

Sol-Jel Yöntemiyle Sentezlenen Magnezyum Oksit ve Kadmiyum Oksit Nanoparçacıkların Yapısal ve Morfolojik Özelliklerinin İncelenmesi

Cevher Kürşat MACİT^{1*}, Cihan ÖZEL², Turan GÜRGENÇ³

^{1,2} Makine Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Fırat Üniversitesi, Elazığ, Türkiye

³ Otomotiv Mühendisliği Bölümü, Teknoloji Fakültesi, Fırat Üniversitesi, Elazığ, Türkiye

^{1*}macitkursatcevher@gmail.com, ²cozel@firat.edu.tr, ³tgurgenc@firat.edu.tr

(Geliş/Received: 26/04/2023;

Kabul/Accepted:31/08/2023)

Öz: Bu çalışmada, magnezyum oksit (MgO), kadmiyum oksit (CdO) ve MgO-CdO nanoparçacıkları sol-jel sentezleme yöntemiyle üretildi. Magnezyum kaynağı olarak magnezyum asetat tetrahidrat $Mg(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$, kadmiyum kaynağı olarak kadmiyum asetat dihidrat ($C_4H_6CdO_4 \cdot 2H_2O$) kullanıldı. Sol-jel nanoparçacık sentezleme işleminde çözücüler 80°C sıcaklıkta 4 saat manyetik karıştırıcıda çözündürülerek gerçekleştirildi. Çözünen nanoparçacıkların süzme, kurutma, havanda dövme ve tavlama işlemleri gerçekleştirildi. Sentezlenen nanoparçacıkların yapısal ve morfolojik özellikleri Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskopu (FE-SEM), X-Işını Kırınımı (XRD), Enerji Dispersiv Spektrum (EDX) ve Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) analizleri ile incelendi. Yapılan analizler sonucunda XRD analizlerinde MgO ve CdO nanoparçacıklarının karakteristik piklerine rastlandı. XRD analiz sonuçlarında nanoparçacıkların karakteristik piklerinde artışlar ve kaymalar meydana geldi. MgO-CdO numunesinde hem MgO 'nun hem de CdO 'nun kafes parametrelerinde değişiklikler meydana geldiği gözlemlendi. FE-SEM analizleri sonucunda, MgO ve CdO nanoparçacıklarının oluştuğu görüldü. EDX analizlerinde Mg, O, Cd katkılarının oluştuğu ve nanoparçacıkların sentezlendiği görüldü. MgO ve CdO nanoparçacıklarının kullanım alanları göz önünde bulundurulduğunda üretilen MgO-CdO nanoparçacıklarının yarı iletken metal oksit içeren elektronik cihazlarda kullanılabileceği düşünülmektedir.

Anahtar kelimeler: Sol-jel, Magnezyum oksit, Kadmiyum oksit, Nanoparçacık sentezi

Investigation of Structural and Morphological Properties of Magnesium Oxide and Cadmium Oxide Nanoparticles Synthesized by Sol-Gel Method

Abstract: In this study, magnesium oxide (MgO), cadmium oxide (CdO) and MgO-CdO nanoparticles were produced by sol-gel synthesis method. Magnesium acetate tetrahydrate $Mg(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ as magnesium source, cadmium acetate dihydrate ($C_4H_6CdO_4 \cdot 2H_2O$) as cadmium source were used. Sol-gel nanoparticle synthesis was carried out by dissolving the solvents in a magnetic stirrer at 80°C for 4 hours. The filtration, drying, pestle and annealing processes of the dissolved nanoparticles were carried out. The structural and morphological properties of the synthesized nanoparticles were investigated by Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM), X-Ray Diffractometer (XRD), Energy Dispersive Spectrum (EDX) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) analyses. As a result of the analysis, characteristic peaks of MgO and CdO nanoparticles were found in XRD analysis. In the XRD analysis results, increases and shifts occurred in the characteristic peaks of the nanoparticles. In the MgO-CdO sample, changes occurred in the lattice parameters of both MgO and CdO. As a result of FE-SEM analysis, it was observed that MgO and CdO nanoparticles were formed. In EDX analysis, Mg, O, Cd contributions were formed and nanoparticles were successfully produced. Considering the usage areas of MgO and CdO nanoparticles, it is thought that the produced MgO-CdO nanoparticles can be used in electronic devices containing semiconductor metal oxide.

Keywords: Sol-gel, Magnesium oxide, Cadmium oxide, Nanoparticle synthesis

1. Giriş

Son zamanlarda, nanobilim ve nanoteknoloji, önemli ölçüde yeni ve iyileştirilmiş fiziksel, kimyasal, yapısal ve biyolojik özelliklere sahip malzemelerle ilgilenen dünyada teknolojik bir devrime öncülük etmektedir [1,2]. Günümüzde nanomalzemeler, yüksek katma değerli teknoloji, savunma sanayi, tıp, otomotiv ve tekstil uygulamaları gibi yoğun rekabet gerektiren iş hatları için oldukça önemli bir malzeme haline gelmiştir. Nano malzemelerin üretimleri esnasında yapısal ve morfolojik özelliklerinin kontrol edilmesi yönünde önemli derecede

* Sorumlu yazar: macitkursatcevher@gmail.com Yazarların ORCID Numarası: ¹0000-0003-0466-7788, ²0000-0002-3227-6875, ³0000-0002-7678-2673

çalışmalar yapılmaktadır [1,2]. Metal oksit nanopartiküller, kataliz, sensörler, (opto) elektronik malzemeler ve çevresel iyileştirme dahil olmak üzere çok çeşitli uygulamalar için ilgi çeken malzemeler olarak bilinmektedir [1-3]. Yarı iletken metal oksit nanoparçacıkların keşfinden bu yana, optik, optoelektronik, kataliz ve piezoelektrikteki benzersiz ve yeni uygulamaları nedeniyle fonksiyonel oksit bazlı, tek boyutlu nano yapılaraya yönelik araştırmalar hızla genişlemektedir. Yarı iletken oksit nanoparçacıkları, farklı kimyasal bileşimlere ve kristalografik yapılara sahip çok çeşitli malzemeler için sistematik olarak çalışılmış, yarı-tek boyutlu nanomalzemelerin benzersiz bir grubudur [2]. Yarı iletken nanomalzemelerin, bazı önemli teknolojilerin yakın zamandaki ilerlemesinde kritik roller oynaması beklenmektedir [1-3].

Magnezyum oksit (MgO), olağanüstü kırılma indeksi gibi benzersiz fizikokimyasal davranışları nedeniyle çevre dostu, ekonomik olarak uygulanabilir ve endüstriyel açıdan önemli bir nanoparçacıktır. Mükemmel korozyon direnci, yüksek termal iletkenlik, düşük elektrik iletkenliği, büyük bant aralığı, mükemmel termodinamik kararlılık, düşük dielektrik sabiti ve düşük kırılma indeksi gibi çeşitli özelliklere sahip çok yönlü bir oksit malzemedir. MgO yarı iletken malzeme olarak, kataliz, seramik, toksik atık iyileştirme, antibakteriyel malzemeler, boya, elektro-optik cihazlar, fotonik cihazlar, süper iletken ürünler ve refrakter uygulamalarında kullanılan bir katkı maddesi olarak geniş uygulama alanları bulmaktadır [4-9].

