

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



**BAZI ÇİFT METAL İÇEREN FOSFAT VE OKSİT
BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KÜBRA SİLAY

BALIKESİR, HAZİRAN - 2019

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



**BAZI ÇİFT METAL İÇEREN FOSFAT VE OKSİT
BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KÜBRA SİLAY

Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Figen KURTULUŞ (Tez Danışmanı)

Prof. Dr. Halil GÜLER

Dr. Öğr. Üyesi Sema ÇARIKÇI

BALIKESİR, HAZİRAN - 2019

KABUL VE ONAY SAYFASI

Kübra SİLAY tarafından hazırlanan “BAZI ÇİFT METAL İÇEREN FOSFAT VE OKSİT BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 11.06.2019 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
Prof. Dr. Figen KURTULUŞ

Üye
Prof. Dr. Halil GÜLER

Üye
Dr. Öğr. Üyesi Sema ÇARIKÇI


.....

.....

.....

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

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Necati ÖZDEMİR

.....

Bu tez çalışması Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından 2017-061 nolu proje ile desteklenmiştir.

ÖZET

BAZI ÇİFT METAL İÇEREN FOSFAT VE OKSİT BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KÜBRA SİLAY

BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. FİGEN KURTULUŞ)

BALIKESİR, HAZİRAN - 2019

Bu tez çalışmasında, mikrodalga enerji yöntemi, mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile yüksek sıcaklık katı hal sentez yöntemi kullanılarak bazı çift metal içeren fosfat ve oksit bileşikleri, literatürden farklı olarak sentezlenmiştir. Sentezlenen ürünler, öncelikli olarak X-ışınları toz kırınımı (X-ray powder diffraction, XRD) ile karakterize edilmiş olup Fourier Geçişli Kızılötesi Spektroskopisi (Fourier Transform Infrared, FT-IR) ile bu karakterizasyon çalışması desteklenmiştir.

$KPb_4(PO_4)_3$ (ICDD:29-1012) çift metal içeren fosfat bileşiği literatürden farklı olarak ilk defa mikrodalga enerji yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir.

$Na_2VP_2O_8$ (ICDD:89-0067), $Na_2ZnP_2O_7$ (ICDD:87-0499), $NaTi_2(PO_4)_3$ (ICDD:84-2008) ve $Na_{1,261}Ti_{1,896}Al_{0,302}(PO_4)_3$ (ICSD:015-4071) olmak üzere çift metal içeren fosfat bileşikleri ilk defa mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Sentezlenen ürünler, X-ışınları toz kırınımı yöntemi ile karakterize edilmiş olup yapısal oluşumlar, FT-IR spektroskopisi ile desteklenmiştir.

$La_{0,96}MnO_{3,67}$ (ICSD:016-3474), $SrFeO_{2,5939}$ (ICSD:015-4940), $LaCoO_3$ (ICDD:75-0279), $Ca_{0,2}Sr_{0,8}FeO_3$ (ICSD:009-2334), $Ca_{0,9}Sr_{0,1}FeO_3$ (ICSD:009-2331), $La_{0,5}Sr_{0,5}FeO_3$ (ICDD:82-1962), $LaFeO_3$ (ICDD:75-0541), $NiFe_2O_4$ (ICSD:024-6894) ve $SrFeO_{3-x}$ (ICDD:34-0638) formüllerindeki çift metal içeren oksit bileşikleri, mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Sentezlenen ürünlerin karakterizasyon çalışmaları, X-ışınları toz kırınımı ve FT-IR spektroskopisi ile gerçekleştirilmiştir.

Mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi kullanılarak sentezlenen $Na_2VP_2O_8$ (ICDD:89-0067) bileşiği, aynı zamanda yüksek sıcaklık katı hal sentez yöntemi ile de elde edilmiştir.

ANAHTAR KELİMELER: Mikrodalga enerji yöntemi, katı-hal sentez yöntemi, çift metal oksitler, çift metal fosfatlar, X-ışınları toz kırınımı.

ABSTRACT

THE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SOME DOUBLE METAL CONTAINING PHOSPHATE AND OXIDE COMPOUNDS

MSC THESIS

KÜBRA SİLAY

BALIKESİR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

CHEMISTRY

(SUPERVISOR: PROF. DR. FİGEN KURTULUŞ)

BALIKESİR, JUNE 2019

In this thesis, some double metal containing phosphate and oxide compounds have been synthesized by using microwave energy method, microwave assisted high temperature synthesis method and high temperature solid state synthesis method, different from the literature. The products to be synthesized are characterized primarily by X-ray powder diffraction (XRD) and fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR).

$\text{KPb}_4(\text{PO}_4)_3$ (ICDD:29-1012) as a double metal-containing phosphate compound has been synthesized using microwave energy method.

$\text{Na}_2\text{VP}_2\text{O}_8$ (ICDD:89-0067), $\text{Na}_2\text{ZnP}_2\text{O}_7$ (ICDD:87-0499), $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$ (ICDD:84-2008) and $\text{Na}_{1,261}\text{Ti}_{1,896}\text{Pa}_{0,302}(\text{PO}_4)_3$ (ICDD:015-4071) containing phosphate compounds have been synthesized by using microwave assisted high temperature synthesis method. The synthesized compounds have been characterized by X-ray powder diffraction and supported by FT-IR spectroscopy.

The double metal containing oxide compounds $\text{La}_{0,96}\text{MnO}_{3,67}$ (ICSD:016-3474), $\text{SrFeO}_{2,5939}$ (ICSD:015-4940), LaCoO_3 (ICDD:75-0279), $\text{Ca}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{FeO}_3$ (ICSD:009-2334), $\text{Ca}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{FeO}_3$ (ICSD:009-2331), $\text{La}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{FeO}_3$ (ICDD:82-1962), LaFeO_3 (ICDD:75-0541), NiFe_2O_4 (ICSD:024-6894) and SrFeO_{3-x} (ICDD:34-0638) have been synthesized using the microwave assisted high temperature synthesis method. The synthesized compounds have been characterized by X-ray powder diffraction and supported by FT-IR spectroscopy.

$\text{Na}_2\text{VP}_2\text{O}_8$ (ICDD:89-0067) compound which has been synthesized using microwave assisted high temperature synthesis method was also obtained by high temperature solid state synthesis method.

KEYWORDS: Microwave energy method, solid state synthesis method, double metal oxides, double metal phosphates, X-ray powder diffraction.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	v
TABLO LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ.....	x
ÖNSÖZ.....	xi
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Fosfatlar ve Özellikleri	1
1.1.1 Fosfatların Önemi ve Kullanım Alanları	2
1.2 Oksitler ve Özellikleri	5
1.2.1 Perovskitler	9
1.2.2 Metal Oksitler	10
1.3 Katı Hal Sentez Yöntemleri.....	12
1.3.1 Yüksek Sıcaklık Sentez Yöntemi	13
1.3.2 Mikrodalga Enerji Yöntemi	15
1.3.2.1 Mikrodalga Enerjinin Farklı Malzemelerle Olan Etkileşimi	17
1.3.2.2 Mikrodalga Isıtmanın Mekanizması ve Isıtma Prensibi.....	18
1.4 X-Işınları Toz Kırınımı ve Önemi.....	19
1.5 Çalışmanın Amacı	20
2. MATERYAL VE YÖNTEM	22
2.1 Kullanılan Kimyasallar.....	22
2.2 Kullanılan Cihazlar.....	23
2.3 Mikrodalga Enerji Yöntemi.....	23
2.4 Mikrodalga Destekli Yüksek Sıcaklık Sentez Yöntemi	23
2.5 Yüksek Sıcaklık Katı Hal Sentez Yöntemi	24
3. BULGULAR	25
3.1 Mikrodalga Enerji Yöntemi ile Gerçekleştirilen Deneyler	25
3.1.1 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{V}_2\text{O}_5 / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	25
3.1.2 $\text{Cs}_2\text{CO}_3 / \text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	27
3.1.3 $\text{Mg}^{+2} / \text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	28
3.1.4 $\text{KNO}_3 / \text{Pb}^{+2} / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları.....	29
3.1.5 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{Pb} (\text{Pb}^{+2} / \text{Pb}^{+4}) / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları.....	32
3.1.6 $\text{KNO}_3 / \text{ZnO} / \text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları.....	33
3.1.7 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+2} (\text{Cd}, \text{Zn}, \text{Sn}, \text{Ni}, \text{Co}) / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	34
3.1.8 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+3} (\text{Al}, \text{Cr}) / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları.....	37
3.1.9 $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} / \text{M}^{+2} (\text{M}: \text{Ca}, \text{Sr}) / \text{MnO}_2$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları.....	38

3.1.10	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	41
3.1.11	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / Sr(NO ₃) ₂ / Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	42
3.1.12	M ⁺² (M: Ca, La, Co, Ni) / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	44
3.2	Mikrodalga Destekli Yüksek Sıcaklık Sentez Yöntemi ile Gerçekleştirilen Deneyler.....	48
3.2.1	Na ⁺ / V ₂ O ₅ / P ⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları ...	48
3.2.2	Cs ₂ CO ₃ / Co(NO ₃) ₃ .6H ₂ O / P ⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	52
3.2.3	KNO ₃ / Pb ⁺² / P ⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları.	53
3.2.4	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / Pb ⁺² / P ⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	55
3.2.5	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Cd, Zn, Sn, Ni, Co) / P ⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	56
3.2.6	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Al, Cr) / P ⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları.....	70
3.2.7	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / M ⁺² (M: Ca, Sr) / MnO ₂ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları.....	77
3.2.8	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	85
3.2.9	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / Sr(NO ₃) ₂ / Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	89
3.2.10	M ⁺² (M: Ca, La, Co, Ni) / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları	92
3.3	Yüksek Sıcaklık Katı Hal Sentez Yöntemi ile Gerçekleştirilen Deneyler	117
3.3.1	Na ⁺ / V ₂ O ₅ / P ⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları .	117
4.	SONUÇLAR.....	123
5.	KAYNAKLAR.....	126

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Fosfat anyonunun yapısı.....	2
Şekil 1.2: Spinel yapının kristal düzenlenmesi.....	9
Şekil 1.3: ABX ₃ formunun genel bir perovskit kristal yapısı.....	10
Şekil 1.4: Olası metal oksit uygulamaları.....	11
Şekil 1.5: Elektromanyetik spektrum.	15
Şekil 3.1: KS-MD1 deneyine ait XRD desenleri.....	25
Şekil 3.2: KS-MD2 deneyine ait XRD desenleri.....	26
Şekil 3.3: KS-MD3 deneyine ait XRD desenleri.....	27
Şekil 3.4: KS-MD11, KS-MD12, KS-MD13 ve KS-MD14 deneylerine ait XRD desenleri.	30
Şekil 3.5: KS-MD11 ve KS-MD12 deneylerine ait FT-IR spektrumu.....	32
Şekil 3.6: KS-MD18 ve KS-MD19 deneylerine ait XRD desenleri.....	34
Şekil 3.7: KS-MD39, KS-MD40, KS-MD41, KS-MD42, KS-MD43 ve KS-MD44 deneylerine ait XRD desenleri.	40
Şekil 3.8: KS-MD45 ve KS-MD46 deneylerine ait XRD desenleri.....	42
Şekil 3.9: KS-MD47 ve KS-MD48 deneylerine ait XRD desenleri.....	43
Şekil 3.10: KS-MDK1, KS-MDK2, KS-MDK3, KS-MDK4, KS-MDK5, KS-MDK6, KS-MDK7, KS-MDK8 ve KS-MDK9 deneylerine ait.....	50
Şekil 3.11: KS-MDK8 deneyine ait FT-IR spektrumu.....	51
Şekil 3.12: KS-MDK10 deneyine XRD deseni.	52
Şekil 3.13: KS-MDK11, KS-MDK12 ve KS-MDK13 deneylerine ait XRD desenleri.	54
Şekil 3.14: KS-MDK14 deneyine ait XRD desenleri.....	55
Şekil 3.15: KS-MDK15 ve KS-MDK16 deneylerine ait XRD desenleri.	57
Şekil 3.16: KS-MDK16 deneyine ait FT-IR spektrumu.....	59
Şekil 3.17: KS-MDK20, KS-MDK21 ve KS-MDK22 deneylerine ait XRD desenleri.	61
Şekil 3.18: KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait XRD desenleri.	63
Şekil 3.19: KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait FT-IR spektrumu.....	65
Şekil 3.20: KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait XRD desenleri.	67
Şekil 3.21: KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait FT-IR spektrumu.....	69
Şekil 3.22: KS-MDK29 ve KS-MDK30 deneylerine ait XRD desenleri.....	71
Şekil 3.23: KS-MDK29 ve KS-MDK30 deneylerine ait FT-IR spektrumu.....	72
Şekil 3.24: KS-MDK31, KS-MDK32 ve KS-MDK33 deneylerine ait XRD desenleri.	74
Şekil 3.25: KS-MDK31, KS-MDK32 ve KS-MDK33 deneylerine ait FT-IR spektrum.....	76
Şekil 3.26: KS-MDK34, KS-MDK35 ve KS-MDK36 deneylerine ait XRD desenleri.	78
Şekil 3.27: KS-MDK34, KS-MDK35 ve KS-MDK36 deneylerine ait FT-IR spektrumu.....	80

Şekil 3.28: KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait XRD desenleri.	82
Şekil 3.29: KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	84
Şekil 3.30: KS-MDK40 ve KS-MDK41 deneylerine ait XRD desenleri.	87
Şekil 3.31: KS-MDK40 ve KS-MDK41 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	88
Şekil 3.32: KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneylerine ait XRD desenleri.	90
Şekil 3.33: KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	91
Şekil 3.34: KS-MDK44, KS-MDK45, KS-MDK46 ve KS-MDK47 deneylerine ait XRD desenleri.	94
Şekil 3.35: KS-MDK44 ve KS-MDK45 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	95
Şekil 3.36: KS-MDK46 deneyine ait FT-IR spektrumu.	96
Şekil 3.37: KS-MDK47 deneyine ait FT-IR spektrumu.	97
Şekil 3.38: KS-MDK48, KS-MDK49, KS-MDK50, KS-MDK51 ve KS-MDK52 deneylerine ait XRD desenleri.	100
Şekil 3.39: KS-MDK48, KS-MDK50 ve KS-MDK51 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	102
Şekil 3.40: KS-MDK49 deneyine ait FT-IR spektrumu.	103
Şekil 3.41: KS-MDK52 deneyine ait FT-IR spektrumu.	104
Şekil 3.42: KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55, KS-MDK56 ve KS-MDK57 deneylerine ait XRD desenleri.	106
Şekil 3.43: KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55 ve KS-MDK56 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	109
Şekil 3.44: KS-MDK58, KS-MDK59, KS-MDK60, KS-MDK61 ve KS-MDK62 deneylerine ait XRD desenleri.	112
Şekil 3.45: KS-MDK58, KS-MDK59, KS-MDK60 ve KS-MDK61 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	115
Şekil 3.46: KS-MDK62 deneyine ait FT-IR spektrumu.	117
Şekil 3.47: KS-KF4 ve KS-KF7 deneylerine ait XRD desenleri.	120
Şekil 3.48: KS-KF4 ve KS-KF7 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	121

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1: İçerdiği fosfor (P) sayısına göre fosfatlar ve kullanımı.	4
Tablo 1.2: Oksitlerin X ₂ O ve XO tipleri.	8
Tablo 2.1: Gerçekleştirilen reaksiyonlarda kullanılan kimyasallar.	22
Tablo 2.2: Deneysel çalışmalarda kullanılan cihazlar.	23
Tablo 3.1: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / V ₂ O ₅ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	25
Tablo 3.2: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / V ₂ O ₅ / (NH ₄)H ₂ PO ₄ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	26
Tablo 3.3: Na ₃ PO ₄ .12H ₂ O / V ₂ O ₅ / (NH ₄) ₂ HPO ₄ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	26
Tablo 3.4: Cs ₂ CO ₃ / Co(NO ₃) ₃ .6H ₂ O / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	27
Tablo 3.5: Mg ⁺² / Co(NO ₃) ₃ .6H ₂ O / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	28
Tablo 3.6: KNO ₃ / Pb ⁺² / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	29
Tablo 3.7: KS-MD11 ve KS-MD12 deneylerine ait XRD verileri.	31
Tablo 3.8: KS-MD11 ve KS-MD12 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.	32
Tablo 3.9: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / Pb (Pb ⁺² / Pb ⁺⁴) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	32
Tablo 3.10: KNO ₃ / ZnO / Cr(NO ₃) ₃ .9H ₂ O / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	33
Tablo 3.11: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Cd, Zn) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	34
Tablo 3.12: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Sn) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	35
Tablo 3.13: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Ni) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	36
Tablo 3.14: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Co) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	36
Tablo 3.15: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺³ (Al) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	37
Tablo 3.16: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺³ (Cr) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	37
Tablo 3.17: La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / M ⁺² (M: Ca, Sr) / MnO ₂ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	38
Tablo 3.18: La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	41
Tablo 3.19: La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / Sr(NO ₃) ₂ / Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	42
Tablo 3.20: M ⁺² (M: Ca) / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	44
Tablo 3.21: M ⁺² (M: La) / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	45
Tablo 3.22: M ⁺² (M: Co) / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	46
Tablo 3.23: M ⁺² (M: Ni) / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	46
Tablo 3.24: Na ⁺ / V ₂ O ₅ / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	48

Tablo 3.25: KS-MDK8 deneyine ait XRD verileri.	51
Tablo 3.26: KS-MDK8 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.....	52
Tablo 3.27: Cs ₂ CO ₃ / Co(NO ₃) ₃ .6H ₂ O / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler. ..	52
Tablo 3.28: KNO ₃ / Pb ⁺² / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	53
Tablo 3.29: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / Pb ⁺² / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	55
Tablo 3.30: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Cd, Zn) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	56
Tablo 3.31: KS-MDK16 deneyine ait XRD verileri.	58
Tablo 3.32: KS-MDK16 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.....	59
Tablo 3.33: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Sn) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	59
Tablo 3.34: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Ni) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	62
Tablo 3.35: KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait XRD verileri.	64
Tablo 3.36: KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.	65
Tablo 3.37: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Co) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	66
Tablo 3.38: KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait XRD verileri.	68
Tablo 3.39: KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.	69
Tablo 3.40: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Al) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	70
Tablo 3.41: KS-MDK29 ve KS-MDK30 deneylerine ait XRD verileri.	72
Tablo 3.42: KS-MDK29 ve KS-MDK30 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri. ..	73
Tablo 3.43: NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O / TiO ₂ / M ⁺² (Cr) / P ⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	73
Tablo 3.44: MDK31, MDK32 ve MDK33 deneylerine ait XRD verileri.	75
Tablo 3.45: KS-MDK31, KS-MDK32 ve KS-MDK33 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.	76
Tablo 3.46: La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / M ⁺² (M:Ca) / MnO ₂ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	77
Tablo 3.47: KS-MDK34, KS-MDK35 ve KS-MDK36 deneylerine ait XRD verileri.	79
Tablo 3.48: KS-MDK34, KS-MDK35 ve KS-MDK36 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.	80
Tablo 3.49: La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / M ⁺² (M: Sr) / MnO ₂ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	80
Tablo 3.50: KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait XRD verileri.	83
Tablo 3.51: KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.	84
Tablo 3.52: La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O / Sr(NO ₃) ₂ / Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	85
Tablo 3.53: KS-MDK40 ve KS-MDK41 deneylerine ait XRD verileri.	88
Tablo 3.54: La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O / Sr(NO ₃) ₂ / Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	89
Tablo 3.55: KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneylerine ait XRD verileri.	91

Tablo 3.56: KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri. .	92
Tablo 3.57: M^{+2} (M: Ca) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	92
Tablo 3.58: KS-MDK44 ve KS-MDK45 deneylerine ait XRD verileri.	95
Tablo 3.59: KS-MDK44 ve KS-MDK45 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.	95
Tablo 3.61: KS-MDK46 deneyine ait XRD verileri.	96
Tablo 3.61: KS-MDK46 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.....	96
Tablo 3.63: KS-MDK47 deneyine ait XRD verileri.	97
Tablo 3.63: KS-MDK47 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.....	97
Tablo 3.64: M^{+2} (M: La) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	98
Tablo 3.65: KS-MDK48, KS-MDK50 ve KS-MDK51 deneylerine ait XRD verileri.	101
Tablo 3.66: KS-MDK48, KS-MDK50 ve KS-MDK51 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.	102
Tablo 3.67: KS-MDK49 deneyine ait XRD verileri.	102
Tablo 3.68: KS-MDK52 deneyine ait XRD verileri.	103
Tablo 3.69: KS-MDK65 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.....	104
Tablo 3.70: M^{+2} (M: Co) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	104
Tablo 3.71: KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55 ve KS-MDK56 deneylerine ait XRD verileri.....	107
Tablo 3.72: KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55 ve KS-MDK56 deneylerine ait FT-IR spektrumu.	110
Tablo 3.73: M^{+2} (M: Ni) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	110
Tablo 3.74: KS-MDK58, KS-MDK59, KS-MDK60 ve KS-MDK61 deneylerine ait XRD verileri.....	113
Tablo 3.75: KS-MDK58, KS-MDK59, KS-MDK60 ve KS-MDK61 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.	116
Tablo 3.76: KS-MDK62 deneyine ait XRD verileri.	116
Tablo 3.77: KS-MDK62 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.....	117
Tablo 3.78: Na^+ / V_2O_5 / P^{+5} sisteminde gerçekleştirilen deneyler.	117
Tablo 3.79: KS-KF4 ve KS-KF7 deneylerine ait XRD verileri.....	121
Tablo 3.80: KF4 ve KF7 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri	122

SEMBOL LİSTESİ

- XRD** : X-ışını Toz Kırınımı
- FT-IR** : Fourier Geçişli Infrared Spektroskopisi
- ICDD** : International Center for Diffraction Data
- ICSD** : Inorganic Crystal Structure Database
- MD** : Mikrodalga ile Gerçekleştirilen Deney
- MDK** : Mikrodalga Destekli Kül Fırını ile Gerçekleştirilen Deney
- KF** : Kül Fırını ile Gerçekleştirilen Deney

ÖNSÖZ

Tez çalışmam sırasında değerli bilgilerini benimle paylaşan, tecrübeleriyle bana yol gösterici olan, kıymetli zamanını benim için ayırıp her konuda yardımlarını esirgemeyen saygıdeğer danışman hocam; Prof. Dr. Figen KURTULUŞ' a,

Yüksek lisans eğitimim boyunca çok değerli bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan, güler yüzünü ve samimiyetini benden esirgemeyen, mesleki hayatımda da bana verdiği bilgilerden faydalanacağımı düşündüğüm kıymetli hocam; Prof. Dr. Halil GÜLER' e,

Çalışmalarım boyunca bana hep destek olan, herhangi bir sorunum olduğunda çözüm bulmama yardım eden, yol gösteren, iş hayatına atılmamda katkısı büyük olan sevgili Mevlüt ALNIAÇIK' a,

Lisans ve Yüksek lisans eğitimim boyunca ders aldığım ve onlar sayesinde bilgi birikimi kazandığım Kimya Bölümündeki tüm hocalarıma,

Deneysel çalışmalarım da her türlü yol gösteren, yardımını benden esirgemeyen, aynı anabilim dalında yüksek lisans yaptığımız sevgili arkadaşım; Burçin SAVRAN' a,

Yüksek lisans dönemim süresince birlikte birçok anı biriktirdiğim, her zaman yanımda olan, arkadaştan öte dostum en yakınım olan sevgili adaşım; Kübra ÇIKRIKÇI' ya,

Cıvıl cıvıl her anımızı kayda alan, unutulmayan karelere birlikte imza attığımız, desteğini üzerimden eksik etmeyen sevgili arkadaşım; Tuğba TAK' a,

Herşeyden önce beni bugünlere getiren, maddi manevi desteklerini üzerimden eksik etmeyen, bana güvenen ve hayata karşı dimdik durmamda payı büyük olan canım aileme,

Sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Kübra SİLAY

HAZİRAN, 2019

1. GİRİŞ

1.1 Fosfatlar ve Özellikleri

Periyodik tablonun VA grubu elementi olan fosfor, “P” sembolü ile gösterilen, atom numarası 15 ve molekül ağırlığı $30,97376 \text{ g mol}^{-1}$ olan bir ametaldir [1]. Karanlıkta hava ile temas ettiğinde ışımaya yapan fosfor elementi, ilk olarak 1969 yılında Alman Kimyacı Hennig Brandt tarafından ürenin ısıtılarak buharlaştırılması sonucunda keşfedilmiştir [2]. Fosforun altı adet izotopu olduğu bilinmektedir. Bunlardan ^{31}P , doğada bulunan en kararlı izotopudur. Fosfor, üç çiftleşmemiş elektrona sahiptir ve elektronik konfigürasyonu $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^3$ şeklindedir. Fosforun boş 3d orbitallerini de kullanması, oksidasyon basamaklarını -5’ ten +5’ e kadar değiştirmektedir [1].

Elementel fosforun beyaz, kırmızı, siyah ve mor olmak üzere dört çeşit allotropu bulunmaktadır [1].

Fosfor elementinin en yaygın bulunan allotropu, kübik yapıdaki beyaz fosfordur. Bu madde zehirli ve çok reaktif olup termodinamik kararlılığı düşüktür [1]. Havada kolay alev alabilen beyaz fosfor, sudaki çözünürlüğünün düşük olması nedeniyle genellikle su içinde saklanmaktadır [2].

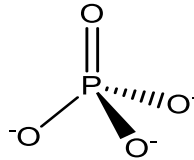
Beyaz fosforun havasız ortamda ısıtılması ile çeşitli polimerik şekillere sahip, amorf bir madde olan kırmızı fosfor oluşmaktadır [2]. Kırmızı fosforun reaktivitesinin düşük olmasından dolayı reaksiyon yeteneği azdır ve zehirsizdir [1,2]. Amorf yapılı kırmızı fosfora uygun ısı işlemleri uygulanarak çeşitli kristal yapılı modifikasyonlara dönüştürülmektedir [1].

Çok yüksek basınçlarda beyaz fosforun ısıtılması ile siyah fosfor elde edilmektedir [2]. Bu maddenin bir amorf şekli ve kübik, ortorombik, rombohedral olmak üzere üç farklı kristal yapısı bulunmaktadır [1]. Siyah fosfor, termodinamik olarak en kararlı olan allotroptur [2]. Yükseltgen maddelerle karşılaştırıldığında sürtünme ile tutuşmasından dolayı kibrit yapımında kullanılan temel bir hammaddedir [3].

Dökme kurşun içerisinde fosforun kristalizasyonu ile monoklinik yapıya sahip olan mor allotropu elde edilmektedir. P₈, P₉ moleküllerinden oluşan mor fosfor modifikasyonu, oldukça kompleks bir yapıya sahiptir [1].

Termodinamik açıdan kararlılıklarının beyaz fosfordan siyah fosfora doğru arttığı görülmektedir [4].

Tabiatta serbest halde bulunmayan fosfor, oksijene karşı olan ilgisinden dolayı genellikle diğer elementler ile bileşikleri halinde bulunmaktadır [4]. Doğal ortamda fosforun inorganik formu olarak bulunan fosfat, PO₄ formül birimine sahip anyonik yapılu tuzdur [5]. Fosfat, bir tetrahedronun merkezine fosfor (P), köşelerine oksijen (O) atomları yerleşmiş bir yapıya sahiptir [1]. P ve O atomları arasındaki üç adet tekli bağ ve bir adet çift bağ nedeniyle fosforun burada +5 oksidasyon durumu vardır (Şekil 1.1) [5].



Şekil 1.1: Fosfat anyonunun yapısı.

Kimyada fosfatlar genellikle fosforik asidin tuzu veya esterleri halinde bulunmaktadır [4]. Fosfatın doğada bulunan en önemli minerali, hegzagonal bipiramit kristal yapısında ve bileşimi Ca₅(PO₄)₃(OH,Cl,F) şeklinde olan apatittir [3].

1.1.1 Fosfatların Önemi ve Kullanım Alanları

Günümüzde, çevre dostu niteliklerin yanı sıra daha uzun ömürlü ve yüksek verimlilik sağlayan, çevre, endüstri, teknoloji ve sağlık gibi alanlarda temel gerekliliği olan fosfatlar, oldukça büyük önem taşımaktadır [6]. Fosfatlar, modern yaşam ve sağlığın vazgeçilmez birçok ürününün önemli bir parçasıdır [7].

Fosfatların özelliklerini tanımlayan başta moleküler yapı olmak üzere birkaç özellik bulunmaktadır ve bunlar fosfatların işlevselliği ile beraber nasıl kullanılacaklarını da belirlemektedir [7].

Fosfat, su ile temas ettiğinde suyun yapısını değiştirerek yumuşatıp köpürme özelliği taşımaktadır. Aynı zamanda kirlilikleri temizleme özelliğine sahip olmasından dolayı genellikle deterjan gibi temizlik ürünlerinin yapısına katılmaktadır. Fosfat ile temizlenen malzemelerde istemesek de kalıntıları bulunabilmekte ve atık sulara karışan bu kalıntılar, akarsu ve göllere ulaşarak sağlık açısından tehlike oluşturabilmektedir. Fosfat elementi, bünyesinde toksinler barındırdığı için canlılara zarar verme potansiyeli yüksek olan kanserojen bir elementtir [8].

Dünya üzerinde birçok kullanım alanına sahip olan ve günden güne önemi daha da artan fosfatın %90' ı gübre, %10' u kimya sanayisinde kullanılmaktadır [4].

Kimya alanında gelişimin dünya eğilimlerinden biri; uygun ve ekolojik açıdan saf enerji taşıyıcılarının ve diğer perspektifli ticari kimyasal ürünlerin mükemmelliğidir. Diğerleri ise rekabetçi, etkili ve ekolojik olarak saf türde ürünlerin üretilmesidir [9].

Metal fosfatlar, iyonik iletkenler, doğrusal olmayan optikler, lityum iyon pillerin elektrot malzemeleri, oksidatif katalizörler, lazerler ve piezoelektrik malzemeler gibi potansiyel uygulamalar için kapsamlı olarak incelenmektedir [10]. Fosfatlar, frekans dönüştürme ve lazer spektrumunda kullanılan önemli doğrusal olmayan optik materyallerdir [11]. +1 ile +4 arasında değişen oksidasyon basamağına sahip katyonlar tarafından oluşturulan fosfatlar, yüksek ısıya, agresif ortamlara, radyasyona karşı yüksek istikrarı ve sifıra yakın termal genişleme, iyonik iletkenlik, katalitik aktivite, yüksek sıcaklığa dayanıklılık nedeniyle ileri teknoloji seramik materyalleri olarak ilgi çekmektedir. Bu tür seramiklerin çok işlevli özelliği, motor parçaları, astar kiremitleri, hassas lehimleme aksesuarları, yarı iletken yüzeyler, katalizör destekleri, radyasyona dayanıklı atık formları ve ayrıca piller için katı elektrolitler de dahil olmak üzere mühendislik malzemelerinin sensörler, yakıt hücreleri, seçici katalizörler ve lüminesans malzemelerin imalatında kullanılmasına izin vermektedir [12].

Beyaz eşyadan tutun da refrakter ürünlere, özel çimentolara, özel bardaklardan seramik sırlara ve emaye ürünlere kadar birçok seramik ürününün işlenmesinde kullanılan fosfatlar, bu ürünlerin birçoğunun üretiminde hem işleme yardımcı maddeleri olarak hem de seramikteki nihai ürün özelliklerini ve son kullanım performansını iyileştiren önemli fonksiyonel özellikler sağlamak amacıyla

kullanılmaktadır. En önemlisi, fosfatlar, birçok seramik sisteminde bağlanma fazı sağlamaktadır [7].

Elementel durumu ve kombine şekliyle fosfatların zirai ve endüstriyel alanlardaki kullanımını birbirinden farklıdır [4]. Tarım ilaçları, süs bombaları, izli mermiler, işaret fişekleri, özel cam yapımı ve yangın söndürücüleri de dahil olmak üzere çeşitli uygulama alanlarına sahiptir [13]. Fosfatlar, fosfor (P) moleküllerinin sayısına bağlı olarak birkaç ana gruba ayrılmaktadır. Bu grupların her biri birçok uygulama için ideal fonksiyonel özelliklere sahiptir (Tablo 1.1) [7].

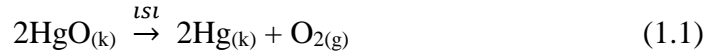
Tablo 1.1: İçerdiği fosfor (P) sayısına göre fosfatlar ve kullanımı [7].

P atomlarının sayısı	İyon	Genel Adı	Kullanım Alanı
1	PO_4^{3-}	ortofosfatlar	tamponlama - deterjanlar
2	$P_2O_7^{4-}$	pirofosfatlar	iyon – su işleme, metal, temizlik
3	$P_3O_{10}^{5-}$	tripolifosfatlar	dağıtıcı – et işleme, bulaşık deterjanı
>3	$P_nO_{(3n+1)}^{(n+2)-}$	polifosfatlar	dağıtıcı – kaolin

Tek bir fosfat bileşiği, ilaç, kişisel bakım ürünleri, endüstriyel temizleyiciler ve yangın söndürücülerde olduğu gibi diğer teknik kullanımlar da dahil olmak üzere oldukça geniş uygulama yelpazesinde kullanılmaktadır. Uygulamaya bağlı olarak malzemenin daha kaliteli formu tercih edilmektedir. Örneğin, teknik sınıf sodyum tripolifosfat (STPP), endüstriyel ve kurumsal deterjanlarda kritik bir bileşen olarak görev yaparken, diş macunu ve ağız gargarasında tartar kontrol maddesi olarak daha yüksek bir gıda sınıfı formu kullanılmaktadır. Fosfor bileşiklerine kalsiyum eklendiğinde, diş macununda bir parlatma maddesi olarak kullanılan dikalsiyum fosfat ve tüpteki kıvamlandırma maddesi olan trikalsiyum fosfat gibi tüpün içerisinden serbestçe akmasını sağlayan ürünler elde edilmektedir. Aynı şekilde gıda kalitesinde trikalsiyum fosfat formu (TCP), diyet takviyelerinde kalsiyum ve fosforun temel unsurlarını sağlamak için kullanılırken, farmasötik dereceli bir form reçeteli ve reçetesiz ilaçlarda etkin madde olarak kullanılmaktadır [7].

1.2 Oksitler ve Özellikleri

6A grubunun ilk elementi olan ve normal şartlarda gaz halinde bulunan tek element oksijen, yer kabuğunda kütlece % 46, atmosferde % 21 oranında bulunmaktadır. Saf oksijen elementi, 1772 yılında C.W. Scheele tarafından keşfedilmiştir. 1774 yılında J.Priestly' nin bir cam balonda HgO' i ısıtarak oksijen gazını elde etmesi klasik kimya tarihinde bir dönüm noktası olmuştur [14]. Gerçekleşen reaksiyona ait denklem aşağıdaki gibidir;

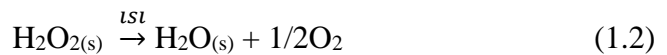


H₂O, CO, CO₂, CaO, SO₂ gibi bir veya daha fazla oksijen atomu içeren tek cins element ile birleştirilmiş kimyasal bileşiklere “oksit” denilmektedir [15]. Bir bileşikte birden çok element oksijen ile bileşik oluşturuyorsa o bileşik oksit değildir [16]. Oksitler, oksijenin metal ve metal olmayan maddelerle reaksiyona girmesiyle oluşur, ancak soy gazlar (He-Ne-Ar-Kr-Xe-Rn) ve halojenler (F-Cl-Br-I) oksitleri oluşturmazlar [16,17].

Metal oksitler, -2 oksidasyon basamağına sahiptir ve genellikle bir oksijen anyonundan oluşmaktadır [17]. OF₂ bileşiği, oksijen içermesine rağmen +2 değerlikli olmasından dolayı oksit olarak kabul edilemez. KMnO₄ bileşiği de oksit değildir. Çünkü oksijen iki farklı türde element ile bileşik yapmıştır [16].

Oksitler, oksijenin oksidasyon basamağına göre 3 grupta incelenebilir [18]:

1. Oksitler (O²⁻) : Oksijenin (-2) oksidasyon basamağında bulunduğu ikili bileşikleridir [18].
2. Peroksitler (O₂²⁻) : Oksijenin (-1) oksidasyon basamağında bulunduğu ikili bileşikleridir. Peroksitler H atomu, 1A ve 2A grubu elementleri ile oluşturulmaktadır [16]. En bilindik peroksit türü olan H₂O₂, kovalent peroksittir ve bunun dışındakiler iyoniktir. Peroksitler ısıtıldıklarında normal oksitlerine ve O₂ gazına ayrışırlar.



Aynı zamanda peroksitler, oksidasyon, polimerizasyon ve oksijen üretme gibi çeşitli reaksiyonlarda kullanılmaktadır. Kararsız oldukları ve kolayca oksijen verdikleri zaman peroksitler antiseptiktir; bu yüzden

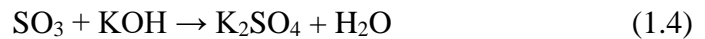
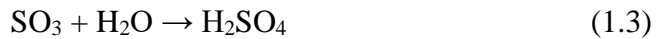
hidrojen peroksit ile çinko peroksit dermatolojide, magnezyum peroksit ise mide antiseptiği olarak kullanılmaktadır [18].

3. Süperoksitler (O_2^-) : Oksijenin (-1/2) oksidasyon basamağında bulunduğu ikili bileşikleridir. Potasyum, Rubidyum ve Sezyum elementlerinin havada yanmasıyla süperoksitler oluşur. Süperoksitler iyonik bileşikler olduğundan oksijen O_2^- halindedir [18].

Oksitler doğada geniş ve bol miktarda yer almaktadır. Su, hidrojen oksididir. Karbondioksit, solunum sırasında hayvanlar ve bitkiler tarafından verilir. Benzin ile içten yanmalı motorların atık gazları arasında karbon monoksit, kükürt dioksit ve azot oksitleri bulunmaktadır. Diazot monoksit (N_2O), genellikle gülme gazı olarak adlandırılan azot oksididir. Metallerin birçoğu oksitleri oluşturmaktadır. Demir, alüminyum, kalay ve çinko gibi bazı metal oksitler önemli cevherler arasındadır. Kurşun (II) oksit ve kırmızı kurşun, boya pigmentleri olarak kullanılan kurşun oksitleridir. Arsenik, karbon, mangan, azot, fosfor ve kükürt gibi birkaç element oksijen ile birleşerek birden fazla oksit oluşturmaktadır [19].

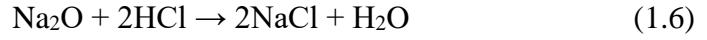
Asit-baz özelliklerine göre oksitler asidik, bazik, amfoterik ve nötr olarak aşağıdaki şekilde sınıflandırılmaktadır [15].

- Asidik oksitler (Ametal oksitler): Ametallerin oksijen ile tepkimeye girerek kovalent bağlarla oluşturduğu oksit bileşikleridir. Bu bileşikler asit anhidritleri olarak da adlandırılmaktadır. Asit anhidritlerin dev moleküller oluşturan B_2O_3 ve SiO_2 gibi bileşikler haricinde genellikle erime ve kaynama noktası düşüktür [17]. Asidik oksitlerin suyla tepkimelerinden asitler (tep.3), bazlarla tepkimelerinden tuz ve su oluşmaktadır (tep.4) [16].



- Bazik oksitler (Metal oksitler): Metaller oksijen ile reaksiyona girip bazik oksijen bileşikleri verirler. Bu bileşikler genellikle doğada iyonik olarak bulunmaktadırlar. Grup 1, 2 ve lantanitler dioksijen ile reaksiyona girdiklerinde bazik oksijen bileşiklerini oluşturmaktadırlar. Bu bileşiklerin oluşumu sırasında büyük miktarda enerji açığa

çıkılmaktadır [17]. Bazik oksitlerin suyla tepkimelerinden baz (tep.5), asitlerle tepkimelerinden tuz ve su oluşmaktadır (tep.6) [16].



