



**SBA-16 DESTEKLİ NANOKOMPOZİTLERİN
KARAKTERİZASYONU VE
FOTOKATALİTİK UYGULAMALARA
YÖNELİK DEĞERLENDİRİLMESİ**

Yüksek Lisans Tezi

Rashıda Babeker Mohammed ADAM

Eskişehir 2025

**SBA-16 DESTEKLİ NANOKOMPOZİTLERİN KARAKTERİZASYONU VE
FOTOKATALİTİK UYGULAMALARA YÖNELİK DEĞERLENDİRİLMESİ**

Rashıda Babeker Mohammed ADAM

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimyasal Teknolojiler Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Elif AKBAY

Eskişehir

Eskişehir Teknik Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Ağustos 2025

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Rashıda Babeker Mohammed ADAM'ın SBA-16 DESTEKLİ NANOKOMPOZİTLERİN KARAKTERİZASYONU VE FOTOKATALİTİK UYGULAMALARA YÖNELİK DEĞERLENDİRİLMESİ başlıklı çalışması 18/08/2025 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek “Eskişehir Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği”nin ilgili maddeleri uyarınca, Kimya Mühendisliği Anabilim dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Unvan Adı Soyadı

İmza

Üye

: Prof. Dr. Elif AKBAY

Üye

: Prof. Dr. Hande ÇELEBİ

Üye

: Dr. Öğr. Üyesi Seda HOŞGÜN

Prof. Dr. Harun BÖCÜK

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

18/08/2025

DANIřMAN ONAYI

Daniřmanlıđını yrttđm YKSEK LİSANS đrencisi Rashıda Babeker Mohammed ADAM, SBA-16 DESTEKLİ NANOKOMPOZİTLERİN KARAKTERİZASYONU VE FOTOKATALİTİK UYGULAMALARA YNELİK DEđERLENDİRİLMESİ bařlıklı tez alıřmasını tamamlamıřtır. Hazırlamıř olduđu tez tarafımca incelenmiř ve đrencinin tez savunma sınavına alınması bilimsel ve etik aıdan uygun grlmřtr.

Tez Daniřmanı

Prof. Dr. Elif AKBAY

ÖZET

SBA-16 DESTEKLİ NANOKOMPOZİTLERİN KARAKTERİZASYONU VE FOTOKATALİTİK UYGULAMALARA YÖNELİK DEĞERLENDİRİLMESİ

Rashida Babeker Mohammed ADAM

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimyasal Teknolojiler Bilim Dalı

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Ağustos 2025

Danışman: Prof. Dr. Elif AKBAY

Atıksulardan sentetik boyaların giderimi, bu kirleticilerin yüksek derecede kalıcı. Fotokataliz, sürdürülebilir ve enerji verimli bir çözüm sunmakta olup, pratik uygulamalar için kararlı ve yüksek performanslı katalizörlerin geliştirilmesi kritik öneme sahiptir. Bu amaçla, bu çalışmada $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ nanokompozitlerinin UV-A ışığı altında metilen mavisi (MB) bozunumu için sentezi, karakterizasyonu ve fotokatalitik performansı incelenmektedir. SBA-16 mezogözenekli silika, Fe_3O_4 ile fonksiyonelleştirilmiş ve ardından farklı MoO_3 oranlarıyla (%10–30) yüklenmiştir. Fotokatalitik performans, doğal pH koşullarında düşük ışık gücüne sahip 32 W UV-A lambası altında değerlendirilmiştir. Sentezlenen katalizörler arasında, %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompoziti, 120 dk içinde %94,40 gibi yüksek bir fotokatalitik bozunma performansı sergilemiştir. Merkezi kompozit tasarım (CCD) tabanlı yanıt yüzeyi metodolojisi (RSM) kullanılarak yapılan proses optimizasyonu, en etkili parametrenin, reaksiyon süresi (60–180 dk) olduğunu, bunu katalizör dozu (25–75 mg) ve boya konsantrasyonunun (10–20 ppm) izlediğini ortaya koymuştur. RSM, yapay sinir ağları (ANN) ve adaptif nöro-bulanık çıkarım sistemi (ANFIS) ile yapılan tahminsel modelleme, en yüksek doğruluğun ANFIS ile elde edildiğini göstermiştir ($R^2 = 0,992$, $\text{MAE} = 0,240$). Kinetik analiz, yalancı birinci dereceden davranışı doğrulamış ve katalizör, art arda altı döngü sonrasında başlangıç fotokatalitik verimini %90'ın üzerinde koruyarak yüksek etkinliğini sürdürmüştür (ilk döngüde %94,40'ten altıncı döngüde %94,09'a düşüş). Bu sonuçlar, $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ 'yı sürdürülebilir atıksu arıtım uygulamaları için umut verici, kararlı ve tekrar kullanılabilir bir fotokatalizör olarak öne çıktığını göstermektedir.

Anahtar Sözcükler: Fotokatalitik boya giderimi, Yanıt yüzeyi metodolojisi, Yapay sinir ağları, Adaptif nöro-bulanık çıkarım sistemi, $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$.

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF SBA-16 SUPPORTED NANOCOMPOSITES AND THEIR EVALUATION FOR PHOTOCATALYTIC APPLICATIONS

Rashida Babeker Mohammed ADAM

Department of Chemical Engineering

Programme in Chemical Technologies

Eskişehir Technical University, Institute of Graduate Programs, August 2025

Supervisor: Prof. Dr. Elif AKBAY

The removal of synthetic dyes from wastewater is a pressing environmental challenge, as these pollutants are highly persistent, toxic and resistant to conventional treatment methods. Photocatalysis offers a sustainable, energy-efficient solution and the development of stable, high-performance catalysts is critical for practical applications. To this aim, this study reports the synthesis, characterization and photocatalytic performance of $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ nanocomposites for methylene blue (MB) degradation under UV-A irradiation. SBA-16 mesoporous silica was functionalized with Fe_3O_4 and subsequently impregnated with varying MoO_3 loadings (10–30 wt%). Comprehensive characterization (XRD, FTIR, SEM, BET, UV-Vis DRS) confirmed the successful integration of Fe_3O_4 and MoO_3 , resulting in enhanced textural properties, light absorption and suppressed charge carrier recombination. Photocatalytic performance was evaluated under a low-power 32 W UV-A lamp at natural pH. Among synthesized catalysts, the 20% $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ composite achieved 94.40% photocatalytic degradation in 120 minutes. Process optimization using central composite design (CCD)-based response surface methodology (RSM) identified reaction time (60–180 min) as the most influential parameter, followed by catalyst dosage (25–75 mg) and dye concentration (10–20 ppm). Predictive modeling with RSM, artificial neural networks (ANN) and adaptive neuro-fuzzy inference system (ANFIS) revealed ANFIS as the most accurate ($R^2 = 0.992$, $\text{MAE} = 0.240$). Kinetic analysis confirmed pseudo-first-order behavior, and the catalyst maintained high efficiency over multiple cycles, retaining over 90% of its initial PE% after six consecutive runs (declining from 94.40% in the first cycle to 94.09% in the sixth). These results highlight $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ as a promising, stable and reusable photocatalyst for sustainable wastewater treatment applications.

Keywords: Photocatalytic dye degradation, Response surface methodology, Artificial neural networks, Adaptive neuro-fuzzy inference system, $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının her aşamasında akademik desteği ile bana yol gösteren Prof. Dr. Elif AKBAY'a en içten teşekkürlerimi sunarım. Bilgi birikimi ve teşvik edici yaklaşımı, tezimin bilimsel niteliğini önemli ölçüde artırmıştır. Ayrıca, deneysel ve analitik süreçlerdeki katkıları, teknik desteği ve yardımları için Araştırma Görevlisi Alattin ÇAKAN'a samimi teşekkürlerimi iletirim. Karakterizasyon çalışmalarında bana laboratuvar imkânlarını sunan ve analiz süreçlerini gerçekleştirme olanağı sağlayan Eskişehir Teknik Üniversitesi Seramik Araştırma Merkezi'ne şükranlarımı sunarım. Son olarak, bana her zaman moral ve motivasyon kaynağı olan, destekleriyle yanımda bulunan sevgili ağabeyim Al-Tayeb Babiker'e gönülden teşekkür ederim.

Rashıda Babeker Mohammed ADAM

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Eskişehir Teknik Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programı”yla tarandığını ve hiçbir şekilde “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Rashida Babeker Mohammed ADAM

İÇİNDEKİLER

Sayfa

BAŞLIK SAYFASI	I
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI.....	II
DANIŞMAN ONAYI	III
ÖZET	IV
ABSTRACT.....	V
TEŞEKKÜR	VI
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ.....	VII
İÇİNDEKİLER.....	VIII
TABLolar DİZİNİ.....	XII
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XIII
GÖRSELLER DİZİNİ	XV
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	XVI
1. GİRİŞ.....	1
2. ENDÜSTRİYEL ATIKSULAR.....	3
3. TEKSTİL ENDÜSTRİSİ	4
3.1. Tekstil Atıksuları.....	4
3.2. Tekstil Endüstrisi Prosesleri	5
3.2.1. Elyaf üretimi	5
3.2.2. İplik oluşumu	5
3.2.3. Kumaş oluşumu	6
3.2.4. Islak işleme.....	6
3.2.4.1. Boyutlandırma ve haşıl sökme	6
3.2.4.2. Ağartma.....	6
3.2.4.3. Merserizasyon	7
3.2.4.4. Boyama ve baskı	7
3.2.4.5. Bitirme.....	7

3.2.5. Kalite kontrol.....	7
3.3. Tekstil Endüstrisi İçin Bazı Kirletici Parametreler	7
4. BOYAR MADDE	9
4.1. Boyar Maddelerin Sınıflandırılması.....	9
5. KATALİZÖRLER.....	10
5.1. Katalizörlerin Özellikleri	10
5.1.1. Aktivite	10
5.1.2. Seçicilik.....	10
5.1.3. Kararlılık.....	11
5.2. Katalizör Deaktivasyonu	11
5.3. Katalizör Karakterizasyon Metotları.....	12
5.4. Katalizörlerin Sınıflandırılması.....	13
5.4.1. Homojen katalizörler	14
5.4.2. Heterojen katalizörler	14
5.4.3. Biyokatalizörler	14
5.4.4. Elektrokatalizörler	14
5.4.5. Fotokatalizörler	14
5.4.6. Faz geçiş katalizörleri	15
5.4.7. Lewis Asit Katalizörleri	15
5.4.8. Supramoleküler katalizörler	15
6. FOTOKATALİZÖRLER	16
6.1. Yarı İletkenlik ve Bant Teorisi	16
6.2. Fotokatalitik Aktiviteyi Etkileyen Faktörler	17
6.2.1. Işık yoğunluğu ve dalga boyu	17
6.2.2. Fotokatalizör miktarı	17
6.2.3. pH.....	17
6.2.4. Kirletici konsantrasyonu	18
6.2.5. Sıcaklık	18
7. MEZOPOR MALZEMELER VE SBA-16.....	19
7.1. Gözenekli Malzemelerin Özellikleri	21
7.1.1. Gözenek yapısı ve şekli.....	22

7.1.2. Yüzey alanı ve gözeneklilik.....	22
7.1.3. Termal ve kimyasal stabilite.....	22
7.1.4. Mekanik dayanım.....	23
7.1.5. Geçirgenlik ve taşıma özellikleri.....	23
7.1.6. Adsorpsiyon kapasitesi ve seçicilik	23
7.2. Gözenekli Malzemelerin Sınıflandırılması	23
7.2.1. Gözenek boyutuna göre sınıflandırma	23
7.2.2. Bileşime göre sınıflandırma	24
7.2.3. Gözeneklerin yapısal düzenine göre sınıflandırma	25
7.2.4. Kökene göre sınıflandırma	25
7.2.5. Fonksiyona göre sınıflandırma.....	25
7.3. SBA-16 (Santa Barbara Amorphous-16)	26
8. (MoO ₃) ÖZELLİKLERİ VE FOTOKATALİTİK UYGULAMALARI.....	27
9. MANYETİK NANOMALZEMELER VE Fe ₃ O ₄	28
10. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	29
11. MATERYAL VE YÖNTEM.....	32
11.1. Kullanılan Kimyasallar ve Ekipmanlar	32
11.1.1. Kullanılan kimyasallar.....	32
11.1.2. Kullanılan ekipmanlar	33
11.2. Katalizörlerin Sentezi	34
11.2.1. SBA-16 sentezi	34
11.2.2. MoO ₃ sentezi	34
11.2.3. Fe ₃ O ₄ ve Fe ₃ O ₄ @SBA-16'nın Sentezi	34
11.2.4. MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 Sentezi.....	35
11.3. Karakterizasyon Çalışmaları.....	35
11.3.1. X ışını desenleri (XRD)	35
11.3.2. Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektroskopisi (FT-IR)	35
11.3.3. Taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılım spektrometresi (SEM/EDS)	35
11.3.4. UV-Vis DRS difüz reflaktans spektroskopisi (DRS).....	36
11.3.5. N ₂ adsorpsiyon/desorpsiyonu	36

12. FOTOKATALİTİK AKTİVİTE TESTLERİ	37
13. DENEY TASARIMI VE VERİ ANALİZİ	39
13.1. RSM-CCD	39
13.2. ANN	40
13.3. ANFIS.....	41
13.4. RSM-CCD, ANN ve ANFİS Performansının Karşılaştırılması.....	42
14. KATALİZÖRÜN YENİDEN KULLANILABİLİRLİĞİ VE STABİLİTE ÇALIŞMALARI.....	44
15. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	45
15.1. Karakterizasyon Sonuçları.....	45
15.1.1. X-Işını kırınım (XRD) analiz sonuçları	45
15.1.2. Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektroskopisi (FT-IR/ATR).....	46
15.1.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analiz sonuçları.....	47
15.1.4. UV-Vis Difüz Reflektans Spektroskopisi (DRS) Analiz Sonuçları.....	49
15.1.5. N ₂ Adsorpsiyon/Desorpsiyon Analiz Sonuçları.....	52
16. FOTOKATALİTİK AKTİVİTE SONUÇLARI	56
16.1. Deneysel Sonuçlar	56
16.2. Geliştirilen RSM-CCD Modelinin Analizi	59
16.3. RSM ile Deneysel Parametrelerin Etkileşimi	63
16.4. ANN ile Optimizasyon Sonuçları.....	67
16.5. Geliştirilen Modellerin Performans Kıyaslanması	68
16.6. Yeniden Kullanılabilirlik Testi	70
16.7. Adsorpsiyon Performansı.....	71
16.8. Aktif Türlerin Tutulması ve Bozunma Mekanizmaları	74
16.9. %20 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 Performansının Literatür Çalışmalarıyla Karşılaştırılması.....	77
17. SONUÇLAR.....	81
KAYNAKÇA.....	83
ÖZGEÇMİŞ	

TABLÖLER DİZİNİ

Sayfa

Tablo 5.1. Karakterizasyon Teknikleri.....	13
Tablo 10.1. Numunelerin yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu.....	29
Tablo 11.1. Deneyisel çalışmalarda kullanılan kimyasallar.....	32
Tablo 11.2. Deneyisel çalışmalarda kullanılan ekipmanlar	33
Tablo 13.1. Fotokatalitik bozunma için RSM-CCD’de kullanılan bağımsız değişkenlerin deneyisel aralıkları ve kodlanmış seviyeleri.....	39
Tablo 15.1. SBA-16, MoO ₃ , Fe ₃ O ₄ , Fe ₃ O ₄ @SBA-16 ve farklı MoO ₃ yükleme oranlarına sahip MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 katalizörlerinin yüzey özellikleri.	52
Tablo 16.1. RSM, ANN ve ANFIS modelleri tarafından tahmin edilen değerler ile deneyisel çalışmalar	61
Tablo 16.2. RSM modeli için ANOVA: Fotokatalitik Verimlilik (PE%).....	62
Tablo 16.3. PE% tahmini için RSM, ANN ve ANFIS model değerlendirme ölçütleri.	68
Tablo 16.4. %20 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 katalizörünün, bildirilen diğer SBA-15 ve SBA-16 bazlı katalizörlerle karşılaştırılması.	78
Tablo 16.5. (Devam)%20 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 katalizörünün, bildirilen diğer SBA-15 ve SBA-16 bazlı katalizörlerle karşılaştırılması.	79

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 5.1. Katalizörlerin Sınıflandırılması.....	13
Şekil 7.1. Gözenekli malzemelerin IUPAC sınıflandırması.....	24
Şekil 12.1. Fotokatalitik testleri yürütmek için deney düzeneğinin ve prosedür adımlarının şematik.....	38
Şekil 13.1. Önerilen ANFIS mimarisi, giriş parametreleri olan reaksiyon süresi, boya konsantrasyonu ve katalizör dozajı için üçer üyelik fonksiyonuna (MF = 3, 3, 3) sahip olup, çıkış parametresi	42
Şekil 15.1. a) SBA-16, MoO ₃ ve Fe ₃ O ₄ ile b) Fe ₃ O ₄ @SBA-16, %10 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16, %20 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 ve %30 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 katalizörlerine ait XRD desenleri.....	45
Şekil 15.2. a) SBA-16, MoO ₃ ve Fe ₃ O ₄ , b) Fe ₃ O ₄ @SBA-16, %10 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16, %20	46
Şekil 15.3. a) SBA-16, b) Fe ₃ O ₄ , c) MoO ₃ , d) %10 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16, e) %20 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 ve f) %30 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16'nın SEM görüntüleri.....	48
Şekil 15.4. MoO ₃ , Fe ₃ O ₄ , Fe ₃ O ₄ @SBA-16 ve farklı MoO ₃ yükleme oranlarına sahip MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-	50
Şekil 15.5. SBA-16, MoO ₃ , Fe ₃ O ₄ , Fe ₃ O ₄ @SBA-16 ve farklı MoO ₃ yükleme oranlarına sahip MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 katalizörlerine ait Kubelka- Munk fonksiyon dönüşüm grafikleri.	51
Şekil 15.6. SBA-16, MoO ₃ , Fe ₃ O ₄ , Fe ₃ O ₄ @SBA-16 ve farklı MoO ₃ yükleme oranlarına sahip MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 katalizörlerinin N ₂ adsorpsiyon-desorpsiyon izotermeleri.	54
Şekil 16.1. a) SBA-16, MoO ₃ , Fe ₃ O ₄ , Fe ₃ O ₄ @SBA-16 ve farklı MoO ₃ yükleme oranlarına sahip MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 katalizörlerinin fotokatalitik performansları, b) MB'nin bozunma	57
Şekil 16.2. PE% üzerine ikili etkinin incelendiği 3 boyutlu yanıt yüzeyi ve 2 boyutlu kontur grafikleri a).....	64
Şekil 16.3. %20 MoO ₃ @Fe ₃ O ₄ @SBA-16 fotokatalizörünün fotokatalitik performansını tahmin etmek için geliştirilen ANN modelinin eğitim, doğrulama, test ve genel veri kümelerine ait regresyon	67

Şekil 16.4. PE% tahmininde RSM, ANN ve ANFIS modellerine ait parite grafikleri ve karşılaştırmalı	69
Şekil 16.5. %20 $\text{MoO}_3@ \text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SBA-16}$ 'nın altı ardışık döngüde MB bozunmasındaki PE% değeri.	71
Şekil 16.6. a) SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SBA-16}$ ve $\text{MoO}_3@ \text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SBA-16}$ kompozitleri yüzeyinde.....	73
Şekil 16.7. $\text{MoO}_3@ \text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SBA-16}$ ile MB'nin fotokatalitik bozunmasında farklı yakalayıcı maddelerin	75
Şekil 16.8. $\text{MoO}_3@ \text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SBA-16}$ katalizörünün UV-A ışığı altında reaksiyon mekanizmasını gösteren.....	76



GÖRSELLER DİZİNİ

Sayfa

- Görsel 7.1.** Doğal olarak oluşan gözenekli malzemelere örnekler: limonlar, kar taneleri, deniz süngerleri, mercan resifleri, yumurta kabukları (Voort 2019). 20
- Görsel 7.2.** Sentetik gözenekli malzemeler, hepsi insanoğlu tarafından yapılmıştır: Beton yol, kağıt, giysi kumaşı, tebeşir, seramik, kek, ekmek, çömlek, tuğla ve temizlik için yapay süngerler (Voort 2019)..... 21



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
BET	: Branauer Emmet Teller Teorisi
DFT	: Yoğunluk Fonksiyonel Teorisi
ETEM	: Çevresel İletim Elektron Mikroskobu
FESEM	: Alan Emisyon Tarama Elektron Mikroskobu
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
HRTEM	: Yüksek Çözünürlüklü Transmisyon Elektron Mikroskopisi
ICP-MS	: Endüktif Olarak Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrometresi
IUPAC	: Uluslararası Saf ve Uygulamalı Kimya Birliği
MCM-41	: Mobil Maddeler Bileşimi No:41
MOF	: Metal Organik Çerçeve
SAXD	: Küçük Açılmış Işınım Kırınımı
SBA	: Santa Barbara Amorphous
SEM/TEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SPM	: Tarama Sonrası Mikroskobu
TGA	: Termogravimetrik Analiz
TGA-DTA	: Termogravimetri Diferansiyel Termal Analiz
TPD	: Termal Olarak Programlanma Desorpsiyon
TPO	: Oksidasyon
TPR	: Redüksiyon
XPD	: X Işınları Fotoelektron Spektroskopisi
XRD	: X Işınları Difraktometresi
VSM	: Titreşimli Numune Manyetometresi

1. GİRİŞ

Tekstil endüstrisi, küresel olarak endüstriyel kirliliğe en çok sebep olan sektörlerden biridir. Bunun nedeni, yüksek su tüketimi ve çeşitli işleme aşamalarında sentetik boyalar, yüzey aktif maddeler ve diğer kimyasal reaktiflerin aşırı kullanımıdır. Boyama, yıkama ve terbiye işlemlerinden kaynaklanan sıvı atıklar, çoğu toksik ve çevre güvenliği açısından yıkıcı olan biyolojik olarak parçalanamayan organik bileşikler, ağır metaller ve renklendiricilerden oluşmaktadır. Arıtılmamış veya yetersiz arıtılmış tekstil atık sularının, su ekosistemlerine deşarjı bitki örtüsünü ve besin zincirini bozmakta, içme suyu kaynaklarının ve tarım arazilerinin kirlenmesi yoluyla insan sağlığını doğrudan etkilemektedir (Yaseen ve Scholz 2019). Bu soruna kimyasal, fiziksel veya biyolojik çözümler bulmak için çok sayıda çalışma ve araştırma yapılmıştır (Robinson vd., 2001).

Koagülasyon, sedimantasyon, biyolojik arıtma ve aktif karbon adsorpsiyonu gibi geleneksel atık su arıtma yöntemlerinin, biyolojik olarak parçalanabilirliği düşük olan bu kalıcı organik kirleticilerin parçalanması için yetersiz olduğu çalışmalarda ispatlanmıştır. İleri oksidasyon süreçleri, özellikle yarı iletken tabanlı fotokataliz, organik kirleticileri tamamen mineralize etme ve hafif çalışma koşulları altında karbondioksit ve su gibi zararsız son ürünlere dönüştürme yetenekleri nedeniyle büyük ilgi görmüştür (Forgacs vd., 2004).

UV-katalizli fotodegradasyon, özellikle verimli, yeniden kullanılabilir ve kararlı katalizörler kullanıldığında, geleneksel fotokatalizörlere çevre dostu ve uygun maliyetli bir alternatiftir.

Zayıf ışık emilimi, zayıf yük ayırma verimliliği ve geri kazanım zorlukları gibi tek bileşenli fotokatalizörlerle ilişkili zorluklar nedeniyle, birden fazla fonksiyonel bileşeni içeren kompozit malzemeler yaygın olarak araştırılmıştır (Ahmed vd., 2011).

Bu tezde, mezogözenekli SBA-16 silika Fe_3O_4 ve MoO_3 ile entegre edilerek her bir bileşenin yapısal avantajlarından yararlanan hibrit bir sistem oluşturmak üzere yeni bir fotokatalizör tasarlanmıştır. SBA-16 yüksek yüzey alanı, homojen gözenekli yapısı ve mükemmel termal kararlılığı sayesinde aktif bölgelerin dağıtılması için ideal bir destektir. Manyetik bir demir oksit olan Fe_3O_4 de manyetik ayırmayı kolaylaştırmak ve ek redoks aktivitesi eklemek için kullanılmıştır. Bu arada, görünür ışığa duyarlı bir yarı iletken olan MoO_3 , uygun bant aralığı ve elektron hareketliliği sayesinde güneş ışığı altında fotokatalitik performansı iyileştirmek için önerilmiştir. Bu üç bileşenin kombinasyonu, çevresel sürdürülebilirliği korurken fotokatalitik verimliliği artıran bütünsel bir etki

yaratmayı amaçlamaktadır. Bu $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{MoO}_3/\text{SBA-16}$ kompozit fotokatalizörün geliştirilmesi, özellikle tekstil sektörünün çevreye zararlarının ele alınmasına odaklanarak, endüstriyel atık su arıtımı için yeşil, geri dönüştürülebilir ve son derece etkili malzemeler üretmeye yönelik daha geniş bilimsel çabalara katkıda bulunmaktadır.



2. ENDÜSTRİYEL ATIKSULAR

Endüstriyel atık su, endüstriyel faaliyetler sonucu oluşan su olup, ağır metaller, organik bileşikler, besin maddeleri ve askıda katı maddeler gibi çeşitli kirleticiler içerir. Atıklar, üretildiği endüstriyel sektöre göre farklılık göstermektedir. Kimyasal sektörün atıkları, metal işleme sektörünün, tekstil sektörünün veya gıda sektörünün atıklarından farklıdır. Endüstriyel atık suların arıtılması çevre kirliliğinin önlenmesi ve toplum sağlığının korunması açısından hayati ve gereklidir (H. David Stensel 2003).

Endüstriyel atık sular genellikle ağır metaller, organik bileşikler, askıda maddeler ve kurşun, cıva, kadmiyum ve krom gibi toksik ağır metaller içerir. Bu ağır metallerin çevrede birikme potansiyeli yüksektir. Organik bileşikler; çözücüler, pestisitler ve hidrokarbonlar gibi toksik ve kanserojen olabilen maddelerdir. Besin öğeleri arasında azot ve fosfor gibi maddeler bulunur. Askıda katı maddeler, sudaki oksijen seviyesini azaltan ve su yaşamına zarar veren maddelerdir (Oladimeji vd., 2024).

Endüstriyel atık suların arıtımı için fiziksel arıtma (elek, çöktürme ve filtrasyon) gibi farklı yöntemler mevcuttur. Kimyasal arıtma; koagülasyon, aglomerasyon, nötralizasyon ve oksidasyon proseslerini kapsamaktadır. Biyolojik arıtma; mikroorganizmalar kullanılarak organik maddelerin parçalanması için aktif çamur ve anaerobik sindirim proseslerini içerir. Son olarak ileri oksidasyon, absorpsiyon ve membran filtrasyon proseslerini içeren ileri arıtma yöntemleri de mevcuttur.

Endüstriyel atık suların çevresel ve sağlık etkileri, yerüstü ve yeraltı sularının kirlenmesine, toprak kirliliğine sebep olması ve besin zincirine giren bitkilerin büyümesini olumsuz etkilemesi nedeniyle önemli bir sorundur. Bu durum kanser, nörolojik bozukluklar ve üreme sorunları gibi bir dizi sağlık sorununa yol açabilir (Apollon vd., 2024).

3. TEKSTİL ENDÜSTRİSİ

Tekstil, günlük yaşamın vazgeçilmez bir parçasıdır ve birçok ülkenin ekonomisi buna bağlıdır. Tekstil sektörü diğer sektörlerle karşılaştırıldığında çevre kirliliğine büyük katkıda bulunmakta ve çeşitli çevre sorunlarına (su kirliliği, atık oluşumu, hava kirliliği) sebep olmaktadır. Tekstil sektörünün oluşturduğu riskleri azaltmak amacıyla çevre gruplarından, tekstil sektöründeki üretim süreçlerine sürdürülebilirlik ilkelerinin entegre edilmesi yönünde çalışmalar devam etmektedir. Tekstil sektörünün gerekli performans seviyesine ulaşabilmesi için dünyada araştırma ve inovasyona yönelik artan bir eğilim vardır (Desore ve Narula 2018).

3.1. Tekstil Atıksuları

Tekstil sektörü, önemli miktarda endüstriyel atık su üreten sektörlerden biridir. Bu konu, katı atık yönetimi ve kaynak israfı gibi diğer ikincil sorunlarla birlikte, tekstil sektörünün büyümesinin önündeki önemli bir çevresel engel olarak değerlendirilmektedir. Tekstil sektöründe sentetik boyalar kullanılmakta ve kumaşlar tarafından bu boyaların emiliminin zayıf olması nedeniyle yüksek oranda boya içeren büyük miktarda endüstriyel atık sular deşarj edilmektedir. Sentetik boyalar içeren endüstriyel atık sular bitkilerin fotosentez işlevini olumsuz etkilemektedir. Işık geçirgenliğinin ve oksijen tüketiminin azalması nedeniyle su canlıları da olumsuz etkilenmektedir. Deniz canlılarının bazı türleri için ölümcül de olabilir. Bu nedenle, endüstriyel atık suların deşarj edilmeden önce arıtılarak olası çevresel risklerin azaltılması gerekmektedir. Tekstil atık sularının arıtımında farklı arıtma yöntemleri bulunmakta olup, bu soruna yönelik çok sayıda çalışma ve araştırma yürütülmektedir (Holkar vd., 2016).

Tekstil sektöründen kaynaklanan endüstriyel atık suların arıtımında karşılaşılan zorluklar; boyaların karmaşık yapısı, yüksek tuzluluk oranı, maliyet ve sürdürülebilirlik gibi faktörlerdir. Tekstil atık sularına ilişkin düzenleyici standartlar çerçevesi küresel düzeyde, Dünya Sağlık Örgütü'nde ve yerel düzenlemelerde mevcuttur.

Tekstil atıksu arıtımında kullanılan yöntemlerin fiziksel, kimyasal ve biyolojik olarak sınıflandırılması yapılmaktadır. Fiziksel arıtma yöntemleri arasında eleme ve filtrasyon yer alır. Kimyasal arıtma yöntemleri koagülasyon, aglomerasyon, oksidasyon ve nötralizasyon gibi işlemlerden oluşmaktadır. Biyolojik arıtma yöntemleri; aerobik arıtma, anaerobik arıtma ve kombine sistemlerdir. İleri arıtma yöntemleri arasında membran teknolojileri ve elektrokimyasal yöntemler yer almaktadır.

Tekstil endüstrisinden kaynaklanan endüstriyel atık su sorunu yalnızca çevresel bir sorun olmayıp aynı zamanda etkili bir arıtma gerektiren ekonomik bir sorundur ve fiziksel, kimyasal ve biyolojik yöntemler kombinasyonunu gerektirir. Üretimde sürdürülebilirliği destekleyen bilimsel araştırmalara ve çalışmalara her zaman ihtiyacımız olacaktır (Forgacs vd., 2004; Desai 2020).

3.2. Tekstil Endüstrisi Prosesleri

Tekstil endüstrisi, ham elyafların nihai tekstil ürünlerine dönüştürülmesi hedefine ulaşmak için belirli teknik ve teknolojilere dayanan aşamalardan oluşan karmaşık bir süreçtir. Tekstil endüstrileri de kuru ve ıslak kumaş endüstrisi olmak üzere iki gruba ayrılabilir. Katı atıklar kuru kumaş endüstrisinde üretilirken sıvı atıklar ıslak kumaş endüstrilerinde üretilir (Holkar vd., 2016). İlgili süreçler aşağıdaki gibi düzenlenebilecek birkaç temel aşamaya ayrılabilir:

3.2.1. Elyaf üretimi

Lifler; kimyasal ve fiziksel yapılarına göre, çekme mukavemeti, elastikiyet, nem emilimi gibi özelliklerine göre olmak üzere üçe ayrılır.

- Doğal lifler: Bunlar bitkiler (pamuk ve keten) veya hayvanlar (yün ve ipek) gibi doğal kaynaklardan elde edilen liflerdir. Toplanır, temizlenir ve sıkılmaya hazır hale getirilir.
- Sentetik lifler: Bunlar petrokimyasallardan polimerizasyon gibi işlemlerle üretilirler (örneğin; polyester ve naylon). Bu sentetik lifler preslenerek iplik haline getirilir.
- Yenilenebilir elyaflar: Tüketici öncesi atıkların geri dönüştürülmesiyle elde edilir. Doğal polimerlerden (viskon ve liyosel gibi) kimyasal işlemle elde edilirler (Hearle 2001).

3.2.2. İplik oluşumu

- Eğirme: Lifler bir araya getirilerek iplik oluşturulur. Bu proses, açık devre eğirme, halka eğirme ve hava jetli eğirme gibi farklı teknikleri içerir.
- Desenlendirme: Sentetik ipliklerin boyut ve elastikiyet gibi genel özelliklerini değiştirmek için kullanılan bir tekniktir (Lawrence 2010).

