**KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

# $SnO_2$/İLMENİT KATALİZÖRÜNÜN HAZIRLANMASI VE FOTOKATALİTİK ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ

**BERİL PINAR ÖZLER**

**KOCAELİ 2025**

**KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ**
**FEN BİLİMLERİENSTİTÜSÜ**

**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ**
**ANABİLİM DALI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

# $SnO_2$/İLMENİT KATALİZÖRÜNÜN HAZIRLANMASI VE FOTOKATALİTİK ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ

**BERİL PINAR ÖZLER**

**Doç.Dr. Meltem YILDIZ**
**Danışman, Kocaeli Üniversitesi** .....
**Doç.Dr. Yasemin TABAK**
**Eş Danışman, TÜBİTAK UME** .....
**Prof. Dr. Atilla EVCİN**
**Jüri Üyesi, Afyon Kocatepe Üniversitesi** .....
**Dr. Öğr. Üyesi Engin AÇIKALIN**
**Jüri Üyesi, Gedik Üniversitesi** .....
**Dr. Öğr. Üyesi Orhan ÖZCAN**
**Jüri Üyesi, Kocaeli Üniversitesi** .....

**Tezin Savunulduğu Tarih: 23.06.2025**

## ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ

Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez/proje çalışmasında,

- Bu tezin/projenin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu,
- Çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı,
- Bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi,
- Bu çalışmanın Kocaeli Üniversitesi'nin abone olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Fen Bilimleri Enstitüsü'nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun olduğunu,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Tezin/Projenin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez/proje çalışması olarak sunmadığımı,

beyan ederim.

☐ Bu tez/proje çalışmasının herhangi bir aşaması hiçbir kurum/kuruluş tarafından maddi/alt yapı desteği ile desteklenmemiştir.

■ Bu tez/proje çalışması kapsamında üretilen veri ve bilgiler Kocaeli Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2024-3615 no'lu proje kapsamında maddi/alt yapı desteği alınarak gerçekleştirilmiştir.

Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

…….

Beril Pınar ÖZLER

## YAYIMLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI

Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından onaylanan lisansüstü tezimin/projemin tamamını veya herhangi bir kısmını, basılı ve elektronik formatta arşivleme ve aşağıda belirtilen koşullarla kullanıma açma izninin Kocaeli Üniversitesi'ne verdiğimi beyan ederim. Bu izinle Üniversiteye verilen kullanım hakları dışındaki tüm fikri mülkiyet haklarım bende kalacak, tezimin/projemin tamamının ya da bir bölümünün gelecekteki çalışmalarda (makale, kitap, lisans ve patent vb.) kullanımı bana ait olacaktır.
Tezin/projenin kendi özgün çalışmam olduğunu, başkalarının haklarını ihlal etmediğimi ve tezimin/projenin tek yetkili sahibi olduğumu beyan ve taahhüt ederim. Tezimde yer alan telif hakkı bulunan ve sahiplerinden yazılı izin alınarak kullanılması zorunlu metinlerin yazılı izin alarak kullandığımı ve istenildiğinde suretlerini Üniversiteye teslim etmeyi taahhüt ederim.
Yükseköğretim kurulu tarafından yayınlanan ***"Lisanüstü Tezlerin Elektronik Ortamda Toplanması, Düzenlenmesi ve Erişime Açılmasına İlişkin Yönerge"*** kapsamında tezim aşağıda belirtilen koşullar haricinde YÖK Ulusal Tez Merkezi/ Kocaeli Üniversitesi Kütüphaneleri Açık Erişim Sisteminde erişime açılır.

☐ Enstitü yönetim kurulu kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 2 yıl ertelenmiştir.

☐ Enstitü yönetim kurulu gerekçeli kararı ile tezimin/projemin erişime açılması mezuniyet tarihinden itibaren 6 ay ertelenmiştir.

■ Tezim/projem ile ilgili gizlilik kararı verilmemiştir.

…….

Beril Pınar ÖZLER

## ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Yüksek lisans süreci, yalnızca akademik gelişimi değil; aynı zamanda sabır, azim ve kişisel olgunlaşmayı da içinde barındıran uzun soluklu bir yolculuktur. Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nde yürütmüş olduğum bu yüksek lisans çalışması süresince, attığım her adımda yanımda olan; bilgi ve tecrübeleriyle bana yol gösteren, motivasyonumu diri tutan ve desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen kıymetli insanlara teşekkür etmeyi bir borç bilirim.

Tez çalışmam süresince bilimsel bilgi ve tecrübeleriyle bana rehberlik eden, her zaman anlayış ve desteğini esirgemeyen değerli danışmanım Doç. Dr. Meltem YILDIZ'a ve ikinci danışmanım Dr. Yasemin TABAK'a en içten teşekkürlerimi sunarım. Onların yönlendirmeleri, titizlikleri ve akademik katkıları bu tezin oluşmasında büyük rol oynamıştır. Ayrıca, analiz süreçlerinde gösterdiği ilgi ve yardımlarla çalışmamı destekleyen Doç. Dr. Murat Efgan KİBAR'a da teşekkür ederim.

Tüm bu sürecin en başından itibaren yanımda olan, desteğini ve sevgisini daima hissettiren aileme minnettarlığımı ifade etmek isterim. Onların sabrı, inancı ve desteği olmasaydı, bu çalışmayı tamamlamak mümkün olmazdı.

Yüksek lisans tez çalışmam, Kocaeli Üniversitesi BAP Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2024-3615 numaralı proje kapsamında desteklenmiştir. Sağladıkları finansal katkı dolayısıyla teşekkür ederim.

Bu çalışma, yalnızca bireysel bir emeğin değil, aynı zamanda bana inanan ve destek olan pek çok insanın ortak katkısıyla hayat bulmuştur. Hepsine gönülden teşekkür ederim.

Haziran-2025 Beril Pınar ÖZLER

## İÇİNDEKİLER

ETİK BEYAN VE ARAŞTIRMA FONU DESTEĞİ ..... i
YAYIMLAMA VE FİKRİ MÜLKİYET HAKLARI ..... ii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR ..... iii
İÇİNDEKİLER ..... v
ŞEKİLLER DİZİNİ ..... vii
TABLOLAR DİZİNİ ..... viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ ..... viii
ÖZET ..... ix
ABSTRACT ..... x
1. GİRİŞ ..... 1
2. GENEL BİLGİLER ..... 3
2.1. Fotokatalizörler ..... 4
2.2. İlmenit, Özellikleri ve Katalizör Olarak Kullanımı ..... 7
2.3. $SnO_2$/ilmenit Katalizörünün ve Fotokatalitik Özellikleri ..... 10
3. İLMENİTTEN $SnO_2$/İLMENİT KATALİZÖRÜ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİ ..... 16
4. MALZEME VE YÖNTEM ..... 26
4.1. Deneylerde Kullanılan Malzemeler ..... 26
4.2. Deneylerde Kullanılan Cihazlar ..... 26
4.3. Deneylerin Yapılışı ..... 28
4.3.1. İlmenitin Aktivasyonu ..... 28
4.3.2. $SnO_2$/İlmenit Katalizörünün Hazırlanması ..... 33
4.3.3. Fotokatalitik Çalışmalar ..... 34
4.3.4. Karakterizasyon Testleri ..... 37
5. BULGULAR VE TARTIŞMA ..... 40
5.1. İlmenit Aktivasyonunda KOH Bazı Derişiminin Etkisi ..... 41
5.2. İlmenit Aktivasyonunda Sıcaklığın Etkisi ..... 45
5.3. İlmenit Aktivasyonunda KOH ve NaOH Bazlarının Farklı Derişimlerinin Etkisi ..... 45
5.4. Kalsinasyonun $SnO_2$/İlmenit Fotokatalizörleri Üzerindeki Etkileri ..... 49
5.5. $SnO_2$/İlmenit Katalizörlerinin BET Yüzey Alanı ve Gözenek Yapısı Analizi ..... 55
5.6. Fotokatalitik Ortamda Işık Miktarının Etkisi ..... 57
6. SONUÇLAR VEÖNERİLER ..... 65
KAYNAKLAR ..... 67
KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER ..... 76
ÖZGEÇMİŞ ..... 77

## ŞEKİLLER DİZİNİ


Şekil 2.1. Dünya Genelinde Fotokatalizör Pazarı....4
Şekil 2.2. Fotokatalitik reaksiyon sürecindeki adımlar....5
Şekil 2.3. Deneysel Çalışmada Kullanılan İlmenit....7
Şekil 2.4. Deneysel Çalışmada Kullanılan Kalay (IV) Klorür Pentahidrat....12
Şekil 2.5. $TiO_2$'nin rutil ve anataz fazlarının XRD desenleri....14
Şekil 3.1. %5 $SnO_2$ yüklemesi içeren $TiO_2$ nanotüplerin SEM....16
Şekil 3.2. İlmenit (a) ve %5 $SnO_2$ katkılı numunenin (b) UV-görünür ışık dağınık yansıma spektrumları....17
Şekil 3.3. NaOH aktivasyonuyla elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüsü....18
Şekil 3.4. 10M NaOH çözeltisi kullanılarak ilmenit mineralinden sentezlenen nanofiberlerin SEM görüntüsü....18
Şekil 3.5. 400 °C'de 2 saat süreyle kalsine edilmiş nanofiberlerin SEM görüntüsü fotodegradasyonuna ait absorbans–dalga boyu spektrumları....19
Şekil 3.6 HCl ile liç edilmiş ilmenit numunesine ait SEM görüntüsü....20
Şekil 3.7. Doğal (a) ve liç edilmiş (b) ilmenit ışık altında metilen mavisinin birinci dereceden bozunma kinetiği grafiği....21
Şekil 3.8. Beş farklı $SnO_2$ örneğine ait XRD analizi....22
Şekil 3.9. Güneş ışığı altında $SnO_2$ nanoyapılarının fotodegradasyonuna ait absorbans-dalga boyu spektrumları....23
Şekil 3.10. İlmenitin ve sentezlenen numunelerin XRD analizi....24
Şekil 3.11. 9 M HCl ile işlenen numunenin SEM görüntüsü....24
Şekil 4.1. Fotokatalitik sistem....27
Şekil 4.2. Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem....28
Şekil 4.3. ABJ 220-4NM Analitik Hassas Terazi....29
Şekil 4.4. Memmert UN55 Etüv....30
Şekil 4.5. 120 °C'te 10 M KOH ile hazırlanan (a) ürünün süzülme ve (b) son yıkama işleminin görseli....30
Şekil 4.6. Protherm Kül Fırını....34
Şekil 4.7. Bandelin Elektronik marka Ultrasonik Banyo....35
Şekil 4.8. RhB çözeltisinin absorbans değişimi (gün ışığı altında)....35
Şekil 4.9. Lange DR 500 UV-vis spektrofotometre....36
Şekil 4.10. Rigaku Miniflex II X-Işını Diffraksiyonu (XRD)....37
Şekil 5.1. 10M KOH numunesinin 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri....41
Şekil 5.2. 7.5M KOH numunesinin 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri....42
Şekil 5.3. 5M KOH numunesinin 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri....43
Şekil 5.4. 2.5M KOH numunesinin 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri....44
Şekil 5.5. Çalışmada kullanılan ilmenit mineralinin Xrd analizi....40
Şekil 5.6. İlmenitin farklı sıcaklıklarda 10M potasyum hidroksit ile aktivasyonunun XRD analizi....46

Şekil 5.7. İlmenitin farklı konsantrasyonlardaki potasyum hidroksit ile aktivasyonunun XRD analizi ..... 47
Şekil 5.8. İlmenitin farklı konsantrasyonlardaki sodyum hidroksit ile aktivasyonunun XRD analizi ..... 48
Şekil 5.9. KOH ile farklı sıcaklıklarda aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin XRD analizi ..... 50
Şekil 5.10. Farklı KOH derişimlerinde aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin XRD analizi ..... 51
Şekil 5.11. Farklı derişimlerde NaOH ile aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin XRD desenleri ..... 52
Şekil 5.12. Farklı sıcaklıklarda KOH ile aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin kalsinasyon sonrası XRD desenleri ..... 53
Şekil 5.13. Farklı derişimlerde KOH ile aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin kalsinasyon sonrası XRD desenleri ..... 54
Şekil 5.14. Farklı sıcaklıklarda NaOH ile aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin kalsinasyon sonrası XRD desenleri ..... 55
Şekil 5.15. UV spektrometre kalibrasyon grafiği ..... 58
Şekil 5.16. Gün ışığı altında farklı sıcaklıklarda KOH ile aktive edilmiş fotokatalitik süreçte zaman ve absorbans değişimi ..... 58
Şekil 5.17. Gün ışığı altında farklı derişimlerde koh ile aktive edilmiş fotokatalitik süreçte zaman ve absorbans değişimi ..... 60
Şekil 5.18. Gün ışığı altında farklı derişimlerde naoh ile aktive edilmiş fotokatalitik süreçte zaman ve absorbans değişimi ..... 61
Şekil 5.19. Numune bazında fotokatalitik performansın ortam şartlarına göre değişimi ..... 62

## TABLOLAR DİZİNİ

Tablo 3.1. 6 M–10 M HCl konsantrasyonlarıyla hazırlanan numunelere ait BET yüzey alanı değerleri ..... 25
Tablo 4.1. Çalışmada kullanılan tüm kimyasalların listesi..... 26
Tablo 4.2. Deneylerde ve analizlerde kullanılan cihazların listesi ve modelleri..... 27
Tablo 4.3. İlmenitin KOH ajanı ile aktivasyonu için farklı sıcaklık çalışma koşulları..... 31
Tablo 4.4. İlmenitin KOH ajanı ile aktivasyonu için farklı derişim çalışma koşulları..... 32
Tablo 4.5. İlmenitin NaOH ajanı ile aktivasyonu için farklı derişim çalışma koşulları..... 33
Tablo 5.1. İlmenit cevherinin XRF analizi sonucu..... 40
Tablo 5.2. $SnO_2$/İlmenit Katalizörlerinin BET yüzey alanı ve gözenek yapısı özellikleri ..... 56

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

| | |
|---|---|
| °C | : Santigrat derece |
| Fe | : Demir |
| $Fe_2O_3$ | : Demir oksit |
| $FeTiO_3$ | : İlmenit |
| $g/cm^3$ | : Yoğunluk ölçü birimi |
| HCl | : Hidroklorik asit |
| KOH | : Potasyum hidroksit |
| NaOH | : Sodyum hidroksit |
| $SnCl_4.5H_2O$ | : Kalay (IV) klorür pentahidrat |
| $SnO_2$ | : Kalay oksit |
| $TiO_2$ | : Titantum dioksit |

### Kısaltmalar

| | |
|---|---|
| CB | : İletim bandı |
| Eg | : Bant aralığı enerjisi |
| SEM | : Taramalı Elektron Mikroskobu |
| XRD | : X-Ray Diffraction ( X-Ray Difraksiyonu) |
| XRF | : X-ışınları Floresans Spektroskopisi |

# $SnO_2$/İLMENİT KATALİZÖRÜNÜN HAZIRLANMASI VE FOTOKATALİTİK ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ


## ÖZET

Hava, su ve toprak kirliliği, sanayi faaliyetleri, araç egzozları ve atıkların etkisiyle giderek artan bir çevresel tehdit oluşturmakta, bu kirlilikler insan sağlığını ve ekosistemleri ciddi şekilde tehdit etmektedir. Bu bağlamda, fotokatalizörler çevresel sorunlara karşı etkili ve sürdürülebilir bir çözüm olarak öne çıkmaktadır. Fotokatalitik süreçler, kirleticilerin doğal ışık altında parçalanarak çevresel kirliliğin giderilmesine olanak tanır ve böylece daha sürdürülebilir bir çevre yönetimi sağlanmasına katkıda bulunur.

Bu çalışmada, hidrotermal yöntem kullanılarak nanoyapılı $SnO_2$/İlmenit fotokatalizörleri sentezlenmiştir. İlmenit mineralinin aktivasyonu için potasyum hidroksit (KOH) ve sodyum hidroksit (NaOH) gibi iki farklı kimyasal ajan kullanılmıştır. Aktivasyon işlemi, her iki kimyasalın farklı derişimlerde saf su ile seyreltilerek hazırlanmasıyla gerçekleştirilmiştir. Fotokatalitik deneyler, özel olarak tasarlanmış bir UV lamba sistemi ve manyetik karıştırıcı ile yapılmıştır.

Üretilen katalizörlerin yapısal ve fotokatalitik özellikleri, UV spektrometre, XRD (X-ray Diffraction) ve SEM (Scanning Electron Microscopy) teknikleriyle ayrıntılı olarak incelenmiştir. Elde edilen veriler, fotokatalizörlerin kristal yapısı, morfolojik özellikleri ve fotokatalitik performansı hakkında önemli bilgiler sunmakta ve ilmenit bazlı $SnO_2$ fotokatalizörlerinin çevresel uygulamalarda potansiyelini ortaya koymaktadır.



**Anahtar Kelimeler:** Fotokataliz, İlmenit, $SnO_2$/İlmenit.

**PREPARATION OF $SnO_2$/ILMENITE CATALYST AND IMPROVEMENT OF ITS PHOTOCATALYTIC PROPERTIES**

## ABSTRACT

Air, water, and soil pollution, caused by industrial activities, vehicle exhausts, and waste, are increasingly posing an environmental threat, seriously endangering human health and ecosystems. In this context, photocatalysts emerge as an effective and sustainable solution to environmental problems. Photocatalytic processes allow the degradation of pollutants under natural light, contributing to the reduction of environmental pollution and promoting more sustainable environmental management.

In this study, nanostructured $SnO_2$/Ilmenite photocatalysts were synthesized using a hydrothermal method. Potassium hydroxide (KOH) and sodium hydroxide (NaOH) were used as two different chemical agents for the activation of ilmenite mineral. The activation process was carried out by diluting both chemicals in varying concentrations with deionized water. Photocatalytic experiments were performed using a specially designed UV lamp system and a magnetic stirrer.

The structural and photocatalytic properties of the synthesized catalysts were thoroughly examined using UV spectroscopy, XRD (X-ray Diffraction), and SEM (Scanning Electron Microscopy) techniques. The obtained data provide significant insights into the crystal structure, morphological properties, and photocatalytic performance of the photocatalysts, highlighting the potential of ilmenite-based $SnO_2$ photocatalysts in environmental applications.

**Keywords:** Photocatalysis, Ilmenite, $SnO_2$/Ilmenite.

# 1.GİRİŞ

İlmenit ($FeTiO_3$), doğada en yaygın biçimde bulunan titanyum minerallerinden biridir ve titanyum dioksit ($TiO_2$) üretiminde temel bir hammadde olarak stratejik öneme sahiptir. İlmenit cevherlerinin jeolojik kökenleri ve oluşum koşulları, mineralin kristal yapısı, safsızlık düzeyi ve elementel bileşimi üzerinde doğrudan belirleyici rol oynamaktadır. Bu faktörler, ilmenitin hem fiziksel hem de kimyasal işlenebilirliğini önemli ölçüde etkileyerek, son ürün kalitesini ve üretim verimliliğini belirlemektedir. Bu nedenle, farklı ilmenit yataklarının mineralojik ve kimyasal karakterizasyonu, uygun zenginleştirme ve işleme yöntemlerinin seçimi açısından büyük önem taşımaktadır.

Yüksek oranda rutil faz içeren ilmenit örneklerinin, belirli koşullarda sınırlı da olsa fotokatalitik aktivite gösterebildiği literatürde rapor edilmiştir. İlmenitin düşük maliyetli ve bol miktarda bulunabilen bir kaynak olması, fotokatalitik özelliklerinin geliştirilmesine uygun bir malzeme olmasını sağlamaktadır. Bu bağlamda, hidrotermal sentez gibi yöntemlerle kristal yapısı iyileştirilen ve örneğin $SnO_2$ gibi yarı iletken oksitlerle birleştirilen ilmenit türevleri, çevre dostu fotokatalizörler üretmek açısından umut verici materyaller olarak değerlendirilmektedir.

Fotokatalizörler, su ve hava arıtımı, hidrojen üretimi, karbondioksit dönüşümü, kendini temizleyen yüzeyler, antibakteriyel kaplamalar ve çevre dostu kimyasal sentez gibi pek çok çevresel ve enerji temelli uygulamada kullanılan yarı iletken temelli işlevsel malzemelerdir. Gelişen malzeme bilimiyle birlikte, fotokatalizörlerin ışık absorpsiyon kapasitesi, yük taşıyıcı ayrışma verimliliği ve kimyasal kararlılığı gibi temel özelliklerinin iyileştirilmesi, bu sistemlerin performansını artırmak adına kritik bir araştırma alanı haline gelmiştir.

Özellikle çevresel kirleticilerin giderilmesine yönelik sürdürülebilir çözümler sunmaları bakımından önemlidirler. Yaygın olarak kullanılan titanyum dioksit ($TiO_2$) yalnızca ultraviyole (UV) ışık altında etkin olduğundan, doğal güneş spektrumunun büyük bir kısmından yararlanamamaktadır. Bu durum, görünür ışıkta da yüksek fotokatalitik aktivite gösterebilen yeni nesil fotokatalizörlerin geliştirilmesini zorunlu kılmıştır.

Bu doğrultuda, doğada bol miktarda bulunan ve düşük maliyetli bir mineral olan ilmenit ($FeTiO_3$), fotokatalitik özelliklerin iyileştirilmesi açısından öne çıkmaktadır. İlmenit esaslı malzemelerin, örneğin $SnO_2$ gibi yarı iletken oksitlerle modifiye edilmesi sayesinde, görünür ışık altında çalışan çevre dostu ve düşük maliyetli fotokatalizör sistemleri geliştirilebilmektedir.

Bu strateji, doğal kaynakların ileri fonksiyonel malzemelere dönüştürülmesi yoluyla hem ekonomik hem de ekolojik açıdan sürdürülebilir çözümler sunma potansiyeline sahiptir. Dolayısıyla, ilmenit tabanlı kompozit yapıların geliştirilmesi, çevre teknolojileri alanında yeni nesil fotokatalizör tasarımları için stratejik bir yaklaşım olarak değerlendirilmektedir.

Bu tez çalışması, Kocaeli Üniversitesi BAP Koordinasyon Birimi tarafından FYL-2024-3615 numaralı proje kapsamında desteklenmiştir. Çalışmada, kalay dioksit katkılı ilmenit temelli katalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Farklı ajanlar kullanılarak sentezlenen katalizörler, X-ışını kırınımı (XRD), X-ışını floresansı (XRF) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) e Brunauer–Emmett–Teller (BET) yüzey alanı analizi gibi ileri karakterizasyon teknikleri ile detaylı yapısal ve morfolojik analizlere tabi tutulmuştur. Daha sonra, fotokatalitik performansları, UV spektrofotometre ile ölçülen absorbans değerleri kullanılarak elde edilen konsantrasyon-zaman grafikleri üzerinden değerlendirilmiştir.

Bu çalışma ile, düşük maliyetli ve bol bulunan doğal hammaddelerin, görünür ışık altında etkin fotokatalitik özelliklere sahip çevre dostu malzemelere dönüştürülmesine yönelik yeni bir yaklaşım sunulması hedeflenmektedir.

Böylelikle hem ekonomik hem de ekolojik açıdan sürdürülebilir çözümler geliştirilmesine katkı sağlanması amaçlanmaktadır. Doğal kaynakların daha işlevsel hâle getirilerek çevresel uygulamalarda kullanılabilirliği artırılmakta; aynı zamanda ekonomik ve ekolojik sürdürülebilirliğe katkı sağlayabilecek yeni nesil malzeme tasarımlarına bilimsel zemin oluşturulmaktadır.

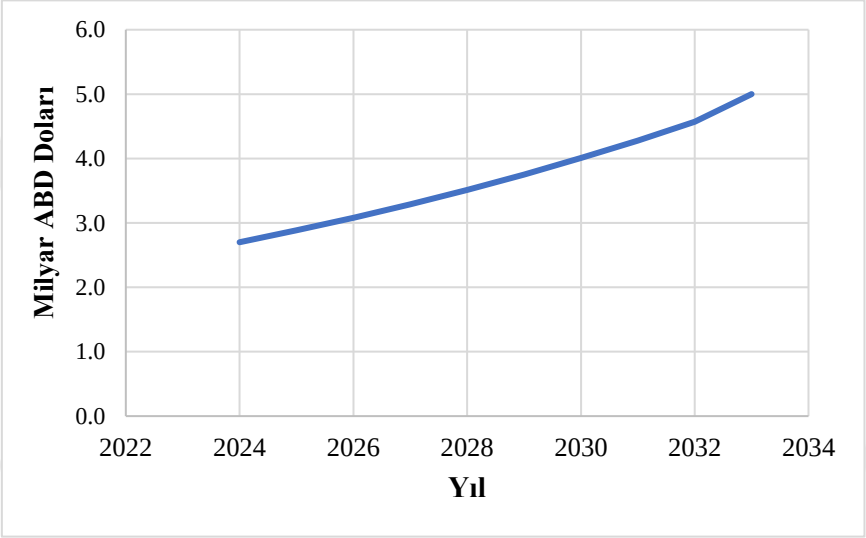
## 2.GENEL BİLGİLER

Fotokataliz, ilk kez 1936 yılında Plotnikow'un Allgemeine Photochemie adlı eserinde ele alınmış ve bu alanda yapılan araştırmalar zamanla büyük bir hız kazanmıştır. Yaklaşık kırk yıl sonra, özellikle $TiO_2$ ve ZnO gibi fotokatalizörler üzerine yapılan yüzey çalışmaları, bu teknolojinin daha geniş bir alanda uygulanabilirliğini ortaya koymuştur (Ameta, 2016). 20. yüzyılın ilk yarısında ise "Fotokatalitik Reaksiyon" terimi, genellikle "Fotokimyasal Reaksiyon" ile birlikte kullanılarak (Sordello ve diğ., 2022), fotokatalizin temel ilkeleri ve uygulama potansiyeli daha geniş bir bakış açısıyla incelenmiştir. Bu dönemde yapılan çalışmalar, fotokataliz teknolojisinin çevre ve enerji alanlarında sunduğu fırsatları keşfetme yolunda önemli bir temel oluşturmuştur.

Bu günlerde fotokatalizörler, çevresel ve endüstriyel alanlarda geniş bir kullanım potansiyeli sağlamaktadır. Su arıtımında zararlı organik maddeler ve patojenler giderilirken (Ameta ve diğ., 2018), hava temizleme uygulamalarında ise organik bileşenler ve kötü kokuların ortadan kaldırılması mümkün olmaktadır (Yang ve diğ., 2018). Ayrıca, fotokataliz, temiz enerji üretimi için suyun fotokatalitik ayrıştırılmasıyla hidrojen üretiminde önemli bir rol oynamakta (Ismail ve Bahnemann, 2014) ve karbon dioksit yakalama teknolojilerine katkıda bulunmaktadır (Liu ve diğ., 2015). Kendi kendini temizleyen yüzeyler (Banerjee ve diğ., 2015), tarımda zararlı kimyasalların temizlenmesi (Robert ve Malato, 2002), endüstriyel uygulamalarda ise atıkların işlenmesi (Mishra ve Sundaram, 2024) gibi alanlarda da etkili çözümler sunmaktadır. Nanoteknoloji ve malzeme biliminde ise fotokatalizörler, yeni malzemelerin sentezinde önemli bir yer tutmakta (Heuer ve Ferguson, 2022), gıda güvenliğini sağlamak amacıyla patojenlerin ortadan kaldırılması (Long ve diğ., 2014) gibi sağlık açısından önemli uygulamalarda da kullanılmaktadır. Bu çeşitlilik, fotokatalizörlerin çevre dostu ve sürdürülebilir teknolojiler olarak gelecekteki potansiyelini artırmaktadır.

Dünya pazarında en çok kullanılan fotokatalizörler arasında titanyum dioksit, çinko oksit, kalay oksit, seryum oksit, kadmiyum sülfür, çinko sülfür ve tungsten oksit yer almaktadır (Persistence Market Research, 2023). Yapılan araştırmalar ve fotokatalizörlerin geliştirilmesi, bu teknolojinin kullanım alanlarının çeşitlenmesine olanak sağlamıştır.

2014 yılında Japonya, fotokatalizör üretiminde en fazla patente sahip ülke olarak, 560,5 milyon ABD doları gelir elde etmiş ve bu alanda pazar lideri konumuna yükselmiştir (Grand View Research, 2016). Yapılan pazar araştırmalarına göre, küresel fotokataliz pazarı 2026 yılına kadar 4,6 milyar ABD dolarına ulaşacak olup, 2021–2026 dönemi arasında yıllık ortalama %9,3'lük bir büyüme oranı göstermesi beklenmektedir. Bu büyümenin, özellikle titanyum dioksit gibi yüksek kararlılığa sahip fotokatalizörlerin su arıtımı, organik kirleticilerin giderilmesi ve altyapı projelerinde artan talebi karşılamadaki etkinliğiyle desteklendiği ifade edilmektedir (Industry ARC, 2023).

