

Research Paper

Effect of Calcination Temperature and Reaction Time on the Properties of CdS Nanoparticles Prepared by Sol-Gel Method¹

Zohreh Arzi^{2*}, Alireza Razeghizadeh³, Morteza Zargar Shoushtari⁴

Received: 2019.03.16

Accepted: 2020.07.27

Abstract

In this research, cadmium sulphide (CdS) nanoparticles were prepared by sol-gel chemical method. After reaching the appropriate synthesis method, the reaction time of these nanoparticles were studied. Three samples were synthesized with different reaction times of 60, 100 and 140 minutes, and analyzed with X-ray diffraction (XRD). According to the results, the sample with the reaction time of 140 minutes was recognized as the best sample. These samples (with a reaction time of 140 min) are calcinated at temperatures 500, 600, 700 and 800°C and their properties are compared. Scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD) and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) were used for characterization of the samples. SEM and XRD were used to investigate the morphology and crystal structures. X-ray diffraction results showed that the purity of cadmium sulfide nanoparticles and their crystallinity and the size of crystallites were increased with increasing calcination temperature and stronger scattering pattern peaks, which was predictable. The structure of nanoparticles was also hexagonal. The SEM images depicted the spherical shape of nanoparticles. It also measured the average size of nanoparticles about 67nm, which was increased with increasing temperature. The EDS results also showed the atomic percentage and the weight percentage correctly.

Keywords: *Nanoparticles, CdS, Cadmium Sulphide, Sol-Gel, Calcination.*

¹ DOI: 10.22051/jap.2020.25260.1122

² M. Sc. Student of Physics, Department of Physics, Payame Noor University, P.O. Box 19395-3697, Tehran, Iran. (Corresponding Author).Email: zohreh_arzi@yahoo.com

³ Assistant Professor, Department of Physics, Payame Noor University, P.O. Box 19395-3697, Tehran, Iran. Email: alirezazarazeghizadeh@yahoo.com

⁴ Professor, Department of Physics, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran. Email: m_zargar@scu.ac.ir.

فصلنامه علمی فیزیک کاربردی ایران، دانشگاه الزهرا
سال نهم، پیاپی ۱۹، زمستان ۱۳۹۸

مقاله پژوهشی

بررسی تأثیر دمای کلسینه شدن و زمان واکنش در خواص نانوذرات سولفید کادمیوم تهیه شده به روش سل-ژل^۱

زهرا ارضی^{۲*}، علیرضا رازقی زاده^۲، مرتضی زرگر شوشتری^۴

تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۱۲/۲۵

تاریخ پذیرش: ۱۳۹۹/۰۴/۰۷

چکیده

در این پژوهش نانوذرات سولفید کادمیوم (CdS) به روش شیمیایی سل-ژل تهیه شده است. پس از دست‌یابی به روش سنتز مناسب و بهینه‌سازی آن، به منظور بررسی زمان واکنش بر خواص این نانوذرات، سه نمونه مجزا با سه زمان واکنش متفاوت ۶۰ و ۱۰۰ و ۱۴۰ دقیقه ساخته شد و تحت بررسی آزمون XRD قرار گرفت. با توجه به نتایج، نمونه دارای زمان واکنش ۱۴۰ دقیقه بهترین نمونه قلمداد شد. سپس نمونه‌هایی با زمان واکنش ۱۴۰ دقیقه با شرایط یکسان در دماهای کلسینه مختلف ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰ و ۸۰۰ درجه سلسیوس تهیه شد. پس از تهیه نمونه‌ها، اندازه ذرات و ریخت آن‌ها با یکدیگر مقایسه شد. پودرهای

^۱ DOI: 10.22051/jap.2020.25260.1122

^۲ دانشجوی کارشناسی ارشد فیزیک، گروه فیزیک، دانشگاه پیام نور، صندوق پستی ۳۶۹۷-۱۹۳۹۵، تهران، ایران.