3.2.3. Kumaş oluşumu

- Dokuma: Çözü ve atk ipliklerinin bir tezgahda birbirine dokunarak dokunmuş kumaşlar üretme işlemidir. Bilinen kumaş çeşitleri düz dokuma, dimi dokuma ve saten dokumadır.
- Örme: Burada iplikler birbirine dokunarak, dokuma kumaşlara göre daha fazla esnekliğe sahip örme kumaşlar üretilir (Hearle 2001).

3.2.4. Islak işleme

Büyük miktarda enerji, kimyasal ve su kullanımını içeren bir adımdır. Ön işlem veya hazırlık, renklendirme (boyama ve baskı) ve bitirme adımlarını içerir.

3.2.4.1. Boyutlandırma ve haşıl sökme

Tekstil endüstrisindeki en önemli ıslak işlemlerden ikisi olan boyama ve baskı, kumaş yüzeyindeki haşıl maddelerinin varlığından etkilenir. Nişasta bazlı haşıl maddeleri, boya moleküllerinin liflere difüzyonunu önleyerek boyama verimliliğini düşürür, bu nedenle haşıl maddelerinin boyama ve baskı işlemlerinden önce etkili bir şekilde giderilmesi gerekir. Haşıl giderme işlemi; enzimatik bozunma, seyreltik mineral asitler kullanılarak kimyasal bozunma veya oksidatif işlemler yoluyla yapılır.

Tekstil endüstrisinden kaynaklanan endüstriyel atık sulara baktığımızda, ekosistemin dengesini tehdit eden yüksek biyolojik oksijen ihtiyacı (BOİ) değerleri (300-450 ppm) ve düşük pH (yaklaşık 4-5) seviyelerindedir. Bu sorunu çözmek için, hidrojen peroksit kullanarak nişastayı karbondioksit (CO₂) ve suya (H₂O) ayrıştırmak yerine, ayrıştırılan nişastadan damıtma yoluyla etanol geri kazanılabilir.

3.2.4.2. Ağartma

Kumaştaki doğal renk maddesi, kumaşın renginden sorumludur, kumaşa kremsi bir görünüm kazandırır. Parlak tonların üretilmesine olanak tanıyan beyaz bir kumaş elde etmek için ağartma işlemi ile kumaştan doğal renk maddesinin ayrılması işlemidir. Önceden ağartma maddesi olarak hipoklorit kullanılıyorken günümüzde hipoklorit yerine H₂O₂ ve perasetik asit gibi başka bir ağartma maddesi kullanılmaktadır. Perasetik asit çevresel olarak Hipoklorit ağartma maddesine en yakın alternatiftir. Daha yüksek parlaklık işlenmiş kumaşta daha az iplik tahribatı ile birlikte perasetik asit gerektirir.

3.2.4.3. Merserizasyon

Pamuklu kumaşların merserizasyonu, ağartma işleminden sonra parlaklık verir ve boya alımını arttırır. Temel olarak, yüksek konsantrasyonlu pamuklu kumaş (ağırlıkça yaklaşık %18-24) sodyum hidroksitten geçer. NaOH çözeltisinde emdirme sırasında uzunlamasına olan büzülme NaOH çözeltisinin uzatılmasıyla veya kumaşı gerilim altında tutarak önlenabilir. Fazla kostik pamuklu kumaşı tutarken 1-3 dakika sonra kumaş yıkanır. Ardından malzeme, tercih edilen parlaklık özelliklerini kazanır, boya alımı kolaylaşır ve emiciliği artar. Membran teknikleri veya çok etkili buharlaştırıcılar ile yıkama suyunda hidroksit, sodyumu geri kazanmak için kullanılabilir.

3.2.4.4. Boyama ve baskı

Boyama, kumaş veya ipliğin boya ile muamele edilerek renklendirilir. Boyalarda bulunan amin, karboksil, sülfonat ve hidroksil renkten sorumludur. Azo ve antraknon en önemli gruplardır. Bu kromoforlar ayrıca tekstilde kabul edilemez renk veren kirlenmeye neden olur. Baskı sürecinde yer alan önemli reaksiyonlar benzer boyama işlemindekilere göre daha azdır. Boyamada boya çözelti halinde uygulanırken, baskıda boya yayılmasını önlemek için kalın bir macun halinde uygulanır. Baskı atığı da boyama atığına benzer atık bileşenler içerir.

3.2.4.5. Bitirme

Burada, kumaşlar çeşitli terbiye işlemlerine tabi tutulur. Terbiye işlemi, kumaşın belirli özelliklerini geliştirmek için kullanılır. Yumuşatma, su geçirmezlik, antibakteriyel ve UV koruyucu gibi spesifik özellikler kumaşa işlem sırasında kazandırılır (Holkar vd., 2016).

3.2.5. Kalite kontrol

Kumaşların ve giysilerin dayanıklılık, renk haslığı, çekme ve diğer performans kriterlerini ölçmek amacıyla spektrometri ve çekme testi gibi ileri teknikler kullanılarak kumaş ve giysilerin özelliklerinin test edilmesi işlemidir (Uddin 2019).

3.3. Tekstil Endüstrisi İçin Bazı Kirletici Parametreler

Tekstil endüstrisi, çeşitli kirleticiler aracılığıyla havayı, suyu ve toprağı etkileyerek çevre kirliliğine katkıda bulunan endüstrilerden biridir. Bu kirliliğe katkıda bulunan

belirli faktörler veya süreçler vardır (Bhatia 2017). Tekstil endüstrisindeki en önemli kirleticiler arasında şunlar yer alır:

- Boyama ve terbiye: Bu süreçte büyük miktarda su tüketilir ve ayrıca genellikle azo boyalar, ağır metaller ve perfloroalkil ve polifloroalkil maddeler (PFAS) gibi toksik kimyasallar içeren büyük miktarda atık su üretir (Urošević 2023).
- Mikrofiber üretimi: Sentetik elyafların üretimi sırasında, yıkama esnasında mikrofiberler üretilir ve bu da mikroplastik kirliliği olarak bilinen kirliliğe neden olur. Avrupa'da, her yıl yüzey sularına yaklaşık 13,000 ton tekstil mikrofibri salınmaktadır ve bu, suya toplam birincil mikroplastik emisyonlarının %8'ini temsil etmektedir. Sera gazı emisyonuna ek olarak, tekstil sektörü küresel sera gazı emisyonlarının yaklaşık %6-8'inden sorumludur (Agency 2022).
- Ağartma işlemi: Pamuklu tekstil endüstrisi, hem iç hem de dış mekanlarda uçucu organik bileşikler (VOC'ler) ve partikül madde dahil olmak üzere çeşitli hava kirleticileri yayar. Bu emisyonlar, çalışanların ve çevredeki toplulukların sağlığını etkileyebilir. Ayrıca toprağa yerleşen mikroplastik parçacıklar üretirler. Bu parçacıklar, gübre olarak kullanılan atık su, atık veya atılan tekstillerin ayrışması yoluyla toprağa ulaşmış olabilir. Bu mikroplastik parçacıklar çevrede kalarak bitkileri etkileyebilir (Roy Choudhury 2014).

4. BOYAR MADDE

Boyalar, kumaş, kağıt, plastik ve deri gibi çeşitli malzemeleri renklendirmek için kullanılan renkli maddelerdir. Bunlar inorganik boyalardan veya pigmentlerden farklıdır, çünkü boyanmış malzemenin içine çözünürler veya nüfuz ederler. Boyaların genel kimyasal özellikleri vardır, çünkü çoğu azo grupları ($-N=N-$) içerir veya ek olarak sülfonik gruplar ($-SO_3H$) veya karbonil grupları ($C=O$) içerir. Görünür ışık aralığındaki ışığı emme özelliğine sahiptir, bu da boyalara belirli bir renk verir.

Boyalar yıkamaya, ışığa ve sürtünmeye karşı dayanıklılıklarına göre farklılık gösterir. Boyalar, mürekkep ve baskı endüstrisinin yanı sıra tekstil, gıda, ilaç ve kozmetik endüstrisi de dahil olmak üzere birçok endüstriyel uygulamada kullanılmaktadır (Shore 1990).

4.1. Boyar Maddelerin Sınıflandırılması

Boyaları sınıflandırmak için iki popüler yöntem vardır (Hunger 2007).

Birinci yöntem: Boyanın kaynağına göre sınıflandırma şu şekildedir:

- Doğal boyalar: Bunlar genellikle bitkilerden (çivit gibi), hayvanlardan (koşineal gibi) veya minerallerden elde edilir.
- Sentetik boyalar: Bunlar anilin boyalar gibi laboratuvar ortamında oluşturulan boyalardır.

İkinci yöntem: Kumaşa tespit yöntemine göre sınıflandırmadır. Burada boyalar şu şekilde sınıflandırılır:

- Direkt Boyalar.
- Reaktif Boyalar.
- Asit Boyalar.
- Temel Boyalar.
- Azo boyalar endüstride en çok kullanılan boyalar arasındadır.

Klaus Honegger'in 2007 yılında yazdığı (Endüstriyel Boyalar: Kimyası, Özellikleri ve Uygulamaları) kitabına göre boyaların sınıflandırılması yapılmıştır.

5. KATALİZÖRLER

Katalizörler, kimyasal reaksiyonda tüketilmeden kimyasal reaksiyonların hızını artırmaya yardımcı olan maddelerdir. Katalizörlerin özelliklerini anlamak, çeşitli uygulamalarda etkili katalitik proseslerin tasarlanması için önemlidir. Bu özelliklerin en önemlileri aktivite, seçicilik ve kararlılıktır (Othman 2019).

5.1. Katalizörlerin Özellikleri

Katalizörlerin etkinliği birkaç temel özellik tarafından belirlenir. Katalizörlerin, reaksiyonun başlaması için gereken aktivasyon enerjisini azaltarak reaksiyonu hızlandırma gibi birçok özelliği vardır. İkinci özellik ise katalizörlerin reaksiyon sırasında tüketilmeden rejenerasyon yeteneğine sahip olmalarıdır.

Aslında katalizörler reaksiyon sonunda yeniden üretilebilir ve diğer reaksiyonlara katılmak için kullanılabilirler (“Catalysis | Chemistry, Classification, and Chemical Reactions | Britannica” 2025). Katalizörlerin üçüncü özelliği yüzey alanı ve aktif merkezlerdir. Bunun nedeni, katalitik aktivitenin katalizör üzerindeki yüzey alanı ve aktif nokta sayısı ile ilişkili olmasıdır. Metaller veya metal oksitler gibi yüksek yüzey alanına sahip katalizörler, tepkimeye giren moleküllerin etkileşime girmesi için daha aktif alanlar sağlar (W. Zhang ve Zhang 2024). Katalizörlerin en önemli özellikleri seçicilik, kararlılık ve aktivitedir. Bu üç özellik aşağıda detaylı olarak anlatılmaktadır.

5.1.1. Aktivite

Aktivite, bir katalizörün tepkime maddelerinin ürünlere dönüşümünü hızlandırma yeteneğini belirleyen özelliktir ve katalizörün birim kütlesi veya hacmi başına reaksiyon hızı ile ölçülür.

Bu özelliği etkileyen faktörler şunlardır (Martínez vd., 2018):

- Aktif bölge yoğunluğu: Aktif bölgelerin yoğunluğu arttıkça aktivite de artar.
- Parçacık boyutu: Daha küçük parçacıklar daha aktif bölgeler sağlar.
- Sıcaklık ve basınç: İdeal koşullar aktiviteyi artırır.

5.1.2. Seçicilik

Seçicilik, bir katalizörün tepkime maddelerini belirli bir istenen ürüne yönlendirme yeteneğini belirleyen ve böylece yan ürün oluşumunu azaltan bir özelliktir. Seçiciliği etkileyen faktörler (F. M. Alotaibi vd., 2014):

- Gözenek yapısı: Hiyerarşik veya mezogözenekli yapılar kütle transferine yardımcı olur.
- Asitlik: Asitin kuvveti ve dağılımı ürünün dağılımını etkiler.
- Metal dağılımı: Metal bölgelerinin homojen dağılımı daha tutarlı bir ürün elde edilmesini sağlar.

5.1.3. Kararlılık

Kararlılık, bir katalizörün reaksiyon koşulları altında aktivitesini ve seçiciliğini zaman içinde koruyabilme yeteneğini belirleyen özelliktir. Bu özelliği etkileyen bazı faktörler şunlardır (Farrauto 2017):

- Sinterleme: Yüksek sıcaklıkların etkisiyle metal parçacıklarının aglomerasyonu sonucu aktif yüzey alanının küçülmesidir.
- Küreselleşme: Karbon birikimi sonucu aktif bölgelerin tıkanmasıdır.
- Zehirlenme: Kükürt veya fosfor gibi kimyasallar aktif bölgelere bağlanarak bu bölgelerin inaktif hale gelmesine neden olur.

5.2. Katalizör Deaktivasyonu

Katalizör deaktivasyonu endüstriyel alanda çok önemli bir sorundur, çünkü verimliliğin azalmasına ve endüstriyel işletme maliyetlerinin artmasına neden olur. Katalizörlerdeki deaktivasyon mekanizmalarının anlaşılması, bunların etkilerini hafifletmeye yönelik çözümlerin bulunmasına yardımcı olur. Uyarıcı inaktivasyonu birkaç ana mekanizmaya göre sınıflandırılabilir.

- **Kok oluşumu:** Katalizörün yüzeyinde karbon birikintileri, kok oluştuğunda ve bu birikintiler aktif bölgeleri ve gözenekleri tıkayarak aktiviteyi azaltır (Lin vd., 2022).
- **Katalizör zehirlenmesi:** Katalizörün yüzeyine emilen kükürt, azot, fosfor, klor ve metaller gibi kirleticiler tarafından aktif bölgelerin işgal edilmesi ve katalitik döngülerin bozulması, katalizörün aktivitesinin ve seçiciliğinin azalmasına yol açar (Harrhy vd., 2019).
- **Sinterleme:** Metal molekülleri yüksek sıcaklıklarda polimerleşir, bu da daha az aktif bölgeye ve dolayısıyla daha az yüzey alanına ve aktiviteye neden olur (Adkins vd., 2021).

- **Liçing (Leaching):** Belirli koşullar altında, metal bileşenler katalizör desteğinden reaksiyon ortamına sızar, bu da aktif metal kaybına ve katalizör performansının düşmesine neden olur. Bu sorun özellikle sulu fazları veya aşındırıcı ortamları içeren katalitik proseslerde belirgindir (Zhu vd., 2022).
- **Termal Bozunma:** Yüksek sıcaklıklar nedeniyle katalizörde yapısal değişimler, faz geçişleri veya destek yapısının çökmesi meydana gelir. Bu değişiklikler yüzey alanı veya aktif bölge kaybına neden olabilir. Bu sorun özellikle ağır yağ hidrojenleme gibi proseslerde belirgindir (Pham vd., 2025).

5.3. Katalizör Karakterizasyon Metotları

Katalizörlerin karakterizasyonu zamanla gelişmiş ve heterojen kataliz araştırmalarında büyük önem kazanmıştır. Osterman ve Ark.(1987), 1984 ile 1986 yılları arasında yayınlanmış literatürün temel bir incelemesini sunarak (Austermann vd., 1987), katalizör yapısını, yüzey özelliklerini ve reaktivliğini açıklamakta X-ışını kırınımı, nükleer manyetik rezonans, elektromanyetik analiz ve termal analiz gibi çeşitli teknikleri uygulamıştır ve çalışmalarında etkileşim koşulları altında dinamik davranışı anlamada yerel yöntemlerin önemini vurgulamıştır. Araştırmacılar sadece teknikleri listelemek yerine, fiziksel ve kimyasal özellikleri katalitik performansa bağlamak için analitik bakış açılarının önemini ortaya koymuşlardır.

Leovanti ve ark. (1997) daha ileri araştırmalar yapmak istediklerinde (Leofanti vd., 1997), yukarıda belirtilen temelin üzerine, sonuçlarını sorgulamadan, karakterizasyon yöntemlerini şekil, yüzey, kütle ve teknolojik özellikler olmak üzere dört işlevsel kategoriye ayırmışlardır. Önceki araçların yararlılığını teyit ederken, uygulamalarını prob molekülleri, XPS spektroskopisi ve Raman ve UV-Vis gibi spektroskopik teknikleri de kapsayacak şekilde genişletmişlerdir. Bu sistematik yaklaşım, modern katalizör tasarımı için analitik çerçeveyi güçlendirmiştir.

Son zamanlarda Kotowitz ve ark. (2021) (Kottwitz vd., 2021), atom ölçeğindeki özellikleri analiz etmek için XANES, DRIFTS ve STEM gibi gelişmiş araçları kullanarak tek atomlu katalizörlerin (SAC'ler) karakterizasyonunun karmaşıklığını ele almıştır. Çalışmaları önceki yöntemleri geçersiz kılmanın aksine yüksek dispersiyon ve heterojenlik zorluklarını ele almak için onları birleştirerek ve genişletmiştir. Ayrıca yapısal yorumlamayı iyileştirmek için makine öğrenimi gibi veri odaklı teknikleri de tanıtmışlardır. Bu teknikler aşağıda Tablo 5.1 'de detaylandırılmıştır:

Tablo 5.1. Karakterizasyon Teknikleri

Tekniğin Adı	Testin Adı
Yapısal Karakterizasyon Teknikleri	(XRD)(SEM/TEM) (XPX)
Spektroskopik Teknikleri	(FTIR)(RAMAN SPEKTROSKOPİSİ) (MÖSSBAUER SPEKTROSKOPİSİ)
Termal ve Adsorpsiyon Teknikleri	(TPD)(TPR)(TPO) (DARBELİKİMYA EMİLİMİ)
Yerinde Analiz ve Etkileşim Spektroskopisi Teknikleri	ETKİLEŞİM SPEKTROSKOPİSİ
Nanokatalizörlerin Gelişmiş Karakterizasyonu Teknikleri	(ETEM)(SPM)(AFM)

5.4. Katalizörlerin Sınıflandırılması

Geçmişte katalizörler genellikle homojen ve heterojen katalizörler olarak sınıflandırılmaktaydı (Leofanti vd., 1997). Çalışmalar ve araştırmalar ilerledikçe, katalizörler; fiziksel durumları, reaktanlarla faz ilişkileri, doğaları (organik, inorganik, biyolojik) ve katalizledikleri reaksiyonların türü dahil olmak üzere çeşitli kriterlere göre sınıflandırılmaya başlanmıştır (Şekil 5.1) (“Catalysis | Chemistry, Classification, and Chemical Reactions | Britannica” 2025).

Katalizörlerin Sınıflandırılması



Şekil 5.1. Katalizörlerin Sınıflandırılması

5.4.1. Homojen katalizörler

Bu katalizörler, katalizör olarak kullanılan madde ile aynı fazdadır (katı, sıvı veya gaz reaktanlar). Örneğin, birçok sıvı fazlı reaksiyonda katalizörler aynı çözücü içinde reaktanlar olarak çözülür. Homojen katalizörün klasik bir örneği, esterleşmede sülfürik asit reaksiyonudur. Alkollerden ve karboksilik asitlerden esterlerin oluşturulmasına yardımcı olur (Farhoudi 2017).

5.4.2. Heterojen katalizörler

Bu katalizörler reaktanlardan farklı bir fazda bulunur. Tipik olarak, heterojen katalizörler, gaz veya sıvı formdaki reaktanlarla etkileşime giren katı maddelerdir. Onlar Amonyak sentezi için Haber-Bosch prosesi gibi endüstriyel proseslerde yaygın olarak kullanılan demir katalizör görevi görür (Farhoudi 2017).

5.4.3. Biyokatalizörler

Biyokatalizörler veya enzimler, hafif koşullar altında biyokimyasal reaksiyonları yüksek hassasiyetle katalize eden biyolojik makromoleküllerdir. Metabolik yollarda ve fermentasyon gibi endüstriyel uygulamalarda önemlidirler (Blog – Noël Research Group – UvA 2024).

5.4.4. Elektrokatalizörler

Elektrokimyasal reaksiyonlarda, elektrotların yüzeylerinde bulunan elektrokatalizörler, yakıt hücreleri ve bataryalar gibi enerji dönüşüm teknolojilerinde etkilidir (Kotrel ve Bräuninger 2008).

5.4.5. Fotokatalizörler

Bu katalizörler kimyasal reaksiyonları yürütmek için ışık enerjisini kullanır. Kirleticilerin analiz edilmesi ve sudan hidrojen üretilmesi gibi çevresel uygulamalarda kullanılırlar (Koe vd., 2020).

5.4.6. Faz geiş katalizörleri

Katalizörler, bir reaksiyon sırasında bir reaktantın bir fazdan diğeriine geişine yardımcı olan ve karışmayan fazlar arasındaki reaksiyonları kolaylaştıran katalizörlerdir (Halpern 2000).

5.4.7. Lewis Asit Katalizörleri

Lewis asitleri elektron çiftlerini kabul eder ve Friedel-Crafts alkilasyonu ve Friedel-Crafts asilasyonu dahil olmak üzere organik reaksiyonlarda çeşitli kullanımlara sahiptir (Hansen vd., 2021).

5.4.8. Supramoleküler katalizörler

Bu katalizörler, geiş durumlarını stabilize etmek ve enzimin davranışını taklit ederek reaktanları istenen yönde hareket ettirmek için hidrojen bağı gibi kovalent olmayan etkileşimler yoluyla çalışır (Meeuwissen ve Reek 2010).

6. FOTOKATALİZÖRLER

Fotokatalizörler, ışığa, özellikle de ultraviyole veya görünür ışığa maruz kaldıklarında kimyasal reaksiyonları hızlandırma yeteneğine sahip malzemelerdir. Bu katalizörler, suyu ayrıştırarak hidrojen üretimi, endüstriyel atık sulardan bol miktarda üretilen organik kirleticilerin ayrıştırılması ve çevresel bir kirletici olarak kabul edilen karbondioksitin azaltılması da dahil olmak üzere enerji ve çevre alanlarındaki küresel zorlukları ele alma yetenekleri nedeniyle genel olarak birçok bilim insanının ve araştırmacının dikkatini çekmiştir. Bu fotokatalizörlerin temel etki mekanizması, yarı iletken fotokatalizörde elektronları valans bandından iletim bandına uyararak fotonların emilimini içerir. Bu süreç, katalizörün yüzeyinde redoks reaksiyonlarına katılan elektron çiftleri ve boşluklar üretir (“Photocatalysis” 2018).

6.1. Yarı İletkenlik ve Bant Teorisi

Yarı iletkenler, ışığın absorbe edilmesini ve ardından redoks reaksiyonlarının başlatılmasını sağlayan benzersiz elektronik yapıları nedeniyle fotokatalizin ayrılmaz bir parçasıdır. Yarı iletken fotokatalizin arkasındaki temel prensip, malzemenin bant boşluğuna eşit veya daha büyük enerjiye sahip fotonlar emildiğinde elektronların değerlik bandından (VB) iletim bandına (CB) uyarılmasıdır. Bu uyarma, yarı iletkenin yüzeyine göç edebilen ve adsorbe edilen türlerle redoks reaksiyonlarına katılabilen elektron ve delik çiftlerinin (eksitonlar) oluşumuna yol açar.

Bir fotokatalizörün verimliliği, bant aralığı enerjisinden büyük ölçüde etkilenir. Titanyum dioksit (TiO_2) gibi geniş bant aralıklı yarı iletkenler, öncelikle ultraviyole ışığı emerek görünür ışık ışınlaması altında verimliliklerini sınırlar. Görünür ışık emilimini artırmak için, metalik olmayan elementlerle (örn. azot) katkılama veya heterojonksiyon oluşturma gibi stratejiler, bant aralığını daraltmak veya ara bant aralığı durumlarını tanıtmak için kullanılmıştır.

Ayrıca, CB ve VB kenarlarının hedef reaksiyonların redoks potansiyellerine göre konumları kritik öneme sahiptir. Örneğin, verimli su ayrıştırması elde etmek için CB kenarı hidrojen evrim potansiyelinden daha negatif olmalı, VB kenarı ise oksijen evrim potansiyelinden daha pozitif olmalıdır. Bileşimsel veya yapısal modifikasyonlar yoluyla bant kenarının mühendisliği bu konumları uyarlayabilir (Kudo 2003).

6.2. Fotokatalitik Aktiviteyi Etkileyen Faktörler

Fotokatalitik süreçlerin verimliliği, kullanılan fotokatalizörün aktivitesini yöneten çok sayıda faktörden açıkça etkilenmektedir. Katalitik aktiviteyi etkileyen bu faktörlerin anlaşılması, fotokatalitik sistemlerin optimize edilmesi ve pratikliklerinin artırılması için kritik öneme sahiptir.

6.2.1. Işık yoğunluğu ve dalga boyu

Elektron çiftleri ve boşluklar üretildiğinde, reaksiyonlar katalize edilir. Fotokatalitik bozunma oranı genellikle daha fazla yük taşıyıcı üretilmesi nedeniyle ışık yoğunluğu ile artar. Daha yüksek yoğunluklarda, elektron deliği çiftlerinin rekombinasyonu ve aktif bölgelerin doygunluğu nedeniyle hız bir platoya ulaşabilir veya hatta azalabilir (Alkaim vd., 2013). Titanyum dioksit kullanılarak fenolün fotokatalitik bozunması üzerine yapılan bir çalışmada, reaksiyon hızının ışık yoğunluğu ile doğru orantılı olduğu, ancak daha yüksek yoğunluklarda verimlilik kazanımlarının azaldığı gözlemlenmiştir (Poschmann vd., 2020).

6.2.2. Fotokatalizör miktarı

Bir reaksiyonda kullanılan fotokatalizör miktarı, fotokatalitik reaksiyonlar için mevcut aktif bölgelerin yoğunluğuna yansır. Fotokatalizör konsantrasyonunun artırılması genellikle fotoliz hızını optimum bir noktaya kadar artırır, ancak bazı durumlarda hız düşebilir. Bunun nedeni, agregasyona yol açan katalizörün aşırı yüklenmesi, saçılma nedeniyle azalan ışık penetrasyonu, etkili yüzey alanını ve ışık emilimini azaltan kalkanlama etkileridir. Örnek olarak TiO_2 'yi ele alırsak, daha önce bahsedilen aynı çalışmalar (Alkaim vd., 2013), fotokatalitik aktivitenin en üst düzeye çıkarıldığı optimal bir konsantrasyon olduğunu ve bu konsantrasyondan sapmanın verimlilikte bir düşüşe yol açabileceğini göstermiştir.

6.2.3. pH

Reaksiyon ortamının pH'ı, fotokatalizörün yüzey yükünü etkileyerek fotokataliz süreçlerini büyük ölçüde etkiler. Ayrıca, aşırı pH değerleri fotokatalizörün kararlılığını ve hidroksil radikallerinin oluşumunu etkileyebilir (Alkaim vd., 2013).

6.2.4. Kirletici konsantrasyonu

Kirletici konsantrasyonu fotokatalitik bozunma oranını etkiler. Düşük konsantrasyonlarda, daha fazla mevcut substrat molekülü nedeniyle artan konsantrasyonla birlikte bozunma hızı artar. Bununla birlikte, daha yüksek konsantrasyonlarda, aktif bölgelerin doygunluğu, ışık penetrasyonunun azalması ve daha fazla bozunmayı önleyen ara maddelerin toplanması nedeniyle oran düşebilir. Titanyum örnek olarak alındığında, 2011 yılında D. Chicot ve P. Sánchez tarafından yürütülen çalışmalar (Tan vd., 2011), TiO₂'nin fotokatalitik aktivitesinin, bahsettiğimiz bu faktörler nedeniyle fenol ve metilen mavisi gibi organik kirleticilerin artan başlangıç konsantrasyonları ile azaldığını göstermiştir.

6.2.5. Sıcaklık

Sıcaklık, adsorpsiyon, desorpsiyon ve reaktif türlerin oluşum kinetiğini etkileyerek fotokatalitik reaksiyonları etkiler. Sıcaklıktaki bir artış, daha yüksek kinetik enerji ve çarpışma frekansı nedeniyle reaksiyon hızında bir artışa yol açar. Bu durum her zaman geçerli değildir, çünkü önemli ölçüde daha yüksek sıcaklıklar elektron deliği çiftlerinin rekombinasyonunun artmasına ve verimliliğin düşmesine neden olabilir. Juliet Josephine ve arkadaşları tarafından (Josephine vd., 2020), TiO₂ bazlı fotokatalizörler üzerine yaptıkları bir çalışmada, bu bileşiklerin aktivitesinin 50-80 °C sıcaklık aralığında optimize edildiği gözlemlenmiştir. Bu aralığın dışında, rekombinasyon oranı artabilir ve fotokatalitik aktivite azalabilir.

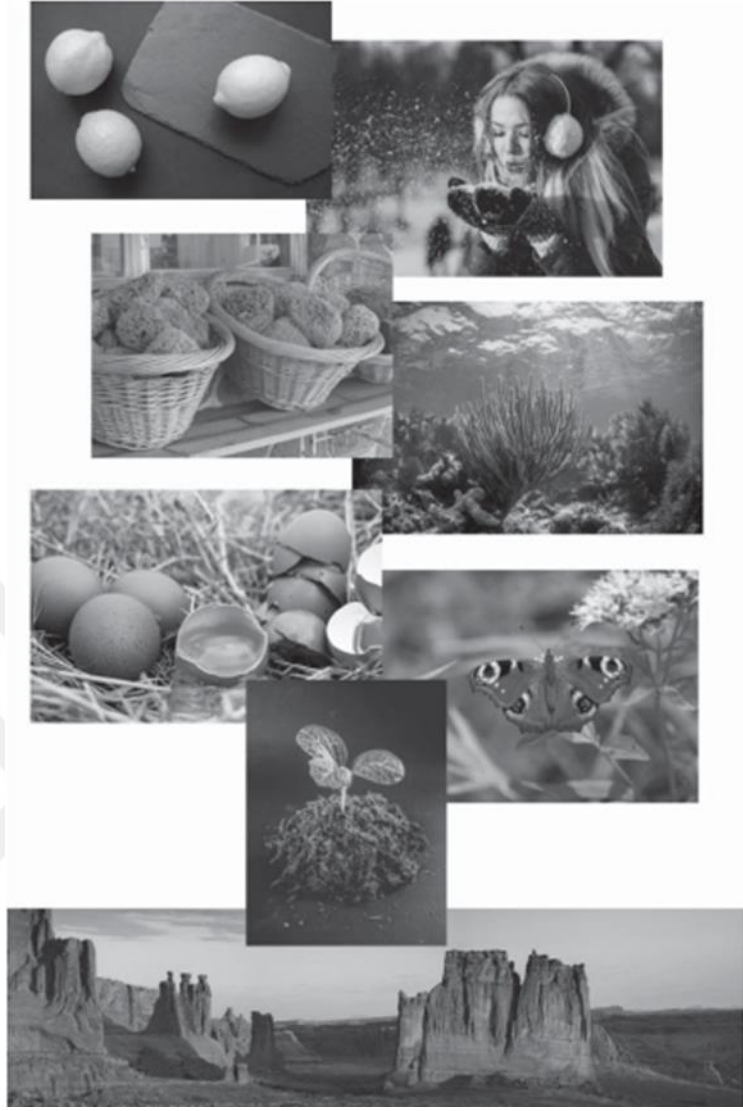
7. MEZOPOR MALZEMELER VE SBA-16

Gözenekli malzemeler, genellikle 'yapı' veya 'mimari' olarak bilinen katı bir matris içindeki boşlukların veya gözeneklerin varlığı ile karakterize edilen malzemelerdir. Bu boşluklar veya gözenekler genellikle sıvı veya gaz gibi akışkanlarla doldurulur. Katı matris genellikle rijit olmakla birlikte, köpükler gibi bazı rijit olmayan yapılar da gözenekli ortam teorisi çerçevesinde etkili bir şekilde analiz edilebilir.

Gözeneklilik, boşlukların kapladığı hacmin toplam hacme oranını belirlediği için gözenekli malzemeleri tanımlamak için kullanılan temel bir özelliktir. Bununla birlikte, gözenekli ortamların kapsamlı bir şekilde anlaşılması için geçirgenlik, gerilme mukavemeti ve elektrik iletkenliği gibi ek parametreler de gereklidir. Bu özellikler genellikle katı ve sıvı matrisin içsel özelliklerinin yanı sıra gözenek ağının geometrisi ve bağlanabilirliğinden etkilenir. Görünüşte basit olan gözeneklilik kavramı, basit elastik gözenekli modellerin ötesindeki sistemleri incelerken daha incelikli hale gelir. Birçok durumda hem katı yapı hem de gözenek alanı, doğal bir sünger gibi birbirine bağlı ve örtüşen ağlar oluşturur. Bununla birlikte, tüm gözenekler sıvı taşınımına eşit derecede katkıda bulunmaz. İki tür gözeneklilik vardır: akış ağından izole edilmiş gözenekleri kastettiğimiz kapalı gözeneklilik ve gözenek boşluğunun sıvı akışı için mevcut olan kısmını kastettiğimiz aktif gözeneklilik- hem bilimsel hem de mühendislik bağlamlarında önemli bir ayrımdır.