Kadmiyum oksit (CdO), önemli bir II-VI n-tipi yarı iletkenidir. Kristal yapısı nedeniyle umut verici optik uygulamalara sahiptir. Kafes kusurları, bant aralığı enerjisinde çeşitliliğe ve güneş spektrumunun görünür bölgesinde yüksek optik geçirgenliğe neden olur. Ayrıca, toksik organik bileşiklerin, boyaların, pigmentlerin ve çevresel kirleticilerin fotokatalitik bozunmasına sahiptir. CdO, kadmiyum kaplama banyolarında, kadmiyum tuzlarının, seramik sırların ve akümülatörler için elektrotların üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Kadmiyum oksitler büyük ölçüde galvanik kaplama banyoları ve pigmentler için bir bileşen olarak kullanılır [10-12]. Kadmiyum oksit ayrıca düşük elektrik direnci, yüksek iletim katsayısı gibi bir dizi ilginç özelliğe sahip yarı iletken bir malzemedir. CdO'nun görünür bölge ve dikkat çekici parlaklık özellikleri; ayrıca 2,5 eV'lik doğrudan bant aralığına ve 1,98 eV'lik dolaylı bant aralığına sahiptir [13]. CdO yalnızca benzersiz optik elektriksel özelliklere sahip olmakla kalmaz, aynı zamanda boyalar, pigmentler ve bir dizi diğer çevresel kirleticiler gibi organik bileşiklerin ışıkla bozunması için kullanılabilen bir dizi seçici katalitik özelliğe de sahiptir [10,14-16].

MgO ve CdO nanoparçacıklarının çökeltme, yanma, karbotermik indirgeme, ultrasonikleştirme, lazer buharlaştırma, mikrodalga destekli yeşil sentez, kimyasal gaz fazı biriktirme, biyolojik sentez ve sol-jel yöntemi gibi çeşitli sentez yolları mevcuttur. Çalışmada kullanılan Sol-jel sentezleme yöntemi, basitliği, maliyet etkinliği ve oldukça saf nihai ürün üretme kabiliyeti nedeniyle, ilginç manyetik ve optik özelliklere sahip nanopartikül tozların sentezlenmesinde en umut verici yaklaşımlardan biridir [17-22]. Ayrıca, yalnızca nispeten düşük bir sıcaklık gerektirir ve metal oksitlerin mükemmel bileşim kontrolüne izin verir [23,24]. Sol-jel işleminde kullanılan ham maddeler, kontrollü morfoloji ve boyuta sahip MgO ve CdO nanoparçacıklarının sentezi için kolaylıkla temin edilebilir [25].

Bu çalışmada MgO, CdO ve Mg-CdO nanoparçacıkları sol-jel üretim yöntemi ile sentezlenmeleri gerçekleştirildi. Çalışmada sentezlenen nanoparçacıkların yarı iletken malzeme olarak uygulamalarda kullanılabilmesi düşünülerek sentezlenmeleri yapıldı. Sentezlenen nanoparçacıkların yapısal ve morfolojik karakterizasyonu XRD, FT-IR, FE-SEM, EDX analizleriyle incelendi. Nanoparçacıkların yapısal ve morfolojik özellikleri detaylı bir şekilde analiz edildi.

2. Materyal ve Metot

2.1 MgO nanoparçacıklarının sentezlenmesi

Çalışmada kullanılan MgO nanoparçacıklarının Sol-jel sentezleme yöntemi ile üretimine bir beherde 50 ml metanol içerisine 0.1 M magnezyum asetat tetrahidrat $Mg(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ eklenerek başlandı ve karışım çözünene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Diğer bir beherde 50 ml metanole 0.5 M sodyum hidroksit (NaOH) eklenerek çözeltinin pH dengesi sağlanarak çözünene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Bu iki çözelti bir beherde birleştirildi ve elde edilen çözeltiye amonyak solüsyonu, karıştırılan çözeltinin içerisine damla damla ilave edildi ve pH 10'a ayarlandı. Çözelti 80 °C sıcaklıkta 4 saat süreyle manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Karıştırılma sonrasında çözelti oda sıcaklığına gelinceye kadar beklenildi. Daha sonra süzgeç kâğıdıyla çökmesi gerçekleşen nanoparçacıklar süzüldü ve alkole ile yıkama işlemi gerçekleştirildi. Alkol ile yıkama işleminden sonra saf su ile birkaç defa durulama işlemi yapıldı. Nanoparçacıklar 80 °C'de 4 saat etüvde kurutuldu. Kurutulan

parçacıklar havan ile dövüldü ve sonrasında 400 °C’de 1 saat süreyle fırında tavlandı. Böylelikle 1.Numune olan Saf MgO nanoparçacıkları elde edildi. Nanoparçacıkların sentezlenmesinde literatür çalışmalarından yararlanıldı [42,43].

2.2 CdO nanoparçacıklarının sentezlenmesi

Çalışmada kullanılan 2.numune olan CdO nanoparçacıklarının Sol-jel sentezleme yöntemi ile üretimine bir beherde 50 ml metanol içerisine 0.1 M kadmiyum asetat dihidrat ($C_4H_6CdO_4 \cdot 2H_2O$) eklenerek başlandı ve karışım çözünene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Diğer bir beherde 50 ml metanole 0.5 M sodyum hidroksit NaOH eklenerek çözeltinin pH dengesi sağlanarak çözünene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Bu iki çözelti bir beherde birleştirildi ve elde edilen çözeltiye amonyak solüsyonu, karıştırılan çözeltinin içerisine damla damla ilave edildi ve pH 10'a ayarlandı. Çözelti 80 °C sıcaklıkta 4 saat süreyle manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Karıştırılma sonrasında çözelti oda sıcaklığına gelinceye kadar beklenildi. Daha sonra süzgeç kâğıdıyla çökmesi gerçekleşen nanoparçacıklar süzüldü ve alkolle ile yıkama işlemi gerçekleştirildi. Alkol ile yıkama işleminden sonra saf su ile birkaç defa durulama işlemi yapıldı. Nanoparçacıklar 80 °C’de 4 saat etüvde kurutuldu. Kurutulan parçacıklar havan ile dövüldü ve sonrasında 400 °C’de 1 saat süreyle fırında tavlandı. Böylelikle 2.Numune olan saf CdO nanoparçacıkları elde edildi. Nanoparçacıkların sentezlenmesinde literatür çalışmalarından yararlanıldı [42,43].

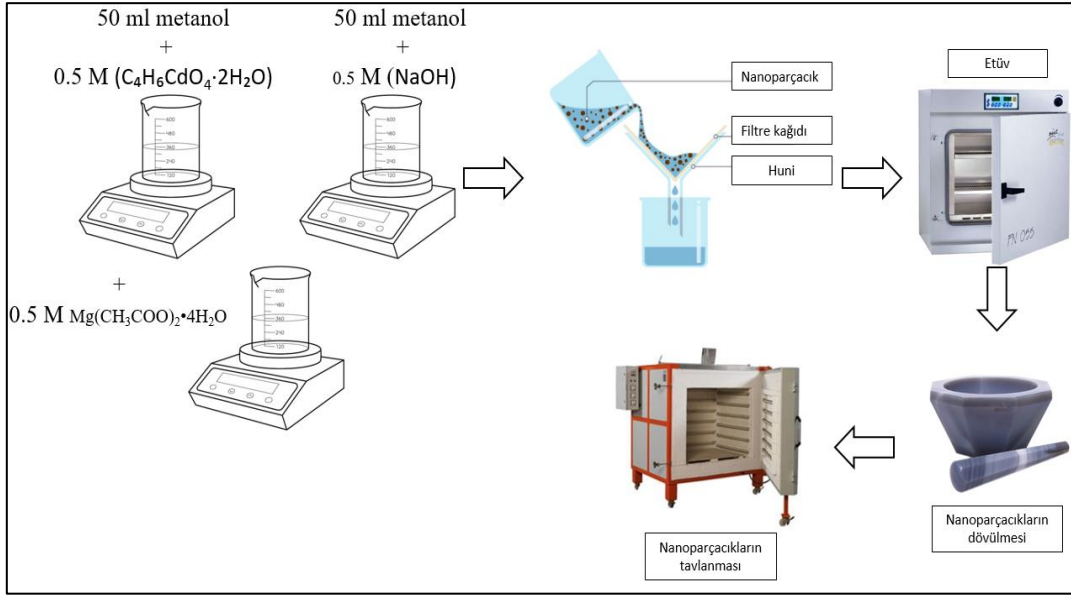
2.3 MgO-CdO nanoparçacıklarının sentezlenmesi

