971	16,5-(143)	1,5507	2-(520)
58,36	1,6931	1,6809	3,9-(321)	1,6703	2-(430)	20,31	1,4842	1,4822	0,0-(281)	1,4758	58-(440)
7,85	1,5983	1,5971	16,5-(143)	1,6073	38-(511)	32,88	1,4554	1,4564	0,1-(332)	1,4537	2-(441)
41,49	1,4845	1,4897	0,4-(281)	1,4758	58-(440)	4,50	1,3468	1,3477	11,0-(282)	1,3547	2-(611)
45,96	1,4526	1,4564	0,1-(332)	1,4537	2-(441)	7,91	1,3119	1,3155	0,6-(044)	1,3204	6-(620)
5,15	1,4409	1,4401	3,3-(163)	1,4322	2-(530)	13,20	1,2604	1,2627	0,1-(292)	1,2730	10-(533)
14,54	1,3103	1,3155	0,6-(044)	1,3204	6-(620)	2,29	1,1896	1,1887	0,1-(432)	1,1810	2-(710)
1,74	1,2800	1,2821	0,5-(183)	1,2730	10-(533)	4,86	1,1624	1,1631	0,3-(442)	1,1810	2-(710)
12,22	1,2581	1,2594	0,1-(333)	1,2590	4-(622)	6,37	1,1438	1,1465	0,5-(470)	1,1365	2-(721)
4,47	1,2211	1,2208	0,4-(064)	1,2053	2-(444)	6,83	1,1412	1,1446	1,8-(174)	1,1159	5-(642)
6,62	1,1880	1,1887	0,1-(432)	1,1810	2-(710)	20,69	1,1034	1,1063	0,3-(314)	1,0872	16-(731)

Tablo 3.62: KF-54 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-54					
800 °C					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Ca ₂ Fe ₂ O ₅ (ICSD 88987)		Fe ₂ O ₃ (ICDD 39-1346)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
26,07	3,0174	3,0701	7,1-(131)	-	-
99,46	2,7023	2,6954	100-(141)	2,7840	2-(221)
20,34	2,6387	2,6311	9,9-(051)	2,6435	2-(310)
100,0	2,5236	2,5566	0,5-(220)	2,5177	100-(311)
29,80	2,5028	2,4927	2,1-(102)	-	-
9,28	2,3651	2,3689	3,0-(122)	2,3163	1-(320)
49,50	2,2082	2,2278	0,8-(132)	2,2320	1-(321)
27,46	2,1052	2,0953	14,6-(161)	2,0866	19-(400)
9,28	2,0555	2,0461	0,0-(241)	2,0255	1-(330)
10,89	2,0245	2,0095	0,5-(250)	1,9685	1-(330)
65,65	1,8416	1,8343	1,7-(260)	1,8224	3-(421)
92,55	1,6953	1,6809	3,9-(321)	1,7045	15-(422)
7,30	1,6028	1,6063	0,6-(271)	1,6073	38-(511)
36,45	1,4858	1,4897	0,4-(281)	1,4758	58-(440)
56,08	1,4541	1,4564	0,1-(332)	1,4537	2-(441)
17,29	1,3113	1,3125	0,2-(044)	1,3204	6-(620)
6,81	1,2568	1,2627	0,1-(292)	1,2590	4-(622)
8,45	1,1893	1,1887	0,1-(432)	1,1810	2-(710)
16,63	1,1633	1,1631	0,3-(442)	-	-
16,10	1,1413	1,1465	0,5-(470)	1,1365	2-(721)
7,23	1,1022	1,1002	0,2-(403)	1,1159	5-(642)

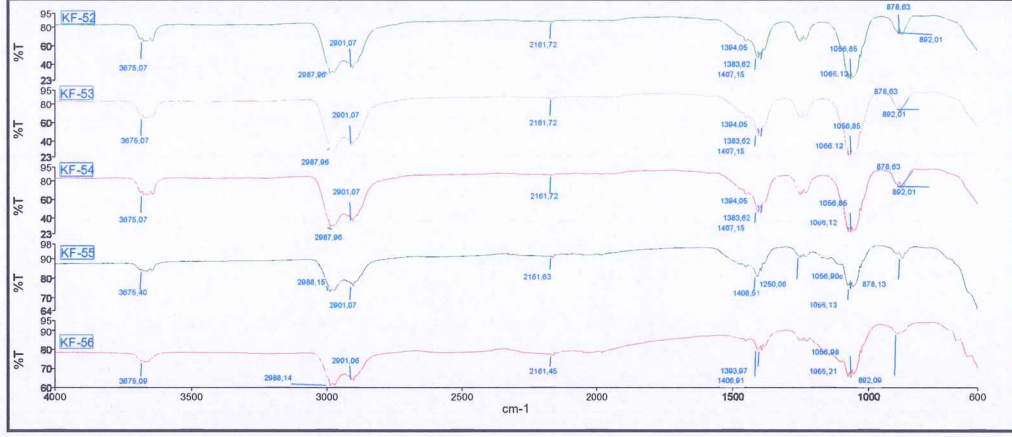
Tablo 3.63: KF-55 ve KF-56 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-55										KF-56							
900 °C										1000 °C							
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Ca _{1,02} Fe _{1,98} O ₄ (ICSD 158770)			Fe ₂ O ₃ (ICDD 39-1346)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Ca _{1,02} Fe _{1,98} O ₄ (ICSD 158770)			Fe ₂ O ₃ (ICDD 39-1346)		
I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl		
13,38	2,95413	2,9556	2,3-(301)	2,9530	30-(220)	2,9530	30-(220)	40,35	2,7003	2,6742	51,8-(004)	2,6742	51,8-(004)	-	-		
86,25	2,70076	2,6742	51,8-(004)	-	-	-	-	81,37	2,6643	2,6660	100-(302)	2,6660	100-(302)	2,6435	2-(310)		
100,0	2,66739	2,6660	100-(302)	2,6435	2-(310)	2,6435	2-(310)	100,0	2,5266	2,5685	2,4-(140)	2,5685	2,4-(140)	2,5177	100-(311)		
69,72	2,52992	2,5290	66,7-(112)	2,5177	100-(311)	2,5177	100-(311)	10,98	2,4330	2,4590	0,3-(211)	2,4590	0,3-(211)	2,4119	3-(222)		
15,95	2,23212	2,2358	32,7-(113)	2,2320	1-(321)	2,2320	1-(321)	25,13	2,2369	2,2358	32,7-(113)	2,2358	32,7-(113)	2,2320	1-(321)		
5,83	2,16784	2,1179	10,2-(402)	-	-	-	-	17,65	2,1131	2,1123	10,2-(311)	2,1123	10,2-(311)	2,0886	19-(400)		
13,89	2,11665	2,1123	16,3-(311)	2,0886	19-(400)	2,0886	19-(400)	15,02	2,0255	2,0179	0,1-(304)	2,0179	0,1-(304)	2,0255	1-(410)		
7,72	2,02545	2,0179	0,1-(304)	2,0255	1-(330)	2,0255	1-(330)	10,78	1,9578	1,9565	11,8-(114)	1,9565	11,8-(114)	1,9685	1-(330)		
33,32	1,83861	1,8365	38,4-(214)	1,8224	3-(421)	1,8224	3-(421)	22,01	1,8298	1,8183	0,3-(501)	1,8183	0,3-(501)	1,8224	3-(421)		
24,93	1,69541	1,6778	0,0-(314)	1,7045	15-(422)	1,7045	15-(422)	5,68	1,7450	1,7457	4,0-(015)	1,7457	4,0-(015)	1,7045	15-(422)		

Tablo 3.63 (devam): KF-55 ve KF-56 deneylerine ait X-ışınları toz kırımım verileri

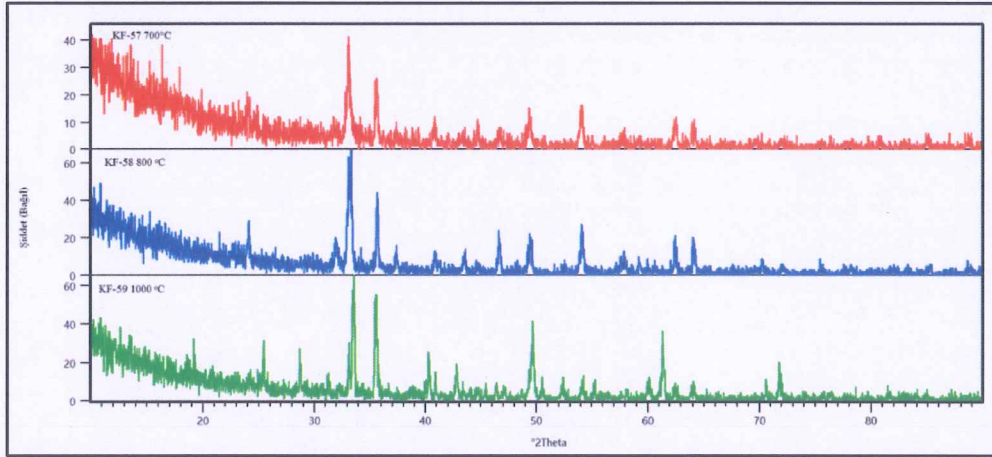
5,59	1,66110	1,6629	12,4-(206)	1,6703	2-(430)	25,33	1,6930	1,6778	0,0-(314)	1,6703	2-(430)
2,59	1,60300	1,6302	2,2-(413)	1,6379	2-(510)	14,80	1,6625	1,6629	12,4-(206)	1,6379	2-(510)
6,47	1,53878	1,5376	9,9-(600)	1,5507	2-(520)	6,78	1,5771	1,5685	0,0-(405)	1,5507	2-(520)
33,28	1,51062	1,5100	19,2-(020)	1,5248	3-(521)	11,19	1,5413	1,5423	11,3-(306)	-	-
30,60	1,48619	1,4778	0,3-(602)	1,4758	58-(440)	62,54	1,5099	1,5100	19,2-(020)	1,5248	3-(521)
17,15	1,45407	1,4532	0,0-(022)	1,4537	2-(441)	15,24	1,5044	1,5076	0,2-(107)	-	-
8,29	1,33402	1,3330	9,2-(604)	1,3204	6-(620)	24,02	1,4846	1,4778	0,3-(602)	1,4758	58-(440)
22,60	1,31334	1,3138	16,3-(322)	1,3042	2-(540)	20,58	1,4529	1,4532	0,0-(022)	1,4537	2-(441)
9,78	1,25836	1,2546	0,4-(421)	1,2590	4-(622)	21,24	1,3130	1,3138	16,3-(322)	1,3204	6-(620)
5,44	1,18023	1,1801	1,8-(516)	1,1810	2-(710)	4,84	1,2112	1,2120	1,8-(118)	1,2053	2-(444)
4,88	1,14357	1,1433	0,5-(126)	1,1365	2-(721)	5,95	1,1802	1,1801	1,8-(516)	1,1810	2-(710)
3,17	1,11231	1,1104	0,0-(523)	1,1159	5-(642)	3,62	1,1407	1,1416	1,1-(522)	1,1365	2-(721)
7,38	1,10309	1,1059	0,4-(019)	1,0966	2-(730)						

Şekil 3.30’ da KF-52, KF-53, KF-54, KF-55 ve KF-56 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.30’ da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [52].



Şekil 3.30: KF-52, KF-53, KF-54, KF-55 ve KF-56 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

CaO yerine CaCO₃ kullanılarak Ca⁺² / Fe₂O₃ sisteminde yapılan yüksek sıcaklık katı hal deneylerinde mol parametresi 1:1, sıcaklık değerleri 700 °C, 800 °C ve 1000 °C’dir. KF-57, KF-58 ve KF-59 kodlu deneylere ait XRD desenleri Şekil 3.31’ de verilmiştir.



Şekil 3.31: KF-57, KF-58 ve KF-59 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

KF-57 ve KF-58 deneylerinden elde edilen ürünlerin XRD deseni incelendiğinde CaFe_2O_4 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICSD kart numarası 88987 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=5,4440 \text{ \AA}$, $b=14,8970 \text{ \AA}$, $c=5,6080 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pmna olan $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Bu bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.64' de verilmiştir.

Tablo 3.64: KF-57 ve KF-58 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-57						KF-58					
700 °C						800 °C					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Ca ₂ Fe ₂ O ₅ (ICSD 88987)			Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri			Ca ₂ Fe ₂ O ₅ (ICSD 88987)		
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	d [Å]	I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀	Deneysel [Å]	I/I ₀ -hkl
27,12	3,1241	3,0701	7,1-(131)	20,94	3,6942	10,9-(031)					
100,0	2,7022	2,6954	100-(141)	19,74	2,7971	36,2-(002)					
50,80	2,5163	2,4927	2,1-(102)	100,0	2,6988	100-(141)					
24,03	2,5059	2,4828	0,4-(060)	68,68	2,5162	2,1-(102)					
22,36	2,3192	2,3262	0,2-(221)	13,79	2,4057	0,3-(230)					
14,20	2,2128	2,2278	0,8-(132)	6,11	2,3081	0,2-(221)					
23,27	2,0281	2,0461	0,1-(241)	13,67	2,2068	5,5-(231)					
17,23	1,9437	1,9530	38,6-(202)	9,46	2,0771	1,0-(142)					
16,63	1,9088	1,9118	3,0-(152)	21,83	1,9472	38,6-(202)					
34,32	1,8447	1,8343	1,7-(260)	19,71	1,8350	1,7-(260)					
47,81	1,6935	1,6819	3,9-(321)	2,67	1,7374	0,9-(242)					
13,70	1,6668	1,6655	0,1-(133)	42,04	1,6931	3,9-(181)					

Tablo 3.64 (devam): KF-57 ve KF-58 deneylerine ait X-ışınları toz kurulum verileri

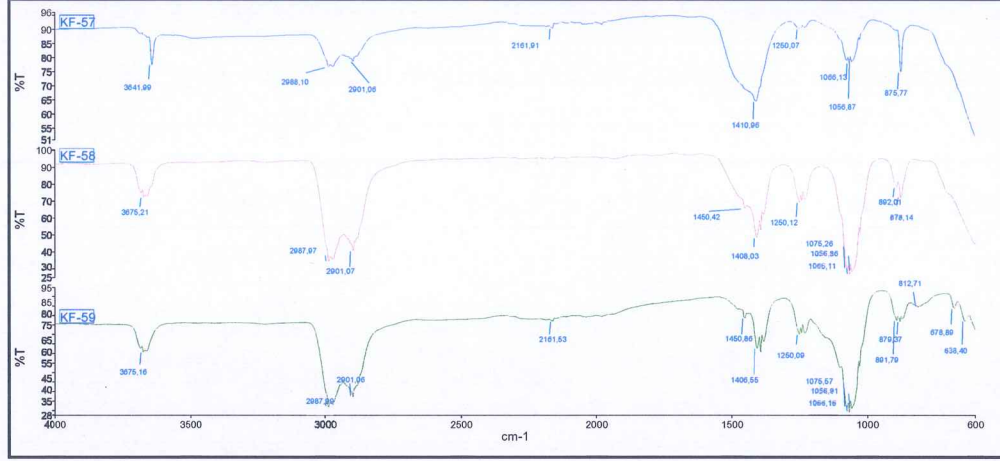
32,73	1,4857	1,4822	0,4-(281)	3,32	1,6420	1,6307	5,1-(331)
38,15	1,4553	1,4564	0,1-(332)	6,86	1,5925	1,5971	16,5-(143)
4,70	1,3453	1,3477	11,0-(282)	9,95	1,5581	1,5512	6,7-(082)
10,10	1,1897	1,1887	0,1-(432)	4,42	1,5256	1,5234	1,2-(302)
9,40	1,1731	1,1791	0,7-(382)	36,59	1,4853	1,4822	0,4-(281)
14,52	1,1410	1,1446	1,8-(174)	33,42	1,4528	1,4564	0,1-(332)
5,62	1,1020	1,1002	0,3-(403)				

KF-59 kodlu deneyin sonucunda ise $\text{Ca}_{1.02}\text{Fe}_{1.98}\text{O}_4$ (ICSD 158770) bileşiği ve $\text{Ca}_2\text{FeO}_{3.5}$ (ICDD 38-0508) bileşiğinin birlikte çift faz olarak sentezlendiği görülmüştür. $\text{Ca}_{1.02}\text{Fe}_{1.98}\text{O}_4$ (ICSD 158770) bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri $a=9,2260 \text{ \AA}$, $b=3,0200 \text{ \AA}$, $c=10,6970 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pnma 'dır. Bu bileşiklere ait XRD 'd' değerleri karşılaştırmaları Tablo 3.65' de verilmiştir.

Tablo 3.65: KF-59 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

KF-59					
1000 °C					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		$\text{Ca}_{1.02}\text{Fe}_{1.98}\text{O}_4$ (ICSD 158770)		$\text{Ca}_2\text{FeO}_{3.5}$ (ICDD 38-0508)	
I/I_0	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I_0 -hkl	d [Å]	I/I_0 -hkl
32,07	3,4963	3,4932	8,7-(202)	-	-
42,78	2,6995	2,6742	51,8-(004)	2,7140	73
67,52	2,6617	2,6660	100,0-(302)	2,6750	21
100,0	2,5273	2,5266	33,6-(210)	2,5570	100
26,59	2,2336	2,2358	32,7-(113)	2,2270	36
20,41	2,1143	2,1123	16,3-(311)	2,1270	23
12,79	1,9563	1,9565	11,8-(114)	1,9570	33
2,82	1,9371	1,9366	0,1-(403)	1,9180	43
45,27	1,8322	1,8330	25,3-(410)	1,8480	15
8,00	1,8052	1,8067	12,1-(411)	-	-
9,51	1,7465	1,7466	0,1-(404)	-	-
10,99	1,6926	1,6778	0,0-(314)	-	-
11,44	1,6621	1,6629	12,4-(206)	-	-
9,28	1,5400	1,5423	11,3-(306)	1,5350	47
55,86	1,5092	1,5076	0,2-(107)	-	-
8,27	1,4865	1,4778	0,3-(602)	-	-
9,41	1,4543	1,4532	0,0-(022)	-	-
10,56	1,3317	1,3330	9,2-(223)	1,3720	26
31,22	1,3134	1,3138	16,3-(322)	-	-
4,31	1,2465	1,2465	1,4-(317)	-	-

Şekil 3.32' de KF-57, KF-58 ve KF-59 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.32' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur [52].



