



**T.C.
DÜZCE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**NANO-NİKEL OKSİT KATKILI PEROVSKİT NdFeO_3
BİLEŞİĞİNİN YAPISAL, MANYETİK VE DİELEKTRİK
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

KÜBRA ZENKİN

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN
Prof. Dr. Sefa DURMUŞ**

DÜZCE, 2019

T.C.
DÜZCE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

NANO-NİKEL OKSİT KATKILI PEROVSKİT NdFeO₃
BİLEŞİĞİNİN YAPISAL, MANYETİK VE DİELEKTRİK
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Kübra ZENKİN tarafından hazırlanan tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından Düzce Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı

Prof. Dr. Sefa DURMUŞ
Düzce Üniversitesi

Jüri Üyeleri

Prof. Dr. Sefa DURMUŞ
Düzce Üniversitesi

Doç. Dr. Mecit AKSU
Düzce Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Erhan BUDAK
Abant İzzet Baysal Üniversitesi

Tez Savunma Tarihi: 12/07/2019

BEYAN

Bu tez çalışmasının kendi çalışmam olduğunu, tezin planlanmasından yazımına kadar bütün aşamalarda etik dışı davranışımın olmadığını, bu tezdeki bütün bilgileri akademik ve etik kurallar içinde elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve bu kaynakları da kaynaklar listesine aldığımı, yine bu tezin çalışılması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını beyan ederim.

12 Temmuz 2019

Kübra ZENKİN

TEŐEKKÜR

Tez alıőmam boyunca benden bilgisini, tecrübelerini, emeđini ve sabrını esirgemeyen őahsıma karőı gősterdiđi anlayıő ve nezaket iin ok kıymetli, saygıdeđer danıőman hocam Prof. Dr. Sefa DURMUŐ'a yeni ıkacađım bu yolda desteđi iin teőekkürü bir bor bilirim.

Tez alıőmam süresince her zaman bilgi ve tecrübelerini benimle paylaőan deđerli hocalarım Do. Dr. Mecit AKSU, Do. Dr. Ahmet DEMİR, Dr. Öğretim Üyesi Alparslan ATAHAN'a teőekkürlerimi sunarım.

Bu alıőma boyunca yardımlarını, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen, her zaman yanımda olan sevgili eőim Murat ZENKİN, canım kızım Berra Selen, biricik ođlum Selim ve büyük aileme sonsuz őükranlarımı sunarım.

Laboratuarda birlikte alıőtıđım deđerli arkadaşlarıma yardımları iin teőekkür ederim.

Bu tez alıőmasının hazırlanmasında halen devam etmekte olan BAP-2017.05.03.643 numaralı projesiyle destek sađlayan Düzce Üniversitesinin Bilimsel Araőtırma Projeleri Yönetim Birim Başkanlıđına teőekkür ederim.

12 Temmuz 2019

Kübra ZENKİN

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ŞEKİL LİSTESİ	viii
ÇİZELGE LİSTESİ	xi
KISALTMALAR.....	xii
SİMGELER	xiii
ÖZET	xiv
ABSTRACT	xv
1. GİRİŞ	1
1.1. SIK İSTİFLENME.....	1
1.2. HACİM MERKEZLİ VE BASİT YAPILAR.....	5
1.3. ÖRGÜLER VE BİRİM HÜCRELERİ	6
1.3.1. Örgüler.....	6
1.3.2. Tek ve İki Boyutlu Birim Hücreleri	6
1.3.3. Üç Boyutlu Birim Hücreler	8
1.4. KATI KRİSTALLER	11
1.4.1. MX Formülünde İyonik Katılar	11
1.4.1.1. <i>Sezyum Klorür Yapısı.....</i>	<i>11</i>
1.4.1.2. <i>Sodyum Klorür (Sofra Tuzu) Yapısı.....</i>	<i>12</i>
1.4.1.3. <i>Nikel Arsenür Yapısı</i>	<i>13</i>
1.4.1.4. <i>Çinko Blend (veya Sfalerit) ve Wurtzit Yapıları.....</i>	<i>14</i>
1.4.2. MX₂ Formülündeki Katılar	15
1.4.2.1. <i>Florit ve AntiFlorit Yapıları.....</i>	<i>15</i>
1.4.2.2. <i>Kadmiyum Klorür ve Kadmiyum İyodür Yapıları.....</i>	<i>16</i>
1.4.2.3. <i>Rutil, Anataz ve Brukit Yapısı</i>	<i>17</i>
1.4.2.4. <i>β-kristobalit Yapısı.....</i>	<i>19</i>
1.4.3. Diğer Önemli Kristal Yapıları	19
1.4.3.1. <i>Bizmut Triiyodür Yapısı</i>	<i>19</i>
1.4.3.2. <i>Korundum</i>	<i>20</i>
1.4.3.3. <i>Renyum Trioksit Yapısı</i>	<i>21</i>
1.4.4. Karışık Oksit Yapıları	22
1.4.4.1. <i>Spinel ve ters-spinel yapılar.....</i>	<i>22</i>
1.4.4.2. <i>Perovskit Yapısı</i>	<i>23</i>
1.4.4.3. <i>İlmenit Yapısı</i>	<i>24</i>

1.5. METAL OKSİTLER.....	26
1.6. PEROVSKİT	28
1.7. MANYETİZMA.....	30
1.7.1. Paramanyetizma	30
1.7.2. Diyamanyetizma.....	31
1.7.3. Ferromanyetizma.....	33
<i>1.7.3.1. Histeresis Eğrisi.....</i>	<i>35</i>
<i>1.7.3.2. Manyetik Domain.....</i>	<i>35</i>
1.7.4. Antiferromanyetizma	37
1.7.5. Ferrimanyetizma	37
1.8. DİELEKTRİK.....	38
1.8.1. Kutuplanma Mekanizmaları.....	40
<i>1.8.1.1. İyonik Kutuplanma.....</i>	<i>40</i>
<i>1.8.1.2. Elektronik Kutuplanma</i>	<i>40</i>
<i>1.8.1.3. Yönelme (dipol) Kutuplanma</i>	<i>41</i>
<i>1.8.1.4. Ara Yüzey-Uzay Yük Kutuplanması</i>	<i>42</i>
<i>1.8.1.5. Atlamalı (Hopping) Kutuplanma</i>	<i>43</i>
<i>1.8.1.6. Kendiliğinden Kutuplanma</i>	<i>43</i>
1.8.2. Dielektrik Durulma (Relaksasyon).....	44
1.9. YARIİLETKEN VE ENERJİ BAND ARALIĞI	44
1.9.1. Katkısız (saf) Yarıiletkenler	46
1.9.2. Katkılı Yarıiletkenler	46
<i>1.9.2.1. n-tipi Yarıiletken</i>	<i>46</i>
<i>1.9.2.2. p-tipi Yarıiletken</i>	<i>47</i>
2. MATERYAL VE YÖNTEM	48
2.1. MATERYAL	48
2.1.1. Kullanılan Kimyasal Malzemeler	48
2.1.2. Kullanılan Cihazlar	48
2.2. YÖNTEM	50
2.2.1. Nikel (II) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi.....	50
2.2.2. Demir (III) Oksit Sentezi.....	50
2.2.3. Neodimyum Demir Oksit Sentezi	50
2.2.4. Neodimyum Demir Nikel Oksit Sentezi	51
3. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	52

3.1. VSM SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ.....	52
3.2. FT-IR SPEKTRUMLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ	52
3.3. UV-VIS SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ	55
3.4. SEM, EDX, XRD ANALİZ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ..	56
3.5. EMPEDANS DEĞERLENDİRİLMESİ.....	59
3.5.1. Dielektrik Geçirgenliği	66
3.5.2. Dielektrik Kayıp ve Kayıp Tanjant.....	70
4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	76
5. KAYNAKLAR.....	79
6. EKLER.....	84
6.1. EK 1. FT-IR SPEKTRUMLARI	84
ÖZGEÇMİŞ.....	87

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 1.1. a) Kürelerin kare dizilimi b) İstiflenmiş kürelerin katmanları.	1
Şekil 1.2. İstiflenmiş kürelerin iki katmanı.....	2
Şekil 1.3. a) ABABA... sık istifleme sırasını gösteren üç <i>hsi</i> katmanı b) Katmanlar boyunca dar kanalları gösteren üç <i>hsi</i> katmanı.....	2
Şekil 1.4. Üç <i>ksi</i> katmanı.	2
Şekil 1.5. a) Oktahedral boşluklarla çevrili sık istiflenmiş kürelerin iki katmanı b) Oktahedral boşlukların bilgisayar gösterimi.	3
Şekil 1.6. a) Tetrahedral boşluklar ile çevrili sık istiflenmiş kürelerin iki katmanı b) Tetrahedral boşlukların gösterimi.....	4
Şekil 1.7. a) Bir oktahedral boşluğuna yerleşen 0.414r yarıçapına sahip bir küre b) Bir tetrahedral boşluğuna yerleşen 0.225r yarıçapına sahip bir küre.	4
Şekil 1.8. Hacim merkezli kübik yapı.....	5
Şekil 1.9. a) Basit kübik dizilimin iki katmanı b) Bu diziden atomların bir kübü.....	5
Şekil 1.10. Metaller arasında sık istiflenme çeşitlerinin oluşumu.	6
Şekil 1.11. (a, b) Tek boyutlu örgü c) Seçilmiş birim hücre.....	7
Şekil 1.12. Kare biçiminde iki boyutlu örgü içindeki birim hücre seçimi.....	7
Şekil 1.13. Dikdörtgen (merkez atom barındıran) bir örgüde birim hücre seçimi.....	7
Şekil 1.14. Genel bir birim hücre için eksenlerin tanımı, birim hücre boyutları ve açıları.	10
Şekil 1.15. Yedi kristal sistemin birim hücreleri.	10
Şekil 1.16. Bir, iki ve üç boyutta kübik birim hücre gösterimi.....	10
Şekil 1.17. a) Basit b) Hacim merkezli c) Yüzey merkezli d) Yüzey merkezli (A, B ya da C) birim hücreleri.	10
Şekil 1.18. CsCl birim hücresi.	12
Şekil 1.19. a) NaCl birim hücresi b) Cu ₆ S ₆ kümeleri ve Zn ₄ tetramerinin kristal yapısı.13	
Şekil 1.20. a) NiAs birim hücresi b) NiAs molekülünde arseniğin trigonal prizmatik koordinasyonu.....	13
Şekil 1.21. Cu ₆ S ₆ kümeleri ve Zn ₃ trimerlerinin kristal yapısı.	13
Şekil 1.22. a) Çinko blend ya da sfalerit kristal yapısı b) Wurtzit kristal yapısı.	14
Şekil 1.23. Florit yapısı (CaF ₂).	15
Şekil 1.24. AuAl ₂ kübik yapısı.	15
Şekil 1.25. Antiflorit Li ₂ X kristal yapısı.....	16
Şekil 1.26. a) CdCl ₂ b) CdI ₂ kristal yapısı.	16
Şekil 1.27. ReSe ₂ bileşiğine ait birim hücre.	17
Şekil 1.28. NiTe ₂ kristal yapısı.	17
Şekil 1.29. TiO ₂ poliform mineraline ait üç yapı.....	18
Şekil 1.30. Anataz, brukit ve rutil yapılarının kristal yüzeylerinin gösterimi.	18
Şekil 1.31. Ti ₂ N mono katmanlarının üstten ve yandan görünüşleri.	19
Şekil 1.32. Oktahedral yapıdaki bizmut atomlarını gösteren dört birim hücre.....	20
Şekil 1.33. Hekzagonal α-Al ₂ O ₃ kristalinin birim hücresi.	21
Şekil 1.34. a) ReO ₃ yapısının bir kısmı b) Oktahedral ReO ₆ c) Birim hücrenin bağlantısını gösteren ReO ₃ yapısı.....	21

Şekil 1.35. Kübik FeNbO_2F_4 birim hücresi.....	22
Şekil 1.36. CuAl_2O_4 (AB_2O_4) spinel yapısı.....	23
Şekil 1.37. $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ birim hücresi.....	23
Şekil 1.38. ABX_3 bileşiklerinin perovskit yapısı, CaTiO_3	24
Şekil 1.39. FeTiO_3 ilmenit yapısı.....	24
Şekil 1.40. Nd_2O_3 kristal yapısı.....	26
Şekil 1.41. α - Fe_2O_3 kristal yapısı.....	27
Şekil 1.42. NiO kristal ve manyetik birim hücresi.....	28
Şekil 1.43. Paramanyetik malzemenin manyetik alan varlığında ve yokluğundaki düzenlenimi.....	31
Şekil 1.44. Paramanyetik M-H ve χ -T grafiği.....	31
Şekil 1.45. Diyamanyetik malzemenin manyetik alan varlığında ve yokluğundaki düzenlenimi.....	32
Şekil 1.46. Diyamanyetik M-H ve χ -T grafiği.....	32
Şekil 1.47. Ferromanyetik malzemenin manyetik alan varlığında ve yokluğundaki düzenlenimi.....	33
Şekil 1.48. Fe_3O_4 bileşiğinin doyum manyetizasyon grafiği.....	34
Şekil 1.49. Fe_3O_4 bileşiğinin sıcaklıkla değişen manyetizasyonu.....	34
Şekil 1.50. Histeresis eğrisi.....	35
Şekil 1.51. Demire ait manyetik domainlerin H varlığı ve yokluğundaki yönelimleri.....	36
Şekil 1.52. Bloch duvarı.....	36
Şekil 1.53. Neel sıcaklığının antiferromanyetik malzeme etkisi.....	37
Şekil 1.54. MnO manyetik moment yönlenimi.....	37
Şekil 1.55. Ferrimanyetik malzemenin manyetik moment düzenlenimi.....	38
Şekil 1.56. Plakalar arası dielektrik madde ile dolu kapasitör.....	39
Şekil 1.57. Elektronik kutuplanma.....	41
Şekil 1.58. CO_2 molekülü.....	41
Şekil 1.59. H_2O molekülü.....	42
Şekil 1.60. Yönelim kutuplanması.....	42
Şekil 1.61. Yalıtkan, yarıiletken ve iletken malzemelerin band yapısı.....	45
Şekil 1.62. n-tipi yarıiletken için enerji band diyagramı.....	47
Şekil 1.63. p-tipi yarıiletken için enerji band diyagramı.....	47
Şekil 3.1. a) α - Fe_2O_3 b) Nd_2O_3 c) NdFeO_3 d) NiO e) $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiklerinin VSM grafikleri.....	54
Şekil 3.2. a) α - Fe_2O_3 b) Nd_2O_3 c) NdFeO_3 d) NiO e) $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiklerinin UV-VIS spektrumu ve band aralığı grafikleri.....	58
Şekil 3.3. a) 50 μm b) 10 μm Nd_2O_3 bileşiğine ait SEM görüntüleri.....	59
Şekil 3.4. a) 100 μm b) 50 μm α - Fe_2O_3 bileşiğine ait SEM görüntüleri.....	59
Şekil 3.5. a) 2 μm b) 500 nm NiO nanopartiküllerine ait SEM görüntüleri.....	60
Şekil 3.6. a) 40 μm b) 10 μm NdFeO_3 bileşiğine ait SEM görüntüleri.....	60
Şekil 3.7. a) 10 μm b) 3 μm $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait SEM görüntüleri.....	61
Şekil 3.8. $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait EDX spektrumu.....	61
Şekil 3.9. Nd_2O_3 bileşiğine ait XRD spektrumu.....	62
Şekil 3.10. α - Fe_2O_3 bileşiğine ait XRD spektrumu.....	63
Şekil 3.11. Nano- NiO bileşiğine ait XRD spektrumu.....	64
Şekil 3.12. NdFeO_3 bileşiğine ait XRD spektrumu.....	65
Şekil 3.13. $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait XRD spektrumu.....	66
Şekil 3.14. a) Nd_2O_3 b) α - Fe_2O_3 c) NdFeO_3 d) NiO e) $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiklerinin reel dielektrik değerlerinin diyagramları.....	69
Şekil 3.15. Nd_2O_3 bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.....	71

Şekil 3.16. α -Fe ₂ O ₃ bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.....	72
Şekil 3.17. Nano-NiO bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları....	73
Şekil 3.18. NdFeO ₃ bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.....	74
Şekil 3.19. NdFe _{1-x} Ni _x O ₃ bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.	75
Şekil 6.1. Nd ₂ O ₃ bileşiğine ait FT-IR spektrumu.	84
Şekil 6.2. Fe(OH) ₃ bileşiğine ait FT-IR spektrumu.	84
Şekil 6.3. α -Fe ₂ O ₃ bileşiğine ait FT-IR spektrumu.....	85
Şekil 6.4. NdFeO ₃ bileşiğine ait FT-IR spektrumu.....	85
Şekil 6.5. Ni(OH) ₂ bileşiğine ait FT-IR spektrumu.....	85
Şekil 6.6. NiO nanopartiküllerine ait FT-IR spektrumu.	86
Şekil 6.7. NdFe _{1-x} Ni _x O ₃ bileşiğine ait FT-IR spektrumu.....	86



ÇİZELGE LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Çizelge 1.1. Yedi kristal sistem.	9
Çizelge 1.2. Bravais örgüleri.	11
Çizelge 1.3. Anyonların sık istiflenme düzenlemeleri ile ilgili yapılar.	25
Çizelge 3.1. Bileşiklerin relaksasyon ve soğurum katsayıları.	75



KISALTMALAR

$\sigma \rightarrow \sigma^*$	Geçiş metali-geçiş metali
3d	4. periyot geçiş metalleri
4f	6. periyot lantanit metalleri
3d-4f	Geçiş metali-Lantanit metali
A.C.	Alternatif akım
bpy	Bipiridin
D.C.	Doğru akım
dap	1,2-diaminopropan
EDX	Enerji dağılımlı X-ışınları
en	Etilendiamin
FT-IR	Fourier Transform Infrared
hmk	Hacim merkezli kübik
hsi	Hekzagonal sık istiflenme
ICP-OES	İndüktif Eşleşmiş Plazma-Optik Emisyon Spektrometresi
ksi	Kübik sık istiflenme
$n \rightarrow \sigma^*$	Çiftleşmemiş elektron-d orbital elektronu
n-tipi yarıiletken	Elektron yoğunluğu yüksek yarıiletken
p-tipi yarıiletken	Boşluk yoğunluğu yüksek yarıiletken
R	Rombohedral
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
UV-Vis	Ultraviyole-Görünür Bölge Spektroskopisi
X-RD	X-Işınları Kırınımı
VSM	Titreşimli Numune Manyetometresi
ZSMT	Çinko manganez tellür

SİMGELER

°C	Santigrat derece
Å	Angstrom
a, b, c	Birim hücre uzunlukları
cm	Santimetre
ε	Dielektrik sabiti
ε _r	Dielektrik geçirgenlik
dk	Dakika
E _g	Band aralığı
emu/g	Bir gramda elektromanyetik hücre
eV	Elektrovolt
F	Yüzey merkezli birim hücre
GPa	Gigapascal
H	Manyetik alan
Hz	Hertz
hν	Foton enerjisi
I	Hacim merkezli birim hücre
K	Kelvin
kHz	Kilohertz
M	Manyetizasyon
MHz	Megahertz
ml	Mililitre
mm	Milimetre
mTorr	Militorr
nm	Nanometre
Oe	Oersted
P	Basit birim hücre
+Q, -Q	+ ve - yük
R	Rombohedral
s	Saniye
T	Sıcaklık
λ	Dalga boyu
χ	Duygunluk
τ	Relaksasyon katsayısı
α	Absorpsiyon katsayısı
α, β, γ	Birim hücre açıları

ÖZET

NANO-NİKEL OKSİT KATKILI PEROVSKİT NdFeO_3 BİLEŞİĞİNİN YAPISAL, MANYETİK VE DİELEKTRİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Kübra ZENKİN
Düzce Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi
Danışman: Prof. Dr. Sefa DURMUŞ
Temmuz 2019, 86 sayfa

Bu çalışma iki aşamada gerçekleştirildi. İlk aşamada sol-jel yöntemiyle NiO nanopartikülleri hazırlandı, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ kontrollü çöktürme yöntemiyle sentezlendi, sol-jel yöntemiyle NdFeO_3 üretildi. İkinci aşamada sırasıyla ticari Nd_2O_3 , nano-NiO ve $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ literatürlerde yer alan seramik metodu ile belirlenmiş şartlar altında ilavesiyle $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ sentezlendi. Sentez ürünü oluşturan herbir bileşenin, sentez süresi boyunca spektral analizlerle doğrulukları tespit edildi ve yapıya katılan herbir bileşenin nihai ürünün sahip olduğu özelliklerine etkisi, kristal özellikleri X-ışını kırınımı difraktometresi (XRD) ve taramalı elektron mikroskopu (SEM), enerji dağılımlı X-ışınları (EDX) ile karakterize edildi ve aynı zamanda yapıları fourier dönüşümlü infrared (FT-IR) spektroskopisiyle, UV-Vis spektroskopisi ile aydınlatıldı, titreşimli numune manyetometresi (VSM) ile manyetik histerisisi, dielektrik davranışları (Empedans Analizörü) ve band aralığı tespit edildi. Analizlere göre, özellikle neodimyum iyonunun yapının özellikleri üzerinde önemli bir etkisi olduğu bulundu.

Anahtar sözcükler: NdFeO_3 , NiO, Nanopartikül, Dielektrik, Mıknatıs.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF STRUCTURAL, MAGNETIC AND DIELECTRIC PROPERTIES OF NANO-NICKEL OXIDE DOPED NdFeO₃ PEROVSKITE COMPOUND

Kübra ZENKİN

Duzce University

Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Chemistry

Master's Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Sefa DURMUŞ

July 2019, 86 pages

This current study was performed in two steps. In first step; NiO nanoparticles were prepared by sol-gel method, α -Fe₂O₃ was synthesized by controlled precipitation method and NdFeO₃ was produced by sol-gel method. In the second step; NdFe_{1-x}Ni_xO₃ was synthesized by the ceramic method in the literature with the addition of commercial Nd₂O₃, nano-NiO and α -Fe₂O₃ under specified conditions, respectively. Each component constituting the synthesis product was determined by spectral analysis during the synthesis period and the effect of each component on the final products crystal properties were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray (EDX) but also compounds structures were illustrated by fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy, UV-Vis spectroscopy and were detected by magnetic hysteresis with vibrating sample magnetometer (VSM), dielectric behavior (Impedance Analyzer) and band gap. According to the analysis, it was found that especially the neodymium ion had a significant effect on properties of the structure.

Keywords: NdFeO₃, NiO, Nanoparticles, Dielectric, Magnet.

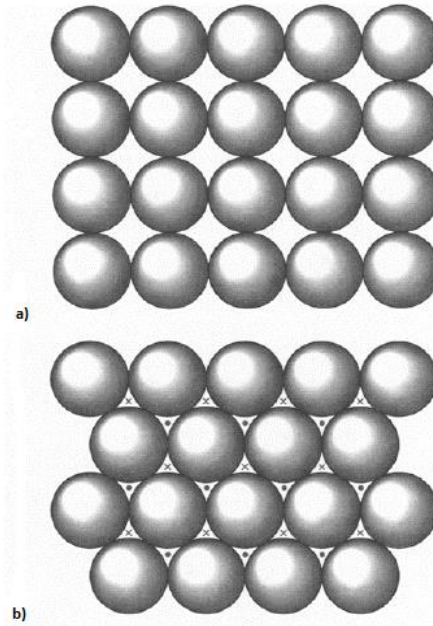


Canım Aileme,

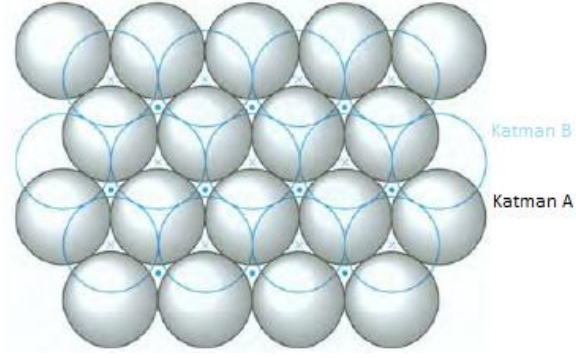
1. GİRİŞ

1.1. SIK İSTİFLENME

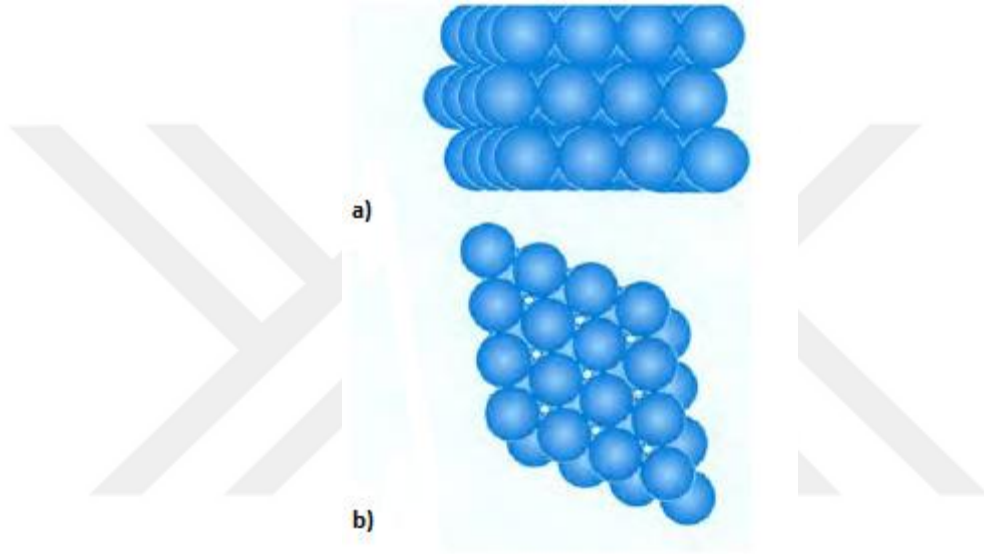
Bir atom küçük, sert bir küre olarak ön görüldüğünde bu tür benzer atomların bir katman oluşturması için iki olası düzenleme Şekil 1.1'de gösterilmektedir. Şekil 1.1a'daki kare katmanının sıkıştırılmasıyla küreler Şekil 1.1b'deki pozisyona geçer, böylece katman daha az yer kaplamış olur. Şekil 1.1b'deki katman (A katmanı) istiflenme olarak adlandırılır. İstiflenmiş yapıyı üç boyutlu olarak inşa etmek için ikinci bir katman (B katmanı) eklenmelidir. İkinci katmanın küreleri birinci katmanın boşluklarının yarısına yerleşir. Bunlar nokta ve çarpı işareti ile işaretlenmiştir. Şekil 1.2'deki B katmanı, bir çarpı ile işaretlenmiş boşlukların üzerine yerleşir. Üçüncü bir katman eklendiğinde, iki olası pozisyon daha oluşur. İlk olarak, işaretsiz boşluklarda doğrudan A katmanının üzerinden geçebilir; eğer bu istifleme sırası tekrarlanırsa ABABABA...vb. katmanları meydana gelir. Bu, hekzagonal sık istiflenme (*hsl*) olarak bilinir (Şekil 1.3a). Bu yapıda, bir nokta ile işaretlenmiş boşluklar hiçbir zaman küreler tarafından doldurulamaz, bu da katmanlar arasında çok küçük kanallar oluşmasına neden olur (Şekil 1.3b).



Şekil 1.1. a) Kürelerin kare dizilimi b) İstiflenmiş kürelerin katmanları.



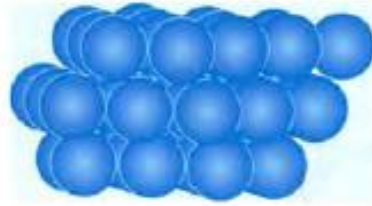
Şekil 1.2. İstiflenmiş kürelerin iki katmanı.



Şekil 1.3. a) ABABA... sık istifleme sırasını gösteren üç *hsi* katmanı

b) Katmanlar boyunca dar kanalları gösteren üç *hsi* katmanı.

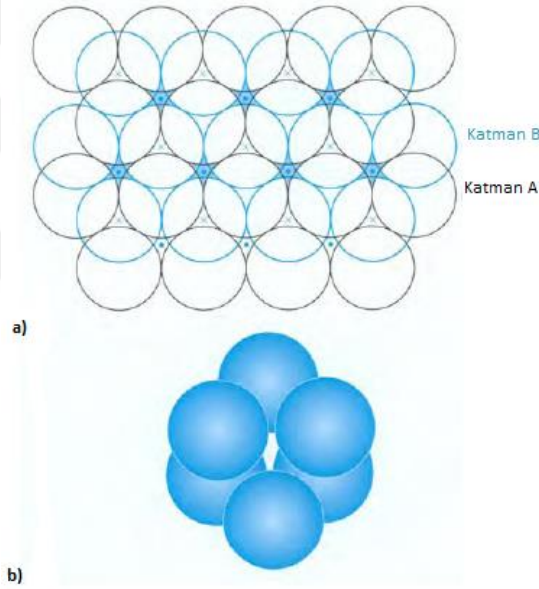
İkinci olarak, üçüncü katman, bir nokta ile işaretlenmiş boşlukların üzerine yerleşebilir. C olarak etiketlenen bu üçüncü katman, doğrudan A veya B üzerinde olmayıp ve tekrarlandığında istifleme sırası ABCABCAB... vb. dizilimi olur. Buna kübik sık istiflenme (*ksi*) denir (Şekil 1.4).



Şekil 1.4. Üç *ksi* katmanı.

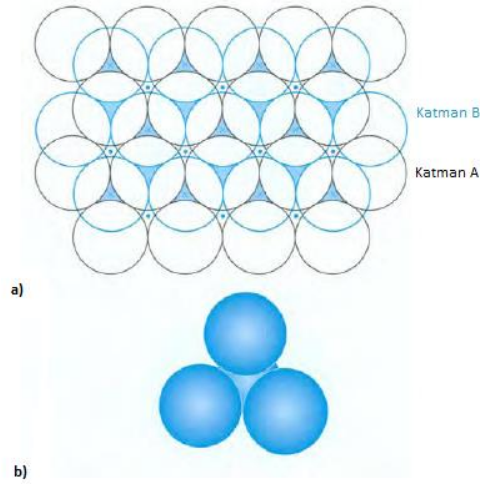
İstiflenme, aynı küreleri paketleme alanının en verimli kullanımını göstermektedir; küreler hacmin % 74'ü doldurur bundan dolayı paketleme verimi % 74 olduğu kabul edilir. Yapıdaki her bir küre 12 eşit komşu ile çevrilidir (aynı katmanda altı, üstteki katmanda üç ve aşağıdaki katmanda üç tane) istiflenmiş yapıda bir atomun koordinasyon sayısı bu nedenle 12'dir.

İstiflenmiş yapıların bir başka önemli özelliği ise, küreler arasında kalan az miktardaki alanın şekli ve sayısıdır. İstiflenmiş bir yapı içerisinde iki farklı alan tipi bulunur: İlki oktahedral boşluktur. Şekil 1.5a tekrar iki istiflenmiş katmanı ve gölgelenmiş oktahedral boşlukları göstermektedir. Bu boşlukların her birini altı küre çevrelemektedir; üçü A katmanında ve üçü B katmanındadır. Bu kürelerin merkezleri bir oktahedronun köşelerindedir (Şekil 1.5b). Dizilerde n tane küreye karşılık n tane oktahedral boşluklar bulunur.



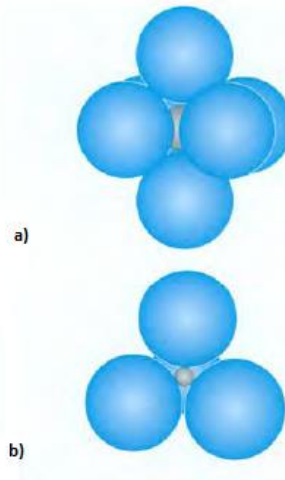
Şekil 1.5. a) Oktahedral boşluklarla çevrili sık istiflenmiş kürelerin iki katmanı
b) Oktahedral boşlukların bilgisayar gösterimi.

Benzer şekilde Şekil 1.6a, tetrahedral boşluklu, gölgelenmiş, istiflenmiş iki katmanı göstermektedir. Dört küre bu boşlukların her birini bir tetrahedronun köşelerindeki merkezlerle çevrelerler (Şekil 1.6b). Dizideki n tane küreye karşılık $2n$ tane tetrahedral boşluklar bulunur.



Şekil 1.6. a) Tetrahedral boşluklar ile çevrili sık istiflenmiş kürelerin iki katmanı
b) Tetrahedral boşlukların gösterimi.

İstiflenmiş yapıdaki oktahedral boşluklar, tetrahedral boşluklardan çok daha büyüktür ve dört yerine altı atomla çevrilidirler. Basit bir geometri hesapla, r yarıçaplı bir dizi küredeki oktahedral bir boşluğa yeni yerleşecek bir kürenin yarıçapının $0.414r$ olduğu bulunur. Tetrahedral boşluk için ise yarıçapı $0.225r$ 'dir (Şekil 1.7).



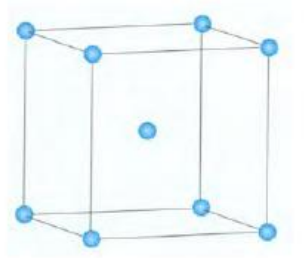
Şekil 1.7. a) Bir oktahedral boşluğuna yerleşen $0.414r$ yarıçapına sahip bir küre
b) Bir tetrahedral boşluğuna yerleşen $0.225r$ yarıçapına sahip bir küre.