- Amfoterik oksitler: Hem asidik hem de bazik özellik sergileyen oksijen bileşikleridir. Bu oksitler asit ile reaksiyona girdiklerinde, su ve tuz oluşturmak üzere nötrleştirme reaksiyonuna girerler (tep7). Bu durum, bileşiklerin temel özelliklerini sergilemektedir [17]. Amfoter oksitlerin baz ve asitlerle tepkimelerinden tuz ve su oluşur (tep.7 ve 8). Suyla tepkime vermezler [16].



- Nötr oksitler: Bazı bileşikler, oksijen ile tepkimeye girerek asidik veya bazik özellikler sergilemeyen oksitler oluştururlar. Bu tür bileşikler, nötr oksijen bileşikleri olarak adlandırılmaktadır. CO, NO, N₂O örnek olarak verilebilir [17]. Nötr oksitler su, baz ve asitlerle tepkime vermezler. Oksijen ile yanarak asidik oksitlerine dönüşürler [15].

Oksit mineralleri oldukça farklı bir sınıftır. Genellikle siyah renkli olmasının yanında renkli bileşikleri de ihtiva edebilirler [16]. Oksitler göreceli olarak sert, yoğun ve refrakter minerallerdir. Bu mineraller, sedimanter kayaçlarda kırıntılar halinde, magmatik ve metamorfik kayaçlarda ise eser olarak bulunmaktadır [20]. Oksit mineralleri, oksijenin bir veya birden fazla metal ile bağlandığı doğal bileşikleridir [16]. Oksitlerin X₂O, XO, X₂O₃ ve XY₂O₄ gibi tipleri vardır (Tablo1.2) [19].

Tablo 1.2: Oksitlerin X₂O ve XO tipleri [19].

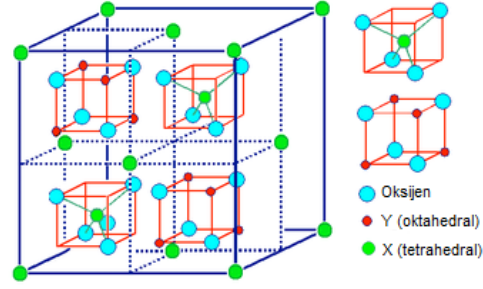
X ₂ O ve XO tipleri	X ₂ O ₃ tipi (hematit grubu)	XY ₂ O ₄ tipi (spinel grubu)	XO ₂ tipi (rutil grubu)
Kuprit Cu ₂ O	Korund Al ₂ O ₃	Spinel MgAl ₂ O ₄	Rutil TiO ₂
Zinkit ZnO	Hematit Fe ₂ O ₃	Gahnit ZnAl ₂ O ₄	Pirolusit MnO ₂
	İlmenit FeTiO ₃	Magnetit Fe ₃ O ₄	Kassiterit SnO ₂
		Franklinit (Fe,Mn,Zn) (Fe,Mn) ₂ O ₄	Uraninit UO ₂
		Kromit FeCr ₂ O ₄	
		Krizoberil BeAl ₂ O ₄	

X₂O ve XO tipinde bulunan oksit yapılarındaki bağlar, sülfür yapılarındaki kovalent ve metalik bağlara göre kuvvetli iyonik türdedir [20].

Hematit yapısı içinde oksijen iyonları, hegzagonal şekilde paketlenme göstermektedir. Oksijen iyonları arasında yer alan katyonlar ise oktahedral koordinasyon şeklinde oksijene bağlanmaktadır [21].

XO₂ grubundaki oksitler, rutil ve florit yapısı olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Rutil yapısındaki katyonlar oksijenle altılı koordinasyon yapmaktadır. Florit yapısında ise her oksijen bir tetrahedralin köşelerinde yer alan sekiz adet oksijen ile çevrilidir [20].

Spinel yapının genel formülü, XY₂O₄ şeklindedir. Burada X, +2 yüklü ve Y, +3 yüklü bir metal iyonudur. Spineller, kristalografik olarak özel bir yapıyı temsil etmekte olup kübik kristal yapısındadırlar. Spinel yapıda bulunan oksijen anyonları, yüzey merkezli kübik yapı (YMK) simetrisinde istiflenmektedir [22]. Bileşikte yer alan katyonlardan biri yapıdaki oktahedral boşluklara yerleşirken diğeri tetrahedral boşluklara yerleşmektedir (Şekil 1.2). Örneğin, magnezyum alüminat (MgAl₂O₄) bileşiğinde, yapıdaki oksijen anyonları (O²⁻) YMK simetrisinde istiflenirken, magnezyum katyonları (Mg²⁺) tetrahedral boşluklara, alüminyum katyonları ise (Al³⁺) oktahedral boşluklara yerleşmektedir. Spinel yapıya sahip diğer seramiklere örnek olarak Mg₂SiO₄ ve ZnAl₂O₄ bileşikleri de verilebilir [23].

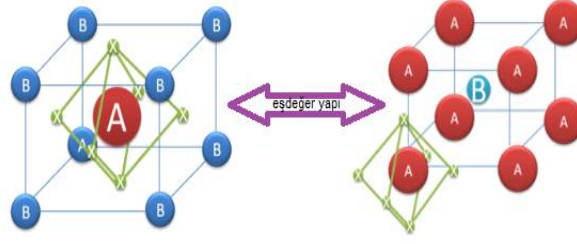


Şekil 1.2: Spinel yapının kristal düzenlenmesi [24].

Spinel yapı, normal spinel ve ters spinel olmak üzere ikiye ayrılmaktadır [20]. Normal spinel yapısında, çok dolu bir dizi anyon bulunur. X konumundaki katyonlar tetrahedral boşlukların 1/8' ini ve Y konumundaki katyonlar ise oktahedral boşlukların 1/2' ini doldurur. Ters spineller, X-alanı iyonlarının ve Y-alanı iyonlarının yarısının yer değiştirdiği aynı büyük birim hücreye sahiptir. Ters spineller, parantez içindeki XY iyonlarının oktahedral alanı işgal ettiği ve diğer Y iyonlarının tetrahedral alanlarda bulunduğu $Y(XY)O_4$ olarak formüle edilir [24].

1.2.1 Perovskitler

Perovskitler, kalsiyum titanatla ($CaTiO_3$) aynı kristal yapıda ve “ ABO_3 ” genel formülüne sahip olan üçlü oksitlerdir [24,25]. Geleneksel olarak perovskitler, yüksek sıcaklıkta (>1300 K) katı hal sentezi ile elde edilir [25]. Perovskit yapısı basit kübik simetriye sahiptir [24]. Bir birim hücrede, 12 koordinasyon sayısına sahip kalsiyum iyonu, kafesin merkezinde bulunur ve titanyum iyonları altı oksijen atomuyla koordine edilmiş köşelerde bulunur. Perovskit kafesindeki A ve B iyonları sadece kalsiyum ve titanyum ile sınırlı değildir, potasyum ve talyum gibi birçok farklı element olabilir; ancak kristal kafese sığacak belirli bir boyuta ihtiyaç duyarlar. Perovskit yapısı çok yönlüdür ve sağlamdır. Kristal yapı sistemi, kübik, tetrahedral veya ortorombik olabilir. Ortorombik ve tetrahedral geometriler, birim hücre boyutları eşit olmadığı için küp geometrisinden farklıdır (Şekil 1.3) [26].



Şekil 1.3: ABX_3 formunun genel bir perovskit kristal yapısı [27].

İlk perovskit türü malzeme, 1839 yılında Gustav Rose tarafından Rusya' nın Ural dağlarında bulunan örneklerde keşfedilmiştir. Daha sonra bu malzeme ismini, yapıyı ilk karakterize eden bir Rus mineralog olan L.A. Perovski' den almıştır. $CaTiO_3$ tipi ortorombik bir kristal yapısı olan perovskit, ilk kez 1945 yılında Helen Dick McGaw tarafından yayınlanmıştır. 1940' lardan beri perovskit materyalleri, geleceğe uzanan umut verici bir araştırma konusu olmuştur [26].

Perovskitler, özellikle katı hal reaksiyonları için geniş bir uygulama yelpazesine sahiptir. Kendilerini birçok teknolojik uygulama için ideal bir materyal haline getiren eşsiz kimyasal ve fiziksel özelliklere sahiptir [26]. Yapıda hangi atomların/moleküllerinde kullanıldığına bağlı olarak perovskitler; süper iletkenlik, yarı iletken, iletkenlik, ferromayetik, piezoelektrik, termoelektrik, dev manyetizma direnci ve katalitik özellikler gibi ilginç nitelikler taşıyabilmektedir [25,27]. Perovskitler, seramiklerde, refrakterlerde, elektronik sanayiinde veya nükleer atıkların depolanmasında uygulama alanı bulabilmektedirler. Ayrıca sensörler, bellek aygıtları (RAM), yükseltgeçler, yakıt hücreleri, süper iletkenler ve elektroptik aygıtlarda kullanılmaktadır [26]. Perovskitleri birbirinden ayıran ve bunları teknolojik uygulamalar için ideal kılan benzersiz özellikler, fizikçiler, kimyacılar ve malzeme bilimcileri için heyecan verici bir uygulama alanı oluşturmaktadır [26,27].

1.2.2 Metal Oksitler

Metal ve oksijen ile oksit iyonu (O^{2-}) oluşturan metalik bileşikler, metal oksitler olarak adlandırılır. Metal oksitler doğada baziktir ve genellikle oda sıcaklığında katı halde bulunurlar. Metal oksitler, suda çözünmezler ve asitlerle tuz oluştururlar [28].

Metal oksitler; kimya, fizik ve malzeme biliminin birçok alanında çok önemli bir rol oynamaktadır. Metal iyonlarının koordinasyon eğiliminin bir sonucu olarak metal oksitler oluşur; böylece oksit iyonları, metal iyonlarının etrafında koordinasyon küresi oluşturarak sıkı istiflenmeye neden olur. Metal oksitlerin farklı fiziksel, manyetik, optik ve kimyasal özellikleri, kimyagerler için büyük önem taşımaktadır ve kolay biçimlenebilen şekilleri, çok işlevli davranışları nedeniyle bilim insanlarının dikkatini çekmektedir [29].

Metal oksitlerin nano yapıları, önemli farklı malzeme özelliklerini sergilediğinden oldukça ilgi görmektedir. Parçacık boyutu etkileri malzemelerin; manyetik ferro-akışkanlar, elektronik ve katalizör gibi geniş bir uygulama yelpazesine uyarlanmasını sağlamaktadır. Tanımlanmış özellikleri elde etmek için ultra ince ve nano boyutlu metal oksitlerin hazırlanması için yeni sentetik yollar sürekli araştırılmaktadır. Bunun önemli sebeplerinden bazıları, hızlı ve enerjiyi verimli kullanan teknikler için sürekli ihtiyaç ve bilinen süreçlerde rakip reaksiyonlardan kaçınmanın gerekliliğidir [30].

Metal oksitler, gerekli enerji miktarı ile uyarıldığında yük taşıyıcıları üretebilme yetenekleri nedeniyle çevresel iyileştirme ve elektronikte teknolojik açıdan önemli bir yere sahiptir [31]. Metal oksit nano malzemeleri, nano boyutu ve yarıiletken doğasından dolayı çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır (Şekil 1.4) [32].



Şekil 1.4: Olası metal oksit uygulamaları [31].

Dünyanın kabuğu çoğunlukla katı oksitlerden meydana gelmektedir. Oksit kaplamalar, saf elementler üzerinde de oluşabilir. Örneğin alüminyumdan yapılmış folyo ince bir Al_2O_3 cildi ile kaplanır ve bu cilt folyonun korozyona karşı korunmasını sağlar [17].

Son yıllardaki arařtırmalar metal oksitlerin ayrıca toksik organik bileřikleri ve fotovoltatik maddeleri ayrıřtırmak, camın sislenmesini hatta suyun hidrojen ve oksijene ayrılmasında bir fotokataliz olarak kullanılabileceđini göstermiřtir. Bu nedenle çevresel iyileřtirme, depolama, hidrojen üretimi ve elektronik endüstrileri alanlarında büyük teknolojik öneme sahiptirler [31].

1.3 Katı Hal Sentez Yöntemleri

Mevcut enerji üretim yöntemlerine temiz alternatiflerin geliştirilmesi, küresel çevrenin korunması ve sürdürülebilir ekonomik büyümenin sağlanması açısından son derece önemlidir [33]. Son yirmi yıl içinde sentezlenmesi mümkün olmayan bileřiklerin elde edilmesinde yeni bir sentez metodu olan katı-hal sentez yöntemi önemli bir rol oynamıřtır [34]. Basit ve uygun maliyetli teknoloji, yüksek üretkenlik, seçicilik, çözücüye ve düşük kontaminasyona ihtiyaç duyulmaması gibi nadir avantajlarından dolayı nanomalzemeleri sentezlemek için geliştirilen katı hal sentez yöntemi, toz numunelerin hazırlanmasında tercih edilen tekniklerden biridir [35].

1912 yılından itibaren, özellikle A. Hedvall, G. Tammann ve W. Jander tarafından katı maddelerin toz karıřımları arasındaki reaksiyonları incelenmeye başlanmıřtır. Böylece bütün metallerin ve anorganik tuzların, uygun sıcaklıklarda ve erime noktalarının çok altında, katı faz reaksiyonuna girebilme yeteneđine sahip oldukları anlařılmıřtır [36]. Alkali ve toprak alkali metal gruplarının oksit, sülfid, nitrit, fosfit, arsenid, tellürid, antimonid, karpit, silisid, borid, alüminid formlarını içeren bileřiklerinin oluřması katı hal sentezi ile sağlanmıřtır. Bunların yanında nanokristaller, nanotüpler ve yüksek yüzey alanına sahip materyaller de üretilebilmiřtir [34].

Genellikle endotermik bir reaksiyon olan katı-hal yöntemi, başlangıç kimyasalları ve elde edilen ürünler arasındaki serbest enerjinin farklı olmasından meydana gelmektedir. Katı-hal sentez yönteminin başlıca önemli basamakları [34];

- ✓ Reaksiyon için uygun başlangıç maddelerinin seçimi,
- ✓ Seçilen başlangıç maddelerinin uygun oranlarda tartılması,
- ✓ Başlangıç maddelerinin agat havanda toz haline gelecek biçimde homojen bir karıřım elde edilmesi,

- ✓ Reaksiyon için uygun krozenin seçilmesi,
- ✓ İstenilen sıcaklık aralıklarında ısıtma işleminin gerçekleştirilmesi,
- ✓ Isıtma işlemi sonrasında elde edilen ürünün soğutularak agat havanda homojenizasyon işleminin yapılması ve X-ışını toz difraksiyonu için desikatörde saklanması şeklinde sıralanabilir.

Katı hal reaksiyonlarının sentez çalışmalarında sağlamış olduğu avantajlardan dolayı endüstriyel uygulamalarda kullanım alanı gün geçtikçe yaygın hale gelmektedir. Bu durumun başlıca önemli nedenleri arasında çözücü kullanılmaması gelmektedir. Katı hal reaksiyonlarında çözücü kullanılmaması ürün maliyetlerinin düşürülmesine katkı sağlar ve bunun sonucunda daha ucuz ürünlerin alınabilmesini mümkün kılar. Normal reaksiyonlarda oluşan ürün bünyesinde kalan çözücünün reaksiyon sonuçlandığında üründen uzaklaştırılması gerekmektedir. Katı hal reaksiyonları ile sentezlenen ürünlerde ise saflaştırma işlemleri doğrudan uygulanabilmektedir [37].

Katı hal reaksiyonlarının kolay uygulanabilmesi, başlangıç maddelerinin kolay bulunabilmesi ve yüksek oranlarda bileşik hazırlamaya olanaklı olması sağlamış olduğu avantajlar arasında sayılabilmektedir. Bunların yanında saflaştırma, ayırma, kalsinasyon gibi ön işlemlere ihtiyaç duyulmaksızın sentez işlemleri gerçekleştirilerek istenilen ürün elde edilebilmektedir [37].

Katı hal sentezinin sağladığı avantajların yanında dezavantajları da bulunmaktadır. Uzun süreli olması dezavantajlarının başında gelmektedir ve bu durumdan dolayı bazı reaksiyonlarda tercih edilmemektedir. Bunun yanında bazı reaksiyon sonuçlarında elde edilen ürünün yanında istenmeyen ikinci bir faz oluşumundan dolayı kimyasal homojenliğin yetersiz olması katı hal reaksiyonlarının kullanımını sınırlamaktadır [37].

1.3.1 Yüksek Sıcaklık Sentez Yöntemi

Bir katı hal sentezi olan yüksek sıcaklık yöntemi, hızla gelişen teknolojilerden biridir ve çeşitli malzemeleri sentezlemek için yaygın olarak kullanılmaktadır [38]. Yöntemin prensibi, ekzotermik reaksiyonun kendiliğinden başlaması ve üretilen ısının dalgalar halinde reaktanların üzerinde ilerlemesi şeklindedir [39]. Söz konusu yöntem,

oldukça yüksek ısı gerektiren endotermik bir reaksiyondur [37]. Sentez işleminin gerçekleşebilmesi için reaksiyonun yüksek aktivasyon enerjisine sahip olmalıdır [39]. Ayrıca sentezde kullanılan krozelerin bileşikler ile reaksiyon vermemeleri için inert ve yüksek sıcaklıklara dayanıklı olması gerekmektedir [40].

Yüksek sıcaklık yöntemiyle sentezlenecek olan reaksiyon karışımları, metal-metal, metal-ametal, ametal-ametal veya bunların bileşikleri şeklindedir. Bu bileşiklerin reaksiyon sırasında birbirleri ile etkileşimleri sonucunda yüksek ısı açığa çıkarabilmeleri en önemli özelliklerindedir [41]. Uygulanan yüksek sıcaklık ile reaksiyona giren toz parçacıklarının birbirlerine temas etmelerinin artması sonucunda, atomlar ve iyonlar arasında kristal kafes sistemi içerisindeki yüksek dayanımlı atomsal bağlanmaya eş değer bir fiziksel bağ meydana gelmektedir. Böylelikle tüm toz metallere ve seramik parçalara mukavemet kazandırılmaktadır [42]. Genellikle yüksek sıcaklık yöntemiyle elde edilen ürünler [41,39];

- ❖ Karbür, borür, nitrür, silisit ve oksitli refrakter bileşikler,
- ❖ İleri teknolojik yapıya sahip olan yüksek ısıya dayanıklı seramikler,
- ❖ Elektrik endüstrisinde kullanım alanı bulan malzemeler,
- ❖ Modern süper iletken malzemeler,
- ❖ Korozyona dayanıklı ve aşınmaya direnç gösteren kaplamalar,
- ❖ Kimya endüstrisi için gerekli olan katalizörler,
- ❖ Tıp alanında kullanılan şekil hafızalı alaşımlar olarak sıralanabilmektedir.

Yüksek sıcaklık yöntemini diğer geleneksel üretim yöntemlerinden ayrıcalıklı kılan bazı özellikler bulunmaktadır [39]. Bunlardan bazıları [41,43];

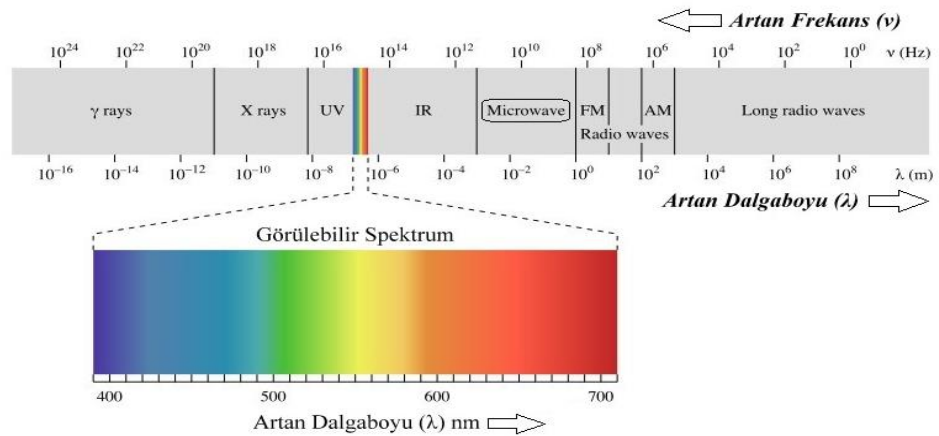
- Yüksek ürün saflığı,
- Sentez sürecinin sadeliği,
- Eş zamanlı ürün oluşumu ve yoğunlaşması,
- Yüksek reaksiyon hızı,
- Kolay uygulanabilir olması ve ince taneli yapıda ürünlerin elde edilmesidir.

Yöntem, sağlamış olduğu avantajlar da göz önüne alındığında günümüzde 700’ den fazla ileri malzeme türünü hazırlamak için geleneksel yöntemlere karşı dikkat çekici bir alternatif olarak kabul edilmiştir [43].

1.3.2 Mikrodalga Enerji Yöntemi

Modern teknolojiler, nefes kesici yenilikler elde etmek için sürekli olarak ayrıcalıklı özelliklere sahip malzemeleri gerektirmektedir [44]. Bilimsel ve teknolojik gelişim ile birlikte ileri malzeme kullanımının yaygınlaştırılmasına, bu malzemelerin işlenmesindeki zorlukların üstesinden gelebilen verimli, zaman kazandıran, çevre dostu üretim süreçlerine büyük ihtiyaç duyulmaktadır [45]. Son zamanlarda ortaya çıkan bu gereksinimler doğrultusunda mikrodalga enerji yöntemi, geleneksel ısıtma yöntemine göre sentez çalışmalarında büyük önem kazanmıştır ve bu yöntemin geliştirilmesine çok dikkat edilmiştir [46].

Mikrodalga radyasyon, 0.01-1m dalga boyuna karşılık gelen 0.3-300GHz frekans aralığına sahip, elektromanyetik spektrumda infrared ve radyo dalgaları arasında yer alan elektromanyetik dalgadır (Şekil 1.5) [46]. Federal Radyo İletişim Komisyonu (FCC) tarafından endüstriyel, bilimsel ve tıbbi (ISM) amaçlar için kullanılan mikrodalga reaktörlerin frekans aralığı, 0.915 ve 2.45 GHz olarak belirlenmiştir [47]. Bunun sebebi ise telekomünikasyon, kablosuz ağlar ve cep telefonu frekanslarının girişiminden kaçınmaktır [48].



Şekil 1.5: Elektromanyetik spektrum [56].

Mikrodalga, ilk kez 1946 yılında Dr. Precy Le Baron Spencer tarafından bir ısıtma yöntemi olarak keşfedilmiştir [46]. Bu keşif, Dr. Spencer' ın magnetron denilen bir vakum tüpü için yaptığı iletken laboratuvar testleri sırasında kazayla cebinde bulunan şekerlemenin mikrodalga radyasyona maruz kalarak ısınmasını fark etmesiyle olmuştur. 1947 yılında ilk ticari mikrodalga fırın geliştirilmiştir. Mikrodalga teknolojisinin kimyada kullanımı 1970' lerin sonundan bu yanadır. Kimyasal sentezlerde mikrodalgaların ilk denemesi 1986 yılında Robert Gedye, George Majetich ve Raymond Giuere tarafından yapılmıştır. Geleneksel ısıtma yöntemleri yerine mikrodalga ısıtma yöntemi kullanılarak reaksiyonların daha hızlı gerçekleşmesi sağlanmıştır [49].

Geleneksel ısıtma yöntemleri ile karşılaştırıldığında mikrodalga enerji yöntemi, homojen ısıtma, iyi bir reaksiyon ivmesi, daha kısa tepkime süresi, azaltılmış enerji tüketimi, yüksek ürün verimi, düşük maliyet gibi sentez çalışmalarında çeşitli avantajlara sahiptir [50]. Aynı zamanda malzemelerin mikrodalga enerji yöntemiyle sentezi, ısıtma mekanizması bakımından da geleneksel sentezden farklıdır. Mikrodalga fırında, mikrodalgalar malzemenin iç kısımlarına girerek elektromanyetik enerjiyi ısı enerjisine dönüştürür ve ısı tüm hacimde üretilir, meydana gelen hacimsel ısıtma işlem süresini en aza indirir, güç tüketimini düşürür ve difüzyon oranını geliştirir [51]. Dahası mikrodalga enerjisi, materyali moleküler seviyede ısıtır ve bu da muntazam ısınmaya neden olmaktadır [44]. Buna karşın geleneksel ısıtma, harici ısı kaynaklarından gelen ısı akışı vasıtasıyla gerçekleşerek numune yüzeyden iç bölgelere doğru ısınır ve bu da dikey termal gradyanlara neden olmaktadır [52,47].

Mikrodalga teknolojisi, 50 yılı aşkın süredir çeşitli uygulamalar için kullanılmaktadır [53]. Mikrodalga enerji yöntemi ile gıda işleme, aktif karbon rejenerasyonu, metallerin ve seramiklerin sinterlenmesi, plazma işleme, çözelti işleme, polimer işleme, fonksiyonel malzemelerin hazırlanması, kirlilik kontrolü, piroliz reaksiyonları gibi pek çok çeşitli teknolojik ve bilimsel alanlarda uygulanmaktadır [54]. Malzemelerin mikrodalga enerji yöntemi ile sentezlenmesi çoğunlukla 2000 yılına kadar seramik, yarı iletkenler, inorganik ve polimerik malzemeler ile sınırlı olduğu düşünülmüştür. Araştırmacılar arasında, tüm metallerin mikrodalgayı yansıttığı veya plazma oluşumuna neden olduğu ve mikrodalga radyasyonun sınırlı nüfuz etmesinden dolayı yüzey ısınması haricinde ısıtılamayacağı konusunda yanlış bir kanı olduğu bildirilmiştir. Şimdilerde ise mikrodalga sinterlemenin pek çok

seramik gibi toz metallere etkin ve etkili bir şekilde uygulanabileceği bulunmuştur [53].

1.3.2.1 Mikrodalga Enerjinin Farklı Malzemelerle Olan Etkileşimi

Mikrodalga ısıtma, bir malzemenin hacimsel olarak elektromanyetik enerjiyi emdiği ve dielektrik yapısına bağlı şekilde onu ısı enerjisine dönüştürdüğü bir işlemdir. Mikrodalgaların elektromanyetik alanları, mikrodalga malzeme etkileşimi sırasında malzemelerin içindeki atomik seviyedeki ısı üretiminde birinci derecede önemli bir role sahiptir [55]. Malzemeler mikrodalgalarla olan etkileşim şekillerine göre aşağıdaki şekilde gruplandırılmaktadır.

- i. Mikrodalgayı geçiren maddeler; mikrodalga fırında herhangi bir emilim, kayıp veya ısı oluşumu olmaksızın malzeme içinden nüfuz edilebilirler ve aynı zamanda iyi yalıtıkandırılar [46]. Mikrodalga sistemlerde inert bir malzeme olduğu için reaksiyon kabı olarak kullanılan teflon, geçirgen bir malzemedir. Teflon dışında kuvarz, cam, seramik, polistiren, kağıt ve plastik malzemeler mikrodalgaya karşı geçirgendir [49].
- ii. Mikrodalgayı yansıtan maddeler; mikrodalgalar tarafından etkili bir şekilde ısıtılamazlar [46]. İyi iletken olan pirinç gibi dökme metal ve alaşımlar örnek olarak verilebilir [49].
- iii. Mikrodalgayı soğuran maddeler; mikrodalga için önemli, malzeme sınıfını oluşturmaktadır [46]. Bu maddeler, su gibi polar özellikte olup enerjiyi mikrodalga alanından alarak çok hızlı bir şekilde ısınırlar. Kimyasal sentezde kullanılan maddeler mikrodalga enerjisini soğurduğunda, soğurmayı yapan moleküllerin sadece kinetik enerjileri artmaktadır ve böylece aktivasyon engelini aşmak için gerekli olan enerji sağlanmış olmaktadır [49]. Bu sayede reaksiyon başarılı bir şekilde gerçekleşmektedir.
- iv. Mikrodalgayı karışık soğuran maddeler, farklı dielektrik özellikte iki veya daha fazla faz içermektedir [56]. Fazların birinin yüksek kayıplı bir materyal olduğu, diğerinin ise düşük kayıplı bir materyal olduğu kompozit veya çok fazlı materyallerde görülmektedir [57]. Bu

malzemelerde mikrodalga enerjisi geçirimli fazdan geçerken soğurucu fazı seçimli olarak ısıtılmaktadır [56].

1.3.2.2 Mikrodalga Isıtmanın Mekanizması ve Isıtma Prensibi

Mikrodalga ısıtmanın mekanizması dört ana bölümden oluşmaktadır. Bunlar [50];

- a) Jeneratör veya magnetron, sabit frekansta mikrodalgalar üretmek için kullanılan kısımdır [46]. Magnetron, bir anot ve katot içeren güçlü manyetik alana sahip silindirdir. En çok kullanılan bir elektron kaynağı olarak işlev görmektedir [46,50].
- b) Mikrodalga boşluğu, belirli bir frekansta elektrik osilatörü olarak işlev görmektedirler. Elektronlar, aralarındaki potansiyel farkla hızlandırılmıştır ve katottan anoda doğru hareket ederler.
- c) Dalga kılavuzu, jeneratörden aplikatöre dalgaların taşınmasından sorumlu olan kanala giden dalgaların iletiildiği ortamdır.
- d) Aplikatör, enerjinin magnetrondan numuneye gelene kadar aktarımını sağlamak için tasarlanmış bir sistemdir. Hedef malzemenin ısıtılmasını sağlamaktadır. Belirli boyutları yoktur; taşınan dalgaların frekansına bağlıdır.

Mikrodalga ısıtması; mikrodalgalar, polar moleküller ya da iyonlarla temas halindeyken hızlı bir şekilde ısıtmasına neden olan iki ana mekanizmaya bağlı olarak meydana gelmektedir [48]. Bunlar; dipol dönme ve iyonik iletimdir. Mikrodalganın elektrik alanına maruz kalan su gibi dipol momentli moleküllerin dönme hareketi sonucu uygulanan alanla aynı hizaya gelmesi sırasında ortaya çıkan sürtünme kuvvetine bağlı olarak moleküllerin enerji kazanıp ısınması olayı dipol dönme mekanizmasıdır [58]. Malzemelerin içindeki su varlığı ısıtmayı kolaylaştırmaktadır. Çünkü su akışı, tüm hacimdeki sıcaklığı yaklaşık aynı oranda yükseltmektedir. Nem, malzeme ve iyon içeriğinin dielektrik özelliklerini belirlediğinden her ikisi de malzemedeki dalgaların nüfuz derinliğini kontrol etmektedir [50].

1.4 X-Işınları Toz Kırınımı ve Önemi

X-ışınları, yüksek enerjiye sahip elektronların yavaşlatılması veya atomların iç yörüngelerindeki elektron geçişleri ile meydana gelen, dalga boyları 0,1-100 Å arasında değişen elektromanyetik dalgalardır. İlk kez Wilhelm Conrad Röntgen tarafından 1895 yılında keşfedilmiştir ve bu keşif kristallografi biliminin gelişmesinde önemli bir rol oynamıştır [59].

Kristal yapı, malzemelerin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin tanımlanmasında kullanılan önemli unsurlardan biridir. Bu nedenle kristal yapının çözülmesi fizik, kimya, malzeme bilimi ve diğer alanlarda temel bir görev haline gelmiştir. X-ışını kırınımı (XRD), nötron kırınımı ve raman spektroskopisi gibi çeşitli yöntemler, kristal yapı tayini için kullanılmaktadır [60]. Bu yöntemler arasında XRD, maddenin atomik düzeyde moleküler yapısını ve malzeme özelliklerini belirlemek için kullanılan en güçlü ve en güvenilir yöntem olarak kabul edilmiştir [60, 61].

En güvenilir yapı belirleme yöntemi olarak kabul edilen XRD, bilinmeyen materyallerin kristal yapılarının belirlenmesinin yanı sıra çok fazlı numunelerin tanımlanması için de sıklıkla kullanılmaktadır [61].

X-ışını kırınımı, monokromatik X-ışınlarının ve kristalli bir numunenin yapıcı girişimlerine dayanmaktadır. Bu X-ışınları bir katot ışın tüpü tarafından üretilir, tek renkli radyasyon üretmek için süzülür, konsantre edilir ve numuneye doğru yönlendirilir [62]. Meydana gelen kırınım desenleri ayrıca örnek materyallerin saf mı yoksa safsızlıklar mı içerdiğini açıklar [63].

Toz kırınım modelleri her zaman üst üste binen tepeleri gösterir, çünkü üç boyutlu bilgi bir boyuta sıkıştırılır. Bu, tepe konumlarını ve yoğunluklarını belirsizleştirebilir, yapı belirlemesini engelleyebilir hatta önleyebilir. Bu nedenle toz XRD verisinden kristal yapısını belirlemek zordur [60].

Toz XRD verisinden kristal yapıları belirlemede önemli gelişmeler olmuştur. XRD verilerinden kristal yapı tayini genellikle üç aşamadan oluşmaktadır [60]:

- (1) Birim hücre belirleme ve uzay grubu ataması,
- (2) Yapı çözümü,
- (3) Yapı arıtımı.

Önceden tanımlanmış bir birim hücre içinde birçok deneme yapısı oluştururlar ve daha sonra her bir deneme yapısı için kırınım modelini simüle ederler. Simüle edilen desenler daha sonra her bir deneme yapısının uygunluğunu değerlendirmek için deneysel ölçümlerle karşılaştırılır. En doğru uygunluğa sahip deneme yapısı aday yapı olarak kabul edilir. Bununla birlikte önceden tanımlanmış birim hücre parametrelerini ve uzay grubunu gerektirmektedirler. Bu nedenle, deneysel toz verilerinden önceden tanımlanmış yapısal bilgiye ihtiyaç duymadan kristal yapılarının saptanması için çok yönlü bir küresel araştırma yönteminin geliştirilmesi arzu edilmektedir [60].

X-ışını toz kırınımı; akışkanlar, metallere, mineraller, polimerler, katalizörler, plastikler, farmasötikler, ince film kaplamalar, seramikler, güneş pilleri ve yarı iletkenler dahil çok çeşitli malzemeleri analiz etmek için kullanılan ileri teknoloji ürünü, tahribatsız bir tekniktir. Bu teknik, mikroelektronik, enerji üretimi ve havacılık olmak üzere çeşitli sektörlerde sayısız pratik uygulama alanı bulmaktadır. XRD analizi, belirli bir kristaldeki kusurların varlığını, strese karşı direncini, dokusunu, büyüklüğünü, kristallik derecesini ve numunenin temel yapısıyla ilgili hemen hemen her türlü değişkeni kolayca tespit edebilmektedir [62].

1.5 Çalışmanın Amacı

Çift metal içeren fosfat ve oksit bileşikler, yüksek teknolojinin oluşumunda önemli bir avantaj sağlamaktadır. Isıya karşı dirençlerinin yüksek olması, ışığın dalga boyu iletiminde iyi bir özellik taşıması, esneklerinin yok denecek kadar az olmasından dolayı mukavemetlerinin iyi olması sağladığı avantajlar arasında sayılmaktadır. Çift metal içeren fosfat ve oksit bileşiklerinin endüstriyel ve teknolojik uygulamalar başta olmak üzere tıp alanında da önemi oldukça büyüktür. Cep telefonları, bilgisayarlar, projeksiyonlar, tomografi cihazları, uçak-motor gövdeleri, mekikler, uydular gibi endüstriyel ve teknolojik ürünlerde kullanılan bu bileşikler; protez, lens, kalp pili, işitme cihazı, diş teli, ameliyat iplikleri gibi tıp alanındaki önemli malzemelerin oluşumunda da büyük rol oynamaktadır.

Modern toplumda kullanım alanı geniş yer tutan ve bilim, teknoloji, sanayide geliştirilebilir yeni malzeme ihtiyacının karşılanabilmesi için yeni bazı çift metal içeren fosfat ve oksit bileşiklerinin literatürden farklı olarak mikrodalga enerji

yöntemi, mikrodalga destekli yüksek sıcaklık yöntemi ve yüksek sıcaklık katı hal yöntemi ile sentezlenmesi amaçlanmış olup sentezlenen ürünlerin karakterizasyon çalışmaları için X-ışınları toz kırınımı (XRD) ve Fourier Geçişli Kızılötesi spektroskopisi (FT-IR) kullanılmıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Kullanılan Kimyasallar

Gerçekleştirilen reaksiyonlarda başlangıç maddeleri olarak Tablo 2.1' de yer alan analitik saflıktaki kimyasallar kullanılmıştır.

Tablo 2.1: Gerçekleştirilen reaksiyonlarda kullanılan kimyasallar.

Metal Oksitler	Fosfat bileşikleri	Metal Nitratlar	Kalay Bileşiği	Sezyum Bileşiği
KNO ₃	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	Sr(NO ₃) ₂	SnCl ₂ .2H ₂ O	Cs ₂ (CO ₃)
PbO ₂	Na ₃ PO ₄ .12H ₂ O	Mg(NO ₃) ₂		
TiO ₂	(NH ₄)H ₂ PO ₄	Pb(NO ₃) ₂		
CdO	(NH ₄) ₂ HPO ₄	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O		
MgO		Cr(NO ₃) ₃ .9H ₂ O		
ZnO		Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O		
V ₂ O ₅		Al(NO ₃) ₃ .9H ₂ O		
MnO ₂		Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O		
		La(NO ₃) ₂ .6H ₂ O		
		Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O		
		Zn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O		

Kullanılan kimyasallar; Carlo Erba, Sigma Aldrich, Fluka ve Merck firmalarından temin edilmiştir.

2.2 Kullanılan Cihazlar

Tablo 2.2: Deneysel çalışmalarda kullanılan cihazlar.

Kullanılan Cihaz	Model	Özellik
Mikrodalga Fırın	Arçelik MD 574	1200 W maksimum güç, 2.45 GHz frekans
Kül Fırını	Barnstead/Thermolyne 47900	220-240 V, 50/60 Hz, 1000 Watts
X-Işınları Difraktometresi (XRD)	PANalytic X'Pert PRO	CuK _α =1.5406 Å, 26 mA, 36 Kv radyasyon
Fourier Transform İnfrared Spektrometresi	Perkin Elmer Spectrum 65	4000-400 cm ⁻¹ ışın bölgesi
Hassas Terazı	Sartorius M-power	Max 210 g d=0.1 mg

2.3 Mikrodalga Enerji Yöntemi

Başlangıç kimyasalları, reaksiyon denklemlerine göre uygun stokiyometrik oranlarda toplam 1 gram olacak şekilde tartılıp agat havanda homojenize edilmiştir. Homojenize edilen kimyasal karışım porselen krozeeye alınarak 600 W ve 800 W güç değerlerinde; 10, 20 ve 30 dakika süre ile mikrodalga ışına maruz bırakılmıştır. Mikrodalgadan çıkan numune yeniden agat havanda homojenize edilerek, XRD desenlerinin ve FT-IR spektrumlarının alınması için desikatörde saklanmıştır.

Mikrodalga enerji yöntemi kullanılarak gerçekleştirilen tüm deneylerde aynı işlemler sırasıyla uygulanmıştır.

2.4 Mikrodalga Destekli Yüksek Sıcaklık Sentez Yöntemi

Başlangıç kimyasalları, reaksiyon denklemlerine göre uygun stokiyometrik oranlarda toplam 1 gram olacak şekilde tartılıp agat havanda homojenize edilmiştir. Homojenize edilen kimyasal karışım porselen krozeeye alınarak 600 W ve 800 W güç değerlerinde; 10, 20 ve 30 dakika süre ile mikrodalga ışına maruz bırakılmıştır.

Mikrodalgadan çıkan numune agat havanda homojenize edilip porselen kayıkçıklara alınarak; 300 °C ile 1100 °C arasında değişen farklı sıcaklık değerlerinde; 30 dakikadan başlayıp 4 saate kadar değişen belirli sürelerle reaksiyonun tamamlanması için kül fırınına yerleştirilmiştir. Kül fırınında gerçekleştirilen ısıtma işleminin ardından soğuyan numuneler yeniden agat havanda homojenize edilerek, XRD desenlerinin ve FT-IR spektrumlarının alınması için desikatörde saklanmıştır.