Şekil 3.32: KF-57, KF-58 ve KF-59 deneylerine ait X-ışınları FT-IR spektrumları ve verileri

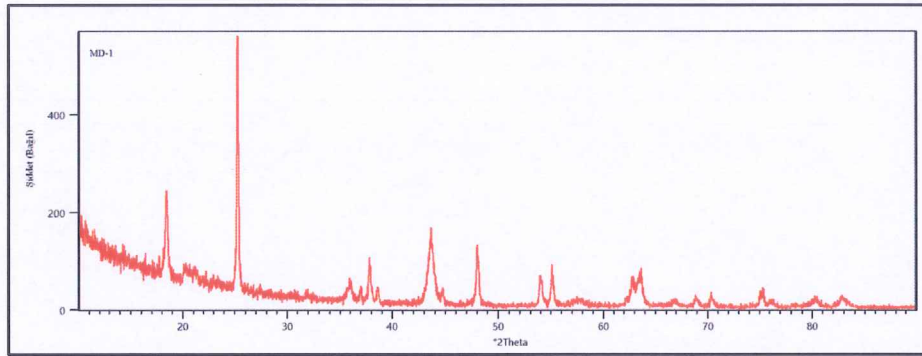
3.5 Mikrodalga Sentez Yöntemiyle Yapılan Deneyler

3.5.1 M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.66: M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
MD-1	$LiNO_3 + TiO_2$	1:1
MD-2	$NaNO_3 + TiO_2$	1:1
MD-3	$KNO_3 + TiO_2$	1:1
MD-4	$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + TiO_2$	1:1
MD-5	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O + TiO_2$	1:1

Mikrodalga sentez yöntemiyle $M^+,M^{+2} / TiO_2$ sisteminde farklı başlangıç maddeleri kullanılarak yapılan deneylerde $M^+,M^{+2} / Ti^{+4}$ mol parametresi 1:1' de sabit tutulmuştur. Başlangıç maddesi olarak $LiNO_3$ kullanılarak yapılan MD-1 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.33' de verilen XRD deseni incelendiğinde $LiTiO_3$ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICDD kart numarası 77-1387 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=3,808 \text{ \AA}$ $b=4,076 \text{ \AA}$ ve $c=9,052 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Imma (74)$ olan $Li_{0,5}TiO_2$ bileşiğinin ve Li_2TiO_3 (ICDD 33-0831) bileşiğinin çift fazlı olduğu görülmektedir. Tablo 3.67' de XRD verileri görülmektedir.



Şekil 3.33: MD-1 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

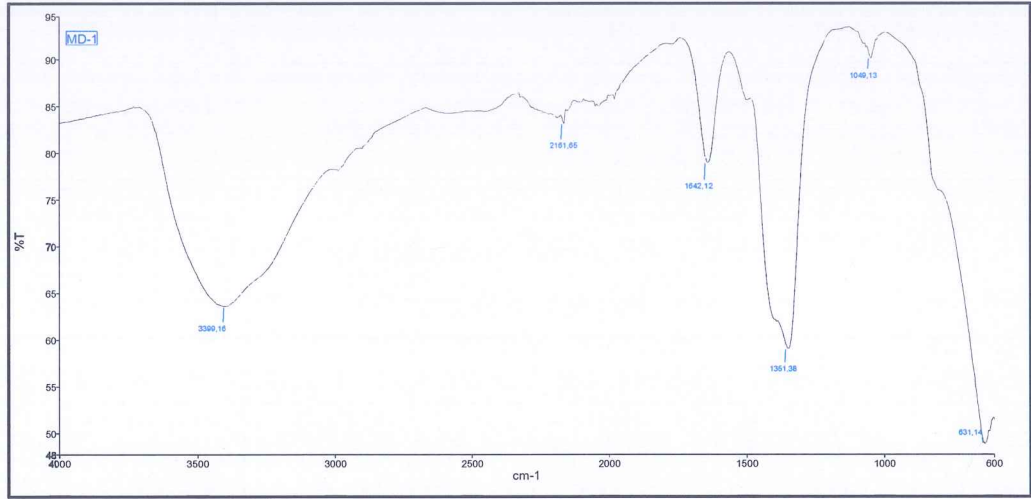
Tablo 3.67: MD-1 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-1					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		$Li_{0,5}TiO_2$ (ICDD 77-1387)		Li_2TiO_3 (ICDD 33-0831)	
I/I_0	Deneysel [\AA]	d [\AA]	I/I_0 -hkl	d [\AA]	I/I_0 -hkl
34,15	4,8153	-	-	4,8000	54-(002)
4,31	4,3943	-	-	4,4000	3-(020)
4,57	4,2014	-	-	4,2090	2-(-111)
1,26	3,7895	3,7172	81-(011)	3,7460	1-(111)
100	3,5180	3,5102	100-(101)	3,4990	1-(-112)
1,00	2,8081	-	-	2,7930	1-(-113)

Tablo 3.68 (devam): MD-1 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

4,09	2,5362	-	-	2,5020	31-(200)
8,37	2,4882	-	-	-	-
3,86	2,4299	2,4254	25-(013)	2,4040	1-(113)
14,56	2,3768	2,3650	16-(103)	2,4040	1-(004)
6,46	2,3326	-	-	-	-
31,40	2,0716	-	-	2,0750	100-(-133)
5,88	2,0255	2,0384	64-(020)	2,0460	1-(221)
27,02	1,8944	1,9041	52-(200)	1,9030	10-(133)
1,98	1,8765	-	-	1,8734	1-(222)
2,02	1,8566	1,8586	0-(022)	1,8128	1-(043)
14,04	1,7000	1,6947	22-(211)	-	-
16,90	1,6661	1,6546	9-(015)	1,6588	2-(150)
2,55	1,5957	-	-	1,5988	15-(006)
2,44	1,5898	1,5440	3-(123)	1,5411	2-(152)
12,25	1,4807	1,4977	14-(213)	-	-
11,76	1,4616	1,4570	32-(204)	1,4641	35-(-206)
0,18	1,4185	-	-	1,4005	17-(062)
1,66	1,3987	1,3914	34-(220)	1,4005	17-(-333)
3,03	1,3644	1,3438	5-(031)	-	-
5,67	1,3379	1,3300	1-(222)	-	-
6,07	1,2643	1,2754	28-(125)	-	-
2,24	1,2520	1,2571	6-(301)	-	-
2,71	1,1990	1,1853	30-(224)	-	-
3,96	1,1655	1,1707	4-(303)	-	-

Şekil 3.34' de MD-1 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.34' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

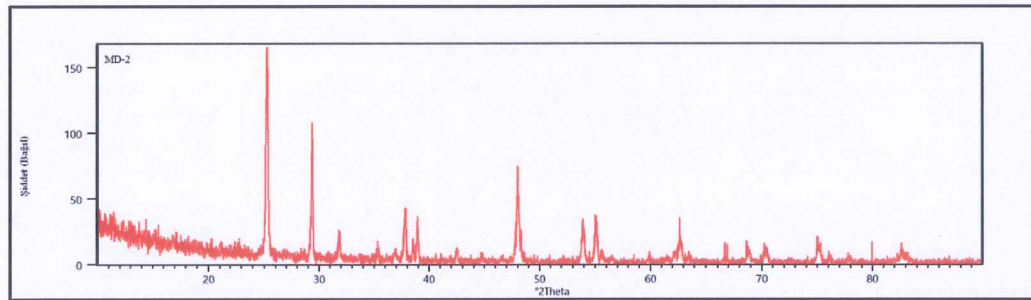


Şekil 3.34: MD-1 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.69: MD-1 deneyine ait IR spectrum verileri

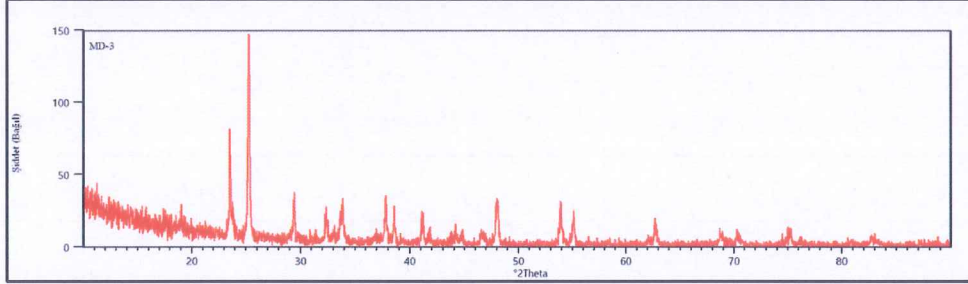
Titreşimler	Frekanslar (cm^{-1})
Ti-O-Ti [49]	631

Başlangıç maddesi olarak NaNO_3 kullanılarak yapılan MD-2 kodlu deneyden elde edilen ürünün Şekil 3.35'te verilen XRD deseni incelendiğinde NaTiO_3 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen başlangıç maddelerinden TiO_2 ve NaNO_3 reaksiyona girmeden ortamda kalmıştır.



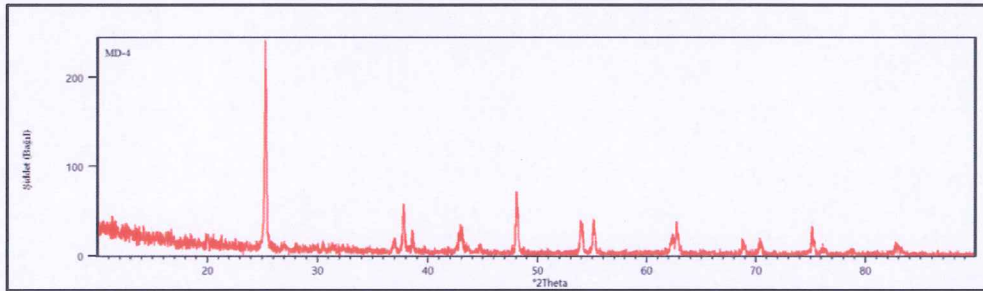
Şekil 3.35: MD-2 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Başlangıç maddesi olarak KNO_3 kullanılarak yapılan MD-3 kodlu deneyinde $KTiO_2$ bileşiğinin oluşması hedeflenmesine rağmen başlangıç maddelerinden KNO_3 ve TiO_2 ' nin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir.



Şekil 3.36: MD-3 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Başlangıç maddesi olarak $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ kullanılarak yapılan MD-4 kodlu deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.37' de verilen XRD deseni ve Tablo 3.69' da verilen XRD verileri incelendiğinde $MgTiO_3$ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICSD kart numarası 157256 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=3,7630 \text{ \AA}$, $b=9,9260 \text{ \AA}$, $c=10,2190 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Cmcm(63)$ olan $MgTi_2O_5$ bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Bu çalışmada ilk kez mikrodalga yöntemi kullanılarak $MgTi_2O_5$ bileşiği saf olarak elde edilmiştir.

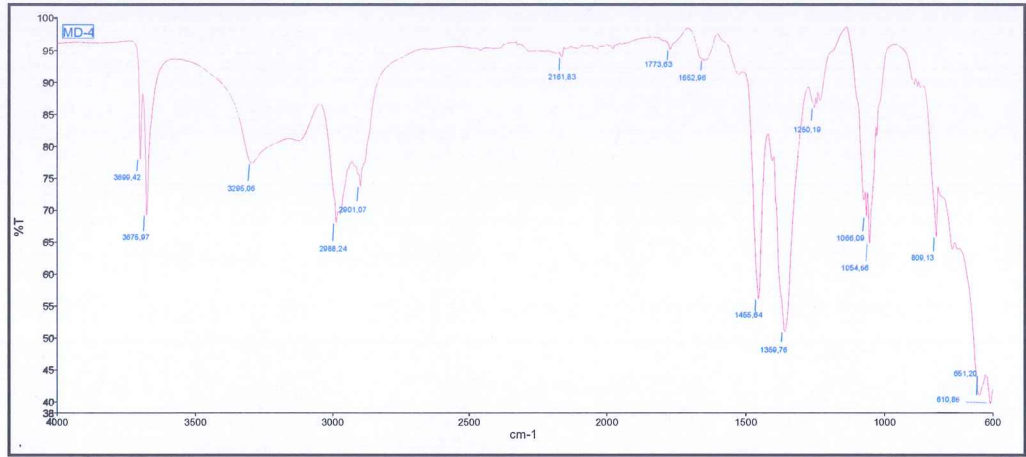


Şekil 3.37: MD-4 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Tablo 3.70: MD-4 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-4			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		MgTi ₂ O ₅ (ICSD 157256)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
100,00	3,5249	3,5186	100-(110)
4,68	2,4310	2,4473	4,3-(113)
20,08	2,3799	2,4114	0,7-(041)
4,05	2,2716	2,2714	8,9-(024)
8,37	2,1058	2,0673	0,1-(114)
2,83	2,0250	2,0057	17,3-(043)
23,98	1,8938	1,8898	2,7-(025)
19,23	1,7003	1,7031	6,8-(006)
4,95	1,6923	1,6634	0,5-(222)
1,41	1,6851	1,6605	4,5-(152)
18,06	1,6655	1,6543	1,6-(060)
6,30	1,4904	1,4992	1,2-(240)
16,48	1,4796	1,4833	0,0-(241)
1,65	1,4722	1,4489	2,3-(224)
5,40	1,3637	1,3722	5,5-(243)
4,17	1,3364	1,3333	0,1-(225)
9,74	1,2638	1,2626	2,9-(206)
3,14	1,2500	1,2582	0,1-(047)
1,31	1,2160	1,2090	0,1-(312)

Şekil 3.38' de MD-4 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.38' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

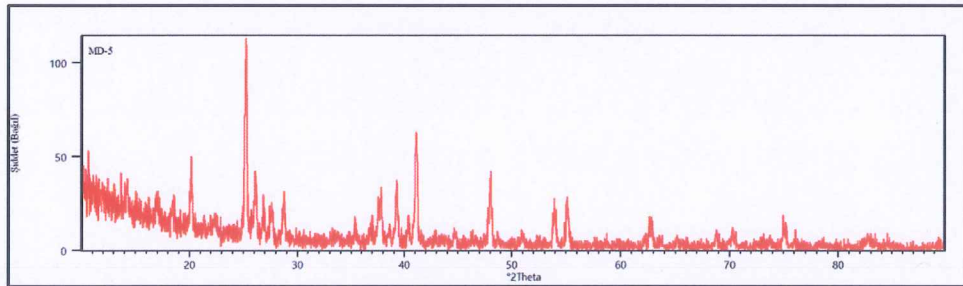


Şekil 3.38: MD-4 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.71: MD-4 deneyine ait IR spectrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
Ti-O-Ti [49]	610, 651

Başlangıç maddesi olarak Ca(NO₃)₂.4H₂O kullanılarak yapılan MD-5 kodlu deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.39’ da verilen XRD deseni ve Tablo 3.71’ de verilen XRD verileri incelendiğinde ICSD kart numarası 31865 olan kübik yapıda, hücre parametreleri a=3,7950 Å, b=3,7950 Å, c=3,7950 Å ve uzay grubu Pm-3m(221) olan hedeflenen CaTiO₃ bileşiğinin oluştuğu ve TiO₂’nin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir.

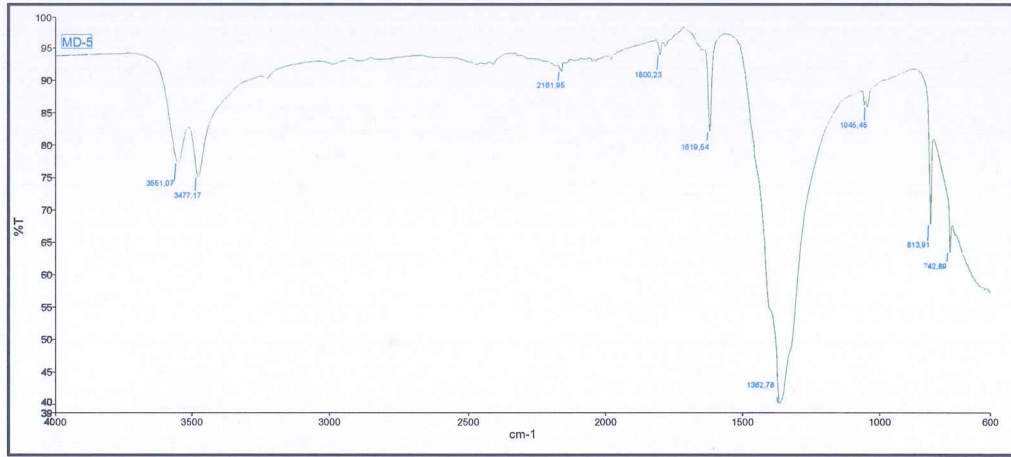


Şekil 3.39: MD-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Tablo 3.72: MD-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-5					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaTiO ₃ (ICSD 31865)		TiO ₂ (ICSD 89-4203)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
10,22	4,7778	-	-	4,7570	4-(002)
100,00	3,5226	-	-	3,5169	100-(101)
2,64	2,6912	2,6834	100-(011)	2,6764	57-(110)
21,18	2,3831	-	-	2,3785	13-(004)
34,24	2,2961	-	-	2,3325	5-(112)
59,80	2,1978	2,1910	12,2-(111)	-	-
43,96	1,8920	1,8975	55,0-(002)	1,8925	22-(200)
3,69	1,7939	-	-	1,7778	23-(114)
18,25	1,7023	1,6971	3,0-(012)	1,7000	31-(105)
32,95	1,6667	-	-	1,6665	31-(211)
15,56	1,4824	1,5493	32,3-(112)	1,4809	12-(204)
8,90	1,3639	-	-	1,3642	6-(116)
6,68	1,3391	1,3417	26,6-(022)	1,3382	7-(220)
11,71	1,2646	1,2650	0,8-(122)	1,2647	21-(215)
3,46	1,1639	1,1442	1,9-(113)	1,1662	5-(224)

Şekil 3.40' da MD-5 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.40' da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.