Çalışmada kullanılan son numune olan MgO-CdO nanoparçacıklarının Sol-jel sentezleme yöntemi ile üretimine bir beherde 50 ml metanol içerisine 0.5 M kadmiyum asetat dihidrat ($C_4H_6CdO_4 \cdot 2H_2O$) eklenerek başlandı ve karışım çözünene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Diğer bir beherde 50 ml metanole 0.5 M sodyum hidroksit NaOH eklenerek çözeltinin pH dengesi sağlanarak çözünene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Üçüncü bir beherde ise 50 ml metanol içerisinde 0.5 M magnezyum asetat tetrahidrat $Mg(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ eklendi ve çözünene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Bu üç çözelti bir beherde birleştirildi ve elde edilen çözelti 80 °C sıcaklıkta 4 saat süreyle manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Karıştırılma sonrasında çözelti oda sıcaklığına gelinceye kadar beklenildi. Daha sonra süzgeç kâğıdıyla çökmesi gerçekleşen nanoparçacıklar süzüldü ve alkolle ile yıkama işlemi gerçekleştirildi. Alkol ile yıkama işleminden sonra saf su ile birkaç defa durulama işlemi yapıldı. Nanoparçacıklar 80 °C’de 4 saat etüvde kurutuldu. Kurutulan parçacıklar havan ile dövüldü ve sonrasında 400 °C’de 1 saat süreyle fırında tavlandı.

Böylelikle 3.Numune olan MgO-CdO numunesi elde edildi. Nanoparçacıkların sentezlenmesinde literatür çalışmalarından yararlanıldı [42,43]. Sentezlenmeleri tamamlanan numunelerin isimlendirilmesi Tablo 1’de gösterildi. MgO-CdO nanoparçacıklarının üretim şeması Şekil 1’de gösterildi.

Tablo 1. Sentezlenen nanoparçacıkların isimlendirilmesi

Numune	İçeriği
1	MgO
2	CdO
3	MgO-CdO



Şekil 1. Nanoparçacık üretim şeması

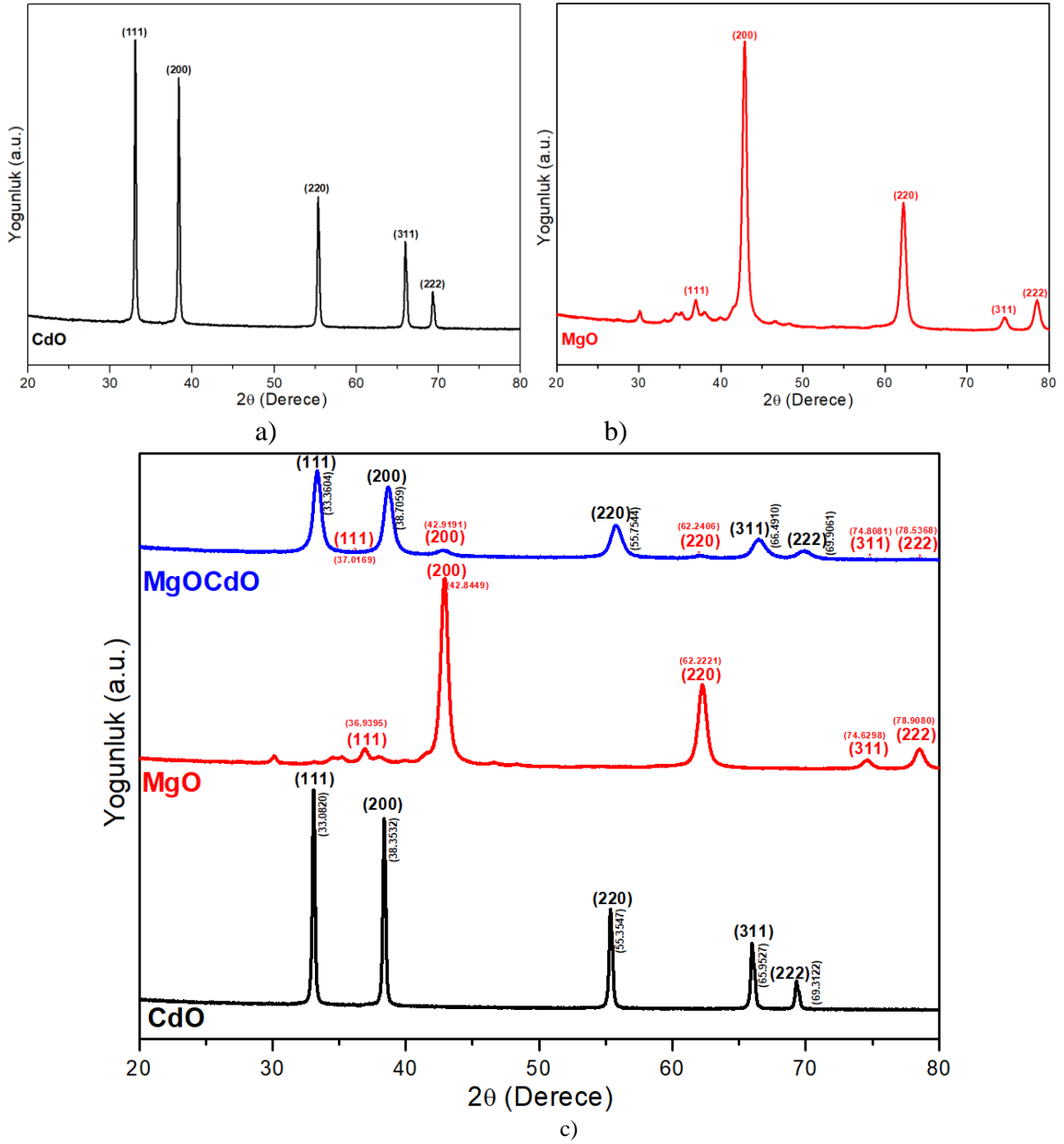
2.4 Nanoparçacıkların karakterizasyonu

Sol-Jel yöntemi ile sentezlenmiş nanoparçacıkların XRD kırınım desenleri $Cu\alpha$ ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) radyasyonunda $2\theta = 20$ ile 80° tarama aralığı ve $40 \text{ kV}/40 \text{ mA}$ da gerçekleştirildi. Nanoparçacıkların morfolojileri ve kimyasal bileşimleri sırasıyla Zeiss Sigma 300 marka emisyon FE-SEM ve EDX analizi ile incelemeleri yapılarak tanecik boyutları ve oluşan katkı oranları incelendi. FT-IR analizi, Thermo Scientific Nicolet IS5 FT-IR spektrometre cihazında $4000\text{-}500 \text{ cm}^{-1}$ tarama aralığında yapıldı.

