

**BİZMUTTRIOKSİT - TELLÜRİOXSİT
İKİLİ SİSTEMİNİN X-ISINLARI TOZ DİFRAKSİYON
YÖNTEMİ İLE İNCELENMESİ**

**TEZİ HAZIRLAYAN
Hakan ARSLAN**

**TEZ YÖNETİCİSİ
Prof. Dr. Nevzat KÜLCÜ**

**Erciyes Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü'ne
Kimya Anabilim Dalında Yüksek Lisans Tezi Olarak
Sunulmuştur.**

**Agustos - 1995
KAYSERİ**

- II -

Anname ve Babama

- III -

Erciyes Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü'ne,

Bu çalışma, jürimiz tarafından Kimya
anabilim dalında Yüksek Lisans Tezi olarak
kabul edilmiştir.

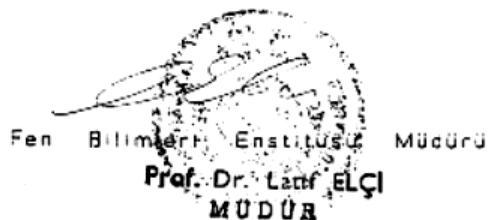
21/07/1995

Başkan : Prof. Dr. Mehmet DOĞAN / M. FİFİ
Üye : Prof. Dr. Nihat KÜLLÜ / N. KÜLLÜ
Üye : Doç. Dr. Ahmet ÇAPAN / A. ÇAPAN

ONAY

Yukarıda imzaların, adı geçen öğretim
Üyelerine ait olduğunu onaylarım.

23/07/1995



ÖZGECMİŞ

Adı ve Soyadı : Hakan ARSLAN
Anne Adı : Kifayet
Baba Adı : Hüseyin

1972 yılında Corum'da doğdu. İlk Öğrenimini Kayseri'de Merkez Kılıçarslan ve Merkez Alparslan İlkokullarında 1978 - 1983 yıllarında, orta Öğrenimini aynı ilde Merkez Sümer Ortaokulu'nda 1983 - 1986 yıllarında ve Merkez Sümer Lisesi'nde 1986-1989 yıllarında tamamladı. Yüksek Öğrenimini Erciyes Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde 1993 yılında dönem ikinci olarak tamamladı. Aynı yıl Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nde yüksek lisans öğrenimine başladı.

Fevzicakmak Mah. Fevzicakmak Cad. No:13/1 KAYSERİ

TEŞEKKÜR

Bana bu tezin planlanması ve yürütülmesi sırasında her zaman yardımcı olan danışmanım Sayın Prof.Dr. Nevzat KÜLCÜ'ye, çalışmayı yürüttüğüm Martin Trömel Katı Hal Kimyası Araştırma Laboratuvarının kuruluşuna maddi ve manevi her türlü desteği sağlayan Johann Wolfgang Goethe Üniversitesi Anorganik Kimya Enstitüsü Öğretim Üyesi Sayın Prof. Dr. Martin TRÖMEL'e, laboratuvar cihazlarının instalasyonu ve digitalleştirilmesindeki katkıları için aynı Üniversitenin röntgen laboratuvarı sorumlusu Sayın Dr. Lothar FINK'e ve her türlü yardımlarından dolayı Yrd. Doç. Dr. Nilgün ÖZPOZAN'a, Ars.Gör. Orhan TÜRKOĞLU'na ve Yrd. Doç. Dr.Melek MERDİVAN'a teşekkür ederim.

ÖZET

Bu çalışmada bizmutloksit-tellürdioksit sisteminde bilinmeyen yeni fazların elde edilmesine çalışıldı. Çalışmalar saf oksitlerin 2-84 saatlik sürelerle altın kaplar içinde 500°C ile 850°C arasında katıhal reaksiyonları ile gerçekleştirildi. Açık atmosferde yürütülen tepkimelerde elde edilen ürünler, x-rayları toz diffraksiyonu yöntemi, diferansiyel termal analiz ve termal gravimetri yöntemleri ile karakterize edildi. Çalışmanın sonucu olarak $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığında $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde tetragonal katı çözelti bölgesi, $0.471 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.615$ aralığında bir ortonombik dikenli niteliği belirlenemeyen bir fazdan meydana gelen bir karışım, $0.615 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.950$ aralığında $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde kubik katı çözelti bölgelerinin bulunduğu tespit edildi.

SUMMARY

In this study, it was aimed to obtain new phases of the bismuthtrioxide telluriumdioxide system at different mol fractions. Solid state reactions of the pure oxides were performed for a period of 2-84 hours, at 500°C-850°C. The reaction products obtained in an open atmosphere were characterized by x-ray powder diffraction and differential thermal analysis methods. As a result of the experimental work, $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ type tetragonal solid solution region between $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$, a mixture of orthorombic and an unknown phase region between $0.471 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.615$ and $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ type cubic solid solution region in the $0.615 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.950$ were determined.

SEMBOL VE KISALTMALAR

a,b,c	: Birim hücre boyutları
α	: b ve c eksenleri arasındaki açı
β	: a ve c eksenleri arasındaki açı
γ	: a ve b eksenleri arasındaki açı
CuK α	: X-ışınları bakır tüpüne alt spektral K α hattı ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$)
\AA	: Angstrom
d	: Kristal düzlemleri arasındaki mesafe (\AA)
$d_{\text{düz}}$: En küçük kareler yöntemi'ne göre düzeltilmiş düzlemler arası mesafe (\AA)
d_{hes}	: Bragg yasası ile hesaplanan düzlemler arası mesafe (\AA)
DTA/TG	: Diferansiyel termal analiz ve termal gravimetri
h,k,l	: Miller indisleri
n	: Mol sayısı
XRD	: X-ışınları toz difraktometresi
ASTM	: American Standards of Testing Materials
I	: Yansımaların şiddeti
I_0	: En büyük yansımının şiddeti
λ	: Dalga boyu (\AA)
kV	: Kilovolt
mA	: Millikamper
s	: Sayfa
Θ	: Bragg yansımaya açısı
$\Theta_{\text{düz}}$: En küçük kareler yöntemi'ne göre düzeltilmiş Bragg yansımaya açısı
Θ_{hes}	: Hesaplanan yansımaya açısı
X	: Mol kesri
V	: Birim hücre hacmi (\AA^3)

İÇİNDEKİLER

	SAYFA
ONAY	III
ÖZGECMİŞ	IV
TEŞEKKÜR	V
ÖZET	VI
SUMMARY	VII
SEMBOL VE KISALTMALAR	VIII
İÇİNDEKİLER	IX
TABLOLAR LİSTESİ	XI
SEKİLLER LİSTESİ	XIII
1. GİRİŞ	1
2. MATERYAL VE METOT	3
2.1. Başlangıç Maddeleri	3
2.1.1. Tellürdioksit	3
2.1.2. Bismutrioksit	6
2.2. Karışımların Hazırlanması	10
2.3. Katıhal Tepkimeleri	10
2.4. Tepkime Ürünlerinin İncelenmesi	13
2.4.1. Ürünlerin Difraktometrik Yöntemle Tanısı ..	13
2.4.2. Toz Difraktometresi	14
2.4.3. Termal Analiz Çalışmaları	17
2.5. Kimyasal Analizler	17
2.5.1. Toplam Tellür Tayini	17
2.5.2. Toplam Bismut Tayini	19
3. İNCELENEN SİSTEMLER	20
3.1. $0.000 < X_{Bi_2O_3} < 0.273$ Aralığı	20
3.2. $0.273 \leq X_{Bi_2O_3} \leq 0.471$ Aralığı	34
3.3. $0.471 < X_{Bi_2O_3} < 0.615$ Aralığı	48
3.4. $0.615 \leq X_{Bi_2O_3} \leq 0.857$ Aralığı	62
3.5. $0.857 < X_{Bi_2O_3} < 0.950$ Aralığı	75
3.6. $0.950 \leq X_{Bi_2O_3} \leq 1.000$ Aralığı	84
4. SONUCLAR VE TARTIŞMA	95
KAYNAKLAR	97

İÇİNDEKİLER -2

SAYFA

EKLER

EK-1	99
EK-2	108
EK-3	118
EK-4	125
EK-5	128
EK-6	131
EK-7	135
EK-8	148
EK-9	150
EK-10.....	153

TABLOLAR LİSTESİ-1	SAYFA
Tab.1.1. Bismutrioksit ve tellürioksit sisteminde önceden bilinen fazlar ve bunlar üzerinde yapılan çalışmalar 2	
Tab.2.1. TeO_2 bilesiginin x -ışınları toz difraksiyon deseni verileri.. 4	
Tab.2.2. $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ 'in x -ışınları toz difraksiyon deseni verileri 7	
Tab.2.3. Bismutrioksitin fazları ve bunlara alt bazı kristallografik parametreler 9	
Tab.2.4. Hazırlanan katı karışımalar ve bilesimleri 19	
Tab.3.1. 600°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.029$ olan karışımın XRD verileri 22	
Tab.3.2. 600°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.083$ olan karışımın XRD verileri 24	
Tab.3.3. 600°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.143$ olan karışımın XRD verileri 26	
Tab.3.4. 600°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.250$ olan karışımın XRD verileri 28	
Tab.3.5. $0.000 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.273$ aralığı XRD sonuçları 21	
Tab.3.6. $0.000 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.273$ aralığı DTA/TG verileri 30	
Tab.3.7. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.375$ 'in XRD verileri 38	
Tab.3.8. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.444$ 'in XRD verileri 39	
Tab.3.9. $0.273 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığı hücre parametreleri 35	
Tab.3.10. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.375$ 'in XRD verileri 42	
Tab.3.11. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.444$ 'in XRD verileri 43	
Tab.3.12.a. $0.273 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığı kimyasal analiz sonuçları.. 36	
Tab.3.12.b. $0.273 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığı kimyasal analiz sonuçları.. 36	
Tab.3.13. $0.273 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığı termografik sonuçları 37	
Tab.3.14. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.500$ 'ün XRD verileri 50	
Tab.3.15. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.529$ 'un XRD verileri 52	
Tab.3.16. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.533$ 'un XRD verileri 54	

TABLOLAR LİSTESİ-2

SAYFA

Tab.3.17. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.538$ 'in XRD verileri	56
Tab.3.18.850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.583$ 'un XRD verileri	58
Tab.3.19.0.471< $X_{Bi_2O_3}<0.615$ Aralığında 850°C'de elde edilen katı çözeltinin hücre parametreleri	48
Tab.3.20.0.471< $X_{Bi_2O_3}<0.615$ Aralığı termografik sonuçları	49
Tab.3.21.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.636$ 'nın XRD verileri	65
Tab.3.22.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.857$ 'nin XRD verileri	66
Tab.3.23.0.615 < $X_{Bi_2O_3}<0.857$ aralığında elde edilen katı çözeltinin hücre parametreleri	62
Tab.3.24.850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.636$ 'nın XRD verileri	69
Tab.3.25.850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.857$ 'nin XRD verileri	70
Tab.3.26.0.615 < $X_{Bi_2O_3}<0.857$ aralığı kimyasal analiz sonuçları..	63
Tab.3.27.0.615 < $X_{Bi_2O_3}<0.857$ aralığı termografik sonuçları ..	64
Tab.3.28.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.889$ 'un XRD verileri	77
Tab.3.29.850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.889$ 'un XRD verileri	78
Tab.3.30.0.857 < $X_{Bi_2O_3}<0.950$ aralığında elde edilen katı çözeltinin hücre parametreleri	75
Tab.3.31.0.857 < $X_{Bi_2O_3}<0.950$ aralığı termografik sonuçları ..	76
Tab.3.32.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.970$ 'ın XRD verileri	85
Tab.3.33.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.990$ 'nın XRD verileri	87
Tab.3.34.850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.970$ 'ın XRD verileri	89
Tab.3.35.850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.990$ 'nın XRD verileri	91
Tab.3.36.Calışmalar sonucunda belirlenen bölgeler	96

SEKİLLER LİSTESİ-1	SAYFA
Sek .2.1. Saf TeO ₂ 'in XRD toz deseni	5
Sek .2.2. Saf TeO ₂ 'in DTA/TG diagramı	5
Sek .2.3. α -Bi ₂ O ₃ 'in XRD toz deseni	6
Sek .2.4. Bismutrioksitin faz dönüşümleri	9
Sek .2.5. X-ışınları toz diffraksiyon sistemi	15
Sek .2.6. Goniometre Ünitesi	16
Sek .2.7. DTA/TG Ünitesi	18
Sek .3.1. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.029$ olan karışımın toz deseni	22
Sek .3.2. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.083$ olan karışımın toz deseni	24
Sek .3.3. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.143$ olan karışımın toz deseni	26
Sek .3.4. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.250$ olan karışımın toz deseni	28
Sek .3.5. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.010$ olan karışımın DTA/TG diagramı	31
Sek .3.6. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.100$ olan karışımın DTA/TG diagramı	31
Sek .3.7. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.143$ olan karışımın DTA/TG diagramı	32
Sek .3.8. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.200$ olan karışımın DTA/TG diagramı	32
Sek .3.9. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.250$ olan karışımın DTA/TG diagramı	33
Sek .3.10 $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.250$ olan karışımın sogumalı DTA/TG diagramı	33
Sek .3.11. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.375$ 'in toz deseni	38
Sek .3.12. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.444$ 'in toz deseni	39
Sek .3.13. $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığında 750°C'de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafigi..	40
Sek .3.14. $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığında 750°C'de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafigi.	41
Sek .3.15. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.375$ 'in toz deseni	42
Sek .3.16. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.444$ 'in toz deseni	43
Sek .3.17. $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığında 850 °C'de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafigi	44

SEKİLLER LİSTESİ-2

SAYFA

Sek . 3.18. $0.273 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.471$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafiği	45
Sek . 3.19. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.273$ olan ürünün DTA/TG diagramı	46
Sek . 3.20. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.333$ olan ürünün DTA/TG diagramı	46
Sek . 3.21. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.333$ olan ürünün geri sogumalı DTA/TG diagramı	47
Sek . 3.22. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.455$ olan ürünün geri sogumalı DTA/TG diagramı	47
Sek . 3.23. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.500$ 'un toz deseni	50
Sek . 3.24. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.529$ 'un toz deseni	52
Sek . 3.25. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.533$ 'un toz deseni	54
Sek . 3.26. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.538$ 'ın toz deseni	56
Sek . 3.27. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.583$ 'un toz deseni	58
Sek . 3.28. $0.417 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.615$ Aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafiği.	59
Sek . 3.29. $0.417 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.615$ Aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafiği.	60
Sek . 3.30. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.533$ olan karışımın DTA/TG grafiği	61
Sek . 3.31. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.583$ olan karışımın DTA/TG grafiği	61
Sek . 3.32. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.636$ 'nın toz deseni	65
Sek . 3.33. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.857$ 'nın toz deseni	66
Sek . 3.34. $0.615 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.857$ aralığında 750°C 'de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafiği	67
Sek . 3.35. $0.615 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.857$ aralığında 750°C 'de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafiği..	68
Sek . 3.36. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.636$ 'nın toz deseni	69
Sek . 3.37. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.857$ 'nın toz deseni	70
Sek . 3.38. $0.615 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.857$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafiği	71

SEKİLLER LİSTESİ-3

SAYFA

Sek .3.39. $0.615 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.857$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltini birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafigi..	72
Sek .3.40. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.833$ olan Ürünün sogutmalı DTA/TG diagramı	73
Sek .3.41. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.692$ olan Ürünün DTA/TG diagramı	73
Sek .3.42. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ olan ürünün DTA/TG diagramı	74
Sek .3.43. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.889$ 'un toz deseni	77
Sek .3.44. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.889$ 'un toz deseni	78
Sek .3.45. $0.857 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.950$ aralığında 750°C 'de elde edilen katı çözeltini hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafigi	79
Sek .3.46. $0.857 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.950$ aralığında 750°C 'de elde edilen katı çözeltini birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafigi..	80
Sek .3.47. $0.857 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.950$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltini hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafigi	81
Sek .3.48. $0.857 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.950$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltini birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafigi..	82
Sek .3.49. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.900$ olan Ürünün sogutmalı DTA/TG diagramı	83
Sek .3.50. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.889$ olan Ürünün sogutmalı DTA/TG diagramı	83
Sek .3.51. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.970$ 'ın toz deseni	85
Sek .3.52. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.990$ 'ın toz deseni	87
Sek .3.53. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.970$ 'ın toz deseni	89
Sek .3.54. 850°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.990$ 'ın toz deseni	91
Sek .3.55. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.990$ olan karışımın DTA/TG diagramı	93
Sek .3.56. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.950$ olan karışımın DTA/TG diagramı	93
Sek .3.57. Saf bizmutrioksit'in sogumalı DTA/TG diagramı	94
Sek .3.58. Saf bizmutrioksit'in DTA/TG diagramı	94

1. GIRIS

Literatürde saf Bi_2O_3 maddesinin dört farklı kristal modifikasyonun varlığı bilinmektedir [1-4]. H.Tanrı ve arkadaşları bunları elde ederek kristalografik olarak karakterize etmişlerdir [5]. Bu modifikasyonlardan iç merkezli kübik $\gamma\text{-}\text{Bi}_2\text{O}_3$, yüzey merkezli kübik $\delta\text{-}\text{Bi}_2\text{O}_3$ ve tetragonal $\beta\text{-}\text{Bi}_2\text{O}_3$ kristal sistemlerine sahip bileşiklerin elektriksel iletkenlikleri üzerinde çalışmalar yapılmıştır [6-8].

Literatür arastırması sonucunda bizmutrioksit - tellürioksit sistemi üzerinde yaklaşık otuz yıldır birçok çalışma yapıldığı testpit edilmiştir. Bizmutrioksitin mol sayısının tellürioksitin mol sayısına oranı 1:1 , 1:2 , 1:3 , 1:4 , 2:1 , 2:3 , 3:2 , 5:2 ve 8:5 olan sayılarla karsılık gelen fazlar daha önce yapılan çalışmalar ile sentezlenmiştir. Bu fazlar üzerinde x-ışınları toz diffraksiyonu (XRPD), x-ışınları tek kristal yapı tayini (XRSD) ve termal analiz (TA) çalışmaları yapılmıştır. Bu fazlar ve bunların üzerinde yapılan çalışmalar tablo 1.1'de görülmektedir.

Bu sistemde bilinen fazların bazlarının piezoelektriklik, ferro-elektriklik, nonlinear optiklik, fotoiletkenlik gibi bazı önemli fi-

ziksel özelliklerini vardır ve bilinen fazlar elektronik ve kimya sanayisinde ilginç kullanım alanlarına sahiptirler [9-15].

Bu çalışmada katı hal reaksiyonları Üzerinde etkili olduğu bilinen reaksiyon sıcaklığı, süresi, stokiyometrik bileşim ve soğutma hızı parametrelerinin taramaları yapılarak, sisteme olusabilecek yeni bileşiklerin ve katı çözelti bölgelerinin sentezlerine çalışıldı. Bunların olusabildikleri minimum sıcaklıklar, reaksiyon süreleri, erime noktaları, faz dönüşümleri ve bu dönüşümlerde ortaya çıkan kristalografik özellikler araştırıldı. Sistemde oluşan fazların var oldukları sınırlar, sıcaklığa ve stokiyometrik orana göre belirlenerek sistemin açık hava atmosferindeki faz diagramı araştırıldı.

Tablo 1.1. Bismutrioksit ve tellürioksit sisteminde önceden bilinen fazlar ve bunlar Üzerinde yapılan çalışmalar.

NO	MOL ORANI	BILEŞİK	XRPD	TA	XRD
1	1:1	Bi_2TeO_5	[9,25-28]	[9,10,29]	[27,28,30]
		Bi_2TeO_6	[31,32]		[31,32]
2	1:2	$\text{Bi}_2\text{Te}_2\text{O}_8$	[26]		
		$\text{Bi}_2\text{Te}_2\text{O}_6$	[15]		
		$\text{Bi}_2\text{Te}_2\text{O}_7$	[11,27,28,33]	[27,28,33]	
3	1:3	$\text{Bi}_2\text{Te}_3\text{O}_9$	[27,30,33]	[12,13,27]	
4	1:4	$\text{Bi}_2\text{Te}_4\text{O}_{11}$	[27]	[27]	
5	2:1	Bi_4TeO_8	[25]		
6	2:3	$\text{Bi}_4\text{Te}_3\text{O}_{17}$	[14]		
7	3:2	$\text{Bi}_6\text{Te}_2\text{O}_{15}$	[31]	[31]	
8	5:2	$\text{Bi}_{10}\text{Te}_2\text{O}_{19}$	[27,28]	[27,28]	
9	8:5	$\text{Bi}_{16}\text{Te}_5\text{O}_{34}$	[26-28]	[27]	

2. MATERİYAL VE METOD

2.1. Başlangıç Maddeleri

2.1.1. Tellürdioksit (TeO₂)

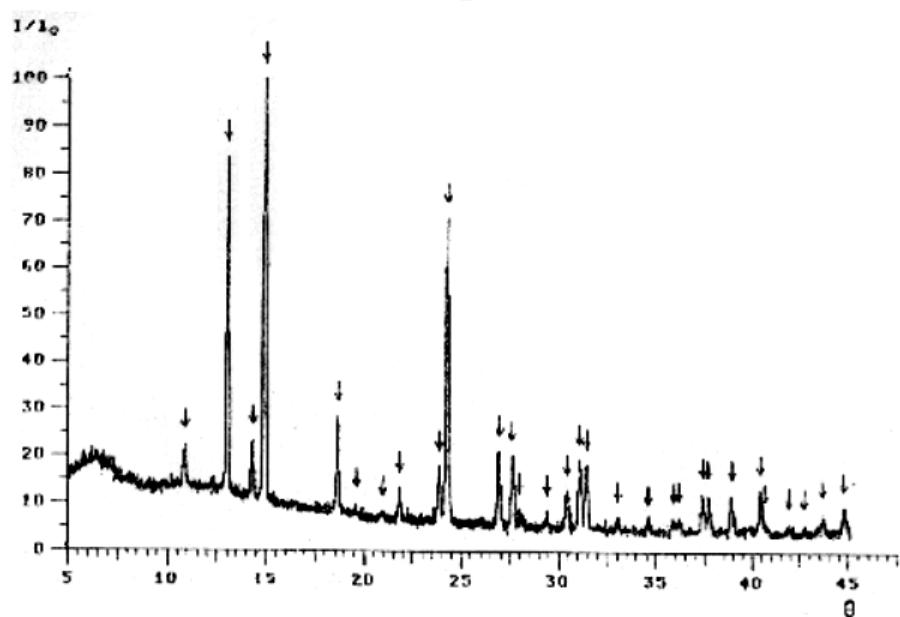
Çalışmada Merck firmasına alt %99.9 saflikta tellürdioksit kullanıldı.

Saf tellürdioksitin toz deseni çekilerek sonuçların ASTM İndekslerinde tellürdioksit için verilen değerlerle uyum içinde olduğu belirlendi [16]. Bileşigin x-ışınları toz diffraksiyonu deseni ve rilleri, literatür değerleri ile beraber tablo 2.1'dedir. Toz deseni ise şekil 2.1'de görülmektedir.

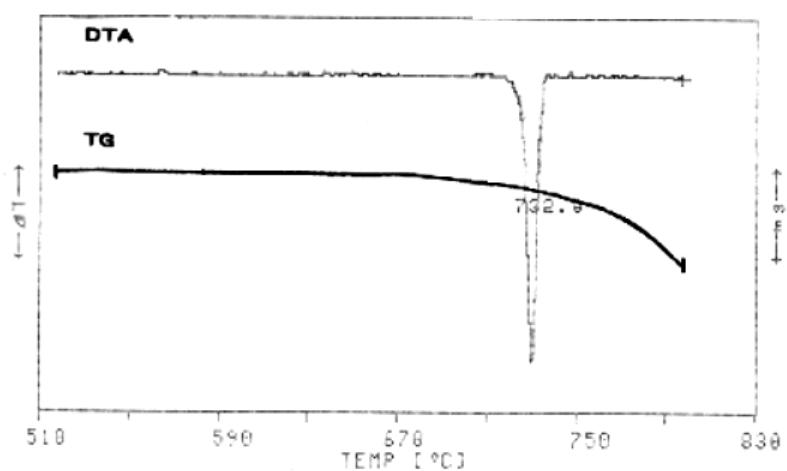
Şekil 2.2'de görülen tellürdioksitte alt DTA/TG termogramı incelendığında tellürdioksitin 732.8°C'de verdiği endotermik pikten saf tellürdioksitin bu sıcaklıkta eridiği ve TG grafiğinden de aynı sıcaklıkta maddenin hızla buharlaşarak kütleyi kaybettiği belirlendi. Bulunan erime noktası ise literatürde verilen 733°C ile uyum içindedir.

Tablo 2.1. TeO_2 bileşiginin x-ışınları toz difraksiyon deseni verileri.

No	I/I_0	θ	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{Lit}}[\text{\AA}]$
1	9	10.87	4.082	4.069
2	81	13.06	3.407	3.404
3	12	14.33	3.112	-
4	100	14.93	2.989	2.988
5	22	18.66	2.407	2.407
6	2	19.61	2.295	2.296
7	2	20.96	2.153	2.151
8	5	21.83	2.071	2.071
9	12	23.87	1.903	1.904
10	76	24.27	1.873	1.873
11	16	26.93	1.701	1.701
12	17	27.62	1.661	1.661
13	4	27.97	1.642	164.1
14	3	29.41	1.569	1.569
15	10	30.41	1.521	1.521
16	17	31.07	1.492	1.493
17	16	31.42	1.478	1.478
18	2	33.02	1.413	1.413
19	2	34.61	1.356	1.355
20	3	35.90	1.314	-
21	3	36.20	1.304	-
22	9	37.40	1.268	-
23	9	37.70	1.259	-
24	10	38.88	1.227	-
25	11	40.41	1.188	-
26	2	40.67	1.182	-
27	1	41.87	1.154	-
28	3	42.73	1.135	-
29	7	43.67	1.115	-
30	2	44.77	1.094	-



Sekil 2.1. Saf TeO_2 'in XRD toz deseni.

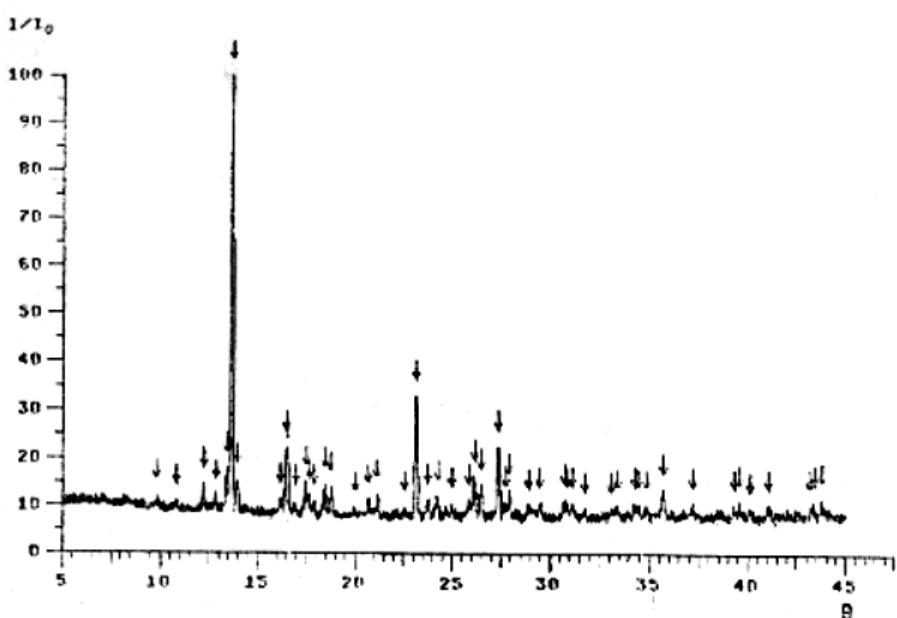


Sekil 2.2. Saf TeO_2 'in DTA/TG diagrami.

2.1.2. BİZMUTRIOKSİT (Bi_2O_3)

Kullanılan bizmutrioksit sarı renkli %99.9 saflikta ve Merck firmasına aittir.

Saf bizmutrioksit'in XRD toz deseninden elde edilen sonuçların ASTM indekslerinde bizmutrioksit için verilen değerlerle uyum içinde olduğu görüldü. X-ışınları toz diffraksiyonu deseni verileri ve literatür değerleri tablo 2.2'de toz deseni ise şekil 2.3'dedir.



Şekil 2.3. α - Bi_2O_3 'in XRD toz deseni

Başlangıç maddeleri içerisinde bizmutrioksit'in özel bir önemi vardır. Bizmutrioksit'in α , β , δ ve γ olmak üzere başlıca dört değişik modifikasiyonu bulunmaktadır. Bunlardan birincisi monoklinik, ikincisi tetragonal, üçüncükü kubik yüzey merkezli ve dördüncüüsü ise kubik iç merkezli birim hücreye sahiptir. Bunlardan sadece α - Bi_2O_3 fazı oda sıcaklığında kararlıdır. Oda sıcaklığında kararsız olan β - Bi_2O_3 , δ - Bi_2O_3 ve γ - Bi_2O_3 fazları ise, ancak yabancı oksitlerle özel şartlarda katkılanaarak katı hal reaksiyonlarına tabi tutulduğularında kararlı hale getirilebilmektedir.

Tablo 2.2. α - Bi_2O_3 'in x-ışınları toz diffraksiyon deseni verileri.

I/I ₀	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	d _{göz} [Å]	d _{hes} [Å]	d _{lit} [Å]
2	9.82	9.86	-1	1	1	4.516	4.498	4.498
4	10.84	10.88	0	2	0	4.096	4.083	4.084
3	12.24	12.28	-1	0	2	3.634	3.622	3.622
4	12.84	12.88	0	0	2	3.467	3.456	3.456
9	13.43	13.47	1	1	1	3.317	3.306	3.310
100	13.67	13.69	-1	2	0	3.263	3.253	3.253
6	13.96	14.00	0	1	2	3.192	3.182	3.184
5	16.21	16.25	-2	1	1	2.759	2.752	2.759
16	16.49	16.53	1	2	1	2.713	2.707	2.708
8	16.59	16.63	2	0	0	2.698	2.691	2.693
3	16.93	16.98	0	2	2	2.645	2.638	2.638
8	17.48	17.52	-2	1	2	2.565	2.559	2.559
3	17.67	17.71	0	3	1	2.538	2.532	2.532
2	17.92	17.96	1	0	2	2.503	2.498	2.499
7	18.45	18.49	1	3	0	2.434	2.429	2.429
5	18.77	18.82	1	1	2	2.394	2.389	2.390
3	20.01	20.05	-2	2	0	2.251	2.247	2.244
3	20.69	20.73	-1	3	2	2.179	2.176	2.176
3	21.16	21.20	1	2	2	2.134	2.131	2.132
3	22.54	22.58	0	2	3	2.010	2.007	2.006
27	23.13	23.17	0	4	1	1.961	1.958	1.958
4	23.76	23.80	-1	4	1	1.912	1.909	1.910
5	24.26	24.30	-1	0	4	1.875	1.872	1.872
1	24.96	24.99	1	1	3	1.825	1.823	1.824
3	25.84	25.87	2	1	2	1.767	1.765	1.766
8	26.16	26.19	3	2	-2	1.748	1.745	1.746
6	26.48	26.52	2	3	1	1.727	1.725	1.728
18	27.37	27.40	2	4	-1	1.676	1.674	1.675
3	27.73	27.77	2	2	2	1.655	1.653	1.654
4	27.93	27.97	3	2	0	1.644	1.642	1.645

Tablo 2.2.'nin devamı

I/o	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[R]$	$d_{\text{hes}}[R]$	$d_{\text{lit}}[R]$
4	28.92	28.59	0	2	4	1.593	1.591	1.592
3	29.51	29.54	3	1	1	1.564	1.562	1.565
3	30.71	30.74	2	4	-3	1.509	1.507	1.510
3	30.88	30.92	3	3	-3	1.501	1.499	1.508
3	31.12	31.17	1	5	1	1.490	1.488	1.489
3	31.75	31.79	2	1	3	1.464	1.462	1.467
3	33.12	33.16	4	1	-1	1.410	1.408	1.409
4	33.43	33.47	2	2	3	1.398	1.397	1.397
5	34.24	34.29	1	5	-3	1.369	1.367	1.368
5	34.43	34.47	0	6	0	1.362	1.361	1.362
4	34.82	34.86	3	4	0	1.349	1.348	1.348
7	35.68	35.72	1	6	-1	1.321	1.320	1.320
3	37.17	37.20	1	6	-2	1.275	1.274	1.276
4	39.32	39.36	1	1	5	1.216	1.215	1.217
1	39.56	39.61	3	5	-3	1.210	1.209	1.209
2	40.08	40.12	1	6	-3	1.196	1.195	1.195
5	41.07	41.11	4	4	-3	1.173	1.172	1.171
2	43.21	43.25	4	4	-4	1.125	1.124	1.124
1	43.38	43.42	5	2	-3	1.122	1.121	yok
6	43.79	43.83	3	6	-2	1.113	1.112	yok

Birim hücre sabitleri

Gözlenen değerler

Literatür değerleri

$$a=5.847 \pm 3.5 \times 10^{-3} [\text{\AA}]$$

$$a=5.850 [\text{\AA}]$$

$$b=8.166 \pm 4.1 \times 10^{-3} [\text{\AA}]$$

$$b=8.166 [\text{\AA}]$$

$$c=7.510 \pm 4.8 \times 10^{-3} [\text{\AA}]$$

$$c=7.510 [\text{\AA}]$$

$$\beta=113.014 \pm 5.4 \times 10^{-3} [{}^\circ]$$

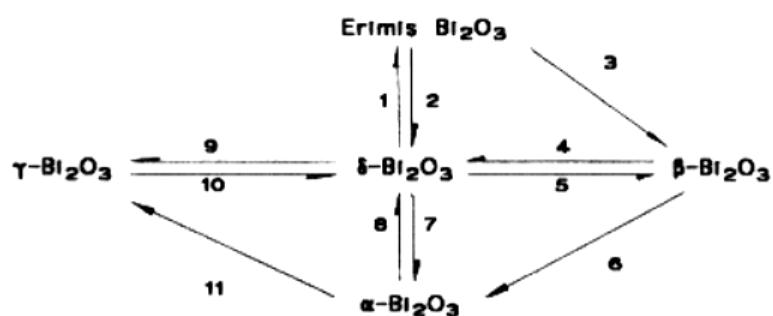
$$\beta=112.940 [{}^\circ]$$

$$V=330.010 [\text{\AA}^3]$$

$$V=330.39 [\text{\AA}^3]$$

$$\Delta\theta=0.039 \pm 1.600 \times 10^{-3} [{}^\circ]$$

Bizmutrioksit'e alt bu dört faz arasındaki geçişler şekilde 2.4'de ve bu fazlara alt birim hücre parametreleri'nde tablo 2.3'de görülmektedir.



Sekil.2.4 Bizmutrioksitin faz dönüşümleri ,

- 1- 825°C'ye ısıtma
- 2- Asırı hızlı soğutma
- 3- Hızlı soğutma
- 4- 775°C'den 646°C'ye soğutma
- 5- 660°C'den 670°C'ye ısıtma
- 6- 620°C'den 605°C'ye soğutma
- 7- 745°C'den 700°C'ye soğutma
- 8- 730°C'ye ısıtma
- 9- 825°C'den açık atmosferde 635°C'ye soğutma
- 10- 630°C'den 645°C'ye yavaş yavaş ısıtma
- 11- 625°C'ye yavaş yavaş ısıtma

Tablo 2.3 Bizmutrioksitin fazları ve bunları alt bazı kristalografik parametreler.

FAZ	KRİSTAL SİSTEMİ	HÜCRE PARAMETRELERİ [Å]				UZAY GRUBU
		a	b	c	β	
α-Bi ₂ O ₃	Monoklinik	5.848	8.166	7.510	113°	P2 ₁ c
β-Bi ₂ O ₃	Tetragonal	7.750		5.630		P4 ₂ 1c
δ-Bi ₂ O ₃	Kübik	5.525				Pn3m
γ-Bi ₂ O ₃	Kübik	10.268				I23

2.2. Karışımının Hazırlanması

%99.9 saflikta Bi_2O_3 ve TeO_2 önce 125°C 'de Nüve marka FN-400 Model bir etüvde 2 saat süre ile kurutuldu. Bu maddeler ahat havanda iyice öğütüldükten sonra desikatörde muhafaza edildi. Bismutrioksitin mol kesri $X \text{Bi}_2\text{O}_3 = 0.000 - 1.000$ aralığını kapsayacak ve stokiyometrik oranlar sağlanacak şekilde belirli mikarda başlangıç maddeleri tırtılıp stok karışımalar hazırlandı. Bu karışımalar, katı hal tepkimelerinde hızın tepkime ısısından çok, difüzyona ve tepkiyen taneçiklerin temas yüzeyi ile orantılı olması nedeni ile mümkün olduğu kadar çok öğütüldü.

Öğütme işlemi sırasında kirlenmeyi önlemek için ahat havan kullanıldı.

2.3. Katıhal Tepkimeleri

Katıhal tepkimeleri Nüve Marka MF 120 Model KÜL Fırını'nda gerçekleştirildi.

Tepkitilecek karışımaların kirlenmemesi için reaksiyon kabı olarak platin kayıkçıklar kullanıldı. Ancak bazen, özellikle tellürdioksit bakımından zengin olan karışımarda platin kaplarda tellurun metallik tellur ve tellur (VI) şeklinde disproportsiyonlaşması nedeni ile böyle durumlarda tepkime kabı olarak altın kayıkçıklar kullanıldı (2.1).



Tepkimeler için tepkime süresi t (saat), sıcaklık T (derece santigrat) ve bileşim X (mol kesri) parametreleri taraması yapıldı. Katıhal tepkimeleri, katı fazlardaki atomik difüzyon hızına bağlıdır ve dolayısı ile de tepkime hızı sıcaklık ve fırınlama süresi ile yakından ilgilidir. Bu nedenle tepkime süreleri genel olarak 24 - 84 saat arasında, tepkime sıcaklıkları da 500°C - 850°C arasında değişti. Bileşim taraması ise karışımarda bismutrioksitin mol kesri 0.000 ile 1.000 arasını kapsa-

yacak [$X = n_{Bi_2O_3} / (n_{TeO_2} + n_{Bi_2O_3})$] şekilde mümkün olduğu kadar çok sayıda karışım hazırlayarak yapıldı. Bu çalışmada hazırlanan karışımlar ve bunların bileşimleri tablo 2.4'de dir.

Tablo 2.4'de verilen stok karışımlardan uygun miktarlarda tartılarak alınan karışımlar, önce $500^{\circ}C$ 'de 24 saat süre ile bir öntepkimeye tabi tutulduktan sonra ağırlık kontrolü yapılarak tekrar öğütülüp tartılarak sırası ile $600^{\circ}C$, $700^{\circ}C$, $750^{\circ}C$, $850^{\circ}C$ 'de tepkitletiler. Belirtilen sıcaklıklarda her bir tepkimenin süresi 24 ile 84 saat arasında değişti. Her tepkime denemesiinin sonunda madde fırından alınarak külesel değişimlerini test etmek için tartıldı, reaksiyon ürünlerinin tanısı da x-rayları toz difraksiyonu yöntemi kullanılarak yapıldı.

Tablo 2.4. Hazırlanan katı karışımlar ve bileşimleri.

Stok No	Mol Kesri $X_{Bi_2O_3}$	Mol Oranı	Stok No	Mol Kesri $X_{Bi_2O_3}$	Mol Oranı
1	0.010	1:99	16	0.429	6:8
2	0.029	1:33	17	0.438	7:9
3	0.067	1:14	18	0.444	4:5
4	0.083	1:11	19	0.449	9:11
5	0.100	1:9	20	0.456	5:6
6	0.143	1:6	21	0.462	6:7
7	0.200	1:4	22	0.467	7:8
8	0.250	1:3	23	0.471	8:9
9	0.273	3:8	24	0.500	1:1
10	0.300	3:7	25	0.529	9:8
11	0.315	6:13	26	0.533	8:7
12	0.333	1:2	27	0.538	7:6
13	0.364	4:7	28	0.583	7:5
14	0.375	3:5	29	0.615	8:5
15	0.380	5:8	30	0.636	7:4

Table 2.4.'ün devamı.