Şekil 3.40: MD-5 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.73: MD-5 deneyine ait IR spektrum verileri

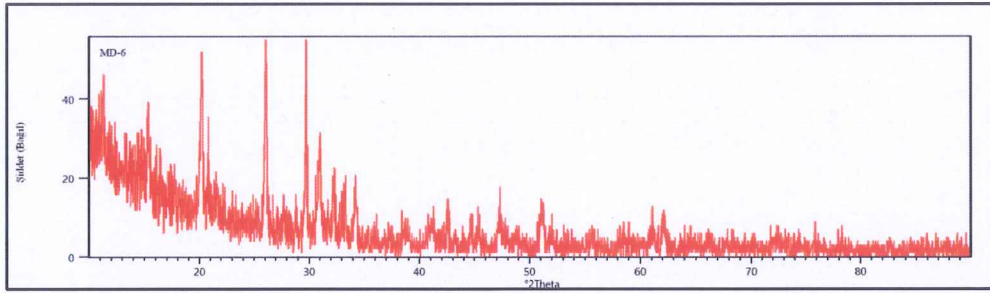
Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
Ti-O-Ti [49]	742

3.5.2 M⁺ (Li⁺, Na⁺, K⁺); M⁺² (Mg⁺², Ca⁺²) / V₂O₅ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.74: M⁺ (Li⁺, Na⁺, K⁺); M⁺² (Mg⁺², Ca⁺²) / V₂O₅ sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
MD-6	LiNO ₃ + V ₂ O ₅	1:1
MD-7	NaNO ₃ + V ₂ O ₅	1:1
MD-8	KNO ₃ + V ₂ O ₅	1:1
MD-9	MgO + V ₂ O ₅	1:1
MD-10	Mg(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + V ₂ O ₅	1:1
MD-11	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + V ₂ O ₅	1:1
MD-12	CaO + V ₂ O ₅	1:1

Mikrodalga sentez yöntemiyle $M^+,M^{+2} / V_2O_5$ sisteminde farklı başlangıç maddeleri kullanılarak yapılan deneylerde $M^+,M^{+2} / V^{+5}$ mol parametresi 1:1' de sabit tutulmuştur. Başlangıç maddesi olarak $LiNO_3$ kullanılarak yapılan MD-6 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.41'de verilen XRD deseni incelendiğinde LiV_2O_6 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICDD kart numarası 87-0471 olan monoklinik yapıda, hücre parametreleri $a=11,85 \text{ \AA}$ $b=3,660 \text{ \AA}$ ve $c=10,909 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $C2/m(12)$ olan $Li_2V_6O_{13}$ bileşiğinin oluştuğu ve ortamda reaksiyona girmeden kalan V_2O_5 olduğu görülmektedir. Tablo 3.74' de bu bileşiklere ait XRD verileri karşılaştırılmaları görülmektedir.

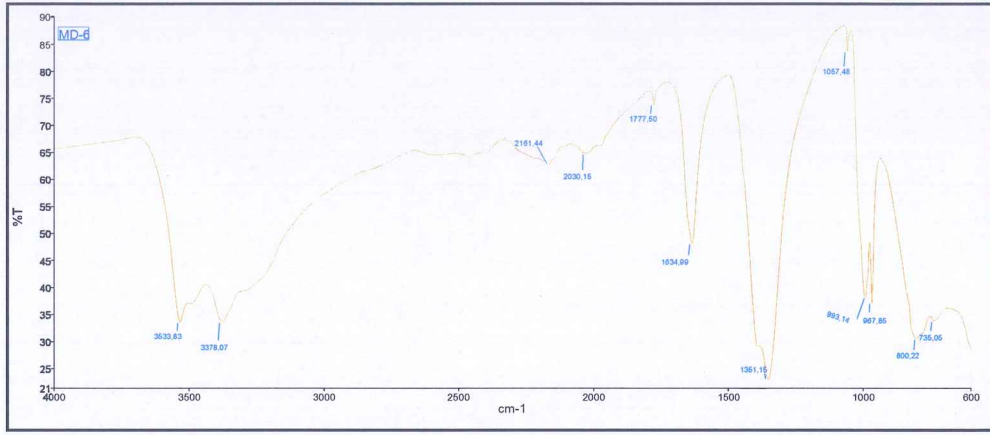


Şekil 3.41: MD-6 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Tablo 3.75: MD-6 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-6					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Li ₂ V ₆ O ₁₃ (ICDD 87-0471)		V ₂ O ₅ (ICDD 89-2482)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
35,55	5,7723	5,8301	21-(200)	5,7720	33-(200)
77,14	4,3989	-	-	4,3830	100-(001)
100	3,4142	3,4920	100-(110)	3,4115	23-(110)
92,33	3,0026	3,0019	4-(-112)	-	-
45,19	2,8903	2,8566	33-(112)	2,8860	65-(302)
30,68	2,7726	2,7814	11-(-402)	2,7684	41-(011)
21,64	2,6972	2,6821	14-(004)	2,6921	75-(111)
26,14	2,6166	-	-	2,6175	3-(310)
10,50	2,3214	2,2847	4-(204)	-	-
13,45	1,9973	1,9761	47-(-601)	1,9978	25-(411)
14,66	1,9217	1,9050	1-(205)	1,9240	34-(600)
20,34	1,7850	1,7855	42-(115)	1,7855	42-(020)
6,96	1,5760	1,5781	8-(315)	1,5799	11-(611)
12,97	1,5179	1,5162	8-(710)	1,5184	23-(321)
16,59	1,4946	1,4818	11-(-801)	1,4972	12-(710)
5,22	1,3018	1,3025	8-(621)	1,3025	10-(403)

Şekil 3.42' de MD-6 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.42' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

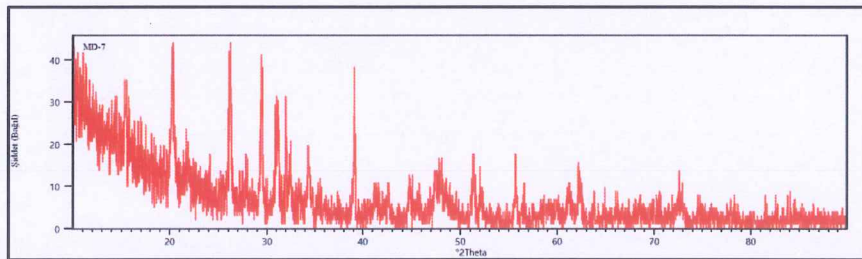


Şekil 3.42: MD-6 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.76: MD-6 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
V-O [50]	735
V-O-V [51]	800
V=O [50]	967

Başlangıç maddesi olarak NaNO₃ kullanılarak yapılan MD-7 kodlu deneyde elde edilen ürünün Şekil 3.43' de verilen XRD deseni ve Tablo 3.76' da verilen XRD verileri incelendiğinde NaV₂O₆ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICDD kart numarası 50-0024 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri a=12,38 Å, b=15,16 Å, c=19,98 Å olan Na₅V₃O₁₀ bileşiğinin oluştuğu ve ortamda bir miktar reaksiyona girmeyen V₂O₅'in kaldığı görülmektedir.

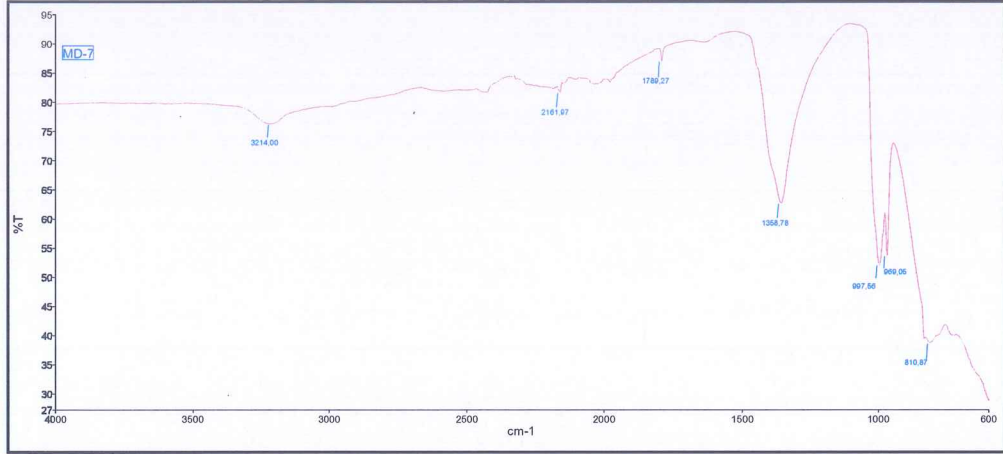


Şekil 3.43: MD-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Tablo 3.77: MD-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-7					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Na ₅ V ₃ O ₁₀ (ICDD 50-0024)		V ₂ O ₅ (ICDD 89-2482)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
63,18	4,3588	4,3000	30-(222)	4,3830	100-(001)
96,79	3,3973	3,4040	4-(142)	3,4115	23-(110)
40,27	3,0303	3,0180	5-(044)	-	-
51,19	2,8781	-	-	2,8860	65-(301)
100,00	2,7982	2,8400	100-(421)	2,7684	41-(011)
18,06	2,6034	2,6290	14-(252)	2,6175	3-(310)
13,25	2,5320	2,5290	8-(060)	2,4961	5-(221)
14,56	2,4056	2,4030	12-(162)	2,4104	5-(401)
96,09	2,3055	2,3160	6-(208)	-	-
24,28	2,0257	2,0145	14-(229)	2,0488	1-(202)
43,10	1,7797	1,7809	8-(2310)	1,7770	6-(212)
20,93	1,6509	1,6546	3-(0112)	1,6535	20-(021)
9,17	1,6237	1,6083	4-(572)	1,6368	5-(121)
18,35	1,5158	1,5253	15-(744)	1,5184	23-(321)
18,69	1,4896	1,5052	4-(295)	1,4972	12-(710)
11,34	1,3034	-	-	1,3025	22-(403)

Şekil 3.44' de MD-7 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.44' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

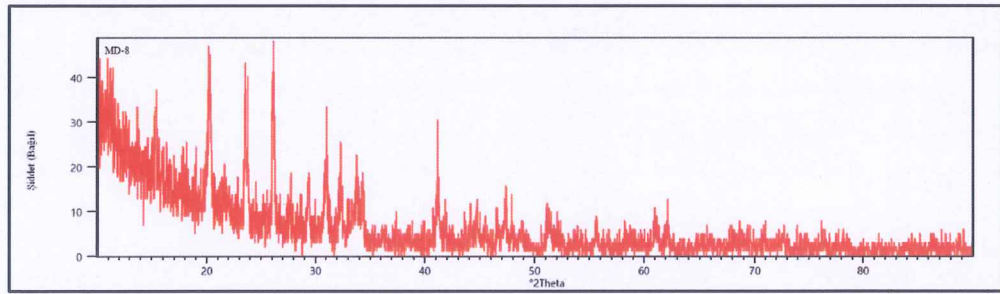


Şekil 3.44: MD-7 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.78: MD-7 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
V-O-V [51]	810
V=O [51]	969

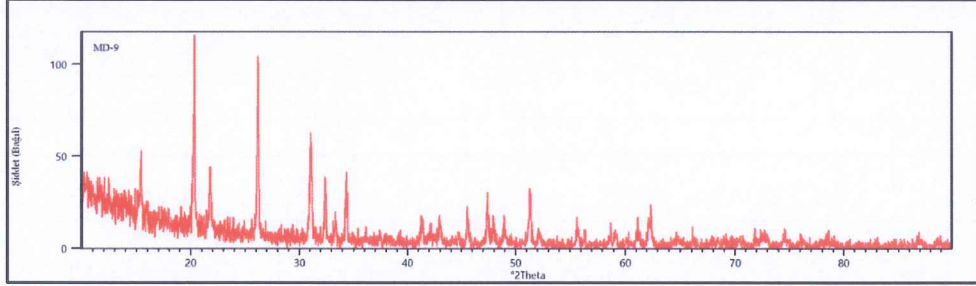
Başlangıç maddesi olarak KNO₃ kullanılarak yapılan MD-8 kodlu deneyde elde edilen ürünün Şekil 3.45’ de verilen XRD deseni incelendiğinde KV₂O₆ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen başlangıç maddeleri olan KNO₃ ve V₂O₅ ortamda reaksiyona girmeden kaldığı görülmüştür.



Şekil 3.45: MD-8 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Başlangıç maddesi olarak MgO kullanılarak yapılan MD-9 kodlu deneyde elde edilen ürünün Şekil 3.46’ da verilen XRD deseni incelendiğinde ICDD kart

numarası 89-0610 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=11,5440 \text{ \AA}$, $b=4,383 \text{ \AA}$, $c=3,574 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pmn21(31) olan $Mg_{0.01}V_2O_5$ bileşiğinin olduğu görülmektedir. Bu bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.78 'de görülmektedir.



Şekil 3.46: MD-9 Deneyine Ait X-Işınları Toz Kırınım Deseni

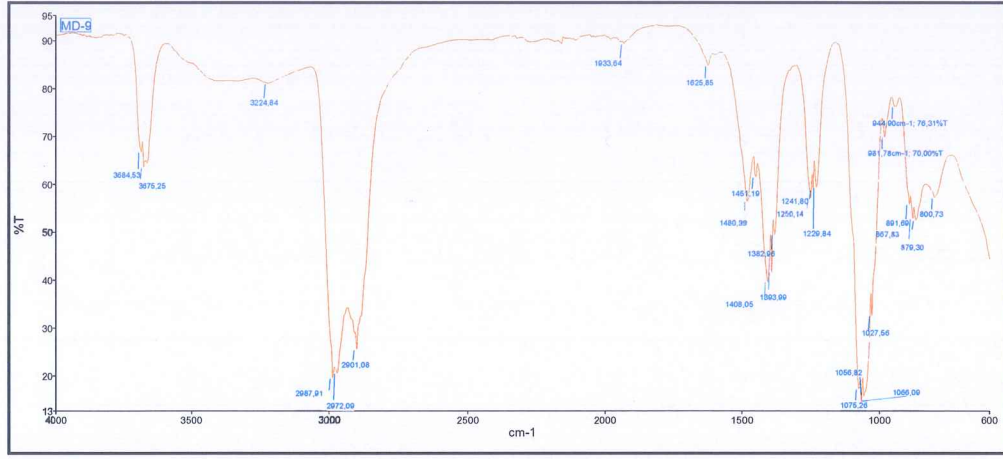
Tablo 3.79: MD-9 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-9					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		$Mg_{0.01}V_2O_5$ (ICDD 89-0610)		V_2O_5 (ICDD 89-2482)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
21,19	5,7597	5,7720	34-(200)	5,7720	33-(200)
82,13	4,3717	4,3830	100-(010)	4,3830	100-(001)
28,49	4,0880	4,0975	33-(110)	4,0975	22-(101)
100,00	3,4036	3,4141	93-(101)	3,4115	23-(110)
48,50	2,8803	2,8860	77-(400)	2,8860	65-(301)
27,64	2,7611	2,7698	39-(011)	2,7684	41-(011)
12,08	2,6859	2,6934	14-(111)	2,6921	75-(111)
26,97	2,6100	2,6187	45-(301)	2,6175	3-(310)
6,34	2,4875	2,4972	5-(211)	2,4961	5-(211)
4,00	2,4001	2,4104	5-(410)	2,4104	5-(401)
10,93	2,1854	2,1915	22-(020)	2,1915	23-(002)
10,72	2,1052	2,1530	12-(120)	2,1530	23-(002)
21,62	1,9915	1,9983	25-(411)	1,9978	25-(411)

Tablo 3.78 (devam): MD-9 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

30,64	1,9178	1,9240	37-(600)	1,9043	37-(302)
6,58	1,9005	1,9043	22-(320)	1,9043	37-(302)
12,68	1,8616	1,8682	20-(021)	1,8678	24-(012)
19,10	1,7797	1,7774	5-(221)	1,7770	6-(212)
7,18	1,7545	1,7453	3-(420)	1,7453	3-(402)
7,86	1,6500	1,6547	18-(012)	1,6535	20-(021)
4,39	1,6326	1,6380	7-(112)	1,6368	5-(121)
2,11	1,5718	1,5801	11-(611)	1,5799	11-(611)
544	1,5620	1,5683	18-(421)	1,5680	20-(412)
15,17	1,5147	1,5193	24-(402)	1,5184	23-(420)
11,57	1,4904	1,4974	32-(701)	1,4972	12-(710)
2,53	1,4417	1,4430	4-(800)	1,4430	4-(800)
6,46	1,4132	1,4170	13-(230)	1,4168	35-(203)
4,44	1,3703	1,3706	3-(810)	1,3743	10-(122)
5,26	1,3134	1,3177	8-(231)	1,3177	12-(213)
3,99	1,2955	1,3031	15-(322)	1,3025	22-(403)
4,71	1,2714	1,2758	14-(331)	1,2757	8-(313)

Şekil 3.47' de MD-9 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.47' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

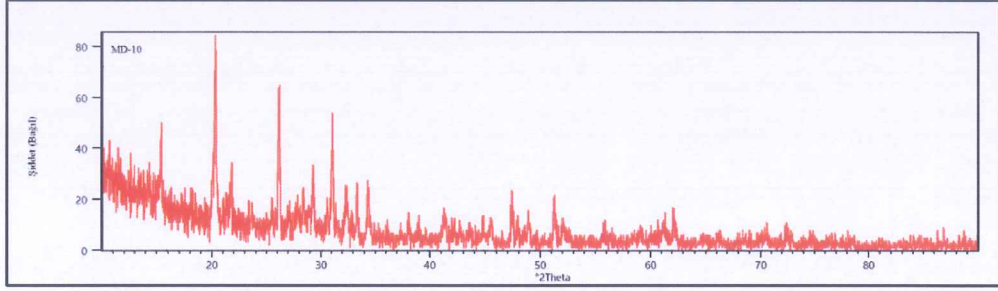


Şekil 3.47: MD-9 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.80: MD-9 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
V-O-V [51]	867, 889, 891
V=O [51]	944, 981
Mg-O [52]	800

Başlangıç maddesi olarak MgO yerine Mg(NO₃)₂.6H₂O kullanılarak yapılan MD-10 kodlu deneyde ise Mg_{0.01}V₂O₅ (ICSD 82150) bileşiği oluşmuştur. Mg_{0.01}V₂O₅ ICSD 82150 bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri a=11,5440, b=4,3830, c=3,5740 ve uzay grubu Pmn21' dir. Bu bileşiğe ait XRD desenleri Şekil 3.48' de ve XRD verileri Tablo 3.80' de verilmiştir. Mg_{0.01}V₂O₅ bileşiği ilk kez mikrodalga yöntemiyle bu çalışmada elde edilmiştir.