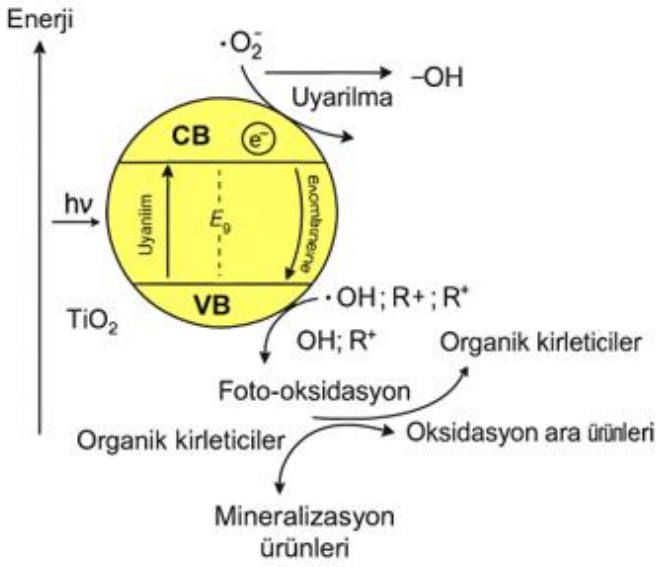



Şekil 2.1. Dünya Genelinde Fotokatalizör Pazarı (IMARC Group, 2024)

Ayrıca, ABD'teki Missouri Üniversitesi tarafından gerçekleştirilen araştırmalarda, küresel fotokatalizör pazarının gelişimi detaylı şekilde analiz edilmiş ve 2033 yılına kadar öngörülen büyüme trendi, Şekil 2.1'deki grafikte sunulmuştur (IMARC Group, 2024).

## 2.1.Fotokatalizörler

Fotokatalitik reaksiyonlar, reaktanların fiziksel durumlarının görünümü temelinde iki grupta incelenebilir. Homojen fotokataliz, hem yarı iletken madde hem de reaksiyona giren madde aynı fazda olduğunda gerçekleşen fotokatalitik reaksiyonlardır (Ameta ve diğ., 2018). Diğer grup olan heterojen fotokataliz, yarı iletken madde ile reaksiyona giren madde farklı fazlarda olduğunda oluşan reaksiyonlardır (Ameta ve diğ., 2018).




Şekil 2.2. Fotokatalitik reaksiyon sürecindeki adımlar (Chowdhury ve Balasubramanian, 2014) R: indirgeyici reaksiyonlardaki kimyasallar, O: oksidatif reaksiyonlardaki kimyasallar.

Şekil 2.2'de gösterilen fotokatalitik reaksiyonu, dört önemli adımla açıklanabilmektedir. (Zhu ve Wang, 2017):

- Işık absorpsiyonu: Elektron-boşluk çiftlerinin oluşturulabilmesi için ışığın fotokatalizör tarafından emilmesi.
- Uyarılmış yüklerin ayrılması: Işığın emilmesiyle uyarılan elektron ve boşlukların ayrılması.
- Elektronların ve boşlukların yüzeye transferi: Ayrılan yüklerin fotokatalizörün yüzeyine transfer edilmesi.
- Redoks reaksiyonları için yüklerin kullanılması: Yüzeydeki yüklerin, redoks reaksiyonlarını başlatmak üzere kullanılması.

Fotokatalitik reaksiyonun temel unsuru, fotonların emilimi sayesinde elektron ($e^-$) ve boşluk ($h^+$) çiftlerinin işleyişidir (Chowdhury ve Balasubramanian, 2014). Bant aralığı enerjisi (Band gap energy, Eg), değerlik bandı (Valence band, VB) ile iletim bandı (Conduction band, CB) arasındaki enerji farkıdır ve eğer ışığın enerjisi, katalizörün bant aralığından daha yüksekse, $e^-$ uyarılarak VB'ten alınır ve bu süreçte VB'te $h^+$ oluşumu denklem (2.1)'te gösterildiği gibi meydana gelir (Szaciłowski, Macyka ve Stochel, 2006).

Bu elektronlar, elde edilen $O_2$ ile etkileşime girerek denklem (2.2)'teki gibi süperoksit radikalleri ($O_2^{\bullet -}$) oluştururken, denklem (2.3)'te verilen denkleme göre $h^+$ bölümleri su ile reaksiyona girerek hidroksil radikalleri (OH•) meydana getirir (Yan ve diğ., 2013). Bu etkileşimler, fotokatalitik parçaların saklanmasını artırarak çeşitli kimyasal dönüşümlerin gerçekleştirilmesine olanak tanır. Denklem (2.4)'te gösterilmektedir (Krishnan ve diğ., 2024).

$$H_2O + h^+ \rightarrow OH^- + H^+ \quad (2.1)$$

$$e^- + O_2 \rightarrow O_2^{\cdot -} \quad (2.2)$$

$$h^+ + VB \rightarrow OH^{\cdot -} \quad (2.3)$$

$$Kirlilik + O_2^{\cdot -} + OH^{\cdot -} + H_2O + CO_2 \quad (2.4)$$

İdeal bir fotokatalizör, uygun bant aralığı, morfolojik yapı, yüksek yüzey alanı, kimyasal stabilite ve tekrar kullanılabilirlik gibi temel özelliklere sahip olmalıdır. Bu tür yarı iletken malzemeler, ultraviyole veya görünür ışıkla aktive edildiklerinde, oluşan elektron-delik ($e^-/h^+$) çiftleri aracılığıyla organik kirleticileri oksidasyon ve indirgeme reaksiyonları yoluyla parçalayarak çevre iyileştirme uygulamalarında etkin bir rol oynamaktadır (Díaz ve diğ., 2022).

Fotokatalizörler, sınırlı ışık absorpsiyonu ve foto-indüklenen yük taşıyıcılarının hızlı rekombinasyonu gibi temel dezavantajlara sahiptir (Li ve diğ., 2017). Bu durum, fotokatalitik süreçlerin genel verimliliğini düşürmekte ve potansiyel uygulama alanlarını önemli ölçüde sınırlamaktadır. Ayrıca, bu malzemelerin büyük bir bölümü yalnızca ultraviyole (UV) ışık altında aktif olup, güneş spektrumunun büyük kısmını oluşturan görünür ışık bölgesinde yeterli etkinlik gösterememektedir. Bu nedenlerle, fotokatalitik performansın artırılması amacıyla heteroyapı gibi çeşitli yapısal ve kimyasal modifikasyon uygulamaları olarak kullanılmaktadır (Kang ve diğ., 2019). Geniş bant aralığına sahip fotokatalizörler, yalnızca yüksek enerjili fotonlarla (genellikle ultraviyole ışık) uyarılabildiklerinden, güneş spektrumunun yaklaşık %45'ini oluşturan görünür bölgedeki fotonlardan etkin bir şekilde faydalanamamaktadır. Bu sınırlı ışık absorpsiyonu, fotokatalitik reaksiyonların başlatılmasını zorlaştırmakta ve sistemin genel enerji verimliliğini önemli ölçüde kısıtlamaktadır. Ayrıca, bu malzemelerde foton

absorpsiyonunu takiben oluşan elektron-delik ($e^-/h^+$) çiftlerinin kısa süre içerisinde rekombinasyona uğrama eğilimi, fotoindüklenen yük taşıyıcılarının etkin kullanımını engelleyerek fotokatalitik aktivitenin düşmesine yol açmaktadır. Bu nedenle, fotokatalizörlerin ışık hasadını artırmak ve yük taşıyıcı dinamiklerini iyileştirmek amacıyla bant aralığının daraltılması, ara enerji düzeylerinin oluşturulması ve heteroyapı mühendisliği gibi çeşitli yapısal ve elektronik modifikasyon stratejileri üzerine yoğunlaştırılmıştır (Fujishima ve Honda, 1972; Chen ve Mao, 2007; Low ve diğ., 2017).

## 2.2.İlmenit, Özellikleri ve Katalizör Olarak Kullanımı

$FeTiO_3$ (Demir Titanyum Oksit), oksit sınıfına ait bir bileşiktir ve genellikle siyah renkte, metalik parlaklığa sahip bir mineral olarak bulunur. Opak özellik gösteren bu bileşik, Mohs sertlik skalasında 5,5 ile 6 arasında bir sertliğe sahiptir. Kristal yapısı üçgen sistemde düzenlenmiş olup, bu özellikleri $FeTiO_3$'ün endüstriyel ve bilimsel uygulamalarda kullanılmasını etkileyen önemli faktörlerdir (Geoscience New and Information, 2023).



Şekil 2.3. Deneysel Çalışmada Kullanılan İlmenit

Yapılan çalışmada kullanılan ilmenit Şekil 2.3'te gösterilmiştir. Titanyum, yüksek korozyon direnci ve dayanıklılığı sayesinde uzay, medikal, otomotiv ve kimya endüstrilerinde kullanılırken, titanyum dioksit beyaz pigment olarak boyalar, kozmetikler, gıda katkı maddeleri ve güneş koruyucularda yaygın olarak kullanılmaktadır

(Gázquez ve diğ., 2014; Maldybayev ve diğ., 2024). Günden güne kullanım alanının artması da talep miktarını arttırdığı için, titanyum kaynakları dünya çapında büyük bir öneme sahiptir.

İlmenit, titanyumun başlıca kaynaklarından biri olup, titanyum dioksit ($TiO_2$) üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır (Sukmara ve diğ., 2022). İlmenit ($FeTiO_3$) yatakları başta Ukrayna olmak üzere Avustralya, Amerika Birleşik Devletleri, Çin, Hindistan, Orta Doğu ve Güney Afrika gibi bölgelerde bulunmaktadır (Oxford Analytica, 2019). İlmenit madeni pazarını, dünya talebi, ekonomik koşullar, enerji maliyetleri, jeopolitik faktörler, teknolojik gelişmeler, arz-talep dengesi ve bölgesel rekabet gibi birçok iç ve dış etken şekillendirmektedir. 2017'ten bu yana Çin, en büyük ilmenit konsantre üreticisi olarak öne çıkmaktadır (Zhai ve diğ., 2020). Ülkenin Panzhihua bölgesinde bulunan ilmenit içeren cevherler, yüksek kalsiyum oksit (CaO) ve magnezyum oksit (MgO) içeriğiyle genellikle bazik ve ultrabazik kaya kütlelerinde, yani magmatik yataklarda yer almaktadır (Sampath ve diğ., 2023).

Cevherin coğrafi konumu, içeriklerini etkileyen önemli bir faktördür. Ticari ilmenit yatakları genellikle üç ana grupta sınıflandırılır: büyük ölçekli sert kaya yatakları, alüvyon kalayla bağlantılı yataklar ve plaj kumu ile ilişkili yataklardır (Haider ve diğ., 2019). Yapılan analizler sonucunda, ilmenit kayaçlarının demir, titanyum, kalsiyum, kükürt ve silisyum gibi baskın elementler içerdiği, ayrıca petrografik analizler ve fenokristal sertlik testlerinin, ilmenit, kalsit, kuvars ve hematit minerallerinin varlığını ortaya koyduğu belirlenmiştir (Oxford Analytica, 2019).

İlmenit, kullanım amacına göre farklı işleme yöntemleriyle işlenebilir. İlmenit konsantresi genellikle kuru yöntem (dry method), ıslak yöntem (wet method), sodyum karbonat yöntemi ve flotasyon yöntemi gibi çeşitli tekniklerle işlenmektedir. İlmenit işleme yönteminin seçimi, içerdiği minerallerin türü ve oranı, elde edilmek istenen ürünün saflık seviyesi, ekonomik maliyetler, çevresel etkiler, işlem süresi ve verimlilik gibi birçok faktöre dayanarak yapılır (Song ve diğ., 2015; Yuan ve diğ., 2025; Munnix ve Schmeits, 1983). Sonuç olarak, ilmenit çıkarılmasında kullanılan yöntemler cevherin özelliklerine ve üretim amacına bağlı olarak değişiklik gösterebilmektedir.

İlmenitten elde edilen fotokatalizörlerin üretiminde çeşitli yöntemler kullanılmakta olup, bu yöntemler malzemenin morfolojisi, kristal yapısı ve fotokatalitik performansı üzerinde doğrudan etkilidir. Bu bağlamda en yaygın kullanılan sentez tekniklerinden biri olan hidrotermal yöntem, özellikle $TiO_2$ nanotüplerinin üretiminde tercih edilmektedir. 150 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen hidrotermal işlem malzemenin kristalitesini artırmakta ve bant aralığını daraltarak görünür ışık altında fotokatalitik etkinliği önemli ölçüde iyileştirmektedir (Fauzi ve ark., 2022). Bununla birlikte, CuS kuantum noktalarıyla modifiye edilen $TiO_2$ nanotüplerinin %95'in üzerinde boya giderimi sağladığı bildirilmiştir (Wang ve ark., 2023).

Sol-jel yöntemi, metal alkoksitlerin kontrollü hidrolizi esasına dayanarak yüksek saflıkta $TiO_2$ sentezinde kullanılmaktadır. Düşük sıcaklıkta homojen parçacık dağılımı sağlayan bu yöntemle ilmenitten elde edilen $TiO_2$ fotokatalizörlerin, özellikle atık su arıtımında yüksek verim sunduğu gösterilmiştir (Ramírez ve ark., 2020).

Mekanik alaşımlama (ball milling) yöntemi, parçacık boyutunu küçültüp yüzey alanını artırarak i lmenit bazlı fotokatalizörlerde fotokatalitik performansın yükseltilmesine katkı sağlamaktadır. Bu konuda Deshmukh ve arkadaşları (2022), $TiO_2$–$SnO_2$ kompozitlerinde bu yaklaşımın UV ışık altında verimi anlamlı ölçüde artırdığını raporlamıştır.

Solvotermal sentez, organik çözücüler kullanarak düşük sıcaklıklarda özgün morfolojili $TiO_2$ nanoparçacıkları üretmeyi sağlar. Vasconcelos ve arkadaşları (2024), tetrabutil titanat–oleilamin solvotermal yoluyla elde ettikleri $TiO_2$'nin görünür ışık altında ($\lambda \approx 574$ nm) etkili fotokatalitik aktivite gösterdiğini rapor etmiştir (Vasconcelos ve diğ., 2024).

Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) yöntemiyle sentezlenen nanoyapılı $TiO_2$–Ag ince filmlerin, hem ultraviyole ışık altında yüksek fotokatalitik performans hem de güçlü antibakteriyel özellikler sergilediği J. Mungkalasiri ve çalışma arkadaşları (2010) tarafından ortaya konmuştur. Söz konusu ince filmler, JIS Z 2801 standardı doğrultusunda yapılan testlerde *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı etkili bakterisidal aktivite göstermiştir.

Son olarak, sentez sonrası uygulanan ısıl işlem (kalsinasyon), malzemenin kristalin yapısını düzenleyerek fotokatalitik verimliliği artıran önemli bir adımdır. Vijayan, ve arkadaşları (2010), 500 °C'te gerçekleştirilen ısıl işlemin kristal yapı üzerinde olumlu etkiler yaratarak performans artışı sağladığını ortaya koymuştur.

Bu çalışmada uygulanan hidrotermal yöntem, ilmenit bazlı fotokatalizörlerin sentezinde yüksek kristalinlik, homojen morfoloji ve dar bant aralığı gibi önemli avantajlar sağlamıştır. Özellikle uygulanan kalsinasyon işleminin, fotokatalizör yüzeyindeki aktif merkez yoğunluğunu artırdığı ve elektron-hol çiftlerinin ayrışmasını kolaylaştırarak fotokatalitik reaksiyon verimini anlamlı ölçüde iyileştirdiği gözlemlenmiştir.

### 2.3.$SnO_2$/İlmenit Katalizörünün ve Fotokatalitik Özellikleri

Titanyum dioksit ($TiO_2$), sahip olduğu fiziksel ve kimyasal özellikler sayesinde fotokatalitik uygulamalarda en yaygın olarak incelenen ve kullanılan yarı iletken malzemelerden biridir. Özellikle yüksek redoks potansiyeline sahip olması, güçlü oksidasyon ve indirgenme reaksiyonlarını kolaylaştırması açısından büyük avantaj sağlamaktadır (Stojadinović ve diğ., 2022). Bununla birlikte, $TiO_2$'nin kimyasal kararlılığı, uzun süreli kullanımlarda performans kaybı yaşanmadan işlem yapabilmesine olanak tanımaktadır. Toksik olmaması ve çevre dostu yapısı, sürdürülebilir teknolojiler açısından önemli bir tercih sebebidir (Peiris ve diğ., 2021). Bu özellikleri sayesinde $TiO_2$, özellikle su arıtımı (Armaković ve diğ., 2023) ve hava (Muscetta ve Russo, 2021), antimikrobiyal kaplamalar (Kumaravel ve diğ., 2021) ve hidrojen üretimi (Rafique ve diğ., 2023) gibi çeşitli fotokatalitik uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır.

2019 ve sonrasında yapılan çalışmalar incelendiğinde, $TiO_2$, UV ışığını absorbe edebilmesi, yüksek oksidasyon potansiyeli, yüksek kimyasal stabilitesi ve toksik olmaması gibi özellikleri nedeniyle en etkili fotokatalizörlerden biri olarak kabul edilmektedir. Bununla birlikte, $TiO_2$'nin geniş bant aralığı (3–3.2 eV) ve yüksek maliyeti, bazı dezavantajlar oluşturmuştur (AlMohamadi ve diğ., 2024). Bu dezavantajları aşmak amacıyla, bant aralığının daraltılması için $TiO_2$'ye katkı malzemeleri eklenmesi çözüm olarak değerlendirilmiştir. Bu bağlamda, düşük maliyet ve optiksel şeffaflık gibi özelliklere sahip olan $SnO_2$, tercih edilen katkı maddesi olarak öne çıkmaktadır. Literatür

incelendiğinde $SnO_2$, yüksek yüzey alanı, kimyasal kararlılığı, yüksek elektron hareketliliği ve ayarlanabilir bant aralığı gibi üstün özellikleri sayesinde, fotokatalitik uygulamalarda etkili, çevre dostu ve çok yönlü bir yarı iletken malzeme olarak öne çıkmaktadır (Bathula ve diğ., 2023). Ayrıca, fotokatalizör olarak $SnO_2$'nun, kendi kendini temizleme ve atık su arıtımı gibi çevresel uygulamalar açısından önemli bir potansiyele sahip olduğu vurgulanmıştır (Ramanathan ve Murali, 2022). Bu özelliklere sahip $SnO_2$'nin laboratuvar ölçeğinde elde edilmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biri, $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ öncül bileşiğinin sulu ortamda hidrolize edilmesi ve ardından yüksek sıcaklıkta kalsinasyon işlemine tabi tutulmasıdır. Bu süreçte, ilk olarak $SnCl_4 \cdot 5H_2O$'nun denklem 2.5'te su ile tepkimesi sonucu $Sn(OH)_4$ çökelmektedir:

$$SnCl_4 \cdot 5H_2O + 4H_2O \rightarrow Sn(OH)_4 + 4HCl \quad (2.5)$$

Ardından kalsinasyon sonucu denklem 2.6'da $Sn(OH)_4$, kristal yapılı $SnO_2$'ye dönüşmü gösterilmektedir:

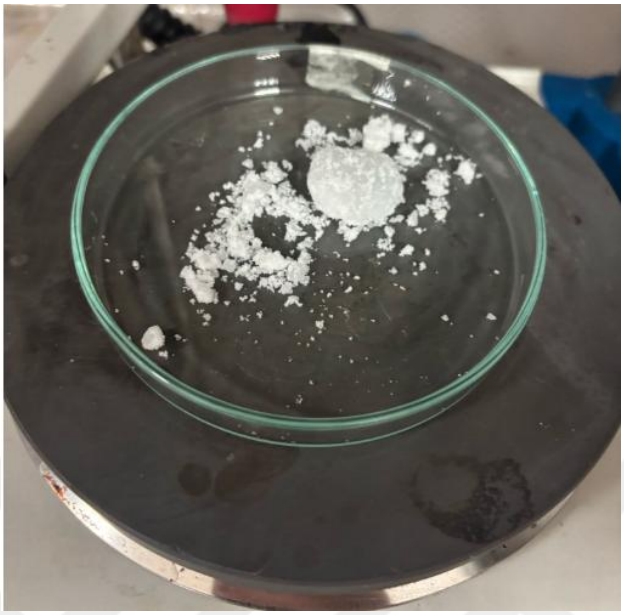
$$Sn(OH)_4 \rightarrow SnO_2 + 2H_2O \quad (2.6)$$

Bu iki aşamalı sentez yaklaşımı, $SnO_2$'nin fotokatalitik etkinliğini doğrudan etkilemektedir (González ve Jiménez, 2002).

Kalay dioksit ($SnO_2$), yoğunluğu 6,95 g/cm³ ve moleküler ağırlığı 150,71 g/mol olan bir bileşiktir. pH değeri 6 ile 12 arasında değişen $SnO_2$, yüksek bir erime noktasına sahip olup, 1.630 °C erime noktasına sahiptir. Kokusuz bir bileşik olan $SnO_2$, suyla çözünmez ve genellikle sarımsı veya açık gri toz formunda bulunmaktadır (US Research Nanomaterials, Inc., 2023) (Byjus, 2023). Elektronik, enerji depolama, seramik, cam sanayi ve gaz sensörleri gibi çeşitli sektörlerde de yaygın olarak kullanılmaktadır (Munnix ve Schmeits, 1983; Tripathi ve Mitra, 2014; Tran, 2019; Abd Karim ve diğ., 2014; Rzaij ve diğ., 2022). Bu çalışmada, kalay dioksit ($SnO_2$) sentezi için Kalay (IV) Klorür Pentahidrat ($SnCl_4 \cdot 5H_2O$) öncü madde olarak kullanılmıştır.

Kalay (IV) klorür pentahidrat (IUPAC adıyla tetraklorostannan pentahidrat), kimyasal formülü $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ olan, beyaz renkli katı bir bileşiktir. Suda çözünür özellik

göstermekte olup, moleküler ağırlığı 350,6 g/mol’dür. Yaklaşık 56 °C'lik bir kaynama noktasına sahiptir (National Center for Biotechnology Information [NCBI]).



Şekil 2.4. Deneysel Çalışmada Kullanılan Kalay (IV) Klorür Pentahidrat

Fotokatalizör üretimi sürecinde, ilk olarak ilmenit minerali aktive edilmiş ve ardından aktif yüzey üzerine Şekil 2.4’te gösterilen K alay (IV) Klorür Pentahidrat ($SnCl_4 \cdot 5H_2O$) ile katkılama işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemle, kalay dioksitin istenilen yapısal ve morfolojik özelliklere sahip olacak şekilde sentezlenmesi hedeflenmiştir.

$TiO_2/SnO_2$ ve $SnO_2/TiO_2$ fotokatalizörleri, fotokatalitik uygulamalarda kullanılan hibrit malzemeler olup, her biri farklı işlevsel özellikler sergilemektedir. $TiO_2/SnO_2$ kombinasyonu, $TiO_2$'nin ana fotokatalitik malzeme olarak işlev görürken, $SnO_2$, $TiO_2$'nin fotokatalitik verimliliğini arttıran bir yardımcı bir bileşen olarak işlev görmektedir. $TiO_2/SnO_2$ fotokatalizörleri, su arıtımı, hava temizliği ve çeşitli kimyasal reaksiyonlarda katalizör olarak etkili bir şekilde kullanılabilmektedir (Rajput ve diğ., 2022).

$SnO_2$'nin $TiO_2$ ile kombinasyonu, elektron/delik çiftleri rekombinasyon oranını azaltarak, $TiO_2$'nin ışık altında gösterdiği aktiviteyi artırmaktadır (Dong ve diğ., 2016; Wang ve diğ., 2021). Bu heteroyapı sayesinde daha geniş bir spektrumdan foton emilimi sağlanmakta ve fotokatalitik süreçlerde daha yüksek verim elde edilmektedir. Ayrıca $SnO_2$, yüksek oksijen adsorpsiyon kapasitesi sayesinde yüzeyde aktif oksijen türlerinin

(•$O_2^-$, •OH) oluşumunu kolaylaştırır ve böylece organik kirleticilerin oksidatif bozunmasını hızlandırmaktadır (Rajput ve diğ., 2025).

$TiO_2/SnO_2$ heteroyapıları, su arıtımı uygulamalarında özellikle boyar maddelerin ve toksik organik bileşiklerin gideriminde yüksek performans göstermektedir. Örneğin, metilen mavisi ve rodamin B gibi boyaların fotokatalitik bozunmasında, bu çiftli yapılar tek başına $TiO_2$'ye kıyasla önemli ölçüde daha kısa sürede ve daha yüksek bozunma oranı sağlamıştır.

Yapılan bir çalışmada, $TiO_2/SnO_2$ nanokompozitleri, metilen mavisinin %83,4 oranında bozunmasını sağlarken, $SnO_2/TiO_2$ yapıları %71,6 oranında bozunma göstermiştir (Li ve diğ., 2019; Zhang ve diğ., 2021). Ayrıca, $TiO_2/SnO_2$ nanokompozitleri, hava temizleme sistemlerinde uçucu organik bileşiklerin (VOC'ler) mineralizasyonunda da %61,35 oranında etkili olmuştur (Song ve diğ., 2020).

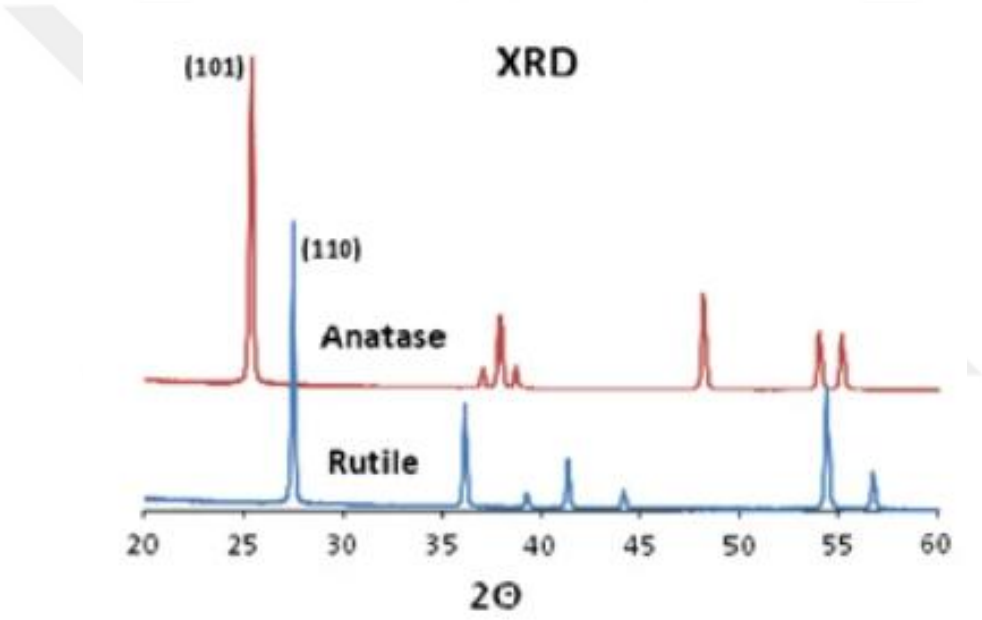
Bu hibrit fotokatalizörler, hidrojen üretimi gibi enerji uygulamalarında da araştırılmaktadır. Fotoindüklenmiş su ayrışması sürecinde $TiO_2/SnO_2$ yapıları, rekombinasyon oranını azaltarak hidrojen verimini artırmaktadır. $TiO_2/SnO_2$ heteroyapıları, görünür ışık altında suyun fotokatalitik ayrışmasıyla 860 μmol $g^{-1}$ $h^{-1}$ oranında hidrojen üretimi sağlamıştır (Yang ve diğ., 2018).

$SnO_2/TiO_2$ yapılarında ise $SnO_2$ temel faz olarak kullanılırken $TiO_2$ yüzey modifikasyonu veya çekirdek-kabuk tipi yapılandırmalarda dış kaplama olarak görev yapabilir. Bu tür yapılar, sensör teknolojileri, gaz algılayıcılar ve fotovoltaik uygulamalarda da değerlendirilmiştir (Wang ve diğ., 2018; Liu ve diğ., 2020).

$SnO_2/TiO_2$ fotokatalizörlerinde $TiO_2$, $SnO_2$'nin fotokatalitik etkinliğini desteklemek amacıyla yardımcı faz olarak kullanılır. $SnO_2$'nin geniş bant aralığı, $TiO_2$'nin yüksek oksidasyon potansiyeli ile birleşerek güçlü bir fotokatalitik etki yaratır. Bu yapı, düşük enerji tüketimi ile fotokatalitik reaksiyonları hızlandırma potansiyeline sahiptir. Bu tür fotokatalizörler, özellikle biyolojik kirleticilerin giderimi ve sürdürülebilir enerji dönüşümü gibi çevre dostu uygulamalarda önemli bir rol oynamaktadır (Kahkahni ve diğ., 2022; Abuhelaiqa ve diğ., 2021).

Sonuç olarak, hem sentetik $TiO_2/SnO_2$ ve $SnO_2/TiO_2$ hibrit fotokatalizörleri, çevre teknolojileri ve enerji dönüşüm sistemleri açısından büyük bir potansiyel sunmaktadır. Bu malzemelerin yapısal morfolojisi, kristal fazı ve sentez yöntemi gibi parametreler, nihai fotokatalitik performans açısından kritik öneme sahiptir (Kumar ve diğ., 2023).