3. Sonuçlar ve Tartışma

3.1 Nanoparçacıkların karakterizasyonu

MgO, CdO ve MgO-CdO nanoparçacıklarının XRD kırınım sonuçları Şekil 2'de gösterildi. MgO nanoparçacıklarının XRD modelini göstermektedir. XRD modeli, standart JCPDS78-0430 numaralı kart ve literatür çalışmaları ile iyi bir uyum içinde olan yüz merkezli kübik yapıya sahiptir. MgO 'nun sırasıyla (111), (200), (220), (311) ve (222) düzlemlerine karşılık gelen 2θ derece $36.9395^\circ, 42.8449^\circ, 62.2221^\circ, 74.6298^\circ$ ve 78.5368° 'de ana yansımaları görülmüştür. XRD modelinde $Mg(OH)_2$, Mg veya diğer safsızlıkların karakteristik pikleri kırınım tepe noktalarının geniş doğası, kristalitlerin nanometre rejiminde olduğu açıkça görülmektedir [26-31]. MgO nanoparçacıklarının 2θ dereceleri Tablo 2'de gösterildi. CdO nanoparçacıklarında $33.0820^\circ, 38.7059^\circ, 55.7444^\circ, 66.4910^\circ$ ve 69.9061° 'lik 2θ dereceye karşılık gelen yoğun pikler JCPDS78-0653 numaralı kart ile ve literatür çalışmalarıyla uyumludur [26-31]. Bu zirveler, CdO 'nun kübik fazına karşılık gelir ve sırasıyla (111), (200), (220), (311) ve (222) düzlemlerine atfedilir [32-35]. CdO nanoparçacıklarının 2θ dereceleri Tablo 3'te gösterildi. MgO-CdO nanoparçacıklarında ise hem MgO 'nun hem de CdO 'nun karakteristik piklerine rastlandı. Aynı zamanda MgO 'nun ve CdO 'nun bir arada katkılanmasıyla karakteristik piklerinde daha büyük derecelere yönlü kaymaların meydana geldiği görülmüştür (Tablo2, Tablo3). MgO-CdO numunesinde MgO 'ya ait olan karakteristik piklerin şiddetlerinin düştüğü gözlemlendi. Bu duruma MgO 'nun oksitlendiğinden ve CdO katkısının MgO 'nun kristalleşmesini, tane büyüme derecesini etkileyebileceğini ve NaOH ile titrasyon sırasında $pH = 10$ 'da magnezyum asetat tetrahidrat 'ta eksik bir azalma olduğu düşünülmektedir [44]. Diğer bir durum olarak nanoparçacıklardaki MgO fazının pik yoğunluğu, diğer metal içeriğinin neden olduğu etki nedeniyle azalır ve daha yüksek teta açısını daha düşük bir değere kaydırır, böylece kafeste verilen deformasyonlardan dolayı kristal yapının yokluğunu, kaybını ve şiddetindeki azalmaları doğrulamaktadır [59,60]. Sonuçlar MgO, CdO ve MgO-CdO nanoparçacıklarının başarılı bir şekilde sentezlendiği ve nanoparçacıkların kendi karakteristik piklerini korudukları gözlemlendi.



Şekil 2. a-) MgO, b-) CdO, c-) MgO-CdO nanoparçacıklarının XRD analiz sonuçları

Tablo 2. Sentezlenen MgO nanoparçacıklarının 2θ değerleri

Numune/ Kırınım Düzlemi	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)
MgO	36.9395	42.8449	62.2221	74.6298	78.5368
MgO-CdO	37.0169	42.9191	62.2406	74.8061	78.9080

Tablo 3. Sentezlenen CdO nanoparçacıklarının 2θ değerleri

Numune/ Düzlemi	Kırınım	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)
CdO		33.0820	38.3532	55.3547	65.9527	69.3122
MgO-CdO		33.3604	38.7059	55.7444	66.4910	69.9061

MgO, CdO ve Mg-CdO numunelerinin kristal boyutlarını belirlemek için yüksek yoğunluklu pikler MgO için (200) ve (220) CdO için ise (111) ve (200) pik değerleri kullanıldı ve numunelerin yapısal parametreleri aşağıdaki formüller kullanılarak hesaplandı [36-40]. İki bitişik düzlem arasındaki mesafeyi (d) bulmak için aşağıdaki denklem kullanıldı [15].

$$d = \frac{a}{\sqrt{(h+k+l)}} \quad (1)$$

d, iki bitişik düzlem arasındaki mesafe ve h, k ve l, Miller indisleridir. Sentezlenen nanoparçacıklar güçlü kırınım zirvelerinin gösterdiği gibi, güçlü bir kristallığe sahiptir. Kristalit boyutunun hesaplanması için, Origin yazılımı kullanılarak yarı maksimumda tam genişlik (FWHM) belirlenir. Kırınım tepelerini örten en güçlü yoğun tepe noktası için nanoparçacıkların kristal boyutu Debye-Scherrer Denklemi kullanılarak hesaplandı.

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2)$$

Burada λ , X-ışınının nm cinsinden dalga boyu, β radyan cinsinden yarı maksimumdaki tam genişlik ve θ derece cinsinden kırınım açısıdır. Birim hücrelerin hacimleri (V) aşağıdaki eşitlikten hesaplandı [19,26].

$$V = a^3 \quad (3)$$

Nanoparçacıkların kırınım düzlemleri, kafes parametreleri, birim hücre hacimleri, kristal boyutları ve ortalama kristal boyutları için hesaplanan değerler Tablo 4 ve Tablo 5'te verildi. Sentezlenen nanoparçacıkların kafes parametrelerinde CdO takviyesiyle MgO'nun kafes parametresinde, birim hücre hacminde ve ortalama kristal boyutlarında azalmalar meydana geldiği görüldü.

Tablo 4. MgO nanoparçacıklarının kırınım düzlemlerinin, kafes boyutlarının, birim hücre hacimlerinin, kristal boyutlarının ve ortalama kristal boyutlarının hesaplanan değerleri

Numune	MgO	MgO-CdO
Kırınım Düzlemleri	200	200
	220	220
2θ Kırınım Açıları (derece)	42.8449	42.9191
	62.2221	62.2406
a=b=c (Å)	3.6529	3.6469
V (Å ³) Kristal Boyutu (nm)	48.7439	48.5034
Ortalama Kristal Boyutu (nm)	12.3289	11.5752

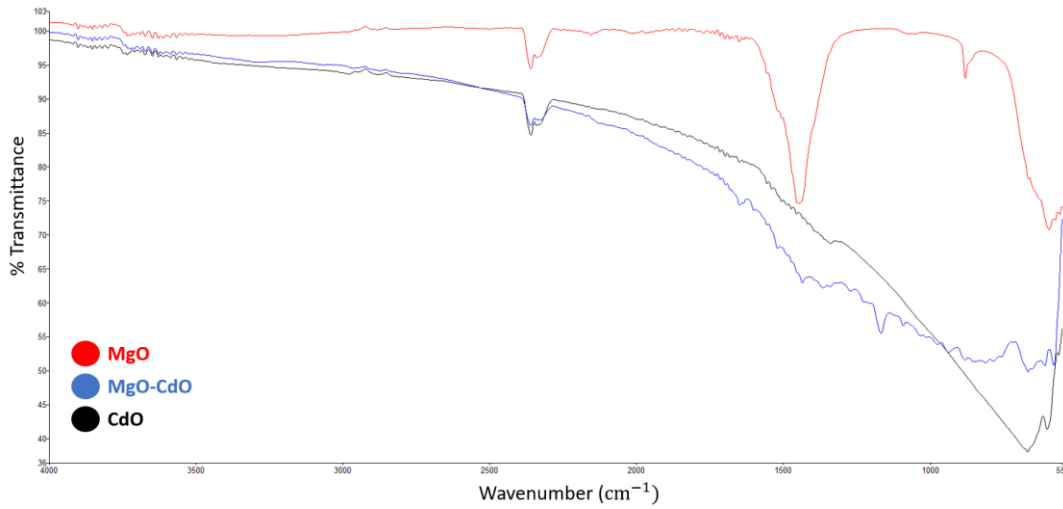
CdO nanoparçacıklarına ait olan kafes parametrelerinde ve birim hücre hacminde azalma görülmüşken, ortalama kristal boyutlarında artışlar meydana geldi [42]. Hesaplanan yapısal parametrelerdeki azalma MgO'nun biriktirilmesinden sonra kristalit boyutlarında artış olduğunu gösterir [42, 59, 60]. CdO ve Cd iyonlarında Mg

katkılı periyodik kristal kafesi artırması nedeniyle MgO içinde çok az miktarda gerinim oluşur. Bu nedenle, kafesin yer değiştirmesi, kristalin düzenliliğinde değişikliğe yol açtığı da düşünülmektedir [60].