Sayısız istifleme dizilimi, istiflenme katmanları tekrarlanabilmesi mümkündür; bununla birlikte, hegzagonal sık istiflenme ve kübik sık istiflenme, en basit yapılara sahip olanlardır ve en çok soygazların ve metalik elementlerin kristal yapılarında görülür. Elementlerin mükemmel kristallerinde yalnızca iki istifleme dizisi bulunur: La, Pr, Nd ve Am'de ABAC tekrarı ve Sm'de ise dokuz katlı bir ABACACBCB tekrarı bulunur.

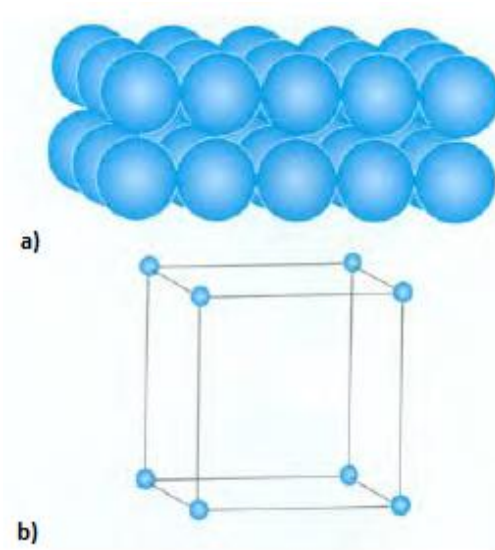
1.2. HACİM MERKEZLİ VE BASİT YAPILAR

Bazı metaller istiflenmiş bir yapıya sahip değildir, ancak biraz daha az etkili bir paketleme yöntemine sahiptir: bu, Şekil 1.8’de gösterilen hacim merkezli kübik yapıdır (*hmk*). Bu yapıda, küpün ortasında bir atom, küpün köşelerinde sekiz tane aynı ve eşit atomla çevrilidir – böylece koordinasyon sayısı 12’den 8’e düşer ve paketleme verimi % 68, istiflenme için ise % 74’dür.

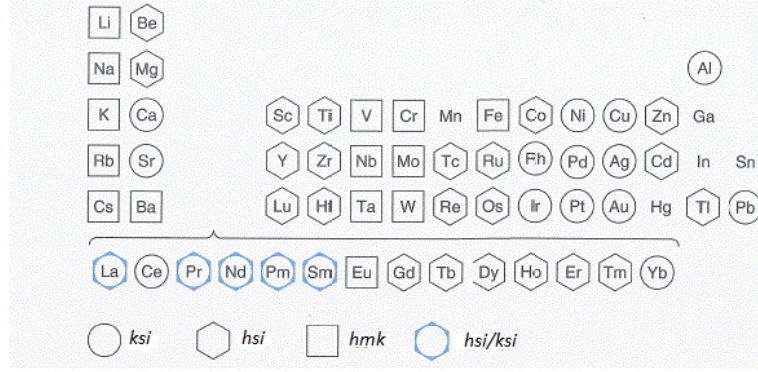
Kübik yapıların en basiti, basit kübik yapıdır. Bu, Şekil 1.1a’da gösterildiği gibi kare katmanları doğrudan üst üste yerleşerek oluşur. Şekil 1.9a bunu resmektedir ve Şekil 1.9b’de her bir atomun bir küpün köşesini doldurduğu da görülmektedir. Bu yapıda bir atomun koordinasyon sayısı 6’dır. Metallerin çoğu üç temel yapıdan birine sahiptir: *hsi*, *ksi* veya *hmk*. Örneğin polonyum tek başına basit yapıyı tercih etmektedir. İstifleme türlerinin 298 K’de metallerin en kararlı formları arasındaki dağılımı, Şekil 1.10’da gösterilmektedir. Çok az sayıda metallerde *hsi/ksi* karışımı yapısına sahiptir.



Şekil 1.8. Hacim merkezli kübik yapı.



Şekil 1.9. a) Basit kübik dizilimin iki katmanı b) Bu diziden atomların bir kübü.



Şekil 1.10. Metaller arasında sık istiflenme çeşitlerinin oluşumu.

1.3. ÖRGÜLER VE BİRİM HÜCRELERİ

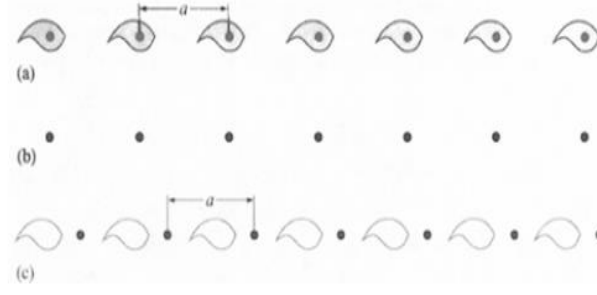
Kristaller düz parlak yüzleri olan düzenli yapıya sahip katı partiküllerdir. İlk olarak 1664 yılında Robert Hooke tarafından dış görünüşlerinin düzenliliğinin önemli derecede bir iç düzenin yansıması olduğu belirtildi. Steno, 1671’de bunun iç yapılarının değiştiğinden değil, bazı yüzeylerin diğerlerinden daha fazla geliştiğini gözlemledi. Aynı maddenin farklı kristallerindeki benzer yüzeyler arasındaki açı daima aynıdır. Arayüzey açılarının sabitliği kristaller içindeki iç sırayı yansıtır. Her kristal, her yöne, kusursuz bir şekilde düzenli olarak sürekli tekrar eden temel bir “yapı taşından” elde edilir. Bu yapı taşı birim hücre olarak adlandırılır.

1.3.1. Örgüler

En basit düzenli dizi, Şekil 1.11a’daki virgülle gösterilenler gibi eşit aralıklarla yerleştirilmiş nesnelere oluşan bir çizgidir. Her nesne aynı yerde bir nokta var: eğer noktalardan çıkan nesnelere kaldırılırsa, eşit aralıklı noktalardan oluşan bir çizgi elde edilir (a aralıkları) (Şekil 1.11b). Nokta çizgisine örgü denir ve her örgü noktası aynı çevreye sahip olmalıdır. Bu, tek boyutlu bir örgünün tek örneğidir ve yalnızca boşlukta a değişebilir. Beş tane iki boyutlu örgü mümkündür ve bunlara örnek duvar kağıtları ve yer döşemesi olarak verilebilir.

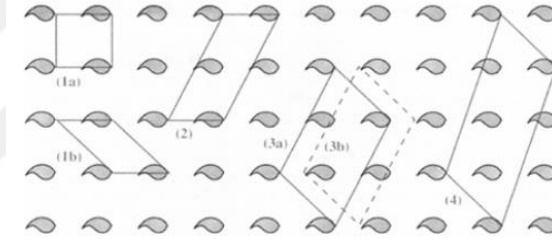
1.3.2. Tek ve İki Boyutlu Birim Hücreleri

Şekil 1.11’deki tek boyutlu örgü için birim hücre (c), iki dikey çizgi arasında bulunur (a , b). Bu birim hücre tekrar edilirse, orijinal dizi yeniden üretilir. Yapısal olarak örgü noktalarının her biri aynı çevreye sahip oldukları sürece nereye yerleştirildiğinin bir önemi de yoktur.



Şekil 1.11. (a, b) Tek boyutlu örgü c) Seçilmiş birim hücre.

İki boyutlu örgüler için birim hücreler, dizideki köşeleri eşdeğer konumlarda bulunan paralel kenarlardır (bir birim hücrenin köşeleri örgü noktalarıdır). Şekil 1.12’de, birkaç farklı birim hücreyi belirten kare bir dizilimi gösterir. Yapının simetrisini tamamen temsil eden en küçük hücre tekrarlanırsa dizilim tekrar elde edilebilir. Her iki birim hücre (1a) ve (1b) aynı boyuttadır ancak açıkça (1a) bunun kare bir dizilim olduğunu gösterir ve bu klasik bir seçim olarak kabul edilir.



Şekil 1.12. Kare biçiminde iki boyutlu örgü içindeki birim hücre seçimi.

Şekil 1.13 aynı prensipleri göstermektedir, ancak merkezlenmiş dikdörtgen bir dizi için, (a) merkezleme hakkında bilgi içerdiğinden klasik seçim olur; daha küçük birim hücre (b) bu bilgiyi kaybeder. Merkez atomu olmayan bir eğik birim hücre tanımlamak her zaman mümkündür, ancak bunu yapmak örgünün simetrisi hakkındaki bilgiyi kaybettirebilir.



Şekil 1.13. Dikdörtgen (merkez atom barındıran) bir örgüde birim hücre seçimi.

Şekil 1.12'deki (1a), (1b) ve Şekil 1.13'deki (b) gibi birim hücreler her köşesinde bir örgü noktasına sahiptir. Bununla birlikte, her biri bir örgü noktası içerir çünkü dört bitişik birim hücre, her örgü noktasını paylaşır. Basit birim hücreler (primitive) olarak bilinirler ve P sembolü kullanılır. Şekil 1.13'de (a) ile işaretlenmiş birim hücreye, biri paylaşılan dört köşeden diğeri de tamamen hücre içine alınmış iki örgü noktası dahildir. Bu merkezlenmiş bir hücredir ve C sembolü kullanılır..

1.3.3. Üç Boyutlu Birim Hücreler

Üç boyutlu bir örgünün birim hücresi, Şekil 1.14'de gösterildiği gibi a , b ve c olmak üzere üç mesafeli ve α , β ve γ ile tanımlanmış üç açılı bir paralelyüzdür. Birim hücreler kristallerin temel yapı taşları olduğundan, boşluk doldurmaları gerekir (tüm alanı doldurmak için bir araya gelmek). Bu özellikleri sağlayabilen tüm olası birim hücre şekilleri Şekil 1.15 ve Şekil 1.16'da gösterilmektedir ve spesifikasyonları Çizelge 1.1'de listelenmiştir. Bunlar, yedi kristal sistem veya sınıf olarak bilinir. Bu birim hücre şekilleri, ayrıca ayrıntılı olan minimum simetri şartları ile belirlenir.

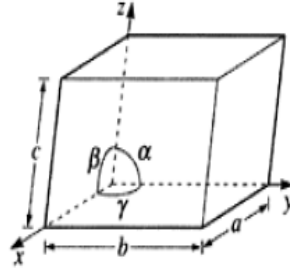
Üç boyutlu birim hücresi dört farklı tip içerir (Şekil 1.17):

1. Basit birim hücre – sembol P (Primitive) - her köşede örgü noktası vardır.
2. Hacim merkezli birim hücre – sembol I- (Almanca “Innenzentriert” kelimesinin baş harfi) hücrenin merkezinde ve her köşede örgü noktası vardır.
3. Yüzey merkezli birim hücre – sembol F- (Almanca “Flächenzentriert” kelimesinin baş harfi) hücrenin her yüzeyinin merkezinde ve her köşede örgü noktası vardır.
4. Yüzey merkezli birim hücre – sembol A, B ya da C- hücrenin her köşesinde ve bir çift karşı yüzün merkezinde örgü noktası vardır (örneğin, A merkezli bir hücre, bc yüzlerinin merkezlerinde örgü noktalarına sahiptir).

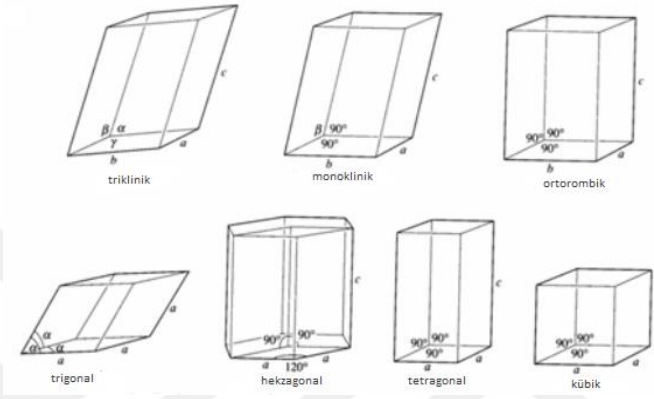
Bu dört örgü türü, yedi olası birim hücre şekli ile birleştirildiğinde, 14 adet Bravais örgüleri (Çizelge 1.2) meydana gelir. (Bazı şekil ve örgü tiplerini birleştirmek Çizelge 1.1'de listelenen simetri şartlarını korumak mümkün değildir. Örneğin, A-merkezli ve kübik birim hücrenin olması mümkün değildir; altı yüzün yalnızca iki tanesinin merkez atomu varsa, birim hücrenin mutlaka kübik simetrisi bozulur.)

Çizelge 1.1. Yedi kristal sistem.

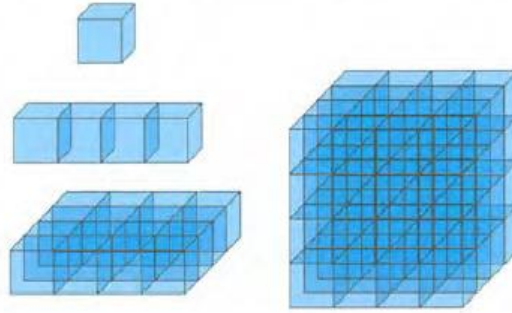
Sistem	Birim hücre	Minimum simetri şartları
Triklinik	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$ $a \neq b \neq c$	Yok
Monoklinik	$\alpha = \gamma = 90^\circ$ $\beta \neq 90^\circ$ $a \neq b \neq c$	Bir tane iki katlı eksen veya simetri düzlemi
Ortorombik	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $a \neq b \neq c$	Karşılıklı üç dikey iki kat eksenlerin herhangi bir kombinasyonu veya simetri düzlemleri
Trigonal/rombohedral	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ $a = b = c$	Üç katlı eksen
Hekzagonal	$\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$ $a = b \neq c$	Altı katlı eksen veya altı katlı eşdeğer olmayan eksen
Tetragonal	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $a = b \neq c$	Dört katlı eksen veya dört katlı eşdeğer olmayan eksen
Kübik	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $a = b = c$	Her biri $109^\circ 28'$ dört tane üç katlı eksen.



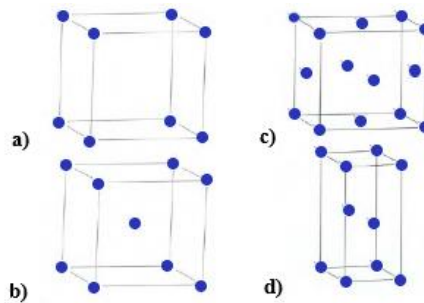
Şekil 1.14. Genel bir birim hücre için eksenlerin tanımı, birim hücre boyutları ve açıları.



Şekil 1.15. Yedi kristal sistemin birim hücreleri.



Şekil 1.16. Bir, iki ve üç boyutta kübik birim hücre gösterimi.



Şekil 1.17. a) Basit b) Hacim merkezli c) Yüzey merkezli d) Yüzey merkezli (A, B ya da C) birim hücreleri.

Çizelge 1.2. Bravais örgüleri.

Kristal sistem	Örgü türü
Kübik	P, I, F
Tetragonal	P, I
Ortorombik	P, C, I, F
Hekzagonal	P
Trigonal (Rombohedral)	P/R ^a
Monoklinik	P/C
Triklinik	P

^a Rombohedral örgünün açıklamasında R sembolü kullanılır.

1.4. KATI KRİSTALLER

İyonlar, periyodik cetvelin en sol ve en sağında bulunan gruplardaki elementler tarafından oluşma eğilimindedirler. Böylece, grup I ve II'deki metallerin katyonlar oluşturması ve grup VI ve VII'nin metal olmayanları ve azotun anyonlar oluşturması beklenir, çünkü bunu yaparak kararlı bir soygaz konfigürasyonu elde edebilirler.

Karşılıklı iki yüklü iyon arasında, aralarındaki elektrostatik çekim nedeniyle iyonik bir bağ oluşur. İyonik bağlar güçlüdür ancak yönsüzdür; güçleri iyonların ayrılmasıyla azalır. İyonik kristaller bu nedenle, karşılıklı yüklü iyonlar arasındaki Coulomb çekiciliğini en üst düzeye çıkarmak ve en aza indirmek için bir araya toplanmış sonsuz iyon dizilerinden oluşur.

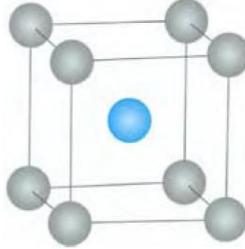
1.4.1. MX Formülünde İyonik Katılar

1.4.1.1. Sezyum Klorür Yapısı

Sezyum klorür yapısının bir birim hücresi, Şekil 1.18'de gösterilmiştir. Köşelerde, sekiz klorür iyonu, ile çevrili, kübik birim hücrenin merkezinde bir sezyum iyonu bulunur. Merkezde klorür ve köşelerde sezyum ile tam tersi bir şekilde de gösterilebilir, çünkü yapı iç içe geçen iki basit kübik diziden oluşmaktadır [1].

ZnN bileşiğinin basınca bağlı çinko blend, sodyum klorür ve sezyum klorür tipi yapısal faz geçişleri ve PVT denklemi, izotermal kütle modülü, Debye sıcaklığı, Grüneisen parametresi ve yüksek basınçlı sodyum klorür yapısı için termodinamik özelliklerini incelemiştirler. Entalpi ve basınç ilişkilerinden, çinko blend (Şekil 1.22) yapının, Rajeswarapalanichamy ve arkadaşlarının teorik tahminine uygun olarak düşük basınç

altında kararlı olduğunu ve sodyum klorür tipi yapı, sezyum klorür tipi yapının tüm basınç aralığında her zaman kararsız olduğu yüksek basınçlı fazdır. ZnN bileşiği için çinko blend ve sodyum klorür tipi yapılar arasında faz geçiş basıncının 2.55 GPa olduğu bulunmuştur [2].



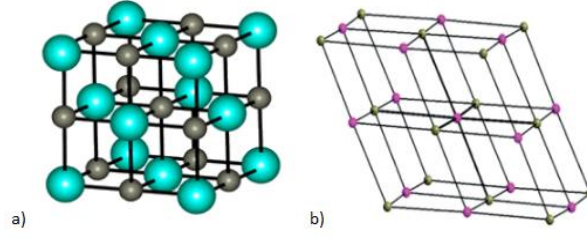
Şekil 1.18. CsCl birim hücresi.

(Cs, mavi küre; Cl, gri küre ya da tam tersi)

1.4.1.2. Sodyum Klorür (Sofra Tuzu) Yapısı

Sodyum klorür yapısının bir birim hücresi, Şekil 1.19a'da gösterilmektedir. Birim hücre kübiktir ve yapı, iç içe geçebilen biri Na^+ diğeri Cl^- iyonlarından oluşan iki adet yüzey merkezli dizilimden meydana gelmektedir. Her bir Na^+ iyonu bir oktahedronun köşelerinde bulunan altı eşit Cl^- iyonu ile çevrilidir ve aynı şekilde her bir Cl^- iyonu altı eşit Na^+ iyonu ile çevrilidir. Burada koordinasyon 6:6 dır [1].

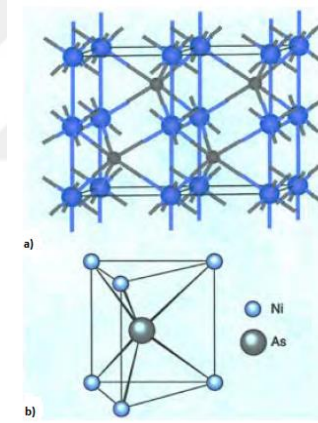
Dört üç boyutlu heterometalik koordinasyon polimer bileşiğinin sentezi, yapıları ve heterojen katalitik aktiviteleri incelenmiştir. $[\{\text{Zn}_3(\text{Hen})(\text{OH})\}\{\text{Cu}_6(6\text{-mna})_6(\text{H}_2\text{O})_6\}]$ (I), $[\{\text{Zn}_2(\text{OH})(\text{en})\}\{\text{Cu}_6(6\text{-mna})_6\}_{0.5}(\text{H}_2\text{O})_2\text{EtOH}]$ (II), $[\{\text{Zn}_3(\text{dap})_3(\text{H}_2\text{O})\}\{\text{Cu}_6(6\text{-mna})_6(\text{H}_2\text{O})_4\}]$ (III) ve $[\{\text{Zn}_2(4,4'\text{-bpy})_{0.5}(\text{OH})(\text{H}_2\text{O})\}\{\text{Cu}_6(6\text{-mna})_6\}_{0.5}(\text{H}_2\text{O})]$ (IV) (en = etilendiamin, 6- H_2mna = 6-mercaptotonikotik asit, dap = 1,2-diaminopropan, 4,4'-bpy = 4,4'-bipiridin) bileşikleri sentezlenmiştir. Bileşikler, karboksilatlar vasıtasıyla farklı çinko-okso kümelerine bağlı Cu_6S_6 oktahedral kümelerden oluşur. Dolayısıyla bileşikler, koordinasyon polimer yapılarında yaygın olarak gözlenmeyen Cu(I) ve Zn(II) bazlı kümeler içerir. Bileşik I, Nikel arsenür yapısı ilgili bir yapı ile kararlı olurken (Şekil 1.19b), sodyum klorür ile ilişkili bir yapıda bileşik II ve IV, bileşik III ise yeni bir ağ yapısı türü olarak incelenmiştir (Şekil 1.21). Tüm bileşikler, heterojen nitroaldol reaksiyonunda aktif katalizörler olduğu gözlemlenmiştir [3].



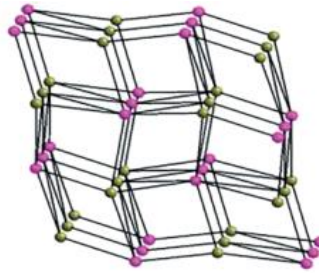
Şekil 1.19. a) NaCl birim hücresi (Na, gri küre; Cl, mavi küre ya da tam tersi)
b) Cu₆S₆ kümeleri ve Zn₄ tetramerinin kristal yapısı.

1.4.1.3. Nikel Arsenür Yapısı

Nikel arsenür yapısı, hegzagonal sık istiflenmede sodyum klorür yapısının eşdeğeridir. Oktaheral boşluklarında yer alan nikel atomlarıyla arsenik atomları *hsi* düzenini oluşturabilirler. Nikel atomları hakkındaki geometri bu nedenle oktahedraldir. Arsenik için durum böyle değildir, her bir arsenik atomu altı nikel atomlu trigonal prizmanın merkezinde bulunmaktadır (Şekil 1.20) [1].



Şekil 1.20. a) NiAs birim hücresi (Ni, mavi küre; As, gri küre)
b) NiAs molekülünde arseniğin trigonal prizmatik koordinasyonu.



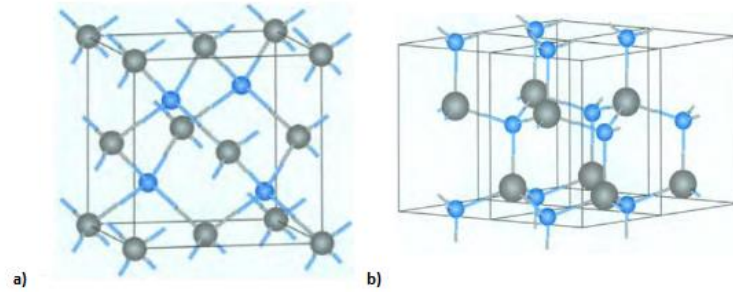
Şekil 1.21. Cu₆S₆ kümeleri ve Zn₃ trimerlerinin kristal yapısı [3].
(Cu₆S₆, pembe küre; Zn₃, kahverengi küre)

1.4.1.4. Çinko Blend (veya Sfalerit) ve Wurtzit Yapıları

Şekil 1.22’de çinko blend ve wurtzit yapılarının birim hücreleri verilmiştir. Bu yapılar, doğal olarak meydana gelen iki farklı çinko sülfür mineral formundan adlandırılmıştır. Çinko blend yapısı, diğer tetrahedral boşlukların tümünü sıralı bir şekilde kaplayan çinko iyonlarıyla birlikte *ksi* sülfür iyonları dizilimi olarak tanımlanabilir. Böylece her çinko iyonu tetrahedral olarak dört sülfür tarafından düzenlenir ve bunun tersi de geçerlidir. Bu yapıda olan bileşikler, bakır halojenürleri ve çinko, kadmiyum ve civa sülfürleri içerir.

Wurtzit yapısı, çinko iyonlarının kapladığı alternatif tetrahedral boşlukların sahip bir *hsi* sülfür iyonları diziliminden oluşur. Her çinko iyonu dört sülfür iyonu ile tetrahedral olarak düzenlenir ve bunun tersi de geçerlidir. Bu yapıda olan bileşikler arasında BeO, ZnO ve NH₄F bulunur [1].

Wurtzit yapıları çinko (kararlı) manganez tellürür (ZSMT) ve bu alaşımların yarı iletken özelliklerini tarafından çalışılmıştır. Wurtzit kristal yapıya sahip compinational sputtering yöntemi ile sentezlenen Mn_{1-x}Zn_xTe alaşımlarının optik ve elektriksel özelliklerini incelenerek, WZ fazlarının, MnTe'nin az miktarda (% 8-18) ZnTe ile 300-400 °C'de ince film formunda alaşımlanmasıyla kararlı olabileceği keşfedilmiştir [4].

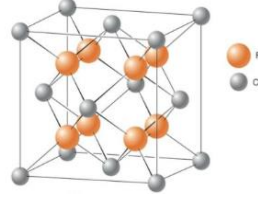


Şekil 1.22. a) Çinko blend ya da sfalerit kristal yapısı, ZnS
(Zn, mavi küre; S, gri küre ya da tam tersi)
b) Wurtzit kristal yapısı, ZnS. (Zn, mavi küre; S, gri küre)

1.4.2. MX₂ Formülündeki Katılar

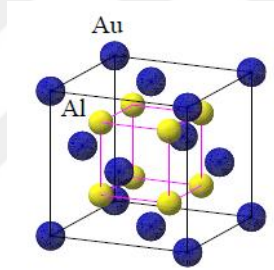
1.4.2.1. Florit ve Antiflorit Yapıları

Florit yapısı, CaF₂ kalsiyum florür mineralinden bu adı almıştır. Yapı, Şekil 1.23’de gösterilmektedir. Tetrahedral boşlukların tümünü kaplayan florürleri olan bir *ksi* kalsiyum iyonları dizisi ile tanımlanabilir [1].



Şekil 1.23. Florit yapısı (CaF₂).

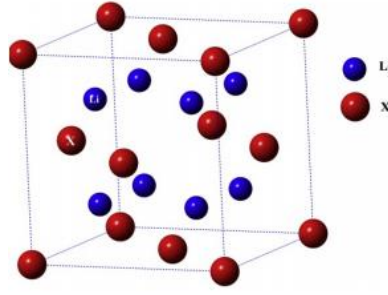
Florit (CaF₂) tipi kübik yapıya sahip yüksek kaliteli AuAl₂ (Şekil 1.24), AuGa₂ ve AuIn₂ tek kristallerini büyütüp ve fermi yüzey özelliklerini belirlemişlerdir [5].



Şekil 1.24. AuAl₂ kübik yapısı.

Antiflorit yapıda, katyonların ve anyonların pozisyonları sadece tersine çevrilir ve yapının, *ksi* anyon dizisindeki tüm tetrahedral boşlukların bulunduğu katyonlar olarak tarif etmek daha doğru olur [1].

Antiflorit Li₂X (X = S ve Te) kalkojenid (VIA grubu elementleri) bileşiklerinin (Şekil 1.25) basınç etkisi altında, yapısal, elektronik ve elastik özelliklerini incelemişlerdir [6].

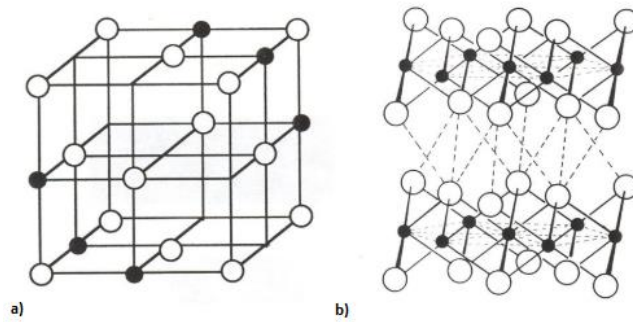


Şekil 1.25. Antiflorit Li_2X ($\text{X} = \text{S}$ ve Te) kristal yapısı.

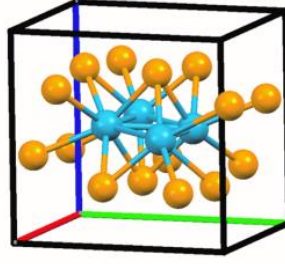
1.4.2.2. Kadmiyum Klorür ve Kadmiyum İyodür Yapıları

Bu yapıların her ikisi de uygun anyonun katyonlar tarafından oluşturulan oktahedral boşlukların yarısı ile istiflenmesine dayanmaktadır. Her iki yapıda da katyonlar, diğer her anyon katmanındaki tüm oktahedral boşlukları kaplar ve 6:3 koordinasyonu ile genel bir katman yapısı oluşturur. Kadmiyum klorür yapısı bir *k*si klorür iyonu dizilimini temel alırken, kadmiyum iyodür yapısı bir *h*si iyodür iyonları dizilimini temel almaktadır (Şekil 1.26) [1].

Değiştirilmiş Bridgman tekniği kullanılarak sentezlenen yüksek kaliteli ReSe_2 kristallerinde tek kristal, Laue ve toz kırınım ölçümleri yapılmıştır. Renyum esaslı katmanlı dikalkojenid ReSe_2 bileşiğinin seçmelerinin sebebi bozulmuş bir triklinik yapı içinde kristalleşmesinin sonucu olarak, eşsiz, anizotropik elektronik ve optik özelliklere sahip olduğunu belirtmektedirler. Bu çalışma grubu ReSe_2 'nin bozulmuş bir kadmiyum klorür tipi (Şekil 1.27) yapıya sahip olduğu görüşünü desteklemektedirler [7].



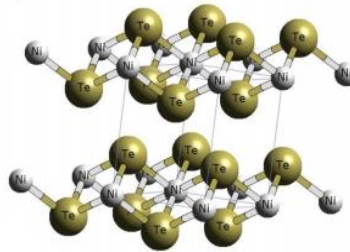
Şekil 1.26. a) CdCl_2 b) CdI_2 kristal yapısı.



Şekil 1.27. ReSe₂ bileşiğine ait birim hücre.

(Re, mavi küre; Se, sarı küre)

Farklı konsantrasyonlarda tellür ve termal gradyan ile büyütülen NiTe₂ örneklerinin mikro yapısını araştırmışlardır. Kendiliğinden eritme yöntemi (yüksek sıcaklıktaki numune oldukça yavaş kendiliğinden soğutulmuş büyük kristallerin elde edilmesi) ile büyük kristaller elde etmişlerdir. Ni-Te sistemi içerisinde iki faz tanımlanmış ve bunların stokiyometrilere, enerji dağılım spektroskopisi ve X-ışını kırınımı ile taramalı elektron mikroskopu kullanarak belirlemişlerdir. Bu grup, tellür fazlalığı olmadan sentezlenen numune için, NiTe₂ bileşiğinin bir kadmiyum iyodür tipi yapıda (Şekil 1.28) olduğunu ispatlamışlardır [8].



Şekil 1.28. NiTe₂ kristal yapısı [9].

1.4.2.3. Rutil, Anataz ve Brukit Yapısı

TiO₂ minerali poliform özelliğe sahip olup anataz, rutil ve brukit fazları olmak üzere üç farklı kristal yapı sergilemektedir. Anataz ve rutil tetragonal yapıda, brukit ise ortorombik yapıdadır.

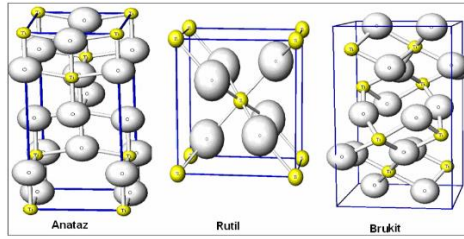
Rutil yapının (Şekil 1.29) yapı 6:3 koordinasyonunu gösterir, ancak istiflenmez her bir titanyum atomu (şekli bozulmuş) oktahedronun köşelerinde altı oksijen tarafından düzenlenir ve her oksijen atomu bir eşkenar üçgenin köşelerinde bulunan üç düzlemsel titanyumlarla çevrilidir. Titanyum çevresindeki koordinasyonun mükemmel bir oktahedron olması ve oksijen etrafındaki koordinasyonun mükemmel bir eşkenar üçgen

olması geometrik olarak mümkün değildir. Bu yapı, her bir oktahedronun her bir köşesi bir çift zıt köşede yer alır ve bu zincirlerin köşelerinde ise oktahedrali oluşturan TiO_6 görülebilir [1].

Anataz fazın, Ti-Ti uzaklıkları rutil yapısına göre daha uzun, Ti-O mesafeleri ise daha kısadır. Anataz fazda her oktahedron (TiO_6), sekiz oktahedran ile bağlanmaktadır[9].

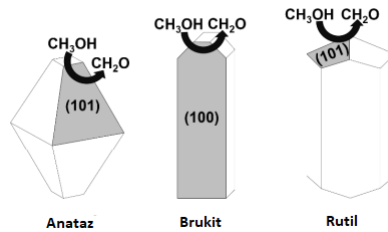
Brukit fazın birim hücresi, sekiz formül birimi TiO_2 'den oluşur ve TiO_6 oktahedranın kenar paylaşımıyla oluşturulur (Şekil 1.29). Daha büyük hücre hacmine sahiptir ve ayrıca üç formdan en az yoğun olanıdır ve deneysel araştırmalar için sıklıkla kullanılmamaktadır [10].

Rutil termodinamik kararlı bir yapı sergilerken brukit ve anataz fazları kararsızdır.



Şekil 1.29. TiO_2 poliform mineraline ait üç yapı [10].