Literatür incelendiğinde, farklı liç yöntemleriyle ilmenitten $TiO_2$ elde edilmesine yönelik birçok çalışma yapılmıştır. İlmenitin doğal bir mineral olması ve $TiO_2$ ile karşılaştırıldığında daha uygun maliyetli olması, bu malzemenin tercih edilmesini sağlamaktadır. Bu bağlamda, ilmenitin fotokatalizör olarak kullanılabilirliğinin incelenmesi amaçlanmıştır.




Şekil 2.5. $TiO_2$'nin rutil ve anataz fazlarının XRD desenleri (Hanaor ve Sorrell, 2011)

Şekil 2.5'te sunulan süreçte, ilmenitten $TiO_2$ elde edilirken hem anataz hem de rutil fazlarında $TiO_2$ oluşumu mümkündür. Literatür incelemeleri, farklı liç yöntemleri kullanılarak elde edilen $TiO_2$'nin faz yapısının, fotokatalitik özellikler üzerinde önemli bir etki yarattığını göstermektedir. Anataz fazı, rutil faza göre daha yüksek fotokatalitik aktiviteye sahiptir (Hanaor ve Sorrell, 2011).

2015 yılında Yousef tarafından yapılan çalışmada, hem sülfürik asit ($H_2SO_4$) hem de hidroklorik asit (HCl) kullanılarak gerçekleştirilen liç işlemlerinde, titanyum dioksitin

($TiO_2$) çözünürlüğünü maksimize eden optimum parametreler belirlenmiştir. Buna göre, $H_2SO_4$ ile yapılan liçte 10 M konsantrasyon, 1:10 katı/sıvı oranı (S/L), 120°C sıcaklık ve 3 saatlik işlem süresiyle yaklaşık %75 çözünürlük sağlanmıştır. HCl ile gerçekleştirilen liçte ise 6 M asit konsantrasyonu, 1:6 S/L oranı ve 80°C sıcaklıkta %80 civarında maksimum verim elde edilmiştir. Bu bulgular, ilmenitin asidik liç aşamasında çözünürlük ve verim üzerinde önemli rol oynayan parametrelerin optimize edilmesi gerektiğini göstermektedir.

Aynı çalışmada ilmenitin potasyum hidroksit (KOH) ve sodyum hidroksit (NaOH) çözeltileri ile alkali ortamda liç edilmesi incelenmiş; elde edilen ürünlerin yıkanmasında $H_2SO_4$ ve HCl kullanılarak faz saflaştırma etkileri araştırılmıştır.

Bu çalışma, ilmenitin alkalilerle çözünürlüğü ve asidik yıkama süreçlerinin, elde edilen son ürünün faz yapısı ve morfolojisi üzerinde önemli etkileri olduğunu ortaya koymuştur. Asidik yıkama işlemleri sonucunda, 6 M HCl kullanıldığında %95,55; 10 M $H_2SO_4$ kullanıldığında ise %92,19 oranında $TiO_2$ içeriği elde edilmiştir (Yousef, 2015).

Fotokatalitik uygulamalarda, nano boyuttaki yapılar, yüksek özgül yüzey alanlarına sahip olmaları nedeniyle daha fazla aktif merkez sunmakta ve bu da yüzeyde gerçekleşen fotokimyasal reaksiyonların verimini önemli ölçüde artırmaktadır. Aynı zamanda, nano yapıların ışık absorpsiyon kapasitesi daha yüksek olduğundan, foton yakalama etkinliği artmakta ve taşıyıcı ayrışması daha verimli şekilde gerçekleşebilmektedir (Byrne ve diğ., 2018).

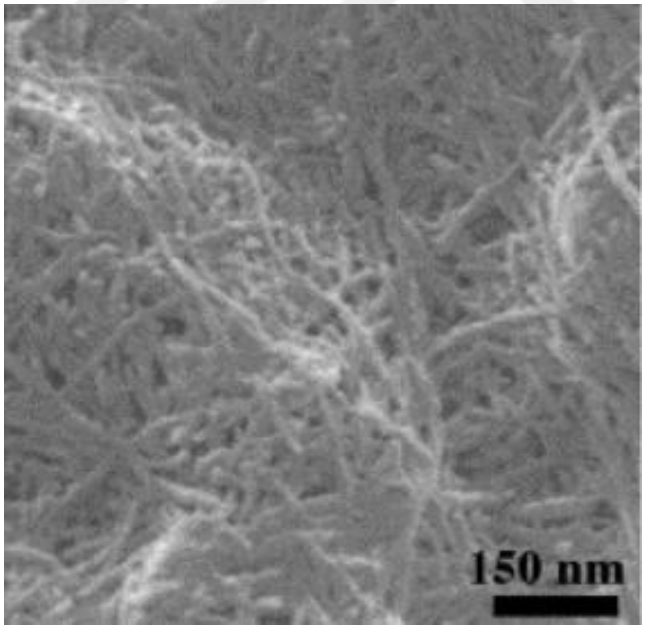
Bu çalışmada ise, geleneksel yaklaşımların aksine ilmenitten doğrudan $TiO_2$ elde edilmesi yerine, ilmenit mineralinin uygun kimyasal ve fiziksel işlemlerle aktive edilerek nano boyutta yapılandırılması hedeflenmiştir.

Böylece, doğal halde bulunan ilmenit mineralinin düşük maliyetli ve çevre dostu bir yöntemle fotokatalitik olarak işlevsel hale getirilmesi ve bu yapının fotokimyasal performansının değerlendirilmesi amaçlanmıştır.

## 3.İLMENİTTEN $SnO_2$/İLMENİT KATALİZÖRÜ HAZIRLANMASI VE ÖZELLİKLERİ

Lin-Rui ve arkadaşlarının çalışmasında, ilmenit minerali 10 M KOH çözeltisiyle hazırlanarak 200 °C'de 24 saat hidrotermal işleme tabi tutulmuş, ardından HCl, damıtılmış su ve etanol ile yıkanmıştır. %5 $SnO_2$ yüklemeli kompozit fotokatalizör, metilen mavisi gideriminde en yüksek performansı göstermiştir (Hou, Yuan ve Peng, 2007).

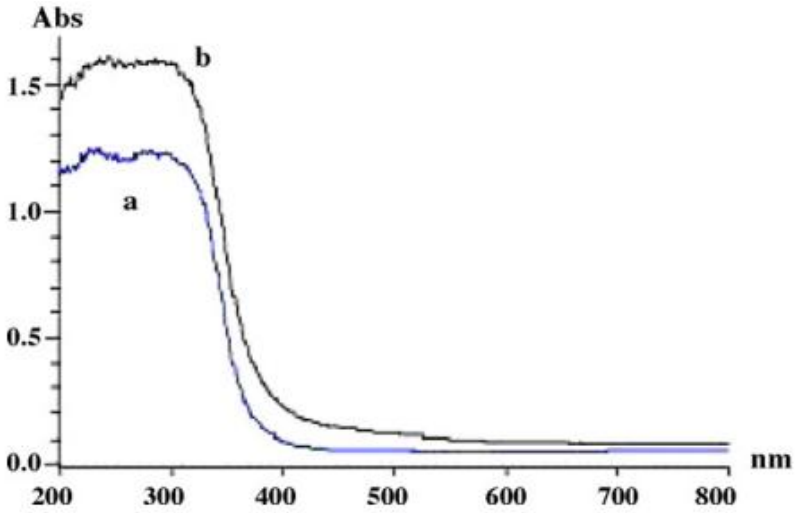
$SnO_2$/$TiO_2$ nanotüp kompozit fotokatalizörleri, solvotermal yöntemle sentezlenmiştir. Bu süreçte, belirli miktarda $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ mutlak etanol içinde çözülmüş, çözelti oda sıcaklığında çalkalanarak homojen hâle getirilmiştir. Daha sonra uygun $TiO_2$ nanotüpleri bu çözeltiye eklenmiş ve karışım hem manyetik karıştırma hem de ultrasonik işlemle iyice dağıtılmıştır. Elde edilen karışım, Teflon kaplı otoklavda 160 °C'te 16 saat süreyle ısıl işleme tabi tutulmuştur. İşlem sonunda ürün oda sıcaklığına soğutulmuş, filtrelenmiş, damıtılmış su ve etanol ile yıkanarak 80 °C'te kurutulmuştur (Hou, Yuan ve Peng, 2007).




Şekil 3.1. %5 $SnO_2$ yüklemesi içeren $TiO_2$ nanotüplerin SEM görüntüsü (Hou, Yuan ve Peng, 2007)

Yapılan çalışmada, sentezlenen $SnO_2$/$TiO_2$ nanotüp kompozit fotokatalizörler, X-ışını kırınımı (XRD), şekil 3.1'deki gibi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve yüksek

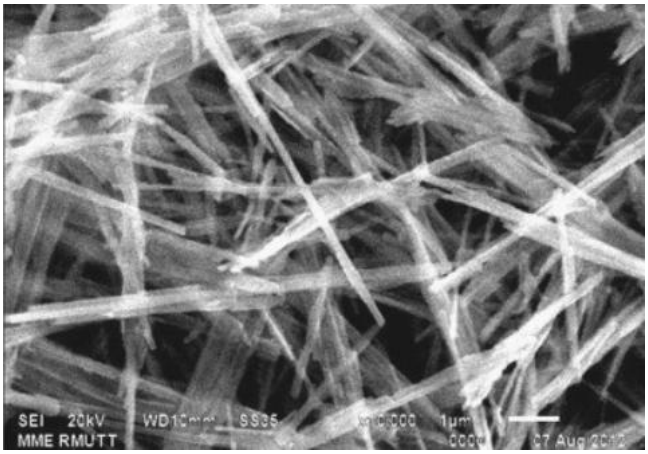
çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskobu (HRTEM) teknikleri kullanılarak fiziksel olarak karakterize edilmiştir. Analiz bulguları, başarılı bir şekilde nanotüp morfolojisinin elde edildiğini ortaya koymuştur. Metilen mavisi (MB) boyar maddesinin adsorpsiyon davranışı ve kompozit fotokatalizörlerin fotokatalitik aktivitesi, karanlıkta denge sağlandıktan sonra UV ışık altında gerçekleştirilen bozunma deneyleriyle, UV–vis spektrofotometresi kullanılarak değerlendirilmiştir.




Şekil 3.2. İlmenit (a) ve %5 $SnO_2$ katkılı numunenin (b) UV-görünür ışık dağınık yansıma spektrumları (Hou, Yuan ve Peng, 2007)

Şekil 3.2'de İlmenit (a) ve %5 $SnO_2$ katkılı numunenin (b) UV-görünür bölgeye ait dağınık yansıma spektrumları sunulmuştur. İlmenit ile karşılaştırıldığında, %5 $SnO_2$ katkılı numunenin UV bölgesinde çok daha yüksek ışık absorpsiyonu gösterdiği gözlemlenmiştir. Fotokatalitik performans testleri sonucunda, %5 oranında $SnO_2$ içeren kompozit numunenin en yüksek fotokatalitik verimliliğe sahip olduğu belirlenmiştir (Hou, Yuan ve Peng, 2007).

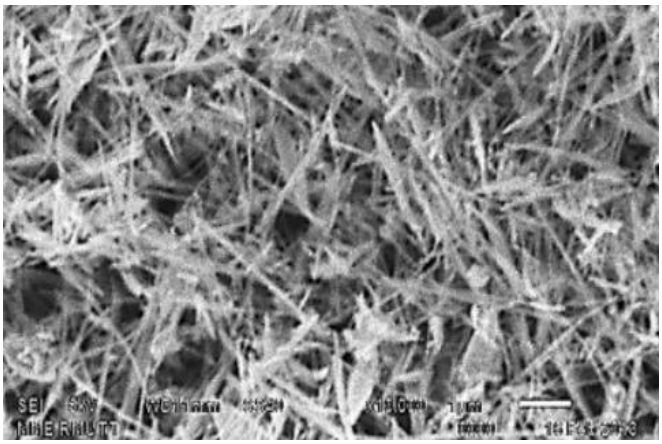
Simpraditpan ve arkadaşlarının (2012) çalışmasında, 10 M NaOH ile 120 °C'de 72 saat işlenen ilmenitten elde edilen $Fe^{3+}$ katkılı titanat nanofiberler, fotokatalitik uygulamalar için yüksek yüzey alanı ve uygun kristal yapılarıyla etkili bir malzeme olarak değerlendirilmiştir (Simpraditpan ve diğ., 2012).



Şekil 3.3. NaOH aktivasyonuyla elde edilen nanofiberlerin SEM görüntüsü (Simpraditpan ve diğ., 2012)

Bu işlem sonucunda, katı nanotellerin ve uzun nanofiber yapıların oluştuğu rapor edilmiştir. Elde edilen morfolojik yapı, Şekil 3.3'te detaylı olarak sunulmaktadır. Hidrotermal işlem tamamlandıktan sonra otoklav oda sıcaklığına kadar soğutulmuş, elde edilen ürünler önce birkaç kez HCl çözeltisi ile, ardından damıtılmış su ile yıkanarak arındırılmıştır (Simpraditpan ve diğ., 2012).

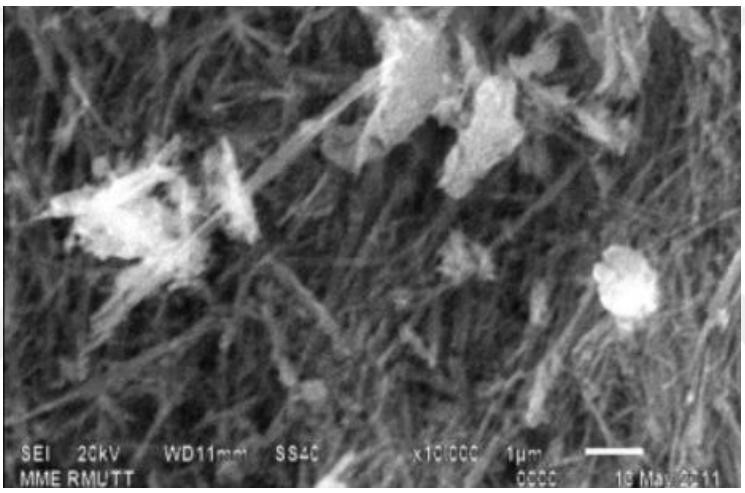
Simpraditpan ve arkadaşlarının (2013) çalışmasında, doğal ilmenitten sentezlenen Fe katkılı titanat nanofiberlerin, 400 °C'de kalsinasyon sonrası elde ettikleri yüksek fotokatalitik aktivite ve dar bant aralığı sayesinde çeşitli çevresel ve enerji uygulamalarında etkili olduğu gösterilmiştir (Simpraditpan ve diğ., 2013).



Şekil 3.4. 10 M NaOH çözeltisi kullanılarak ilmenit mineralinden sentezlenen nanofiberlerin SEM görüntüsü (Simpraditpan ve diğ., 2013)

Şekil 3.4'te gösterilen nanofiberler, doğal ilmenit mineralinin 10 M NaOH çözeltisi ile 120 °C'de 72 saat boyunca hidrotermal işleme tabi tutulmasının ardından, 0,1 M HCl çözeltisiyle yıkanıp kurutulmasıyla hazırlanmış ve ardından 300 °C ile 1000 °C arasında (300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 ve 1000 °C) değişen sıcaklıklarda kalsinasyon işlemine tabi tutulmuştur (Simpraditpan ve diğ., 2013).

Üretilen nanofiberlerin karakterizasyonu X-ışını kırınımı (XRD), X-ışını floresans (XRF), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Brunauer-Emmett-Teller (BET) yöntemleri ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen nanofiberlerin çapı 20–90 nm, uzunluğu ise 2–7 μm arasında değişmektedir (Simpraditpan ve diğ., 2013).




Şekil 3.5. 400 °C'de 2 saat süreyle kalsine edilmiş nanofiberlerin SEM görüntüsü (Simpraditpan vd., 2013)

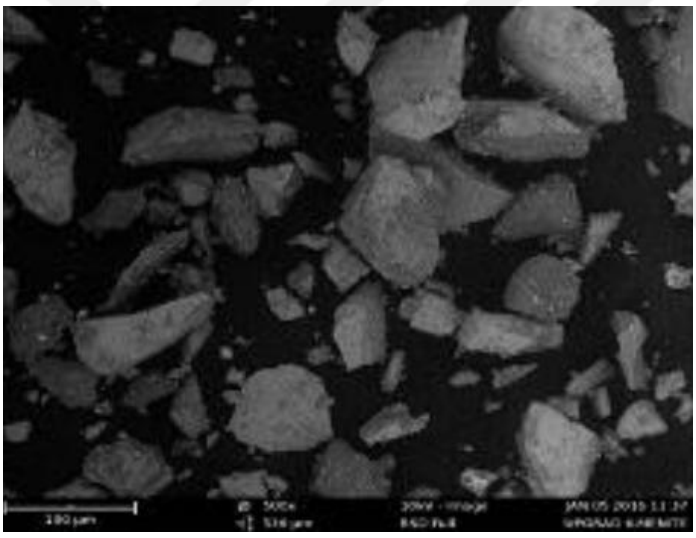
Kalsinasyon sıcaklığının numunelerin faz ve morfolojik yapıları üzerindeki etkisi belirgin şekilde gözlenmiş; 300–400 °C'de yalnızca $TiO_2$ fazı oluşurken, 500 °C'de anataz fazı da gözlenmiş, 600–1000 °C arasında ise anataz, rutil ve $Fe_2O_3$ içeren çok fazlı yapılar elde edilmiştir.

Artan sıcaklıkla rutil faz oranı yükselmiş, 800 °C üzerindeki kalsinasyon işlemleri ise nanofiberlerin morfolojisini alt mikron boyutlu çubuksu yapılara dönüştürmüştür. Kristalit boyutundaki artış, bant aralığında daralma ve emilim kenarında kırmızıya kayma ile sonuçlanmış; bu değişimler faz dönüşümleriyle ilişkilendirilmiştir. Şekil 3.5'te

gösterilen, 400 °C'de kalsine edilen nanofiberlerin fotokatalitik performansı ise ticari $TiO_2$ tozlarından daha yüksek bulunmuştur (Simpraditpan vd., 2013).

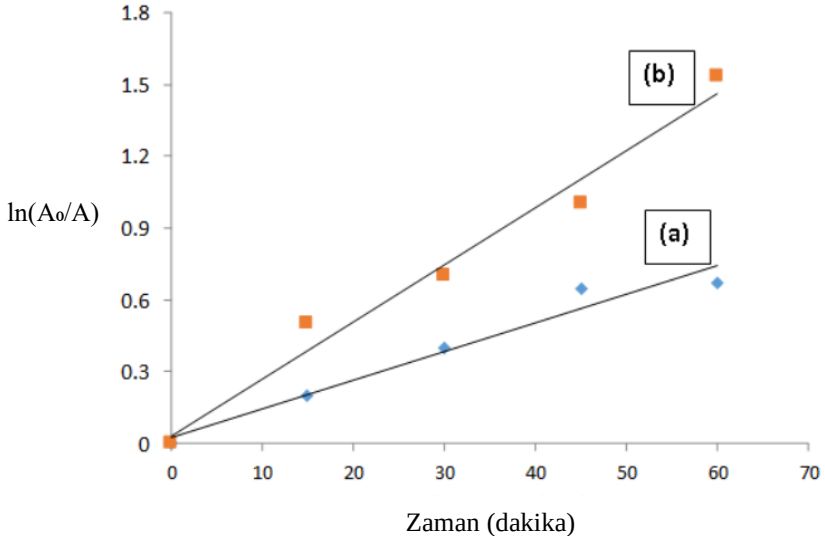
Hamza, Ozaki ve Galadima (2019) tarafından yürütülen çalışmada, HCl ile liç işlemi uygulanan doğal ilmenitin $TiO_2$ içeriğinde belirgin bir artış gözlemlenmiş ve bu modifikasyon sonucunda elde edilen zenginleştirilmiş ilmenitin, görünür ışık altında metilen mavisi boyar maddesinin %82,4'ünü 60 dakika içerisinde bozduğu raporlanmıştır.

Elde edilen bu sonuçlar, modifiye ilmenitin doğal ilmenite kıyasla çok daha yüksek fotokatalitik aktivite sergilediğini ve görünür ışık altında etkili bir fotokatalizör olarak değerlendirilebileceğini ortaya koymaktadır (Hamza ve diğ., 2019).



Şekil 3.6. HCl ile liç edilmiş ilmenit numunesine ait SEM görüntüsü (Hamza ve diğ., 2019)

Bu çalışmada, Nijerya kökenli doğal ilmenit, 2.5 M HCl ile 70 °C'de 3 saat süreyle liç edilerek yükseltilmiş ilmenit elde edilmiştir. Liç sonrası katı faz yıkanıp kurutulmuştur. Doğal ve HCl ile liç edilmiş ilmenit örneklerinin kimyasal bileşimleri XRF analizi ile incelenmiş; liç işlemi sonucunda $TiO_2$ oranı %48,86'dan %57,81'e yükselmiştir. Ayrıca, şekil 3.6'da gösterildiği üzere, numunelerin yüzey morfolojileri SEM ile karakterize edilmiştir (Hamza ve diğ., 2019).




Şekil 3.7. Doğal (a) ve liç edilmiş (b) ilmenit kullanılarak görünür ışık altında metilen mavisinin birinci dereceden bozunma kinetiği grafiği (Hamza ve diğ., 2019)

Şekil 3.7, metilen mavisinin doğal ve liç edilmiş (yükseltilmiş) ilmenit kullanılarak gerçekleştirilen fotokatalitik bozunmasına ait birinci dereceden kinetik eğrileri göstermektedir. Elde edilen $R^2$ korelasyon katsayıları ve uygulamalı hız sabiti ($k_{app}$) değerleri, liç işlemi uygulanmış ilmenitin, doğal ilmenite kıyasla yaklaşık iki kat daha yüksek fotokatalitik aktiviteye sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Bu bağlamda, $k_{app}$ (apparent rate constant), reaksiyonun hızını belirleyen kinetik bir parametre olup, fotokatalitik bozunma sürecinin birinci dereceden kinetik modele uyduğunu göstermektedir (Hamza ve diğ., 2019).

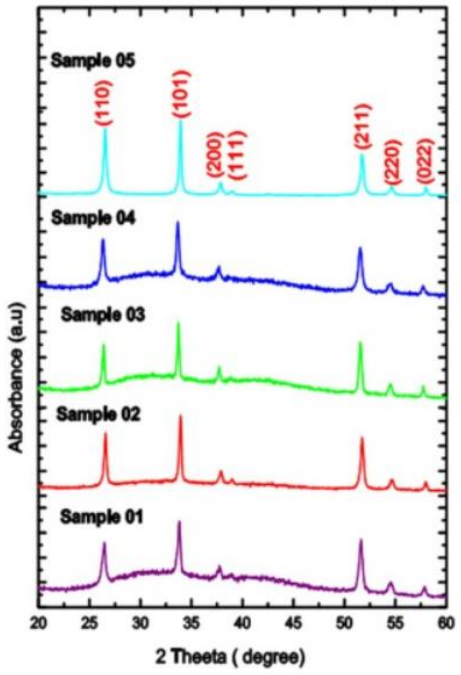
Bu model kapsamında, reaksiyonun hızı yalnızca boya derişiminin bir fonksiyonu olarak kabul edilir ve denklem 3.1 ile ifade edilir:

$$ln\ \frac{A_0}{A} = k_{app}.t \qquad (3.1)$$

Denklem 3.1'de $A_0$, başlangıç absorbansı; A, belirli bir zaman dilimindeki absorbans; t, zaman ve $k_{app}$, uygulamalı hız sabitidir. Bu denklem sayesinde fotokatalizörün etkinliği nicel olarak değerlendirilebilmekte olup, $k_{app}$ değerinin yüksek olması, daha hızlı ve verimli bir bozunma sürecine işaret etmektedir (Hamza ve diğ., 2019).

Hasan Mahmood ve arkadaşlarının (2020) çalışmasında, farklı morfolojilere sahip $SnO_2$ nanoyapılarının sentezi gerçekleştirilmiş ve özellikle nanoküre formunun, Rhodamin B boyasının güneş ışığı altında bozunmasında yüksek fotokatalitik performans göstererek çevresel uygulamalar ve güneş hücreleri için önemli bir potansiyel taşıdığı ortaya konmuştur (Mahmood ve diğ., 2020).

Numune 01, 1,05 g $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ ve 1,40 g NaOH'nin 40 mL saf su ve 40 mL etanol içeren bir çözelti içerisinde çözülmesiyle hazırlanmıştır. Hazırlanan çözelti, paslanmaz çelik bir otoklava aktarılmış ve 180 °C'te 24 saat boyunca ısıtılmıştır. Oluşan çökeltiler, saf su ve etanol ile birkaç kez yıkanarak arındırılmış ve ardından 60 °C'te vakum altında 16 saat süreyle kurutulmuştur. Numune 02, numune 01 ile aynı sıcaklıkta (180 °C) ancak daha uzun bir reaksiyon süresi olan 30 saat ile sentezlenmiştir. Numune 03'te ise süre 24 saat sabit tutulmuş ancak sıcaklık 200 °C'ye çıkarılmıştır. Numune 04, numune 01'in koşulları korunarak çözeltiye yüzey aktif madde olarak CTAB (Setiltrimetilamonyum Bromür) eklenerek hazırlanmıştır. Numune 05 ise, numune 04 ile aynı koşullarda olup reaksiyon sıcaklığı 200 °C'ye yükseltilerek sentezlenmiştir (Mahmood ve diğ., 2020).

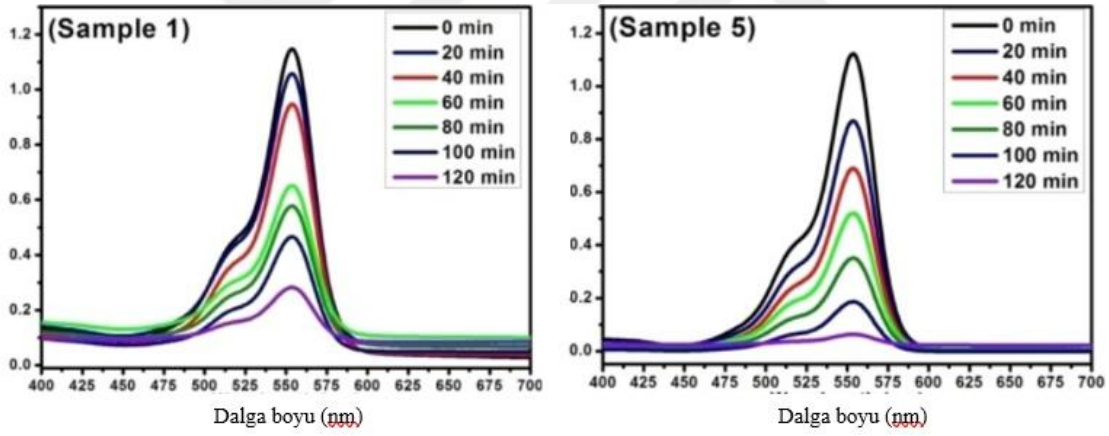



Şekil 3.8. Beş farklı $SnO_2$ örneğine ait XRD analizi (Mahmood ve diğ., 2020)

Şekil 3.8’de sentezlenen $SnO_2$ numunelerinin XRD analiz sonuçları verilmiştir. Reaksiyon süresi ve sıcaklığın artmasıyla piklerin genişliğinin azaldığı, bunun da kristalit boyutunun büyüdüğünü göstermektedir (Mahmood ve diğ., 2020).

Sentezlenen $SnO_2$ numunelerinin fotokatalitik performansı, Rhodamine B (5 mg/L) çözeltisi içerisinde 5 mg katalizör kullanılarak gerçekleştirilen bozunma deneyi ile değerlendirilmiş; reaksiyon süreci, belirli zaman aralıklarında alınan örneklerin UV-görünür spektrofotometri ile analiz edilmesiyle izlenmiştir (Mahmood ve diğ., 2020).

$SnO_2$ nanoyapıları; nanoçubuk, nanoçiçek ve nanoküre morfolojilerinde, hidrotemal yöntem kullanılarak başarıyla sentezlenmiştir. Bu çalışma kapsamında, reaksiyon sıcaklığı, zaman ve yüzey aktif madde kullanımının nanoyapıların morfolojik özellikleri ile bant aralığı üzerindeki etkileri sistematik olarak araştırılmıştır (Mahmood ve diğ., 2020).