Stok No	Mol Kesri $X_{Bi_2O_3}$	Mol Oranı	Stok No	Mol Kesri $X_{Bi_2O_3}$	Mol Oranı
31	0.643	9:5	41	0.833	5:1
32	0.692	9:4	42	0.857	6:1
33	0.700	7:3	43	0.867	13:2
34	0.714	5:2	44	0.875	7:1
35	0.727	8:3	45	0.889	8:1
36	0.750	12:4	46	0.900	9:1
37	0.778	7:2	47	0.938	15:1
38	0.786	11:3	48	0.950	19:1
39	0.800	4:1	49	0.970	29:1
40	0.824	14:3	50	0.990	90:1

2.4. Tepkime Ürünlerinin İncelenmesi

2.4.1. Ürünlerin Difraktometrik Yöntemle Tanısı

Hazırlanan karışımların fırınlanması herhangi bir katıhal reaksiyonun meydana gelip gelmediğini her defasında bunların toz diffraksiyon desenleri çektilerek önceden alınan başlangıç maddelerinin toz desenleri ile aynı olup olmadığı karşılaştırılarak kontrol edildi. Çekilen toz deseninin :

- başlangıç maddelerinin toz desenleri ile aynı olması halinde yeni bir Ürünün olusmadığı,
- başlangıç maddelerinin toz desenlerinden tamamen farklı olması halinde saf bir Ürünün meydana geldiği ve
- başlangıç maddelerinin toz deseni yansımaları yanında farklı yansımaların bulunması halinde ise başlangıç maddeleri yanında değişik ürün ve/veya ürünlerin oluşturduğu şeklinde yorumlandı.

Reaksiyon Ürününe alt toz deseninin önceden bilinen bir bileşige alt olup olmadığı ASTM İndekslerindeki ve literatürdeki toz diffraksiyon verileri ile karşılaştırılarak tespit edilmeye çalışıldı. Bu yeni yansımalar bilinen bir faza alt değil ise, bu fazı saf olarak elde edebilmek için sıcaklık ve zaman gibi reaksiyon parametreleri yanında bilesimi de değiştirilerek yeni reaksiyonlar denendi. Saf olarak elde edilen Ürünlerin :

- bilesimlerinden emin olmak için kimyasal analizleri yapıldı,
- kristalografik özelliklerini tespit için toz desenleri indislenmeye çalışıldı.

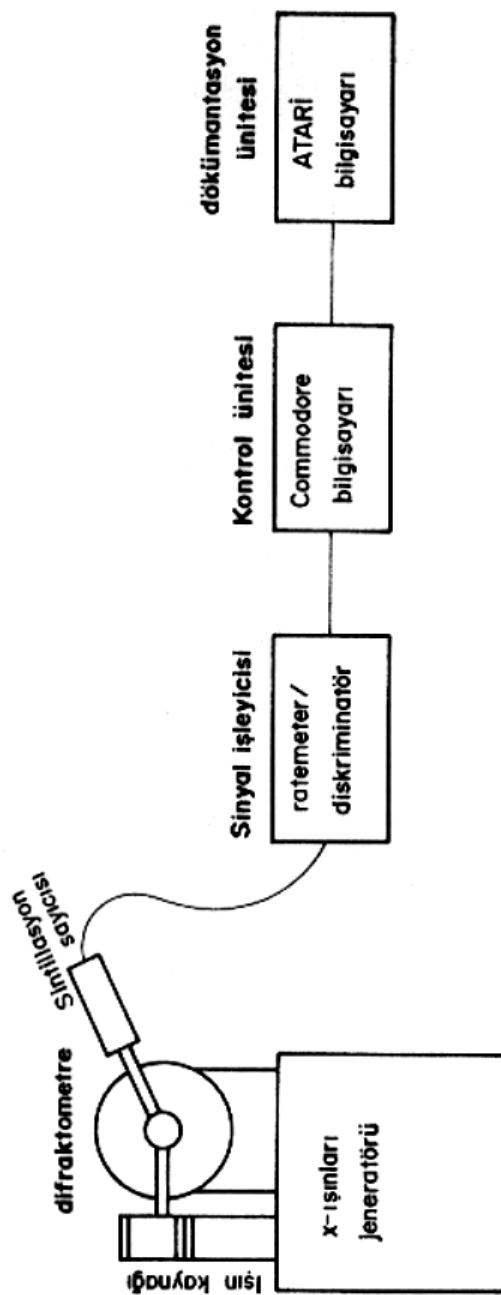
Toz desenlerinin indisleme işlemlerinde "X-Ray Powd." programı kullanılmıştır [17]. Bu program Atari PC bilgisayarları için basic dilinde yazılmış olup indislemenin yanında otomatik ve de manuel olarak yansıma şiddetlerinin hesabında, sıfır noktası ve zemin düzeltmelerinde kullanılabilmektedir.

2.4.2. Toz Difraktometresi

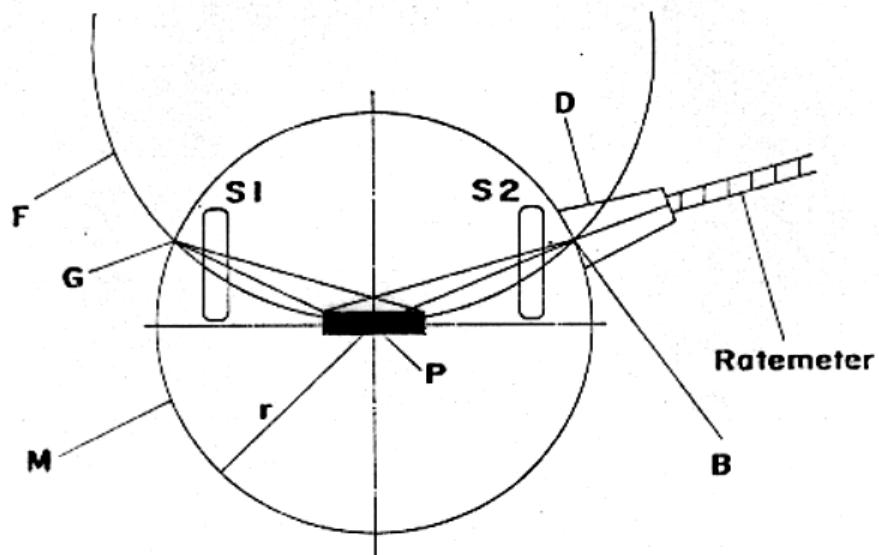
Toz desenlerinin ölçümüleri şekil 2.5'de görülen düzeneğle yapılmıştır. XRD sisteminde kullanılan x-ışınları jeneratörü Philips Marka PW-1010 model olup 20-50 kV ve 6-50 mA aralığında kullanılabilirliktedir. Bu çalışmada ışın kaynağı olarak kullanılan fine focus Cu tüpü 20 mA 40 kV ile beslenmektedir. Sistemin Siemens marka F tipi goniometresi ve Wenzel Elektronik marka sintilasyon sayıcısı bulunmaktadır. Goniometre Ünitesi şekil 2.6'da görülmektedir. Difraktometrede x-ışınlarının odaklama方法u Bragg-Brentano geometresini esas almaktadır. Ayırma gücünü artırmak ve zemin ışımاسının miktarını azaltmak için birinci ışınlar 2.4 mm'lik ve ikinci ışınlar ise 1.0 mm'lik silitlerden geçirilerek mümkün olduğu kadar parel ışın demeti ile çalışılmıştır. Ratemeter, yükseltici ve diskriminatör Üniteleri sayıcıdan gelen elektrik sinyallerini işlemek, yabancı sinyalleri süzmek ve esas sinyalleri yükseltmek için kullanılmıştır. Her üç Ünite sayıcıyı besleyen Wenzel Elektronik marka bir güç kaynağı üzerine monte edilmiştir. Yükselticiden çıkan sinyaller kontrol Ünitesine gönderilerek díjítalleştirilmektedir. Kontrol Ünitesi Commodore marka C-64 model bilgisayar setinden olusmaktadır ve iki amaç için kullanılmaktadır :

- hazırlanan software programı ile motor kontrol Ünitesini ve buna bağlı olarak da stepmotoruna kumanda ederek difraktometreyi çalıştmak,
- yükselticiden gelen elektrik sinyallerini sayısal sekile dönüştürmek [18].

Atari marka bilgisayar setinden oluşan sistem ise ölçüm sonuçlarını değerlendirmek ve dokümentasyonunu sağlamak için kullanılmaktadır [19].



Sekil 2.5. X-ışınları toz diffraksiyon sistemi.



Sekil 2.6. Goniometre Ünitesi.

S1,S2 : Slitler

D : Dedektör

F : Fokuslama yada odaklama cemberi

r : Diffraktometre ekseni yarıçapı

P : Preparat

M : Diffraktometre

G : Isınların diffraktometreye giriş noktası

B : Çıkış noktası

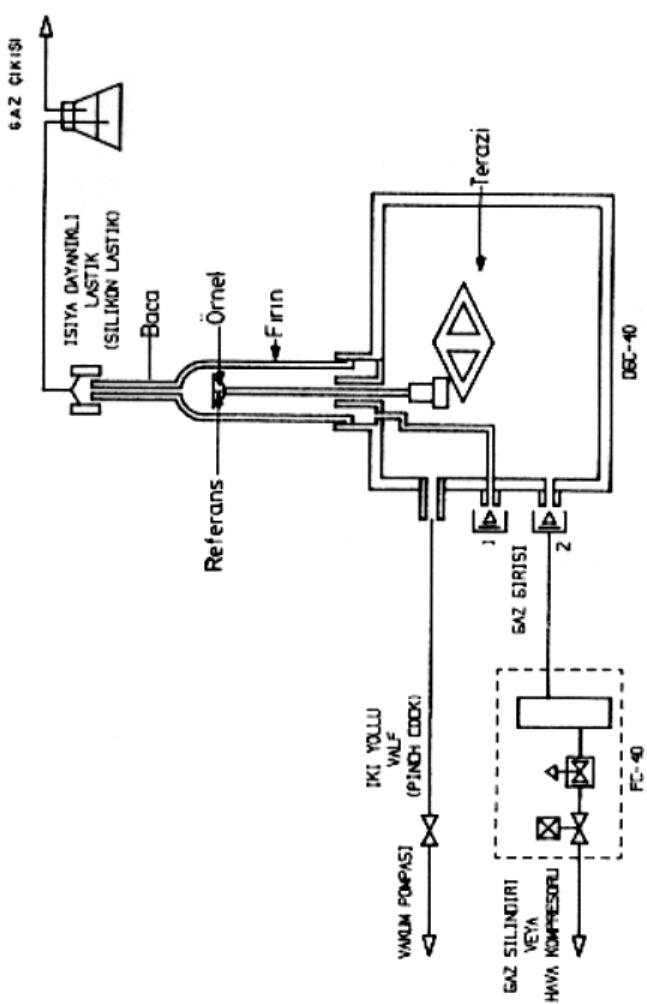
2.4.3. Termal Analiz Çalışmaları

Bileşiklerin termik özelliklerini Shimadzu marka DT-40 model simultan diferansiyel termal analiz (DTA) ve termal gravimetri (TG) sistemi ile incelendi. Kullanılan düzenek şekil 2.7'de görülmektedir. Sistemde sıcaklık kontrolleri için Pt / Pt-Rh (%10) termal çifti kullanılarak 0°C ile 1550°C aralığında çalışılabilmektedir. Örnek kabı olarak platin, referans maddesi olarak da α - Al₂O₃ kullanılmıştır. Sıcaklık çalışmaları ise 25°C ile 1500°C aralığında 10 ile 20 miligram madde miktarları ile yürütüldü. Isıtma ve soğutma hızları 2.5°C/dak ile 10°C/dak olarak seçildi.

2.5. Kimyasal Analizler

2.5.1. Toplam Tellür Tayini

Toplam tellür içeriği yaklaşık 400 mg olacak şekilde alınan örnekler 250 ml'lik balon joje içerisinde 50 ml'lik hidroklorik asit ile çözünürlestirildikten sonra toplam hacim 250 ml oluncaya kadar destille su ile seyreltildi. Bu çözeltiden 50 ml'lik bir kısım 500 ml bir balona kondu ve üzerine 10 ml deristik hidroklorik asit, 10 ml %15'lik hidrazinium hidroklorür ve 25 ml %20'lik sodyum sülfit çözeltisi eklendi. Bu karışım geri soğutucu altında 10 dakika kaynatıldı. Daha sonra 70°C'ye ayarlı su banyosunda iki saat bekletildi. İndirgenen toz halinde metalik tellür sıcak olarak gouch krozesinden (G-4) süzüldü. Cökelek, önce sıcak destille su ile daha sonra da %96'lık etil alkol ile yıkandı. 105°C'de etüvde üç saat bekletilerek kurutulan cökelek, tartılarak toplam tellür miktarı bulundu [20-21].



Şekil 2.7. DTA/TG Ünitesi.

2.5.2. Toplam Bismut Tayini

Tellür tayininde elde edilen süzüntü bismutu içermektedir. Bu süzüntü seyreltik sodyum hidroksit çözeltisi ile nötralleştirildikten sonra üzerine 5 ml doygun sodyum stannat çözeltisi eklendi. Meydana gelen çökelek bir gouch krozesinden (G-4) süzüldü. Elde edilen siyah metalik bismut çökelegi önce destille sıcak su ile daha sonrada %96'lık etilalkol ile yıkandı. 105°C'lik etüvde 3 saat bekletilerek kurutulan siyah çökelek tartılarak toplam bismut miktarı bulundu [22-23].

3. İNCELENEN SİSTEMLER

Karışımalar 500°C sıcaklığında iki saatlik bir ön ısıtma işleminden önce ve sonra homojenliği sağlamak amacıyla ahat havanda soyutıldı. Daha sonra 600°C - 850°C sıcaklıklarında 48 - 84 saat açık atmosferde kül fırınlarında isıl işleme tabii tutuldu. Fırınlama işlemlerinden önce ve sonra tarihlen örneklerin kütle değişimi kontrol edildi.

Çalışmalar sonucunda elde edilen verilerden bizmutrioksit'in 0.000 - 1.000 mol kesri aralığında 6 farklı bölgenin varlığı tespit edildi. Her bir bölge XRD ve DTA/TG çalışmaları açısından ayrı ayrı değerlendirildi.

3.1. $0.000 < \text{X}_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.273$ Aralığı

Tellürioksit miktarlarının fazla olduğu bu bölgede kütle değişiminin 500°C ve 600°C 'de önemli olmadığı; 750°C ve 850°C 'deki fırınlamalarda ise %90'a kadar varan kütle kayıplarının olduğu tespit edildi. Bu kütle kaybının nedeni, DTA/TG çalışmalarından da görüldüğü gibi (Şekil 2.2) tellürioksitin 732.8°C eriyerek bu harlaşmasından kaynaklanmaktadır.

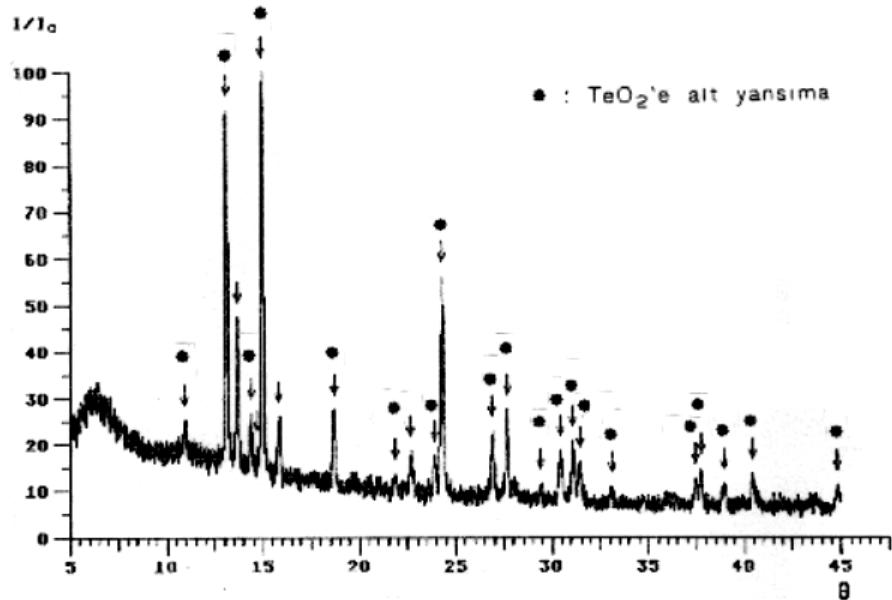
Buharlaşmadan meydana gelen kütle kaybını önlemek için gereken kuars ampulün temin edilememesi nedeni ile daha yüksek sıcaklıklara çıkmamadı. Sonucta bu bölgedeki reaksiyon ürünlerinin kimyasal bileşimlerinin belirlenmesi yanında toz desenlerinin indislenmesi de mümkün olmadı.

Bu bölgedeki karışımın 600°C'deki fırınlama ürünlerinden elde edilen XRD toz desenlerinin incelenmesiyle karışımlarda 0.143 mol kesrine kadar olan aralıkta henüz tepkimeye girmemiş başlangıç maddesi tellürdioksitin yanında bilinmeyen yeni bir fazın ($(Bi-Te-O)_{n1}$) meydana geldiği tespit edildi. 0.143-0.270 aralığında ise ($Bi-Te-O)_{n1}$ 'in yanında stokiyometri ve kristal sistemi bilinmeyen yeni ikinci bir fazın ($(Bi-Te-O)_{n2}$) meydana geldiği görüldü. Bu fazlar literatürde bilinen hiçbir faz ile uyum hâlinde değildir. Bu bölgede yer alan ve mol kesirleri 0.029, 0.083 0.143, 0.250 olan karışımın 600°C'deki tepkime ürünlerinin toz desenleri ve verileri sırası ile şekil 3.1- 3.4'de ve tablo 3.1 -3.4'de verilmektedir. Karışımın toz desenleri üzerinde tellürdioksit'e ait yansımalar "*" simbolu ile işaretlenmiştir. Bu bölgeyi içeren karışımın XRD çalışma sonuçları tablo 3.5' de arada görülmektedir. Ayrıca bu bölgede yer alan diğer karışımın toz desenleri ve verileri Ek-1' de birarada verilmektedir.

Tablo 3.5. $0.000 < X_{Bi_2O_3} < 0.273$ Aralığı XRD sonuçları.

$X_{Bi_2O_3}$	600°C	750°C	850°C
0.010	$TeO_2 + (Bi-Te-O)_{n1}$	b	b
0.029	$TeO_2 + (Bi-Te-O)_{n1}$	b	b
0.067	$TeO_2 + (Bi-Te-O)_{n1}$	b	b
0.083	$TeO_2 + (Bi-Te-O)_{n1}$	b	b
0.100	$TeO_2 + (Bi-Te-O)_{n1}$	b	b
0.143	$TeO_2 + (Bi-Te-O)_{n1}$	b	b
0.200	$(Bi-Te-O)_{n1} + (Bi-Te-O)_{n2}$	b	b
0.250	$(Bi-Te-O)_{n1} + (Bi-Te-O)_{n2}$	b	b

b: Buharlaşma



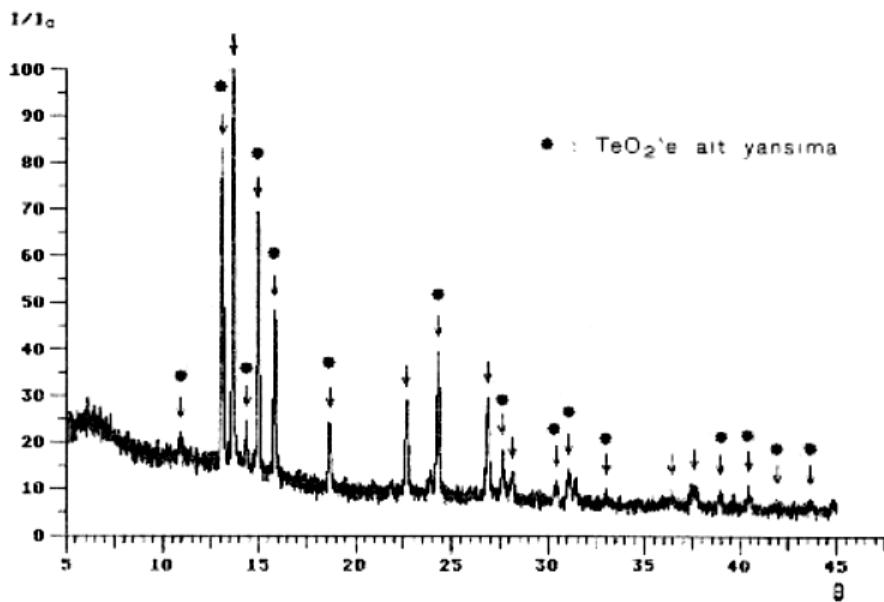
Sekil 3.1. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.029$ olan karışımın toz deseni.

Tablo 3.1. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.029$ olan karışımın XRD verileri.

No	I/I_0	θ	d [Å]	
1	5	10.92	4.065	•
2	85	13.07	3.404	•
3	36	13.64	3.265	
4	9	14.35	3.106	•
5	1	14.70	3.035	
6	100	14.95	2.984	•
7	12	15.81	2.827	
8	19	18.67	2.405	•
9	5	21.84	2.070	•
10	8	22.66	1.998	
11	7	23.88	1.902	•
12	61	24.28	1.872	•
13	18	26.91	1.701	•
14	21	27.64	1.660	•
15	1	29.37	1.570	•
16	12	30.42	1.521	•

Table 3.1'in devamı.

No	I/I _o	θ	d cm
17	14	31.08	1.491*
18	9	31.41	1.478*
19	3	33.06	1.411*
20	6	37.42	1.267*
21	7	37.71	1.259*
22	7	38.92	1.226*
23	8	40.42	1.188*
24	7	44.81	1.093*



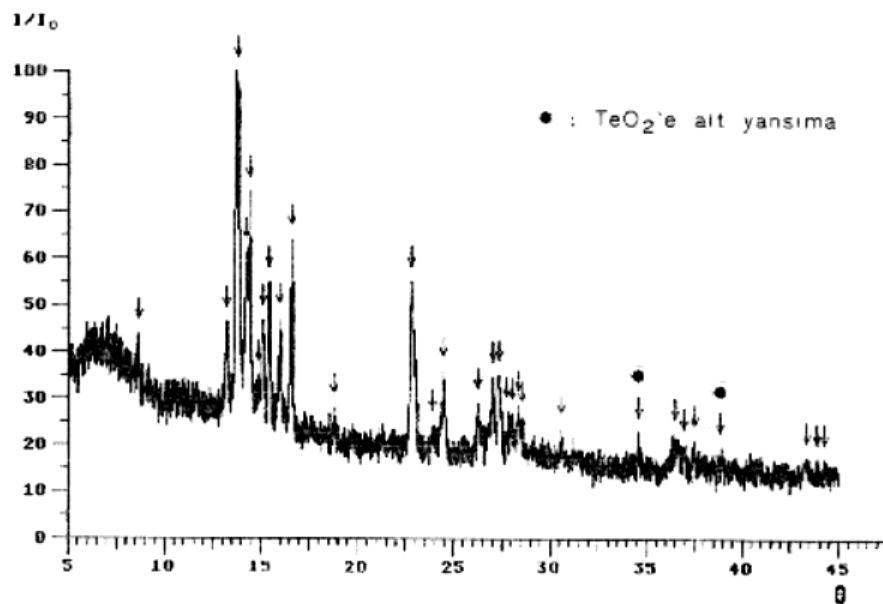
Sekil 3.2. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.083$ olan karışının toz deseni.

Tablo 3.2. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.083$ olan karışının XRD verileri.

No	I/I_0	θ	$d [Å]$
1	3	10.90	4.072*
2	75	13.08	3.401*
3	100	13.64	3.264
4	6	14.34	3.108*
5	71	14.95	2.985*
6	44	15.80	2.827*
7	12	18.68	2.404*
8	27	22.65	1.999
9	38	24.29	1.872*
10	27	26.88	1.703
11	12	27.62	1.661*
12	7	28.17	1.631
13	8	30.40	1.522*
14	7	31.06	1.493*
15	4	33.01	1.413*
16	2	36.41	1.297

Tablo 3.2'nin devamı.

No	I/I_o	Θ	d [Å]
17	17	37.60	1.262
18	5	38.94	1.225*
19	7	40.43	1.187*
20	2	41.92	1.152*
21	4	43.67	1.115*



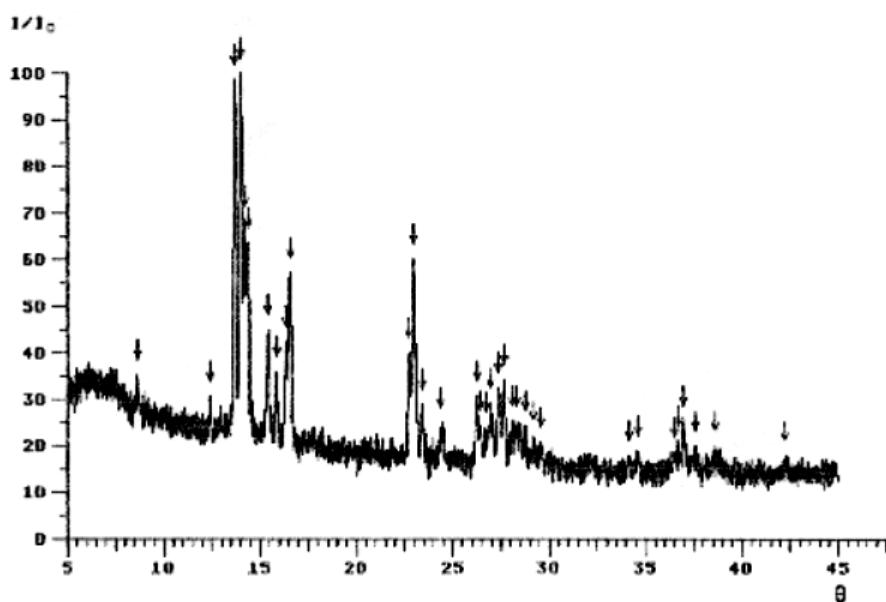
Sekil 3.3. 600°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.143$ olan karışımın toz deseni.

Tablo 3.3. 600°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.143$ olan karışımın XRD verileri.

No	I/I_0	θ	d [Å]
1	3	8.60	5.148
2	16	13.20	3.373
3	100	13.72	3.247
4	23	14.20	3.140
5	33	14.37	3.102
6	3	14.82	3.011
7	11	15.06	2.963
8	17	15.42	2.896
9	13	15.94	2.804
10	25	16.57	2.699
11	5	18.80	2.390
12	44	22.82	1.986
13	6	23.91	1.900
14	11	24.45	1.860
15	2	26.23	1.742
16	9	27.05	1.693

Tablo 3.3'ün devamı.

No	I/I_o	θ	d (Å)
17	11	27.34	1.677
18	2	27.75	1.654
19	3	28.04	1.638
20	5	28.37	1.620
21	2	28.56	1.610
22	5	30.57	1.514
23	7	34.60	1.356*
24	13	36.44	1.296
25	6	36.98	1.280
26	7	37.47	1.266
27	6	38.87	1.227*
28	8	43.34	1.122
29	3	43.91	1.110
30	2	44.28	1.103



Sekil 3.4. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.250$ olan karışımın toz deseni.

Tablo 3.4. 600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.250$ olan karışımın XRD verileri.

No	I/I_0	θ	d [Å]
1	4	8.58	5.157
2	9	12.38	3.590
3	92	13.66	3.260
4	100	13.97	3.189
5	51	14.18	3.142
6	46	14.34	3.109
7	29	15.40	2.900
8	15	15.83	2.823
9	25	16.35	2.735
10	51	16.54	2.705
11	27	22.74	1.992
12	70	22.97	1.973
13	13	23.38	1.940
14	12	24.40	1.864
15	13	26.22	1.743
16	3	26.40	1.732

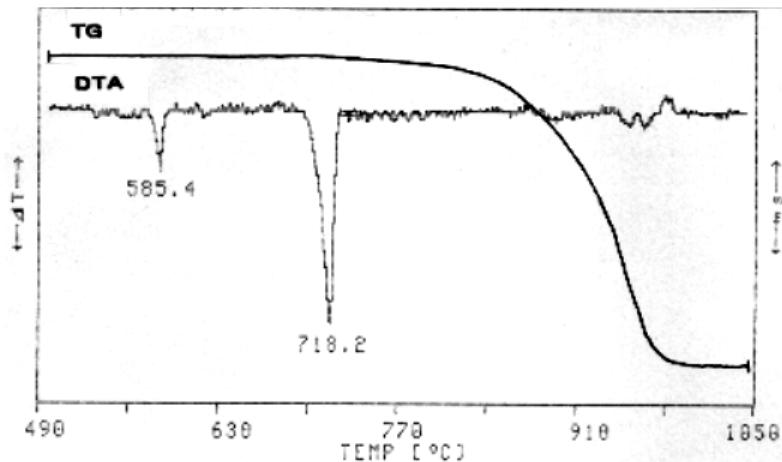
Tablo 3.4'ün devamı.

No	I/I _o	θ	d [Å]
17	3	26.73	1.712
18	14	26.97	1.698
19	21	27.37	1.675
20	18	27.63	1.660
21	7	28.04	1.638
22	6	28.26	1.626
23	9	28.74	1.601
24	9	29.20	1.578
25	6	29.57	1.560
26	4	34.10	1.374
27	10	34.55	1.358
28	3	36.50	1.295
29	5	36.68	1.289
30	15	36.98	1.280
31	13	37.58	1.262
32	18	38.64	1.233
33	11	42.25	1.145

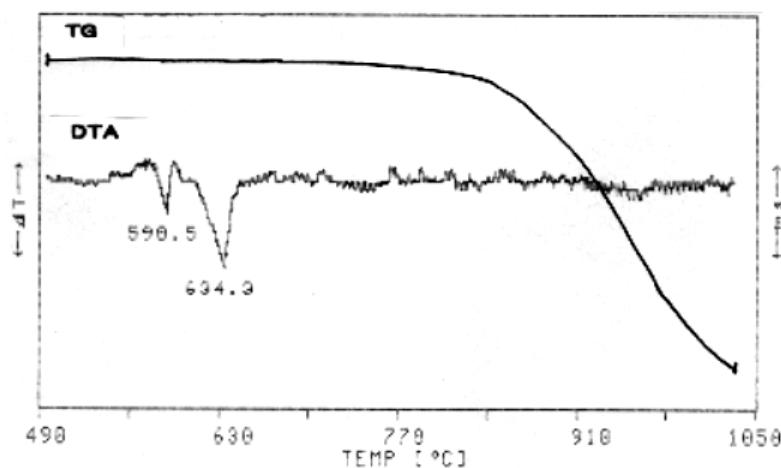
Bu bölgede yapılan termal incelemelerde iki adet endotermik pik gözlendi. Bu piklerden birincisi Bi-Te-O'den oluşan $((Bi-Te-O)_{n1})$ stokiyometrisi bilinmeyen fazın erime noktasına aittir. 0.143 mol kesrine kadar olan araliktaki ikinci endotermik pik ise ortamda henüz tepkimeye girmeyen TeO_2 'ın erime noktası pikidir. 0.143-0.270 aralığında gözlenen ikinci endotermik pikin ise artık saf TeO_2 'ın erime noktasına ait olmadığı, oluşan yeni $((Bi-Te-O)_{n2})$ fazının erime noktası pikti olduğunu diagramlardaki ikinci pikin, saf TeO_2 'ın erime noktasından daha yüksek sıcaklıklarda ortaya çıkmasından anlaşılmaktadır. Bu araliktaki DTA/TG çalışma sonuçları şekil 3.5-3.9'dadır. Bu örnekler üzerinde yapılan DTA/TG soguma çalışmalarında da, daha önce gözlenen piklerin yaklaşık aynı sıcaklıklarda ekzotermik olarak tekrar ortaya çıkması şekil 3.10'dan da görüldüğü gibi bu piklerin erime pikleri olması olasılığını artırmaktadır. Bu araliktaki karışımların yapılan termal incelemelerinden elde edilen sonuçlar tablo 3.6'da bir arada verilmektedir.

Tablo 3.6. $0.000 < X_{Bi_2O_3} < 0.273$ aralığı DTA/TG verileri.

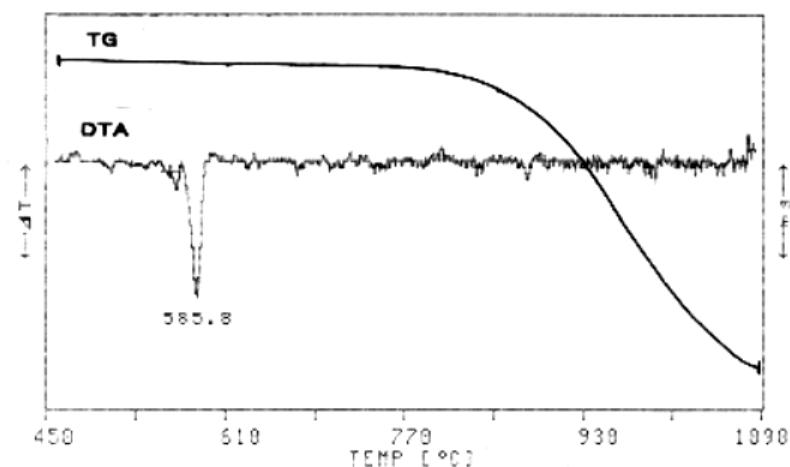
$X_{Bi_2O_3}$	1. Endotermik Pik Erime Noktası [°C] $(Bi-Te-O)_{n1}$	2. Endotermik Pik Erime Noktası [°C] $(Bi-Te-O)_{n2}$	TeO_2	Buharlaşma Başlangıç Sıcaklığı [°C]
0.010	585.4	-	718.2	800.0
0.100	590.5	-	634.3	795.1
0.143	585.8	-	585.8	790.0
0.200	585.8	635.1	-	836.6
0.250	563.3	643.8	-	840.3



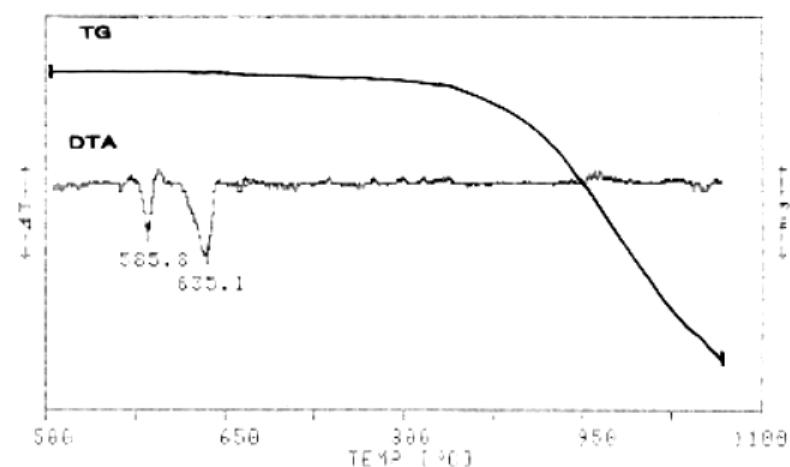
Sekil 3.5. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.010$ olan karışımın DTA/TG diagramı.



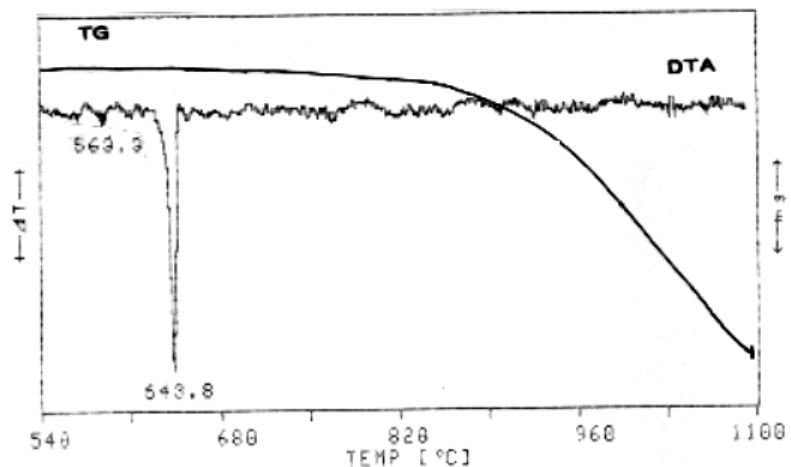
Sekil 3.6. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.100$ olan karışımın DTA/TG diagramı.



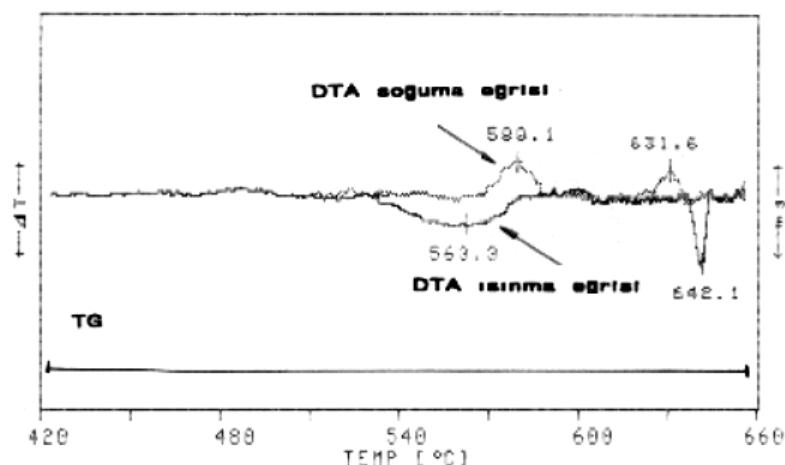
Sekil 3.7. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.143$ olan karışımın DTA/TG diagramı.



Sekil 3.8. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.200$ olan karışımın DTA/TG diagramı.



Sekil 3.9. $X_{Bi_2O_3} = 0.250$ olan karisimin DTA/TG diagrami.



Sekil 3.10. $X_{Bi_2O_3} = 0.250$ olan karisimin geri sogumali DTA/TG diagrami.

3.2. $0.273 < X_{Bi_2O_3} < 0.471$ Aralığı

Bu bölgede $600^{\circ}C$ 'deki tepkimelerde ürünlerin XRD incelemeleri saf bir ürünün oluşmadığını gösterdi.

$700^{\circ}C$ 'de yapılan tepkimelerde ise yansımada desenlere bizmutrioksitin tetragonal fazına ($\beta\text{-}Bi_2O_3$) benzeyen, ancak yansımada profilleri kristalleşmenin tamamlanmadığını gösteren toz desenleri elde edildi. Fakat bu desenler değerlendirilecek kalitede değildi.

Sıcaklık $750^{\circ}C$ 'ye yükseltildiğinde tepkime ürünlerinin hepsinin $\beta\text{-}Bi_2O_3$ tipinde kristalleşen bir katı çözelti bölgесine alt olduğu XRD incelemesi sonucunda tespit edildi. Elde edilen bütün ürünlerin toz desenleri tam olarak tetragonal kristal sisteminde indislendi. Bu bölgede yer alan ve $750^{\circ}C$ 'de 48 saat fırınlanan ürünlerin ($X_{Bi_2O_3} = 0.375, 0.444$) toz desenleri ve verileri sırası ile şekil 3.11-3.12'de ve tablo 3.7-3.8'dedir.

$750^{\circ}C$ 'deki fırınlamalardan elde edilen bu bölgeye alt tetragonal kristal sistemdeki hücre parametreleri, tablo 3.9'da toplu olarak verilmektedir. Mol kesirlerine karşılık birim hücre parametrelerindeki değişim, şekil 3.13'deki ve şekil 3.14'deki grafiklerde görülmektedir. Hücre parametrelerindeki değişim grafigine bakılacak olursa bizmut miktarı arttıkça a ve c parametrelerinde de artış olduğu görülmektedir; bu da katı çözeltinin varlığına bir işarettedir. Hücrenin eklenen bizmut miktarına bağlı olarak c yönünde büyüğüğü tespit edilmektedir. Bölgeye alt $750^{\circ}C$ 'deki fırınlama ürünlerinin toz desenleri ve verileri Ek-2'de birarada verilmektedir.

Tablo 3.9. $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ Aralığı Hücre Parametreleri.