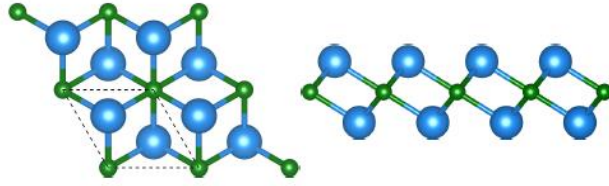
Anataz, brukit ve rutil izole edilmiş tek kristalli yüzeylerin (Şekil 1.30) fotokatalitik aktivitesi, metanolün oksidasyonu ve tereftalik asidin hidroksilasyonu yoluyla incelenmiştir. Anataz yüzeyinin metanol oksidasyonuna yönelik etkinliği dışında, anataz yüzeyleri her iki deney için fotokatalitik olarak rutil ve brukit yüzeylerinden daha etkin olduğunu bulmuşlardır. Brukit yüzeyinin, bu çalışmada metanolün oksidasyonu ve hidroksil radikal üretimi için en az aktif yüzey olduğu bulunmuştur [11].



Şekil 1.30. Anataz, brukit ve rutil yapılarının kristal yüzeylerinin gösterimi.

Nadiren, Ti_2N 'deki gibi metal ve metal olmayanların yer değiştirdiği antirutil yapısı ile karşılaşılmaktadır [1].

İki boyutlu Ti_2C ve Ti_2N (Şekil 1.31) MXen'lerin (iki boyutlu anorganik bileşiklerin bir sınıfıdır, geçiş metali, karbür, nitrit veya karbonitrit içerir) dinamik özellikleri, yoğunluk fonksiyonel teorisi ile araştırılmış, yapıları ve elektronik özellikleri ile bağlantılı olarak tartışılmıştır. Manyetik etkileşimlerin bu sistemlerin temel özellikleri üzerindeki etkisini açıklamak için, manyetik olmayan, ferromanyetik ve titanyum alt örgü üzerindeki üç farklı antiferromanyetik spin düzenlemesi göz önünde bulundurularak araştırmalarına yön vermişlerdir [12].



Şekil 1.31. Ti_2N mono katmanlarının üstten ve yandan görünüşleri.
(Ti, mavi küre; N, yeşil küre)

1.4.2.4. β -kristobalit Yapısı

β -kristobalit yapısı, bir silisyum dioksit (SiO_2) mineral formunda adlandırılır. Silisyum atomları, çinko blend (veya elmastaki karbonlar) içindeki çinko ve kükürtlerle aynı pozisyondadır: her bir silisyum atomu çifti, ortasında bulunan bir oksijen ile birleştirilir. Bu yapıyı benimseyen tek metal halojenür berilyum florür, BeF_2 'dir ve 4:2 koordinasyonu ile karakterize edilirler.

1.4.3. Diğer Önemli Kristal Yapıları

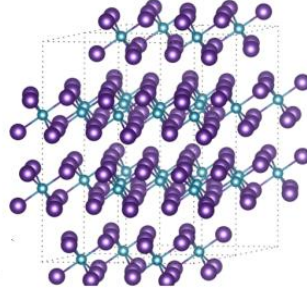
Metalin değerliliği arttıkça, bu basit ikili bileşiklerde bağlanma daha kovalent hale gelir ve basit iyonik bileşiklerin karakteristiği yüksek simetrik yapıları moleküler ve katman yapılarının yaygın olmasıyla çok daha az gerçekleşir. Binlerce anorganik kristal yapı vardır.

1.4.3.1. Bizmut Triiyodür Yapısı

Bu yapı, oktahedral boşlukların üçte birini kaplayan bizmutlar ile iyodürlerin hsi dizilimine dayanmaktadır. Oluşturulan oktahedral konumların üçte ikisinin alternatif katman çiftleri yer almaktadır [1].

BiI_3 'ün (Şekil 1.32) beklentilerini fotovoltaik bir malzeme olarak araştırmışlardır. Bu malzemeyi elektronik yapısına dayanan ters tasarım yaklaşımı ile seçip ve fiziksel buhar

taşıma ve çözelti işlemlerinin yanı sıra tekli kristal numuneleriyle ince filmler oluşturmuşlardır. Bu grup optik absorpsiyon ve band aralığı fotovoltaik uygulamaları için uygun ve oda sıcaklığı fotoluminesansının gözlemlenmesi optoelektronik cihazlara doğru umut verici bir ilk adım olarak görmektedirler [13].

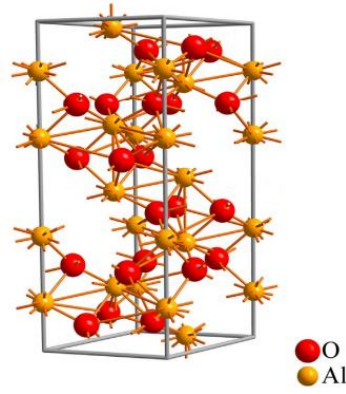


Şekil 1.32. Oktahedral yapıdaki bizmut atomlarını gösteren dört birim hücre.

1.4.3.2. Korundum

α - Al_2O_3 minerali, safsızlıklarına bağlı olarak renklere sahip, yakut ve safir değerli taşlarının temelidir. Elmastan sonra en sert mineraldir. Bu yapı oktahedral boşlukların üçte ikisini dolduran alüminyum atomları ile oksijen atomlarının *hsi* dizisi olarak tanımlanabilir. Geometrik kısıtlamalar, alüminyumların oktahedral koordinasyonunun oksijenlerin tetrahedral koordinasyonunu engellediğini belirtmektedir. Bununla birlikte, Ti_2O_3 , V_2O_3 , Cr_2O_3 , α - Fe_2O_3 , α - Ga_2O_3 ve Rh_2O_3 gibi bileşiklerin bu yapı sistemini tercih etmesinin nedeni ise bir oksijeni çevreleyen dört alüminyum, normal bir tetrahedrona en yakın olmasıdır [1].

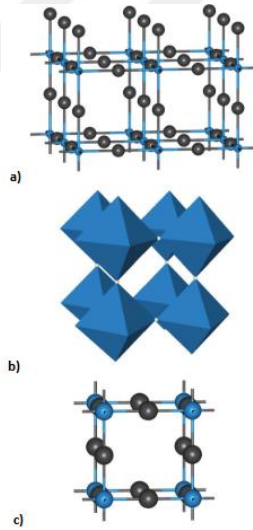
AIMD (ab initio molecular dynamics) ve molekül dinamiğin başlangıcı parametrelili Drude modeli, alüminyumların (Şekil 1.33) kızılötesi optik özelliklerinin yüksek sıcaklıklarda deneysel ölçümlerini iyi bir şekilde çoğaltarak mikroskobik işlemin ışığın emilimine katkısı ve erime noktasına olan sıcaklığa bağlılığı hakkında fikir verdiklerini savunmuşlardır [14].



Şekil 1.33. Hekzagonal α -Al₂O₃ kristalinin birim hücresi.

1.4.3.3. Renyum Trioksit Yapısı

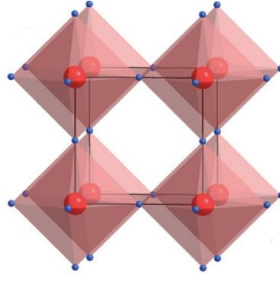
Bu yapı (ayrıca alüminyum florür yapısı olarak da bilinir) Al, Sc, Fe, Co, Rh ve Pd'nin floritleri ve WO₃ (yüksek sıcaklıkta) ve ReO₃ oksitleri tarafından tercih edilir. Yapı, kübik simetriye sahip oldukça simetrik bir üç boyutlu ağ sağlamak için her bir köşeden birbirine bağlanmış ReO₆ oktahedral yapıdan oluşur. Yapının bir kısmı Şekil 1.34a'da, oktahedralin b)'deki bağlanması ve c)'deki birim hücrede verilmiştir [1].



Şekil 1.34. a) ReO₃ yapısının bir kısmı b) Oktahedral ReO₆
c) Birim hücrenin bağlantısını gösteren ReO₃ yapısı.

(Re, mavi küre; O, gri küre)

Yeni niyobyum (V) oksit florürlerini MNbO₂F₄, [M=(Cr, Fe)] CrNb₂O₄F₅, ve Fe₂Nb₃O₆F₉ krom (III) veya demir (III) nitratın niyobyum içeren hidroflorik asit çözeltileri ile işlenmesiyle hazırlamışlardır. Tüm yeni bileşikler kübik ReO₃ (Şekil 1.35) tipinde yapısal olarak rafine edilebileceğini söylemektedirler [15].



Şekil 1.35. Kübik FeNbO_2F_4 birim hücresi.
(Nb/Fe, kırmızı küre; O/F mavi küre)

1.4.4. Karışık Oksit Yapıları

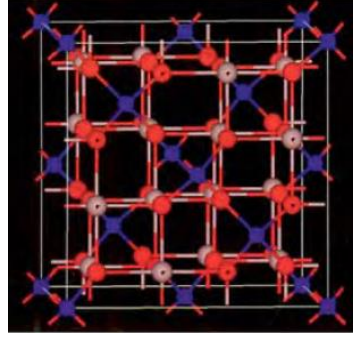
1.4.4.1. Spinel ve ters-spinel yapılar

Spinel, AB_2O_4 genel formülüne sahiptir, MgAl_2O_4 spinel mineralinden ismini alırlar: A^{2+} ve B^{3+} . Yapı, kübik sık istiflenmiş oksit iyonları dizisine dayalı olarak tanımlanabilir, A^{2+} iyonları tetrahedral boşlukları ve B^{3+} iyonları oktahedral boşlukları doldurur. n tane AB_2O_4 formül birimlerini içeren bir spinel kristali $8n$ tane tetrahedral ve $4n$ tane oktahedral boşluğa sahiptir; buna göre, tetrahedral boşlukların sekizde biri A^{2+} iyonları ve oktahedral boşlukların yarısı B^{3+} iyonları tarafından doldurulur. Bir birim hücre, Şekil 1.36'da gösterilmektedir. A iyonları, birim hücrenin köşeleri ve yüzey merkezlerinin tetrahedral konumlarını kaplamaktadırlar. B iyonları oktahedral alanları doldururlar. Bu yapıya sahip spineller, M'nin Mg, Mn, Fe, Co, Ni veya Zn olduğu formül MA_2O_4 bileşiklerini içerir [1].

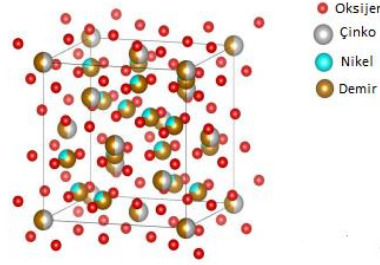
Polioksietilen (80) sorbitan monooleat, etil selüloz ve nişasta ve sol-jel yöntemleri gibi farklı doğal polimerler varlığında başlangıç reaktifi olarak, iletken alüminyum nitrat ve bakır nitrat kullanılarak *fasil* yarı iletken bakır alüminat (CuAl_2O_4) nanoparçacıklarının sentezlenmiştir. Farklı doğal polimerlerin boyutuna etkisi ve bakır alüminat nanopartiküllerinin morfolojisi incelemiştir [16].

Genel formül AB_2O_4 'e ait bileşikler ters-spinel yapıyı tercih ettiğinde, formül $\text{B}(\text{AB})\text{O}_4$ olarak yazılır, çünkü bu B^{3+} iyonlarının yarısının şimdi tetrahedral konumları ve kalan yarısı A^{2+} iyonları ile birlikte oktahedral konumları doldurur. Ters spinellerin örnekleri arasında manyetit, Fe_3O_4 , $\text{Fe}(\text{MgFe})\text{O}_4$ ve $\text{Fe}(\text{ZnFe})\text{O}_4$ bulunur [1].

$\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ (Şekil 1.37) ferrit nano boyutta ters spinel yapısında kristalize edilmiş ve birlikte çökeltme yöntemiyle sentezlenmiş kapsamlı bir çalışmasını sunmaktadırlar. Ayrıca Fe^{3+} kationlarının tetrahedral ve oktahedral bölgeler arasındaki dağılımını da onaylamışlardır [17].



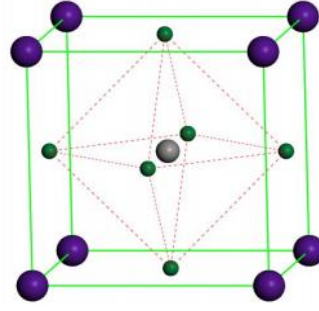
Şekil 1.36. CuAl_2O_4 (AB_2O_4) spinel yapısı.
(Cu, mavi küre; Al, pembe küre; O, kırmızı küre)



Şekil 1.37. $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ birim hücresi.

1.4.4.2. Perovskit Yapısı

Bu yapı CaTiO_3 mineralinden adını alır ve bu yapıya ait bir birim hücre Şekil 1.38'de görülmektedir. Bu birim hücre A tipi olarak bilinir, çünkü perovskitler için genel ABX_3 formülüne görüldüğünde, A atomu bu hücrede merkezde yer alır. Merkezi kalsiyum (A) atomu, köşelerde sekiz titanyum atomuna (B) ve hücre kenarlarının orta noktalarındaki 12 oksijene (X) koordine edilir. Yapı başka bir deyişle, ilk olarak oktahedral boşlukları dolduran B atomlarıyla birlikte *ksi* A ve X atomları dizisi olarak da tanımlanabilir. İkincisi, perovskite, hücrenin merkezine eklenen bir A atomu ile BX_6 oktahedraya dayanan ReO_3 ile aynı oktahedral iskelete sahiptir (Şekil 1.35b). Bu yapıyı benimseyen bileşikler arasında SrTiO_3 , SrZrO_3 , SrHfO_3 , SrSnO_3 ve BaSnO_3 bulunur. Yüksek sıcaklıktaki süper iletkenler bu yapıya dayanmaktadır [1].



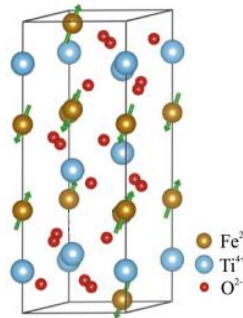
Şekil 1.38. ABX_3 bileşiklerinin perovskit yapısı, $CaTiO_3$.
(Ca, gri küre; Ti, mor küre; O, yeşil küre)

Seramik sinterleme yöntemi ile sentezlenen Fe katkılı $CaTiO_3:Eu^{3+}$ seramik malzemelerinde fotolüminesans ve ferromanyetik bifonksiyonel özellikler bulunmuştur. $CaTiO_3:Eu^{3+}$ seramiklerinde belirli demir katık miktarı ile hem fotolüminesans yoğunluğu hem de numunelerin mıknatıslanma mukavemetinin arttığını belirtmektedir [18].

1.4.4.3. İlmenit Yapısı

İlmenit yapı, A ve B'nin büyüklüğü benzer olduğunda ve toplam yükleri +6'ya ulaştığında ABO_3 formülünün oksitleri tarafından tercih edilir. Yapı, $Fe^{II}Ti^{IV}O_3$ 'ün mineralinden adlandırılmıştır ve yapı, daha önce anlatılan korundum yapıya çok benzerdir, oksijenler *hsi* dizilimindedir, ancak oktahedral boşlukların üçte ikisini kaplayan iki farklı katyon mevcuttur [1].

$FeBO_3$ (B = Ti, Hf, Zr, Si, Ge, Sn) malzemelerinin ilmenit yapıdaki yapısal, elektronik ve manyetik özelliklerini tahmin etmek için B3LYP hibrit fonksiyonelliği olan yoğunluk fonksiyonel teorisine dayanan kuantum hesaplamaları uygulamışlardır. $FeTiO_3$ (Şekil 1.39) malzemesi için hesaplanan örgü parametreleri deneysel ve teorik sonuçlara uygun olduğunu bulmuşlardır [19].



Şekil 1.39. $FeTiO_3$ ilmenit yapısı.

Sık istiflenmeye ilişkin yapılar Çizelge 1.3'de özetlenmiştir [1].

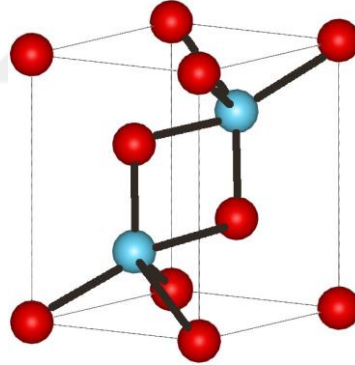
Çizelge 1.3. Anyonların sık istiflenme düzenlemeleri ile ilgili yapılar.

Formül	Kation:anyon koordinasyonu	Oluşan boşlukların sayısı ve türü	Örnekler	
			Kübik sık istiflenme	Hekzagonal sık istiflenme
MX	6:6	Tüm oktahedraller (1/1)	<i>Sodyum Klorür;</i> NaCl, FeO, MnS	<i>Nikel Arsenür;</i> NiAs, FeS, NiS
	4:4	Yarı tetrahedral (1/1)	<i>Çinko blend;</i> ZnS, CuCl, γ -AgI	<i>Wurtzit;</i> ZnS, β -AgI
MX ₂	8:4	Tüm tetrahedraller (2/1)	<i>Florit;</i> CaF ₂ , ThO ₂ , ZrO ₂	Yok
	6:3	Yarı oktahedral (2/1)	<i>Kadmiyum klorür;</i> CdCl ₂	<i>Kadmiyum iyodür;</i> CdI ₂ , TiS ₂
MX ₃	6:2	Oktahedral (3/1)		<i>Bizmut iyodür;</i> BiI ₃ , FeCl ₃ , TiCl ₃
M ₂ X ₃	6:4	Oktahedral (3/2)		<i>Korundum:</i> α -Al ₂ O ₃ , α -Fe ₂ O ₃ , V ₂ O ₃ , Ti ₂ O ₃ , α -Cr ₂ O ₃
ABO ₃		Oktahedral (1/1/3)		<i>İlmenit;</i> FeTiO ₃
AB ₂ O ₄		Tetrahedral ve oktahedral (1/2/4)	<i>Spinel;</i> MgAl ₂ O ₄ <i>Ters spinel;</i> MgFe ₂ O ₄ , Fe ₃ O ₄	<i>Olivin;</i> Mg ₂ SiO ₄

1.5. METAL OKSİTLER

Metal oksit parçacıklarının büyüklüğü, kontrollü şekilli sentezi son yirmi yılda yapılmış ve geliştirilmiştir. Metal oksit nanopartikülleri, elektronik, kimyasal reaktivite, enerji dönüşümü ve optik gibi birçok araştırma alanında çok önemli bir rol oynamaktadır. Çünkü sınırlı boyutlarından ve şekilleriyle ilişkili köşe veya kenar yüzey alanlarının yoğunluğundan kaynaklanan benzersiz fizikokimyasal özellikler gösterebilirler. Öte yandan, metal oksit nanoparçacık kolloidleri, yeni malzemelerin tasarımı için ilham kaynağı olabilecek parçalar arası düzenlenmesinden yeni kolektif özelliklere sahip ikincil nano mimarileri inşa etmek için temel birimler gibi davranabilir.

Çeşitli nadir toprak oksitleri arasında, neodimyum oksit (Şekil 1.40), mükemmel ve benzersiz optik ve elektriksel özellikleri nedeniyle dikkat çekmektedir. Akciğer kanseri tedavisi, gaz sensörleri, kataliz, ışıldayan materyaller, biyouyumlu materyal gibi umut vaat eden uygulamalarda kullanılmıştır. Nd_2O_3 nano yapı türlerinin çeşitli morfolojileri, sol-jel otomatik yanma, sol-jel, hidrotermal, mikroemülsiyon sistemi ve benzeri gibi birkaç yöntemle başarılı bir şekilde sentezlenmektedir [20].



Şekil 1.40. Nd_2O_3 kristal yapısı [22].

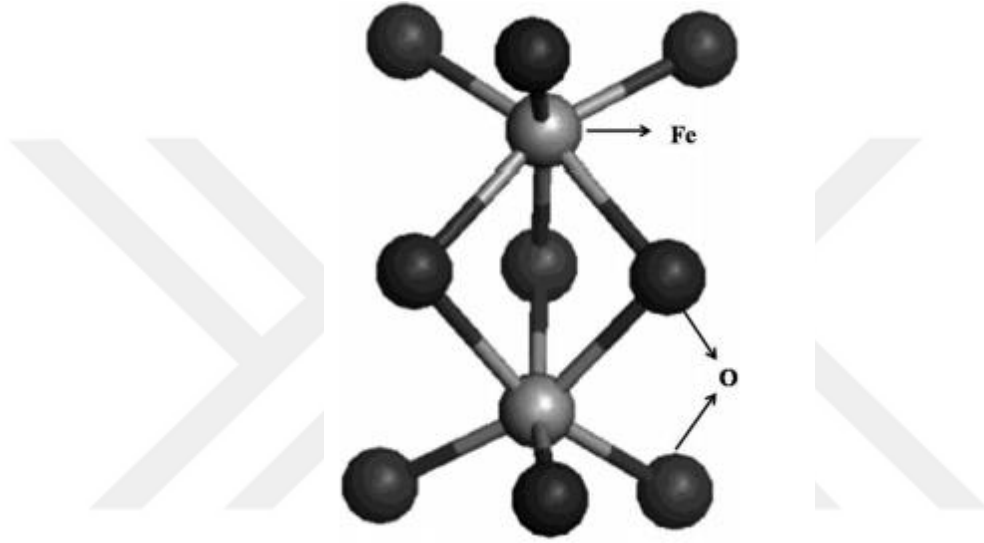
(Nd; mavi küre, O; kırmızı küre)

Demir oksit, vüstit (FeO), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ve manyetit (Fe_3O_4) dahil olmak üzere farklı stokiyometrik ve kristal yapıları sahip bir geçiş metal oksittir. Tüm fazların dışında, hematit ortam koşullarında en kararlı demirin oksit halidir. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 'ün yapısı altı oksijen atomu ile çevrili demir atomlarından oluşan altıgen bir kristal sistemidir. Hematitin görünür bölgede sarıdan UV'ye fotonları absorpsiyonu ve turuncudan kızılötesi fotonlara iletimi karakteristik bir kırmızı renk verir. Bununla birlikte, görünür ışık dalga boyunun bir fonksiyonu olarak parlak hematit metalik bir

görünüm kazandırdığı için oldukça düzgün bir yansıtıcılığa sahiptir. Hematitte demir ve oksijen atomları bir korundum yapısında düzenlenir (Şekil 1.41).

Hematit, 260 K'nin altındaki sıcaklıklarda antiferromanyetik, oda sıcaklığında zayıf bir ferromanyettir. Hematitin manyetik özellikleri, özellikle foto elektrokimyasal performansına bağlı olmamakla birlikte, demir spin konfigürasyonu, hematitin optoelektronik ve taşıyıcı transfer özelliklerini etkilemektedir.

Çevre dostu bir n-tipi yarıiletken ($E_g=2,1$ eV) olan hematit, lityum-iyon piller, gaz sensörleri, fotokataliz gibi birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır [21].



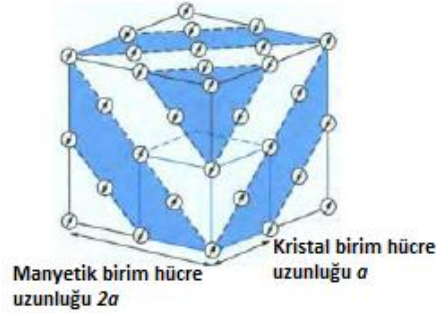
Şekil 1.41. α - Fe_2O_3 kristal yapısı.

Nikel (II) oksit (NiO), sodyum klorür yapısına sahip önemli bir geçiş metal oksittir [1]. Kataliz, pil katotları, gaz sensörleri, elektrokromik filmler ve manyetik malzemeler gibi çeşitli uygulamalarda kullanılabilir. Anodik elektrokromizm, mükemmel dayanıklılık ve elektrokimyasal stabilite, büyük sıklıkta optik yoğunluk ve çeşitli üretim olanakları sergiler [22].

Yüksek elektron taşıma performansına sahip doğal p-tipi yarı iletken olan (NiO, 3,6 ile 4,0 eV arasındaki band aralığı enerjisi) [23] nikel oksit mikrodalga radyasyonunu güçlü bir şekilde absorbe eder. Yüksek sıcaklıklarda paramanyetik özelliği var iken düşük sıcaklıklarda ise antiferromanyetik (Neel sıcaklığı 523 K) özellik gösterir.

Bununla birlikte, nötron çalışmasında, 120 K'nin altında, manyetik etkileşimlerden dolayı ekstra tepe noktaları ortaya çıkar; bunlar, kristal birim hücrenin iki katı hücre uzunluğuna sahip olan manyetik bir birim hücresi verir. Sık istiflenmiş nikel atomların

katmanları, antiferromanyetik davranışa yol açan, ters yönde hizalanmış manyetik momentlerine sahiptir (Şekil 1.42) [1].



Şekil 1.42. NiO kristal ve manyetik birim hücresi.

1.6. PEROVSKİT

Genelde A ve B kanyonları alkali metaller, toprak alkali metalleri, geçiş metalleri ya da nadir toprak elementlerinden oluşur. ABO_3 perovskit oksit yapısında oksijen iyonları B kasyonu etrafında oktahedron yapı oluştururlar. Perovskitlerin çoğu $Pm3m$ uzay grubuna sahip kübik yapıdadırlar. A atomu kübün merkezinde, B atomu ise kübün köşelerinde yer alır. Perovskit oksitler arasında yalıtkan, metal, yarıiletken ve süperiletken özellikler gösteren malzemeler bulunmaktadır. Bazılarında delokalize enerji-band durumları, bazılarında lokalize elektronlar ve bazılarında ise bu iki davranış arasında geçişler görülür. Perovskitlerin bir çoğunda manyetik düzenlenmeye de rastlanmaktadır.

Perovskitler oldukça geniş ve önemli uygulama alanına sahiptir. Fotokromik, elektrokromik ve enerji depolama aygıtlarında, piezoelektrik (malzemeye bir basınç uygulanması ile elektriksel kutuplanmanın indüklenmesi), ferroelektrik (kendiliğinden elektriksel polarizasyona sahip), dielektrik (yalıtkan) ve piroelektrik (polarizasyon sıcaklık artmasıyla azalır ancak hızlı bir soğutmada net bir polarizasyon oluşumu) özellikler gösterenleri anahtarlama, filtreleme ve yüzey akustik dalga işaret işleme gibi aygıtlarda kullanılır. Bir çoğu katalitik aktiviteye sahip olup, karbon monoksit ve hidrokarbonların oksidasyonunda, azot oksitlerin indirgenmesinde fotoelektroliz ile sudan hidrojen elde etmede ve diğer katihal elektroliz hücrelerinde yaygın bir biçimde kullanılmaktadır [24].

Perovskit malzemeleri, çeşitli sentez teknikleri, yani katı hal reaksiyon yöntemi, birlikte çöktürme yöntemi, sitrik-jel işlemi, sol-jel yöntemi vb. kullanılarak hazırlanır. Orto-

ferritlerin ($RFeO_3$) (burada R, bir veya daha fazla nadir toprak elementini ifade eder) katı oksit yakıt hücreleri, katalitik konvertörler ve gaz sensörleri gibi cihaz uygulamaları araştırılmaktadır.

$RFeO_3$ kimyasal formülüne sahip, nadir toprak ortoferritler dielektrik, manyetik, magneto-optik, multiferroik, magnetoelektrik, katalitik ve gaz hassasiyeti özelliklerinden dolayı bir sınıfı temsil ederler. Özellikle gaz sensörleri ve katalizörler gibi büyük uygulamalarda $NdFeO_3$ kullanılır [25].

İstenmeyen gazların sızıntısını tespit etmek ve böylece çevre kirliliğini azaltmak için bilimsel endüstrilerde hayati bir rol oynamaktadır. Gaz sensörünün en önemli avantajı kararlılık ve güvenilirliktir. Bu nedenle, bu tip perovskit malzemeleri endüstriyel uygulamalarda potansiyel olarak kullanılabilir. $NdFeO_3$ perovskitinin ortorombik simetrisi, Nd-Nd, Nd-Fe ve Fe-Fe gibi ilginç manyetik etkileşimler sergiler. Sıcaklık veya uygulanan alandan dolayı, bir kristal ekseninden diğer indüklenmiş kristal eksenine doğru yönelme manyetizasyonunun değişmesindeki temel sebeptir [26].

Demir metalinin son yörüngesinde 3d alt tabakasını barındırmaktadır nadir toprak elementi son yörüngesinde 4f alt tabakasını bulundurmaktadır. 3d elektronların değişim etkileşimi, 4f elektronlarınkinden önemli ölçüde daha güçlü olduğundan, iki alt örgü farklı sıcaklık bağımlılığı sergiler ve yeni fenomenler, genellikle iki manyetik alt örgü arasındaki güçlü rekabetten meydana gelir.

Mıknatıslanma yönünün, uygulanan manyetik alana zıt olduğu mıknatıslanma dönüşümü, enerjisel olarak elverişli değildir. $RFeO_3$ 'te mıknatıslanma tersine dönme oluşumu, manyetik zemin durumunun, 3d ve 4f elektronları arasındaki güçlü rekabetten dolayı küçük dalgalanmalara karşı kararsız ve hassas olması gerektiğinin açık bir göstergesidir. Yukarıda açıklanan durum göz önüne alındığında, manyetik durumun farklı ana kristal eksenleri boyunca uygulanan dış manyetik alanda detaylı araştırıldığı zaman olağanüstü olayların ortaya çıkması neredeyse garanti edilir. $RFeO_3$ 'ün bir prototipi olan $NdFeO_3$ 'ün manyetik özelliklerini araştırmak için hem deneysel hem de hesaplama olarak motive eden bu gerçekleşmedir [27].

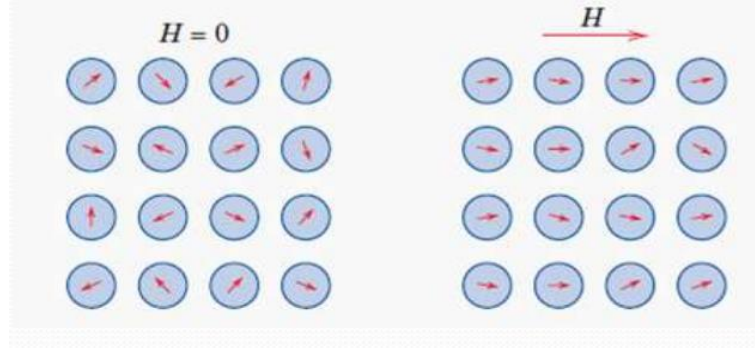
1.7. MANYETİZMA

Manyetizma, malzemelerin elektrik yükünün hareketi sonucu diğer malzemeler üzerinde çekici veya itici bir kuvvet uyguladığı bir olgudur. Her madde atom olarak adlandırılan küçük birimlerden oluşur ve her atom elektrik yüklerini taşıyan elektronlara sahiptir. Elektronlar atomun çekirdeğinin çevresindeki dönme hareketi sonucunda elektrik akımı oluşur ve sonuç olarak her elektron mikroskopik mıknatıs gibi davranır.

Çoğu maddede, eşit sayıda elektron zıt yönde döner ve manyetizma meydana gelmemektedir. Bu sebeple kumaş veya kağıt gibi malzemeler zayıf manyetik özellik gösterirler. Demir, kobalt ve nikel gibi maddelerde ise elektronların çoğu aynı yönde dönmekte ve bu durum maddelerin atomlarını güçlü bir şekilde manyetik hale getirmektedir fakat henüz mıknatıs özelliği tespit edilmemiştir. Mıknatıs olabilmeleri için mevcut bir mıknatısın ürettiği manyetik alana girmeleri gerekmektedir. Manyetik alan, mıknatısın sahip olduğu manyetik kuvvetin çevresindeki alandır [28]. Malzemeler manyetik alana yerleştirildiğinde birbirinden farklı manyetik davranışı gösterir. Böylece manyetizma genel olarak altıya ayrılır;

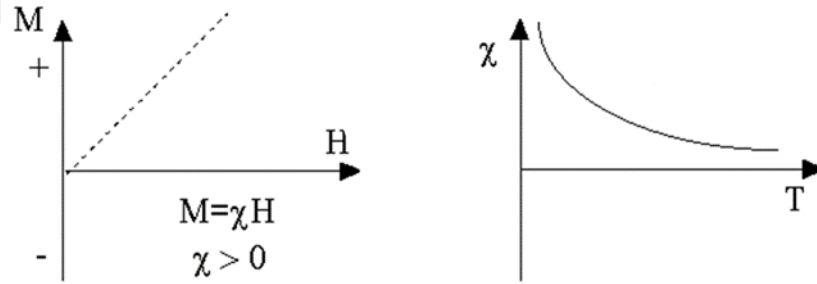
1.7.1. Paramanyetizma

Manyetik alan varlığında manyetik alana doğru çekilen malzemelerdir. Paramanyetik malzemeler, uygulanan manyetik alana karşı çok az duyarlılığa sahiptir. Manyetik alan ortamdaki kaldırıldığında manyetik özelliklerini koruyamamaktadırlar. Bazı paramanyetik malzemelere alüminyum, titanyum metali ve demir (II) oksit bileşiği örnek verilebilir. Bu maddeler harici bir manyetik alan varlığında zayıf mıknatıslanırlar. Paramanyetik malzemelerin tek atomları kendine ait kalıcı manyetik dipol hareketine sahiptir fakat elektronların kesintisiz rastgele hareketlerinden dolayı net bir mıknatıslanma görülmemektedir [29]. Şekil 1.43'de paramanyetik malzemenin manyetik alan varlığında ve yokluğundaki manyetik momenti gösterilmiştir.



Şekil 1.43. Paramanyetik malzemenin manyetik alan varlığında ve yokluğundaki düzenlenimi.