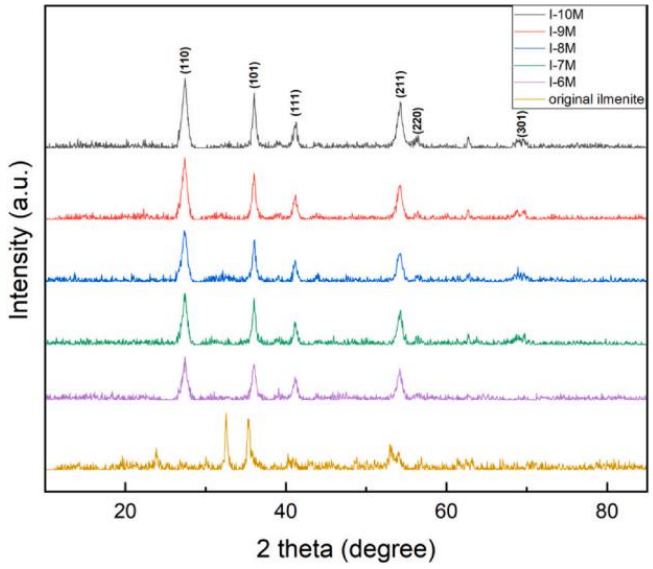



Şekil 3.9. Güneş ışığı altında $SnO_2$ nanoyapılarının (numune 1 ve numune 5) fotodegradasyonuna ait absorbans–dalga boyu spektrumları (Mahmood ve diğ., 2020)

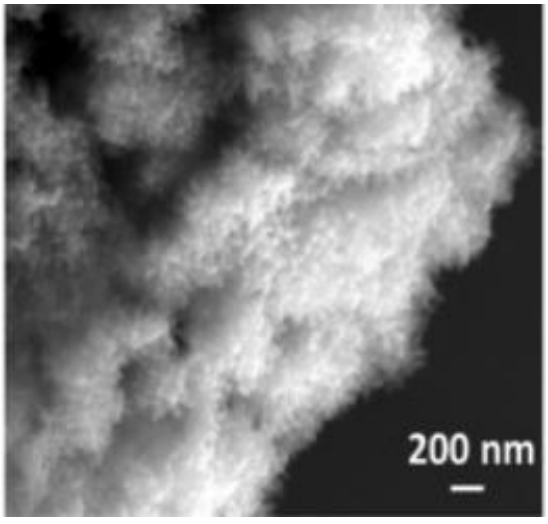
Şekil 3.9’da yapılan fotokatalitik performans değerlendirmeleri gösterilmekte, nanoküre yapısında sentezlenen Numune 5’in %91,7’lik rhodamine B bozunma verimiyle, nanoçubuk yapısına sahip Numune 1’e (%76) kıyasla daha yüksek fotokatalitik aktivite sergilediğini ortaya koymuştur (Mahmood ve diğ., 2020).

Shao ve arkadaşları (2021) tarafından, demir öncülü eklenmeksizin, doğal ilmenit cevherinden asit liç yöntemiyle Fe katkılı rutil fazda $TiO_2$ nano-yapılar başarıyla sentezlenmiştir.

Asit liç yöntemiyle doğal ilmenitten üretilen Fe katkılı rutil $TiO_2$ nano-yapılar, optimum demir içeriği (%1,69) sayesinde görünür ışık altında yüksek fotokatalitik performans sergileyerek ekonomik ve ölçeklenebilir bir fotokatalizör adayı olduğunu göstermiştir (Shao ve ark., 2021). Liç işlemi sırasında HCl konsantrasyonunun 6 M ile 10 M arasında değiştirilmesiyle, elde edilen numunelerdeki demir oranı %4,43 ile %1,29 arasında kontrollü olarak ayarlanmıştır (Shao ve ark., 2021).




Şekil 3.10. İlmenitin ve sentezlenen numunelerin XRD analizi (Shao ve ark., 2021)




Şekil 3.11. 9 M HCl ile işlenen numunenin SEM görüntüsü (Shao ve ark., 2021)

Şekil 3.10'da verilen XRD analiz sonuçları, şekil 3.11'deki SEM görüntüsü ve fotokataliz deneyleri sonucunda, hazırlanan tüm numunelerin benzer morfoloji, yüzey alanı ve kristal boyutlarına sahip olduğu; ancak demir içeriğinin bant aralığı, adsorpsiyon kapasitesi ve fotokatalitik performans üzerinde belirleyici bir etkiye sahip olduğu belirlenmiştir (Shao ve ark., 2021).

Ayrıca, yıkama işleminde kullanılan asit konsantrasyonlarının ve numunelerdeki demir bileşiminin, Tablo 3.1'de gösterildiği gibi 55,368 $m^2/g$ ile 58,801 $m^2/g$ arasında ölçülen özgül yüzey alanları üzerinde anlamlı bir etkisi bulunmamaktadır. Bu değerler, kullanılan ilmenit hammaddesinin öğütülmüş haliyle karşılaştırıldığında yaklaşık beş kat daha yüksek özgül yüzey alanlarını temsil etmektedir (Shao ve ark., 2021).

Tablo 3.1. 6 M–10 M HCl konsantrasyonlarıyla hazırlanan numunelere ait BET yüzey alanı değerleri (Shao ve ark., 2021).

| **Örnek Kimliği** | **BET Yüzey Alanı ($m^2/g$)** |
|---|---|
| 6M | 56.966 |
| 7M | 58.618 |
| 8M | 55.368 |
| 9M | 58.801 |
| 10M | 57.478 |
| İlmenit | 11.66 |

Uygun düzeyde demir katkısı, $TiO_2$'nin bant aralığını daraltarak fotoaktiviteyi artırmakta ve görünür ışık bölgesinde etkinliğini geliştirmektedir. Ancak, aşırı ya da yetersiz miktarda demir içeriği, fotokatalitik verimliliği olumsuz yönde etkilemektedir. Özellikle 9 M HCl ile işlenen numune, yaklaşık %1,69 demir içeriğiyle en yüksek Rhodamin B fotodegradasyon oranını göstermiştir. Bu durum, yaklaşık 2,84 eV bant aralığına ve yüksek elektron-delik ayrışma verimliliğine karşılık gelmektedir (Shao ve ark., 2021).

# 4.MALZEME VE YÖNTEM

## 4.1.Deneylerde Kullanılan Malzemeler

Deneysel çalışmalar sırasında kullanılan kimyasalların isimleri Tablo 4.1'de gösterilmektedir.

Tablo 4.1. Çalışmada kullanılan tüm kimyasalların listesi

| **Kimyasal** | **Kimyasal Simge** | **Üretici Firma** |
|---|---|---|
| İlmenit | FeTiO3 | Nanokar Nanotechnology |
| Potasyum Hidroksit | KOH | Merck |
| Hidroklorik Asit | HCl | Merck |
| Sodyum Hidroksit | NaOH | Merck |
| Kalay (IV) Klorür Pentahidrat | $SnCl_4.5H_2O$ | Sigma-Aldrich |
| Etanol | $C_2H_6O$ | Merck |
| Rodamin B | $C_{28}H_{31}CN_2O_3$ | Kimyalab |

## 4.2.Deneylerde Kullanılan Cihazlar

Yapılan deneyler ve analizler için Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Katalizör Araştırma ve Geliştirme Laboratuvarı (KARGEL), Reaksiyon Laboratuvarı, kullanılmıştır. Ayrıca, SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) analizi için TÜBİTAK MAM'dan (Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu Marmara Araştırma Merkezi) hizmet alınmıştır. Tablo 4.2'de kullanılan cihazların listesi ve bu cihazların modelleri gösterilmiştir.

Tablo 4.2. Deneylerde ve analizlerde kullanılan cihazların listesi ve modelleri

| **Cihazın İşlevi** | **Cihazın Modeli** |
|---|---|
| Analitik Hassas Terazi | ABJ 220-4NM |
| Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | |
| Etüv | Memmert UN55 |
| X-Işını Diffraksiyonu (XRD) | Rigaku Miniflex II |
| Fotokatalitik Sistem | |
| UV-vis spektrofotometre | Lange DR 500 |
| Kül Fırını | Protherm |
| Ultrasonik Banyo | Bandelin Elektronik |

Bu çalışmada, hidrotermal yöntem kullanılarak nanoyapılı kalay dioksit ($SnO_2$) katkılı ilmenit bazlı fotokatalizörler sentezlenmiştir. İlmenit mineralinin aktivasyonu amacıyla iki farklı kimyasal ajan, potasyum hidroksit (KOH) ve sodyum hidroksit (NaOH), ayrı ayrı kullanılmıştır. Her iki ajan, farklı derişimlerde saf su ile seyreltilerek hazırlanmıştır. Ürünlerin yıkanmasında ise hidroklorik asit (HCl) ve etanol ($C_2H_6O$) kullanılmıştır.



Şekil 4.1. Fotokatalitik sistem

Şekil 4.1’de sunulan fotokatalitik sistem kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Deneylerde kullanılan fotokatalitik sistem, araştırma kapsamında tamamen kendi imkânlarımızla tasarlanarak kurulmuştur. Sistem, Şekil 4.1'de gösterildiği üzere dikdörtgenler prizması formundadır. İç yüzeyi, ışığın sistemin her noktasına eşit dağılmasını sağlamak amacıyla alüminyum folyo ile kaplanmıştır. Sistemin bir yüzeyine, eşit aralıklarla yerleştirilmiş beş adet 30 Watt gücünde UV lamba monte edilmiştir. Fotokatalitik deneylerde kullanılan sulu çözelti, 100 mL hacmindeki bir beher içerisine alınarak sistemin iç kısmında, manyetik karıştırıcının üzerine yerleştirilmiştir. Böylece çözelti homojen şekilde karıştırılarak reaksiyon boyunca sürekli hareket halinde tutulmuştur.

### 4.3.Deneylerin Yapılışı

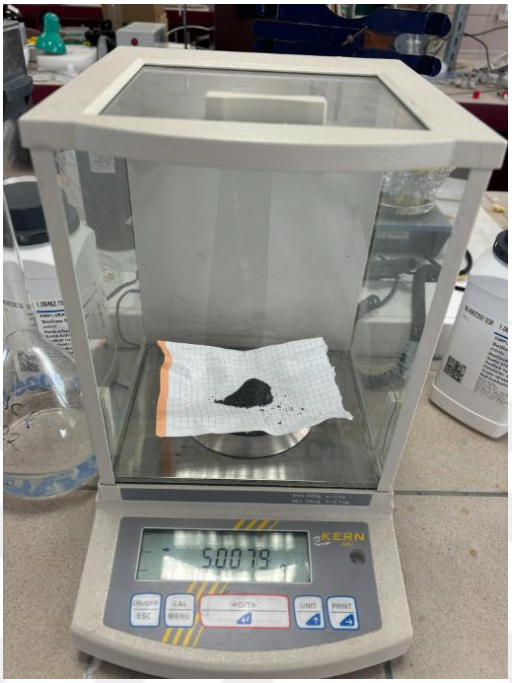
#### 4.3.1.İlmenitin Aktivasyonu

Deneysel çalışmalar, öncelikli olarak ilmenit mineralinin aktivasyon prosesinin optimize edilmesi amacıyla yürütülmüştür. Bu doğrultuda, sıcaklık ve kimyasal çözelti derişimi gibi kritik parametrelerin etkileri sistematik olarak incelenmiş ve aktivasyon verimliliği üzerinde oluşturdukları etkiler detaylı biçimde analiz edilmiştir.



Şekil 4.2. Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem

Tüm deneyler, Şekil 4.2'deki otoklav sistemde 72 saat süreyle, 120 °C'te çalışan hidrotermal otoklav sistemi içerisinde yürütülmüştür. Hidrotermal koşulların bu şekilde optimize edilmesi, sentezlenen malzemenin kristal yapısının ve morfolojik özelliklerinin istenilen şekilde gelişmesine katkı sağlamıştır.




Şekil 4.3. ABJ 220-4NM Analitik Hassas Terazi

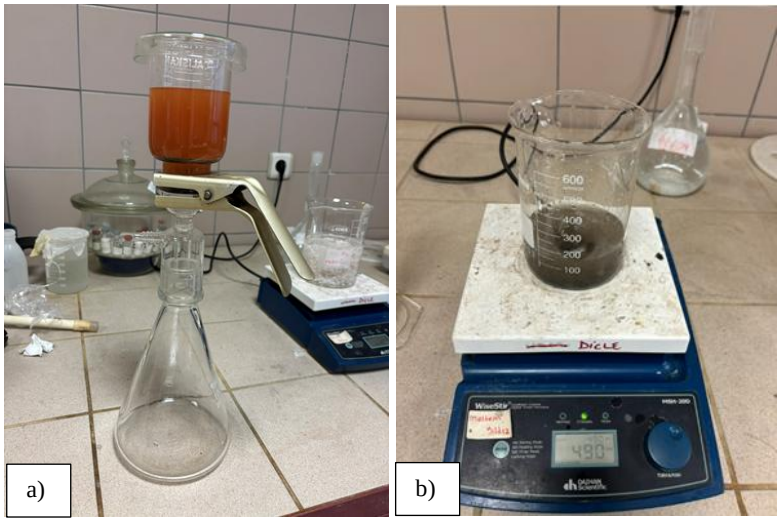
Aktivasyon işlemleri kapsamında, her bir deney için Şekil 4.3'de gösterilen hassas tartı ile tartılarak 5 gram ilmenit, 200 mL'lik KOH veya NaOH çözeltisiyle karıştırılmış ve elde edilen süspansiyon otoklav sistemine alınmıştır. Otoklavda 72 saat boyunca işlem gören numuneler, işlem süresinin tamamlanmasının ardından desikatöre aktarılmış ve oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur.

Soğutma işlemini takiben, elde edilen ürünler beş kez, her seferinde 150 mL hacminde ve 5 dakika süreyle 0.1 M hidroklorik asit (HCl) çözeltisi ile yıkanmıştır. Asit ile yıkama işleminin ardından, numuneler yine beş kez, 150 mL saf su ile yıkanarak kalıntılardan arındırılmıştır.




Şekil 4.4. Memmert UN55 Etüv

Yıkama işleminin ardından elde edilen ürünler, 10–20 mikrometre gözenek çapına sahip filtre kâğıdı kullanılarak süzülmüş ve katı-sıvı ayrımı sağlanmıştır. Süzme işlemi sonrasında elde edilen katı numuneler, nem ve artık çözücülerden arındırılmak amacıyla Şekil 4.4'te gösterilen etüv cihazında, 100 °C sıcaklıkta 8 saat süreyle kurutulmuştur.




Şekil 4.5. 120 °C'te 10 M KOH ile hazırlanan (a) ürünün süzülme ve (b) son yıkama işleminin görseli

Şekil 4.5’te 120 °C’te ve 10 M KOH çözeltisi kullanılarak hazırlanan örneğin otoklavdan çıkarıldıktan sonraki süzme ve saf suyla yapılan son yıkama işlemi görsel olarak sunulmuştur.

İlk aşamada, ilmenit mineralinin aktivasyonu için potasyum hidroksit (KOH) ajanı tercih edilmiştir. Tablo 4.3'te, KOH kullanılarak gerçekleştirilen aktivasyon sürecine ait farklı sıcaklıklardaki çalışma koşulları sunulmuştur.

Tablo 4.3 İlmenitin KOH ajanı ile aktivasyonu için farklı sıcaklık çalışma koşulları

| **Örnek No.** | **Cihazın Modeli** | **Reaksiyon Ortamı** | **Reaksiyon Süresi** | **Reaksiyon Sıcaklığı** |
|---|---|---|---|---|
| 1 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 10M KOH çözelti | 72 saat | 100 °C |
| 2 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 10M KOH çözelti | 72 saat | 120 °C |
| 3 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 10M KOH çözelti | 72 saat | 140 °C |
| 4 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 10M KOH çözelti | 72 saat | 160 °C |

Tablo 4.4’te ise, potasyum hidroksit (KOH) çözeltisi kullanılarak gerçekleştirilen ilmenit aktivasyonuna yönelik farklı derişimlerdeki uygulamalara ait deneysel parametreler ayrıntılı biçimde sunulmuştur.

Bu çalışma kapsamında, KOH derişiminin ilmenit mineralinin yüzey özellikleri ve kristal yapısı üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla 2.5 M, 5 M, 7.5 M ve 10 M konsantrasyonlarında çözeltiler hazırlanarak hidrotermal aktivasyon işlemleri uygulanmıştır.

Tablo 4.4 İlmenitin KOH ajanı ile aktivasyonu için farklı derişim çalışma koşulları

| Örnek No. | Cihazın Modeli | Reaksiyon Ortamı | Reaksiyon Süresi | Reaksiyon Sıcaklığı |
|---|---|---|---|---|
| 5 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 2.5M KOH çözelti | 72 saat | 120 °C |
| 6 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 5M KOH çözelti | 72 saat | 120 °C |
| 7 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 7.5M KOH çözelti | 72 saat | 120 °C |
| 2 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 10M KOH çözelti | 72 saat | 120 °C |

İlmenit mineralinin aktivasyonu amacıyla kullanılan bir diğer kimyasal ajan ise sodyum hidroksittir (NaOH). NaOH, güçlü bazik karakteri sayesinde ilmenit yüzeyinde kimyasal çözünme, yeniden kristallenme ve yapısal modifikasyon süreçlerini etkin biçimde başlatabilmektedir.

Bu yönüyle, KOH'a alternatif olarak değerlendirilmiş ve mineralin fotokatalitik özelliklerini geliştirme potansiyeli açısından araştırılmıştır.Tablo 4.5'te, sodyum hidroksit çözeltisi kullanılarak gerçekleştirilen aktivasyon çalışmalarına ait deneysel parametreler sunulmuştur.

Bu kapsamda, NaOH'nin farklı molar derişimlerdeki çözeltileri (2.5 M, 5 M, 7.5 M ve 10 M) kullanılarak hidrotermal aktivasyon işlemleri uygulanmıştır. Deneysel tasarım kapsamında, işlem sıcaklığı ve katı/sıvı oranı gibi parametreler sabit tutulurken yalnızca NaOH derişimi değiştirilmiş ve bu değişimin ilmenit mineralinin yapısal özellikleri üzerindeki etkileri sistematik olarak incelenmiştir.

Tablo 4.5 İlmenitin NaOH ajanı ile aktivasyonu için farklı derişim çalışma koşulları

| Örnek No. | Cihazın Modeli | Reaksiyon Ortamı | Reaksiyon Süresi | Reaksiyon Sıcaklığı |
|---|---|---|---|---|
| 8 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 2.5M NaOH çözelti | 72 saat | 120 °C |
| 9 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 5M NaOH çözelti | 72 saat | 120 °C |
| 10 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 7.5M NaOH çözelti | 72 saat | 120 °C |
| 11 | Çelik Hidrotermal Otoklav Sistem | 5g İlmenit + 200ml 10M NaOH çözelti | 72 saat | 120 °C |

### 4.3.2.$SnO_2$/İlmenit Katalizörünün Hazırlanması

Tüm numunelere kalay katkısı, kalay (IV) klorür pentahidrat ($SnCl_4 \cdot 5H_2O$) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla, 0,930 gram $SnCl_4 \cdot 5H_2O$, 50 mL'lik 1:1 oranındaki etanol-su karışımında tamamen homojen bir çözelti elde edilinceye kadar manyetik karıştırıcı yardımıyla çözülmüştür.

Elde edilen çözeltiye, önceden aktive edilmiş ilmenit numunesi ilave edilerek sistem 15 dakika boyunca karıştırılmaya devam edilmiştir. Daha sonra, bu karışım hidrotermal otoklava aktarılmış ve 160 °C sıcaklıkta 24 saat süreyle hidrotermal işleme tabi tutulmuştur.

Hidrotermal işlem sonrası elde edilen katı numune oda sıcaklığına soğutulmuş ve ardından üç kez, her seferinde 50 mL'lik 1:1 oranındaki etanol-su karışımıyla 5 dakika süreyle yıkanarak tüm safsızlıklardan arındırılmıştır. Temizlenen ürünler daha sonra 160 °C'te, 16 saat süreyle etüvde kurutulmuştur.



Şekil 4.6. Protherm Kül Fırını

Son olarak, tüm numuneler Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü'ne bağlı Katalizör Araştırma ve Geliştirme Laboratuvarı'nda (KARGEL) bulunan Şekil 4.6'da verilen kül fırını kullanılarak 400 °C sıcaklıkta 1 saat süreyle kalsinasyona tabi tutulmuştur. Bu kalsinasyon işlemi, malzemenin kristal yapısının yeniden düzenlenmesi, yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi ve fotokatalitik performansa doğrudan etki eden özelliklerin optimize edilmesini sağlamak amacıyla gerçekleştirilmiştir. Böylece, katalizörlerin reaksiyon ortamındaki stabilitesi ve etkinliği artırılarak, performanslarının maksimize edilmesi hedeflenmiştir.

### 4.3.3.Fotokatalitik Çalışmalar

Fotokatalitik özelliklerin incelenmesi amacıyla gerçekleştirilen deneylerde boyar madde olarak Rodamin B (RhB) kullanılmıştır. Deneyler için $10 \times 10^{-6}$ M konsantrasyonunda Rodamin B çözeltileri hazırlanmıştır.

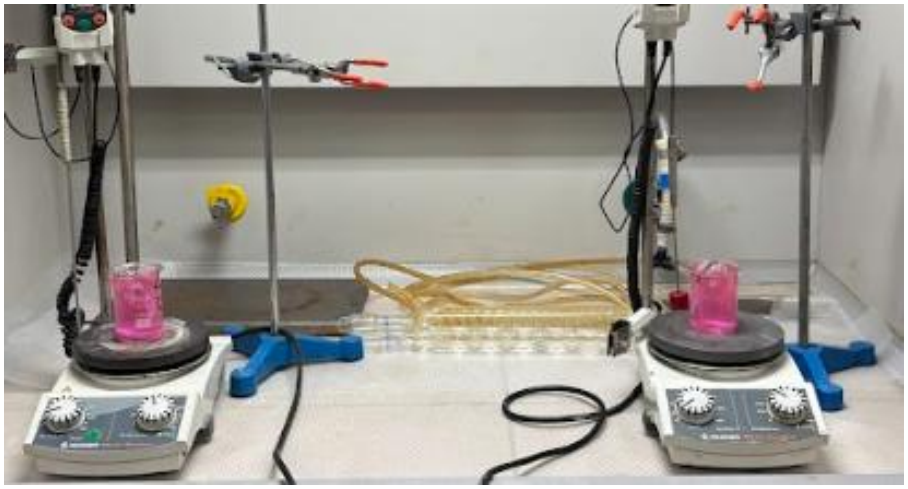
Her bir deneyde 100 mL hacminde çözelti kullanılmıştır. Deneysel çalışmada, 0.05 g aktive edilmiş ilmenit numunesi, 100 mL $10 \times 10^{-6}$ M Rodamin B çözeltisine eklenmiştir. Böylece, fotokatalizörün boya moleküllerini parçalama etkinliği niceliksel olarak

değerlendirilmiştir. Ayrıca, deneyler sırasında ortam sıcaklığı ve karıştırma hızı sabit tutulmuş, böylece deney koşullarının standartlaştırılması sağlanmıştır.



Şekil 4.7. Bandelin Elektronik marka Ultrasonik Banyo

Numune, ilk olarak 5 dakika süreyle Şekil 4.7'de gösterilen ultrasonik banyoda karıştırılmış, ardından 30 dakika boyunca karanlık ortamda bekletilerek karışımın dengelenmesi sağlanmıştır.



Şekil 4.8. RhB çözeltisinin absorbans değişimi (gün ışığı altında)




Şekil 4.9. Lange DR 500 UV-vis spektrofotometre

Bu sürecin ardından, Şekil 4.8'de gösterildiği gibi gün ışığı altında karıştırılarak her 25 dakikada bir numune alınmış ve alınan numunelerin absorbans değerleri Şekil 4.9'daki UV-VIS spektrofotometresi ile ölçülmüştür. Aynı prosedür, doğal gün ışığı koşullarının aksine, laboratuvar ortamında kurulan kontrollü bir fotokatalitik sistemde de tekrarlanmıştır.

Bu sistemde, fotokatalitik reaksiyonların daha kararlı ve tekrarlanabilir koşullarda gerçekleştirilmesini sağlamak amacıyla, beş adet 30 Watt gücünde ultraviyole (UV) lamba kullanılmıştır. UV lambalar, ilmenit bazlı fotokatalizörlerin ışık altında gösterdiği aktivitenin değerlendirilmesine olanak tanımış; sabit dalga boyunda ve yoğunlukta ışık sağlayarak deneysel koşulların standardizasyonunu mümkün kılmıştır.

Bu düzenleme sayesinde, deneyler sırasında ortam koşullarından kaynaklanabilecek değişkenlikler minimize edilmiş ve böylece fotokatalitik performans ölçümleri yüksek tekrarlanabilirlik, doğruluk ve karşılaştırılabilirlik ile gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, kontrollü ışık kaynağı altında elde edilen sonuçlar, doğal ışık koşullarında gözlemlenen performansla karşılaştırılarak, fotokatalizörlerin gerçek uygulamalardaki etkinliği daha kapsamlı biçimde analiz edilmiştir.

### 4.3.4.Karakterizasyon Testleri

X-ışını kırınımı (XRD) analizleri, numunelerin kristal yapısının belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir.




Şekil 4.10. Rigaku Miniflex II X-Işını Diffraksiyonu (XRD)

Bu analizler, Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü bünyesinde faaliyet gösteren Katalizör Araştırma ve Geliştirme Laboratuvarı'nda (KARGEL) yer alan Şekil 4.10'da gösterilen XRD cihazı kullanılarak yürütülmüştür.

Her bir analiz, 0° ile 90° arasında belirlenen tarama aralığında yapılmıştır. Tarama işlemleri sırasında 0.010° örnekleme adımı (step size) kullanılmış ve 2.000°/dakika tarama hızı ile veri toplanmıştır. Bu parametreler doğrultusunda, her bir numunenin analizi yaklaşık 45 dakika sürmüştür. Bu koşullar, numunelerin kristal fazlarının doğru şekilde belirlenmesini ve fazlar arası ayrımların net bir şekilde ortaya konmasını sağlamıştır.

Elde edilen XRD desenleri, mevcut literatürde yer alan standart kartlarla karşılaştırılarak analiz edilmiştir. Böylece, sentezlenen fotokatalizörlerde bulunan fazların kristal yapı

özellikleri ile katkı malzemelerinin varlığı ve etkileri değerlendirilmiştir. XRD sonuçları, katkı miktarının ve uygulanan aktivasyon koşullarının kristal yapı üzerindeki etkilerini anlamada önemli bir kaynak sağlamıştır.

TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM) tarafından gerçekleştirilen tarama elektron mikroskobu (SEM) analizleri, ilmenit mineralinin KOH ile aktive edilmesinde farklı derişim koşullarında hazırlanmış numuneler üzerinde yapılmıştır.

Bu analizler, ilmenitin yüzey yapısını, morfolojisini ve nanoyapı özelliklerini incelemek amacıyla yapılmıştır. Dört farklı numune, her biri farklı derişim koşullarında hazırlanmış olup, 200 nm, 100 nm, 50 nm ve 10 nm boyutlarında mikroskobik görseller elde edilmiştir.

SEM analizleri, numunelerin yüzey morfolojisinin yanı sıra, partiküllerin dağılımı, boyutları ve yapısal özellikleri hakkında önemli bilgiler sunmuştur. Elde edilen görseller, fotokatalizörlerin etkinliği ve uygulama potansiyeli üzerine yapılan değerlendirmelerde kullanılacak olan kritik verileri sağlamaktadır. Ayrıca, bu analizler, ilmenit aktivasyonunun partikül boyutları üzerindeki etkisini gözler önüne sererek, fotokatalitik süreçlerin verimliliği üzerine de önemli ipuçları sunmaktadır.

TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM) tarafından gerçekleştirilen X-Işını Floresans (XRF) analizleri, bu çalışmada fotokatalitik uygulamalarda kullanılacak olan ilmenit ($FeTiO_3$) mineralinin kimyasal bileşimini belirlemek amacıyla gerçekleştirilmiştir. Analizler, ilmenitin başta titanyum (Ti) ve demir (Fe) olmak üzere içerdiği temel ve eser elementlerin nicel oranlarını ortaya koyarak, mineralin yapısal uygunluğunun değerlendirilmesine katkı sağlamıştır.

Bu kapsamda elde edilen XRF verileri, ilmenit örneklerinin fotokatalitik performans açısından potansiyelini değerlendirmek ve aktivasyon süreçlerine yönelik parametrelerin optimize edilmesi için temel bir referans niteliği taşımaktadır.

Katı yüzeylerin fiziksel özelliklerini anlamaya yönelik yapılan karakterizasyon çalışmaları arasında Brunauer–Emmett–Teller (BET) yüzey alanı analizi, en yaygın ve güvenilir yöntemlerden biridir. Bu analiz, malzemenin spesifik yüzey alanı, toplam

gözenek hacmi ve ortalama gözenek çapı gibi parametrelerin belirlenmesinde kullanılır ve özellikle adsorpsiyon, kataliz ve çevresel uygulamalarda önem arz eden yüzey-morfolojik özelliklerin değerlendirilmesine olanak tanır.

Bu çalışmada analizler, Afyon Kocatepe Üniversitesi bünyesinde Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde (TUAM) gerçekleştirilmiştir. BET ölçümleri için örnekler önce belirli sıcaklık ve vakum altında degaz edilerek yüzeyde bulunan nem ve uçucu bileşiklerden arındırılmıştır. Bu işlem, ölçüm hassasiyetini artırmak ve yüzey özelliklerinin doğru şekilde analiz edilmesini sağlamak amacıyla gerçekleştirilmiştir. Ardından, sıvı azot sıcaklığında (77 K) azot gazı adsorpsiyon/desorpsiyon izotermleri kaydedilmiştir.