Mikrodalga destekli yüksek sıcaklık yöntemi ile gerçekleştirilen tüm deneylerde aynı işlemler sırasıyla uygulanmıştır.

2.5 Yüksek Sıcaklık Katı Hal Sentez Yöntemi

Başlangıç kimyasalları, reaksiyon denklemlerine göre uygun stokiometrik oranlarda toplam 1 gram olacak şekilde tartılıp agat havanda homojenize edilmiştir. Homojenize edilen kimyasal karışım porselen kayıkçıklara alınarak 400, 600, 800 ve 1000, 1200 °C olmak üzere farklı sıcaklık değerlerinde 1, 2, 4 ve 7 saat şeklinde belirli süre ile reaksiyon oluşumu için kül fırınına yerleştirilmiştir. Kül fırınında gerçekleştirilen ısıtma işleminin ardından soğuyan numuneler yeniden agat havanda homojenize edilerek, XRD desenlerinin ve FT-IR spektrumlarının alınması için desikatörde saklanmıştır.

Yüksek sıcaklık yöntemi kullanılarak gerçekleştirilen tüm deneylerde aynı işlemler sırasıyla uygulanmıştır.

3. BULGULAR

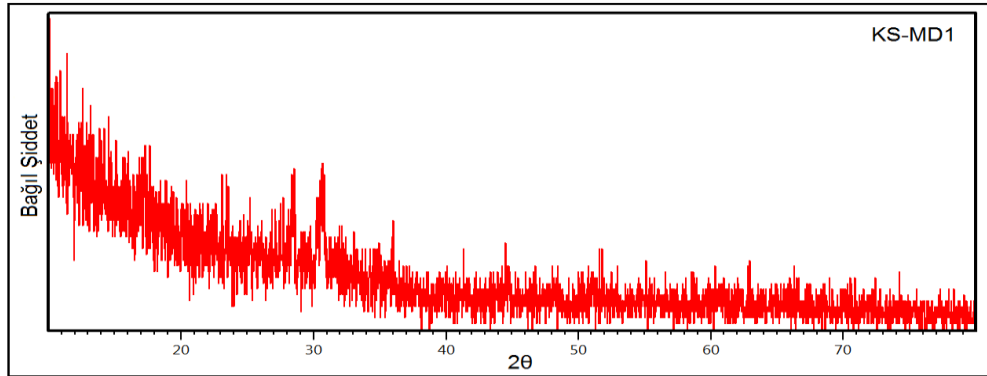
3.1 Mikrodalga Enerji Yöntemi ile Gerçekleştirilen Deneyler

3.1.1 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{V}_2\text{O}_5 / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.1: $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{V}_2\text{O}_5$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD1	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5$	3:1	800 W / 20 dakika Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$

KS-MD1 deneyi, Tablo 3.1’ de belirtilen şartlar altında gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.1’ de verilen XRD deseni incelendiğinde mikrodalga ışımının yetersiz kalmasından dolayı belirli kristal yapıya sahip ürün elde edilememiştir.

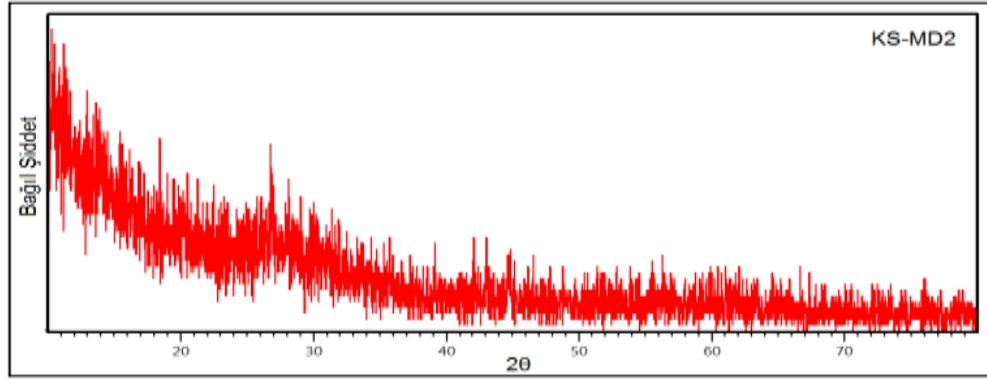


Şekil 3.1: KS-MD1 deneyine ait XRD desenleri.

Tablo 3.2: $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{V}_2\text{O}_5 / (\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD2	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:1:2	800 W / 20 dakika Maddenin turuncu olan rengi hardal rengine dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.2’ de verilen şartlar altında gerçekleştirilen KS-MD2 deneyi sonucunda elde edilen ürünün Şekil 3.2’ de verilen XRD deseni amorf yapıya benzer özellik gösterdiğinden karakterizasyonu yapılamamıştır.

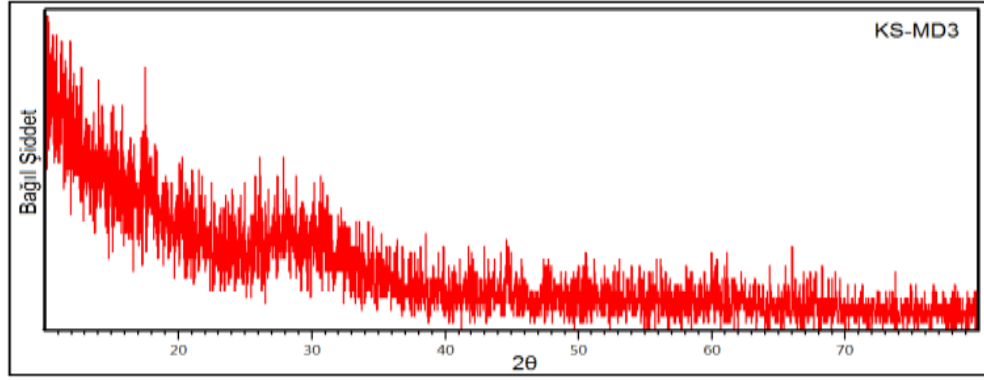


Şekil 3.2: KS-MD2 deneyine ait XRD desenleri.

Tablo 3.3: $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} / \text{V}_2\text{O}_5 / (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD3	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	800 W / 20 dakika Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.3’ de verilen KS-MD3 deneyi belirtilen şartlar altında gerçekleştirilmiştir. Hedeflenen ürünün Şekil 3.3’ de verilen XRD deseni incelendiğinde amorf yapıya benzer özellik gösterdiği görülmüş ve karakterizasyonu yapılamamıştır.



Şekil 3.3: KS-MD3 deneyine ait XRD desenleri.

3.1.2 Cs_2CO_3 / $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / P^{+5} Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.4: Cs_2CO_3 / $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / P^{+5} sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD4	Cs_2CO_3 + $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,5:1:1	800 W / 20 dakika Maddenin mor olan rengi değişmemiştir.	CsCoPO_4
KS-MD5	Cs_2CO_3 + $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	0,5:1:1	800 W / 20 dakika Maddenin mor olan rengi laciverte dönüşmüştür.	CsCoPO_4
KS-MD6	Cs_2CO_3 + $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$	0,5:1:1	800 W / 20 dakika Maddenin mor olan rengi değişmemiştir.	CsCoPO_4

Tablo 3.4' de Cs_2CO_3 / $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / P^{+5} sisteminde gerçekleştirilen deneyler incelendiğinde başlangıç kimyasallarının mol oranı sabit tutulup, farklı P^{+5} kaynakları kullanılmıştır. KS-MD4, KS-MD5 ve KS-MD6 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen CsCoPO_4 bileşiğinin sentezlenemediği, başlangıç kimyasallarının ortamda kaldığı görülmüştür.

3.1.3 $Mg^{+2} / Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O / P^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.5: $Mg^{+2} / Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O / P^{+5}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD7	$MgO + Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O + NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$	0,95:0,05:1	800 W / 20 dakika Maddenin lila olan rengi değişmemiştir.	$Mg_{0,95}Co_{0,05}PO_4$
KS-MD8	$Mg(NO_3)_2 + Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O + NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$	0,95:0,05:1	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi lilaya dönüşmüştür.	$Mg_{0,95}Co_{0,05}PO_4$
KS-MD9	$Mg(NO_3)_2 + Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O + (NH_4)H_2PO_4$	0,95:0,05:1	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi lilaya dönüşmüştür.	$Mg_{0,95}Co_{0,05}PO_4$
KS-MD10	$Mg(NO_3)_2 + Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	0,95:0,05:1	800 W / 20 dakika Maddenin lila olan rengi kahverengiye dönüşmüştür.	$Mg_{0,95}Co_{0,05}PO_4$

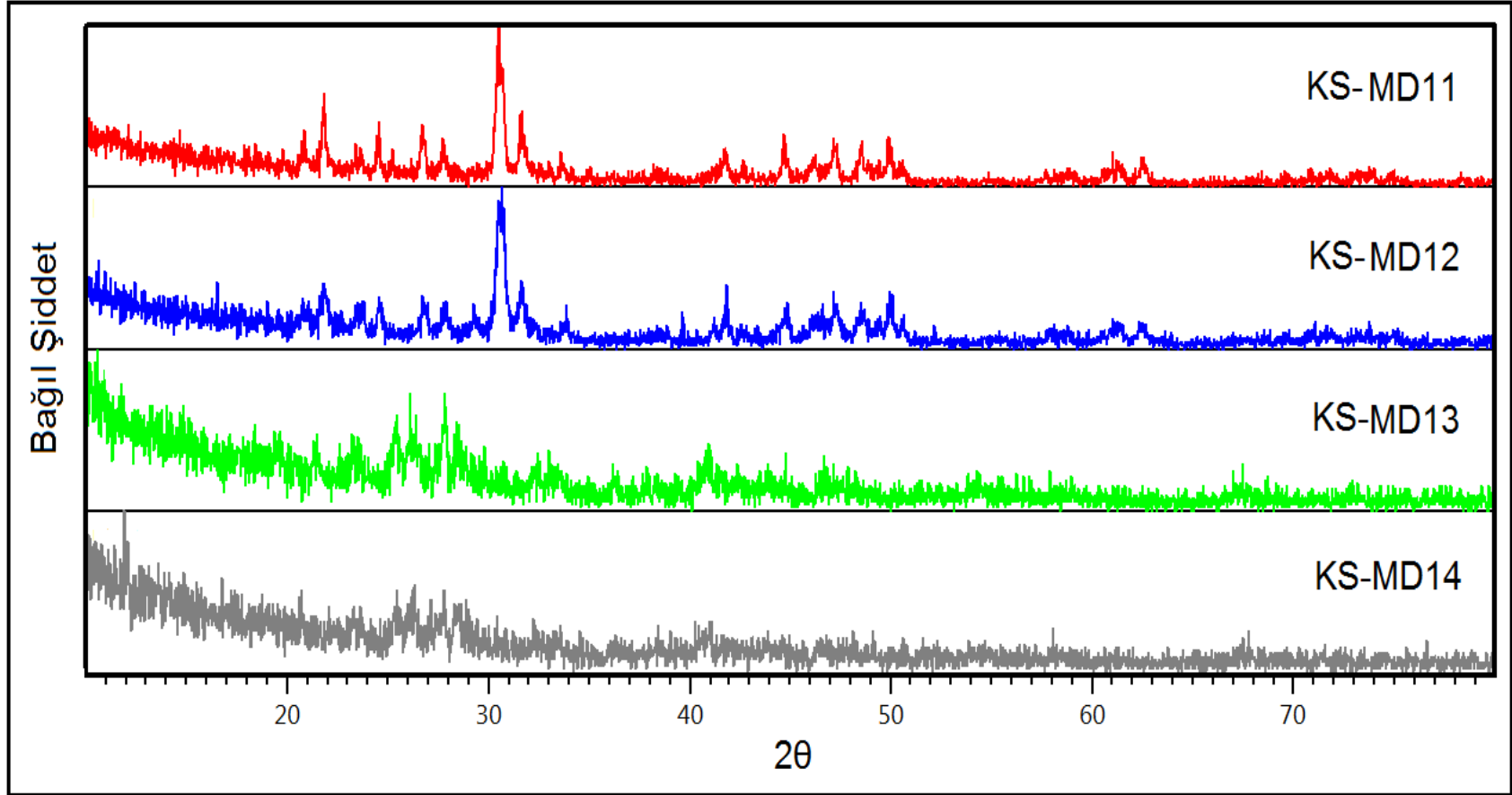
$Mg^{+2} / Co(NO_3)_3 \cdot 6H_2O / P^{+5}$ sisteminde sabit mol oranlarında gerçekleştirilen deneylerin reaksiyon şartları Tablo 3.5’ de verilmiştir. Sentezlenen bu bileşiklere ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen bileşiklerin sentezlenemediği görülmüştür.

3.1.4 $\text{KNO}_3/\text{Pb}^{+2}/\text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.6: $\text{KNO}_3/\text{Pb}^{+2}/\text{P}^{+5}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD11	$\text{KNO}_3 + \text{PbO}_2 + \text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	2:1:2	800 W / 10 dakika Maddenin siyah olan rengi beyaza dönüşmüştür.	$\text{K}_2\text{Pb}(\text{P}_2\text{O}_7)$
KS-MD12	$\text{KNO}_3 + \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + \text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	2:1:2	800 W / 10 dakika Maddenin krem olan rengi beyaza dönüşmüştür.	$\text{K}_2\text{Pb}(\text{P}_2\text{O}_7)$
KS-MD13	$\text{KNO}_3 + \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + (\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$	2:1:2	800 W / 10 dakika Maddenin krem olan rengi beyaza dönüşmüştür.	$\text{K}_2\text{Pb}(\text{P}_2\text{O}_7)$
KS-MD14	$\text{KNO}_3 + \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	2:1:2	800 W / 10 dakika Maddenin krem olan rengi beyaza dönüşmüştür.	$\text{K}_2\text{Pb}(\text{P}_2\text{O}_7)$

$\text{KNO}_3 / \text{Pb}^{+2} / \text{P}^{+5}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler, Tablo 3.6' da verilmiştir. Şekil 3.4' de bu deneylere ait XRD desenleri yer almaktadır. KS-MD11 ve KS-MD12 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde hexagonal yapıda, hücre parametreleri $a=b=9,824 \text{ \AA}$, $c=7,304 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{P63/m}(176)$ olan $\text{KPb}_4(\text{PO}_4)_3$ (ICCD:29-1012) bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. KS-MD13 ve KS-MD14 deneylerinde ise amorf yapıya benzer ürün oluşumu gözlemlenmiştir.



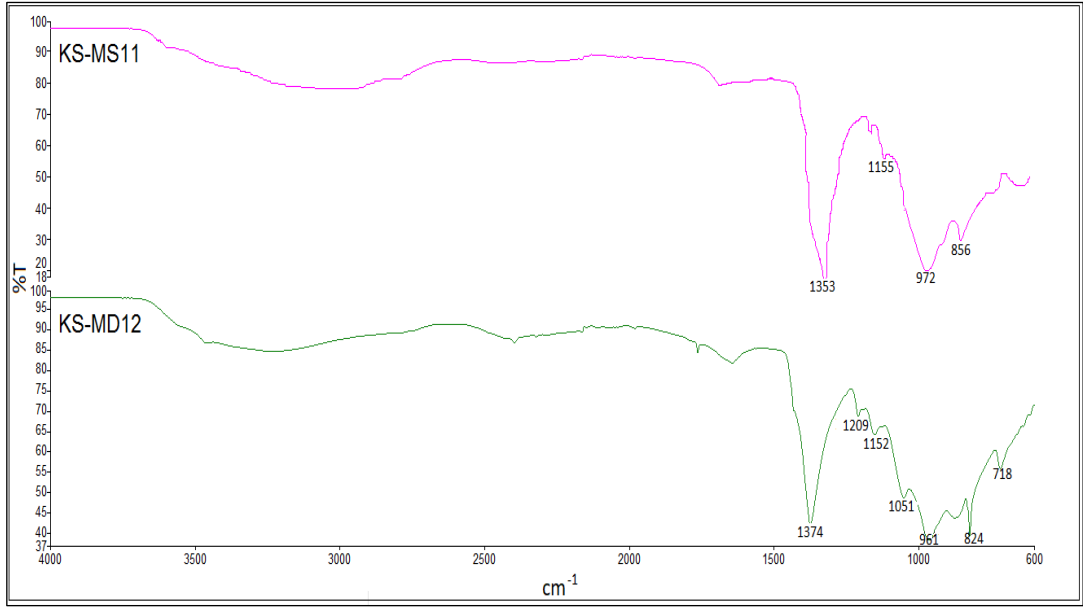
Şekil 3.4: KS-MD11, KS-MD12, KS-MD13 ve KS-MD14 deneylerine ait XRD desenleri.

KS-MD11 ve KS-MD12 deneyleri sonucunda meydana gelen $\text{KPb}_4(\text{PO}_4)_3$ (ICCD:29-1012) bileşiğine ait deneysel XRD verileri, literatür değerleri ile Tablo 3.7’ de verilmiştir.

Tablo 3.7: KS-MD11 ve KS-MD12 deneylerine ait XRD verileri.

KS-MD11				KS-MD12			
Deneysel ürüne ait XRD verileri		$\text{KPb}_4(\text{PO}_4)_3$ (ICCD:29-1012)		Deneysel ürüne XRD verileri		$\text{KPb}_4(\text{PO}_4)_3$ (ICCD:29-1012)	
I/I ₀	Deneysel d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -hkl	I/I ₀	Deneysel d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -hkl
26,62	4,2589	4,243	30-[200]	10,76	4,2517	4,243	30-[200]
41,26	4,0671	4,066	50-[111]	28,47	4,0622	4,066	50-[111]
31,87	3,6236	3,645	25-[002]	22,77	3,3314	3,353	30-[102]
21,73	3,3261	3,353	30-[102]	17,73	3,2085	3,212	30-[210]
21,71	3,2193	3,212	30-[210]	100,0	2,9323	2,932	100-[112]
100,0	2,9314	2,932	100-[112]	92,93	2,9091	-	-
50,63	2,9054	-	-	39,91	2,8258	2,833	40-[300]
46,57	2,8283	2,833	40-[300]	31,72	2,1570	2,180	20-[113]
17,96	2,1609	2,180	20-[113]	22,34	2,0214	2,037	20-[222]
22,80	2,0267	2,037	20-[222]	28,60	1,9253	1,940	30-[213]
12,74	1,9656	1,981	18-[312]	25,04	1,8265	1,824	10-[004]

Deneylere ait FT-IR spektrumu, literatür değerleri ile karşılaştırıldığında elde edilen bileşiğe ait fonksiyonel grubun varlığını ve XRD sonuçlarını desteklediği görülmektedir. KS-MD11 ve KS-MD12 deneylerine ait FT-IR spektrumu Şekil 3.5’ de verilmiştir. FT-IR spektrum verileri [65] ise Tablo 3.8’ de yer almaktadır.



Şekil 3.5: KS-MD11 ve KS-MD12 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.8: KS-MD11 ve KS-MD12 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
$\nu_1[\text{PO}_4]^{3-}$	961, 972
$\nu_3[\text{PO}_4]^{3-}$	1051
$\nu(\text{P}=\text{O})$	1353, 1374
$\nu(\text{P}-\text{O})$	1353, 1155, 1374, 1209, 1152, 1051, 961, 972

3.1.5 NaH₂PO₄.2H₂O / Pb (Pb⁺² / Pb⁺⁴) / P⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.9: NaH₂PO₄.2H₂O / Pb (Pb⁺² / Pb⁺⁴) / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD15	Pb(NO ₃) ₂ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:2	800 W / 10 dakika Maddenin beyaz olan rengi griye dönüşmüştür.	Na ₂ Pb(P ₂ O ₇)
KS-MD16	PbO ₂ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:2	800 W / 10 dakika Maddenin gri olan rengi siyaha dönüşmüştür.	Na ₂ Pb(P ₂ O ₇)

Tablo 3.9: (Devam).

KS-MD17	PbO + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:2	800 W / 10 dakika Maddenin krem olan rengi değişmemiştir.	Na ₂ Pb(P ₂ O ₇)
---------	--	-----	---	--

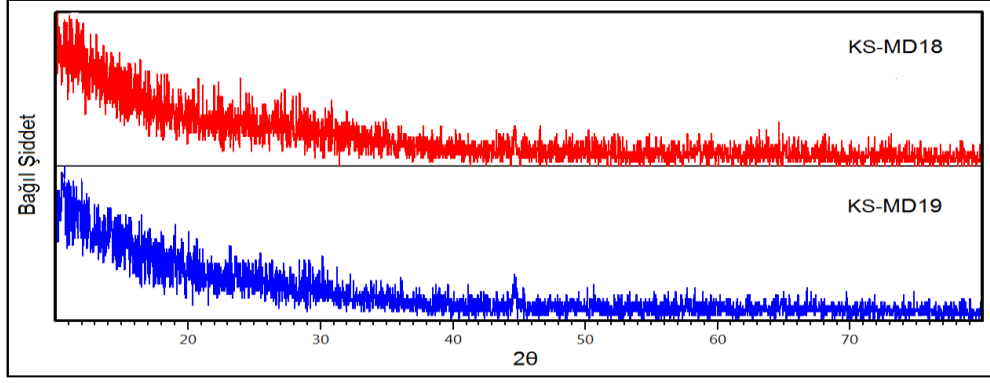
Tablo 3.9’ da verilen deneylerde Na₂Pb(P₂O₇) bileşiğinin sentezlenmesi hedeflenmiştir. KS-MD15, KS-MD16 ve KS-MD17 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen bileşiğin sentezlenemediği, başlangıç maddelerinin ortamda kaldığı görülmüştür.

3.1.6 KNO₃ / ZnO / Cr(NO₃)₃.9H₂O / P⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.10: KNO₃ / ZnO / Cr(NO₃)₃.9H₂O / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD18	KNO ₃ + ZnO Cr(NO ₃) ₃ .9H ₂ O + (NH ₄) ₂ HPO ₄	1:1:2:3	800 W / 20 dakika Maddenin koyu yeşil olan rengi kahverengiye dönüşmüştür.	NaZnCr ₂ (PO ₄) ₃
KS-MD19	KNO ₃ + ZnO Cr(NO ₃) ₃ .9H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1:1:2:3	800 W / 20 dakika Maddenin koyu yeşil olan rengi kahverengiye dönüşmüştür.	NaZnCr ₂ (PO ₄) ₃

Tablo 3.10’ da verilen KS-MD18 ve KS-MD19 kodlu deneyler, iki farklı P⁺⁵ kaynağı kullanılarak aynı reaksiyon şartlarında gerçekleştirilmiştir. Bu deneylere ait Şekil 3.6’ da verilen XRD desenleri incelendiğinde amorf benzer özellikte gösteren ürünlerin oluştuğu görülmektedir.



Şekil 3.6: KS-MD18 ve KS-MD19 deneylerine ait XRD desenleri.

3.1.7 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+2}$ (Cd, Zn, Sn, Ni, Co) / P^{+5} Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.11: $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+2}$ (Cd, Zn) / P^{+5} sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD20	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + CdO	3:1:1	800 W / 20 dakika Maddenin açık kahve olan rengi kirli beyaz olmuştur.	$\text{Na}_3\text{TiCd}(\text{PO}_4)_3$
KS-MD21	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	3:1:1	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	$\text{Na}_3\text{TiZn}(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.11’ de verilen KS-MD20 ve KS-MD21 deneylerinde elde edilen ürünlerin nemli olması ve camsılaşma meydana gelmesinden dolayı XRD analizleri yapılamamıştır.

Tablo 3.12: NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Sn) / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD22	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + SnCl ₂ .2H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1:0,99: 0,01:3	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	NaTi _{0,99} Sn _{0,01} (PO ₄) ₃
KS-MD23	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + SnCl ₂ .2H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1:0,95: 0,05:3	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	NaTi _{0,95} Sn _{0,05} (PO ₄) ₃
KS-MD24	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + SnCl ₂ .2H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1:0,9: 0,1:3	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	NaTi _{0,9} Sn _{0,1} (PO ₄) ₃
KS-MD25	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + SnCl ₂ .2H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1:0,01: 0,99:3	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	NaTi _{0,01} Sn _{0,99} (PO ₄) ₃
KS-MD26	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + SnCl ₂ .2H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1:0,05: 0,95:3	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	NaTi _{0,05} Sn _{0,95} (PO ₄) ₃
KS-MD27	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + SnCl ₂ .2H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1:0,1: 0,9:3	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	NaTi _{0,1} Sn _{0,9} (PO ₄) ₃

Tablo 3.12’ de verilen KS-MD22, KS-MD23, KS-MD24, KS-MD25, KS-MD26 ve KS-MD27 deneylerinde elde edilen ürünlerin nemli olması ve camsılaşma meydana gelmesinden dolayı XRD analizleri yapılamamıştır.

Tablo 3.13: $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+2} (\text{Ni}) / \text{P}^{+5}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD28	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1,01:1,99: 0,01:1,99	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	$\text{Na}_{1,01}\text{Ti}_{1,99}\text{Ni}_{0,01}(\text{PO}_4)_3$
KS-MD29	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1,05:1,95: 0,05:1,95	800 W / 20 dakika Maddenin yeşil olan rengi sarı olmuştur.	$\text{Na}_{1,05}\text{Ti}_{1,95}\text{Ni}_{0,05}(\text{PO}_4)_3$
KS-MD30	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1,1:1,9: 0,1:1,9	800 W / 20 dakika Maddenin yeşil olan rengi sarı olmuştur.	$\text{Na}_{1,1}\text{Ti}_{1,9}\text{Ni}_{0,1}(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.13’ de verilen KS-MD28, KS-MD29 ve KS-MD30 deneylerinde elde edilen ürünlerin nemli olması ve camsılaşma meydana gelmesinden dolayı XRD analizleri yapılamamıştır.

Tablo 3.14: $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+2} (\text{Co}) / \text{P}^{+5}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD31	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1,01:1,99: 0,01:1,99	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi krem rengi olmuştur.	$\text{Na}_{1,01}\text{Ti}_{1,99}\text{Co}_{0,01}(\text{PO}_4)_3$
KS-MD32	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1,05:1,95: 0,05:1,95	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi değişmemiştir.	$\text{Na}_{1,05}\text{Ti}_{1,95}\text{Co}_{0,05}(\text{PO}_4)_3$
KS-MD33	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1,1:1,9: 0,1:1,9	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi değişmemiştir.	$\text{Na}_{1,1}\text{Ti}_{1,9}\text{Co}_{0,1}(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.14’ de verilen KS-MD31, KS-MD32 ve KS-MD33 deneylerinde elde edilen ürünlerin nemli olması ve camsılaşma meydana gelmesinden dolayı XRD analizleri yapılamamıştır.

3.1.8 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ / TiO_2 / M^{+3} (Al, Cr) / P^{+5} Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.15: $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ / TiO_2 / M^{+3} (Al) / P^{+5} sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD34	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	2:1:1:1	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	$\text{Na}_2\text{TiAl}(\text{PO}_4)_3$
KS-MD35	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Al}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:1:1:2	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	$\text{NaTiAl}(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.15’ de verilen KS-MD34 ve KS-MD35 kodlu deneylerde hedeflenen bileşikler sentezlenememiştir.

Tablo 3.16: $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ / TiO_2 / M^{+3} (Cr) / P^{+5} sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD36	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1,01:1,99: 0,01:1,99	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi açık yeşil olmuştur.	$\text{Na}_{1,01}\text{Ti}_{1,99}\text{Cr}_{0,01}(\text{PO}_4)_3$
KS-MD37	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1,05:1,95: 0,05:1,95	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi açık yeşil olmuştur.	$\text{Na}_{1,05}\text{Ti}_{1,95}\text{Cr}_{0,05}(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.16: (Devam).

KS-MD38	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Cr(NO ₃) ₃ .9H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,1:1,9: 0,1:1,9	800 W / 20 dakika Maddenin beyaz olan rengi açık yeşil olmuştur.	Na _{1,1} Ti _{1,9} Cr _{0,1} (PO ₄) ₃
---------	---	---------------------	---	---

Tablo 3.16’ da verilen KS-MD36, KS-MD37 ve KS-MD38 kodlu deneylerde hedeflenen bileşikler sentezlenememiştir.

3.1.9 La(NO₃)₃.xH₂O / M⁺² (M: Ca, Sr) / MnO₂ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

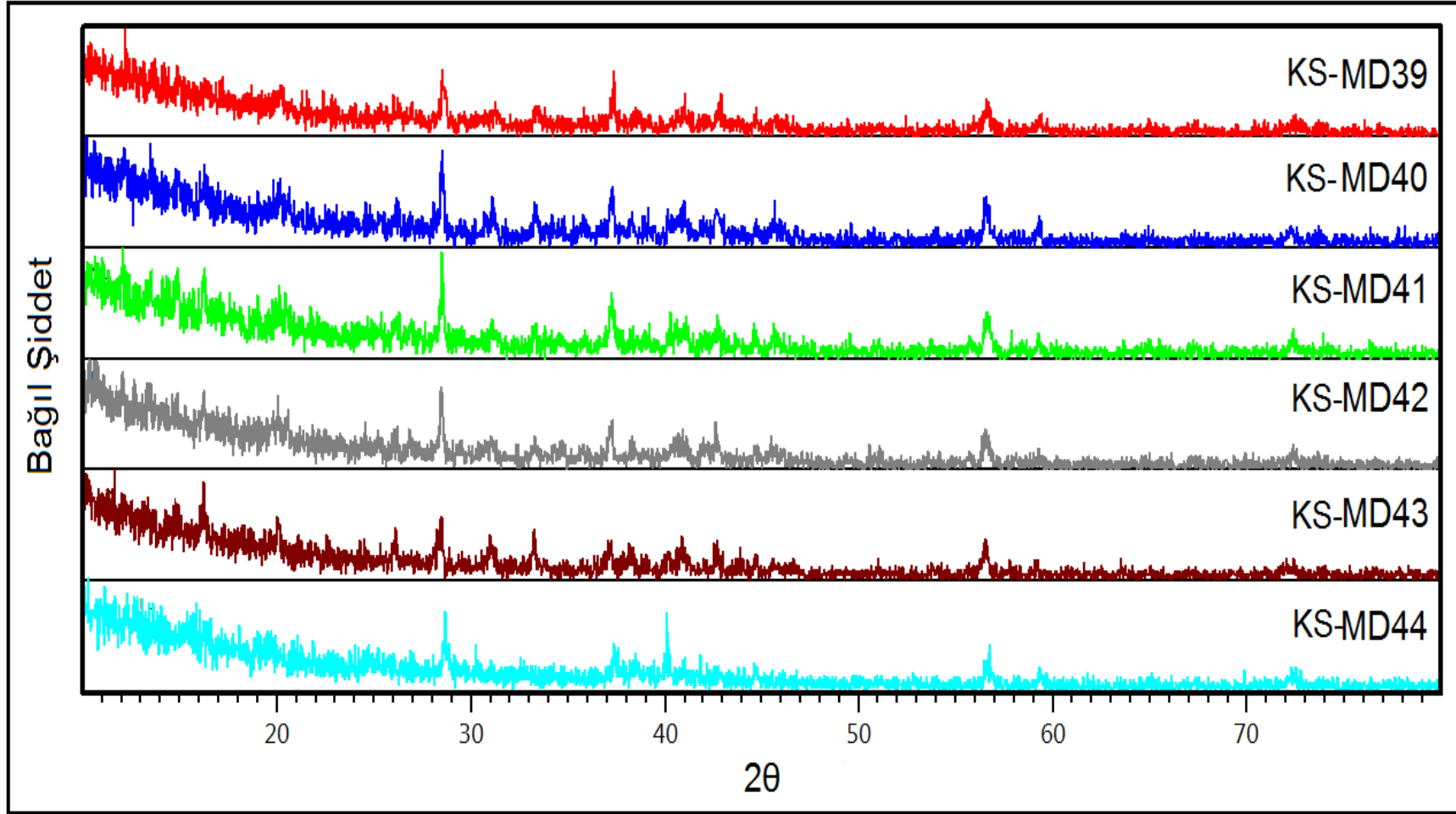
Tablo 3.17: La(NO₃)₃.xH₂O / M⁺² (M: Ca, Sr) / MnO₂ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD39	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O + MnO ₂	1:1	800 W / 20 dakika Maddenin siyah olan rengi değişmemiştir.	LaMnO ₃
KS-MD40	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O + Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + MnO ₂	0,99: 0,01:1	800 W / 20 dakika Maddenin siyah olan rengi değişmemiştir.	La _{0,99} Ca _{0,01} MnO ₃
KS-MD41	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O + Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + MnO ₂	0,95: 0,05:1	800 W / 20 dakika Maddenin siyah olan rengi değişmemiştir.	La _{0,95} Ca _{0,05} MnO ₃
KS-MD42	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + MnO ₂	0,99: 0,01:1	800 W / 20 dakika Maddenin siyah olan rengi değişmemiştir.	La _{0,99} Sr _{0,01} MnO ₃
KS-MD43	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + MnO ₂	0,95: 0,05:1	800 W / 20 dakika Maddenin siyah olan rengi değişmemiştir.	La _{0,95} Sr _{0,05} MnO ₃

Tablo 3.17: (Devam).

KS-MD44	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + MnO ₂	0,65:0,1 :0,2:1	800 W / 20 dakika Maddenin siyah olan rengi deęişmemiştir.	La _{0,65} Sr _{0,1} Ca _{0,2} MnO ₃
---------	---	--------------------	--	---

Tablo 3.17' de verilen KS-MD39 kodlu deneyde LaMnO₃ sentezlenmesi, dięer KS-MD40, KS-MD41, KS-MD42, KS-MD43 ve KS-MD44 kodlu deneylerde ise bu bileřięe Sr⁺² ve Ca⁺² katkılamaıa alıřılmıřtır. Ancak bu deneylere ait řekil 3.7' de verilen XRD desenleri incelendięinde katkılama alıřmasının gerekleřtirilemedięi belirlenmiřtir.



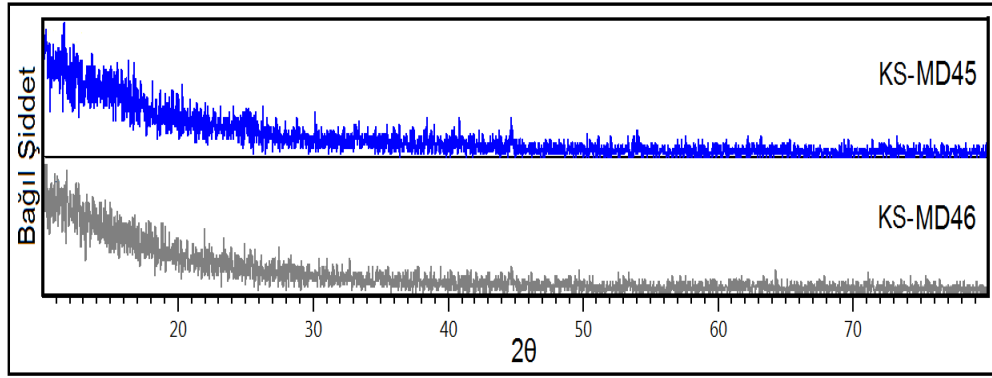
Şekil 3.7: KS-MD39, KS-MD40, KS-MD41, KS-MD42, KS-MD43 ve KS-MD44 deneylerine ait XRD desenleri.

**3.1.10 $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları**

Tablo 3.18: $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD45	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,7:0,2: 0,05:1	800 W / 30 dakika Maddenin turuncu olan rengi kiremit rengine dönüşmüştür. Nemli ürün oluşmuştur.	$\text{La}_{0,7}\text{Ca}_{0,25}\text{Sr}_{0,05}\text{FeO}_3$
KS-MD46	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,7:0,2: 0,1:1	800 W / 30 dakika Maddenin turuncu olan rengi kiremit rengine dönüşmüştür. Nemli ürün oluşmuştur.	$\text{La}_{0,7}\text{Ca}_{0,2}\text{Sr}_{0,1}\text{FeO}_3$

Tablo 3.18’ de verilen KS-MD45 ve KS-MD46 deney koduna sahip reaksiyonlar, belirtilen mol değerlerinde gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.8’ de verilen XRD desenleri incelendiğinde amorf yapıya benzer özellik gösteren ürünlerin oluştuğu görülmektedir.



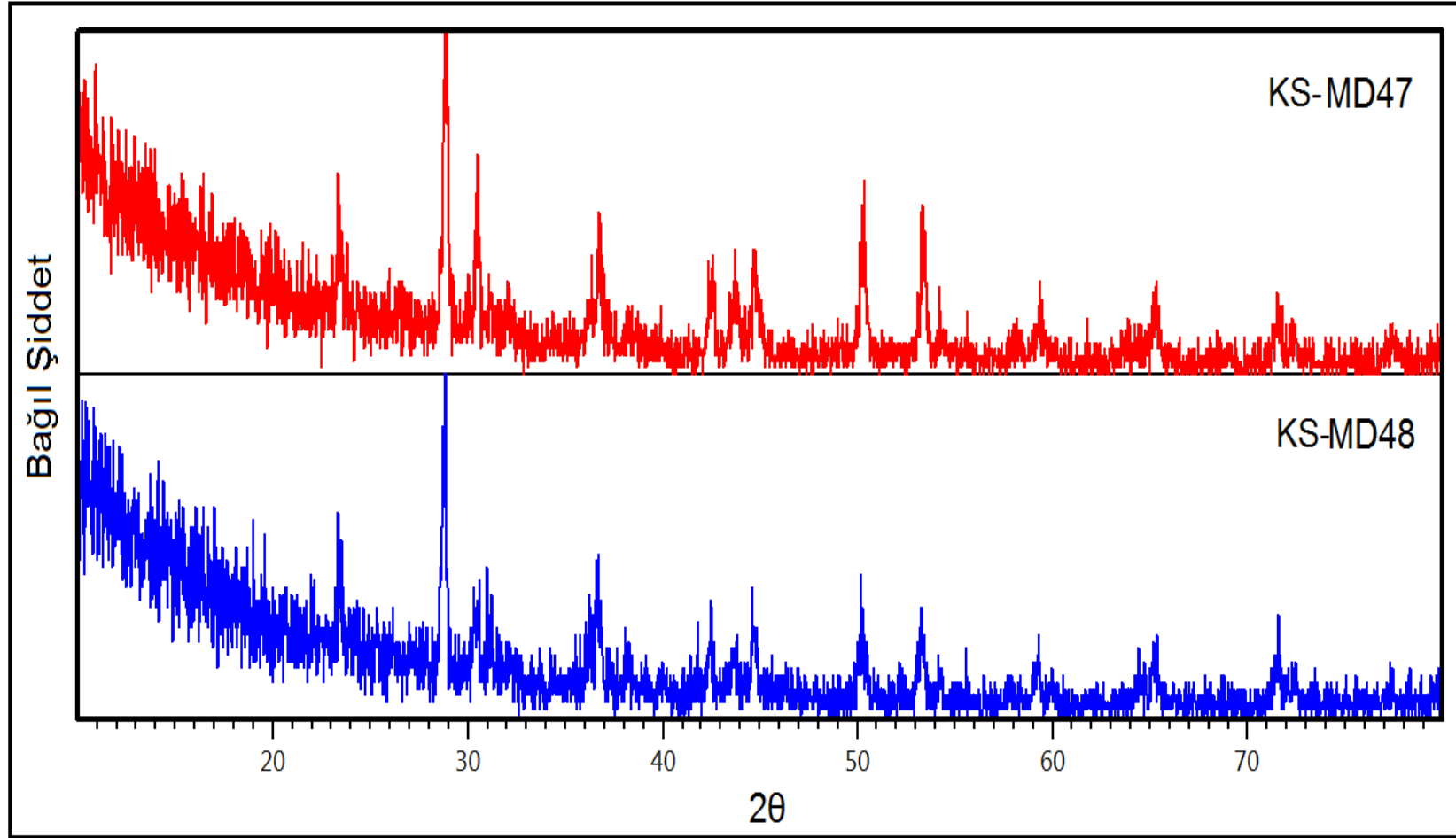
Şekil 3.8: KS-MD45 ve KS-MD46 deneylerine ait XRD desenleri.