Duygunluk (χ); bir malzemenin mıknatıslanma kabiliyetidir. Şekil 1.44’de gösterilen paramanyetik bir malzemenin manyetizasyon (M)–manyetik alan (H) ve duygunluk (χ)–sıcaklık (T) grafiğinde manyetizasyon, manyetik alanla doğru orantılıdır. Manyetizma yalnızca manyetik alan varlığında var olmaktadır. Duygunluk ise sıcaklıkla ters orantılıdır çünkü atomların ısı hareketliliği sıcaklığın artmasıyla arttığından yönlenecek isteyen momentlerin dağınıklaşmasına yol açar. Bu da manyetizmayı zayıflatmaktadır [30].

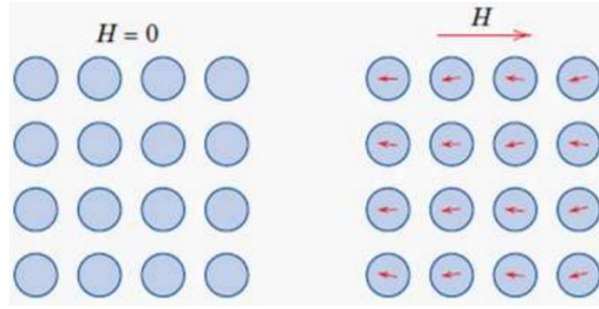


Şekil 1.44. Paramanyetik M-H ve χ -T grafiği [33].

1.7.2. Diyamanyetizma

Diyamanyetizma, harici bir manyetik alanın zıt yönünde manyetik alan üretme yeteneğidir. Diyamanyetik malzemeler negatif mıknatıslanmaya sahip manyetik malzemelerdir. Atomların net bir momenti yoktur fakat malzemeye harici bir manyetik alan uygulandığında yörüngedeki elektronlar bu manyetik alana karşı manyetik alan meydana getirmektedir. Malzeme dışarıdan uygulanan manyetik alanı yavaşça itme

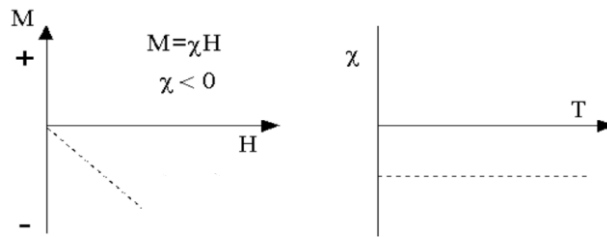
eyleminde bulunur. Şekil 1.45’de diyamanyetik bir malzemenin manyetik alan varlığında ve yokluğundaki manyetik momenti gösterilmiştir.



Şekil 1.45. Diyamanyetik malzemenin manyetik alan varlığında ve yokluğundaki düzenlenimi.

Şekil 1.46’da diyamanyetik bir malzemenin manyetizasyon (M)–manyetik alan (H) ve duygunluk (χ)–sıcaklık (T) grafiği verilmiştir. Harici manyetik alana zıt manyetik alan üretildiği için duygunluğu negatiftir ve atomun kendine ait dipol momentleri olmadığı için sıcaklıktan etkilenmediği görülmektedir [30].

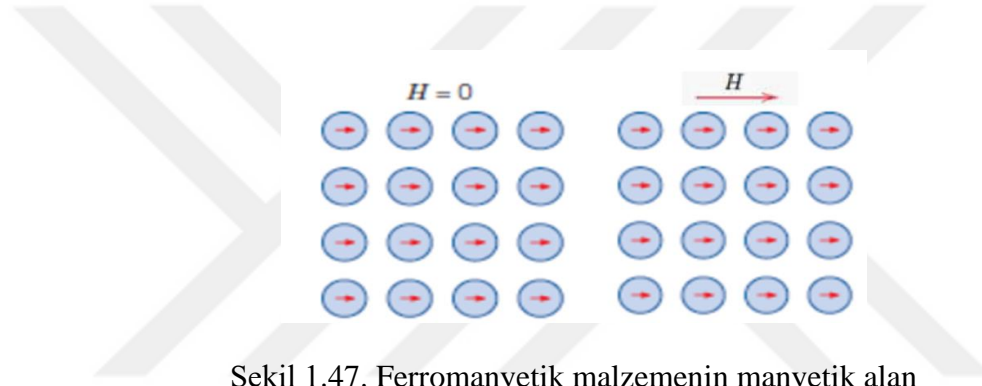
Değişken miktarlarda α -Fe₂O₃ ile çeşitli grafen örneklerinin manyetik özelliklerini çalışmışlardır. Çalışmada etanol veya aseton ile yapılan saf grafen örneklerinin sırasıyla paramanyetik veya diamanyetik olduğunu göstermiştir. Bu grup grafenin manyetik özellikleri, hazırlama prosedürü sırasında kullanılan çözücüye büyük ölçüde bağlı olduğunu söylemişlerdir. Manyetik histeresis döngüsünü karakterize eden şekil ve parametreler, hazırlama yöntemindeki değişiklik ve α -Fe₂O₃'ün miktarı ile kuvvetli bir şekilde değiştiğini göstermişlerdir [31].



Şekil 1.46. Diyamanyetik M–H ve χ –T grafiği [33].

1.7.3. Ferromanyetizma

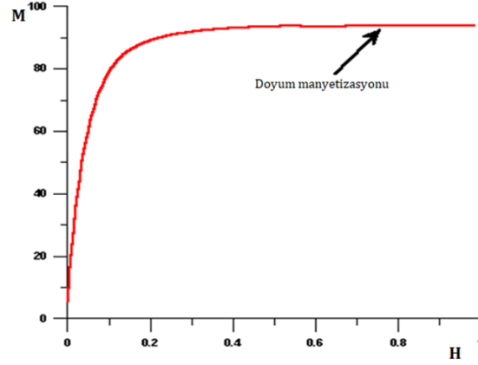
Demir, kobalt ve nikel elementlerinin manyetizmaları yüksektir ve kalıcı mıknatısların yapımında kullanılmaktadır. Ferromanyetik malzemelerin atomik manyetik dipolleri zayıf bir manyetik alan varlığında bile birbirlerine paralel olarak yönelmektedirler. Harici alan kaldırıldığında, manyetik dipollerin paralel yöneliminin etkilenmemesi malzemeye kalıcı mıknatıs özelliği kazandırır ve bundan dolayı komşu manyetik momentler arasındaki kuvvetli etkileşim sürekli yönelmeye sebep olur. Ferromanyetik malzemeler manyetik alana doğru ve şiddetli bir şekilde mıknatıslanırlar ve mıknatıs tarafından da kuvvetli olarak çekilirler [2]. Şekil 1.47’de görüldüğü gibi ferromanyetik bir malzemenin manyetik momenti manyetik alan varlığında ve yokluğundaki düzenlenimine bir örnektir. Ferromanyetik özelliğe sahip neodimyum ve samaryum-kobalt mıknatıslarıdır.



Şekil 1.47. Ferromanyetik malzemenin manyetik alan varlığında ve yokluğundaki düzenlenimi.

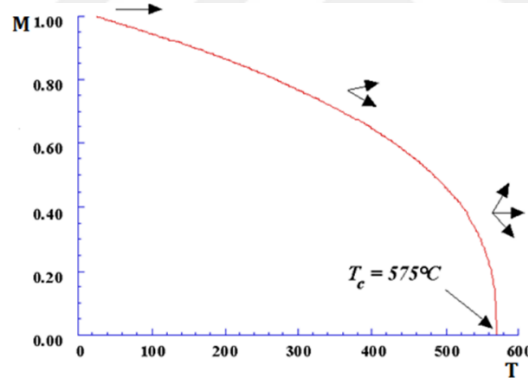
Ferromanyetik malzemelerin belirgin iki özelliği vardır; doğal manyetizasyon ve doyum manyetizasyonudur.

Doğal manyetizasyon; manyetik alan yokluğunda bile sahip olduğu mıknatıslık özelliğidir. Doyum manyetizasyonu ise bir manyetik malzemedan elde edilebilecek en büyük mıknatıslanma değeridir ve malzeme içerisindeki manyetik bölgelerin tümünün aynı yönde paralel olması ile oluşur. Isısal titreşimler, atomların manyetik momentlerinin yönelimlerini değiştirdiği için doyum manyetizasyonunun sıcaklıkla ters orantılıdır. Ferrimanyetik ve ferromanyetik malzemeler doyum manyetizasyonuna sahiptir. Bu özelliğin diğer manyetik malzemelerde olmamasının sebebi ise ısısal titreşimler veya değiş-tokuş etkileşimleri gibi etkilere bağlıdır. Çünkü bu tip etkileşimler örgü içerisindeki atomların manyetik momentlerinin aynı yönde olmalarını engellemektedir [30]. Şekil 1.48’de ferrimanyetik bir malzeme olan manyetit (Fe_3O_4) bileşiğinin doyum manyetizasyonu grafiği verilmiştir.



Şekil 1.48. Fe₃O₄ bileşiğinin doyum manyetizasyon grafiği [33].

Ferromanyetik ve ferrimanyetik malzemelere özgü diğer bir parametre Curie sıcaklığıdır. Bu sıcaklık malzemenin, kalıcı mıknatıslığını kaybedip paramanyetik malzemeye dönüştüğü kritik sıcaklıktır. Curie sıcaklığının üzerinde, ısı enerjisinin etkisiyle manyetik momentler rastgele yönelirler ve paramanyetik malzemeye dönüşmüş olur [30]. Şekil 1.49'da Curie sıcaklığı 575 °C olan manyetit bileşiğinin sıcaklığın artmasıyla değişen manyetizasyon (M)-sıcaklık (T) grafiği gösterilmiştir.



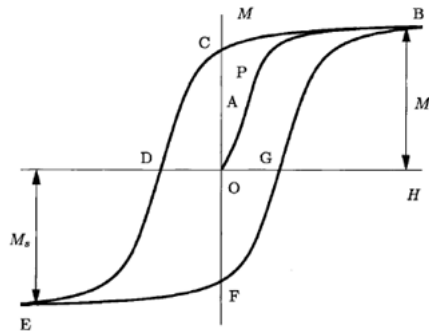
Şekil 1.49. Fe₃O₄ bileşiğinin sıcaklıkla değişen manyetizasyonu [33].

BaSnO₃, seyreltik manyetik yarı iletken bir perovskite bazlı yeni sınıfı geliştirmek için mükemmel bir sistem olduğunu vurgulamaktadırlar. Çalışmalarında, BaSn_{0.95}Fe_{0.05}O₃'ün $\sim 2 \times 10^{-3}$ mTorr basınçtan 300 mTorr oksijen basıncına yüksek kristallikle ve mükemmel yapısal kaliteye sahip olarak yetiştirilebileceğini göstermektedirler. Bu grup, vakum içinde büyütüldüğü zaman, filmler FeL₃ bir X-ışını manyetik dairesel dikromizm sinyali ile zayıf bir şekilde ferromanyetik olabileceğini ve oksijen akışı ile büyümenin manyetik sıralamayı bastırıyor gibi görüneceğini belirtmektedirler. 100 mTorr O₂'de yetişen çok kalın filmler için bile, filmler paramanyetikdir. Vakumda yetiştirilen BaSnO₃'te ferromanyetizmanın varlığı, ferromanyetizmayı kolaylaştırmak için oksijen boşluklarının

varlığına dayanan F-merkezi deęişim mekanizmasına bağlanabilir [32]. Sonuç olarak, manyetizmanın basınçla deęişebileceğini gösteren önemli bir çalışmadır.

1.7.3.1. Histeresis Eğrisi

Bir ferromanyetik malzemenin karakterizasyonu için M mıknatıslanmanın H alanına göre deęişimi ölçülür ve bu deęişim grafięi histeresis eğrisidir. Demirin histeresisliğini ilk gözleyen Warburg olmuştur (1881). Ferromanyetik malzemelerin herhangi bir uygulamaya uygunluk durumları bu eğri yardımıyla belirlenir.



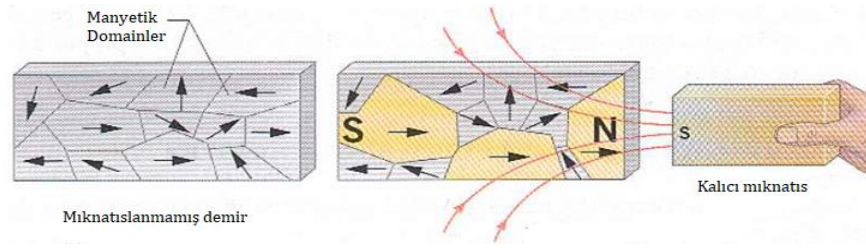
Şekil 1.50. Histeresis eğrisi.

Önceden mıknatıslanmamış bir numuneye harici bir manyetik alan uygulandığında manyetiklenmesi yavaşça artar. Manyetizasyon (M)'nin deęişimi Şekil 1.50'de gösterilmektedir. Başlangıç O noktası olmak üzere, ilk önce manyetizasyon kısmen yavaşça artmaya başlar ardından artış hızlanarak maksimum artış oranına A noktasında sahip olmaktadır. A noktasından sonra B'ye kadar daha yavaş artarak B noktasında sabit değere ulaşır ve bu nokta numunenin doyum manyetizasyon noktasıdır.

1.7.3.2. Manyetik Domain

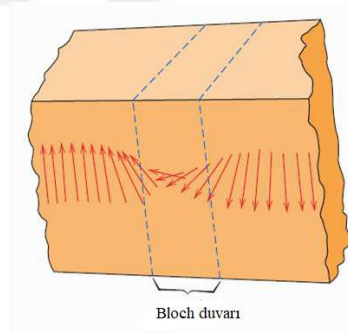
Ferromanyetik malzemelerde Curie sıcaklığının altında atomik momentlerin çiftlenmesi momentlerin kendiliğinden yönlenmesine sebep olur. Bu nedenle, ferromanyetik malzemelerden oda sıcaklığında manyetiksel doyum olmaları beklenir ancak, bu malzemelerin makroskobik boyutta mıknatıslanmadığı gözlemlenmektedir. Bu durumun açıklanması için Weiss manyetik domainler fikrini ortaya atmıştır. Ferromanyetik malzemelerin domain denilen bölgelere ayrıldığını ve bu bölgede mıknatıslanmanın doyum mıknatıslanma değerine eşit olduğunu önerdi. Mıknatıslanma her bir domain bölgesinde farklı doğrultularda olduğundan ferromanyetik malzemelerin mıknatıslığı

küçük ya da sıfır olmalıdır [33]. Şekil 1.51’de demire ait manyetik domain yönelimlerinin harici bir manyetik alan varlığında ve yokluğundaki durumu gösterilmiştir.



Şekil 1.51. Demire ait manyetik domainlerin H varlığı ve yokluğundaki yönelimleri.

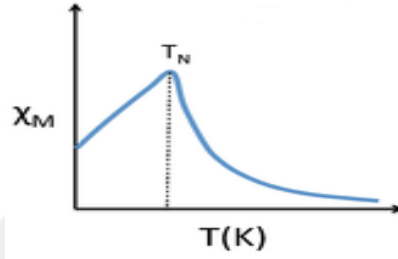
Ferromanyetik bir malzemelerde manyetik domainler her zaman bir mıknatısı çekecek şekilde yönlenirler. Ferromanyetik malzemeler (Fe, Co ve Ni gibi alaşımları) komşu atomların manyetik momentleri arasındaki kuvvetli etkileşim sayesinde gelişigüzel yönlenmiş manyetik domainlere sahiptir. Bir manyetik alan uygulandığında bu alana paralel yönlenmiş domainler büyürken zıt yöndeki domainler küçülerek tüm domainler uygulama alanına paralel olur böylelikle doyum mıknatıslanmasına ulaşılmış olur. Domainlerin yönelimlerinin değiştiği katmana bu alanda yaptığı çalışmalarından dolayı Bloch duvarı (Şekil 1.52) denir.



Şekil 1.52. Bloch duvarı.

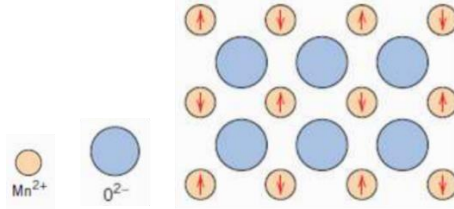
1.7.4. Antiferromanyetizma

Antiferromanyetik malzemelerde atomların manyetik momentleri birbirlerine paraleldir ancak birbirlerini yok edecek şekilde terstir. Bu durumda net bir manyetik moment olmadığından malzeme paramanyetik gibi davranmış olur. Antiferromanyetik malzemelere özgü sıcaklık parametresine sahiptir ve Neel sıcaklığı olarak adlandırılır. Bu sıcaklıkta malzeme en yüksek manyetizmaya sahip olur ve sıcaklık artmaya devam ettikçe manyetizması azalır (Şekil 1.53). Böylelikle Neel sıcaklığının üstünde antiferromanyetik malzeme paramanyetik davranış gösterir.



Şekil 1.53. Neel sıcaklığının antiferromanyetik malzeme etkisi.

Şekil 1.54'de antiferromanyetik malzemeye örnek olarak MnO'in manyetik momentlerinin yönlenimini göstermektedir.

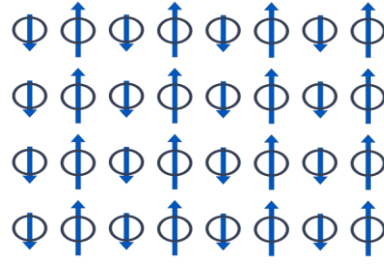


Şekil 1.54. MnO manyetik moment yönlenimi.

1.7.5. Ferrimanyetizma

Ferrimanyetik malzemeler Curie sıcaklığı üstünde ise paramanyetik özellik, altında ferromanyetik özellik gösterirler. Ferrimanyetizma, maddede paramanyetik atomlar tarafından iki veya daha fazla türde moment oluşturulmuşsa gözlenebilen bir özelliktir. Bu tip malzemelerde manyetik momentler aralarındaki etkileşimler sebebi ile paralel hale gelirler. Fakat kristal içerisindeki bazı bölgelerin manyetik yönelimi kristalin genel yönelimine ters olur ve toplam mıknatıslanmayı azaltır. Ferromanyetik malzemelere benzerler fakat doyum mıknatıslanmaları daha düşüktür [30]. Ferrimanyetik bileşikler spinel yapılı ferrit mıknatıslardır (Ferrit-FeO.Fe₂O₃, NiO.Fe₂O₃, CuO.Fe₂O₃).

Şekil 1.55’de ferrimanyetik malzemenin manyetik moment düzenlenimini göstermektedir.



Şekil 1.55. Ferrimanyetik malzemenin manyetik moment düzenlenimi [37].

Çift perovskit $\text{Bi}_2\text{CuCrO}_6$ sentezledikten sonra kübik simetri halinde kristalleştirmiş ve 350 K'nin altında ferrimanyetik düzenlemesini sergilemektedir. Ayrıca $\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^{3+}$ dan kaynaklanan baskın metalik davranış nedeniyle ferroelektrik davranış göstermediğini bulmuştur. Elde edilen manyetorezistans oda sıcaklığında % 1,3 olarak bulunmuştur ve bu $\text{Bi}_2\text{CuCrO}_6$ 'nın spintronik cihazlar için ideal bir aday olabileceğini savunmuştur [34].

1.8. DIELEKTRİK

Harici bir elektrik alan varlığında, yüzeyinde yük depolayabilen ve iletkenliği engelleyen malzemelere dielektrik malzeme denir. Dielektrik özelliğini belirleyen parametreye dielektrik (ϵ) sabiti adı verilir. Dielektrik sabiti sıcaklık, frekans, uygulanan alanın şiddeti ve yük taşıyıcılarının bulunması gibi faktörlere bağlıdır. Bu sebeple ϵ_r için “dielektrik geçirgenlik” ifadesini kullanmanın daha doğru olduğu düşünülmektedir.

Dielektrik özellik iki elektrik yük arasında bulunan elektrostatik kuvveti azaltan bir parametredir. Yük transferini engelledikleri için elektrik devrelerinde yalıtkan olarak kullanılmaktadırlar.

Dielektrik spektroskopisi, dielektrik geçirgenliğin reel ve sanal kısmının frekansa bağımlılığının elde edilmesine dielektrik spektroskopisi denir. Dielektrik spektroskopisi malzemelerin elektriksel özelliklerini belirlemekte kullanılan yöntemlerinden biridir. Dielektrik geçirgenliğin frekans bağımlılığının belirlenmesi için malzemeye mümkün olduğu kadar küçük genlikli bir A.C. sinyal uygulanır ve frekansa bağlı olarak iletkenliği ve kapasitesi ölçülür.

Dielektrik malzemeye zamana bağlı değişken A.C elektrik alanı uygulandığında dielektrik geçirgenliği kompleks bir değer alır.

Kompleks dielektrik geçirgenlik;

$$\epsilon^* = \epsilon' - \epsilon'' \quad (2.1)$$

olarak yazilabilir (ϵ' ; reel kisim, ϵ'' ; sanal kisim). ϵ' dielektrik maddenin kutuplanma miktarinin ölçüsüdür ve kapasite (elektrik enerjisini depolayabilme özelliği) olarak adlandırilirken, ϵ'' kayip faktörü elektromanyetik enerjinin soğurulması ve dağılım yoluyla ısı enerjisine dönüştürülmesi (iletkenlik) olarak tanımlanır.

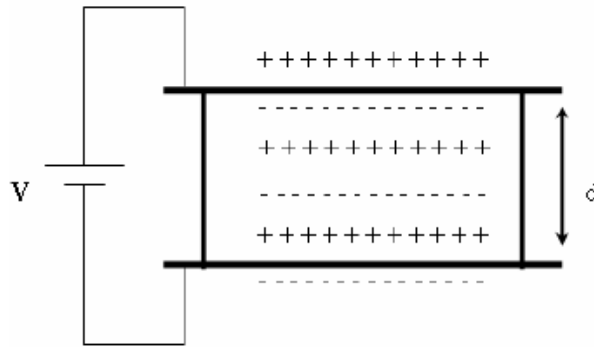
Dielektrik malzemenin dielektrik geçirgenliği frekans arttıkça azalmakta ve sıcaklıkla değişmektedir.

Dielektrik geçirgenliğin reel kısmı Cole-Cole denklemiyle hesaplanmaktadır [35].

$$\epsilon'(\omega) = \epsilon^\infty + (\epsilon^0 - \epsilon^\infty) \frac{1 + (\omega\tau)^{1-\alpha} \sin(1/2)\alpha\pi}{1 + 2(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin(1/2)\alpha\pi + (\omega\tau)^{2(1-\alpha)}} \quad (2.2)$$

(τ ; relaksasyon zamanı, α ; soğurum katsayısı)

Şekil 1.56'daki gibi paralel iki metal plaka arasında bir yalıtkan (dielektrik) malzeme konur levhalara üretcin iki ucu bağlanarak plakalarda $+Q$ ve $-Q$ yük biriktirmesi sağlanabilir. Sonrasında üretç devreden alınsa dahi depolanan yük burada kalır. Bu şekilde bir yalıtkan, paralel iki metal plaka arasına konarak elektrik yükü depolamayı sağlayan cihazlara kondansatör veya kapasitör denir. [36].



Şekil 1.56. Plakalar arası dielektrik madde ile dolu kapasitör.

1.8.1. Kutuplanma Mekanizmaları

Dipollerin sınırlı mesafede elektrik alan etkisi ile yer deęiřtirmesi ve yönlennmesine dielektrik kutuplanması denir ve altı temel kutuplanma mekanizması vardır.

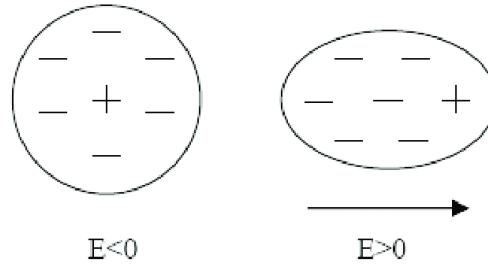
- İyonik (atomik) kutuplanma
- Elektronik kutuplanma
- Yönelme (dipol) kutuplanması
- Arayüzey veya uzay yük kutuplanması
- Atlamalı (hopping) kutuplanma
- Kendiliğinden kutuplanma

1.8.1.1. İyonik Kutuplanma

Moleküller farklı tip atomlardan meydana gelir, bu yüzden atomların elektronları simetrik olarak dağılmaz. Bunun anlamı elektron bulutlarına ait yük merkezlerinin daha kuvvetli bağlara sahip olan atomlara doğru kaymasıdır. Böylece atomlarda zıt kutuplar meydana gelir ve bir dış elektrik alanın bu yükleri etkilemesiyle, atomların denge konumlarını deęiřtirir. İyonlaşmış atomların denge konumlarının dış alan altında sapmalarıyla meydana gelen indüklenmiş dipol momente “iyonik (atomik) kutuplanma” denir. 10^{-13} - 10^{-12} sn gibi bir süre iyonik kutuplanma için yeterlidir. 10^{10} Hz'in altındaki frekanslarda yapılan tüm ölçümlerde meydana gelir ve spektrumda kızıl ötesi bölgeye karşılık gelmektedir.

1.8.1.2. Elektronik Kutuplanma

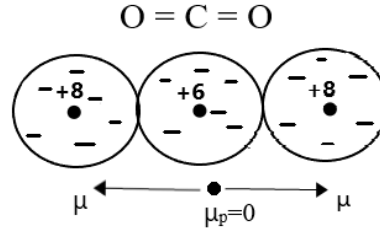
Nötr bir atomda negatif yüklü elektronlar çekirdeğin çevresinde dağılmış, pozitif yükler ise çekirdek içerisinde bulunmaktadır. Dış elektrik alan uygulanmasıyla elektronları zıt yönde bir kuvvet etkilerken çekirdek alan yönünde bir kuvvete maruz kalır. Negatif ve pozitif yüklerin zıt yönde yer deęiřtirmesi ve iki yük merkezinin birbirini çekmesi sonucu dengeye ulaşıldığında meydana gelen indüklenmiş momente elektronik kutuplanma denir (Şekil 1.57). Yalıtkan malzemelerin hepsinde elektronik kutuplanma görülmektedir. İyonik kutuplanmaya benzer fakat iyonik kutuplanmadan yaklaşık yüz kat daha hızlıdır. Bu tür kutuplanma 10^{-13} - 10^{-15} s gibi çok kısa bir durulma zamanına sahip ve bu zaman aralığı elektromanyetik spektrumda ultra-viyole frekans ya da görünür bölgesindedir (10^{15} Hz). Elektronik kutuplanmadan oluşan dielektrik kaybı oldukça azdır. İyonik yapıya sahip olmayan dielektriklerde sadece elektronik kutuplanma meydana gelir.



Şekil 1.57. Elektronik kutuplanma [41].

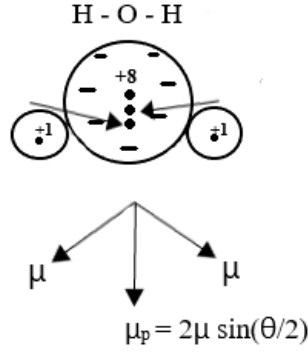
1.8.1.3. Yönelme (dipol) Kutuplanma

İki atomlu bir molekülü incelediğimizde, bir atomu diğer atomuna valans elektronlarından verdiği anda farklı yüklere sahip iki atoma sahip olur. Bu bağ türü iyoniktir ve bir kalıcı kutuplanma meydana getirebilir. Kalıcı dipol momente sahip olmayan CO₂ molekülü örnek olarak verilebilir. Karbon atomuna oksijen atomları 180° açıyla bağlandıkları için toplam vektörel dipol moment sıfır olmaktadır (Şekil 1.58).



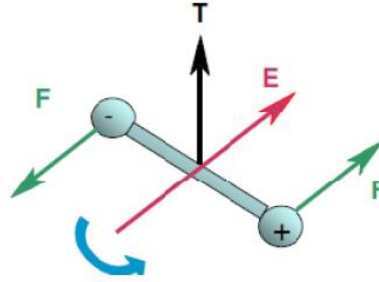
Şekil 1.58. CO₂ molekülü.

H₂O molekülünde ise Şekil 1.59'da görüldüğü gibi O atomuna H atomları 180° den farklı bir açıyla bağlandığı için bir polarizasyon oluşur. Kalıcı kutuplanma moleküllerin yapısıyla ilgili olduğu kadar sahip olduğu kristal örgünün simetrisine de bağlıdır. Elektrik alan uygulandığında molekülde bulunan dipollerde bir tork meydana gelerek elektrik alan doğrultusunda yönelmesine zorlar.



Şekil 1.59. H₂O molekülü.

Elektronik, atomik ve iyonik kutuplanmalarda yükler birbirlerinden uzaklaşır fakat dipol kutuplanmasında kalıcı dipoller, dış alanın etkisiyle dönmeye zorlanırlar (Şekil 1.60).



Şekil 1.60. Yönelim kutuplanması.

1.8.1.4. Ara Yüzey-Uzay Yük Kutuplanması

Kristalde ara yüzey kutuplanması polikristal malzemelerin birleşme yüzeylerinde serbest yük birikmesiyle meydana gelmektedir. Birikmiş olan bu yükler, elektrotlarda bulunan görüntü yükleri ile etkileşir ve meydana gelen diğer kutuplanmaları da olumlu olarak etkiler.

Elektronik, iyonik ve yönelme kutuplanmalarının ortak noktası, maddede bulunan bağda bulunan yüklerin yer değiştirmesi ve yönelme etkilerinin ortaya koyduğu kutuplanma türleridir. Bu tür kutuplanmalarda atom ve moleküller; uygulanan dış alanı da içeren bir yerel alan etkisi altında kalırlar. Ara yüzey kutuplanması ise serbest yüklerin oluşturduğu kutuplanmadır. Maddenin hacmindeki uzay yüklerinin veya dielektriğin ara yüzeylerindeki yüzey yüklerinin birikmesine sebep olduğu için elektronik, iyonik ve yönelim kutuplanmasının aksine önemli ölçüde elektrik alanı arttırdığı için maddenin kapasitansının da artmasına sebep olur. Bunun sonucunda enerji depolanmasını temsil

eden ϵ deęerinde de artış grlr. Ara yzey kutuplanma trnde dıř etkiyle uyarıldıktan sonra tekrar denge konumuna gelebilmesi iin gerekli durulma zamanına karřılık dřk ve orta dzey frekanslar blgesidir.

1.8.1.5. Atlamalı (Hopping) Kutuplanma

Bir dielektrik malzemede, yerleřmiř ykler (elektron ve delikler ya da iyonlar ve bořluklar) bir yerden bařka bir yere atlama yapabilir bunun sonucunda meydana gelen kutuplanmaya atlama kutuplanması denir. Bu ykler kısa bir srelięine bir yerden bařka bir yere serbeste hareket yeteneęine sahiptirler fakat daha sonra bir tuzakta yerleřmiř bir durumda sıkıřıp uzunca bir sre orada dururlar. Bu ykler zaman zaman dięer yere geebilmek iin potansiyel bariyeri sırama yaparak ařabilirler. İyonik kristallerdeki bořluklar ya da iyonların hareketi, camsı ve amorf yarıiletkenlerde deliklerin ya da elektronlar hareketi, atlama srecine baęlıdır. Bir paracıęın yer deęiřtirmesi potansiyel bariyerin ykseklięe ve geniřlięine baęlı olarak atlama ile olabilir.

1.8.1.6. Kendilięinden Kutuplanma

Sadece, simetrik yapısı olmayan tek kristal veya polikristal ve yapısında elektriksel dzen sergileyen malzemelerde gerekleřir. Bunun sebebi simetrik olmayan yapı, pozitif ve negatif yk merkezleri akıřık olmadıęı iin kendilięinden kutuplanmaya sahiptir. Ferroelektrik malzemelerde elektriksel kutuplanma kritik bir sıcaklıkta (T_c), bir dıř elektrik alan uygulanmadan, bir faz geisiyle kendilięinden meydana gelir. T_c altında kristal genellikle bir faz geisine uęrayarak apolar bir yapıdan polar bir yapıya geer. Bu duruma uygun rnek $BaTiO_3$ ferroelektrik kristalidir.

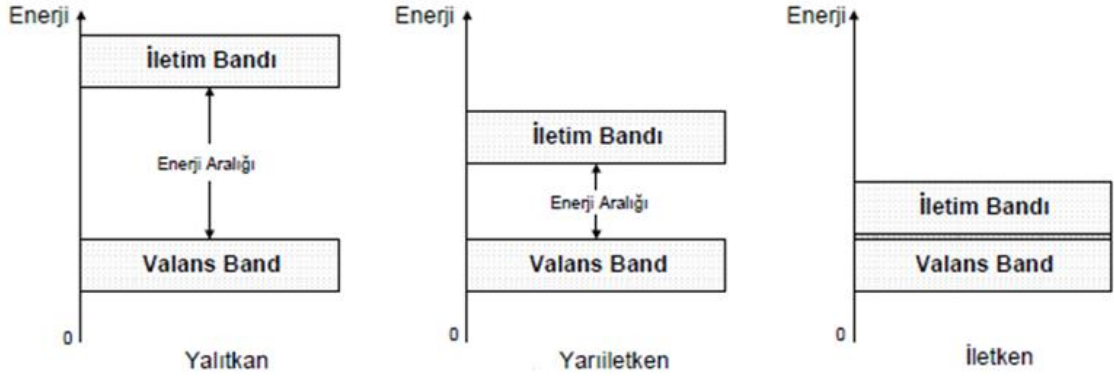
Sistemin serbest enerjisini arttırmak iin bir kristal eksenini boyunca dipol moment noktaları birleřerek yavař yavař bir blge oluřturur. Belli bir byklęe ulařıldıęında byme durur ve dipol moment noktaları, ters ynde bařka bir blge oluřturarak sistemin serbest enerjisini azaltır. Tek kristal veya polikristallerin pek ok blgesinde moment noktaları eřitli ynlere sahiptir. Ancak tm blgelerin dipol momentlerinin vektrel toplamı sıfırdır. Dıř elektrik alanı uygulandıęında, bu rastgele dzenlenmiř blgelerin ynleri alana paralel ynlendięinde kendilięinden kutuplanma meydana gelir. Elektrik alan kaldırılrsa dahi kendilięinden kutuplanma varlıęını srdrr. Bu kutuplanma alanı ferromanyetik malzemelerdekine benzer bir histeresis eęrisi oluřturur.