Elde edilen izoterm eğrileri, BET denklemi kullanılarak değerlendirilmiş ve spesifik yüzey alanı ($m^2/g$) hesaplanmıştır. Ayrıca Barrett-Joyner-Halenda (BJH) yöntemi ile toplam gözenek hacmi ($cm^3/g$) ve ortalama gözenek çapı (nm ya da Å) elde edilmiştir. İzoterm eğrilerinde gözlenen histerezis döngülerinin şekli, Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği'nin (IUPAC) sınıflandırma sistemine göre değerlendirilmiş ve bu doğrultuda numunelerin gözenek tipi ve morfolojisi hakkında çıkarımlarda bulunulmuştur.

Buna ek olarak, t-plot analizi ile mikrogözenek oluşumu incelenmiş ve mikrogözenek hacmi belirlenmiştir. Bazı örneklerde negatif ya da ihmal edilebilir düzeyde mikrogözenek hacmi tespit edilmesi, yapının daha çok mezoporöz veya makro gözenekli karakterde olduğunu göstermektedir.

Sonuç olarak, BET analizi ile elde edilen yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek çapı gibi parametreler, sentezlenen malzemelerin yüzey özelliklerini nicel olarak ortaya koymakta ve yapısal karakterizasyon sürecine önemli katkı sağlamaktadır. Bu veriler, özellikle yüzey etkileşimlerinin ön planda olduğu fotokatalitik ve adsorpsiyon temelli uygulamalarda malzemelerin performans potansiyelinin değerlendirilmesi açısından kritik bir temel sunmaktadır.

## 5.BULGULAR VE TARTIŞMA

TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM) tarafından gerçekleştirilen ilmenit numunesine ait X-Işını Floresans (XRF) analizi sonuçları Tablo 5.1'de sunulmuştur.

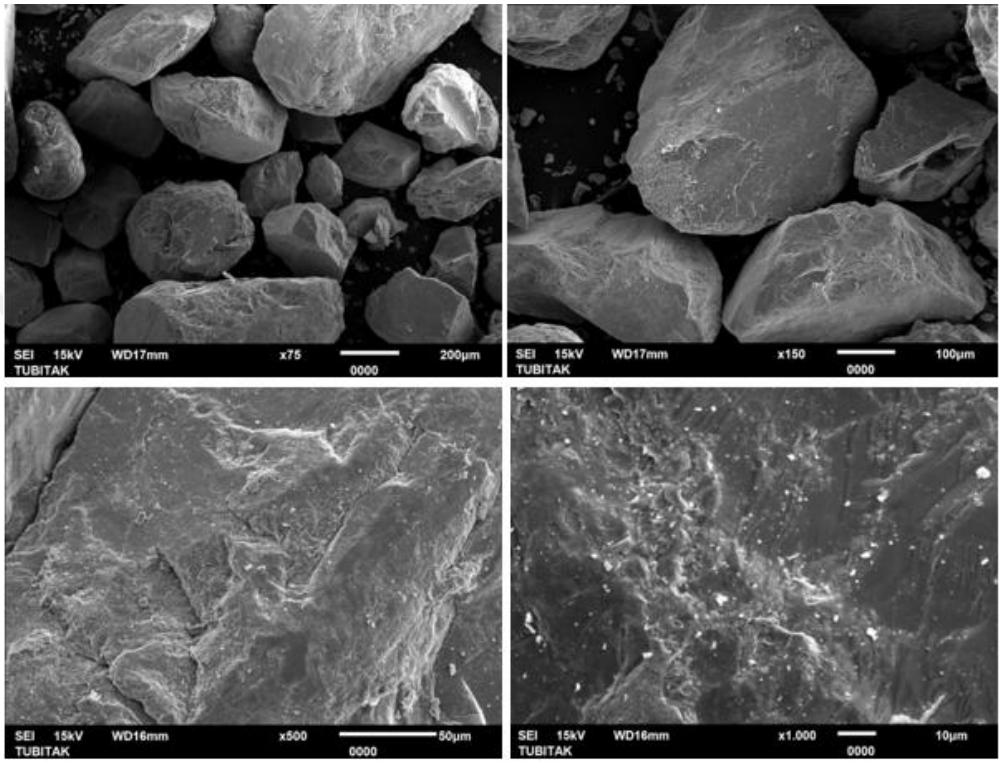
Tablo 5.1. İlmenit cevherinin XRF analizi sonucu

| **Bileşenler** | **İlmenit (%)** |
|---|---|
| $TiO_2$ | 52,593 |
| $Fe_2O_3$ | 40,22 |
| SiO2 | 2,921 |
| $Al_2O_3$ | 0,849 |
| MnO | 0,536 |
| $V_2O_5$ | 0,496 |
| MgO | 0,489 |
| CaO | 0,087 |

İlmenit mineralinin XRF analizine göre $TiO_2$ oranı %52,593 ile ilmenitin zengin bir titanyum kaynağı olduğunu ortaya koyarken, %40,22 seviyesindeki $Fe_2O_3$ ise mineralde demirin yüksek konsantrasyonunu göstermektedir. Diğer elementler ise nispeten düşük oranlarda bulunmaktadır; bunlar arasında silika ($SiO_2$) %2,921, alümina ($Al_2O_3$) %0,849, manganez oksit (MnO) %0,536, vanadyum pentoksit ($V_2O_5$) %0,496, magnezyum oksit (MgO) %0,489 ve kalsiyum oksit (CaO) %0,087 yer almaktadır. Bu bileşim profili, ilmenitin $TiO_2$ bazlı nanomalzemeler üretimi için uygun ve ekonomik bir hammadde olduğunu göstermektedir. Diğer elementlerin düşük seviyelerde bulunması ise, saflaştırma ve sentez aşamalarında dikkat edilmesi gereken unsurlar olarak değerlendirilebilir.

## 5.1.İlmenit Aktivasyonunda KOH Derişiminin Etkisi

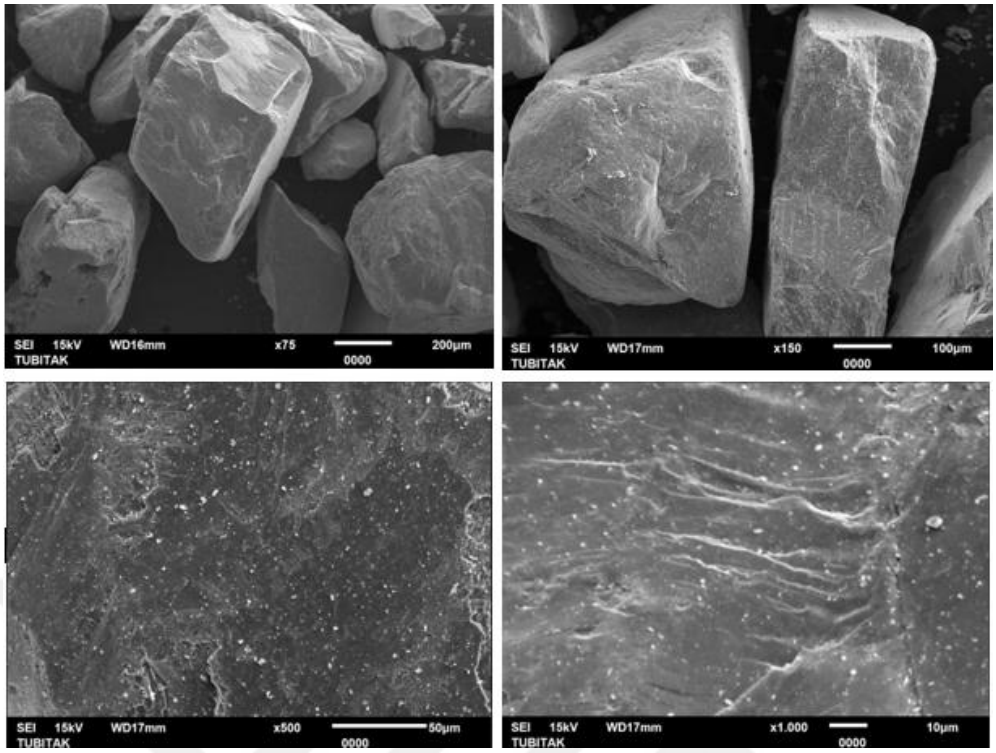
TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi (MAM) tarafından gerçekleştirilen SEM analizinde, 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmelerde elde edilen görüntüler aracılığıyla, farklı KOH derişimleriyle aktive edilen ilmenit numuneleri incelenmiştir.




Şekil 5.1. 10M KOH numunesinin 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri

Şekil 5.1'de 120 °C sıcaklıkta ve 10M KOH çözeltisiyle 72 saat boyunca işlem gören ilmenit numunesinde, SEM görüntüleri bazik aktivasyonun başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir. Düşük büyütmelerde tanecik boyutları korunmuşken, yüksek büyütmelerde yüzeyde belirgin çözünme, mikrogözenekleşme ve reaktif alan artışı gözlenmiştir.

Bu da yüzey modifikasyonunun gerçekleştiğini ve numunenin fotokatalitik uygulamalar için uygun hâle geldiğini göstermekte (Liu vd., 2006; Pysarenko vd., 2023) olup; gözenekli yapı, fotokatalitik reaksiyonlarda yüzey alanını artırarak aktif merkezlerin sayısını yükseltebilir. KOH aktivasyonunun morfoloji üzerindeki etkisi göz önünde bulundurulduğunda, düşük derişimlerin daha açık yapılar oluşturduğu söylenebilir.

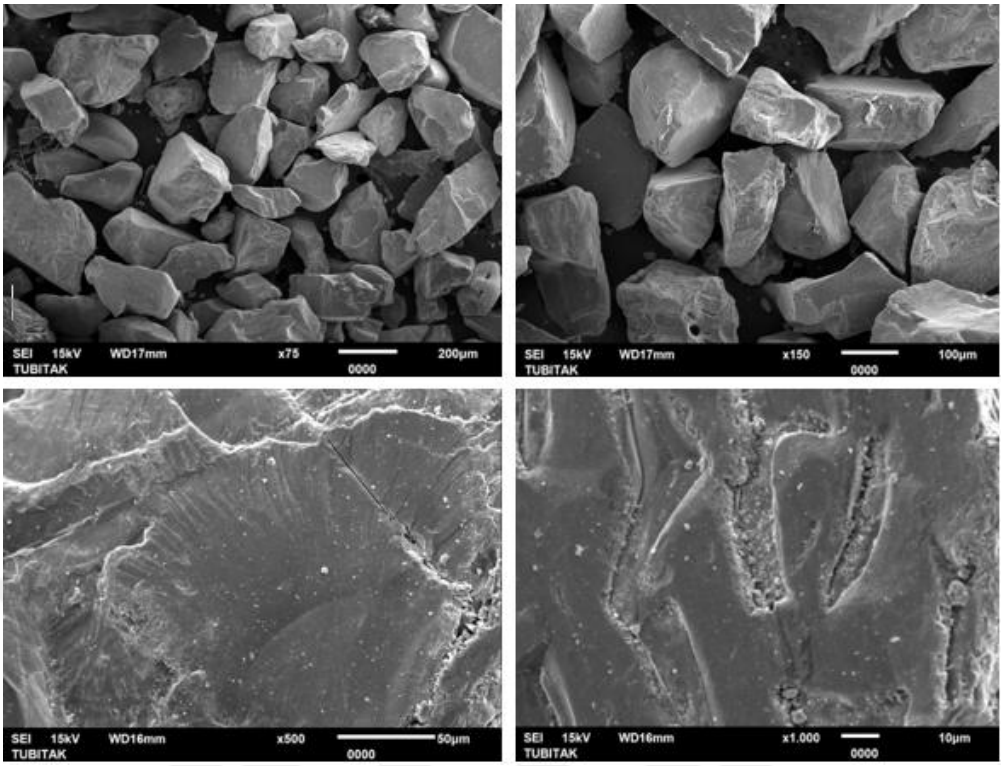



Şekil 5.2. 7.5M KOH numunesinin 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri

Şekil 5.2'de 7.5M KOH çözeltisi ile gerçekleştirilen 72 saatlik bazik aktivasyon işlemi sonucunda, ilmenit yüzeyinde kontrollü bir aşındırma etkisi ve mikrogözenekli bir yapı oluşmuştur.Elde edilen bu yüzey özellikleri, fotokatalitik uygulamalar açısından optimum bir denge sağlayarak hem reaktif yüzey alanını artırmakta hem de yapısal bütünlüğü korumaktadır (Liu ve diğ., 2006; Pysarenko ve diğ., 2023).

1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri, partiküller arası sınırlı poroziteye ve yer yer kaynaşmış yapılara işaret etmektedir. Bu durum, aktivasyonun aşındırıcı etkisinin yüzeyle sınırlı kaldığını ve partiküller arası boşlukların tamamen açığa çıkmadığını göstermektedir.

Oluşan mikrogözenekli doku, foton absorpsiyonunu ve reaktif türlerin yüzeyle etkileşimini kolaylaştırarak fotokatalitik süreçlerin etkinliğini artırmaktadır. Bu bağlamda, 7.5 M KOH ile uzun süreli aktivasyonun, ilmenitin fotokatalitik uygulamalara uygun hale getirilmesinde etkili bir yöntem olduğu söylenebilir.




Şekil 5.3. 5M KOH numunesinin 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri

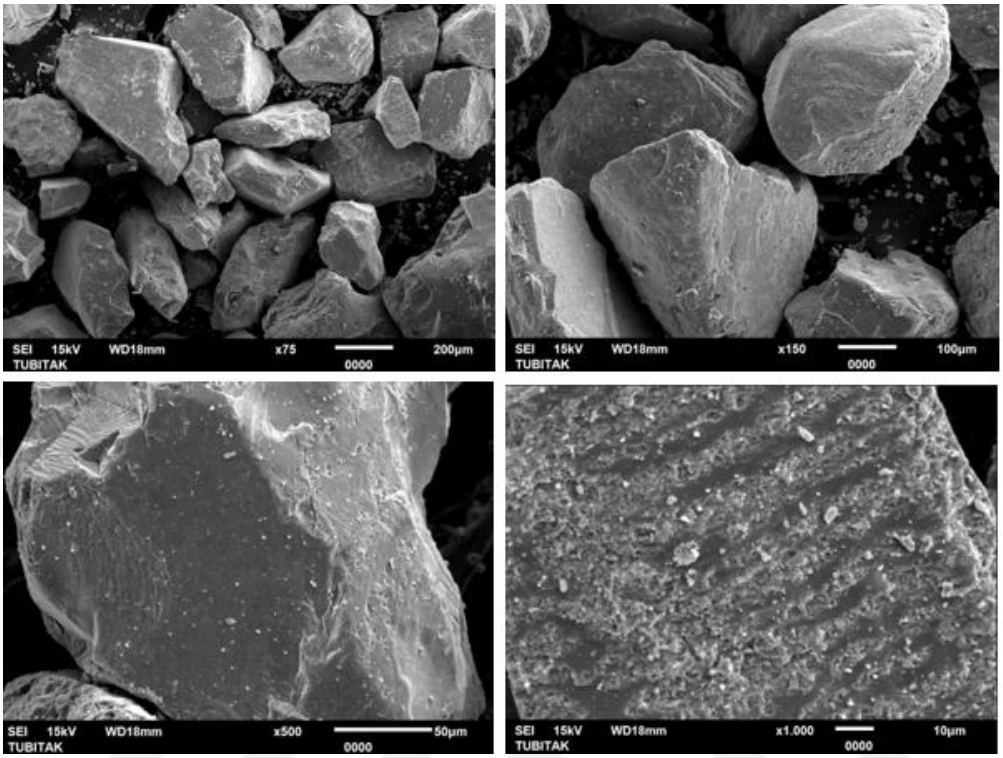
Şekil 5.3'te 5M KOH çözeltisi ile 72 saat boyunca 120 °C'te işleme tabi tutulan ilmenit numunesine ait SEM görüntüleri, nispeten düzenli, amorf yapıya yakın parçacık oluşumu ve kontrollü yüzey pürüzlülüğü göstermektedir.

Bu bulgular, uygulanan şartların aktivasyon sürecinin erken aşamalarını temsil ettiğini ve daha yüksek KOH derişimlerinin neden olduğu ileri düzey yüzey modifikasyonuna kıyasla daha düşük şiddette kimyasal etkileşimle sonuçlandığını göstermektedir (Liu ve diğ., 2006; Pysarenko ve diğ., 2023).

SEM görüntülerinin 150x ve 500x büyütmelerde yapının daha homojen olduğu, 1000x büyütmede ise partiküllerin birleşerek daha az gözenekli ancak sürekli bir yüzey oluşturduğu görülmektedir.

Bu tür yapısal özellikler, fotonların katalizör yüzeyine etkin ve derinlemesine nüfuzunu destekleyerek, fotokatalitik reaksiyonların verimliliğini artırma potansiyeline sahiptir. Ayrıca, kontrollü pürüzlülük sayesinde, yüzey alanı optimize edilmekte ve reaksiyon bölgesindeki aktif merkezlerin erişilebilirliği artırılmaktadır. Bu durum, katalizörün ışık

absorpsiyon kapasitesini ve yük taşıyıcı ayrışma etkinliğini olumlu yönde etkileyerek, fotokatalitik performansın iyileştirilmesine katkıda bulunmaktadır.




Şekil 5.4. 2.5M KOH numunesinin 75x, 150x, 500x ve 1000x büyütmede elde edilen SEM görüntüleri

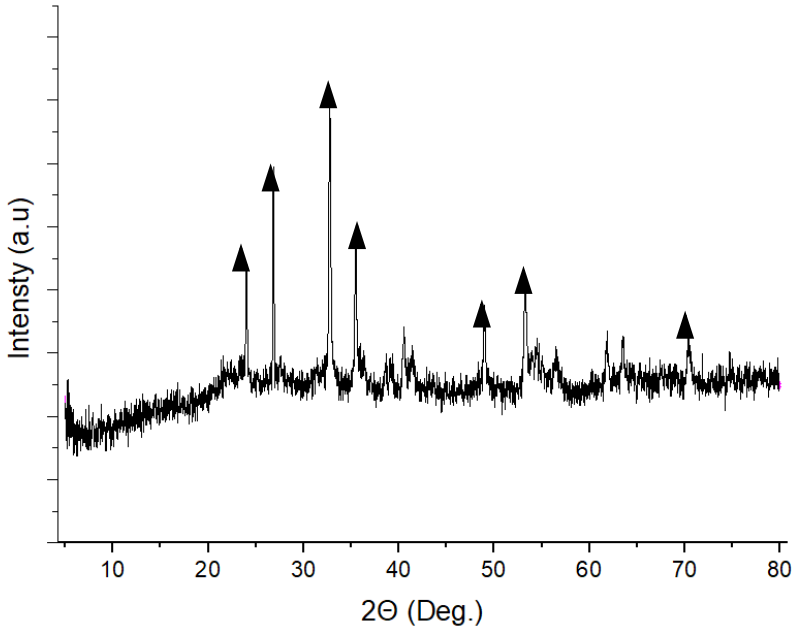
Şekil 5.4'te 2.5M KOH çözeltisiyle işleme tabi tutulan ilmenit numunesine ait SEM analizleri, 2.5M KOH kullanılarak yapılan düşük derişimli aktivasyon sonrası yüzeyin daha ince taneli ve dağılmış partiküllerden oluştuğunu ortaya koymaktadır.

Özellikle 75x ve 150x büyütmelerde, partiküllerin belirgin şekilde yüzeye dağılmış olduğu ancak belirgin bir mikrogözenek yapısının oluşmadığı dikkat çekmektedir. Bu durum, düşük konsantrasyonlu KOH çözeltisinin ilmenit yüzeyinde yalnızca sınırlı bir yüzey modifikasyonuna yol açtığını göstermektedir.

Bu sonuçlar, düşük konsantrasyonlu alkali ortamın ilmenit yüzeyinde etkili bir modifikasyon sağlayamadığını ve daha ileri düzey yüzey aktivasyonu için daha yüksek derişimlerin gerekli olduğunu göstermektedir (Liu ve diğ., 2006; Pysarenko ve diğ., 2023).

## 5.2.İlmenit Aktivasyonunda Sıcaklığın Etkisi

Deneylerde kullanılan ilmenit minerali, Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü'ne bağlı Katalizör Araştırma ve Geliştirme Laboratuvarı'nda (KARGEL) gerçekleştirilen XRD analizleri ile karakterize edilmiştir. İlmenitin aktivasyonunda sıcaklığın rolünü incelemek amacıyla, 10M KOH çözeltisi kullanılarak ilmenit örnekleri 100 °C, 120 °C, 140 °C ve 160 °C sıcaklıklarda aktive edilmiş ve elde edilen yapısal değişimler XRD analizleri ile karşılaştırılmıştır.




Şekil 5.5. Çalışmada kullanılan ilmenit mineralinin Xrd analizi (▲: ilmenit)

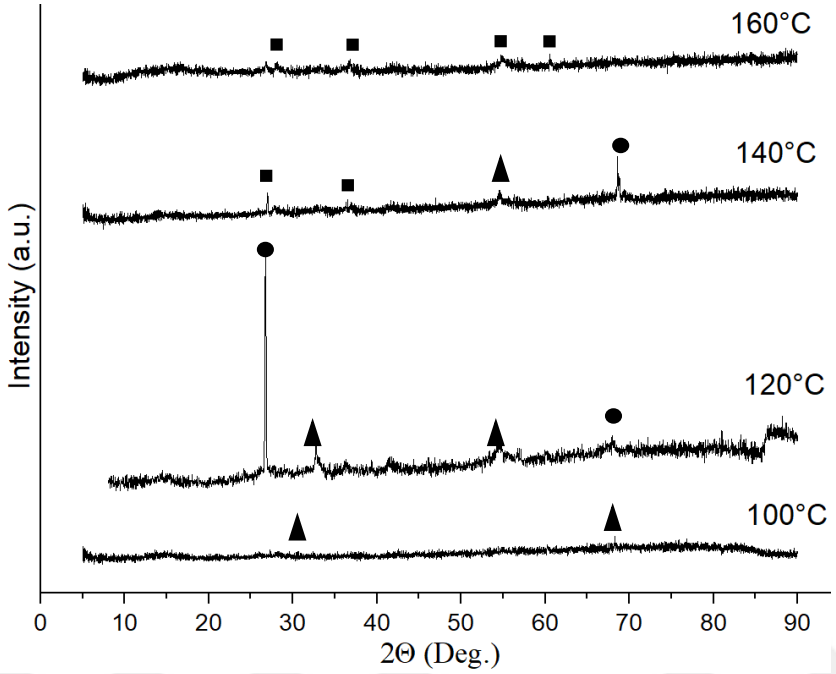
Şekil 5.5'te sunulan XRD deseninde, ilmenit (▲) numunesine ait keskin ve yüksek yoğunluklu kırınım pikleri gözlemlenmiştir. Bu pikler, COD no: 9006335 veri tabanına göre $FeTiO_3$ fazına karşılık gelmekte olup, kristalin yapının yüksek derecede düzenli olduğunu göstermektedir.

Numunenin ortalama kristal boyutu, XRD deseninde $2\theta \approx 32.5°$ civarında gözlemlenen belirgin pik kullanılarak Scherrer denklemi (5.1) ile hesaplanmıştır:

$$D = \frac{K.\lambda}{\beta.cos\theta} \tag{5.1}$$

$$D = \frac{0.9 \times 0.15406}{0.00524\ x\ cos16.25} = 27.6nm$$

Bu hesaplama, numunenin iyi kristallenmiş ve nanokristalin yapıda olduğunu göstermektedir.



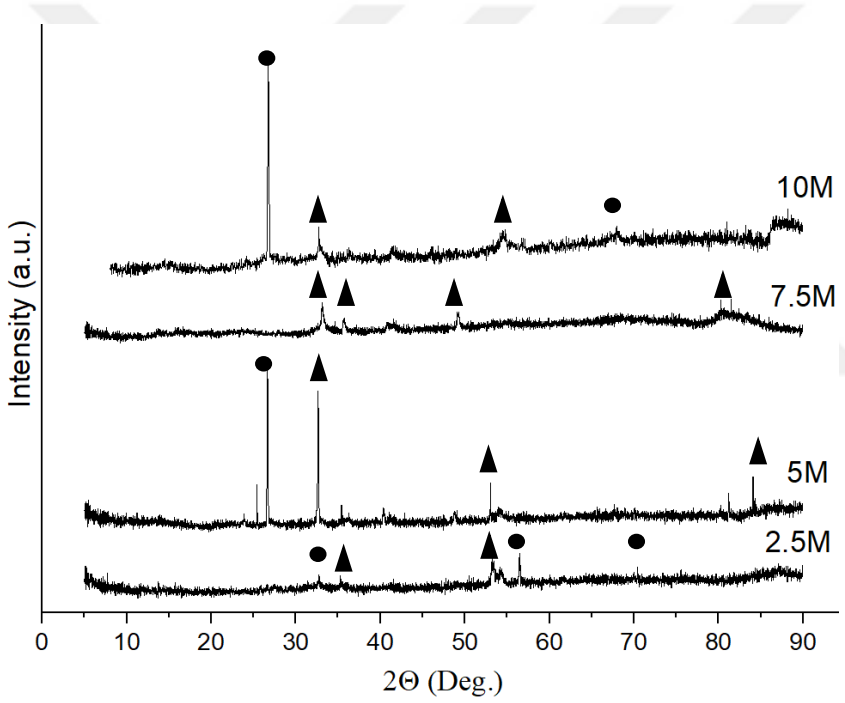

Şekil 5.6. İlmenitin farklı sıcaklıklarda 10M potasyum hidroksit ile aktivasyonunun xrd analizi (▲: ilmenit, ●: $TiO_2$, ■: $K_2TiO_3$)

Şekil 5.6'da sunulan XRD desenleri, 10 M KOH çözeltisi ile gerçekleştirilen aktivasyon sürecinde sıcaklığın, COD no: 9010915 ile tanımlanan ilmenit (▲) yapısı üzerinde belirleyici bir parametre olduğunu ortaya koymaktadır. 100 °C'de, amorf karakterin baskın olduğu gözlemlenmiş; bu durum, düşük sıcaklıklarda kristal yapının yeterince oluşmadığını göstermektedir. Sıcaklığın artmasıyla birlikte ilmenit fazına ait karakteristik pikler belirginleşmiş ve kristalliğin arttığı tespit edilmiştir. Özellikle 140 °C'de kristal yapının en gelişmiş hâline ulaştığı, ancak sıcaklığın 160 °C'ye çıkarılmasıyla bazı kırınım piklerinin şiddetinde azalma meydana geldiği ve kristal yapının kısmen bozulduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, 120 °C ve 140 °C sıcaklıklarında üretilen numunelerde $TiO_2$ (●) fazına ait kırınım pikleri gözlemlenmiştir. Bununla birlikte, 140 °C ve 160 °C sıcaklıklarında hazırlanan numunelerde, COD no: 1534489 ile tanımlanan $K_2TiO_3$ (■) fazına ait kırınım piklerinin oluştuğu tespit edilmiştir. Bu durum, yüksek sıcaklıklarda

ilmenit yapısında yeni faz dönüşümlerinin meydana geldiğini göstermektedir. Elde edilen bulgular, ilmenitin alkali ortamda aktivasyonu için optimal sıcaklık aralığının 120–140 °C olduğunu ve bu sıcaklık aralığının üzerinde istenmeyen faz dönüşümleri ve yapısal bozulmaların ortaya çıkabileceğini göstermektedir (Liu vd., 2006; Pysarenko vd., 2023).

### 5.3.İlmenit Aktivasyonunda KOH ve NaOH Bazlarının Farklı Derişimlerinin Etkisi

İlmenitin aktivasyonunda KOH ve NaOH bazlarının farklı derişimlerinin etkisi, Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Katalizör Araştırma ve Geliştirme Laboratuvarı'nda (KARGEL) gerçekleştirilen XRD analizi ile incelenmiştir.