(نویسنده مسئول). zohreh_arzi@yahoo.com

^۳ - استادیار، گروه فیزیک، دانشگاه پیام نور، صندوق پستی ۳۶۹۷-۱۹۳۹۵، تهران، ایران.

alirezazarazeghizadeh@yahoo.com

^۴ استاد، گروه فیزیک، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران. m_zargar@scu.ac.ir

۶ / بررسی تأثیر دمای کلسینه‌شدن و زمان واکنش در خواص نانوذرات سولفید کادمیوم تهیه‌شده به‌روش سل-ژل

حاصل به‌وسیله روش‌های XRD و SEM و EDS مشخصه‌یابی شدند. ریخت‌شناسی پودر و بررسی عنصری به‌وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی و ساختار بلوری به‌وسیله پراش اشعه ایکس بررسی شد. تحلیل پراش اشعه ایکس نشان داد که خلوص نانوذرات سولفید کادمیوم و بلورینگی آن و اندازه بلورک‌ها با افزایش دمای کلسینه‌شدن افزایش یافته و قله‌های الگوی پراش قوی‌تر شده است، که پیش‌بینی می‌شد. همچنین، ساختار نانوذرات، هگزاگونال تشخیص داده شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی شکل کروی نانوذرات را نشان داد و میانگین اندازه نانو ذرات با افزایش دما روند افزایشی داشت و در بیشترین حالت ۶۷ نانومتر بود. نتایج EDS نیز درصد اتمی و درصد وزنی صحیحی را نشان داد.

واژگان کلیدی: نانوذرات، CdS، سولفید کادمیوم، سل-ژل، دمای کلسینه.

۱. مقدمه

در این تحقیق ساخت نانوذرات سولفید کادمیوم انجام شده است. سولفید کادمیوم ماده‌ای معدنی با فرمول CdS و از نیم‌رساناهای گروه II-VI جدول تناوبی است. ساختار بلوری این ماده را می‌توان به چهار دسته تقسیم کرد. ساختار شش‌گوشی (ورتزایت)، مکعبی (بلند روی)، سنگ نمکی مکعبی، سنگ نمکی ناهمگون. عناصر این گروه خواص جالب توجهی دارند و ساخت نیم‌رساناهای این گروه آسان است. سولفید کادمیوم از مهم‌ترین نیم‌رساناهای ترکیبی این گروه است و دارای پهنای شکاف مستقیم 2.42 eV در حالت کپه‌ای است و طیف عظیمی از کاربردهای الکتریکی و نوری دارد. نانوذرات نیم‌رسانا خاصیت شیمیایی و فیزیکی منحصر به فردی دارند، که در مقایسه با مواد کپه‌ای به شدت متفاوت است [۱-۵]. از خواص سولفید کادمیوم می‌توان به ضریب عبور عالی نور مرئی، توان نورتابی بزرگ، طول پخش زیاد، خواص فوتورسانایی، شکاف نواری پهن و الکترون‌خواهی زیاد اشاره کرد [۶-۷].

در سال ۱۹۸۲، هنگک لین یک جابه‌جایی آبی در طیف جذب محلول کلونیدی سولفید کادمیوم در مقایسه با توده این ماده مشاهده کرد [۸] و پس از آن اولین تحقیقات بر نانوذرات سولفید کادمیوم در سال ۱۹۸۴ انجام شد [۹]. مطالعه دیگری در سال ۱۹۹۰ بر این ماده انجام شد [۱۰]. مهم‌ترین مرحله پیشرفت این مطالعات در سال ۱۹۹۳ توسط گروه مورای و ابداع روش‌های سنتز با انتخاب اندازه انجام گرفت [۱۱]. ویژگی‌های بسیار این ماده باعث شد که مطالعات زیادی روی سولفید کادمیوم یا به‌صورت ترکیب با دیگر مواد صورت بگیرد [۱۲-۱۴].

در حال حاضر روش های متنوعی برای ساخت نانوذرات سولفید کادمیوم وجود دارد که می توان از آن ها به مواردی مانند محلول های کلئیدی، لایه نشانی شیمیایی، سل ژل، فاز بخار، کاتدپراکسی مغناطیسی، لایه نشانی الکتروستاتیکی و ... اشاره کرد [۱۵-۱۶]. روش سل ژل در سال های اخیر، به عنوان یکی از مهم ترین روش ها برای آماده سازی مواد گوناگون مثل شیشه های یکپارچه، فیبرها، نانوپودرها و لایه های نازک یا پوشش ها به کار برده شده است [۱۷-۲۶]. این روش در مقایسه با روش های سنتی، به دلیل مزایایی از قبیل خلوص عالی فراورده، همگنی شیمیایی بسیار خوب، دمای پایین فرایند، ارزانی دستگاه های مورد نیاز و ساده بودن، روش مناسبی است [۲۷-۳۰].