Tablo 5. CdO nanoparçacıklarının kırınım düzlemlerinin, kafes boyutlarının, birim hücre hacimlerinin, kristal boyutlarının ve ortalama kristal boyutlarının hesaplanan değerleri

Numune	CdO	Mg-CdO
Kırınım Düzlemleri	111	111
	200	200
2θ Kırınım Açılı (derece)	33.0820	33.3604
	38.3532	38.7059
a=b=c (Å)	4.6863	4.6483
V (Å ³) Kristal Boyutu (nm)	102.9183	100.4342
Ortalama Kristal Boyutu (nm)	32.2784	33.7447

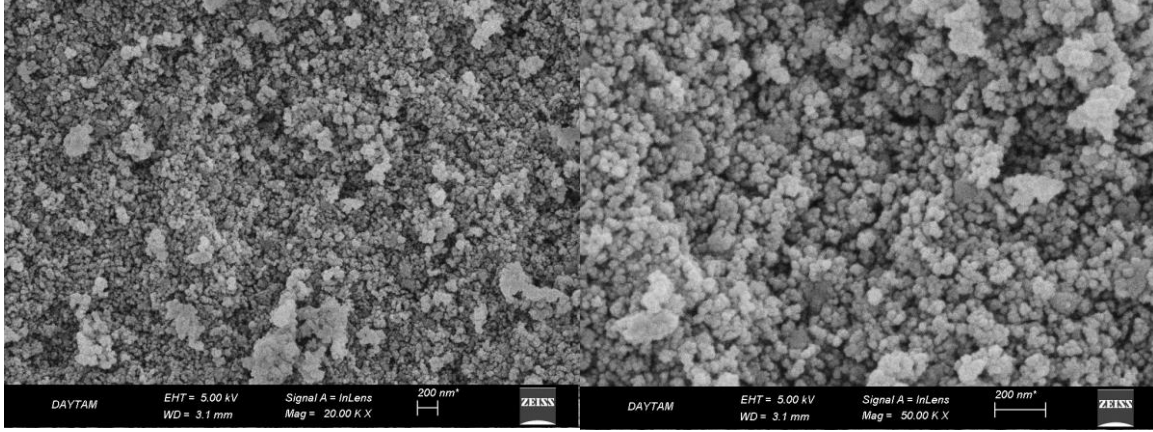
Sentezlenmeleri tamamlanan nanoparçacıkların FT-IR analiz sonuçları Şekil 3'te gösterildi. FT-IR analizlerinde 3434 cm⁻¹, 3414 cm⁻¹ ve 3424 cm⁻¹'deki tepe noktaları hidroksil gruplarının O-H gerilme moduna karşılık gelmektedir [50-53]. 863 cm⁻¹'deki görülen keskin zirve, CdO titreşiminin karakteristik bir metalik bağıdır [54]. 697 cm⁻¹'de gözlemlenen güçlü tepe noktaları, sırasıyla iyi tanımlanmış MgO kristalitinin özelliği olan Mg-O gerilme titreşimine ve uzunlamasına optik fonon modlarına atanır [55]. 1435 cm⁻¹'deki bant, numune yüzeyindeki karbonat iyonlarının (CO₃²⁻) absorpsiyon karakteristiklerine karşılık gelirken, 2365 cm⁻¹'deki zayıf absorpsiyon bandı, atmosferik karbon dioksit adsorpsiyonu nedeniyle CO₂'nin gerilme titreşimlerine atfedilir [56-58].



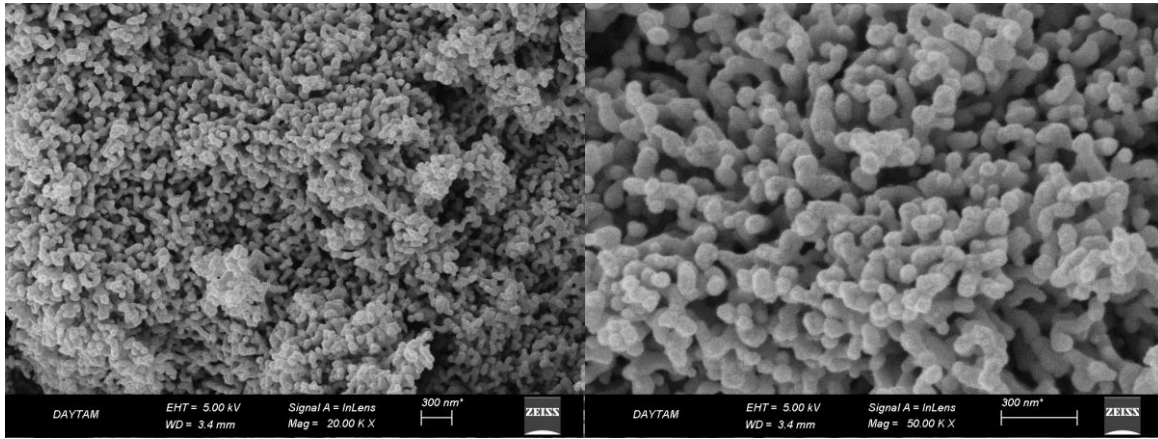
Şekil 3. FT-IR analiz sonuçları

Sentezlenen MgO, CdO ve Mg-CdO nanoparçacıklarının FE-SEM ve EDX analizi ile incelemeleri yapılarak tanecik boyutları ve oluşan atomik katkı oranları incelendi. Alınan FE-SEM görüntüleri ve EDX analiz sonuçları Şekil 4-7'de gösterildi. FE-SEM görüntülerinde MgO, CdO ve Mg-CdO nanoparçacıklarının nano boyutlarda üretildikleri görüldü. FE-SEM görüntülerinde nanoparçacıkların küre şeklinde oluştuğu görülmüştür. FE-SEM görüntülerinden, nanoparçacıkların nano ölçekli rejimde oluştuğu görülmektedir ve nanoparçacıkların yüzeylerinde biriktiği de gözlemlendi. Parçacığın yüzeyde toplanması, sentezlenen nanopartiküllerin yüksek yüzey enerjisinden kaynaklanmış olabilir [48]. EDX analiz sonuçlarında sentezlenen nanoparçacıkların kimyasal