$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	Hücre parametreleri (750°C)			Hücre parametreleri (850°C)		
	a [\AA]	c [\AA]	V [\AA^3]	a [\AA]	c [\AA]	V [\AA^3]
0.273	7.766	5.719	344.964	-	-	-
0.300	7.780	5.705	345.428	7.768	5.759	347.622
0.315	7.787	5.706	346.067	7.767	5.765	347.932
0.333	7.782	5.718	346.424	7.769	5.769	348.270
0.364	7.791	5.717	347.061	7.771	5.776	348.853
0.375	7.783	5.734	347.357	7.764	5.791	349.176
0.380	7.789	5.727	347.516	7.777	5.774	349.257
0.429	7.764	5.767	347.757	7.772	5.784	349.501
0.438	7.777	5.769	349.266	7.780	5.788	350.413
0.444	7.773	5.773	348.935	7.778	5.794	350.594
0.449	7.778	5.779	349.686	7.777	5.793	350.449
0.456	7.779	5.778	349.766	7.772	5.797	350.248
0.462	7.780	5.788	350.455	7.778	5.796	350.693
0.467	7.780	5.783	350.071	7.782	5.796	351.096
0.471	7.785	5.793	351.155	7.778	5.798	350.862

Sıcaklık 850°C 'ye yükseltildiğinde 0.273 karışımının buharlaştığı gözlenirken diğer karışımalar yine $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde indislenebilirlerdir. Bu bölgede yer alan ve 850°C 'de 48 saat fırınlanan $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.375$, 0.444 ürünlerinin toz desenleri ve verileri sırasıyla şekil 3.15, 3.16'da ve tablo 3.10-3.11'dedir.

850°C 'deki fırınlamalarda elde edilen ve tetragonal sisteminde kristalleşen ürünlerin hücre parametreleri tablo 3.9'da toplu olarak verilmektedir. Hücre parametrelerinin mol kesirlerine göre değişimi şekil 3.17'de ve şekil 3.18'de görülmektedir. Şekle göre eklenen bizmut miktarı artıkça a ve c parametreleri de artış göstermektedir. Bu artış a parametresinde c parametresine göre çok azdır.

Bölgeye alt 850°C 'deki fırınlama ürünlerinin toz desenleri ve bunlara ait veriler Ek-3'de birarada verilmektedir.

Bu bölgeden alınan örneklerin kimyasal analiz sonuçları ise tablo 3.12.a ve b'dedir.

Tablo 3.12.a. $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığı kimyasal analiz sonuçları.

$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	Bismut (g)			
Teorik	Deneysel \bar{X}	Standart Sapma	% Basılı Hata	
0.300	0.0469	0.0461	$1.41 \cdot 10^{-4}$	1.71
0.333	0.0187	0.0182	$8.17 \cdot 10^{-5}$	2.67
0.357	0.0693	0.0685	$1.41 \cdot 10^{-4}$	1.15
0.466	0.0163	0.0158	$1.63 \cdot 10^{-4}$	3.07
0.471	0.0363	0.0357	$2.16 \cdot 10^{-4}$	1.65

N: 4

Tablo 3.12.b. $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığı kimyasal analiz sonuçları.

$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	Toplam Tellür (g)			
Teorik	Deneysel \bar{X}	Standart Sapma	% Basılı Hata	
0.300	0.0334	0.0327	$2.16 \cdot 10^{-4}$	2.09
0.333	0.0114	0.0109	$2.16 \cdot 10^{-4}$	4.39
0.357	0.0381	0.0371	$1.41 \cdot 10^{-4}$	2.62
0.466	0.0132	0.0129	$2.16 \cdot 10^{-4}$	2.27
0.471	0.0125	0.0119	$8.17 \cdot 10^{-5}$	4.80

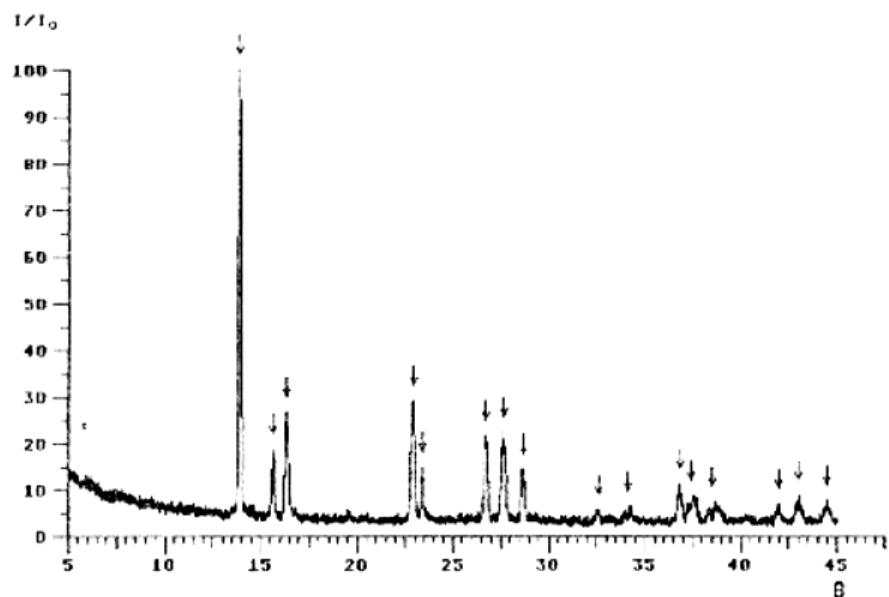
N:4

Bu bölgede yapılan termal incelemeler de 820°C ye kadar ürünlerin herhangi bir termal değişikliğe uğramadığını göstermektedir. Bu bölgedeki $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.273$ ve 0.333 olan örneklerin DTA/TG diyalogamları şekil 3.19 ve 3.20'dedir. Bölgede yapılan DTA/TG incelemelerinde iki endotermik pik gözlendi. DTA/TG soguma incelemelerinde şekil 3.21 ve 3.22'de görüldüğü gibi mol kesirleri 0.333 ve 0.455 olan örneklerde birinci pikin tetragonalden faz dönüşüm pikti, ikinci pikin ise oluşan bu fazın erime pikti olduğu anlaşmaktadır. Tetragonal fazdan kararsız yüksek sıcaklık fazına dönünen örneğin bu fazının tespiti için faz dönüşüm sıcaklığında yapılan ani soğutma işlemlerinden sonra faz oda sıcaklığında korunmadığından bu fazın kristal sistemi belirlenmemiştir. Maddelerin TG diyalogları maddenin erken hızla buharlaştığını göstermektedir.

Bölgelerin termografik sonuçları toplu olarak tablo 3.13'de görülmektedir. Bu aralıktaki diğer örneklerin DTA/TG diagramları Ek -4'dedir.

Tablo 3.13. $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ Aralığı termografik sonuçları

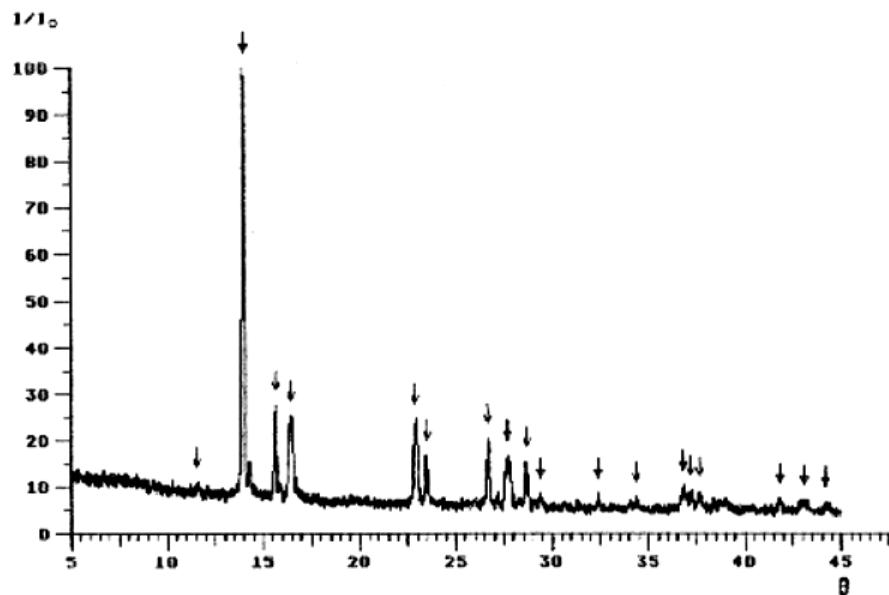
$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	1. Endotermik Pik [°C]	2. Endotermik Pik [°C]	Buharlaşma Sıcaklığı [°C]
0.273	826.0	846.0	850.2
0.333	828.6	881.9	881.9
0.375	826.1	887.3	887.3
0.455	835.4	899.3	899.3
0.467	834.3	904.2	904.2



Sekil 3.11. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.375$ 'in toz deseni.

Tablo 3.7. 750°C 'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.375$ 'in XRD verileri.

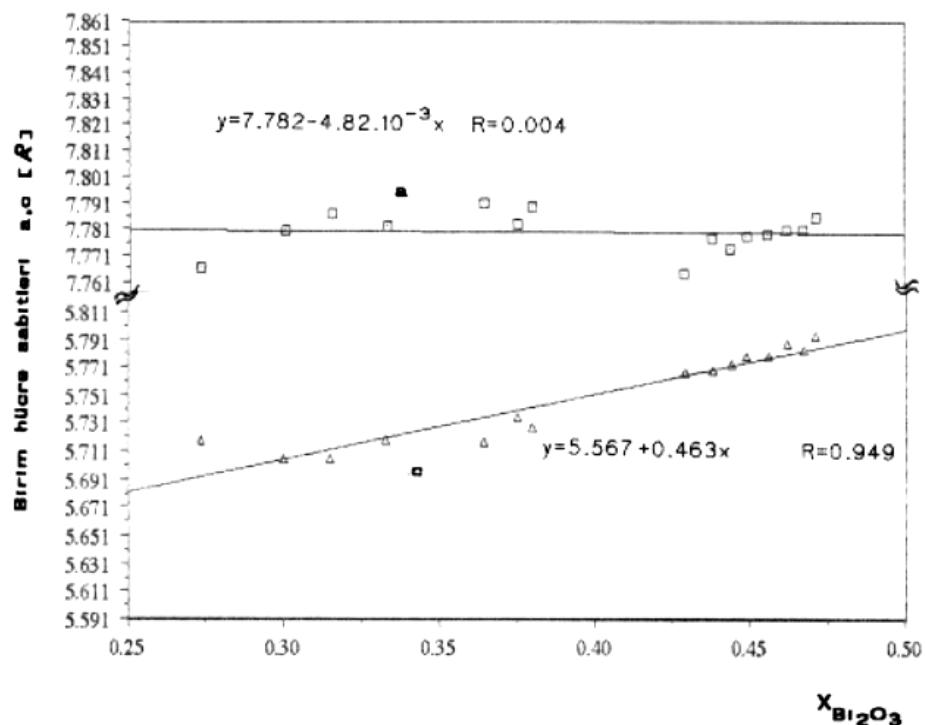
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.83	13.84	2	0	1	3.221	3.220
17	15.56	15.58	0	0	2	2.870	2.867
35	16.25	16.25	2	2	0	2.751	2.751
37	22.83	22.83	2	2	2	1.984	1.985
10	23.31	23.32	4	0	0	1.946	1.945
26	26.66	26.67	2	0	3	1.716	1.715
35	27.54	27.55	4	2	1	1.665	1.665
13	28.57	28.58	4	0	2	1.610	1.610
2	32.51	32.50	0	0	4	1.433	1.433
6	34.05	34.04	4	4	0	1.375	1.375
12	36.77	36.76	4	2	3	1.286	1.286
9	37.30	37.29	2	2	4	1.271	1.271
18	38.45	38.45	3	1	4	1.238	1.238
19	41.87	41.86	4	0	4	1.153	1.154
12	42.92	42.93	6	2	2	1.131	1.130
11	44.42	44.44	2	0	5	1.100	1.100



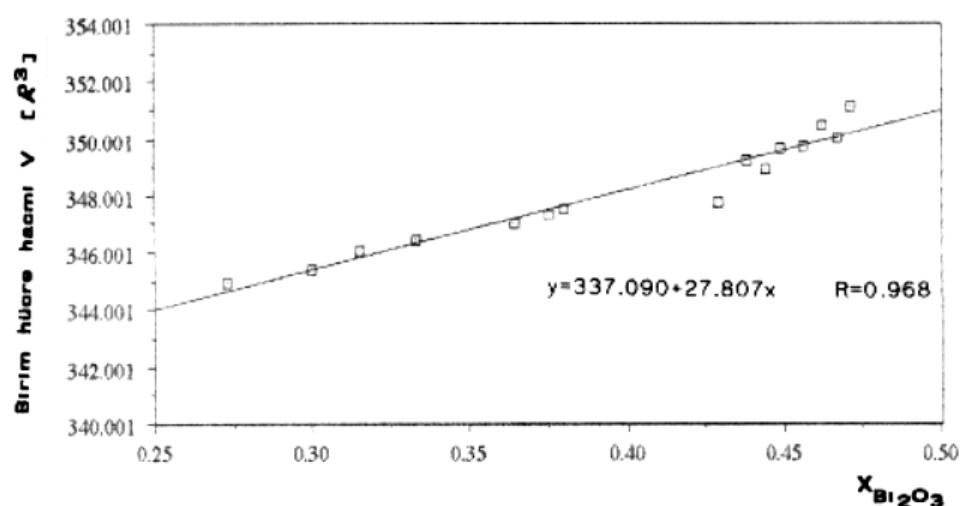
Sekil 3.12 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.444$ 'ün toz deseni.

Tablo 3.8. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.444$ 'ün XRD verileri.

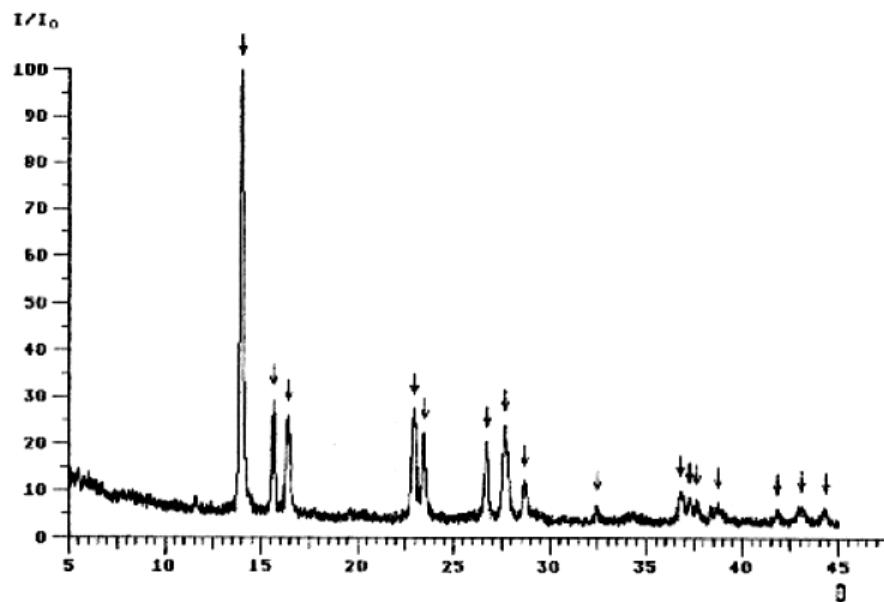
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}} [\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}} [\text{\AA}]$
2	11.42	11.43	2	0	0	3.888	3.887
100	13.80	13.82	2	0	1	3.227	3.224
19	15.45	15.47	0	0	2	2.889	2.886
28	16.26	16.27	2	2	0	2.750	2.748
26	22.76	22.76	2	2	2	1.990	1.990
10	23.35	23.35	4	0	0	1.943	1.943
16	26.53	26.52	2	0	3	1.724	1.724
21	27.56	27.56	4	2	1	1.664	1.664
9	28.54	28.54	4	0	2	1.612	1.612
2	29.25	29.24	2	2	3	1.576	1.576
2	32.26	32.25	0	0	4	1.443	1.443
2	34.25	34.24	4	3	2	1.368	1.368
6	36.67	36.66	4	2	3	1.289	1.290
3	37.07	37.06	2	2	4	1.277	1.277
4	37.54	37.53	6	0	1	1.264	1.264
4	41.66	41.65	6	3	0	1.158	1.158
9	42.91	42.93	6	2	2	1.131	1.130
4	44.08	44.09	2	0	5	1.107	1.106



Sekil 3.13. $0.273 < x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.471$ aralığında $750^{\circ}\text{C}'de$ elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafiği.



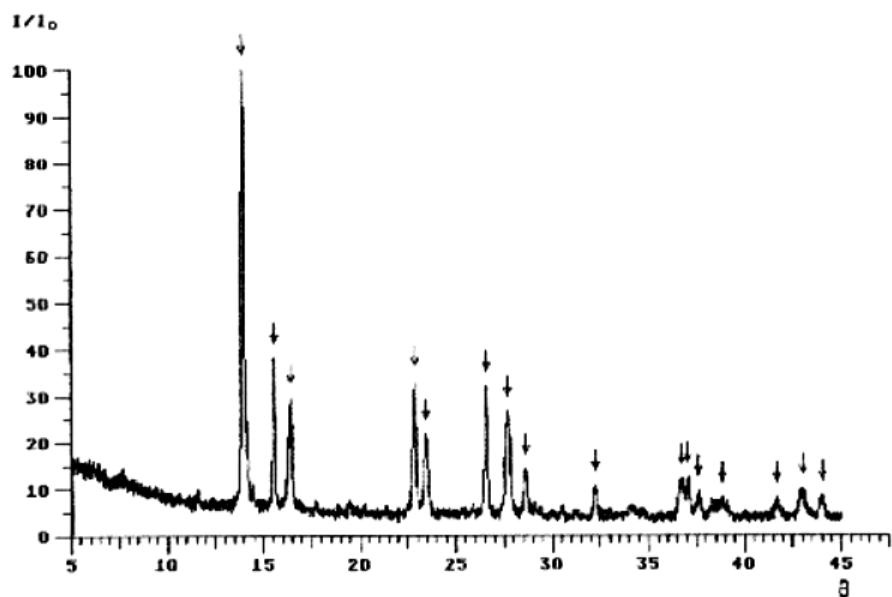
Sekil 3.14. $0.273 \leq x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığında 750°C de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafiği.



Sekil 3.15. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.375$ 'in toz deseni.

Tablo 3.10. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.375$ 'in XRD verileri.

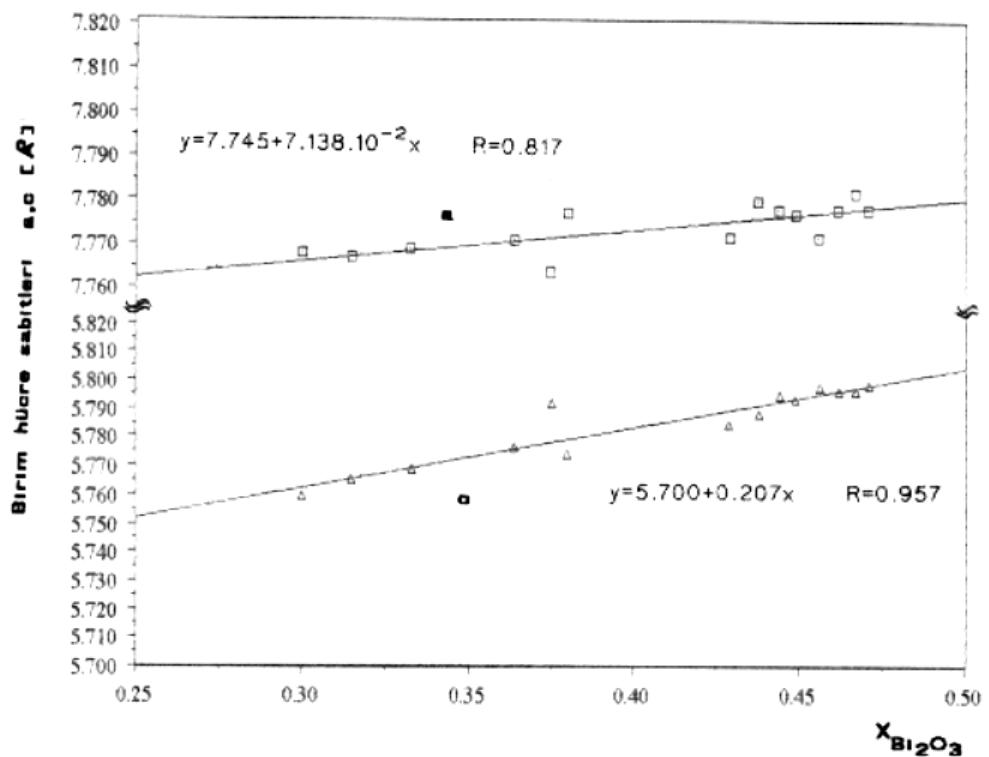
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.84	13.83	2	0	1	3.219	3.220
22	15.52	15.51	0	0	2	2.878	2.879
27	16.30	16.28	2	2	0	2.744	2.746
32	22.80	22.80	2	2	2	1.987	1.987
22	23.37	23.36	4	0	0	1.941	1.942
18	26.58	26.58	2	0	3	1.721	1.721
34	27.58	27.59	4	2	1	1.663	1.663
8	28.57	28.57	4	0	2	1.610	1.610
2	32.33	32.34	0	0	4	1.440	1.439
6	36.72	36.72	4	2	3	1.288	1.288
2	37.14	37.15	2	2	4	1.275	1.275
4	37.56	37.57	6	0	1	1.263	1.263
13	41.74	41.75	4	0	4	1.156	1.156
9	42.98	42.98	6	2	2	1.129	1.129
6	44.24	44.22	2	0	5	1.104	1.104



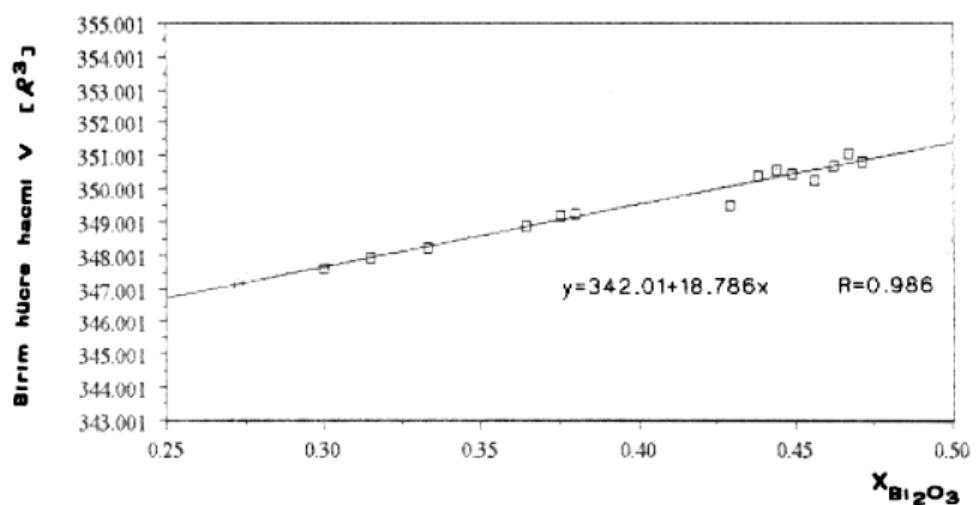
Sekil 3.16. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.444$ 'ün toz deseni.

Tablo 3.11. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.444$ 'ün XRD verileri.

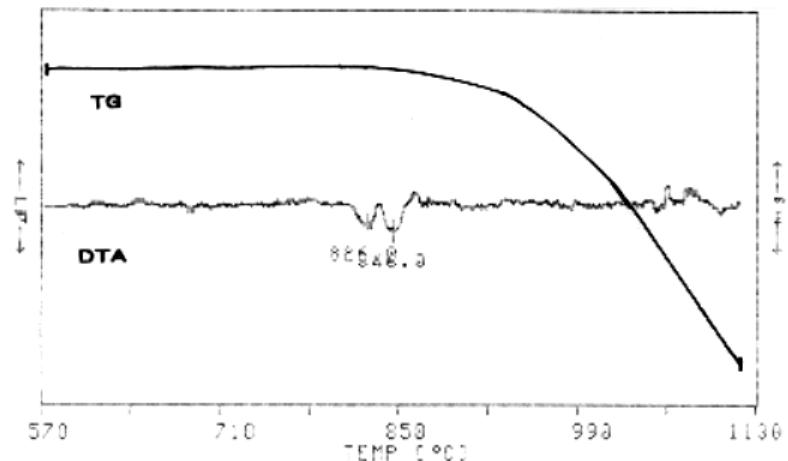
I/I_0	$\Theta_{göz}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz}[\text{\AA}]$	$d_{hes}[\text{\AA}]$
100	13.79	13.80	2	0	1	3.229	3.229
28	15.42	15.41	0	0	2	2.897	2.897
30	16.26	16.26	2	2	0	2.750	2.750
29	16.44	16.44	2	2	2	1.994	1.994
20	23.33	23.33	4	0	0	1.945	1.944
31	26.44	26.44	2	0	3	1.729	1.729
41	27.53	27.54	4	2	1	1.666	1.665
8	28.49	28.49	4	0	2	1.614	1.614
6	32.13	32.12	0	0	4	1.448	1.448
7	36.58	36.58	4	2	3	1.292	1.292
5	37.50	37.50	6	0	1	1.265	1.265
7	38.77	38.77	6	2	0	1.230	1.229
1	41.55	41.53	4	0	4	1.161	1.161
13	42.87	42.87	6	2	2	1.132	1.132
6	43.89	43.91	2	0	5	1.110	1.110



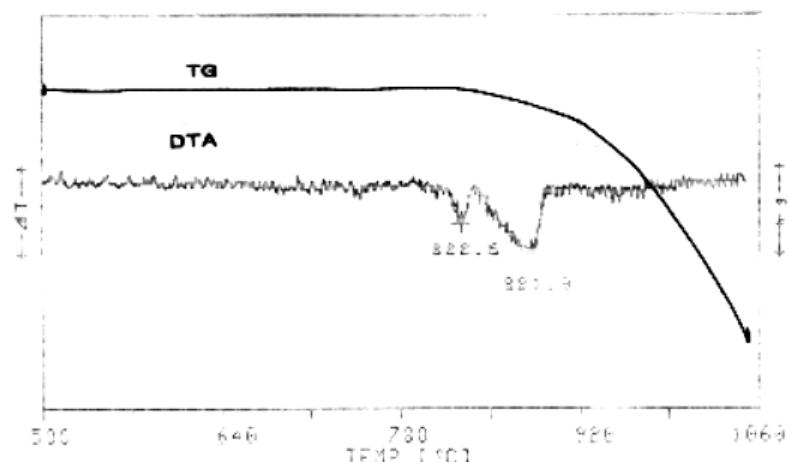
Sekil 3.17. $0.273 \leq x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafiği.



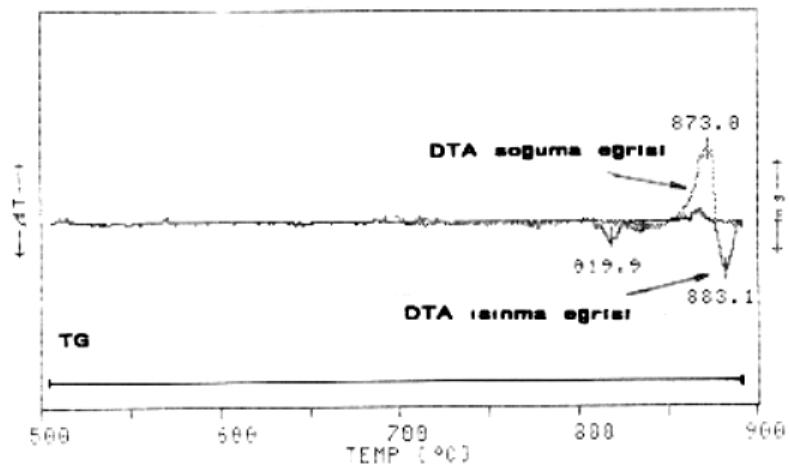
Sekil 3.18. $0.273 \leq X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.471$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesinine bağlı grafiği.



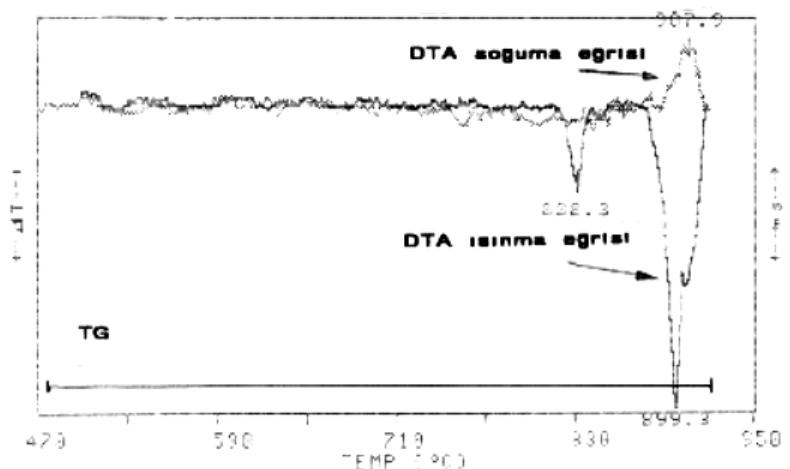
Sekil 3.19 $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.273$ olan ürünün DTA/TG diagramı.



Sekil 3.20 $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.333$ olan ürünün DTA/TG diagramı.



Sekil 3.21. $X_{Bi_2O_3} = 0.333$ olan ürünün geri soğumalı DTA/TG diagramı.



Sekil 3.22. $X_{Bi_2O_3} = 0.455$ olan ürünün geri soğumalı DTA/TG diagramı.

3.3. $0.471 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.615$ Aralığı

Bu bölgede 600°C ve 700°C de yapılan tepkimelerin hiçbirinde yeni bir ürün elde edilemedi.

750°C sıcaklığındaki ıslı işlemenin elde edilen örneklerin toz deseni verilerinden ortorombik bir sistem ve yanında yeni faz(lar) bulunduğu görüldü. Fakat bu faz(lar) literatürde bilinen fazlar dan biri değildi.

850°C de elde edilen örneklerin toz deseni verilerinden ortorombik kristal sisteminde bir kristal ve onun yanında muhtemelen $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde ikinci bir fazın olduğu düşünülmektedir. Bu fazların ürün içindeki miktarları başlangıç karışımının durumuna göre azalmaktır veya artmaktadır. Bu bölgede yer alan ($X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} 0.500 - 0.583$) ürünlerin toz desenleri ve verileri sırasıyla şekil 3.23-3.27'de ve tablo 3.14-3.18'dedir. Ortorombik birim hücre parametreleri tablo-3.19'da, birim hücre parametrelerinin mol kesirlerine göre değişimi şekil 3.28'de ve şekil 3.29'daki grafiklerdedir. Hücre parametrelerindeki değişim grafigine bakılacak olursa artan bizmut miktarıyla a, b ve c parametrelerinde artış olduğu görülmektedir. a ve b parametresindeki artış c parametresi ile karşılaştırılacak olursa çok azdır. Hücre bizmut miktarına bağlı olarak yine c yönünde büyümektedir.

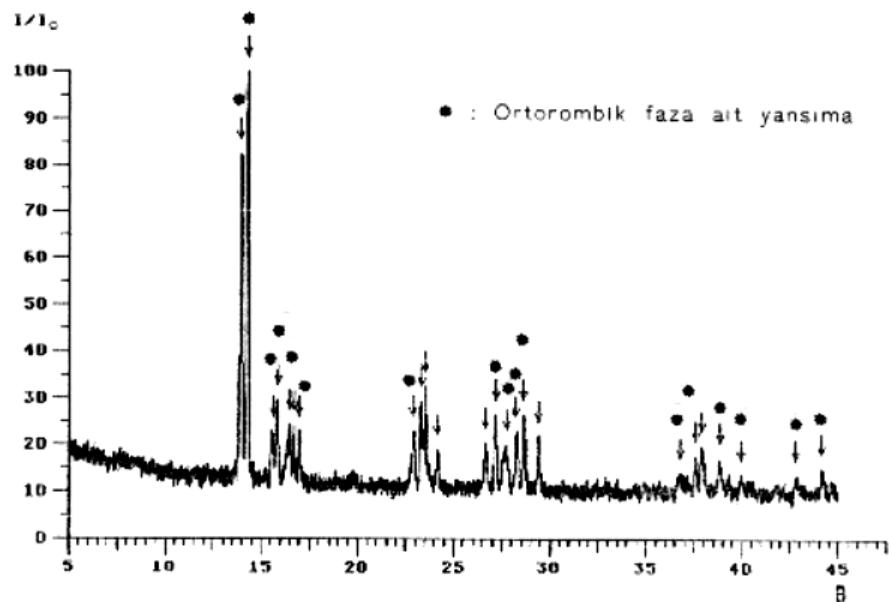
Tablo 3.19. $0.471 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.615$ Aralığında 850°C de elde edilen katı çözeltinin hücre parametreleri.

$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	Hücre parametreleri			
	a [\AA]	b [\AA]	c [\AA]	V [\AA^3]
0.500	16.620	5.566	11.636	1076.638
0.529	16.904	5.635	11.825	1126.641
0.533	16.922	5.618	11.792	1121.190
0.538	16.933	5.621	11.803	1123.583
0.583	17.147	5.690	11.966	1167.677

Yapılan DTA/TG çalışmalarında bir önceki bölümde görülen iki endotermik pik bu bölgede de gözlandı. Sekil 3.30 ve 3.31'de görüldüğü gibi bölgede oluşan karışımın, bir önceki bölgedeki gibi yaklaşık 843°C civarında verdiği endotermik pikten yine karşılık yüksek sıcaklık fazına dönüştüğü tespit edildi. İkinci pik ise oluşan bu fazın erime pikidir. Yine bu bölgede ürünlerin erimesi ile birlikte buharlaşmaya başladığı TG eğrilerinden görülmektedir. Bölgenin termografik sonuçları toplu olarak tablo 3.20'de görülmektedir. Bu aralıktaki diğer örneklerin DTA/TG diagrameları Ek-5'de bir arada verilmiştir.

Tablo 3.20. $0.471 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.615$ Aralığı termografik sonuçları.

$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	1. Endotermik Pik [$^{\circ}\text{C}$]	2. Endotermik Pik [$^{\circ}\text{C}$]	Buharlaşma Başlangıç Sıcaklığı [$^{\circ}\text{C}$]
0.500	842.3	914.1	914.1
0.529	842.1	920.1	920.1
0.533	840.1	920.0	920.0
0.538	845.5	926.6	926.6
0.583	845.9	927.5	927.5



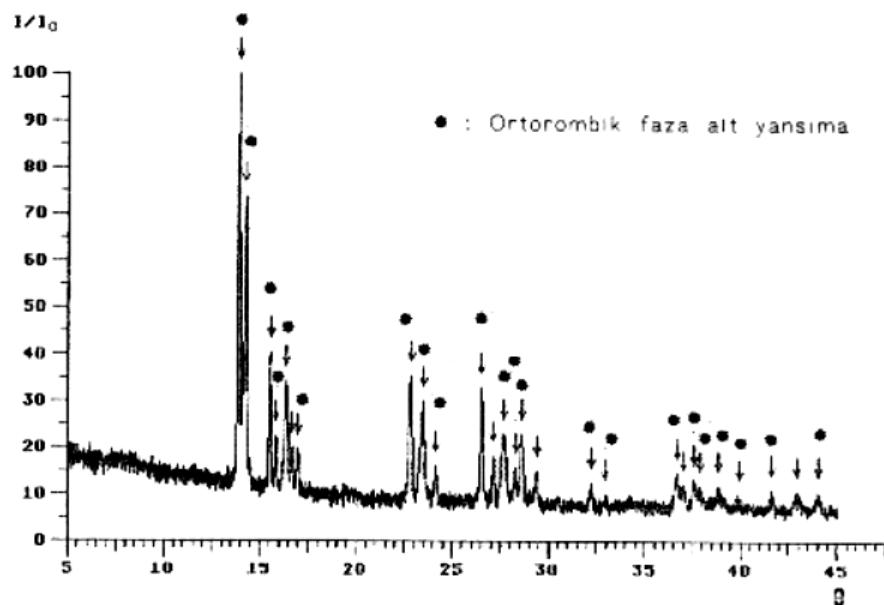
Sekil 3.23. 850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.500$ 'in toz deseni.

Tablo 3.14. 850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.500$ 'ün XRD verileri.

I/I_0	θ_{goz}	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{goz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
83	13.67	13.68	3	1	2	3.257	3.254 ●
100	14.02	14.02	3	0	3	3.179	3.177 ●
13	15.35	15.35	0	0	4	2.909	2.909 ●
20	15.58	15.59	1	0	4	2.866	2.865
20	16.21	16.20	3	1	3	2.759	2.759
6	16.45					2.719	
14	16.75	16.75	1	2	1	2.672	2.671 ●
19	22.63	22.62	3	1	5	2.001	2.002 ●
21	23.05					1.967	
24	23.25					1.951	
10	23.89					1.901	
11	26.41					1.731	
19	26.95	26.955	3	2	5	1.699	1.699 ●
28	27.49	27.514	9	0	3	1.668	1.667 ●
14	28.01	27.996	2	3	3	1.640	1.641 ●
20	28.39	28.386	5	3	0	1.619	1.620 ●
16	29.15					1.581	
14	36.54	36.533	2	4	3	1.293	1.294 ●
10	37.33	37.339	12	1	3	1.270	1.270 ●

Tablo 3.14'ün devamı.

I/I_o	$\Theta_{göz}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz[\text{Å}]}$	$d_{hes[\text{Å}]}$
15	37.65					1.260	
13	38.58	38.56	9	0	7	1.235	1.235 *
6	39.69	39.69	9	1	7	1.205	1.206 *
7	42.55	42.56	3	0	10	1.139	1.138 *
9	43.88	43.90	1	5	0	1.111	1.110 *



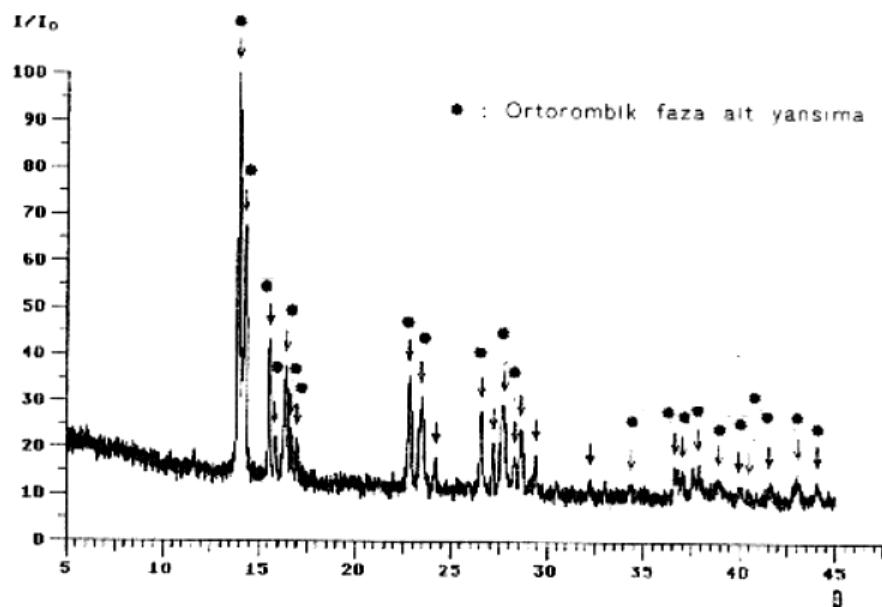
Sekil 3.24. 850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.529$ 'un toz deseni.

Tablo 3.15. 850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.529$ 'un XRD verileri.

I/I_0	$\theta_{göz}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz} [\text{\AA}]$	$d_{hes} [\text{\AA}]$
100	13.48	13.48	3	1	2	3.302	3.304 •
86	13.82	13.79	3	0	3	3.224	3.229 •
27	15.10	15.10	0	0	4	2.955	2.956 •
8	15.40	15.40	5	1	0	2.898	2.899 •
37	15.96	15.95	3	1	3	2.800	2.802 •
8	16.24					2.753	
7	16.54	16.53	1	2	1	2.705	2.705 •
37	22.45	22.47	4	2	3	2.016	2.015 •
41	23.07	23.08	6	2	1	1.965	1.964 •
6	23.69	23.67	3	2	4	1.916	1.918 •
31	26.09	26.08	2	3	2	1.751	1.751 •
9	26.74					1.711	
30	27.26	27.27	1	0	7	1.681	1.681 •
6	27.86	27.85	4	3	2	1.648	1.648 •
19	28.20	28.20	5	1	6	1.630	1.629 •
6	28.98	28.99	2	1	7	1.589	1.589 •
5	31.80					1.461	
4	32.57	32.54	11	0	3	1.430	1.431 •
6	36.32	36.32	13	0	0	1.300	1.300 •

Tablo 3.15'in devamı.