3.1.11 $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.19: $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD47	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,95:0,05:1	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi koyu gri olmuştur.	$\text{La}_{0,95}\text{Sr}_{0,05}\text{CoO}_3$
KS-MD48	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi siyah olmuştur.	$\text{La}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{CoO}_3$

$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler Tablo 3.19’ da verilmiştir. Belirtilen şartlar altında gerçekleştirilen reaksiyonlar sonucunda başlangıç kimyasallarından $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ’ in LaO ’ e (ICDD:33-0716), $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ’ in CoO ’ e (ICDD:89-2803) dönüşerek ortamda bulunduğu Şekil 3.9’ daki XRD desenlerinden görülmektedir.



Şekil 3.9: KS-MD47 ve KS-MD48 deneylerine ait XRD desenleri.

3.1.12 M^{+2} (M: Ca, La, Co, Ni) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.20: M^{+2} (M: Ca) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD49	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,5:0,5:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur.	$Ca_{0,5}Sr_{0,5}FeO_3$
KS-MD50	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,1:0,9:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur.	$Ca_{0,1}Sr_{0,9}FeO_3$
KS-MD51	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,2:0,8:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kahverengi olmuştur.	$Ca_{0,2}Sr_{0,8}FeO_3$
KS-MD52	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur. Nemli ürün oluşmuştur.	$Ca_{0,9}Sr_{0,1}FeO_3$

M^{+2} (M: Ca) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler Tablo 3.20' de verilmiştir. Gerçekleştirilen deneyler sonucunda başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı ve amorf yapıya benzer bileşiklere dönüştüğü belirlenmiştir.

Tablo 3.21: M^{+2} (M: La) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD53	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,05:0,95:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur.	$La_{0,05}Sr_{0,95}FeO_3$
KS-MD54	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,5:0,5:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur.	$La_{0,5}Sr_{0,5}FeO_3$
KS-MD55	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,1:0,9:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur.	$La_{0,1}Sr_{0,9}FeO_3$
KS-MD56	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,2:0,8:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur.	$La_{0,2}Sr_{0,8}FeO_3$
KS-MD57	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur. Nemli ürün oluşturmuştur.	$La_{0,9}Sr_{0,1}FeO_3$

M^{+2} (M: La) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler Tablo 3.21' de verilmiştir. Gerçekleştirilen deneyler sonucunda başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı ve amorf yapıya benzer bileşiklere dönüştüğü belirlenmiştir.

Tablo 3.22: M^{+2} (M: Co) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD58	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,05:0,95:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur.	$Co_{0,05}Sr_{0,95}FeO_3$
KS-MD59	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,5:0,5:1	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi siyah olmuştur.	$Co_{0,5}Sr_{0,5}FeO_3$
KS-MD60	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,01:0,9:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kızıl kahverengi olmuştur.	$Co_{0,01}Sr_{0,9}FeO_3$
KS-MD61	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,2:0,8:1	800 W / 20 dakika Maddenin pembe olan rengi siyah olmuştur.	$Co_{0,2}Sr_{0,8}FeO_3$
KS-MD62	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika Maddenin turuncu olan rengi siyah olmuştur.	$Co_{0,9}Sr_{0,1}FeO_3$

M^{+2} (M: Co) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler Tablo 3.22’ de verilmiştir. Gerçekleştirilen deneyler sonucunda başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı ve amorf yapıya benzer bileşiklere dönüştüğü belirlenmiştir.

Tablo 3.23: M^{+2} (M: Ni) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MD63	$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,05:0,95:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kahverengi olmuştur.	$Ni_{0,05}Sr_{0,95}FeO_3$

Tablo 3.23: (Devam).

KS-MD64	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,5:0,5:1	800 W / 20 dakika Maddenin yeşil olan rengi kahverengi olmuştur.	$\text{Ni}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{FeO}_3$
KS-MD65	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,01:0,9:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kahverengi olmuştur.	$\text{Ni}_{0,01}\text{Sr}_{0,9}\text{FeO}_3$
KS-MD66	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,2:0,8:1	800 W / 20 dakika Maddenin krem rengi kahverengi olmuştur.	$\text{Ni}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{FeO}_3$
KS-MD67	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika Maddenin yeşil olan rengi koyu kahverengi olmuştur.	$\text{Ni}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{FeO}_3$

M^{+2} (M: Ni) / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler Tablo 3.23' de verilmiştir. Gerçekleştirilen deneyler sonucunda başlangıç maddelerinin reaksiyona girmeden ortamda kaldığı ve amorf yapıya benzer bileşiklere dönüştüğü belirlenmiştir.

3.2 Mikrodalga Destekli Yüksek Sıcaklık Sentez Yöntemi ile Gerçekleştirilen Deneyler

3.2.1 $\text{Na}^+ / \text{V}_2\text{O}_5 / \text{P}^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

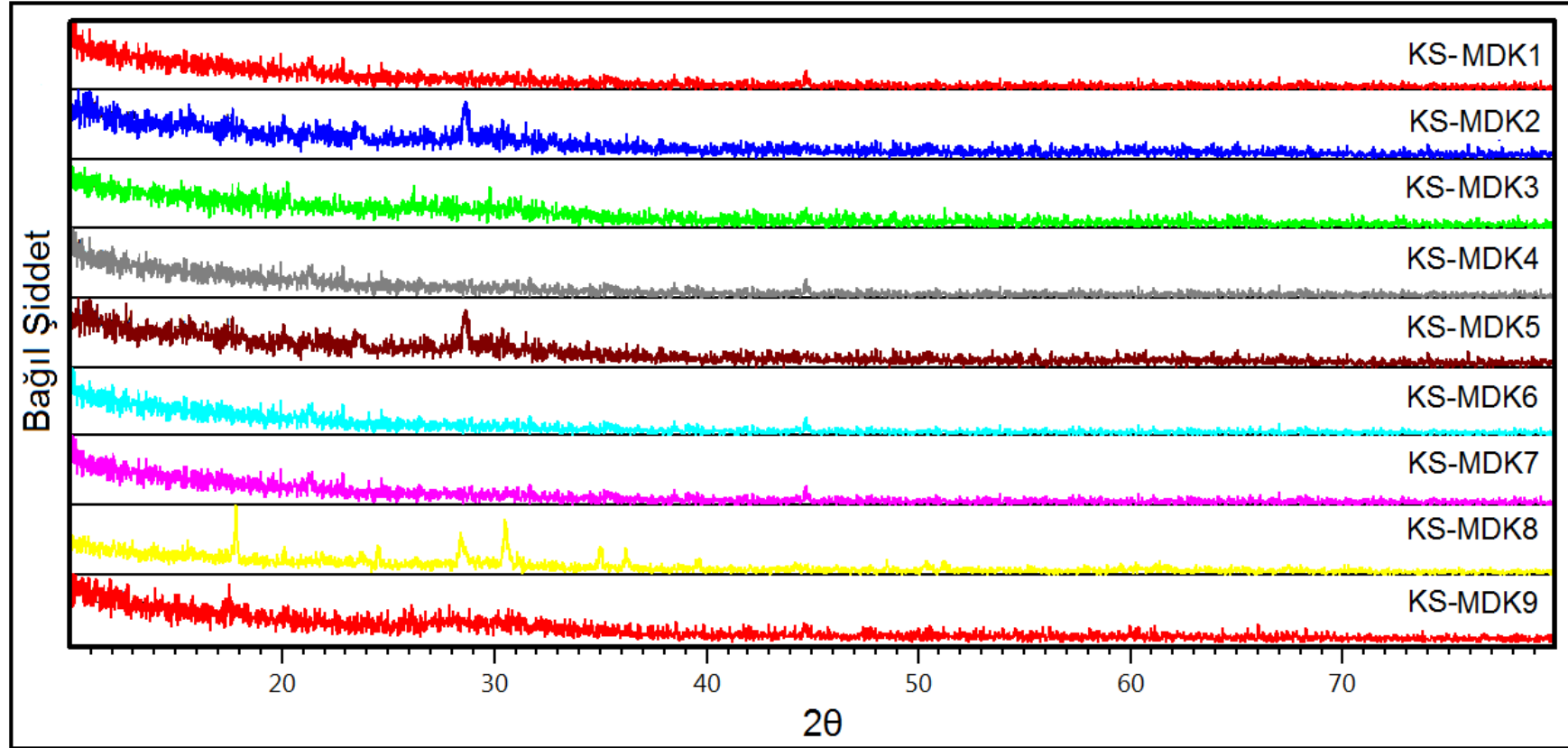
Tablo 3.24: $\text{Na}^+ / \text{V}_2\text{O}_5 / \text{P}^{+5}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK1	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5$	3:1	600 W / 20 dakika + 1100°C / 4 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK2	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5$	3:1	800 W / 10 dakika + 400°C / 2 saat Maddenin yeşil olan rengi değişmemiştir.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK3	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5$	3:1	800 W / 20 dakika 500°C / 1 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK4	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:1:2	600 W / 20 dakika + 1100°C / 4 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK5	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:1:2	800 W / 10 dakika + 400°C / 2 saat Maddenin yeşil olan rengi değişmemiştir.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK6	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:1:2	800 W / 20 dakika + 500°C / 1 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.24: (Devam).

KS-MDK7	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} +$ $\text{V}_2\text{O}_5 +$ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	600 W / 20 dakika + 1100°C / 4 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK8	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} +$ $\text{V}_2\text{O}_5 +$ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	800 W / 10 dakika + 400°C / 2 saat Maddenin yeşil olan rengi değişmemiştir.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK9	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} +$ $\text{V}_2\text{O}_5 +$ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	800 W / 20 dakika + 500°C / 1 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.24' de verilen KS-MDK1, KS-MDK2, KS-MDK3, KS-MDK4, KS-MDK5, KS-MDK6, KS-MDK7, KS-MDK8 ve KS-MDK9 kodlu deneylerde sentezlenmesi hedeflenen $\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$ bileşiğinin elde edilemediği Şekil 3.10' daki XRD desenlerinden görülmektedir. KS-MDK8 kodlu deneyin XRD deseni incelenmesi sonucunda hedeflenen bileşik yerine $\text{Na}_2\text{VP}_2\text{O}_8$ (ICDD:89-0067) bileşiğinin olduğu belirlenmiştir. Bu bileşik, P46m(100) uzay grubunda ve $a=b=8,1080 \text{ \AA}$, $c=4,9430 \text{ \AA}$ hücre parametrelerine sahiptir.



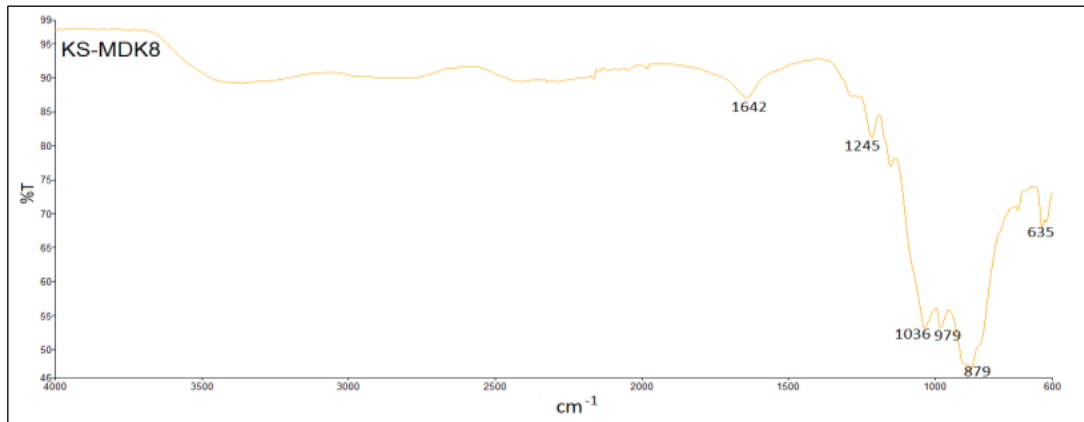
Şekil 3.10: KS-MDK1, KS-MDK2, KS-MDK3, KS-MDK4, KS-MDK5, KS-MDK6, KS-MDK7, KS-MDK8 ve KS-MDK9 deneylerine ait

XRD desenleri.

Tablo 3.25: KS-MDK8 deneyine ait XRD verileri.

KS-MDK8			
Deneysel ürüne ait XRD verileri		Na ₂ VP ₂ O ₈ (ICCD:89-0067)	
I/I ₀	Deneysel d[Å]	d[Å]	I/I ₀ -hkl
100,0	4,9606	4,9430	999-[001]
10,35	4,6602	-	-
36,54	3,6173	3,6260	369-[210]
16,86	3,1768	-	-
49,02	3,1423	3,1346	570-[201]
94,48	2,9293	2,9237	965-[211]
19,38	2,8474	2,8666	98-[220]
19,68	2,8244	-	-
25,37	2,5604	2,5639	500-[310]
36,37	2,4788	2,4715	282-[002]
15,75	2,2699	2,2760	202-[311]
9,88	1,9145	1,9110	25-[330]
16,37	1,8734	1,8718	56-[222]

KS-MDK8 deneyi sonucunda elde edilen ürüne ait FT-IR spektrumundaki pikler, bileşikte bulunan fonksiyonel grupların varlığını ve XRD verilerini desteklemektedir. Ürüne ait FT-IR spektrumu Şekil 3.11’ de ve FT-IR spektrum verileri [65] Tablo 3.26’ da verilmiştir.



Şekil 3.11: KS-MDK8 deneyine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.26: KS-MDK8 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.

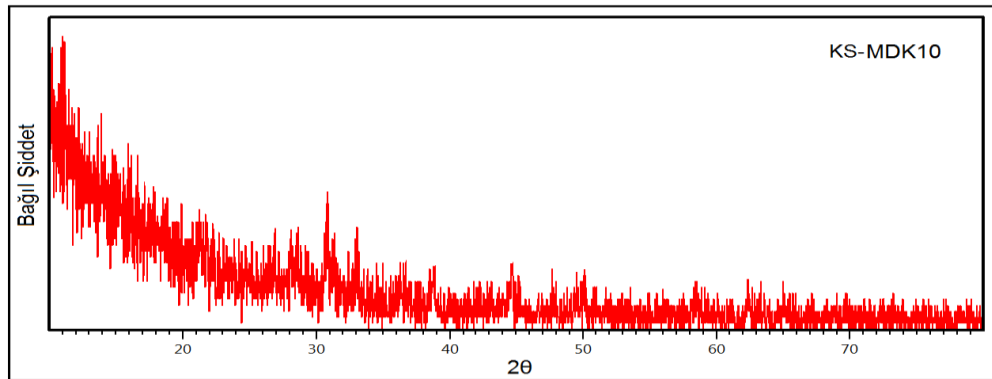
Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
$\nu_3[\text{PO}_4]^{3-}$	1036
$\nu(\text{O-P-O})$	635
$\nu(\text{P-O})$	1245, 1036, 979

3.2.2 Cs₂CO₃ / Co(NO₃)₃.6H₂O / P⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.27: Cs₂CO₃ / Co(NO₃)₃.6H₂O / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS- MDK10	Cs ₂ CO ₃ + Co(NO ₃) ₃ .6H ₂ O + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	0,5:1:1	800 W / 20 dakika + 400°C / 2 saat 500°C / 30 dakika 550°C / 30 dakika 600°C / 1 saat 30 dakika Maddenin mor olan rengi siyah olmuştur.	CsCoPO ₄

Tablo 3.27' de yer alan KS-MDK10 kodlu deney sonucunda elde edilen ürünün Şekil 3.12' de verilen XRD deseninde amorf yapıya benzer özellik gösteren ürün elde edildiği görülmektedir. Bu sebeple karakterizasyon yapılamamıştır.



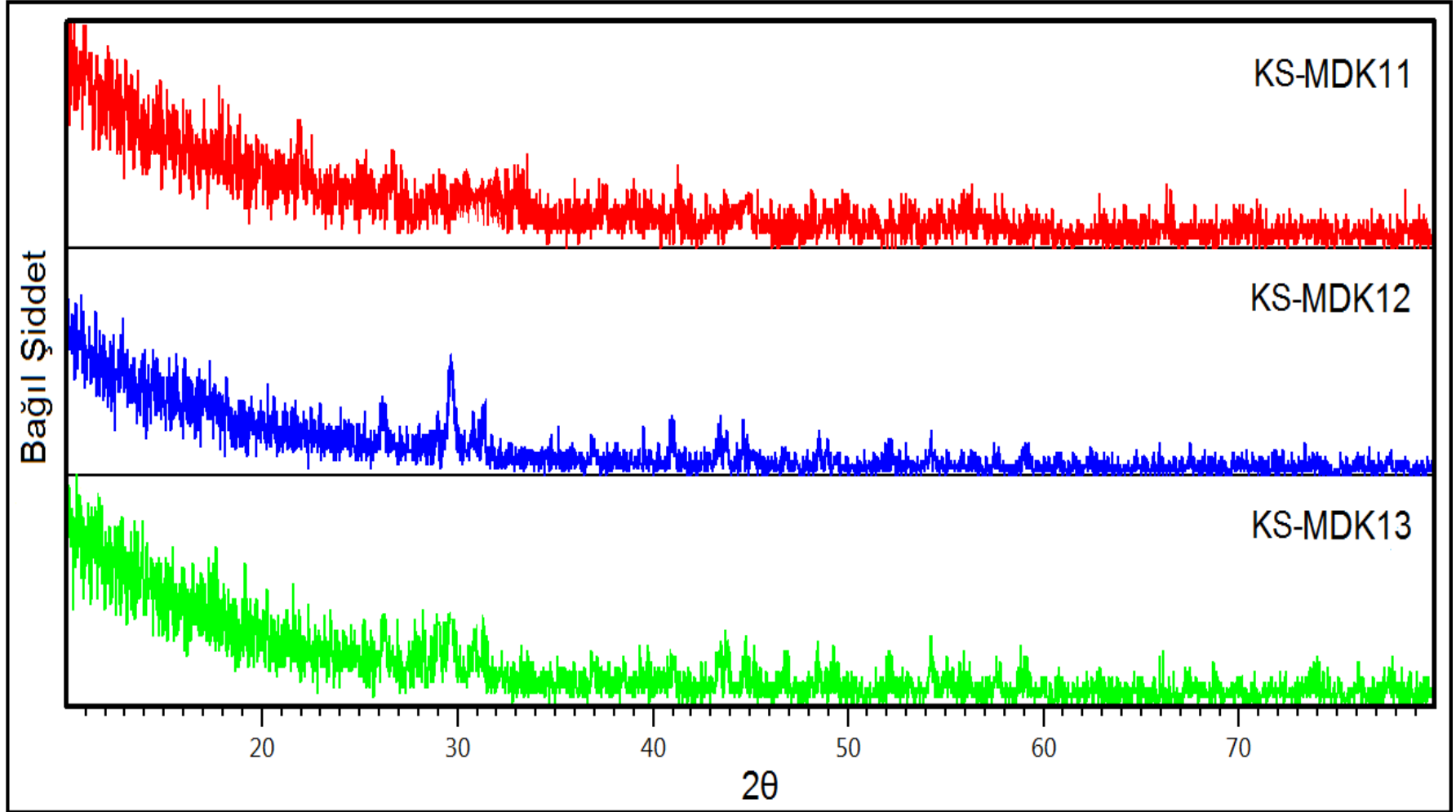
Şekil 3.12: KS-MDK10 deneyine XRD deseni.

3.2.3 $KNO_3 / Pb^{+2} / P^{+5}$ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.28: $KNO_3 / Pb^{+2} / P^{+5}$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK11	$KNO_3 + PbO + NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$	2:1:2	800 W / 10 dakika + 750°C / 2 saat Maddenin gri olan rengi krem rengine dönüşmüştür.	$K_2Pb(P_2O_7)$
KS-MDK12	$KNO_3 + Pb(NO_3)_2 + (NH_4)H_2PO_4$	2:1:2	800 W / 10 dakika + 750°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	$K_2Pb(P_2O_7)$
KS-MDK13	$KNO_3 + Pb(NO_3)_2 + (NH_4)_2HPO_4$	2:1:2	800 W / 10 dakika + 750°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir.	$K_2Pb(P_2O_7)$

Tablo 3.28’deki KS-MDK11, KS-MDK12 ve KS-MDK13 deneylerinde elde edilen ürünlerin Şekil 3.13’de verilen XRD desenleri incelendiğinde kristallenmenin iyi olmadığı ve amorf yapıya benzer özellik gösteren maddelerin sentezlendiği görülmüştür.



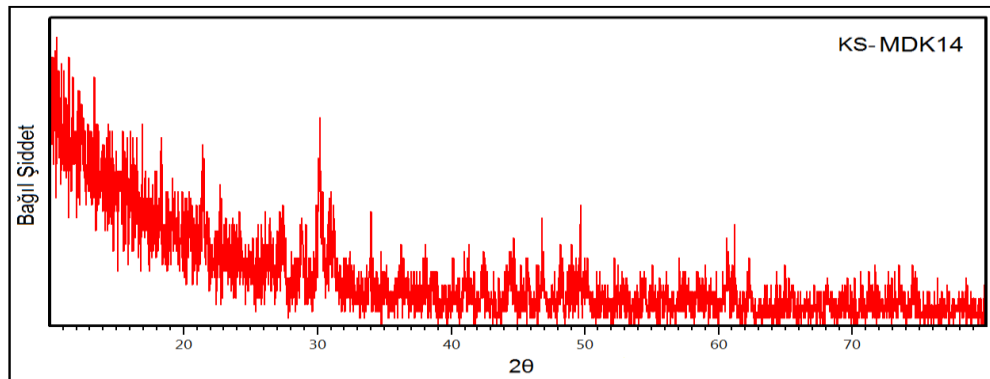
Şekil 3.13: KS-MDK11, KS-MDK12 ve KS-MDK13 deneylerine ait XRD desenleri.

3.2.4 NaH₂PO₄.2H₂O / Pb⁺² / P⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.29: NaH₂PO₄.2H₂O / Pb⁺² / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK14	PbO ₂ + NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	1:2	800 W / 10 dakika + 700°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi beyaza dönüşmüştür. Amorf ürün olmuştur.	Na ₂ Pb(P ₂ O ₇)

Tablo 3.29’ da KS-MDK14 deneyinde sentezlenen bileşiğin, Şekil 3.14’ de verilen XRD desenleri incelendiğinde amorf özelliğe benzer ürün meydana geldiği görülmüştür.



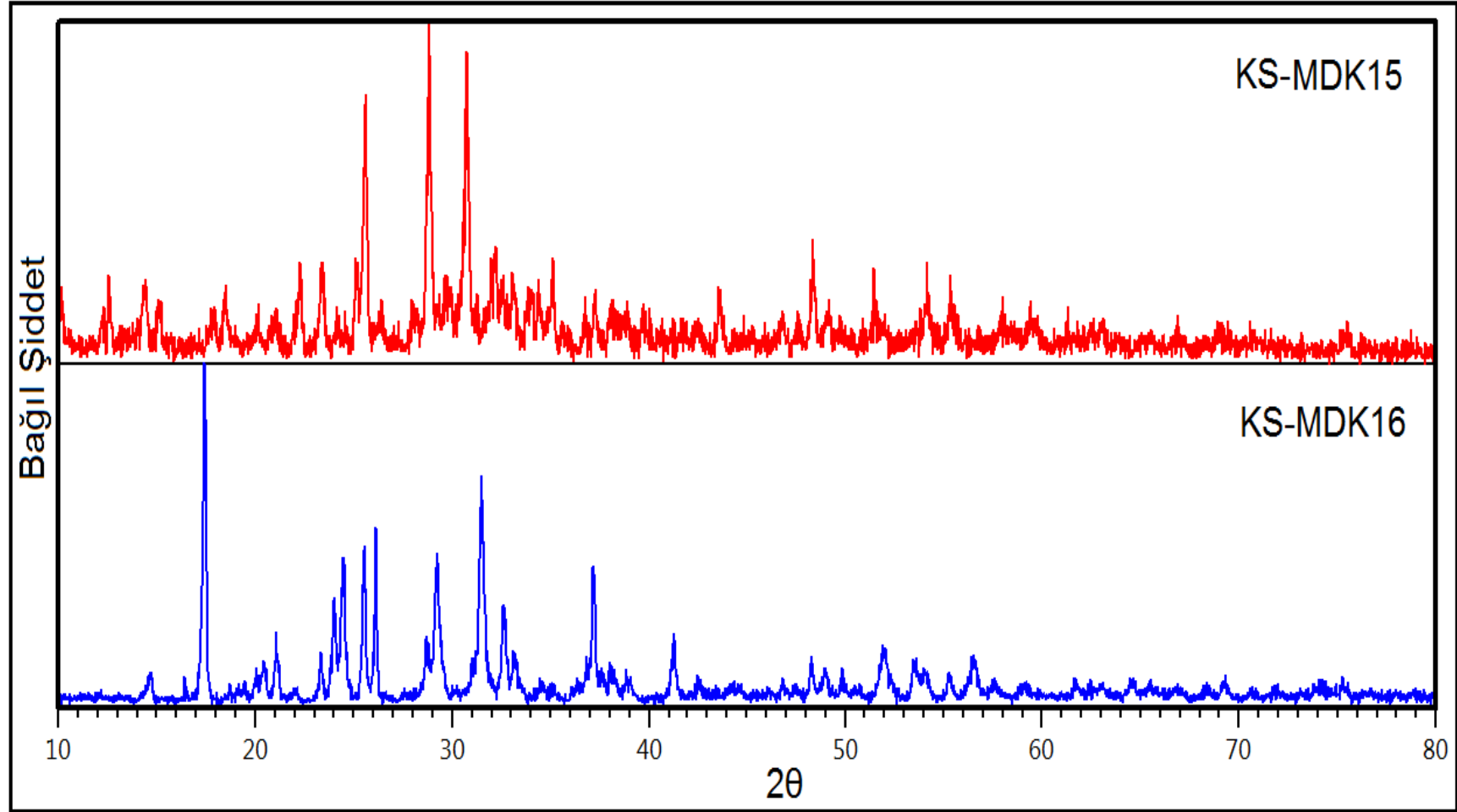
Şekil 3.14: KS-MDK14 deneyine ait XRD desenleri.

3.2.5 NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Cd, Zn, Sn, Ni, Co) / P⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyle ve Sonuları

Tablo 3.30: NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Cd, Zn) / P⁺⁵ sisteminde gerekleřtirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangı kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan iřlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK15	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + CdO	3:1:1	800 W / 20 dakika + 300°C / 30 dakika 350°C / 30 dakika 400°C / 30 dakika 450°C / 30 dakika 500°C / 30 dakika 550°C / 30 dakika Maddenin kirli beyaz olan rengi aık pembe olmuřtur.	Na ₃ TiCd(PO ₄) ₃
KS-MDK16	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Zn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	3:1:1	800 W / 20 dakika + 300°C / 30 dakika 350°C / 30 dakika 400°C / 30 dakika 450°C / 30 dakika 500°C / 30 dakika 550°C / 30 dakika Maddenin beyaz olan rengi kirli beyaz olmuřtur.	Na ₃ TiZn(PO ₄) ₃

NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Cd, Zn) / P⁺⁵ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerekleřtirilen deneyler Tablo 3.30' da, XRD desenleri Őekil 3.15' de verilmiřtir. KS-MDK15 kodlu deneyin XRD desenlerinin incelenmesi sonucunda başlangı maddelerinin ortamda kaldıėı grlmüřtür. KS-MDK16 deneyinin sonucunda hedeflenen ürün yerine P42/mnm(136) uzay grubunda, tetragonal kristal yapısında ve a=b=7,656 Å, c=10,233 Å hücre parametreleri olan Na₂Zn(P₂O₇) (ICDD:87-0499) bileřiėinin oluřtuėu XRD desenlerinin incelenmesinden belirlenmiřtir. TiO₂' in amorflařarak ortamda kaldıėı düřünülmektedir.

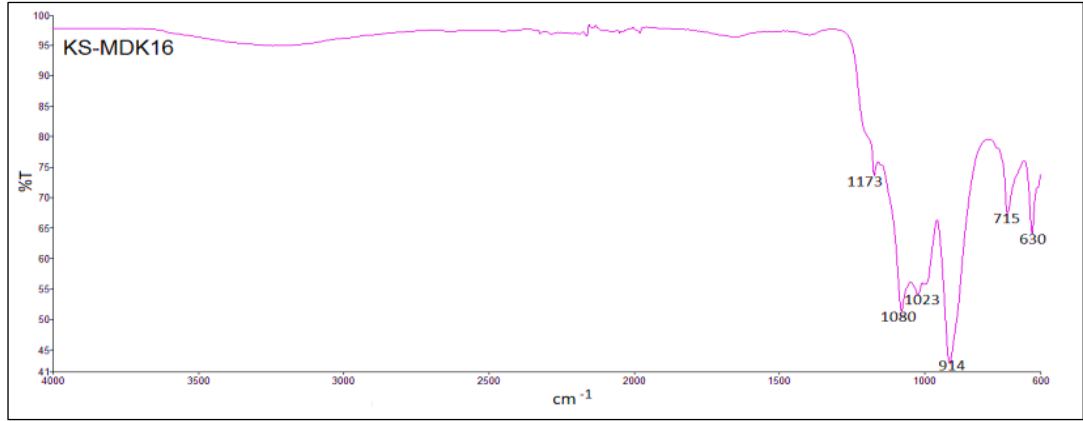


Şekil 3.15: KS-MDK15 ve KS-MDK16 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.31: KS-MDK16 deneyine ait XRD verileri.

KS-MDK16			
Deneyisel ürüne ait XRD verileri		Na₂Zn(P₂O₇) ICDD:87-0499	
I/I₀	Deneyisel d[Å]	d[Å]	I/I₀-hkl
100,0	5,0795	5.1165	999-[002]
11,75	4,3443	-	-
21,62	4,2150	-	-
15,07	3,8113	3,8280	84-[200]
26,88	3,6960	3,7185	302-[112]
40,60	3,6325	-	-
48,25	3,4853	-	-
53,79	3,4115	3,4238	281-[210]
45,35	3,0535	3,0650	508-[202]
70,45	2,8405	2,8455	774-[212]
28,43	2,7474	2,7068	110-[220]
41,53	2,4185	2,4210	335-[310]
34,86	2,4181	2,4164	199-[213]

Tablo 3.31’ de verilen KS-MDK16 deneyine ait XRD verileri, literatür değerleri ile karşılaştırıldığında uyumlu olduğu görülmektedir. Elde edilen ürüne ait FT-IR spektrumu Şekil 3.16’ da verilmiştir. Tablo 3.32’ de FT-IR spektrum verileri [65] literatür ile karşılaştırıldığında oluşumu desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.16: KS-MDK16 deneyine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.32: KS-MDK16 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
$\nu_1^b(\text{O-Na-O})$	1080
$(\text{P}_2\text{O}_7^{4-})$	1023, 715
$\nu_{as}(\text{P-O-P})$	1023
$\nu(\text{O-P-O})$	630
$\nu(\text{P-O})$	1173, 1080, 1023, 914

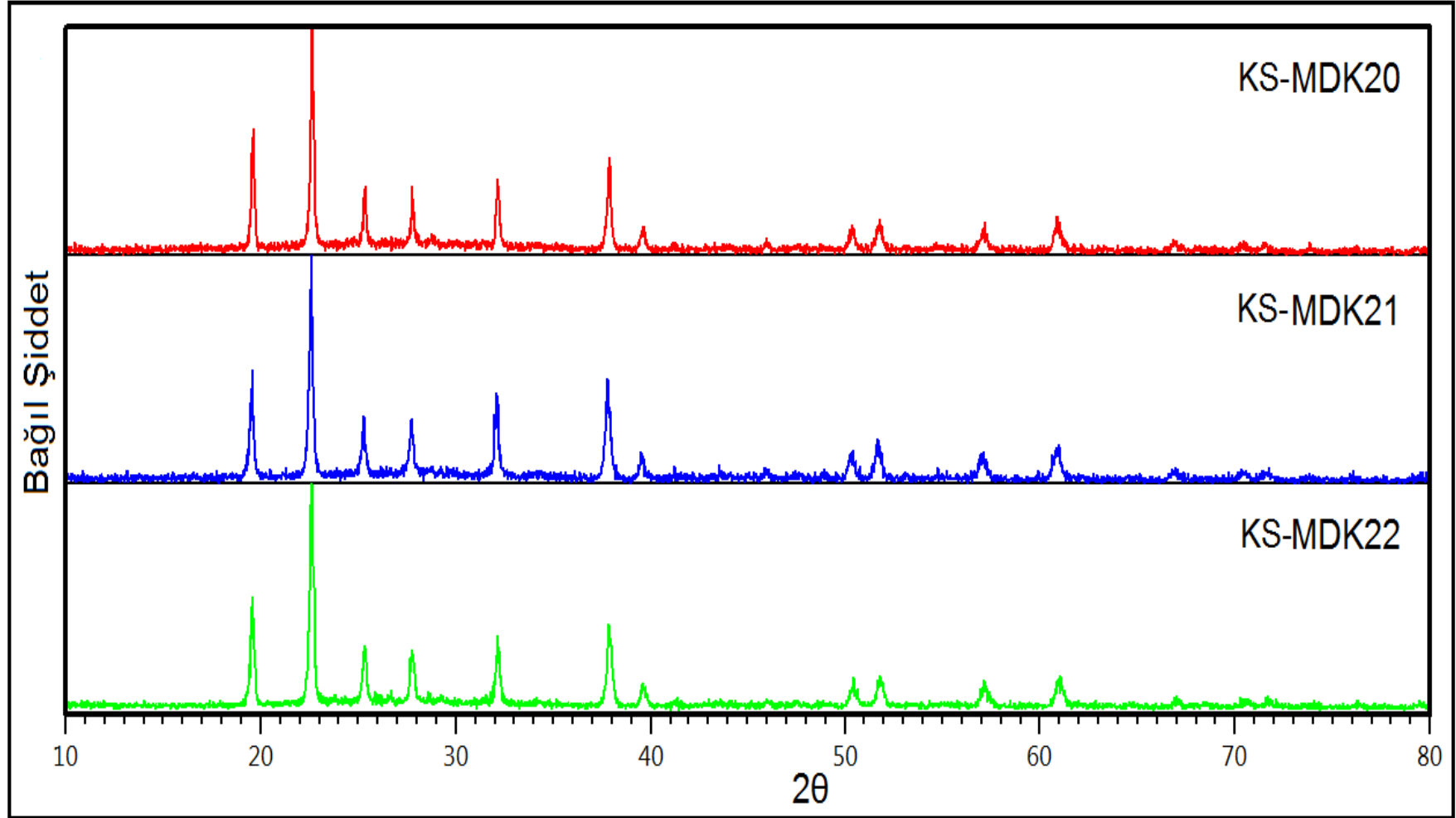
Tablo 3.33: NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Sn) / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK17	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + SnCl ₂ .2H ₂ O + (NH ₄) ₂ PO ₄	1:0,99: 0,01:3	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir. Nemli ürün oluşmuştur.	NaTi _{0,99} Sn _{0,01} (PO ₄) ₃
KS-MDK18	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + SnCl ₂ .2H ₂ O + (NH ₄) ₂ PO ₄	1:0,95: 0,05:3	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi değişmemiştir. Nemli ürün oluşmuştur.	NaTi _{0,95} Sn _{0,05} (PO ₄) ₃

Tablo 3.33: (Devam).

KS-MDK19	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:0,9: 0,1:3	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi deęişmemiştir. Nemli ürün oluşmuştur.	$\text{NaTi}_{0,9}\text{Sn}_{0,1}(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK20	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:0,01: 0,99:3	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi açık gri olmuştur.	$\text{NaTi}_{0,01}\text{Sn}_{0,99}(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK21	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:0,05: 0,95:3	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi açık gri olmuştur.	$\text{NaTi}_{0,05}\text{Sn}_{0,95}(\text{PO}_4)_3$
KS-MDK22	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + TiO_2 + $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ + $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$	1:0,1: 0,9:3	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi açık gri olmuştur.	$\text{NaTi}_{0,1}\text{Sn}_{0,9}(\text{PO}_4)_3$

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ / TiO_2 / M^{+2} (Sn) / P^{+5} sisteminde gerçekleştirilen deneyler Tablo 3.33' de verilmiştir. KS-MDK17, KS-MDK18 ve KS-MDK19 deneyler sonucunda elde edilen ürünlerin nemli olmasından dolayı XRD analizleri yapılamamıştır. Şekil 3.17' de verilen KS-MDK20, KS-MDK21 ve KS-MDK22 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen bileşiğin elde edilemediği, başlangıç maddelerinin ortamda kaldığı görülmüştür.

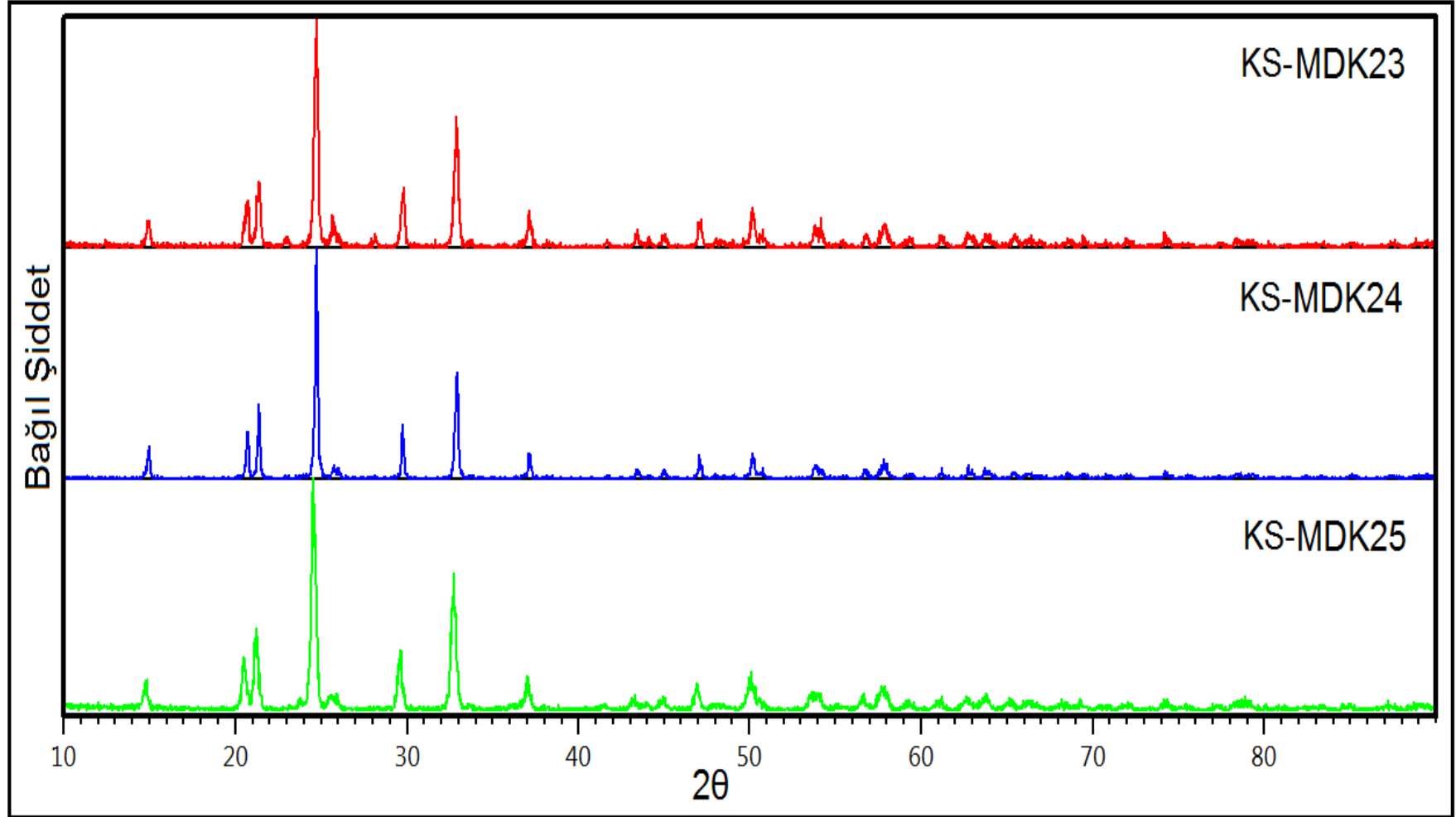


Şekil 3.17: KS-MDK20, KS-MDK21 ve KS-MDK22 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.34: NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Ni) / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK23	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,01:1,99: 0,01:1,99	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi açık sarı olmuştur.	Na _{1,01} Ti _{1,99} Ni _{0,01} (PO ₄) ₃
KS-MDK24	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,05:1,95: 0,05:1,95	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin sarı olan rengi değişmemiştir.	Na _{1,05} Ti _{1,95} Ni _{0,05} (PO ₄) ₃
KS-MDK25	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,1:1,9: 0,1:1,9	800 W / 20 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin sarı olan rengi değişmemiştir.	Na _{1,1} Ti _{1,9} Ni _{0,1} (PO ₄) ₃

Tablo 3.34' de verilen KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait XRD desenleri incelenmesi sonucunda elde edilen d değerlerinin, R3-c(167) uzay grubunda, rombohedral kristal yapılı, a=b=8,485, c=21,799 hücre parametrelerine ve ICDD:84-2008 kart numarasına sahip NaTi₂(PO₄)₃ bileşiği ile uyumlu olduğu Tablo 3.35' de görülmektedir. Bu sonuçlara göre Ni⁺² iyonunun katkılanarak yapıya yerleştiği belirlenmiştir.