Kayalar, topraklar (akiferler ve petrol rezervuarları gibi), zeolitler, biyolojik dokular (kemik, mantar ve ahşap gibi), çimento ve seramik gibi sentetik malzemeler dahil olmak üzere çok çeşitli doğal ve mühendislik malzemeleri gözenekli ortam olarak tanımlanmaktadır görsel (7.1) ve (7.2). Mekanik, termal, kimyasal veya taşıma ile ilgili temel işlevsel özelliklerinin çoğu, gözenekli yapılarıyla içsel olarak bağlantılıdır.

Gözenekli ortam kavramı filtrasyon, jeomekanik, toprak ve kaya mekaniği, petrol mühendisliği, biyoproses ve inşaat mühendisliği gibi birçok disiplin ve uygulamada temel bir rol oynamaktadır. Hidrojeoloji, jeofizik ve biyofizik de dahil olmak üzere doğa bilimlerinde büyük önem taşımaktadır. Gözenekli ortamlarda akışkan taşınımı özel bir öneme sahiptir, önemli bir araştırma odağı oluşturmaktadır ve ayrı bir bilimsel alan haline gelmiştir (Voort 2019).



Görsel 7.1. Doğal olarak oluşan gözenekli malzemelere örnekler: limonlar, kar taneleri, deniz süngerleri, mercan resifleri, yumurta kabukları (Voort 2019).



Görsel 7.2. Sentetik gözenekli malzemeler, hepsi insanoğlu tarafından yapılmıştır: Beton yol, kağıt, giysi kumaşı, tebeşir, seramik, kek, ekmek, çömlek, tuğla ve temizlik için yapay süngerler (Voort 2019)

7.1. Gözenekli Malzemelerin Özellikleri

Gözenekli malzemeler, yapıları boyunca dağılmış boşlukların veya gözeneklerin varlığı ile karakterize edilen geniş bir katı madde yelpazesini oluşturur. Bu gözenekler boyut, şekil, bağlantı ve dağılım açısından farklılık gösterir ve bu durum malzemenin fiziksel ve kimyasal davranışına yansır. Gözenekli malzemeler, ayırt edici yapısal özellikleri nedeniyle adsorpsiyon, kataliz, enerji depolama, çevresel iyileştirme ve biyomedikal dağıtım sistemleri gibi çeşitli endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu özellikleri anlamak, incelemek ve uyarlamak, endüstriyel ve

bilimsel alanlardaki performanslarını optimize etmenin anahtarıdır (Rouquerol vd., 2013).

7.1.1. Gözenek yapısı ve şekli

Gözenekli malzemeler, gözenek boyutu, gözenek şekli ve gözenek dağılımı gibi çeşitli parametreleri içeren kendi gözenek yapılarına sahiptir. IUPAC sınıflandırmasına göre gözenekler tipik olarak mikro gözenekler (<2 nm), mezo gözenekler (2-50 nm) ve makro gözenekler (>50 nm) olarak sınıflandırılır. Bu gözeneklerin farklı şekil ve bağlantıları, malzemenin yüzey alanı, difüzyon yolları ve adsorpsiyon özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. SBA-15 ve SBA-16'dan bahsedecek olursak, bu mezogözenekli malzemeler tek tip gözenek boyutları ve son derece düzenli yapılar sergiler, bu da onları kataliz ve adsorpsiyon süreçlerindeki uygulamalar için ideal hale getirir (Lykiema vd., 1984).

7.1.2. Yüzey alanı ve gözeneklilik

Yüksek yüzey alanı, gözenekli malzemelerin kimyasal reaksiyonlar, adsorpsiyon veya diğer malzemelerle etkileşim için geniş bir arayüz sağlamasına olanak tanıyan en önemli özelliğidir. Bu da onları özellikle kataliz, ilaç dağıtımı, çevresel iyileştirme ve birçok endüstriyel uygulamada kullanışlı hale getirmektedir. BET (Brunauer-Emmett-Teller) teorisi, bir nitrojen adsorpsiyon izotermine spesifik yüzey alanını hesaplamak için yaygın olarak kullanılır. Aktif karbon ve zeolitler gibi malzemeler $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ 'ı aşan yüzey alanları sergileyebilir (Rouquerol vd., 2013).

7.1.3. Termal ve kimyasal stabilite

Gözenekli malzemeler, özellikle inorganik gözenekli silika, yüksek termal kararlılığa sahiptir ve bu da onlara 500°C 'yi aşan sıcaklıklarda yapılarını koruma yeteneği kazandırır. Kimyasal kararlılığın bileşime bağlı olarak değiştiği gözlemlenmiştir; örneğin, silisli malzemeler nötr ve bazik koşullarda kararlıdır, ancak güçlü asidik ortamlarda bozulabilir. Metal-organik çerçeveler (MOF'lar), yüksek gözenekliliklerine rağmen, nem ve ısıya karşı kararlılıklarını en üst düzeye çıkarmak için dikkatli bir tasarım gerektirir.

7.1.4. Mekanik dayanım

Gözenekli malzemelerin mekanik özellikleri, yapılarına ve gözeneklilik seviyelerine bağlı olarak önemli ölçüde değişir. Daha yüksek gözeneklilik genellikle daha düşük mekanik mukavemetle sonuçlanır ve bu da yük taşıyan uygulamalarda bir dezavantajdır. Mekanik bütünlüğü korumak için çerçeve takviyesi veya farklı gözenek boyutlarını birleştiren hiyerarşik yapılar oluşturma gibi stratejiler kullanılır.

7.1.5. Geçirgenlik ve taşıma özellikleri

Gözenekli malzemelerdeki geçirgenlik, gözenek boyutuna, bağlantısına ve kıvrımlılığına bağlıdır. Filtrasyon, membran ayırma ve gaz depolama gibi uygulamalarda önemli bir özelliktir. Yüksek oranda birbirine bağlı gözenekli ağlar, verimli kütle transferi ve sıvı akışına izin verir. Örneğin, katalitik desteklerde, verimli taşıma difüzyon engellerini en aza indirir ve reaksiyon hızlarını artırır (Bear 2013).

7.1.6. Adsorpsiyon kapasitesi ve seçicilik

Gözenekli malzemeler yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahiptir ve bu adsorpsiyon kapasitesi hem yüzey kimyasına hem de gözeneklerin fiziksel yapısına bağlıdır. Gözenek yüzeylerindeki fonksiyonel gruplar seçici adsorpsiyon alanları sağlayarak gözenekli malzemeleri gaz ayırma, kirletici madde giderme ve ilaç dağıtımı gibi endüstriyel uygulamalarda kullanışlı hale getirir.

7.2. Gözenekli Malzemelerin Sınıflandırılması

Gözenekli malzemelerin sınıflandırılması, bu alandaki çalışmaların ve araştırmaların devam etmesiyle birlikte gelişmiştir ve bu gelişimin gelecekte de devam etmesini beklenmektedir, ancak genel olarak gözenekli malzemelerin sınıflandırılmasının gözenek boyutu, bileşimi, yapısı ve kökeni temelinde yapıldığını söyleyebiliriz. Her bir sınıflandırma kriteri, malzemenin uygulama potansiyelini etkileyen belirli fiziksel ve kimyasal özelliklere karşılık gelmektedir.

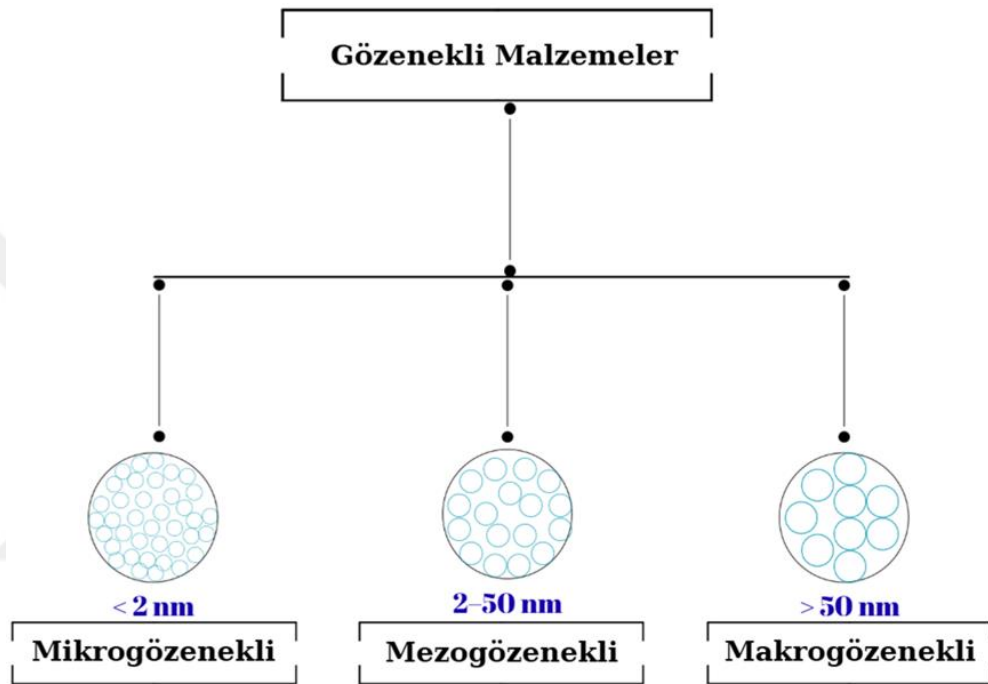
7.2.1. Gözenek boyutuna göre sınıflandırma

Uluslararası Saf ve Uygulamalı Kimya Birliği (IUPAC) gözenekli malzemeleri gözenek çaplarına göre üç kategoride sınıflandırmaktadır:

- Mikro gözenekli malzemeler: Gözenek çapı <2 nanometre

- Mezogözenekli malzemeler: Gözenek çapı 2-50 nanometre arasında
- Makro gözenekli malzemeler: Gözenek çapı > 50 nm (Şekil 7.1.)

Genel olarak, zeolitler gibi mikro gözenekli malzemeler moleküler ayırmada oldukça seçicidir, SBA-15 gibi mezo gözenekli malzemeler gelişmiş kütle transferi sağlar ve makro gözenekli malzemeler filtrasyon veya destek matrislerinde kullanılır (Lykiema vd., 1985).



Şekil 7.1. Gözenekli malzemelerin IUPAC sınıflandırması

7.2.2. Bileşime göre sınıflandırma

Gözenekli malzemeler kimyasal bileşimlerine göre kategorize edilir.

- İnorganik gözenekli malzemeler: Silika, alümina, titanya ve zeolit bu tür malzemelere örnek olarak verilebilir. Bu malzemeler genellikle yüksek termal ve kimyasal kararlılığa sahiptir kataliz ve ayırma işlemlerinde kullanılır.
- Organik gözenekli malzemeler: Bu malzemelere örnek olarak polimerler ve gözenekli organik kafesler verilebilir.

Hibrit malzemeler: Bunlar, metal iyonlarını organik ligandlarla birleştirerek ayarlanabilir gözeneklilik ve işlevsellik sağlayan metal-organik çerçeveler (MOF'lar) gibi malzemelerdir.

7.2.3. Gözeneklerin yapısal düzenine göre sınıflandırma

Kristal gözenekli malzemeler: Bu malzemeler iyi düzenlenmiş gözenekli bir ağ sergiler ve moleküler eleme için ideal olan tekrarlanabilir periyodik yapılarla karakterize edilir. Kristal yapılar genellikle daha iyi seçicilik ve kararlılık kontrolü sağlar. Amorf gözenekli malzemeler; organizasyondan yoksundurlar ancak yine de yüksek yüzey alanlarına ve erişilebilir gözenekliliğe sahiptirler. Amorf yapılar daha esnek ve sağlam işlemeye olanak sağlar (Férey 2008).

7.2.4. Kökene göre sınıflandırma

Gözenekli malzemeler, doğal veya sentetik olmalarına göre kökenlerine göre sınıflandırılır:

- Doğal olarak oluşan gözenekli malzemeler: Örnekler arasında pomza, diatomlu toprak ve doğal zeolitler bulunmaktadır. Bu malzemeler su arıtma gibi çevresel uygulamalarda kullanılır.
- Sentetik gözenekli malzemeler: Belirli gözenek boyutlarına, şekillerine ve işlevlerine sahip olacak şekilde üretilirler. Bu tür malzemelere örnek olarak mezogözenekli silika (MCM-41 ve SBA-16 gibi) verilebilir.

Sentetik malzemeler, fiziksel ve kimyasal özelliklerini kontrol etmemize olanak tanıyarak endüstriyel uygulamalarda kullanımlarını en üst düzeye çıkarır.

7.2.5. Fonksiyona göre sınıflandırma

Gözenekli bir malzemenin işlevsel sınıflandırması, gözenekli malzemenin amaçlanan uygulama amacına bağlıdır.

- Sorbentler: Gazları ve sıvıları ayırmak için kullanılır.
- Katalizör destekleri: Katalitik reaksiyonlarda yüzey reaksiyonlarını destekler.
- Sensörler ve aktüatörler: Gözenekli çerçevelerin sinyalleri iletme için kullanıldığı yerdir.

- Enerji depolama: Gözenekli malzemeler, yüksek yüzey alanı ve iyonlara erişilebilirliğin önemli olduğu pillerde ve süper kapasitörlerde kullanılır.
- İlaç dağıtım sistemleri: Gözenekli malzemeler; gözenek boyutu, yüzey işlevselliğinin yükleme ve salım profillerini belirlediği biyo tıpta kullanılır.

7.3. SBA-16 (Santa Barbara Amorphous-16)

SBA-16, sıralı mezogözenekli silika ailesinin bir üyesi olarak sınıflandırılan mezogözenekli bir silika malzemesidir. Bu aile, geniş yüzey alanı, düzgün gözenek dağılımı ve düzenli gözenekli yapı gibi farklı avantajlara sahiptir. Bu özellikler SBA-16'yı kataliz, ilaç dağıtımı, adsorpsiyon ve nanoteknoloji uygulamaları için uygun bir malzeme haline getirmektedir. SBA-16, mezogözenekli çerçeveyi oluşturmak için yapı yönlendirici ajanlar olarak Pluronic F127 gibi noniyonik triblok kopolimerleri kullanan sol-jel yöntemi başta olmak üzere çeşitli yöntemlerle sentezlenir. Sentez süreci, asidik koşullar altında silika öncüllerinin hidrolizini ve yoğunlaşmasını, ardından kalsinasyon veya çözücü ekstraksiyonu ile şablonun çıkarılmasını içerir. Yüzey aktif madde konsantrasyonu, sıcaklık ve pH gibi sentez sürecini etkileyen çeşitli faktörler, ayarlanabilir gözeneklilik ve morfolojiye sahip SBA-16 malzemeleri üretmek için kontrol edilebilir. SBA-16, mezogözenekli karbon çerçevelerin, metal oksitlerin ve azot-fosfor katyonlarının üretimi için bir şablon olarak kullanılmıştır. Elektronik alanında, SBA-16 bazlı malzemelerin fotonik kristaller, mikroakışkan sensörler ve elektrokimyasal kapasitörlerde potansiyele sahip olduğu bulunmuştur. Son zamanlarda SBA-16 için karakterizasyon stratejileri geliştirmek üzere birçok çalışma ve araştırma yapılmıştır. Bu yöntemlerden en bilinenleri yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskopisi (HRTEM), Fourier transform infrared (FTIR), SAXD ve nitrojen adsorpsiyon-desorpsiyon izotermidir. SBA-16'nın yapısal, optik ve elektronik özelliklerini aydınlatmak için yoğunluk fonksiyonel teorisi (DFT) gibi teorik yöntemler de vardır. Bu çalışma ve araştırmalardan elde edilen tüm sonuçlar, bu malzemenin kataliz, nanoteknoloji ve çevresel iyileştirmedeki önemini desteklemektedir ve bu da bizi, bu çalışmayı hazırlarken, tasarlamak istediğimiz katalizörü geliştirmek için temel olarak ona güvenmeye teşvik etmiştir (Rivera-Muñoz and Huirache-Acuña 2010; Ruso vd., 2015).

8. (MoO₃) ÖZELLİKLERİ VE FOTOKATALİTİK UYGULAMALARI

Molibden trioksit (MoO₃), metal oksit ailesine ait n-tipi bir yarı iletken olarak tanımlanabilir. Kararlılığı, toksik olmaması, düşük maliyeti ve bulunabilirliği onu çevre dostu ve enerji tasarrufu sağlayan fotokatalitik uygulamalar için iyi bir aday haline getirmektedir. Yapısal olarak MoO₃ üç ana formda bulunur: ortorombik (α -MoO₃), monoklinik (β -MoO₃) ve hekzagonal (h-MoO₃). α -fazı termodinamik olarak en kararlı olanıdır ve katalitik aktivitesini destekleyen katmanlı yapısı, yüksek anizotropisi ve yüksek yüzey alanı nedeniyle kapsamlı bir şekilde incelenmiştir. Bu üç fazın her biri, fotokatalitik performansını etkileyen farklı optik, elektronik ve morfolojik özellikler sergiler.

MoO₃/g-C₃N₄, MoO₃-CdS ve MoO₃/MoS₂ gibi birkaç MoO₃ tabanlı fotokatalizör, geleneksel yarı iletken sistemlere kıyasla rekabetçi performans göstererek 8000 μ mol/g/saati aşan hidrojen üretim hızlarına ulaşmıştır. MoO₃ nano yapılarının sentezi, fotokatalitik özelliklerinin iyileştirilmesi için çok önemlidir. Hidrotermal, sol-jel ve kimyasal biriktirme yöntemleri gibi aşağıdan yukarıya tekniklerin yanı sıra lazer ablasyon ve sıvı faz eksfoliyasyonu gibi yukarıdan aşağıya teknikler, nanobelitler, nanorodlar, nanosheetler ve ince filmler gibi çeşitli morfolojiler elde etmek için kullanılmıştır (Li ve He 2022a). Bu morfolojiler yüzey alanını artırmaya, ışık hassasiyetini iyileştirmeye ve katalitik aktiviteyi geliştirmeye yardımcı olur. MoO₃ bileşiklerinin kontrol edilebilme özelliğine sahip yukarıda bahsedilen özellikleri nedeniyle, bu çalışmada tasarlanan katalizörün bileşimine dahil edilmek üzere seçilen malzemeler arasındadır.

9. MANYETİK NANOMALZEMELER VE Fe₃O₄

Demir oksit nanopartikülleri, özellikle manyetit, benzersiz manyetik özellikleri, kimyasal kararlılıkları, yüzey modifikasyon kolaylığı nedeniyle son zamanlarda çok popüler hale gelmiş ve biyolojik, teknolojik ve endüstriyel alanlarda yaygın olarak uygulanmıştır. Taşıyıcı sıvılarda süspansiyon edilmiş Fe₃O₄ nanopartiküllerinden oluşan manyetik sıvılar, manyetik alanlar altında ayarlanabilme yetenekleri nedeniyle endüstriyel sektörlerde manyetik contalar, sönümleme sistemleri ve hassas parlatma gibi uygulamalar için kullanılmaktadır (Sharifi vd., 2012).

Demir oksit nanopartikülleri manyetik ayırma tekniklerinde kullanılmakta olup, manyetik ayırma tekniklerinin kullanımının endüstriyel proseslerde geleneksel ayırma yöntemlerine göre daha kolay ve uygun maliyetli bir alternatif olduğu bilinmektedir (Laurent vd., 2008). Bu partiküllerin yüksek yüzey alanı ve manyetik tepkisi, katalizörlerin verimli bir şekilde geri kazanılmasını ve yeniden kullanılmasını sağlayarak onları heterojen kataliz ve çevresel iyileştirme için ideal bir malzeme haline getirmektedir. Bu nanopartiküllerin polimer matrislere ve karbon nanotüp kompozitlerine dahil edilerek gelişmiş mekanik ve manyetik özelliklere sahip yeni malzemelerin sentezlenmesi tekstil mühendisliği için uygundur ve akıllı kumaşların geliştirilmesinde de önemlidir (Lu vd., 2007). Yukarıda bahsedilen tüm avantajları ve özellikleri nedeniyle, genişleyebilen ve manyetik olarak ayarlanabilen Fe₃O₄ nanopartiküllerini seçmemiz, onları tasarladığımız katalizörün bir parçası olmak için güçlü bir aday haline getirmektedir.

10. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Pingbo Zhang ve arkadaşları tarafından $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15}@\text{HPW}$ ve $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15-NH}_2\text{-HPW}$ olarak modellenen manyetik gözenekli katı asit katalizörleri üzerine yapılan çalışmada, palmye yağı metanol ile dönüştürülerek biyodizel üretimi için hazırlanmıştır. Bu çalışmada, manyetik gözenekli ortam taşıyıcısı iki farklı yöntemle örülmüştür, (Post-Grifing) yöntemi ve emdirme yöntemi. Katalizörlerin yapısı SEM, TEM, XRD, FT-IRD, VSM, Pyridine-FT-IR, Pyridine-FT-IR, N_2 adsorpsiyon-desorpsiyon ve TGA ile karakterize edilmiştir. Sonuçlar, tüm bu malzemelerin düzenli ve paramanyetik olduğunu göstermiştir. Hem $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15}@\text{HPW}$ hem de $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15-NH}_2\text{-HPW}$, katalizörleri oldukça aktif hale getiren 12-tungstofosforik asit yüklemesi nedeniyle yüksek oranda Brønsted asit bölgesi içermektedir. Özellikle, $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15-NH}_2\text{-HPW}$ palm yağının metanol ile yüksek dönüşüme sahip olduğu ve reaksiyon $150\text{ }^\circ\text{C}$ 'de ağırlıkça %4 katalizör miktarı ile 20:1 metanol/yağ oranında 5 saat boyunca gerçekleştirildiğinde %91'den fazla biyodizel verimi elde edilmiştir. Aşılama yöntemi ile hazırlanan $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15-NH}_2\text{-HPW}$ in yeniden kullanılabilirliği artmış ve 6 döngüden sonra biyodizel verimi %80'den fazla olmuştur; bu da katalizörün mükemmel endüstriyel uygulanabilirliğe sahip olmasını sağlamıştır (P. Zhang vd., 2021). Elde edilen bulgulardan bazıları Tablo 10.1' de özetlenmiştir.

Tablo 10.1. Numunelerin yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu.

Numuneler	Yüzey alanı ^a (m^2/g)	Gözenek hacmi ^b (cm^3/g)	Gözenek boyutu ^c (nm)
$\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15}$	546,314	1,18	7,953
$\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15}@\text{HPW}$	374,329	0,85	5,634
$\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-15}@\text{HPW}$	290,517	0,56	5,142

Ying Li tarafından 2022 yılında gerçekleştirilen çalışmada, iyi bir dağılıma sahip mezogözenekli moleküler elek SBA-16 hidrotermal yöntemle hazırlanmıştır. Bu çalışma kapsamında, Si/Mo= 1,0 oranında, $\text{MoO}_3/\text{SBA-16}$ katalizörleri $550\text{ }^\circ\text{C}$, $650\text{ }^\circ\text{C}$ ve $750\text{ }^\circ\text{C}$ 'de kalsine edilerek izo-daldırma yöntemiyle sentezlenmiş, ayrıca kalsinasyona tabi tutulmamış $\text{MoO}_3/\text{SBA-16}$ referans katalizör olarak kullanılmıştır. Katalizörler XRD, TG-DTA, XPS, ICP-MS, FT-IR, BET, SEM ve TEM teknikleriyle kapsamlı bir şekilde karakterize edilmiştir. Çalışmada, kalsinasyon sıcaklığının ve reaksiyon koşullarının

MoO₃/SBA-16 katalizörünün DMC ile fenil asetat (PA) arasındaki transesterifikasyon reaksiyonundaki performansı üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, 550 °C’de hazırlanmış MoO₃/SBA-16 katalizörü en yüksek katalitik aktiviteyi göstermiştir. n(PA) = 1,0 mol; n(PA)/n(DMC) = 2,0; m(MoO₃/SBA-16)= 6,0 g; t= 5,0 saat; T= 180 °C koşullarında, DMC dönüşümü %78,5 olarak elde edilmiş, metil fenil karbonat (MPC) ve difenil karbonat (DPC) için seçicilik değerleri sırasıyla %51,1 ve %46,5 bulunmuştur. Beş döngü sonrasında katalizörün aktivitesi önemli ölçüde azalmış ve DMC dönüşümü %78,5’ten %15,8’e gerilemiştir. Ancak, katalizörün kristal yapısında herhangi bir değişim gözlenmemiştir. Kullanılan katalizör kolaylıkla rejenerasyon edilebilmiş; 550 °C’de 5 saat süreyle havada kalsinasyon işlemi uygulanmasıyla katalitik performansı neredeyse başlangıç seviyesine kadar geri kazanılmıştır (Li ve He 2022b).

SBA-15 gibi mezogözenekli moleküler elekler kullanılarak biyodizel üretimi üzerine yapılan bir çalışmada, Al-SBA-15 öncüsü doğrudan hidrotermal sentez yöntemiyle hazırlanmış ve gözenek doygunluğu yöntemi kullanılarak farklı MoO₃ yüklemeleri (%5, %10 ve %15, ağırlıkça) ile emdirilmiştir. Elde edilen Al-SBA-15 öncüsü ve MoO₃/Al-SBA-15 katalizörleri, yapısal özellikleri için XRD, dokusal özellikleri için N₂ adsorpsiyon analizi ve termal kararlılıkları için termogravimetrik analiz teknikleriyle karakterize edilmiştir. Soya fasulyesi yağının metanol ile transesterifikasyonunda heterojen katalizör olarak değerlendirilen bu malzemeler için, MoO₃ içeriği ve reaksiyon süresinin biyodizel verimine etkilerini belirlemek amacıyla deney tasarımı yapılmıştır. Son ürünlerdeki biyodizel içeriği gaz kromatografisi ile analiz edilmiştir. Optimum koşullar altında, 10MoO₃/Al-SBA-15 katalizörü kullanılarak 20:1 metanol/soya yağı molar oranı, %3 (ağırlıkça) katalizör yüklemesi ve 150 °C’de 3 saat reaksiyon süresiyle %96 biyodizel verimi elde edilmiştir. Ardışık beş reaksiyon döngüsü sonrasında biyodizel veriminde yaklaşık %34’lük bir azalma gözlenmiştir. Buna rağmen, üretilen biyodizelin yoğunluğu ve asitliği, uluslararası standartlarda ticarileştirme için öngörülen sınırlar içerisinde kalmıştır (Figueiredo vd., 2021).

Bu çalışma, MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 nanokompozitlerinin UV ışık altında boya bozunumu için fotokatalitik performansını sistematik olarak inceleyen ilk çalışmadır. Çalışmanın yeniliği, farklı MoO₃ yüklemelerine sahip SBA-16 destekli nanokompozitlerin sentezlenmesinde yatmaktadır. Bu yapıda Fe₃O₄ yük taşınımını artırırken, MoO₃ ışık soğurumu ve bol miktarda aktif bölge sağlamaktadır. Düzenli mezogözenekli SBA-16 iskeleti ise yapısal dağılımı desteklemekte, aglomerasyonu

önlemekte ve reaktan difüzyonunu kolaylaştırmaktadır. Bu özelliklerin bir araya gelmesi, elektron-boşluk rekombinasyonunu baskılaması, ışık absorpsiyonunu geliştirmesi ve yük ayrışma verimliliğini artırması beklenmektedir; böylece genel fotokatalitik aktivite artırılmaktadır. Model kirletici olarak MB seçilmiştir; çünkü MB, tekstil, baskı ve biyolojik uygulamalarda yaygın olarak kullanılan, suda yüksek çözünürlüğe ve kararlılığa sahip bir katyonik boyadır ve toksik ile kanserojen yan ürünleri nedeniyle önemli çevresel ve sağlık riskleri oluşturmaktadır. Ayrıca, kalıcılığı ve geleneksel arıtma yöntemlerine karşı direnci, onu fotokatalitik performansı değerlendirmek için ideal bir model molekülü haline getirmektedir. MB bozunumunun optimize edilmesi amacıyla, kritik süreç parametreleri RSM kapsamında CCD ile değerlendirilmiştir. Ayrıca, karmaşık doğrusal olmayan ilişkilerin çözülmesi için ANN ve ANFIS kullanılarak farklı modellemeler gerçekleştirilmiştir. Karşılaştırmalı analiz, bu yapay zeka tabanlı yaklaşımların, geleneksel istatistiksel yöntemlere kıyasla üstün tahmin yeteneğine sahip olduğunu ortaya koymuştur.

11. MATERYAL VE YÖNTEM

11.1. Kullanılan Kimyasallar ve Ekipmanlar

11.1.1. Kullanılan kimyasallar

SBA-16 tabanlı katalizörlerin sentezinde, Fe_3O_4 ve MoO_3 ile birleştirilerek yeni bir katalizör elde edilmiştir. Bu katalizörlerin sentezinde ve gerçekleştirilen reaksiyonlarda kullanılan kimyasalların ayrıntıları Tablo 11.1’de sunulmuştur.

Tablo 11.1. Deneyisel çalışmalarda kullanılan kimyasallar

Kimyasallar	Formül	Marka
TEOS (Tetraetil Orto Silikat)	$\text{C}_8\text{H}_{20}\text{O}_4\text{Si}$	Merck
Pluronic® F-127	$\text{C}_7\text{H}_{16}\text{O}_4$	Sigma Aldrich
%37 Hidroklorik Asit	HCl	Merck
Mo öncüsü olarak amonyum molibdat tetrahidrat	$[(\text{NH}_4)_6[\text{Mo}_7\text{O}_{21}]\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, Aldrich]	Merck
Etanol	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$	Merck
DEMİR (II) KLORÜR tetrahidrat	$\text{FeCl}_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$	CARLO ERBA
Demir(III)Klorür Heksahidrat	$\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$	ISOLAB
amonyum hidroksit	NH_4OH (25 %)	Riedel-de haen
Saf su	H_2O	ESTU

11.1.2. Kullanılan ekipmanlar

Katalizör sentezi ve yapılan deneysel çalışmalar için kullanılan ekipmanlar Tablo 11.2. 'de verilmiştir.

Tablo 11.2. *Deneysel çalışmalarda kullanılan ekipmanlar*

Ekipmanlar	Marka/Model
Etüv	Memmert VO 500
Isıticılı manyetik karıştırıcı	Wise Stir MSH-20A
Ultrasonik homojenizatör (sonikatör)	Bandelin Sonoplus
Hassas terazi	(Shimadzu AUX320)
Kalsinasyon fırını	Proterm Furnoces
Santrifüj	Thermo Scientific Pico 21
N ₂ adsorpsiyon/ desorpsiyon (BET)	Micromeritics Tri Star II 3020
X-Işınlari floresans spektroskopisi (XRF)	Rigaku – ZSX Primus II
X-Işınlari kırınımı (XRD)	Rigaku – Rint 2200
Termogravimetrik analiz cihazı (TGA)	Perkin Elmer – STA 6000
Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	HITACHI TM 3030 Plus
Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)	Shimadzu, IR-Tracer 100

11.2. Katalizörlerin Sentezi

11.2.1. SBA-16 sentezi

SBA-16 mezoporous silikanın sentezi için, 2,64 g Pluronic F127, 136 mL 1,5 M HCl içinde çözülerek 40 °C’de 1 saat boyunca karıştırılmıştır. Daha sonra, silika kaynağı olarak 8,75 g TEOS yavaşça eklenmiştir. Elde edilen karışım, 40 °C’de sürekli olarak 24 saat karıştırılmıştır. Ardından, teflon kaplı otoklavda 80 °C’de 48 saat hidrotermal işlem uygulanmıştır. Katı ürün süzülerek toplanmıştır ve distile su ile yıkandıktan sonra 80 °C’de 12 saat kurutulmuştur. Son olarak, mezoporous SBA-16 yapısının elde edilmesi için kurutulan malzeme 550 °C’de 5 saat boyunca kalsine edilmiştir. (Mohammadi vd., 2021).

11.2.2. MoO₃ sentezi

Belirli bir miktarda amonyum molibdat, berrak bir çözelti elde edilene kadar deiyonize suda çözülmüştür. Elde edilen çözelti, suyun buharlaşmasını sağlamak amacıyla sürekli karıştırılarak 80–100 °C sıcaklıkta ısıtılmış ve kıvamlı bir jel veya katı kalıntı oluşana kadar işlem devam ettirilmiştir. Oluşan öncül madde, varsa kalan nemin tamamen uzaklaştırılması için tercihen 60 °C’de vakum altında bir gece boyunca kurutulmuştur. Kurutulan malzeme, hava ortamında kalsine edilmiştir. Kalsinasyon sırasında sıcaklık, oda sıcaklığından 550 °C’ye 1,5–2 °C/dakika hızla yükseltilmiş ve 550 °C’de 5 saat süreyle sabit tutulmuştur. Kalsinasyon tamamlandıktan sonra fırın kendi halinde oda sıcaklığına kadar soğumaya bırakılmış ve kristalin MoO₃ tozu elde edilmiştir.