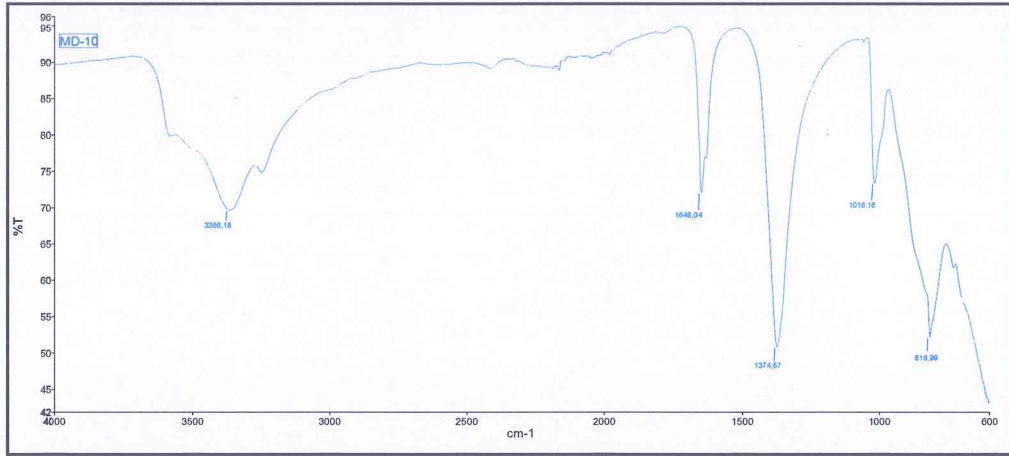


Şekil 3.48: MD-10 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Tablo 3.81: MD-10 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-10			
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Mg _{0.01} V ₂ O ₅ (ICSD 82150)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
20,29	5,7945	5,7720	41,9-(200)
100	4,3745	4,3830	100-(010)
21,35	4,1069	4,0975	32,1-(110)
93,50	3,4082	3,4141	77,4-(101)
35,35	3,0530	-	-
65,38	2,8808	2,8860	36,7-(400)
16,75	2,7579	2,7698	28,4-(011)
19,22	2,6864	2,6934	10,0-(111)
31,75	2,6109	2,6187	30,8-(301)
10,44	2,1811	2,1915	13,0-(020)
14,21	1,9912	1,9983	14,1-(441)
32,80	1,9190	1,9240	19,9-(600)
13,54	1,9005	1,9043	11,8-(320)
31,33	1,7819	1,7870	20,3-(002)
16,24	1,7578	1,7453	1,2-(420)
6,81	1,6474	1,6547	8,9-(012)
25,31	1,4934	1,4974	14,6-(701)
4,74	1,3021	1,3031	5,1-(322)

Şekil 3.49’ da MD-10 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.49’ da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

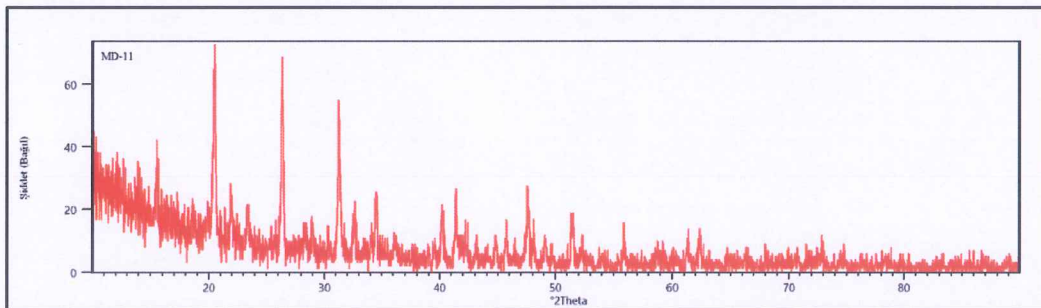


Şekil 3.49: MD-10 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.82: MD-10 deneyine ait IR spektrumları

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
V-O-V [51]	816

Başlangıç maddesi olarak Ca(NO₃)₂.4H₂O kullanılarak yapılan MD-11 kodlu deneyde elde edilen ürünün Şekil 3.50’ de verilen XRD deseni incelendiğinde CaV₂O₆ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICDD kart numarası 28-0250 Ca₂V₆O₁₇ bileşiğinin oluştuğu ve V₂O₅’in reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir. Tablo 3.82’ de XRD veri karşılaştırmaları verilmiştir.

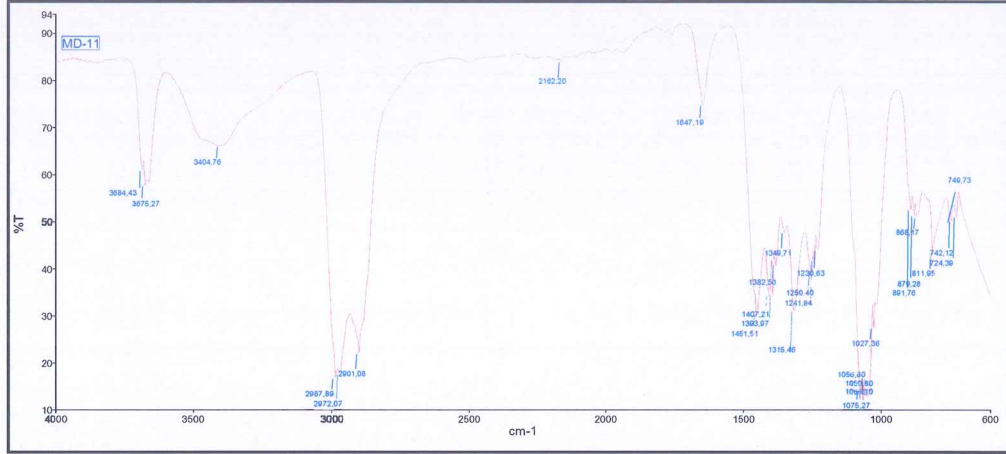


Şekil 3.50: MD-11 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Tablo 3.83: MD-11 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-11					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Ca ₂ V ₆ O ₁₇ (ICDD 28-0250)		V ₂ O ₅ (ICDD 09-0387)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀	d [Å]	I/I ₀
27,26	5,7030	-	-	5,7600	26-(200)
73,50	4,3279	4,3800	28	4,3800	86-(001)
15,17	4,0568	-	-	4,0900	32-(101)
13,01	3,7964	-	-	-	-
100,00	3,3867	3,4000	64	3,4000	100-(110)
22,32	2,9459	2,9600	100	-	-
81,56	2,8635	2,8800	43	2,8800	85-(400)
22,41	2,8211	-	-	-	-
22,11	2,7439	-	-	2,7600	48-(011)
27,25	2,5912	2,6100	36	2,6100	58-(310)
7,38	2,2827	2,2720	41	-	-
31,71	2,2452	-	-	-	-
34,38	2,1821	-	-	2,1850	31-(002)
8,51	2,1005	-	-	2,1470	21-(102)
8,52	2,0272	-	-	2,0420	7-(202)
19,27	1,9831	-	-	1,9920	34-(411)
46,82	1,9113	1,9220	16	1,9190	49-(600)
13,78	1,8930	-	-	1,9000	36-(302)
15,73	1,8554	1,8360	25	1,8400	12-(112)
28,84	1,7778	-	-	1,7780	8-(020)

Şekil 3.51' de MD-11 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.51' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

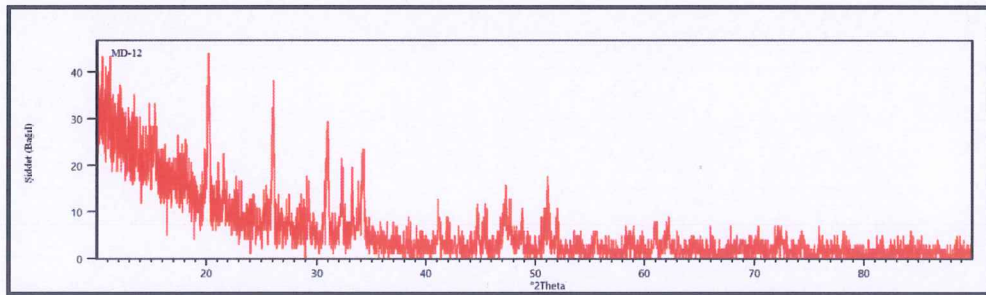


Şekil 3.51: MD-11 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.84: MD-11 deneyine ait IR spektrumları

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
V-O [50]	724, 742, 749
V-O-V [51]	868, 879, 891

Başlangıç maddesi olarak $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ yerine CaO kullanılarak yapılan MD-12 kodlu deneyde ise CaV_2O_5 (ICDD 30-0286) bileşiği oluşmuş ve başlangıç maddelerinden V_2O_5 reaksiyona girmeden ortamda kaldığı Şekil 3.52’ de verilen XRD desenlerinden görülmektedir. CaV_2O_5 (ICDD 30-0286) bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri $a=11,34$, $b=3,605$, $c=4,892$ ve uzay grubu Pmmn (59)’ dur. Bu bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.84’ de verilmiştir.

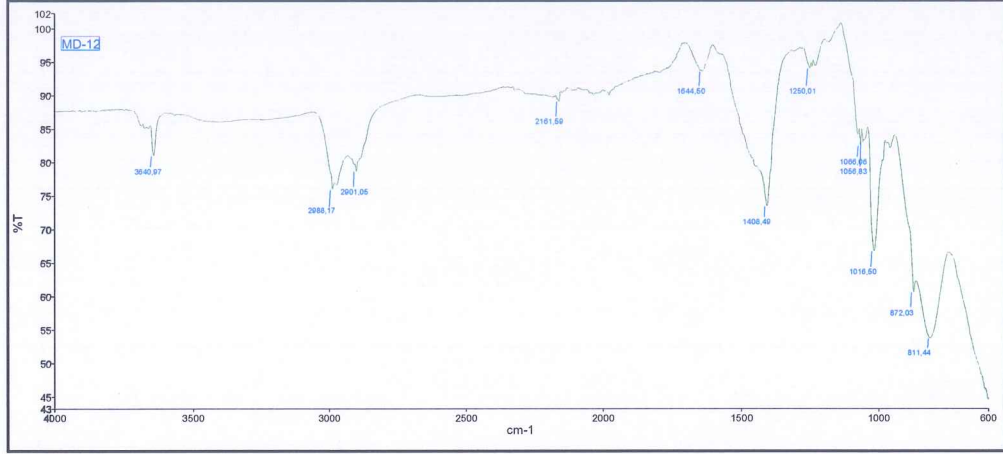


Şekil 3.52: MD-12 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Tablo 3.85: MD-12 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-12					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaV ₂ O ₅ (ICDD 30-0286)		V ₂ O ₅ (ICDD 09-0387)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
93,06	4,3892	-	-	4,3800	86-(001)
47,23	3,9090	-	-	-	-
100	3,4211	3,4400	15-(110)	3,4000	100-(110)
91,28	2,8918	2,9030	100-(011)	2,8800	85-(400)
43,65	2,8489	2,8360	12-(400)	-	-
36,23	2,7760	2,8110	36-(111)	-	-
34,03	2,7501	-	-	2,7600	48-(011)
67,98	2,6216	2,6090	78-(310)	2,6100	58-(310)
8,96	2,1815	2,2460	4-(202)	2,1850	31-(002)
14,85	2,1234	-	-	2,1470	21-(102)
39,94	2,0269	2,0240	8-(012)	2,0420	7-(202)
33,41	1,9206	1,9210	11-(510)	1,9000	36-(302)
66,46	1,7854	1,7880	13-(511)	1,7570	65-(601)
6,31	1,7062	1,6910	10-(021)	1,7400	30-(402)
8,61	1,6581	1,6470	53-(412)	1,6480	28-(021)
7,69	1,5708	1,5670	6-(203)	1,5640	29-(412)
27,43	1,5177	1,5440	34-(321)	1,5124	30-(402)
16,41	1,4957	-	-	1,4925	46-(710)
9,96	1,4732	-	-	1,4447	21-(103)
17,62	1,4139	-	-	1,4123	21-(203)

Şekil 3.53' de MD-12 deneyinde sentezlenen ürünlerin FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.53' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.



Şekil 3.53: MD-12 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.86: MD-12 deneyine ait IR spektrum verileri

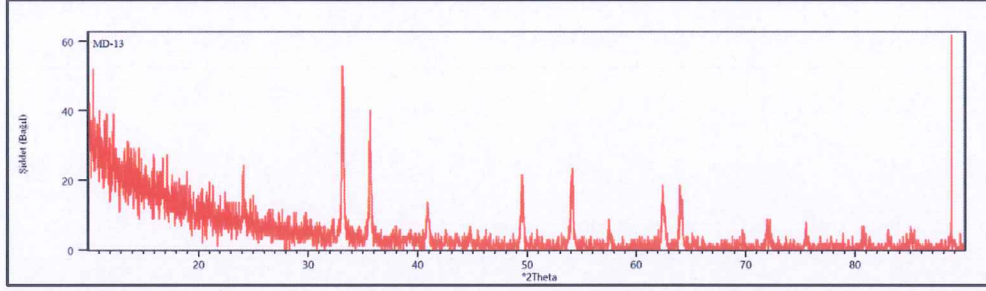
Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
V-O-V [51]	811, 872

3.5.3 M⁺ (Li⁺, Na⁺, K⁺); M⁺² (Mg⁺², Ca⁺²) / Fe₂O₃ Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.87: M⁺ (Li⁺, Na⁺, K⁺); M⁺² (Mg⁺², Ca⁺²) / Fe₂O₃ sisteminde yapılan deneyler

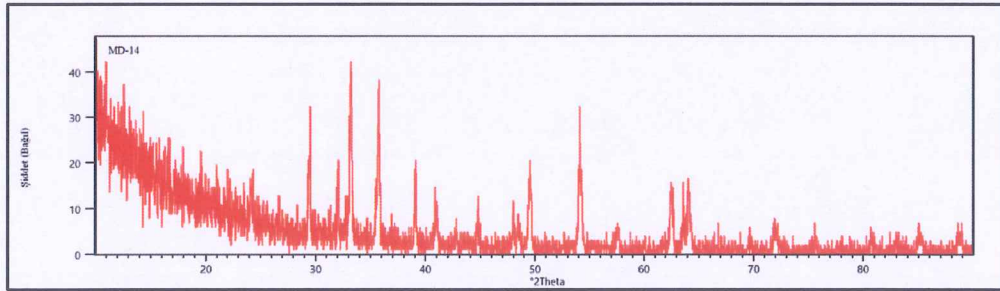
Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
MD-13	LiNO ₃ + Fe ₂ O ₃	1:1
MD-14	NaNO ₃ + Fe ₂ O ₃	1:1
MD-15	KNO ₃ + Fe ₂ O ₃	1:1
MD-16	MgO + Fe ₂ O ₃	1:1
MD-17	Mg(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Fe ₂ O ₃	1:1
MD-18	CaO + Fe ₂ O ₃	1:1
MD-19	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + Fe ₂ O ₃	1:1

Mikrodalga sentez yöntemiyle M^+ , M^{+2} / Fe_2O_3 sisteminde farklı başlangıç maddeleri kullanılarak yapılan deneylerde M^+ , M^{+2} / Fe^{+3} mol parametresi 1:1' de sabit tutulmuştur. Başlangıç maddesi olarak $LiNO_3$ kullanılarak yapılan MD-13 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.54' de verilen XRD deseni incelendiğinde başlangıç maddeleri olan $LiNO_3$ ve Fe_2O_3 reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir.