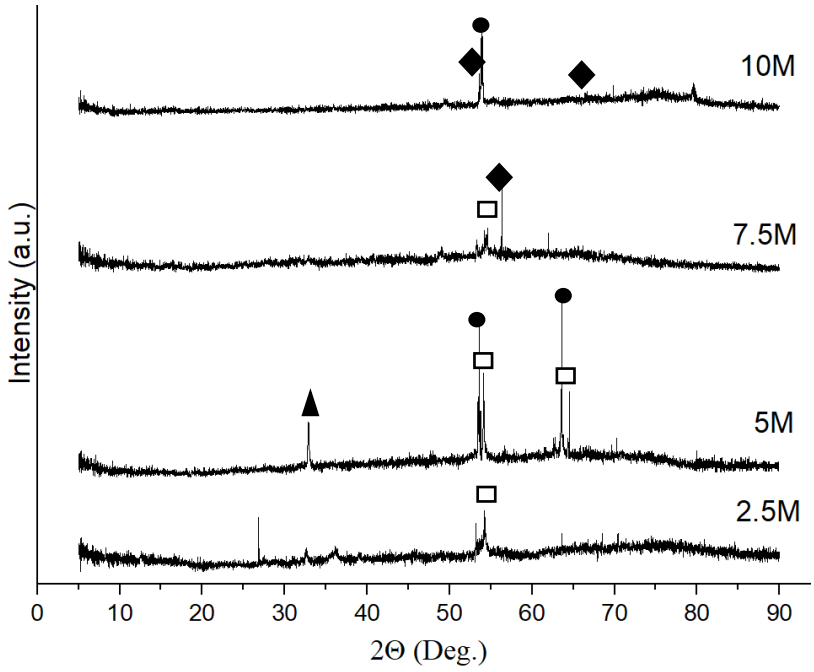



Şekil 5.7. İlmenitin farklı konsantrasyonlardaki potasyum hidroksit ile aktivasyonunun XRD analizi (▲: ilmenit, ●: $TiO_2$)

Şekil 5.7'de, ilmenit mineralinin farklı derişimlerde potasyum hidroksit (KOH) ile aktivasyonuna ilişkin XRD analiz sonuçları sunulmaktadır. 5 M derişimine sahip numunenin XRD deseninde, COD no: 9006996 ile tanımlanan ilmenit ($FeTiO_3$) (▲) fazına özgü karakteristik kırınım pikleri olan $2\theta \approx 24.1°$, 33.0°, 35.6°, 40.8°, 49.4° ve 54.9° değerlerinde yüksek yoğunluklu ve keskin piklerin yer aldığı gözlemlenmiştir (Spencer, Liu, Chen ve Zhao, 2022; Mehdilo, Irannajad ve Azizi, 2015). Bu sonuç, 5 M

numunesinde kristal yapının büyük ölçüde korunduğunu ve ilmenit fazının baskın olarak varlığını sürdürdüğünü göstermektedir. Öte yandan, 7.5 M numunesine ait XRD deseninde düşük şiddetli, geniş ve belirgin olmayan piklerin bulunması, bu numunenin düşük kristallik derecesine sahip olduğunu veya büyük ölçüde amorf bir yapı içerdiğini düşündürmektedir. Bu örnekte ilmenit fazına ait karakteristik kırınım pikleri net şekilde tespit edilememiştir. 2.5 M numunesine ait XRD deseninde ise $2\theta \approx 49°$ ve 54°–63° aralığında orta şiddetli bazı piklerin yer aldığı gözlemlenmiştir. Bu bulgular, ilmenit fazının bu numunede kısmen korunmuş olabileceğini veya numunenin birden fazla kristal fazdan oluşan faz karışımı içerdiğini düşündürmektedir (Mehdilo et al., 2015; Bishop ve Calka, 2009). Ayrıca, 2.5 M ve 10 M derişimlerine sahip numunelerin XRD desenlerinde, sırasıyla COD no: 1530026 ve 21539682 ile tanımlanan $TiO_2$ (●) fazına ait kırınım pikleri gözlemlenmiştir. Bu fazların varlığı, aktivasyon işlemi sırasında ilmenit dışı yeni fazların oluştuğunu göstermektedir.

Genel olarak, elde edilen veriler, KOH ile gerçekleştirilen aktivasyon işleminin ilmenit numunelerinin kristalin yapısında önemli yapısal değişikliklere neden olduğunu ortaya koymaktadır.




Şekil 5.8. İlmenitin farklı konsantrasyonlardaki sodyum hidroksit ile aktivasyonunun XRD analizi (▲: ilmenit, ●: $TiO_2$, ◆: $NaTiO_3$, □: $SnO_2$)

Şekil 5.8’de, ilmenit (▲) mineralinin farklı derişimlerde sodyum hidroksit (NaOH) ile aktivasyonuna ilişkin XRD analiz sonuçları sunulmaktadır. Elde edilen desenler, tüm örneklerin belirgin kristallik özellik sergilediğini ortaya koymaktadır. 5 M ve 7.5 M derişimlerine sahip numunelerde özellikle 2θ ≈ 26.6° ve 33.9° civarında gözlemlenen yüksek yoğunluklu kırınım pikleri, sırasıyla COD no: 1539682 ile tanımlanan $TiO_2$ (●), COD no: 1532135 ile tanımlanan $NaTiO_3$ (◆), ve COD no: 9008566 ile tanımlanan $SnO_2$ (□) fazlarının varlığına işaret etmektedir (Samal et al., 2009; Khan et al., 2004). Bu durum, NaOH derişiminin artmasıyla kristal faz oluşumunun daha belirgin hale geldiğini göstermektedir. 2.5 M numunesinde ise düşük şiddetli ve daha geniş kırınım piklerinin gözlemlenmesi, bu örneğin daha düşük kristallik derecesine sahip olduğunu veya kristal boyutunun daha küçük olduğunu göstermektedir. 10 M numunesine ait XRD deseninde, $SnO_2$ fazına ait kırınım piklerinin daha baskın hale geldiği gözlemlenmiştir.

Bu piklerin bazı $TiO_2$ yansımaları ile örtüştüğü ve onların belirginliğini azalttığı dikkat çekmektedir. Bu bulgu, artan $SnO_2$ içeriğinin faz bileşimini değiştirdiğini ve $SnO_2$ fazının numunede baskın faz haline geldiğini göstermektedir. Bahsi geçen kırınım piklerinin yer aldığı 2θ bölgeleri, literatürde tipik olarak rutil $TiO_2$ ve $SnO_2$ fazlarına karşılık gelmektedir.

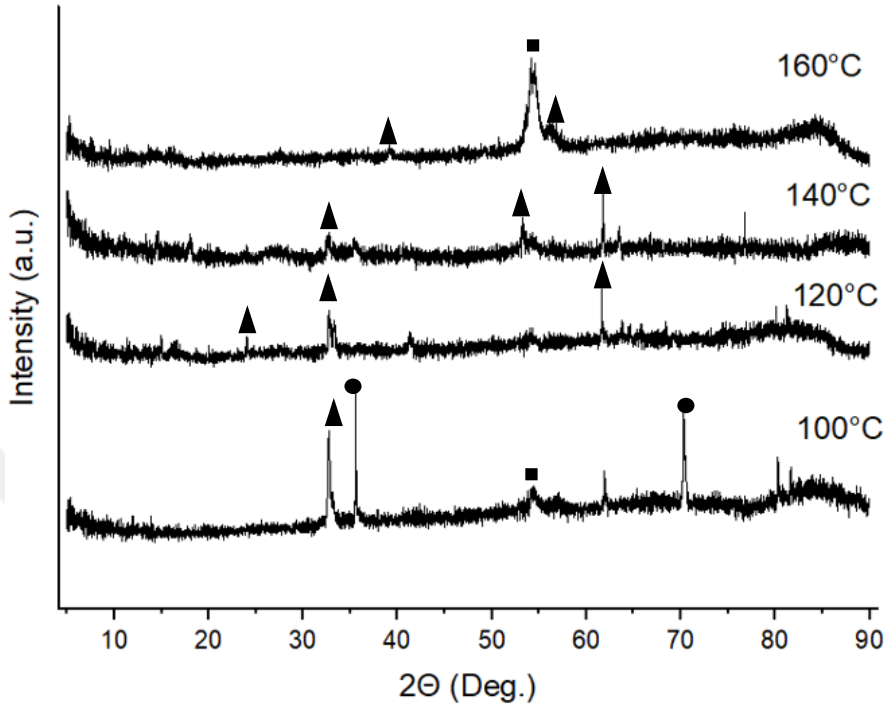
### 5.4.Kalsinasyonun $SnO_2$/İlmenit Fotokatalizörleri Üzerindeki Etkileri

Kocaeli Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü bünyesindeki Katalizör Araştırma ve Geliştirme Laboratuvarı’nda (KARGEL) bulunan kül fırını kullanılarak tüm numuneler, 400 °C sıcaklıkta 1 saat süreyle kalsinasyona tabi tutulmuştur. Kalsinasyon, öncelikle yapı içerisindeki nemin ve olası yüzey bağlarının uzaklaştırılması yoluyla yüzeyde daha aktif bölgelerin oluşmasını teşvik etmektedir.

Bunun yanı sıra, bu yüksek sıcaklık uygulaması sırasında faz dönüşümleri meydana gelmekte ve amorf yapılar kristalize olarak daha düzenli ve kararlı yapılar oluşturmaktadır.

Bu yapısal yeniden düzenlemeler, katalizörün yük taşıyıcı ayrışma etkinliğini ve ışık absorpsiyon kapasitesini artırarak fotokatalitik performansını olumlu yönde

etkilemektedir. Ayrıca, kalsinasyon işlemi, malzemenin termal kararlılığını da güçlendirerek uzun süreli uygulamalarda performans kaybını minimize etmektedir.

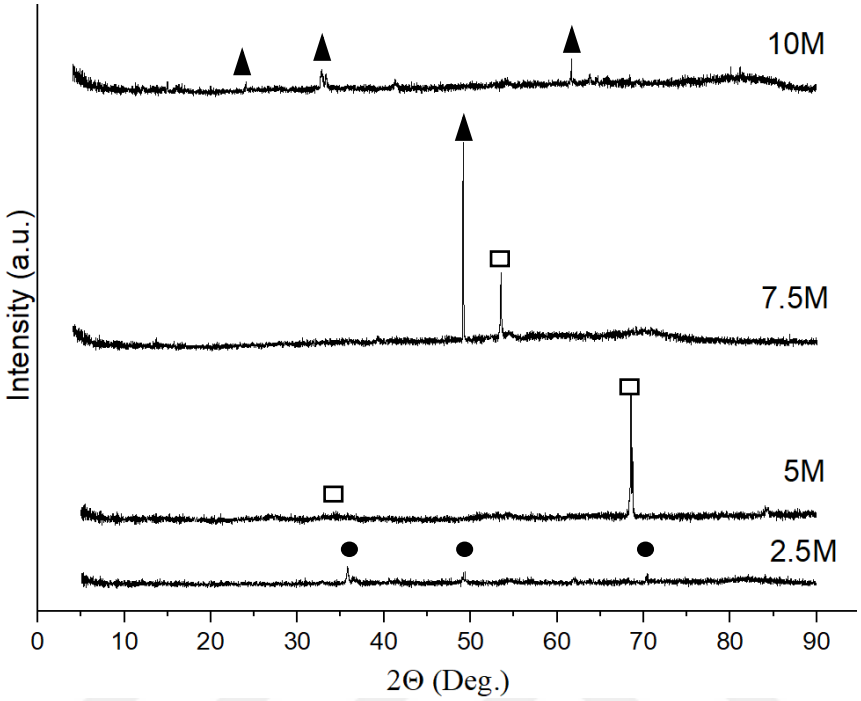



Şekil 5.9. KOH ile farklı sıcaklıklarda aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin XRD desenleri (▲: ilmenit, ●: $TiO_2$, ■: $K_2TiO_3$)

Şekil 5.9'da ilmenit mineralinin farklı derişimlerde potasyum hidroksit (KOH) ile aktivasyonu sonrasında sentezlenen $SnO_2$/ilmenit katalizörüne ait XRD analiz sonuçları sunulmaktadır. Elde edilen desenlerde, COD no: 900915, 9006996 ve 900912 ile tanımlanan ilmenit ($FeTiO_3$) (▲) fazına ait karakteristik kırınım pikleri, 100 °C, 120 °C, 140 °C ve 160 °C sıcaklıklarında hazırlanmış numunelerde tespit edilmiştir. Bu piklerin özellikle 120 °C ve 140 °C sıcaklıklarında hazırlanan örneklerde baskın olarak gözlemlenmesi, bu sıcaklık aralığında kristal yapının daha kararlı olduğunu göstermektedir.

KOH ile aktivasyon sonucu oluştuğu belirlenen $K_2TiO_3$ (■) fazına ait kırınım pikleri, özellikle 100 °C ve 160 °C sıcaklığında hazırlanmış numunelerde gözlemlenmiştir. Bu durum, yüksek ya da düşük sıcaklıklarda KOH ile reaksiyon sonucu istenmeyen faz dönüşümlerinin meydana geldiğini düşündürmektedir. Ayrıca, 100 °C numunesinde, COD no: 9004170 ile tanımlanan rutil $TiO_2$ (●) fazına ait karakteristik kırınım pikleri olan

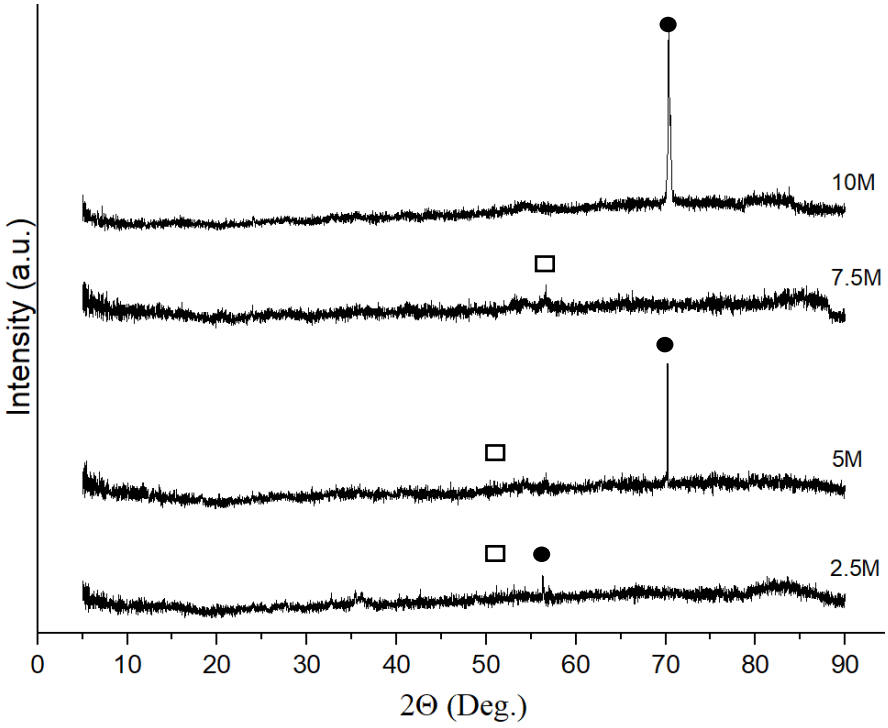
2θ ≈ 36.1° ve 69.0° değerlerinde sinyaller tespit edilmiştir. Bu faz, ilmenit yüzeyinde KOH ile işleme sonrasında oluşan sekonder oksit fazlarını temsil etmektedir.




Şekil 5.10. Farklı KOH derişimlerinde aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin XRD desenleri (▲: ilmenit, ●: $TiO_2$, □: $SnO_2$)

Şekil 5.10'da, farklı KOH derişimlerinde aktive edilen ilmenit mineralinden sentezlenen $SnO_2$/ilmenit katalizörü numunelerine ait XRD desenleri gösterilmektedir. Tüm numunelerde, ilmenit aktivasyonu 120 °C'de otoklav koşullarında gerçekleştirilmiş ve ardından $SnO_2$ katkısı uygulanmıştır. XRD analizleri sonucunda, COD no: 9006996 ile tanımlanan ilmenit ($FeTiO_3$) (▲) fazına ait karakteristik kırınım piklerinin 10 M ve 7.5 M KOH derişimine sahip numunelerde korunduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, 7.5 M ve 5 M numunelerinde COD no: 1532773 ve 9008566 ile tanımlanan $SnO_2$ (□) fazına ait kırınım pikleri tespit edilmiştir. Bu durum, bu derişim aralığında $SnO_2$ kristal yapısının oluştuğunu ve ilmenit matrisiyle başarılı bir şekilde birleştiğini göstermektedir.

2.5 M KOH derişimiyle hazırlanan numunede, COD no: 9008979 ile tanımlanan $TiO_2$ (● ) fazına ait kırınım pikleri gözlemlenmiştir. Bu bulgu, düşük derişimde $TiO_2$ türevli fazların oluştuğuna işaret etmektedir. Genel olarak, KOH derişimindeki değişimin ilmenit aktivasyonu ve sonrasında oluşan faz bileşimi üzerinde önemli bir etkisi olduğu anlaşılmaktadır.



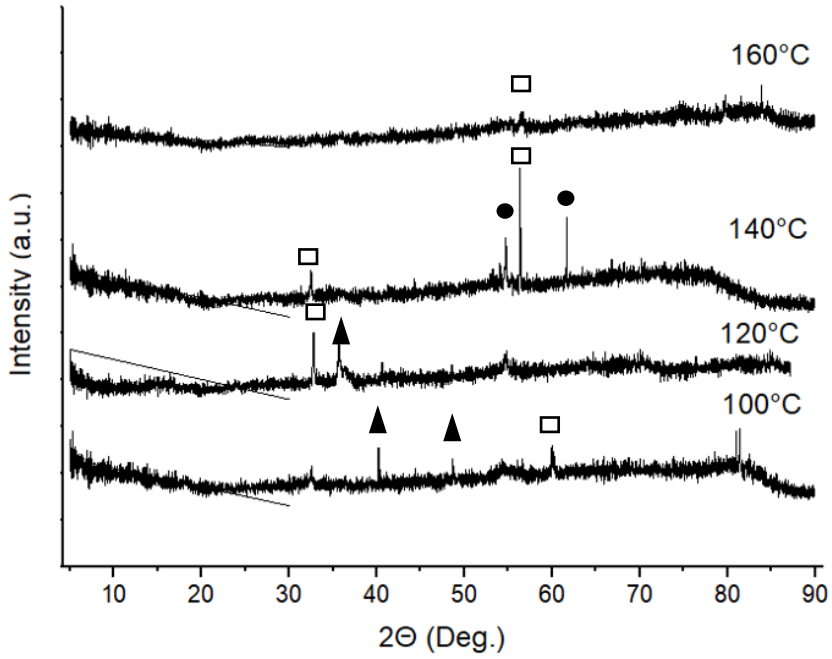

Şekil 5.11. Farklı derişimlerde NaOH ile aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin XRD desenleri (●: $TiO_2$, □: $SnO_2$)

Şekil 5.11'de, farklı NaOH derişimleriyle aktive edilen ilmenit mineralinden üretilen $SnO_2$/ilmenit numunelerine ait XRD desenleri sunulmaktadır. Bu XRD paternleri, ilmenit mineralinin alkali aktivasyonu ve ardından uygulanan kalay dioksit ($SnO_2$) katkısı işlemlerinin kristal yapı üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla elde edilmiştir. Analiz sonuçlarına göre, $TiO_2$ (●) anataz fazına ait kırınım pikleri (COD no: 9009087), özellikle 5 M ve 10 M NaOH ile aktive edilen numunelerde belirgin şekilde gözlemlenmiştir. $TiO_2$ (●) rutil fazına ait karakteristik kırınım piki (COD no: 9004170), 2.5 M numunesinde tespit edilmiştir.

Ayrıca, $SnO_2$ (□) fazına ait kırınım pikleri (COD no: 9008566) 2.5 M, 5 M ve 7.5 M NaOH derişimine sahip numunelerde gözlemlenmiştir. Bu bulgular hem aktivasyon derişiminin hem de $SnO_2$ katkısının kristal faz oluşumu üzerinde belirleyici rol oynadığını ortaya koymaktadır.

Özellikle, $SnO_2$ fazının varlığı, kompozit yapının yarı iletken özelliklerini iyileştirerek, yük taşıyıcı ayrışmasının etkinliğini artırmakta ve böylece fotokatalitik performansın yükselmesine katkı sağlamaktadır. Bu sonuçlar, optimal aktivasyon koşullarının ve katkı

maddesi oranlarının fotokatalizörün yapısal ve fonksiyonel özelliklerini doğrudan etkilediğini göstermektedir.

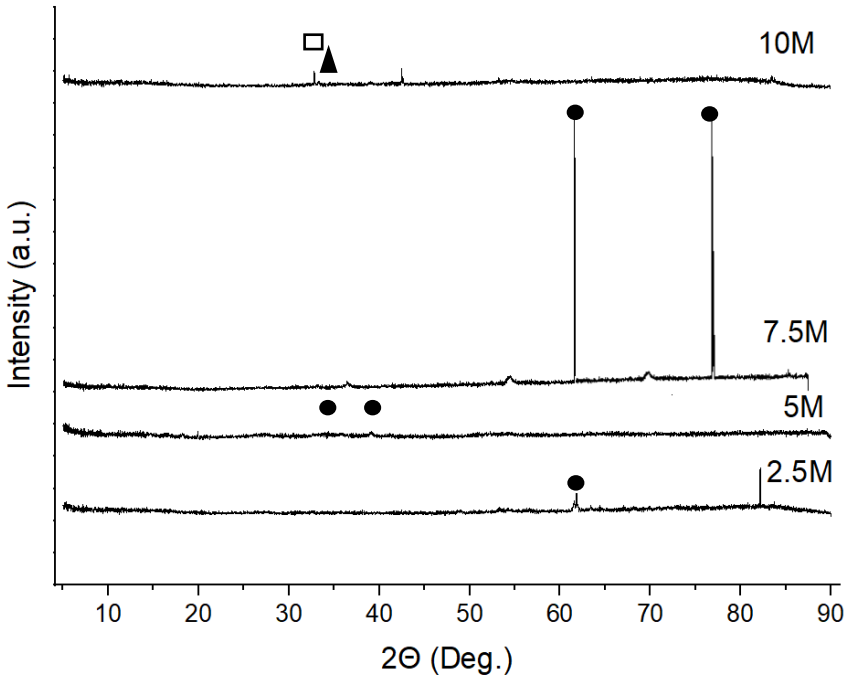



Şekil 5.12. Farklı sıcaklıklarda KOH ile aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin kalsinasyon sonrası XRD analizi (▲: ilmenit, ●: $TiO_2$, □: $SnO_2$)

Şekil 5.12'de, farklı sıcaklıklarda KOH ile aktive edilen ilmenit mineralinden sentezlenen $SnO_2$/ilmenit numunelerinin, 400 °C'de 1 saat süreyle gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi sonrası elde edilen XRD desenleri sunulmaktadır.

Tüm sıcaklık koşullarında hazırlanan numunelerde, COD no: 9008566 ile tanımlanan $SnO_2$ (□) fazına ait karakteristik kırınım pikleri tespit edilmiştir. Bu faz, özellikle 100 °C, 120 °C, 140 °C ve 160 °C sıcaklıklarında aktive edilen ve ardından kalsine edilen örneklerde açıkça gözlemlenmektedir. 140 °C'de aktive edilen ve kalsine edilen numunede, $TiO_2$'nin (●) rutil fazına ait karakteristik kırınım pikleri (COD no: 9004170) de belirlenmiştir.

Bu, söz konusu sıcaklıkta faz dönüşümünün gerçekleştiğini ve rutil kristal yapısının oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca, 100 °C sıcaklığında aktive edilen ve kalsine edilen numunede, ilmenit (▲) fazına ait karakteristik kırınım pikleri gözlemlenmiştir. Bu durum, düşük sıcaklıklarda ilmenit yapısının kısmen korunduğuna işaret etmektedir.



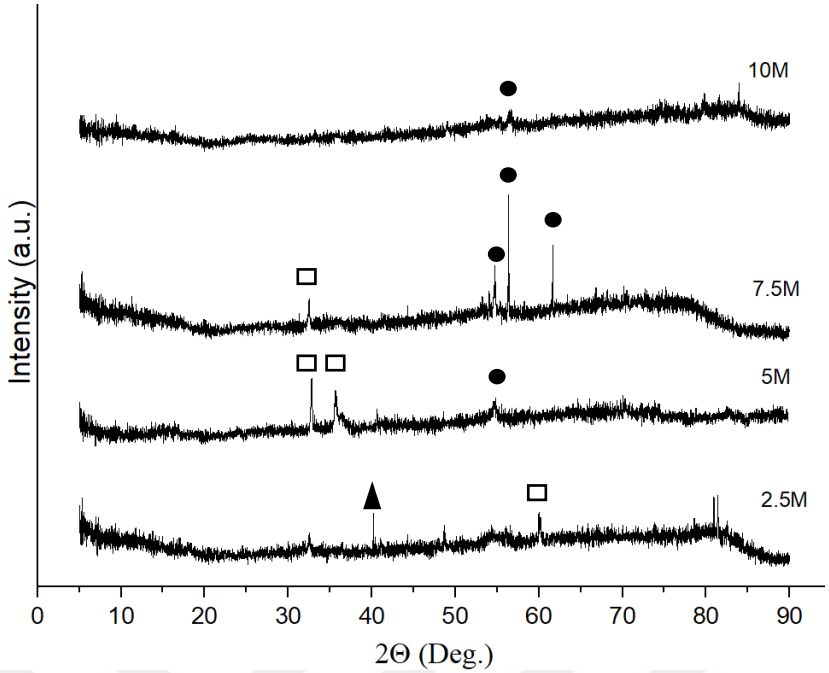

Şekil 5.13. Farklı derişimlerde KOH ile aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin kalsinasyon sonrası XRD analizi (▲: ilmenit, ●: $TiO_2$, □: $SnO_2$)

Şekil 5.13'te, farklı KOH derişimlerinde aktive edilen ilmenit mineralinden sentezlenen $SnO_2$/ilmenit katalizörlerinin, kalsinasyon işlemi sonrası elde edilen XRD desenleri sunulmaktadır. 10 M KOH derişimine sahip numunede, COD no: 9008566 ile tanımlanan $SnO_2$ (□) fazına ait karakteristik kırınım pikleri tespit edilmiştir.

7.5 M KOH ile 120 °C'de aktive edilen ilmenit (▲) üzerine sentezlenen katalizörün kalsinasyon sonrası XRD deseninde ise, $TiO_2$ (●) anataz fazına ait karakteristik kırınım pikleri açık bir şekilde gözlemlenmiştir.

Ayrıca, 5 M ve 2.5 M KOH derişimine sahip numunelerde, COD no: 1010942 ile tanımlanan $TiO_2$ anataz fazına ait kırınım pikleri tespit edilmiştir. Bu bulgular, KOH derişiminin ve aktivasyon sıcaklığının, kalsinasyon sonrası ortaya çıkan kristal faz bileşimini önemli ölçüde etkilediğini göstermektedir.

Bu farklı kristal fazların varlığı, katalizörlerin fotokatalitik aktivitesi ve stabilitesi üzerinde doğrudan etkili olup, optimum fotokatalitik performans için faz bileşiminin kontrolünün önemini vurgulamaktadır.




Şekil 5.14. Farklı sıcaklıklarda NaOH ile aktive edilen $SnO_2$/İlmenit numunelerinin kalsinasyon sonrası XRD analizi (▲: ilmenit, ●: $TiO_2$, □: $SnO_2$)

Şekil 5.14'te, farklı sıcaklıklarda NaOH ile aktive edilen ilmenit mineralinden sentezlenen $SnO_2$/ilmenit numunelerinin, kalsinasyon işlemi sonrası elde edilen XRD desenleri sunulmaktadır. 10 M, 7.5 M ve 5 M NaOH derişimine sahip numunelerde, $TiO_2$'nin (●) rutil ve anataz fazlarına ait karakteristik kırınım pikleri gözlemlenmiştir. Bu fazlar özellikle 7.5 M numunesinde baskın bir şekilde tespit edilmiştir. Ayrıca, 7.5 M, 5 M ve 2.5 M numunelerinde, COD no: 9008566 ile tanımlanan $SnO_2$ (□) fazına ait kırınım pikleri görülmektedir. Bununla birlikte, 2.5 M numunesinde, ilmenit (▲) yapısına ait karakteristik kırınım pikleri de tespit edilmiştir. Bu durum, düşük derişimde ilmenit fazının kısmen korunduğunu göstermektedir. Elde edilen veriler, NaOH derişiminin kristal faz oluşumu ve faz dönüşümleri üzerinde önemli etkiler yarattığını ortaya koymaktadır.

### 5.5. $SnO_2$/İlmenit Katalizörlerinin BET Yüzey Alanı ve Gözenek Yapısı Analizi

Yapılan ön değerlendirmeler sonucunda yapısal olarak uygun bulunan numunelere BET yüzey alanı analizi uygulanmış ve elde edilen veriler Tablo 5.2'de sunulmuştur. Bu doğrultuda; 100 °C'de 10 M KOH, 120 °C'de ise sırasıyla 5 M KOH, 7.5 M KOH, 2.5 M

NaOH ve 7.5 M NaOH kullanılarak aktive edilen örnekler detaylı bir şekilde incelenmiştir.

Tablo 5.2. $SnO_2$/İlmenit Katalizörlerinin BET Yüzey Alanı ve Gözenek Yapısı Özellikleri

| Numuneler | BET Yüzey Alanı ($m^2/g$) | Toplam Gözenek Hacmi ($cm^3/g$) | Ortalama Gözenek Çapı (Å) |
|---|---|---|---|
| 100 °C, 10M KOH | 5,35 | 0,0140 | 105 |
| 120 °C, 5 M KOH | 22,88 | 0,0396 | 69 |
| 120 °C, 7.5 M KOH | 9,00 | 0,0166 | 73 |
| 120 °C, 2.5 M NaOH | 8,57 | 0,0152 | 71 |
| 120 °C, 7.5 M NaOH | 30,16 | 0,0437 | 58 |

BET analiz sonuçlarına göre, 100 °C sıcaklık ve 10 M KOH konsantrasyonunda hazırlanan numune oldukça düşük bir yüzey alanına sahiptir. Ortalama gözenek çapı, makro/mesoporöz sınırında yer almakta olup, T-plot analizleri mikrogözenek oluşumunun ihmal edilebilir düzeyde olduğunu göstermektedir. Bu bulgular, numunenin kompakt yapılı veya kapanmış gözenekli bir morfolojiye sahip olduğunu ortaya koymaktadır.