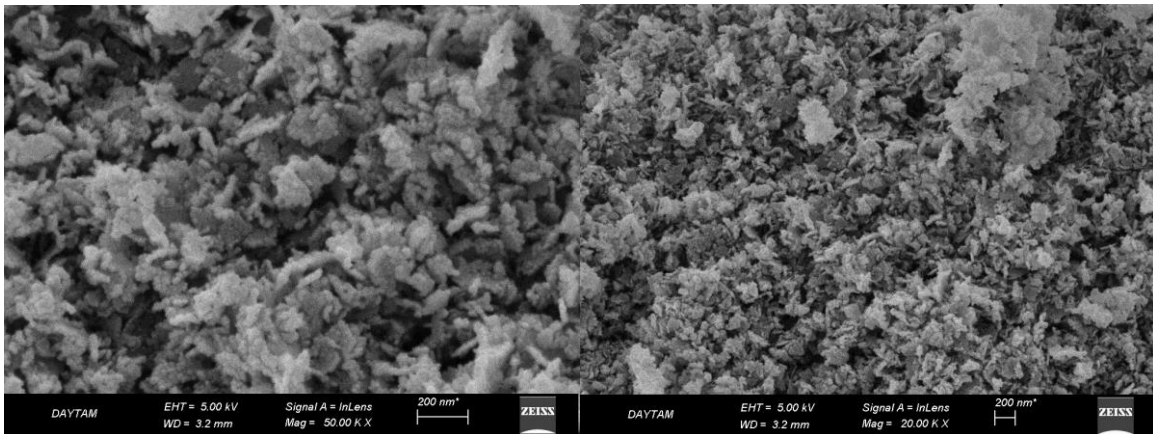
bileşimleri Tablo 6'da gösterildi. MgO, CdO ve Mg-CdO numunelerinde kullanılan bütün katkıların oluştuğu ve oluşan katkıların molar dağılımlarına göre orantılı oldukları görüldü. EDX analiz sonuçlarında numunelerde Mg, Cd ve O katkılarının oluştuğu görüldü.



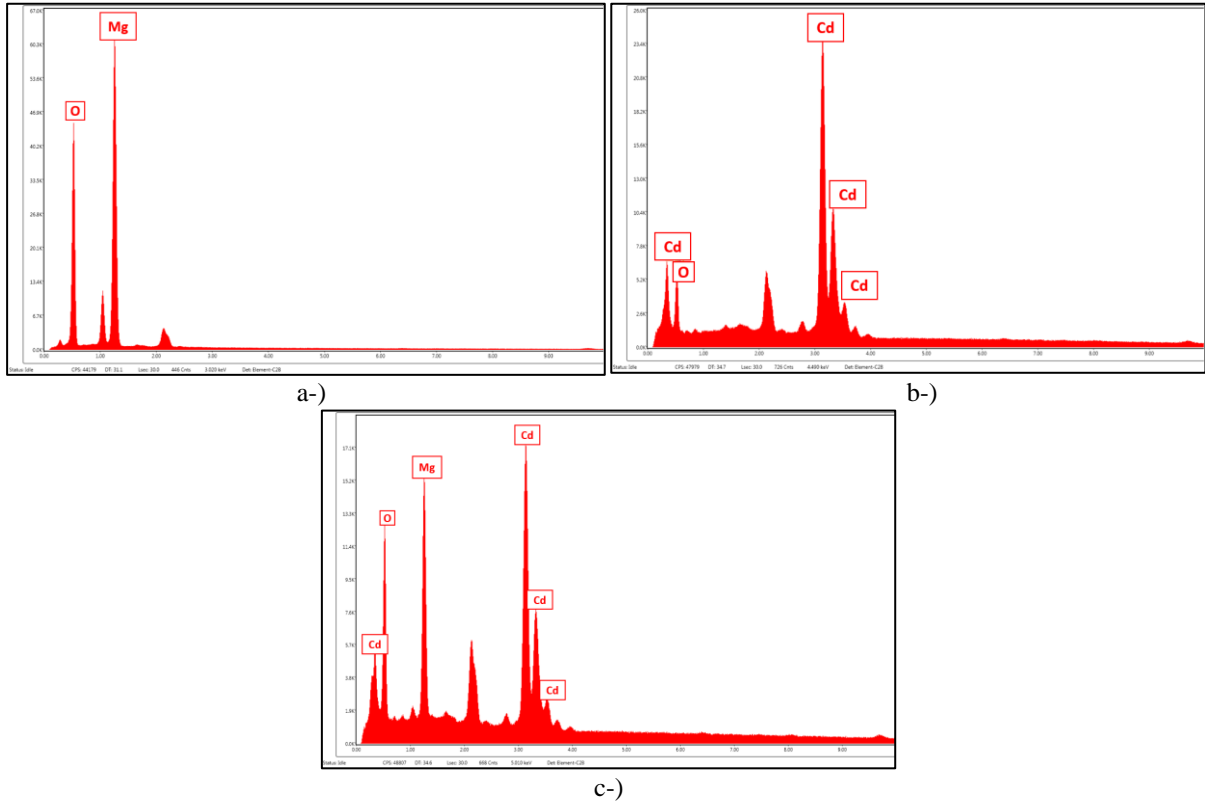
Şekil 4. MgO nanoparçacıklarının FE-SEM görüntüleri



Şekil 5. CdO nanoparçacıklarının FE-SEM görüntüleri



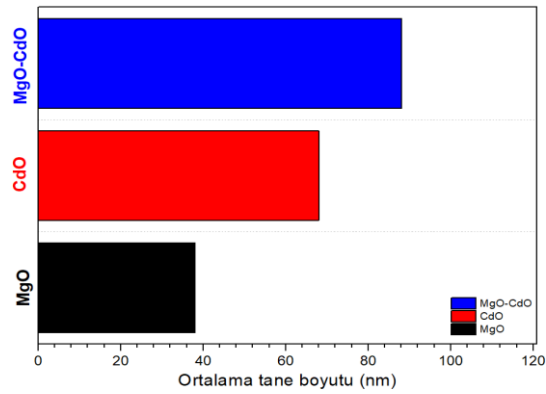
Şekil 6. Mg-CdO nanoparçacıklarının FE-SEM görüntüleri



Şekil 7. a-) MgO, b-) CdO ve c-) MgO-CdO nanoparçacıklarının EDX analiz sonuçları

Tablo 6. Sentezlenen numunelerin EDX analiz sonuçları

Numune	İçerik (at.%)		
	Mg	Cd	O
MgO	% 48.03	-	%51.97
CdO	-	% 41.25	% 58.75
Mg-CdO	% 28.12	% 23.43	% 48.45



Şekil 8. Nanoparçacıkların ortalama tane boyutları

FE-SEM analizleri sonucunda sentezlenen nanoparçacıkların tane boyutlarının ortalama değerleri Şekil 8’de gösterildi. Sentezlenme sonucunda nanoparçacıkların tane boyutlarının büyüdüğü gözlemlendi. FE-SEM görüntülerinde MgO-CdO nanoparçacıklarının bir arada sentezlenmesiyle ortalama tane boyutlarında büyümeler meydana geldi. Şekil 4’teki FE-SEM görüntülerinde de görüldüğü gibi MgO-CdO nanoparçacıklarının sentezlenmesiyle ortalama tane boyutlarının büyüdüğü ve MgO, CdO nanoparçacıklarına farklı katkı maddelerinin eklenmesiyle de tane boyutlarının büyüdüğü literatür çalışmalarıyla desteklenmektedir [45-47,49].

4. Sonuçlar

Bu çalışmada, MgO, CdO ve Mg-CdO nanoparçacıkları sol-jel sentezleme yöntemiyle nano ölçekte başarı ile sentezlenmesi gerçekleştirildi. Çalışmada, MgO ve CdO nanoparçacıkları başarılı bir şekilde katkılandı ve yüksek saflıkta nanoparçacıklar sentezlendi. XRD tepe yoğunlukları ve konumlarında, MgO ve CdO ’ya ait olan karakteristik piklerin korunduğu görüldü. MgO-CdO numunesinde kırınım düzlemlerinde kaymalar meydana geldi. FT-IR analizlerinde de benzer şekilde MgO ve CdO ’ya ait olan karakteristik piklerin gözlemlendiği görüldü. FE-SEM görüntülerinde ise MgO nanoparçacıkları ile CdO nanoparçacıklarının homojen bir şekilde birleştikleri ve tane boyutlarının büyüdüğü görülmüştür. EDX analiz sonuçlarında Mg, Cd ve O ’nun oluştuğu ve oluşan katkıların katkı oranları benzer oranlarda olduğu görüldü. MgO-CdO nanoparçacıklarının yarı iletken metal oksit içeren elektronik cihazlarda kullanılabileceğini ve yapılan çalışmaların geliştirilebileceğini göstermektedir.