Şekil 3.54: MD-13 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Başlangıç maddesi olarak $NaNO_3$ kullanılarak yapılan MD-14 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.55' de verilen XRD deseni incelendiğinde $NaFe_2O_4$ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICDD kart numarası 76-0243 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=5,675 \text{ \AA}$, $b=5,386 \text{ \AA}$ ve $c=7,144 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pn21a(33)$ olan $\beta-NaFeO_2$ bileşiğinin oluştuğu ve ortamda bir miktar reaksiyona girmeyen Fe_2O_3 kaldığı görülmektedir. Bu bileşikler ait XRD verileri Tablo 3.87' de verilmiştir.

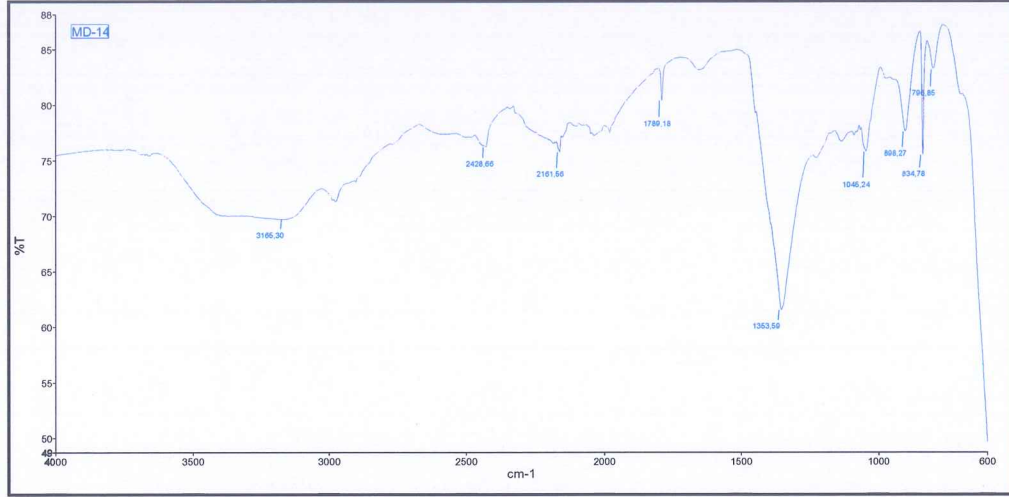


Şekil 3.55: MD-14 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Tablo 3.88: MD-14 deneyine ait x-ışınları toz kırınım verileri

MD-14					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		β -NaFeO ₂ (ICDD 76-0243)		Fe ₂ O ₃ (ICDD 89-8104)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
11,63	3,6746	-	-	3,6727	23-(012)
59,37	3,0262	3,0231	45-(102)	-	-
24,28	2,8002	2,8375	40-(200)	-	-
100	2,6983	2,6931	61-(020)	2,6919	100-(104)
73,42	2,5120	2,5104	28-(210)	2,5115	76-(110)
31,36	2,3061	2,3031	5-(121)	-	-
9,15	2,2934	-	-	2,2846	2-(006)
17,74	2,2022	2,1959	2-(103)	2,2009	23-(113)
8,91	2,1187	2,1504	1-(022)	2,0731	2-(202)
16,44	2,0277	2,0109	23-(122)	-	-
1,57	1,9510	1,9534	17-(220)	-	-
29,81	1,8940	1,8842	3-(221)	-	-
24,06	1,8372	1,8286	3,-(221)	1,8363	50-(024)
64,5	1,6954	1,7018	4-(104)	1,6900	65-(116)
28,89	1,6887	1,6717	39-(302)	1,6324	1-(211)
9,13	1,5969	1,5969	3-(312)	1,5988	4-(112)
3,39	1,5386	1,5437	46-(132)	-	-
40,65	1,4853	1,4841	13-(231)	1,4823	46-(214)
27,41	1,4615	1,4812	3-(303)	-	-
32,30	1,4517	1,4553	14-(214)	1,4500	46-(300)

Şekil 3.56' da MD-14 deneyinde sentezlenen ürünlerin FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.56' da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

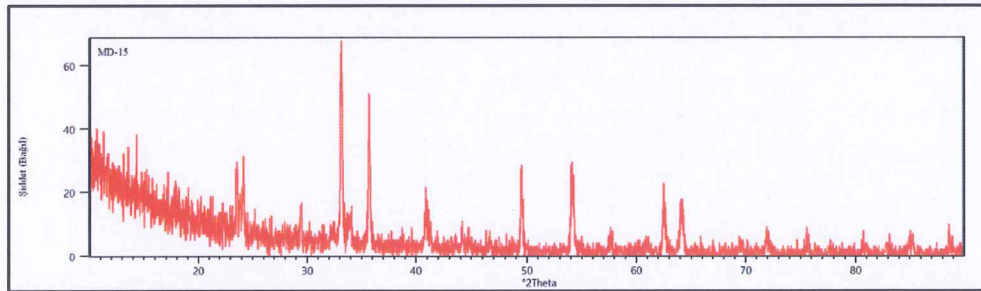


Şekil 3.56: MD-14 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.89: MD-14 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm^{-1})
Fe-O [52]	834

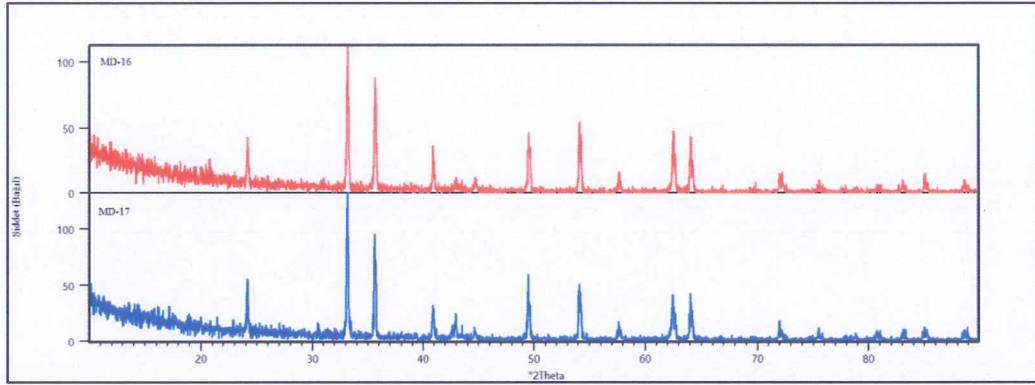
Başlangıç maddesi olarak KNO_3 kullanılarak yapılan MD-15 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.57' de verilen XRD deseni incelendiğinde giriş maddeleri olan KNO_3 'ün ve Fe_2O_3 'ün reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmüştür.



Şekil 3.57: MD-15 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Başlangıç maddesi olarak MgO kullanılarak yapılan MD-16 kodlu deneyde elde edilen ürünün Şekil 3.58' de verilen XRD deseni incelendiğinde MgFe_2O_4 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICSD kart numarası 51171 olan

hekzagonal yapıda, hücre parametreleri $a=5,0490 \text{ \AA}$, $b=5,0490 \text{ \AA}$, $c=13,7890 \text{ \AA}$ ve uzay grubu R-3c olan $\text{Mg}_{0.1551}\text{V}_{1.8966}\text{O}_3$ bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Bu bileşiğe ait XRD d değerleri verileri Tablo 3.89' da görülmektedir. Başlangıç maddesi olarak MgO yerine $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kullanılarak yapılan MD-17 kodlu deneyde ise MD-16 kodlu deney sonucunda oluşan bileşik ile aynı olan $\text{Mg}_{0.1551}\text{V}_{1.8966}\text{O}_3$ (ICSD 51171) bileşiği oluştuğu görülmektedir. $\text{Mg}_{0.1551}\text{V}_{1.8966}\text{O}_3$ bileşiği mikrodalga yöntemiyle ilk kez saf olarak bu çalışmada sentezlenmiştir.



Şekil 3.58: MD-16 ve MD-17 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

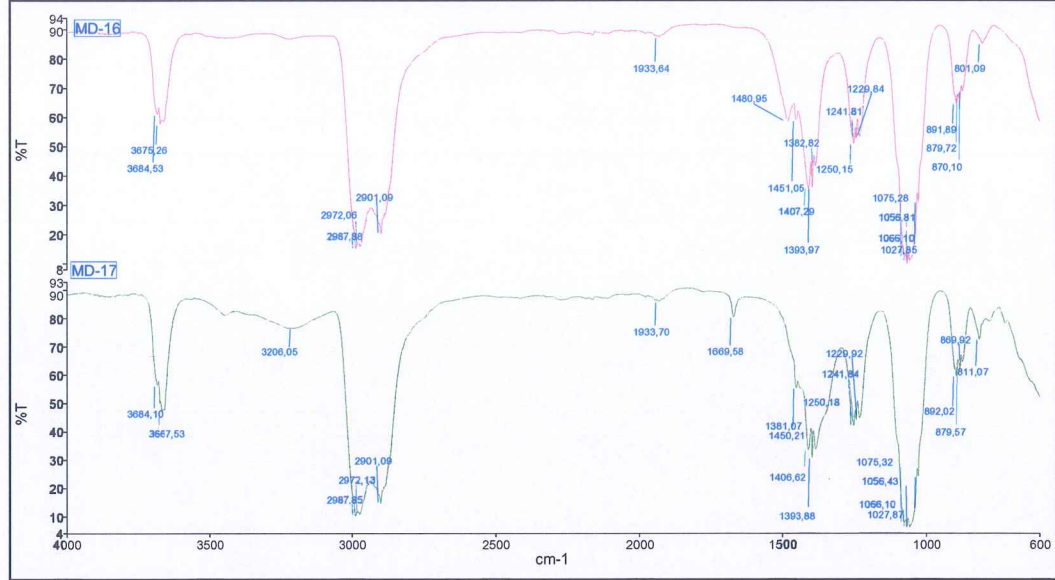
Tablo 3.90: MD-16 ve MD-17 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-16				MD-17			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Mg _{0.1551} Fe _{1.8966} O ₃ (ICSD 51171)		Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Mg _{0.1551} Fe _{1.8966} O ₃ (ICSD 51171)	
I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
23,53	3,6793	3,6925	31,2-(012)	35,28	3,6795	3,6925	31,2-(012)
100	2,6988	2,7071	100-(104)	100	2,6988	2,7071	100-(104)
89,87	2,5162	2,5245	74,9-(110)	82,60	2,5174	2,5245	74,9-(110)
36,93	2,2064	2,2127	23-(113)	2,00	2,2901	2,2981	2,1-(006)
3,15	2,0991	2,0840	1,9-(202)	18,31	2,2057	2,2127	23,0-(113)
6,24	2,0268	-	-	13,25	2,1027	2,0840	1,9-(202)
3,03	1,9790	-	-	49,72	1,8395	1,8462	33,5-(024)
48,44	1,8392	1,8462	33,5-(024)	43,73	1,6935	1,6994	46,9-(116)
61,08	1,6933	1,6994	46,9-(116)	6,56	1,5961	1,6035	6,8-(018)
15,53	1,5973	1,6035	6,8-(018)	31,69	1,4847	1,4902	24,3-(214)
52,46	1,4846	1,4902	24,3-(214)	34,12	1,4520	1,4176	0,2-(125)
49,63	1,4520	1,4575	13,5-(013)	13,12	1,3104	1,3150	8,3-(1010)
12,90	1,3102	1,3150	8,3-(1010)	11,89	1,2575	1,2622	4,9-(220)

Tablo 3.89 (devam): MD-16 ve MD-17 deneylerine ait X-ışınları toz kırımın verileri

5,58	1,2573	1,2622	4,9-(220)	4,63	1,2530	1,2308	0,8-(306)
2,62	1,1881	1,1929	2,6-(128)	4,58	1,1891	1,1929	2,6-(128)
6,89	1,1616	1,1663	3,8-(0210)	5,07	1,1611	1,1663	3,8-(0210)
1,95	1,1454	1,1440	5,3-(134)	1,35	1,1509	1,1490	5,3-(0012)
10,72	1,1399	1,1101	0-(315)	5,31	1,1404	1,1440	5,3-(134)
7,88	1,1026	1,1063	6,0-(226)	4,95	1,1030	1,1063	6,0-(226)

Şekil 3.59’ da MD-16 ve MD-17 deneyinde sentezlenen ürünlerin FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.59’ da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

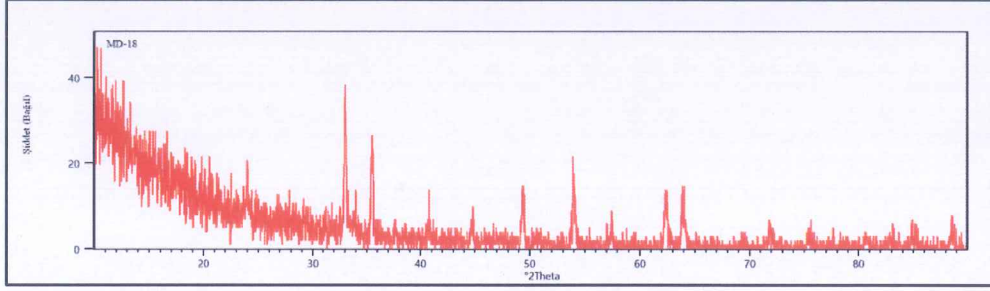


Şekil 3.59: MD-16 ve MD-17 deneylerine ait FT-IR spektrumları ve verileri

Tablo 3.91: MD-16 ve MD-17 deneylerine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm^{-1})
Fe-O [52]	870,879
Mg-O [52]	811

Başlangıç maddesi olarak CaO kullanılarak yapılan MD-18 kodlu deneyde elde edilen ürünün Şekil 3.60’ da verilen XRD deseni incelendiğinde CaFe_2O_4 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen ICSD kart numarası 88989 olan $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ bileşiğinin oluştuğu ve başlangıç maddelerinden olan Fe_2O_3 ’ün reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir. $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri $a=5,4640 \text{ \AA}$, $b=14,9840 \text{ \AA}$, $c=5,6260 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pnma’ dır. Bu bileşiklere ait XRD verileri karşılaştırmaları Tablo 3.91’de verilmiştir.



Şekil 3.60: MD-18 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

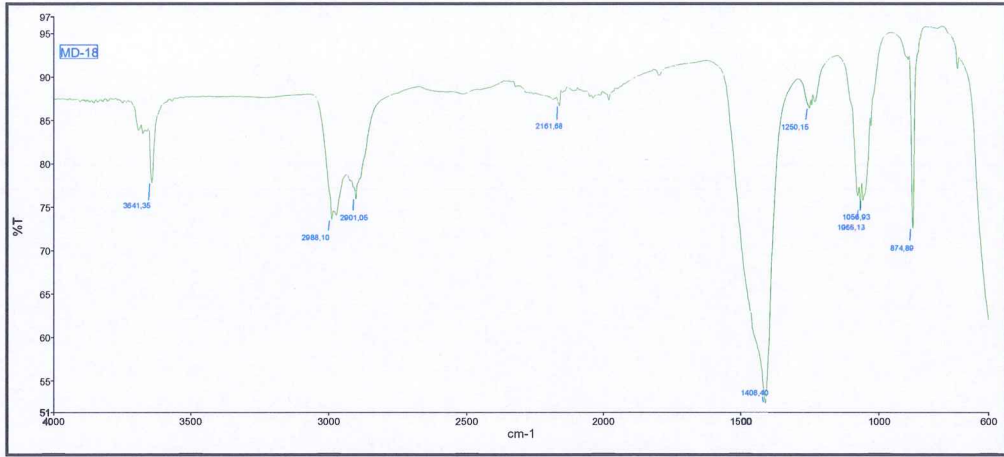
Tablo 3.92: MD-18 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-18					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaFe ₂ O ₅ (ICSD 88989)		Fe ₂ O ₃ (ICDD 89-8104)	
I/I ₀	deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
18,95	3,6812	3,7351	10,9-(031)	3,6727	23-(012)
13,65	3,0946	3,0835	6,0-(131)	-	-
10,79	2,8293	2,8130	36,0-(002)	-	-
100	2,7010	2,7081	100-(141)	2,6919	100-(104)
77,29	2,6905	2,6876	0,8-(210)	-	-
71,89	2,5139	2,5010	1,7-(102)	2,5115	76-(110)
10,23	2,4071	2,3968	0,3-(230)	-	-
27,44	2,2059	2,2050	5,3-(231)	2,2009	23-(113)
11,77	2,0966	2,0800	0,9-(142)	2,0731	2-(202)
8,22	2,0265	2,0189	0,5-(250)	-	-
46,21	1,8396	1,8432	1,6-(260)	1,8363	50-(024)
7,05	1,7890	1,7737	0,2-(103)	-	-
53,80	1,6944	1,6899	3,9-(181)	1,6900	65-(116)
10,23	1,5989	1,5964	0,7-(091)	1,5988	4-(122)
31,58	1,4838	1,4896	0,0-(281)	1,4823	46-(124)
27,30	1,4520	1,4461	3,2-(163)	1,4500	46-(300)
18,39	1,3108	1,3137	0,2-(2100)	1,3074	19-(1010)
4,57	1,1887	1,1861	0,2-(244)	1,1882	3-(312)

Tablo 3.91 (devam): MD-18 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

4,78	1,1624	1,1675	0,2-(442)	1,1596	10-(0210)
8,83	1,1402	1,1412	0,4-(0122)	1,1423	0-(0012)
8,22	1,1027	1,1025	0,0-(462)	1,1004	14-(226)

Şekil 3.61' de MD-18 deneyinde sentezlenen ürünlerin FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.61' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

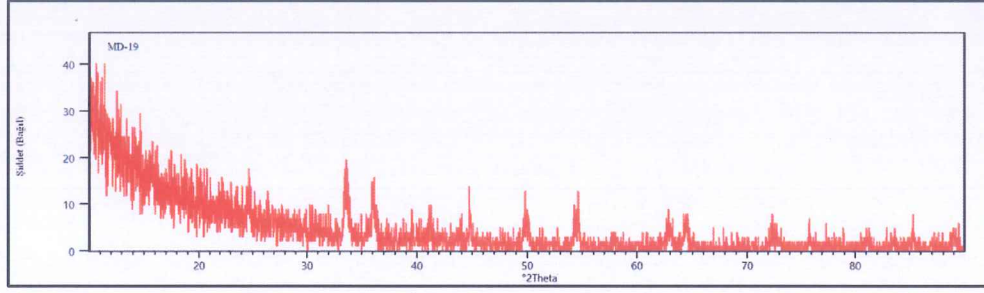


Şekil 3.61: MD-18 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.93: MD-18 deneyine ait IR spectrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
Fe-O [52]	874

Başlangıç maddesi olarak CaO yerine Ca(NO₃)₂.4H₂O kullanılarak yapılan MD-19 kodlu deneyde ise Ca₂Fe₂O₅ (ICSD 27111) bileşiğinin oluştuğu ve başlangıç maddelerinden Fe₂O₃'ün reaksiyona girmeden ortamda kaldığı Şekil 3.62' de verilen XRD desenlerinden görülmektedir. Ca₂Fe₂O₅ (ICSD 27111) bileşiği ortorombik yapıda olup; hücre parametreleri a=5,3900 Å, b=14,6800 Å, c=5,6400 Å ve uzay grubu Pnma' dır. Tablo 3.93' de bu bileşiğe ait XRD verileri görülmektedir.