11.2.3. Fe₃O₄ ve Fe₃O₄@SBA-16’nın Sentezi

Fe₃O₄ sentezi için, 2 mmol (0.4 g) FeCl₂·4H₂O ve 4 mmol (0.54 g) FeCl₃·6H₂O, 50 mL saf suda çözülerek sulu bir çözelti hazırlanmış ve ardından 15 dakika boyunca ultrasonik dağıtma işlemi uygulanmıştır. Daha sonra, 25%’lik NH₄OH çözeltisinden 10 mL, 80 °C’de şiddetli karıştırma altında karışıma damla damla ilave edilmiştir. Reaksiyon bu koşullar altında 2 saat boyunca sürdürülmüştür. Oluşan çökelti, bir mıknatıs yardımıyla ayrılmış, etanol ve deiyonize su ile üç kez yıkanmış ve son olarak 80 °C’de 6 saat boyunca kurutulmuştur (Shi 2024). Fe₃O₄@SBA-16 sentezi için, önceden hazırlanmış 0,5 g SBA-16, Fe₃O₄ öncül çözeltisine eklenmiş ve sentez işlemi, Fe₃O₄ sentezi için belirtilen prosedür izlenerek gerçekleştirilmiştir.

11.2.4. MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 Sentezi

MoO₃ yüklü kompozitlerin sentezi için, kalsine edilmiş ve nemi uzaklaştırılmış 1,0 g Fe₃O₄@SBA-16, ağırlıkça %10, %20 ve %30 Mo yüklemesi sağlamak amacıyla farklı miktarlarda amonyum molibdat içeren sulu çözeltilerle yüklenmiştir. Yüklenen örnekler daha sonra vakum altında kurutulmuş ve oda sıcaklığından 550 °C'ye çıkarılıp, durağan hava koşullarında bu sıcaklıkta 5 saat süreyle kalsine edilmiştir.

11.3. Karakterizasyon Çalışmaları

11.3.1. X ışını desenleri (XRD)

X-ışını kırınımı (XRD) ölçümleri, CuK α ışınması ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) kullanan ve 40 kV gerilim ile 40 mA akımda çalışan Rigaku Rint 2200 difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir. Tüm katalizör örneklerine ait kırınım desenleri, 2θ aralığı 5° ile 80° arasında olacak şekilde, saniyede 0,02° tarama artımıyla kaydedilmiştir.

11.3.2. Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektroskopisi (FT-IR)

SBA-16, MoO₃, Fe₃O₄, Fe₃O₄@SBA-16, 10% MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16, %20 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 ve %30 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 katalizörlerinin yapılarındaki fonksiyonel grupları belirlemek için FT-IR analizleri, Thermo Fisher Scientific marka Nicolet iS10 spektrometresi (Waltham, MA, ABD) kullanılarak KBr pellet tekniğiyle elde edilmiştir. Ölçümler, 4000 ile 450 cm⁻¹ arasındaki spektral bölgede, 4 cm⁻¹ çözünürlükte gerçekleştirilmiş ve her spektrum 32 taramanın ortalaması olarak alınmıştır. Elde edilen veriler OMNIC 9 yazılımı kullanılarak işlenmiş ve analiz edilmiştir.

11.3.3. Taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılım spektrometresi (SEM/EDS)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri, ZEISS SUPRA 50 VP alan yayımlı elektron tabancalı taramalı elektron mikroskobu (FEG-SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Görüntüleme öncesinde, yüzeyde oluşabilecek yük birikimini azaltmak amacıyla örnekler Denton Vacuum Desk II cihazı kullanılarak yaklaşık 30 nm kalınlığında altın/paladyum (Au/Pd) tabakasıyla kaplanmıştır. SEM görüntülemeleri, yüksek vakum koşulları altında daldırma modunda gerçekleştirilmiş ve çözünürlüğü

artırmak için lens içi dedektör kullanılmıştır. Görüntüleme parametreleri; 10 mm çalışma mesafesi, 10 kV hızlandırma voltajı ve 2,0 nokta boyutunu içermektedir.

11.3.4. UV-Vis DRS difüz reflaktans spektroskopisi (DRS)

UV–görünür bölge difüz yansıma spektroskopisi (UV-Vis DRS), 200–800 nm dalga boyu aralığında spektrumları kaydetmek için Shimadzu UV-3600 spektrofotometresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Örneklerin optik bant aralığı enerjisi (E_g), ilgili kaynakta açıklandığı şekilde modifiye Kubelka–Munk fonksiyonu uygulanarak tahmin edilmiştir (Kaplaner vd., 2024a).

$$[F(R).h.v]^n = B(h.v - E_g) \quad (11.1)$$

11.3.5. N₂ adsorpsiyon/desorpsiyonu

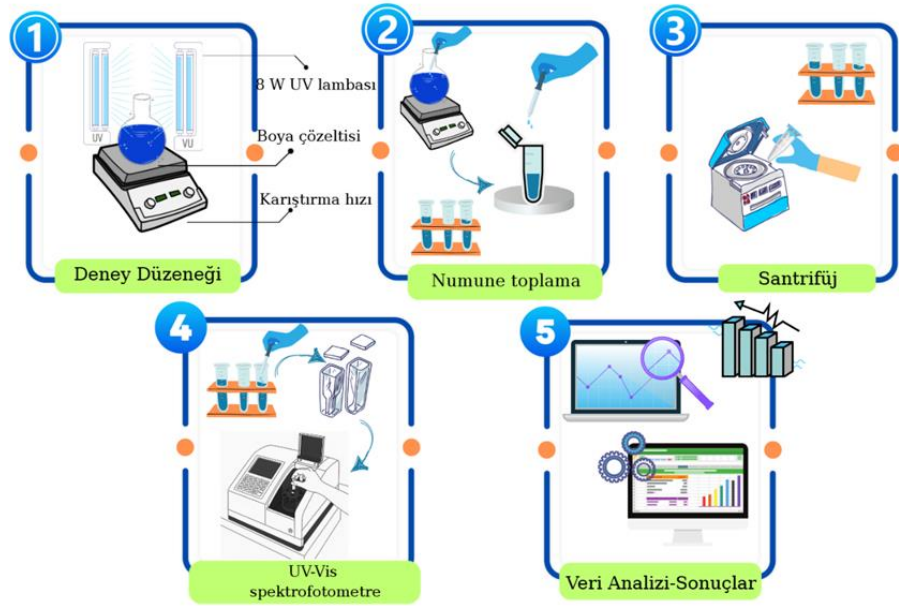
Sentetik olarak elde edilen katalizörlerin yüzey alanları, gözenek çapları ve gözenek hacimlerini belirlemek amacıyla, 77 K sıcaklıkta Micromeritics® TriStar II Plus sistemi (Micromeritics Instrument Corp., ABD) kullanılarak N₂ adsorpsiyon-desorpsiyon izotermi ölçülmüştür. Özgül yüzey alanları Brunauer–Emmett–Teller (BET) yöntemi ile hesaplanmış; gözenek hacmi ve gözenek boyutu dağılımları ise izotermin desorpsiyon kolundan Barrett–Joyner–Halenda (BJH) analizi ile elde edilmiştir. Ölçümler, 0,01–0,99 bağıl basınç (P/P₀) aralığında gerçekleştirilmiş ve ardından ters tarama uygulanmıştır. Analizden önce, tüm örnekler fiziksel olarak adsorlanmış kirleticileri uzaklaştırmak amacıyla gece boyunca 120 °C’de vakum altında tutulmuştur.

12. FOTOKATALİTİK AKTİVİTE TESTLERİ

Fotokatalitik deneyler, her biri 8 W gücünde olan dört adet UV-A lamba (dalga boyu aralığı: 315–400 nm) kullanılarak gerçekleştirilmiş olup, toplamda 32 W ışık şiddeti sağlanmıştır. Deney düzeneği, fotokatalizör süspansiyonunun homojenliğini sağlamak amacıyla manyetik karıştırıcı ile donatılmış bir reaktör haznesi içerisine yerleştirilen 250 mL’lik kuvars cam balondan oluşmaktadır. Reaktör, sabit bir düzeneğe monte edilmiş olup, fotokatalitik reaksiyon sırasında sabit sıcaklığın korunması için bir soğutma fanı ile donatılmıştır. Sentetik nanokompozitlerin fotokatalitik performansını değerlendirmek amacıyla, belirli miktarda katalizör, farklı konsantrasyonlardaki 100 mL metilen mavisi çözeltisi içerisine dağıtılmıştır. Işık etkileşimi öncesinde, boya molekülleri ile katalizör yüzeyi arasında adsorpsiyon-desorpsiyon dengesinin sağlanması için süspansiyon karanlıkta 30 dakika süreyle karıştırılmıştır. Daha sonra sistem ışığa maruz bırakılmış ve reaksiyon süresince her 15 dakikada bir örnekler alınmıştır. Alınan örnekler, katalizör partiküllerinin uzaklaştırılması için santrifüjlenmiş ve süpernatanın absorbansı, boya konsantrasyonunu izlemek amacıyla UV–vis spektrofotometre (UV-2600, Shimadzu, Japonya) ile ölçülmüştür. Fotokatalitik verimlilik (PE%) literatürde belirtilen 12.1 eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır (Kaplaner vd., 2024a):

$$PE\% = \left(\frac{C_0 - C_t}{C_0} \right) \times 100 \quad (12.1)$$

Bu denklemde C_0 , ışık ışınlamı öncesindeki başlangıç boya derişimini (mg L^{-1}); C_t ise fotokatalitik bozunma sürecinin t anındaki boya derişimini (mg L^{-1}) ifade eder. Deney düzeneğinin şematik gösterimi ve fotokatalitik değerlendirmelerde izlenen prosedür Şekil 12.1’de sunulmuştur.



Şekil 12.1. Fotokatalitik testleri yürütmek için deney düzeneđinin ve prosedür adımlarının şematik gösterimi

13. DENEY TASARIMI VE VERİ ANALİZİ

13.1. RSM-CCD

Bu çalışmanın deney tasarımı, Design-Expert yazılımı kullanılarak ve RSM-CCD yöntemi dahil edilerek geliştirilmiştir. Araştırma, %PE% üzerinde etkili olan üç temel değişkene odaklanmıştır: reaksiyon süresi (90–270 dk), başlangıç boya konsantrasyonu (10–20 ppm) ve katalizör dozu (50–100 mg). Bu parametreler, yazarların önceki deneysel bulgularından elde edilen bilgiler doğrultusunda seçilmiştir (Özdemir vd., 2024), (Saygi vd., 2024). Önemle belirtilmelidir ki, karıştırma hızı daha önce PE% üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisi olmadığı belirlenmiş olduğundan 600 rpm’de sabit tutulmuştur. Her bir faktör üç seviyede değerlendirilmiş ve Tablo 13.1’de özetlendiği üzere toplam 20 deney gerçekleştirilmiştir. Seçilen işlem değişkenleri ile gözlemlenen PE% arasındaki ilişkiyi modellemek için ikinci dereceden (kuadratik) polinom model (Denklem 13.1) kullanılmış; bu sayede maksimum fotokatalitik performans için optimal çalışma koşulları belirlenmiştir.

$$PE\% = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i X_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=i+1}^k b_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (13.1)$$

Tablo 13.1. Fotokatalitik bozunma için RSM-CCD’de kullanılan bağımsız değişkenlerin deneysel aralıkları ve kodlanmış seviyeleri.

Seviyeler	Bağımsız değişken	Birim	Düşük seviye (-1)	Orta seviye (0)	Yüksek seviye (+1)
1	Reaksiyon süresi	dk	90	180	270
2	Boya konsantrasyonu	ppm	10	15	20
3	Katalizör dozajı	mg	50	100	150

Bu modelde, X_i ve X_j yanıtı etkileyen bağımsız değişkenleri ifade etmektedir. b_0 terimi kesme noktası (intercept) veya sabit katsayıyı temsil ederken, b_i bireysel değişkenlerin doğrusal (birinci dereceden) etki katsayılarına karşılık gelmektedir. Her bir değişkenin kuadratik etkileri b_{ii} ile gösterilirken, b_{ij} , i ve j değişkenleri arasındaki etkileşim etkilerini temsil etmektedir ve ε terimi ise modele bağlı rastgele hatayı ifade eder (Yu vd., 2023).

13.2. ANN

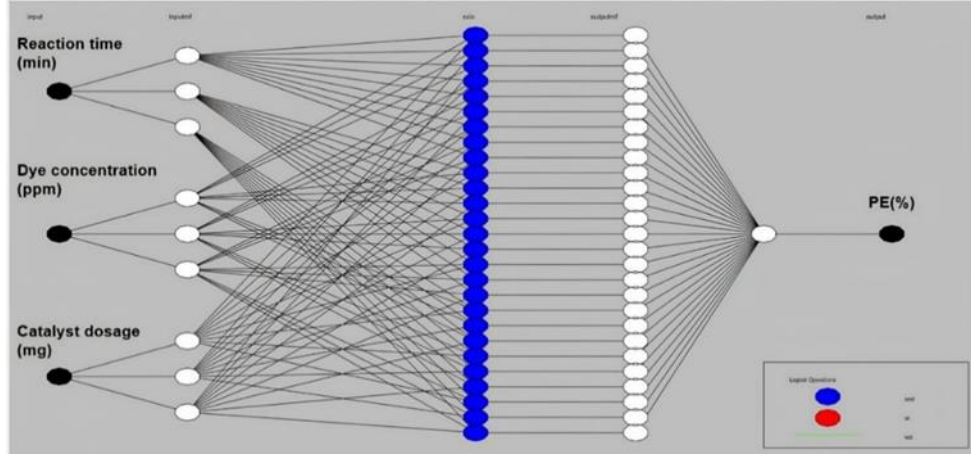
Bu çalışmada, maksimum PE% değerini modellemek ve tahmin etmek amacıyla ANN kullanılmıştır. İnsan sinir sisteminin işlevsel mimarisinden esinlenen ANN, birbirine bağlı yapay nöronların ardışık katmanlar hâlinde düzenlendiği, girdi verilerini işleyerek altta yatan örüntüleri ortaya çıkaran ve hedef çıktının doğru tahminlerini üreten hesaplamalı bir meta-sezgisel yaklaşımdır (Chong vd., 2023). Ağ geliştirme süreci, MATLAB R2022a ortamında Neural Network Toolbox kullanılarak, TRAINLM fonksiyonu aracılığıyla Levenberg–Marquardt (LM) optimizasyon algoritması ile eğitilen ileri beslemeli geri yayılım mimarisi benimsenerek gerçekleştirilmiştir. Bu algoritma, girdi ve çıktı değişkenleri arasındaki doğrusal olmayan ilişkilerin işlenmesinde hızlı yakınsama ve yüksek doğruluk sağlaması nedeniyle tercih edilmiştir (Khan ve Singh 2025).

Modelleme çerçevesinde, reaksiyon süresi, boya konsantrasyonu ve katalizör dozu olmak üzere üç bağımsız girdi parametresi ile PE% olmak üzere tek bir çıktı parametresi kullanılmıştır. Çeşitli ağ yapıları üzerinde yapılan ilk denemelerin ardından, en uygun mimarinin bir giriş katmanı, beş nöronlu bir gizli katman ve bir çıkış katmanından oluştuğu belirlenmiştir. Gizli ve çıktı katmanları için transfer fonksiyonları, en doğru tahminleri sağlayacak kombinasyonu belirlemek amacıyla doğrusal (purelin) ve doğrusal olmayan sigmoid (tansig) fonksiyonlar arasında yinelemeli olarak ayarlanmıştır. ANN eğitimi ve doğrulaması için kullanılan veri seti, CCD-RSM yöntemi ile oluşturulmuş ve hesaplama verimliliği ile eğitim kararlılığını artırmak amacıyla belirli bir aralığa normalize edilmiştir. Normalize edilen veri seti rastgele olarak üç alt kümeye ayrılmıştır (%70 eğitim, %15 doğrulama ve %15 test için). Eğitim sürecinde, tahmin edilen ve deneysel değerler arasındaki ortalama kare hatayı (MSE) minimize etmek için bağlantı ağırlıkları ve önyargılar iteratif olarak güncellenmiştir. Doğrulama seti, ağın genelleme yeteneğini izlemek ve aşırı uyumu önlemek amacıyla kullanılırken, test seti modele daha önce görülmemiş veriler üzerinde tahmin performansını değerlendirmek için kullanılmıştır. Eğitim iterasyonları, MSE minimum eşik değerine ulaşana kadar devam etmiş; böylece küresel minimuma yakınsama, sayısal kararlılık ve fotokatalitik performansın doğru tahmini için güçlü genelleme yeteneği sağlanmıştır.

13.3. ANFIS

ANFIS, bulanık mantığın niteliksel akıl yürütme yeteneklerini yapay sinir ağlarının niceliksel öğrenme kabiliyetiyle birleştiren gelişmiş bir hibrit algoritmadır. Özellikle büyük ölçekli doğrusal olmayan sistemlerin yüksek hızlı modellenmesinde ve karmaşık, doğrusal olmayan problemlerin çözümünde etkilidir (Samuel vd., 2023). ANFIS'te, giriş ve çıkış değişkenleri arasındaki ilişki, bulanık çıkarım ile çok katmanlı bir sinir ağı yapısının birleşimiyle modellenir. Yaygın olarak kullanılan üç bulanık çıkarım çerçevesi arasında yer alan Mamdani, Tsukamoto ve Sugeno sistemlerinden, bu çalışmada daha özlü temsil ve yüksek doğruluğu nedeniyle Sugeno sistemi tercih edilmiştir. Veri seti, ANN modelleme sürecinde kullanılan yaklaşıma paralel olarak eğitim, test ve doğrulama alt kümelerine ayrılmıştır (Khan ve Singh 2025).

ANFIS modeli, PE% tahmini için, reaksiyon süresi (dk), boya konsantrasyonu (ppm) ve katalizör dozu (mg) olmak üzere üç deneysel girdi parametresi ile bir çıktı yanıtını kullanarak, Şekil 13.1'de gösterildiği şekilde uygulanmıştır. Model, MATLAB R2022a ortamında anfisedit arayüzü kullanılarak geliştirilmiştir. Hesaplama verimliliği nedeniyle birinci dereceden Sugeno tipi bulanık çıkarım sistemi (FIS) seçilmiştir. Her bir girdi değişkeni, üçgen üyelik fonksiyonları (trimf) ile temsil edilmiş ve girdilerin tüm olası fonksiyon kombinasyonlarından türetilen 27 bulanık if-then kuralı oluşturulmuştur. Çıktı üyelik fonksiyonu tipi, Sugeno model yapısına uygun olarak sabit değerli fonksiyon olarak belirlendi. Ayrıca, ANFIS yapısı, girdiler ile çıktı arasında beş ana katmandan oluşmaktadır: bulanıklaştırma katmanı, çıkarım katmanı, normalize etme katmanı, bulanıklaştırmayı geri alma katmanı ve birleştirme katmanı. İlk katmanda, girdiler üyelik fonksiyonları kullanılarak bulanık girdilere dönüştürülür (bulanıklaştırma). Ara katmanlar, kullanıcı tanımlı kurallara göre bu bulanık girdileri işler, kural çıktılarını normalize eder ve çıkarımları uygular. Son aşamalarda ise bulanık çıktı, normal çıktıya dönüştürülür (defuzzifying) ve sonuçlar birleştirilerek nihai tahmin oluşturulur (Ramadan et al. 2022). CCD-RSM yöntemiyle oluşturulan veri seti modelleme öncesinde normalize edilip, ANN modelleme prosedürüne paralel olarak %70 eğitim, %15 doğrulama ve %15 test alt kümelerine ayrılmıştır. ANFIS modelleme sürecinde, giriş parametreleri ile çıktı yanıtı arasındaki ilişkilerin kapsamlı öğrenilmesini sağlamak için 100 eğitim döngüsü kullanılmıştır.



Şekil 13.1. Önerilen ANFIS mimarisi, giriş parametreleri olan reaksiyon süresi, boya konsantrasyonu ve katalizör dozajı için üçer üyelik fonksiyonuna ($MF = 3, 3, 3$) sahip olup, çıkış parametresi olarak PE%’yi temsil etmektedir.

13.4. RSM-CCD, ANN ve ANFİS Performansının Karşılaştırılması

Model değerlendirme ölçütleri, RSM, ANN ve ANFIS modellerinin deneysel verilerle karşılaştırmalı tahmin performanslarını değerlendirmek ve kıyaslamak için uygulanmıştır. Değerlendirme; korelasyon katsayısı (R), belirleme katsayısı (R^2), düzeltilmiş belirleme katsayısı (R^2), ortalama kare hata (MSE), karekök ortalama kare hata (RMSE), ortalama mutlak hata (MAE), tahmin standart hatası (SEP) ve ortalama göreceli yüzde sapma (MRPD) gibi istatistiksel hata ölçütlerini içermekte olup, bu ölçütler Eş. 13.2–13.9’da tanımlanmıştır. Ayrıca, her modelin tahmin ettiği değerlerle ilgili deneysel sonuçlar arasındaki sapmaları göstermek amacıyla karşılaştırmalı uyum grafiği oluşturulmuştur.

$$R = \frac{\sum_{i=1}^n (x_{p,i} - x_{p,ave}) \cdot (x_{a,i} - x_{a,ave})}{\sqrt{\left[\sum_{i=1}^n (x_{p,i} - x_{p,ave})^2 \right] \left[\sum_{i=1}^n (x_{a,i} - x_{a,ave})^2 \right]}} \quad (13.2)$$

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (x_{a,i} - x_{p,i})^2}{\sum_{i=1}^n (x_{p,i} - x_{a,ave})^2} \quad (13.3)$$

$$Adjusted R^2 = 1 - \left[(1 - R^2) \times \frac{n - 1}{n - k - 1} \right] \quad (13.4)$$

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_{p,i} - x_{a,i})^2 \quad (13.5)$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_{p,i} - x_{a,i})^2} \quad (13.6)$$

$$MAE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |(x_{a,i} - x_{p,i})| \quad (13.7)$$

$$SEP = \frac{RMSE}{x_{a,ave}} \times 100 \quad (13.8)$$

$$MRPD = \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n \left(\frac{|(x_{a,i} - x_{p,i})|}{x_{a,i}} \right) \right) \times 100 \quad (13.9)$$

Burada k, giriş değişkenlerinin sayısını; n, deneysel veri noktalarının sayısını; $x_{p,i}$ tahmin edilen değerleri; $x_{a,i}$ deneysel değerleri; $x_{a,ave}$ deneysel değerlerin ortalamasını; ve $x_{p,ave}$ tahmin edilen değerlerin ortalamasını ifade etmektedir (Özdemir vd., 2024), (Betiku vd., 2021), (Sada ve Ikpeseni 2021).

14. KATALİZÖRÜN YENİDEN KULLANILABİLİRLİĞİ VE STABİLİTE ÇALIŞMALARI

Fotokatalizörün kimyasal stabilitesini ve yeniden kullanılabilirliğini araştırmak için bir dizi döngüsel bozunma deneyi yapılmıştır. Her döngüden sonra geri kazanılan katalizörler işleme tabi tutulmuştur. Öncelikle yüzeylerindeki boya kalıntılarını gidermek için deiyonize su ile iyice yıkanmıştır. Daha sonra gece boyunca 80 °C'de kurutulmuş ve homojen parçacık boyutu elde etmek için öğütülerek yeniden kullanıma hazırlanmışlardır.

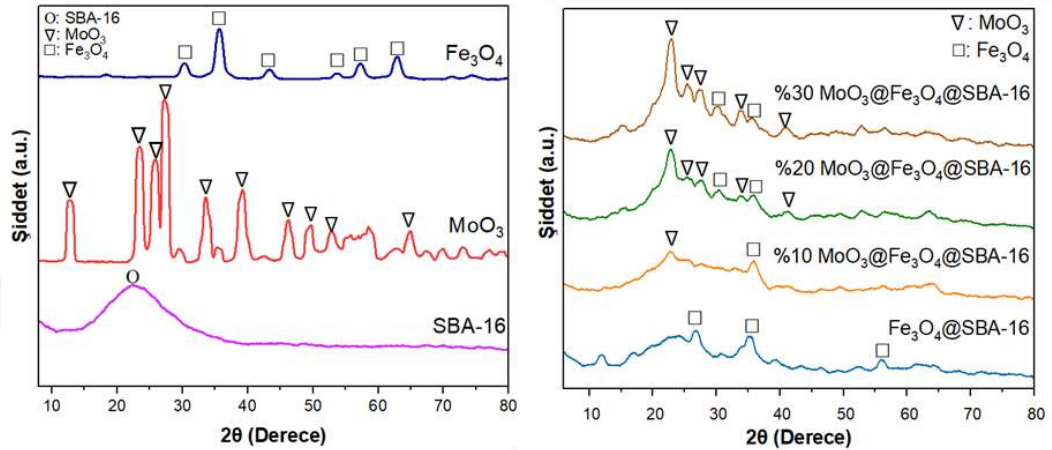


15. BULGULAR VE TARTIŞMA

15.1. Karakterizasyon Sonuçları

15.1.1. X-Işını kırınım (XRD) analiz sonuçları

SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörlerinin XRD desenleri Şekil 15.1’de verilmiştir.



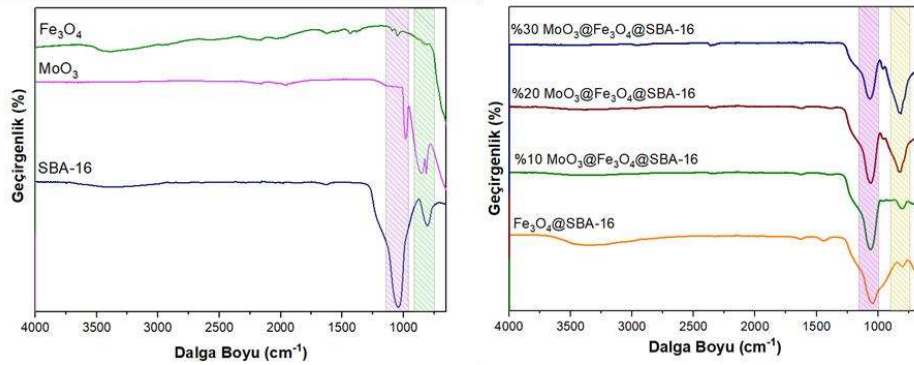
Şekil 15.1. a) SBA-16, MoO_3 ve Fe_3O_4 ile b) $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$, %10 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$, %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve %30 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörlerine ait XRD desenleri

Şekil 15.1a’da, 15° – $31,34^\circ$ aralığında $22,60^\circ$ civarında geniş bir tepe gözlenmiştir; bu tepe, amorf silika ve mezogözenekli SBA-16 yapısında bulunan düzenli kanallara atfedilmektedir (Mohammadi vd., 2021). Saf MoO_3 için $12,68^\circ$, $23,42^\circ$, $25,78^\circ$, $27,32^\circ$, $33,58^\circ$, $39,28^\circ$, $46,2^\circ$, $49,70^\circ$, $52,86^\circ$ ve $64,88^\circ$ açılarında belirgin pikler gözlenmiştir. Bu sonuçlar, MoO_3 (JCPDS 05-0508) yapısının ortorombik olarak indekslendiğini göstermektedir (Wang vd., 2019). Öte yandan, $30,38^\circ$, $35,60^\circ$, $43,38^\circ$, $53,56^\circ$, $57,28^\circ$ ve $62,88^\circ$ açılarında görülen pikler, sırasıyla (220), (311), (400), (422), (333) ve (440) kristal düzlemlerine karşılık gelen, yüzey merkezli kübik Fe_3O_4 fazına (JCPDS #89-4319) atfedilmiştir (Prabhu vd., 2015). Fe_3O_4 ’ün SBA-16 yapısına eklenmesiyle, SBA-16 yüzeyinde Fe_3O_4 ’e özgü bazı kırınım zirveleri ortaya çıkmaya başlamış ve bu zirvelerin yoğunluğunda azalma ile kayma gözlenmiştir. Pourya Mohammadi ve arkadaşlarının (Mohammadi vd., 2021) bildirdiği çalışmaya göre, bu azalma, silika kanal duvarlarının kalınlığındaki değişikliklere, silika duvarları arasındaki saçılma kontrastının azalmasına veya $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörü içindeki Fe_3O_4 nanopartiküllerinin varlığına atfedilmektedir. $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ yapısına %10 MoO_3 eklendiğinde, MoO_3 ’e karşılık

gelen kırınım tepeleri neredeyse gözlenmemiş; sadece yaklaşık 23° civarında zayıf bir tepe belirgin hale gelmiştir. Bu durum, MoO_3 'ün SBA-16 yüzeyinde yüksek oranda dağıldığına göstermektedir (J. S. B. Figueiredo vd., 2022). Ayrıca, MoO_3 yüklemesi %20 ve %30'a yükseldikçe, Fe_3O_4 @SBA-16 yüzeyinde MoO_3 'e karşılık gelen kırınım tepeleri belirginleşmiştir. MoO_3 yüklemesi arttıkça, bu tepelerinin yoğunluğu daralıp keskinleşmiş ve Julio González ve arkadaşlarının bildirdiği bulgularla iyi bir uyum göstermiştir (González vd., 2018).

15.1.2. Fourier dönüşümlü kızıl ötesi spektroskopisi (FT-IR/ATR)

SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , Fe_3O_4 @SBA-16 ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip MoO_3 @ Fe_3O_4 @SBA-16 katalizörlerinin fonksiyonel gruplarını belirlemek amacıyla FT-IR spektroskopisi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar Şekil 15.2'de sunulmuştur.



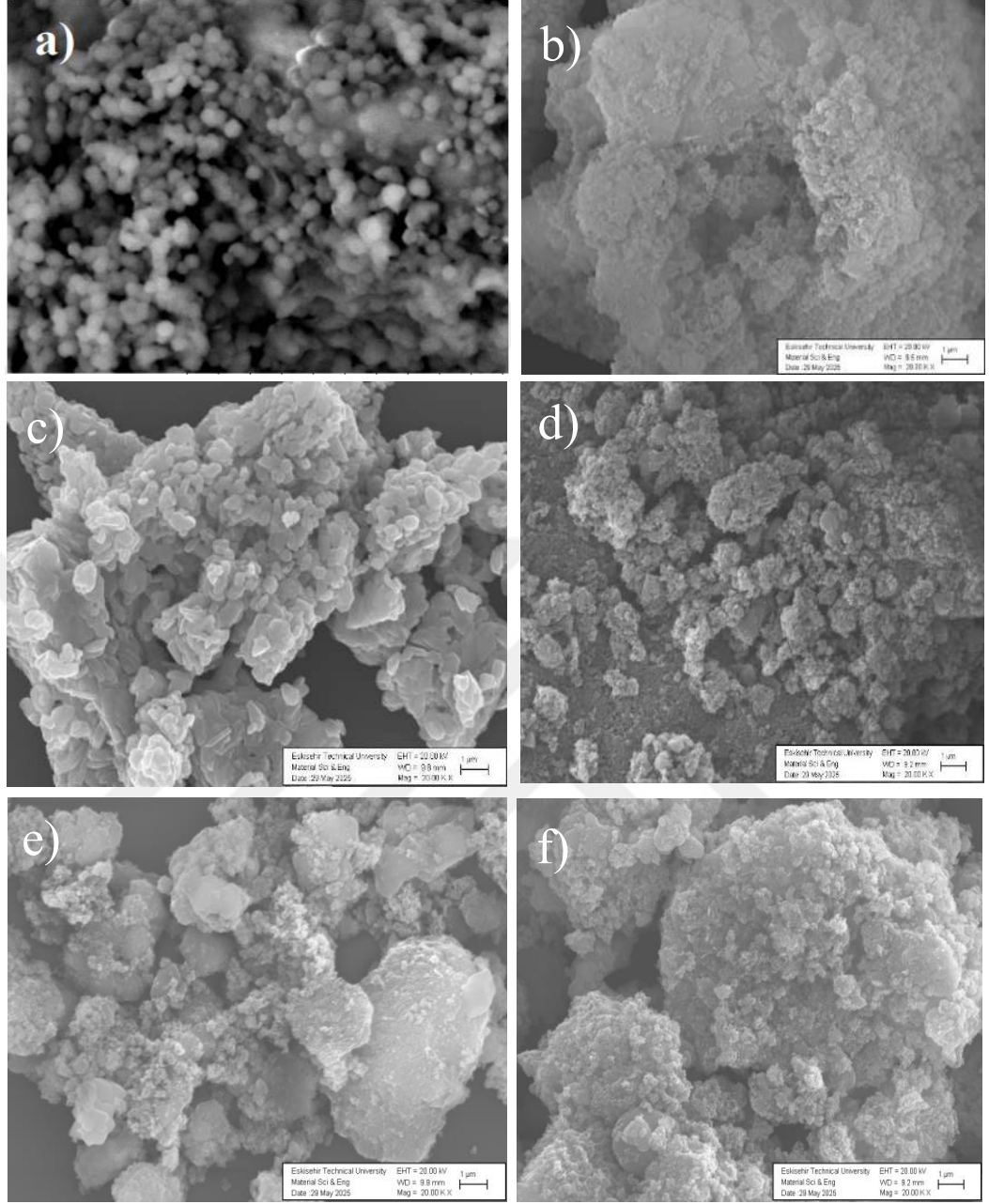
Şekil 15.2. a) SBA-16, MoO_3 ve Fe_3O_4 , b) Fe_3O_4 @SBA-16, %10 MoO_3 @ Fe_3O_4 @SBA-16, %20 MoO_3 @ Fe_3O_4 @SBA-16 ve %30 MoO_3 @ Fe_3O_4 @SBA-16 katalizörlerinin FT-IR spektrumları.