در بعضی مواد، برای بلوری کردن ذرات تولیدی، آنها را حرارت داده و کلسینه می کنند. بلوری شدن فازهای آمورف تولید شده در روش سل ژل اهمیت دارد. با افزایش زمان کلسینه کردن همراه با بلوری شدن ذرات، به هم چسبیدگی و کلوخه شدن آن ها نیز اتفاق می افتد. زمان و دمای کلسینه کردن در ساختار بلوری و ابعاد ذرات تولیدی و در مواردی تغییر ریخت مؤثر است [۳۱].

در این پژوهش، نانوذرات سولفید کادمیوم با استفاده از روش سل ژل ساخته شده است و تأثیر زمان واکنش و دمای کلسینه شدن در خواص نانوذرات CdS بررسی شده است.

۲. مواد و روش آزمایش

برای این پژوهش، از مواد اولیه نیترات کادمیوم ($CdN_2O_6 \cdot 4H_2O$)، تیواوره (CH_4N_2S)، آمونیاک مایع (NH_3) و هیدروکسید سدیم ($NaOH$) استفاده کردیم. مواد از شرکت مرک خریداری شد و بدون خالص سازی اضافی استفاده شد. هم زمان، دو بشر هریک حاوی ۱۰۰ ml آب مقطر به دمای $80^\circ C$ رسانده شد. ۲٫۵g نیترات کادمیوم به یک بشر اضافه کردیم و این محلول کادمیومی را A نامیدیم. ۲٫۸g تیواوره و ۵ ml آمونیاک مایع به بشر دیگر اضافه کرده و این محلول گوگردی را B نامیدیم. هر دو به مدت ۱۵ دقیقه روی هم زن مغناطیسی هم زده شدند.

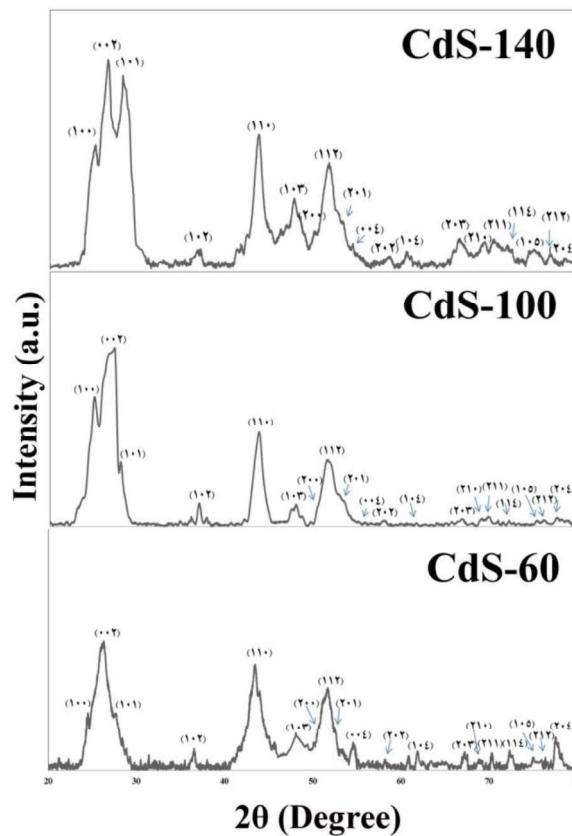
پس از گذشت این زمان، دو محلول A و B در یک بشر بزرگ تر مخلوط شده و مجدد به هم زده شد تا به خوبی با یکدیگر مخلوط شوند و یک سل همگن به دست آید. مدت زمان کل به هم زدن برای سه نمونه مجزا، ۶۰ و ۱۰۰ و ۱۴۰ دقیقه در نظر گرفته شد. رنگ محلول ابتدای مخلوط کردن پرتقالی و سپس نارنجی شد. در طول این فرایند مقدار pH برابر ۹ به وسیله افزودن سدیم هیدروکسید تنظیم شد. در تمام مدت به هم زدن، دما در $80 \pm 2^\circ C$ نگاه داشته شد. فاز جامد

۸ / بررسی تأثیر دمای کلسینه‌شدن و زمان واکنش در خواص نانوذرات سولفید کادمیوم تهیه‌شده به روش سل-ژل