Kaynaklar

- [1] Wani AH, Shah MA, A unique and profound effect of MgO and ZnO nanoparticles on some plant pathogenic fungi. *J Appl Pharm Sci* 2012; 2: 40-44.
- [2] Sundrarajan M, Suresh J, Gandhi RR. A comparative study on antibacterial properties of MgO nanoparticles prepared under different calcination temperature. *Dig J Nanomater Biostructures* 2012; 7: 983-989.
- [3] Wu MC, Corneille JS, Estrada CA, He JW, Goodman D. W. Synthesis and characterization of ultra-thin MgO films on Mo (100). *Chem Phys Lett* 1991; 182(5): 472-478.
- [4] Mageshwari K, Mali S. S, Sathyamoorthy R, Patil P. S. Template-free synthesis of MgO nanoparticles for effective photocatalytic applications. *Powder Technol* 2013; 249: 456-462.
- [5] Shah M A, Qurashi A. Novel surfactant-free synthesis of MgO nanoflakes *J Alloys Compd* 2009; 482:548-551
- [6] Niu H, Yang Q, Tang K, Xie Y. Self-assembly of porous MgO nanoparticles into coral-like microcrystals *Scr. Mater* 2006; 54: 1791-1796.
- [7] Duan G, Yang X, Chen J, Huang G, Lu L, Wang X. Wang The catalytic effect of nanosized MgO on the decomposition of ammonium perchlorate *Powder Technol* 2007;172: 27-29
- [8] Khan MI, Akhtar MN, Ashraf N, Najeeb J, Munir H, Awan TI, Kabli MR. Green synthesis of magnesium oxide nanoparticles using *Dalbergia sissoo* extract for photocatalytic activity and antibacterial efficacy. *Appl Nanosci* 2020;10: 2351-2364.
- [9] Duong THY, Nguyen TN, Oanh HT, Dang Thi TA, Giang LNT, Phuong HT, Nguyen TV. Synthesis of magnesium oxide nanoplates and their application in nitrogen dioxide and sulfur dioxide adsorption. *J Chem* 2019.
- [10] Karunakaran C, Dhanalakshmi R. Selectivity in photocatalysis by particulate semiconductors. *Cent Eur J Chem* 2009; 7(1): 134.
- [11] Khan SA, Zahera M, Khan IA, Khan MS, Azam A, Arshad M, Elgorban AM. Photocatalytic degradation of methyl orange by cadmium oxide nanoparticles synthesized by the sol-gel method. *Optik* 2022; 251: 168401.
- [12] Hampel Clifford A, Gessner GH. The encyclopedia of chemistry. The encyclopedia of chemistry 1973. xvii-1197.
- [13] Tadjarodi A, Imani M. Synthesis and characterization of CdO nanocrystalline structure by mechanochemical method. *Mater Lett* 2011; 65.6: 1025-1027.
- [14] Karunakaran C, Dhanalakshmi R, Gomathisankar P, Manikandan G. Enhanced phenol-photodegradation by particulate semiconductor mixtures: interparticle electron-jump. *J Hazard Mater* 2010; 176.1-3: 799-806.
- [15] Nezamzadeh-Ejehieh A, Zohreh B. A comparison between the efficiency of CdS nanoparticles/zeolite A and CdO/zeolite A as catalysts in photodecolorization of crystal violet. *Desalination* 2011; 279.1-3: 146-151.
- [16] Rane YN, Shende DA, Raghuvanshi MG, Koli RR, Gosavi SR, Deshpande NG. Visible-light assisted CdO nanowires photocatalyst for toxic dye degradation studies. *Optik* 2019; 179: 535-544.
- [17] Ashour AH, El-Batal AI, Maksoud MA, El-Sayyad GS, Labib S, Abdeltwab E, El-Okr MM. Antimicrobial activity of metal-substituted cobalt ferrite nanoparticles synthesized by sol-gel technique. *Particuology* 2018; 40: 141-151.
- [18] Abdel Maksoud MIA, El-ghandour A, El-Sayyad GS, Awed AS, Ashour AH, El-Batal AI, El-Okr MM. Incorporation of Mn 2+ into cobalt ferrite via sol-gel method: insights on induced changes in the structural, thermal, dielectric, and magnetic properties. *J Sol gel Sci Technol* 2019; 90: 631-642.
- [19] Karthik K, Shashank M, Revathi V, Tatarchuk T. Facile microwave-assisted green synthesis of NiO nanoparticles from *Andrographis paniculata* leaf extract and evaluation of their photocatalytic and anticancer activities. *Mol Cryst Liq* 2019.