1.8.2. Dielektrik Durulma (Relaksasyon)

Elektriksel özellikler, kutuplanma türü ve elektriksel mekanizma durulma zamanı (τ) ile belirlenir. Kutuplanmanın yönelmesi ve durulma zamanı, moleküllerin içyapılarına, dielektriklerin moleküllerinin yapısına veya moleküler düzenle ilişkilidir. Relaksasyon dielektriğin içinde bulunan moleküllerin hareketinin ölçüsüdür. Relaksasyon, elektrik alanın bir periyot içinde değişim yapması sonucunda, o periyot içinde dipolün yönelme yapması için geçen süre olarak da tanımlanabilir. Durulma zamanına karşılık gelen frekans, malzemenin rezonans frekansına karşılık gelir. Elektrik alanın frekansı, durulma frekansından küçük olduğu zaman kutuplanma kolaylıkla oluşur ve elektrik alanı izler.

1.9. YARIİLETKEN VE ENERJİ BAND ARALIĞI

Yarıiletkenler, iletkenlik bakımından iletken ile yalıtkan arasında olan maddelerdir ve kristal yarıiletkenlerde atomlar belli bir düzende sıralanırlar. Temel halde yalıtkan özelliğe sahiptirler ancak ışık, ısı ve manyetik etki altında veya gerilim uygulandığında bazı valans elektronları serbest hale geçerek iletkenlik özelliği kazanır. Bu şekilde kazanılan iletkenlik özelliği geçicidir ve dış etki ortadan kaldırıldığında serbest haldeki elektronlar tekrar valans elektron konumuna geri dönerler. Yarıiletkenlerin bir diğer önemli özelliği ise, maddeye safsızlıklar katılarak iletkenliğinin kontrol edilebilmesidir. Metallerle, yalıtkanlar ve yarıiletkenler arasındaki farklılıkları, metallerde bulunan iletim elektronları ile atomların sahip olduğu değerlik elektronları arasındaki ilişki band teorisi ile açıklanmaya çalışılmıştır. Maddede, valans (değerlik) bandı dolu, iletkenlik bandı boş fakat band aralığı geniş ise yalıtkan, band aralığı bağlı olarak dar, valans bandı dolu ve iletkenlik bandı boş ise yarıiletken, eğer bandlar kısmen elektronlarla dolu ise iletken olarak tanımlanır (Şekil 1.61).



Şekil 1.61. Yalıtkan, yarıiletken ve iletken malzemelerin band yapısı.

Yarıiletkenlerin yasak enerji aralığına sahip olması ve uygun atomlarla ve miktarlarla katkılama yapılarak elektriksel iletkenliklerinin önemli ölçüde değıştirilebilmesi mümkündür. Bu işlemde, katkı atomu ile yer değıştirdiğı atomun serbest elektronlarına bağılı olarak yarıiletken n-tipi veya p-tipi iletkenliğe sahip hale getirilebilmektedir. Kuantum teorisiyle katılarda enerji bandları arasındaki fiziksel işlemler açıklanabilmektedir. Bu kurama göre yalıtılmış atomlarda bulunan elektronların enerjisi kesikli olarak değışebilir ve Pauli ilkesine göre atomun her enerji düzeyine en fazla iki adet ters yönlendirilmiş spinlere sahip elektronlar yerleşebilir. Yarıiletken madde meydana geldiğinde [atomlar birbirine çok yaklaştığında (yaklaşık 10^{-8} cm)], kuvvetli elektrik alanı etkisiyle komşu atomların değerlik elektronlarının enerji düzeyi banda ayrılır.

Değerlik elektronlarından oluşmuş enerji bandına değerlik bandı, bu değerlik elektronların uyarılma düzeylerinden oluşan banda ise serbest veya iletim bandı olarak adlandırılır. Değerlik ve iletim bandları arasında yasak band (E_g) bulunmaktadır. Bu yasak band genişliği yarıiletkenlerin kimyasal bağ türü ve atomların türü ile belirlenir. Farklı yarıiletkenlerin yasak band genişliği 0,1 eV'dan 6 eV'a kadar değışebilir.

Yasak band genişliğinin sıcaklık arttıkça değışmesinin sebebi atomlar arası uzaklığın ve kristaldeki atomların ısıl titreşim genliğinin sıcaklığa bağılı olmasıdır.

Herhangi bir atomun değerlik bandında bulunan elektronların yörüngesinden koparak iletkenlik bandına geçebilmesi için, yasak band aralığını geçmesi gerekir. Yarıiletkenlerde değerlik bandında bulunan elektronlar ışık, ısı, gerilim gibi uyarılmalarla iletkenlik bandına geçmektedirler. Elektronun geçmesiyle değerlik bandında, elektron boşluğu meydana gelir ve bu boşluklar bir dış manyetik ya da elektrik alan uygulandığında, pozitif yük gibi davranırlar. Bir yarıiletkende elektrik akımı, değerlik

bandındaki boşlukların hareketi ve iletkenlik bandındaki elektronların hareketlerinin toplamı olarak kabul edilmektedir.

1.9.1. Katkısız (saf) Yarıiletkenler

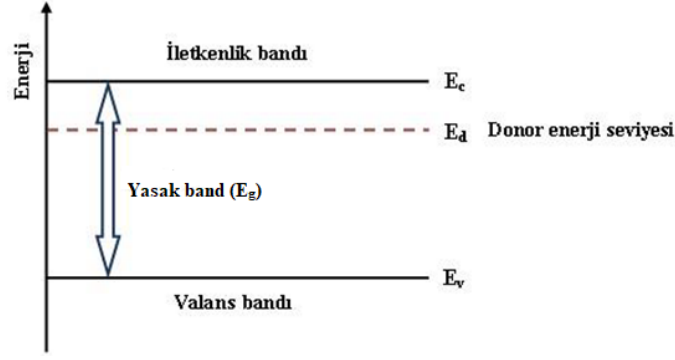
Katkısız yarıiletkenler mutlak sıfır sıcaklığında içinde katkı atomlarının yer almadığı yarıiletkenlerdir. Bunlarda hem elektronlar hem de boşluklar vardır ve elektron yoğunluğu boşluk yoğunluğuna eşittir ($n=p$). Isıl aktivasyonla elektronların değerlik bandından iletkenlik bandına geçmesi, iletkenlik bandında bir serbest elektron oluştururken, değerlik bandında da serbest boşluk olmasına neden olur .

1.9.2. Katkılı Yarıiletkenler

Kristal yapısı içinde katkı atomlarının bulunduğu yarıiletkenlere katkı yarıiletkenler denir. Bazen bu durum istenmeden bazen de serbest taşıyıcı oluşturabilmek için yapılır. Serbest taşıyıcıların oluşturulması için yalnızca katkının bulunması yeterli gelmez, aynı zamanda katkı atomlarının donör (verici) olarak adlandırılan elektronları iletkenlik bandına aktarmaları gerekir ve değerlik bandında boşluk meydana geliyorsa, bunlara akseptör (alıcı) denir.

1.9.2.1. n-tipi Yarıiletken

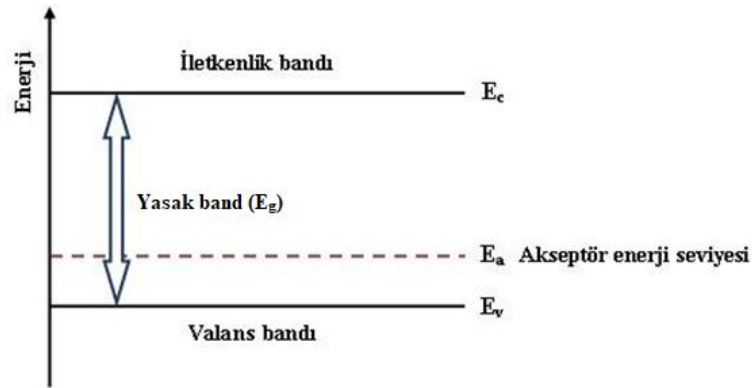
Donör katkısıyla iletkenliği karakterize olan yarıiletkene n-tipi yarıiletken denir ve örnek olarak silisyum ve germanyum gibi periyodik cetvelin IV-A grubunda yer alan elementler verilebilir ve herbiri dört değerlik elektronlarına sahiptir. Beş değerlik elektrona sahip olan periyodik cetvelin V-A grubunda bulunan elementlerden biri (N, P, As, Sb, Bi) bu yarıiletken malzemelere katkılандığında komşu atomlarla kovalent bağ oluşumu esnasında bağ yapamayan bir elektron atoma zayıfça bağlanır. Bu atomlar yasak enerji aralığında iletim bandının altında bir enerji düzeyi meydana getirirler ve oluşan enerji düzeyindeki elektronlar çok küçük bir enerjiyle uyarıldıklarında iletim bandına geçerler. Böylece iletim bandında serbest elektronlar meydana gelirken değerlik bandında da serbest boşluklar meydana gelmez. Bu sebeple iletim bandında bulunan elektron yoğunluğu değerlik bandında bulunan boşluk yoğunluğundan daha fazla olacaktır ($n>p$). Fermi enerjisi iletkenlik band kenarı ile donör seviyesinin arasındadır. Şekil 1.62'de n-tipi yarı iletkene ait enerji band diyagramı verilmiştir.



Şekil 1.62. n-tipi yarıiletken için enerji band diyagramı.

1.9.2.2. p-tipi Yarıiletken

Yarıiletkenlerde elektronları alan katkı atomlarına akseptör (alıcı) denir ve iletkenliği akseptör tipli katkıyla belirlenen yarıiletken, p-tipi yarıiletken olarak tanımlanır. IV-A grubunun elementi olan germanyum ve silisyum elementine III-A grubu elementlerinden biri (B, Al, Ga, In, Tl) katkılanırlırsa komşu atomlarla kovalent bağ oluşumu esnasında Ge ya da Si elementinin bir elektronu bağ yapamayacaktır ve bu atoma bağlı bir boşluk olarak kabul edilir. Bu boşluklar değerlik bandının hemen üstünde bir enerji düzeyi oluştururlar. Değerlik bandında bulunan uyarılmış elektronlar bu enerji düzeyindeki boşluklara yerleşirler ve değerlik bandında serbest boşluklar meydana gelirken iletim bandında serbest elektronlar meydana gelmez. Böylece değerlik bandında bulunan boşluk yoğunluğu iletim bandındaki elektron yoğunluğundan fazla olacaktır ($p > n$). Fermi enerjisi iletkenlik band kenarı ile akseptör seviyesinin arasındadır. Şekil 1.63’de p-tipi yarıiletkene ait enerji band diyagramı gösterilmektedir [37].



Şekil 1.63. p-tipi yarıiletken için enerji band diyagramı.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. MATERYAL

2.1.1. Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Bu çalışmada kullanılan kimyasal malzemelerin temin edildikleri firmalar aşağıda verilmiştir.

<u>Adı</u>	<u>Firma</u>
Demir (III) klorür hegzahidrat	Merck
Demir (III) nitrat nonahidrat	Fisher Chemical
Etilen glikol	Sigma Aldrich
Etanol	Balmumcu Kimya
Neodimyum (III) nitrat hegzahidrat	Alfa Aesar
Neodimyum (III) oksit	Alfa Aesar
Nikel (II) klorür hegzahidrat	Merck
Sitrik asit	Merck
Sodyum hidroksit	Merck

Listelenen bu kimyasal malzemelerin tamamı ek bir saflaştırma işlemi uygulanmadan kullanılmıştır.

2.1.2. Kullanılan Cihazlar

- i. FT-IR çalışmalarında Perkin Elmer, Spektrum Two ATR spektrofotometresi kullanıldı.
- ii. Termogravimetrik analizler için Shimadzu DTG, 60H-DSC 60 model cihaz kullanıldı.
- iii. Kızılötesi spektrumları (UV-Visible) için PG Instruments T80+ spektrofotometre cihazı kullanıldı.
- iv. SEM analizleri için FEI, Quanta FEG 250 model cihaz kullanıldı.
- v. Kalsinasyon işlemi Nabertherm, B180 refrakter tuğlalı fırında gerçekleştirildi.
- vi. X-ışınları Toz Difraksiyonu (XRD) Bruker, D8 Advance cihazında yapıldı.
- vii. Titreşimli Numune Manyetometresi (VSM) Lake Shore, 7407 cihazında ölçüldü.

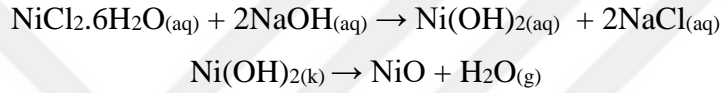
- viii.** Dielektrik sabiti, Novocontrol Technologies, Alpha-AN model empedans cihazında ölçüldü.
- ix.** ICP-OES için Perkin Elmer, Avio 200 cihazı kullanıldı.
- x.** Elektromag marka M5040P model etüv kullanıldı.
- xi.** Kimyasal maddelerin tartımları için RADWAG, AS 220/C/2 model elektronik terazi kullanıldı.
- xii.** Heidolph-MR Hei-Standard model manyetik karıştırıcı kullanıldı.
- xiii.** Wisd WUC-A03H model ultrasonik cihazı kullanıldı.



2.2. YÖNTEM

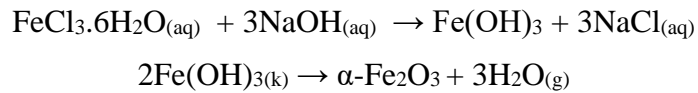
2.2.1. Nikel (II) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi

Başlangıç bileşikleri olarak NiCl₂.6H₂O ve NaOH kullanıldı. Sol-jel yöntemi kullanılarak 1.10⁻² mol NiCl₂.6H₂O 125 mL saf suda çözüldü ve oluşan çözelti manyetik karıştırıcıda 50 °C'de 40 dakika karıştırıldıktan sonra 0,1 M NaOH çözeltisiyle pH 8'e ayarlandı. Oluşan açık yeşil jelde reaksiyon süresince meydana gelen yan ürünleri uzaklaştırmak için saf su ve etanol ile birkaç kez yıkandı ardından 60 °C'de 14 saat etüvde kurutulduktan sonra elde edilen ürünün renginin değişmedi ve tozumsu bir yapıya dönüştü. Kurutulan numune 500 °C'de 2 saat fırında kalsine edilerek NiO nanopartikülleri sentezlendi. Deney sonunda fizyolojik olarak numune açık yeşil renkten mat siyaha dönüştü [38].



2.2.2. Demir (III) Oksit Sentezi

α -Fe₂O₃ kontrollü çöktürme yöntemiyle sentezlendi [39]. 1.10⁻² mol FeCl₃.6H₂O 50 mL saf suda çözüldükten sonra üzerine çökme tamamlanana kadar 0,1 M NaOH çözeltisi ilave edildi. Meydana gelen mat siyah-kahverengi çökelti süzgeç kağıdı ile süzülerek turuncu-kahverenkli çözeltiden ayrıştırıldı. Çökelti, deney sırasında oluşan yan ürünlerden uzaklaştırmak için saf su ile birkaç defa yıkandı ve 100 °C'de etüvde kurutuldu. Ardından numune 700 °C'de 2 saat boyunca tavlanarak parlak açık kahverenge dönüştü.



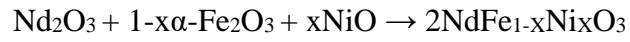
2.2.3. Neodimyum Demir Oksit Sentezi

NdFeO₃ bileşiği sol-jel yöntemi kullanılarak elde edildi. 2.10⁻³ mol Nd(NO₃)₃.6H₂O 15 mL saf suda çözüldükten sonra üzerine 15 mL saf suda çözülmüş 1.10⁻² mol Fe(NO₃)₃.9H₂O eklenerek manyetik karıştırıcıda çözünme tamamlanana kadar karıştırıldı. Ardından sitrik asit, etilen glikol, metal tuzları sırasıyla 2:2:1 mol oranlarında çözeltileri eklendi. Bu reaksiyonda yüzey aktif madde olarak sitrik asit ve etilen glikol kullanıldı. Hazırlanan çözelti 90 °C'de jelleşinceye kadar yavaşça karıştırıldı. Meydana gelen koyu kahverenkli jel 200 °C'de 2 saat fırında kurutuldu. Oluşan tozumsu yapı kalsinasyon işlemi yapmak için 400 °C'de 2 saat bekletildi ve fırından çıkartmaksızın

tavlama işlemi yapmak için 800 °C’de 2 saat daha bekletilerek koyu kahverenkli NdFeO₃ bileşiği elde edildi [40].

2.2.4. Neodimyum Demir Nikel Oksit Sentezi

1.10⁻³ mol sol-jel yöntemiyle sentezlenen nano-NiO, ticari Nd₂O₃ ve kontrollü çöktürme yöntemiyle sentezlenen 0,5.10⁻³ mol α-Fe₂O₃ bileşiklerinin literatür ile uyumlu seramik metodu [41] kullanılarak bileşenlerin homojen dağılımı için 30 dk. boyunca birkaç defa ultrasonik cihazda karıştırıldı. Nd₂O₃’in varlığından dolayı bu numunede pamuksu yapı hakim olmakla birlikte 1050 °C’de 14 saat fırında tavlandıktan sonra rengi siyah-kahverengine dönüşmüştür.



3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. VSM SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Bileşiklerin, manyetik durumları ve davranışlarının belirlenmesi için titreşimli numune manyetometre (VSM) cihazı ile 300 K'de -2500 ila +2500 Oe manyetik alan aralığında ölçümü yapılmıştır.

α -Fe₂O₃ bileşiğinin M-H eğrisinde koersivite, doygunluk manyetizasyonu M_s ve artık mıknatıslanım M_r sırasıyla 1281,1 Oe, $58,7 \times 10^{-2}$ emu/g, 95×10^{-3} emu/g ve manyetik histeresis genişliği 0,16227, duygunluk(χ) $2,14 \times 10^{-6}$ bulunmuştur. Bulgular ve Şekil 3.1a'da açık bir şekilde görüldüğü gibi α -Fe₂O₃ bileşiği ferromanyetiktir [42].

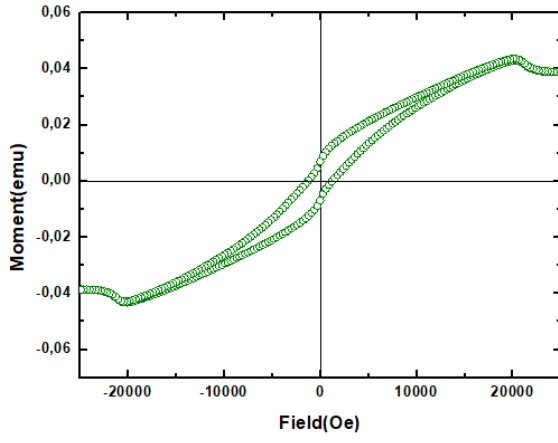
Nd₂O₃'nin M-H eğrisi histeresis ve kalıcı mıknatıslık özelliği göstermemektedir. Şekil 3.1b'de görüldüğü gibi koersivite, doygunluk manyetizasyonu M_s ve artık mıknatıslanım M_r sırasıyla 12,103 Oe, $427,5 \times 10^{-3}$ emu/g ve $260,8 \times 10^{-6}$ emu/g bulunmuştur. Duygunluk(χ) $1,006 \times 10^{-6}$, manyetik histeresis genişliği $609,40 \times 10^{-6}$ olması bileşiğin paramanyetik olduğunu göstermektedir.

NdFeO₃ Şekil 3.1c'deki M-H eğrisi incelendiğinde koersivite, doygunluk manyetizasyonu M_s ve artık mıknatıslanım M_r sırasıyla 504,97 Oe, $85,1 \times 10^{-2}$ emu/g ve $30,3 \times 10^{-2}$ emu/g ve manyetik histeresis genişliği 0,35703 ve duygunluk(χ) $1,48 \times 10^{-6}$ bulunmuştur. Fe³⁺ iyonlarının oksijen ligantlarına eğiliminden dolayı artık mıknatıslanım M_r değerinin $30,3 \times 10^{-2}$ emu/g olmasına sebep olur bu da zayıf ferromanyetizmanın varlığını gösterir [43].

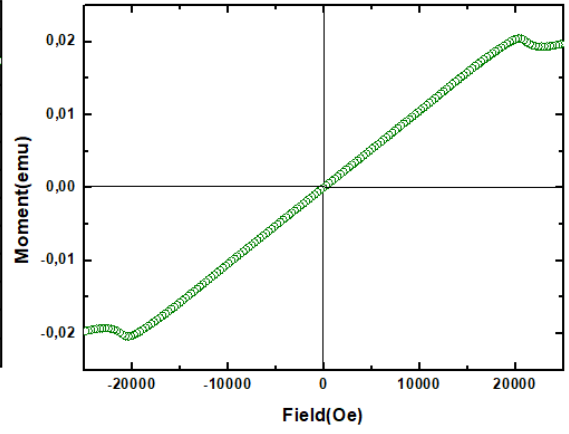
NiO nanopartiküllerinin M-H eğrisi histeresis ve kalıcı mıknatıslık özelliği göstermemektedir. Şekil 3.1d'de görüldüğü gibi koersivite, doygunluk manyetizasyonu M_s ve artık mıknatıslanım M_r sırasıyla 262,57 Oe, $197,2 \times 10^{-3}$ emu/g ve $3,45 \times 10^{-6}$ emu/g bulunmuştur. NiO nanopartiküllerinin manyetik histeresis genişliği $17,5 \times 10^{-3}$ ve duygunluk(χ) $9,25 \times 10^{-7}$ olması mıknatıslanmasının, uygulanan manyetik alana az ya da çok doğrusal bir bağlılık göstermemesi bileşiğin paramanyetik olduğunu göstermektedir. NiO mikro boyutta antiferromanyetiktir (atomlar kalıcı dipol momente sahip olup etkileşim $\uparrow\downarrow$ dizilişe sebep olur) ancak NiO nanopartikülleri, kristalit boyutuna, tavlama sıcaklığına, yüzey mıknatıslanmasına ve ferromanyetik nikel kümelerinin varlığına bağlı olarak nano ölçekte manyetik özellikler (paramanyetik, ferromanyetik $\uparrow\uparrow$ veya antiferromanyetik) gösterebilir [44].

$\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ 'nin M-H eğrisinde Şekil 3.1e'de görüldüğü gibi koersivite, doygunluk manyetizasyonu M_s ve artık mıknatıslanım M_r sırasıyla 68,631 Oe, 4,80 emu/g ve $45,6 \times 10^{-2}$ emu/g bulunmuştur. Duygunluk(χ) $3,44 \times 10^{-5}$ ve dar manyetik histeresis genişliğine $95,07 \times 10^{-3}$ sahip olmasıyla bileşiğin süper paramanyetik özelliğini gösterdiği söylenebilir [45].

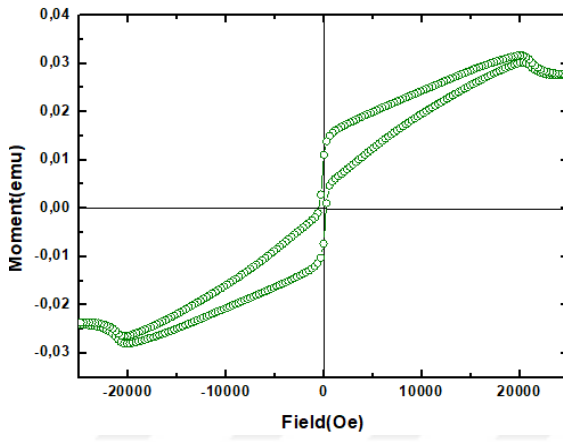
Bileşiğin diğer araştırmalara nazaran doygunluk manyetizasyonunun azalma göstermesinin sebebi yapıların farklı sitokiyometrik oranlara sahip olmasından dolayı olduğu düşünülmektedir. Aynı zamanda koersivite değerinin literatürlerle uyumlu olarak arttığı görülmektedir. [46].



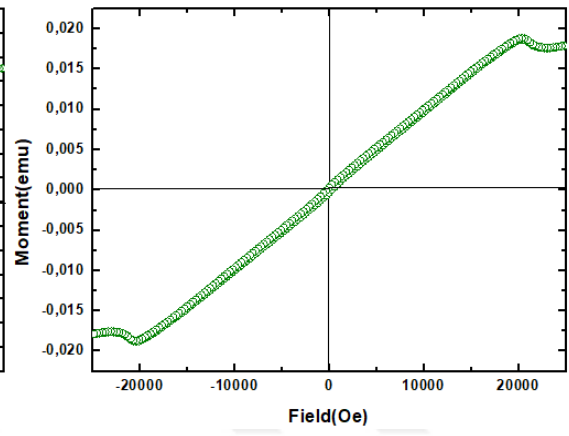
a)



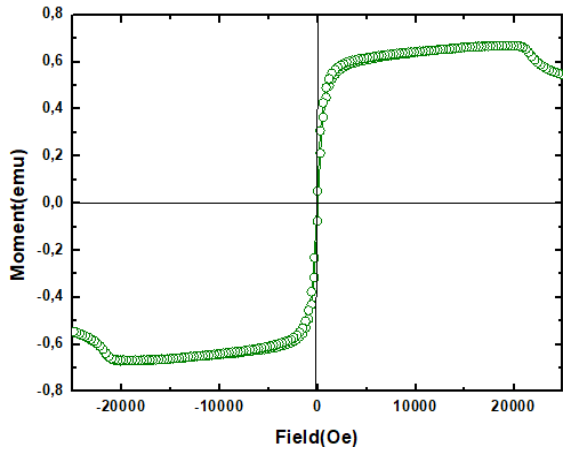
b)



c)



d)



e)

Şekil 3.1. a) α -Fe₂O₃ b) Nd₂O₃ c) NdFeO₃ d) NiO e) NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiklerinin VSM grafikleri.

3.2. FT-IR SPEKTRUMLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Hazırlanan bileşiklerin bazı IR spektrumları Ek 1 bölümünde verilmiştir. Ayrıca çalışmada sentezlenen bileşiklerin IR değerleri de literatürlerle kıyaslanmış ve literatürler arasındaki değerler arasındaki farklılıklarla birlikte yapılar tayin edilmiştir. Bu bileşiklere ait bazı karakteristik titreşim aşağıda açıklamalı bir şekilde verilmiştir.

Nd_2O_3 bileşiğinin FT-IR spektrumunda $412,24 \text{ cm}^{-1}$ – $661,09 \text{ cm}^{-1}$ arasındaki görülen karakteristik pik Nd-O band titreşimlerine aittir. Nd-OH band titreşimlerine ait pik $3607,50 \text{ cm}^{-1}$ görülmektedir [47].

$\text{Fe}(\text{OH})_3$ bileşiğinin FT-IR spektrumunda 3500 cm^{-1} – 3000 cm^{-1} aralığında görülen yayvan pik yapı içerisinde bulunan –OH grubuna ve 450 cm^{-1} – 360 cm^{-1} aralığında görülen keskin pik Fe-O band titreşimlerine aittir.

$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bileşiğinin FT-IR spektrumunda Fe-O band titreşimlerine ait güçlü pik $430,83 \text{ cm}^{-1}$ – $515,30 \text{ cm}^{-1}$ aralığındadır [48].

$\text{Ni}(\text{OH})_2$ bileşiğine ait FT-IR spektrumunda 3700 cm^{-1} 'de görülen keskin pik –OH grubuna ve 500 cm^{-1} – 400 cm^{-1} aralığında görülen keskin pik Ni-O band titreşimlerine aittir.

NiO nanopartiküllerine ait FT-IR spektrumunda $355,06 \text{ cm}^{-1}$ – $379,72 \text{ cm}^{-1}$ 'de görülen keskin pik Ni-O bağlarının titreşimlerine aittir [49].

NdFeO_3 bileşiğine ait FT-IR spektrumunda iki güçlü pik görülmektedir. Bunlar Fe-O gerilme titreşimine ve O-Fe-O eğilme titreşimine ait pikler sırasıyla $519,11 \text{ cm}^{-1}$ – $434,73 \text{ cm}^{-1}$ 'dir [50].

$\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait FT-IR spektrumunda iki güçlü pik görülmektedir. Bunlar Fe-O ve Ni-O bağ titreşimlerine ait sırasıyla $363,28 \text{ cm}^{-1}$ – $400,10 \text{ cm}^{-1}$ ve $430,20 \text{ cm}^{-1}$ – 620 cm^{-1} aralığında görülmektedir [51].

Mevcut tüm yapılar metal oksit ve türevlerini içermekte olup organik yapılarda olduğu gibi çok fazla karakteristik pik barındırmamakla birlikte yapıların mevcudiyeti hakkında önemli ipuçlarını da bünyesinde barındırmaktadırlar. Bu açıdan IR spektrumları da ayrı bir önem arz etmektedir. Tez kapsamında yer alan metal oksitler Materyal Bölümünde açıklandığı gibi laboratuvar şartlarında metal tuzlarından hazırlanmış ve kimyasal bir reaksiyon gerçekleştirilmiştir. Bu anlamda reaksiyonun ve süreç içerisinde mekanizmanın takibi açısından IR deney sürecinde oldukça önemli bir yer almıştır. Deney süreçlerinde tavlama, fırınlama, kurutma, kalsinasyon ve buna benzer işlemler uygulandığından dolayı süreç yüksek sıcaklıklara çıkılmış ve ardından soğutma

işlemlerine geçilmiştir. Bu esnada numuneler absorpsiyon, adsorpsiyon veya kemisorpsiyona maruz kalmaktadırlar. Hatta ortamdan yabancı maddeler de numunelerde kirlilik olarak absorbe olabilmektedir. Bu sürecin takibi IR spektrumları ile düzenli olarak takip edilmiştir.

3.3. UV-VIS SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Bileşiklerin absorpsiyon dalga boylarının tespit edilebilmesi için 210-900 nm dalga boyu aralığında 10^{-3} M suda dağılık çözülmüş çözeltilerinden maksimum absorpsiyon değerleri tespit edildi.

Bileşiklerin band aralığı Tauc bağıntısı kullanılarak hesaplandı [22].

$$\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^2 \quad (3.1)$$

(α ; absorpsiyon katsayısı, $h\nu$; foton enerjisi, E_g ; band aralığı, $n=1/2$ direk yarıiletken için) α -Fe₂O₃ bileşiğinin Şekil 3.2a'da gösterilen UV spektrumunda absorpsiyon bandının 392–631 nm aralığında görülmesi literatür verilerince desteklenmektedir [48]. $n \rightarrow \sigma^*$ ($O_{2p} \rightarrow Fe_{3d}$) geçişine ait λ_{max} 480 nm (2,58 eV) tespit edilmiştir. Fe³⁺ metaline ait iç iyonik geçişleri 213–303 nm $\sigma \rightarrow \sigma^*$ ($3d^6 \rightarrow 3d^{6*}$) ve λ_{max} 246 nm (5,04 eV) dalga boyunda ölçülmüştür. UV spektrumu sonucunda band aralığı 2,8 eV bulunmuştur.

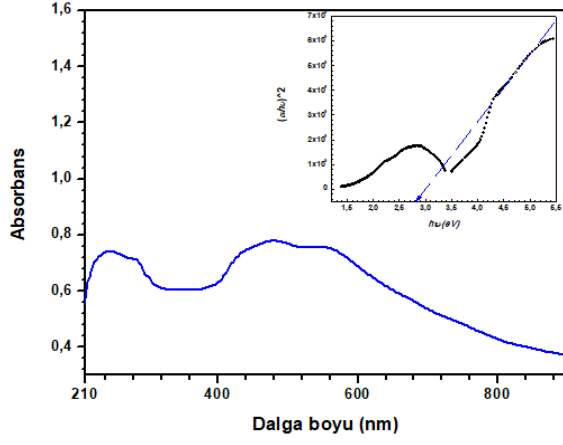
Nd₂O₃ bileşiğinin Şekil 3.2b'de gösterilen UV spektrumunda absorpsiyon bandının λ_{max} 413 nm (3,00 eV) olduğu tespit edilmiştir. 358–478 nm aralığındaki absorpsiyon bandı $n \rightarrow \sigma^*$ ($O_{2p} \rightarrow Nd_{4f}$) geçişi temsil etmektedir. λ_{max} 212 nm (5,85 eV) [47] absorpsiyon piki lantanit serisinin karakteristik piki olarak kabul edilmektedir [52]. Nd₂O₃ karakteristik band aralığı 4,2 eV bulunmuştur.

NdFeO₃ bileşiği Fe³⁺ iyonları O²⁻ iyonları tarafından oktahedral yapıda çevrelemiştir. O²⁻ iyonlarının Fe³⁺ iyonlarına sağladığı elektron geçişleri ($n \rightarrow \sigma^*$) 533-812 nm aralığında çok geniş absorpsiyon bandı gözlenmiş olup iki farklı konumda λ_{max} tespit edilmiştir. Şekil 3.2c'de gösterilen UV spektrumundan tespit edilen dalga boyları sırasıyla λ_{max} 604 nm (2,05 eV) ve λ_{max} 740 nm (1,67 eV) dir [53]. $3d^6 \rightarrow 4f^{4*}$ geçişi neodimyum atomunun etkisi ile 210-232 nm dalga boyu aralığında absorpsiyon piki olduğu düşünülmektedir ve λ_{max} 216 nm (5,74 eV). UV sonuçlarına bağlı olarak band aralığı 3,1 eV hesaplanmıştır.