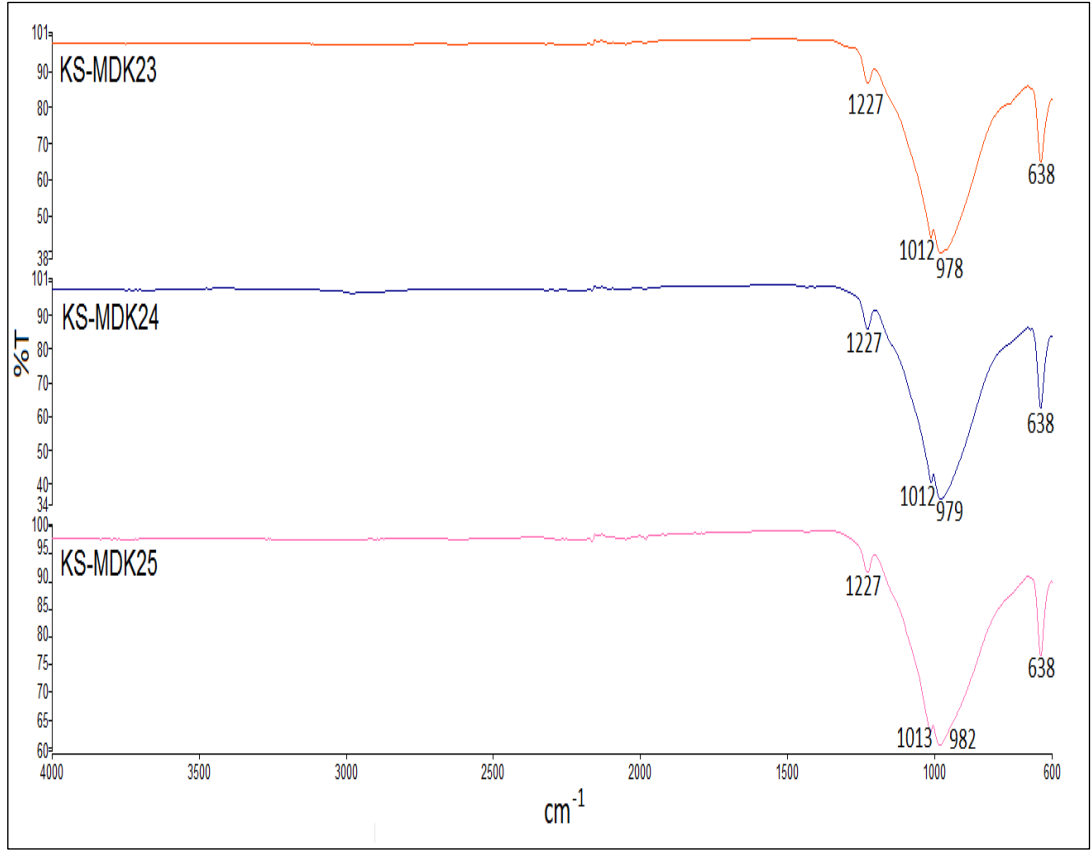


Şekil 3.18: KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.35: KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait XRD verileri.

NaTi ₂ (PO ₄) ₃ (ICDD:84-2008)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri					
		KS-MDK23		KS-MDK24		KS-MDK25	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀
220-[104]	4,3774	-	-	-	-	-	-
317-[110]	4,2427	4,2713	13,24	4,2754	18,54	4,3458	21,43
999-[113]	3,6638	3,6007	100,0	3,6016	100,0	3,6217	100,0
38-[202]	3,4817	3,4680	10,77	3,4596	5,65	3,4869	5,86
230-[024]	3,0465	2,9977	25,20	3,0033	25,99	3,0170	25,36
461-[211]	2,7596	2,7229	51,17	2,7239	52,06	2,7378	59,11
139-[300]	2,4495	2,4229	14,07	2,4244	9,91	2,4255	13,29
47-[119]	2,1035	2,0847	6,28	2,0849	5,60	2,1020	3,15
100-[128]	1,9451	1,9295	10,07	1,9282	10,42	1,9364	10,06
35-[042]	1,8115	1,8187	14,29	1,8186	12,08	1,8232	15,21
45-[137]	1,7053	1,7035	7,22	1,7038	6,27	1,7111	6,62
3-[321]	1,6808	1,6899	6,05	-	-	1,6955	7,04
14-[229]	1,5958	1,5894	8,42	1,5943	9,42	1,5951	10,43

Tablo 3.36' da ve Şekil 3.19 da verilen KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait FT-IR spektrum ve verilerinin literatür değerleri ile karşılaştırıldığında XRD desenlerinden elde edilen sonuçları desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.19: KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

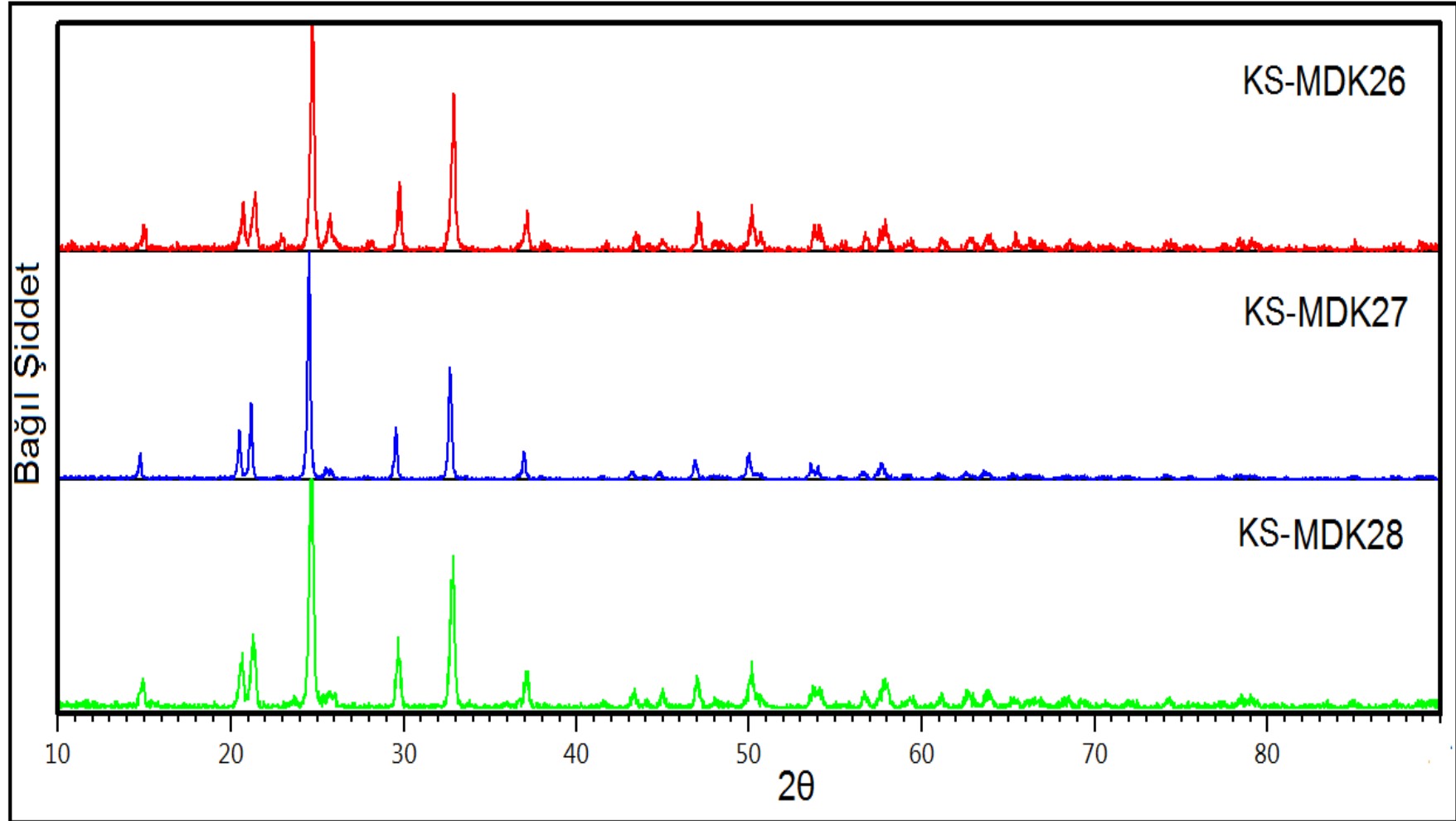
Tablo 3.36: KS-MDK23, KS-MDK24 ve KS-MDK25 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
$\nu_3[\text{PO}_4]^{3-}$	1012, 1013
$\nu(\text{P-O})$	1227, 978, 979, 982
$\nu_s(\text{P-O-P})$	638
$\nu(\text{O-P-O})$	638

Tablo 3.37: NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Co) / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK26	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,01:1,99: 0,01:1,99	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin krem olan rengi turuncu olmuştur.	Na _{1,01} Ti _{1,99} Co _{0,01} (PO ₄) ₃
KS-MDK27	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,05:1,95: 0,05:1,95	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin pembe olan rengi krem olmuştur.	Na _{1,05} Ti _{1,95} Co _{0,05} (PO ₄) ₃
KS-MDK28	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,1:1,9: 0,1:1,9	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin pembe olan rengi açık kahve olmuştur.	Na _{1,1} Ti _{1,9} Co _{0,1} (PO ₄) ₃

Tablo 3.37' de verilen KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 kodlu deneylere ait XRD desenleri sonucunda elde edilen d değerlerinin, R3-c(167) uzay grubunda, rombohedral kristal yapılı, a=b=8,485, c=21,799 hücre parametrelerine ve ICDD:84-2008 kart numarasına sahip NaTi₂(PO₄)₃ bileşiğinin, d değerleri ile uyumlu olduğu Tablo 3.38' de görülmektedir. Bu sonuçlara göre Co⁺² iyonu katkılanarak yapıya yerleştiği belirlenmiştir.

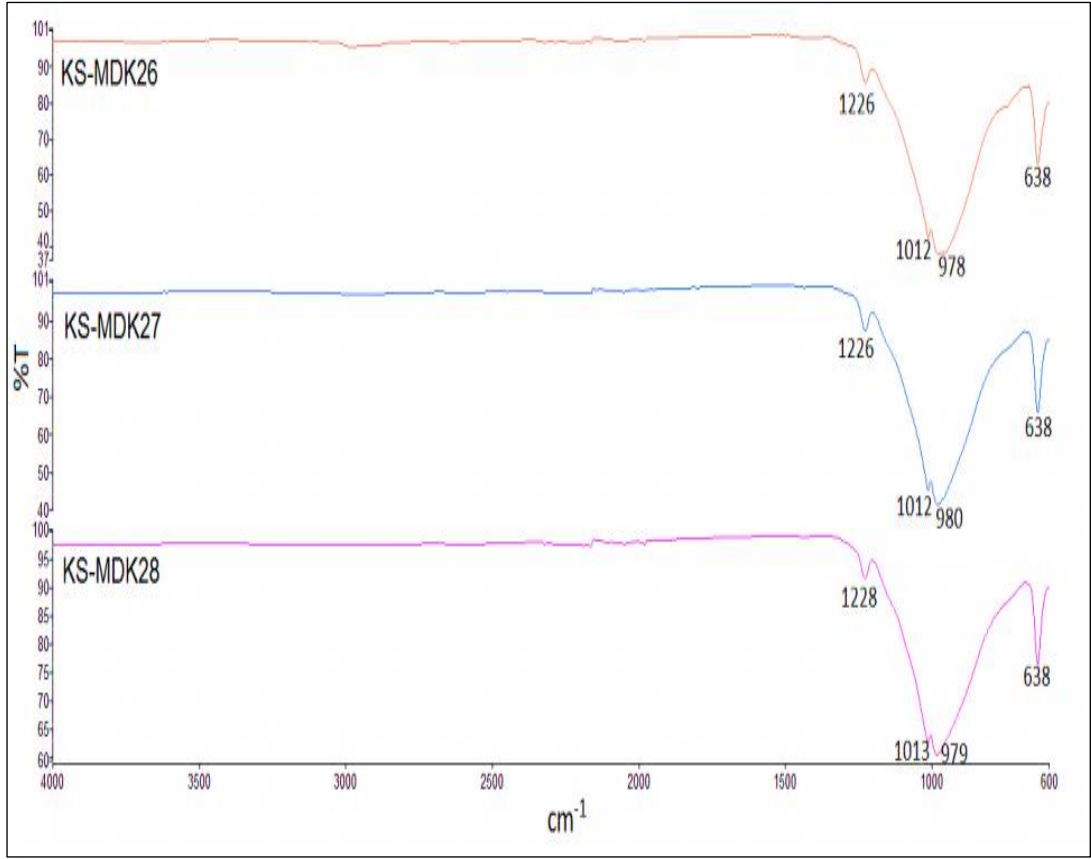


Şekil 3.20: KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.38: KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait XRD verileri.

NaTi ₂ (PO ₄) ₃ (ICDD:84-2008)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri					
		KS-MDK26		KS-MDK27		KS-MDK28	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀
220-[104]	4,3774	-	-	-	-	-	-
317-[110]	4,2427	4,2831	23,92	4,3312	19,06	4,2919	20,88
999-[113]	3,6638	3,5928	100,0	3,6298	100,0	3,5999	100,0
38-[202]	3,4817	3,4633	15,49	3,4833	5,44	3,4686	6,52
230-[024]	3,0465	3,0017	35,36	3,0236	23,62	3,0101	31,80
461-[211]	2,7596	2,7234	72,06	2,7390	48,82	2,7325	57,33
139-[300]	2,4495	2,4200	17,97	2,4301	10,92	2,4224	13,73
47-[119]	2,1035	2,0864	6,79	2,0936	3,48	2,0886	6,89
100-[128]	1,9451	1,9284	15,58	1,9359	9,34	1,9339	12,49
35-[042]	1,8115	1,8180	21,67	1,8252	10,52	1,8178	16,80
45-[137]	1,7053	1,7057	9,10	1,7096	5,64	1,7057	6,81
3-[321]	1,6808	1,6951	11,80	1,6977	4,59	1,6893	6,79
14-[229]	1,5958	1,5929	13,95	1,5975	7,41	1,5896	9,52

Tablo 3.39’ da ve Şekil 3.21’ de verilen KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait FT-IR spektrum ve verileri, literatür değerleri ile karşılaştırıldığında XRD desenlerinden elde edilen sonuçları desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.21: KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.39: KS-MDK26, KS-MDK27 ve KS-MDK28 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

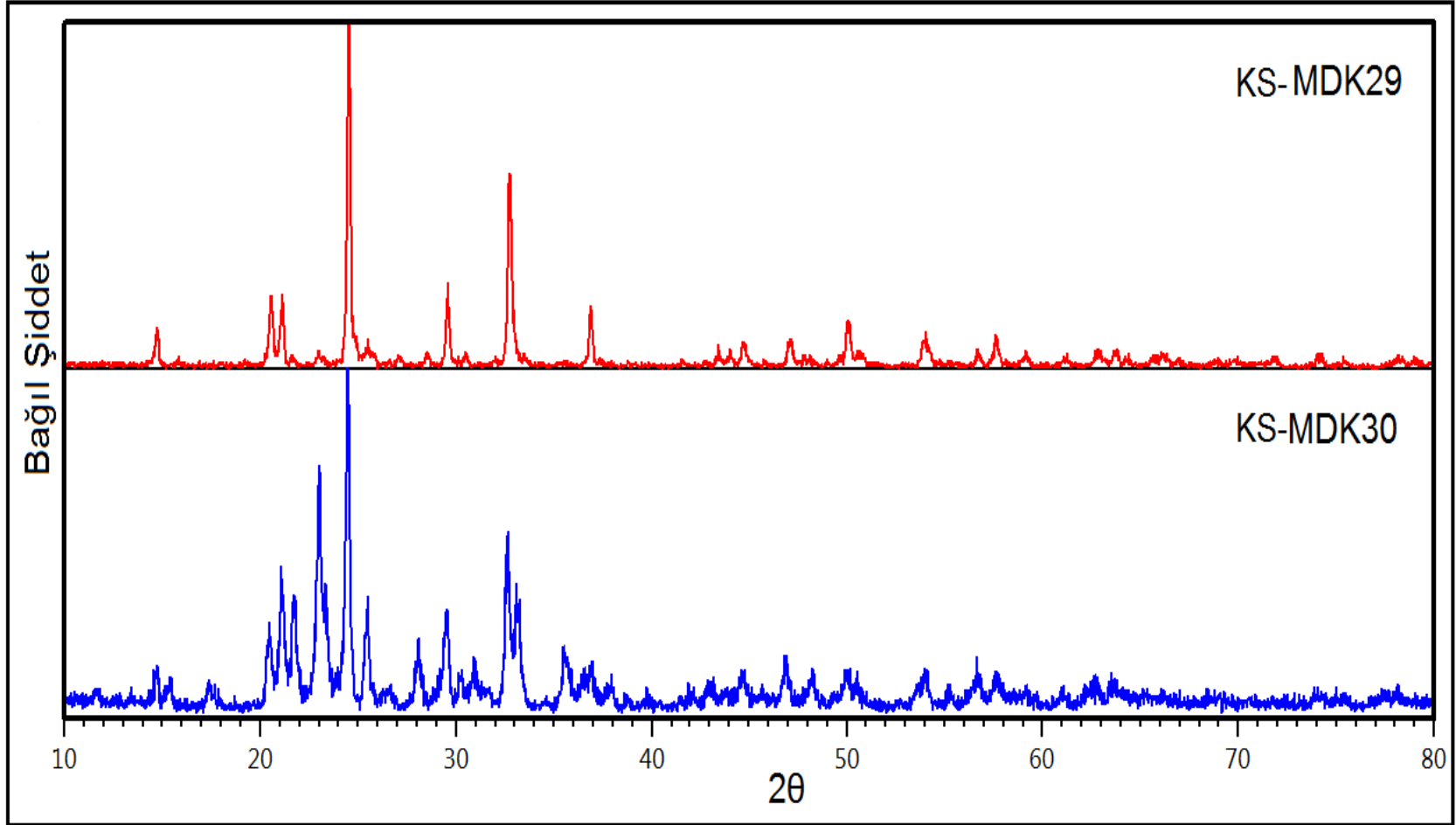
Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
$\nu_3[\text{PO}_4]^{3-}$	1012, 1013
$\nu(\text{P-O})$	1226, 1228, 978, 979, 980,
$\nu_s(\text{P-O-P})$	638
$\nu(\text{O-P-O})$	638

3.2.6 NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Al, Cr) / P⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen DeneYler ve Sonuları

Tablo 3.40: NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Al) / P⁺⁵ sisteminde gerekleřtirilen deneYler.

DeneY kodu	Başlangı kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işleM/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK29	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Al(NO ₃) ₃ .9H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	2:1:1:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi deėişmemiřtir.	Na ₂ TiAl(PO ₄) ₃
KS-MDK30	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Al(NO ₃) ₂ .9H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1:1:1:2	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin beyaz olan rengi deėişmemiřtir.	NaTiAl(PO ₄) ₃

Tablo 3.40’ da verilen KS-MDK29 ve KS-MDK30 kodlu deneYlere ait XRD desenleri incelendiėinde Na_{1,261}Ti_{1,696}Al_{0,302}(PO₄)₃ (ICSD:015-4071) bileřiėinin oluřtuėu belirlenmiřtir. Bu bileřik, hekzagonal sistemde kristallenmiř olup, R-3c(167) uzay grubunda ve a=b=8,4750 Å, c=21,7690 Å hücre parametrelerine sahiptir. Bu deneYlere ait XRD desenleri řekil 3.22’ de, verileri ise Tablo 3.41’ de verilmiřtir.

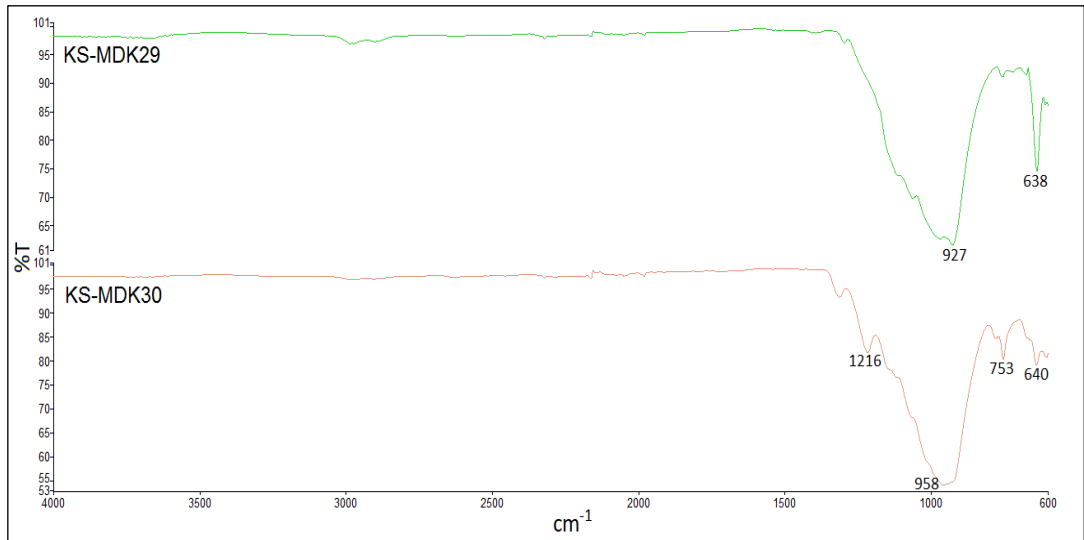


Şekil 3.22: KS-MDK29 ve KS-MDK30 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.41: KS-MDK29 ve KS-MDK30 deneylerine ait XRD verileri.

$\text{Na}_{1,261}\text{Ti}_{1,696}\text{Al}_{0,302}(\text{PO}_4)_3$ (ICSD:015-4071)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri			
		KS-MDK29		KS-MDK30	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀
16,0-[012]	6,0853	6,0028	12,31	6,0152	11,03
21,7-[104]	4,3715	4,3131	22,80	4,3347	24,35
28,8-[110]	4,2375	4,2011	24,91	4,2125	41,89
100,0-[113]	3,6592	3,6343	100,0	3,6332	100,0
3,8-[202]	3,4774	3,4927	10,41	3,4970	28,92
23,6-[024]	3,0426	3,0185	28,00	3,0249	28,21
47,7-[116]	2,7559	2,7291	54,90	2,7434	53,08
8,4-[030]	2,4465	2,4386	21,13	2,4326	10,19
16,0-[226]	1,8296	1,8236	13,32	1,8266	10,77
1,1-[229]	1,5937	1,5996	10,33	1,5998	7,17

Şekil 3.23’ de verilen FT-IR spektrumu, literatür verileri ile karşılaştırıldığında $\text{Na}_{1,261}\text{Ti}_{1,696}\text{Al}_{0,302}(\text{PO}_4)_3$ (ICSD:015-4071) ürünündeki fonksiyonel grupların varlığını ortaya koymakta ve XRD sonuçlarını desteklemektedir.



Şekil 3.23: KS-MDK29 ve KS-MDK30 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

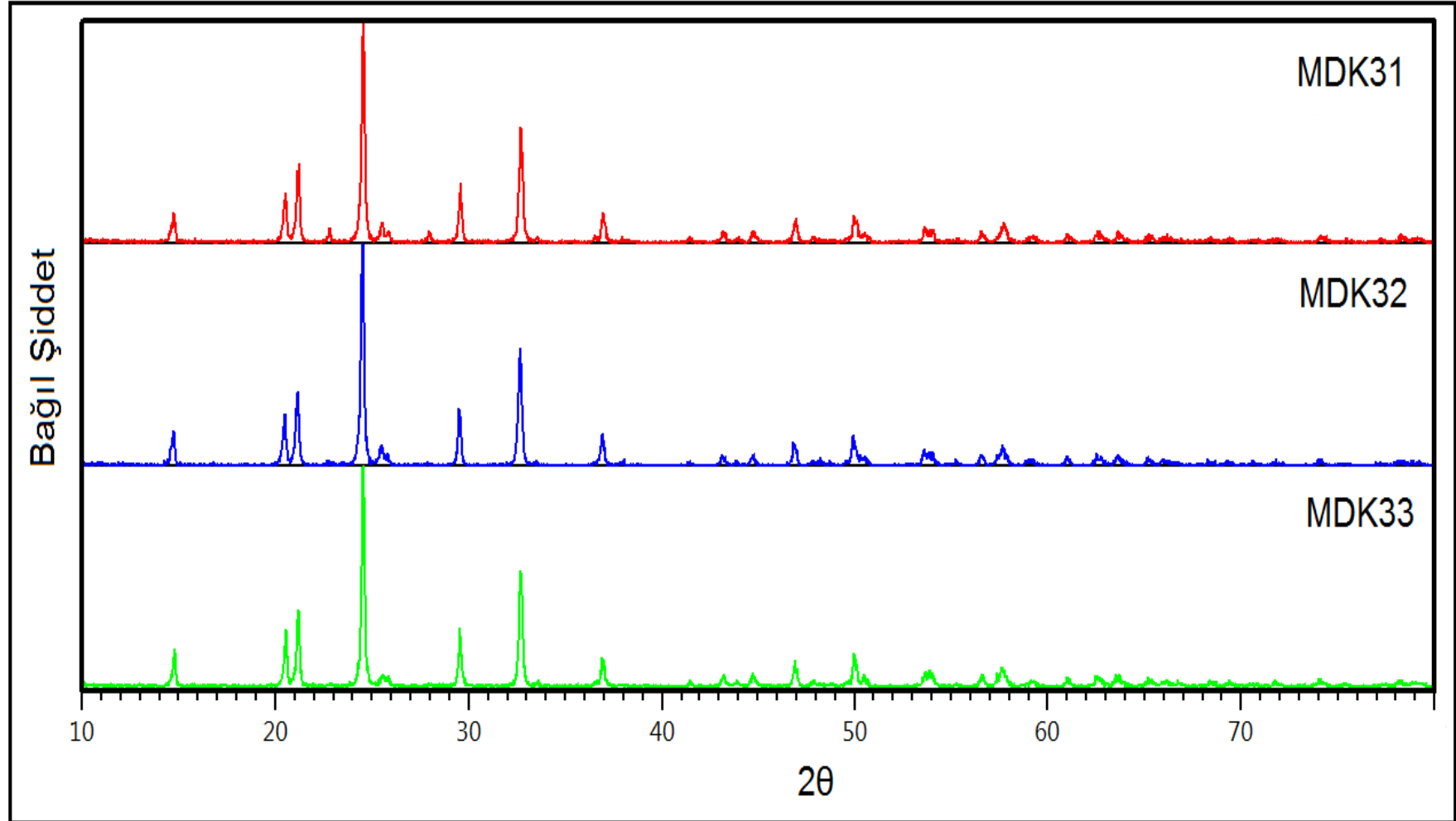
Tablo 3.42: KS-MDK29 ve KS-MDK30 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
$\nu(\text{P=O})$	1216
$\nu_1(\text{PO}_4)$	927,958
$\nu(\text{P-O})$	1216, 927, 958
$\nu_3(\text{P-O-P})$	638, 640,753

Tablo 3.43: NaH₂PO₄.2H₂O / TiO₂ / M⁺² (Cr) / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK31	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Cr(NO ₃) ₃ .9H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,01:1,99: 0,01:1,99	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin açık yeşil olan rengi değişmemiştir.	Na _{1,01} Ti _{1,99} Cr _{0,01} (PO ₄) ₃
KS-MDK32	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Cr(NO ₃) ₃ .9H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,05:1,95: 0,05:1,95	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin açık yeşil olan rengi değişmemiştir.	Na _{1,05} Ti _{1,95} Cr _{0,05} (PO ₄) ₃
KS-MDK33	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + TiO ₂ + Cr(NO ₃) ₃ .9H ₂ O + (NH ₄)H ₂ PO ₄	1,1:1,9: 0,1:1,9	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin açık yeşil olan rengi değişmemiştir.	Na _{1,1} Ti _{1,9} Cr _{0,1} (PO ₄) ₃

KS-MDK31, KS-MDK32 ve KS-MDK33 deneylerine ait XRD desenleri Şekil 3.24' de, verileri ise Tablo 3.45' de verilmiştir. Elde edilen ürünlere ait XRD desenleri ayrı ayrı incelendiğinde R-3c(167) uzay grubunda, rombohedral kristal yapılı, a=b=8,485 Å, c=21,799 Å parametrelerine sahip NaTi₂(PO₄)₃ (ICDD:84-2008) bileşiğinin oluştuğu Cr⁺² iyonunun yapıya girdiği belirlenmiştir.

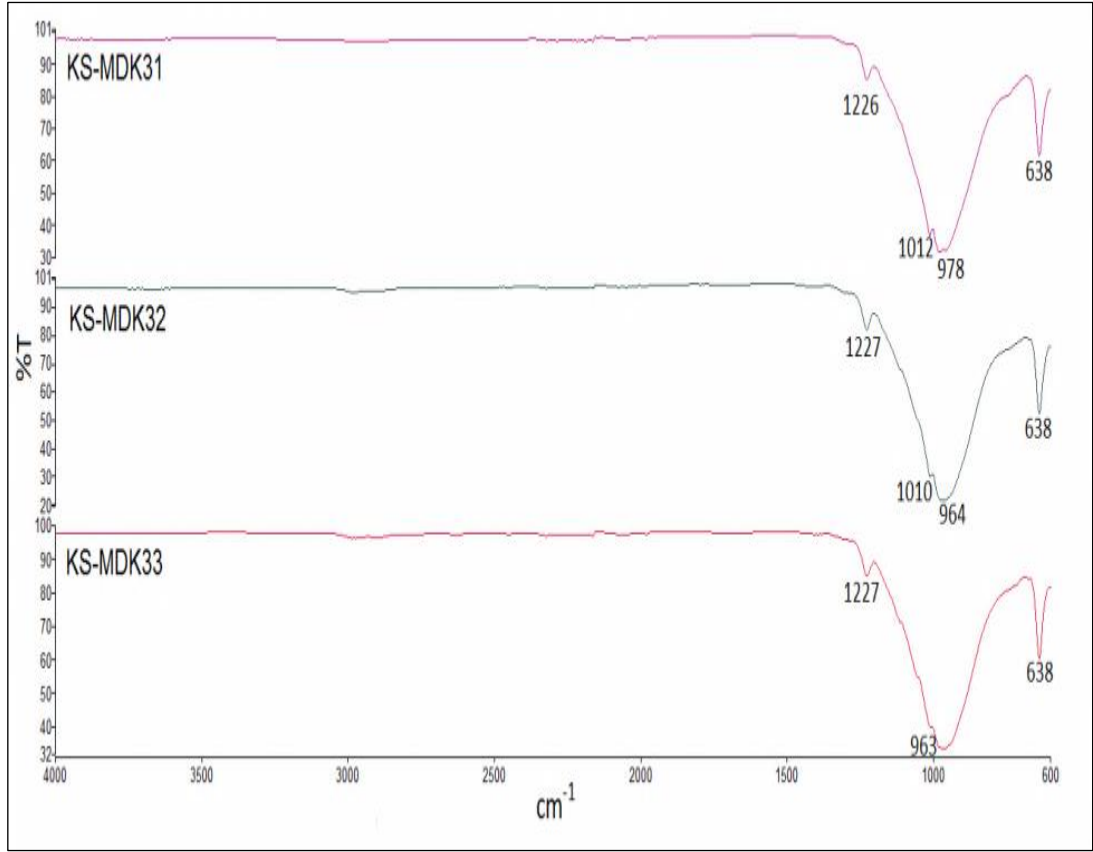


Şekil 3.24: KS-MDK31, KS-MDK32 ve KS-MDK33 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.44: MDK31, MDK32 ve MDK33 deneylerine ait XRD verileri.

NaTi₂(PO₄)₃ (ICDD:84-2008)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri					
		KS-MDK31		KS-MDK32		KS-MDK33	
I/I₀-hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I₀	Deneysel d[Å]	I/I₀	Deneysel d[Å]	I/I₀
14-[012]	6,0950	5,9959	11,32	5,9954	14,52	5,9863	13,27
20-[104]	4,3770	4,3238	21,54	4,3341	22,84	4,3240	22,92
32-[110]	4,2450	4,1849	33,71	4,2017	31,70	4,1916	34,74
100-[113]	3,6660	3,6251	100,0	3,6340	100,0	3,6273	100,0
4-[202]	3,4850	3,4800	7,34	3,4920	8,48	3,4870	4,21
28-[024]	3,0480	3,0212	23,30	3,0277	26,37	3,0222	21,58
64-[211]	2,7590	2,7389	51,60	2,7445	49,67	2,7402	52,12
16-[300]	2,4520	2,4323	11,30	2,4354	14,54	2,4340	12,93
15-[128]	1,9455	1,9352	9,16	1,9382	8,90	1,9353	10,11
16-[226]	1,8330	1,8219	9,35	1,8263	11,27	1,8238	12,43
11-[410]	1,6048	1,5953	8,09	1,5981	8,36	1,5986	8,18

Şekil 3.25’ de verilen FT-IR spektrum bantları, literatür verileri ile karşılaştırıldığında ürün oluşumu desteklenmektedir. Yapıdaki fonksiyonel grupların varlığı Tablo 3.45’ de verilen FT-IR verilerinden de görülmektedir.



Şekil 3.25: KS-MDK31, KS-MDK32 ve KS-MDK33 deneylerine ait FT-IR spektrum.

Tablo 3.45: KS-MDK31, KS-MDK32 ve KS-MDK33 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

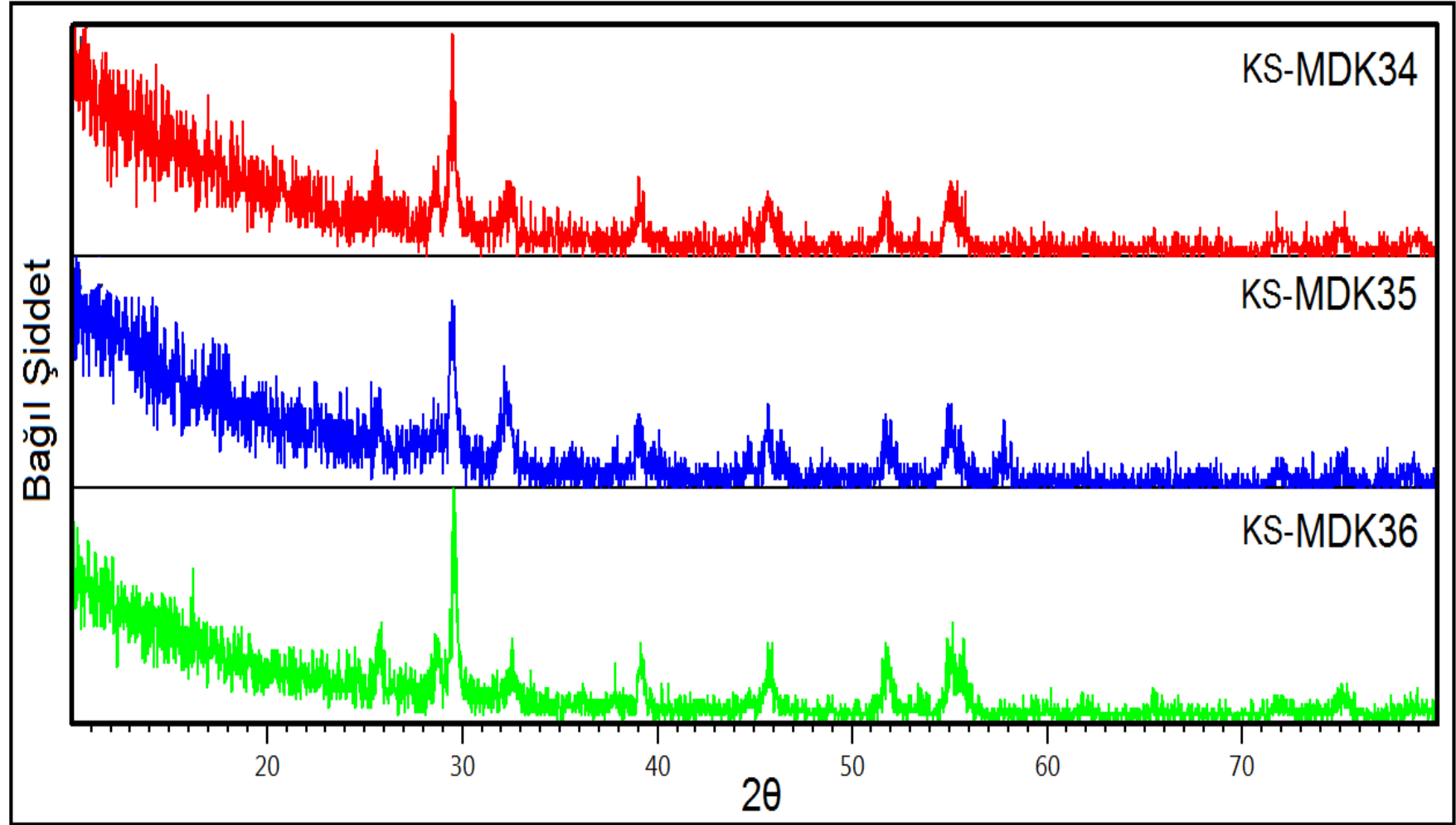
Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
$\nu_3[\text{PO}_4]^{3-}$	1012, 1010
$\nu(\text{P-O})$	1227, 1226, 963, 964, 978
$\nu_s(\text{P-O-P})$	638
$\nu(\text{O-P-O})$	638

3.2.7 $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} / \text{M}^{+2}$ (M: Ca, Sr) / MnO_2 Sisteminde Gerçekleştirilen DeneYler ve Sonuları

Tablo 3.46: $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} / \text{M}^{+2}$ (M:Ca) / MnO_2 sisteminde gerekleřtirilen deneYler.