- [20] Suresh S. Investigations on synthesis, structural and electrical properties of MgO nanoparticles by sol–gel method. *Ovonic Res* 2014; 10(6): 205-210.
- [21] Karthik K, Dhanuskodi S, Gobinath C, Prabukumar S, Sivaramakrishnan S. Ultrasonic-assisted CdO–MgO nanocomposite for multifunctional applications. *Mater Technol* 2019; 34(7): 403-414.
- [22] Yoshimura M, Sōmiya S. Hydrothermal synthesis of crystallized nano-particles of rare earth-doped zirconia and hafnia. *Mater Chem Phys* 1999; 61(1): 1–8.
- [23] Maksoud MA, El-Sayyad GS, Ashour AH, El-Batal AI, Abd-Elmonem MS, Hendawy HA, El-Okr MM. Synthesis and characterization of metals-substituted cobalt ferrite [M_x Co (1-x) Fe₂O₄; (M= Zn, Cu and Mn; x= 0 and 0.5)] nanoparticles as antimicrobial agents and sensors for Anagrelide determination in biological samples. *Mater Sci Eng* 2018; C 92: 644-656.
- [24] Athar T, Hakeem A, Ahmed W. Synthesis of MgO nanopowder via non aqueous sol–gel method. *Adv. Sci. Lett.* 2012; 7: 27–29.
- [25] Maksoud MA, El-ghandour A, El-Sayyad GS, Awed AS, Fahim RA, Atta MM, El-Okr MM. Tunable structures of copper substituted cobalt nanoferrites with prospective electrical and magnetic applications. *J. Mater Sci Mater Electron* 2019; 30: 4908-4919.
- [26] Suresh J, Yuvakkumar R, Sundrarajan M, Hong SI. Green synthesis of magnesium oxide nanoparticles. *Adv Mater Res* 2014; 952: 141-144.
- [27] Mageshwari K, Mali SS, Sathyamoorthy R, Patil PS. Template-free synthesis of MgO nanoparticles for effective photocatalytic applications. *Powder Technol* 2013; 249: 456-462.
- [28] Dabhane H, Ghotekar S, Tambade P, Pansambal S, Oza R, Medhane V. MgO nanoparticles: Synthesis, characterization, and applications as a catalyst for organic transformations. *Eur J Chem* 2021; 12(1): 86-108.
- [29] Tang ZX, Lv BF. MgO nanoparticles as antibacterial agent: preparation and activity. *Braz J Chem Eng* 2014; 31: 591-601.
- [30] Sutapa IW, Wahab AW, Taba P, La NN. Synthesis and structural profile analysis of the MgO nanoparticles produced through the sol-gel method followed by annealing process. *Orient J Chem* 2018; 34(2): 1016.
- [31] Wong CW, Chan YS, Jeevanandam J, Pal K, Bechelany M, Abd EM, El-Sayyad GS. Response surface methodology optimization of mono-dispersed MgO nanoparticles fabricated by ultrasonic-assisted sol–gel method for outstanding antimicrobial and antibiofilm activities. *J Clust Sci* 2020; 31: 367-389.
- [32] Hanifah MFR, Jaafar J, Aziz M, Ismail AF, Rahman MA, Othman MHD. Synthesis of graphene oxide nanosheets via modified hummers' method and its physicochemical properties. *J Teknol* 2015; 74(1): 189-192.
- [33] Macit CK, Gürğenc T, Özel C. Synthesis of Se doped CdO nanoparticles by sol-gel method, determination of structural and morphological properties. *JMED*, 2022; 2(1): 26-33.
- [34] Gürğenc E, Dikici A, Biryant F, Aslan F, Koran K. Sol-Jel Yöntemi ile Sentezlenen La katkılı CdO Nanoparçacıkların, Yapısal Karakterizasyonu ve Dielektriksel Özelliklerinin Belirlenmesi. *FÜMBD* 2022; 34(1): 229-237.
- [35] Mohanraj K, Balasubramanian D, Chandrasekaran J, Bose AC. Synthesis and characterizations of Ag-doped CdO nanoparticles for PN junction diode application. *Mater Sci Semicond* 2018; 79: 74-91.
- [36] Bhoi H, Joshi P, Punia K, Lal G, Kumar S. Synthesis and rietveld refinement of MgO nanoparticles. In *AIP Conference Proceedings* (Vol. 2220, No. 1). AIP Publishing.
- [37] Yousefi S, Ghasemi B, Nikolova MP. Morpho/Opto-structural characterizations and XRD-assisted estimation of crystallite size and strain in MgO nanoparticles by applying Williamson–Hall and size–strain techniques. *J Clust Sci* 2022; 33(5): 2197-2207.
- [38] El-Sayyad GS, Mosallam FM, El-Batal AI. One-pot green synthesis of magnesium oxide nanoparticles using *Penicillium chrysogenum* melanin pigment and gamma rays with antimicrobial activity against multidrug-resistant microbes. *Adv Powder Technol* 2018; 29(11): 2616-2625.
- [39] Demirci S, Öztürk B, Yildirim S, Bakal F, Erol M, Sancakoğlu O., Batar T. Synthesis and comparison of the photocatalytic activities of flame spray pyrolysis and sol–gel derived magnesium oxide nano-scale particles. *Mater Sci Semicond* 2015; 34: 154-161.
- [40] Bindhu MR, Umadevi M, Micheal MK, Arasu MV, Al-Dhabi NA. Structural, morphological and optical properties of MgO nanoparticles for antibacterial applications. *Mater Lett* 2016; 166: 19-22.
- [41] Moorthy SK, Ashok CH, Rao KV, Viswanathan C. Synthesis and characterization of MgO nanoparticles by Neem leaves through green method. *Mater Today Proc* 2015; 2(9): 4360-4368.
- [42] Karthik K, Dhanuskodi S, Gobinath C, Prabukumar S, Sivaramakrishnan S. Nanostructured CdO–NiO composite for multifunctional applications. *J Phys Chem* 2018; 112: 106-118.
- [43] Revathi V, Karthik K. Microwave assisted CdO–ZnO–MgO nanocomposite and its photocatalytic and antibacterial studies. *J Mater Sci Mater Electron* 2018; 29: 18519-18530.
- [44] Tian Q, Ye J, Yuan W, Zhang S, Shi L, Zhong J, Ning G. Highly effective antibacterial activity of lithium-doped magnesium oxide particles synthesized by the microwave-assisted hydrothermal route. *Powder Technol* 2020; 371: 130-141.
- [45] Rao Y, Wang W, Tan F, Cai Y, Lu J, Qiao X. Sol–gel preparation and antibacterial properties of Li-doped MgO nanoplates. *Ceram Int* 2014; 40(9): 14397-14403.
- [46] Ling Z, Zheng M, Du Q, Wang Y, Song J, Dai W, Cao J. Synthesis of mesoporous MgO nanoplate by an easy solvothermal–annealing method. *Solid State Sci* 2011; 13(12): 2073-2079.

- [47] Ravichandran AT, Robert XA, Pushpanathan K, Nagabhushana BM, Chandramohan R. Structural and optical properties of Zn doped CdO nanoparticles synthesized by chemical precipitation method. *J Mater Sci Mater Electron* 2016; 27: 2693-2700.
- [48] Fakhri A, Kahi DS. Synthesis and characterization of MnS₂/reduced graphene oxide nanohybrids for with photocatalytic and antibacterial activity. *J Photochem Photobiol B Biol* 2017; 166: 259-263.
- [49] Prakash T, Kumar ER, Gnanamoorthi K, Munshi AM, Almeahmadi SJ, Mersal GA, El Metwaly NM. Evaluation of phase, morphological, optical and electrical properties of microwave synthesized Sn doped CdO nanostructures. *Solid State Commun* 2021; 336: 114388.
- [50] Rajaboopathi S, Thambidurai S. Green synthesis of seaweed surfactant based CdO-ZnO nanoparticles for better thermal and photocatalytic activity. *Curr Appl Phys*. 2017; 17:1622–1638.
- [51] Karthik K, Dhanuskodi S, Gobinath C, Prabukumar S, Sivaramakrishnan S. Multifunctional properties of microwave assisted CdO–NiO–ZnO mixed metal oxide nanocomposite: enhanced photocatalytic and antibacterial activities. *J Mater Sci: Mater Electron*. 2018; 29:5459–5471.
- [52] Dhanuskodi S. Structural and optical properties of microwave assisted CdO–NiO nanocomposite. *Aip Conf Proc*. 2016; 1731:050021–050023.
- [53] Revathi V, Karthik K. Microwave assisted CdO–ZnO– MgO nanocomposite and its photocatalytic and antibacterial studies. *J Mater Sci: Mater Electron*. 2018; 29:18519–18530.
- [54] Karthik K, Dhanuskodi S, Gobinath C, Prabukumar S, Sivaramakrishnan S. Andrographis paniculata extract mediated green synthesis of CdO nanoparticles and its electrochemical and antibacterial studies. *J Mater Sci Mater Electron* 2017; 28: 7991-8001.
- [55] Wada S, Yano M, Suzuki T, Noma T. Crystal structure of barium titanate fine particles including Mg and analysis of their lattice vibration. *J Mater Sci* 2000; 35: 3889-3902.
- [56] Selvam NCS, Kumar RT, Kennedy LJ, Vijaya JJ. Comparative study of microwave and conventional methods for the preparation and optical properties of novel MgO-micro and nano-structures. *J Alloys Compd* 2011; 509(41): 9809-9815.
- [57] Zhou J, Yang S, Yu J. Facile fabrication of mesoporous MgO microspheres and their enhanced adsorption performance for phosphate from aqueous solutions *Colloids Surf A* 2011; 379: 102-108.
- [58] Niu H, Yang Q, Tang K, Xie Y. Large-scale synthesis of single-crystalline MgO with bone-like nanostructures *J. Nanopart Res* 2006; 8: 881-888.
- [59] Stella RJ, Rao GT, Manjari VP, Babu B, Krishna CR, Ravikumar RVSSN. Structural and optical properties of CdO/ZnS core/shell nanocomposites. *J Alloys Compd* 2015; 628: 39-45.
- [60] Panchal P, Paul DR, Sharma A, Hooda D, Yadav R, Meena P, Nehra SP. Phytoextract mediated ZnO/MgO nanocomposites for photocatalytic and antibacterial activities. *J Photochem Photobiol A* 2019; 385: 112049.