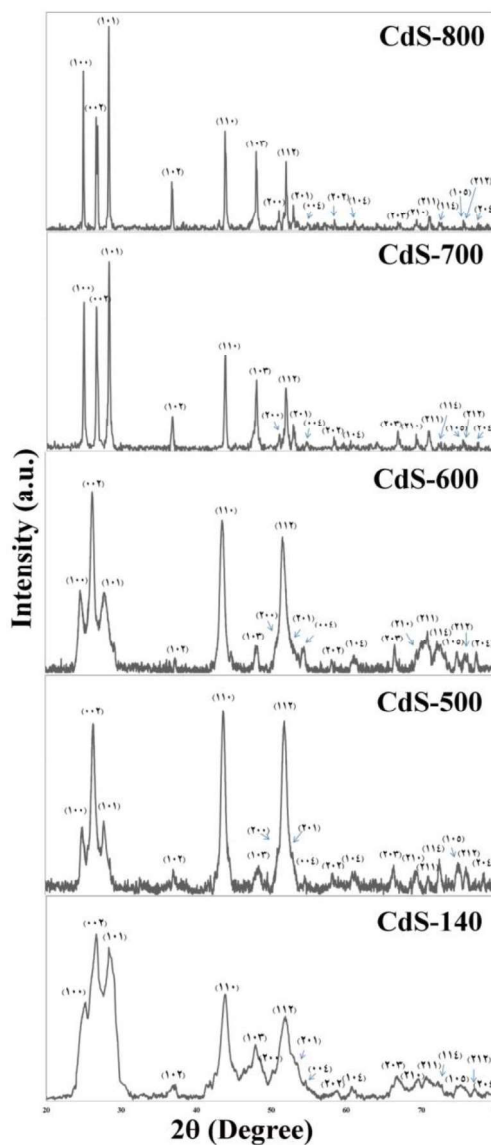
به دست آمده مرطوب بود، لذا در آون با دمای 100°C قرار داده شد تا خشک شود. سپس رسوب خشک شده با آب مقطر و اتانول شسته شده، فاز جامد آن را به وسیله سانتریفیوژ جدا کردیم و برای تبخیر حلال باقی مانده در رسوب، در آون 100°C قرار داده شد. به منظور بررسی کردن دمای کلسینه نمونه‌های تهیه شده با ۱۴۰ دقیقه، به هم زدن به طور مجزا برای کلسینه شدن، در کوره با دماهای ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰ و ۸۰۰ درجه سلسیوس حرارت داده شد و سپس به وسیله هاون آسیاب شد.

۳. نتایج و بحث

از نمونه‌ها الگوی پراش اشعه ایکس با استفاده از دستگاه اشعه ایکس ساخت شرکت Seifert مدل ID3003، با آند مس و طول موج 1.54056 \AA آنگسترم در محدوده 2θ از ۲۰ تا ۸۰ درجه تهیه شد، که در شکل ۱ و ۲ نشان داده شده است.



شکل ۱ الگوی پراش اشعه ایکس برای زمان‌های واکنش متفاوت.



شکل ۲ الگوی پراش اشعه ایکس برای نمونه کلسینه نشده (CdS-140) و نمونه‌های با دمای کلسینه متفاوت.

ساختار سولفید کادمیوم هگزاگونال با کارت JCPDS به شماره ۲۳۰۶-۰۷۷-۰۱ تشخیص داده شد، بلندترین قله در جهت [۰۰۲] است. با استفاده از رابطه شرر اندازه متوسط نانوبلورک‌ها از رابطه (۱) به دست آمد [۳۲].

$$D = \frac{(0.9\lambda)}{(\beta \cos \theta)} \quad (1)$$

۱۰ / بررسی تأثیر دمای کلسینه‌شدن و زمان واکنش در خواص نانوذرات سولفید کادمیوم تهیه‌شده به روش سل-ژل

در این رابطه، D اندازه بلورک‌ها، λ طول موج اشعه ایکس، β پهنا در نیم ارتفاع بر حسب رادیان و θ زاویه تفرق است. همچنین درصد بلورینگی از تقسیم مجموع مساحت زیر قله‌ها به مساحت کل زیر نمودار پراش اشعه ایکس به صورت درصد، محاسبه شده است.