Şekil 15.2a'da, yaklaşık 1090 ve 800 cm^{-1} civarında gözlenen bantlar sırasıyla Si-O-Si bağlarının asimetrik ve simetrik gerilme titreşimlerine karşılık gelmektedir. Bu karakteristik pikler, SBA-16'da iyi kondanse olmuş bir silika ağ yapısının oluşumunu doğrulamaktadır (Niakan vd., 2020). MoO_3 ise moleküler yapısına özgü, 825 ve 991 cm^{-1} 'de belirgin keskin pikler sergilemektedir. Özellikle, 825 cm^{-1} 'deki pik terminal oksijen atomlarının simetrik gerilme titreşimine, 991 cm^{-1} 'deki pik ise uç oksijen atomlarının asimetrik gerilme titreşimine atfedilmektedir (Wang vd., 2019). Fe_3O_4 'ün eklenmesiyle,

Si–O–Si bantlarının yoğunluğunda belirgin bir azalma gözlemlenmiştir; bu durum, Fe₃O₄ nanopartiküllerinin silika yüzeyiyle kısmi etkileşim veya kaplama sağladığını göstermektedir. Fe₃O₄ spektrumunda 580 cm⁻¹ civarında belirgin bir pik gözlenir ve bu pik, Fe–O gerilme titreşimlerine atfedilir; bu da kompozit yapı içinde spinel ferrit fazının varlığını doğrulamaktadır. Fe₃O₄@SBA-16 içine MoO₃'ün adım adım %10, %20 ve %30 yükleme seviyelerinde eklenmesiyle, FT-IR spektrumlarında belirgin değişiklikler gözlemlenmiş ve MoO₃'ün kompozit yapı içine başarılı bir şekilde entegre olduğu doğrulanmıştır. Özellikle, MoO₃ içeriği arttıkça, 825 cm⁻¹ civarındaki karakteristik Mo=O gerilme bantları (simetrik gerilme) ve 991 cm⁻¹ civarındaki bantlar (asimetrik gerilme) giderek daha belirgin hâle gelir; bu durum, yapıda terminal Mo=O bağlarının artan varlığını göstermektedir. Bu bantlar, MoO₃'ün kompozite entegrasyonunun net spektral göstergeleri olarak işlev görür. Aynı zamanda, daha yüksek MoO₃ yüklemelerinde Si–O–Si bandının (~1090 cm⁻¹) yoğunluğunda kademeli bir azalma gözlemlenir; bu, SBA-16 yüzeyinin MoO₃ türleriyle giderek daha fazla kaplandığını veya modifiye olduğunu göstermektedir.

15.1.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analiz sonuçları

Şekil 15.3, SBA-16, Fe₃O₄, MoO₃, %10 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16, %20 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 ve %30 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 örneklerine ait morfolojik özellikleri gösteren bir dizi SEM görüntülerini sunmaktadır.



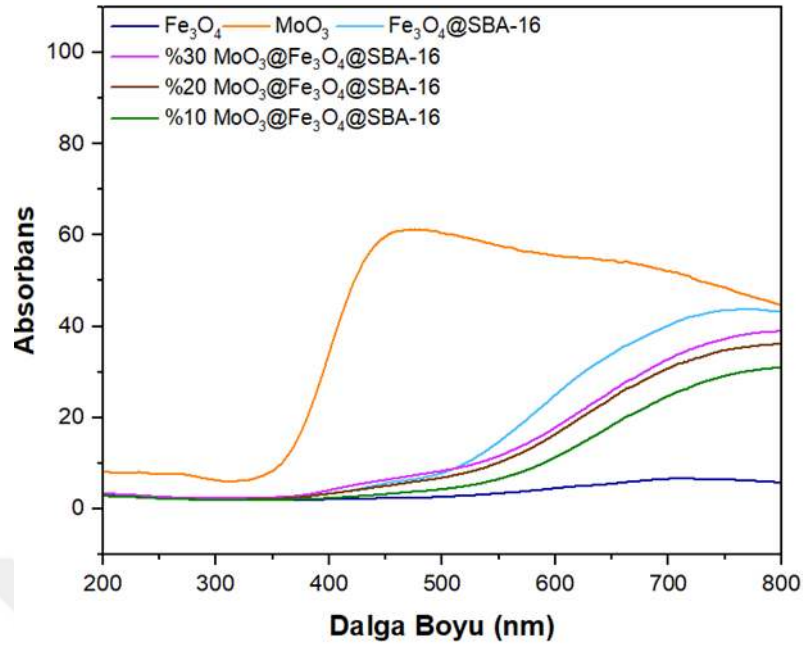
Şekil 15.3. a) SBA-16, b) Fe_3O_4 , c) MoO_3 , d) %10 $MoO_3@Fe_3O_4@SBA-16$, e) %20 $MoO_3@Fe_3O_4@SBA-16$ ve f) %30 $MoO_3@Fe_3O_4@SBA-16$ 'nın SEM görüntüleri.

Şekil 15.3a incelendiğinde, SBA-16 destek materyalinin üç boyutlu küresel bir morfolojiye sahip olduğu görülmektedir; bu, malzemenin mezoyapısal iskeletinin karakteristik bir özelliğidir (Wróblewska vd., 2021). Benzer şekilde, Şekil 15.3b'de saf Fe_3O_4 'ün SEM görüntüsü, ağırlıklı olarak küresel bir morfoloji sergilediğini göstermektedir (Kaplaner vd., 2024b), (Mahmoudi-Badiki vd., 2019). Parçacıklar, büyük ölçüde aglomerasyon göstermekte olup, bu durum muhtemelen kurutma sürecinden

kaynaklanmaktadır (Mahmoudi-Badiki vd., 2019). Şekil 15.3c’de yer alan MoO_3 ’ün SEM görüntüsü, yüksek derecede aglomere olmuş ve düzensiz bir morfoloji ortaya koymaktadır (Vasanthi vd., 2025). Parçacıklar, ortorombik MoO_3 ’ün karakteristik özellikleri olan pul pul ve katmanlı bir yapıya sahiptir (Puebla vd., 2021), ayrıca nispeten keskin kenarlar ve düzensiz yüzeyler gözlemlenmiştir. Kompozit örneklerin SEM görüntüleri olan %10 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$, %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve %30 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ sırasıyla Şekil 15.3d-f’de verilmiştir. Tüm örnekler, düzensiz şekilli aglomere olmuş partiküller ve pürüzlü yüzey dokularına sahiptir; bu durum, MoO_3 ve Fe_3O_4 ’ün SBA-16 destek yüzeyine başarılı bir şekilde tutunduğunu göstermektedir. %10 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ örneğinde, yüzey nispeten homojen görünmekte olup, ince aglomeratlar ve korunmuş mezoyapısal özellikler dikkat çekmektedir. MoO_3 içeriği %20’ye çıktığında, kompozitte daha büyük ve yoğun kümeler görülmekte, bu da SBA-16 yüzeyinin MoO_3 türleri tarafından daha kapsamlı kaplandığını göstermektedir. %30 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ örneğinde ise belirgin aglomerasyonlar ve kütle yapısına benzer oluşumlar gözlenmiştir.

15.1.4. UV-Vis Difüz Reflektans Spektroskopisi (DRS) Analiz Sonuçları

MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörlerinin absorpsiyon spektrumları, oda sıcaklığında UV-Vis spektrofotometresi kullanılarak kaydedilmiştir. Ölçümler 200–800 nm dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiş olup, elde edilen sonuçlar Şekil 15.4’de sunulmuştur.

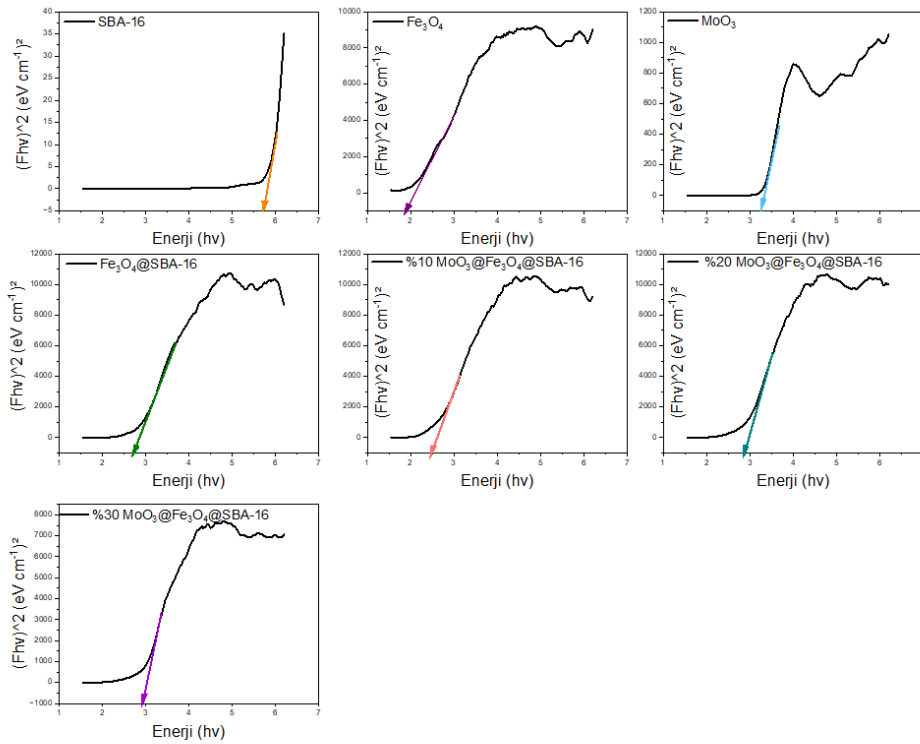


Şekil 15.4. MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörlerine ait UV-Vis DRS spektrumları.

Şekil 15.2, MoO_3 'ün yaklaşık 350 nm civarında başlayan ve görünür bölgeye doğru yaklaşık 600–650 nm'ye kadar uzanan belirgin bir absorpsiyon bandı sergilediğini göstermektedir. Bu durum, MoO_3 'ün yarı iletken doğasına ve nispeten dar bir band aralığına sahip olmasına uygundur (Ma vd., 2024). Fe_3O_4 ise 700–800 nm aralığında artan ışık absorpsiyonu göstermektedir. Bu bölge, görünür spektrumun kırmızı kısmına karşılık gelmekte olup, Fe_3O_4 'ün uzun dalga boylu görünür ışığı verimli bir şekilde kullanabildiğini göstermektedir (Saygi vd., 2024). Karşılaştırıldığında, $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompoziti uzak görünür bölgede hafifçe azalmış bir absorpsiyon gösterse de, alt görünür bölgede (400–600 nm) daha geniş bir absorpsiyon profili sergilemektedir. Bu davranış, Fe_3O_4 nanoparçacıklarının SBA-16 matrisi içinde daha iyi dağılması ve mezogözenekli yapının neden olduğu ışık saçılma etkileriyle açıklanabilir. Benzer bir artış, Fe_3O_4 'ün mezogözenekli silika yapılarıyla birleştirildiği sistemlerde de gözlemlenmiştir (Subhan vd., 2019). $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompozitlerinde, MoO_3 içeriği %10'dan %30'a arttıkça absorpsiyonda kademeli bir artış gözlenmiştir. %10 MoO_3 yüklü kompozitte absorpsiyon, 450 nm'den sonra daha belirgin şekilde artmaya başlarken; %20 ve %30 MoO_3 yüklü örneklerde 500 nm'nin üzerinde daha güçlü bir absorpsiyon gözlenmiştir. Özellikle %30 yüklü örnek, görünür bölge boyunca en yüksek genel absorpsiyonu

göstermektedir. Bu davranış, MoO_3 'ün Fe_3O_4 @SBA-16 yüzeyine başarıyla yüklendiğini açıkça ortaya koymakta ve görünür ışığın kullanımında artış olduğunu göstermektedir.

SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , Fe_3O_4 @SBA-16 ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip MoO_3 @ Fe_3O_4 @SBA-16 katalizörlerinin bant aralığı enerjileri, eşdeğer soğurma katsayısını temsil eden Kubelka-Munk fonksiyonunun $(F(R))$ dalga boyuna karşı grafikleri kullanılarak belirlenmiştir. Bant aralığı değerleri, 200–800 nm dalga boyu aralığında gerçekleştirilen taramalardan elde edilmiş olup, ilgili sonuçlar Şekil 15.3'te sunulmuştur.



Şekil 15.5. SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , Fe_3O_4 @SBA-16 ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip MoO_3 @ Fe_3O_4 @SBA-16 katalizörlerine ait Kubelka-Munk fonksiyon dönüşüm grafikleri.

SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , Fe_3O_4 @SBA-16 ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına (%10, %20 ve %30) sahip MoO_3 @ Fe_3O_4 @SBA-16 katalizörlerinin optik bant aralığı enerjileri, Kubelka–Munk dönüşümü uygulanmış UV-Vis difüz yansıma verilerine dayalı olarak Tauc yöntemiyle tahmin edilmiş ve Şekil 15.5'te gösterilmiştir. Beklendiği üzere, saf SBA-16 yaklaşık 5.70 eV genişliğinde bir bant aralığı sergileyerek yalıtkan silika yapısına özgü bir özellik göstermiştir. Fe_3O_4 ve MoO_3 ise, bilinen yarı iletken özellikleri

ve görünür ışık aktivitesiyle uyumlu olarak, sırasıyla 1,80 eV ve 3,30 eV gibi önemli ölçüde daha dar bant aralıkları ortaya koymuştur. Bu çalışmada belirlenen Fe_3O_4 ve MoO_3 'ün bant aralığı değerleri, daha önce yayımlanmış literatür verileriyle uyumludur (Saleem vd., 2024), (Singh vd. 2021). $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompoziti, Fe_3O_4 'ün silika matrisine dahil edilmesiyle yapısal değişim ve dağılım etkileri sonucu ışık soğurma davranışında meydana gelen değişimlere bağlı olarak, 2,70 eV'lik hafif artış gösteren bir bant aralığına sahip olmuştur. MoO_3 'ün $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ sistemine ilave edilmesiyle birlikte bant aralığında bir kayma gözlemlenmiş; %10, %20 ve %30 MoO_3 yüklü kompozitlerde sırasıyla 2,55 eV, 2,90 eV ve 2,95 eV bant aralığı değerleri elde edilmiştir.

15.1.5. N_2 Adsorpsiyon/Desorpsiyon Analiz Sonuçları

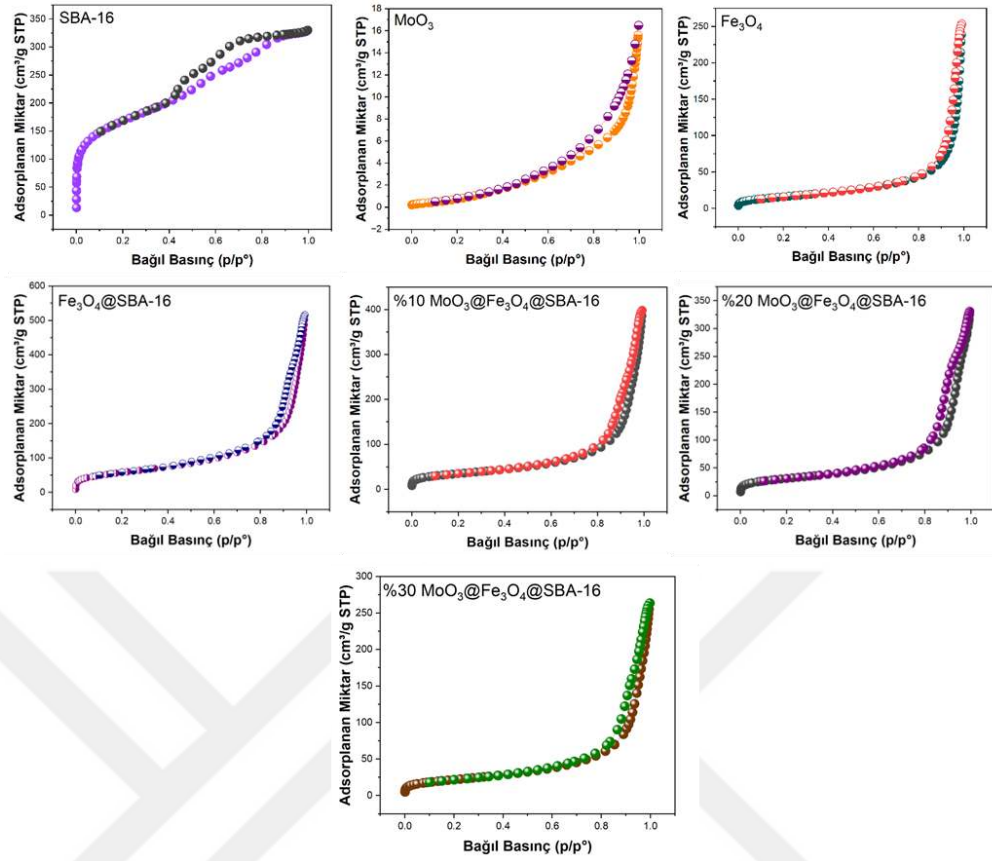
SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörlerinin yüzey özelliklerini değerlendirmek amacıyla azot adsorpsiyon-desorpsiyon testleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen gözenek yapısı parametreleri Tablo 15.1'de özetlenmiş, N_2 adsorpsiyon-desorpsiyon izotermi ise Şekil 15.6'da sunulmuştur.

Tablo 15.1. SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörlerinin yüzey özellikleri.

Fotokatalizör	Özgül yüzey alanı (m^2/g)	Dış yüzey alanı (m^2/g)	Ortalama gözenek boyutu (nm)	Gözenek hacmi (cm^3/g)
SBA-16	573,50	435,40	3,51	0,503
Fe_3O_4	60,30	66,76	10,44	0,157
MoO_3	4,01	5,96	8,21	0,001
$\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$	207,89	200,00	9,23	0,480
%10 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$	123,72	113,45	11,89	0,368
%20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$	110,42	100,72	12,90	0,356
%30 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$	78,21	75,70	12,00	0,235

Tablo 15.1’den görüldüğü üzere, saf SBA-16 oldukça yüksek bir özgül yüzey alanı ($573,50 \text{ m}^2/\text{g}$) ve dış yüzey alanı ($435,40 \text{ m}^2/\text{g}$) sergilemekte olup, ortalama $3,51 \text{ nm}$ gözenek boyutu ve $0,503 \text{ cm}^3/\text{g}$ gözenek hacmi ile iyi tanımlanmış mezogözenekli bir yapıya sahiptir. Buna karşılık, Fe_3O_4 belirgin şekilde daha düşük bir yüzey alanı ($60,30 \text{ m}^2/\text{g}$) ve daha büyük ortalama gözenek boyutu ($10,44 \text{ nm}$) göstermektedir; bu durum, sınırlı gözenekliliğe sahip, topaklanmış nanoparçacık morfolojisinin karakteristik bir özelliğidir. Benzer şekilde, saf MoO_3 , çok daha düşük bir yüzey alanı ($4,01 \text{ m}^2/\text{g}$) ve gözenek hacmi ($0,001 \text{ cm}^3/\text{g}$) ile birlikte $8,21 \text{ nm}$ ’lik bir ortalama gözenek boyutu sergilemektedir. Bu durum, yüzeye bağlı süreçler için sınırlı erişime sahip, gözeneksiz ve kütle kristal yapısına işaret etmektedir. Fe_3O_4 ’ün SBA-16 yapısına dahil edilmesiyle birlikte bu değerlerde önemli ölçüde azalma meydana gelmiş; $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompoziti, $207,89 \text{ m}^2/\text{g}$ ’a düşen yüzey alanı ve $9,23 \text{ nm}$ ’ye yükselen ortalama gözenek boyutu ile Fe_3O_4 nanoparçacıklarının mezogözenekleri kısmen doldurduğunu veya kapladığını göstermektedir. MoO_3 ile yapılan ilave modifikasyon ise özgül yüzey alanı ve gözenek hacminde sistematik bir azalmaya yol açmıştır. %10 MoO_3 yüklemesinde yüzey alanı $123,72 \text{ m}^2/\text{g}$ ’a, gözenek hacmi ise $0,368 \text{ cm}^3/\text{g}$ ’a düşerken, ortalama gözenek boyutu $11,89 \text{ nm}$ ’ye yükselmiştir. Daha yüksek MoO_3 yüklemelerinde (%20 ve %30), özgül yüzey alanı sırasıyla $110,42 \text{ m}^2/\text{g}$ ve $78,21 \text{ m}^2/\text{g}$ ’a kadar düşerken, gözenek hacminde de $0,356 \text{ cm}^3/\text{g}$ ’dan $0,235 \text{ cm}^3/\text{g}$ ’a belirgin bir azalma gözlemlenmiştir.

Şekil 15.6, SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip (%10, %20 ve %30) $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompozitlerine ait N_2 adsorpsiyon–desorpsiyon izotermelerini göstermektedir.



Şekil 15.6. SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve farklı MoO_3 yükleme oranlarına sahip $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörlerinin N_2 adsorpsiyon-desorpsiyon izotermi.

Şekil 15.6, SBA-16, MoO_3 ve Fe_3O_4 'e ait N_2 adsorpsiyon-desorpsiyon izotermelerini göstermekte olup, bu malzemelerin her birinin IUPAC sınıflandırmasına göre mezogözenekli özellikler sergilediğini ortaya koymaktadır. SBA-16'nın izotermi, değişken boğaz ve boşluk boyutlarına sahip karmaşık gözenek yapılarına işaret eden, tipik bir Tip IV profili ve H2 tipi histerezis döngüsü göstermektedir (Bhavna ve Duhan 2024). Buna karşılık, MoO_3 , genellikle tabakalı veya levha benzeri parçacıkların agregasyonu ile oluşan yarık benzeri gözeneklerle ilişkilendirilen H3 tipi histerezis döngüsü ile birlikte Tip IV izotermi sergilemektedir (Avani vd., 2024). Benzer şekilde, Fe_3O_4 de H3 tipi histerezis döngüsüyle birlikte Tip IV izotermi göstererek mezogözenekli yapısını yeniden doğrulamaktadır (Aashima vd., 2019), (K. M. Alotaibi vd., 2021). Mezogözenekli malzemelerde adsorpsiyon davranışı, hem adsorban-adsorplayıcı etkileşimleri hem de adsorplanan moleküller arasındaki etkileşimler tarafından belirlenir. Bu tür gözeneklerde adsorpsiyon genellikle, gazın, hacimsel sıvının doyma basıncının (p_0) altındaki göreceli bir basınçta (p/p_0) sıvı benzeri bir faza yoğunlaştığı kapiller yoğunlaşma olgusu ile

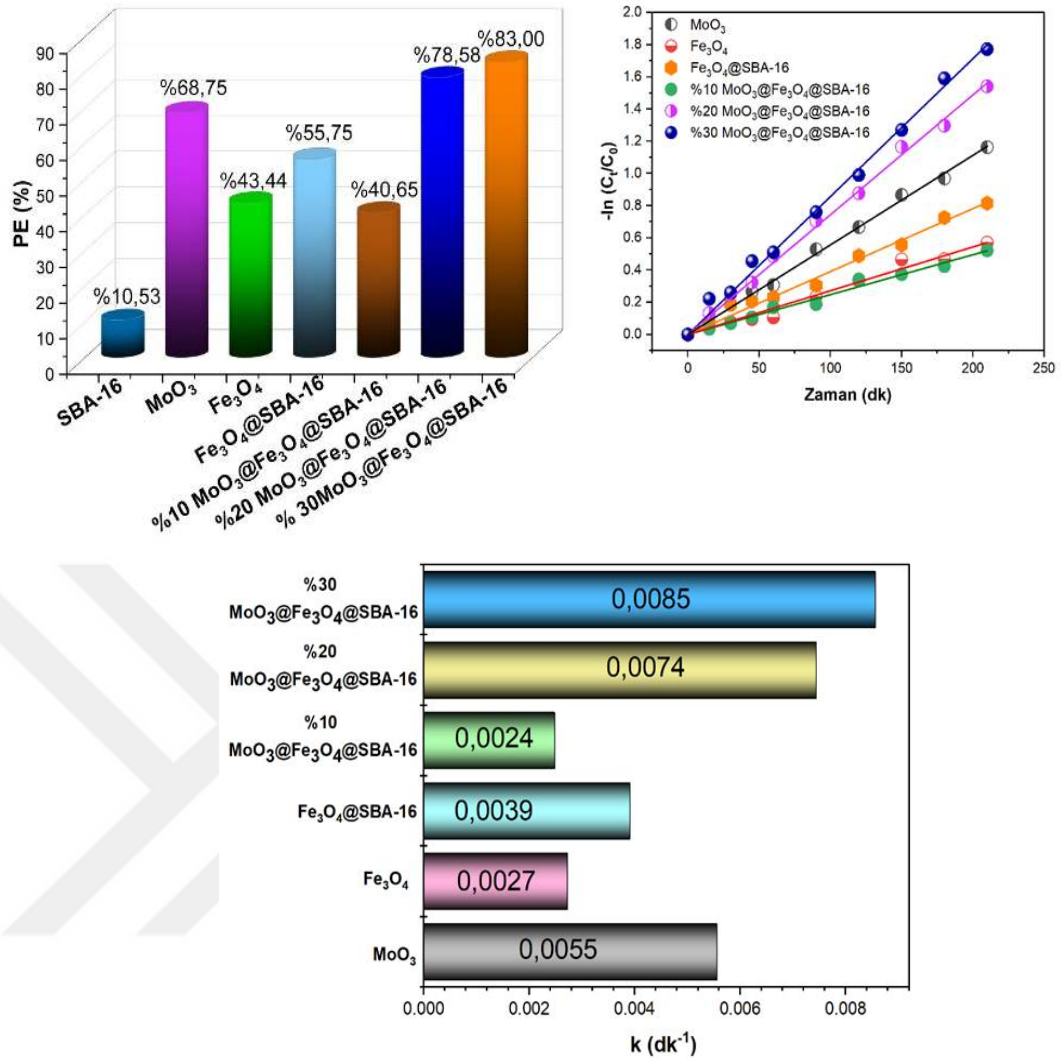
karakterize edilir (Thommes vd., 2015). $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve MoO_3 ile modifiye edilmiş kompozitlerde (%10, %20 ve %30 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$), mezogözenekli yapı korunmuş olup, tüm örneklerde Tip IV izotermier gözlemlenmiştir. Bu malzemelerdeki histerezis döngüleri, yarık benzeri gözenekleri (Dragan vd., 2021) veya MoO_3 ve Fe_3O_4 'ün SBA-16 matrisine dahil edilmesiyle oluşan yapısal yeniden düzenlemeler sonucu meydana gelen boşlukları yansıtan H3 tipiyle benzer şekildedir.



16. FOTOKATALİTİK AKTİVİTE SONUÇLARI

16.1. DeneySEL Sonuçlar

Bu çalışmada, SBA-16, MoO₃, Fe₃O₄, Fe₃O₄@SBA-16 ve farklı MoO₃ yükleme oranlarına (10%, 20% ve 30%) sahip MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 katalizörlerinin fotokatalitik performansları değerlendirilmiştir. Fotokatalitik deneyler, 50 mg katalizör ve 10 ppm (100 ml) MB boya çözeltisi kullanılarak UV-A ışık altında gerçekleştirilmiştir. Toplam reaksiyon süresi, ışık kapalı koşulda gerçekleştirilen ilk 30 dk karanlık adsorpsiyon süreci ve ardından fotokatalitik bozunma işlemini başlatmak için 210 dk sürekli aydınlatma olmak üzere 240 dk olarak belirlenmiştir. İlk deneylerden elde edilen sonuçlara göre, en verimli fotokatalizör belirlenmiş ve ardından RSM, ANN ve ANFIS teknikleri kullanılarak optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. Tüm sentezlenen katalizörlerin PE% değerleri Şekil 16.1a’da verilmiştir.



Şekil 16.1. a) SBA-16, MoO₃, Fe₃O₄, Fe₃O₄@SBA-16 ve farklı MoO₃ yükleme oranlarına sahip MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 katalizörlerinin fotokatalitik performansları, b) MB'nin bozunma kinetiği eğrisi ve c) MB'nin fotokatalitik bozunma hız sabitleri.

Şekil 16.1a'da görüldüğü üzere, saf SBA-16 en düşük PE% değerini göstermiş ve yalnızca %10,53 verim elde etmiştir. Bu durum, SBA-16'nın inert silika iskeleti ve ihmal edilebilir düzeyde UV-Vis soğurma kapasitesi ile uyumludur. Önceki çalışmalar, saf SBA tipi mezogözenekli silikaların ihmal edilebilir düzeyde içsel fotokatalitik aktiviteye sahip olduğunu ortaya koymuştur. Bununla birlikte, yüksek derecede düzenli gözenek yapıları ve geniş yüzey alanları, reaksiyon maddelerinin adsorpsiyonunu belirgin ölçüde artırmaktadır (Matei vd., 2025). SBA-16'da, bu özellik, desteklenmiş kompozit sistemlerde boya molekülleri ile aktif bölgeler arasındaki çarpışma olasılığını artırır (Sadjadi ve Heravi 2017). Ancak, içsel fotoaktif bölgelerin bulunmaması, yük taşıyıcılarının (e^-/h^+) oluşumunu sınırlandırarak tek başına fotokatalitik performansını

kısıtlar. Buna karşılık, saf Fe_3O_4 , yarı iletken yapısı sayesinde uygulanan ışık altında orta seviyede ışık soğurabilmesi nedeniyle SBA-16'ya kıyasla daha yüksek bir PE% değeri (%43,44) sergilemiştir. Ancak, elektronik yapısı fotoyük taşıyıcılarının (e^-/h^+) nispeten hızlı yeniden birleşmesini teşvik ettiğinden, yük taşıyıcılarının ömrü kısalmakta ve genel fotokatalitik aktivitesi sınırlanmaktadır (Devi et al. 2025, 114). Fe_3O_4 'ün SBA-16 üzerine desteklenmesi ($\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$), PE% değerini %55,75'e kadar daha da artırmıştır. Bu sonuç, Fe_3O_4 'ün ışık toplama yeteneği ile SBA-16'nın kirletici adsorpsiyonunu teşvik eden ve yük taşınımını kolaylaştıran yüksek yüzey alanı arasındaki sinerjik etkiye atfedilmektedir. SBA-16'nın düzenli gözenek kanalları, boya molekülleri ve çözünmüş oksijenin aktif Fe_3O_4 bölgeleri yakınında etkin şekilde adsorpsiyonunu sağlarken, nanoparçacıkların aglomerasyonunu önleyerek yüksek dağılımı korur ve hacim fazındaki yük taşıyıcılarının yeniden birleşmesini en aza indirir. UV–görünür ışık aydınlatması altında, Fe_3O_4 üzerinde oluşan fotoyüklenmiş h^+ türleri, adsorplanmış H_2O moleküllerini oksitleyerek güçlü oksitleyici $\bullet\text{OH}$ radikallerini üretir; bu radikaller daha sonra yakındaki organik molekülleri parçalar (Aliyan vd., 2013). Eşzamanlı olarak, Fe^{3+} türleri fotoredüksiyon ile Fe^{2+} 'ye indirgenir ve bu geri dönüşümlü $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ redoks döngüsü, reaktif oksijen türlerinin sürekli oluşumunu teşvik ederken e^-/h^+ yeniden birleşmesini baskılar (Lueder vd., 2022). SBA-16'nın gözenek yapısının sağladığı alan sınırlaması ve arayüzey teması, fotoyüklenmiş taşıyıcıların ömrünü uzatarak bunların reaktanlara hızlı şekilde aktarılmasını sağlar.