DeneY kodu	Bařlangı kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan iřlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK34	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} + \text{MnO}_2$	1:1	800 W / 20 dakika 700°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi koyu gri olmuřtur.	LaMnO_3
KS-MDK35	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} + \text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + \text{MnO}_2$	0,99:0,01:1	800 W / 20 dakika 700°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi koyu gri olmuřtur. + 800°C / 2 saat Maddenin koyu gri olan rengi deęiřmemiřtir.	$\text{La}_{0,99}\text{Ca}_{0,01}\text{MnO}_3$
KS-MDK36	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} + \text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + \text{MnO}_2$	0,95:0,05:1	800 W / 20 dakika 700°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi koyu gri olmuřtur.	$\text{La}_{0,95}\text{Ca}_{0,05}\text{MnO}_3$

$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} / \text{M}^{+2}$ (M:Ca) / MnO_2 sisteminde gerekleřtirilen deneYler Tablo 3.46’ da verilmiřtir. Őekil 3.26’ da verilen XRD desenleri incelendięinde hexagonal yapıda, hücre parametreleri $a=b=5,5160 \text{ \AA}$ $c=15,6390 \text{ \AA}$ ve uzay grubu R-3c(167) olan $\text{La}_{0,96}\text{MnO}_{3,67}$ (ICSD:016-3474) bileřięinin sentezlendięi görölmektedir. DeneYlere ait XRD verileri Tablo 3.47’ de verilmiřtir.

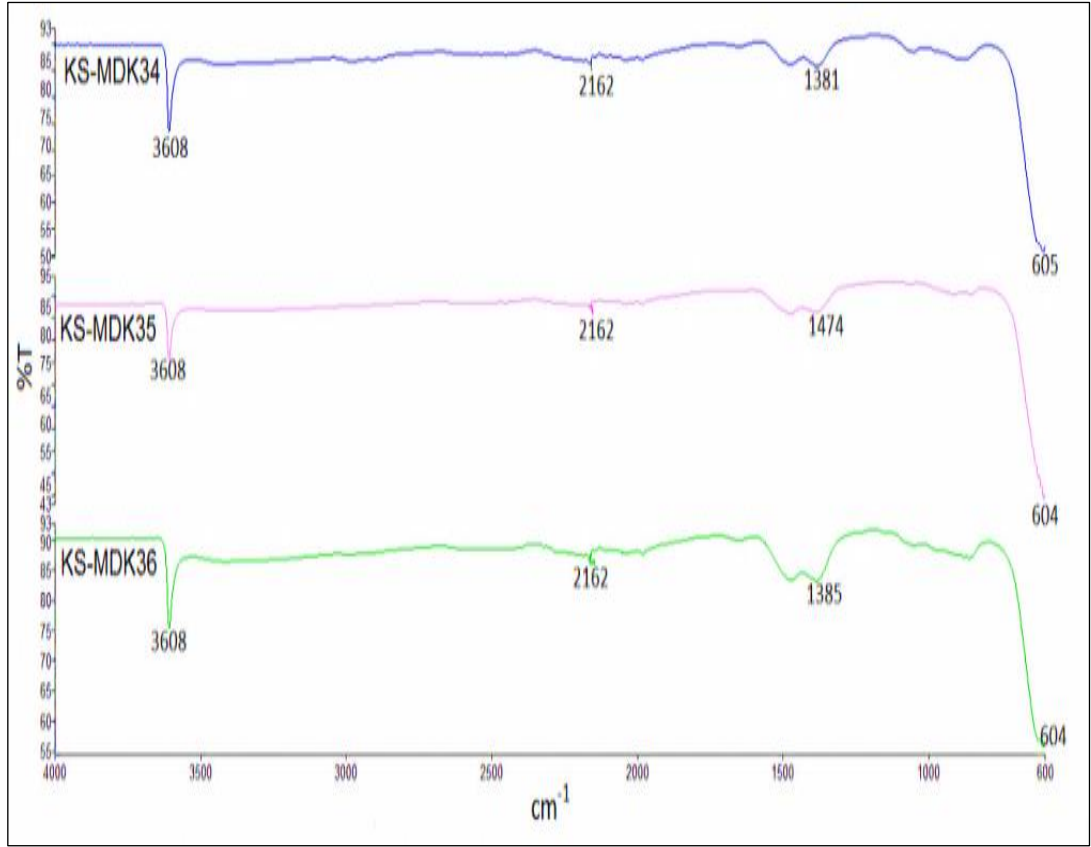


Şekil 3.26: KS-MDK34, KS-MDK35 ve KS-MDK36 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.47: KS-MDK34, KS-MDK35 ve KS-MDK36 deneylerine ait XRD verileri.

La_{0,96}MnO_{3,67} (ICSD:016-3474)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri					
		KS-MDK34		KS-MDK35		KS-MDK36	
I/I₀-hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I₀	Deneysel d[Å]	I/I₀	Deneysel d[Å]	I/I₀
22-[012]	4,0764	-	-	3,9459	20,47	-	-
100-[104]	3,0255	3,0284	100,0	3,0412	100,0	3,0213	100,0
75-[110]	2,7580	2,7486	22,25	2,7633	51,56	2,7516	25,11
21-[202]	2,2843	2,2723	12,87	2,3073	36,96	2,3015	29,59
56-[024]	2,0382	1,9827	31,59	1,9846	50,74	1,9809	34,58
6-[122]	1,7592	1,7662	31,49	1,7690	32,27	1,7638	32,44
19-[208]	1,5127	1,5348	7,68	1,5954	17,09	1,5991	7,94
12-[220]	1,3790	1,3815	3,78	1,3690	6,49	1,3927	4,25
11-[134]	1,2548	1,2911	13,02	1,3065	14,75	1,2648	13,26
4-[226]	1,2189	1,2226	4,94	1,2319	22,44	1,2294	7,88

Şekil 3.27’ de verilen FT-IR spektrum bantları, literatür verileri ile karşılaştırıldığında ürün oluşumunu ve XRD sonuçları desteklenmektedir. Yapıdaki fonksiyonel grupların varlığı Tablo 3.48’ de verilen FT-IR verilerinden de görülmektedir.



Şekil 3.27: KS-MDK34, KS-MDK35 ve KS-MDK36 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.48: KS-MDK34, KS-MDK35 ve KS-MDK36 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
Mn-O	604, 605
La	3608

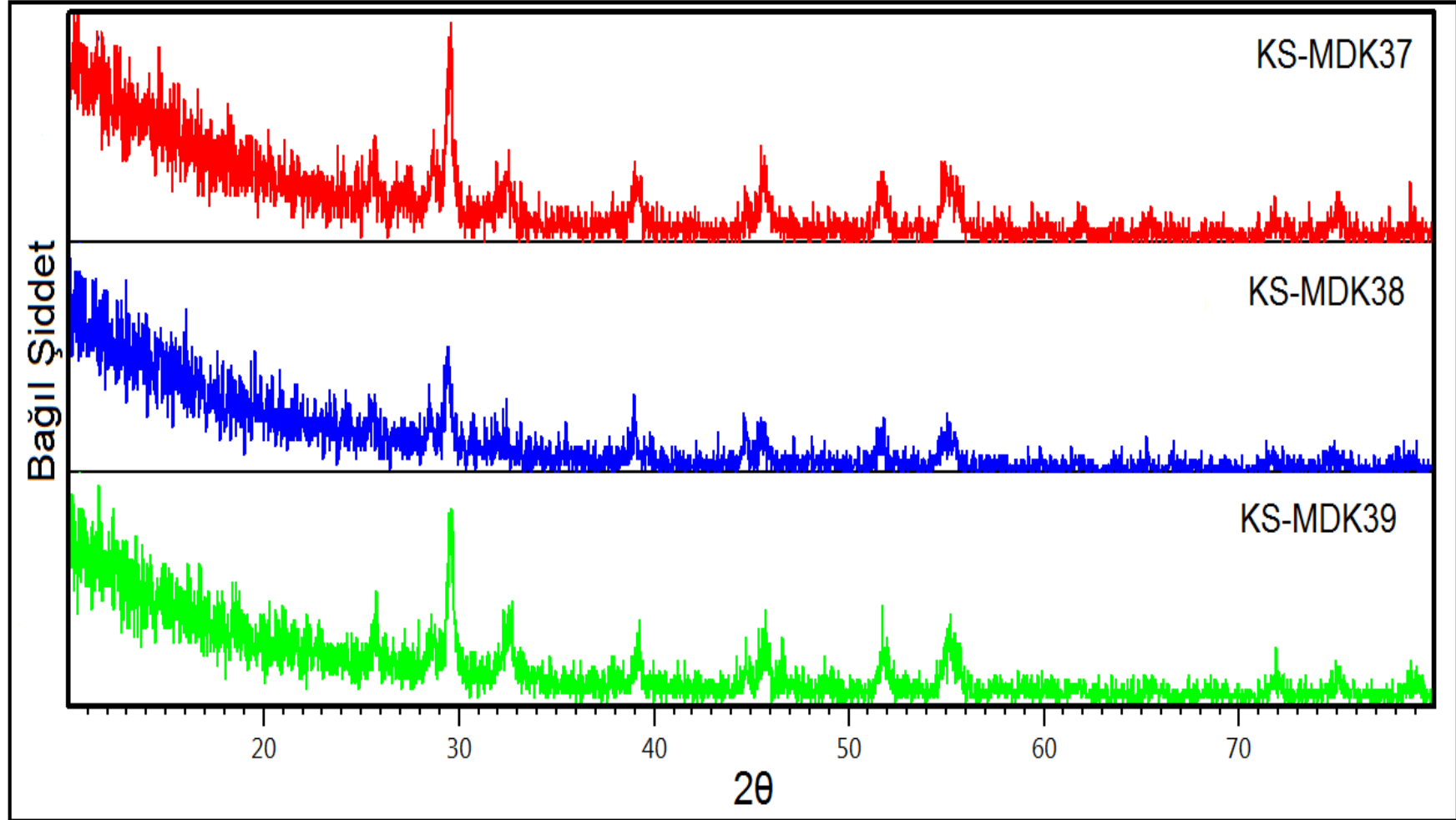
Tablo 3.49: La(NO₃)₃.xH₂O / M⁺² (M: Sr) / MnO₂ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK37	La(NO ₃) ₃ .xH ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + MnO ₂	0,99:0,01:1	800 W / 20 dakika 700°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi koyu gri olmuştur.	La _{0,99} Sr _{0,01} MnO ₃

Tablo 3.49: (Devam).

KS-MDK38	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + MnO_2	0,95:0,05:1	800 W / 20 dakika 700°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi koyu gri olmuştur.	$\text{La}_{0,95}\text{Sr}_{0,05}\text{MnO}_3$
KS-MDK39	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ + MnO_2	0,65:0,1: 0,2:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi koyu gri olmuştur.	$\text{La}_{0,65}\text{Sr}_{0,1}\text{Ca}_{0,2}\text{MnO}_3$

$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / M^{+2} (M:Sr) / MnO_2 sisteminde gerçekleştirilen deneyler Tablo 3.49' da verilmiştir. Şekil 3.28' de verilen XRD desenleri incelendiğinde içerisinde safsızlık barındıran $\text{La}_{0,96}\text{MnO}_{3,67}$ (ICSD:016-3474) ürününün sentezlendiği görülmektedir. Gerçekleştirilen deneylere ait XRD verileri Tablo 3.50' de verilmiştir.

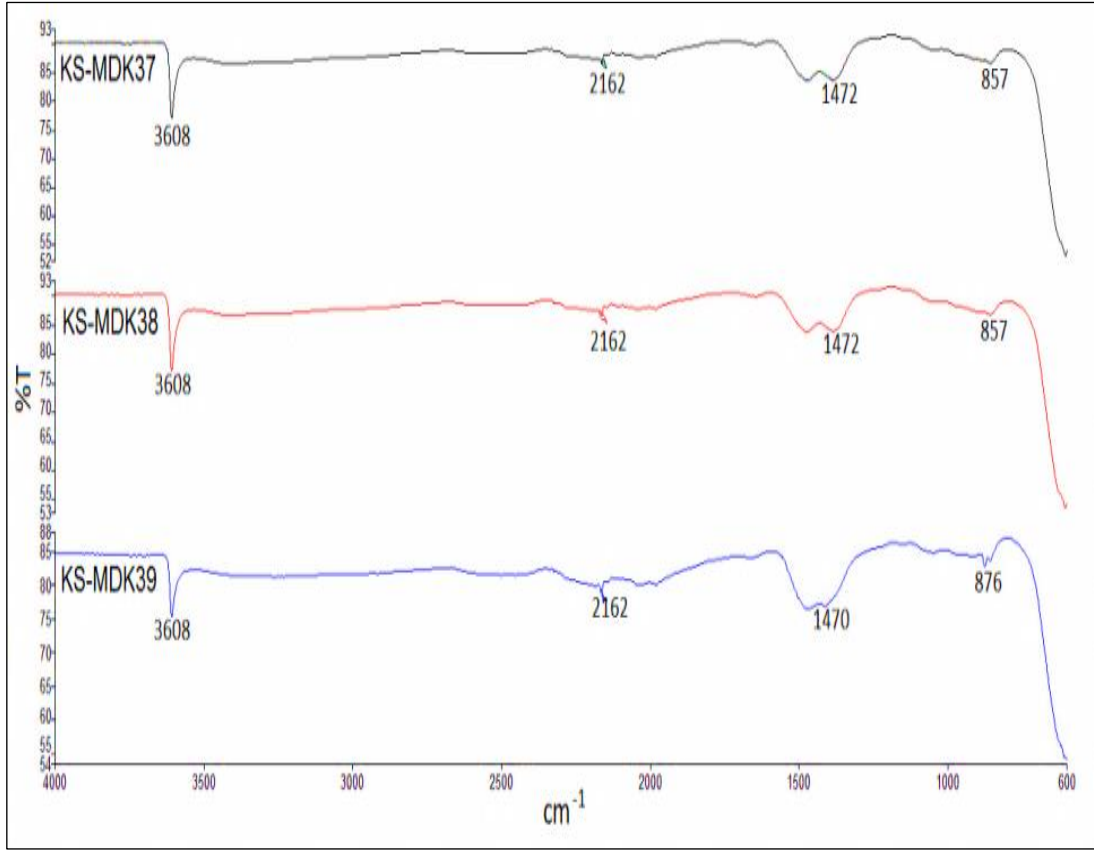


Şekil 3.28: KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.50: KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait XRD verileri.

La_{0,96}MnO_{3,67} (ICSD:016-3474)		Deneyisel ürünlere ait XRD verileri					
		KS-MDK37		KS-MDK38		KS-MDK39	
I/I₀-hkl	d[Å]	Deneysel [Å]	I/I₀	Deneysel [Å]	I/I₀	Deneysel [Å]	I/I₀
22-[012]	4,0764	-	-	3,8294	23,35	-	-
100-[104]	3,0255	3,0199	100,0	3,0355	100,0	3,0107	100,0
75-[110]	2,7580	2,7550	28,72	2,7618	31,58	2,7450	46,56
21-[202]	2,2843	2,3051	27,51	2,3083	54,36	2,3009	27,93
56-[024]	2,0382	1,9881	29,99	1,9886	39,54	1,9816	40,64
6-[122]	1,7592	1,7669	27,40	1,7687	33,88	1,7651	35,60
19-[208]	1,5127	1,6026	12,64	1,5752	14,87	1,6488	26,43
12-[220]	1,3790	1,3786	3,64	1,4068	17,17	1,4274	4,93
11-[134]	1,2548	1,2652	19,34	1,2675	40,76	1,2657	11,30
4-[226]	1,2189	1,2145	23,20	1,2102	11,22	1,2111	9,12

Şekil 3.29’ da KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait FT-IR spektrumu verilmiştir. Tablo 3.51’ da bu deneylere ait FT-IR spektrum verileri [66] yer almaktadır. Bu veriler, literatür ile uyumludur.



Şekil 3.29: KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.51: KS-MDK37, KS-MDK38 ve KS-MDK39 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
Mn-O	604, 605
La	3608

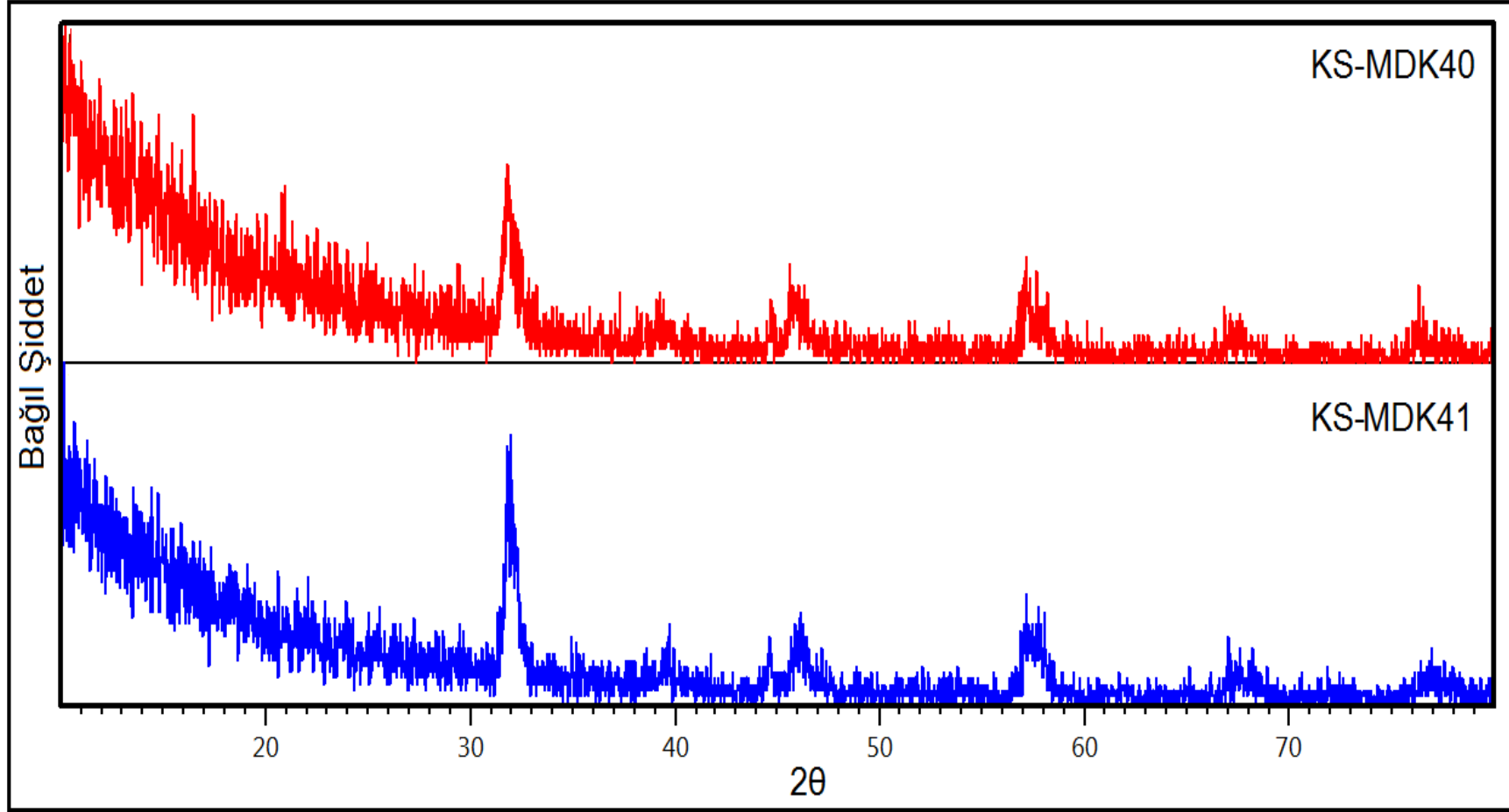
3.2.8 $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ Sisteminde Gerçekleştirilen DeneYler ve Sonuları

Tablo 3.52: $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sisteminde gerekleřtirilen deneYler.

DeneY kodu	Başlangı kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan iřlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK40	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,7:0,25 :0,05:1	800 W / 30 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin kiremit rengi koyu gri olmuřtur. + 800°C / 2 saat Maddenin koyu gri rengi siyah olmuřtur.	$\text{La}_{0,7}\text{Ca}_{0,25}\text{Sr}_{0,05}\text{FeO}_3$
KS-MDK41	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	0,7:0,2: 0,1:1	800 W / 30 dakika + 800°C / 2 saat Maddenin kiremit rengi koyu kahverengi olmuřtur. + 800°C / 2 saat Maddenin koyu kahverengi olan rengi siyah olmuřtur.	$\text{La}_{0,7}\text{Ca}_{0,2}\text{Sr}_{0,1}\text{FeO}_3$

Tablo 3.52’ de $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sisteminde gerekleřtirilen deneYler verilmiřtir. Bu deneYlere ait Őekil 3.30’ da verilen XRD desenleri incelendiĐinde hedeflenen ürün yerine $\text{SrFeO}_{2,5939}$ (ICSD:015-4940)

bileşiminin elde edildiği bulunmuştur. Bu bileşik, Pm-3m(221) uzay grubunda, kübik kristal yapısında ve $a=b=c=3,880 \text{ \AA}$ parametrelerinin olduğu bulunmuştur. Tablo 3.53’ de deneylere ait XRD “d” değerleri verilmiştir.

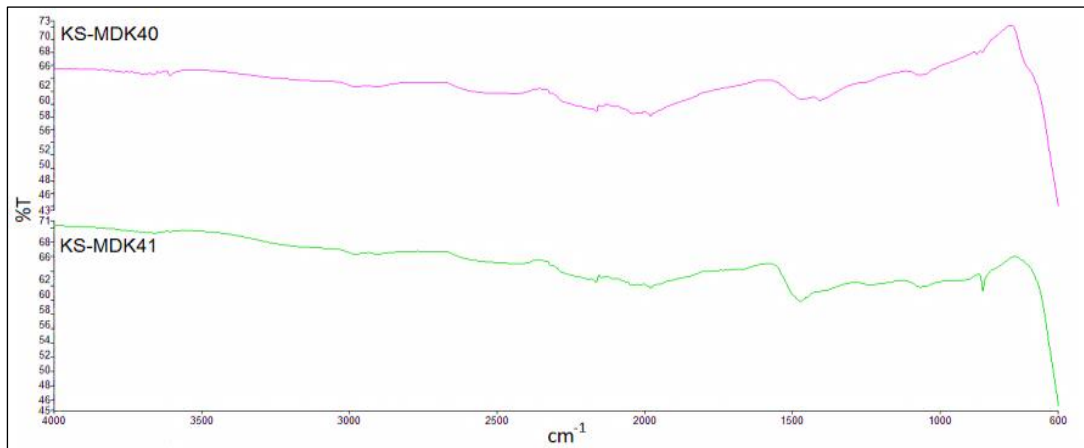


Şekil 3.30: KS-MDK40 ve KS-MDK41 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.53: KS-MDK40 ve KS-MDK41 deneylerine ait XRD verileri.

SrFeO _{2,5939} (ICSD:015-4940)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri			
		KS-MDK40		KS-MDK41	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀
1,9-[002]	3,9725	-	-	4,0128	15,81
100,0-[022]	2,8089	2,8280	100,0	2,8112	100,0
9,8-[222]	2,2935	2,2966	19,79	2,2766	12,71
28,1-[004]	1,9862	1,9770	65,77	1,9785	43,45
1,0-[024]	1,7765	1,7696	10,13	-	-
26,3-[024]	1,6217	1,61023	54,27	1,6119	44,06
10,4-[044]	1,4044	1,3928	29,37	1,3965	18,25
0,0-[135]	1,3429	1,3465	24,35	-	-
0,3-[244]	1,3241	1,3146	10,61	1,3270	8,98
7,1-[026]	1,2562	1,2449	21,20	1,2452	25,12
1,1-[226]	1,1977	-	-	-	-
2,2-[444]	1,1467	-	-	-	-
0,2-[046]	1,1017	-	-	-	-

Gerçekleştirilen deneylere ait FT-IR spektrumu Şekil 3.31’ de verilmiştir. Ancak FT-IR spektrumlarında istenilen bant değerleri elde edilememiştir.



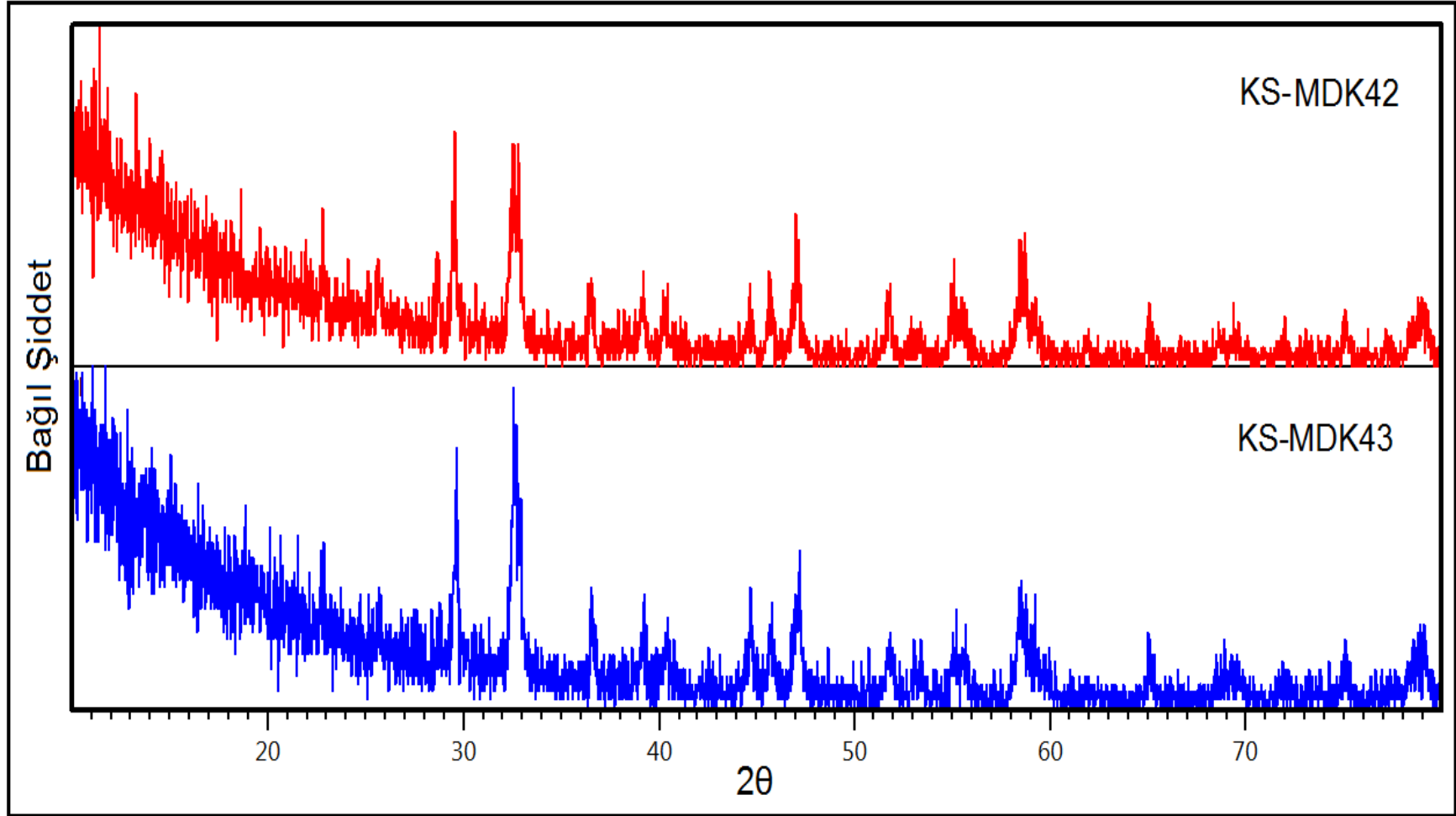
Şekil 3.31: KS-MDK40 ve KS-MDK41 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

3.2.9 $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Sisteminde Gerçekleştirilen DeneYler ve Sonuları

Tablo 3.54: $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ / $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ / $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sisteminde gerekleřtirilen deneYler.

DeneY kodu	Başlangı kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan iřlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK42	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,95:0,05:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin koyu gri olan rengi deėiřmemiřtir.	$\text{La}_{0,95}\text{Sr}_{0,05}\text{CoO}_3$
KS-MDK43	$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ + $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ + $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi deėiřmemiřtir.	$\text{La}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{CoO}_3$

Tablo 3.54’ de KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneYleri, belirlenen mol oranlarında ve kořullarda gerekleřtirilmiřtir. Gerekleřtirilen reaksiyonlar sonucunda elde edilen ürünlerin XRD desenleri Őekil 3.32’ de verilmiřtir. Bu ürünlerin XRD desenleri incelendiėinde Pm-3m(221) uzay grubunda, kúbik kristal yapılı ve $a=b=c=3,820 \text{ \AA}$ parametrelerinde LaCoO_3 (ICDD:75-0279) bileřiřinin sentezlendiėi belirlenmiřtir. Sr^{+2} iyonu yapıya katkılanmıřtır. Tablo 3.55’ de bu bileřiře ait ve teorik “d” deėerleri karřılařtırılmıřtır.

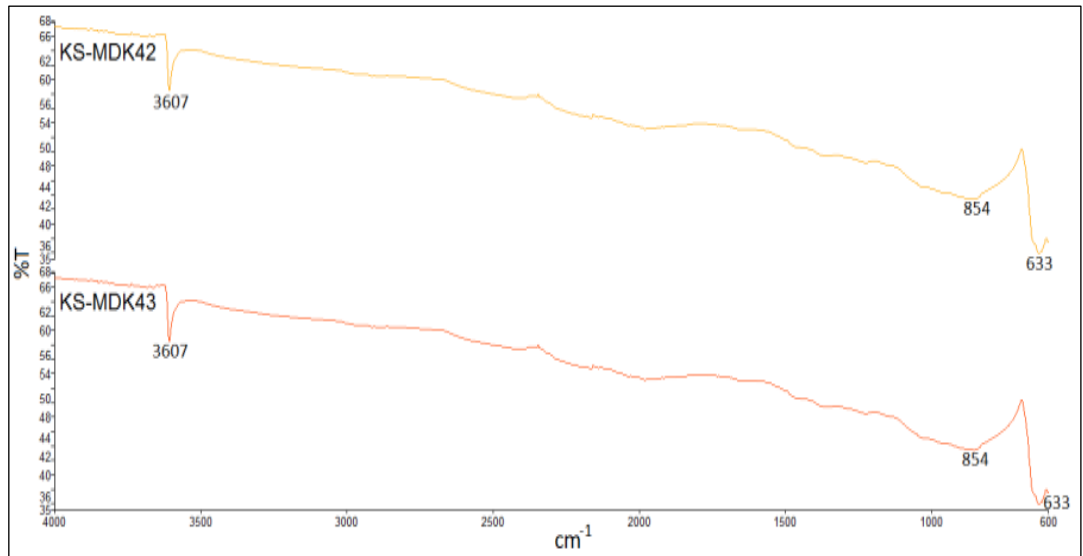


Şekil 3.32: KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.55: KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneylerine ait XRD verileri.

LaCoO ₃ (ICDD:75-0279)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri			
		KS-MDK42		KS-MDK43	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀
149-[100]	3,8200	3,8930	24,14	-	-
999-[110]	2,7011	2,7314	100,0	2,7467	100,0
177-[111]	2,2054	2,2417	17,51	2,2336	19,80
21-[200]	1,9100	1,9295	41,35	1,9250	62,53
56-[210]	1,7083	1,7265	7,56	1,7135	13,52
282-[211]	1,5595	1,5728	41,18	1,5778	48,37
125-[220]	1,3505	1,3669	11,08	1,3662	12,02
25-[221]	1,2733	1,2778	2,30	1,2827	5,07
93-[310]	1,2079	1,2338	1,54	1,2090	21,77
36-[311]	1,1517	-	-	-	-
33-[222]	1,1027	-	-	-	-

LaCoO₃ (ICDD:75-0279) bileşiminin oluşumunu destekleyen FT-IR spektrumu Şekil 3.33' de; spektrum verileri [67] ise Tablo 3.56' da verilmektedir.



Şekil 3.33: KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.56: KS-MDK42 ve KS-MDK43 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
La-O	3607
Co-O	633

3.2.10 M⁺² (M: Ca, La, Co, Ni) / Sr(NO₃)₂ / Fe(NO₃)₃.9H₂O Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

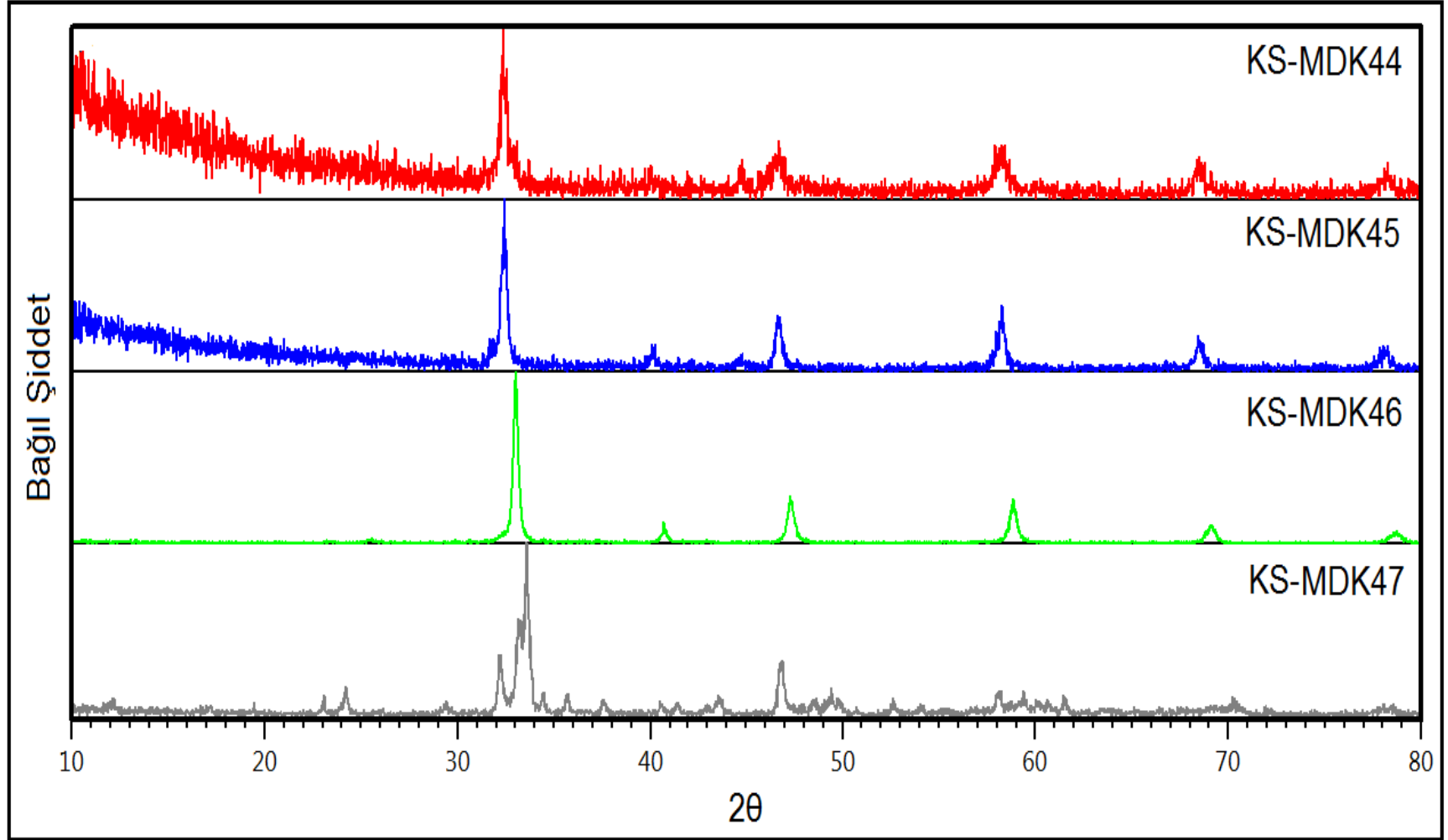
Tablo 3.57: M⁺² (M: Ca) / Sr(NO₃)₂ / Fe(NO₃)₃.9H₂O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK44	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,5:0,5:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi siyah olmuştur	Ca _{0,5} Sr _{0,5} FeO ₃
KS-MDK45	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,1:0,9:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi siyah olmuştur	Ca _{0,1} Sr _{0,9} FeO ₃
KS-MDK46	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,2:0,8:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	Ca _{0,2} Sr _{0,8} FeO ₃
KS-MDK47	Ca(NO ₃) ₂ .4H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi koyu kahve olmuştur.	Ca _{0,9} Sr _{0,1} FeO ₃

Tablo 3.57' de M^{+2} (M: Ca) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde belirli mol oranlarında gerçekleştirilen deneyler verilmiştir. Bu deneylere ait Şekil 3.34' de verilen XRD desenleri incelendiğinde KS-MDK44 ve KS-MDK45 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde kübik yapıda, hücre parametreleri $a=b=c=3,86 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pm-3m(221)$ olan $SrFeO_{3-x}$ (ICDD:34-0638) bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Deneylere ait deneysel XRD verileri Tablo 3.58' de verilmiştir.

KS-MDK46 kodlu deneye ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen $Ca_{0,2}Sr_{0,8}FeO_3$ (ICSD:009-2334) bileşiği sentezlenmiştir. Bu bileşik kübik sistemde kristallenmiş olup, hücre parametreleri $a=b=c=3,8370 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pm-3m(221)$ şeklindedir. Bu deneye ait XRD verileri Tablo 3.60' de verilmiştir.

KS-MDK47 kodlu deneye ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen $Ca_{0,9}Sr_{0,1}FeO_3$ (ICSD:009-2331) bileşiğinin elde edildiği bulunmuştur. Bu bileşik $Pnma(62)$ uzay grubunda, ortorombik kristal yapısında, $a=5,3530 \text{ \AA}$, $b=7,5550 \text{ \AA}$ ve $c=5,3410 \text{ \AA}$ parametrelerine sahiptir. Deneylere ait deneysel XRD verileri Tablo 3.62' de verilmiştir.

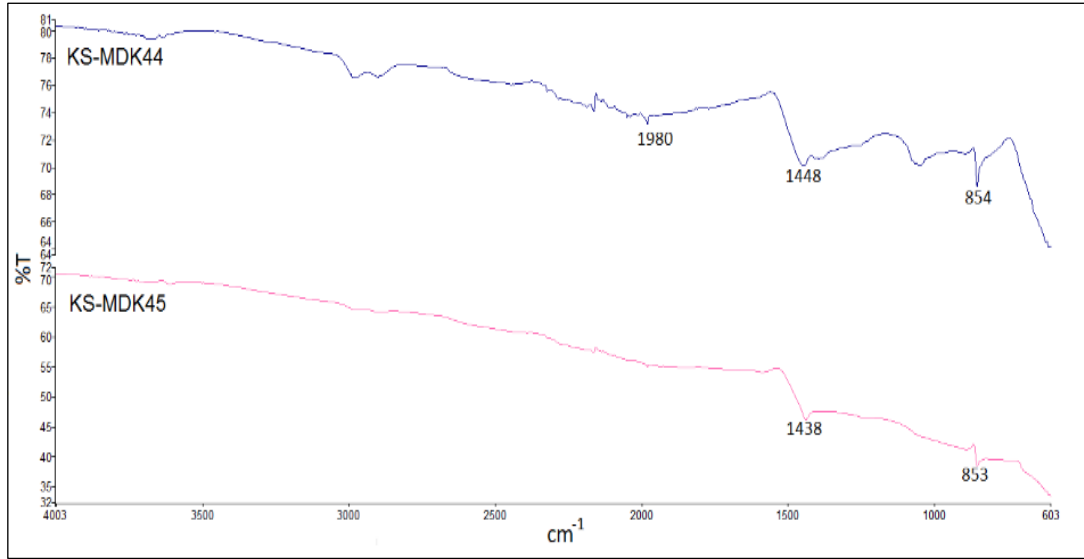


Şekil 3.34: KS-MDK44, KS-MDK45, KS-MDK46 ve KS-MDK47 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.58: KS-MDK44 ve KS-MDK45 deneylerine ait XRD verileri.