I/I_o	θ_{goz}	θ_{hes}	h	k	l	$d_{goz [A]}$	$d_{hes [A]}$
1	36.62	36.61	3	4	3	1.291	1.291 *
7	37.15	37.16	6	1	8	1.275	1.275 *
3	37.47	37.48	4	4	3	1.266	1.265 *
11	38.47					1.238	
4	39.50	39.51	7	4	1	1.210	1.210 *



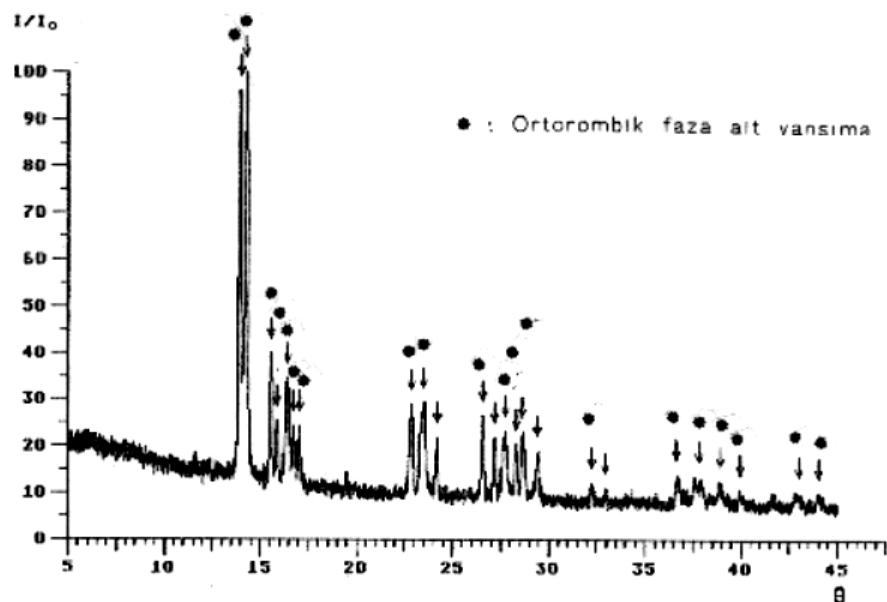
Sekil 3.25. 850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.533$ 'ün toz deseni.

Tablo 3.16. 850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.533$ 'ün XRD verileri.

I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.50	13.50	3	1	2	3.297	3.299 •
72	13.83	13.81	3	0	3	3.222	3.225 •
29	15.14	15.14	0	0	4	2.948	2.948 •
8	15.42	15.40	5	1	0	2.897	2.899 •
35	15.99	15.98	3	1	3	2.795	2.797 •
8	16.30	16.30	6	0	1	2.743	2.743 •
6	16.59	16.59	1	2	1	2.696	2.697 •
28	22.43	22.42	1	2	4	2.018	2.019 •
37	23.07	23.07	0	0	6	1.965	1.965 •
6	23.78					1.909	
22	26.17	26.17	2	3	2	1.746	1.746 •
10	26.79					1.708	
42	27.35	27.35	1	0	7	1.676	1.676 •
9	27.93	27.93	4	3	2	1.644	1.644 •
18	28.26	28.26	5	1	6	1.626	1.626 •
4	29.02					1.587	
7	31.87					1.458	
6	33.95	33.95	6	3	4	1.379	1.379 •
11	36.25	36.25	9	2	5	1.302	1.302 •

Tablo 3.16'nın devamı.

I/I_o	θ_{goz}	θ_{hes}	h	k	l	$d_{goz[AP]}$	$d_{hes[AP]}$
5	36.66	36.66	2	2	8	1.289	1.290 *
17	37.40	37.40	0	4	4	1.268	1.268 *
7	38.50	38.50	3	4	4	1.237	1.237 *
4	39.56	39.56	8	0	8	1.209	1.209 *
4	40.09	40.09	10	3	3	1.195	1.196 *
2	41.20	41.22	10	1	7	1.169	1.168 *
19	42.53	42.52	5	4	5	1.139	1.139 *
13	43.65	43.63	5	0	10	1.115	1.116 *



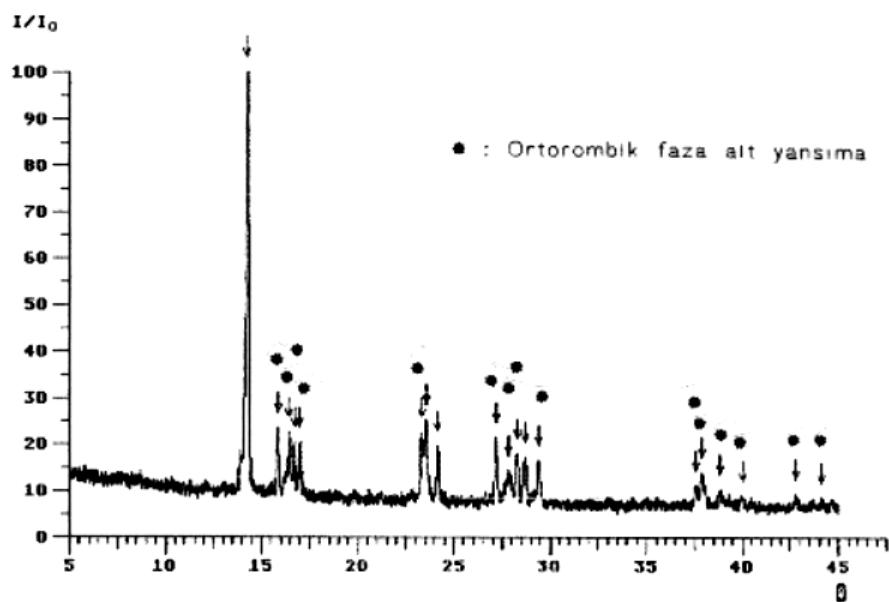
Sekil 3.26. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3} = 0.538$ 'in toz deseni.

Tablo 3.17. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3} = 0.538$ 'in XRD verileri.

I/I_0	$\Theta_{göz}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz[Å]}$	$d_{hes[Å]}$
86	13.50	13.49	3	1	2	3.297	3.301 •
100	13.81	13.80	3	0	3	3.225	3.227 •
23	15.14	15.13	0	0	4	2.949	2.951 •
10	15.40	15.39	5	1	0	2.899	2.900 •
29	15.98	15.97	3	1	3	2.797	2.799 •
9	16.29	16.29	6	0	1	2.745	2.744 •
8	16.59	16.58	1	2	1	2.696	2.699 •
25	22.44	22.40	1	2	4	2.017	2.020 •
46	23.05	23.05	0	0	6	1.967	1.967 •
9	23.76					1.911	
16	26.14	26.15	2	3	2	1.748	1.747 •
11	26.76					1.710	
23	27.32	27.32	1	0	7	1.677	1.678
7	27.90	27.91	4	3	2	1.645	1.645 •
13	28.20	28.23	5	1	6	1.629	1.628 •
10	28.98					1.589	
2	31.80	31.79	1	3	5	1.461	1.462 •
2	32.55					1.431	
5	36.22	36.22	9	2	5	1.303	1.303 •

Tablo 3.17'nin devamı.

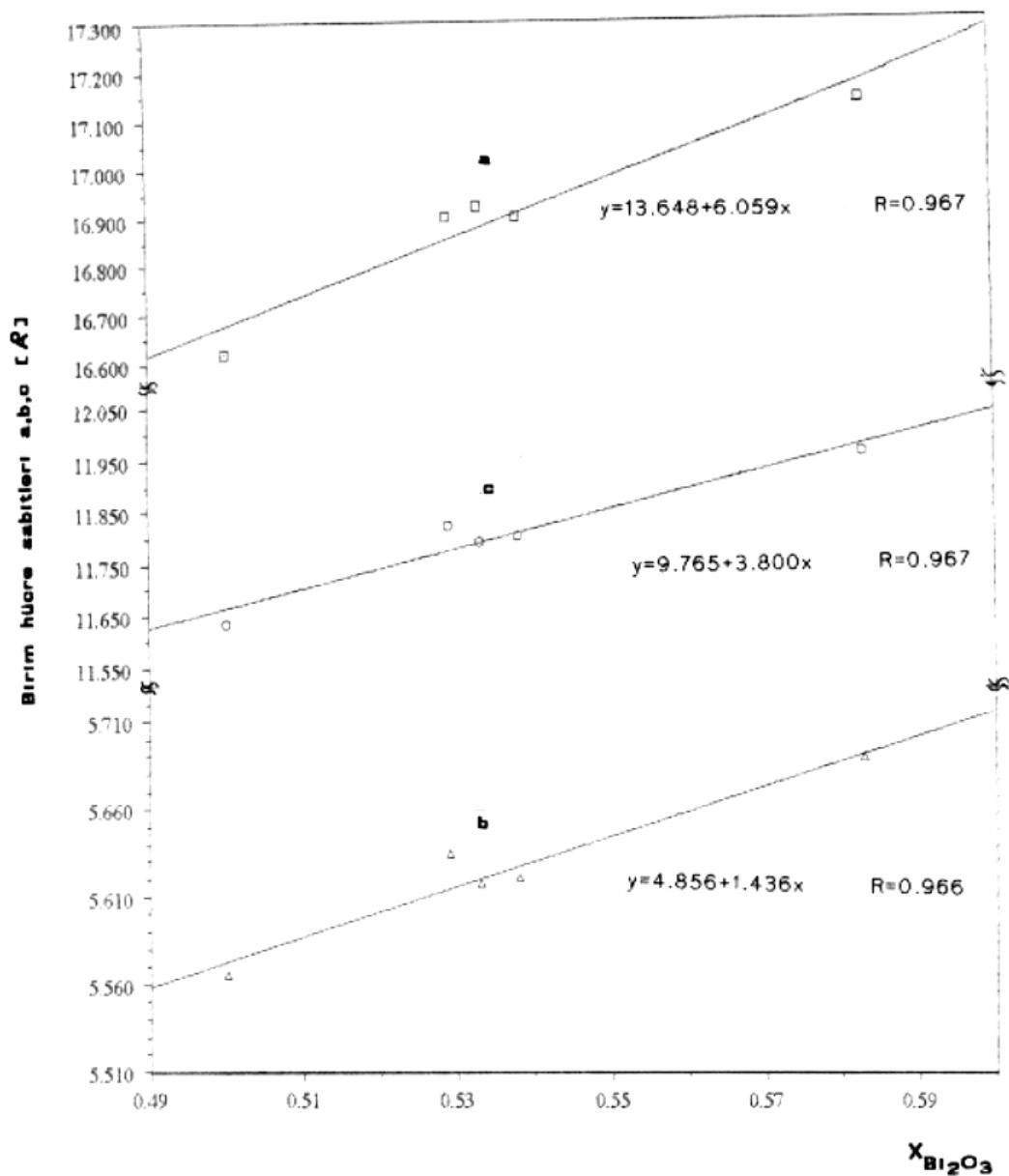
I/I_o	$\Theta_{göz}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz[\mathcal{A}]}$	$d_{hes[\mathcal{A}]}$
13	37.36	37.36	0	4	4	1.269	1.268 *
4.	38.48	38.48	3	4	4	1.237	1.237 *
4	39.52	39.52	8	0	8	1.210	1.210 *
6	42.57	42.57	11	3	3	1.138	1.138 *
7.	43.61	43.61	1	5	1	1.116	1.116 *



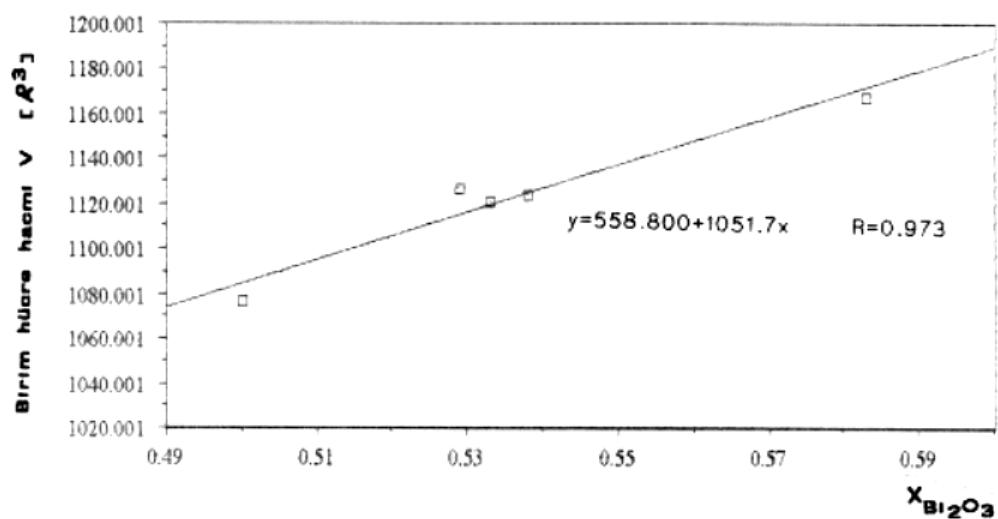
Sekil 3.27. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3} = 0.583$ 'ün toz deseni.

Tablo 3.18. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3} = 0.583$ 'ün XRD verileri.

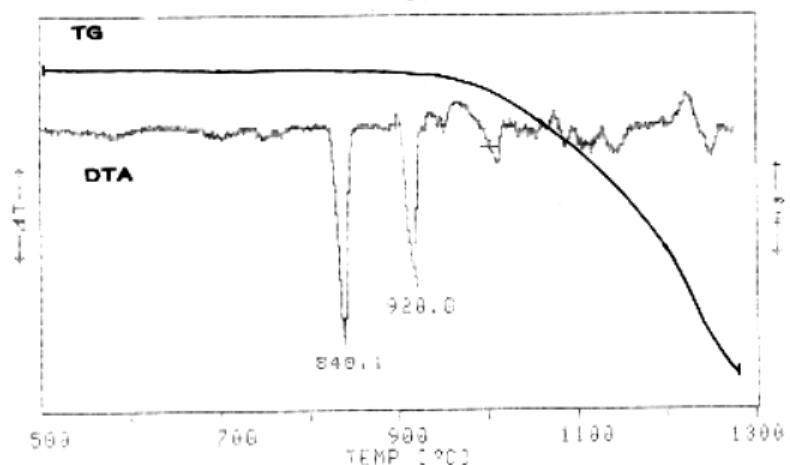
I/I_0	$\theta_{göz}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz} [\text{\AA}]$	$d_{hes} [\text{\AA}]$
100	13.63	13.62	3	0	3	3.268	3.271 ●
10	15.22	15.20	5	1	0	2.934	2.937 ●
13	15.82	15.82	2	0	4	2.825	2.824 ●
9	16.08	16.08	6	0	1	2.779	2.779 ●
9	16.38	16.37	1	2	1	2.730	2.732 ●
15	22.72	22.72	0	0	6	1.994	1.994 ●
21	22.97					1.973	
9	23.55					1.927	
12	26.55	26.55	4	1	6	1.723	1.723 ●
8	27.24	27.23	7	2	3	1.682	1.683 ●
8	27.66	27.64	5	3	0	1.659	1.659 ●
8	28.12					1.634	
7	28.79	28.78	5	3	2	1.599	1.599 ●
4	36.99	36.99	2	1	9	1.280	1.280 ●
7	37.27	37.26	0	3	0	1.272	1.272 ●
1	38.27	38.27	1	2	4	1.243	1.243 ●
3	39.40	39.41	6	4	3	1.213	1.213 ●
3	42.18	42.18	3	1	10	1.147	1.147 ●
3	43.54	43.54	4	4	6	1.118	1.118 ●



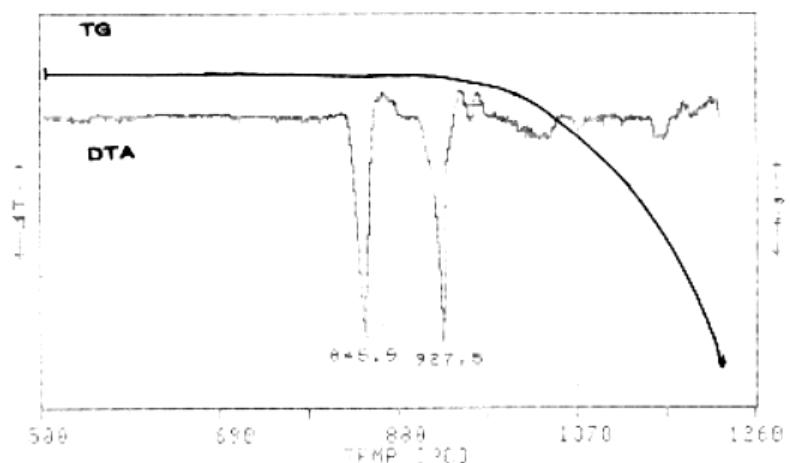
Sekil 3.28. $0.471 < x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.615$ araliginda $850^{\circ}\text{C}'de$ elde edilen katı cözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine baglı grafigi.



Sekil 3.29. $0.471 < x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.615$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltilinin birim hücre hacminin mol kesinine bağlı grafigi.



Şekil 3.30. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.533$ olan karışımın DTA/TG grafigi.



Şekil 3.31. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.583$ olan karışımın DTA/TG grafigi.

3.4. $0.615 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.857$ Aralığı

Bu aralıktaki karışımların 750°C 'nın altındaki tepkimelerinden kristal sistemi bilineni belirli bir ürün elde edilemedi ($\text{Bi}-\text{Te}-\text{O}_{n3}$). Sıcaklık artırıldığında $\delta-\text{Bi}_2\text{O}_3$ tipindeki katı çözelti bölgesi elde edilebildi. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.636$ ve 0.857 olan 750°C 'deki isıl işlem ile elde edilen ürünlerin toz desenleri ve verileri sırası ile şekil -3.32, 3.33'de, tablo- 3.21 ve 3.22'dedir.

750°C 'deki isıl işlem sonucu oluşan $\delta-\text{Bi}_2\text{O}_3$ tipindeki katı çözelti bölgесinin birim hücre (a) değerleri tablo-3.23'dedir. Hücre parametresinin ve birim hücre hacminin mol kesirlerine göre değişim grafikleri ise sırası ile şekil-3.34'de ve şekil- 3.35'dedir. Hücre parametresindeki değişim grafigine bakılacak olursa bizmut miktarı arttıkça birim hücre boyutu , buna bağlı olarakta hücrenin hacmi de büyümektedir. Bölgeye alt 750°C 'deki tepkime ürünlerinin toz desenleri ve bunlara alt veriler Ek-6'da birarada verilmektedir.

Tablo-3.23. $0.615 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.857$ Aralığında elde edilen katı çözelti bölgесinin hücre parametreleri.

$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	Hücre parametreleri (750°C)		Hücre parametreleri (850°C)	
	a [\AA]	V [\AA^3]	a [\AA]	V [\AA^3]
0.615	5.505	166.846	5.503	166.684
0.636	5.507	167.071	5.505	166.846
0.643	5.508	167.147	5.506	166.902
0.692	5.513	167.586	5.507	167.071
0.700	5.514	167.733	5.513	167.586
0.714	5.514	167.733	5.518	168.085
0.727	5.517	168.009	5.516	167.896
0.750	5.521	168.301	5.520	168.217
0.778	5.525	168.739	5.522	168.390
0.786	5.524	168.635	5.523	168.469
0.800	5.522	168.388	5.524	168.639
0.824	5.528	168.987	5.526	168.815
0.833	5.529	169.098	5.528	168.985
0.857	5.533	169.460	5.529	169.100

Sıcaklık 850°C'ye çıkarıldığında yine δ - Bi_2O_3 tipindeki katı çözelti bölgесinin varlığını koruduğu görülmektedir. Bu sıcaklıkta elde edilen ürünlerin ($X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.636, 0.857$) toz desenleri ve verileri sırası ile şekil 3.36, 3.37'de ve tablo 3.24, 3.25'dedir. 850°C'deki ısıl işlem ile elde edilen katı çözelti bölgесinin birim hücre boyutundaki değişim tablo 3.23'de verilmektedir. Bu katı çözelti bölgесindeki birim hücre parametrelerindeki değişim şekil -3.38'de ve şekil 3.39'da görülmektedir. Ilgili şekillere bakılacak olursa a parametresinin eklenen bizmut miktarı ile arttığı dolayısıyla da hücre hacminin arttığı görülmektedir. 850°C'deki fırınlama ürünlerinin toz desenleri ve bunlara alt veriler Ek-7'de birarada verilmektedir.

Bu bölgede $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.727$ ve 0.800 olan örneklerin kimyasal analiz sonuçları tablo 3.26'dadır.

Tablo 3.26. $0.615 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.857$ bölgesinde kimyasal analiz sonuçları.

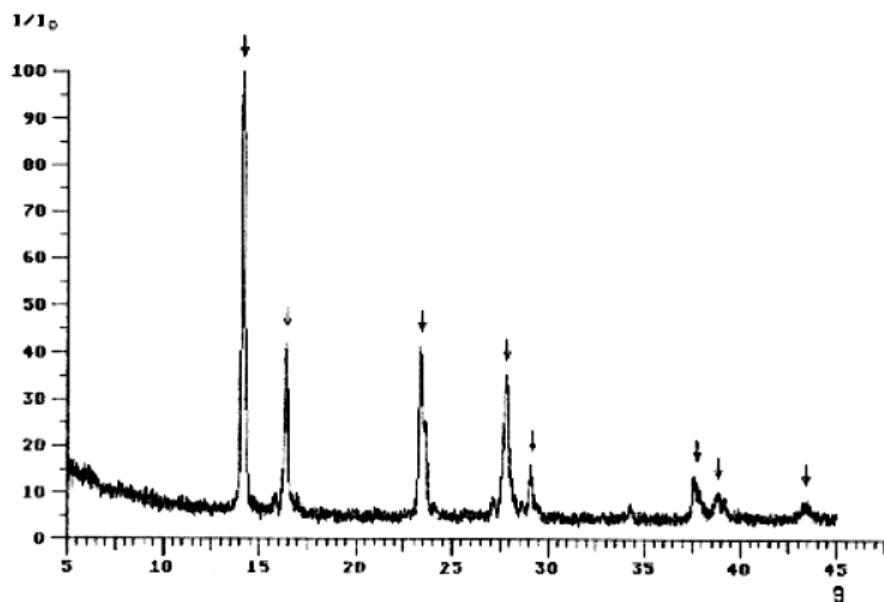
Bismut (g)					
$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	Teorik	Deneysel \bar{X}	Standart Sapma	% Bağlı Hata	
0.727	0.0304	0.0295	$2.16 \cdot 10^{-4}$	2.96	
0.800	0.0334	0.0327	$1.41 \cdot 10^{-4}$	2.09	
Toplam Tellür (g)					
0.727	0.0035	0.0034	$8.16 \cdot 10^{-5}$	2.85	
0.800	0.0025	0.0024	$1.63 \cdot 10^{-4}$	4.00	
N:4					

Bu aralıktaki 750°C'de 48 saat ısıl işlem uygulanarak oluşturulan δ - Bi_2O_3 tipinde kristalleşen ürünlerin yapılan DTA/TG incelemelerinde iki endotermik pik gözlandı. şekil 3.40'da görülen sogumalı DTA/TG incelemelerinde, mol kesri 0.833 olan örnekteki birinci pik tersinir olmayan faz dönüşüm pikti, ikinci pik ise oluşan bu yüksek sıcaklık fazının erime pikidir. δ - Bi_2O_3 tipinde kristalleşen örnekin dönüştüğü bu yeni fazın tespiti için faz dönüşüm sıcaklığında yapılan ani soğutma işleminden sonra faz oda sıcaklığında korunamadığından bu fazın kristal sistemi belirlenmemiştir. Yine bu bölgede de ürünlerin erimesiyle birlikte buhar-

laşmaya başladığı TG eğrilerinden görülmektedir. Bölgenin termografik sonuçları toplu olarak tablo 3.27'de verilmektedir. Bu bölgede ki $X_{Bi_2O_3} = 0.692$ ve 0.750 olan örneklerin DTA/TG diagramları şekil 3.41 ve 3.42'dedir. Bu aralıktaki diğer örneklerin DTA/TG diagramları Ek-8'de birarada verilmiştir.

Tablo 3.27. $0.615 \leq X_{Bi_2O_3} \leq 0.857$ Aralığı termografik sonuçları

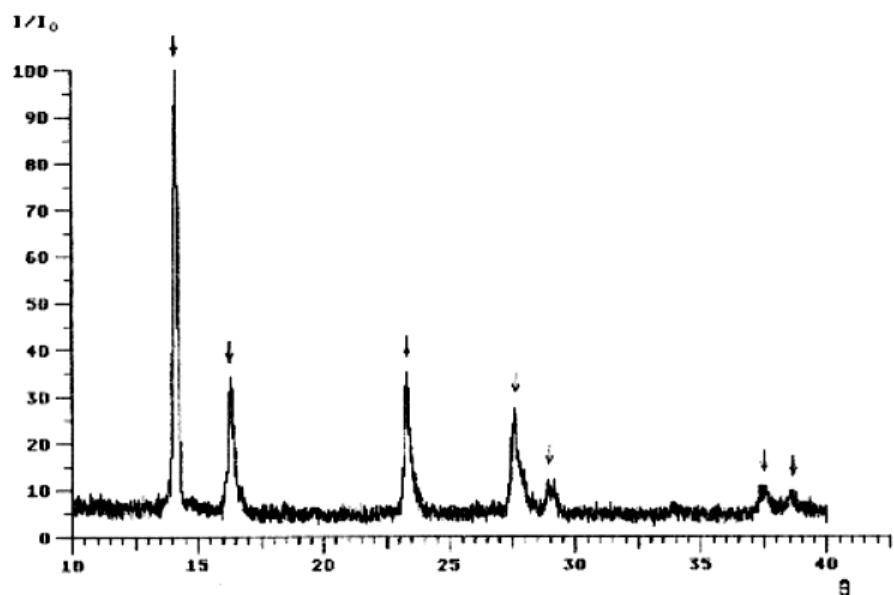
$X_{Bi_2O_3}$	1. Endotermik Pik [°C]	2. Endotermik Pik [°C]	Buharlaşma Başlangıç Sıcaklığı [°C]
0.692	845.6	982.3	965.3
0.750	829.4	923.1	947.1
0.786	823.2	921.9	922.0
0.833	813.2	915.8	923.1



Sekil 3.32 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.636$ 'nin toz deseni.

Tablo 3.21 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.636$ 'nin XRD verileri.

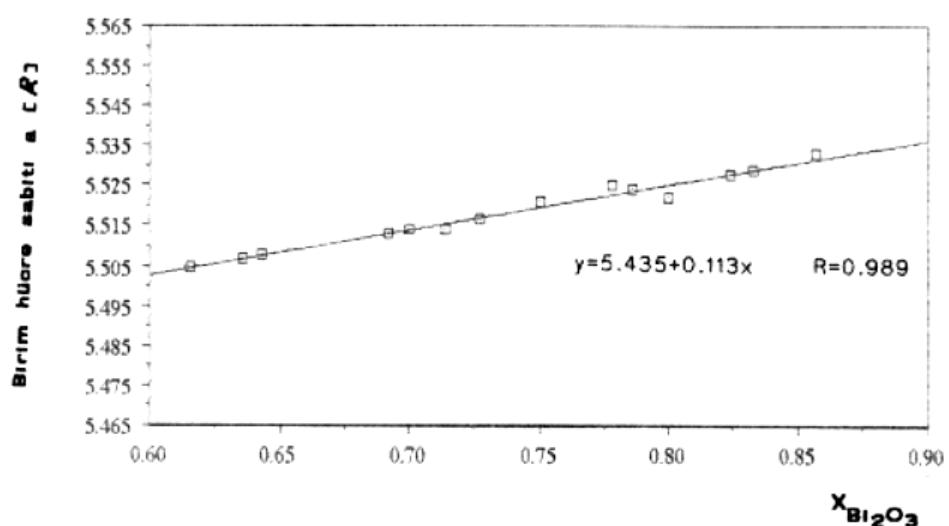
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	14.01	14.01	1	1	1	3.180	3.179
32	16.23	16.24	2	0	0	2.754	2.753
52	23.30	23.30	2	2	0	1.947	1.947
50	27.63	27.63	3	1	1	1.660	1.660
10	28.98	28.97	2	2	2	1.589	1.589
12	37.56	37.56	3	3	1	1.263	1.263
16	38.71	38.71	4	2	0	1.231	1.231
7	43.24	43.24	4	2	2	1.124	1.124



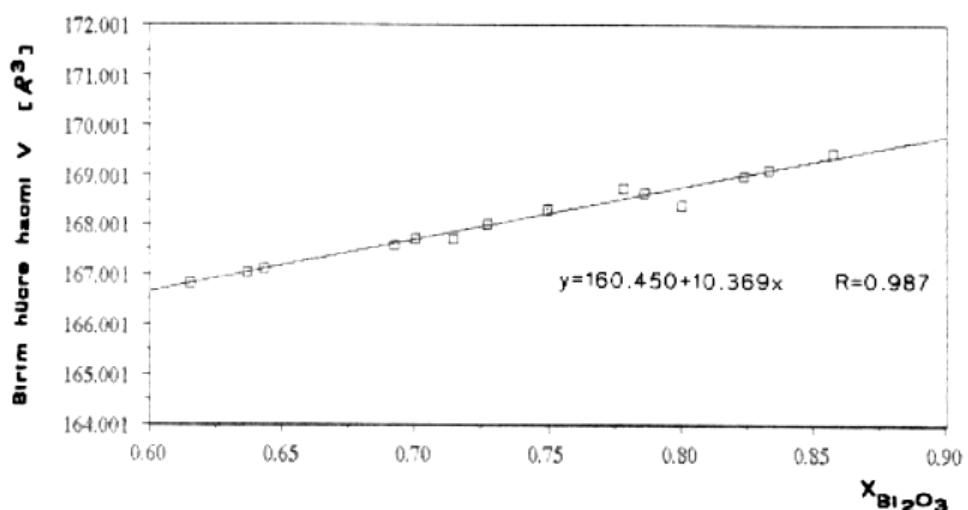
Sekil 3.33 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.857$ 'nin toz deseni.

Tablo 3.22 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.857$ 'nin XRD verileri.

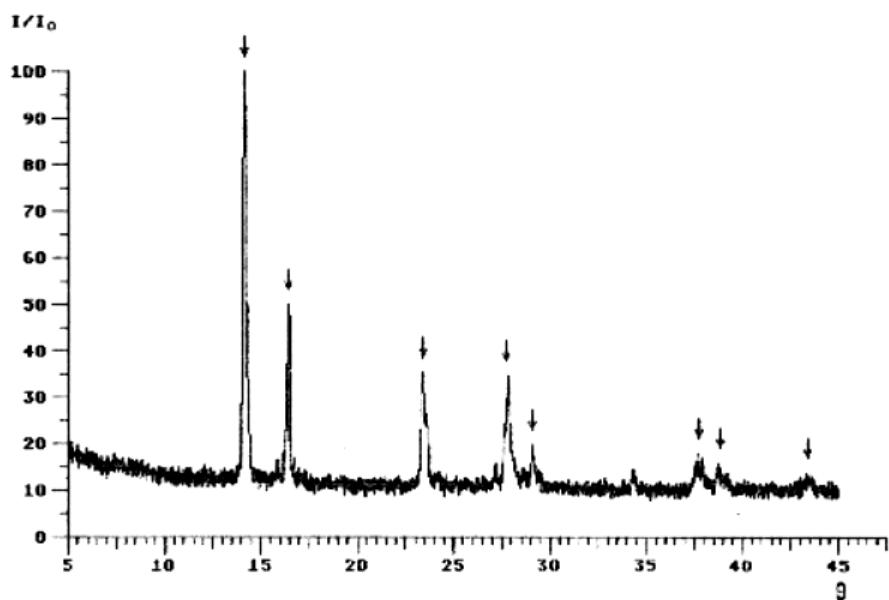
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}} [\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}} [\text{\AA}]$
100	13.96	13.95	1	1	1	3.191	3.194
44	16.16	16.16	2	0	0	2.766	2.766
44	23.18	23.18	2	2	0	1.956	1.956
47	27.49	27.49	3	1	1	1.668	1.668
12	28.82	28.82	2	2	2	1.597	1.597
7	37.35	37.35	3	3	1	1.269	1.269
6	38.50	38.50	4	2	0	1.237	1.237



Sekil 3.34. $0.615 \leq x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.857$ aralığında 750°C de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafiği.



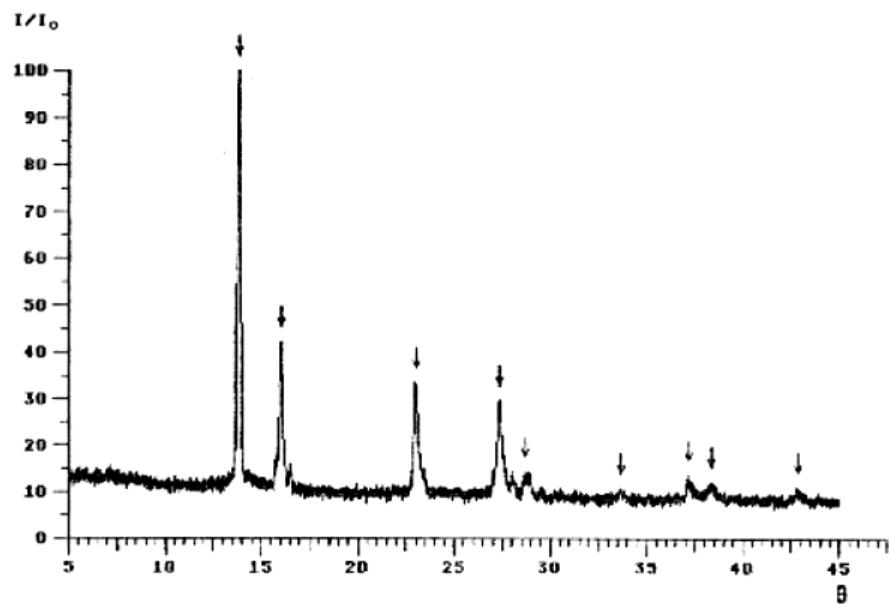
Sekil 3.35. $0.615 \leq x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.857$ araliginda 750°C 'de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesrine baglı grafigi.



Şekil 3.36.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.636$ 'nın toz deseni.

Tablo3.24.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.636$ 'nın XRD verileri.

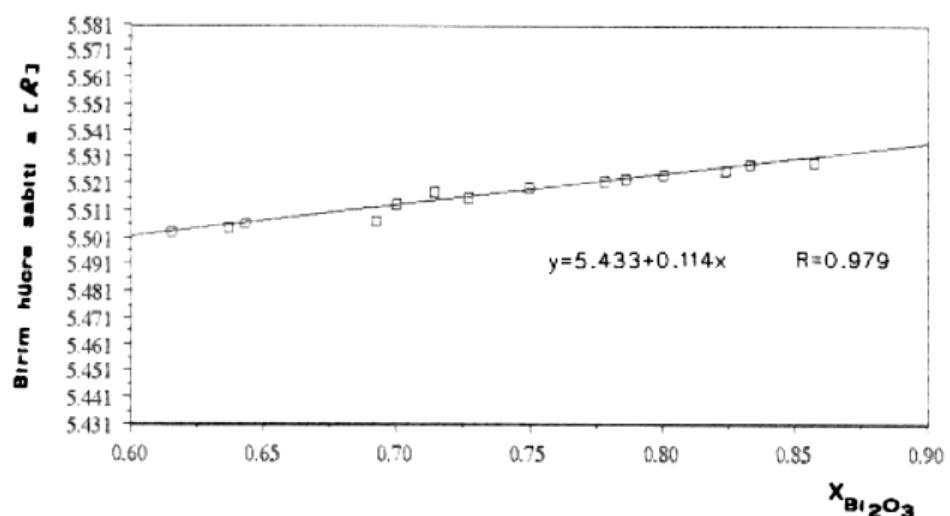
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	14.00	14.02	1	1	1	3.181	3.178
38	16.24	16.25	2	0	0	2.752	2.752
40	23.30	23.31	2	2	0	1.947	1.946
31	27.64	27.65	3	1	1	1.659	1.659
10	28.99	28.99	2	2	2	1.589	1.589
23	37.60	37.58	3	3	1	1.262	1.263
13	38.74	38.73	4	2	0	1.230	1.231
11	43.24	43.27	4	2	2	1.124	1.123



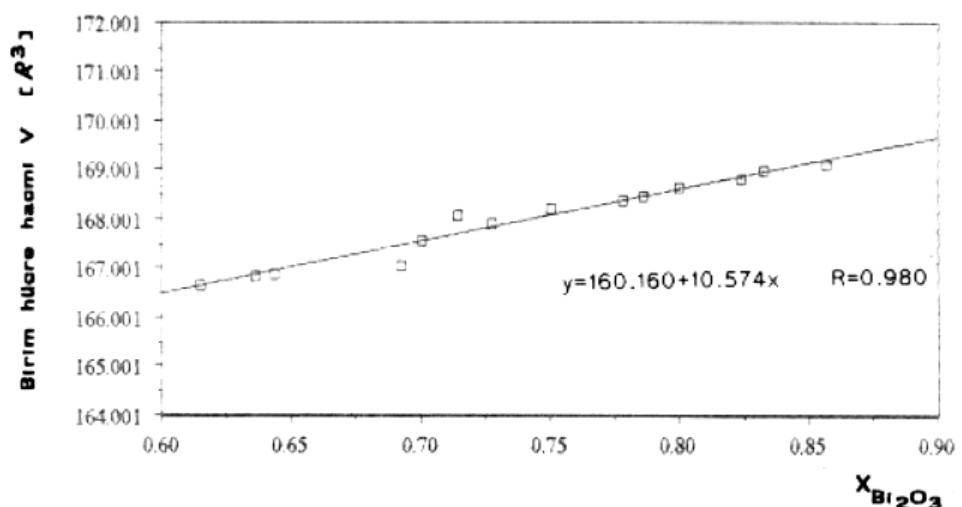
Sekil 3.37.850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.857$ 'nin toz deseni.

Tablo3.25.850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.857$ 'nin XRD verileri.

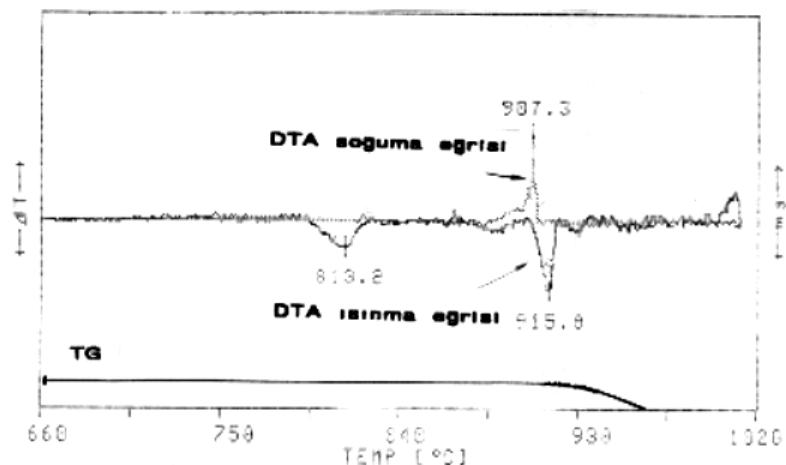
I/I_0	$\Theta_{göz}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz}[\text{\AA}]$	$d_{hes}[\text{\AA}]$
100	13.95	13.95	1	1	1	3.194	3.194
26	16.16	16.16	2	0	0	2.766	2.766
26	23.18	23.19	2	2	0	1.956	1.956
32	27.49	27.50	3	1	1	1.668	1.668
11	28.85	28.83	2	2	2	1.596	1.597
4	33.84	33.84	4	0	0	1.383	1.383
6	37.36	37.36	3	3	1	1.269	1.269
6	38.51	38.51	4	2	0	1.237	1.237
9	43.01	43.00	4	2	2	1.129	1.129



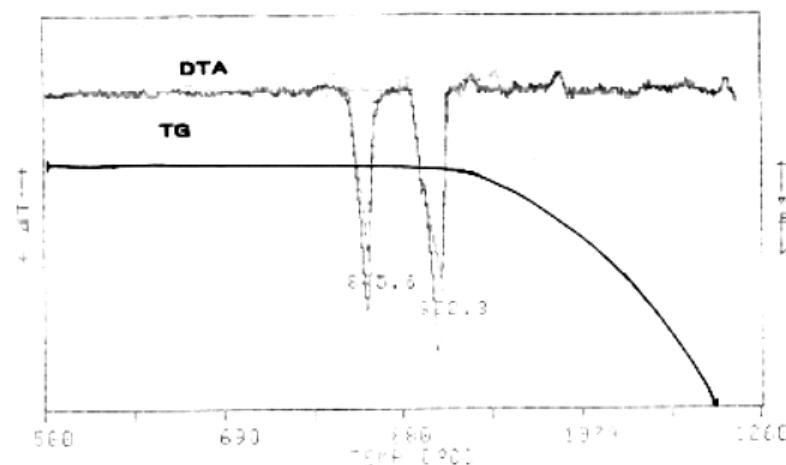
Sekil 3.38. $0.615 \leq x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 0.857$ aralığında 850°C de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafiği.