Saf MoO_3 , %68,75'lik PE% değeri ile $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ örneğini geride bırakmıştır; bu, yaklaşık 3,30 eV'lik bant aralığına (Şekil 15.5) bağlıdır ve bu bant aralığı, uygulanan ışınım altında daha güçlü ışık absorpsiyonunu destekler. Ayrıca, nispeten yüksek erişilebilir yüzey alanı (her ne kadar SBA-16'dan düşük olsa da) sayesinde yük taşıyıcı oluşumunu ve ara yüzey reaksiyon kinetiğini teşvik eder (Hu vd., 2015). MoO_3 'ün $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ 'ye dahil edilmesi, PE% değerinde kompozisyona bağlı olarak belirgin bir artış sağlamıştır. %10 MoO_3 yüklemesinde, PE% değeri 40,65'e düşmüş, bunun muhtemel nedeni yetersiz MoO_3 kaplaması ve optimum olmayan ışık absorpsiyonu olarak yorumlanabilir. Ancak daha yüksek yüklemeler performansı önemli ölçüde artırmış; %20 ve %30 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ sırasıyla %78,58 ve %83,00 değerlerine ulaşmıştır. Bu iyileşme, MoO_3 'ün genişletilmiş görünür ışık absorpsiyonu, Fe_3O_4 'ün yük transferini kolaylaştırıcı rolü ve SBA-16'nın mezogözenekli yapısının birleşik avantajlarına atfedilmektedir. Bu özellikler birlikte elektron–boşluk rekombinasyonunu azaltır ve

yüzey reaksiyon kinetiğini hızlandırır. Tüm bu faktörler, %30 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16'nın üstün fotokatalitik performansını açıklamakta ve diğer kompozisyonların önüne geçmesini sağlamaktadır; bu, optimum bant aralığı ayarlaması, geliştirilmiş ışık soğurumu, etkin yük ayrımı ve korunan mezogözeneklilik ile mümkün olmuştur.

MoO₃, Fe₃O₄, Fe₃O₄@SBA-16 ve farklı MoO₃ yükleme oranlarına sahip MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 kompozitleri kullanılarak MB boyasının bozunma kinetiği Şekil 16.1b'de gösterilmektedir. ln(C₀/C) ile zaman arasındaki grafikleri, tüm katalizörler için doğrusal bir ilişki ortaya koymakta olup, bu durum bozunma sürecinin Denklem (16.1) ile ifade edilen yalancı birinci dereceden kinetik modele uyduğunu doğrulamaktadır:

$$\ln\left(\frac{C_0}{C}\right) = k_{app}t \quad (16.1)$$

Burada C₀, başlangıç boya konsantrasyonunu; C, t zamanındaki konsantrasyonu ve k_{app}, görünür yalancı birinci dereceden hız sabitini ifade etmektedir. Her bir uyumlu doğrunun eğimi, ilgili k_{app} değerine karşılık gelmekte olup, fotokatalitik performansın doğrudan karşılaştırılmasına olanak sağlamaktadır.

Hesaplanan hız sabitleri Şekil 16.1c'de sunulmuştur. %30 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 kompoziti en yüksek k_{app} değerine (0,0085 min⁻¹) sahip olup, bunu sırasıyla %20 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 (0,0074 min⁻¹) ve MoO₃ (0,0055 min⁻¹) takip etmiştir. Daha düşük değerler ise Fe₃O₄@SBA-16 (0,0039 min⁻¹), Fe₃O₄ (0,0027 min⁻¹) ve %10 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 (0,0024 min⁻¹) için kaydedilmiştir. Bu sonuçlar, MoO₃ ve Fe₃O₄'ün SBA-16 yapısı içinde sinerjik olarak birleştirilmesinin, MB boyasının fotokatalitik bozunma hızını önemli ölçüde artırdığını ve en yüksek performansın %30 MoO₃ yüklemesinde elde edildiğini açıkça göstermektedir.

16.2. Geliştirilen RSM-CCD Modelinin Analizi

Bu çalışmada, fotokatalitik prosesin optimizasyonu, ön tarama testlerinde en yüksek performansı gösteren %20 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 fotokatalizörü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Reaksiyon süresi, boya konsantrasyonu ve katalizör dozajı olmak üzere üç temel faktörün etkilerini istatistiksel olarak analiz etmek amacıyla RSM (Tepkisel Yüzey Yöntemi) kapsamında CCD (Merkezi Bileşik Deneysel Tasarım) uygulanmıştır. Design Expert yazılımı rehberliğinde toplam 20 deneysel çalışma

yürütülmüştür. Tablo 16.1’de, deneylerde kullanılan parametre kombinasyonları ve ölçülen PE% yanıtları ayrıntılı olarak sunulmuştur. Sistem davranışını modellemek amacıyla, işlem parametreleri ile PE% arasındaki fonksiyonel ilişkiyi temsil eden ikinci dereceden bir regresyon denklemi (Denklem 16.2) geliştirilmiştir.

$$PE\% = 90.63 + 1.50A + 1.82B - 2.90C - 2.06AB - 0.7475AC + 0.2975BC - 10.31A^2 - 1.25B^2 + 1.06C^2$$

(16.2)

A, B ve C terimleri, ikinci dereceden modelde reaksiyon süresi, boya konsantrasyonu ve katalizör dozajının kodlanmış değerlerini ifade etmektedir. Bir terime bağlı pozitif işaret, PE% ile doğrudan (sinerjik) bir ilişkiyi gösterirken, negatif işaret ters (antagonistik) bir etkiyi belirtir. Modelleme performansını değerlendirmek için geliştirilen denklem RSM, ANN ve ANFIS çerçevelerine entegre edilmiştir. Tablo 16.1’de bu modellerin deneysel verilerle karşılaştırmalı tahminleri sunulurken, RSM modelinin istatistiksel doğrulaması Tablo 16.2’de ANOVA yöntemiyle verilmiştir.

Tablo 16.1. *RSM, ANN ve ANFIS modelleri tarafından tahmin edilen değerler ile deneysel çalışmalar*

Deney	A: Reaksiyon süresi (dk)	B: Boya konsantrasyonu (ppm)	C: Katalizör Dozajı (mg)	Sonuç			
				Gerçek (%)	RSM (%)	ANN (%)	ANFISS (%)
1	180	15	75	89,83	90,63	89,82	90,29
2	180	15	75	92,37	90,63	89,82	90,29
3	90	20	100	80,96	80,66	80,96	80,96
4	180	15	75	89,98	90,63	89,82	90,29
5	180	20	75	92,00	91,20	92,00	92,00
6	180	15	75	90,60	90,63	89,82	90,29
7	270	15	75	82,54	81,82	82,54	82,54
8	180	15	100	90,03	88,79	90,03	90,03
9	180	15	50	94,40	94,59	93,82	94,40
10	90	10	100	71,50	71,50	71,50	71,50
11	270	20	100	77,00	78,05	77,00	77,00
12	180	15	75	89,28	90,63	89,82	90,29
13	90	15	75	79,15	78,82	79,15	79,15
14	90	20	50	83,77	84,36	83,78	83,77
15	180	10	75	87,80	87,55	87,80	87,80
16	90	10	50	78,00	77,21	77,54	78,00
17	180	15	75	89,66	90,63	89,82	90,29
18	270	10	50	85,25	85,80	85,25	85,25
19	270	20	50	85,30	84,75	85,30	85,30
20	270	10	100	78,26	78,26	77,77	78,26

Tablo 16.2. RSM modeli için ANOVA: Fotokatalitik Verimlilik (PE%).

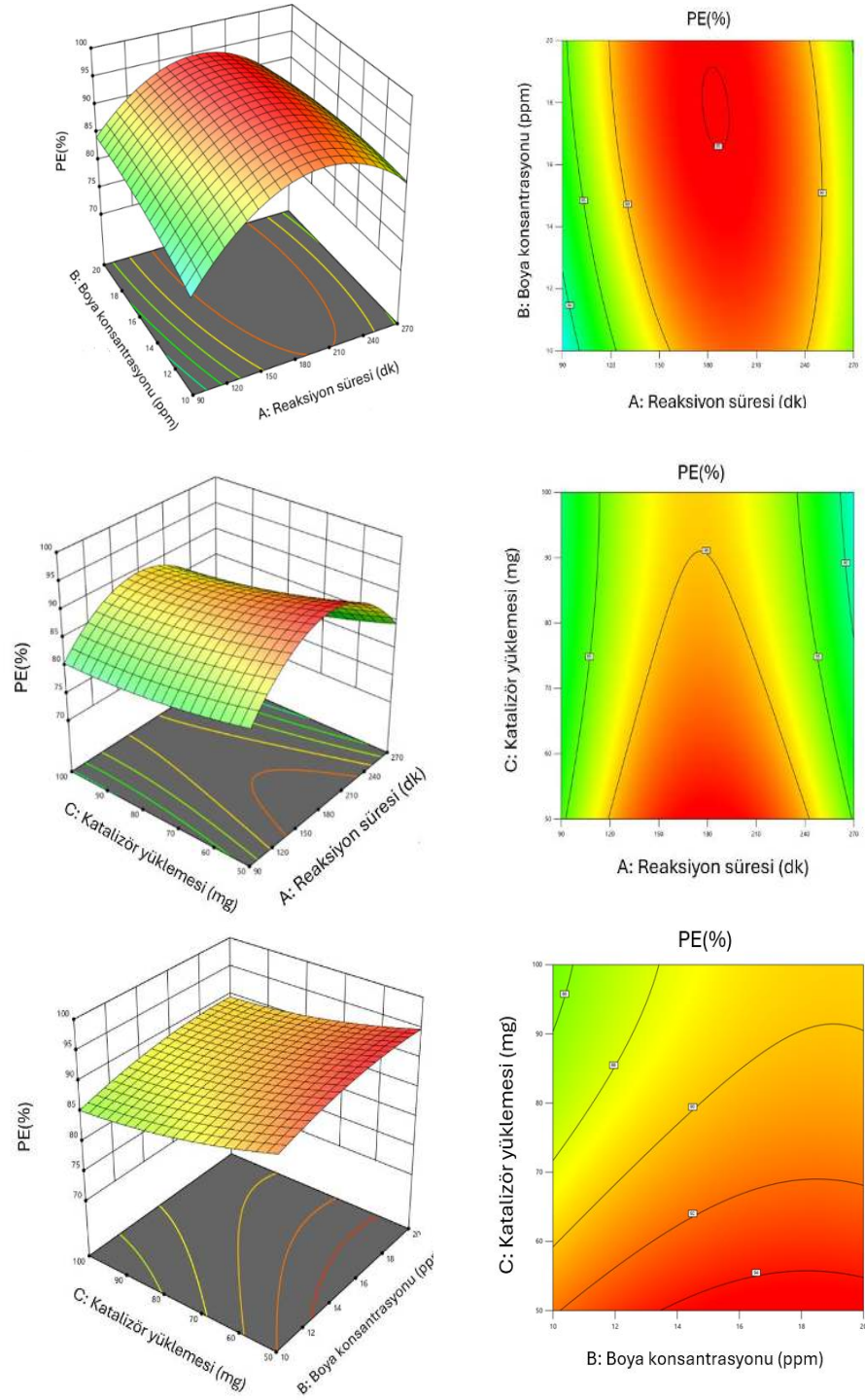
Kaynak	Karaler toplamı	df	Kareler ortalaması	F-değeri	p-değeri
Model	727,02	9	80,78	60,71	< 0,0001
A-Reaksiyon süresi	22,41	1	22,41	16,84	0,0021
B-Boya konsantrasyonu	33,20	1	33,20	24,95	0,0005
C-Katalizör yüklemesi	83,93	1	83,93	63,07	< 0,0001
AB	33,78	1	33,78	25,39	0,0005
AC	4,47	1	4,47	3,36	0,0967
BC	0,7080	1	0,7080	0,5321	0,4824
A ²	292,19	1	292,19	219,59	< 0,0001
B ²	4,32	1	4,32	3,24	0,1019
C ²	3,10	1	3,10	2,33	0,1577
Residual	13,31	10	1,33		
Lack of Fit	7,16	5	1,43	1,16	0,4357
Pure Error	6,15	5	1,23		
Cor Total	740,33	19			

Tablo 16.2, %20 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 fotokatalizörünün PE% değerini tahmin etmek için geliştirilen RSM modeline ait ANOVA sonuçlarını özetlemektedir. Modelin yüksek F değeri (60,71) ve çok düşük p değeri (< 0,0001), modelde yer alan terimlerin topluca PE% üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisi olduğunu göstermektedir. Ayrıca, anlamlı olmayan uyumsuzluk (lack of fit) değeri (p= 0,4357), modelin deneysel verilere uygun bir uyum sağladığını göstermektedir. Uyumsuzluk p değerinin 0,05'ten büyük olması, regresyon modelinin deneysel verilerden anlamlı bir sapma göstermediğini ve böylece temel süreci doğru şekilde yansıttığını teyit eder (Mosavi et al. 2020). Ana etkiler arasında, katalizör yüklemesi (C), yüksek F değeri olan 63,07 ile PE% üzerinde en

güçlü etkiye sahiptir. Bunu sırasıyla boya konsantrasyonu (B) ve reaksiyon süresi (A) takip etmekte olup, F değerleri sırasıyla 24,95 ve 16,84'tür. Bu durum, PE%'nin katalizör dozajındaki değişikliklere, boya konsantrasyonu veya reaksiyon süresine göre daha hassas olduğunu göstermektedir. Etkileşim terimleri açısından, reaksiyon süresi ile boya konsantrasyonu arasındaki etkileşim (AB) istatistiksel olarak anlamlı olup, 25,39'luk dikkate değer bir F değeriyle sinerjistik (birbirini destekleyen) bir etki göstermektedir. Reaksiyon süresi ile katalizör yüklemesi arasındaki etkileşim (AC) ise daha zayıf ancak sınırda anlamlı bir katkı sağlamaktadır ($F = 3,36$). Buna karşılık, boyar madde derişimi ile katalizör miktarı etkileşimi (BC) 0,5321'lik bir F-değeri vermekte olup, yanıt değişkeni üzerinde ihmal edilebilir düzeyde bir etki olduğunu göstermektedir. Modelin doğrusal olmayan katkıları esas olarak reaksiyon süresinin karesel terimi (A^2) tarafından yönlendirilmiş olup, bu terim baskın bir F değeri olan 219,59 ile güçlü bir ikinci dereceden etkiyi işaret etmektedir. Buna karşılık, boya konsantrasyonu (B^2) ve katalizör yüklemesi (C^2) için karesel terimler sınırlı etkiye sahip olup, sırasıyla 3,24 ve 2,33'lük F değerleriyle yanıt değişkeni üzerindeki eğrilik etkilerinin minimal olduğunu göstermektedir.

16.3. RSM ile Deneysel Parametrelerin Etkileşimi

Şekil 16.2, çalışma parametrelerinin PE% üzerindeki etkisini gösteren 3B yüzey ve 2B kontur grafiklerini sunmaktadır. Etkileşim etkilerini incelemek amacıyla, değişkenlerden biri sabit tutulurken diğer ikisi kuadratik modele dayalı olarak değiştirilmiştir. İncelenen parametreler arasında reaksiyon süresi (90–270 dk), boya konsantrasyonu (10–20 ppm) ve katalizör miktarı (50–100 mg) yer almaktadır.



Şekil 16.2. PE% üzerine ikili etkinin incelendiği 3 boyutlu yanıt yüzeyi ve 2 boyutlu kontur grafikleri a) Boyar madde derişimine karşı reaksiyon süresi, b) Katalizör miktarına karşı reaksiyon süresi ve c) Katalizör miktarına karşı boyar madde derişimi.

Boyar madde derişimi ile reaksiyon süresinin PE% üzerindeki birleşik etkileri, katalizör yüklemesinin sabit olarak 50 mg tutulduğu durumda Şekil 16.2a’da gösterilen 3 boyutlu yanıt yüzeyi ve 2 boyutlu kontur grafiklerinde açıklanmıştır. 3 boyutlu grafik, iyi tanımlanmış parabolik bir yanıt sergileyerek, boyar madde derişimi ile reaksiyon süresi arasında sinerjistik bir etkileşim olduğunu düşündürmektedir. Görüldüğü gibi, PE% başlangıçta hem reaksiyon süresi hem de boyar madde derişimi ile artmaktadır. Ancak yaklaşık olarak 190 dk reaksiyon süresi ve 18 ppm boyar madde derişimi optimal bir bölgeye ulaşıldıktan sonra, her iki değişkenin daha fazla artışı PE%'de hafif bir düşüşe neden olmakta ve bunun fotokatalitik sistemin etkinliğinin azaldığı optimal bir eşik değerinin varlığını işaret ettiği düşünülmektedir. Bu eğilim, 2 boyutlu kontur grafiğinde de yansıtılmakta olup, eliptik bir bölge daha yüksek PE% ile ilişkili koşulları göstermektedir. Bu bölgedeki kontur çizgilerinin düzeni, PE%'nin optimal noktaya yakın reaksiyon süresi ve boyar madde derişimi değişikliklerine karşı bir miktar duyarlı olduğunu ortaya koymaktadır. PE%'nin reaksiyon süresi arttıkça kademeli olarak yükselmesi, boyar madde molekülleri ile katalizör arasındaki temas süresinin uzamasıyla ilişkili olabilir; bu da daha kapsamlı bir bozunma sağlar (Adesibikan vd., 2024). Benzer şekilde, orta düzeydeki boyar madde derişimleri etkin ışık emilimini ve katalizör yüzeyi ile etkileşimi desteklemektedir. Özellikle, bu bulgular, daha önce yapılan çalışmalarda bildirildiği gibi, yüksek başlangıç boyar madde derişimlerinin fotokatalitik bozunma verimliliğini düşürdüğü yönündeki sonuçlarla uyumludur (Blažeka vd., 2020). Performanstaki bu azalma genellikle çözelti içindeki boyar madde moleküllerinin aşırı ışık emilimine neden olmasına ve böylece fotokatalizör için mevcut foton sayısının sınırlandırılmasına bağlanmaktadır (Hemmati Borji vd., 2014). Ayrıca, boyar madde molekülleri ile bozunma ara ürünlerinin katalizör yüzeyindeki aktif bölgeleri işgal edip bloke ederek katalizörün aktivitesini engelleyebileceği de önerilmiştir (D. vd., 2018). Öte yandan, düşük boyar madde derişimlerinde nispeten düşük verimlilik, boyar madde moleküllerinin katalizör yüzeyine difüzyon hızının daha yavaş olması ve etkili etkileşimin sınırlı kalması nedeniyle ortaya çıkabilir (Bahrudin 2022). Boyar madde derişimi optimal bir aralıkta arttıkça, kirletici-katalizör etkileşimleri güçlenerek fotokatalitik verimlilik artmakta; ancak belirli bir noktadan sonra artan derişim süreci engellemeye başlamaktadır.

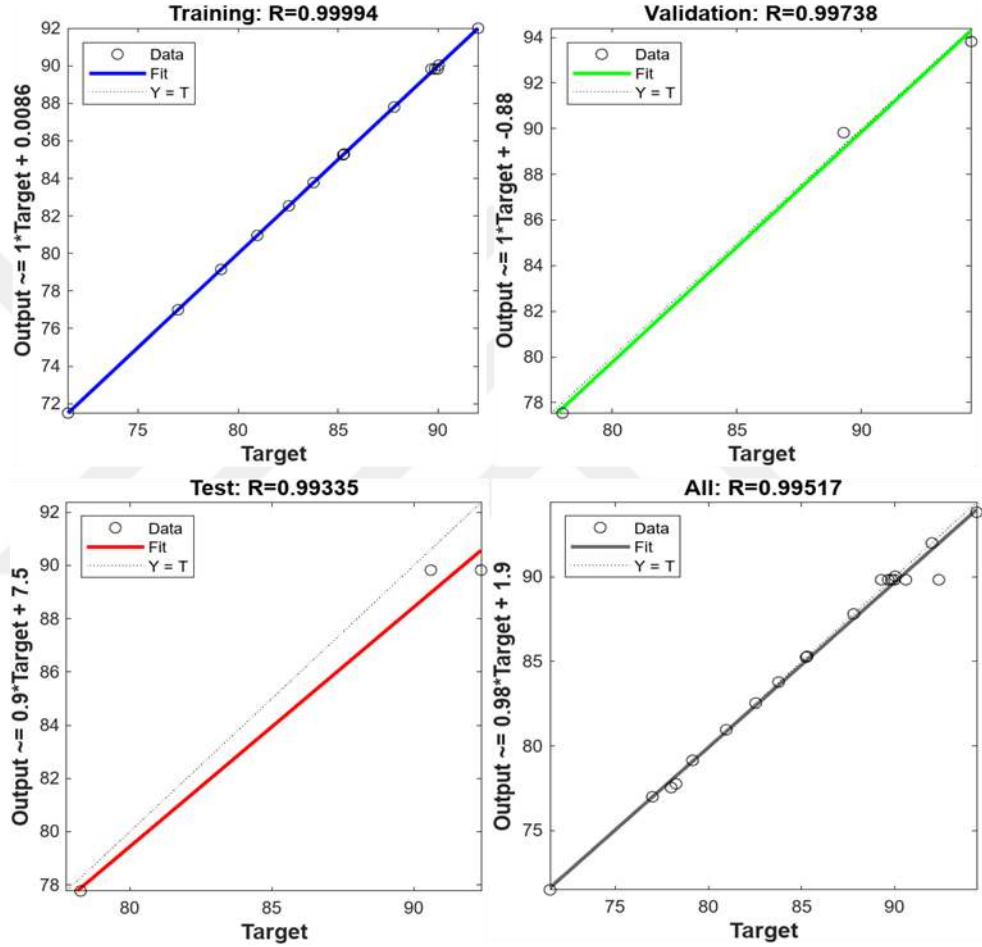
Şekil 16.2b, boya derişiminin 20 ppm sabit tutulduğu durumda, katalizör yüklemesi ile reaksiyon süresinin PE% üzerindeki birleşik etkisini gösteren 3 boyutlu yanıt yüzeyi

ve 2 boyutlu kontur grafiklerini sunmaktadır. Hem 3B yanıt yüzeyi hem de 2B kontur grafiklerinde istatistiksel olarak anlamlı kuadratik bir etkileşim gözlemlenmiştir: PE%, katalizör dozunun artması ve reaksiyon süresinin uzaması ile, yaklaşık 65 mg katalizör yüklemesi ve 180 dk reaksiyon süresinde belirgin bir tepe noktasına ulaşana kadar artmaktadır. Optimal katalizör yüklemesinin ötesinde PE% değerinde bir düşüş gözlenmiştir; bu durum literatürde sıkça bildirilen çeşitli sınırlayıcı faktörlere bağlanabilir. Aşırı katalizör konsantrasyonu, reaksiyon ortamının bulanıklığını artırma eğilimindedir; bu da önemli ışık saçılması ve foton engelleme etkilerine yol açar. Bu fenomenler, ışığın süspansiyona nüfuz etmesini engelleyerek katalizör yüzeyine ulaşan foton sayısını azaltır ve böylece aktivasyonu zorlaştırır (Martínez-Perales vd., 2025). Ayrıca, yüksek katalizör dozları parçacık aglomerasyonunu teşvik ederek mevcut yüzey alanını küçültür ve fotokatalitik reaksiyonlar için erişilebilir aktif bölgelerin sayısını azaltır. Benzer sonuçlar, başlangıçta katalizör dozunun artmasının MB'nin fotokatalitik verimliliğini artırdığını, ancak belirli bir noktadan sonra dozun daha fazla artırılmasının performansta hafif bir düşüşe yol açtığını bildiren Bhapkar ve ark. tarafından da rapor edilmiştir (Bhapkar vd., 2023). Bu azalma, artan opaklık nedeniyle sınırlı foton akışı ve azalan fotokatalitik performansa bağlanmıştır. Ayrıca, katalizör yüklemesi ile reaksiyon süresi etkileşim grafiklerinde reaksiyon süresinin etkisi, özellikle düşük ila orta katalizör doz aralığında sürenin uzamasıyla PE%'deki kademeli artışla açıkça görülmektedir.

Şekil 16.2c, reaksiyon süresinin sabit olarak 180 dk tutulduğu durumda, katalizör yüklemesi ile boya derişiminin PE% üzerindeki birleşik etkisini göstermektedir. 3 boyutlu yanıt yüzeyi, tutarlı bir artış eğilimi sergileyerek, katalizör dozu ve boya derişiminin incelenen aralıkta PE% üzerinde olumlu etkileri olduğunu göstermektedir. Katalizör yüklemesindeki kademeli artış, boya moleküllerinin adsorpsiyonu ve sonraki fotokatalitik reaksiyonlar için daha fazla aktif bölgenin mevcut olmasına bağlanabilir. Benzer şekilde, orta düzeylerdeki boya derişimindeki artış, boya-katalizör etkileşimlerinin olasılığını artırarak fotokatalitik aktivitenin iyileşmesine katkıda bulunabilir. İlgili 2 boyutlu kontur grafiği bu bulguları destekleyerek, en yüksek PE% değerlerinin hem katalizör yüklemesi hem de boya derişiminin üst bölgelerinde elde edildiğini göstermekte ve her iki parametrenin yükseltilmesinin incelenen aralıkta fotokatalitik performansın artmasına katkı sağladığını ortaya koymaktadır.

16.4. ANN ile Optimizasyon Sonuçları

Şekil 16.3, %20 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 fotokatalizörünü kullanarak fotokatalitik süreç için geliştirilen ANN modelinden elde edilen regresyon grafiklerini göstermekte olup, grafikler eğitim, doğrulama, test ve birleşik veri kümesi olmak üzere farklı veri kümesi bölümlerine karşılık gelmektedir.



Şekil 16.3. %20 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 fotokatalizörünün fotokatalitik performansını tahmin etmek için geliştirilen ANN modelinin eğitim, doğrulama, test ve genel veri kümelerine ait regresyon grafikleri.

Şekil 16.3'den görüldüğü üzere, eğitim, doğrulama, test ve genel veri kümeleri için korelasyon katsayıları sırasıyla 0,99994, 0,99738, 0,99335 ve 0,99517 olarak bulunmuştur. Tüm durumlarda R değerlerinin bire çok yakın olması, tahmin edilen ve deneysel değerler arasında tüm veri grupları için mükemmel bir uyum olduğunu göstermektedir. Bu yüksek uyum düzeyi, ANN modelinin giriş değişkenleri ile PE%

arasındaki ilişkiyi doğru bir şekilde temsil edebildiğini ve böylece fotokatalitik süreç için güvenilir bir tahmin aracı sağladığını doğrulamaktadır.

16.5. Geliştirilen Modellerin Performans Kıyaslanması

PE% tahmininde kullanılan RSM, ANN ve ANFIS modellerinin performansı, çeşitli istatistiksel değerlendirme ölçütleri kullanılarak analiz edilmiştir. Bu ölçütler arasında R, R^2 ve düzeltilmiş R^2 gibi korelasyon temelli göstergeler ile MSE, RMSE, MAE, SEP ve MRPD gibi hata temelli göstergeler yer almakta olup, sonuçlar Tablo 16.3’de sunulmuştur.

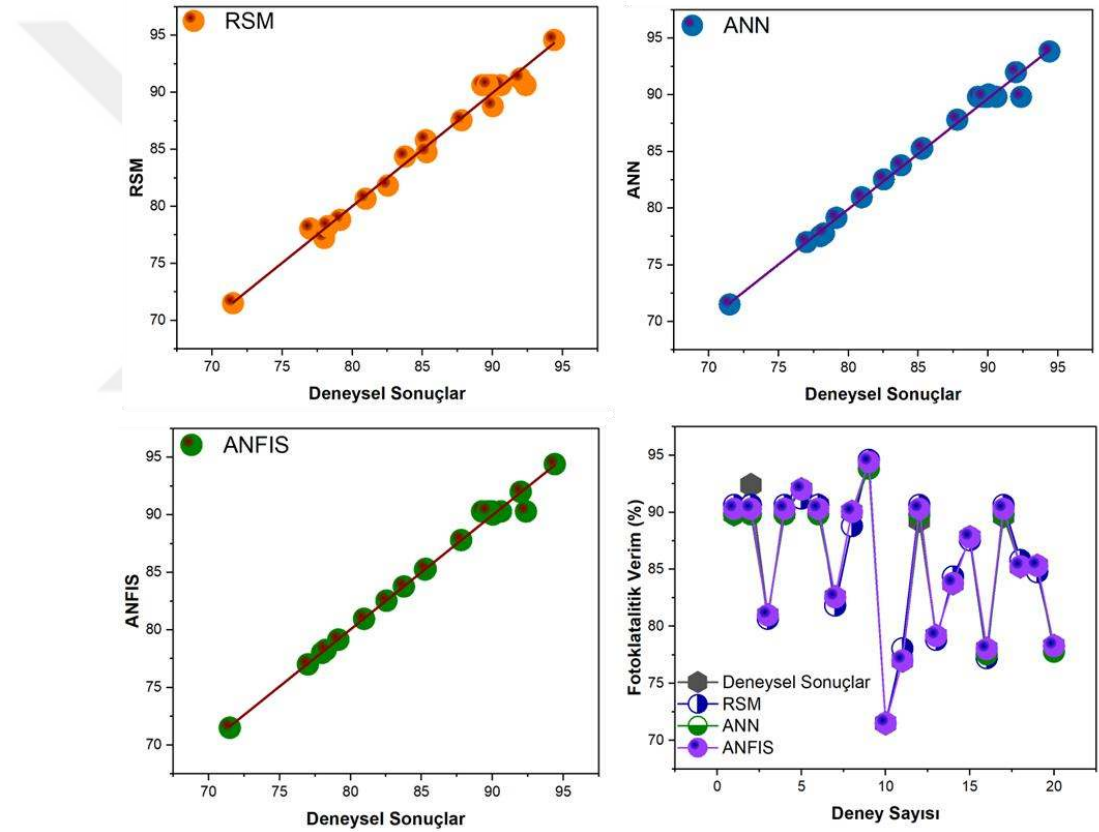
Tablo 16.3. PE% tahmini için RSM, ANN ve ANFIS model değerlendirme ölçütleri.

Parametre	RSM	ANN	ANFIS
R	0,991	0,955	0,996
R^2	0,983	0,990	0,992
Adjusted R^2	0,982	0,990	0,991
MSE	0,694	0,381	0,339
RMSE	0,833	0,617	0,582
MAE	0,645	0,287	0,240
SEP (%)	0,976	0,723	0,682
MRPD (%)	0,744	0,322	0,264

Tablo 16.3’de gösterildiği gibi, korelasyon katsayısı R değeri 0,8’in üzerinde olduğunda genellikle tahmin edilen ve deneysel değerler arasında güçlü bir ilişki olduğunu gösterir (Betiku vd., 2021), ve üç model de bu eşik değerini aşarak güçlü bir tahmin yeteneğini doğrulamıştır. Tüm modellerin R^2 değerleri bire yakın olup, tahmin edilen ve gözlemlenen veriler arasında mükemmel bir uyumu göstermektedir. Modelin açıklayıcı gücünün fazla tahmin edilmesini önlemek amacıyla R^2 değerleri de benzer şekilde yüksek bulunmuş ve modellerin sağlamlığını bir kez daha doğrulamıştır. Hata temelli ölçütler açısından, tüm modeller nispeten düşük MSE, RMSE, MAE ve SEP değerleri sergileyerek tahmin edilen ve deneysel sonuçlar arasında yakın bir uyum sağladığını göstermiştir. Tahmin doğruluğu ve hassasiyetini gösteren MRPD değerleri de tüm modellerde düşük bulunmuş ve güvenilirliklerini yansıtmıştır. ANN ve ANFIS ile karşılaştırıldığında, RSM modeli tüm ölçütler açısından en yüksek hata değerlerini kaydetmiş (Tablo 16.3) ve en düşük tahmin doğruluğunu göstermiştir. ANN modeli, tüm

ölçütler açısından RSM performansını iyileştirirken, ANFIS modeli en düşük hata değerlerini (MSE= 0,339; RMSE= 0,582; MAE= 0,240; SEP= 0,682; MRPD= 0,264) ve en yüksek korelasyon değerlerini ($R= 0,996$; $R^2= 0,992$) elde ederek en iyi genel tahmin performansını göstermiştir. Bu bulgular, ANN ve ANFIS'in RSM'i önemli ölçüde geride bıraktığını ve ANFIS'in tahmin performansında ANN'e kıyasla küçük fakat tutarlı bir avantaj sağladığını göstermektedir.

Şekil 16.4, PE% tahmini için RSM, ANN ve ANFIS modellerinin karşılaştırmalı tahmin performansını göstermektedir.



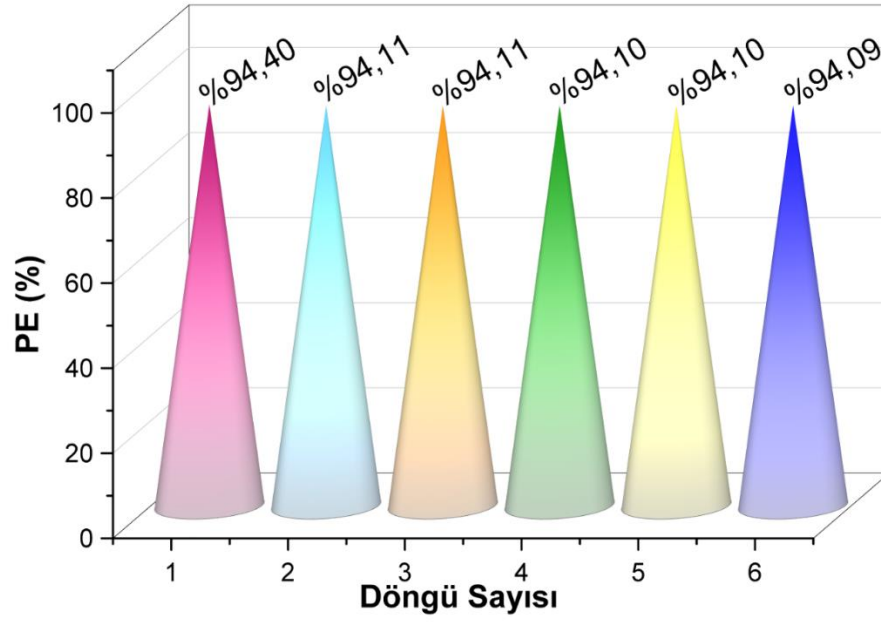
Şekil 16.4. PE% tahmininde RSM, ANN ve ANFIS modellerine ait parite grafikleri ve karşılaştırmalı deneysel çalışma profilleri ile tahmin edilen ve deneysel PE% değerlerinin karşılaştırmalı grafiği.