SrFeO _{3-x} (ICDD:34-0638)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri			
		KS-MDK44		KS-MDK45	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]
3-[100]	3,860	-	3-[100]	3,860	-
100-[110]	2,740	2,7679	100-[110]	2,740	2,7679
12-[111]	2,230	2,2567	12-[111]	2,230	2,2567
45-[200]	1,940	1,9471	45-[200]	1,940	1,9471
60-[211]	1,580	1,5832	60-[211]	1,580	1,5832
30-[220]	1,370	1,3708	30-[220]	1,370	1,3708

KS-MDK44 ve KS-MDK45 deneylerine ait Şekil 3.35’ de yer alan FT-IR spektrumu ve Tablo 3.59’ da verilen FT-IR spektrum verileri ile literatür değerleri karşılaştırıldığında yapısal oluşumları ve XRD sonuçlarını desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.35: KS-MDK44 ve KS-MDK45 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

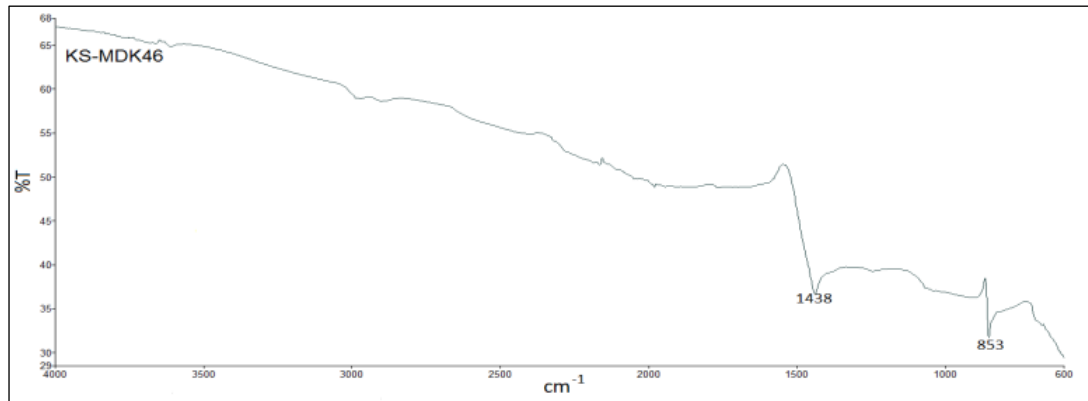
Tablo 3.59: KS-MDK44 ve KS-MDK45 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
Sr-Fe-O	854, 853
O-O	1438, 1448

Tablo 3.60: KS-MDK46 deneyine ait XRD verileri.

KS-MDK46			
$\text{Ca}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{FeO}_3$ (ICSD:009-2334)		Deneysel ürüne XRD verileri	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀
0,2-[001]	3,8370	3,8158	0,73
100-[011]	2,7131	2,7112	100,0
13-[111]	2,2152	2,2186	12,72
37,5-[002]	1,9185	1,9227	26,50
0,4-[012]	1,7159	-	-
30,7-[112]	1,5664	1,5702	19,69
17,3-[022]	1,3565	1,3593	9,62
0,3-[122]	1,2790	1,2525	0,39
10,7-[013]	1,2133	1,2165	5,41
2,7-[113]	1,1569	-	-

Şekil 3.36' da KS-MDK46 deneylerine ait FT-IR spektrumu verilmiştir. Tablo 3.61' de bu deneylere ait FT-IR spektrum verileri yer almaktadır. Bu veriler, literatür ile uyumludur.



Şekil 3.36: KS-MDK46 deneyine ait FT-IR spektrumu.

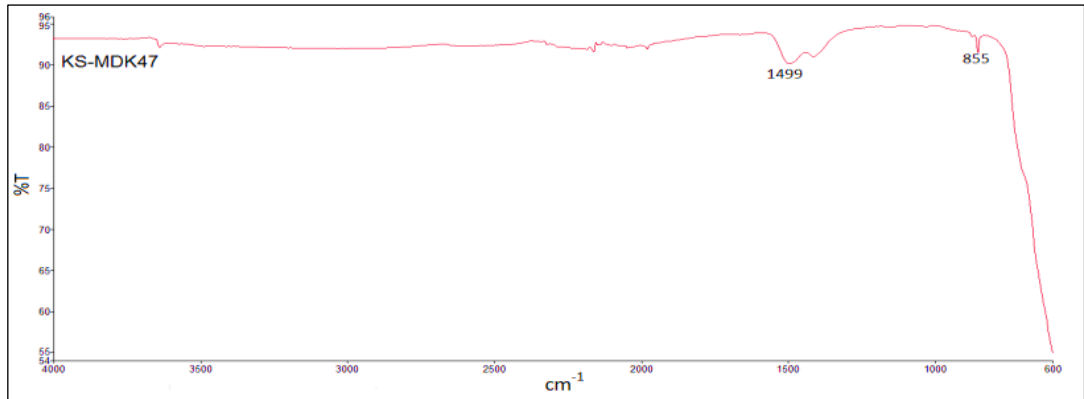
Tablo 3.61: KS-MDK46 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
Sr-Fe-O	853
O-O	1438

Tablo 3.62: KS-MDK47 deneyine ait XRD verileri.

KS-MDK47			
Ca_{0,9}Sr_{0,1}FeO₃ (ICSD:009-2331)		Deneysel ürüne ait XRD verileri	
I/I₀	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I₀
10,6-[101]	3,7808	-	-
25,8-[200]	2,6765	2,6985	61,89
100,0-[121]	2,6722	2,6691	100,0
23,6-[002]	2,6705	2,6017	15,57
1,3-[210]	2,5228	2,5171	13,06
37,2-[202]	1,8904	1,8941	5,44
21,1-[040]	1,8887	1,8709	8,14
1,3-[212]	1,8339	1,8423	12,62
13,2-[321]	1,5444	1,5553	14,95
14,7-[242]	1,3361	1,3399	5,67

Şekil 3.37' de ve Tablo 3.63' de verilen KS-MDK47 kodlu deneyin sonucunda elde edilen ürüne ait FT-IR spektrumları ve verileri, literatür değerleri karşılaştırıldığında oluşumu ve XRD sonuçlarını desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.37: KS-MDK47 deneyine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.63: KS-MDK47 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm⁻¹)
Fe-O	855
O-O	1499

Tablo 3.64: M^{+2} (M: La) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

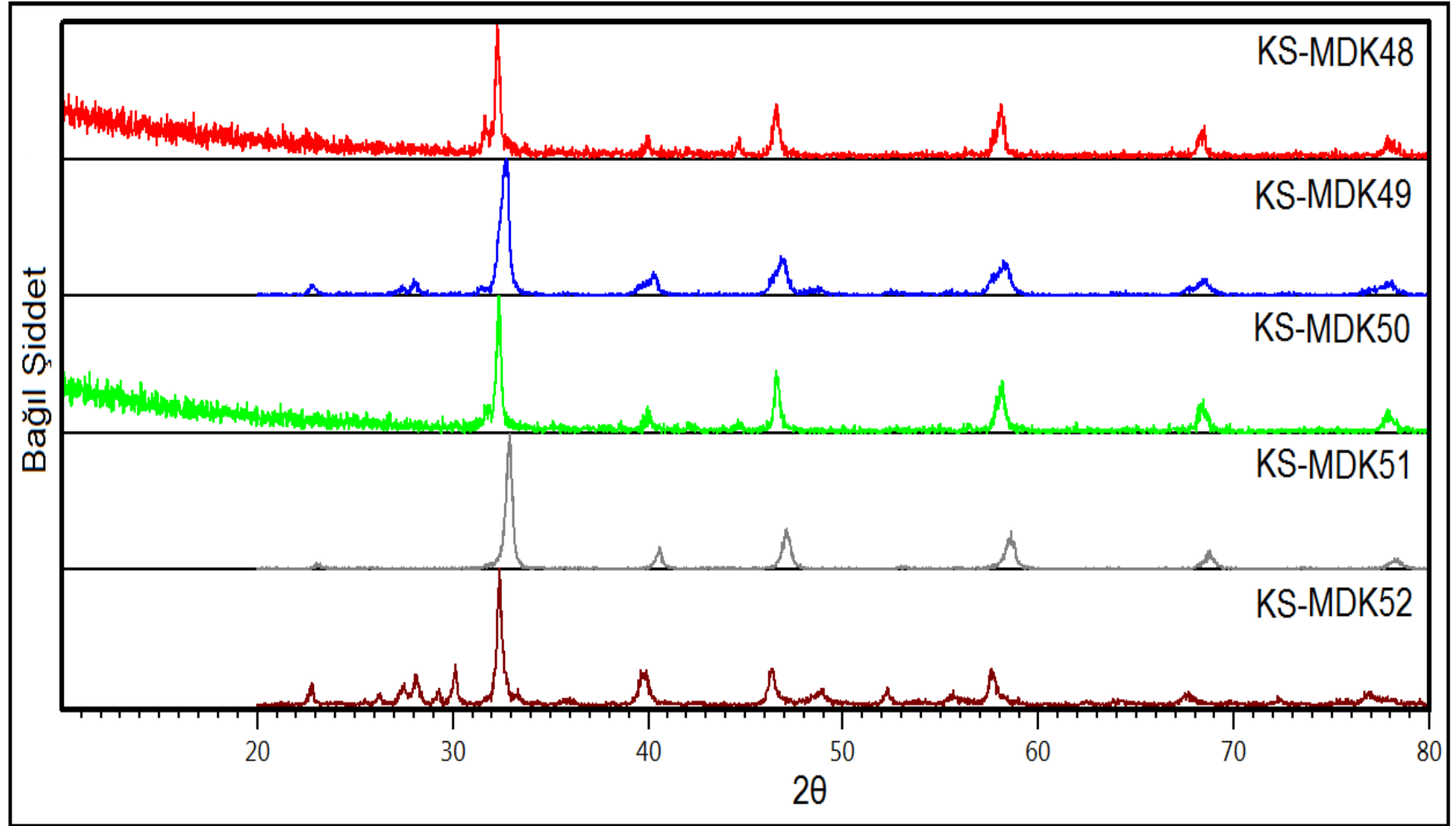
Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK48	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,05:0,95:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	$La_{0,05}Sr_{0,95}FeO_3$
KS-MDK49	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,5:0,5:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	$La_{0,5}Sr_{0,5}FeO_3$
KS-MDK50	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,1:0,9:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	$La_{0,1}Sr_{0,9}FeO_3$
KS-MDK51	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,2:0,8:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	$La_{0,2}Sr_{0,8}FeO_3$
KS-MDK52	$La(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + $Sr(NO_3)_2$ + $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi koyu kahve olmuştur.	$La_{0,9}Sr_{0,1}FeO_3$

Tablo 3.64’ de M^{+2} (M: La) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneylere ait XRD desenleri Şekil 3.38’ de verilmiştir. KS-MDK48, KS-MDK50 ve KS-MDK51 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde kübik yapıda, hücre parametreleri $a=b=c=3,86 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pm-3m(221)$ olan $SrFeO_{3-x}$

(ICDD:34-0638) bileşiminin oluştuğu görülmektedir. Deneylere ait deneysel XRD verileri Tablo 3.65' de verilmiştir.

KS-MDK49 kodlu deneye ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen $\text{La}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{FeO}_3$ (ICSD:082-1962) bileşiği sentezlenmiştir. Bu bileşik rombohedral sitemde kristallenmiş olup, hücre parametreleri $a=b=5,511 \text{ \AA}$, $c=13,415 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $R-3c(167)$ şeklindedir. Bu deneye ait XRD verileri Tablo 3.67' de verilmiştir.

KS-MDK52 kodlu deneye ait XRD desenleri incelendiğinde ICDD:75-0541 kart numarasına sahip LaFeO_3 (ICDD:75-0541) bileşiminin elde edildiği ve Sr^{+2} iyonunun katkılındığı belirlenmiştir. Bu bileşik $Pm-3m(221)$ uzay grubunda, kübik kristal yapısında, $a=b=c=3,926 \text{ \AA}$ parametrelerine sahiptir. Deneylere ait deneysel XRD verileri Tablo 3.69' da verilmiştir.

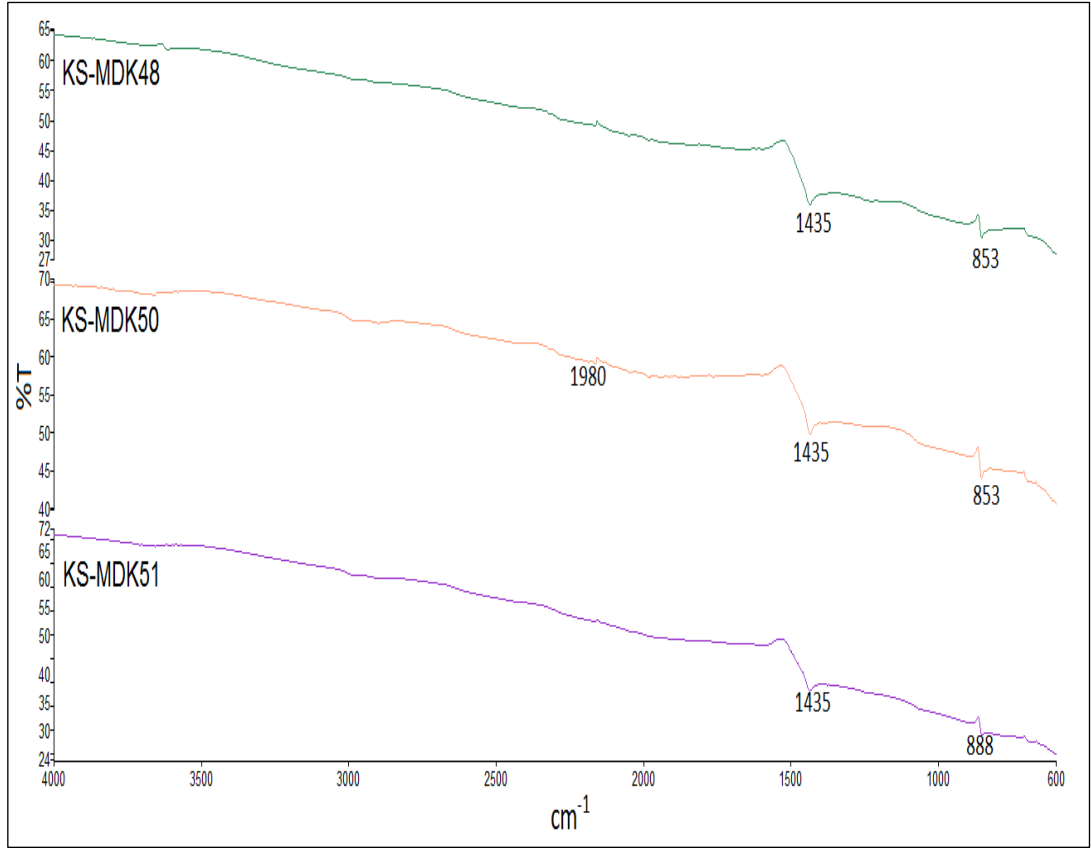


Şekil 3.38: KS-MDK48, KS-MDK49, KS-MDK50, KS-MDK51 ve KS-MDK52 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.65: KS-MDK48, KS-MDK50 ve KS-MDK51 deneylerine ait XRD verileri.

SrFeO _{3-x} (ICDD:34-0638)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri					
		KS-MDK48		KS-MDK50		KS-MDK51	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]
3-[100]	3,860	-	-	-	-	2,80	3,8667
100-[110]	2,740	100,0	2,7713	100,0	2,7661	100,0	2,7208
12-[111]	2,230	11,40	2,2561	10,32	2,2553	13,37	2,2239
45-[200]	1,940	34,26	1,9511	40,08	1,9479	27,79	1,9284
60-[211]	1,580	38,42	1,5877	37,19	1,5860	18,19	1,5701
30-[220]	1,370	16,09	1,3696	18,17	1,3725	11,82	1,3644
40	1,230	12,34	1,2260	12,29	1,2255	6,16	1,2206

Şekil 3.39' da ve Tablo 3.66' da verilen KS-MDK48, KS-MDK50 ve KS-MDK51 kodlu deneylerinin sonucunda elde edilen ürüne ait FT-IR spektrumları ve verileri, literatür değerleri karşılaştırıldığında oluşumu ve XRD sonuçlarını desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.39: KS-MDK48, KS-MDK50 ve KS-MDK51 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.66: KS-MDK48, KS-MDK50 ve KS-MDK51 deneylerine ait FT-ITR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
Sr-Fe-O	853, 858
O-O	1435

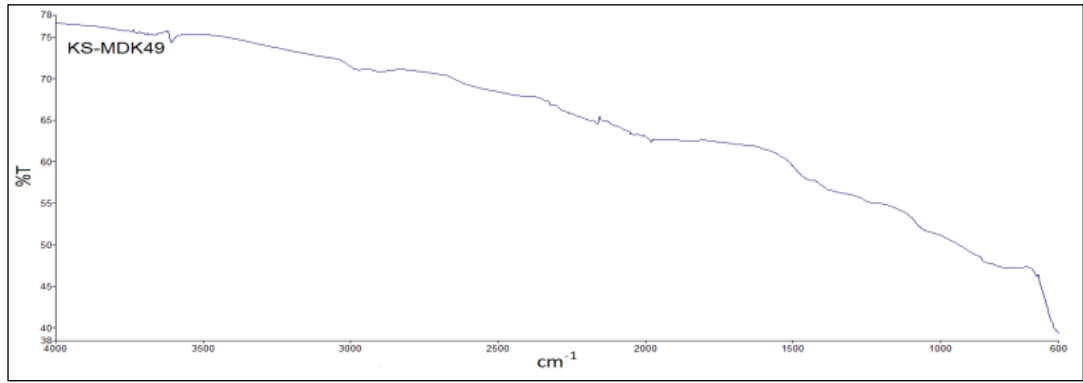
Tablo 3.67: KS-MDK49 deneyine ait XRD verileri.

KS-MDK49			
La _{0,5} Sr _{0,5} FeO ₃ (ICDD:082-1962)		Deneysel ürüne ait XRD verileri	
I/I ₀	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀
116-[012]	3,8888	3,9059	8,9
881-[110]	2,7555	-	-
999-[104]	2,7441	2,7317	100,0

Tablo 3.67: (Devam).

191-[202]	2,2483	2,2403	16,58
518-[024]	1,9444	1,9389	30,0
30-[122]	1,7420	1,7510	2,30
192-[300]	1,5909	1,6017	11,67
132-[208]	1,3720	1,3684	11,76
148-[128]	1,2282	-	-

Şekil 3.40' da KS-MDK49 kodlu deneyine ait FT-IR spektrumu verilmiştir. Ancak deneye ait bant değeri elde edilememiştir.



Şekil 3.40: KS-MDK49 deneyine ait FT-IR spektrumu.

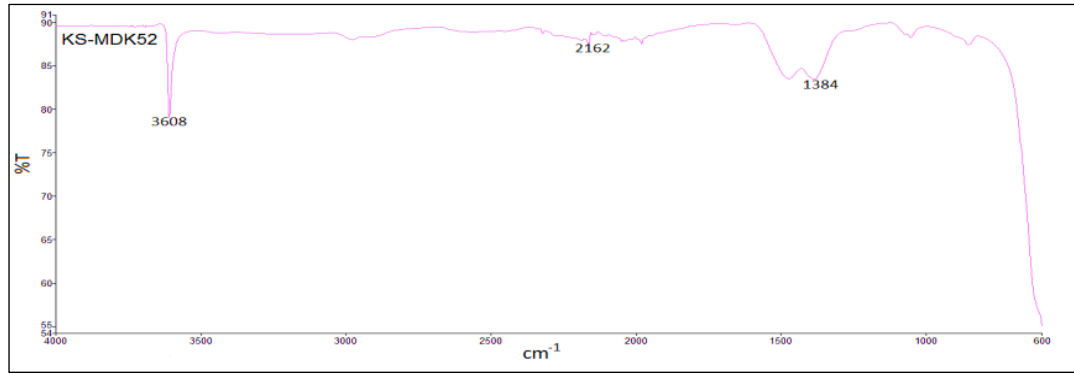
Tablo 3.68: KS-MDK52 deneyine ait XRD verileri.

KS-MDK52			
LaFeO₃ (ICDD:75-0541)		Deneyisel ürüne XRD verileri	
I/I0-hkl	d[Å]	Deneyisel d[Å]	I/I0
144-[100]	3,9260	3,9047	13,18
999-[110]	2,7761	2,7639	100,0
177-[111]	2,2666	2,2742	23,83
288-[200]	1,9630	1,9558	24,39
55-[210]	1,7557	1,7498	9,86
291-[211]	1,6027	1,6024	24,59
130-[220]	1,3880	1,3869	6,66

Tablo 3.68: (Devam).

25-[221]	1,3086	1,3069	4,21
98-[310]	1,2415	1,2404	7,92
36-[311]	1,1837	1,2054	3,61
35-[222]	1,1333	-	-

Şekil 3.41’ de ve Tablo 3.69’ da verilen KS-MDK52 kodlu deneylerinin sonucunda elde edilen ürüne ait FT-IR spektrumları ve verileri, literatür değerleri karşılaştırıldığında oluşumu desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.41: KS-MDK52 deneyine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.69: KS-MDK65 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
La-O	3608
O-O	1384

Tablo 3.70: M⁺² (M: Co) / Sr(NO₃)₂ / Fe(NO₃)₃.9H₂O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

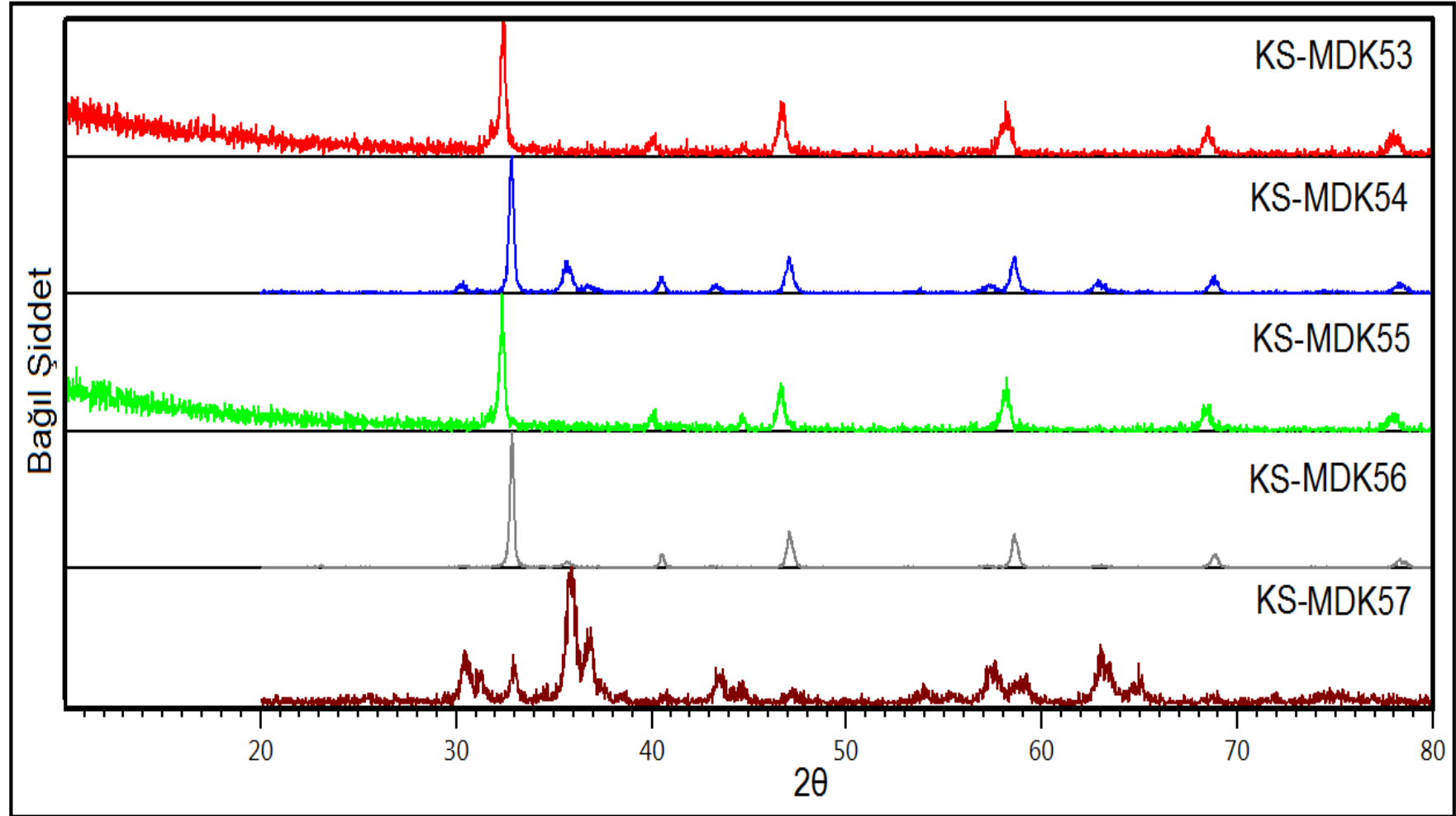
Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK53	Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,05:0,95:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	Co _{0,05} Sr _{0,95} FeO ₃

Tablo 3.70: (Devam).

KS-MDK54	Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,5:0,5:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi deęişmemiştir.	Co _{0,5} Sr _{0,5} FeO ₃
KS-MDK55	Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,01:0,9:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kızıl kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	Co _{0,01} Sr _{0,9} FeO ₃
KS-MDK56	Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,2:0,8:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi deęişmemiştir.	Co _{0,2} Sr _{0,8} FeO ₃
KS-MDK57	Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin siyah olan rengi deęişmemiştir.	Co _{0,9} Sr _{0,1} FeO ₃

Tablo 3.70' de M⁺² (M: Co) / Sr(NO₃)₂ / Fe(NO₃)₃.9H₂O sisteminde gerçekleştirilen deneylere ait XRD desenleri Şekil 3.42' de verilmiştir. KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55 ve KS-MDK56 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde kübik yapıda, hücre parametreleri a=b=c=3,86 Å ve uzay grubu Pm-3m(221) olan SrFeO_{3-x} (ICDD:34-0638) bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Deneylere ait deneysel XRD verileri Tablo 3.71' de verilmiştir.

KS-MDK57 kodlu deneye ait XRD desenleri incelendiğinde başlangıç kimyasallarının reaksiyona girmeden ortamda kaldığı görülmüştür. Bu nedenle karakterizasyon çalışmaları yapılamamıştır.

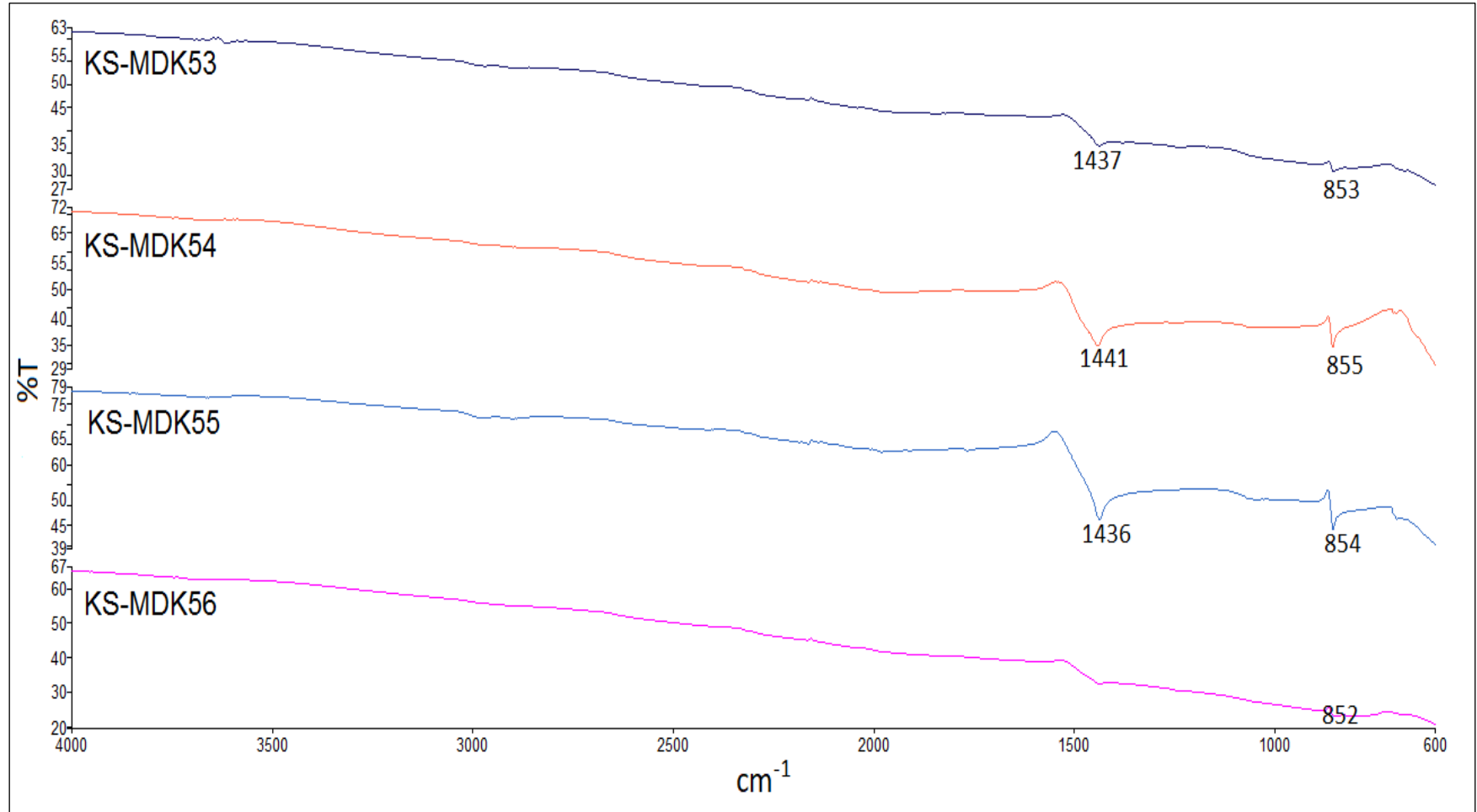


Şekil 3.42: KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55, KS-MDK56 ve KS-MDK57 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.71: KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55 ve KS-MDK56 deneylerine ait XRD verileri.

SrFeO _{3-x} (ICDD:34-0638)		Deneysel ürünlere ait XRD desenleri							
		KS-MDK53		KS-MDK54		KS-MDK55		KS-MDK56	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀
3-[100]	3,860	-	-	3,8446	1,37	-	-	3,8543	2,40
100-[110]	2,740	2,7600	100,0	2,7282	100,0	2,7684	100,0	2,7267	100,0
12-[111]	2,230	2,2477	9,77	2,2279	9,75	2,2531	8,52	2,2282	8,70
45-[200]	1,940	1,9410	35,00	1,9315	24,46	1,9456	29,60	1,9306	26,43
60-[211]	1,580	1,5822	25,82	1,5758	26,86	1,5851	30,48	1,5749	22,63
30-[220]	1,370	1,3694	19,35	1,3665	9,31	1,3739	17,67	1,3638	9,82
40	1,230	1,2228	12,59	1,2175	6,22	1,2229	9,24	1,2718	0,80

Şekil 3.43' de ve Tablo 3.72' de verilen KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55 ve KS-MDK56 kodlu deneylerinin sonucunda elde edilen ürüne ait FT-IR spektrumları ve verileri, literatür değerleri karşılaştırıldığında oluşumu desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.43: KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55 ve KS-MDK56 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.72: KS-MDK53, KS-MDK54, KS-MDK55 ve KS-MDK56 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

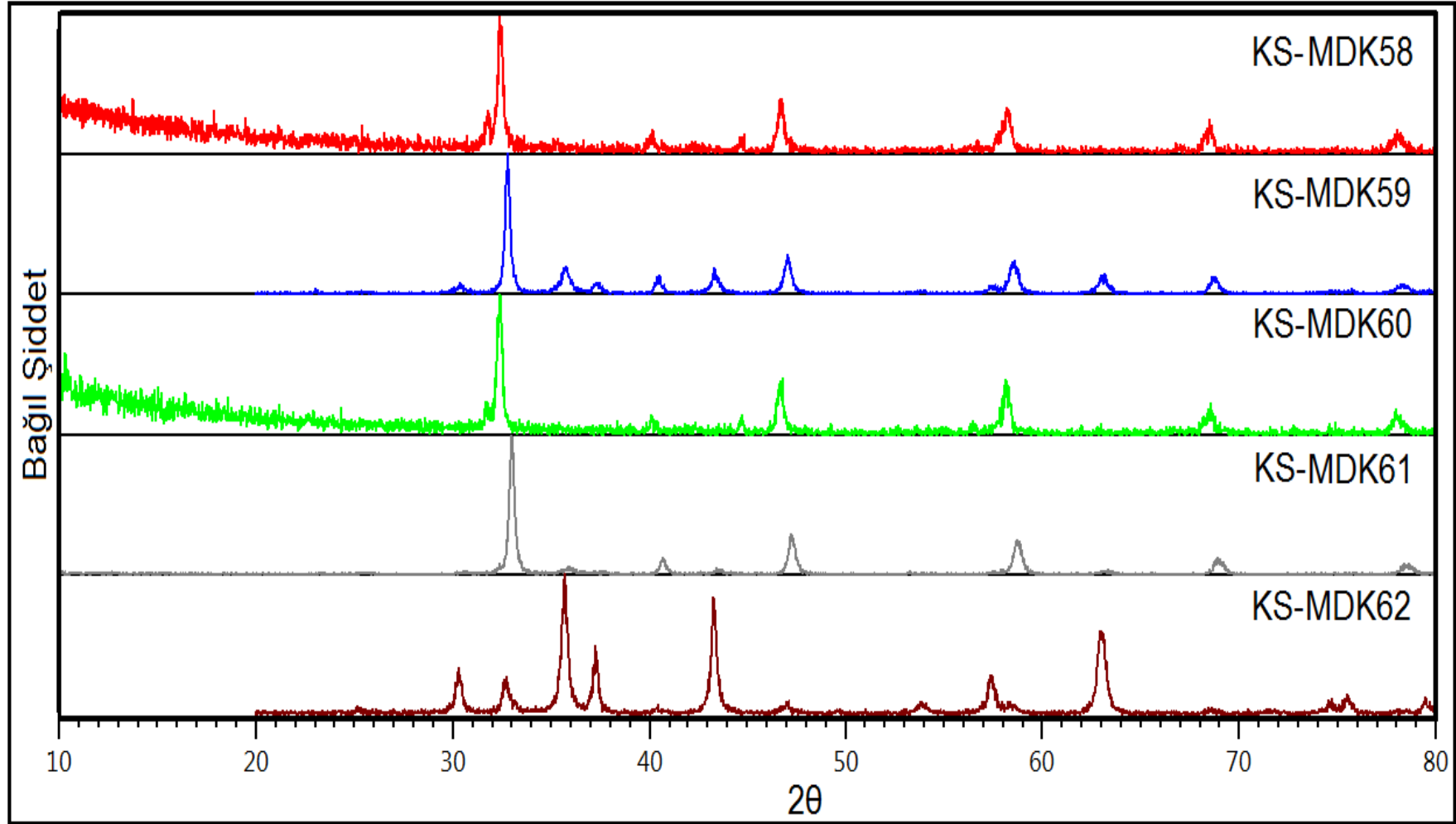
Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
Sr-Fe-O	852, 853, 854, 855
O-O	1437, 1441, 1436,

Tablo 3.73: M⁺² (M: Ni) / Sr(NO₃)₂ / Fe(NO₃)₃.9H₂O sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-MDK58	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,05:0,95:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	Ni _{0,05} Sr _{0,95} FeO ₃
KS-MDK59	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,5:0,5:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	Ni _{0,5} Sr _{0,5} FeO ₃
KS-MDK60	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,01:0,9:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	Ni _{0,01} Sr _{0,9} FeO ₃
KS-MDK61	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,2:0,8:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin kahverengi olan rengi siyah olmuştur.	Ni _{0,2} Sr _{0,8} FeO ₃
KS-MDK62	Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O + Sr(NO ₃) ₂ + Fe(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	0,9:0,1:1	800 W / 20 dakika 800°C / 2 saat Maddenin koyu kahverengi olan rengi değişmemiştir.	Ni _{0,9} Sr _{0,1} FeO ₃

Tablo 3.73' de M^{+2} (M: Ni) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde gerçekleştirilen deneylere ait XRD desenleri Şekil 3.44' de verilmiştir. KS-MDK58, KS-MDK59, KS-MDK60 ve KS-MDK61 deneylerine ait XRD desenleri incelendiğinde kübik yapıda, hücre parametreleri $a=b=c=3,86 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $Pm-3m(221)$ olan $SrFeO_{3-x}$ (ICDD:34-0638) bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Deneylere ait deneysel XRD verileri Tablo 3.74' de verilmiştir.

KS-MDK62 kodlu deneye ait XRD desenleri incelendiğinde hedeflenen bileşik yerine ICSD:024-6894 kart numarasına sahip Sr^{+2} iyonu katkılanmış $NiFe_2O_4$ bileşiği elde edilmiştir. Bu bileşik $Fd-3m(227)$ uzay grubunda, kübik kristal yapısında, $a=b=c=8,3390 \text{ \AA}$ parametrelerine sahiptir. Deneylere ait deneysel XRD verileri Tablo 3.76' da verilmiştir.

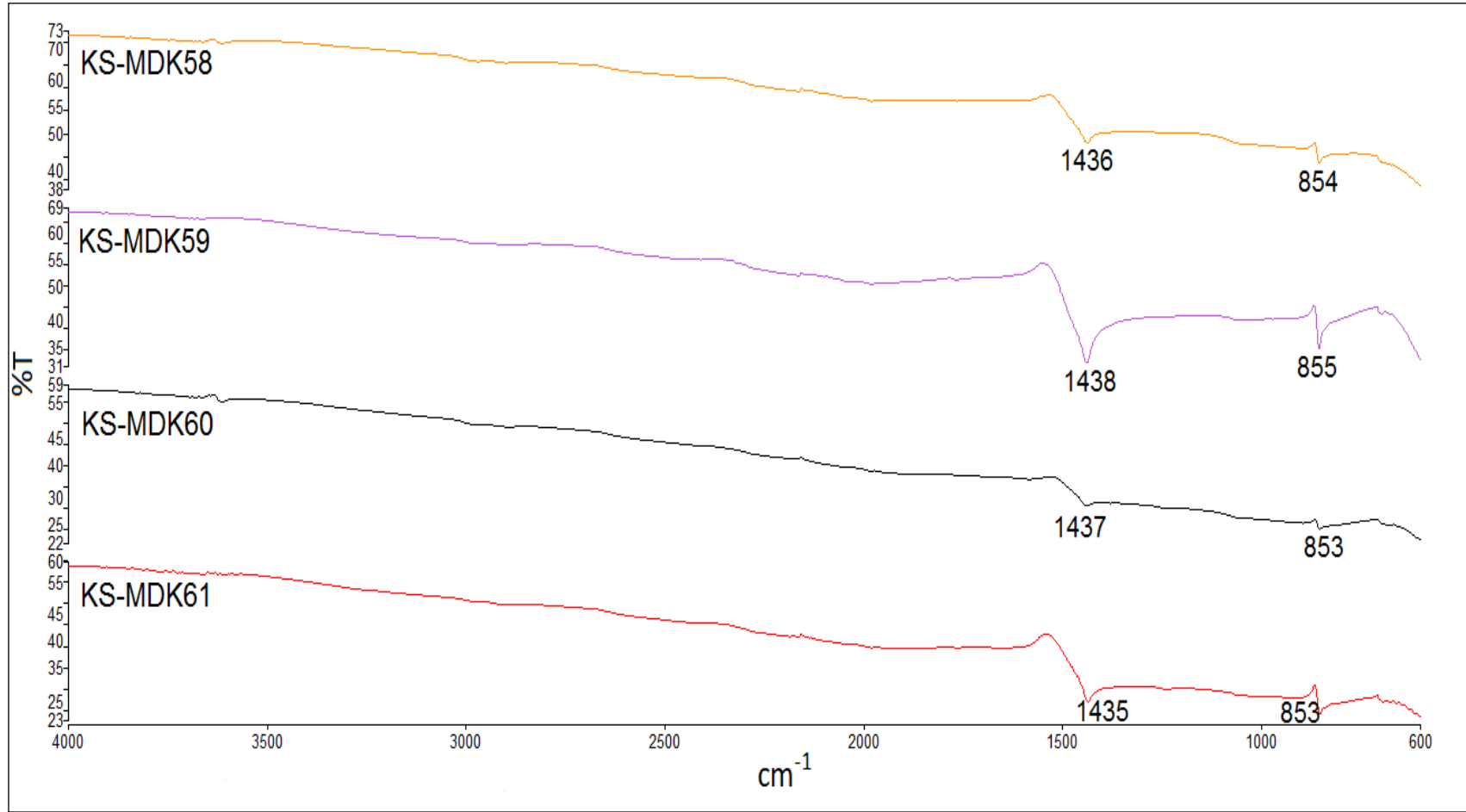


Şekil 3.44: KS-MDK58, KS-MDK59, KS-MDK60, KS-MDK61 ve KS-MDK62 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.74: KS-MDK58, KS-MDK59, KS-MDK60 ve KS-MDK61 deneylerine ait XRD verileri.