باتوجه به الگوهای پراش شکل ۱ و مقایسه پهنای قله‌ها و درصد بلورینگی در جدول ۱، بهترین الگو مربوط به نمونه با زمان واکنش ۱۴۰ دقیقه است. صفحات اصلی (۱۰۰)، (۰۰۲)، (۱۰۱)، (۱۰۲)، (۱۱۰)، (۱۰۳) و (۱۱۲) با افزایش زمان واکنش از ۶۰ تا ۱۰۰ و تا ۱۴۰ دقیقه تقویت شده‌اند که این مطلب را می‌توان به تکمیل شدن فرایند تبلور نسبت داد. با مقایسه الگوی پراش نمونه $CdS-140$ در شکل ۱ که همان نمونه کلسینه نشده است با الگوهای پراش نمونه‌های کلسینه‌شده در شکل ۲ مشاهده می‌شود که در الگوی $CdS-500$ و $CdS-600$ قله‌ها قوی‌تر شده‌اند ولی در الگوی تفرق نمونه‌های $CdS-700$ و $CdS-800$ که در دماهای بالاتری کلسینه شده‌اند، ضمن افزایش شدت، پهنای قله‌های اصلی سولفید کادمیوم کاهش یافته است، که می‌تواند گواهی بر افزایش متوسط قطر بلورک‌های این فاز در مقایسه با نمونه‌های $CdS-500$ و $CdS-600$ باشد. این امر به این دلیل رخ می‌دهد که دمای بالای کلسیناسیون موجب تقویت فرایند تبلور می‌شود؛ زیرا در این دما بلورها نیروی محرکه لازم را برای رشد و تبلور دارند و در نتیجه بزرگ‌تر و متبلور شده‌اند که در نتیجه این، افزایش درجه بلوری است.

جدول ۱ درصد بلورینگی نمونه‌ها با زمان واکنش متفاوت.

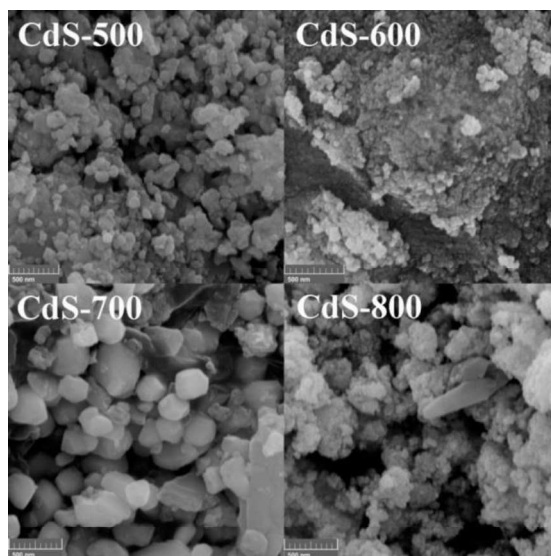
زمان واکنش (min)	$CdS-60$	$CdS-100$	$CdS-140$
درصد بلورینگی	۷۲	۷۵	۷۶

در جدول ۲ اندازه متوسط نانوبلورک‌ها و درصد بلورینگی آمده است. برای تعیین اندازه از قله‌های مربوط به صفحه‌هایی که دارای بیشترین شدت هستند به دلیل وضوح و تفکیک مناسب آن‌ها از سایر قله‌ها استفاده شده است. مطابق این جدول با افزایش دمای کلسینگی، اندازه متوسط نانوبلورک‌ها و درصد بلورینگی زیاد شده است. در اینجا کمترین بلورینگی مربوط به نمونه‌های $CdS-500$ و $CdS-600$ و بیشترین بلورینگی مربوط به نمونه $CdS-800$ است. قله‌های پراش با افزایش دما، واضح‌تر و قوی‌تر شده‌اند، که نشانگر بهبود بلورینگی است. البته اختلاف بین درصد بلورینگی محاسبه‌شده برای این چهار نمونه بسیار کم است. اما به طور کلی با افزایش دما از $600^{\circ}C$ به $700^{\circ}C$ درصد بلورینگی افزایش یافته است.

جدول ۲ اندازه متوسط نانوبلورک‌ها و درصد بلورینگی نمونه‌ها با دمای کلسینه متفاوت.