Şekil 3.62: MD-19 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

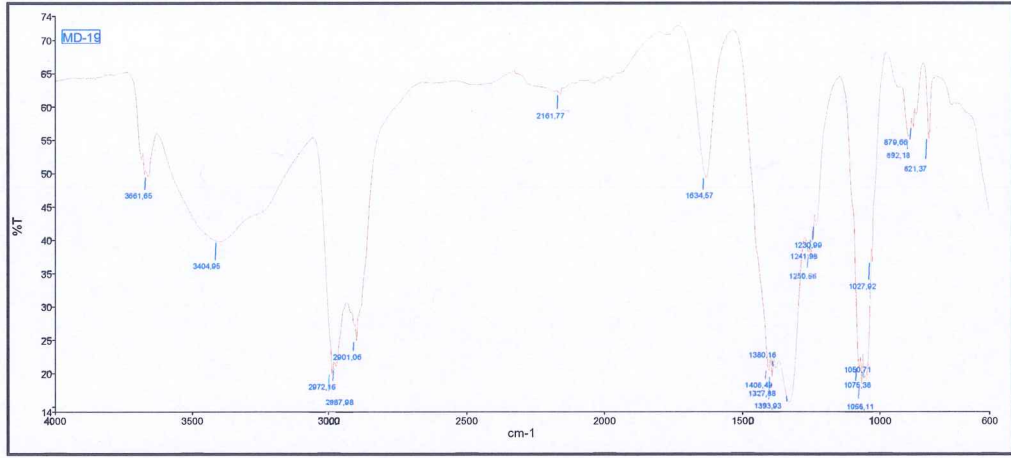
Tablo 3.94: MD-19 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

MD-19					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Ca ₂ Fe ₂ O ₅ (ICSD 27111)		Fe ₂ O ₃ (ICDD 89-8104)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
18,95	3,6812	3,6961	12,4-(031)	3,6727	23-(012)
13,65	3,0946	3,0482	7,2-(131)	-	-
10,79	2,8293	2,8200	33,8-(002)	-	-
100	2,7010	-	-	2,6919	100-(104)
77,29	2,6905	2,6950	38,1-(200)	-	-
71,89	2,5139	2,5298	0,6-(220)	2,5115	76-(110)
10,23	2,4071	2,3989	0,1-(211)	-	-
27,44	2,2059	2,2253	1,1-(132)	2,2009	23-(113)
11,77	2,0966	2,0720	3,2-(161)	2,0731	2-(202)
8,22	2,0265	2,0270	0,1-(241)	-	-
46,21	1,8396	1,8350	22,3-(080)	1,8363	50-(024)
7,05	1,7890	1,7751	0,2-(103)	-	-
53,80	1,6944	1,7003	0,8-(311)	1,6900	65-(116)
10,23	1,5989	1,5980	14,2-(143)	1,5988	4-(122)
31,58	1,4838	1,4839	1,2-(322)	1,4823	46-(214)
27,30	1,4520	1,4474	0,3-(332)	1,4500	46-(300)
18,39	1,3108	1,3140	0,3-(134)	1,3074	19-(1010)
4,57	1,1887	1,1878	0,1-(353)	1,1882	3-(312)

Tablo 3.93 (devam): MD-19 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

4,78	1,1624	1,1671	5,6-(1121)	1,1596	10-(0210)
8,83	1,1402	1,1434	1,8-(174)	1,1423	0-(0012)
8,22	1,1027	1,1009	0,1-(115)	1,1004	14-(226)

Şekil 3.63' de MD-19 deneylerinde sentezlenen ürünlerin FTIR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.63' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.



Şekil 3.63: MD-19 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.95: MD-19 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
Fe-O [52]	879

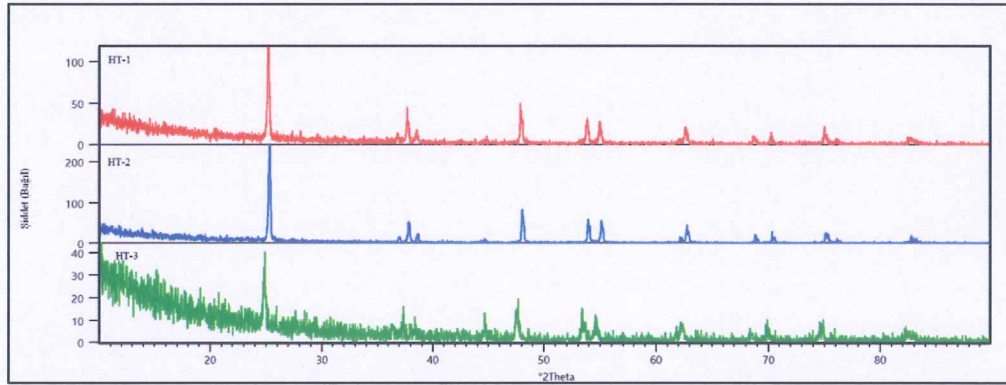
3.6 Hidrotermal Yöntem Kullanılarak Yapılan Deneyler

3.6.1 M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.96: M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
HT-1	$LiCl + TiO_2$	1:1
HT-2	$MgCl_2 \cdot 6H_2O + TiO_2$	1:1
HT-3	$CaCl_2 \cdot 2H_2O + TiO_2$	1:1

Hidrotermal sentez yöntemiyle $M^+, M^{+2} / TiO_2$ sisteminde farklı başlangıç maddeleri kullanılarak yapılan deneylerde $M^+, M^{+2} / Ti^{+4}$ mol parametresi 1:1' de sabit tutulmuştur. HT-1, HT-2 ve HT-3 deneyleri sonucunda başlangıç maddelerinden olan TiO_2 bileşiğinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmüştür. Deneylere ait XRD desenleri Şekil 3.64' de görülmektedir.



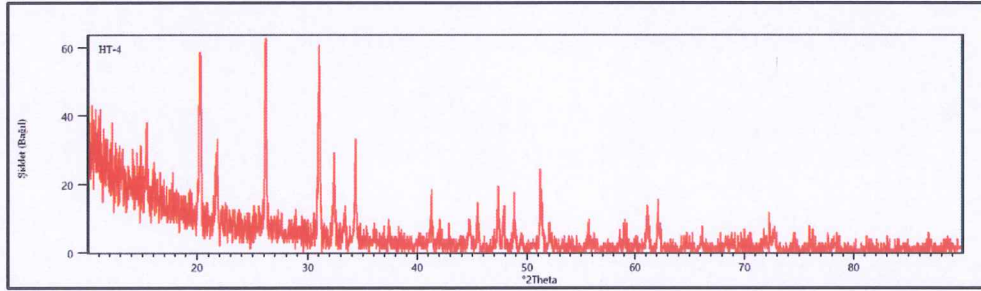
Şekil 3.64: HT-1, HT-2 ve HT-3 deneylerine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

3.6.2 M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.97: M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 sisteminde yapılan deneyler

Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
HT-4	$LiCl + V_2O_5$	1:1
HT-5	$MgCl_2 \cdot 6H_2O + V_2O_5$	1:1
HT-6	$CaCl_2 \cdot 2H_2O + V_2O_5$	1:1

Hidrotermal sentez yöntemiyle $M^+, M^{+2} / V_2O_5$ sisteminde farklı başlangıç maddeleri kullanılarak yapılan deneylerde $M^+, M^{+2} / V^{+5}$ mol parametresi 1:1' de sabit tutulmuştur. Başlangıç maddesi olarak $LiCl$ kullanılarak yapılan HT-4 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.65' de verilen XRD deseni incelendiğinde ICDD kart numarası 89-8318 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=11,31 \text{ \AA}$, $b=9,552 \text{ \AA}$ ve $c=3,585 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pmn21(31)$ olan hedeflenen bileşik LiV_2O_5 bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Tablo 3.97' de bu bileşiğe ait XRD 'd' değerleri görülmektedir. LiV_2O_5 bileşiği mikrodalga yöntemiyle ilk kez saf olarak bu çalışmada sentezlenmiştir.

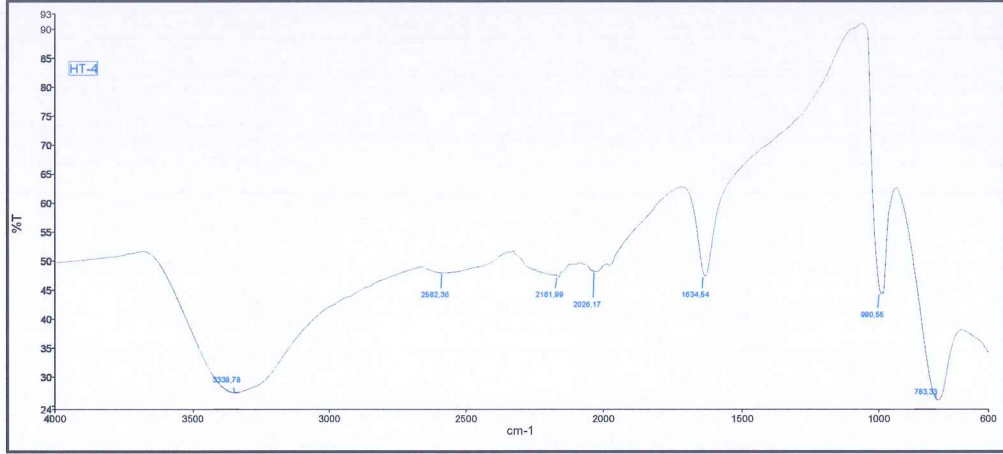


Şekil 3.65: HT-4 deneyine ait X-ışınları toz kırınım desenleri

Tablo 3.98: HT-4 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

HT-4			
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		LiV ₂ O ₅ (ICSD 89-8318)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl
100,00	3,5383	3,5102	100-(101)
5,64	2,4411	2,4254	25-(013)
21,75	2,3857	2,3706	20-(112)
6,33	2,3382	2,3650	16-(103)
4,64	2,0278	2,0384	64-(020)
4,82	1,8818	1,8586	0-(022)
23,16	1,7027	1,6947	22-(211)
24,16	1,6693	1,6546	9-(015)
15,78	1,4824	1,4927	14-(213)
1,78	1,3964	1,3914	34-(220)
7,53	1,3660	1,3438	5-(031)
7,93	1,3396	1,3300	1-(222)
2,04	1,2839	1,2754	28-(125)
14,42	1,2650	1,2571	6-(301)
3,77	1,2495	1,2489	6-(215)
0,95	1,2449	1,2390	4-(033)

Şekil 3.66' da HT-4 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.66' da görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

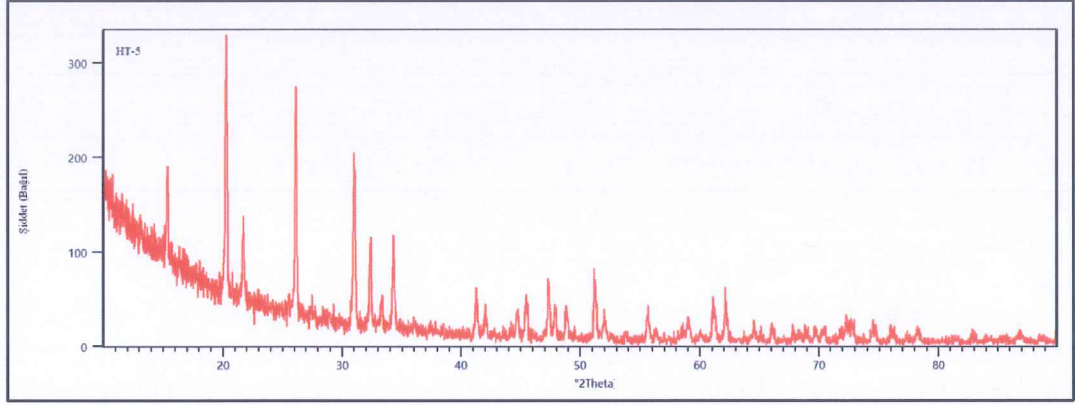


Şekil 3.66: HT-4 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.99: HT-4 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
V-O [50]	783
V=O [51]	990

Başlangıç maddesi olarak $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ kullanılarak yapılan HT-5 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.67' de verilen XRD deseni incelendiğinde ICDD kart numarası 89-0610 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=11,54 \text{ \AA}$, $b=4,383 \text{ \AA}$, $c=3,574 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pmn21(31)$ olan $Mg_{0,01}V_2O_5$ bileşiğinin ve $\beta\text{-}Mg_{1,9}V_3O_8$ (ICDD 23-1232) bileşiğinin çift fazlı olarak oluştuğu görülmektedir. Tablo 3.99' da bu bileşiğe ait XRD verileri görülmektedir.



Şekil 3.67: HT-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

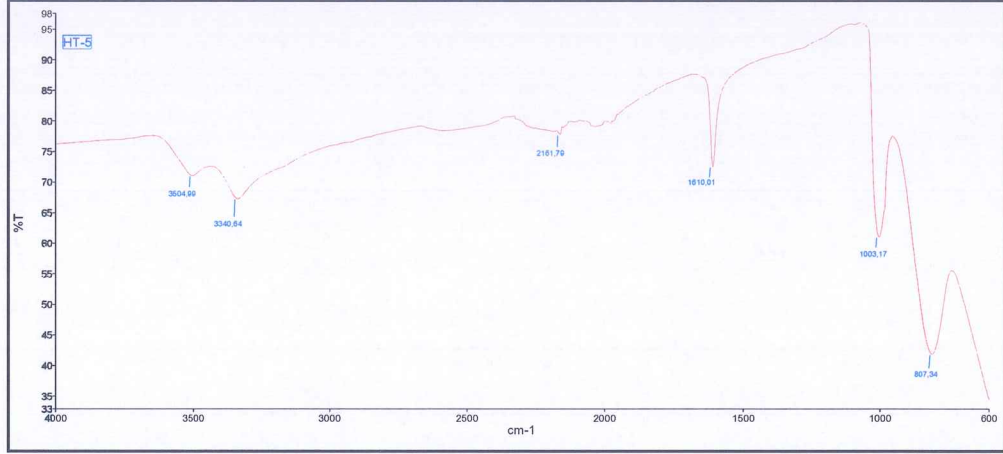
Tablo 3.100: HT-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

HT-5					
Deneyisel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		Mg _{0,01} V ₂ O ₅ (ICDD 89-0610)		β-Mg _{1,9} V ₃ O ₈ (ICDD 23-1232)	
I/I ₀	Deneyisel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
16,24	8,5348	-	-	-	-
9,44	7,6309	-	-	-	-
32,84	5,7757	5,7720	34-(200)	-	-
74,44	4,3991	-	-	-	-
90,72	4,3771	4,3830	100-(010)	-	-
27,55	4,0920	4,0975	33-(110)	-	-
100	3,4095	3,4141	93-(101)	3,3700	100-(002)
1,81	3,2284	-	-	3,2600	72-(-221)
3,17	3,1203	-	-	3,0900	33-(220)
62,60	2,8814	2,8860	77-(310)	-	-
33,59	2,7667	2,7698	39-(011)	-	-
11,55	2,6896	2,6934	14-(111)	2,7080	10-(-130)
40,41	2,6145	2,6187	45-(301)	2,6080	8-(112)
4,46	2,4044	2,4104	5-(410)	2,3780	17-(-313)
21,85	2,1864	2,1915	22-(020)	2,1940	9-(-331)
7,27	2,1517	2,1530	12-(120)	2,1300	6-(040)
11,30	2,0281	2,0427	1-(510)	2,0080	10-(-512)
17,59	1,9951	1,9983	25-(411)	1,9670	14-(222)
33,13	1,9214	1,9240	37-(600)	1,9140	32-(113)
12,75	1,8987	1,9043	22-(320)	1,8720	14-(-311)
10,55	1,8672	1,8682	20-(021)	-	-
41,00	1,7843	1,7870	40-(002)	1,7840	8-(123)
11,42	1,7581	1,7617	19-(610)	1,7510	8-(-224)
2,98	1,7038	1,7070	4-(202)	1,6910	8-(-514)
13,00	1,6510	1,6547	18-(012)	1,6720	28-(150)
3,77	1,6336	1,6380	7-(112)	-	-
1,61	1,6157	-	-	-	-

Tablo 3.99: HT-5 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

1,55	1,5941	1,5906	2-(212)	-	-
3,88	1,5861	1,5801	11-(611)	1,5810	34-(223)
6,72	1,5766	-	-	-	-
10,95	1,5651	1,5683	18-(421)	-	-
19,71	1,5168	1,5193	24-(312)	-	-
30,80	1,4941	1,4974	32-(701)	-	-
7,97	1,4420	1,4458	9-(620)	-	-
4,17	1,4316	1,4355	4-(412)	-	-
9,06	1,4135	1,4170	13-(711)	-	-
2,21	1,3945	-	-	-	-
10,40	1,3816	1,3849	7-(022)	-	-
6,89	1,3625	1,3658	10-(330)	-	-
7,52	1,3492	1,3403	10-(621)	-	-
5,00	1,3386	-	-	-	-
1,90	1,3292	-	-	-	-
2,89	1,3137	1,3177	8-(720)	-	-
10,66	1,3060	1,3031	15-(430)	-	-
6,80	1,2991	-	-	-	-
6,08	1,2736	1,2758	14-(331)	-	-
7,44	1,2518	1,2545	10-(612)	-	-
3,27	1,2332	1,2363	5-(721)	-	-
6,14	1,2220	1,2245	10-(431)	-	-
2,73	1,1824	1,1850	3-(103)	-	-

Şekil 3.68' de HT-5 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.68' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.