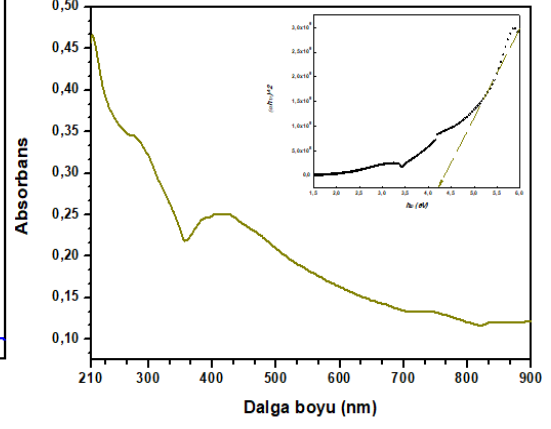
NiO nanopartiküllerinin Şekil 3.2d'de gösterilen UV spektrumunda absorpsiyon bandının λ_{max} 411 nm (3,02 eV) olduğu tespit edilmiştir. 372-452 nm aralığındaki absorpsiyon bandı literatür verileri incelendiğinde $n \rightarrow \sigma^*$ ($O_{2p} \rightarrow Ni_{3d}$) geçişlerine karşılık geldiği

görülmektedir [54]. Ni^{2+} metaline ait iç iyonik geçişleri 210–297 nm $\sigma \rightarrow \sigma^*$ ($3d^8 \rightarrow 3d^8^*$) ve λ_{max} 220 nm (5,63 eV) dalga boyunda ölçülmüştür. UV spektrumu sonucunda band aralığı 3,9 eV bulunmuştur.

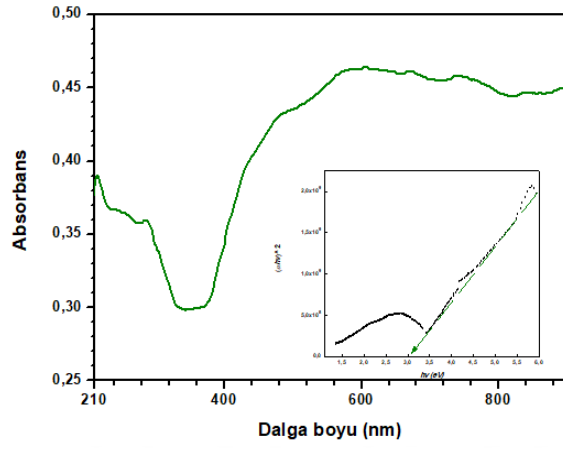
$\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait Şekil 3.2e’de gösterilen UV spektrumunda λ_{max} 435 nm (2,85 eV) ve yaklaşık olarak 400-525 nm dalga boyları arasında geniş bir absorpsiyon bandı tespit edilmiştir. Lantanit serisinden olan neodimyum iyonunun etkisiyle λ_{max} 216 nm (5,74 eV) olan absorpsiyon piki 210-270 nm aralığında olduğu gözlemlenmiştir [41]. UV sonuçlarına bağlı olarak band aralığı 3,2 eV hesaplanmıştır.



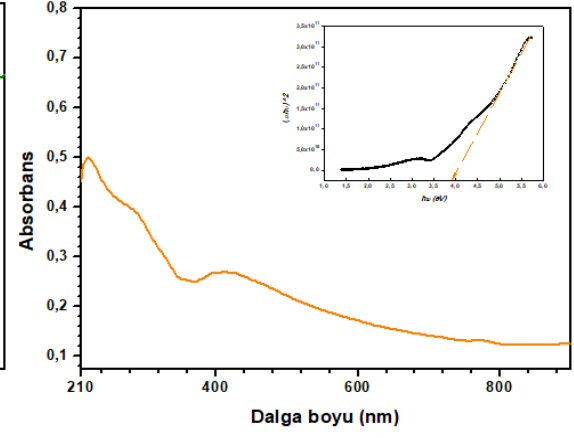
a)



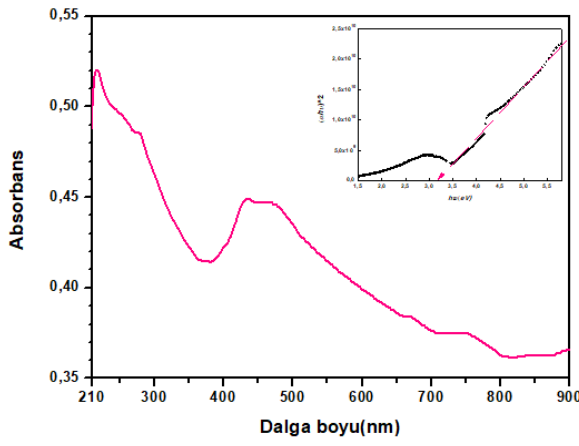
b)



c)



d)

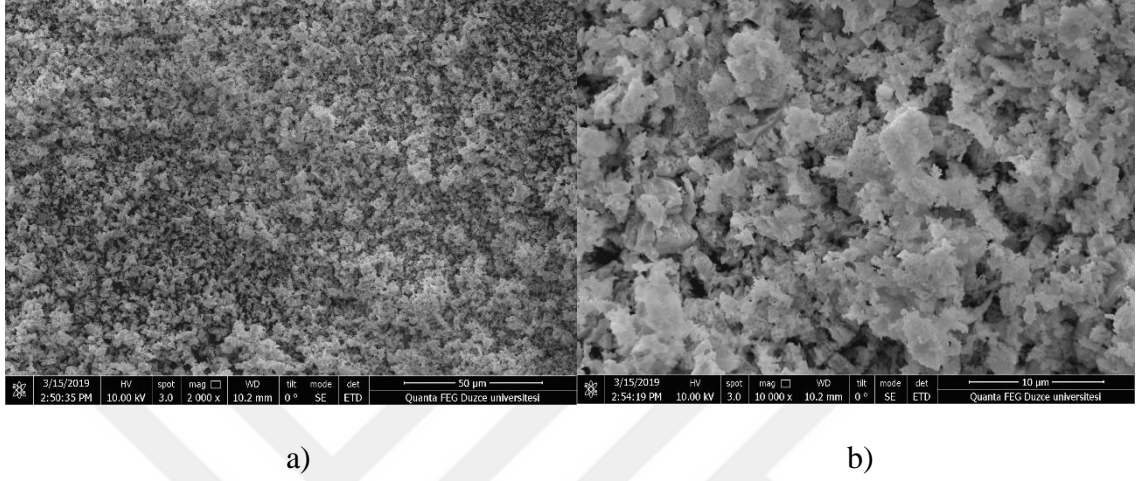


e)

Şekil 3.2. a) α -Fe₂O₃ b) Nd₂O₃ c) NdFeO₃ d) NiO e) NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiklerinin UV-VIS spektrumu ve band aralığı grafikleri.

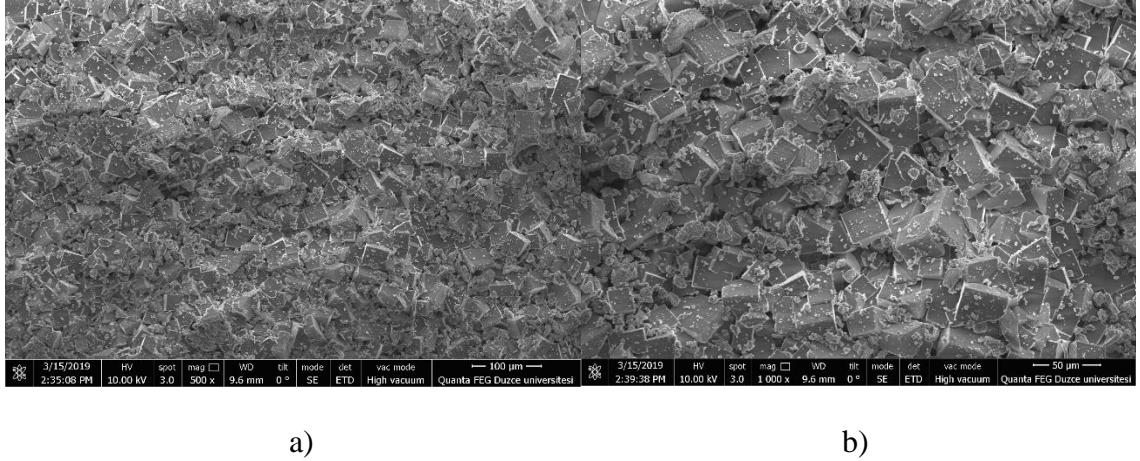
3.4. SEM, EDX VE XRD ANALİZ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Nd_2O_3 bileşiğinin Şekil 3.3a 2000x ve Şekil 3.3b 10000x büyütülmüş SEM görüntüleri alınarak morfolojik yapıları incelenmiştir. Partiküllerin 2 μm 'den daha küçük ve yığın formda olduğu görülmektedir [55].



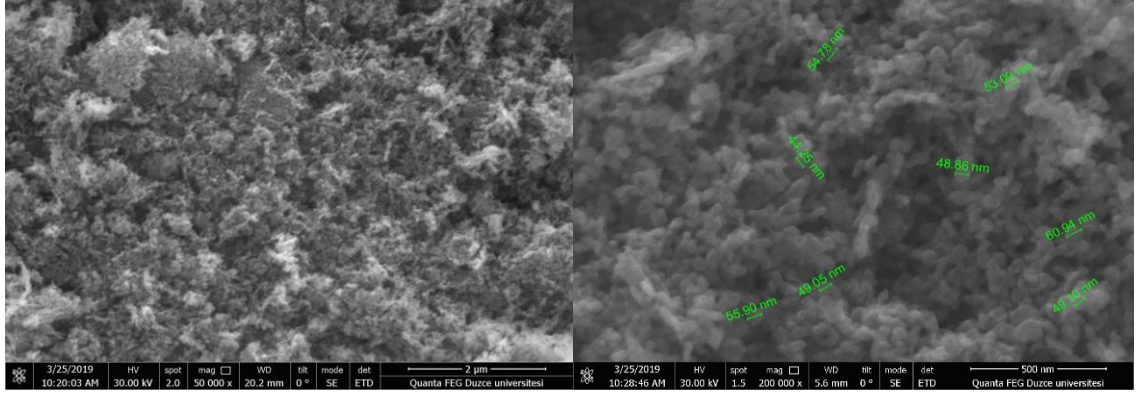
Şekil 3.3. a) 50 μm b) 10 μm Nd_2O_3 bileşiğine ait SEM görüntüleri.

Şekil 3.4 a) 500x ve b) 1000x $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bileşiğinin SEM görüntüleri alınarak morfolojik yapıları incelenmiştir. 4000x büyütülmüş SEM görüntüsünü incelediğimizde 20 μm 'den küçük, iyi tanımlanmış, tek kübik yapıya sahip olduğunu göstermektedir [56].



Şekil 3.4. a) 100 μm b) 50 μm $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bileşiğine ait SEM görüntüleri.

NiO nanopartiküllerinin boyutları Şekil 3.5a 50000x ve Şekil 3.5b 200000x büyütülmüş SEM görüntülerinde morfolojik yapıları incelenmiştir. 200000x büyütülmüş SEM görüntüsü incelendiğinde 45–55 nm arasında, yığın [57] ve küresel [58] olduğu görülmektedir.

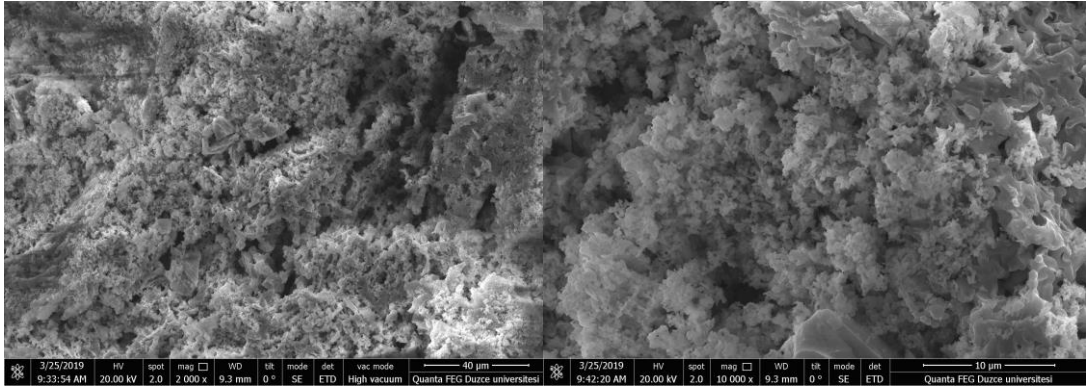


a)

b)

Şekil 3.5. a) 2 µm b) 500 nm NiO nanopartiküllerine ait SEM görüntüleri.

NdFeO₃ bileşiğinin Şekil 3.6a 20000x ve Şekil 3.6b 10000x büyütülmüş SEM görüntülerinde morfolojik yapıları incelenmiştir. 10000x büyütülmüş SEM görüntüsü incelendiğinde gözenekliliği yüksek, yığın halinde, yaklaşık 0,2 µm boyutlarında [59] olduğu ve reaksiyona girmeyen kübik α -Fe₂O₃ bileşiğinin varlığı görülmektedir.

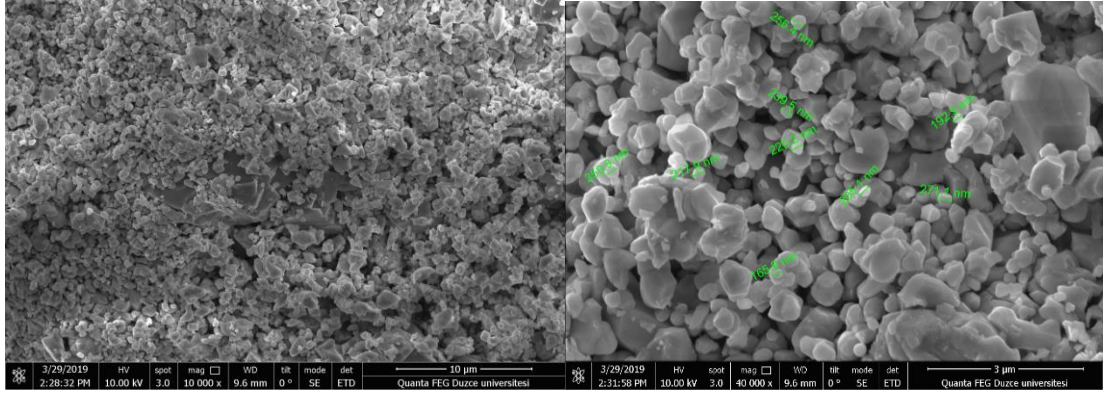


a)

b)

Şekil 3.6. a) 40 µm b) 10 µm NdFeO₃ bileşiğine ait SEM görüntüleri.

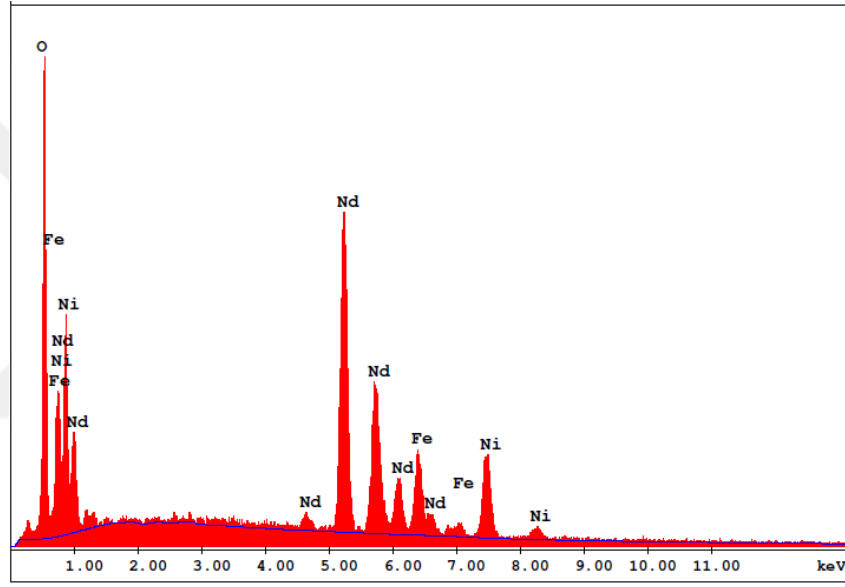
NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiğinin Şekil 3.7a 10000x ve Şekil 3.7b 40000x büyütülmüş SEM görüntülerinde morfolojik yapıları incelenmiştir. Şekil 3.7a'da NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiğinin boyut farklılıkları ve reaksiyona girmemiş kübik α -Fe₂O₃ bileşiği görülmektedir.



a)

b)

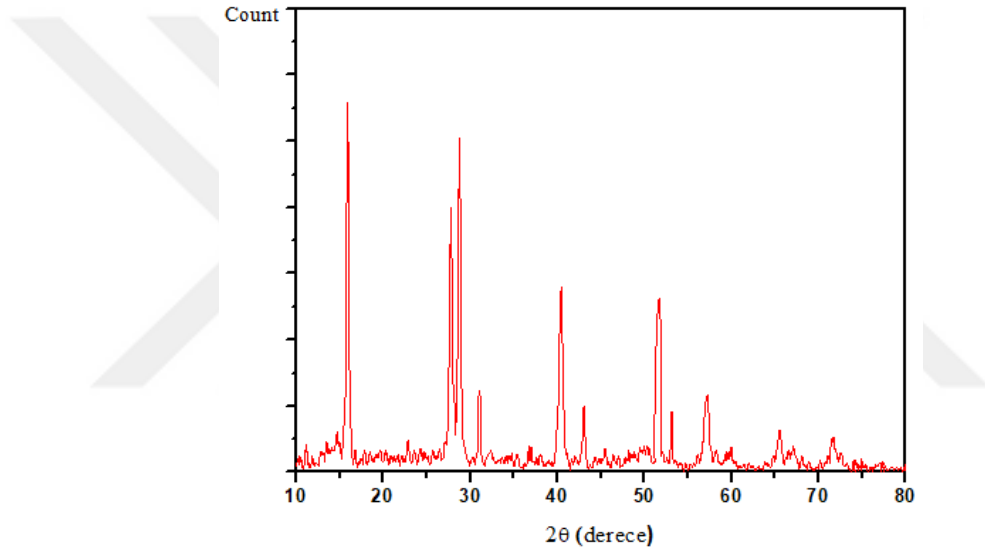
Şekil 3.7. a) 10 µm b) 3 µm $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait SEM görüntüleri.



Şekil 3.8. $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait EDX spektrumu.

$\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait EDX spektrumu Şekil 3.8’de verilmiştir. Hazırlanan $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğinin yapısında bulunan neodimyum, demir, nikel ve oksijen iyonlarının varlığı ve stokiyometrik oranı amaçlandığı gibidir ve beklenen iyonlar dışında başka bir iyonla rastlanmamaktadır.

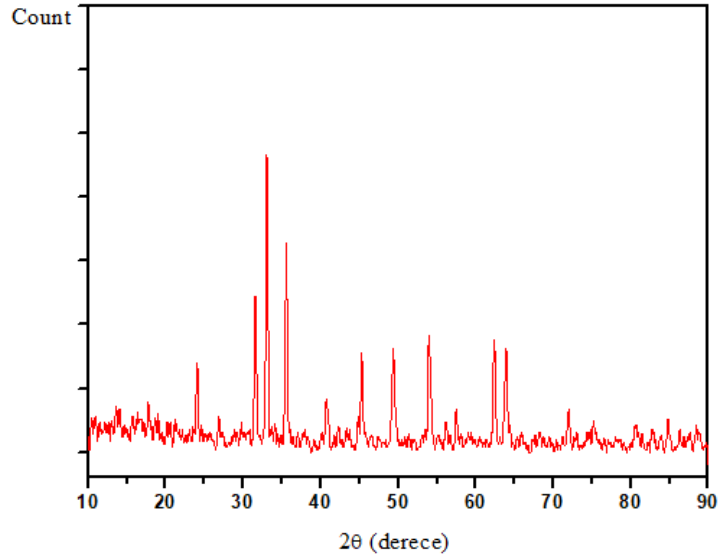
Ticari Nd_2O_3 bileşiğinin kristal yapısını belirlemek için X-ışınları kırınımı (toz) yöntemi kullanıldı. Neodimyum oksite ait X-ışınları deseni Şekil 3.9’da verilmiştir. Nd_2O_3 ait 2θ karakteristik yansıma pikleri sırasıyla $15,90^\circ$, $28,92^\circ$, $31,26^\circ$, $40,40^\circ$, $43,13^\circ$, $51,72^\circ$, $53,17^\circ$, $57,21^\circ$, $65,60^\circ$ ve $71,62^\circ$ olarak tespit edilmiştir. Bu değerler JCPDS dosya (kart) no 6-408 ve Nd_2O_3 ’in XRD desenindeki çoğu difraksiyon pikleri hekzagonal yapı ile uyumlu olmakla birlikte sentez yönteminin farklılığından kaynaklanan daha fazla 2θ derecelerine ($27,78^\circ$, $57,20^\circ$, $65,61^\circ$ ve $71,60^\circ$) sahiptir. Uyumlu olduğu JCPDS dosya (kart) no 6-408 ait örgü sabiti ve açıları sırasıyla $a=b=3,812 \text{ \AA}$, $c=6,02 \text{ \AA}$, $\alpha=\beta=90^\circ$, $\gamma=120^\circ$ olup birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla $75,75 (\text{ \AA})^3$ ve $P3m1$ olarak bulunmuştur [55].



Şekil 3.9. Nd_2O_3 bileşiğine ait XRD spektrumu.

700°C ’de 2 saat tavlansarak sentezlenen $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bileşiğinin kristal yapısını belirlemek için X-ışınları kırınımı (toz) yöntemi kullanıldı. Demir (III) oksite ait X-ışınları deseni Şekil 3.10’da verilmiştir. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ait 2θ karakteristik yansıma pikleri sırasıyla $24,21^\circ$, $33,23^\circ$, $35,75^\circ$, $40,92^\circ$, $49,58^\circ$, $54,18^\circ$, $57,65^\circ$, $62,63^\circ$, $64,16^\circ$, $72,02^\circ$ ve $75,71^\circ$ ayrıca sentez yönteminin farklılığından dolayı iki adet 2θ derecelerine ($45,20^\circ$ ve $31,35^\circ$) sahiptir. Bu değerler JCPDS dosya (kart) no 01-071-5088 ve $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ’in XRD desenindeki tüm difraksiyon pikleri rombohedral yapı ile eşdeğer olmakla birlikte örgü sabiti ve açıları sırasıyla $a=b=5,038 \text{ \AA}$, $c=13,74 \text{ \AA}$, $\alpha=\beta=90^\circ$, $\gamma=120^\circ$ olup birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla $302,01 (\text{ \AA})^3$ ve $R\text{-}3c$ olarak bulunmuştur ve sonuçlar literatürler ile uyum içerisindedir [60].

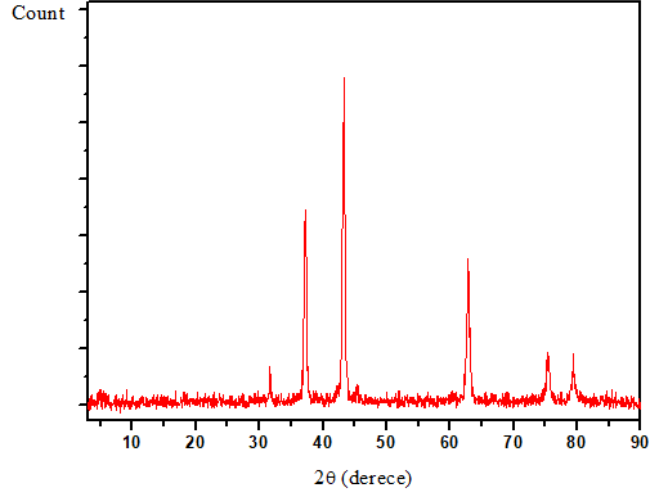
Ayrıca XRD deseni incelendiğinde, Şekil 3.4'deki SEM görüntüleriyle uyumlu içerisinde olup herhangi bir safsızlık içermediği tespit edilmiştir.



Şekil 3.10. α -Fe₂O₃ bileşiğine ait XRD spektrumu.

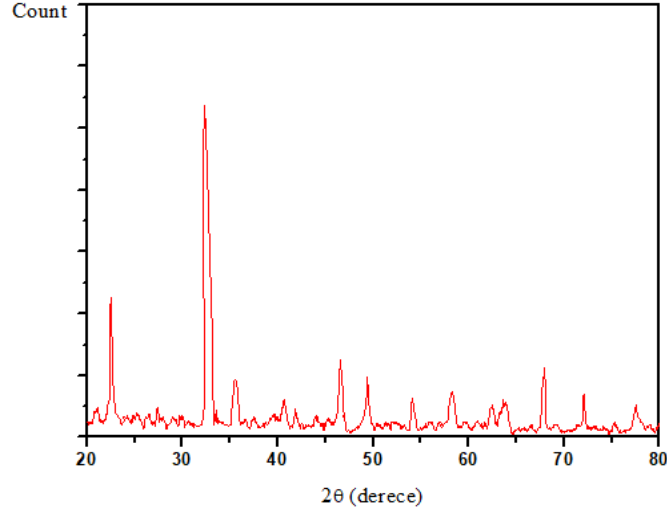
500 °C'de 2 saat tavlansarak sentezlenen NiO nanopartiküllerinin kristal yapısını belirlemek için X-ışınları kırınımı (toz) yöntemi kullanıldı. Nikel (II) oksite ait X-ışınları deseni Şekil 3.11'de verilmiştir. NiO ait 2θ karakteristik yansıma pikleri sırasıyla 37,21° 43,24°, 62,95° ve 75,37° olarak tespit edilmiştir. Bu değerler JCPDS dosya (kart) no 47-1049 ve NiO'in XRD desenindeki tüm difraksiyon pikleri yüzey merkezli kübik yapı ile eşdeğer olmakla birlikte örgü sabiti ve açıları sırasıyla a=b=c=4,177 Å, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ olup birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla 72,87 (Å)³ ve *Fm-3m* olarak bulunmuştur ve sonuçlar literatürler ile uyum içerisinde [60], [61].

Ayrıca XRD deseni incelendiğinde, Şekil 3.5'deki SEM görüntüleriyle uyum içerisinde olup herhangi bir safsızlık içermediği tespit edilmiştir.



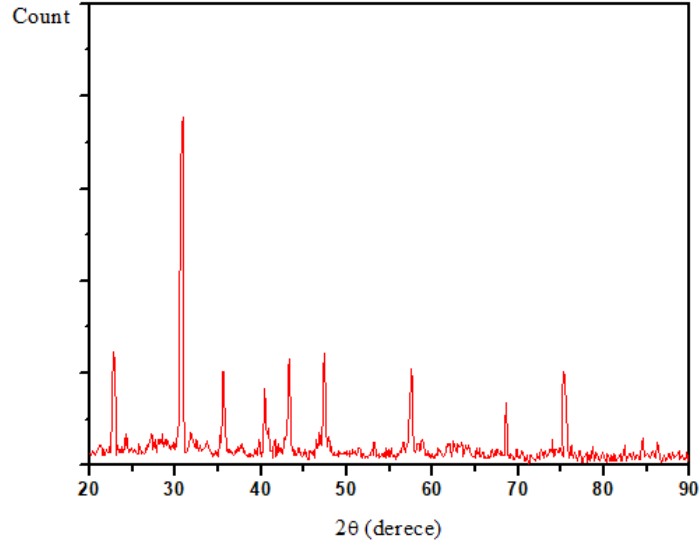
Şekil 3.11. Nano-NiO bileşiğine ait XRD spektrumu.

200 °C kalsine edilmiş, 400 °C ve 800 °C 'de ikişer saat tavlansarak sentezlenen NdFeO₃ bileşiğinin kristal yapısını belirlemek için X-ışınları kırınımı (toz) yöntemi kullanıldı. Neodimyum demir oksite ait X-ışınları deseni Şekil 3.12'de verilmiştir. NdFeO₃ ait 2θ karakteristik yansıma pikleri sırasıyla 22,69°, 32,47°, 35,66°, 40,83°, 41,81°, 46,71°, 49,35°, 54,26°, 58,29°, 62,48°, 63,60°, 68,05°, 72,27° ve 77,57° olarak tespit edilmiştir. Bu değerler JCPDS dosya (kart) no 88-477 ve NdFeO₃'in XRD desenindeki çoğu difraksiyon pikleri ortorombik yapı ile uyumlu olmakla birlikte sentez yönteminin farklılığından ve Şekil 3.6'daki SEM görüntüleri incelendiğinde reaksiyona girmeyen α-Fe₂O₃ bileşiğinin varlığından dolayı ek olarak 2θ derecelerine (35,85°, 54,02°, 62,54° ve 72,00°) sahiptir. Uyumlu olduğu JCPDS dosya (kart) no 88-477 ait örgü sabiti ve açıları sırasıyla a=5,5870 Å, b=7,7610 Å, c=5,4505 Å, α=β=γ=90° olup birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla 236,33 (Å)³ ve *Pnma* olarak bulunmuştur ve sonuçlar literatürler ile uyum içerisindedir [25].



Şekil 3.12. NdFeO₃ bileşiğine ait XRD spektrumu.

1050 °C’de 14 saat tavlansarak sentezlenen NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiğinin kristal yapısını belirlemek için X-ışınları kırınımı (toz) yöntemi kullanıldı. NdFe_{1-x}Ni_xO₃ ait X-ışınları deseni Şekil 3.13’de verilmiştir. NdFe_{1-x}Ni_xO₃ ait 2θ karakteristik yansıma pikleri sırasıyla 22,80°, 30,74°, 40,52°, 47,13°, 57,66° ve 68,70° olarak tespit edilmiştir. Bu değerler NdFe_{1-x}Ni_xO₃’in XRD desenindeki çoğu difraksiyon pikleri ortorombik yapı ile uyumlu olmakla birlikte sentez yönteminin farklılığından ve NdFeO₃ bileşiğinde olduğu gibi Şekil 3.7’deki SEM görüntüleri incelendiğinde reaksiyona girmeyen α-Fe₂O₃ bileşiğinin varlığından dolayı ek olarak 2θ derecelerine (35,72°, 43,30° ve 75,54°) sahiptir. Uyumlu olduğu örgü sabiti ve açıları sırasıyla a=5,433 Å, b=5,5298 Å c=7,7199 Å, α=β=γ=90° olup birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla 231,932 (Å)³ ve *Pbnm* olarak bulunmuştur ve sonuçlar literatürler ile uyum içerisindedir [62].



Şekil 3.13. $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğine ait XRD spektrumu

3.5. EMPEDANS DEĞERLENDİRİLMESİ

Bileşiklerin dielektrik geçirgenliğinin reel ve sanal kısım, kayıp tanjant karakteristiği pellet şekline getirilerek, 300 K'de 100 Hz–10 MHz A.C. sinyalli frekans ve 0 V–20 V D.C. gerilim aralığında ölçülmüştür.

3.5.1. Dielektrik Geçirgenliği

Nd_2O_3 bileşiğinin dielektrik geçirgenliğinin reel kısmının karakteristiği incelendiğinde 100 Hz'den 1 kHz'e kadar değişen frekanslarda 13,0'den 9,5'e kadar geniş ölçekte değişirken, 1 kHz'den 10 MHz'e kadar değişen frekanslarda ise 9,5 ile 8,0 arasında dar ölçekte değişmektedir (Şekil 3.14a). Nd_2O_3 manyetik bileşiğinin dielektrik geçirgenliğinin reel kısmı frekans arttıkça azalmakta ve D.C. voltaj ile değişiklik göstermemektedir. Dielektrik geçirgenliğinin reel kısmının karakteristiğinden görülebileceği gibi negatif ve pozitif iyon çiftleri (dipoller) uygulanan frekans ya da diğer bir deyişle A.C. sinyal ile aktif hale gelirken uygulanan D.C. voltaja karşı hiçbir tepki vermemektedir. Yani A.C. sinyalin uygulanması dipolleri elektrik alan yönünde yönlendirebilmektedir. Frekansla dipollerin aktif olması Nd_2O_3 bileşiğindeki iyonların A.C. sinyaline daha duyarlı olduğunu da göstermektedir. D.C. gerilimle oluşturulan elektrik alan yönünde D.C. gerilimin artması ile yönlendirme oluşmamasının sebebi ise dipollerin elektriksel yüklerden ziyade iyonlardan meydana gelmesidir. Uygulanan D.C.

gerilimin dipollere verdiği enerji, alan yönünde yönlenebilmeyi gerçekleştirebilmek için gerekli olan minimum enerjiden daha az olmaktadır [63].