CdS-800	CdS-700	CdS-600	CdS-500	دمای تکلیس (°C)
۴۶	۳۶	۲۴	۲۳	اندازه متوسط نانوبلورک (nm)
۸۱	۸۰	۷۸	۷۸	درصد بلورینگی

شکل ۳، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی FE-SEM مدل MIRA3-LMU واقع در دانشگاه لرستان، از نمونه‌ها را با مقیاس ۵۰۰nm نشان می‌دهد. در این تصاویر دانه‌ای بودن و ریخت کروی ذرات دیده می‌شود. اندازه ذرات به دست آمده از شکل، در جدول ۳ آمده است. مشاهده می‌شود که با افزایش دمای کلسینه شدن، اندازه میانگین نانوذرات افزایش می‌یابد که احتمالاً به دلیل به هم چسبیدگی ذرات به دلیل دمای بالای کلسینه شدن است. اندازه ذرات مشخص شده از تصاویر SEM نشان می‌دهد که هر ذره می‌تواند شامل چند بلورک باشد.



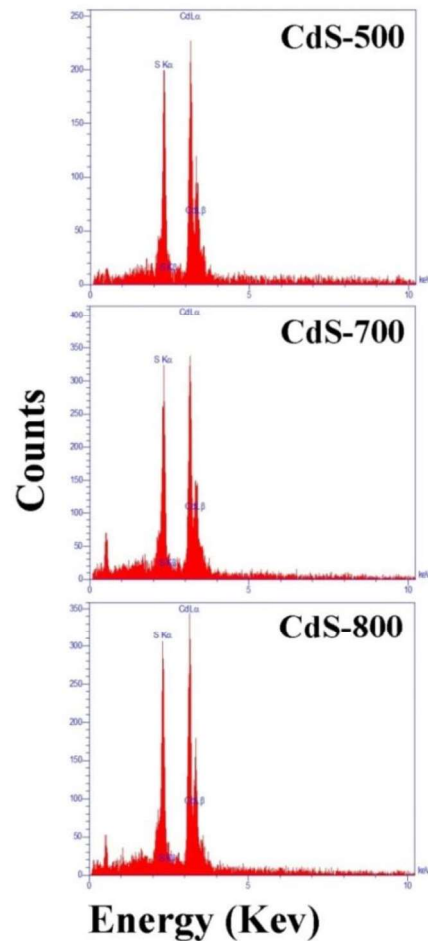
شکل ۳ تصاویر SEM پودرهای CdS.

جدول ۳ اندازه میانگین نانوذرات CdS.

CdS-800	CdS-700	CdS-600	CdS-500	نام نمونه
۶۷	۶۶	۲۸	۲۷	اندازه میانگین نانوذرات (nm)

شکل ۴ آنالیز عنصری انرژی اشعه ایکس (EDS) درصد عناصر تشکیل دهنده را مشخص می‌کند. این آنالیز برای اولین نمونه کلسینه شده و دو نمونه نهایی که دارای الگوی پراش ایکس

۱۲ / بررسی تأثیر دمای کلسینه‌شدن و زمان واکنش در خواص نانوذرات سولفید کادمیوم تهیه‌شده به روش سل-زل
 منطبق‌تری نسبت به الگوی استاندارد معرفی شده بود، انجام شد. این درصد در جدول ۴ مشخص
 است. درصد اتمی گوگرد و کادمیوم با هم برابر است و درصد وزنی نیز با توجه به جرم اتمی
 نسبت مولی ۱ را نشان می‌دهد.



شکل ۴ نمودار بررسی عنصری EDS نمونه‌های CdS.

جدول ۴ نتایج آنالیز EDS مربوط به پودرهای CdS.

نام نمونه	درصد وزنی Cd	درصد وزنی S	درصد اتمی Cd	درصد اتمی S
CdS-500	۷۷٫۷۹	۲۲٫۲۱	۴۹٫۹۸	۵۰٫۰۲
CdS-700	۷۶٫۸۲	۲۳٫۱۸	۴۸٫۵۹	۵۱٫۴۱
CdS-800	۷۶٫۳۱	۲۳٫۶۹	۴۷٫۸۹	۵۲٫۱۱

۴. نتیجه گیری

نانوذرات CdS با استفاده از روش سل-ژل تهیه شده است. پراش اشعه ایکس فاز هگزاگونال را برای ساختار نمونه‌ها نشان می‌دهد. افزایش زمان واکنش، افزایش اندازه نانوبلورک‌ها و درصد بلورینگی به دست آمده از XRD را به همراه داشته است. همچنین، با افزایش دمای کلسینگی، اندازه متوسط نانوبلورک‌ها و درصد بلورینگی و اندازه ذرات حاصل از آنالیز SEM، افزایش داشته است. تصاویر SEM دانه‌ای و کروی بودن ذرات را نشان می‌دهد. آنالیز EDS وجود عناصر گوگرد و کادمیم را در نمونه‌ها تأیید می‌کند.