SrFeO_{3-x} (ICDD:34-0638)		Deneysel ürünlere ait XRD desenleri							
		KS-MDK58		KS-MDK59		KS-MDK60		KS-MDK61	
I/I₀-hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I₀	Deneysel d[Å]	I/I₀	Deneysel d[Å]	I/I₀	Deneysel d[Å]	I/I₀
3-[100]	3,860	-	-	3,8568	2,06	-	-	3,8240	1,22
100-[110]	2,740	2,7639	100,0	2,7291	100,0	2,7619	100,0	2,7080	100,0
12-[111]	2,230	2,2477	9,07	2,2271	12,41	2,2495	11,85	2,2213	11,99
45-[200]	1,940	1,9420	37,48	1,9313	27,01	1,9427	38,81	1,9241	35,56
60-[211]	1,580	1,5849	32,27	1,5757	23,04	1,5857	43,00	1,5734	28,01
30-[220]	1,370	1,3682	19,06	1,3621	9,04	1,3665	14,54	1,3630	12,26
40	1,230	1,2223	13,40	-	-	1,2245	16,34	-	-

Şekil 3.45' de ve Tablo 3.75' de verilen MDK58, MDK59, MDK60 ve MDK61 kodlu deneylerinin sonucunda elde edilen ürüne ait FT-IR spektrumları ve verileri, literatür değerleri karşılaştırıldığında oluşumu ve XRD sonuçlarını desteklediği görülmektedir.



Şekil 3.45: KS-MDK58, KS-MDK59, KS-MDK60 ve KS-MDK61 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

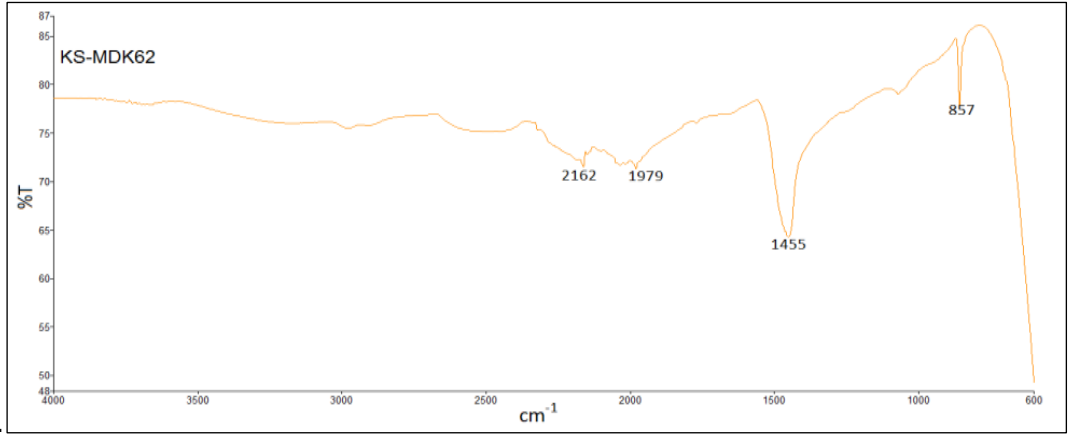
Tablo 3.75: KS-DK58, KS-MDK59, KS-MDK60 ve KS-MDK61 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
Sr-Fe-O	852, 853, 854, 855
O-O	1436, 1437, 1438

Tablo 3.76: KS-MDK62 deneyine ait XRD verileri.

KS-MDK62			
NiFe ₂ O ₄ (ICSD:024-6894)		Deneysel ürüne ait XRD verileri	
I/I ₀	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀
9-[111]	4,8145	-	-
29-[022]	2,9482	2,9533	28,59
100-[113]	2,5143	2,5166	100,0
8-[222]	2,4072	2,4130	34,61
22-[004]	2,0847	2,0897	85,08
25-[115]	1,6048	1,6072	24,46
42-[044]	1,4741	1,4740	58,90
8-[335]	1,2716	1,2717	7,57
4-[226]	1,2571	1,2600	10,28
3-[444]	1,2036	1,2063	8,94

Şekil 3.46' da KS-MDK62 deneyine ait FT-IR spektrumu verilmiştir. Tablo 3.77' de bu deneylere ait FT-IR spektrum verileri yer almaktadır. Bu veriler, literatür ile uyumludur.



Şekil 3.46: KS-MDK62 deneyine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.77: KS-MDK62 deneyine ait FT-IR spektrum verileri.

Titreşim	Frekans (cm ⁻¹)
Fe-O	857
O-O	1435

3.3 Yüksek Sıcaklık Katı Hal Sentez Yöntemi ile Gerçekleştirilen Deneyler

3.3.1 Na⁺ / V₂O₅ / P⁺⁵ Sisteminde Gerçekleştirilen Deneyler ve Sonuçları

Tablo 3.78: Na⁺ / V₂O₅ / P⁺⁵ sisteminde gerçekleştirilen deneyler.

Deney kodu	Başlangıç kimyasalları	Mol oranı	Uygulanan işlem/gözlemler	Hedeflenen ürün
KS-KF1	NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O + V ₂ O ₅	3:1	400°C / 2 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	Na ₃ V ₂ (PO ₄) ₃

Tablo 3.78: (Devam).

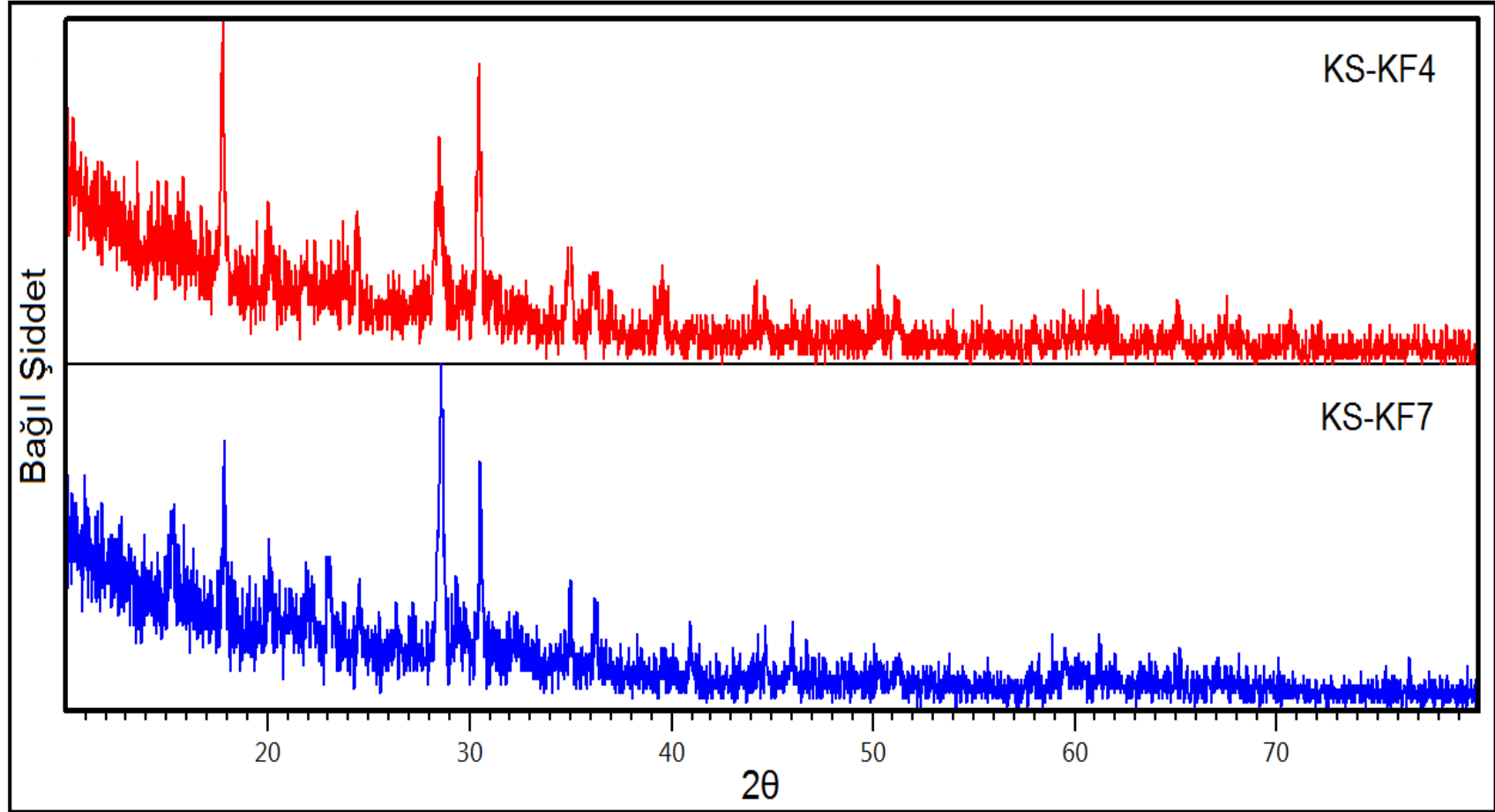
KS-KF2	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5$	3:1	400°C / 4 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-KF3	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5$	3:1	+ 600°C / 1 saat 800°C / 1 saat 1000°C / 1 saat 1200°C / 7 saat Ürün oluşumu gözlemlenemedi.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-KF4	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	400°C / 2 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-KF5	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	400°C / 4 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-KF6	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	+ 600°C / 1 saat 800°C / 1 saat 1000°C / 1 saat 1200°C / 7 saat Ürün oluşumu gözlemlenemedi.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-KF7	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{V}_2\text{O}_5 + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	400°C / 2 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.78: (Devam).

KS-KF8	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} +$ $\text{V}_2\text{O}_5 +$ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	400°C / 4 saat Maddenin turuncu olan rengi yeşile dönüşmüştür.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$
KS-KF9	$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} +$ $\text{V}_2\text{O}_5 +$ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	1:1:2	+ 600°C / 1 saat 800°C / 1 saat 1000°C / 1 saat 1200°C / 7 saat Ürün oluşumu gözlemlenemedi.	$\text{Na}_3\text{V}_2(\text{PO}_4)_3$

Tablo 3.78’ de $\text{Na}^+ / \text{V}_2\text{O}_5 / \text{P}^{+5}$ sisteminde belirli stokiometrik ve belirli sıcaklık koşullarında gerçekleştirilen deneyler verilmiştir. KS-KF1, KS-KF2, KS-KF3, KS-KF5, KS-KF6, KS-KF8 ve KS-KF9 deneylerinde amorf özellik gösteren ürünler elde edilmiş olup karakterizasyon çalışması yapılamamıştır.

KS-KF4 ve KS-KF7 deneylerine ait XRD desenleri Şekil 3.47’ de verilmiştir. Deneylere ait XRD desenleri incelendiğinde ICDD:89-0067 kart numarasına sahip $\text{Na}_2(\text{VP}_2\text{O}_8)$ bileşiği elde edilmiştir. Bu bileşik P46m(100) uzay grubunda, tetragonal kristal yapıda ve $a=b=8,1080 \text{ \AA}$, $c=4,9430 \text{ \AA}$ hücre parametrelerine sahiptir. XRD verileri ise Tablo 3.79’ da verilmiştir.

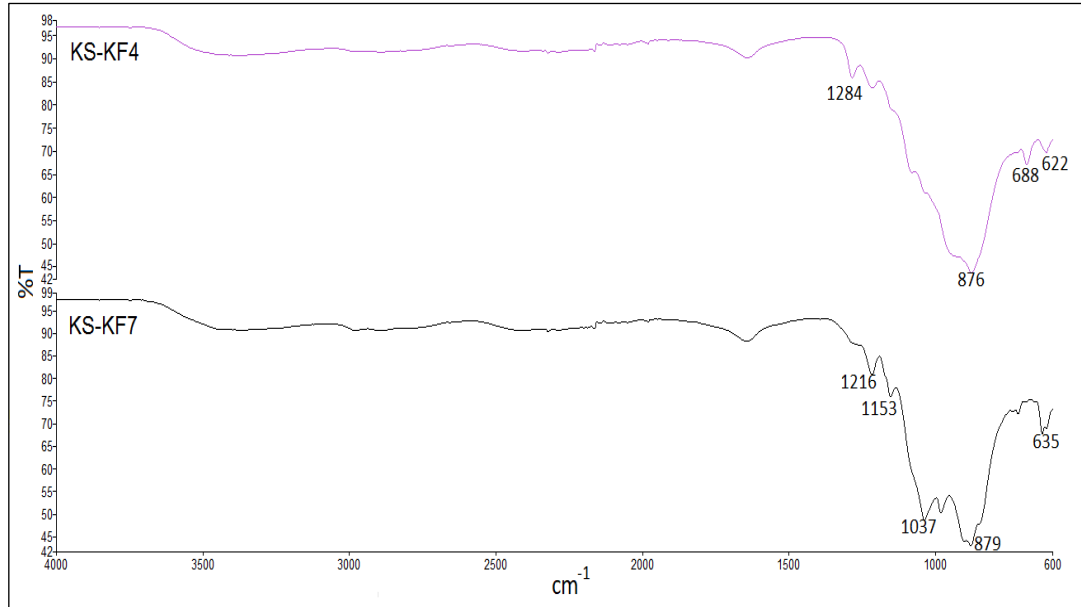


Şekil 3.47: KS-KF4 ve KS-KF7 deneylerine ait XRD desenleri.

Tablo 3.79: KS-KF4 ve KS-KF7 deneylerine ait XRD verileri.

$\text{Na}_2(\text{VP}_2\text{O}_8)$ (ICDD:89-0067)		Deneysel ürünlere ait XRD verileri			
		KS-KF4		KS-KF7	
I/I ₀ -hkl	d[Å]	Deneysel d[Å]	I/I ₀	Deneysel d[Å]	I/I ₀
999-[001]	4,9430	4,9569	100,0	4,9915	100,0
570-[201]	3,1346	3,1189	60,80	3,14475	46,16
965-[211]	2,9237	2,9280	70,13	2,9370	80,97
500-[310]	2,5639	-	-	2,5660	74,44
202-[311]	2,2760	-	-	2,2595	23,06
73-[321]	2,0468	2,0419	16,54	2,0322	8,29
104-[410]	1,9664	1,9394	11,00	-	-
43-[421]	1,7021	-	-	1,7281	12,96
72-[510]	1,5901	-	-	1,6174	10,82

Elde edilen ürüne ait FT-IR spektrumu Şekil 3.48’ de verilmiştir. Tablo 3.80’ de verilen FT-IR spektrum verileri [65] incelendiğinde elde edilen bileşikte bulunan fonksiyonel grupların varlığı ortaya çıkmaktadır.



Şekil 3.48: KS-KF4 ve KS-KF7 deneylerine ait FT-IR spektrumu.

Tablo 3.80: KF4 ve KF7 deneylerine ait FT-IR spektrum verileri

Titreşim	Frekans (cm⁻¹)
$\nu(\text{P}=\text{O})$	1216, 1284, 1153
P-P	1037, 1153
O-P-O	635, 622

4. SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında öncelikle bazı çift metal içeren fosfat ve oksit bileşiklerinin mikrodalga enerji yöntemi, mikrodalga destekli yüksek sıcaklık yöntemi ve yüksek sıcaklık katı hal sentez yöntemleri ile sentezlenmesi üzerine çalışılmıştır. Elde edilen ürünlerin kristal yapıları XRD çalışmaları ile karakterize edilerek FT-IR spektroskopisi ile ürüne ait fonksiyonel grupların varlığı tespit edilmiş olup XRD sonuçları desteklenmiştir.

$\text{Na}^+ / \text{V}_2\text{O}_5 / \text{P}^{+5}$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ve yüksek sıcaklık katı hal sentez yöntemi kullanılarak gerçekleştirilen deneylerde, $\text{Na}_2(\text{VP}_2\text{O}_8)$ (ICDD:89-0067) bileşiği sentezlenmiştir. Elde edilen bileşiğin tetragonal sistemde kristallendiği, hücre parametrelerinin $a=b=8,1080 \text{ \AA}$, $c=4,9430 \text{ \AA}$ ve uzay grubunun $\text{P46m}(100)$ olduğu belirlenmiştir.

$\text{KNO}_3 / \text{Pb}^{+2} / \text{P}^{+5}$ sisteminde mikrodalga enerji yöntemi kullanılarak gerçekleştirilen deneylerde hexagonal sistemde kristallenen $\text{KPb}_4(\text{PO}_4)_3$ (ICDD:29-1012) bileşiği sentezlenmiştir. Bileşiğe ait hücre parametreleri $a=b=9,824 \text{ \AA}$, $c=7,304 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{P63/m}(176)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{NaH}_2\text{PO}_4.2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+2} (\text{Zn}) / \text{P}^{+5}$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde $\text{Na}_2\text{Zn}(\text{P}_2\text{O}_7)$ (ICDD:87-0499) bileşiği elde edilmiştir. Bileşiğin hücre parametreleri $a=b=7,656 \text{ \AA}$, $c=10,233 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{P42/mnm}(136)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{NaH}_2\text{PO}_4.2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+2} (\text{Ni}) / \text{P}^{+5}$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde Ni^{+2} katkılı $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$ (ICDD:84-2008) bileşiği sentezlenmiştir. Elde edilen bileşik rhombohedral sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=8,485 \text{ \AA}$, $c=21,799 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{R-3c}(167)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{NaH}_2\text{PO}_4.2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+2} (\text{Co}) / \text{P}^{+5}$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde Co^{+2} katkılı $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$ (ICDD:84-2008) bileşiği sentezlenmiştir. Elde edilen bileşik rhombohedral sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=8,485 \text{ \AA}$, $c=21,799 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{R-3c}(167)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+3} (\text{Al}) / \text{P}^{+5}$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde $\text{Na}_{1,261}\text{Ti}_{1,696}\text{Al}_{0,302}(\text{PO}_4)_3$ (ICSD:015-4071) bileşiği sentezlenmiştir. Bu bileşik, hekzagonal sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=8,4750 \text{ \AA}$, $c=21,7690 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $R-3c(167)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} / \text{TiO}_2 / \text{M}^{+3} (\text{Cr}) / \text{P}^{+5}$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde Cr^{+2} katkılı $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$ (ICDD:84-2008) bileşiği sentezlenmiştir. Bu bileşik, rombohedral sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=8,485 \text{ \AA}$, $c=21,799 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $R-3c(167)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} / \text{M}^{+2} (\text{M}: \text{Ca}) / \text{MnO}_2$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde $\text{La}_{0,96}\text{MnO}_{3,67}$ (ICSD:016-3474) bileşiği sentezlenmiştir. Bu bileşik hexagonal sistemde kristallenmiş olup, hücre parametreleri $a=b=5,5160 \text{ \AA}$, $c=15,6390 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $R-3c(167)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} / \text{M}^{+2} (\text{M}: \text{Sr}) / \text{MnO}_2$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde $\text{La}_{0,96}\text{MnO}_{3,67}$ (ICSD:016-3474) bileşiği sentezlenmiştir. Bu bileşik hexagonal sistemde kristallenmiş olup, hücre parametreleri $a=b=5,5160 \text{ \AA}$, $c=15,6390 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $R-3c(167)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} / \text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} / \text{Sr}(\text{NO}_3)_2 / \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi gerçekleştirilen deneylerde $\text{SrFeO}_{2,5939}$ (ICSD:015-4940) bileşiği elde edilmiştir. Bu bileşik kübik sistemde kristallenmiş olup, hücre parametreleri $a=b=c=7,9450 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{Fm}-3c(226)$ şeklinde belirlenmiştir.

$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O} / \text{Sr}(\text{NO}_3)_2 / \text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde Sr^{+2} katkılı LaCoO_3 (ICDD:75-0279) bileşiği elde edilmiştir. Bu bileşik kübik sistemde kristallenmiş olup, hücre parametreleri $a=b=c=3,820 \text{ \AA}$ ve uzay grubu $\text{Pm}-3m(221)$ şeklinde belirlenmiştir.

M^{+2} (M: Ca) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde Ca^{+2} katkılı $SrFeO_{3-x}$ (ICDD:34-0638), $Ca_{0,2}Sr_{0,8}FeO_3$ (ICSD:09-2334) ve $Ca_{0,9}Sr_{0,1}FeO_3$ (ICSD:09-2331) bileşikleri sentezlenmiştir. $SrFeO_{3-x}$ bileşiği kübik sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=c=3,86 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pm-3m(221) şeklinde belirlenmiştir. $Ca_{0,2}Sr_{0,8}FeO_3$ bileşiği kübik sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=c=3,8370 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pm-3m(221) şeklinde belirlenmiştir. $Ca_{0,9}Sr_{0,1}FeO_3$ bileşiği ortorombik sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=5,3530 \text{ \AA}$, $b=7,5550 \text{ \AA}$, $c=5,3410 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pnma(62) şeklinde belirlenmiştir.

M^{+2} (M: La) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde La^{+2} katkılı $SrFeO_{3-x}$ (ICDD:34-0638), $La_{0,5}Sr_{0,5}FeO_3$ (ICDD:82-1962) ve Sr^{+2} katkılı $LaFeO_3$ (ICDD:75-0541) bileşikleri sentezlenmiştir. $SrFeO_{3-x}$ bileşiği kübik sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=c=3,86 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pm-3m(221) şeklinde belirlenmiştir. $La_{0,5}Sr_{0,5}FeO_3$ bileşiği rhombohedral sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=5,511 \text{ \AA}$ $c=13,415 \text{ \AA}$ ve uzay grubu R-3c(167) şeklinde belirlenmiştir. $LaFeO_3$ bileşiği kübik sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=c=3,926 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pm-3m(221) şeklinde belirlenmiştir.

M^{+2} (M: Co) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde Co^{+2} katkılı $SrFeO_{3-x}$ (ICDD:34-0638) bileşiği sentezlenmiştir. $SrFeO_{3-x}$ bileşiği kübik sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=c=3,86 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pm-3m(221) şeklinde belirlenmiştir.

M^{+2} (M: Ni) / $Sr(NO_3)_2$ / $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ sisteminde mikrodalga destekli yüksek sıcaklık sentez yöntemi ile gerçekleştirilen deneylerde $SrFeO_{3-x}$ (ICDD:34-0638), $NiFe_2O_4$ (ICSD:024-6894) bileşikleri sentezlenmiştir. Ni^{+2} katkılı $SrFeO_{3-x}$ bileşiği kübik sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=c=3,86 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Pm-3m(221) şeklinde belirlenmiştir. Sr^{+2} katkılı $NiFe_2O_4$ bileşiği kübik sistemde kristallenmiş olup hücre parametreleri $a=b=c=8,3390 \text{ \AA}$ ve uzay grubu Fd-3m(227) şeklinde belirlenmiştir.

5. KAYNAKLAR

- [1] Altundođan, H. S., “Boksit Kullanarak Sulardan Fosfat Giderilmesi”, Doktora Tezi, *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Elazığ, (1998).
- [2] Miessler, G.L. and Tarr D.A., *İnorganik Kimya*, (Çeviri: Karacan, N. ve Gürkan, P.), Palme Yayıncılık, Ankara, 272-273, (2009).
- [3] “Fosfor ve Fosfat Kimyası [online]”, (15 Ocak 2018), <http://www.kimyasaldeneyler.blogspot.com.tr/2013/04/fosfor-ve-fosfat-kimyasi.html>, (2013).
- [4] Berker, E., “Fosfat Kimyası, Kullanılış Alanları ve Süperfosfat”, *Bilimsel Madencilik Dergisi*, 11(4), 59-62, (1972).
- [5] “Difference Between Phosphorus and Phosphate [online]”, (6 Ocak 2018), <http://www.differencebetween.com/difference-between-phosphorus-and-vs-phosphate/>, (2011).
- [6] Upadhyay, K., Tamrakar, R. K. and Dubey, V., “High temperature solid state synthesis and photoluminescence behavior of Eu³⁺ doped GdAlO₃ nanophosphor” *Superlattices and Microstructures*, 78, 116-124, (2015).
- [7] “What are phosphates [online]”, (16 Ocak 2018), <http://phosphatesfacts.org/what-are-phosphates/>.
- [8] “Fosfat, Fosfat Kullanımı ve Faydaları [online]”, (25 Ocak 2018), <https://fosfat.gen.tr>, (2017).
- [9] Shchelokov, I., Asabina, E., Sukhanov, M., Ermilova, M., Orekhova, N., Pet'kov, V., et al., “Synthesis, surface properties and catalytic activity of phosphates Cu_{0.5(1+y)}Fe_yZr_{2-y}(PO₄)₃ in methanol conversion”, *Solid State Sciences*, 10(4), 513-517, (2008).
- [10] Souiwa, K., Chennabasappa, M., Decourt, R., Ben Amara, M., Hidouri, M. And Toulemonde, O., “Novel Mixed Cobalt/Chromium Phosphate NaCoCr₂(PO₄)₃ Showing Spin-Flop Transition”, *Inorganic chemistry*, 54(15), 7345-7352, (2015).
- [11] Zhang, Y. C., Cheng, W. D., Wu, D. S., Zhang, H., Chen, D. G., Gong, Y. J., et al., “Crystal structure and energy band and optical properties of phosphate Sr₃P₄O₁₃”, *Journal of Solid State Chemistry*, 177(7), 2610-2616, (2004).

- [12] Pet'kov, V. I., Asabina, E. A., Sukhanov, M. V., Schelokov, I. A., Shipilov, A. S., and Alekseev, A. A., "Design and characterization of phosphate-containing ceramics with Kosnarite-and Langbeinite-type structures for industrial applications", *Chem Eng Trans*, 43, 1825-30, (2015).
- [13] "Fosfor nedir? Fosfor Elementinin Özellikleri [online]", (22 Ocak 2018), <https://www.nkfu.com/fosfor-nedir-forfor-elementinin-ozellikleri/>, (2012).
- [14] Brasted, C. R., "Oxygen Chemical Element [online]", (02 Mart 2018), <https://www.britannica.com>, (2018).
- [15] "Oxides [online]", (27 Aralık 2017), https://chem.libretexts.org/Core/Inorganic_Chemistry/Descriptive_Chemistry/Main_Group_Reactions/Compounds/Oxides, (2017).
- [16] Milli Eğitim Bakanlığı, *Kimya Teknolojisi*, "Tuzlar ve Okistler", (2011).
- [17] "Classification Of Oxides [online]", (15 Aralık 2017), <https://byjus.com/chemistry/classification-of-oxides/>, (2016).
- [18] Zumdahl, S. S., "Oxide Chemical Compound [online]", (12 Mart 2018), <https://www.britannica.com/science/oxide>.
- [19] "Oxide [online]", (27 Aralık 2017), <http://www.encyclopedia.com/science-and-technology/chemistry/compounds-and-elements/oxide>.
- [20] "Oksitler [online]", (9 Ocak 2018), <http://www.nevoku.com/oksitler-mineraloji/viewdeck/843fd292-a7de-49ac-a5cf-bad2ab618e29>, (2005).
- [21] Laçın, D., "Mineraloji [online]", (11 Ocak 2018), <http://slideplayer.biz.tr/slide/2737659/>.
- [22] Menlik, T., Sözen, A., Gürü, M., Çağlayan, N. ve Öztaş, S., "Spineloksit partikül içeren nanoakışkanların termofiziksel özelliklerinin belirlenmesi", *Gazi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 285-304, (2015).
- [23] "Spinel yapı çeşitleri [online]", (11 Ocak 2018), <https://muhendishane.org/kutuphane/temel-malzeme-bilgisi/seramiklerin-kristal-yapisi/>.
- [24] "Spinel, perovskite, and rutile structures [online]", (11 Ocak 2018), [https://chem.libretexts.org/Textbook_Maps/Inorganic_Chemistry_Textbook_Maps/Map%3A_Inorganic_Chemistry_\(Wikibook\)/Chapter_08%3A_Ionic_and_Covalent_Solids__Structures/8.6%3A_Spinel%2C_perovskite%2C_and_rutile_structures](https://chem.libretexts.org/Textbook_Maps/Inorganic_Chemistry_Textbook_Maps/Map%3A_Inorganic_Chemistry_(Wikibook)/Chapter_08%3A_Ionic_and_Covalent_Solids__Structures/8.6%3A_Spinel%2C_perovskite%2C_and_rutile_structures), (2018).

- [25] Snaith, J. H., “Perovskites: The Emergence of a New Era for Low-Cost, High-Efficiency Solar Cells”, *The Journal of Physical Chemistry Letters*, 4, 3623–3630, (2013).
- [26] “Structure – Perovskite [online]”, (13 Ocak 2018), [https://chem.libretexts.org/Textbook_Maps/Inorganic_Chemistry_Textbook_Maps/Map%3A_Inorganic_Chemistry_\(Housecroft\)/06%3A_Structures_and_energetics_of_metallic_and_ionic_solids/6.11%3A_Ionic_Lattices/6.11J%3A_Structure_-_Perovskite_\(%5C\(CaTiO_3%5C\)\)](https://chem.libretexts.org/Textbook_Maps/Inorganic_Chemistry_Textbook_Maps/Map%3A_Inorganic_Chemistry_(Housecroft)/06%3A_Structures_and_energetics_of_metallic_and_ionic_solids/6.11%3A_Ionic_Lattices/6.11J%3A_Structure_-_Perovskite_(%5C(CaTiO_3%5C))), (2014).
- [27] “Perovskites and Perovskite Solar Cells: An Introduction [online]”, (13 Ocak 2018), <https://www.ossila.com/pages/perovskites-and-perovskite-solar-cells-an-introduction>.
- [28] “Metal Oxide [online]”, (27 Aralık 2017), <https://chemistry.tutorvista.com/inorganic-chemistry/metal-oxide.html>.
- [29] Arora, K. A., Jaswal, S. V., Singh, K. and Singh, R., “Applications of Metal/Mixed Metal Oxides as Photocatalyst: A Review”, *Oriental Journal of Chemistry*, <http://dx.doi.org/10.13005/ojc/320430>, 32(4), 2035-2042, (2016).
- [30] Reddy, K.G., Thrimurthulu, G. and Reddy, M. B., “A Rapid Microwave-Induced Solution Combustion Synthesis of Ceria-Based Mixed Oxides for Catalytic Applications”, *Catal Surv Asia*, Published online, doi:10.1007/s10563-009-9081-9, 13, 237–255, (2009).
- [31] Khan, M. M., Adil, F. S. and Al-Mayouf, A., “Metal oxides as photocatalysts”, *Journal of Saudi Chemical Society*, 19, 462–464, (2015).
- [32] Ashok, CH. and Rao, K. V., “Synthesis of Nanostructured Metal Oxide by Microwave-Assisted Method and its Humidity Sensor Application”, *Materials Today: Proceedings*, 4, 3816–3824, (2017).
- [33] Hao, F., Stoumpos, C. C., Cao, D. H., Chang, R. P. H. and Kanatzidis, M. G., “Lead-free solid-state organic–inorganic halide perovskite solar cells”, *Nature Photonics*, online Publication, doi: 10.1038/NPHOTON.2014.82, (2014).
- [34] Gacanoğlu, S. Ş., “Teni Tip Bazı Metal Ortoborat Bileşiklerinin Katı-Hal Kimyasal Sentezleri ve Karakterizasyon Çalışmaları”, Doktora Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, (2009).
- [35] Cao, F., Li, Y., Tang, C., Qian, X. and Bian, Z., “Fast synthesis of anatase TiO₂ single crystals by a facile solid-state method”, *Res. Chem. Intermed.*, online Publication, doi: 10.1007/s11164-015-2418-2, 42, 5975–5981, (2016).

- [36] Eker, E., “Lantanborat Bileşiminin Katı-hal Yöntemi ile Sentezi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2006).
- [37] Ergüven, H., “Sodyum Metaborat (NaBO_2)’ ın Katı Hal Yöntemi ile Sentezi ve Reaksiyon Mekanizmasının İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2011).
- [38] Lia, D., Hagosa, K., Huang, L., Lua, X., Liua, C. and Qian, H., “Self-propagating high-temperature synthesis of potassium hexatitanate whiskers”, *Ceramics International*, 43, 15505–15509, (2017).
- [39] Altınordu, Ö. Ş., “Kendiliğinden İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi Yöntemi ile Nikel Esaslı Yeni ve Özel Alaşımların Üretimi ve Geliştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2012).
- [40] Ayvacıklı, M., “Nadir Toprak Elementleri ile Katkılandırılmış Seramik Fosforların Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Manisa, (2011).
- [41] Akkaş, B., “Kendiliğinde İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi Yöntemi ile Zirkonyum Diborür Tozu Üretimi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2010).
- [42] Kurt, A.O., “Toz Üretim Yöntemleri ve Sinterleme”, Ders Notları, Sakarya Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, (2004-2010).
- [43] Huczko, A., Kurcz, M., Dąbrowska, A., Baranowski, P., Bhattarai, A. and Gierlotka, S., “Self-propagating high-temperature synthesis (SHS) of crystalline nanomaterials”, *Journal of Crystal Growth*, 401, 469–473, (2014).
- [44] Bafrooiein, H. B., Ebadzadeh, T. and Majidian H., “Microwave synthesis and sintering of forsterite nanopowder produced by high energy ball milling”, *Ceramics International*, 40, 2869–2876, (2014).
- [45] Mishra, R. R. and Sharma, A. K., “Microwave–material interaction phenomena: Heating mechanisms, challenges and opportunities in material processing”, *Composites: Part A*, 81, 78–97, (2016).

- [46] Mirzaeia, A. and Nerib, G., “Microwave-assisted synthesis of metal oxide nanostructures for gas sensing application: A review”, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 237, 749–775, (2016).
- [47] Thostenson, E. T. and Chou, T. W., “Microwave processing: fundamentals and applications”, *Composites Part A: applied science and manufacturing*, 30, 1055–1071(1999).
- [48] Kostas, E. T., Beneroso, D. and Robinson, J. P., “The application of microwave heating in bioenergy: A review on the microwave pre-treatment and upgrading technologies for biomass”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 77, 12–27, (2017).
- [49] Ebadzadeh, T. and Valefi, M., “Microwave-assisted sintering of zircon”, *Journal of Alloys and Compounds*, 448, 246–249, (2008).
- [50] Aguilar-Reynosa, A., Romani, A., Rodríguez-Jasso, R. Ma., Aguilar, C. N., Garrote, G. and Ruiz, H. A., “Microwave heating processing as alternative of pretreatment in secondgeneration biorefinery: An overview”, *Energy Conversion and Management*, 136, 50–65, (2017).
- [51] El Khaleda, D., Novasa, N., Gazqueza, J. A. and Manzano-Agugliaro, F., “Microwave dielectric heating: Applications on metals processing”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 1364-0321, (2017).
- [52] Bhattacharya, M. and Basak, T., “A review on the susceptor assisted microwave processing of materials”, *Energy*, 97, 306-338, (2016).
- [53] Oghbaei, M. ve Mirzaee, O., “Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications”, *Journal of Alloys and Compounds*, 494, 175–189, (2010).
- [54] Sun, J., Wang, W., Yue, Q., Ma, C., Zhang, J., Zhao, X., et al., “Review on microwave–metal discharges and their applications in energy and industrial processes”, *Applied Energy*, 175, 141–157, (2016).
- [55] Choy, M. T., Tang, C. Y., Chen, L., Law, W. C., Tsui, C. P. and Lu, W. W., “Microwave assisted-in situ synthesis of porous titanium/calcium phosphate composites and their in vitro apatite-forming capability”, *Composites Part B: Engineering*, 83, 50-57, (2015).
- [56] Kadioğlu, S., “Döküm endüstrisinde sodyum silikat bağlayıcılı kalıp/maça kum özelliklerinin mikrodalga yöntemiyle geliştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2014).

- [57] Clark, D. E., Folz, D. C. and West, J. K., "Processing materials with microwave energy", *Materials Science and Engineering: A*, 287(2), 153-158, (2000).
- [58] Gümüşdereioğlu M. Ve Kaynak G., "Mikrodalgalar ve uygulamaları", *Bilim ve Teknik Dergisi, Temmuz Sayısı*, 38-42, (2012).
- [59] Nascimento, M. L. F., "Brief history of X-ray tube patents", *World Patent Information*, 37, 48-53, (2014).
- [60] Gao, P., Tong, Q., Lv, J., Wang, Y. and Ma, Y., "X-ray diffraction data-assisted structure searches", *Computer Physics Communications*, 213, 40-45, (2017).
- [61] Ouyang, L., Liu, Q., Xu, C., Liu, C. and Liang, H., "Powder X-ray diffraction detection on a paper-based platform", *Talanta*, 164, 283-290, (2017).
- [62] Bunaciu, A. A., UdrişTioiu, E. G. and Aboul-Enein, H. Y., "X-ray diffraction: instrumentation and applications", *Critical reviews in analytical chemistry*, 45(4), 289-299, (2015).
- [63] Rasel Das, M., Ali, E. and Hamid, S. B. A., "CURRENT APPLICATIONS OF X-RAY POWDER", *Rev. Adv. Mater. Sci*, 38, 95-109, (2014).
- [64] Ishii, Y., Nishiwaki, Y., Al-zubaidi, A. and Kawasaki, S., "Pore size determination in ordered mesoporous materials using powder x-ray diffraction" *The Journal of Physical Chemistry C*, 117(35), 18120-18130, (2013).
- [65] Nakamoto, K., *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*, Part B, John Wiley & Sons, New York, (1997).
- [66] Hu, J., Ma, J., Wang, L., Huang, H. and Ma, L., "Preparation, characterization and photocatalytic activity of Co-doped LaMnO₃/graphene composites", *Powder Technology*, 254, 556-562, (2014).
- [67] Cornei, N., Feraru, S., Bulimestru, I., Sandu, A. V. and Mita, C., "Influence of type of precursors on the sol-gel synthesis of the LaCoO₃ nanoparticles", *Acta Chemica Iasi*, 22(1), 1-12, (2014).
- [68] Nesaraj, A. S., Dheenadayalan, S., Raj, I. A. and Pattabiraman, R., "Wet chemical synthesis and characterization of strontium-doped LaFeO₃ cathodes for an intermediate temperature solid oxide fuel cell application", *Journal of Ceramic Processing Research*, 13(5), 601-606. (2012).
- [69] Atta, N. F., Galal, A. and Ekram, H., "Perovskite nanomaterials—synthesis, characterization, and applications", *InTech*, (2016).

- [70] Naveenkumar, A., Kuruva, P., Shivakumara, C. and Srilakshmi, C., “Mixture of fuels approach for the synthesis of SrFeO_{3-δ} nanocatalyst and its impact on the catalytic reduction of nitrobenzene” *Inorganic chemistry*, 53(22), 12178-12185, (2014).