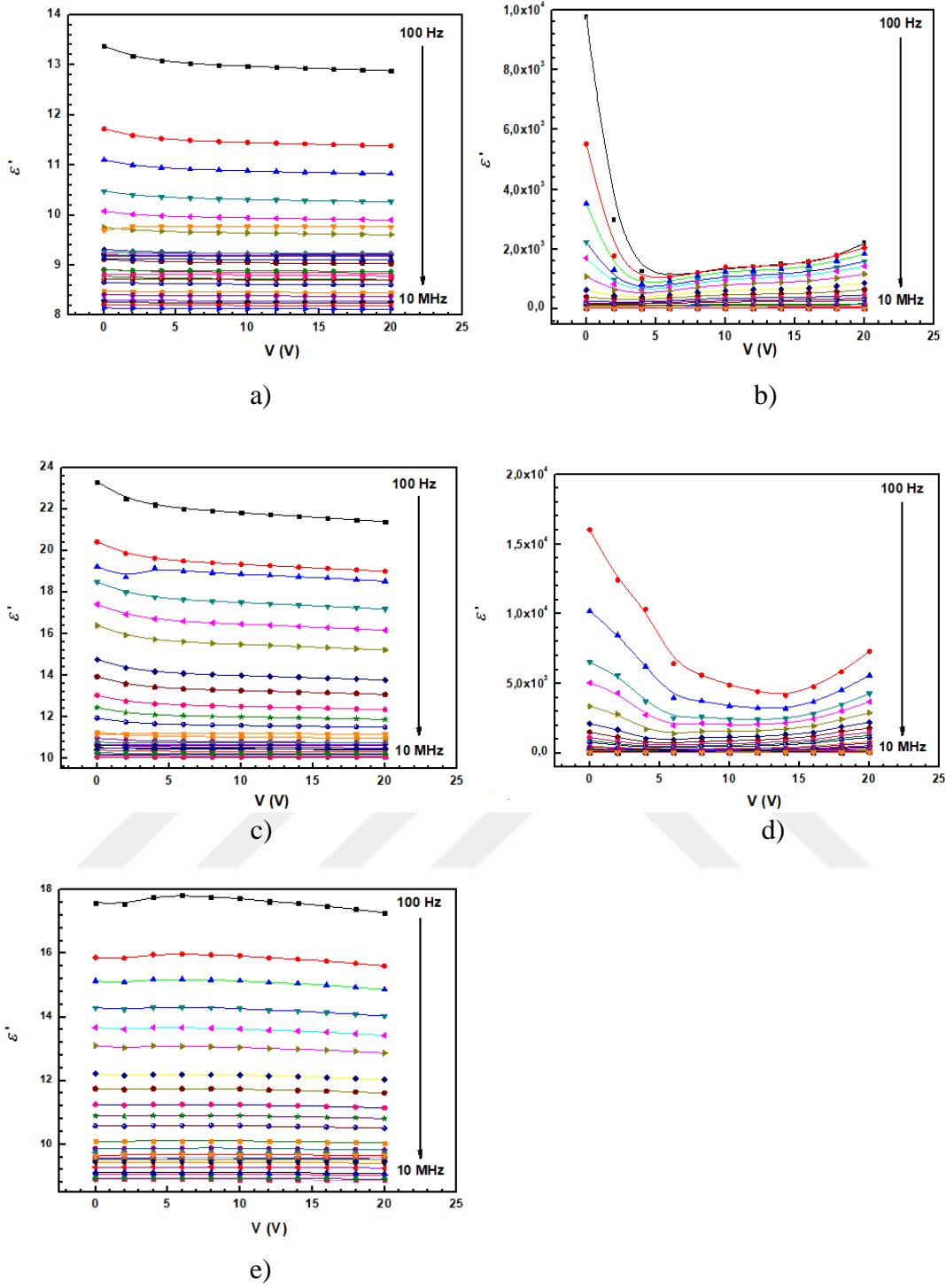
α -Fe₂O₃ manyetik bileşiğinin 0 V–4 V arasında dielektrik geçirirliğinin reel kısmında hızlı bir düşüş meydana gelirken 4 V–20 V D.C. gerilim aralığında ise yüksek frekanslarda (≥ 10 kHz) herhangi bir değişiklik görülmemektedir. Bu karakteristik dikkatlice incelendiğinde 100 Hz–1 kHz ve 0 V–4 V arasında dielektrik geçirgenliğin reel kısmı 10^4 mertebesinde 10^3 mertebesine kadar 10 katlık bir keskin düşüş sergilemektedir. 4 V–20 V D.C. gerilim aralığında ise 100 Hz ile 10 kHz arasında çok az bir artış gözlenmektedir. Şekil 3.14b α -Fe₂O₃ manyetik bileşiğinin dielektrik geçirgenliğin reel kısmında Nd₂O₃ bileşiğine göre önemli değişimler gözlenmektedir. Bunun sebebi Fe³⁺ ile Nd³⁺ iyonları son yörüngelerine göre karşılaştırıldığında değerlik elektron sayısı Fe³⁺ iyonunda daha fazla olduğu için α -Fe₂O₃ bileşiği D.C. gerilimde de daha fazla değişim göstermektedir [64].

Nano-NiO manyetik bileşiğinin dielektrik geçirgenliğin reel kısmının karakteristiği incelendiğinde 0 V–14 V D.C. gerilim aralığında tüm frekanslarda keskin bir azalma 14 V–20 V D.C. gerilim aralığında ise hafifçe bir artış göstermektedir. 100 Hz–10 kHz frekans aralığındaki düşük frekanslarda 0 V'dan 14 V'a kadar dört katlık bir düşüş gerçekleşirken yüksek frekanslarda bu düşüş çok daha az olmaktadır. Başka bir deyişle 100 Hz'de 0 V'ta dielektrik geçirgenliğin değeri 16000 civarında iken yine 100 Hz'de 14 V'daki geçirgenliğin değeri 4000 civarındadır. 10 kHz'de 0 V'ta bu değer 750 iken yine 10 kHz'de 14 V'ta 650 civarına düşmektedir. 100 Hz–10 kHz frekans ve 14 V–20 V D.C. gerilim aralığında dielektrik geçirgenlikteki meydana gelen artış düşük frekanslarda iki katı civarında gerçekleşirken (4000'den 8000'e) yüksek frekanslarda da bu durum gerçekleşmektedir. 10 kHz ile 10 MHz arasında 0 V–20 V D.C. gerilim aralığında D.C. gerilime bağlı ciddi bir değişiklik görülmemektedir. 100 Hz–10 kHz aralığında dielektrik geçirgenliğindeki değişim geniş spektrumlara yayılmışken 10 kHz–10 MHz aralığındaki değişim dar bir spektruma yığılmıştır (Şekil 3.14c). Meydana gelen bu değişim, Ni²⁺, Fe³⁺ ve Nd³⁺ iyonlarının son yörüngeleri karşılaştırıldığında Ni²⁺ iyonunda 8 elektron, Fe³⁺ iyonunda 5 elektron, Nd³⁺ 3 elektron değerlik elektron sayısı vardır. Bu yüzden Ni²⁺ en çok değerlik elektrona sahip bir iyon olmasından dolayı NiO bileşiği özellikle Nd₂O₃ bileşiğine ve genelde de diğer bileşiklere göre hem D.C. gerilim ile hem de A.C. sinyali ile dielektrik özelliklerinde en çok değişim gösteren bileşik olmaktadır [65].

NdFeO₃ manyetik bileşiğinin Şekil 3.14d'deki dielektrik geçirgenliğin reel kısmının karakteristiği incelendiğinde 100 Hz'den 20 kHz'e kadar 0 V–20 V D.C. gerilim

aralığında küçük bir azalma görülmektedir. 20 kHz-1 MHz aralığında uygulanan D.C. gerilimi ile bileşiğin dielektrik geçirgenliğinde ciddi bir değişiklik olmamaktadır. Dielektrik değerleri incelendiğinde 100 Hz ile 20 kHz arasında dielektrik geçirgenliğinin değeri yaklaşık 22 ile 11 arasında geniş bir spektrumda değişirken 20 kHz–10 MHz aralığında bu değişim 11 ile 10 arasında dar bir spektrumda meydana gelmektedir. NdFeO₃ dielektrik geçirgenliğinin reel kısmının karakteristiğinden görülebileceği gibi dipoller uygulanan frekans ya da diğer bir deyişle A.C. sinyal ile aktif hale gelirken uygulanan D.C. voltaja karşı önemli bir değişiklik göstermemektedir. Bunun sebebi demir oksitli yapıya neodimyum iyonunun katılmasıdır. Sonuçlar analiz edildiğinde açıkça görülebileceği gibi bu tez kapsamında neodimyum içeren yapılarda D.C. gerilime karşı herhangi bir değişiklik gerçekleşmemektedir [53].

NdFe_{1-x}Ni_xO₃ manyetik bileşiğinin Şekil 3.14e'deki dielektrik geçirgenliğinin reel değeri, 100 Hz–20 kHz aralığında 18 ile 10 arasında geniş bir spektrumda değişirken 20 kHz–10 MHz aralığında ise 10 ile 9 arasında dar bir spektrumda değişmektedir. 0 V–20 V D.C. gerilim aralığında ciddi bir değişim gözlenmemektedir. NdFe_{1-x}Ni_xO₃ manyetik bileşiğinin dielektrik geçirgenliğinin reel kısmında ilk göze çarpan durum D.C. gerilim ile değişim olmazken A.C. sinyal ile değişim olmasıdır. Yapılara neodimyumun katılmasıyla birlikte D.C. gerilime karşı tepki anında ortadan kalkmaktadır [41].



Şekil 3.14. a) Nd_2O_3 b) $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ c) NdFeO_3 d) NiO e) $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiklerinin reel dielektrik değerlerinin diyagramları.

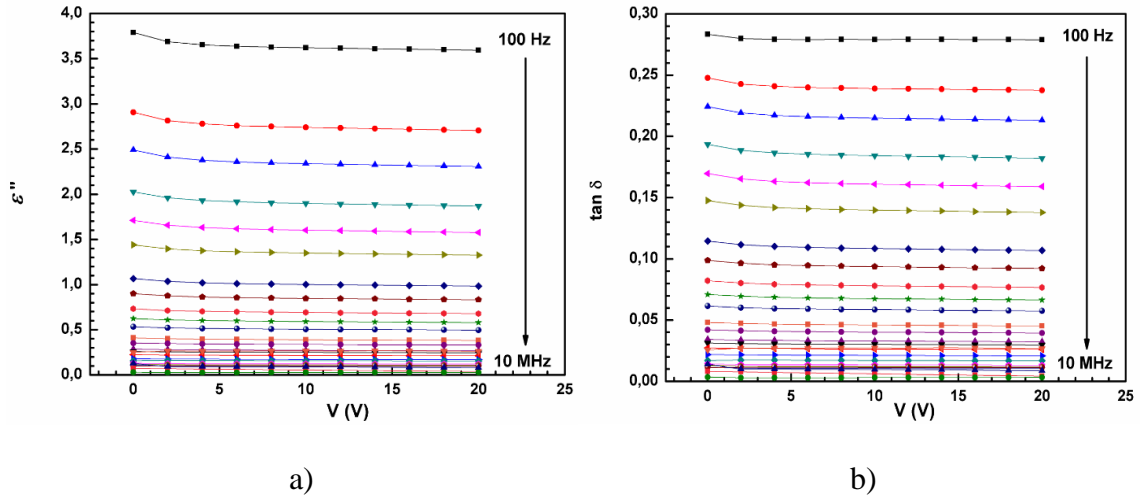
3.5.2. Dielektrik Kayıp ve Kayıp Tanjant

Nd_2O_3 bileşiminin dielektrik geçirgenliğinin sanal kısmının (dielektrik kayıp) karakteristiği incelendiğinde tıpkı reel kısımda olduğu gibi D.C. gerilimle bir değişim meydana gelmezken yine frekansla değişim gerçekleşmektedir (Şekil 3.15a). 100 Hz'den 2 kHz'e kadar değişen frekanslarda 3,8'den 1'e kadar geniş ölçekte değişirken, 2 kHz'den 10 MHz'e kadar değişen frekanslarda ise 1 ile 0 arasında dar ölçekte değişmektedir.

Nd_2O_3 bileşiminin kayıp tanjant karakteristiği (Şekil 3.15b) incelendiğinde 100 Hz–2 kHz frekans aralığında geniş ölçekte bir azalma, 2 kHz–20 kHz ve 20 kHz–10 MHz aralığında ise daha dar bir ölçekte azalma meydana gelirken 0 V–20 V D.C. gerilim aralığında bir değişim tespit edilmemiştir.

Dielektrik kayıp ve kayıp tanjant grafikleri değerlendirildiğinde tıpkı reel kısımda olduğu gibi D.C. gerilimle bir değişim meydana gelmezken yine frekansla değişim gerçekleştiği görülmektedir. Yani içindeki enerji kaybı D.C. gerilimle azalmamakta veya artmamakta ancak artan frekansla birlikte azalmaktadır. Dielektrik kayıp ve kayıp tanjantta meydana gelen bu değişimde kutuplanma mekanizmalarının etkili olduğu söylenebilir. D.C. gerilim için değişen şiddetlerde elektrik alan oluştururken alan yönündeki yönelme A.C. sinyalle yani frekans ile gerçekleşmektedir. İyon çiftlerinde meydana gelen bu kutuplanma çoğunlukla elektronik kutuplanma olarak gerçekleşir. Uygulanan frekans ortadan kaldırıldığında diğer kutuplanma türlerinde ki yönelme hemen sonlanırken elektronik kutuplanmada uygulanan frekans kaldırılrsa bile çok kısa bir süre daha kutuplanma devam etmektedir. Bu yüzden dipollerin relaksasyon (durulma) süreleri uzamaktadır.

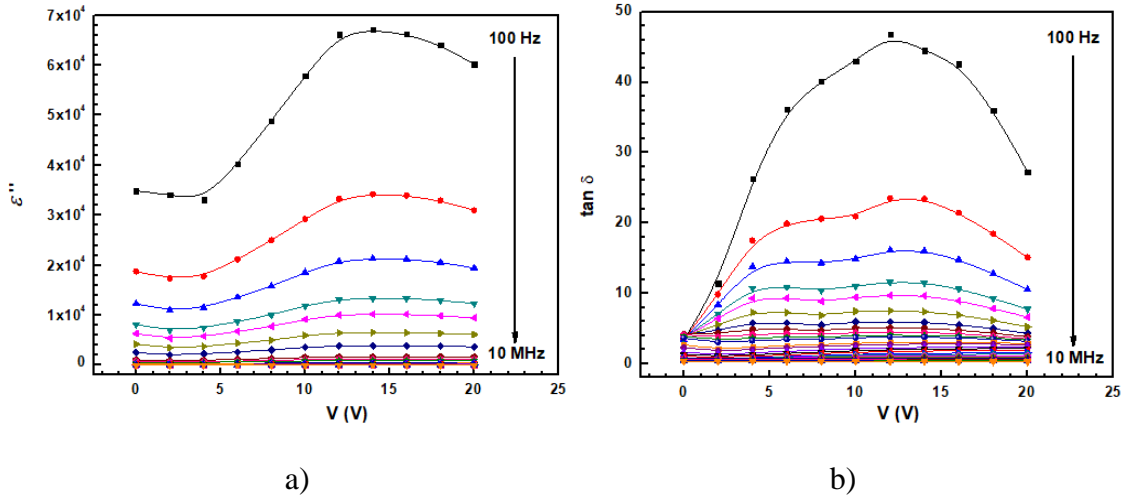
Bunun yanı sıra Denklem (3.1)'de ifade edilen Debye (Cole-Cole denklemi) relaksasyon eşitliğine uygun bir şekilde bu değişim hesaplanmıştır. Yapılan hesaplama sonucunda dipollerin relaksasyon sabiti yaklaşık olarak 0,04 ve dielektriğe bağlı soğurum katsayısı 0,42 olarak elde edilmiş ve Çizelge 3.1'de ayrıca belirtilmiştir.



Şekil 3.15. Nd₂O₃ bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.

α -Fe₂O₃ bileşiğinin dielektrik geçirgenliğin sanal kısmı 0 V–4 V D.C. gerilim aralığında küçük bir azalma göstermekte iken 4 V–14 V D.C. gerilim aralığında ise maksimum değere ulaşmakta ve 14 V–20 V D.C. gerilim aralığında bir azalma meydana gelmektedir (Şekil 3.16a). Dielektrik karakteristiğinin sanal kısmının D.C. gerilime karşı grafiği, 100 Hz–1 MHz aralığındaki tüm frekanslarda yaklaşık 14 V’da bir pik davranışı sergilemektedir. α -Fe₂O₃ manyetik bileşiğin kayıp tanjant karakteristiği incelendiğinde 100 Hz–10 MHz aralığında değişen frekanslarda, birisi 0 V–10 V diğeri ise 10 V–20 V D.C. gerilim aralıklarında olmak üzere iki adet pik davranışı görülmektedir (Şekil 16b). α -Fe₂O₃ manyetik bileşiğinin dielektrik geçirgenliğin sanal kısmı incelendiğinde D.C. gerilimle meydana gelen değişimden dolayı α -Fe₂O₃ bileşiğinde Nd₂O₃’e göre iki tür kutuplanma olduğu söylenebilir. α -Fe₂O₃ bileşiğinde meydana gelen bu iki kutuplanmadan birisi tıpkı Nd₂O₃’deki gibi elektronik kutuplanma iken diğeri yüzey yük kutuplanması olarak değerlendirilebilir [64].

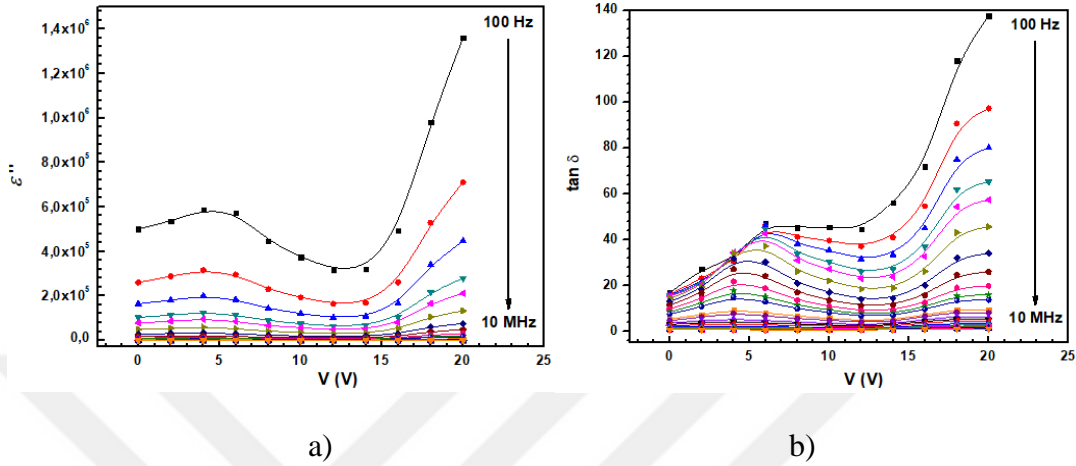
Bunun yanı sıra Denklem (3.1)’de ifade edilen Debye relaksasyon eşitliğine uygun bir şekilde bu değişim hesaplanmıştır. Yapılan hesaplama sonucunda dipollerin relaksasyon sabiti yaklaşık olarak 0,06 ve dielektriğe bağlı soğurum katsayısı 0,16 olarak elde edilmiş ve Çizelge 3.1’de ayrıca belirtilmiştir.



Şekil 3.16. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.

Nano-NiO manyetik bileşiğin dielektrik geçirgenliğin sanal kısmı 0 V-4 V D.C. gerilim aralığında bir artış göstermekte 4 V'da bir maksimum değere ulaşmaktadır. Daha sonra 4 V-14 V D.C. gerilim aralığında ise düşüş göstermektedir. Böylelikle tam 4 V civarında 100 Hz-200 kHz arasındaki tüm frekanslarda bir pik davranışı sergilemektedir. 200 kHz'den sonraki frekanslarda D.C. gerilim bölgesinin tamamında (0 V-14 V) herhangi bir değişiklik görülmemektedir. 14 V D.C. geriliminden sonra 20 V'a kadar tüm frekanslarda tekrar pik davranışı sergilemek için bir artış meydana gelmektedir (Şekil 3.17a). Nano-NiO manyetik bileşiğin kayıp tanjant karakteristiği incelendiğinde 0 V-5 V aralığında düşük frekanslarda oldukça belirgin ve yüksek frekanslara doğru gidildikçe zayıflayan bir pik davranışı meydana gelmektedir. 15 V-20 V aralığında ise tıpkı 0 V-5 V aralığındaki gibi bir pik davranışı gerçekleşmekte fakat tamamlanamamaktadır. D.C. gerilimle meydana gelen değişimden dolayı NiO bileşiğinin dielektrik geçirgenliğin sanal kısmı tıpkı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bileşiğindeki gibi iki tür kutuplanmaya sahip olduğu söylenebilir. Nano-NiO bileşiğinde meydana gelmiş olabileceğini tahmin ettiğimiz relaksasyon mekanizmalarını daha iyi anlayabilmek için bileşiğinin kayıp tanjant karakteristiğinin incelenmesi gerekmektedir. Kayıp tanjant değişimi incelendiğinde bileşik içerisinde relaksasyon mekanizmasının kaç kere gerçekleştiği görülebilmektedir. Böyle bir durumda bileşiğin elektriksel özelliklerini açıklamak için kayıp tanjant etkili bir parametredir. Grafikte iki ayrı bölgede pik davranışı kaydedilmiştir. Görülen ilk pik davranışı birinci relaksasyonu göstermektedir fakat son başlayan relaksasyon mekanizmasında yönlenmenin gerçekleştiği fakat relaksasyonun tamamlanmadığı net bir şekilde görülmektedir (Şekil 3.17b).

Bunun yanı sıra Denklem (3.1)'de ifade edilen Debye relaksasyon eşitliğine uygun bir şekilde bu değişim hesap edilmiştir. Yapılan hesaplama sonucunda dipollerin relaksasyon sabiti yaklaşık olarak 0,004 ve dielektriğe bağlı soğurum katsayısı 0,06 olarak elde edilmiş ve Çizelge 3.1'de ayrıca belirtilmiştir.

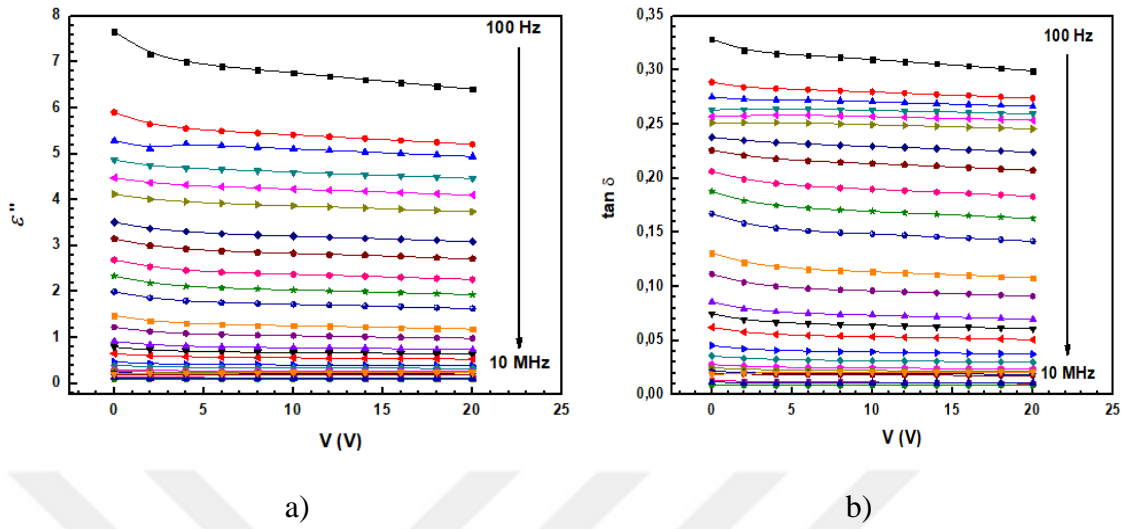


Şekil 3.17. Nano-NiO bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.

NdFeO₃ dielektrik geçirgenliğin sanal kısmının karakteristiği incelendiğinde 100 Hz ile 200 Hz arasında önemli bir düşüş meydana gelirken 200 Hz–100 kHz aralığında ise düzenli ve yavaşça bir azalma, 100 kHz ile 10 MHz aralığında ise önemli bir değişiklik görülmektedir. 0 V–4 V aralığındaki D.C. gerilim bölgesinde dielektrik kayıpta azalma oluşurken, 4 V–20 V aralığındaki gerilimlerde ise hemen hemen bir değişiklik meydana gelmemiştir. Diğer taraftan ortaya çıkan sonuç dielektrik kaybının 8–0 arasında değiştiğini göstermektedir (Şekil 3.18a). NdFeO₃ bileşiğinin kayıp tanjant karakteristiği incelendiğinde 100 Hz–200 Hz aralığında önemli bir düşüş görülmekle birlikte 200 Hz–1 kHz aralığında karakteristik değerde hemen hemen değişiklik olmamıştır. 1 kHz–500 kHz aralığında ise düzenli ve yavaş bir azalma meydana gelirken 1 MHz'e kadar olan frekans değerinde ve uygulanan D.C. gerilimin 0 V–20 V aralığında ciddi bir değişim görülememektedir (Şekil 3.18b). NdFeO₃ dielektrik geçirgenliğin sanal kısmının karakteristiği ve kayıp tanjant incelendiğinde ise bu yapıda neodimyumdan kaynaklanan dielektrik karakteristik özelliklerden dolayı yalnızca yapı içerisinde elektronik kutuplanmanın olduğu da ayrıca belirtilmelidir. Bunun sebebi D.C. gerilimli kutuplanma yerine A.C. sinyali sayesinde kutuplanmanın oluşmasıdır.

Denklem (3.1)'de ifade edilen Debye relaksasyon eşitliğine uygun bir şekilde bu değişim hesaplanmıştır. Yapılan hesaplama sonucunda dipollerin relaksasyon sabiti yaklaşık

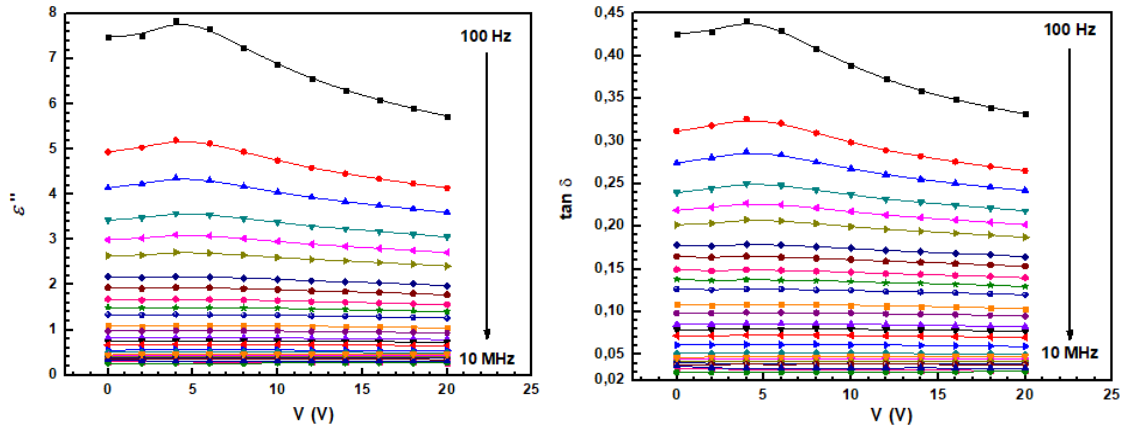
olarak 0,07 ve dielektriğe bağlı soğurum katsayısı 0,51 olarak elde edilmiş ve Çizelge 3.1’de ayrıca belirtilmiştir.



Şekil 3.18. NdFeO₃ bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.

NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiğinin dielektrik geçirgenliğinin sanal kısmının karakteristiğine uygulanan D.C. gerilimin 0 V-4 V aralığında ve 100 Hz-1 kHz’e kadar pik davranışı, 1 kHz-7 kHz aralığındaki frekans değerlerinde ise zayıf pik davranışı görülmektedir. D.C. gerilime bağlı dielektrik kaybı karakteristiğinde önemli bir değişiklik meydana gelmemektedir. NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiğinin kayıp tanjantının karakteristiği görülmektedir. Uygulanan D.C. gerilimin 0 V-4 V aralığında ve 100 Hz-1 kHz’e kadar kayıp tanjantında pik davranışı, 1 kHz-7 kHz aralığındaki frekans değerlerinde ise zayıf pik davranışı görülmektedir (Şekil 3.19a). Kayıp tanjant grafiğinden (Şekil 3.19b) bu bölgede tekil (sadece bir tane bölgede) relaksasyon mekanizmasının olduğu anlaşılmaktadır. 1 kHz-7 kHz aralığındaki frekans değerlerinde ise zayıf pik davranışı görülmektedir. Bu davranış relaksasyon mekanizmasının her frekans bölgesinde tüm D.C. gerilim bölgelerinde baskın olmaya çalıştığını ortaya koymaktadır [51].

Denklem (3.1)’de ifade edilen Debye relaksasyon eşitliğine uygun bir şekilde bu değişim hesaplanmıştır. Yapılan hesaplama sonucunda dipollerin relaksasyon sabiti yaklaşık olarak 0,75 ve dielektriğe bağlı soğurum katsayısı 0,61 olarak elde edilmiş ve Çizelge 3.1’de ayrıca belirtilmiştir.



a)

b)

Şekil 3.19. $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşiğinin a) Dielektrik kayıp b) Kayıp tanjant diyagramları.

Çizelge 3.1. Bileşiklerin relaksasyon ve soğurum katsayıları.

Katsayılar	Nd_2O_3	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	NiO	NdFeO_3	$\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$
τ	0,04	0,06	0,004	0,07	0,75
α	0,42	0,16	0,06	0,51	0,61

Burada belirtilmesi gereken önemli bir nokta vardır: hemen hemen elde edilen bütün bileşiklerde düşük frekanslarda değişim spektrumu geniş iken yüksek frekanslardaki değişim spektrumu dardır. Bunun sebebi düşük frekanslarda bileşiklerin içinde mevcut olan A.C. sinyali kolaylıkla takip edebilmesi veya başka bir deyişle A.C. sinyalinin hızını ölçülebilmesi olarak gösterilebilir. Diğer taraftan yüksek frekanslarda bileşikteki dipollerin relaksasyon hızları A.C. sinyalinin hızından daha düşüktür. Bu sebeple düşük frekanslardaki değişim ile yüksek frekanslardaki değişim farklı olmaktadır.

4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez kapsamında, ilk aşamada sol-jel yöntemiyle NiO nanopartikülleri, kontrollü çöktürme yöntemiyle α -Fe₂O₃, sol-jel yöntemiyle NdFeO₃ hazırlanmıştır. İkinci aşamada ise literatür bilgileri ışığında sırasıyla ticari Nd₂O₃, nano-NiO ve α -Fe₂O₃ belirlenmiş şartlar altında seramik metodu kullanılarak ilavesiyle NdFe_{1-x}Ni_xO₃ sentezlenmiştir. Sentez ürünü oluşturan herbir bileşenin, sentez süresi boyunca spektral analizlerle doğrulukları tespit edilmesi ve herbir iyonun yapıya eklenmesiyle tüm değerlerin değişimlerinin takip edilmesi amaçlanmıştır.

Bu tez çalışmasının önemli bir kısmını ferritler oluşturmaktadır. Ferritlerin mikrodalgadan radyo dalgalarına kadar geniş bir frekans aralığında birçok uygulaması vardır. Düşük elektrik iletkenliği, yüksek Curie sıcaklığı ve kimyasal stabilite özellikleri sayesinde mikrodalga uygulamaları için önemli malzemeler haline getirmektedir. Bu malzemelerin dielektrik özellikleri de çok hassastır. Ferritlerin dielektrik özellikleri üzerine birçok çalışma yapılmaktadır. Dielektrik sabitinin (ϵ) reel kısmında ve kayıp tanjantında ($\tan \delta$) dağılma, polarizasyonla önemli ölçüde etkilenmektedir. Dielektrik sabiti, dielektrik kaybı ve A.C. iletkenliğinin değerlerinin manyetik olmayan iyonlarla seyreltmenin artırılmasıyla azaldığı (bu tez çalışmasında da tespit edilmiştir) gözlenmiştir. Nadir toprak elementleri gibi az miktarda da olsa büyük iyonların katılmasıyla, hem yapıda hem de manyetik özelliklerde önemli bir değişiklik elde edilmektedir. Bunun nedeni, nadir toprak iyonlarının, 4f-3d intermetalik bileşiklerde manyeto-kristalli anizotropinin belirlenmesinde önemli bir rol oynamasıdır.

Bu çalışmada diğer önemli bileşik ise birçok farklı sentez yöntemi olan NdFeO₃ perovskit bileşiği multiferroik yani hem ferromanyetik hem de ferroelektrik düzenlenime sahip olduğu için üzerinde önemli araştırmalar yapılmaktadır. Üç önemli etkileşime sahiptir bunlar; Nd-Nd, Nd-Fe, Fe-Fe. Üç değerlikli demir iyonunun homovalent nikel iyonu ile yer değişmesi, sistemdeki etkileşimin artmasına sebep olarak bileşiğin yapısal ve optik özelliklerini etkilemektedir. NdFeO₃ bileşiği aynı zamanda oda sıcaklığında yalıtkan özellik göstermektedir.

Tez kapsamında katkı maddesi olarak kullanılan NiO doğal antiferromanyetik özelliğe sahiptir fakat birçok parametrelere bağlı olarak paramanyetik özelliğe sahip olmaktadır. Bunlar; kristalit boyutuna, tavlama sıcaklığına, yüzey mıknaatılanmasına örnek verilebilir. Bu tez çalışmasında NiO nanopartiküllerinin paramanyetik olduğu tespit

edilmiştir. Biyolojik ve biyomedikal uygulamalarda en elverişli olan paramanyetik NiO nanopartikülleridir. Aynı zamanda farklı uygulama alanlarına da sahiptir; elektrokimyasal kapasitör, fotokatot ve akıllı ekranlar örnek verilebilir.

Bu tez çalışmasının amacı ferromanyetik NdFeO₃ bileşiğinin manyetik, dielektrik ve yapısal özelliklerini paramanyetik nano-NiO bileşiği ilavesiyle meydana gelecek olan değişimlerin optimizasyonunun araştırılmasıdır. Bu sebeple IR Spektrofotometresi, SEM-EDX, UV-Vis, XRD, VSM analiz yöntemleri kullanılmıştır. XRD ve VSM cihazları Üniversitemiz Merkezi Araştırma Laboratuvarında olmadığı için başka üniversitenin Araştırma Merkezlerinden destek alınmıştır. Diğer analizler Üniversitemiz Merkezi Araştırma Laboratuvarı bünyesinde bulunan cihazlarla gerçekleştirilmiştir.