سپاسگزاری

از مسئولان آزمایشگاه‌های گروه فیزیک دانشگاه پیام نور مرکز اهواز کمال تشکر را داریم.

منابع

- [1] Romeo N., Bosio A., Tedeschi R., Romeo A., Canevari V., A highly efficient and stable CdTe/CdS thin film solar cell, *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 58, 209-218, 1999.
- [2] Kumar A., Mital S., Electronic and photocatalytic properties of purine(s)-capped CdS nanoparticles in the presence of tryptophol, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 219, 65-71, 2004.
- [3] Solanki R. G., Rajaram P., Structural, optical and morphological properties of CdS nanoparticles synthesized using hydrazine hydrate as a complexing agent, *Nano-Structures & Nano-Objects*, 12, 157-165, 2017.
- [4] Sonker R. K., Yadav B.C., Gupta V., Tomar M., Synthesis of CdS nanoparticle by sol-gel method as low temperature NO₂ sensor, *Materials Chemistry and Physics*, 239, 121-975, 2020.
- [5] Hadeel Salih Mahdi, Azra Parveen, Shraddha Agrawal, Ameer Azam, Microstructural and optical properties of sol gel synthesized CdS nano particles using CTAB as a surfactant, *AIP Conf. Proc.*, 1832, 050012-1-050012-3, 2017.
- [6] Sivaramamoorthy K., Asath Bahadur S., Kottaisamy M., Murali K. R., Properties of CdS films deposited by the electron beam evaporation technique, *Journal of alloys and compounds*, 503, 170-176, 2010.
- [7] Bhunia R., Ghosh B., Ghosh D., Hussain S., Bhar R., Pal A.K., Free-standing nanocrystalline-Cadmium sulfide/Polyvinylidene fluoride composite thin film: synthesis and characterization, *J. Polym. Res.*, 22, 71, 2015.
- [8] Hnglein A., Photo-degradation and fluorescence of colloidal-cadmium sulphide in aqueous solution, *Ber Bunsen-Ges. Phys. Chem.*, 86, 301-305, 1982.
- [9] Meyer Mauricio, Warllberg Christer, Kurihara Kazu, Fendler Jonas H., Photosensitized charge separation and hydrogen production in reversed micelle Entrapped Palatinized colloidal cadmium sulfide, *Journal of the Chemical Society, Chemical Communications*, 2, 90-91, 1984.
- [10] Nogami M., Nagaska K., Kato E., Preparation of Small-Particle-Size, Semiconductor CdS-Doped Silica Glasses by the Sol-Gel Process, *J. Am. Cerorn. Soc.*, 73, 7, 2097-2099, 1990.