Şekil 16.4'deki sonuçlar ve Tablo 16.1'de sunulan istatistiksel verilerden de görüldüğü üzere, ANN ve ANFIS modelleri, RSM modeline kıyasla veri noktalarının mükemmel uyum doğrusuna daha yakın kümелendiği parite grafiklerine sahiptir. Bu durum, daha yüksek tahmin performansına işaret etmektedir. Bu gözlem, Tablo 16.3'de

sunulan istatistiksel deęerlendirme ile de uyumludur; burada ANN ve ANFIS, RSM'ye kıyasla daha yüksek korelasyon deęerleri ve daha düşük hata ölçütleri elde etmiştir. ANN ve ANFIS arasında ise, ANFIS tahminlerinin deneysel deęerlere biraz daha yakın olduęu görülmekte olup bu durum, modelin istatistiksel açıdan biraz daha yüksek performans göstermesiyle de örtüşmektedir. Ayrıca, deneysel çalışma grafięi de bu bulguları desteklemektedir; ANFIS tahminleri deneysel veri profilini en istikrarlı şekilde takip ederken, ANN onu izlemekte, RSM ise bazı çalışmalarda nispeten daha büyük sapmalar sergilemektedir.

16.6. Yeniden Kullanılabilirlik Testi

Bir malzemenin yeniden kullanılabilirlięi, hem maliyet etkinlięi hem de genel verimlilik açısından doğrudan etkili olduęundan kritik bir faktördür (Langa vd., 2025). Bu doğrultuda, sentezlenen %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ malzemesinin fotokatalitik performansı yeniden kullanılabilirlik testleri ile deęerlendirilmiş ve ilgili sonuçlar Şekil 16.5'te verilmiştir. Her fotokatalitik döngü sonrası kullanılan katalizör geri kazanılmış, kalan boya ve safsızlıkların giderilmesi için önce deiyonize suyla iki kez, ardından etanol ile bir kez yıkanmış ve sonrasında 80 °C'de kurutulmuştur. Bu çalışmalar, 15 ppm MB çözeltisi ile 50 mg katalizör kullanılarak 180 dk reaksiyon süresi altında gerçekleştirilmiş ve aynı katalizör altı ardışık döngü boyunca yeniden kullanılmıştır.



Şekil 16.5. %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ 'nın altı ardışık döngüde MB bozunmasındaki PE% değeri.

Şekil 16.5, %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ fotokatalizörünün ardışık altı döngü boyunca yeniden kullanılabilirlik performansını göstermektedir. PE% değeri ilk döngüde %94,40 olarak başlayıp, altıncı döngüde sadece çok az bir azalma ile %94,09'a gerilemiştir. Yaklaşık %0,31'lik bu küçük düşüş, malzemenin mükemmel kararlılık ve yeniden kullanılabilirliğini doğrulayarak, katalizörün yapısal bütünlüğünü ve aktivitesini tekrar tekrar kullanımlarda koruduğunu göstermektedir.

16.7. Adsorpsiyon Performansı

MB, anyonik bir boya olup, sentezlenen numunelerin adsorpsiyon performansını değerlendirmek için kullanılmıştır. Her deneyde, belirli miktarda numune, başlangıç derişimi 10 mg/L olan 100 mL MB çözeltisine eklenmiştir. Karışım, ışık olmaksızın oda sıcaklığında manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Belirli zaman aralıklarında, 2 mL'lik numuneler alınmış, askıda katı maddelerin uzaklaştırılması için santrifüjlenmiş ve UV-Vis spektroskopisi ile analiz edilmiştir. Çözeltideki kalan MB derişimini izlemek için 664 nm'deki absorbans derişimi kullanılmıştır. Adsorpsiyon kapasitesini belirlemek Eşitlik (16.3) kullanılmıştır (Taghipour ve Tahmasebi 2021), (Farouq 2022).

$$q_t = \frac{(C_0 - C_t)V}{m} \quad (16.3)$$

Burada, C_0 MB'nin başlangıç derişimini (mg/L), C_t ise t anındaki MB derişimini (mg/L) ifade eder. V, MB çözeltisinin hacmini (L) temsil ederken, q_t t anında adsorplanan MB miktarını (mg/g) gösterir ve m kullanılan adsorbanın kütlesine (mg) karşılık gelir.

Psedö ikinci dereceden kinetik model, adsorpsiyon hızının mevcut aktif bölgelerin sayısının karesi ile doğru orantılı olduğunu ve temel mekanizmanın kimyasal adsorpsiyon (kemisorpsiyon) olduğunu öne sürer. Bu kinetik modelin diferansiyel ifadesi aşağıdaki şekilde verilmektedir (Sanakousar vd., 2021).

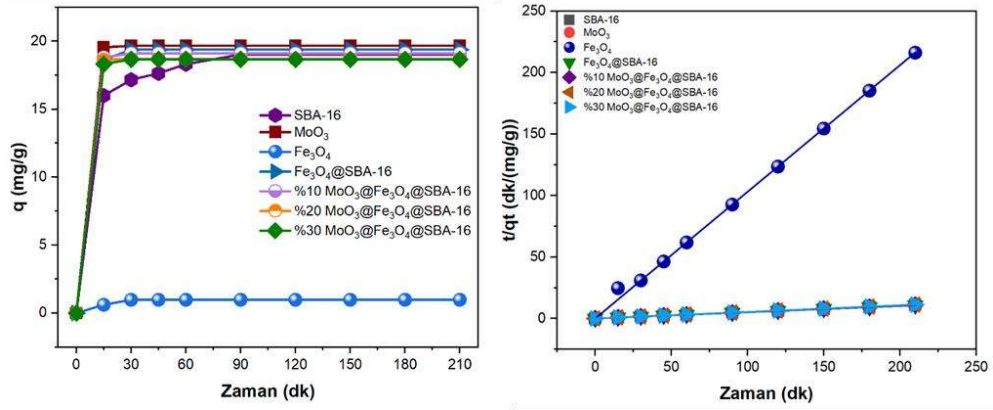
$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad (16.4)$$

Bu denklemde, q_t (mg/g) t anında adsorplanan adsorban miktarını, q_e (mg/g) denge adsorpsiyon kapasitesini ve k_2 (g/mg·dak) sahte ikinci dereceden modele ait hız sabitini ifade eder. Denklem (16.4) entegre edilip terimler yeniden düzenlendiğinde, denklemin doğrusal formu aşağıdaki şekilde elde edilir:

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e} \quad (16.5)$$

t/q_t 'nin zaman (t) değerine karşı grafiğe geçirilmesi, eğim ve kesişim noktalarından sırasıyla q_e ve k_2 değerlerinin belirlenebileceği doğrusal bir çizgi elde edilmesini sağlar.

Şekil 16.6a, SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve farklı MoO_3 yüklemelerine (%10, %20 ve %30) sahip $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompozitleri için adsorpsiyon kapasitesinin zamana bağlı değişimini göstermektedir.



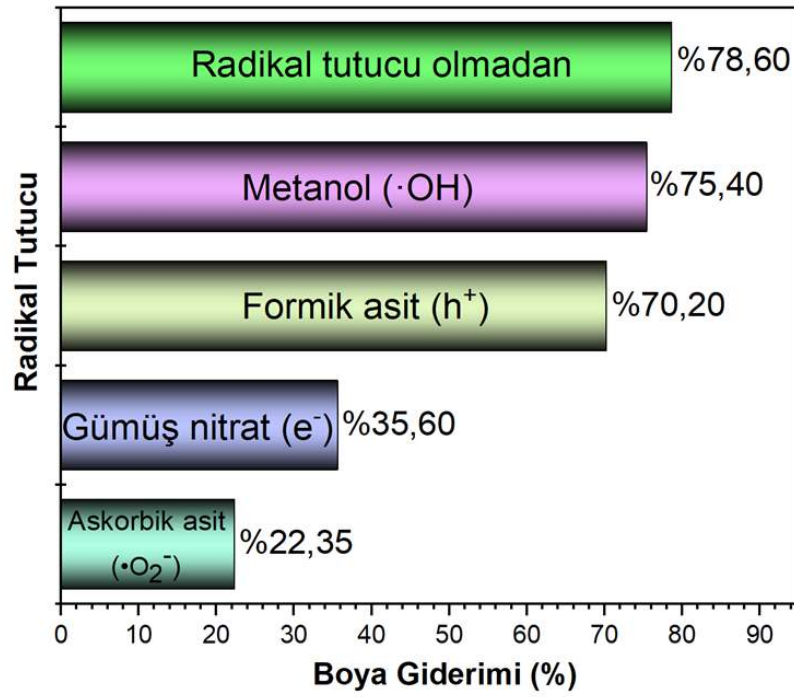
Şekil 16.6. a) SBA-16, MoO_3 , Fe_3O_4 , $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ve $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompozitleri yüzeyinde MB boyasının adsorpsiyon kinetiği, b) MB boyasının uzaklaştırılması için fotokatalizörün ikinci dereceden kinetik grafikleri.

Şekil 16.6a'dan görüldüğü üzere, test edilen malzemeler arasında yalnızca SBA-16, 90 dk'da adsorpsiyon dengesine ulaşırken, diğerleri ilk 30 dk içinde adsorpsiyon kapasitesinde hızlı bir artış göstermekte ve dengeye yaklaşıırken yavaşça sabitlenmektedir. Değerlendirilen örnekler arasında MoO_3 , en yüksek denge adsorpsiyon kapasitesine ($19,67 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) sahip olup, bunu sırasıyla $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ($19,38 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) ve %10 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ($19,10 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) izlemektedir. Buna karşılık, yalnızca Fe_3O_4 , en düşük adsorpsiyon kapasitesini ($0,97 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) göstermektedir. Fe_3O_4 'ün SBA-16 yapısına dahil edilmesi, $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompozitinde görüldüğü gibi performansı artırmakta olup, bu durum, mezogözenekli silika desteğinin yüzey alanını ve aktif bölgelerin erişilebilirliğini artırmadaki faydalı rolünü ortaya koymaktadır. Bu iyileşme, SBA-16'nın sağladığı yüksek yüzey alanı, iyi tanımlanmış gözenek yapısı ve geliştirilmiş dağılım özelliklerinden kaynaklanabilir; bunlar bir araya gelerek erişilebilir adsorpsiyon bölgelerinin sayısını artırmakta ve nanoparçacıkların agregasyonunu engellemektedir. Benzer bir eğilim, Subhan ve ark. (Subhan vd., 2019), tarafından da bildirilmiş olup, $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ çekirdek-kabuk yapılarının, saf Fe_3O_4 nanoparçacıklarına kıyasla MB için önemli ölçüde daha yüksek adsorpsiyon kapasiteleri sağladığı, bunun ise iyileştirilmiş koloidal stabilite, silanol gruplarının eklenmesi ve parçacık agregasyonunu minimize eden sterik engellerden kaynaklandığı belirtilmiştir. %20 ve %30 MoO_3 yüklemelerine sahip $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompozitleri, saf SBA-16'ya ($19,03 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) kıyasla biraz daha düşük kapasitelere (sırasıyla 18,69 ve 18,67 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$) sahip olsa da, $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ 'ya göre hâlâ kayda değer bir iyileşme göstermekte ve MoO_3 ile Fe_3O_4 'ün sinerjistik katkısını doğrulamaktadır. Bu sonuçlar, SBA-16'nın gözenekli yapısı, Fe_3O_4 'ün aktif

yüzeyi ve MoO₃'ün polarite artırıcı etkisinin birleşiminin, boya uzaklaştırmada adsorpsiyon verimliliğini topluca artırdığını göstermektedir. Özellikle, α -MoO₃, hidroksil iyonları (OH⁻) ile yüzey reaksiyonlarına girerek ara türlerin oluşumu olmaksızın molibdat anyonlarının (MoO₄²⁻) oluşumuna yol açar. Bu dönüşüm, malzemenin yüzey polaritesini artırır ve net negatif bir yüzey yükü kazandırır; bu durum, MB gibi katyonik boya moleküllerinin elektrostatik etkileşimler yoluyla adsorpsiyonunu güçlü şekilde destekler (Rakass et al. 2018). Şekil 16.6b, yalancı ikinci dereceden kinetik modelin deneysel verilere mükemmel bir uyum gösterdiğini ortaya koymaktadır; son derece yüksek korelasyon katsayısı (R²= 0,999) bu modelin MB boyasının adsorpsiyon kinetiklerini tanımlamada güçlü bir uygunluğa sahip olduğunu göstermektedir.

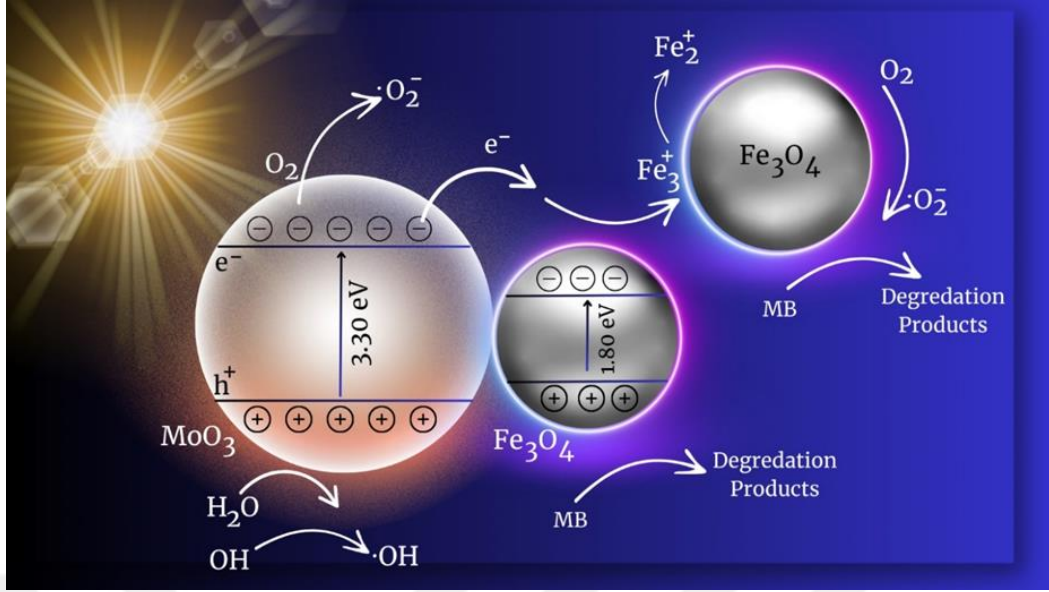
16.8. Aktif Türlerin Tutulması ve Bozunma Mekanizmaları

Metilen mavisinin bozunmasına katılan aktif türleri belirlemek amacıyla bir dizi yakalayıcı madde (scavenger) deneyi gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerde, AgNO₃ elektron yakalayıcı olarak, metanol hidroksil radikallerini ($\cdot$ OH) bastırmak için, formik asit delik (h⁺) tuzaklayıcı olarak (Subramani vd., 2025) ve L-askorbik asit süperoksit radikallerini ($\cdot$ O₂⁻) engellemek amacıyla kullanılmıştır (Haounati vd., 2023). Bu deneyler için, 100 mL 10 ppm MB çözeltisi, 50 mg %20 MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 fotokatalizörü ve 2 mM konsantrasyonunda ilgili yakalayıcıyı içeren bir karışım hazırlanarak sürekli karıştırma altında 210 dk boyunca görünür ışık altında ışınlanmıştır. Işınlamadan önce, adsorpsiyon-desorpsiyon dengesinin sağlanması amacıyla süspansiyon 30 dk boyunca karanlıkta bekletilmiştir. Şekil 16.7, MB'nin bozunma sürecine katılan aktif türleri göstermektedir.



Şekil 16.7. $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ ile MB'nin fotokatalitik bozunmasında farklı yakalayıcı maddelerin etkisi.

Şekil 16.7'de görüldüğü üzere, farklı yakalayıcı maddelerin kullanımı, MB'nin fotokatalitik bozunmasında çeşitli aktif türlerin katkılarını ortaya koymaktadır. L-askorbik asidin eklenmesi, PE% değerinin %22,35'e önemli ölçüde düşmesine yol açarak süperoksit radikallerinin bozunma sürecini yönlendiren birincil aktif türler olduğunu göstermektedir. Gümüş nitratın kullanılması durumunda da PE% belirgin şekilde %35,60'a gerileyerek, ışıkla oluşan elektronların reaksiyon mekanizmasında önemli bir rol oynadığını işaret etmektedir. Buna karşılık, formik asit ve metanol kullanımı PE% değerlerinde sadece hafif azalmalarla sonuçlanmış; sırasıyla %70,20 ve %75,40 değerleri elde edilmiştir; bu değerler, yakalayıcı kullanılmayan kontrol deneyindeki %78,60 ile karşılaştırıldığında nispeten küçüktür. Bu bulgular, ışıkla oluşan h^+ ve $\cdot\text{OH}$ türlerinin fotokatalitik sürece katkıda bulunabileceğini, ancak rollerinin nispeten daha az olduğunu göstermektedir. Sonuçlar ayrıca, MB bozunma yolunda süperoksit radikallerinin baskın aktif türler olduğunu ve bunu takip eden şekilde elektronların orta düzeyde bir katkı sağladığını doğrulamaktadır.

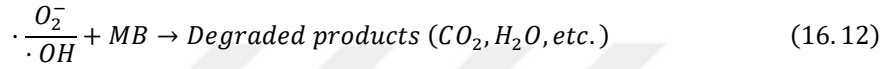
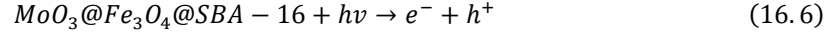


Şekil 16.8. *MoO₃@Fe₃O₄@SBA-16 katalizörünün UV-A ışığı altında reaksiyon mekanizmasını gösteren fotokatalitik süreç.*

Gelen ışığın enerjisi, saf ve nanokompozit fotokatalizörlerin optik bant aralığını aştığında, valans bandındaki elektronlar iletim bandına uyarılır ve valans bandında pozitif yüklü boşluklar oluşur (Pavel vd., 2023). Bu süreç, boya bozunmasından sorumlu yüzey redoks reaksiyonlarını başlatan elektron-boşluk (e^- - h^+) çiftlerinin oluşumuna yol açar (Denklem 16.6). Fotouyarılmış delikler katalizör yüzeyinde H_2O veya OH^- 'yi oksitleyerek hidroksil radikalleri ($\cdot OH$) oluşturabilir (Denklemler 16.7 ve 16.8), aynı zamanda iletim bandındaki uyarılmış elektronlar moleküler O_2 'yi süperoksit radikaline indirger (Denklem 16.9) (Xiong ve Tang 2021).

$MoO_3@Fe_3O_4@SBA-16$ kompozitinin saf malzemeye kıyasla artan fotokatalitik performansı, birkaç sinerjik faktöre bağlanabilir. Birincisi, MoO_3 ve Fe_3O_4 'ün katılması optik bant aralığının daralmasına yol açarak ışık Emilimini artırır. İkincisi, kompozit yüzeyindeki Fe^{3+}/Fe^{2+} redoks çiftlerinin varlığı, yük ayrımını ve elektron transferini artırmada kritik bir rol oynar. UV-görünür ışık altında ($\lambda < 580$ nm), Fe^{3+} türleri özellikle ligandlarla kompleks oluşturduğunda veya uygun bir matris içinde bulunurken fotoredüksiyona uğrayarak Fe^{2+} 'ye dönüşebilir (Denklem 16.10), bu durum daha önceki çalışmalarda da rapor edilmiştir (Lueder vd., 2022), (Rahim Pouran vd., 2015). Bu geri dönüşümlü Fe^{3+}/Fe^{2+} redoks döngüsünün, reaktif türlerin sürekli oluşumunu teşvik ederek ve yük taşıyıcılarının yeniden birleşmesini engelleyerek organik kirleticilerin fotobozunmasını artırdığı rapor edilmiştir (Denklem 16.11) (Arai vd., 2008). Bu

sistemde, Fe^{3+}/Fe^{2+} türlerinin yük taşıyıcılarının katalizör–boya ara yüzeyine hızlı göçüne katkıda bulunarak MB’nin daha verimli fotokatalitik bozunmasını sağladığı düşünülmektedir (Denklem 16.12).



16.9. %20 $MoO_3@Fe_3O_4@SBA-16$ Performansının Literatür Çalışmalarıyla Karşılaştırılması

%20 $MoO_3@Fe_3O_4@SBA-16$ ’nın aktivitesini değerlendirmek amacıyla, fotokatalitik aktivitesi daha önce MB bozunumu için rapor edilmiş diğer SBA-16 tabanlı fotokatalizörler ile karşılaştırılmış ve sonuçlar Tablo 16.4’de sunulmuştur.

Tablo 16.4. %20 $MoO_3@Fe_3O_4@SBA-16$ katalizörünün, bildirilen diğer SBA-15 ve SBA-16 bazlı katalizörlerle karşılaştırılması.

Fotokatalizör	Boya konsantrasyonu (ppm)	Katalizör dozajı (g/L)	pH	Işık kaynağı	Zaman (dk)	PE (%)	Ref.
ZnO/SBA-16	15	0,60	11	Güneş ışığı	120	100,00	(Ahmad and Ashraf, n.d.)
Ru-ZnO/SBA-15	30	1,00	≈ 6.7	UV ışığı	120	98,00	(Matei et al. 2023)
10Fe/DFSBA-15	10	1,50	8	Görünür ışık lambası ($2 \times 4W$)	180	94,72	(Abubakar Abdul kadir et al. 2025)
TiO ₂ /SBA-15	20	0,13	7	UV pen ray Hg lambası ($\lambda = 254$ nm)	120	97,00	(Calzada et al. 2019)
ZnO/SBA-15	20	0,13	7	UV pen ray Hg lambası ($\lambda = 254$ nm)	120	95,00	(Calzada et al. 2019)
SnO ₂ /SBA-15	20	0,13	7	UV pen ray Hg lambası ($\lambda = 254$ nm)	120	86,00	(Calzada et al. 2019)
Fe/DFSBA-15	27.5	1,66	9	Görünür ışık (4×4 W lamps)	180	99,54	(Zaki et al. 2023)
ZnO/SBA-15	56	0,10	Mevcut değil	UV lambası (50W)	180	96,69	(Hoai Lam Tran 2020)
0.2%Zr/TiO ₂ /SBA-15	10 (reaktif kırmızı X-3B)	0,05	4	Ksenon lambası (300 W)	120	92,00	(Bai et al. 2020)
Co-SBA-15	50 (metilen moru)	1,00	NA	Güneş ışığı	150	61,00	(Xia et al. 2008)

Tablo 16.5. (Devam) %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ katalizörünün, bildirilen diğer SBA-15 ve SBA-16 bazlı katalizörlerle karşılaştırılması.

20% $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$	15	0,50	7	UV-A lambası (32 W)	120	94,40	Mevcut çalışma
--	----	------	---	------------------------	-----	-------	-----------------------

Tablo 16.4'e göre, bu çalışmada 15 ppm boyar maddenin 120 dk içinde düşük güçlü (32 W) bir UV-A lambası altında doğal pH değerinde %94,40'lık bir PE% elde edilmiştir. Bu sonuç, malzemeyi günümüze kadar raporlanmış yüksek performanslı SBA-15/SBA-16 bazlı fotokatalizörler arasında konumlandırmaktadır. Güneş ışığı altında ve pH 11'de tam ayrışım (%100,00) gösteren ZnO/SBA-16 ile karşılaştırıldığında, mevcut katalizör yalnızca biraz daha düşük bir PE% sergilemektedir; ancak bu, güçlü alkali pH'a ihtiyaç duymadan ve kontrollü bir ışık kaynağı altında gerçekleştirildiği için daha ılımlı koşullarda gerçekleşmektedir. Bu durum, gerçek atık su sistemlerinde daha iyi tekrarlanabilirlik ve uygulanabilirlik sağlamaktadır. UV ışığı altında daha yüksek boyar madde konsantrasyonu (30 ppm) ve daha yüksek katalizör dozu ($1,00 \text{ g L}^{-1}$) gerektiren Ru-ZnO/SBA-15 (%98,00) ile karşılaştırıldığında, mevcut çalışma yarım katalizör dozu ($0,50 \text{ g L}^{-1}$) ve daha düşük boyar madde konsantrasyonu ile rekabetçi bir ayrışım verimi sunmakta olup, aktif bölgelerin daha verimli kullanıldığını göstermektedir. Yoğun UV ışınımı ($\lambda = 254 \text{ nm}$) sağlayan cıva lambasından $\text{TiO}_2/\text{SBA-15}$ (%97,00) ve ZnO/SBA-15 (%95,00) ile karşılaştırıldığında, mevcut katalizör daha uzun dalga boyunda ve daha düşük lamba gücü ile çalışmakta, bu da geliştirilmiş foto-yanıt ve daha düşük operasyonel enerji gereksinimini göstermektedir. Daha büyük katalizör dozu ($1,66 \text{ g L}^{-1}$) ve görünür ışık altında 180 dk gerektiren Fe/DFSBA-15 (%99,54) ile kıyaslandığında, mevcut katalizör benzer performansı çok daha kısa reaksiyon süresi (120 dk) ve katalizör miktarının üçte birinden azı ile elde etmektedir. Aynı eğilim, %94,72 verim sağlayan 10Fe/DFSBA-15 (Abubakar Abdulkadir . 2025) ile karşılaştırıldığında da görülmektedir; ancak mevcut sistem bunu daha düşük katalizör dozu ve azaltılmış ışınlama süresi ile başarmaktadır. Spesifik boyar maddeler için tasarlanmış sistemler, örneğin reaktif kırmızı X-3B için $0,2\% \text{ Zr/TiO}_2/\text{SBA-15}$ (%92,00, 120 dk) veya metilen moru için Co-SBA-15 (%61,00, 150 dk) ile karşılaştırıldığında, mevcut çalışma üstün ayrışım performansı sergilemektedir. Bu nedenle, %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ yüksek performans, orta düzeyde reaksiyon süresi, düşük katalizör dozu, doğal pH'da çalışma ve

düşük enerjili ışık kaynağı gereksinimleri açısından güçlü bir denge sunmaktadır. Bazı sistemler PE% açısından daha yüksek sonuçlar elde etse de, bunlar genellikle daha ekstrem çalışma koşullarına (yüksek pH, yoğun UV, yüksek katalizör dozları) veya daha uzun reaksiyon sürelerine dayanmakta olup, mevcut fotokatalizörün sentezinin basitliği, ılımlı reaksiyon koşulları ve tekrarlanabilir yüksek aktivitesi onu pratik su arıtma uygulamaları için cazip ve ölçeklenebilir bir aday yapmaktadır.



17. SONUÇLAR

Bu çalışmada, farklı MoO_3 yüklemelerine sahip (10%, 20% ve 30%) $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ nanokompozitleri başarıyla sentezlenmiş ve UV-A ışınımı altında MB boyasının gideriminde fotokatalitik ve adsorpsiyon performansları sistematik olarak değerlendirilmiştir. Kapsamlı yapısal, morfolojik ve optik karakterizasyonlar, MoO_3 ve Fe_3O_4 'ün SBA-16 çerçevesi içine başarılı bir şekilde entegre edildiğini doğrulamış ve bu sayede uyarlanmış yüzey alanları, optimize edilmiş bant aralıkları ve geliştirilmiş görünür ışık absorpsiyonu sağlanmıştır. Sentezlenen örnekler arasında, %30 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ kompoziti en yüksek PE% değerine ulaşmış; ancak, hafifçe daha düşük bir PE% (doğal pH'da düşük güçlü 32 W UV-A lambası altında 120 dk içinde %94,40 MB giderimi) sergileyen %20 $\text{MoO}_3@\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SBA-16}$ fotokatalizörü, uygun aktivitesi, daha düşük MoO_3 yüklemesi ve daha uygun dokusal/yüzeysel özellikleri nedeniyle optimizasyon için seçilmiştir. Bu üstün performans, SBA-16'nın düzenli gözenek yapısının boyar madde adsorpsiyonu ve reaktant difüzyonunu kolaylaştırması, Fe_3O_4 'ün $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ redoks döngüsü aracılığıyla yük transferini desteklemesi ve MoO_3 'ün ışık absorpsiyonunu iyileştirme ile yüzey özelliklerini geliştirme katkılarının sinerjik etkilerine bağlanmıştır. Bu birleşik özellikler, elektron–delik yeniden birleşmesini etkili bir şekilde baskılamış olup, kinetik analizler de saf SBA-16, Fe_3O_4 ve MoO_3 'e kıyasla belirgin şekilde daha yüksek bir yalancı birinci mertebeden hız sabiti göstermiştir.

RSM-CCD ile yapılan optimizasyon, katalizör dozu, boyar madde konsantrasyonu ve reaksiyon süresinin tümünün PE% üzerinde önemli etkisi olduğunu ortaya koymuş; katalizör dozunun en güçlü etkiye sahip olduğu ve boyar madde konsantrasyonu ile kayda değer bir sinerjik etkileşim gösterdiği belirlenmiştir. Karşılaştırmalı öngörü modellemesi, ANFIS'in süreç değişkenleri ile PE% arasındaki doğrusal olmayan ilişkileri yakalamada ANN ve RSM'den daha üstün olduğunu göstermiş ve en yüksek R^2 değerini (0,992) ile en düşük hata matrislerini (MAE= 0,240, MRPD= %0,264) elde etmiştir. Tekrar kullanılabilirlik çalışmaları, malzemenin dayanıklılığını doğrulamış; ardışık altı çevrim sonrasında yalnızca ihmal edilebilir bir %0,31'lik PE% azalması gözlenmiş ve uzun süreli operasyonel kararlılığı vurgulanmıştır. Adsorpsiyon testleri, kompozitin etkili fotokataliz ile yüksek MB tutma kapasitesini ($18,69 \text{ mg g}^{-1}$) bir araya getirdiğini ve Psedö ikinci dereceden kinetik modele ($R^2= 0,999$) uyduğunu, baskın mekanizma olarak kimyasal adsorpsiyonu (kemisorpsiyon) doğruladığını göstermiştir. Aktif tür tutma deneyleri, temel bozunma ajanlarının

süperoksit radikalleri olduğunu, bunların ışıkla uyarılan elektronlar tarafından desteklendiğini, h^+ ve $\bullet OH$ türlerinin ise daha az katkı sağladığını ortaya koymuştur. İleriye dönük olarak, gelecekteki çalışmalar, karmaşık matrislerdeki dayanıklılığı değerlendirmek amacıyla, yapısal olarak çeşitli ve parçalanması zor kirleticilerde (ör. farmasötikler, endokrin bozucular, pestisitler) bozulma çalışmalarını gerçek atık su koşullarında, birlikte bulunan iyonlar ve organik maddelerin varlığını da içerecek şekilde genişletmelidir. Mekanizmanın aydınlatılması, fotokataliz sırasında yük taşıma yollarını, reaktif tür oluşumunu ve aktif bölge dinamiklerini çözümlmek için in-situ spektroskopik ve elektrokimyasal yöntemlerin (EPR, XPS, operando FTIR, EIS, Mott–Schottky ve transient photocurrent) entegrasyonu ile geliştirilebilir. Mühendislik perspektifinden, katalizörün geri kazanımını ve uzun süreli çalışmayı kolaylaştırmak için sürekli akışlı veya sabit yataklı sistemlerde kullanılmak üzere immobilizasyon stratejileri (ör. inert taşıyıcılara kaplama, membranlara gömme) geliştirilmelidir. Son olarak, $MoO_3@Fe_3O_4@SBA-16$ 'nın maliyet-etkinliğini, ölçeklenebilirliğini ve çevresel etkisini değerlendirmek için kapsamlı tekno-ekonomi ve yaşam döngüsü analizleri yapılması, sürdürülebilir endüstriyel ve belediye su arıtım uygulamalarında kullanılmasının yolunu açacaktır.