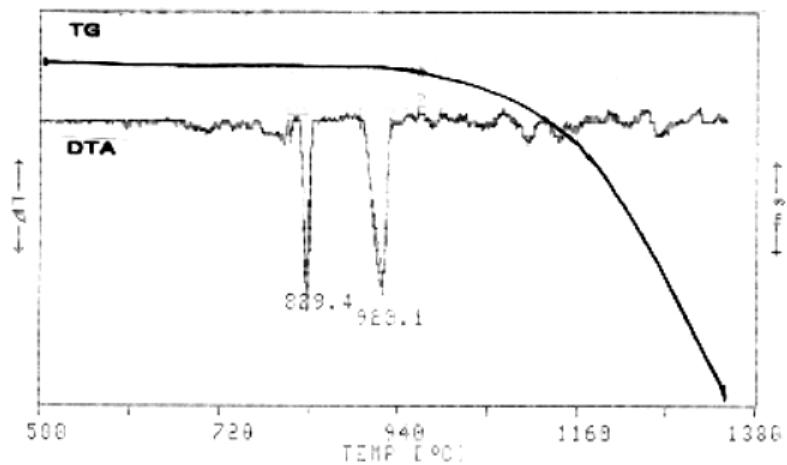
Sekil 3.39. $0.615 < x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.857$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesrinle bağlı grafiği.



Sekil 3.40. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.833$ olan ürünün geri sogumalı DTA/TG diagramı.



Sekil 3.41. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.692$ olan ürünün DTA/TG diagramı



Sekil 3.42. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.750$ olan ürünün DTA/TG diagramı.

3.5. $0.857 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.950$ Aralığı

Bu bölgede düşük sıcaklıklarda yapılan isıl işlemlerden belirli bir ürün elde edilemedi ($(\text{Bi}-\text{Te}-\text{O})_{n4}$). 750°C ve 850°C 'deki çalışmalarla ise $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde kristalleşen katı çözelti bölgесinin varlığı tespit edildi. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.889$ olan örneğin 750°C ve 850°C 'deki toz desenleri ve verileri şekil-3.43, 3.44 ve tablo-3.28, 3.29'dadır. Elde edilen katı çözelti bölgесinin birim hücre değerleri tablo-3.30'da ve mol kesirlerindeki değişim grafiği ise şekil-3.45-3.48'dedir. Bölgedeki diğer ürünlerin toz desenleri ve bunlara alt veriler Ek-9'da bir arada verilmiştir.

Tablo-3.30. $0.857 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.950$ Aralığında elde edilen katı çözeltinin hücre parametreleri.

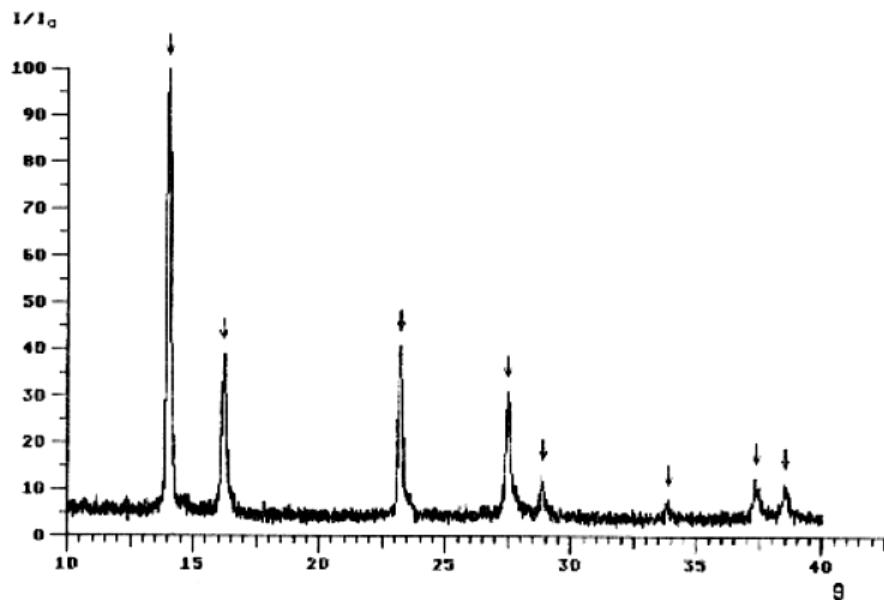
$X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}$	Hücre parametreleri (750°C)		Hücre parametreleri (850°C)	
	$a [\text{\AA}]$	$V [\text{\AA}^3]$	$a [\text{\AA}]$	$V [\text{\AA}^3]$
0.867	5.535	169.651	5.532	169.322
0.875	5.535	169.656	5.532	169.326
0.889	5.537	169.781	5.533	169.387
0.900	5.536	169.737	5.534	169.479
0.938	5.538	169.899	5.536	169.698

Aralığın DTA/TG incelemelerinden yine bir önceki aralıkta gözlenen $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ fazının kararsız yüksek sıcaklık fazına dönüşüm yaptığı 690°C civarında verdiği endotermik pikten anlaşılmaktadır. Fakat bu dönüşüm şekil-3.49'dan da görüldüğü gibi bir önceki bölgeye göre daha düşük sıcaklıkta gerçekleşmektedir. Oluşan bu faz 873°C 'de erimektedir. Örneğin sogumalı DTA/TG çalışmasından katılaşmanın 859°C 'de tamamlandığı belirlenmiştir. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.889$ olan örneğin DTA/TG diagramları şekil-3.50'dedir. Aralığı içeren termografik sonuçlar tablo-3.31'de birarada verilmektedir.

Tablo 3.31. $0.857 < X_{Bi_2O_3} < 0.950$ Aralığı termografik sonuçları.

$X_{Bi_2O_3}$	1. Endotermik Pik [°C]	2. Endotermik Pik [°C]	3. Endotermik Pik [°C]	Buharlaşma Başlangıç Sıra [°C]
0.867	613.8	695.5	902.4	982.6
0.889	619.6	698.2	882.1	976.7
0.900	614.1	695.1	879.2	935.3

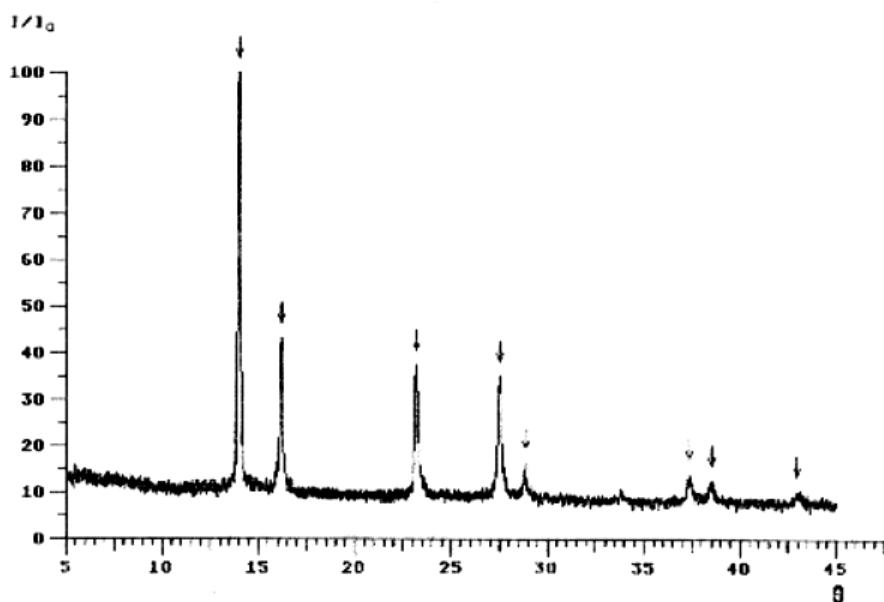
Bu aralıktaki tüm örneklerde 614°C civarında ortaya çıkan endotermik pikin hangi termik olaydan kaynaklandığı henüz tespit edilememiştir. Tespit için yapılan ani soğutma çalışmalarından da tam bir sonuç alınamamıştır. Fakat bu konudaki araştırmalara daha sonraki çalışmalarda tekrar farklı yöntemler kullanılarak devam edilecektir. Bu aralıktaki diğer örneklerin DTA/TG diagramları Ek-10'de birarada verilmiştir.



Sekil 3.43 .750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.889$ 'un toz deseni.

Tablo 3.28 .750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.889$ 'un XRD verileri.

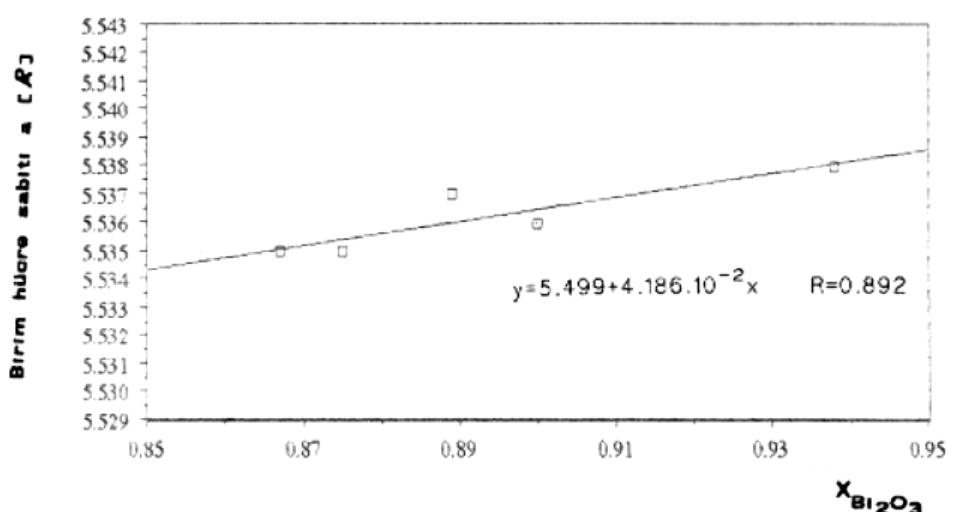
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.94	13.94	1	1	1	3.195	3.196
41	16.15	16.15	2	0	0	2.767	2.768
44	23.16	23.17	2	2	0	1.957	1.957
31	27.46	27.47	3	1	1	1.669	1.669
5	28.81	28.80	2	2	2	1.598	1.598
3	33.80	33.81	4	0	0	1.384	1.384
8	37.33	37.32	3	3	1	1.270	1.270
8	38.46	38.47	4	2	0	1.238	1.238



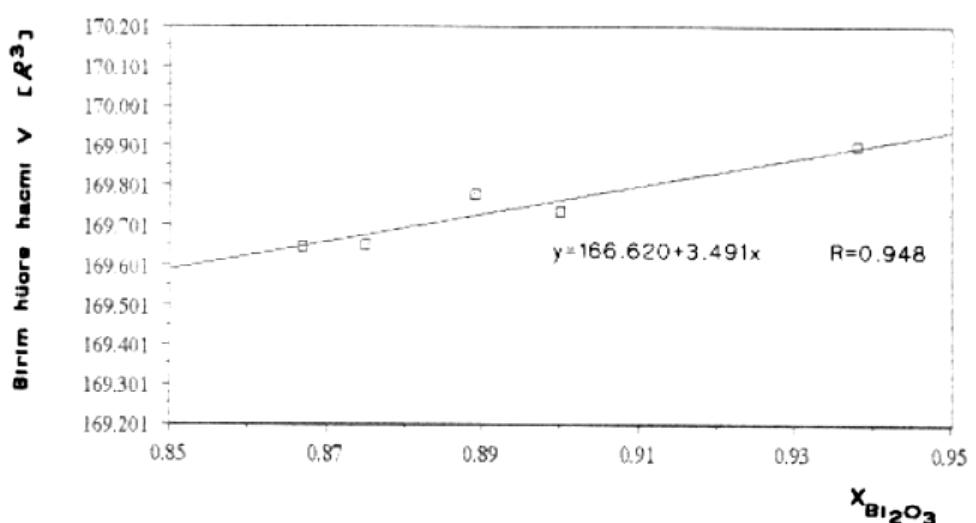
Sekil 3.44. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.889$ 'un toz deseni.

Tablo 3.29. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.889$ 'un XRD verileri.

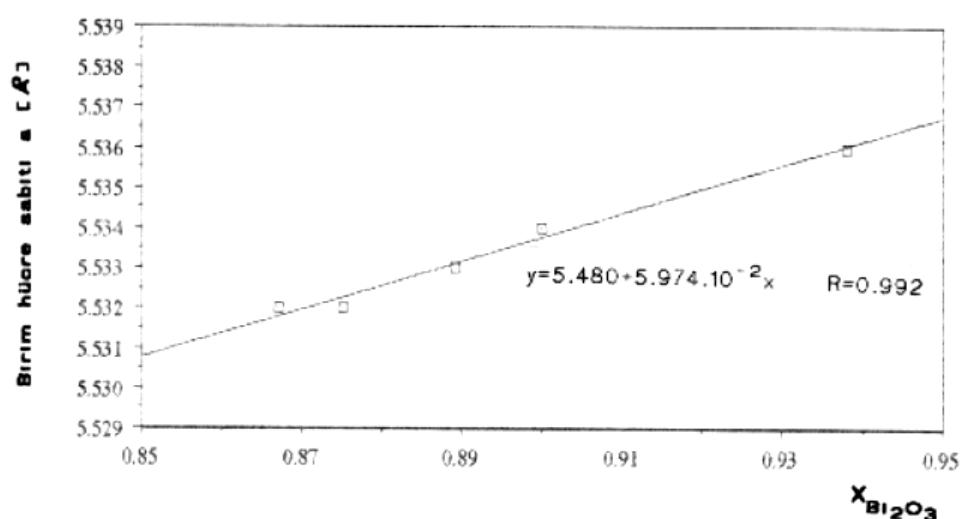
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}} [\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}} [\text{\AA}]$
100	13.93	13.94	1	1	1	3.199	3.196
37	16.14	16.15	2	0	0	2.770	2.768
31	23.16	23.17	2	2	0	1.958	1.957
36	27.48	27.48	3	1	1	1.668	1.669
4	28.82	28.81	2	2	2	1.597	1.598
3	33.82	33.81	4	0	0	1.363	1.384
7	37.34	37.33	3	3	1	1.269	1.270
3	38.48	38.47	4	2	0	1.237	1.237
4	42.95	42.97	4	2	2	1.130	1.130



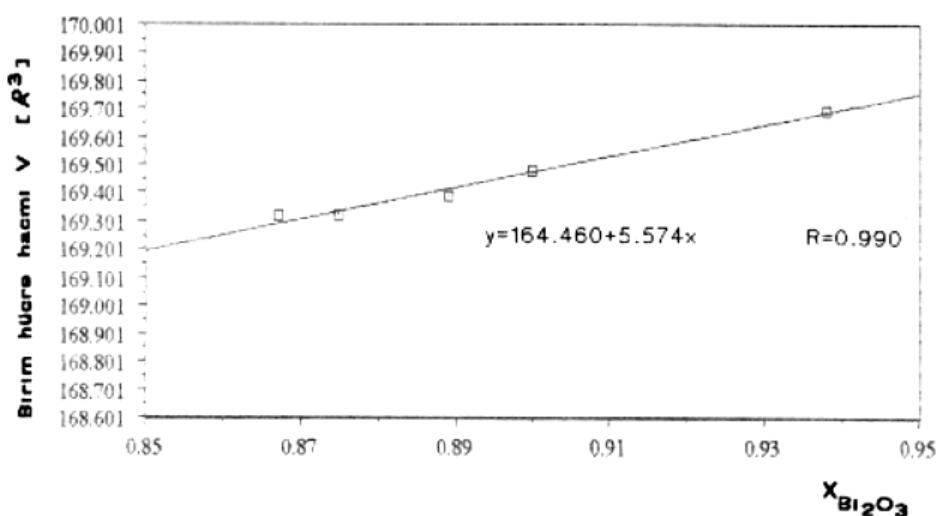
Sekil 3.45. $0.857 < x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.950$ aralığında 750°C de elde edilen katı çözeltinin hücre parametrelerinin mol kesrine bağlı grafiği.



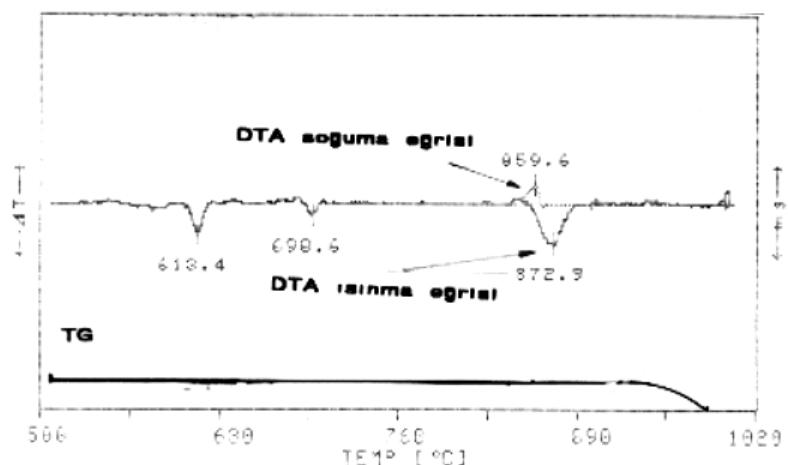
Sekil 3.46. $0.857 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.950$ aralığında 750°C de elde edilen katı çözeltinin birim hücre hacminin mol kesrine bağlı grafiği.



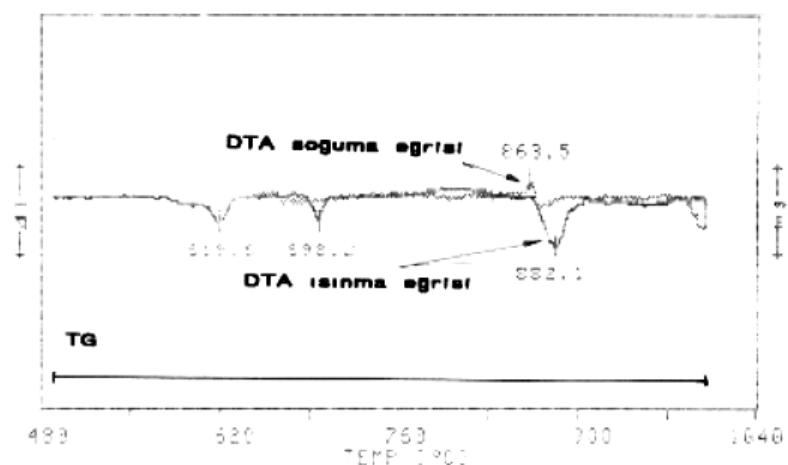
Sekil 3.47. $0.857 < x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.950$ araliginda 850°C 'de elde edilen katı cözeltilinin hücre parametrelerin mol kesrine baglı grafigi.



Sekil 3.48. $0.857 < x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} < 0.950$ aralığında 850°C 'de elde edilen katı cözeltilinin birim hücre hacminin mol kesrine bağlılığı.



Sekil 3.49. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.900$ olan Ürünün sogumalı DTA/TG diagramı.



Sekil 3.50. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.889$ olan Ürünün sogumalı DTA/TG diagramı.

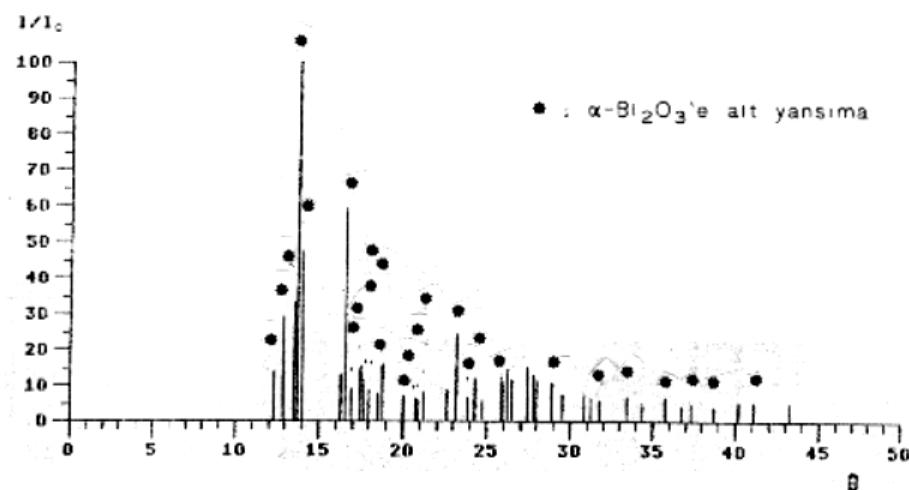
3.6. $0.950 < X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} \leq 1.000$ Aralığı

Bu bölgede 600°C ve 700°C 'de yapılan tepkimelerin hiçbirinde indislenebilen yeni bir ürün elde edilemedi. 750°C 'de ise $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ fazının yanında literatürde bilinen fazlara benzemeyen yeni bir fazın ($(\text{Bi}-\text{Te}-\text{O})_{n5}$) varlığı tespit edildi. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.970$ ve 0.990 olan örneklerin XRD toz desenleri sırası ile şekil 3.51, 3.52'de ve verileri de tablo 3.32, 3.33'dedir.

Bu bölgede 850°C 'de yapılan tepkimeler sonucunda da yine $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ fazının yanında literatürde bilinen hiçbir fazaya benzemeyen yeni bir fazın ($(\text{Bi}-\text{Te}-\text{O})_{n5}$) varlığı tespit edildi. Bu bölgedeki ($X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.970$ ve 0.990) örneklerin XRD toz desenleri sırası ile şekil 3.53, 3.54'de ve verileri de tablo 3.34, 3.35'dedir.

Bu bölgede yapılan DTA/TG çalışmalarında şekil 3.55'de görüldüğü gibi ($X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.990$) $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ 'ün ve bilinmeyen fazın, 715.2°C 'de $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde kristalleşen faz'a dönüşüm yaptığı tespit edildi. $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde kristalleşen faz ise 731°C 'de yine önceki bölgelerde olduğu gibi yüksek sıcaklık fazına dönüştüğü ve bu fazın da yaklaşık 838°C civarında geniş bir aralıktan eridiği tespit edildi. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.950$ olan örneğin DTA/TG diagramı ise şekil 3.56'da görülmektedir.

Saf $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ fazının yapılan geri soğumlu DTA/TG diagramı şekil 3.57'dedir. Göründüğü gibi $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde kristalleşen monoklinik faz, 727.3°C 'de verdiği endotermik pik ile $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde kristalleşen kübik faz'a dönüşmeyecektir. Ürün 822.8°C 'de erimektedir. Buharlaşma başlangıc sıcaklığından önce (931.3°C) yapılan geri soğutma işleminden ürünün donma sıcaklığı 828.2°C olarak tespit edildi. Katır ürünün soğutulmasına devam edildiğinde 616.8°C 'de $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ fazının $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ tipinde kristalleşen tetragonal faz'a dönüştüğü ve bu fazında 604.6°C 'de ($\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$) başlangıc fazı olan monoklinik faz'a dönüştüğü tespit edildi. Ayrıca 0°C - 1260°C arasında yapılan DTA/TG ölçüm diagramı şekil 3.58'dedir.



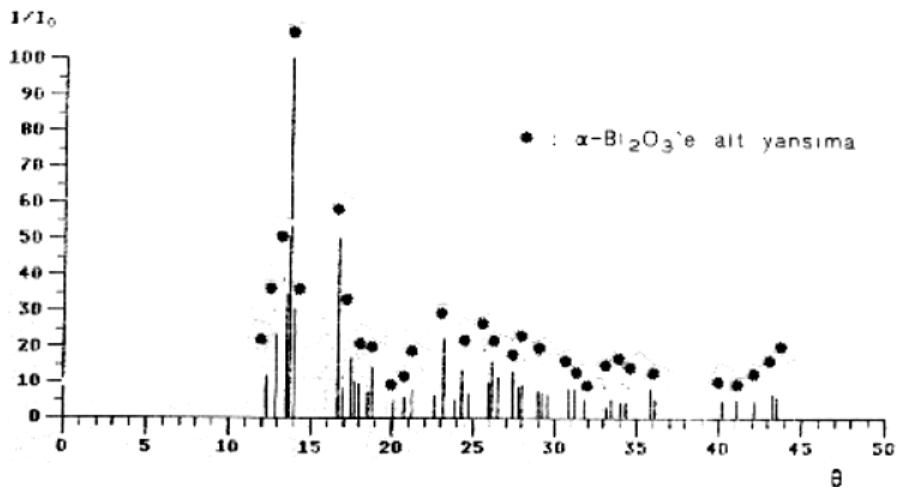
Sekil 3.51. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.970$ 'in toz deseni.

Tablo 3.32. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.970$ 'in XRD verileri.

I/I_0	Θ_{goz}	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{goz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$	
14	12.23	12.22	-	1	0	2	3.634	3.636 ●
30	12.83	12.84		0	0	2	3.467	3.464 ●
33	13.43	13.42		1	1	1	3.314	3.317 ●
100	13.65	13.66	--	1	2	0	3.262	3.260 ●
47	13.95	13.97		0	1	2	3.193	3.190 ●
12	16.23						2.754	
59	16.53	16.54	2	0	0	2.706	2.705 ●	
8	16.92	16.94		0	2	2	2.645	2.642 ●
15	17.46	17.45	2	1	0	2.566	2.568 ●	
11	17.67	17.68		0	3	1	2.536	2.535 ●
8	17.89	17.90	1	0	2	2.506	2.505 ●	
7	18.49						2.428	
15	18.76	18.75	1	1	2	2.394	2.395 ●	
7	19.96	19.96	2	2	0	2.255	2.255 ●	
6	20.70	20.70	1	3	1	2.178	2.178 ●	
5	20.90	20.89	2	1	1	2.150	2.160 ●	
7	21.14	21.13	1	2	2	2.135	2.136 ●	
8	22.54					2.008		
24	23.14	23.14	0	4	1	1.959	1.959 ●	

Table 3.32'nin devamı.

I/I_o	$\Theta_{göz}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz[Å]}$	$d_{hes[Å]}$
6	23.73					1.913	
12	24.22	24.22	1	0	4	1.877	1.877 •
6	24.71					1.842	
12	25.80					1.769	
11	25.91	25.92	0	3	3	1.762	1.761 •
14	26.14					1.746	
11	26.47					1.727	
15	27.37					1.675	
13	27.70					1.656	
11	27.90					1.645	
10	28.87	28.87	0	2	4	1.595	1.595 •
7	29.44					1.566	
7	30.74					1.506	
6	31.19					1.487	
5	31.72	31.72	1	1	4	1.464	1.464 •
6	33.39	33.39	2	5	2	1.399	1.399 •
5	34.28					1.367	
6	35.71	35.70	3	2	5	1.319	1.319 •
4	36.71					1.288	
5	37.28	37.28	4	3	1	1.271	1.271 •
3	38.67	38.68	1	0	6	1.232	1.232 •
5	40.13					1.195	
5	41.07	41.08	5	0	3	1.172	1.172 •
r	43.22					1.124	



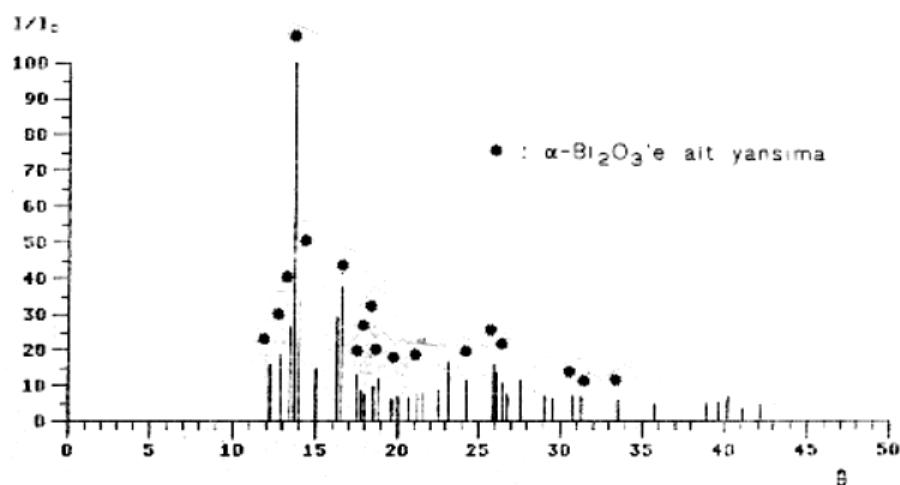
Sekil 3.52. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.990$ 'in toz deseni.

Tablo 3.33. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.990$ 'in XRD verileri.

I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$	
12	12.17	12.16	-	1	0	2	3.651	3.655 •
23	12.76	12.78		0	0	2	3.485	3.480 •
34	13.36	13.39		1	1	1	3.331	3.326 •
100	13.58	13.58	-	1	2	0	3.278	3.280 •
31	13.89	13.90		0	1	2	3.207	3.206 •
50	16.50	16.53		2	0	0	2.710	2.706 •
8	16.83	16.83		0	2	2	2.659	2.659 •
17	17.41						2.573	
10	17.59						2.547	
9	17.85	17.85		1	0	2	2.511	2.511 •
7	18.37						2.443	
14	18.69	18.69		1	1	2	2.402	2.402 •
5	19.97	19.98		2	0	-3	2.254	2.254 •
5	20.58	20.56		1	3	1	2.190	2.192 •
8	21.04	21.04		1	2	2	2.144	2.145 •
6	22.44						2.017	
22	23.03	23.02		2	2	1	1.968	1.969 •
5	23.66						1.918	
13	24.17	24.17		1	0	3	1.880	1.881 •

Tablo 3.33'ün devamı.

I/I_o	$\Theta_{göz}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz EAP}$	$d_{hes EAP}$
7	24.62					1.848	
10	25.80	25.80	3	1 - 3		1.769	1.769 *
15	26.00	25.99	3	2 - 1		1.756	1.757 *
11	26.40					1.731	
12	27.30					1.679	
8	27.66	27.67	3	2 - 3		1.658	1.658 *
9	27.83	27.84	0	5 0		1.649	1.649 *
7	28.83	28.85	1	4 - 3		1.597	1.596 *
7	29.05	29.04	3	3 - 1		1.586	1.586 *
7	29.40					1.568	
7	30.72	30.70	3	3 0		1.507	1.508 *
8	31.10	31.11	0	5 2		1.490	1.490 *
5	31.68					1.466	
3	33.02	33.01	3	4 - 1		1.413	1.413 *
5	33.33					1.401	
4	33.86	33.84	3	3 1		1.382	1.383 *
4	34.25	34.28	2	4 - 4		1.368	1.367 *
8	35.67	35.70	3	2 2		1.320	1.319 *
5	36.03					1.309	
4	40.03	40.05	0	5 4		1.197	1.197 *
4	40.98	40.99	5	0 - 3		1.174	1.174 *
4	41.98	41.97	3	5 - 4		1.151	1.151 *
6	43.13	43.10	1	3 5		1.126	1.127 *
5	43.38	43.40	4	0 2		1.121	1.120 *



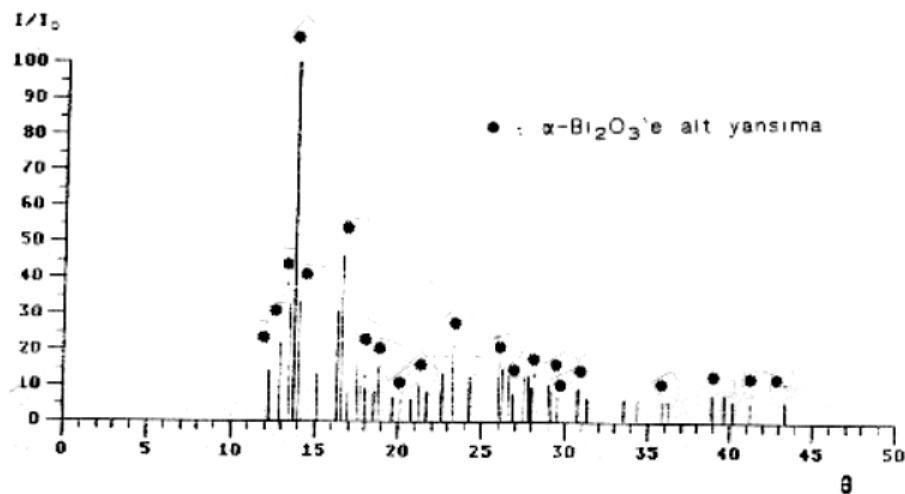
Sekil 3.53. 850°C deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.970$ in toz deseni.

Tablo 3.34. 850°C deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.970$ in XRD verileri.

I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz EAO}}$	$d_{\text{hes EAO}}$	
15	12.28	12.29	-	1	0	2	3.619	3.616 ●
18	12.89	12.89	0	0	2	3.450	3.452 ●	
26	13.46	13.46	1	1	1	3.307	3.309 ●	
100	13.73	13.72	-	1	2	0	3.243	3.247 ●
34	14.01	14.02	0	1	2	3.180	3.177 ●	
14	15.06					2.963		
29	16.31					2.741		
37	16.57	16.58	2	0	0	2.699	2.696 ●	
13	17.51	17.52	2	1	-	2.559	2.558 ●	
8	17.75	17.77	0	3	1	2.526	2.523 ●	
7	17.95	17.97	1	0	-	2.496	2.496 ●	
9	18.53	18.54	1	3	0	2.422	2.422 ●	
11	18.81	18.80	1	1	2	2.368	2.389 ●	
6	19.66					2.288		
7	20.03	20.03	2	2	0	2.248	2.248 ●	
7	20.67					2.181		
7	21.21	21.20	1	2	2	2.128	2.128 ●	
7	21.60					2.091		
8	22.54					2.008		

Tablo 3.34'ün devamı.

I/I_o	$\theta_{göz}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{gözEAP}$	d_{hesEAP}
16	23.21					1.953	
11	24.30	24.31	1	0	3	1.871	1.870 •
15	25.97					1.758	
13	26.17	26.17	3	2	2	1.746	1.746 •
10	26.53	26.52	2	3	1	1.724	1.724 •
7	26.81					1.707	
11	27.58					1.663	
7	29.08					1.584	
6	29.54					1.562	
7	30.74	30.76	2	3	2	1.506	1.506 •
6	31.27	31.27	1	0	5	1.483	1.483 •
5	33.49	33.49	2	2	5	1.395	1.395 •
4	35.77					1.317	
4	38.87					1.227	
5	39.61					1.208	
6	40.18					1.193	
3	41.11					1.171	
4	42.18					1.147	



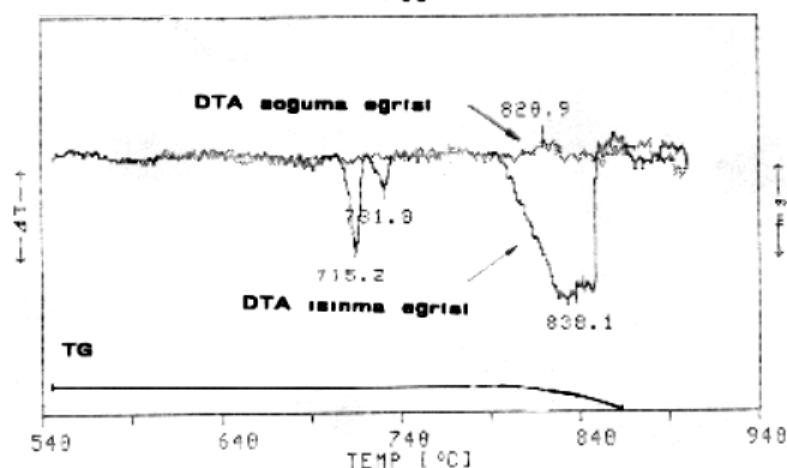
Şekil 3.54. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.990$ 'ın toz deseni.

Tablo 3.35. 850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.990$ 'ın XRD verileri.

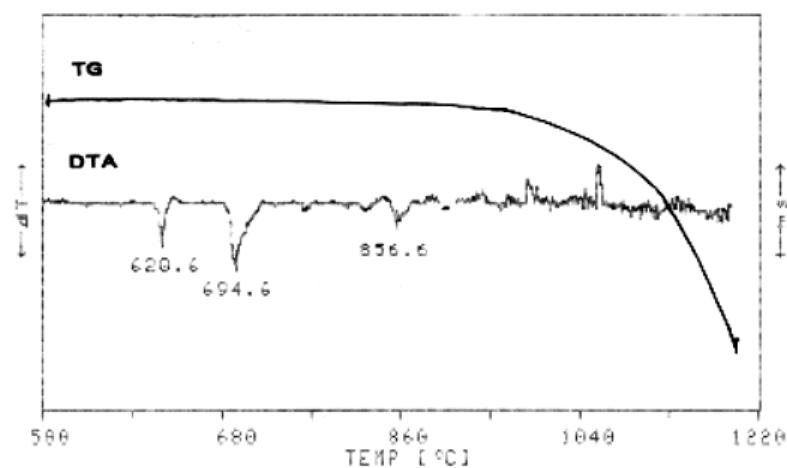
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
14	12.30	12.29	-1	0	2	3.614	3.616 •
21	12.93	12.92	0	0	2	3.441	3.443 •
33	13.50	13.51	1	1	1	3.298	3.296 •
100	13.77	13.77	-1	2	0	3.235	3.235 •
33	14.06	14.06	0	1	2	3.169	3.168 •
13	15.13					2.950	
30	16.37					2.732	
46	16.61	16.61	1	2	1	2.693	2.693 •
8	17.00					2.633	
17	17.57					2.551	
10	17.77					2.523	
9	18.02	18.01	1	0	2	2.489	2.490 •
8	18.57					2.418	
15	18.87	18.88	1	1	2	2.381	2.380 •
6	19.70					2.284	
6	20.10	20.10	2	2	0	2.240	2.241 •
6	20.78					2.170	
10	21.26	21.26	0	3	2	2.123	2.124 •
8	21.67					2.085	

Tablo 3.35'in devamı.

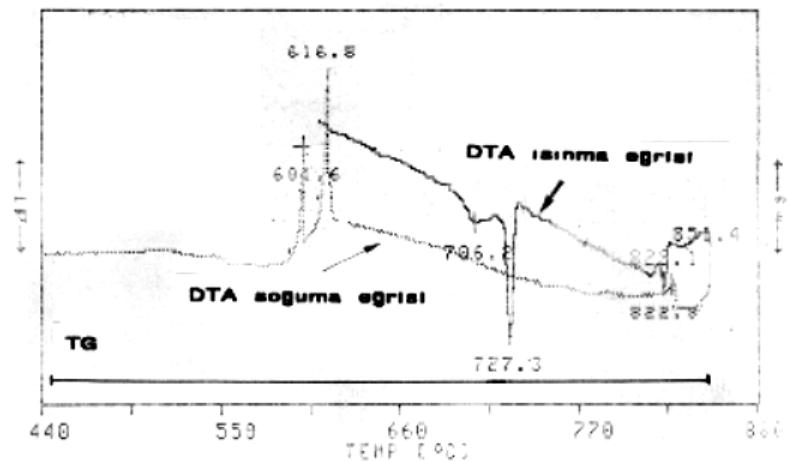
I/I_o	$\theta_{göz}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz[\text{Å}]}$	$d_{hes[\text{Å}]}$
13	22.61					2.003	
21	23.24	23.24	2	2	1	1.951	1.951 •
12	24.32					1.870	
16	26.02	26.04	3	1 - 3		1.755	1.754 •
14	26.23	26.22	3	2 - 1		1.742	1.743 •
12	26.57	26.57	0	0	4	1.721	1.721 •
7	26.86					1.704	
12	27.50					1.667	
13	27.78					1.652	
9	28.00	28.00	3	2	0	1.640	1.640 •
10	29.02					1.587	
8	29.25	29.25	0	5	1	1.576	1.576 •
7	29.58					1.560	
9	30.78					1.505	
6	31.30	31.29	3	2 - 4		1.482	1.483 •
6	33.52	33.52	2	2 - 5		1.394	1.394 •



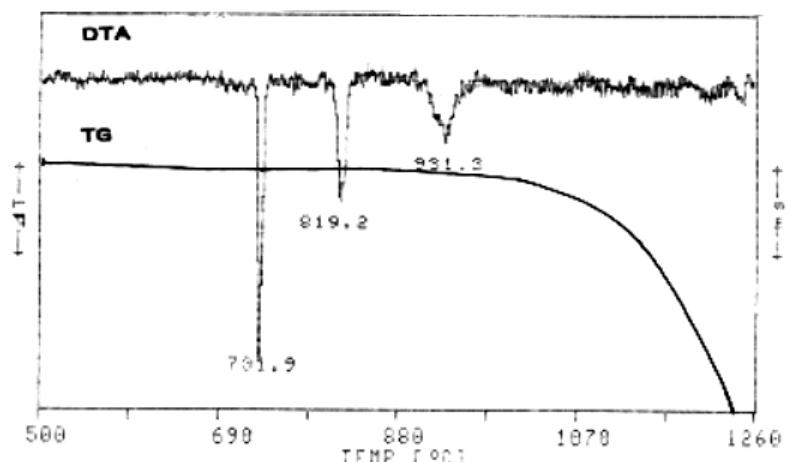
Sekil 3.55. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.990$ olan karışımın sogumalı DTA/TG grafiği.