VSM sonuçlarından sentezlenen NiO nanopartikülleri, kristalit boyutuna, tavlama sıcaklığına, yüzey miktatıslanmasına ve ferromanyetik nikel kümelerinin varlığına bağlı olarak nano ölçekte farklı manyetik özellikler göstermektedir. Bu tez çalışmasında sentezlenen NiO nanopartikülleri paramanyetik özellikler göstermektedir. NiO nanopartikülleri gibi ticari Nd₂O₃ bileşiğinin de elde edilen sonuçlara göre paramanyetik özelliğe sahip olduğu tespit edilmiştir. α -Fe₂O₃ ve NdFeO₃ bileşikleri sırasıyla ferromanyetik ve zayıf ferromanyetik özellik gösterirken NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiğinin VSM ölçümünün sonucunda ise süper paramanyetik özelliğe sahip olduğu düşünülmektedir. Bu analiz sonuçları karşılaştırıldığında neodimyum iyonunun manyetik özelliğin azalmasına sebep olduğu anlaşılmaktadır. Doygunluk manyetizasyonu incelendiğinde neodimyum iyonu arttırırken, demir ve nikel iyonları ise azaltmaktadır.

Literatür kapsamında elde edilen oksit bileşiklerinin FT-IR spektrumlarında yalnızca M-O bağının titreşimine ait güçlü pikin varlığı yabancı bir madde içermediğini ortaya koymaktadır.

UV-Vis spektrumları sayesinde tüm bileşiklerin tahmin edilen elektronik geçişleri ispatlanırken aynı zamanda literatür uyumlu band aralıkları (E_g) tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde neodimyum ve nikel iyonları band aralığını arttırmakla birlikte demir iyonları azaltmaktadır.

FT-IR spektrumlarından öngörüldüğü gibi SEM görüntülerinden de tüm bileşiklerin yabancı madde içermediği fakat NdFeO₃ ve NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiklerinde reaksiyona girmeyen α -Fe₂O₃ bileşiğinin varlığı görülmektedir. SEM analiziyle birlikte yapılan EDX spektrumu sonucunda elde edilen stokiyometrik oran literatürlere nazaran nikel iyonlarının daha fazla olduğu tespit edilmektedir. Bunun sebebi literatür çalışmalarının mikro NiO bileşiği kullanırken bu tez kapsamında NiO bileşiğinin nano yapılı

kullanılmasıyla, oluşacak olan nihai ürünün boşluklarına daha fazla yerleşmesi olarak açıklanabilmektedir.

XRD sonuçları da literatürlerle uyumlu olarak tüm bileşiklerin safsızlık içermediğini desteklemektedir ve elde edilen spektrumlardan bileşiklerin sahip olduğu örgü türü, birim hücre hacmi ve uzay grubu tespit edilmektedir. Birim hücre hacmi bulguları incelendiğinde neodimyum ve nikel iyonları hacmi azaltmakta, demir iyonları ise arttırmaktadır.

Dielektrik, dielektrik kayıp ve kayıp tanjant diyagramlarından çıkarılacak sonuç nano-NiO ve α -Fe₂O₃ bileşiklerinin değişken dipol hareketlerine sahipken yapıya neodimyum iyonunun katılmasıyla yapı tepkisiz kalmaktadır. Cole-Cole denkleminde hesaplanarak bulunan relaksasyon ve soğurum katsayıları incelendiğinde her iki katsayıda da neodimyum, demir ve nikel iyonları artırma özelliği göstermektedir.

Bu tez çalışmasında kullanılan NiO bileşiğinin nano yapılı olması literatür çalışmalarına nazaran özgünlüğünü göstermektedir. Buna ek olarak tüm oksit bileşiklerin nano yapısına dönüştürülüp NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiği sentezlenerek yapısal, manyetik ve dielektrik özellikleri incelenebilir. Yapıda bulunan etkileşimleri kobalt geçiş metal iyonu ilavesiyle arttırarak veya Zn, Cd gibi diamanyetik olan iyonların katılmasıyla özelliklerinde meydana gelecek olan önemli değişiklikler rapor edilebileceği gibi aynı zamanda öncelikle nikel ferrit bileşiği elde edildikten sonra neodimyum iyonu ilave edilerek bu tez çalışmasıyla karşılaştırma yapılabilir ayrıca incelenen tüm bu parametrelerin sıcaklığa bağlı olarak değişimi tespit edilebilir. Her geçen gün artan teknoloji ile birlikte ferritlere ve nadir toprak ferrit bileşiklerine de ilginin artması kaçınılmaz olacaktır.

5. KAYNAKLAR

- [1] A. E. Smart, and E. L. Moore, *Solid State Chemistry*, 2. edition, Newyork, USA: Taylor & Francis, 2005, pp. 2-54.
- [2] J. H. Tian, T. Song, X. W. Sun, T. Wang, and G. Jiang, "Theoretical investigation on the high-pressure physical properties of ZnN in cubic zinc blende, rock salt, and cesium chloride structures," *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, volume 110, pp. 70-75, 2017.
- [3] A. K. Jana and S. Natarajan, "Cu₆S₆ clusters as a building block for the stabilization of coordination polymers with NiAs, NaCl, and related structures: synthesis, structure, and catalytic studies," *European Journal of Inorganic Chemistry*, c. 2018, volume 6, pp. 739–750, 2018.
- [4] Y. Han, A. M. Holder, S. Siol, S. Lany, Q. Zhang, and A. Zakutayev, "Zinc-stabilized manganese telluride with wurtzite crystal structure," *The Journal of Physical Chemistry C*, c. 122, volume 32, pp. 18769–18775, 2018.
- [5] K. Nishimura et al., "Fermi surfaces properties of AuAl₂, AuGa₂, and AuIn₂ with the CaF₂-type cubic structure," *Physica B: Condensed Matter*, c. 536, pp. 588–596, 2018.
- [6] B. Bahloul, L. Amirouche, A. Dekhira, and A. Bentabet, "Ab initio study of the structural, electronic and elastic properties of anti-fluorite Li₂X (X = S and Te) compounds under pressure effect," *Computational Materials Science*, volume 86, pp. 49-56, 2014.
- [7] B. Jariwala, A. Thamizhavel, and A. Bhattacharya, "ReSe₂: A reassessment of crystal structure and thermal analysis," *Journal of Physics D: Applied Physics*, c. 4, volume 50, 2017.
- [8] J. F. H. L. Monteiro, M. B. Marciniak, A. R. Jurelo, E. C. Siqueira, F. T. Dias, and J. L. Pimentel Júnior, "Synthesis and microstructure of NiTe₂," *Journal of Crystal Growth*, c. 478, pp. 129–133, 2017.
- [9] Ü. Ö. A. Arıer, "Nano Brukit TiO₂ ve TiO₂ nano kompozit filmlerin üretimi ve karakterizasyonu," Doktora tezi, Fizik Mühendisliği, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, Türkiye, 2011.
- [10] A. L. Stepanov, X. Xiao, and F. Ren, "Implantation of titanium dioxide with transition metal ions," *Titanium Dioxide: Applications, Synthesis and Toxicity*, volume 5, pp 59-83, 2013.
- [11] C. Günnemann, C. Haisch, M. Fleisch, J. Schneider, A. V. Emeline, and D. W. Bahnemann, "Insights into different photocatalytic oxidation activities of anatase, brookite, and rutile single-crystal facets," *ACS Catalysis*, c. 9, volume 2, pp. 1001–1012, 2019.
- [12] M. Sternik and U. D. Wdowik, "Probing the impact of magnetic interactions on the lattice dynamics of two-dimensional Ti₂X (X = C, N) MXenes," *Physical Chemistry Chemical Physics*, c. 20, volume 11, pp. 7754–7763, 2018.
- [13] R. E. Brandt et al., "Investigation of bismuth triiodide (BiI₃) for photovoltaic applications," *Journal of Physical Chemistry Letters*, c. 6, volume 21, pp. 4297–4302, 2015.

- [14] J. Y. Yang, M. Xu, and L. H. Liu, “Infrared radiative properties of alumina up to the melting point: A first-principles study,” *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, c. 184, pp. 111–117, 2016.
- [15] S. Nakhal and M. Lerch, “New transition metal oxide fluorides with ReO_3 -type structure,” *Zeitschrift für Naturforschung - Section B Journal of Chemical Sciences*, c. 71, volume 5, pp. 457–461, 2016.
- [16] H. H. Ghasemi Estarki, “Simple synthesise of CuAl_2O_4 nanoparticles by a new morphological control method, characterization of its photocatalytic activity,” *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, c. 28, volume 19, pp. 14584–14590, 2017.
- [17] A. Bajorek et al., “Microstructural and magnetic characterization of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ferrite nanoparticles,” *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, c. 129, pp. 1–21, 2019.
- [18] J. Xia et al., “Effects of Fe doping on photoluminescent and magnetic properties of $\text{CaTiO}_3:\text{Eu}^{3+}$,” *Ceramics International*, c. 44, volume 17, pp. 21530–21532, 2018.
- [19] R. A. P. Ribeiro, A. Camilo, and S. R. De Lazaro, “Electronic structure and magnetism of new ilmenite compounds for spintronic devices: FeBO_3 ($\text{B} = \text{Ti, Hf, Zr, Si, Ge, Sn}$),” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, c. 394, pp. 463–469, 2015.
- [20] L. H. Trinh, D. Q. Khieu, H. Thai Long, T. Thai Hoa, D. Tuan Quang, and N. Duc Cuong, “A novel approach for synthesis of hierarchical mesoporous Nd_2O_3 nanomaterials,” *Journal of Rare Earths*, c. 35, volume 7, pp. 677–682, 2017.
- [21] M. Mishra and D. M. Chun, “ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ as a photocatalytic material: A review,” *Applied Catalysis A: General*, c. 498, pp. 126–141, 2015.
- [22] M. El-Kemary, N. Nagy, and I. El-Mehasseb, “Nickel oxide nanoparticles: synthesis and spectral studies of interactions with glucose,” *Materials Science in Semiconductor Processing*, c. 16, volume 6, pp. 1747–1752, 2013.
- [23] J. Wang, P. Yang, X. Wei, and Z. Zhou, “Preparation of NiO two-dimensional grainy films and their high-performance gas sensors for ammonia detection,” *Nanoscale Research Letters*, c. 10, volume 1, pp. 1–6, 2015.
- [24] A. Erkişi, “Bazı ABO_3 tipi yapıdaki oksit kristallerin yapısal, mekanik, elektronik ve manyetik özelliklerinin yoğunluk fonksiyoneli teorisi ile incelenmesi,” Doktora tezi, Fizik Anabilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, Türkiye, 2015.
- [25] Y. Wang, X. Yan, J. Chen, J. Deng, R. Yu, and X. Xing, “Shape controllable synthesis of NdFeO_3 micro single crystals by a hydrothermal route,” *CrytEngComm*, c. 16, volume 5, pp. 858–862, 2014.
- [26] J. Shanker, G. Narsinga Rao, K. Venkataramana, and D. Suresh Babu, “Investigation of structural and electrical properties of NdFeO_3 perovskite nanocrystalline,” *Physics Letters, Section A: General, Atomic and Solid State Physics*, c. 382, volume 40, pp. 2974–2977, 2018.

- [27] S. J. Yuan et al., “Spin switching and magnetization reversal in single-crystal NdFeO₃,” *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, c. 87, volume 18, 2013.
- [28] Anonim, (2018, 26 Mart). [Online]. Erişim: <http://www.nationalgeographic.org/encyclopedia/magnetism>.
- [29] Anonim, (2018, 21 Haziran). [Online]. Erişim: <http://www.physics.tutorvista.com/electricity-and-magnetism>”.
- [30] A. Ş. Tekerek, “LaMn₂Si₂ alaşımının nanoparçacıklarının manyetik ve yapısal özellikleri,” Yüksek lisans tezi, Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara Üniversitesi, Ankara, Türkiye, 2007.
- [31] A. Jedrzejewska et al., “Structural and magnetic properties of graphene-based Fe₂O₃-decorated composites,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, c. 471, volume 7, pp. 321–328, 2019.
- [32] U. S. Alaan, A. T. N’Diaye, P. Shafer, E. Arenholz, and Y. Suzuki, “Structure and magnetism of Fe-doped BaSnO₃ thin films,” *AIP Advances*, c. 7, volume 5, pp. 1–8, 2017.
- [33] J. P. Jakubovics, *Magnetism and Magnetic Materials*, 1. edition, UK: Maney Publishing, 1994, pp. 9-86.
- [34] S. Ravi, “Ferrimagnetic ordering with high Curie temperature in ordered Bi₂CuCrO₆ cubic perovskite,” *Ceramics International*, c. 45, volume 5, pp. 6380–6384, 2018.
- [35] Y. Karakuş, M. Okutan, A. Kösemen, S. E. San, Z. Alpaslan, ve A. Demir, “Electrical properties of Zn-phthalocyanine and Poly (3-hexylthiophene) doped nematic liquid crystal,” *Journal of Nanomaterials*, c. 2011, sayı 2, ss. 1–5, 2011.
- [36] Y. Bakış, “A³B³C⁶₂ yarıiletken ferroelektriklerin dielektrik spektroskopi yöntemi ile incelenmesi,” Doktora tezi, Fizik Anabilim Dalı, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Kocaeli, Türkiye, 2011.
- [37] B. Cömert, “TiO₂ ince film gaz sensörlerinin geliştirilmesi,” Yüksek lisans tezi, Fizik Anabilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gazi Üniversitesi, Ankara, Türkiye, 2015.
- [38] A. Rahdar, M. Aliahmad, and Y. Azizi, “NiO Nanoparticles: synthesis and characterization,” *Journal of Nanostructures*, c. 5, volume 2, pp. 145–151, 2015.
- [39] J. A. Morales-Morales and R. Nanopowder, “Synthesis of hematite α -Fe₂O₃ nano powders by the controlled precipitation method,” *Ciencia en Desarrollo*, c. 8, volume 1, pp. 99–107, 2017.
- [40] P. K. Deheri, V. Swaminathan, S. D. Bhame, Z. Liu, and R. V Ramanujan, “Sol - gel based chemical synthesis of Nd₂Fe₁₄B hard magnetic nanoparticles,” volume 7, pp. 6509–6517, 2010.
- [41] S. A. Mir, M. Ikram, and K. Asokan, “Structural, optical and dielectric properties of Ni substituted NdFeO₃,” *Optik*, c. 125, volume 23, pp. 6903–6908, 2014.
- [42] B. Balaraju et al., “Structural, optical and magnetic properties of α -Fe₂O₃ nanoparticles,” *Mechanics, Materials Science & Engineering*, volume 9, pp. 0–5, 2017.

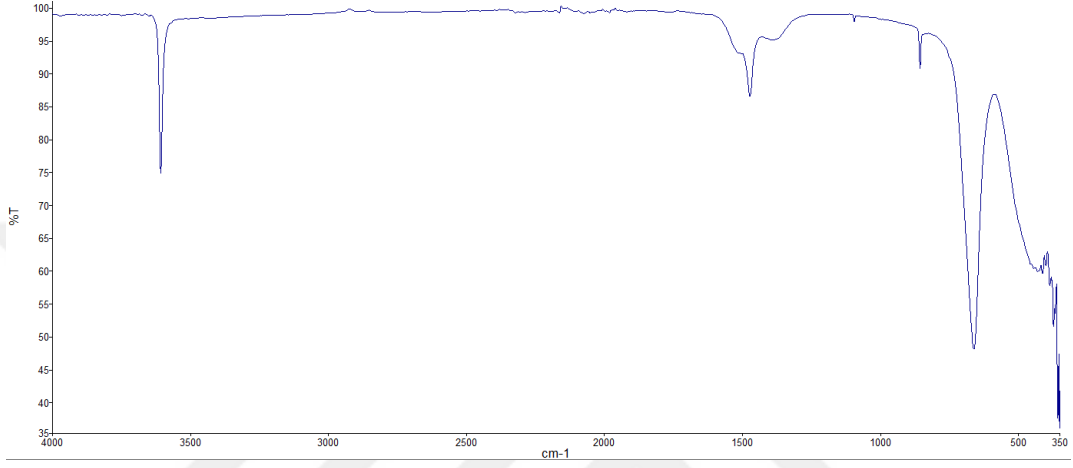
- [43] P. Ramesh Babu et al., "Investigation of magnetic property of GdFeO_3 single crystal grown in air by optical floating zone technique," *Journal of Alloys and Compounds*, c. 631, pp. 232–236, 2015.
- [44] Z. N. Kayani, M. Z. Butt, S. Riaz, and S. Naseem, "Synthesis of NiO nanoparticles by sol-gel technique," *Materials Science-Poland*, c. 36, volume 4, pp. 547–552, 2018.
- [45] H. El Moussaoui et al., "Experimental studies of neodymium ferrites doped with three different transition metals," *Materials Letters*, c. 171, pp. 142–145, 2016.
- [46] T. J. Shinde, A. B. Gadkari, and P. N. Vasambekar, "Influence of Nd^{3+} substitution on structural, electrical and magnetic properties of nanocrystalline nickel ferrites," *Journal of Alloys and Compounds*, c. 513, pp. 80–85, 2012.
- [47] M. S. Lembang, Y. Yulizar, S. Sudirman, and D. O. B. Apriandanu, "A facile method for green synthesis of Nd_2O_3 nanoparticles using aqueous extract of *Terminalia catappa* leaf," *AIP Conference Proceedings*, c. 1, volume 2023, pp. 1–7, 2018.
- [48] Y. Y. Xu, D. Zhao, X. J. Zhang, W. T. Jin, P. Kashkarov, and H. Zhang, "Synthesis and characterization of single-crystalline $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoleaves," *Physica E: Low-Dimensional Systems and Nanostructures*, c. 41, volume 5, pp. 806–811, 2009.
- [49] A. Diallo et al., "Structural, optical and photocatalytic applications of biosynthesized NiO nanocrystals," *Green Chemistry Letters and Reviews*, c. 11, volume 2, pp. 166–175, 2018.
- [50] J. Shanker, M. Buchi Suresh, and D. Suresh Babu, "Synthesis, characterization and electrical properties of NdXO_3 (X=Cr, Fe) nanoparticles," *Materials Today: Proceedings*, c. 3, volume 6, pp. 2091–2100, 2016.
- [51] N. Lenin, K. Sakthipandi, R. R. Kanna, and J. Rajesh, "Effect of neodymium ion on the structural, electrical and magnetic properties of nanocrystalline nickel ferrites," *Ceramics International*, c. 44, volume 10, pp. 11562–11569, 2018.
- [52] Skoog, D. A., Holler, F. J., and Nieman, T. A., *Principles of Instrumental Analysis*, 5. edition, Orlanda, Florida: Harcourt Brace & Company, pp. 300-404, 1998.
- [53] N. Aparnadevi, K. Saravana Kumar, M. Manikandan, D. Paul Joseph, and C. Venkateswaran, "Room temperature dual ferroic behaviour of ball mill synthesized NdFeO_3 orthoferrite," *Journal of Applied Physics*, c. 120, volume 3, 2016.
- [54] A. Khorsand Zak, R. Razali, W. H. Abd Majid, and M. Darroudi, "Synthesis and characterization of a narrow size distribution of zinc oxide nanoparticles," *International Journal of Nanomedicine*, c. 6, volume 1, pp. 1399–1403, 2011.
- [55] T. Sreethawong and S. Chavadej, "Sol-gel synthesis of mesoporous assembly of Nd_2O_3 nanocrystals with the aid of structure-directing surfactant," *Solid State Sciences*, c. 10, pp. 20–25, 2008.
- [56] B. Jia and L. Gao, "Growth of well-defined cubic hematite single crystals: oriented aggregation and ostwald ripening," *Crystal Growth and Design*, c. 8, volume 4, pp. 1372–1376, 2008.

- [57] A. Venkataraman, "Large scale synthesis of nickel oxide (NiO) by self propagated combustion reaction," *Material Science Research*, c. 14, volume 1, pp. 37–42, 2017.
- [58] N. Nadia, M. Zorkipli, N. Haida, M. Kaus, and A. Azmin, "Synthesis of NiO nanoparticles through sol-gel Method," *Procedia Chemistry*, c. 19, pp. 626–631, 2016.
- [59] E. H. Sujiono and R. A. Imran, "The effects of calcination temperatures on crystal structures and morphologies of Nd_{1.2}FeO₃ synthesized by solid-state reaction," *Materials Science and Engineering*, c. 367, 2018.
- [60] M. Pudukudy, A. Kadier, Z. Yaakob, and M. S. Takriff, "Non-oxidative thermocatalytic decomposition of methane into CO_x free hydrogen and nanocarbon over unsupported porous NiO and Fe₂O₃ catalysts," *International Journal of Hydrogen Energy*, c. 41, volume 41, pp. 18509–18521, 2016.
- [61] H. Long, T. Shi, H. Hu, S. Jiang, S. Xi, and Z. Tang, "Growth of hierarchal mesoporous NiO nanosheets on carbon cloth as binder-free anodes for high-performance flexible lithium-ion batteries," *Scientific Reports*, c. 4, pp. 1–9, 2014.
- [62] A. Bashir et al., "Structural, magnetic and electronic structure studies of NdFe_{1-x}Ni_xO₃ (0 ≤ x ≤ 0.3)," *Journal of Physics Condensed Matter*, c. 21, volume 32, 2009.
- [63] T. Busani, R. Devine, and P. Gonon, "Structural effects in the dielectric constant of rare-earth oxides: Nd₂O₃," *ECS Transactions*, c. 1, volume 704, pp. 331–340, 2006.
- [64] R. A. Lunt, A. J. Jackson, and A. Walsh, "Dielectric response of Fe₂O₃ crystals and thin films," *Chemical Physics Letters*, c. 586, pp. 67–69, 2013.
- [65] B. Gokul, P. Matheswaran, K. M. Abhirami, and R. Sathyamoorthy, "Structural and dielectric properties of NiO nanoparticles," *Journal of Non-Crystalline Solids*, c. 363, volume 14, pp. 161–166, 2013.

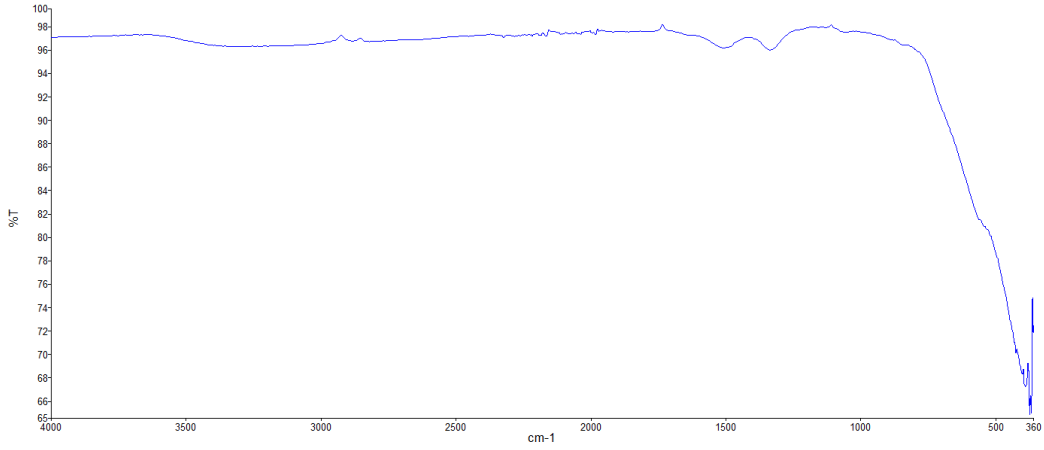
6. EKLER

Bu bölümde başlangıç bileşiklerin ve sentezlenen $\text{NdFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_3$ bileşğinin FT-IR spektrumları verilmiştir.

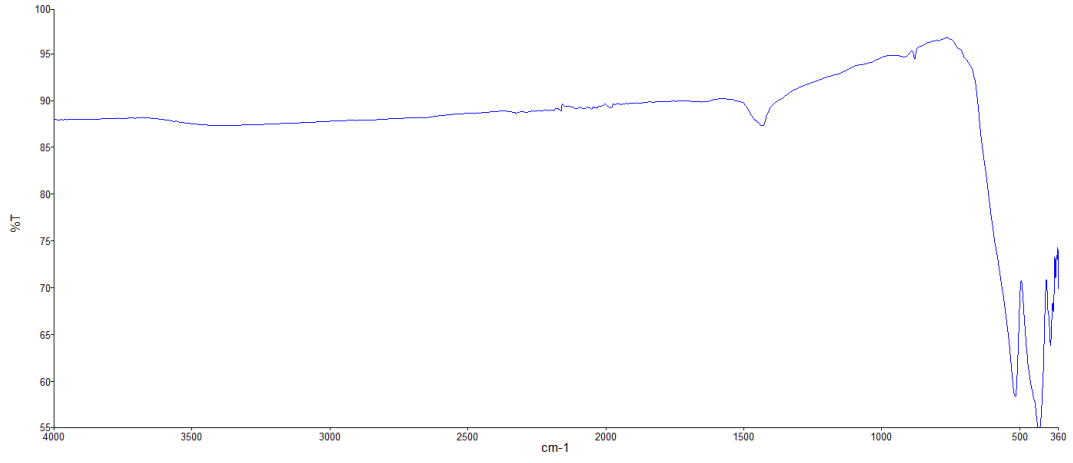
6.1. EK 1. FT-IR SPEKTRUMLARI



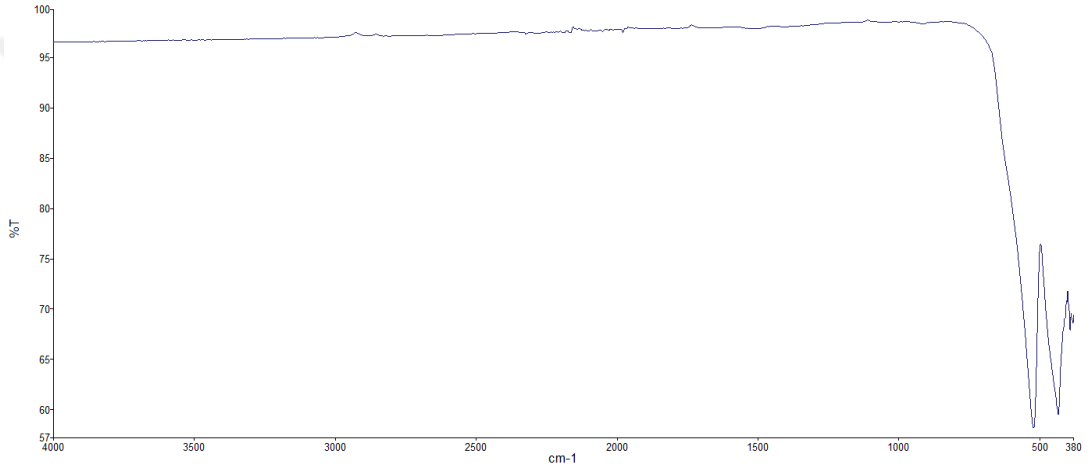
Şekil 6.1. Nd_2O_3 bileşğine ait FT-IR spektrumu.



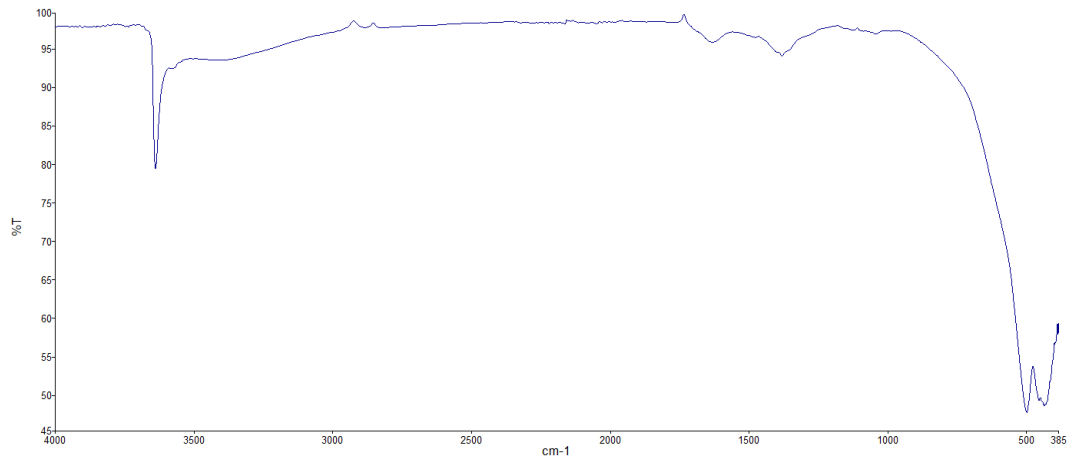
Şekil 6.2. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ bileşğine ait FT-IR spektrumu.



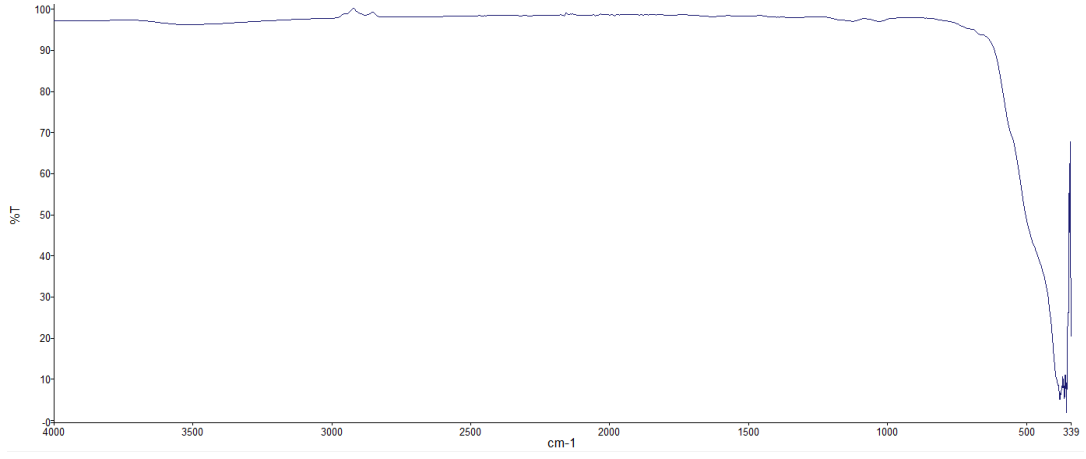
Şekil 6.3. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bileşiğine ait FT-IR spektrumu.



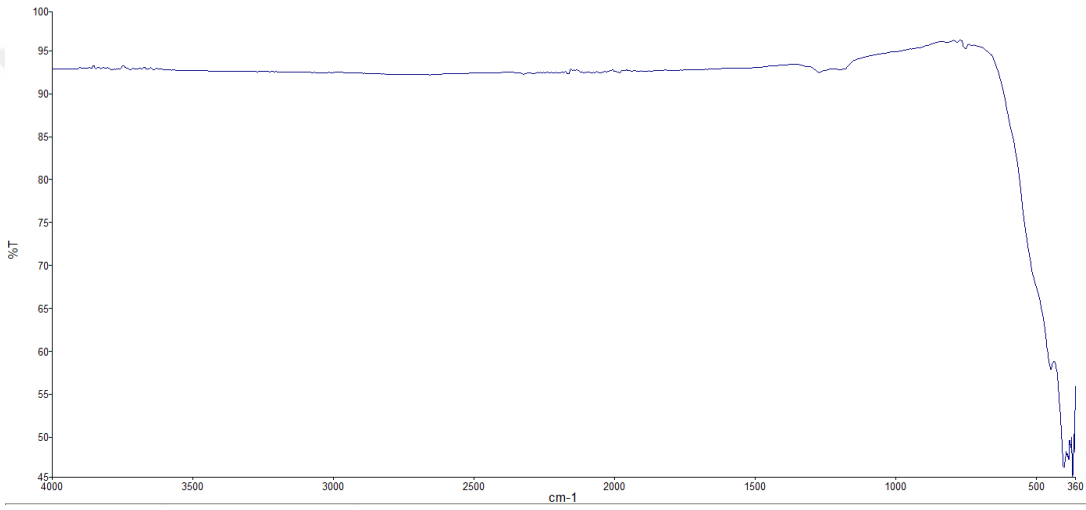
Şekil 6.4. NdFeO_3 bileşiğine ait FT-IR spektrumu.



Şekil 6.5. Ni(OH)_2 bileşiğine ait FT-IR spektrumu.



Şekil 6.6. NiO nanopartiküllerine ait FT-IR spektrumu.



Şekil 6.7. NdFe_{1-x}Ni_xO₃ bileşiğine ait FT-IR spektrumu.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Kübra ZENKİN
Doğum Tarihi ve Yeri : 15.07.1989-İstanbul
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : kubrazenkin@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet Yılı
Y. Lisans	Kimya	Düzce Üniversitesi	2019
Lisans	Kimya	Sakarya Üniversitesi	2010
Lise		Fatih Kız Lisesi	2006

Görevler:

Görev	Yer	Yıl
Kalite Müdürü	Özkayışdağ Kaynak Suları	2012
Kimyager (Stajyer)	Santa farma İlaç San.	2008

ESERLER

A. Uluslararası hakemli dergilerde yayımlanan makaleler:

A.1. Tunca, H., Berber, A. A., **Çanakçı, K.**, Tuna, M., Yıldız, S. Z., Aksoy, H. Synthesis, characterization, and determination of genotoxic effect of a novel dimeric 8-hydroxyquinoline Cd(II) SCN complex, *Drug and Chemical Toxicology*, (2016) 40:3, 300-308.

B. Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında (Proceeding) basılan bildiriler:

B1. Durmuş S., **Zenkin K.**, Aksu M., Dalmaz A., “Üçlü Nd-Fe-B Tipi Mıknatısların Çeşitli Yöntemlerde Üretim Aşamalarına Oksidasyonun Etkisi” International Eurasian Conference on Biological and Chemical Sciences (EurasianBioChem), Ankara, 2018.