KAYNAKÇA

- Aashima, A., Uppal, S., Arora, A., Kaur, N., Singh, N., Kaushal, A., Kaur, M., Singh, P., and Pal, B. (2019). Magnetically retrievable Ce-doped Fe₃O₄ nanoparticles as scaffolds for the removal of azo dyes. *RSC Advances*, 9(40), 23129–23141. <https://doi.org/10.1039/C9RA03252E>
- Abdulkadir, B. A., Mohd Zaki, R. S. R., Abd Jalil, A., Su, J. F., & Setiabudi, H. D. (2025). Synergistic effects of Fe₂O₃ of methylene blue. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 185, 108859. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2024.108859>
- Adesibikan, A. A., Emmanuel, S. S., Nafiu, S. A., Adegoke, K. A., and Ogunbiyi, O. S. (2024). A review on sustainable photocatalytic degradation of agro-organochlorine and organophosphorus water pollutants using biogenic iron and iron oxide-based nanoarchitecture materials. *Desalination and Water Treatment*, 320, 100591. <https://doi.org/10.1016/j.dwt.2024.100591>
- Adkins, B. D., Mills, Z., Parks, J., II, Brown, R. C., and Dauenhauer, P. J. (2021). Predicting thermal excursions during in situ oxidative regeneration of packed bed catalytic fast pyrolysis catalyst. *Reaction Chemistry and Engineering*, 6(5), 888–904. <https://doi.org/10.1039/d1re00007a>
- Agency, E. E. (2022). Microplastics from textiles: Towards a circular economy for textiles in Europe. *EEA's European Topic Centre on Circular Economy, Copenhagen, Denmark*.
- Ahmad, S., and Ashraf, A. (n.d.). Solar assisted photocatalytic degradation of crystal violet and methylene blue dyes using ZnO/SBA-16 as catalyst. *International Journal of Chemical Studies*.
- Ahmed, S., Rasul, M. G., Brown, R., and Hashib, M. A. (2011). Influence of parameters on the heterogeneous photocatalytic degradation of pesticides and phenolic contaminants in wastewater: A short review. *Journal of Environmental Management*, 92(3), 311–330. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2010.08.028>
- Aliyan, H., Fazaeli, R., and Jalilian, R. (2013). Fe₃O₄@mesoporous SBA-15: A magnetically recoverable catalyst for photodegradation of malachite green. *Applied Surface Science*, 276, 147–153. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.03.049>
- Alkaim, A. F., Kandiel, T. A., Hussein, F. H., Dillert, R., and Bahnemann, D. W. (2013). Enhancing the photocatalytic activity of TiO₂ by pH control: A case study for the degradation of EDTA. *Catalysis Science and Technology*, 3(12), 3216. <https://doi.org/10.1039/c3cy00494e>
- Alotaibi, F. M., Abudawood, R. H., Al-Megren, H. A., Al-Kinany, M. C., Jamea, E. H., and Garforth, A. A. (2014). The catalytic stability of some selected bifunctional nanoporous-based catalysts in the hydroisomerisation of n-C₇ and the effect of post-synthesis modification techniques. *Applied Petrochemical Research*, 4(1), 95–136. <https://doi.org/10.1007/s13203-014-0057-y>
- Alotaibi, K. M., Almethen, A. A., Beagan, A. M., Almutairi, M. A., Alharbi, L. M., and Alshammari, H. M. (2021). Quaternization of poly(2-diethyl aminoethyl

- methacrylate) brush-grafted magnetic mesoporous nanoparticles using 2-iodoethanol for removing anionic dyes. *Applied Sciences*, 11(21), 10451. <https://doi.org/10.3390/app112110451>
- Arai, T., Yanagida, M., Konishi, Y., Sugihara, H., and Sayama, K. (2008). Utilization of $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ redox for the photodegradation of organic substances over WO_3 photocatalyst and for H_2 production from the electrolysis of water. *Electrochemistry*, 76(2), 128–131. <https://doi.org/10.5796/electrochemistry.76.128>
- Austermann, R. L., Denley, D. R., Hart, D. W., Smith, A. J., and Williams, K. J. (1987). Catalyst characterization. *Catalyst Characterization*.
- Avani, A. V., Babu, C. R., and Anila, E. I. (2024). rGO– MoO_3 nanocomposite for superior methylene blue removal by adsorption and photocatalysis. *Materials Research Bulletin*, 180, 113002. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2024.113002>
- Bahrudin, N. N. (2022). Evaluation of degradation kinetic and photostability of immobilized TiO_2 /activated carbon bilayer photocatalyst for phenol removal. *Applied Surface Science Advances*, 7, 100208. <https://doi.org/10.1016/j.apsadv.2021.100208>
- Bai, L., Wei, M., Hong, E., Li, J., Wang, Y., and Zhang, X. (2020). Study on the controlled synthesis of $\text{Zr}/\text{TiO}_2/\text{SBA-15}$ nanophotocatalyst and its photocatalytic performance for industrial dye reactive red X–3B. *Materials Chemistry and Physics*, 246, 122825. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.122825>
- Bear, J. (2013). *Dynamics of fluids in porous media*. Courier Corporation.
- Betiku, E., Osunleke, A. S., Odude, V. O., Bamimore, A., Okeleye, A. A., and Ishola, N. B. (2021). Performance evaluation of adaptive neuro-fuzzy inference system, artificial neural network and response surface methodology in modeling biodiesel synthesis from palm kernel oil by transesterification. *Biofuels*, 12(3), 339–354. <https://doi.org/10.1080/17597269.2018.1472980>
- Bhapkar, A., Prasad, R., Jaspal, D., Shirolkar, M., Gheisari, K., and Bhame, S. (2023). Visible light driven photocatalytic degradation of methylene blue by ZnO nanostructures synthesized by glycine nitrate auto combustion route. *Inorganic Chemistry Communications*, 148, 110311. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2022.110311>
- Bhatia, S. C. (2017). *Pollution control in textile industry*. WPI Publishing. <https://doi.org/10.1201/9781315148588>
- Bhavna, and Duhan, S. (2024). Modification of mesoporous SBA-16 with cobalt doping for outstanding humidity sensor at room temperature. *Journal of Porous Materials*, 31(1), 125–138. <https://doi.org/10.1007/s10934-023-01499-z>
- Blažeka, D., Car, J., Klobučar, N., and Jurov, A. (2020). Photodegradation of methylene blue and rhodamine B using laser-synthesized ZnO nanoparticles. *Materials*, 13(19), 4357. <https://doi.org/10.3390/ma13194357>
- Blog – Noël Research Group – UvA. (2024, January 25). Noël Research Group. <https://www.noelresearchgroup.com/category/blog/>

- Calzada, L. A., Castellanos, R., García, L. A., and Klimova, T. E. (2019). TiO₂, SnO₂ and ZnO catalysts supported on mesoporous SBA-15 versus unsupported nanopowders in photocatalytic degradation of methylene blue. *Microporous and Mesoporous Materials*, 285, 247–258. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2019.05.015>
- Chong, D. J. S., Chan, Y. J., Arumugasamy, S. K., Yazdi, S. K., and Lim, J. W. (2023). Optimisation and performance evaluation of response surface methodology (RSM), artificial neural network (ANN) and adaptive neuro-fuzzy inference system (ANFIS) in the prediction of biogas production from palm oil mill effluent (POME). *Energy*, 266, 126449. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2022.126449>
- D., N., Kondamareddy, K. K., Han, B., Liu, X., Zhang, H., and Zhao, W. (2018). Enhanced visible light photodegradation activity of RhB/MB from aqueous solution using nanosized novel Fe-Cd co-modified ZnO. *Scientific Reports*, 8(1), 15091. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-29025-1>
- Desai, B. H. (2020). 14. United Nations Environment Programme (UNEP). *Yearbook of International Environmental Law*, 31(1), 319–325. <https://doi.org/10.1093/yiel/yvab060>
- Desore, A., and Narula, S. A. (2018). An overview on corporate response towards sustainability issues in textile industry. *Environment, Development and Sustainability*, 20(4), 1439–1459. <https://doi.org/10.1007/s10668-017-9949-1>
- Devi, K., Rawat, D., Chopra, L., and Kaushik, A. (2025). Fe₃O₄@starch nanocomposites: A photocatalyst for efficient degradation of Rhodamine B and Acid Red 114. *International Journal of Biological Macromolecules*, 318, 144564. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.144564>
- Dragan, G., Kutarov, V., Schieferstein, E., and Iorgov, A. (2021). Adsorption hysteresis in open slit-like micropores. *Molecules*, 26(16), 5074. <https://doi.org/10.3390/molecules26165074>
- Encyclopaedia Britannica. (2025, March 26). *Catalysis: Chemistry, classification, and chemical reactions*. <https://www.britannica.com/science/catalysis>
- Farhoudi, Z. (2017). *Understanding catalysts: Unveiling the magic behind chemical reactions*.
- Farouq, R. (2022). Coupling adsorption-photocatalytic degradation of methylene blue and Maxilon Red. *Journal of Fluorescence*, 32(4), 1381–1388. <https://doi.org/10.1007/s10895-022-02934-1>
- Farrauto, R. J. (2017). Industrial catalysis: A practical guide. In J. A. Kent, T. V. Bommaraju, and S. D. Barnicki (Eds.), *Handbook of industrial chemistry and biotechnology* (pp. 1125–1150). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-52287-6_37
- Férey, G. (2008). Hybrid porous solids: Past, present, future. *Chemical Society Reviews*, 37(1), 191–214. <https://doi.org/10.1039/B618320B>
- Figueiredo, J. S. B., Alves, B. T. S., Freire, V. A., Alves, J. J. N., and Barbosa, B. V. S. (2022). Preparation, characterization and evaluation of x-MoO₃/Al-SBA-15

- catalysts for biodiesel production. *Materials for Renewable and Sustainable Energy*, 11(1), 17–31. <https://doi.org/10.1007/s40243-021-00204-x>
- Forgacs, E., Cserháti, T., and Oros, G. (2004). Removal of synthetic dyes from wastewaters: A review. *Environment International*, 30(7), 953–971. <https://doi.org/10.1016/j.envint.2004.02.001>
- González, J., Wang, J. A., Chen, L., Manríquez, M., and Toledo, J. A. (2018). Quantitative determination of oxygen defects, surface Lewis acidity, and catalytic properties of mesoporous MoO₃/SBA-15 catalysts. *Journal of Solid State Chemistry*, 263, 100–114. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2018.04.005>
- Halpern, M. (2000). Phase-transfer catalysis. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* (1st ed.). Wiley. https://doi.org/10.1002/14356007.a19_293
- Hansen, T., Vermeeren, P., Yoshisada, R., van der Lubbe, S. C. C., Fonseca Guerra, C., and Bickelhaupt, F. M. (2021). How Lewis acids catalyze ring-openings of cyclohexene oxide. *The Journal of Organic Chemistry*, 86(4), 3565–3573. <https://doi.org/10.1021/acs.joc.0c02955>
- Haounati, R., Ighnih, H., Malekshah, R. E., Alahiane, S., Al-Ghamdi, A. A., and Toghan, A. (2023). Exploring ZnO/montmorillonite photocatalysts for the removal of hazardous RhB dye: A combined study using molecular dynamics simulations and experiments. *Materials Today Communications*, 35, 105915. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.105915>
- Harrhy, J. H., Wang, A., Jarvis, J. S., He, L., Qi, G., and Liu, S. (2019). Understanding zeolite deactivation by sulfur poisoning during direct olefin upgrading. *Communications Chemistry*, 2(1), 44. <https://doi.org/10.1038/s42004-019-0141-4>
- Hassanloie, N., Pesyan, N. N., Sheykhaaghaei, G., Aalinejad, M., Ojaghi Aghbash, K., and Alamgholiloo, H. (2023). Preparation of Fe₃O₄@SiO₂@Cu-MoO₃ core-shell nanostructures: Synergistic effects of copper and molybdenum for catalytic enhancement. *Journal of Porous Materials*, 30(3), 859–869. <https://doi.org/10.1007/s10934-022-01379-y>
- Hearle, J. W. S. (2001). *High-performance fibres*. Elsevier.
- Hemmati Borji, S., Nasser, S., Mahvi, A. H., Nabizadeh, R., and Javadi, A. H. (2014). Investigation of photocatalytic degradation of phenol by Fe(III)-doped TiO₂ and TiO₂ nanoparticles. *Journal of Environmental Health Science and Engineering*, 12(1), 101. <https://doi.org/10.1186/2052-336x-12-101>
- Hoai Lam Tran, Q. N. K. N. (2020). Synthesis and characterization of mesoporous silica SBA-15 and ZnO/SBA-15 photocatalytic materials from the ash of brickyards. *Journal of Chemistry*, 2020, 8456194. <https://doi.org/10.1155/2020/8456194>
- Holkar, C. R., Jadhav, A. J., Pinjari, D. V., Mahamuni, N. M., and Pandit, A. B. (2016). A critical review on textile wastewater treatments: Possible approaches. *Journal of Environmental Management*, 182, 351–366. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.07.090>
- Hu, H., Deng, C., Xu, J., Zhang, K., and Sun, M. (2015). Metastable h-MoO₃ and stable α-MoO₃ microstructures: Controllable synthesis, growth mechanism and their

- enhanced photocatalytic activity. *Journal of Experimental Nanoscience*, 10(17), 1336–1346. <https://doi.org/10.1080/17458080.2015.1012654>
- Hunger, K. (2007). *Industrial dyes: Chemistry, properties, applications*. John Wiley and Sons.
- Josephine, A. J., Dhas, C. R., Venkatesh, R., Sivakumar, N., and Ganesh, V. (2020). Effect of pH on visible-light-driven photocatalytic degradation of facile synthesized bismuth vanadate nanoparticles. *Materials Research Express*, 7(1), 015036. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab653f>
- Kaplaner, E., Çinar, A., Çakan, A., and Akbay, E. (2024). Enhanced photocatalytic dye degradation using surface-modified tungstophosphoric acid-iron magnetic nanocatalyst. *Optical Materials*, 148, 114816. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2023.114816>
- Khan, M. R., and Singh, H. N. (2025). Modeling and optimization of castor biodiesel production employing chicken and swan goose eggshell derived green alkali heterogeneous catalyst: Comparative study of RSM, ANN and ANFIS approaches. *Biomass and Bioenergy*, 201, 108091. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2025.108091>
- Koe, W. S., Lee, J. W., Chong, W. C., Pang, Y. L., and Sim, L. C. (2020). An overview of photocatalytic degradation: Photocatalysts, mechanisms, and development of photocatalytic membrane. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(3), 2522–2565. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-07193-5>
- Kotrel, S., and Bräuninger, S. (2008). Industrial electrocatalysis. In *Handbook of heterogeneous catalysis*. John Wiley and Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9783527610044.hetcat0103>
- Kottwitz, M., Li, Y., Wang, H., Frenkel, A. I., and Nuzzo, R. G. (2021). Single atom catalysts: A review of characterization methods. *Chemistry–Methods*, 1(6), 278–294. <https://doi.org/10.1002/cmt.d.202100020>
- Kudo, A. (2003). *Photocatalyst materials for water splitting*.
- Langa, C., Mathipa, M., Mabuba, N., and Hintsho-Mbita, N. C. (2025). Effect of calcination temperature on the structural and photocatalytic properties of nickel sulfide nanoparticles for dye degradation and antibacterial applications. *Chemical Physics Impact*, 11, 100913. <https://doi.org/10.1016/j.chphi.2025.100913>
- Laurent, S., Forge, D., Port, M., Roch, A., Robic, C., Vander Elst, L., and Muller, R. N. (2008). Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations, and biological applications. *Chemical Reviews*, 108(6), 2064–2110. <https://doi.org/10.1021/cr068445e>
- Lawrence, C. A. (2010). *Advances in yarn spinning technology*. Elsevier.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padovan, M., Petrini, G., Bordiga, S., and Zecchina, A. (1997). Catalyst characterization: Characterization techniques. *Catalysis Today*, 34(3–4), 307–327. [https://doi.org/10.1016/S0920-5861\(96\)00056-9](https://doi.org/10.1016/S0920-5861(96)00056-9)

- Li, Y., and He, S. (2022). Study on MoO₃/SBA-16 catalyzed transesterification to synthesize diphenyl carbonate. *Turkish Journal of Chemistry*, 46(6), 1930–1945. <https://doi.org/10.55730/1300-0527.3492>
- Lin, F., Xu, M., Ramasamy, K. K., Wang, H., and Bai, X. (2022). Catalyst deactivation and its mitigation during catalytic conversions of biomass. *ACS Catalysis*, 12(21), 13555–13599. <https://doi.org/10.1021/acscatal.2c02074>
- Lu, A.-H., Salabas, E. L., and Schüth, F. (2007). Magnetic nanoparticles: Synthesis, protection, functionalization, and application. *Angewandte Chemie International Edition*, 46(8), 1222–1244. <https://doi.org/10.1002/anie.200602866>
- Lueder, U., Jørgensen, B. B., Maisch, M., Schmidt, C., and Kappler, A. (2022). Influence of Fe(III) source, light quality, photon flux and presence of oxygen on photoreduction of Fe(III)-organic complexes – Implications for light-influenced coastal freshwater and marine sediments. *Science of The Total Environment*, 814, 152767. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.152767>
- Lykiema, J., Sing, K. S. W., Haber, J., and Block, J. H. (1985). Prepared for publication by the subcommittee on reporting gas adsorption data.
- Ma, J., Li, J., Jiang, Z., Wang, L., and Zhang, Y. (2024). Hydrothermal preparation of a novel indium doped MoO₃ photocatalyst with enhanced photocatalytic activity for rhodamine B degradation. *Optical Materials*, 154, 115792. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2024.115792>
- Mahmoudi-Badiki, T., Afghahi, S. S. S., Arsalani, N., Jafarian, M., and Stergiou, C. A. (2019). Effect of synthesis approaches and morphological properties on dielectric enhancement and microwave absorption of Fe₃O₄/PANI nanocomposites. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 32(6), 1705–1714. <https://doi.org/10.1007/s10948-018-4866-6>
- Martínez-Perales, C., Machín, A., Berrios-Rolón, P. J., Cotto, M., Ducongé, J., and Márquez, F. (2025). From pollutant removal to renewable energy: MoS₂-enhanced P25-graphene photocatalysts for malathion degradation and H₂ evolution. *Materials*, 18(11), 2602. <https://doi.org/10.3390/ma18112602>
- Matei, D., Katsina, A. U., Cursaru, D.-L., and Mihai, S. (2025). Mesoporous SBA-15-supported ceria–cadmium composites for fast degradation of methylene blue in aqueous systems. *Water*, 17(12), 1834. <https://doi.org/10.3390/w17121834>
- Matei, D., Katsina, A. U., Mihai, S., Cursaru, D. L., Şomoghi, R., and Nistor, C. L. (2023). Synthesis of ruthenium-promoted ZnO/SBA-15 composites for enhanced photocatalytic degradation of methylene blue dye. *Polymers*, 15(5), 1210. <https://doi.org/10.3390/polym15051210>
- Meeuwissen, J., and Reek, J. N. H. (2010). Supramolecular catalysis beyond enzyme mimics. *Nature Chemistry*, 2(8), 615–621. <https://doi.org/10.1038/nchem.744>
- Mohammadi, P., Daneshafruz, H., and Sheibani, H. (2021). Gold nanoparticles on cyanuric citric acid functionalized magnetic SBA-16 as an effective catalyst for dye reduction. **Physica E: Low-Dimensional Systems and Nanostructures*, 126*, 114392. <https://doi.org/10.1016/j.physe.2020.114392>

- Mosavi, A., Soleimani, A., Karimi, A., Akbari, M., Karimipour, A., & Karimipour, A. (2020). Investigating the effect of process parameters on the mechanical properties and temperature distribution in fiber laser welding of AISI304 and AISI 420 sheet using response surface methodology. *Infrared Physics and Technology*, 111, 103478. <https://doi.org/10.1016/j.infrared.2020.103478>
- Niakan, M., Asadi, Z., and Emami, M. (2020). Binuclear palladium complex immobilized on mesoporous SBA-16: Efficient heterogeneous catalyst for the carbonylative Suzuki coupling reaction of aryl iodides and arylboronic acids using $\text{Cr}(\text{CO})_6$ as carbonyl source. *Catalysis Letters*, 150(2), 404–418. <https://doi.org/10.1007/s10562-019-03087-w>
- Oladimeji, T. E., Oyedemi, M., Emetere, M. E., Agboola, O., Adeoye, J. B., and Odunlami, O. A. (2024). Review on the impact of heavy metals from industrial wastewater effluent and removal technologies. *Heliyon*, 10(23), e40370. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e40370>
- Othman, S. M. (2019). Catalysts of the preparation and industrial importance of catalysis and catalyst deactivation. *International Journal of Advanced Chemistry Research*, 1(2), 23–27. <https://doi.org/10.33545/26646781.2019.v1.i2a.12>
- Özdemir, Y., Çakan, A., and Akbay, E. (2024). Modeling and optimization of photocatalytic dye degradation using tungstophosphoric acid on H-BN: RSM, ANN and ANFIS comparative approaches. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, S1226086X24008116. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2024.11.059>
- Pavel, M., Anastasescu, C., State, R.-N., Vasile, A., Papa, F., and Balint, I. (2023). Photocatalytic degradation of organic and inorganic pollutants to harmless end products: Assessment of practical application potential for water and air cleaning. *Catalysts*, 13(2), 380. <https://doi.org/10.3390/catal13020380>
- Pham, P. T. H., Pham, C. Q., Dam, T.-T., Nguyen, Q.-A., and Nguyen, T. M. (2025). A comprehensive review of catalyst deactivation and regeneration in heavy oil hydroprocessing. *Fuel Processing Technology*, 267, 108170. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2024.108170>
- "Photocatalysis: Present, past and future." (2018). In *Materials Research Foundations* (Vol. 29). Materials Research Forum LLC. <https://doi.org/10.21741/9781945291630-7>
- Poschmann, M., Groß, H., Amin, R., and Mulher, M. (2020). CuCo_2S_4 deposited on TiO_2 : Controlling the pH value boosts photocatalytic hydrogen evolution. *European Journal of Inorganic Chemistry*, 2020(38), 3692–3702. <https://doi.org/10.1002/ejic.202000555>
- Prabhu, Y. T., Rao, K. V., Kumari, B. S., Kumar, V. S. S., and Pavani, T. (2015). Synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles and its antibacterial application. *International Nano Letters*, 5(2), 85–92. <https://doi.org/10.1007/s40089-015-0141-z>
- Puebla, S., D'Agosta, R., Sanchez-Santolino, G., Frisenda, R., Munuera, C., and Castellanos-Gomez, A. (2021). In-plane anisotropic optical and mechanical properties of two-dimensional MoO_3 . *npj 2D Materials and Applications*, 5(1), 58. <https://doi.org/10.1038/s41699-021-00220-5>

- Rahim Pouran, S., Abdul Aziz, A. R., and Wan Daud, W. M. A. (2015). Review on the main advances in photo-Fenton oxidation system for recalcitrant wastewaters. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 21(January), 53–69. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2014.05.005>
- Rakass, S., Oudghiri Hassani, H., Abboudi, M., and Mohmoudi, H. (2018). Molybdenum trioxide: Efficient nanosorbent for removal of methylene blue dye from aqueous solutions. *Molecules*, 23(9), 2295. <https://doi.org/10.3390/molecules23092295>
- Ramadan, A., Kamel, S., Hamdan, I., and Agwa, A. M. (2022). A novel intelligent ANFIS for the dynamic model of photovoltaic systems. *Mathematics*, 10(8), 1286. <https://doi.org/10.3390/math10081286>
- Rivera-Muñoz, E. M., and Huirache-Acuña, R. (2010). Sol gel-derived SBA-16 mesoporous material. *International Journal of Molecular Sciences*, 11(9), 3069–3086. <https://doi.org/10.3390/ijms11093069>
- Robinson, T., McMullan, G., Marchant, R., and Nigam, P. (2001). Remediation of dyes in textile effluent: A critical review on current treatment technologies with a proposed alternative. *Bioresource Technology*, 77(3), 247–255. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(00\)00080-8](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(00)00080-8)
- Rouquerol, J., Rouquerol, F., Llewellyn, P., Maurin, G., and Sing, K. (2013). *Adsorption by powders and porous solids: Principles, methodology and applications*. Academic Press.
- Roy Choudhury, A. K. (2014). Environmental impacts of the textile industry and its assessment through life cycle assessment. In S. S. Muthu (Ed.), *Roadmap to sustainable textiles and clothing* (Textile Science and Clothing Technology). Springer Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-287-110-7_1
- Sada, S. O., and Ikpeseni, S. C. (2021). Evaluation of ANN and ANFIS modeling ability in the prediction of AISI 1050 steel machining performance. *Heliyon*, 7(2), e06136. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e06136>
- Sadjadi, S., and Heravi, M. M. (2017). Current advances in the utility of functionalized SBA mesoporous silica for developing encapsulated nanocatalysts: State of the art. *RSC Advances*, 7(49), 30815–30838. <https://doi.org/10.1039/C7RA04833E>
- Saleem, S., Jameel, M. H., Alothman, A. A., Alqahtani, M. S., and Alhazaa, A. N. (2024). A band gap engineering for the modification in electrical properties of Fe₃O₄ by Cu²⁺ doping for electronic and optoelectronic devices applications. **Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 109*(2), 471–482. <https://doi.org/10.1007/s10971-023-06287-4>
- Samuel, O. D., Emajuwa, J., Kaveh, M., and Agbo, S. (2023). Neem-castor seed oil esterification modelling: Comparison of RSM and ANFIS. *Materials Today: Proceedings*, 80, 267–272. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.01.251>
- Sanakousar, M. F., Vidyasagar, C. C., Jiménez-Pérez, V. M., Prakash, K., and Mounesh. (2021). Efficient photocatalytic degradation of crystal violet dye and electrochemical performance of modified MWCNTs/Cd-ZnO nanoparticles with quantum chemical calculations. *Journal of Hazardous Materials Advances*, 2, 100004. <https://doi.org/10.1016/j.hazadv.2021.100004>

- Saygi, H., Ünal, E., Çakan, A., and Akbay, E. (2024). Tailored transition metal-doped $\text{TiO}_2@ \text{Fe}_3\text{O}_4$ nanohybrids for efficient photocatalytic dye removal: Optimization via neural networks and response surface approaches. *Materials Today Sustainability*, 27, 100845. <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2024.100845>
- Sharifi, I., Shokrollahi, H., and Amiri, S. (2012). Ferrite-based magnetic nanofluids used in hyperthermia applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 324(6), 903–915. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2011.10.017>
- Shi, Y. (2024). Cu(II) complex heterogenized on magnetic mesoporous nanocomposite ($\text{SBA-16}@ \text{Fe}_3\text{O}_4$) as an efficient catalyst for the reduction of nitro compounds. *Journal of Saudi Chemical Society*, 28(6), 101944. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2024.101944>
- Shore, J. (1990). *Colorants and auxiliaries: Organic chemistry and application properties*. Society of Dyers and Colourists. <https://cir.nii.ac.jp/crid/1130862843920360630>
- Singh, R., Ahmad, F., Kumar, S., Kumar, N., Kumar, R., and Kumar, P. (2021). Magnetic, optical and I-V characteristics of MoO_3 thin films. *Journal of Physics: Conference Series*, 1947(1), 012048. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1947/1/012048>
- Stensel, H. D. (2003). *Wastewater engineering: Treatment and reuse* (4th ed.).
- Subhan, F., Aslam, S., Yan, Z., Khan, M., Etim, U. J., and Naeem, M. (2019). Effective adsorptive performance of $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$ core shell spheres for methylene blue: Kinetics, isotherm and mechanism. *Journal of Porous Materials*, 26(5), 1465–1474. <https://doi.org/10.1007/s10934-019-00744-8>
- Subramani, K., Selva Ganeshan, J. K., Srinivasan, S., Mohanasundaram, N. V. T., and Incharoensakdi, A. (2025). Hydrothermally and green synthesized TiO_2 nanoparticles with high photocatalytic textile industry dye degradation, antibacterial and antioxidant activities. *Journal of Alloys and Compounds*, 1017, 179068. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.179068>
- Taghipour, E., and Tahmasebi, N. (2021). One-step hydrothermal synthesis of $\text{MoO}_3/\text{MoO}_2$ composite for efficient removal of methylene blue from aqueous solutions. *Materials Today Communications*, 26, 102012. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102012>
- Tan, Y. N., Wong, C. L., and Mohamed, A. R. (2011). An overview on the photocatalytic activity of nano-doped- TiO_2 in the degradation of organic pollutants. *International Scholarly Research Notices*, 2011(1), 261219. <https://doi.org/10.5402/2011/261219>
- Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A. V., Olivier, J. P., Rodriguez-Reinoso, F., Rouquerol, J., and Sing, K. S. W. (2015). Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 87(9–10), 1051–1069. <https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117>
- U.S. Department of Energy. (n.d.). *DOE explains... catalysts*. Retrieved May 1, 2025, from <https://www.energy.gov/science/doe-explainscatalysts>

- Uddin, F. (2019). Introductory chapter: Textile manufacturing processes. In F. Uddin (Ed.), *Textile manufacturing processes*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.87968>
- Urošević, S. (Ed.). (2023). *Proceedings = Zbornik radova: VI International Scientific Conference Contemporary Trends and Innovations in the Textile Industry, CT&ITI 2023 = VI Međunarodna Naučna Konferencija Savremeni Trendovi i Inovacije u Tekstilnoj Industriji: Belgrade, 14–15th September 2023* (M. M. Kostić, A. Rudolf, and D. Celcar, Eds.). Union of Engineers and Technicians of Serbia.
- Van Der Voort, P. (2019). *Introduction to porous materials*.
- Vasanthi, G., Prabhuraj, T., Gomathi, A., Ramesh Kumar, K. A., and Maadeswaran, P. (2025). Enhanced high-performance catalyst of α -MoO₃/g-C₃N₄ composite for electrochemical water splitting and photocatalyst application. *International Journal of Hydrogen Energy*, 123, 265–280. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2025.03.406>
- Wang, Q., Zhou, C., Yan, X., Hou, Y., and Liu, L. (2019). One-dimensional MoO₃ coated by carbon for supercapacitor with enhanced electrochemical performance. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 30(7), 6643–6649. <https://doi.org/10.1007/s10854-019-00973-2>
- Wróblewska, A., Makuch, E., Retajczyk, M., Sreńscek-Nazzal, J., Koren, Z. C., and Michalkiewicz, B. (2021). Synthesis, characterization and application of the SBA-16 catalyst modified with titanium(IV) chloride in the eugenol isomerization. *Microporous and Mesoporous Materials*, 311, 110685. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2020.110685>
- Xia, F., Ou, E., Wang, L., and Wang, J. (2008). Photocatalytic degradation of dyes over cobalt doped mesoporous SBA-15 under sunlight. *Dyes and Pigments*, 76(1), 76–81. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2006.08.008>
- Xiong, L., and Tang, J. (2021). Strategies and challenges on selectivity of photocatalytic oxidation of organic substances. *Advanced Energy Materials*, 11(8), 2003216. <https://doi.org/10.1002/aenm.202003216>
- Yaseen, D. A., and Scholz, M. (2019). Textile dye wastewater characteristics and constituents of synthetic effluents: A critical review. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 16(2), 1193–1226. <https://doi.org/10.1007/s13762-018-2130-z>
- Yu, D., Duan, C., and Gu, B. (2023). UiO-66-NH₂@MnFe₂O₄ as a novel and retrievable MOF nanocatalyst for biodiesel synthesis from utilized edible oil in a microwave reactor: RSM design and CI engine studies. *Renewable Energy*, 219, 119338. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2023.119338>
- Zaki, R. S. R. M., Jalil, A. A., and Setiabudi, H. D. (2023). Intensified photocatalytic degradation of methylene blue over Fe supported on dendritic fibrous SBA-15: Optimisation, kinetic, isotherm, and reusability. *Chemical Engineering Research and Design*, 198, 444–458. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.09.009>
- Zhang, P., Liu, P., Fan, M., Jiang, P., and Haryono, A. (2021). High-performance magnetite nanoparticles catalyst for biodiesel production: Immobilization of 12-

- tungstophosphoric acid on SBA-15 works effectively. *Renewable Energy*, 175, 244–252. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2021.05.033>
- Zhang, W., and Zhang, S. (2024). Catalysts: Materials. In T. Chakraborty (Ed.), *Encyclopedia of Condensed Matter Physics* (2nd ed.). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-90800-9.00202-X>
- Zhu, C., Gutiérrez, O. Y., Santosa, D. M., Jiang, J., and Wang, Y. (2022). Impact of coprocessing biocrude with petroleum stream on hydrotreating catalyst stability. *Energy and Fuels*, 36(16), 9133–9146. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.2c01748>



ÖZGEÇMİŞ

ORCID NO: 99359758656

Ad Soyad : Rashıda Babeker Mohammed ADAM

Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim ve Mesleki Geçmişi:

- 2003, Gezira Üniversitesi, Mühendislik ve Teknoloji Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü.
- 2005-2010, Çalışalar ve Araştırmalar, SUDAN Cumhuriyeti Savunma Bakanlığı.
- 2011-2020, Proje Yöneticisi, SUDAN Expert Co. Entegre Çözümler

Mesleki Birlik/Dernek/Kuruluş Üyelikleri:

- 2004-2010, Life Makers Organizasyonu, SUDAN.
- 2010-2017, Rawahal Kimya Endüstrisi Eğitim Merkezi.