Sekil 3.56. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.950$ olan karışımın DTA/TG grafiği.



Sekil 3.57. Saf Bi_2O_3 'in geri sogumali DTA/TG diagrami.



Sekil 3.58. Saf Bi_2O_3 'in DTA/TG diagrami.

4. SONUCLAR VE TARTISMA

Bu çalışmada hazırlanan 50 başlangıç karışımı 500°C- 850°C sıcaklıklarında 2 - 84 saat arası sürelerde altın reaksiyon kaplarında reaksiyonlara tabi tutuldu. Elde edilen fırınlama ürünlerinin X-ray'ları toz diffraktometresi ile 5°-45° yansımaya açısı aralığında ölçümleri ve 25°C - 1350°C arasında 10°C/dak. hız ile DTA/TG ölçümleri yapılarak elde edilen veriler değerlendirildi.

Tamamı açık atmosferde yapılan bu çalışmada literatürde önceden bilinmeyen yeni katı çözelti bölgelerinin sentezi yapılmıştır. Elde edilen verilerin değerlendirilmesi sonucunda 6 farklı bölgein varlığı belirlendi. Elde edilen bütün fazlar, bunların kristal birim hücre tipleri ve hücre parametreleri tablo 3.36'da verilmiştir. Fazlar β -Bi₂O₃ tipinde tetragonal, δ -Bi₂O₃ tipinde kübik ya da ortorombik sistemde kristalleşmemektedirler. Bunların birim hücre parametreleri de yaklaşık olarak bizmuttrioksitin ilgili fazının ile hemen hemen aynıdır. Kisaca katkı olarak eklenen tellüriotsit burada oda sıcaklığında kararsız olan bizmuttrioksitin yüksek sıcaklık fazlarını düşük sıcaklıklarda da kararlı hale getmesini sağlamaktadır.

Tablo 3.36. Çalışmalar sonucunda belirlenen bölgeler.

Aralık	Birim hücre tipi	Hücre parametreleri [Å]		
		\bar{a}	\bar{b}	\bar{c}
$0.000 < X_{Bi_2O_3} < 0.273$	$TeO_2 + (Bi-Te-O)_{n1}$	-	-	-
$0.273 < X_{Bi_2O_3} < 0.471$	Tetragonal (β - Bi_2O_3 tipi)	7.7763	-	5.766
$0.471 < X_{Bi_2O_3} < 0.615$	Ortorombik ($(Bi-Te-O)_{n3}$)	16.905	5.626	11.804
$0.615 < X_{Bi_2O_3} < 0.857$	Kübik (δ - Bi_2O_3 tipi)	5.518	-	-
$0.857 < X_{Bi_2O_3} < 0.950$	Kübik (δ - Bi_2O_3 tipi)	5.535	-	-
$0.950 < X_{Bi_2O_3} < 1.000$	α - $Bi_2O_3 + (Bi-Te-O)_{n5}$	5.847	8.166	7.510

KAYNAKLAR-1

-
- [1] JCPDS-ICDD File no. 14-699 , Copyright (c) 1989
 - [2] JCPDS-ICDD File no. 18-244 , Copyright (c) 1989
 - [3] JCPDS-ICDD File no. 16-654 , Copyright (c) 1989
 - [4] JCPDS-ICDD File no. 15-493 , Copyright (c) 1989
 - [5] H.Tanji, R.C.Bradt, Thermal Expansion of Sb_2O_3 stabilized Bi_2O_3 Polymorphs, Jour. of Amer. Cer. Soc., 63, 715-716 (1980).
 - [6] M.Miyama, H.Yanagida, Oxygen Ion Conduction in γ - Bi_2O_3 Doped with Sb_2O_3 , J. Mater. Sci., 21, 1233-2136 (1986)
 - [7] M.Miyama, S.Katsuta, Y.Suenaga, H.Yanagida, Electrical Conduction in β - Bi_2O_3 Doped with Sb_2O_3 , Jour. of Amer. Cer. Soc., 66, 585-588 (1983)
 - [8] N.I.Medvedeva, V.P. Zhukau, V.A.Gubanov, Electronic Structure and Properties of δ - Bi_2O_3 , Sov. Phys. Solid State., 32(6), 1087-1088 (1990)
 - [9] V.V.Kucha, and et al, Growth Structure and Optical Properties of Bismuth Tellurate (Bi_2TeO_5) Single Crystals, Izv. Akad. Nauk. SSSR., Neorg. Mater., 20(2), 314-17 (1984)
 - [10] D.Mercurio, and et al, Structure Study and Densification of a new Piezoelectric Material Bismuth Tellurate (Bi_2TeO_5), Mater. Chem. Phys., 9(5), 467-76 (1983)
 - [11] D.Farissi, D.Mercurio, B.Frit, A Structural Model for a new Modulated Phases within The Bismuth Sequloxide-Tellurium dioxide System., Mater. Chem. Phys. 16(2), 133-44 (1987)
 - [12] V.A.Dolgikh, P.A.Popovkin, Evaluation of The Acoustic-Optical Criterion Fot Certain Tellurites, Izv. Akad. Nauk SSSR., Neorg. Mater., 14(4), 748-51 (1978)
 - [13] Boncheva-Mladenova et al, Oxidation of Antimony and Bismuth Tellurides, Izv. Akad. Nauk SSSR., Neorg. Mater., 6(7), 1264-7 (1970)
 - [14] Sinyakov et al, Dielectric Properties of Bismuth Tellurate ($Bi_4Te_3O_{12}$), Izv. Akad. Nauk SSSR., Neorg. Mater., 16(1), 136-7 (1980)
 - [15] L.L. Andreeva, M.Kh. Karapet'yants, Heaths of Formation of Bismuth Selenite and Tellurite, Zh. Fiz. Khim. 40(2), 470-3 (1966)
 - [16] ASTM Indeks file no 11-693
 - [17] L.A. Martin, "X- ray Powd.", West-Germany (1989)

KAYNAKLAR-2

- [18] L.Fink, " Program-system Gonio/C64", Flo-soft Rüsselheim-main (1989)
- [19] L. Fink, " Bindungsstangen In Oxoverbindungen der 4D-und 5D-Elemente Ein Beitrag Zur Kristallchemie Dieser Verbindungen ", J. W. Goethe Univ. Frankfurt, (1989)
- [20] G.O.Müller, Lehrbuch der Angewandten Chemie, Band III, S. Hirzel, Verlag, Leipzig (1971)
- [21] J.C.Cornwell, Chemical Analysis of Tellurite-Tellurate Compounds, Anal. Chim. Acta, 53, 325 (1971)
- [22] Meites, Handbook of Analytical Chemistry, p.3-7, McGraw Hill, 1963
- [23] T.Gündüz, Yarı Mikro Kalitatif Analiz, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Yayınları, Ankara 1985
- [24] M.Trömel, Zeitschrift für Krystallographie, 183, 15-26 (1988)
- [25] Frit and Jaymes., Rev. Chim. Minerale, 9, 837 (1972)
- [26] Frit et al, Rev. Chim. Minerale, 8, 453-61 (1971)
- [27] B.Frit, M. Jaymes, System Bismuth Trioxide-tellurium dioxide at 450°C, Rev. Chim. Minerale, 9(6), 837-44 (1972)
- [28] L.A.Demina, Study of The Bismuth Oxide-tellurium Oxide ($\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-TeO}_2$) System., Deposited Doc., VINITI 3785, 2-5 (1979)
- [29] D.Mercurio and et al, Etude Structurale et Densification Nouveau Matériaux Piezoelectri Piezoelectrique Bi_2TeO_5 , Materials Chemistry and Physics, 9, 467-476 (1983)
- [30] L.L.Andreva, M.Kh. Karapetyants, Bismuth tellurate(IV) Formation Conditions, Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater. 6(11), 1989-92 (1979)
- [31] B.Frit, M. Jaymes, Syntesis and Structural Study of Bismuth Tellurates, Bull. Soc. Chim. Fr., (3-4 pt.1), 402-6 (1974)
- [32] G.Gospodinov, K.Gyurova, Syntesis Crystallographic Data Thermostability of Some Metal Orthotellurates of The Type Me_3TeO_6 and Me_2TeO_6 . Thermochimica Acta, 83(2), 243-52 (1985)
- [33] Demina et al, Physicochemical Study of The Bismuth Oxide-tellurium Dioxide System, Dokl. Akad. Nauk SSSR, 244(1), 94-7 (1979)

KAYNAKLAR-3

- [34] Boncheva-Mladenova et al., Preparation and Thermal Stability of The Chalcogenates of Antimony and Bismuth. 2. Preparation and Thermal Stability of Bismuth Tellurate(IV). Monatsh. Chem. 100(6), 1829-33 (1969)
- [35] A.S. Pashinkin, Partial Pressure Diagrams of Metal-tellurium-oksxygen Systems, Izv. Akad. Nauk SSSR. Neorg. Mater. 11(19), 1650-3 (1975)
- [36] J.W. Medernach, R. Snyder, Powder Diffraction Patterns and Structures of The bismuth Oxides., Jour. of Amer. Cer. Soc. 61, 11-13 (1978)

EK-1

Sekil E.1.1.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.010$ olan karışımın toz deseni.

Tablo E.1.1.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.010$ olan karışımın XRD verileri.

Sekil E.1.2.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.067$ olan karışımın toz deseni.

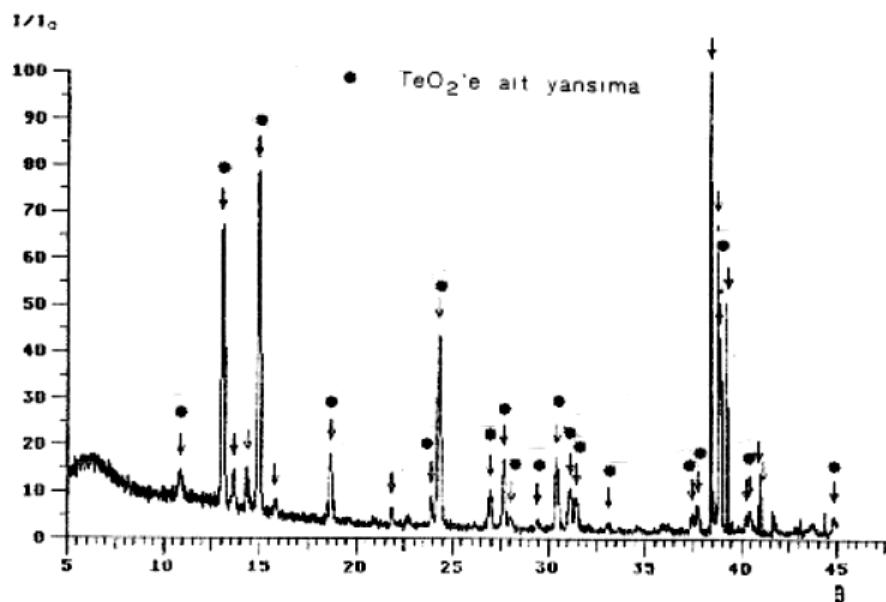
Tablo E.1.2.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.067$ olan karışımın XRD verileri.

Sekil E.1.3.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.100$ olan karışımın toz deseni.

Tablo E.1.3.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.100$ olan karışımın XRD verileri.

Sekil E.1.4.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.200$ olan karışımın toz deseni.

Tablo E.1.4.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.200$ olan karışımın XRD verileri.



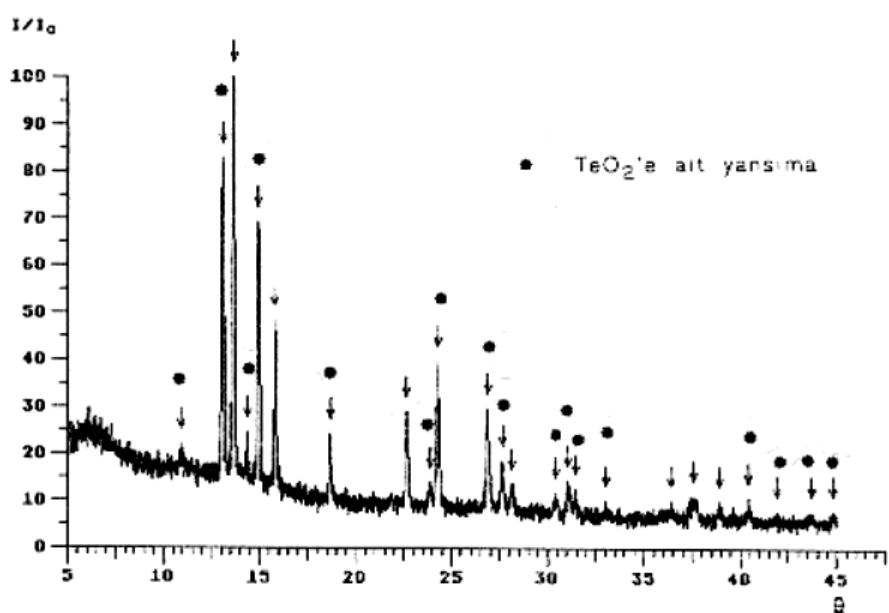
SekilE.1.1.600°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.010$ olan karışımın toz deseni.

TabloE.1.1.600°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.010$ olan karışımın XRD verileri.

No	I/I_0	θ	$d [\text{\AA}]$
1	6	10.90	4.073*
2	80	13.06	3.407*
3	10	13.64	3.265
4	12	14.35	3.106
5	100	14.95	2.984*
6	4	15.81	2.827
7	19	18.68	2.404*
8	4	21.86	2.068*
9	6	23.90	1.901*
10	63	24.31	1.871*
11	11	26.95	1.699*
12	18	27.66	1.659*
13	3	28.03	1.639*
14	2	29.42	1.568*
15	22	30.42	1.521*
16	13	31.11	1.490*
17	10	31.43	1.477*
18	3	33.07	1.411*
19	2	37.41	1.267*
20	8	37.71	1.259*

Tablo E.1.1'in devamı.

No	I/I _o	θ	d (Å)
21	18	38.40	1.240
22	12	38.77	1.229
23	8	38.85	1.227*
24	19	39.27	1.216
25	1	40.23	1.192
26	4	40.44	1.187*
27	0	40.92	1.176
28	0	41.11	1.171
29	3	44.82	1.092*



Sekil E.1.2.600°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.067$ olan karışımın toz deseni.

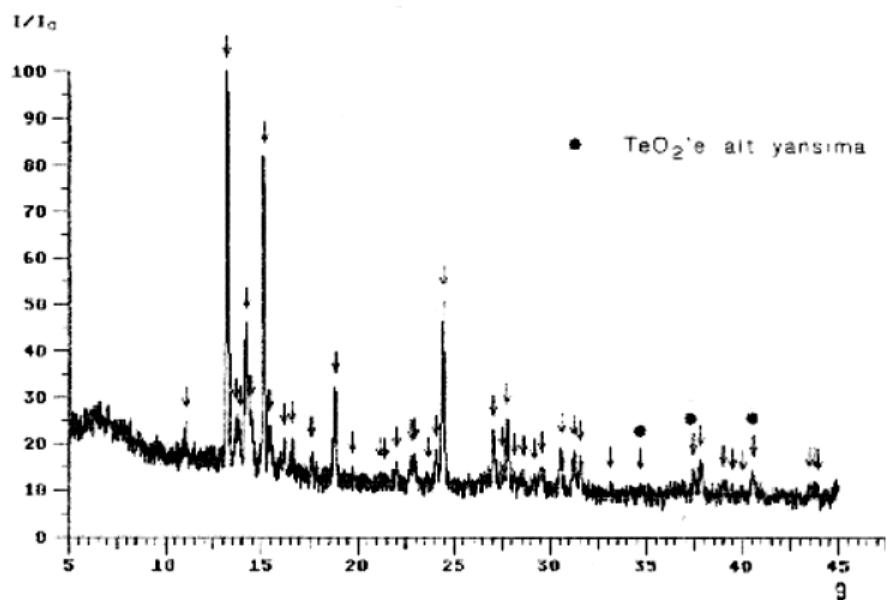
Tablo E.1.2.600°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.067$ olan karışımın XRD verileri.

No	I/I_0	θ	d [Å]	
1	3	10.90	4.072	●
2	75	13.07	3.404	●
3	100	13.64	3.265	
4	6	14.34	3.109	●
5	71	14.95	2.984	●
6	44	15.81	2.827	
7	12	18.67	2.405	●
8	27	22.65	1.999	
9	5	23.86	1.903	●
10	38	24.28	1.872	●
11	27	26.88	1.703	●
12	12	27.63	1.660	●
13	7	28.16	1.631	
14	7	30.39	1.522	●
15	7	31.06	1.493	●
16	3	31.41	1.477	●
17	4	33.01	1.413	●
18	2	36.41	1.297	
19	17	37.57	1.263	
20	5	38.94	1.225	

-103-

Tablo E.1.2'nin devamı.

No	I/I _o	θ	d (Å)
21	7	40.43	1.187 *
22	1	41.94	1.152 *
23	4	43.68	1.115 *
24	5	44.78	1.093 *



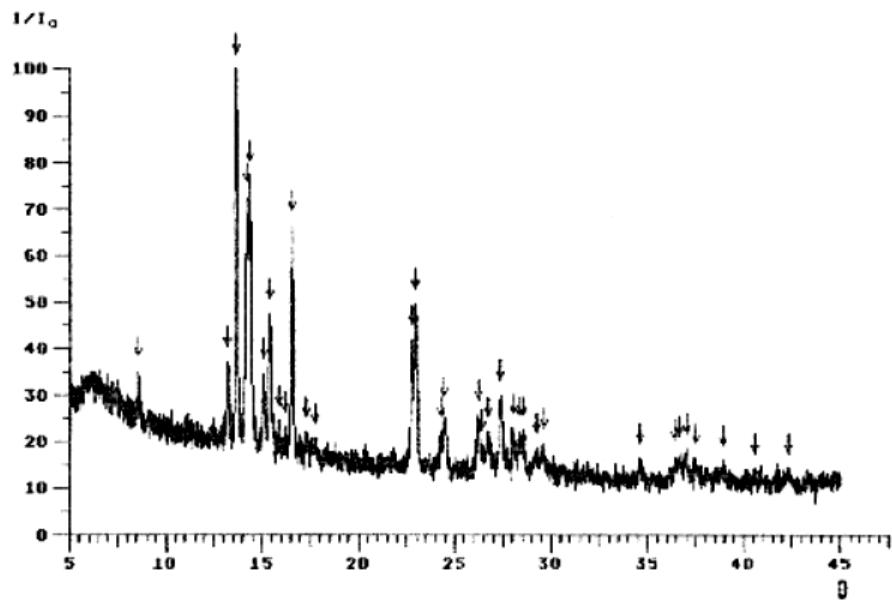
Sekil E.1.3. 600°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.100$ olan karışımın toz deseni.

Tablo E.1.3. 600°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.100$ olan karışımın XRD verileri.

No	I/I_0	θ	$d \text{ \AA}$
1	7	11.06	4.013
2	100	13.21	3.370
3	10	13.65	3.262
4	7	13.86	3.214
5	56	14.18	3.142
6	12	14.46	3.083
7	86	15.12	2.952
8	9	15.42	2.896
9	5	16.16	2.766
10	6	16.58	2.698
11	4	17.61	2.546
12	26	18.84	2.384
13	11	19.74	2.280
14	3	21.15	2.134
15	3	21.36	2.114
16	7	21.98	2.057
17	8	22.77	1.989
18	5	22.95	1.975
19	5	23.62	1.922
20	8	24.01	1.893

Table E.1.3'ün devamı.

No	I/I _o	θ	d (Å)
21	61	24.44	1.861
22	13	27.05	1.693
23	5	27.47	1.669
24	15	27.77	1.652
25	4	28.12	1.634
26	4	28.58	1.609
27	5	29.20	1.578
28	15	29.55	1.561
29	15	30.56	1.514
30	8	31.21	1.486
31	9	31.55	1.471
32	8	33.07	1.411
33	11	34.67	1.353*
34	3	37.45	1.266*
35	7	37.84	1.255
36	2	39.00	1.224
37	6	39.47	1.211
38	4	40.02	1.197
39	13	40.56	1.184*
40	3	43.48	1.119
41	3	43.78	1.113
42	4	43.92	1.110



Sekil E.1.4.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.200$ olan karışımın toz deseni.

Tablo E.1.4.600°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.200$ olan karışımın XRD verileri.

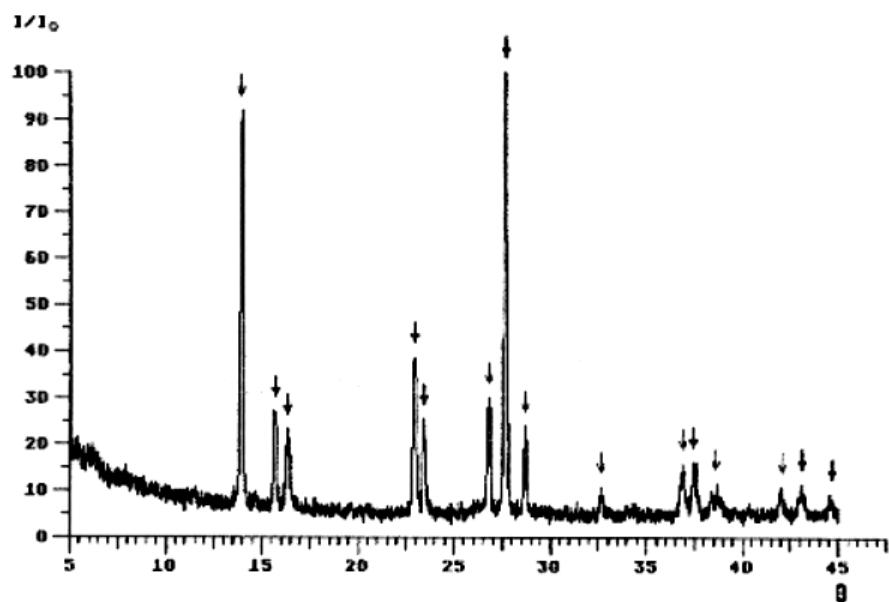
No	I/I_0	θ	$d [Å]$
1	4	8.56	5.172
2	16	13.22	3.367
3	100	13.66	3.260
4	70	14.18	3.142
5	79	14.36	3.104
6	19	15.08	2.959
7	41	15.40	2.900
8	6	15.82	2.825
9	4	16.21	2.759
10	65	16.56	2.701
11	9	17.30	2.590
12	13	17.71	2.532
13	41	22.75	1.991
14	58	22.96	1.974
15	6	24.26	1.874
16	16	24.45	1.860
17	13	26.22	1.743
18	1	26.43	1.730
19	13	26.75	1.711
20	23	27.36	1.675

Tablo E.1.4'ün devamı.

No	I/I_o	θ	d [Å]
21	8	28.04	1.638
22	13	28.37	1.620
23	10	28.56	1.610
24	10	29.21	1.578
25	5	29.62	1.558
26	8	34.62	1.355
27	2	36.41	1.297
28	3	36.66	1.289
29	4	37.00	1.280
30	7	37.48	1.265
31	9	38.92	1.226
32	5	40.55	1.184
33	17	42.27	1.145

EK-2

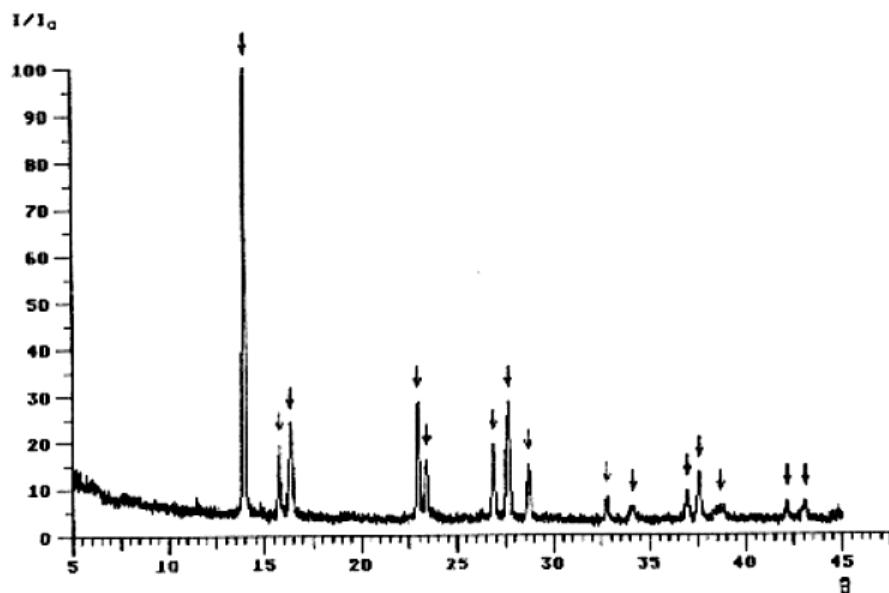
SekilE.2.1.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.273$ 'in toz deseni.
TabloE.2.1.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.273$ 'in XRD verileri.
SekilE.2.2.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.315$ 'in toz deseni.
TabloE.2.2.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.315$ 'in XRD verileri.
SekilE.2.3.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.333$ 'in toz deseni.
TabloE.2.3.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.333$ 'un XRD verileri.
SekilE.2.4.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.364$ 'in toz deseni.
TabloE.2.4.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.364$ 'un XRD verileri.
SekilE.2.5.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.380$ 'in toz deseni.
TabloE.2.5.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.380$ 'in XRD verileri.
SekilE.2.6.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.429$ 'un toz deseni.
TabloE.2.6.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.429$ 'un XRD verileri.
SekilE.2.7.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.449$ 'un toz deseni.
TabloE.2.7.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.449$ 'un XRD verileri.
SekilE.2.8.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.462$ 'in toz deseni.
TabloE.2.8.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.462$ 'in XRD verileri.
SekilE.2.9.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.471$ 'in toz deseni.
TabloE.2.9.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.471$ 'in XRD verileri.



Sekil E.2.1.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.273$ 'in toz deseni.

Tablo E.2.1.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.273$ 'in XRD verileri.

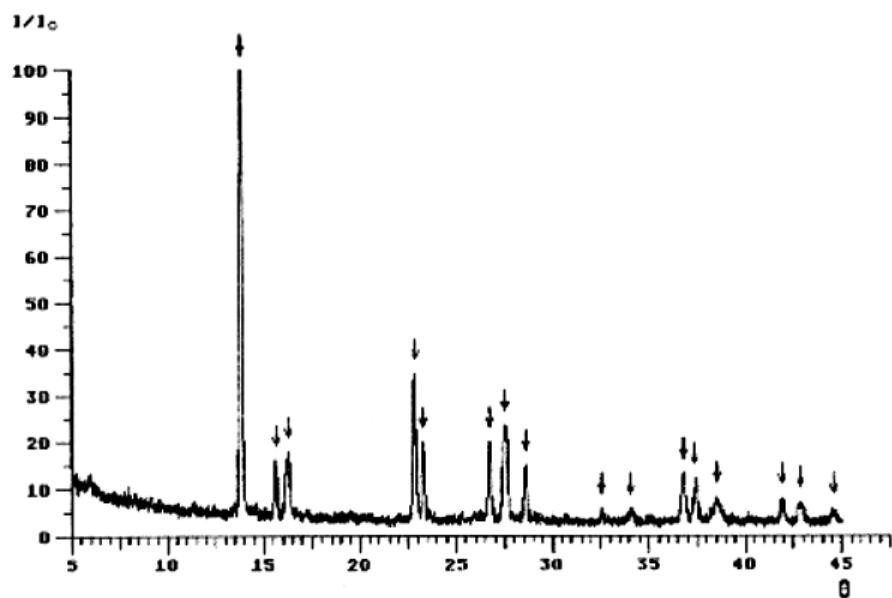
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
80	13.87	13.87	2	0	1	3.211	3.212
19	15.63	15.62	0	0	2	2.858	2.859
21	16.31	16.29	2	2	0	2.742	2.745
40	22.90	22.88	2	2	2	1.979	1.980
16	23.37	23.37	4	0	0	1.941	1.941
23	26.75	26.75	2	0	3	1.711	1.711
100	27.61	27.61	4	2	1	1.662	1.661
17	28.64	28.65	4	0	2	1.606	1.606
6	32.60	32.59	0	0	4	1.429	1.429
12	36.85	36.87	4	2	3	1.284	1.283
14	37.38	37.40	2	2	4	1.268	1.268
12	38.54	38.56	3	1	4	1.236	1.235
8	41.98	41.99	4	0	4	1.151	1.151
5	43.06	43.05	6	2	2	1.128	1.128
3	44.61	44.59	2	0	5	1.096	1.097



Sekil E.2.2.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.315$ 'in toz deseni.

Table E.2.2.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.315$ 'in XRD verileri.

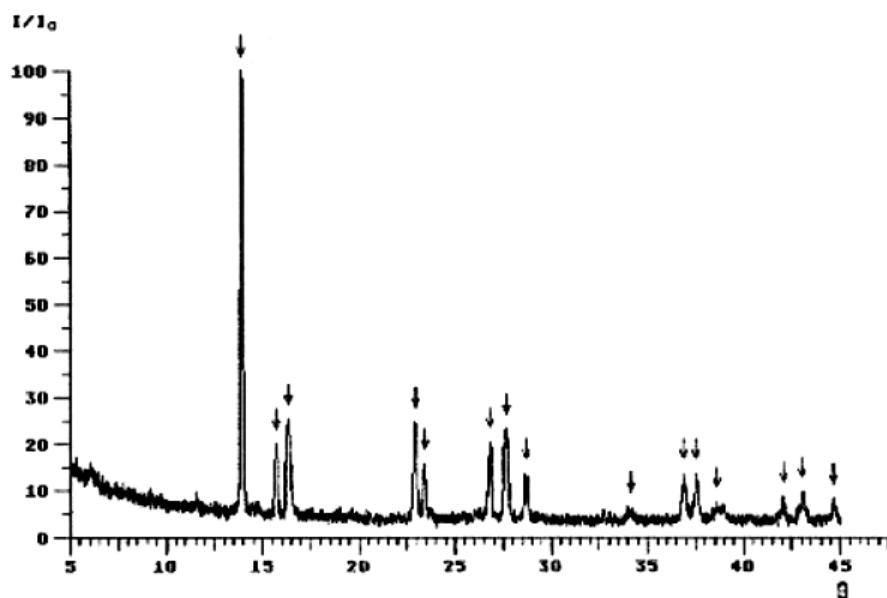
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.86	13.85	2	0	1	3.215	3.216
14	15.66	15.66	0	0	2	2.853	2.853
27	16.24	16.24	2	2	0	2.752	2.753
29	22.88	22.87	2	2	2	1.981	1.981
13	23.30	23.30	4	0	0	1.947	1.946
18	26.79	26.78	2	0	3	1.708	1.709
35	27.54	27.54	4	2	1	1.665	1.665
13	28.61	28.61	4	0	2	1.608	1.608
4	32.66	32.67	0	0	4	1.426	1.426
6	34.01	34.02	4	4	0	1.376	1.376
7	36.84	36.85	4	2	3	1.284	1.284
14	37.44	37.45	2	2	4	1.266	1.266
11	38.60	38.60	3	1	4	1.234	1.234
2	42.01	42.01	4	0	4	1.150	1.150
6	42.96	42.95	6	2	2	1.130	1.130



Sekil E.2.3.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.333$ 'Un toz deseni.

Tablo E.2.3.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.333$ 'Un XRD verileri.

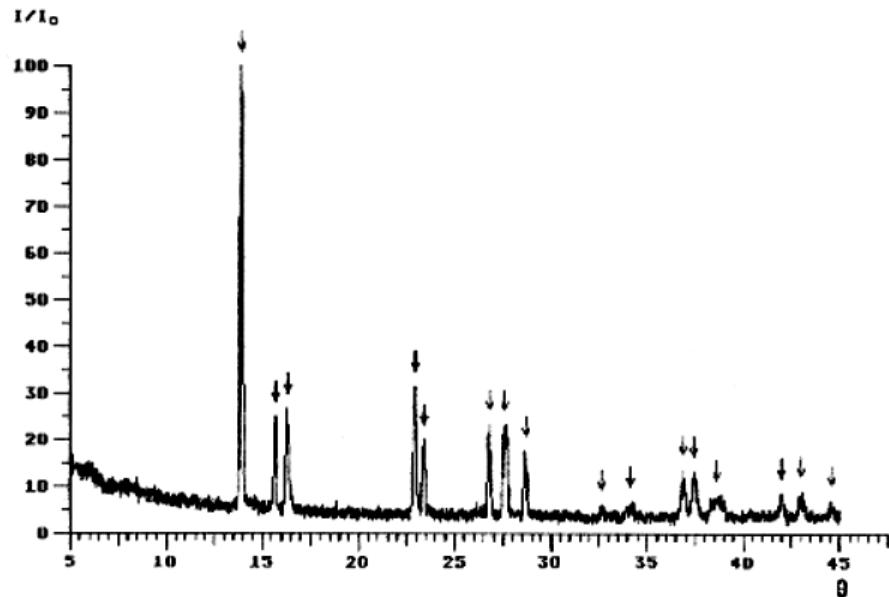
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{gözCAP}}$	d_{hesCAP}
100	13.85	13.85	2	0	1	3.217	3.217
12	15.62	15.62	0	0	2	2.859	2.859
21	16.26	16.25	2	2	0	2.750	2.751
40	22.86	22.86	2	2	2	1.982	1.982
16	23.31	23.32	4	0	0	1.946	1.945
19	26.73	26.74	2	0	3	1.712	1.712
35	27.56	27.55	4	2	1	1.664	1.664
11	28.60	28.61	4	0	2	1.608	1.608
1	32.60	32.59	0	0	4	1.429	1.429
4	34.05	34.04	4	4	0	1.375	1.375
17	36.81	36.82	4	2	3	1.285	1.285
13	37.38	37.38	2	2	4	1.268	1.268
9	38.53	38.54	3	1	4	1.236	1.236
4	41.96	41.95	4	0	4	1.152	1.152
8	42.89	42.89	1	0	5	1.131	1.131
0	44.58	44.58	2	0	5	1.097	1.097



Sekil E.2.4.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.364$ 'ün toz deseni.

Tablo E.2.4.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.364$ 'ün XRD verileri.

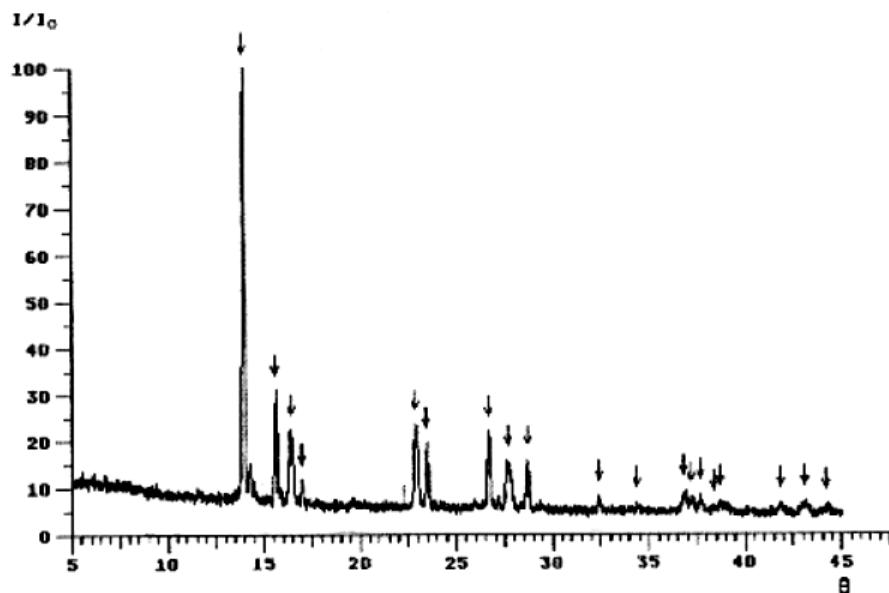
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.82	13.84	2	0	1	3.223	3.219
16	15.61	15.63	0	0	2	2.861	2.858
33	16.22	16.23	2	2	0	2.756	2.754
29	22.84	22.85	2	2	2	1.983	1.983
12	23.29	23.29	4	0	0	1.948	1.947
22	26.73	26.74	2	0	3	1.712	1.711
34	27.53	27.53	4	2	1	1.666	1.666
12	28.60	28.59	4	0	2	1.609	1.609
11	34.01	34.00	4	4	0	1.377	1.377
14	36.81	36.80	4	2	3	1.285	1.285
12	37.39	37.38	2	2	4	1.268	1.268
12	38.54	38.53	3	1	4	1.236	1.236
4	41.96	41.94	4	0	4	1.151	1.152
13	42.89	42.91	6	2	2	1.131	1.131
4	44.56	44.59	2	0	5	1.097	1.097



Sekil E.2.5.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.380$ 'in toz deseni.

Tablo E.2.5.750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.380$ 'in XRD verileri.

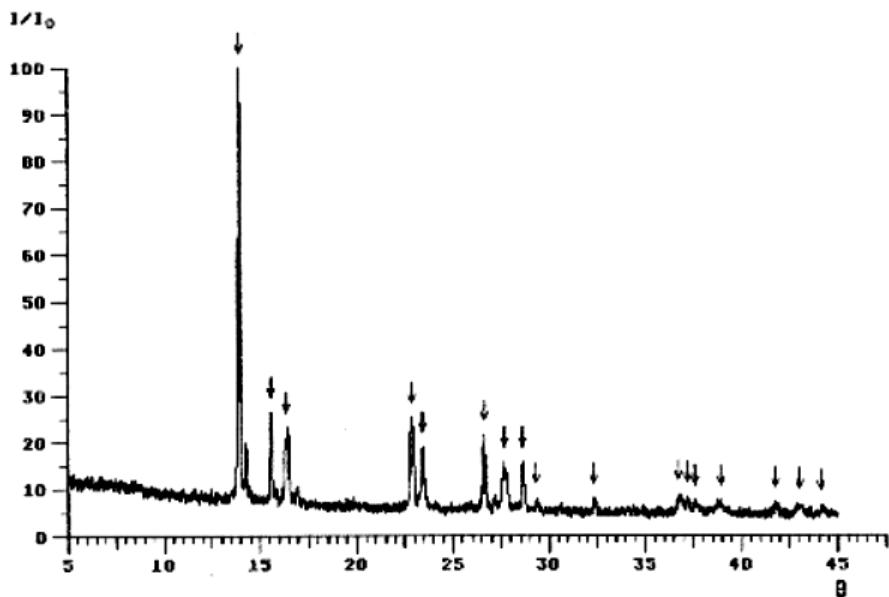
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.82	13.83	2	0	1	3.223	3.220
20	15.60	15.60	0	0	2	2.864	2.863
29	16.22	16.24	2	2	0	2.757	2.754
33	22.83	22.83	2	2	2	1.984	1.985
15	23.30	23.30	4	0	0	1.947	1.947
21	26.70	26.70	2	0	3	1.714	1.714
33	27.53	27.53	4	2	1	1.666	1.666
16	28.57	28.57	4	0	2	1.610	1.610
2	32.53	32.54	0	0	4	1.432	1.431
3	34.02	34.01	4	4	0	1.376	1.377
13	36.79	36.77	4	2	3	1.286	1.286
17	37.33	37.32	2	2	4	1.270	1.270
16	38.49	38.48	3	1	4	1.237	1.237
7	41.89	41.89	4	0	4	1.153	1.153
7	42.89	42.90	6	2	2	1.131	1.131
3	44.50	44.50	2	0	5	1.099	1.098



Sekil E.2.6. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.429$ 'un toz deseni.