Sıcaklık ve alkali derişiminin artırılmasıyla, gözenek yapısında ve yüzey özelliklerinde belirgin değişiklikler gözlenmiştir. 120 °C sıcaklık ve 7.5 M NaOH kullanılarak hazırlanan numune, en yüksek yüzey alanına sahip olup, belirgin bir gözenek hacmi ile mesoporöz bölgede konumlanan ortalama çap değeri sunmaktadır. Bu yapı, iyi gelişmiş ve açık gözenekli bir morfolojiye işaret etmektedir.

Benzer şekilde, 120 °C sıcaklık ve 5 M KOH koşullarında sentezlenen numune, 120 °C'de 7.5 M KOH ve 2.5 M NaOH ile hazırlanan numunelere kıyasla daha yüksek yüzey alanı ve daha belirgin bir gözenek hacmi sergilemektedir. Ortalama gözenek çapı mesoporöz boyutlarda olup, numunenin daha açık ve erişilebilir bir gözenek yapısına sahip olduğu değerlendirilmektedir.

Öte yandan, 120 °C sıcaklık altında 7.5 M KOH ve 2.5 M NaOH çözeltileriyle hazırlanan örnekler, düşük-orta düzeyde yüzey alanına ve sınırlı gözenek hacmine sahiptir. Bu numunelerde mikrogözenek gelişimi gözlenmemiş, morfolojik yapı ise kompakt ya da sınırlı yüzey geliştirme potansiyeli taşıyan bir karakter göstermiştir. 120 °C'de 7.5 M KOH ile hazırlanan numunenin yüzey özellikleri, 2.5 M NaOH ile hazırlanana büyük ölçüde benzerlik arz etmektedir.

Bu kapsamda; 100 °C'de 10 M KOH, 120 °C'de ise sırasıyla 5 M KOH, 7.5 M KOH, 2.5 M NaOH ve 7.5 M NaOH kullanılarak hazırlanan örnekler detaylı olarak değerlendirilmiştir.

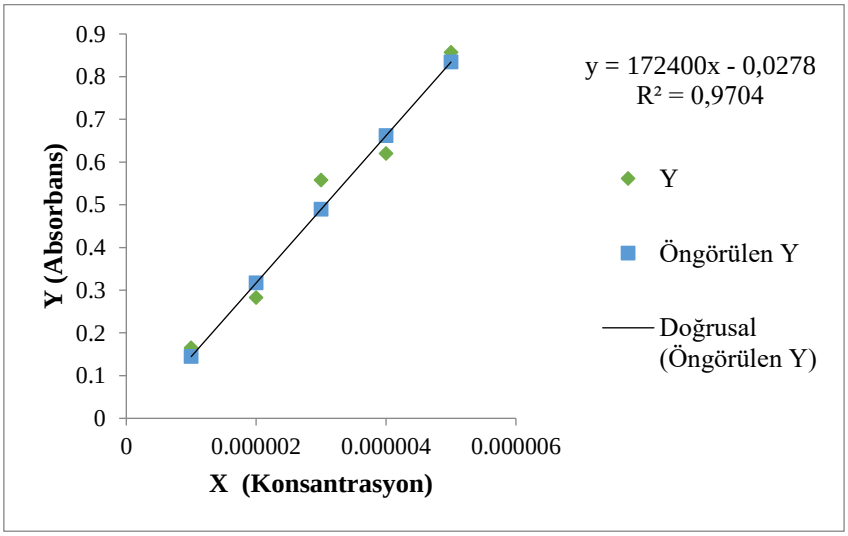
### 5.6. Fotokatalitik Ortamda Işık Miktarının Etkisi

Şekil 3.9'da gösterilen UV spektrometre, renk giderimi analizlerinde kullanılmıştır. İlk olarak, $10\times10^{-6}$ M Rodamin B çözeltisi hazırlanmış ve UV spektrometresinde analiz edilmiştir. Yapılan analizde 555 nm dalga boyu elde edilmiştir. Cihaz, tek dalga boyu olan 555 nm'te çalışacak şekilde ayarlanmıştır.

Ardından, sırasıyla $20\times10^{-6}$ M, $30\times10^{-6}$ M, $40\times10^{-6}$ M ve $50\times10^{-6}$ M Rodamin B çözeltileri hazırlanmış ve UV spektrometresinde okutularak absorbans değerleri elde edilmiştir. Bu absorbans değerleri kullanılarak, Lambert-Beer Yasası'na göre Excel üzerinde kalibrasyon grafiği oluşturulmuştur.

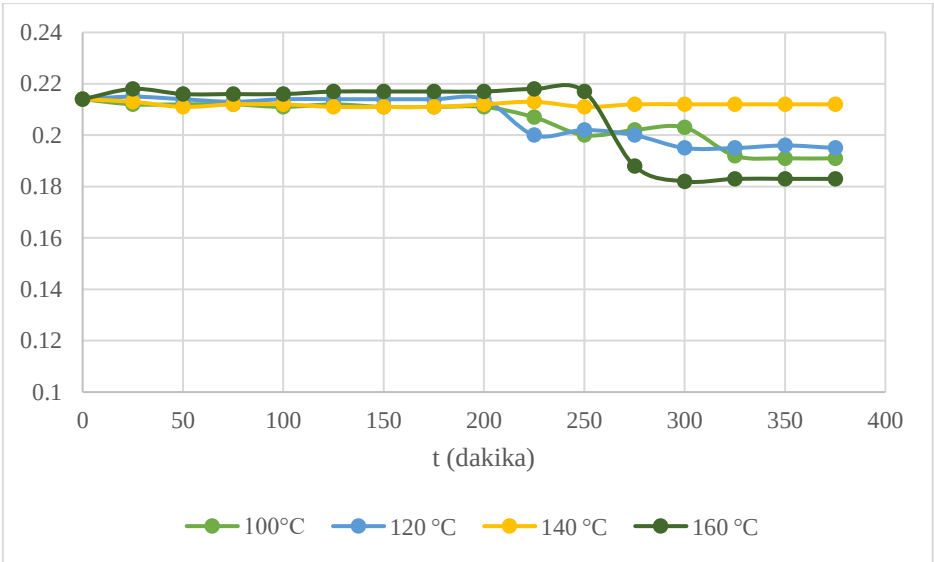
Excel ortamında, konsantrasyon ve absorbans değerleri iki ayrı sütun halinde düzenlenmiş; X eksenine konsantrasyon değerleri, Y eksenine ise absorbans sonuçları yerleştirilmiştir. Bu veriler seçilerek bir Dağılım Grafiği (Scatter Plot) oluşturulmuş ve grafiğe doğrusal bir eğri (trendline) eklenmiştir. Böylelikle, Lambert-Beer Yasası kapsamında, absorbans ile konsantrasyon arasındaki doğrusal ilişkinin analizi gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen kalibrasyon eğrisi, deneylerde kullanılan Rodamin B çözeltilerinin konsantrasyonlarının hassas ve güvenilir bir şekilde belirlenmesine olanak sağlamış, böylece fotokatalitik renk giderimi performansının niceliksel değerlendirilmesi mümkün kılınmıştır.




Şekil 5.15. UV spektrometre kalibrasyon grafiği

Lambert-Beer Yasası çerçevesinde, absorbans ile konsantrasyon arasındaki doğrusal ilişki incelenmiştir. Şekil 5.15'te bu grafik sunulmaktadır. Lambert-Beer Yasası'nın matematiksel ifadesi $A = \epsilon \cdot c \cdot l$ olup, burada A absorbans, $\epsilon$ molar absorptivite, $c$ konsantrasyon ve $l$ yol uzunluğunu ifade etmektedir. Grafiğe eklenen doğrusal eğri denklemi üzerinden, molar absorptivite ($\epsilon$) ve yol uzunluğu ($l$) bilgileri kullanılarak eğim değeri belirlenmiş; bu değer, bilinmeyen örneklerin konsantrasyonlarının hesaplanmasında kullanılmıştır.




Şekil 5.16. gün ışığı altında farklı sıcaklıklarda KOH ile aktive edilmiş ilmenitin fotokatalitik süreçte zaman ve absorbans değişimi

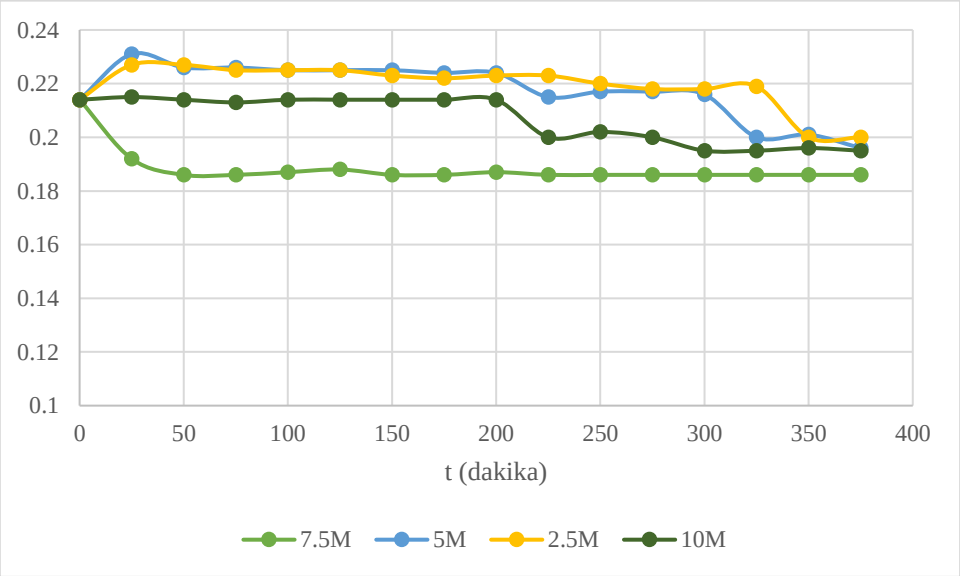
Şekil 5.16, gün ışığı altında farklı sıcaklıklarda KOH ile aktive edilmiş ilmenit örneklerinin zamanla değişen konsantrasyon (mol/L) değerlerini göstermektedir. İlk 240 dakikalık periyotta tüm numunelerin absorbans değerleri birbirine oldukça yakın seyretmekte ve önemli bir değişim göstermemektedir. Bu, fotokatalitik bozunmanın başlama süresini yansıtan bir gecikme evresi olup, sistemde reaktif türlerin oluşumu ve yüzey reaksiyonlarının etkinleşmesi için gerekli kinetik engellerin aşılmaya başlandığını göstermektedir.

240. dakikadan itibaren, sırasıyla 100 °C, 120 °C ve özellikle 160 °C'de KOH ile aktive edilen ilmenit örneklerinde absorbans değerlerinde belirgin bir azalma gözlemlenmiştir. Bu azalma, boyanın fotokatalitik bozunmasının başladığını ve bu örneklerde fotokatalitik aktivitenin etkin bir şekilde gerçekleştiğini ortaya koymaktadır.

Buna karşın, 140 °C'de KOH ile aktive edilen ilmenitte absorbans değerlerinin büyük oranda sabit kalması, bu sıcaklıkta gerçekleştirilen aktivasyonun fotokatalitik etkinliği artırmada yeterince etkili olmadığını göstermektedir. Bu durum, yüzeyde yeterli sayıda aktif merkez oluşmadığını veya mevcut yapıdaki kristal faz dönüşümlerinin ideal performans için uygun olmadığını düşündürmektedir. En dikkat çekici absorbans düşüşü, 160 °C'de KOH ile aktive edilen ilmenitte meydana gelmiştir.

Bu durum, ilmenitin 160 °C'de KOH ile aktivasyonunun fotokatalitik performansı en üst düzeye çıkardığını göstermektedir. Dolayısıyla, bu sıcaklıkta yapılan aktivasyonun, ilmenitin yüzey özelliklerini ve aktif merkez oluşumunu olumlu yönde etkileyerek fotokatalitik verimliliği artırdığı sonucuna ulaşılabilir.

Sonuç olarak, 160 °C'de KOH ile aktive edilen ilmenit, güneş ışığı altında gerçekleştirilen organik boya bozunması deneyinde en yüksek fotokatalitik performansı sergilemiştir. Bu bulgu, aktivasyon sıcaklığının ilmenitin fotokatalitik verimliliği üzerinde belirleyici bir etkiye sahip olduğunu açıkça ortaya koymaktadır. Fotokatalizörün en yüksek verimle çalışabilmesi için sadece aktivasyon sıcaklığı değil, aynı zamanda işlem süresi ve kimyasal derişimin de uygun şekilde optimize edilmesi gereklidir.



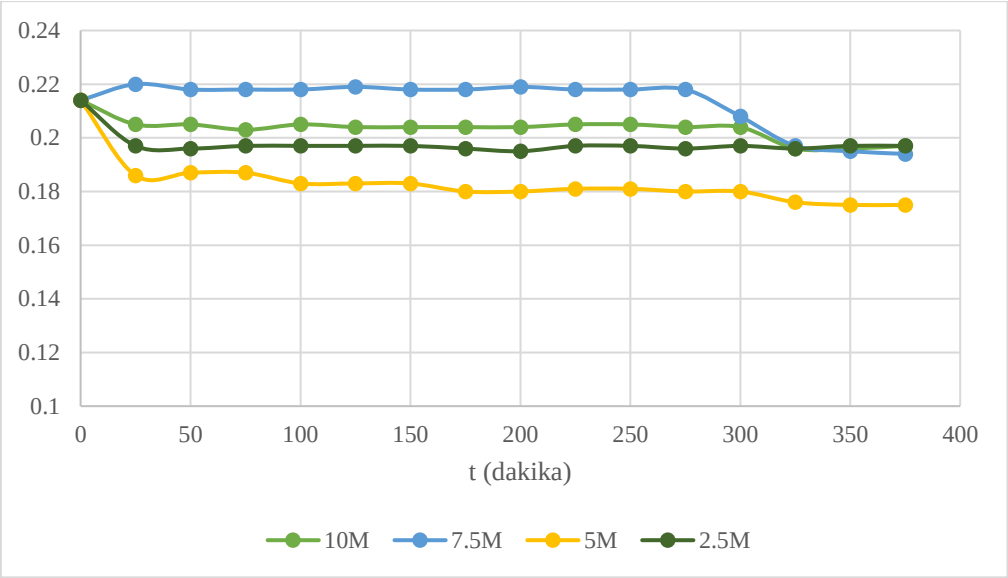

Şekil 5.17. Gün ışığı altında farklı derişimlerde koh ile aktive edilmiş ilmenitin fotokatalitik süreçte zaman ve absorbans değişimi

Şekil 5.17'de, farklı konsantrasyonlardaki KOH çözeltileriyle (2.5 M, 5 M ve 7.5 M) 120 °C'de 72 saat süreyle aktive edilen ilmenit örneklerinin, gün ışığı altında gerçekleştirdiği fotokatalitik aktiviteye bağlı olarak zamanla değişen absorbans değerleri sunulmaktadır. İlk 240 dakikalık süreçte tüm numunelerdeki absorbans değerleri nispeten sabit seyretmektedir. Bu durum, fotokatalitik reaksiyonların başlangıçta yavaş ilerlediğini ve boya çözeltisinin bozunma hızının düşük olduğunu göstermektedir.

240. dakikadan sonra, 120 °C'de 2.5 M ve 5 M KOH çözeltileriyle aktive edilen ilmenit örneklerinde gözle görülür bir absorbans düşüşü başlamaktadır. Özellikle 300. dakikadan itibaren bu düşüş daha belirgin hâle gelmekte ve 360. dakikada her iki örnek yaklaşık 0.20 absorbans seviyelerine ulaşmaktadır. Bu azalma, organik boya moleküllerinin fotokatalitik bozunmaya uğradığını ve söz konusu örneklerin belirli bir fotokatalitik aktivite gösterdiğini ortaya koymaktadır.

Buna karşın, 120 °C'de 7.5 M KOH ile aktive edilen ilmenit örneğinde absorbans değeri süreç boyunca büyük ölçüde sabit kalmakta ve zamanla anlamlı bir düşüş göstermemektedir. Bu durum, yüksek KOH derişimiyle gerçekleştirilen aktivasyonun, ilmenit yüzeyinde etkin fotokatalitik merkezler oluşturmak açısından yeterli olmadığını düşündürmektedir.

Sonuç olarak, en yüksek fotokatalitik aktivite, 120 °C'de 5 M ve 2.5 M KOH çözeltileriyle aktive edilen ilmenit örneklerinde gözlemlenmiştir. Buna karşılık, 120 °C'de 7.5 M KOH kullanılarak yapılan aktivasyon, fotokatalitik performansı olumsuz yönde etkilemiş ve absorbans değeri neredeyse sabit kalmıştır. Bu bulgular, aktivasyon sürecinde kullanılan alkali derişiminin fotokatalitik verimlilik üzerinde önemli bir parametre olduğunu ve optimum KOH konsantrasyonunun 5 M civarında olabileceğini göstermektedir.




Şekil 5.18. Gün ışığı altında farklı derişimlerde naoh ile aktive edilmiş ilmenitin fotokatalitik süreçte zaman ve absorbans değişimi

Şekil 5.18'de, 120 °C'de 72 saat boyunca çelik hidrotermal otoklav sisteminde NaOH'nin farklı derişimleri (2.5 M, 5 M, 7.5 M ve 10 M) kullanılarak aktive edilen ilmenit örneklerinin fotokatalitik süreçte gösterdiği zamana bağlı absorbans değişimleri sunulmaktadır.

İlk 240 dakikalık süreçte tüm örneklerde absorbans değerleri genel olarak sabit bir eğilim sergilemektedir. Bu sabitlik, deneyin başlangıç aşamasında fotokatalitik reaksiyonların henüz yeterli oranda başlamadığını ve boya çözeltisinin bozunma hızının düşük olduğunu göstermektedir.

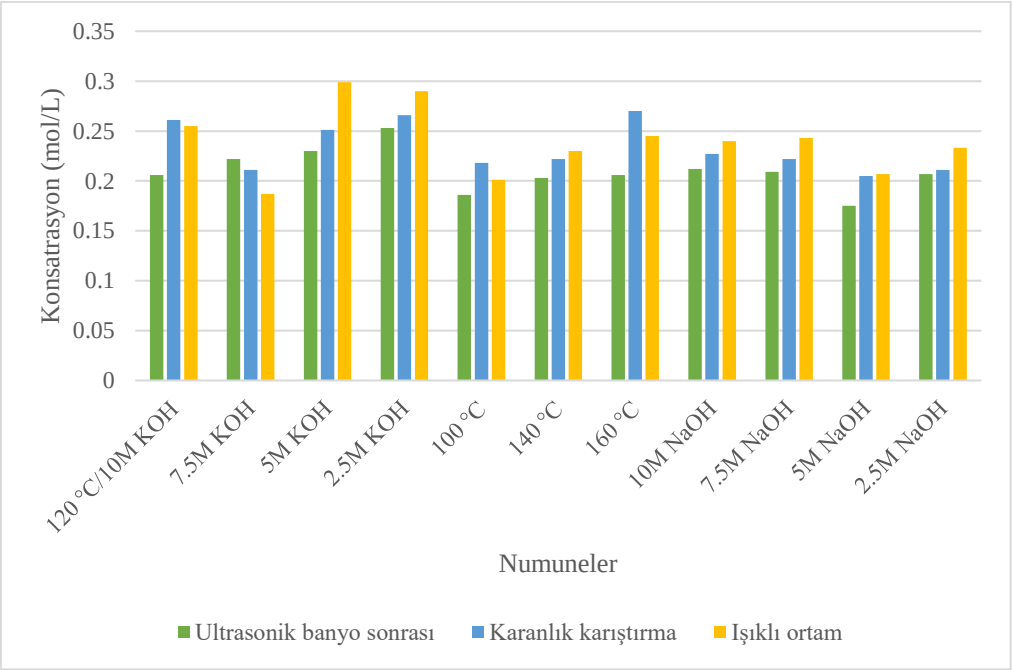
240. dakikadan sonra, 120 °C'de 7.5 M ve 10 M NaOH çözeltileriyle aktive edilen ilmenit örneklerinde belirgin bir absorbans düşüşü gözlemlenmiştir. Bu azalma, söz konusu

örneklerde fotokatalitik aktivitenin arttığını ve organik boyanın bozunma hızının yükseldiğini ortaya koymaktadır.

Özellikle 7.5 M NaOH ile aktive edilen örnek, 300. dakikadan itibaren en yüksek performansı sergileyerek absorbansı önemli ölçüde azaltmıştır. Buna karşılık, 120 °C'de 2.5 M ve 5 M NaOH kullanılarak aktive edilen örnekler süreç boyunca daha düşük fotokatalitik aktivite göstermiştir.

5 M NaOH ile aktive edilen örnek başlangıçta hızlı bir düşüş sergilese de, sonraki sürelerde absorbans değerleri büyük ölçüde sabit kalmıştır. 2.5 M NaOH ile aktive edilen örnekte ise süreç boyunca yalnızca minimal bir absorbans değişimi gözlenmiştir.

Sonuç olarak, 120 °C'de 7.5 M NaOH ile aktive edilen ilmenit, gün ışığı altında gerçekleştirilen deneyde en yüksek fotokatalitik performansı sergilemiştir. 10 M NaOH ile aktive edilen örnek de yüksek aktivite göstermiş olmakla birlikte, 7.5 M NaOH ile elde edilen performansa kıyasla daha düşük düzeyde kalmıştır. Düşük konsantrasyonlarla (2.5 M ve 5 M NaOH) yapılan aktivasyonlar ise ilmenitin yüzey özelliklerinde yeterli dönüşüm sağlayamamış ve fotokatalitik etkinlik açısından yetersiz kalmıştır.




Şekil 5.19. Numune bazında fotokatalitik performansın ortam şartlarına göre değişimi

Şekil 5.19'da farklı sentez koşullarında hazırlanan ilmenit bazlı fotokatalizörlerin fotokatalitik performanslarının, uygulama ortamına (ultrasonik banyo, karanlık karıştırma ve ışıklı ortam) bağlı olarak nasıl değiştiği gösterilmektedir. Elde edilen sonuçlar, fotokatalitik aktivitenin yalnızca sentez parametrelerine değil, aynı zamanda deneysel ortam koşullarına da duyarlı olduğunu ortaya koymuştur.

Fotokatalitik deneylerin doğruluğunu ve tekrarlanabilirliğini sağlamak amacıyla, deney öncesi hazırlanan süspansiyonlar 5 dakika süreyle ultrasonik banyoya tabi tutulmuştur. Bu işlem, fotokatalizör partiküllerinin çözeltide homojen şekilde dağılmasını sağlayarak, aktif yüzeylerin boyar maddeyle daha etkin etkileşime geçmesini hedeflemiştir. Homojen dağılma sayesinde yüzey alanı maksimize edilmiş ve böylece reaksiyon kinetiği iyileştirilmiştir.

Ultrasonik dağıtım işleminin ardından süspansiyonlar, 30 dakika boyunca karanlık ortamda manyetik karıştırma altında bekletilmiş ve böylece boyar maddenin fotokatalizör yüzeyine adsorpsiyonu sağlanarak sistemin adsorpsiyon–desorpsiyon dengesine ulaşması amaçlanmıştır. Bu ön işlem sayesinde, ışık etkisiyle başlayan fotokatalitik süreçlerin doğru bir şekilde değerlendirilmesi sağlanmış ve yalnızca adsorpsiyon kaynaklı etkiler dışlanmıştır.

Işıklı ortamda gerçekleştirilen deneylerde genel olarak daha yüksek konsantrasyon değerleri elde edilmiştir. Bu bulgu, ışığın fotokatalitik reaksiyonları başlatma ve hızlandırma açısından kritik bir faktör olduğunu göstermektedir (Fujishima ve Honda, 1972; Chong ve ark., 2010; Herrmann, 1999).

Özellikle 120 °C sıcaklıkta 2.5 M ve 5 M KOH çözeltileriyle aktive edilen ilmenit örnekleri, ışıklı ortamda en yüksek fotokatalitik performansı göstermiş ve sırasıyla yaklaşık 0.30 mol/L ve 0.28 mol/L konsantrasyon değerlerine ulaşmıştır.

Bu durum, bu sentez koşullarının fotokatalitik aktivite açısından uygun olduğunu göstermektedir. Karanlık ortamda karıştırma koşullarında ise fotokatalitik aktivite, ışıklı ortama göre daha düşük olmakla birlikte, ultrasonik işlem sonrası değerlere kıyasla genellikle daha yüksektir.

Bu sonuç, ışık olmadan gerçekleşen deneylerde dahi mekanik karıştırmanın reaksiyon kinetiği üzerinde olumlu bir etkisi olduğunu göstermektedir.

Ultrasonik banyo sonrasında gerçekleştirilen deneylerde elde edilen konsantrasyon değerlerinin ise genellikle en düşük seviyelerde kaldığı görülmüştür. Bu durum, ultrasonik ön işlemin bazı örneklerde fotokatalitik aktiviteyi artırmak yerine, partikül yapısında veya yüzey özelliklerinde beklenmedik değişikliklere yol açarak aktiviteyi azaltıcı etkide bulunabileceğini göstermektedir.

Örneğin, 120 °C sıcaklıkta 5 M ve 10 M NaOH çözeltileriyle aktive edilen örneklerde, ultrasonik işlem sonrası sırasıyla yaklaşık 0.19 mol/L ve 0.18 mol/L konsantrasyon değerleri elde edilmiştir.

Ayrıca, farklı NaOH ve KOH konsantrasyonlarıyla sentezlenen örnekler karşılaştırıldığında, KOH ile hazırlanan ve özellikle yüksek sıcaklıkta (örneğin 160 °C) sentezlenen örneklerin fotokatalitik aktivite açısından daha başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum, potasyum iyonlarının malzemenin kristal yapısına ve yüzey özelliklerine olumlu katkısı ile yüksek sıcaklığın katalitik aktif fazların oluşumunu teşvik etmesiyle ilişkilendirilebilir (Sun ve Smirniotis, 2003).

Sonuç olarak, fotokatalitik performans, sentez aşamasında kullanılan baz türü, baz konsantrasyonu ve aktivasyon sıcaklığı gibi temel parametrelerin yanı sıra, deney ortamındaki koşullardan da büyük ölçüde etkilenmektedir.

Işıklı ortam, karanlıkta manyetik karıştırma veya ultrasonik işlem gibi farklı uygulama koşulları, katalizör yüzeyindeki aktif bölgelerin boya molekülleriyle etkileşimini ve reaksiyon kinetiğini doğrudan değiştirmektedir. Bu faktörler, katalizörün yapısal ve kimyasal özellikleriyle birlikte değerlendirilmediğinde, fotokatalitik verimde önemli dalgalanmalara yol açabilir.

En yüksek verim, KOH kullanılarak ve 120–140 °C sıcaklık aralığında sentezlenen ilmenit örneklerinin, ışıklı ortamda test edilmesiyle elde edilmiştir; bu da sentez ve uygulama koşullarının birlikte optimize edilmesinin gerekliliğini vurgulamaktadır.

# 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, doğal ilmenit mineralinin farklı alkali ortamlar (KOH ve NaOH), değişen baz derişimleri ve sıcaklık koşulları altında aktive edilmesiyle sentezlenen $SnO_2$/İlmenit kompozit katalizörünün fotokatalitik performansı incelenmiştir. Elde edilen bulgular doğrultusunda aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:

Ham ilmenit karakterizasyonu, XRD ve XRF analizleri ile gerçekleştirilmiş olup, ilmenit örneğinin yüksek oranda $TiO_2$ (%52,593) ve $Fe_2O_3$ (%40,22) içerdiği belirlenmiştir. XRD analizinde tespit edilen keskin kırınım pikleri, numunenin iyi kristallenmiş ve nanokristalin yapıda (yaklaşık 27,6 nm) olduğunu göstermektedir.

SEM analizleri, KOH ile farklı derişimlerde aktive edilen ilmenit numunelerinde yüzey morfolojisinde önemli değişiklikler meydana geldiğini göstermiştir. Özellikle 5 M ve 7.5 M KOH derişimleriyle elde edilen yüzeylerde mikrogözenekli yapı ve yüzey aktif alanında artış tespit edilmiş, bu yapıların fotokatalitik reaksiyonlar açısından avantaj sağladığı gözlemlenmiştir.

XRD analizleri, KOH ile aktivasyon sürecinde kristal yapı üzerindeki değişimleri açıkça ortaya koymuştur. 120 °C'de 5 M KOH ile aktive edilen örnekte kristal yapı büyük ölçüde korunmuşken, 120 °C'de 7.5 M KOH kullanılan örnekte kristallik derecesinin azaldığı ve amorf yapıya geçişin başladığı gözlemlenmiştir. NaOH ile aktive edilen örnekler arasında, özellikle 120 °C'de 7.5 M ve 10 M NaOH ile hazırlananlarda $SnO_2$ ve rutil $TiO_2$ fazlarının kristal yapıda baskın hale geldiği belirlenmiştir.