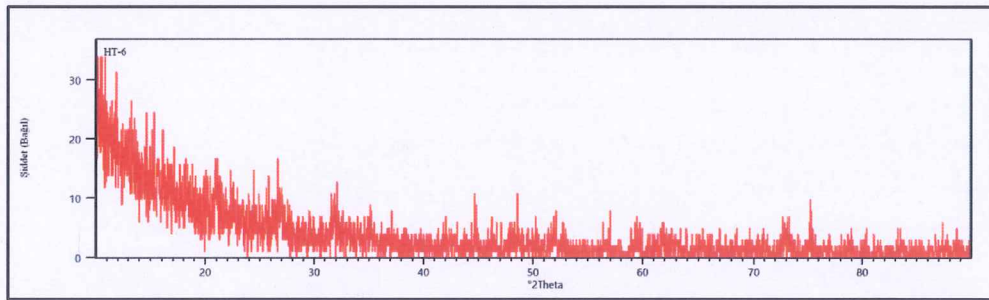


Şekil 3.68: HT-5 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.101: HT-5 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
V-O-V [51]	807

Başlangıç maddesi olarak $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kullanılarak yapılan HT-6 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.69’ da verilen XRD deseni incelendiğinde CaV_2O_5 bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen karakteristik amorf desenine benzer desenler gözlenmiştir.



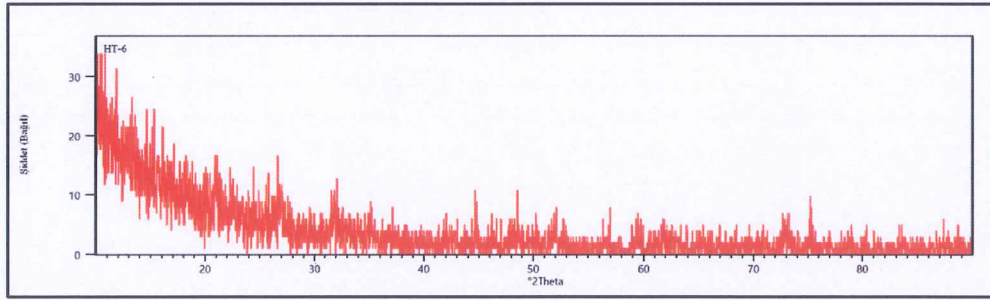
Şekil 3.69: HT-6 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

3.6.3 M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 Sisteminde Yapılan Deneyler

Tablo 3.102: M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 sisteminde yapılan deneyler

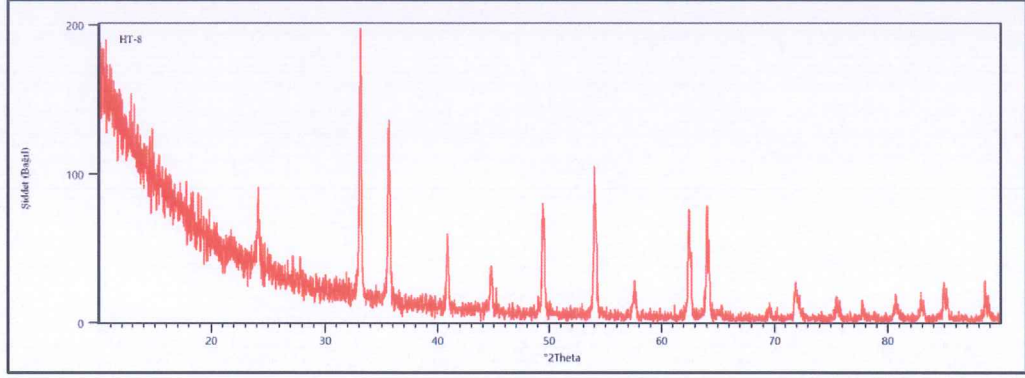
Deneyin Kodu	Başlangıç Maddeleri	Mol Oranları
HT-7	$LiCl + Fe_2O_3$	1:1
HT-8	$MgCl_2 \cdot 6H_2O + Fe_2O_3$	1:1
HT-9	$CaCl_2 \cdot 2H_2O + Fe_2O_3$	1:1

Hidrotermal sentez yöntemiyle M^+ , M^{+2} / Fe_2O_3 sisteminde farklı başlangıç maddeleri kullanılarak yapılan deneylerde M^+ , M^{+2} / Fe^{+3} mol parametresi 1:1' de sabit tutulmuştur. Başlangıç maddesi olarak $LiCl$ kullanılarak yapılan HT-7 deneyinde $LiFe_2O_3$ bileşiğinin elde edilmesi hedeflenmesine rağmen karakteristik amorf desenine benzer desenler gözlenmiştir.



Şekil 3.70: HT-7 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

Başlangıç maddesi olarak $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ kullanılarak yapılan HT-8 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.71' de verilen XRD deseni incelendiğinde ICDD kart numarası 89-3084 olan kübik yapıda, hücre parametresi $a=8,369 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Fd\bar{3}m$ (227) olan $Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ bileşiğinin oluştuğu ve giriş maddelerinden Fe_2O_3 ' ün reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir. Bu bileşiğe ait XRD verileri Tablo 3.102' de görülmektedir.



Şekil 3.71: HT-8 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

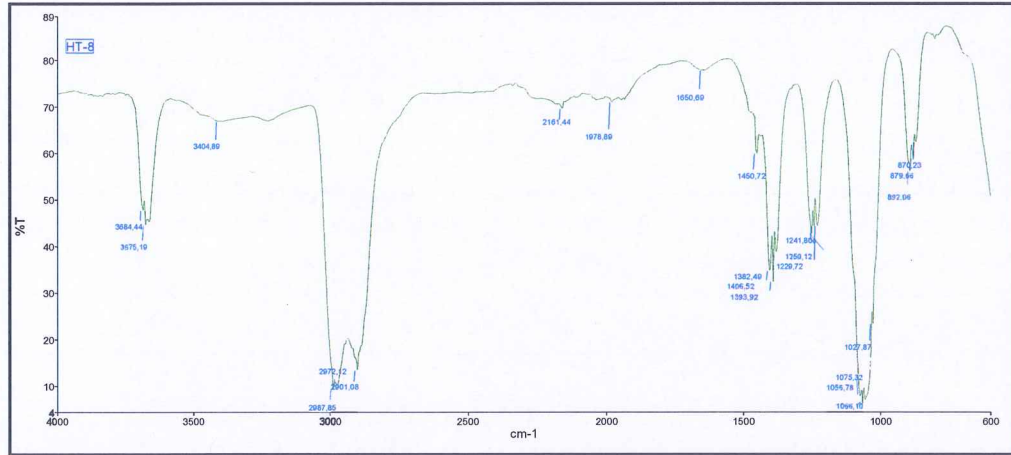
Tablo 3.103: HT-8 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

HT-8					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		$Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICSD 51171)		Fe_2O_3 (ICDD 89-8103)	
I/I_0	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I_0 -hkl	d [Å]	I/I_0 -hkl
3,6866	34,20	3,6925	31,2-(012)	3,6724	24-(012)
2,7020	100	2,7071	100,0-(104)	2,6928	100-(104)
2,5234	78,47	2,5245	74,9-(110)	2,5103	78-(110)
2,2060	26,23	2,2127	23,0-(113)	2,2005	24-(113)
2,0265	20,47	2,0840	1,9-(202)	2,0724	2-(220)
1,8964	2,55	-	-	-	-
1,8446	55,70	1,8462	33,5-(024)	1,8362	51-(024)
1,6979	70,57	1,6994	46,9-(116)	1,6904	66-(116)
1,6014	11,74	1,6035	6,8-(018)	1,5981	5-(122)
1,5581	2,31	-	-	-	-
1,4862	59,95	1,4902	24,3-(214)	1,4820	48-(214)
1,4764	4,68	-	-	-	-
1,4533	62,44	1,4575	13,5-(030)	1,4493	47-(300)
1,4268	8,08	1,4176	0,2-(125)	1,4098	1-(125)
1,3520	4,95	1,3535	2,1-(208)	1,3464	5-(208)

Tablo 3.104 (devam): HT-8 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

1,3134	17,70	1,3150	8,3-(1010)	1,3083	19-(1010)
1,2592	11,36	1,2622	4,9-(220)	1,2551	12-(220)
1,2279	7,39	-	-	1,2241	4-(036)
1,2163	1,44	1,2171	1,1-(223)	1,2103	2-(223)
1,1902	9,95	1,1929	2,6-(128)	1,1865	8-(312)
1,1642	12,80	1,1663	3,8-(0210)	1,1602	10-(0210)
1,1409	21,97	1,1440	5,3-(134)	1,1433	0-(0012)
1,1035	21,09	1,1063	6,0-(226)	1,1002	14-(226)

Şekil 3.72' de HT-8 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.72' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.



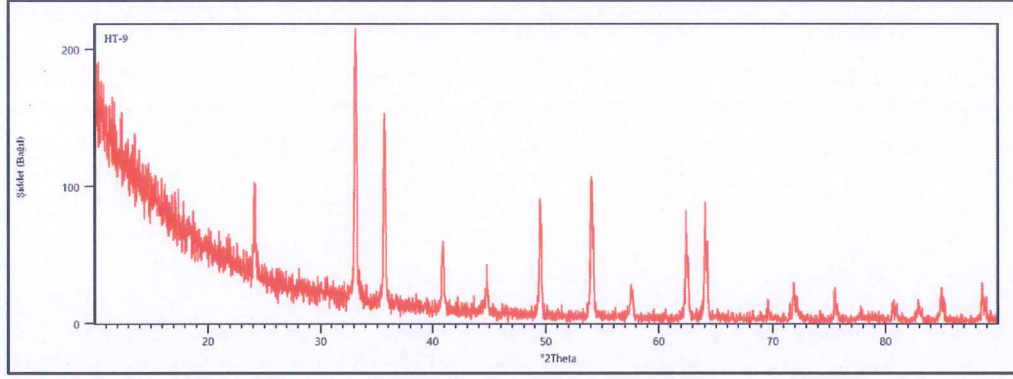
Şekil 3.72: HT-8 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.105: HT-8 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
Fe-O [52]	879
Mg-O [52]	870

Başlangıç maddesi olarak CaCl₂.2H₂O kullanılarak yapılan HT-9 deneyinde elde edilen ürünün Şekil 3.73' de verilen XRD deseni ve Tablo 3.104' de verilen

XRD verileri incelendiğinde ICDD kart numarası 65-1333 olan ortorombik yapıda, hücre parametreleri $a=9,230 \text{ \AA}$, $b=3,024 \text{ \AA}$, $c=10,705 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pnam(62)$ olan $CaFe_2O_4$ bileşiğinin oluştuğu ve giriş maddelerinden Fe_2O_3 ' ün reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmektedir.



Şekil 3.73: HT-9 deneyine ait X-ışınları toz kırınım deseni

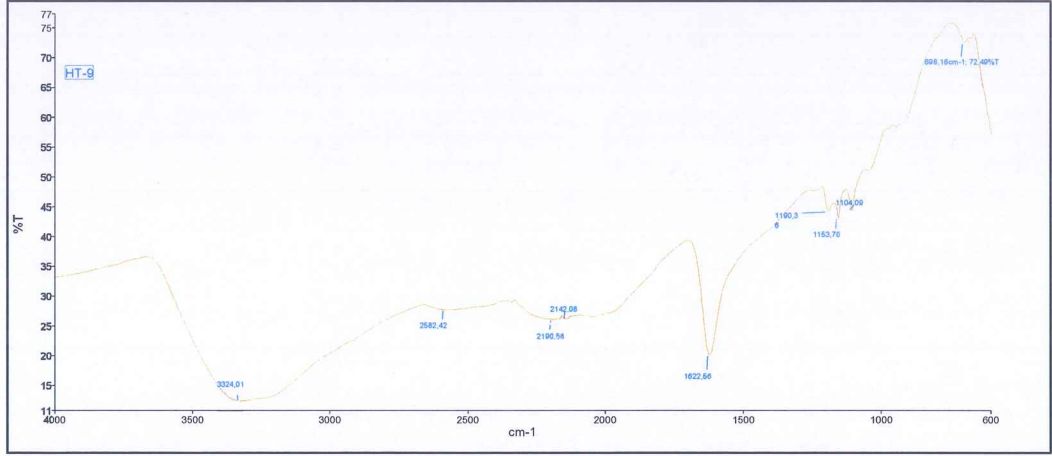
Tablo 3.106: HT-9 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

HT-9					
Deneysel ürüne ait X-ışınları toz kırınım verileri		CaFe ₂ O ₄ (ICDD 65-1333)		Fe ₂ O ₃ (ICDD 89-8103)	
I/I ₀	Deneysel [Å]	d [Å]	I/I ₀ -hkl	d [Å]	I/I ₀ -hkl
3,84	4,0803	-	-	-	-
3,04	3,8425	-	-	-	-
41,42	3,6931	-	-	3,6724	24-(012)
100	2,7046	-	-	2,6928	100-(104)
13,32	2,6772	2,6674	100-(302)	-	-
77,29	2,5168	2,5318	82-(210)	2,5103	78-(110)
25,06	2,2092	2,2381	36-(113)	2,2005	24-(113)
12,73	2,0253	2,0192	0-(304)	2,9724	2-(202)
51,08	1,8423	1,8344	50-(410)	1,8362	51-(024)
3,80	1,8180	1,8191	1-(501)	-	-
1,38	1,7650	1,7573	1-(305)	-	-

Tablo 3.107 (devam): HT-9 deneyine ait X-ışınları toz kırınım verileri

63,91	1,6962	1,6641	16-(206)	1,6904	66-(116)
12,08	1,6014	1,6314	3-(413)	1,5953	14-(018)
40,46	1,4865	1,5087	29-(107)	1,4820	48-(214)
60,68	1,4530	1,4579	12-(216)	1,4493	47-(300)
2,10	1,4410	1,4413	1-(513)	-	-
1,94	1,3606	1,3600	2-(611)	-	-
3,54	1,3496	1,3462	3-(321)	1,3464	5-(208)
4,75	1,3179	1,3153	1-(024)	-	-
14,92	1,3126	1,3153	12-(322)	1,3083	19-(1010)
2,84	1,3022	1,3032	1-(124)	1,3029	4-(119)
15,56	1,2587	1,2559	6-(421)	1,2551	12-(220)
3,81	1,2269	1,2203	1-(614)	1,2241	4-(036)
7,30	1,1905	1,1930	3-(423)	1,2012	0-(131)
8,16	1,1640	1,1650	6-(606)	1,1602	10-(0210)
15,78	1,1406	1,1447	6-(713)	1,1433	0-(0012)
2,25	1,1208	1,1278	2-(802)	1,1376	15-(134)
14,85	1,1033	1,1094	12-(309)	1,1002	14-(226)
2,63	1,0960	1,0973	2-(803)	-	-
3,84	1,0923	1,0973	2-(517)	-	-

Şekil 3.74' de HT-9 deneyinde sentezlenen ürünün FT-IR spektrumu verilmektedir. Şekil 3.74' de görülen pikler literatür verileri ile uyumludur.