Tablo E.2.6. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.429$ 'un XRD verileri.

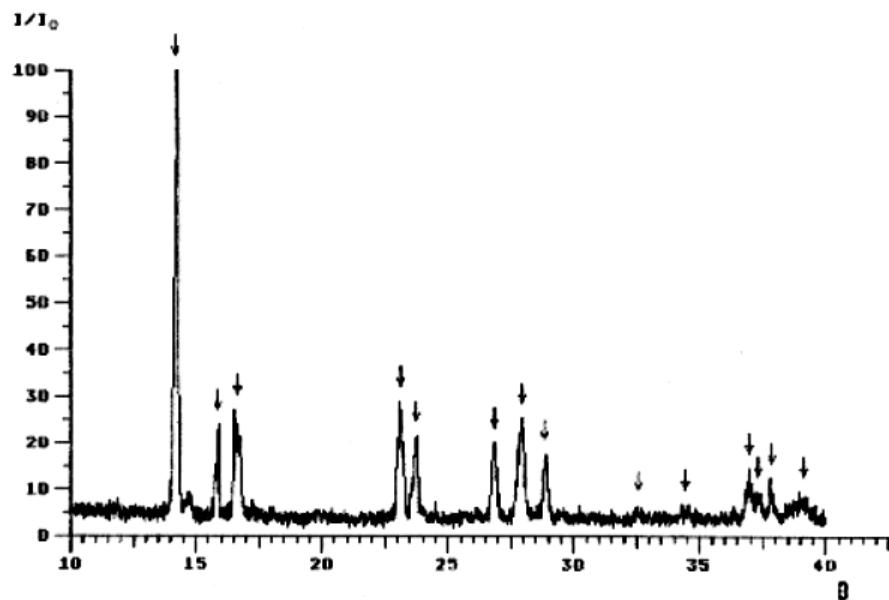
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.83	13.83	2	0	1	3.221	3.220
24	15.48	15.49	0	0	2	2.884	2.883
28	16.28	16.29	2	2	0	2.746	2.745
29	22.78	22.79	2	2	2	1.988	1.988
15	23.36	23.37	4	0	0	1.942	1.941
20	26.56	26.55	2	0	3	1.722	1.722
22	27.58	27.60	4	2	1	1.663	1.662
10	28.57	28.57	4	0	2	1.610	1.610
3	32.30	32.28	0	0	4	1.441	1.442
1	34.28	34.28	4	3	2	1.367	1.367
8	36.71	36.71	4	2	3	1.288	1.288
4	37.12	37.11	2	2	4	1.276	1.276
2	37.58	37.59	6	0	1	1.262	1.262
2	38.28	38.27	3	1	4	1.243	1.243
3	41.72	41.71	6	3	0	1.157	1.157
1	42.85	42.85	3	3	4	1.132	1.132
7	43.01	43.02	1	1	5	1.129	1.128
2	44.14	44.15	2	0	5	1.106	1.105



Şekil E.2.7. 750°C 'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.449$ 'un toz deseni.

Tablo E.2.7. 750°C 'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.449$ 'un XRD verileri

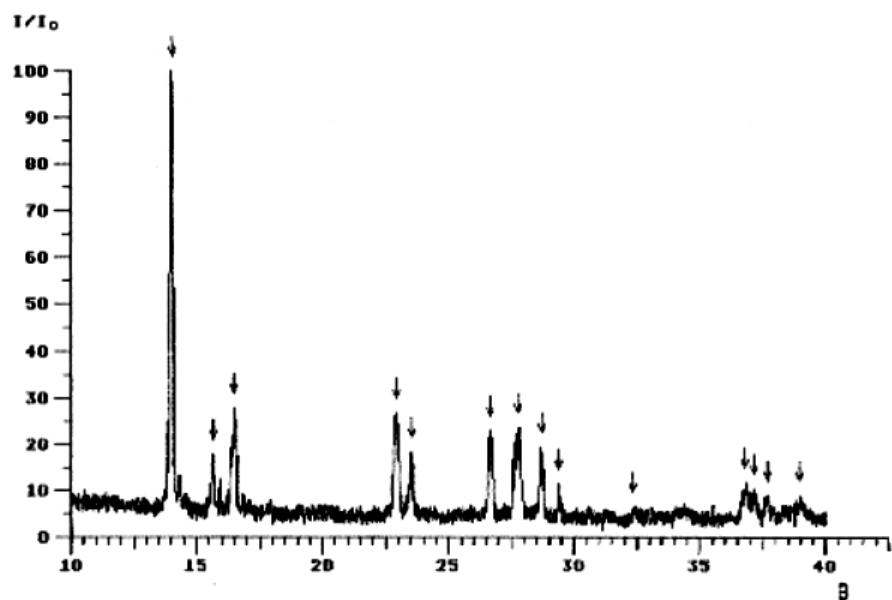
I/I_0	Θ_{goz}	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{goz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.79	13.81	2	0	1	3.229	3.226
18	15.45	15.45	0	0	2	2.890	2.889
27	16.25	16.26	2	2	0	2.752	2.750
28	22.74	22.74	2	2	2	1.992	1.992
18	23.33	23.33	4	0	0	1.944	1.944
16	26.50	26.49	2	0	3	1.725	1.726
18	27.54	27.54	4	2	1	1.665	1.665
10	28.52	28.51	4	0	2	1.613	1.613
2	29.23	29.22	2	2	3	1.577	1.577
2	32.22	32.21	0	0	4	1.444	1.444
5	36.60	36.59	5	2	2	1.291	1.292
2	37.04	37.04	6	1	0	1.278	1.278
8	37.50	37.51	6	0	1	1.265	1.265
10	38.77	38.78	6	2	0	1.230	1.229
1	41.63	41.63	6	3	0	1.159	1.159
7	42.89	42.89	6	2	2	1.131	1.131
3	44.03	44.04	2	0	5	1.108	1.108



Sekil E.2.8. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.462$ 'nin toz deseni.

Table E.2.8. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.462$ 'nin XRD verileri.

I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.80	13.80	2	0	1	3.227	3.228
15	15.43	15.43	0	0	2	2.893	2.894
40	16.26	16.26	2	2	0	2.750	2.750
32	22.72	22.72	2	2	2	1.993	1.994
16	23.32	23.32	4	0	0	1.945	1.945
20	26.46	26.46	2	0	3	1.728	1.728
33	27.55	27.53	4	2	1	1.665	1.666
15	28.49	28.49	4	0	2	1.614	1.614
4	32.17	32.15	0	0	4	1.446	1.447
4	34.03	34.05	4	4	0	1.376	1.375
8	36.59	36.59	4	2	3	1.292	1.292
3	36.96	36.97	2	2	4	1.281	1.280
6	37.50	37.49	6	0	1	1.265	1.265
21	38.77	38.76	6	2	0	1.230	1.230



Sekil E.2.9. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.471$ 'in toz deseni.

Tablo E.2.9. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.471$ 'in XRD verileri.

I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.79	13.79	2	0	1	3.229	3.231
10	15.43	15.42	0	0	2	2.895	2.896
29	16.25	16.25	2	2	0	2.752	2.752
33	22.70	22.70	2	2	2	1.995	1.995
14	23.30	23.31	4	0	0	1.946	1.946
22	26.45	26.44	2	0	3	1.729	1.729
38	27.50	27.51	4	2	1	1.667	1.667
13	28.47	28.47	4	0	2	1.615	1.615
2	29.16	29.16	2	2	3	1.580	1.580
6	32.13	32.13	0	0	4	1.448	1.448
12	36.55	36.56	4	2	3	1.293	1.293
4	36.94	36.94	2	2	4	1.281	1.281
2	37.46	37.47	6	0	1	1.266	1.266
14	38.75	38.73	6	2	0	1.230	1.231

EK-3

Sekil E.3.1.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.375$ 'in toz deseni.

Tablo E.3.1.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.375$ 'in XRD verileri.

Sekil E.3.2.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.380$ 'in toz deseni.

Tablo E.3.2.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.380$ 'in XRD verileri.

Sekil E.3.3.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.429$ 'un toz deseni.

Tablo E.3.3.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.429$ 'un XRD verileri.

Sekil E.3.4.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.438$ 'in toz deseni.

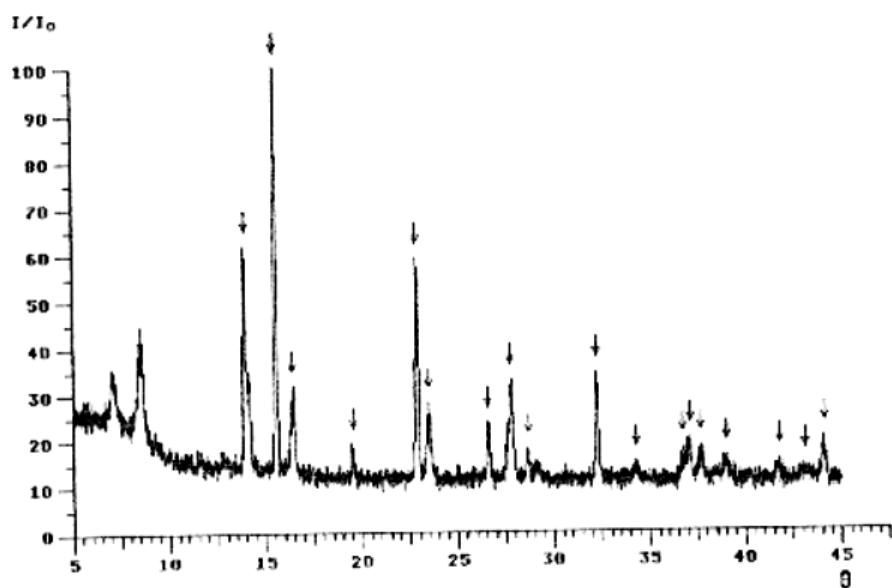
Tablo E.3.4.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.438$ 'in XRD verileri.

Sekil E.3.5.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.456$ 'nin toz deseni.

Tablo E.3.5.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.456$ 'nin XRD verileri.

Sekil E.3.6.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.467$ 'nin toz deseni.

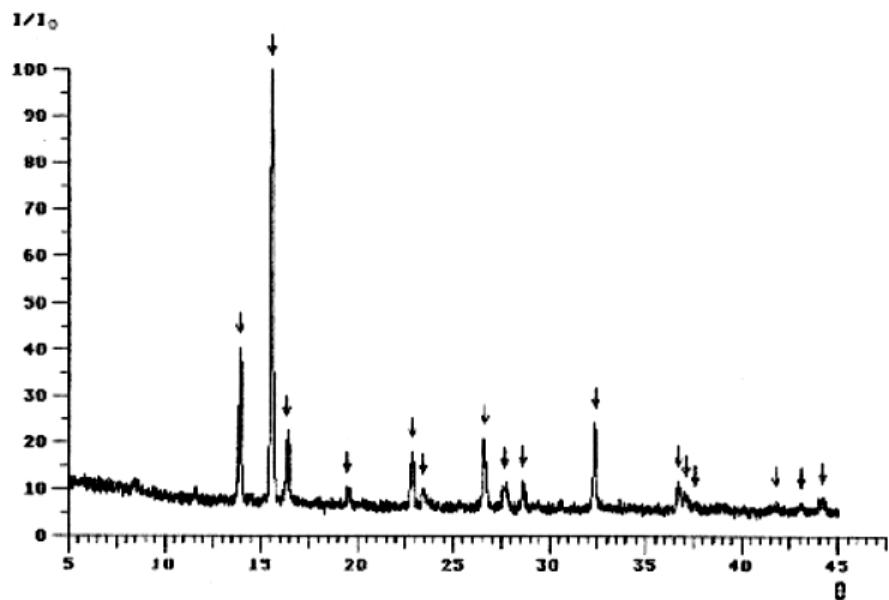
Tablo E.3.6.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.467$ 'nin XRD verileri.



Sekil E.3.1.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.375$ 'in toz deseni.

Tablo E.3.1.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.375$ 'in XRD verileri.

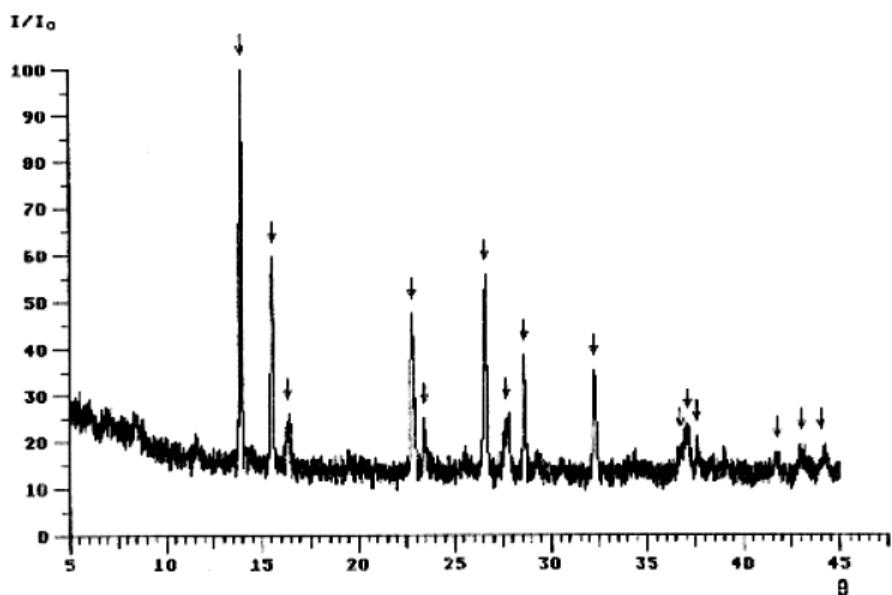
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	15.43	15.42	0	0	2	2.894	2.895
31	16.30	16.29	2	2	0	2.744	2.745
5	19.40	19.38	2	0	2	2.319	2.321
67	22.75	22.74	2	2	2	1.991	1.992
26	23.38	23.37	4	0	0	1.940	1.941
13	26.46	26.46	2	0	3	1.728	1.728
42	27.60	27.59	4	2	1	1.662	1.663
6	28.53	28.53	4	0	2	1.612	1.612
33	32.12	32.14	0	0	4	1.448	1.447
12	34.13	34.13	4	4	0	1.372	1.372
11	36.62	36.63	4	2	3	1.291	1.290
7	36.95	36.97	2	2	4	1.281	1.280
6	37.57	37.58	6	0	1	1.263	1.263
11	38.84	38.86	6	2	0	1.228	1.227
15	41.60	41.58	4	0	4	1.160	1.160
11	42.97	42.96	6	2	2	1.129	1.130
22	43.95	43.94	2	0	5	1.109	1.110



Sekil E.3.2.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.380$ 'in toz deseni.

Tablo E.3.2.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.380$ 'in XRD verileri.

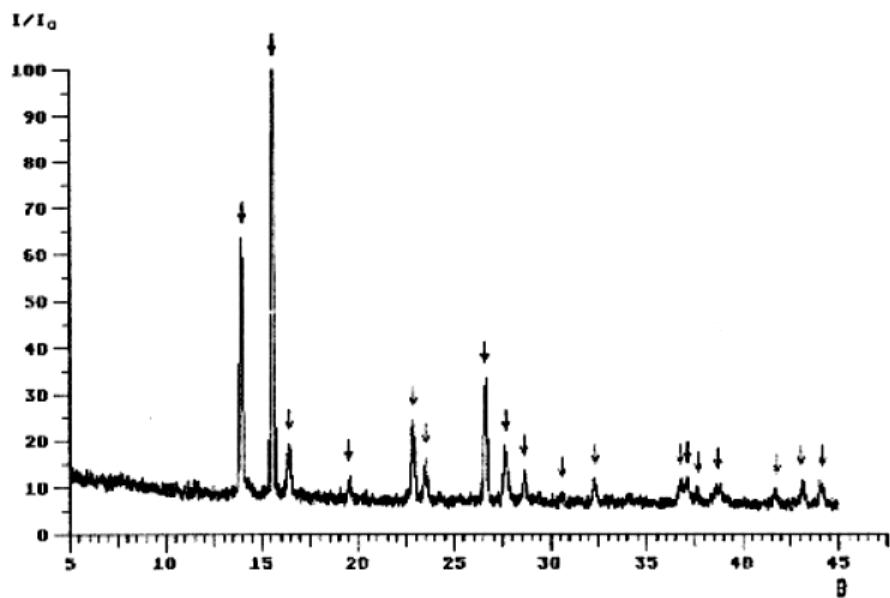
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
30	13.81	13.81	2	0	1	3.226	3.225
100	15.46	15.47	0	0	2	2.888	2.887
16	16.26	16.26	2	2	0	2.749	2.749
5	19.41	19.40	2	0	2	2.317	2.318
16	22.75	22.75	2	2	2	1.991	1.991
3	23.33	23.34	4	0	0	1.944	1.944
17	26.52	26.52	2	0	3	1.725	1.725
11	27.55	27.55	4	2	1	1.665	1.665
4	28.53	28.53	4	0	2	1.612	1.612
16	32.25	32.24	0	0	4	1.443	1.443
6	36.65	36.65	4	2	3	1.290	1.290
6	37.04	37.04	6	1	0	1.278	1.278
4	37.52	37.52	6	0	1	1.264	1.264
2	41.65	41.65	4	0	4	1.158	1.159
3	42.96	42.96	1	1	5	1.130	1.130
6	44.07	44.09	2	0	5	1.107	1.107



Sekil E.3.3.850 °Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.429$ 'un toz deseni.

Tablo E.3.3.850 °Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.429$ 'un XRD verileri.

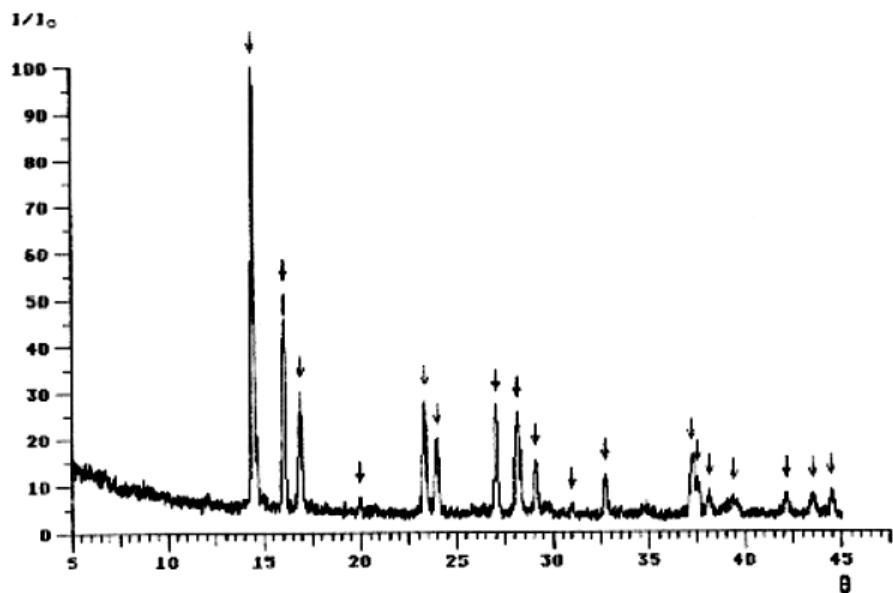
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.80	13.81	2	0	1	3.228	3.226
70	15.43	15.44	0	0	2	2.893	2.892
25	16.26	16.27	2	2	0	2.751	2.748
49	22.73	22.74	2	2	2	1.992	1.992
8	23.34	23.35	4	0	0	1.943	1.943
66	26.45	26.48	2	0	3	1.726	1.727
24	27.56	27.56	4	2	1	1.664	1.664
31	28.53	28.52	4	0	2	1.612	1.613
32	32.18	32.18	0	0	4	1.446	1.446
11	36.64	36.63	4	2	3	1.290	1.291
25	37.01	37.00	2	2	4	1.279	1.279
9	37.53	37.54	6	0	1	1.264	1.264
6	41.66	41.66	6	3	0	1.158	1.158
15	42.92	42.92	6	2	2	1.131	1.131
16	43.98	43.99	2	0	5	1.109	1.108



Sekil E.3.4.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.438$ 'in toz deseni.

Tablo E.3.4.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.438$ 'in XRD verileri.

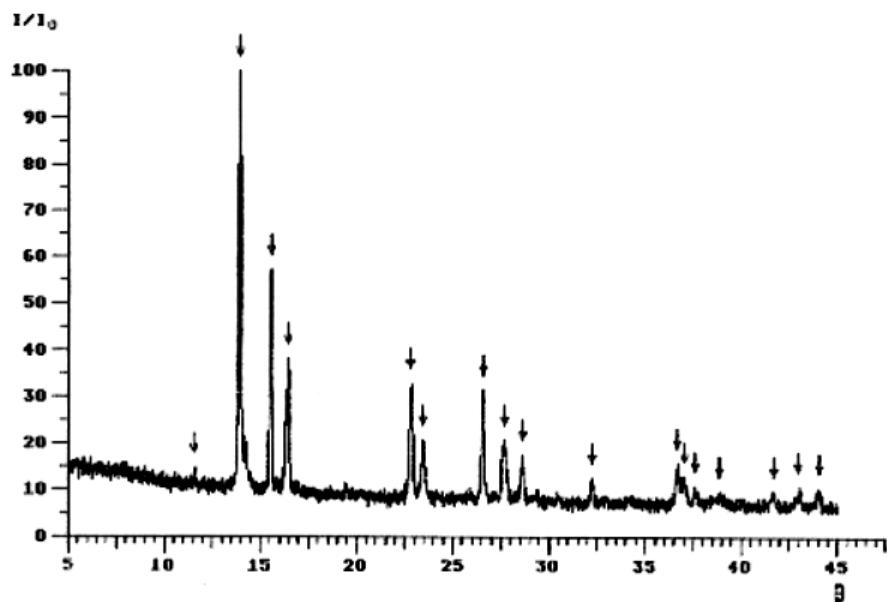
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
56	13.79	13.80	2	0	1	3.229	3.228
100	15.42	15.43	0	0	2	2.896	2.894
14	16.26	16.26	2	2	0	2.750	2.750
3	19.37	19.37	2	0	2	2.321	2.322
21	22.73	22.72	2	2	2	1.992	1.993
8	23.33	23.32	4	0	0	1.944	1.945
30	26.46	26.46	2	0	3	1.728	1.728
18	27.54	27.53	4	2	1	1.665	1.666
5	28.45	28.49	4	0	2	1.614	1.614
4	30.47	30.48	3	1	3	1.518	1.518
7	32.16	32.16	0	0	4	1.446	1.447
6	36.59	36.59	4	2	3	1.292	1.292
6	36.97	36.97	2	2	4	1.280	1.280
4	37.49	37.49	6	0	1	1.265	1.265
11	38.76	38.76	6	2	0	1.230	1.230
3	41.60	41.61	6	3	0	1.160	1.159
8	42.87	42.87	6	2	2	1.132	1.132
10	43.96	43.96	2	0	5	1.109	1.109



Sekil E.3.5.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.456$ 'nın toz deseni.

Tablo E.3.5.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.456$ 'nın XRD verileri.

I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.80	13.80	2	0	1	3.229	3.228
40	15.40	15.41	0	0	2	2.900	2.898
31	16.27	16.27	2	2	0	2.747	2.748
2	19.36	19.36	2	0	2	2.322	2.323
27	22.72	22.72	2	2	2	1.994	1.994
17	23.36	23.35	4	0	0	1.942	1.943
24	26.44	26.43	2	0	3	1.729	1.730
30	27.55	27.56	4	2	1	1.665	1.664
10	28.51	28.50	4	0	2	1.613	1.614
1	30.35	30.35	5	1	0	1.524	1.524
8	32.11	32.10	0	0	4	1.449	1.449
17	36.60	36.59	5	2	2	1.291	1.292
8	36.94	36.93	2	2	4	1.281	1.282
4	37.52	37.51	3	0	4	1.264	1.264
8	38.81	38.81	6	2	0	1.229	1.229
1	41.54	41.53	4	0	4	1.161	1.161
9	42.90	42.90	6	2	2	1.131	1.131
6	43.86	43.89	2	0	5	1.111	1.111



Sekil E.3.6. 850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.467$ 'nin toz deseni.

Tablo E.3.6. 850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.467$ 'nin XRD verileri.

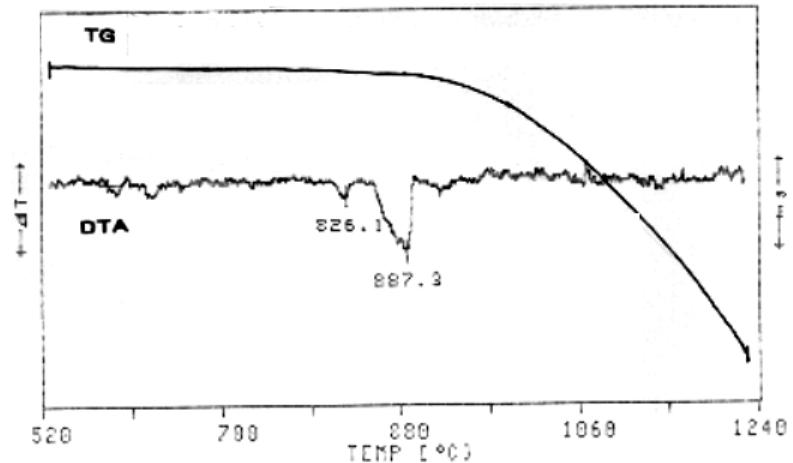
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
1	11.43	11.41	2	0	0	3.886	3.891
100	13.79	13.79	2	0	1	3.229	3.230
46	15.41	15.41	0	0	2	2.898	2.898
39	16.26	16.25	2	2	0	2.750	2.751
30	22.69	22.70	2	2	2	1.996	1.995
14	23.33	23.32	4	0	0	1.944	1.945
29	26.43	26.43	2	0	3	1.730	1.730
25	27.52	27.52	4	2	1	1.667	1.666
9	28.48	28.47	4	0	2	1.615	1.615
5	32.09	32.11	0	0	4	1.449	1.449
13	36.56	36.56	4	2	3	1.293	1.293
6	36.91	36.92	2	2	4	1.282	1.282
4	37.48	37.48	6	0	1	1.265	1.265
10	38.75	38.75	6	2	0	1.230	1.230
10	41.59	41.60	6	3	0	1.160	1.160
9	42.84	42.84	6	2	2	1.132	1.132
4	43.91	43.89	2	0	5	1.110	1.111

EK-4

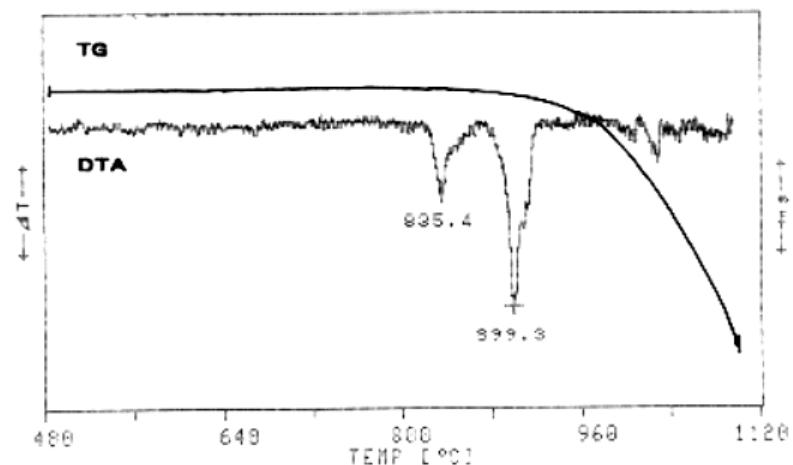
Sekil E.4.1. $X_{Bi_2O_3}=0.375$ olan ürünün DTA/TG diagramı

Sekil E.4.2. $X_{Bi_2O_3}=0.455$ olan ürünün DTA/TG diagramı

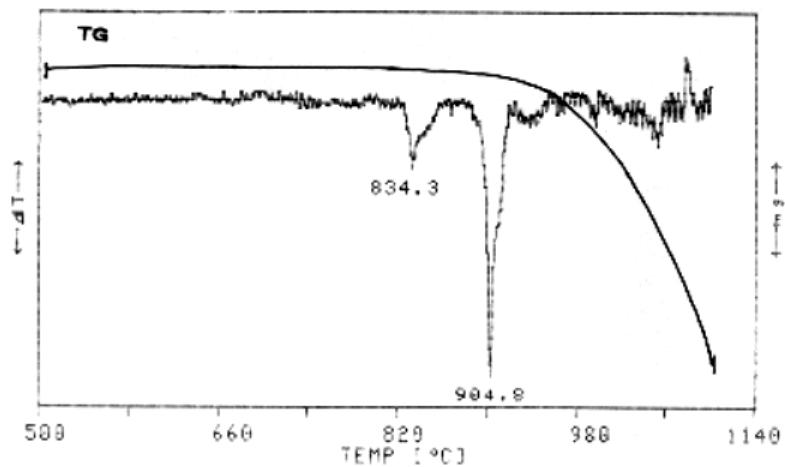
Sekil E.4.3. $X_{Bi_2O_3}=0.467$ olan ürünün DTA/TG diagramı



Sekil E.4.1. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.375$ olan ürünün DTA/TG diagramı.



Sekil E.4.2. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.455$ olan ürünün DTA/TG diagramı.



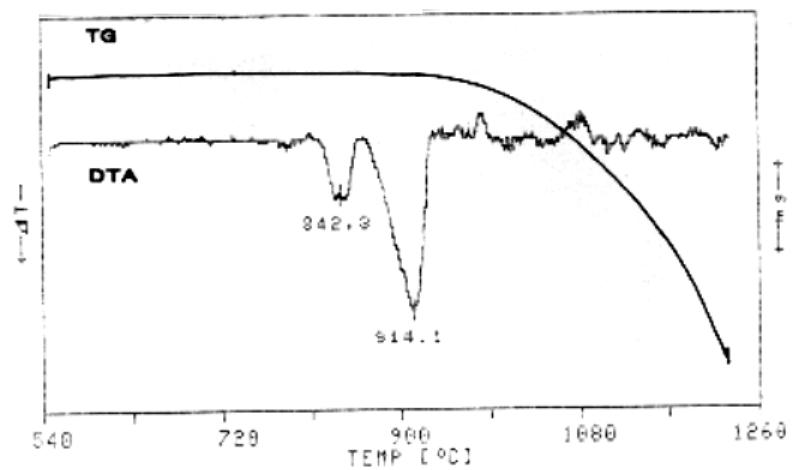
Sekil E.4.3. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.467$ olan ürünün DTA/TG diagramı.

EK-5

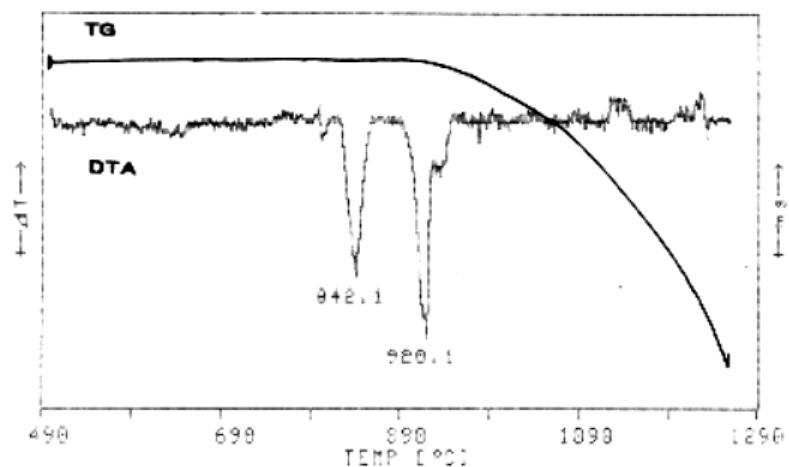
Sekil E.5.1. $X_{Bi_2O_3}=0.500$ olan ürünün DTA/TG diagramı

Sekil E.5.2. $X_{Bi_2O_3}=0.529$ olan ürünün DTA/TG diagramı

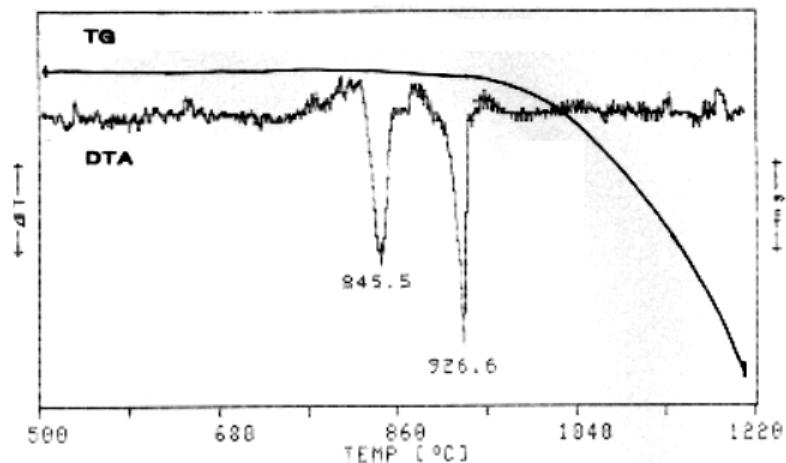
Sekil E.5.3. $X_{Bi_2O_3}=0.538$ olan ürünün DTA/TG diagramı



Sekil E.5.1. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.500$ olan Ürünün DTA/TG diagramı



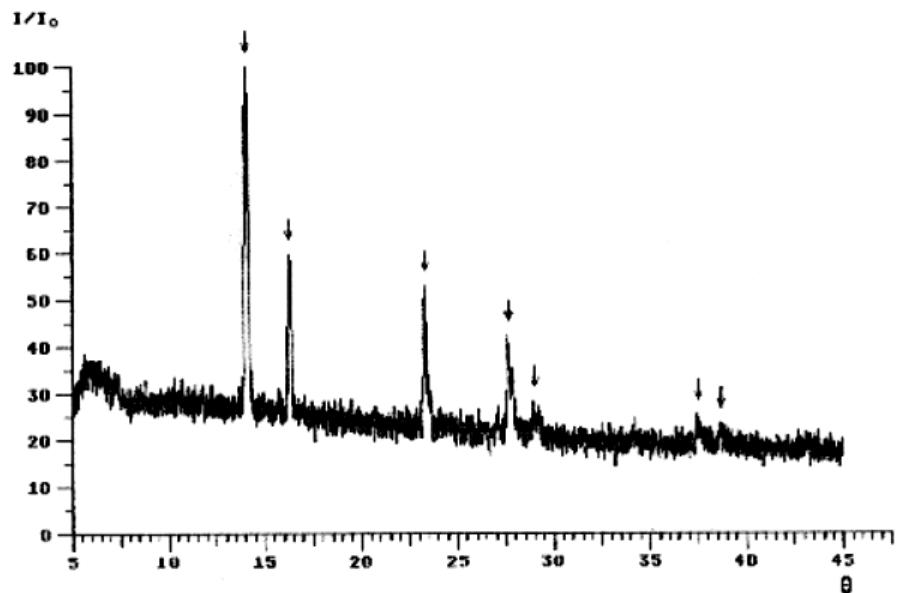
Sekil E.5.2. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.529$ olan Ürünün DTA/TG diagramı



Sekil E.5.3. $X_{Bi_2O_3} = 0.538$ olan ürünün DTA/TG diagramı

EK-6

Sekil E.6.1. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ 'nin toz deseni.
Tablo E.6.1. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.6.2. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.778$ 'in toz deseni.
Tablo E.6.2. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.778$ 'in XRD verileri.
Sekil E.6.3. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.800$ 'un toz deseni.
Tablo E.6.3. 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.800$ 'un XRD verileri.

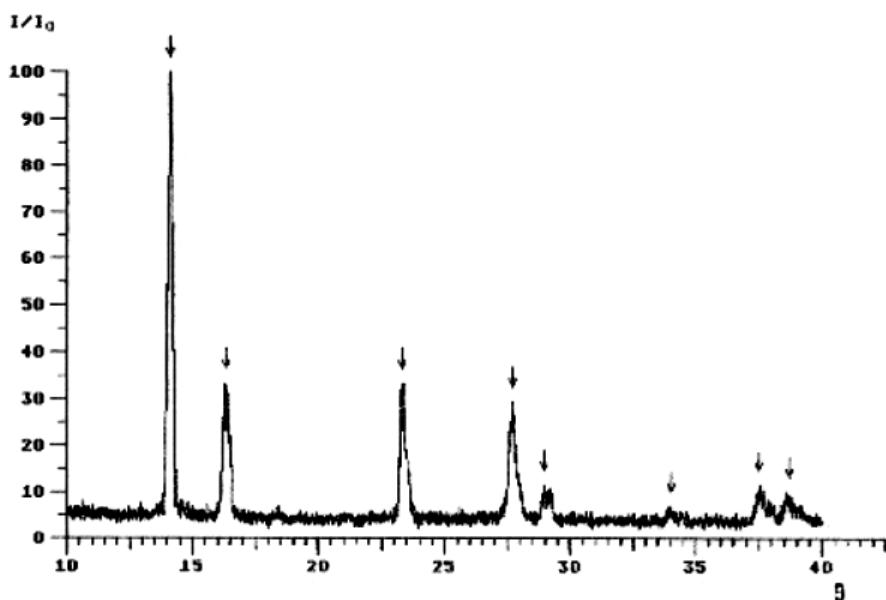


Sekil E.6.1.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ 'nin toz deseni.

Tablo E.6.1.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ 'nin XRD verileri.

I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.98	13.98	1	1	1	3.187	3.187
31	16.19	16.20	2	0	0	2.762	2.760
32	23.23	23.24	2	2	0	1.952	1.952
30	27.56	27.56	3	1	1	1.664	1.664
12	28.91	28.90	2	2	2	1.593	1.593
9	37.44	37.45	3	3	1	1.266	1.266
9	38.60	38.60	4	2	0	1.234	1.234

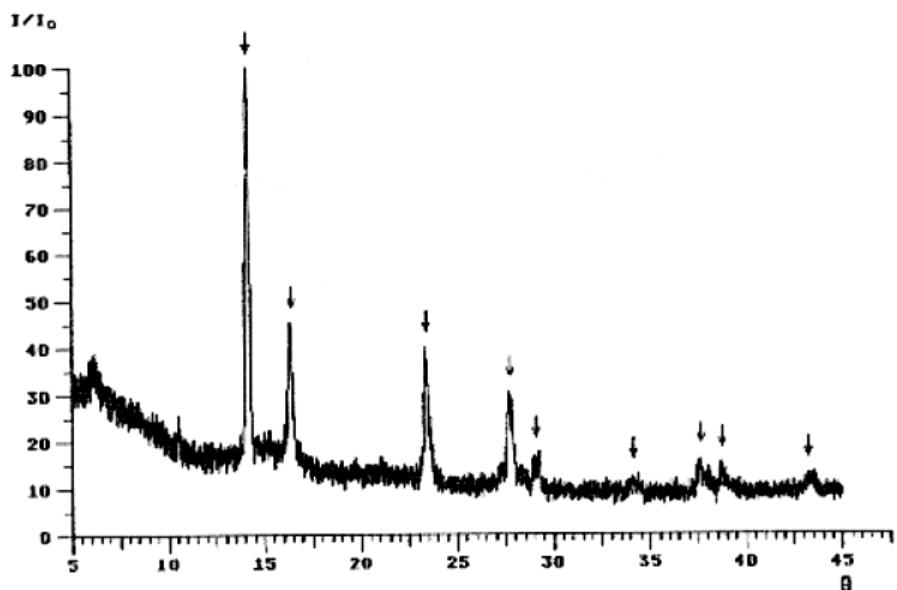
- 133 -



Şekil E.6.2. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.778$ 'in toz deseni.

Table E.6.2. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.778$ 'in XRD verileri.