Sıcaklığın etkisi incelendiğinde, 160 °C'de KOH ile aktive edilen ilmenit örneğinin en yüksek kristalliğe ve aynı zamanda en yüksek fotokatalitik verime sahip olduğu görülmüştür. Buna karşılık, 100 °C'de gerçekleştirilen aktivasyonda amorf karakterin baskın olduğu, 140 °C'ye kadar kristallik derecesinin arttığı, ancak 160 °C'de bazı fazların bozulmaya başladığı tespit edilmiştir. Bu bulgular, aktivasyon için optimum sıcaklık aralığının 120–140 °C olduğunu göstermektedir.

Fotokatalitik deney sonuçları, 120 °C'de 5 M ve 160 °C'de 7.5 M KOH ile aktive edilen örneklerin, gün ışığı altında en yüksek performansı sergilediğini ortaya koymuştur. NaOH

ile aktive edilen örnekler arasında ise, 120 °C'de 7.5 M NaOH ile hazırlanan örnek en etkili fotokatalizör olarak öne çıkmıştır. Bununla birlikte, yüksek baz derişimleri bazı durumlarda kristal yapının bozulmasına neden olarak fotokatalitik aktiviteyi olumsuz yönde etkileyebilmektedir.

BET analizleri doğrultusunda, 120 °C'de 7.5 M NaOH ve 120 °C'de 5 M KOH ile aktive edilen örnekler, yüksek özgül yüzey alanları ve belirgin gözenek hacimleriyle diğer numunelere kıyasla daha avantajlı yapısal özellikler sergilemiştir. Bu özellikler, ilgili örneklerin hem adsorpsiyon hem de fotokatalitik uygulamalarda yüksek performans potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir. Buna karşılık, 100 °C'de 10 M KOH ile aktive edilen örnek düşük yüzey alanı ve sınırlı gözenek hacmiyle, yüzey morfolojisinin geliştirilmesine uygun bir yapıya sahip olup; ileri düzey yüzey modifikasyonlarıyla iyileştirilebilecek bir aday olarak değerlendirilmektedir.

Fotokatalitik ortam etkisi incelendiğinde, ışıklı ortamda gerçekleştirilen deneylerde fotokatalitik performansın önemli ölçüde arttığı tespit edilmiştir. Ultrasonik banyo sonrası yapılan deneylerde bazı numunelerde aktivitenin azaldığı, karanlık ortamda ise mekanik karıştırmanın sınırlı düzeyde katkı sağladığı gözlemlenmiştir. Bu durum, adsorpsiyon-desorpsiyon dengesinin ve ışık kaynaklı reaksiyonların fotokatalitik süreçlerde belirleyici rol oynadığını göstermektedir. Genel olarak değerlendirildiğinde, KOH bazlı aktivasyonun, özellikle 120–140 °C sıcaklık aralığında ve 5–7.5 M derişimlerde, ilmenitin yüzey özelliklerini ve kristal yapısını optimize ederek fotokatalitik verimini önemli ölçüde artırdığı sonucuna ulaşılmıştır.

Bu bulgular, ilmenit temelli fotokatalizörlerin, uygun şartlarda modifiye edilerek çevresel uygulamalarda etkili bir şekilde kullanılabileceğini göstermektedir. Fotokatalitik süreçlerde, Rodamin B gibi model kirleticilerle yapılan uygulamalarda ışık kaynağının optimize edilmesi, sistem verimliliği açısından önemlidir. Ayrıca, hematit oranı düşük ilmenit mineralinin kullanımıyla sürecin tekrarlanarak değerlendirilmesi, fotokatalizör performansının daha kapsamlı şekilde incelenmesine olanak tanımaktadır. Genel olarak bu çalışma, ilmenit bazlı fotokatalizörlerin yapısal modifikasyonlar yoluyla fotokimyasal performansı artırma potansiyelini ortaya koyarak, çevre dostu ve ekonomik fotokatalitik malzeme geliştirme çalışmalarına bilimsel bir temel sağlamaktadır.

## KAYNAKLAR


Abd Karim, M. M., Ariffin, A. K., Holland, D. (2014). The role of tin in glass system (Fungsi Timah dalam Sistem Kaca). *EDUCATUM- Journal of Science, Mathematics and Technology*, *1*(1), 89–104. ISSN 2289-7070

Abuhelaiqa, M., Shibayama, N., Gao, X.-X., Kanda, H., Nazeeruddin, M. K. (2021). $SnO_2/TiO_2$ electron transporting bilayers: A route to light stable perovskite solar cells. *ACS Applied Energy Materials*, *4*(4), 3489–3495. https://doi.org/10.1021/acsaem.0c03185

AlMohamadi, H., Awad, S. A., Sharma, A. K., Fayzullaev, N., Távara-Aponte, A., Chiguala-Contreras, L., Amari, A., Rodriguez-Benites, C., Tahoon, M. A., & Esmaeili, H. (2024). Photocatalytic activity of metal- and non-metal-anchored ZnO and $TiO_2$ nanocatalysts for advanced photocatalysis: Comparative study. *Catalysts*, *14*(7), 420. https://doi.org/10.3390/catal14070420

Armaković, S. J., Savanović, M. M., Armaković, S. (2023). Titanium dioxide as the most used photocatalyst for water purification: An overview. *Catalysts*, *13*(1), 26. https://doi.org/10.3390/catal13010026

Ameta, R., Ameta, S. C. (2016). *Photocatalysis: Principles and Applications* (1st ed.). CRC Press. https://doi.org/10.1201/9781315372396

Ameta, R., Solanki, M. S., Benjamin, S., Ameta, S. C. (2018). Chapter 6 – Photocatalysis. In *Advanced Oxidation Processes for Waste Water Treatment*, 135–175. https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/B9780128104996000061

Avciata, O., Sahin, F., Erden, I., Avciata, U. (2010). *Hydrothermal preparation and characterization of nanocrystalline $TiO_2$ powder and its photocatalytic degradation of alizarin salt dye under UV-light*. *Asian Journal of Chemistry*, *22*(4), 2953–2958.

Banerjee, S., Dionysiou, D. D., Pillai, S. C. (2015). Self-cleaning applications of TiO2 by photo-induced hydrophilicity and photocatalysis. *Applied Catalysis B: Environmental*, 176–177, 396–428. https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2015.03.058

Bathula, B., Gurugubelli, T. R., Yoo, J., Yoo, K. (2023). Recent progress in the use of $SnO_2$ quantum dots: From synthesis to photocatalytic applications. *Catalysts*, *13*(4), 765. https://doi.org/10.3390/catal13040765

Biesinger, M. C., et al. (2011). Advanced analysis of $SnO_2$ X-ray photoelectron spectra for determination of oxidation states. *Applied Surface Science*, *257*(7), 2717–2730. https://doi.org/10.1002/sia.6239

Bishop, D., Calka, A. (2009). Phase transformations in ilmenite induced by electric discharge assisted mechanical milling. *Journal of Alloys and Compounds*, *469*, 380–385. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.01.133

Bourzami, R., Guediri, M. K., Chetoui, A., Messai, Y. (2024). Bottom-up construction of reduced-graphene-oxide anchored perovskite $FeTiO_3$ and $SnO_2$ and their synergy in photocatalytic activity under visible light. *Diamond & Related Materials, 147*, 111286. https://doi.org/10.1016/j.diamond.2024.111286

Byjus. $SnO_2$- Tin Oxide. https://byjus.com/chemistry/tin-oxide/ (Ziyaret tarihi: 2 Mayıs 2023)

Byrne, C., Subramanian, G., Pillai, S. C. (2018). Recent advances in photocatalysis for environmental applications. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, *6*(3), 3531–3555. https://doi.org/10.1016/j.jece.2017.07.080

Chen, X., Mao, S. S. (2007). Titanium dioxide nanomaterials: Synthesis, properties, modifications, and applications. *Chemical Reviews*, *107*(7), 2891–2959. https://doi.org/10.1021/cr0500535

Chong, M. N., Jin, B., Chow, C. W. K., Saint, C. (2010). Recent developments in photocatalytic water treatment technology: A review. *Water Research*, *44*(10), 2997–3027. https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.02.039

Chowdhury, S., Balasubramanian, R. (2014). Graphene/semiconductor nanocomposites (GSNs) for heterogeneous photocatalytic decolorization of wastewaters contaminated with synthetic dyes: A review. *Applied Catalysis B: Environmental*, 160–161, 307–324. https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2014.05.035

Deshmukh, S. M., Patil, S. S., Babar, S. B., Alshehri, S., Ghoneim, M. M., Tamboli, A. M., Yamauchi, Y. (2022). $TiO_2$–$SnO_2$ nanocomposites for photocatalytic environmental remediation under UV-light. Metals, *12*(5), 733. https://doi.org/10.3390/met12050733

Díaz, C., Segovia, M., Valenzuela, M. L. (2022). Solid state nanostructured metal oxides as photocatalysts and their application in pollutant degradation: A review. *Photochem*, *2*(3), 609–627. https://doi.org/10.3390/photochem2030041

Dong, F., Li, Q., Wang, Z., Ho, W.-K., Lee, S. C. (2016). Enhanced visible light photodegradation of pollutants using $SnO_2$@$TiO_2$ core–shell nanocomposites. *Applied Catalysis B: Environmental*, *180*, 509–517.

Fauzi, A., Lalasari, L. H., Sofyan, N., Ferdiansyah, A., Dhaneswara, D., Yuwono, A. H. (2022). Synthesis of titanium dioxide nanotube derived from ilmenite mineral through post-hydrothermal treatment and its photocatalytic performance. *Materials Science, 2*(12). https://journals.uran.ua/eejet/article/view/255145

Fujishima, A., Honda, K. (1972). Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode. *Nature*, *238*(5358), 37–38. https://doi.org/10.1038/238037a0

Gázquez, M. J., Bolívar, J. P., García-Tenorio, R., Vaca, F. (2014). A review of the production cycle of titanium dioxide pigment. *Materials Sciences and Applications*,

*5*(7), 46456. https://doi.org/10.4236/msa.2014.57048

Geoscience New and Information. Ilmenite. https://geology.com/minerals/ilmenite.shtml (Ziyaret tarihi: 2 Mayıs 2023)

Grand View Research. (2016). Photocatalyst Market Size, Share & Trends Analysis Report By Material (Titanium Dioxide, Zinc Oxide), By Application (Self-cleaning, Air Purification, Water Purification), By Region, And Segment Forecasts, 65, 2018–2025, Report ID: GVR-2-68038-257-0.

González, M. A., Jiménez, V. M. (2002). *Sol–gel synthesis and characterization of $SnO_2$ thin films from $SnCl_4 \cdot 5H_2O$ precursor*. Materials Letters, *52*(4), 284–289.

Haider, A. J., Jameel, Z. N., Al-Hussaini, I. H. M. (2019). Review on: Titanium Dioxide Applications. *Energy Procedia*, *157*, 17–29. https://doi.org/10.1016/j.egypro.2018.11.159

Hamza, A., Ozaki, Y., Galadima, M. S. (2019). Photocatalytic degradation of methylene blue using natural ilmenite upgraded via HCl leaching: Modelling and optimization. *Applied Journal of Environmental Engineering Science, 5*(3), 252–262.

Hanaor, D. A. H., Sorrell, C. C. (2011). Review of the anatase to rutile phase transformation. *Journal of Materials Science*, *46*(4), 855–874. https://doi.org/10.1007/s10853-010-5113-0

Herrmann, J. M. (1999). Heterogeneous photocatalysis: fundamentals and applications to the removal of various types of aqueous pollutants. *Catalysis Today*, *53*(1), 115–129.

Heuer, J., Ferguson, C. T. J. (2022). Photocatalytic polymer nanomaterials for the production of high-value compounds. *Nanoscale*, *14*(3), 1646–1652. https://doi.org/10.1039/D1NR06985C

Hou, L.-R., Yuan, C.-Z., Peng, Y. (2007). Synthesis and photocatalytic property of $SnO_2/TiO_2$ nanotubes composites. *Journal of Hazardous Materials*, *139*(1), 310–315. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.06.035

IMARC Group. (2024). Photocatalyst Market: Global Industry Trends, Share, Size, Growth, Opportunity and Forecast 2024–2032. https://www.imarcgroup.com/photocatalyst-market (Ziyaret tarihi: 10 Nisan 2025).

Industry ARC. Photocatalyst Market Overview. https://www.industryarc.com/Research/Photocatalyst-MarketResearch-503446 (Ziyaret tarihi: 19 Mayıs 2023).

Ismail, A. A., Bahnemann, D. W. (2014). Photochemical splitting of water for hydrogen production by photocatalysis: A review. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, *128*, 85–101. https://doi.org/10.1016/j.solmat.2014.04.037

Kahkahni, R., Patel, R., Kim, J. H. (2022). Photocatalytic membrane for contaminants degradation: A review. *Membrane Journal*, *32*(1), 1–22. https://doi.org/10.14579/MEMBRANE_JOURNAL.2022.32.1.33

Kang, X., Liu, S., Dai, Z., He, Y., Song, X., Tan, Z. (2019). Titanium dioxide: From engineering to applications. *Catalysts*, *9*(2), 191. https://doi.org/10.3390/catal9020191

Khan, N. A., Al Tarabsheh, A., Ikram, S., Ali, A., Mahmood, K. (2024). Thermoelectric power factor optimization in hydrothermally synthesized $SnO_2$ nanoparticles by Cu doping. *Results in Engineering*, *24*, 103442. https://doi.org/10.1016/j.rineng.2024.103442

Krishnan, A., Swarnalal, A., Das, D., Krishnan, M., Saji, V. S., Shibli, S. M. A. (2024). A review on transition metal oxides based photocatalysts for degradation of synthetic organic pollutants. *Journal of Environmental Sciences*, *139*, 389–417. https://doi.org/10.1016/j.jes.2023.02.051

Kumaravel, V., Nair, K. M., Mathew, S., Bartlett, J., Kennedy, J. E., Manning, H. G., Whelan, B. J., Leyland, N. S., Pillai, S. C. (2021). Antimicrobial $TiO_2$ nanocomposite coatings for surfaces, dental and orthopaedic implants. *Chemical Engineering Journal*, *416*, 129071. https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129071

Kumari, H., Sonia, S., Suman, R., Ranga, R., Chahal, S., Devi, S., Sharma, S., Kumar, S., Kumar, P., Kumar, S., Kumar, A., Parmar, R. (2023). A review on photocatalysis used for wastewater treatment: Dye degradation. *Water, Air, & Soil Pollution*, *234*(349). https://doi.org/10.1007/s11270-023-06359-9

Li, H., Li, W., Wang, F., Liu, X., Ren, C. (2017). Fabrication of two lanthanides co-doped $Bi_2MoO_6$ photocatalyst: Selection, design and mechanism of Ln1/Ln2 redox couple for enhancing photocatalytic activity. *Applied Catalysis B: Environmental*, *217*, 378–387. https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.06.015

Liu, L., Zhao, C., Xu, J., Li, Y. (2015). Integrated $CO_2$ capture and photocatalytic conversion by a hybrid adsorbent/photocatalyst material. *Applied Catalysis B: Environmental*, *179*, 489–499. https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2015.06.006

Liu, Y., Qi, T., Chu, J., Tong, Q. (2006). Decomposition of ilmenite by concentrated KOH solution under atmospheric pressure. *International Journal of Mineral Processing*, *81*(2), 79–84. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2006.07.003

Low, J., Yu, J., Jaroniec, M., Wageh, S. (2017). Heterojunction Photocatalysts. *Advanced Materials*, *29*(20), 1601694. https://doi.org/10.1002/adma.201601694

Long, M., Wang, J., Zhuang, H., Zhang, Y., Wu, H., Zhang, J. (2014). Performance and mechanism of standard nano-$TiO_2$ (P-25) in photocatalytic disinfection of foodborne microorganisms – Salmonella typhimurium and Listeria monocytogenes. *Food Control*, *39*, 68–74.

https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2013.10.033

Mahmood, H., Khan, M. A., Mohuddin, B., Iqbal, T. (2020). Solution-phase growth of tin oxide ($SnO_2$) nanostructures: Structural, optical and photocatalytic properties. *Materials Science & Engineering B, 258*, 114568. https://doi.org/10.1016/j.mseb.2020.114568

Mahmood, H., Khan, M. A., Ali, S. (2020). Synthesis and characterization of $SnO_2$ nanostructures with photocatalytic activity under visible light. *Ceramics International*, *46*(9), 13725–13732.

Maldybayev, G., Korabayev, A., Sharipov, R., Al Azzam, K. M., Negim, E., Baigenzhenov, O., Alimzhanova, A., Panigrahi, M., Shayakhmetova, R. (2024). Processing of titanium-containing ores for the production of titanium products: A comprehensive review. *Heliyon*, *10*(3), e24966. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e24966

Mehdilo, A., Irannajad, M., Rezai, B. (2015). Effect of crystal chemistry and surface properties on ilmenite flotation behavior. *International Journal of Mineral Processing*, *137*, 71–81. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2015.02.004

Mishra, S., Sundaram, B. (2024). A review of the photocatalysis process used for wastewater treatment. *Materials Today: Proceedings*, *102*, 393–409. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.07.147

Mungkalasiri, J., Bedel, L., Emieux, F., Doré, J., Renaud, F. N. R., Sarantopoulos, C., Maury, F. (2010). CVD elaboration of nanostructured $TiO_2$–Ag thin films with efficient antibacterial properties. *Chemical Vapor Deposition*, *16*(1–3), 35–41. https://doi.org/10.1002/cvde.200906764

Munnix, S., Schmeits, M. (1983). Electronic structure of tin dioxide surfaces. *Physical Review B, 27*(15), 7624–7629. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.27.7624

Muscetta, M., Russo, D. (2021). Photocatalytic applications in wastewater and air treatment: A patent review (2010–2020). *Catalysts*, *11*(7), 834. https://doi.org/10.3390/catal11070834

National Center for Biotechnology Information. (n.d.). Tin(IV) chloride pentahydrate. *PubChem*. https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/10026-06-9 (Ziyaret tarihi: 15.04.2025)

Oxford Analytica. (2019). Heavy minerals face firm demand but shakier supply. *Expert Briefings*. https://doi.org/10.1108/OXAN-DB244856

Peiris, S., de Silva, H. B., Ranasinghe, K. N., Bandara, S. V., Perera, I. R. (2021). Recent development and future prospects of $TiO_2$ photocatalysis. *Journal of Chemical and Chemical Engineering Studies*. https://doi.org/10.1002/jccs.202000465

Persistence Market Research. Photocatalysts Market. http://www.persistencemarketresearch.com/marketresearch/photocatalysts-market.asp (Ziyaret tarihi: 19 Mayıs 2023).

Pysarenko, S., Kaminskyi, O., Chyhyrynets, O., Denysiuk, R., Anichkina, O., Chernenko, V. (2023). Kinetics of alkaline leaching process of titanium(IV) from ilmenite. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, *58*(6), 1146–1152.

Rafique, M., Hajra, S., Irshad, M., Usman, M., Imran, M., Assiri, M. A., Ashraf, W. M. (2023). Hydrogen production using $TiO_2$-based photocatalysts: A comprehensive review. *ACS Omega*, *8*(29), 26584–26606. https://doi.org/10.1021/acsomega.3c00963

Ramanathan, G., Murali, K. R. (2022). Photocatalytic activity of $SnO_2$ nanoparticles. *Journal of Applied Electrochemistry*, *52*(2), 849–859. https://doi.org/10.1007/s10800-022-01676-z

Ramírez, L. A., Torres, R. F. ve Mendoza, A. C. (2020). Sol-gel synthesis of $TiO_2$ from ilmenite and its photocatalytic application. *Environmental Chemistry Letters*, *18*(2), 401-408.

Rajput, R. B., Jamble, S. N., Kale, R. B. (2022). A review on $TiO_2$/$SnO_2$ heterostructures as a photocatalyst for the degradation of dyes and organic pollutants. *Journal of Environmental Management*, *307*, 114533. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.114533

Rajput, R. B., Wagh, K. S., Mane, S. M., Lee, J., Kale, R. B. (2025). Synergistic $SnO_2$-$TiO_2$ nanostructures: Dual function catalysts as efficient photocatalyst for industrial dye removal and bifunctional electrocatalyst for energy generation through overall water splitting. *Sustainable Materials and Technologies*, *43*, e01246. https://doi.org/10.1016/j.susmat.2025.e01246

Robert, D., Malato, S. (2002). Solar photocatalysis: A clean process for water detoxification. *Science of The Total Environment*, 2*91*(1-3), 85–97. https://doi.org/10.1016/S0048-9697(01)01094-4

Rzaij, J. M., Nawaf, S. O., Ibrahim, A. K. (2022). A review on tin dioxide gas sensor: The role of the metal oxide doping, nanoparticles, and operating temperatures. *World Journal of Advanced Research and Reviews*, *14*(01), 051–062. https://doi.org/10.30574/wjarr.2022.14.1.0288

Samal, S., Mohapatra, B. K., Mukherjee, P. S., Chatterjee, S. K. (2009). Integrated XRD, EPMA and XRF study of ilmenite and titania slag used in pigment production. *Journal of Alloys and Compounds*, *474*, 484–489. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.06.121

Sampath, A. H. J., Wickramasinghe, N. D., de Silva, K. M. N., de Silva, R. M. (2023). Methods of extracting $TiO_2$ and other related compounds from ilmenite. *Minerals*,

*13*(5), 662. https://doi.org/10.3390/min13050662

Shao, S., Yu, J., Love, J. B., Fan, X. (2021). An economic approach to produce iron doped $TiO_2$ nanorods from ilmenite for photocatalytic applications. *Journal of Alloys and Compounds*, *858*, 158388. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158388

Simpraditpan, A., Wirunmongkol, T., Pavasupree, S., Pecharapa, W. (2012). Simple hydrothermal preparation of nanofibers from a natural ilmenite mineral. *Ceramics International*, *39*(3), 2497–2502. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.09.008

Simpraditpan, A., Wirunmongkol, T., Pavasupree, S., Pecharapa, W. (2013). Effect of calcination temperature on structural and photocatalyst properties of nanofibers prepared from low-cost natural ilmenite mineral by simple hydrothermal method. *Materials Research Bulletin*, *48*(9), 3211–3217. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2013.04.083

Sordello, F., Calza, P., Minero, C., Malato, S., Minella, M. (2022). More than one century of history for photocatalysis, from past, present and future perspectives. *Catalysts*, *12*(12), 1572. https://doi.org/10.3390/catal12121572

Song, B., Lv, X., Xu, J., Miao, H., Han, K. (2015). Effect of wet grinding on carbothermic reduction of ilmenite concentrate. *International Journal of Mineral Processing*, *142*, 101–106. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2015.02.014

Spencer, W., Ibana, D., Singh, P., Nikoloski, A. N. (2022). Effect of ilmenite properties on synthetic rutile quality. *Minerals Engineering*, *177*, 107365. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2021.107365

Stojadinović, S., Radić, N., Vasilić, R., Tadić, N. (2022). One-pot plasma electrolytic oxidation synthesis of $TiO_2/Sb_2O_3$ coatings for photocatalysis. *Materials Letters*, *309*, 131404. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.131404

Sun, B., Smirniotis, P. G. (2003). Interaction of anatase and rutile $TiO_2$ particles in aqueous photocatalysis. *Catalysis Today*, *88*(1–2), 49–59. DOI:10.1016/j.cattod.2003.08.006

Sukmara, S., Suyanti, W. A. A., Manaf, A. (2022). Mineral analysis and its extraction process of ilmenite rocks in titanium-rich cumulates from Pandeglang Banten Indonesia. *Journal of Materials Research and Technology*, *17*, 3384–3393. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.02.005

Szaciłowski, K., Macyka, W., Stochel, G. (2006). Synthesis, structure and photoelectrochemical properties of the $TiO_2$–Prussian blue nanocomposite. Journal of Materials Chemistry, *16*(47), 4603-4611. DOI https://doi.org/10.1039/B606402G

Temple, A. K. (1966). Economic Geology. *Economic Geology*, *61*(4), 695–714. https://doi.org/10.2113/gsecongeo.61.4.695

Tran, T.N.L. (2019). Tin dioxide-based photonic glass-ceramics (Doktora tezi, University of Trento). https://doi.org/10.5281/zenodo.3470600

Tripathi, A. M., Mitra, S. (2014). Ecofriendly approach to making graphene–tin/tin oxide nanocomposite electrodes for energy storage. *ChemElectroChem*, *1*(7), 1240–1247. https://doi.org/10.1002/celc.201402042

US Research Nanomaterials, Inc. The Advanced Nanomaterials Provider. https://www.us-nano.com/inc/sdetail/735 (Ziyaret tarihi: 2 Mayıs 2023).

Vasconcelos, L. G., Da Silva, A. F., De Oliveira, H. C., De Lima, B. M., De Moura, C. V. (2024). Visible-light responsive $TiO_2$ nanoparticles synthesized via solvothermal method using oleylamine and tetrabutyl titanate. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, *439*, 114667. https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2024.114667

Vijayan, B., Dimitrijevic, N. M., Rajh, T., Gray, K. (2010). *Effect of calcination temperature on the photocatalytic reduction and oxidation processes of hydrothermally synthesized titania nanotubes*. *The Journal of Physical Chemistry C, 114*(30), 12994–13002. https://doi.org/10.1021/jp104345h

Wang, H., Li, J., Zhang, L. ve Chen, Y. (2023). Visible-light-driven photocatalytic degradation using CuS quantum dot-sensitized $TiO_2$ nanotubes. *Environmental Science and Pollution Research*, *30*(5), 12345-12355.

Yang, L., Hakki, A., Wang, F., Macphee, D. E. (2018). Photocatalyst efficiencies in concrete technology: The effect of photocatalyst placement. *Applied Catalysis B: Environmental*, *222*, 200–208. https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.10.013

Yang, J., Wang, D., Han, H., Li, C. (2018). Roles of cocatalysts in photocatalysis and photoelectrocatalysis. *Accounts of Chemical Research*, *46*(8), 1900–1909.

Yan, H., Wang, X., Yao, M., Yao, X. (2013). Band structure design of semiconductors for enhanced photocatalytic activity: The case of $TiO_2$. *Progress in Natural Science: Materials International*, *23*(4), 402–407. https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2013.06.002

Yousef, L. A. (2015). Upgrading of $TiO_2$ separated from ilmenite mineral, Rosetta, Black Sands of Egypt. *Arab Journal of Nuclear Science and Applications*, *48*(4), 33–43.

Yuan, Z., Du, Y., Meng, Q., Yu, L. (2025). Influence of sodium silicate on the selective dispersion and flotation separation of ilmenite against fine titanaugite in hydrophobic systems. *Applied Surface Science*, *680*, 161348. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2024.161348

Zhai, J., Chen, P., Sun, W., Chen, W., Wan, S. (2020). A review of mineral processing of ilmenite by flotation. *Minerals Engineering*, *154*, 106558.

https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106558

Zhu, S., Wang, D. (2017). Photocatalysis: Basic principles, diverse forms of degradation implementations and emerging scientific opportunities. *Advanced Energy Materials*, *7*, 1700841. https://doi.org/10.1002/aenm.201700841

## KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER

Aksoy, E., **Özler, B. P.,** Hürzat, A., Tabak, Y. (2024). Yumurta Kabuğu/Alümina Esaslı Kitosan İlaveli Biyoseramiklerin Karakterizasyonu. *Journal of Characterization*, *4*(1), 1–9. DOI: 10.29228/JCHAR.74247.

# ÖZGEÇMİŞ

Beril Pınar Özler, lisans eğitimini Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümünde tamamlamıştır. Aynı zamanda Anadolu Üniversitesi Açıköğretim Fakültesi'nde İşletme ön lisans programını tamamlamıştır.

Yüksek lisans eğitimine 2021 yılında Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda başladı. Yüksek lisans tez çalışmasını "$SnO_2$/İlmenit Katalizörünün Hazırlanması ve Fotokatalitik Özelliklerinin İyileştirilmesi" üzerine yürütmekte olup, tez danışmanları Doç. Dr. Meltem Yıldız ve Dr. Yasemin Tabak'tır.

Akademik kariyerine yüksek lisans bursiyeri olarak TÜBİTAK MAM'da yürütülen "Geliştirilmiş biyoaktiviteye sahip fonksiyonel gradyanlı silisyum nitrür geliştirilmesi" başlıklı projede çalışarak başladı. Ayrıca çeşitli bilimsel projelerde görev almış, ulusal ve uluslararası sempozyumlarda alanıyla ilgili sunumlar gerçekleştirmiştir.

Endüstriyel deneyimleri arasında; Sam Pazarlama'da proje bazlı Ar-Ge mühendisi olarak görev almış, üretim prosedürlerinin oluşturulması ve test süreçlerinin planlanması gibi sorumluluklar üstlenmiştir. Nil Sınai ve Tıbbi Gazlar A.Ş.'te üretim mühendisi olarak çalışmış; anestezi ($N_2O$) ve asetilen gazlarının üretim süreçlerini yönetmiş, ayrıca çeşitli kalite belgelerinin alınmasında aktif rol oynamıştır.

Kendisi ISO 9001, ISO 14001, GMP ve ilk yardım gibi çeşitli alanlarda sertifikalara sahiptir. İngilizce bilmektedir. Aspen Plus, MATLAB, Autocad ve Microsoft Office programlarını etkin şekilde kullanabilmektedir.