- [11] Murray C. B., Norris D. J., Bawendi M. G., Synthesis and characterization of nearly monodisperse CdE (E = S, Se, Te) Semiconductor nanocrystallites, *J. Am. Chem. Soc.* 115, 8706-8715, 1993.
- [12] Krishnakumar B., Ravikumar S., Pandiyan V., Nithya V., Sylvestre S., Sivakumar P., Surya C., John N.A.A., Sobral A.J.F.N., Synthesis, characterization of porphyrin and CdS modified spherical shaped SiO₂ for Reactive Red 120 degradation under direct sunlight, *Journal of Molecular Structure*, 1210, 128021, 2020.
- [13] Eskandari P., Kazemi F., Preparation and characterization of Fe₃O₄/SiO₂/CdS nanocomposites as efficient magnetic photocatalysts for the reduction of nitro compounds under visible LED irradiation, *Journal of Photochemistry & Photobiology A: Chemistry*, 364, 233-239, 2018.
- [14] Wondmagegn W., Mejia I., Salas-Villasenor A., Stiegler H.J., Quevedo-Lopez M.A., Pieper R.J., Gnade B.E., CdS Thin Film Transistor for Inverter and Operational Amplifier Circuit Applications, *Microelectronic Engineering*, 157, 64-70, 2016.
- [15] Nanda K. K., sarangi S. N., Mohanty S., Sahu S. N., Optical properties of CdS nanocrystalline films prepared by a precipitation technique, *Thin solid films*, 322, 21-27, 1998.
- [16] Alpdoğan S., Adıgüzel A. O., Sahan B., Tunçer M., Metin Gubur H., Effects of bacteria on CdS thin films used in technological devices, *Mater. Res. Express*, 4, 046402, 2017.
- [17] Curran M. D. and Stiegman A. E.; Morphology and pore structure of silica xerogels made at low pH, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 249, 62-68, 1999.
- [18] Zhang H. X., Kam C. H., Zhou Y., Han X. Q., Buddhudu S., Lam Y. L., Visible up-conversion luminescence in Er³⁺:BaTiO₃ nanocrystals, *Optical Materials*, 15, 47-50, 2000.
- [19] Rusu M.I., Stefan C.R., Elisa M., Feraru I.D., Vasiliu I.C., Bartha C., Trusca R.D., Vasile E., Peretz S., CdS/ZnS-doped silico-phosphate films prepared by sol-gel synthesis, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 481, 435-440, 2018.
- [20] Arya S., Sharma A., Singh B., Riyas M., Bandhoria P., Aatif M., Gupta V., Sol-gel synthesis of Cu-doped p-CdS nanoparticles and their analysis as p-CdS/n-ZnO thin film photodiode, *Optical Materials*, 79, 115-119, 2018.
- [21] Monde T., Fukube H., Nemoto F., Yoko T., Konakanhara T., Preparation and surface properties of silica-gel coating films containing branched-polyfluoroalkylsilane, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 246, 54-64, 1999.
- [22] Hadeel Salih Mahdi, Azra Parveen and Ameer Azam, Microstructural and Optical Properties of Ni doped CdS Nanoparticles Synthesized by Sol Gel route, *Materials Today: Proceedings*, 5, 20636-20640, 2018.
- [23] Brinker C.J. and Scherer G.W., *Sol-Gel Science: the physics and chemistry of sol-gel processing*, San Diego: Academic Press, Boston. (1990).
- [24] Hofacker S., Mechtel M., Mager M., Kraus H., Sol-gel: a new tool for coatings chemistry, *Progress in Organic Coatings*, 45, 159-164, 2002.
- [25] Rathinamala I., Jeyakumaran N., Prithvikumaran N., Sol-gel assisted spin coated CdS/PS electrode-based glucose biosensor, *Vacuum*, 161, 291-296, 2019.
- [26] Liu D. M., Yang Q., Troczynski T., Tseng W.J., Structural evolution of sol-gel-derived hydroxyapatite, *Biomaterials*, 23, 1679-1687, 2002.
- [27] Thambidurai M., Murugan N., Muthukumarasamy N., vasantha S., Balasundara-prabhu R., Agilan S., preparation and characterization of nanocrystalline CdS thin films, *Chalcogenide letters*, Vol. 6 No. 4, 171-179, 2009.
- [28] Liu B., Wang L., Zhu Y., Xia Y., Huang W., Li Z., CdS sensitized sol-gel derived thin films of self-patterned micro-blocks of closely-packed SnO₂ nanoparticles as highperformance photoanodes in alkaline solution of methanol, *Electrochimica Acta*, 295, 130-138, 2019.

- [29] Hullavarad N. V., Hullavarad S. S., Synthesis and characterization of monodispersed CdS nanoparticles in SiO₂ fibers by sol-gel method, *Photonics and Nanostructures - Fundamentals and Applications*, 5, 156–163, 2007.
- [30] Kumar N., Pathak T. K., Purohit L.P., Swart H.C., Goswami Y.C., Self-assembled Cu doped CdS nanostructures on flexible cellulose acetate substrates using low cost sol-gel route, *Nano-Structures & Nano-Objects*, 16, 1–8, 2018.
- [31] Reli M., Koci K., Matejka V., Kovar P., Obalova L., Effect of calcination temperature and calcination time on the kaolinite/TiO₂ composite for photocatalytic reduction of CO₂, *GeoScience Engineering*, Vol. LVIII No.4, 10-22, 2012.
- [32] Cullity B.D., *Elements of X-ray Diffraction*, Addison-Wesley, Reading, Massachusetts, 102, 1972.