I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.99	13.99	1	1	1	3.185	3.186
36	16.22	16.20	2	0	0	2.756	2.759
38	23.26	23.25	2	2	0	1.950	1.951
38	27.56	27.57	3	1	1	1.664	1.664
9	28.92	28.91	2	2	2	1.592	1.593
2	33.92	33.93	4	0	0	1.380	1.379
7	37.47	37.47	3	3	1	1.266	1.266
10	38.60	38.62	4	2	0	1.234	1.234
5	43.16	43.14	4	2	2	1.126	1.126



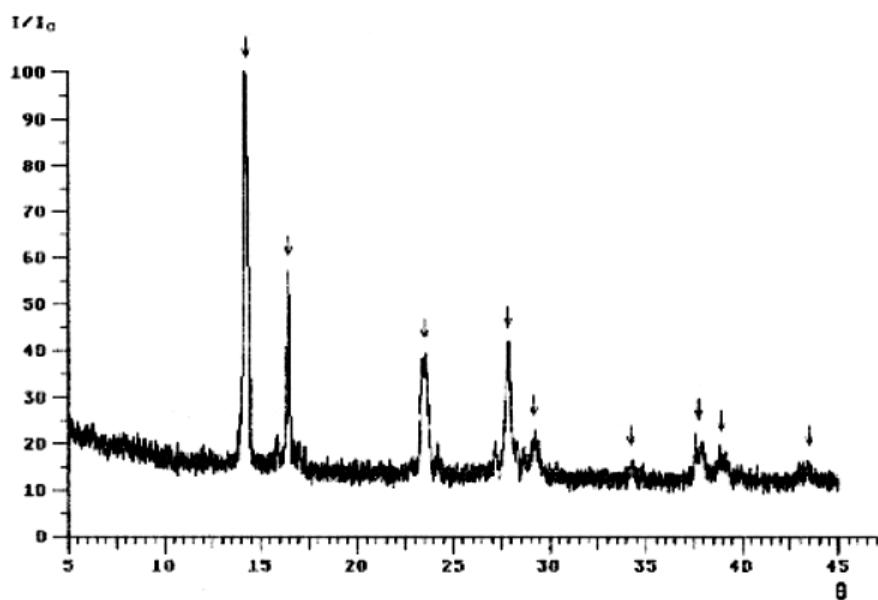
Sekil E.6.3. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.800$ 'ün toz deseni.

Tablo E.6.3. 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.800$ 'ün XRD verileri.

I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.98	13.98	1	1	1	3.186	3.188
36	16.20	16.19	2	0	0	2.759	2.761
45	23.23	23.23	2	2	0	1.952	1.952
29	27.55	27.55	3	1	1	1.665	1.665
9	28.87	28.89	2	2	2	1.595	1.594
8	33.92	33.91	4	0	0	1.380	1.380
16	37.46	37.44	3	3	1	1.266	1.266
9	38.61	38.59	4	2	0	1.234	1.234
12	43.08	43.10	4	2	2	1.127	1.127

EK-7

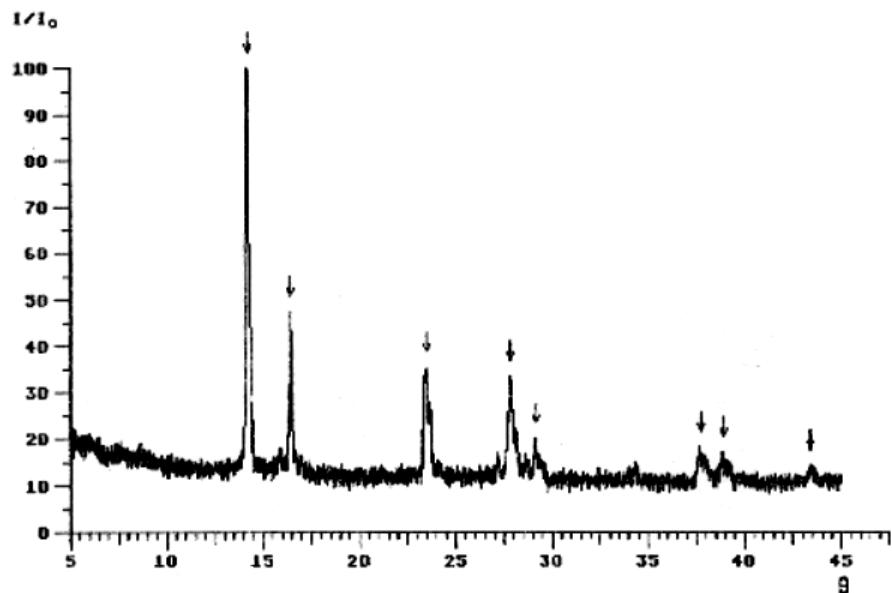
Sekil E.7.1.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.615$ 'in toz deseni.
TabloE.7.1.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.615$ 'in XRD verileri.
Sekil E.7.2.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.643$ 'in toz deseni.
TabloE.7.2.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.643$ 'in XRD verileri.
Sekil E.7.3.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.692$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.3.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.692$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.4.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.700$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.4.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.700$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.5.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.714$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.5.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.714$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.6.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.727$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.6.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.727$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.7.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.7.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.8.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.778$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.8.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.778$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.9.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.786$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.9.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.786$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.10.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.800$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.10.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.800$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.11.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.824$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.11.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.824$ 'nin XRD verileri.
Sekil E.7.12.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.833$ 'nin toz deseni.
TabloE.7.12.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.833$ 'nin XRD verileri.



Sekil E.7.1.850°C deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.615$ 'in toz deseni.

Tablo E.7.1.850°C deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.615$ 'in XRD verileri.

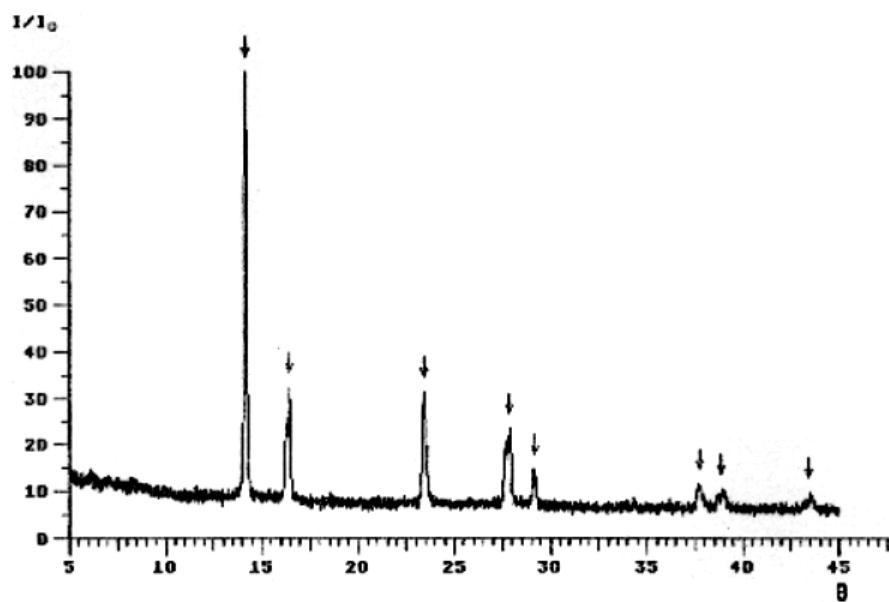
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.96	13.97	1	1	1	3.187	3.190
36	16.20	16.18	2	0	0	2.760	2.763
38	23.20	23.22	2	2	0	1.954	1.953
38	27.55	27.53	3	1	1	1.665	1.666
2	28.86	28.87	2	2	2	1.595	1.595
2	33.88	33.88	4	0	0	1.381	1.381
6	37.40	37.41	3	3	1	1.268	1.267
8	38.58	38.56	4	2	0	1.235	1.235



Sekil E.7.2.850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.643$ 'un toz deseni.

Tablo E.7.2.850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.643$ 'un XRD verileri.

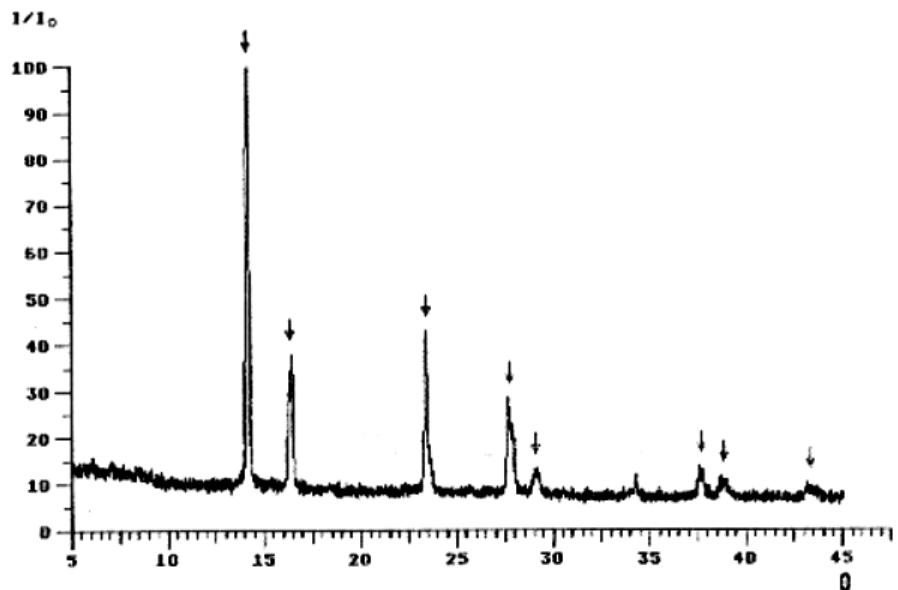
I/I_0	θ_{goz}	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{goz}} [\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}} [\text{\AA}]$
100	14.00	14.02	1	1	1	3.182	3.178
30	16.24	16.24	2	0	0	2.754	2.752
44	23.30	23.31	2	2	0	1.946	1.946
36	27.65	27.64	3	1	1	1.659	1.660
4	28.98	28.98	2	2	2	1.589	1.589
20	37.59	37.57	3	3	1	1.262	1.263
14	38.75	38.73	4	2	0	1.230	1.231
8	43.24	43.26	4	2	2	1.124	1.123



Sekil E.7. 3.850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.692$ 'nin toz deseni.

Tablo E.7. 3.850°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.692$ 'nin XRD verileri.

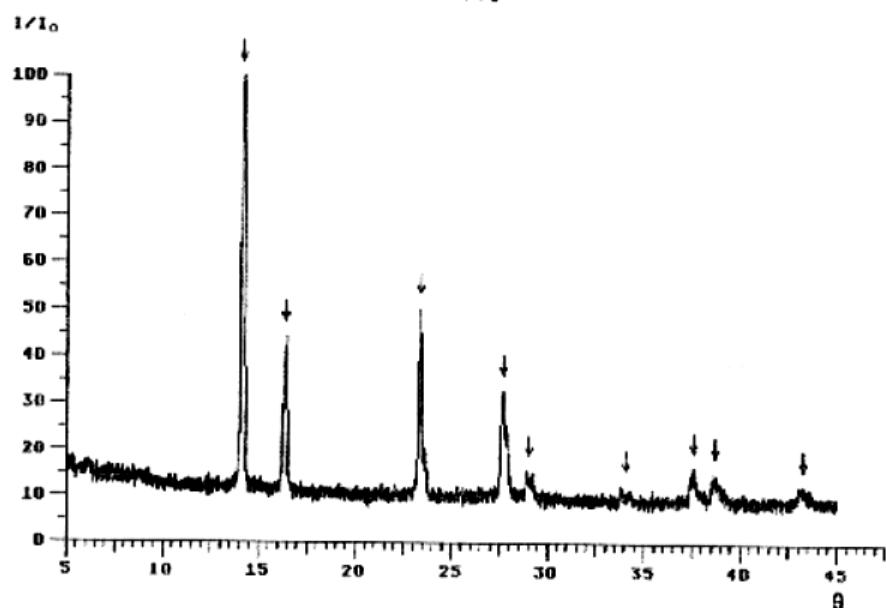
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	14.01	14.02	1	1	1	3.181	3.179
41	16.23	16.24	2	0	0	2.755	2.753
36	23.29	23.30	2	2	0	1.948	1.947
39	27.64	27.63	3	1	1	1.660	1.660
12	28.99	28.98	2	2	2	1.589	1.589
11	37.57	37.56	3	3	1	1.263	1.263
8	38.73	38.72	4	2	0	1.231	1.231
11	43.23	43.25	4	2	2	1.124	1.124



Sekil E.7.4.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.700$ 'ün toz deseni.

Tablo E.7.4.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{Bi_2O_3}=0.700$ 'ün XRD verileri.

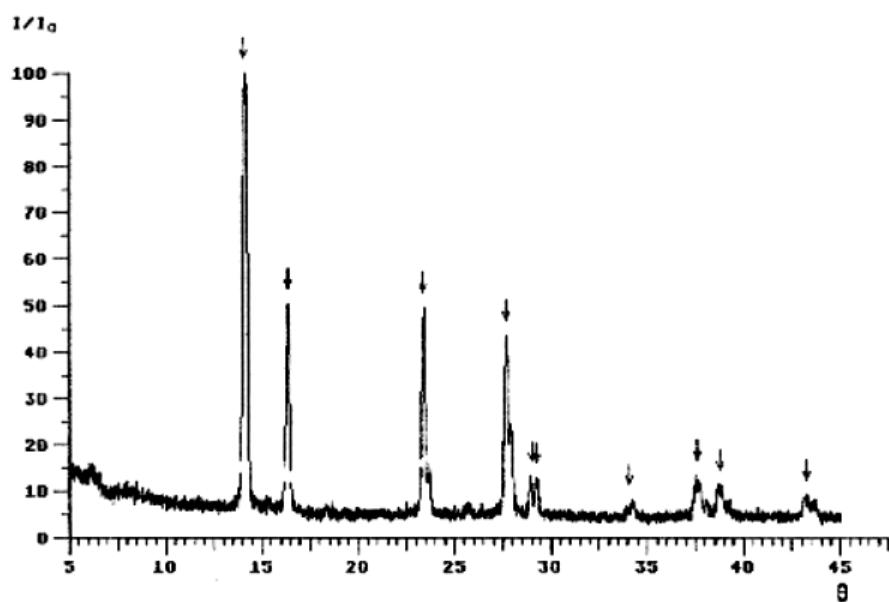
I/I_0	$\theta_{göz}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{göz}[Å]$	$d_{hes}[Å]$
100	13.98	14.00	1	1	1	3.188	3.183
37	16.21	16.22	2	0	0	2.758	2.756
40	23.28	23.27	2	2	0	1.948	1.949
39	27.60	27.60	3	1	1	1.662	1.662
11	28.94	28.94	2	2	2	1.591	1.591
8	37.53	37.51	3	3	1	1.264	1.264
9	38.68	38.66	4	2	0	1.232	1.232
12	43.17	43.19	4	2	2	1.125	1.125



Sekil E.7.5.850°Cdeki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.714$ 'ün toz deseni.

Tablo E.7.5.850°Cdeki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.714$ 'ün XRD verileri.

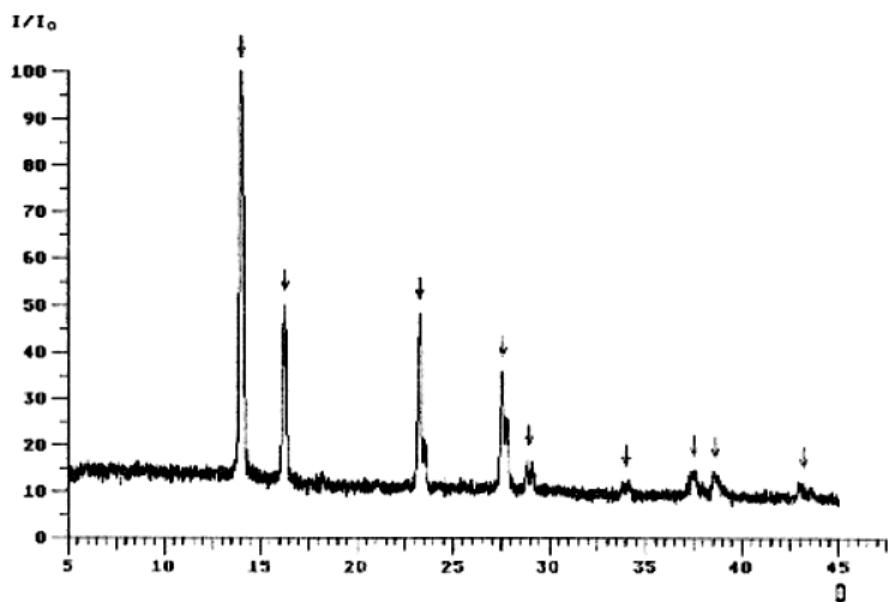
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	14.03	14.03	1	1	1	3.175	3.177
30	16.27	16.25	2	0	0	2.749	2.751
44	23.31	23.32	2	2	0	1.946	1.945
33	27.67	27.65	3	1	1	1.658	1.659
9	29.01	29.00	2	2	2	1.588	1.588
6	34.03	34.04	4	0	0	1.376	1.375
15	37.56	37.55	3	3	1	1.263	1.262
13	38.73	38.75	4	2	0	1.231	1.230
12	43.31	43.29	4	2	2	1.122	1.123



Sekil E.7.6.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.727$ 'nin toz deseni.

Tablo E.7.6.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.727$ 'nin XRD verileri

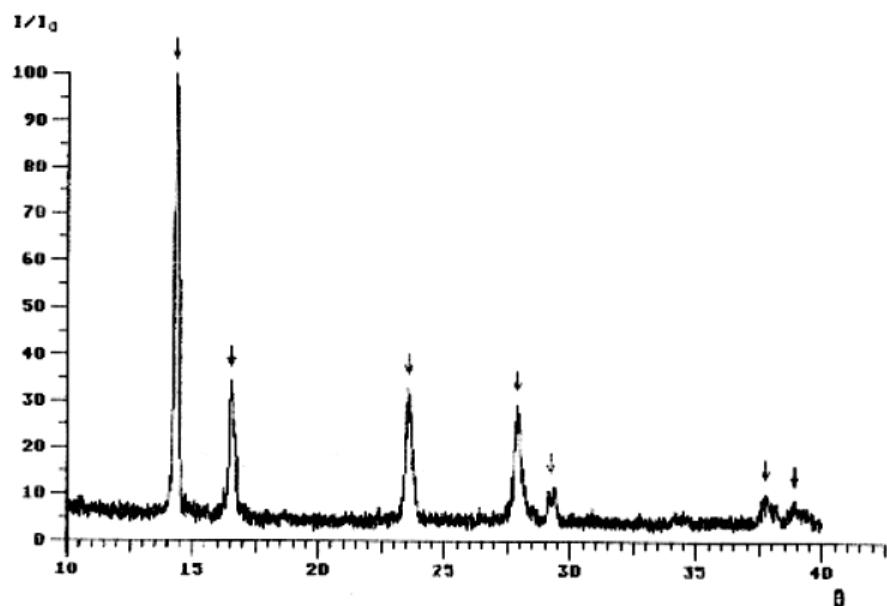
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.99	13.99	1	1	1	3.185	3.185
37	16.21	16.21	2	0	0	2.758	2.758
34	23.26	23.26	2	2	0	1.950	1.950
47	27.58	27.58	3	1	1	1.663	1.663
5	28.91	28.92	2	2	2	1.593	1.592
6	29.16					1.580	
4	33.96	33.95	4	0	0	1.378	1.379
11	37.49	37.49	3	3	1	1.265	1.265
7	38.65	38.64	4	2	0	1.233	1.233
5	43.15	43.16	4	2	2	1.126	1.126



Sekil E.7.7.850°Cdeki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ 'nin toz deseni.

Tablo E.7.7.850°Cdeki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.750$ 'nin XRD verileri.

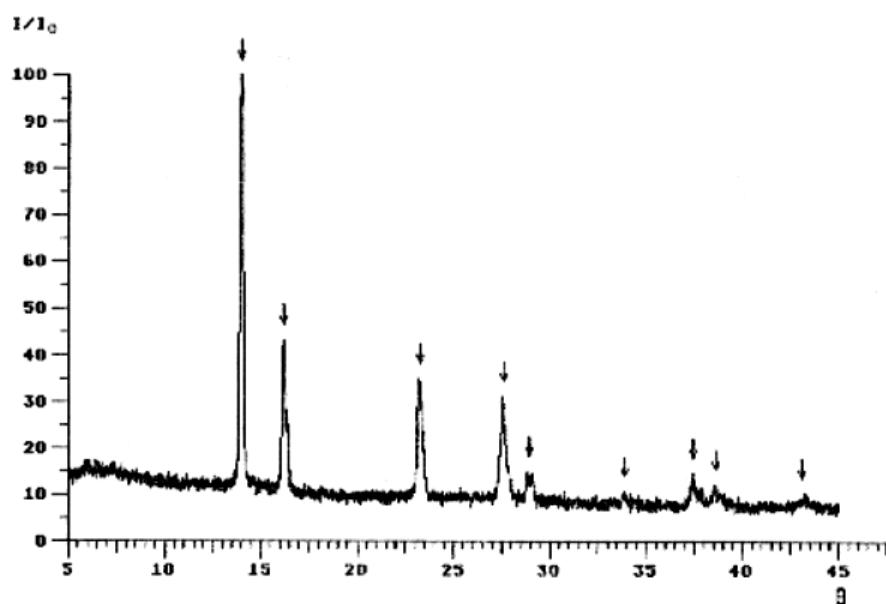
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	14.00	13.98	1	1	1	3.183	3.187
37	16.22	16.20	2	0	0	2.757	2.760
31	23.24	23.24	2	2	0	1.951	1.951
34	27.56	27.56	3	1	1	1.664	1.664
4	28.89	28.90	2	2	2	1.594	1.593
4	29.10					1.583	
6	33.93	33.92	4	0	0	1.379	1.380
8	37.45	37.46	3	3	1	1.266	1.266
6	38.59	38.61	4	2	0	1.234	1.234
9	43.14	43.12	4	2	2	1.126	1.126



Sekil E.7. 8.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.778$ 'in toz deseni.

Tablo E.7. 8.850°Cdeki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.778$ 'in XRD verileri.

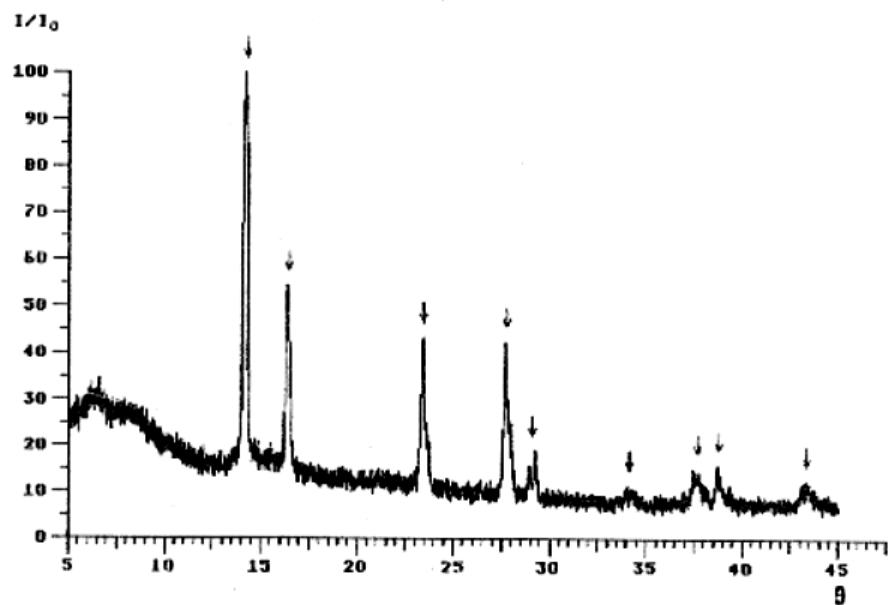
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.99	13.98	1	1	1	3.185	3.188
31	16.19	16.19	2	0	0	2.762	2.761
43	23.23	23.23	2	2	0	1.952	1.952
32	27.56	27.55	3	1	1	1.664	1.665
11	28.90	28.89	2	2	2	1.593	1.594
12	37.44	37.44	3	3	1	1.266	1.266
1	38.59	38.59	4	2	0	1.234	1.234



Şekil E.7.9 .850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.786$ 'nın toz deseni.

Tablo E.7.9 .850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.786$ 'nın XRD verileri.

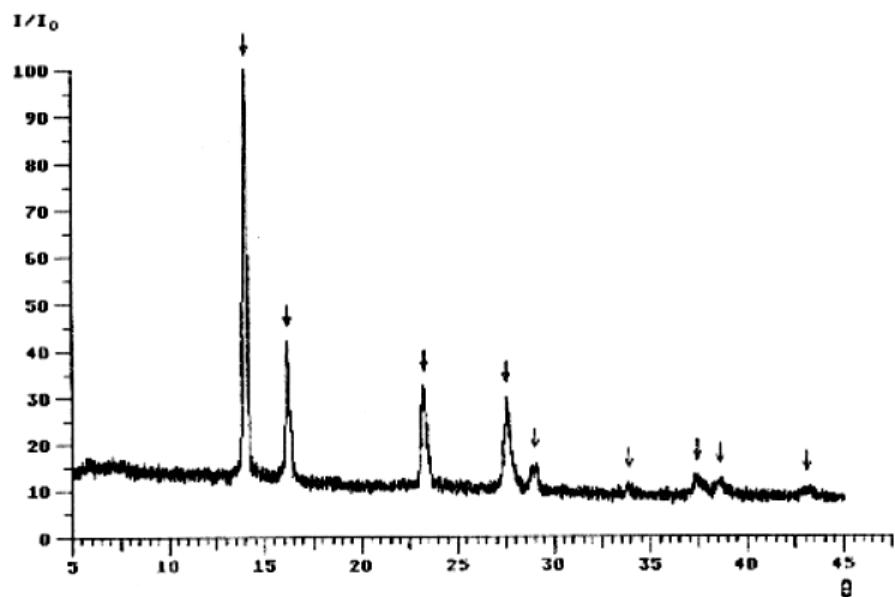
I/I_0	$\Theta_{\text{göz}}$	Θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.97	13.97	1	1	1	3.190	3.189
42	16.20	16.19	2	0	0	2.760	2.762
37	23.22	23.22	2	2	0	1.953	1.953
54	27.52	27.54	3	1	1	1.666	1.665
9	28.89	28.88	2	2	2	1.594	1.594
8	33.90	33.89	4	0	0	1.381	1.381
11	37.41	37.42	3	3	1	1.267	1.267
11	38.58	38.57	4	2	0	1.235	1.235
16	43.08	43.08	4	2	2	1.127	1.127



Sekil E.7 10.850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.800$ 'ün toz deseni.

Tablo E.7 10.850°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.800$ 'ün XRD verileri.

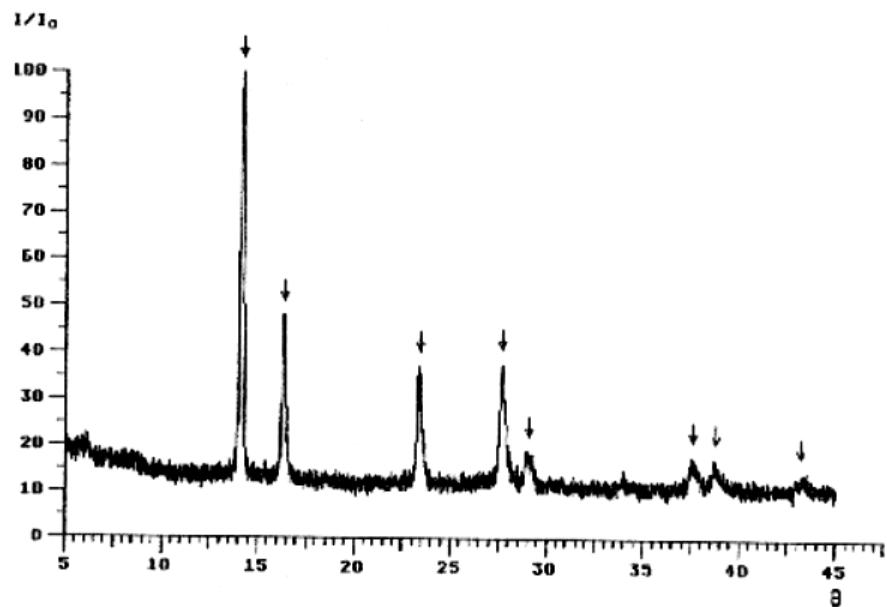
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.98	13.97	1	1	1	3.188	3.188
36	16.19	16.19	2	0	0	2.762	2.761
38	23.23	23.23	2	2	0	1.952	1.952
34	27.54	27.55	3	1	1	1.665	1.665
20	28.89	28.89	2	2	2	1.594	1.594
0	33.91	33.90	4	0	0	1.380	1.380
7	37.43	37.44	3	3	1	1.267	1.267
5	38.58	38.58	4	2	0	1.235	1.235
8	43.10	43.09	4	2	2	1.127	1.127



Sekil E.7.11.850°Cdeki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.824$ 'ün toz deseni.

Tablo E.7.11.850°Cdeki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.824$ 'ün XRD verileri.

I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}[\text{\AA}]}$	$d_{\text{hes}[\text{\AA}]}$
100	13.96	13.96	1	1	1	3.191	3.190
32	16.18	16.18	2	0	0	2.762	2.763
36	23.22	23.21	2	2	0	1.953	1.954
31	27.53	27.53	3	1	1	1.666	1.666
4	28.86	28.86	2	2	2	1.595	1.595
4	33.87	33.88	4	0	0	1.381	1.381
5	37.40	37.41	3	3	1	1.268	1.267
4	38.56	38.55	4	2	0	1.235	1.235
3	43.06	43.06	4	2	2	1.128	1.128



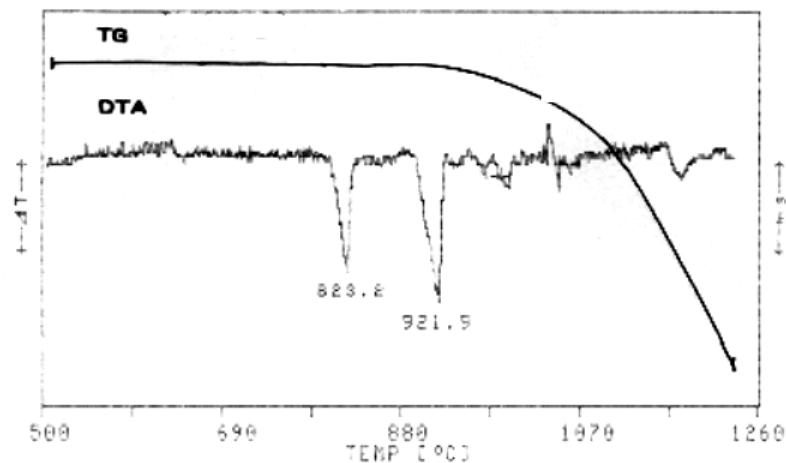
Sekil E.7 12.850°Cdeki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.833$ 'ün toz deseni.

Tablo E.7. 12.850°Cdeki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.833$ 'ün XRD verileri.

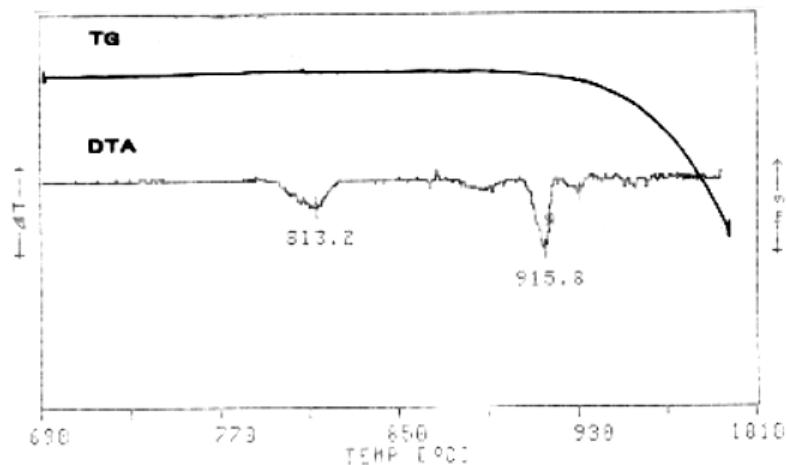
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.95	13.96	1	1	1	3.195	3.191
41	16.16	16.18	2	0	0	2.767	2.764
39	23.20	23.20	2	2	0	1.954	1.954
46	27.52	27.52	3	1	1	1.666	1.666
12	28.87	28.85	2	2	2	1.595	1.596
14	37.39	37.39	3	3	1	1.268	1.268
14	38.56	38.54	4	2	0	1.235	1.236
6	43.02	43.04	4	2	2	1.128	1.128

EK-8

Sekil E.8.1. $X_{Bi_2O_3} = 0.786$ olan ürünün DTA/TG diagramı.
Sekil E.8.2 $X_{Bi_2O_3} = 0.833$ olan ürünün DTA/TG diagramı.



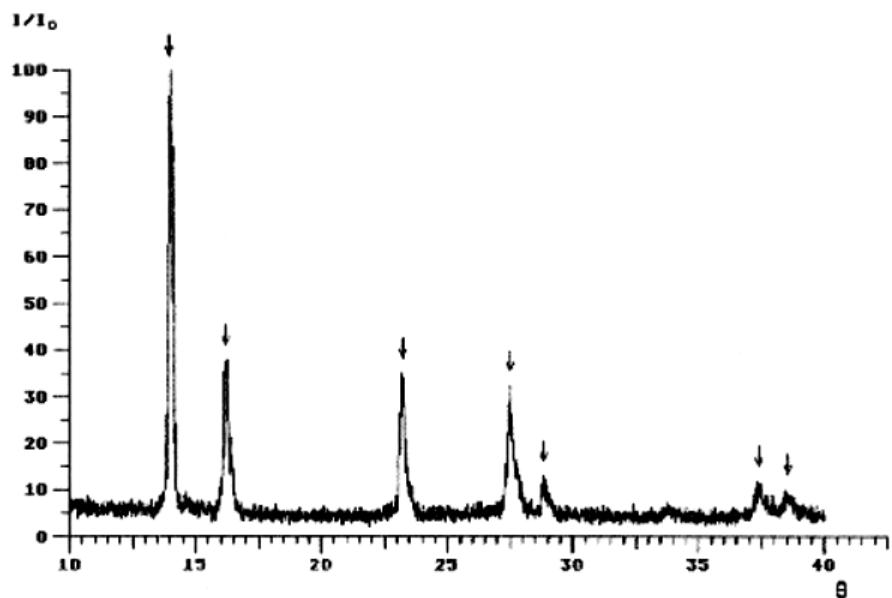
Sekil E.8.1. $x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.786$ olan ürünün DTA/TG diagramı.



Sekil E.8.2 $x_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.833$ olan ürünün DTA/TG diagramı.

EK-9

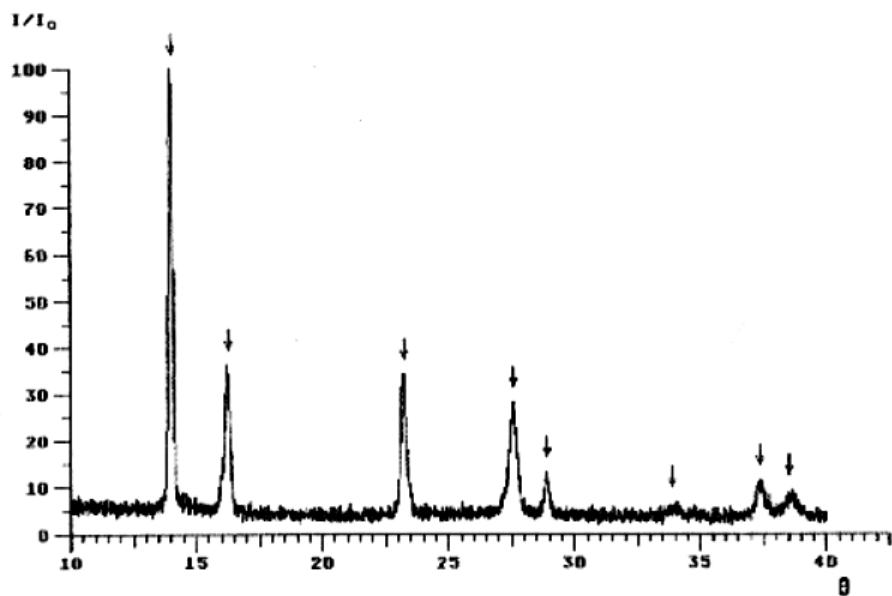
Sekil E.9.1 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.875$ 'in toz deseni.
Tablo E.9.1 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.875$ 'in XRD verileri
Sekil E.9.2 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.900$ 'un toz deseni.
Tablo E.9.2 750°C'deki tepkimededen elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.900$ 'un XRD verileri



Sekil E.9.1.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.875$ 'in toz deseni.

Tablo E.9.1.750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.875$ 'in XRD verileri

I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}}[\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}}[\text{\AA}]$
100	13.95	13.94	1	1	1	3.195	3.196
44	16.17	16.15	2	0	0	2.765	2.768
33	23.17	23.17	2	2	0	1.957	1.957
46	27.47	27.48	3	1	1	1.669	1.669
8	28.81	28.81	2	2	2	1.598	1.598
6	37.32	37.33	3	3	1	1.270	1.270
11	38.49	38.48	4	2	0	1.237	1.237



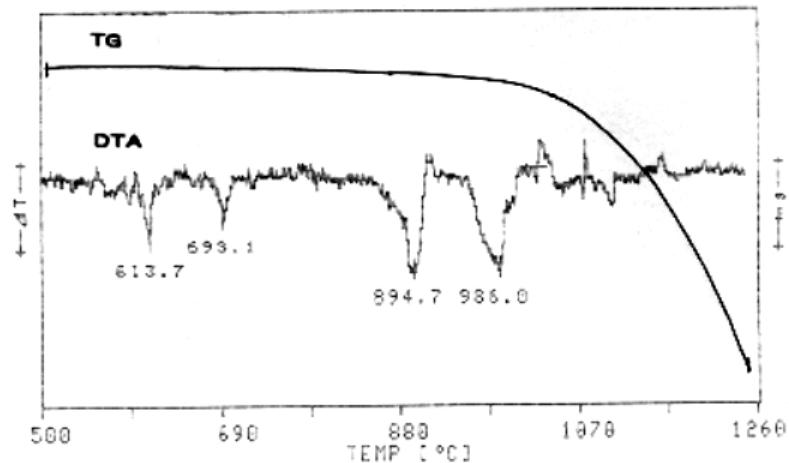
Sekil E.9.2 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.900$ 'ün toz deseni

Tablo E.9.2 750°C'deki tepkimeden elde edilen $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3}=0.900$ 'ün XRD verileri

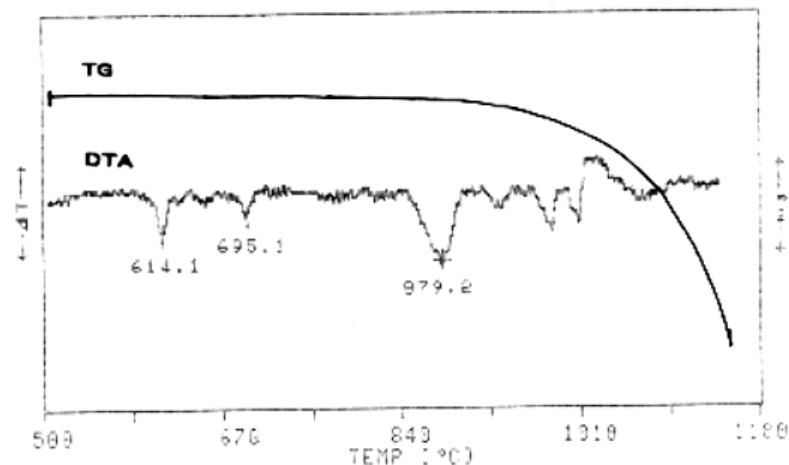
I/I_0	$\theta_{\text{göz}}$	θ_{hes}	h	k	l	$d_{\text{göz}} [\text{\AA}]$	$d_{\text{hes}} [\text{\AA}]$
100	13.92	13.94	1	1	1	3.200	3.196
43	16.14	16.15	2	0	0	2.769	2.768
42	23.15	23.17	2	2	0	1.958	1.957
37	27.49	27.47	3	1	1	1.668	1.669
9	28.81	28.81	2	2	2	1.598	1.598
6	33.83	33.81	4	0	0	1.383	1.384
8	37.32	37.33	3	3	1	1.270	1.270
10	38.45	38.47	4	2	0	1.238	1.238

EK-10

Sekil E.10.1. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.867$ olan ürünün DTA/TG diagramı.
Sekil E.10.2. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.900$ olan ürünün DTA/TG diagramı.



Sekil E.10.1. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.867$ olan ürünün DTA/TG diagramı.



Sekil E.10.2. $X_{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 0.900$ olan ürünün DTA/TG diagramı.