Şekil 3.74: HT-9 deneyine ait FT-IR spektrumu ve verileri

Tablo 3.108: HT-9 deneyine ait IR spektrum verileri

Titreşimler	Frekanslar (cm ⁻¹)
Ca-O [52]	698

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, katı-hal kimyasal reaksiyonları kullanılarak yapısında ikili ve üçlü tipte bazı metaller içeren vanadat ve oksit bileşikleri sentezlenmiştir.

M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 sisteminde farklı sıcaklık parametrelerinde katı-hal yöntemiyle yapılan deneyler sonucunda Li_2TiO_3 (ICDD 33-0831), $Mg_{0.6}Ti_{2.4}O_5$ (ICDD 82-1129), $CaTiO_3$ (ICDD 89-6949) bileşikleri saf olarak; $Na_4(TiO_4)$ (ICDD 80-1785)- $Na_2Ti_7O_{15}$ (ICDD 76-1648), $NaTiO_2$ (ICSD 85658)- Na_4TiO_4 (ICDD 42-0513), $K_4Ti_3O_8$ (ICDD 41-0167)- TiO_2 (ICDD 84-1770), $MgTiO_3$ (ICDD 79-0831)- $Mg_{0.6}Ti_{2.4}O_5$ (ICDD 82-1129), $CaTi_2O_5$ (ICDD 25-1450)- TiO_2 (ICDD 89-4921), $CaTi_2O_5$ (ICDD 25-1450)- $CaTiO_3$ (ICDD 89-6949) bileşikleri çift fazlı olarak elde edilmiştir.

M^+ (Li^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 sisteminde farklı sıcaklık parametrelerinde katı-hal yöntemiyle yapılan deneyler sonucunda; $LiVO_3$ (ICSD 2899), $K_3V_5O_{14}$ (ICDD 48-1017), CaV_2O_6 (ICDD 73-0971) bileşikleri saf olarak; $K_3V_5O_{14}$ (ICDD 48-1017)- KVO_3 (ICSD 44528), MgV_2O_6 (ICDD 34-0013)- $V_2O_5 \cdot H_2O$ (ICDD 21-1432), $Mg_{0.01}V_2O_5$ (ICSD 82150)- MgV_2O_6 (ICDD 34-0013), CaV_2O_6 (ICDD 23-0137)- V_2O_5 (ICDD 09-0387) bileşikleri çift faz olarak elde edilmiştir.

M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 sisteminde farklı sıcaklık parametrelerinde katı-hal yöntemiyle yapılan deneyler sonucunda; $LiFeO_2$ (ICSD 28365), $NaFeO_2$ (ICSD 27117), $K_6Fe_2O_5$ (ICDD 81-0994), $KFeO_2$ (ICSD 200255), $Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICSD 51171), Fe_2MgO_4 (ICDD 89-4924) bileşikleri saf olarak; $Li_2Fe_{2.4}O_{4.6}$ (ICDD 41-0036)- $LiFeO_2$ (ICSD 28365), β - $NaFeO_2$ (ICSD 76-0600)- Fe_2O_3 (ICDD 33-0664), $NaFeO_2$ (ICSD 27117)- Fe_2O_3 (ICDD 33-0664), $Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICSD 51171)- Fe_2MgO_4 (ICDD 89-4924), $Ca_2Fe_2O_5$ (ICSD 88987)- Fe_2O_3 (ICDD 33-0664), $Ca_{1.02}Fe_{1.98}O_4$ (ICSD 158770)- Fe_2O_3 (ICDD 33-0664), $Ca_2FeO_{3.5}$ (ICDD 38-0508)- $Ca_{1.02}Fe_{1.98}O_4$ (ICSD 158770) bileşikleri çift faz olarak elde edilmiştir.

M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / TiO_2 sisteminde mikrodalga sentez yöntemiyle yapılan deneyler sonucunda; $MgTi_2O_5$ (ICSD 157256) bileşiği saf ve ilk kez bu çalışmada literatürden farklı olarak; $Li_{0.5}TiO_2$ (ICDD 77-1387)- Li_2TiO_3 (ICDD 33-0831), $CaTiO_3$ (ICSD 31865)- TiO_2 (ICDD 84-1770) bileşikleri çift faz olarak elde edilmiştir.

M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 sisteminde mikrodalga sentez yöntemiyle yapılan deneyler sonucunda; $Mg_{0.01}V_2O_5$ (ICSD 82150) bileşiği saf olarak ve ilk defa bu çalışmada mikrodalga sentez yöntemiyle elde edilmiştir. $Li_2V_6O_{13}$ (ICDD 87-0471)- V_2O_5 (ICDD 89-2482), $Na_5V_3O_{10}$ (ICDD 50-0024)- V_2O_5 (ICDD 89-2482), $Mg_{0.01}V_2O_5$ (ICDD 89-0610)- V_2O_5 (ICDD 89-2482), $Ca_2V_6O_{17}$ (ICDD 28-0250)- V_2O_5 (ICDD 09-0387), CaV_2O_5 (ICDD 30-0286)- V_2O_5 (ICDD 09-0387) bileşikleri çift faz olarak bu yöntemle sentezlenmiştir.

M^+ (Li^+ , Na^+ , K^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 sisteminde mikrodalga sentez yöntemiyle yapılan deneyler sonucunda; $Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICSD 51171) bileşiği saf olarak ilk kez bu yöntemle bu çalışmada elde edilmiştir. β - $NaFeO_2$ (ICSD 76-0243)- Fe_2O_3 (ICDD 89-8104), $Ca_2Fe_2O_5$ (ICDD 88-989)- Fe_2O_3 (ICDD 89-8104), $Ca_2Fe_2O_5$ (ICSD 27111)- Fe_2O_3 (ICDD 89-8104) bileşikleri çiftli faz olarak bu çalışmada sentezlenmiştir.

M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / V_2O_5 sisteminde hidrotermal sentez yöntemiyle yapılan deneyler sonucunda; LiV_2O_5 (ICDD 89-8318) bileşiği saf olarak ilk kez bu çalışmada bu yöntemle elde edilmiştir. $Mg_{0.01}V_2O_5$ (ICDD 89-0610)- β - $Mg_{1.9}V_3O_8$ (ICDD 23-1232) bileşiği ise çift faz olarak hidrotermal yöntemle elde edilmiştir.

M^+ (Li^+); M^{+2} (Mg^{+2} , Ca^{+2}) / Fe_2O_3 sisteminde hidrotermal sentez yöntemiyle yapılan deneyler sonucunda; $Mg_{0.1551}Fe_{1.8966}O_3$ (ICDD 89-3084)- Fe_2O_3 (ICDD 89-8103), $CaFe_2O_4$ (ICDD 65-1333)- Fe_2O_3 (ICDD 89-8103) bileşikleri bu yöntemle çift faz olarak sentezlenmiştir.

5. KAYNAKLAR

- [1] “Vanadyum [online]”, (17 Şubat 2014), tr.wikipedia.org/wiki/Vanadyum, (2013).
- [2] “Vanadyum [online]”, (17 Şubat 2014), <http://www.turkcebilgi.com/ansiklopedi/vanadyum>.
- [3] Hirohata, Y., Ogami, Y., Akiyama, T., Shibuya, I. and Otsuki, M., “Stimulatory effects of vanadate on amylase release from isolated rat pancreatic acini”, *Biochemical Pharmacology*, 55, 677-685, (1998).
- [4] Çelik, G., “Bazı tek ve çift metal atomları içeren vanadat, borat, ve fosfat tipli bileşiklerin sentezleri ve karakterizasyonları”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü*, Balıkesir, (2010).
- [5] Sanchez-Ferrer, C. F., Marin, J., Lluch, M., Valverde, A. and Salaices, M., “Actions of vanadate on vascular tension and sodium pump activity in cat isolated cerebral and femoral arteries”, *Br. J. Pharmacol.*, 93, 53-60, (1988).
- [6] Süss-Fink, G., Cuervo, L. G., Therrien, B., Stoeckli-Evans, H. and Shul’pin, G. B., “Mono and oligonuclear vanadium complexes as catalysts for alkane oxidation: synthesis, molecular structure, and catalytic potential”, *Inorganica Chimica Acta*, 357, 475-484, (2004).
- [7] Costa Pessoa, J., Tomaz, I. and Henriques, R. T. “Preparation and characterisation of vanadium complexes derived from salicylaldehyde or pyridoxal and sugar derivatives”, *Inorganica Chimica Acta*, 356, 121-132, (2003).
- [8] Dahmane, A., Gil, S., Croquet, F., Davy, J. and Feger, J., “Differential effect of vanadate on receptor-mediated endocytosis of the asialoglycoprotein receptor in hepatocytes from normal and diabetic rats”, *Biochemical Pharmacology*, 54, 349-355, (1997).

- [9] Evangelou, A. M., "Vanadium in cancer treatment", *Critical Reviews in Oncology/Hematology*, 42, 249-265, (2002).
- [10] "Vanadyum [online]", (17 Şubat 2014), <http://www.kimyaevi.org/TR/Genel/Metal.aspx?F6E10F8892433CFF679A66406202CCB004A8EB250F0C8474>.
- [11] Yerli, M., "Bazı metal içelikli borat, fosfat ve vanadat bileşiklerinin sentezi ve karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü*, Balıkesir, (2009).
- [12] "Oksit [online]", (17 Şubat 2014), <http://tr.wikipedia.org/wiki/Oksit>, (2013)
- [13] "Oxide [online]", (17 Şubat 2014), <http://en.wikipedia.org/wiki/Oxide>, (2014).
- [14] www.kimyaders.com
- [15] Yenyol, M., *Mineraloji*, İstanbul: Dilek Ofset Matbaacılık, 189-198, (2009).
- [16] "Oksit [online]", (17 Şubat 2014), www.turkcebilgi.com/ansiklopedi/oksit.
- [17] Ertuğ, B., "Perovskit yapıli seramiklerin nem ortamında proton iletkenliğı mekanizmalarının incelenmesi", *Metalurji*, 162, 49-56, (2012).
- [18] Boureau, G., Giaconia, C. and Tetot, R., "Defect modelling in non-stoichiometric oxides", *Solid State Ionics*, 101-103, 397-401, (1997).
- [19] Tuller, L. H., "Semiconduction and mixed ionic-electronic conduction in nonstoichiometric oxides: impact and control", *Solid State Ionics*, 94, 63-74, (1997).
- [20] Trifiro, F., "The chemistry of oxidation catalysts based on mixed oxides", *Catalysis Today*, 41, 21-35 (1998).
- [21] Yıldız, K. and Alp, A., "Using of microwave in metallurgical processes", *Metalurji*, 125, 24-29, (2000).

- [22] Bougrin, K., Loupy, A. and Soufiaoui, M., "Microwave-assisted solvent-free heterocyclic synthesis", *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 6, 139-167, (2005).
- [23] Hesse, S., Perspicace, E. and Kirsch, G., "Microwave-assisted synthesis of 2-aminothiophene-3-carboxylic acid derivatives, 3*H*-thieno[2,3-*d*]pyrimidin-4-one and 4-chlorothieno[2,3-*d*]pyrimidine", *Tetrahedron Letters*, 48, 5261-5264, (2007).
- [24] Young, D. D., Torres-Kolbus, J. and Deiters, A., "Microwave-assisted synthesis of unnatural amino acids", *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 18, 5478-5480, (2008).
- [25] Ramesh, S., Prakash, B. S. J. and Bhat, Y. S., "Enhancing Brønsted acid site activity of ion exchanged montmorillonite by microwave irradiation for ester synthesis", *Applied Clay Science*, 48, 159-163, (2010).
- [26] Baghurst, D. R. and Mingos, D. M. P., "Superheating effects associated with microwave dielectric heating", *J. Chem. Soc. Chem. Commun.*, 674-677, (1992).
- [27] Smart, L. E. and Moore, E. A., (Eds.), *Solid state chemistry*, Boca Raton: Taylor & Francis Group, (2005).
- [28] Nehru, L. C., Swaminathan, V. and Sanjeeviraja, C., "Rapid synthesis of nanocrystalline ZnO by a microwave-assisted combustion method", *Powder Technology*, 226, 29-33, (2012).
- [29] Kingman, S. W., Vorster, W. and Rowson, N. A., "The influence of mineralogy on microwave assisted grinding", *Minerals Engineering*, 13 (3), 313-327, (2000).
- [30] Toraman, Ö. Y. and Depçi, T., "Kömürde mikrodalga ile önişlem uygulamaları", *Madencilik*, 46 (3), 43-53, (2007).
- [31] Haque, K. E., "Microwave energy for mineral treatment processes —a brief review", *Int. J. Miner. Process.*, 57, 1-24, (1999).

- [32] Sutton, W. H., "Microwave processing of ceramic materials", *Ceramic Bulletin*, 68 (2), (1989)
- [33] Güzel, G., "Lityum ve borca zengin bazı kimyasal bileşiklerin sentezi ve yapısal özelliklerinin XRD ile incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü*, Balıkesir, (2006).
- [34] Kutbay, I. and Kuşkonmaz, N., "Mikrodalga ısıtmanın seramik üretiminde kullanımı", *Metalurji*, 137, 52-56, (2004).
- [35] Byrappa, K. and Adschiri, T. "Hydrothermal technology for nanotechnology," *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 53, 117-166, (2007).
- [36] "Hydrothermal synthesis [online]", (17 Şubat 2014), http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrothermal_synthesis, (2014).
- [37] Behbahani, A., Rowshanzamir, S. and Esmailifar, A., "Hydrothermal synthesis of zirconia nanoparticles from commercial zirconia", *Procedia Engineering*, 42, 908-917, (2012).
- [38] Diamandescu, L., Mihaila-tarabasanu, D., Popescu-Pogrion, N., Totovina, A. and Bibicu, I., "Hydrothermal synthesis and characterization of some polycrystalline α -iron oxides", *Ceramics International*, 25, 689-692, (1999).
- [39] Yucesan, G., Armatas, N. G. and Zubieta, J., "Hydrothermal synthesis of molecular oxovanadium compounds. The crystal and molecular structures of $[\text{VO}_2(\text{terpy})]\text{NO}_3$, $[\text{VO}(\text{terpy})(\text{OH}_3\text{PC}_6\text{H}_5)_2]$, $[\{\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})(\text{terpy})\}\text{V}_2\text{O}_6]$, $[\{\text{Cu}(\text{ttbterpy})\}\text{V}_2\text{O}_6]$ and $[\{\text{Cu}(\text{ttbterpy})\}\text{VO}_2(\text{HO}_3\text{PCH}_2\text{PO}_3)]\cdot\text{H}_2\text{O}$ (terpy=2,2':6',2''-terpyridine; ttbterpy= 4,4',4''-tri-tert-butyl-2,2':6',2''-terpyridine)", *Inorganica Chimica Acta*, 359, 4557-4564, (2006).
- [40] Yu, J. and Liu, X., "Hydrothermal synthesis and characterization of LiNbO_3 crystal", *Materials Letters*, 61, 355-358, (2007).
- [41] Kawai-Nakamura, A., Sato, T., Sue, K., Tanaka, S., Saitoh, K., Aida, K. and Hiaki, T., "Rapid and continuous hydrothermal synthesis of metal and metal

- oxide nanoparticles with a microtube-reactor at 523 K and 30 MPa”, *Materials Letters*, 62, 3471-3473, (2008).
- [42] Demiral Kurtuluş, F., “Bazı metal içerikli borat, fosfat ve borfosfat bileşiklerinin hidrotermal ve mikrodalga enerji yöntemleri ile sentezlenmesi ve karakterizasyonu”, Doktora Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü*, Balıkesir, (2003).
- [43] Rao, C. N. R. and Gopalakrishnan, J., (Eds.), *New directions in solid state chemistry*, Cambridge: Cambridge University Press, (1997).
- [44] “X-ray [online]”, (17 Şubat 2014), <http://tr.wikipedia.org/wiki/X-ray>, (2014).
- [45] Gümüş, H., “Ham ve ön-işlem görmüş sepiyolit numunelerinin Cu(II) ve Pb(II) alıkoyma davranışlarının XRD, XRF, FTIR, termik analiz (TG-DTA), atomik absorpsiyon teknikleriyle incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Dumlupınar Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü*, Kütahya, (2010).
- [46] Şişman, İ., “CdS, CdSe ve CdTe bileşik yarıiletken ince filmlerinin aynı çözeltiden elektrokimyasal olarak Au(111) elektrodu üzerinde büyütülmesi ve AFM, STM, XRD ve UV-Vıs spektroskopisi ile karakterizasyonu”, Doktora Tezi, *Atatürk Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü*, Erzurum, (2006).
- [47] Arslan, T., “X-ışınları ve kullanım alanları”, (15 Ocak 2014), <http://w3.gazi.edu.tr/~mkaradag/tezler/tugcearslan.pdf>, (2010)
- [48] Özgür, I., “Nanotüp ve nanotel yapılarının XRD ile karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü*, Ankara, (2008).
- [49] Kang, H., Wang, L., Xue, D., Li, K. and Liu, C., “Synthesis of tetragonal flake-like magnesium titanate nanocrystallites”, *Journal of Alloys and Compounds*, 460, 160–163, (2008).
- [50] Xiao, D., Wang, S., Hou, Y., Wang, E., Li, Y., An, H., Xu, L. and 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*, 692, 107-114, (2004).

- [51] 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 Science*, 1, 163–178, (1999).
- [52] Nakamoto, K., (Ed.), *Infrared and raman spectra of inorganic and coordination compounds*, Canada: A Wiley-Interscience Publication, (1997).