EJONS
Uluslararası Matematik, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Dergisi
International Journal on Mathematic, Engineering and Natural Sciences

Research Article e-ISSN: 2602- 4136 https://doi.org/10.5281/zenodo.22999773

PVA Kaplamanın Sol-Jel Yöntemiyle Sentezlenen Demir Oksit Nanopartiküllerinin Yapısal Özelliklerine Etkisi

Tacettin ERGENÇ [1], Gülten SADULLAHOĞLU [1*]

[1] İstanbul Sağlık ve Teknoloji Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, İstanbul, Türkiye
*Sorumlu Yazar E-posta: gulten.sadullahoglu@istun.edu.tr

Makale Tarihçesi

Geliş: 08.07.2026
Kabul: 17.09.2026

Anahtar Kelimeler
Demir oksit nanopartikülleri,
PVA Kaplama,
Sol-jel

Özet: Bu çalışmada, sol-jel yöntemiyle sentezlenen demir oksit (Fe_2O_3) nanopartiküllerinin yapısal, morfolojik ve yüzey özellikleri üzerindeki polivinil alkol (PVA) kaplamasının etkisi sistematik olarak araştırılmıştır. Faz bileşimi ve kristal yapı X-ışını kırınımı (XRD), kristalografik düzlemler arası mesafeler geçirimli elektron mikroskobu (TEM), özgül yüzey alanı ve gözenek karakteristikleri ise Brunauer–Emmett–Teller (BET) analizleri ile değerlendirilmiştir. XRD analizinde, sentezlenen nanopartiküllerin mikroyapısında α-Fe_2O_3 ve γ-Fe_2O_3 fazlarının birlikte bulunduğu ve PVA kaplamasının α-Fe_2O_3 fazına ait karakteristik piklerin bağıl şiddetini artırdığı görülmüştür. Nanopartiküllerin TEM görüntülerinde hesaplanan kristalografik düzlemler arası mesafeler XRD analizinde tespit edilen fazlara ait kristalografik düzlemler arası mesafe ile uyumludur. BET analizi sonucunda yüzey alanı Fe_2O_3-250-0 nanopartikülleri için 18.3433 cm^2/g iken yaşlandırma işlemi uygulanan Fe_2O_3-250-2H-0 numunesi için bu değer 15.7035 cm^2/g ‘e düşmüş olup Fe_2O_3-250-1 nanopartiküllerinde PVA kaplama etkisi gözenek boyutunun artmasıyla birlikte 15.9167 cm^2/g olarak ölçülmüştür. Nanopartiküllerin FTIR spektrumlarında 400–700 cm^{-1} bölgesinde α-Fe_2O_3 ve γ-Fe_2O_3 fazlarının birlikte bulunduğu görülmüştür.

Effect of PVA Coating on the Structural Properties of Iron Oxide Nanoparticles Synthesized by Sol-Gel Method

Article Info

Received: 08.07.2026
Accepted: 17.09.2026

Keywords
Iron oxide nanoparticles,
PVA Coating,
Sol-gel

Abstract: In this study, the effect of polyvinyl alcohol (PVA) coating on the structural, morphological, and surface properties of iron oxide (Fe_2O_3) nanoparticles synthesized by the sol-gel method was systematically investigated. The phase composition and crystal structure were evaluated by X-ray diffraction (XRD), interplanar crystallographic spacings by transmission electron microscopy (TEM), and specific surface area and pore characteristics were evaluated using Brunauer–Emmett–Teller (BET) analyses. XRD analysis revealed that α-Fe_2O_3 and γ-Fe_2O_3 phases coexisted in the microstructure of the synthesized nanoparticles, and the PVA coating increased the relative intensity of the characteristic peaks belonging to the α-Fe_2O_3 phase. The interplanar crystallographic spacings calculated from the TEM images of the nanoparticles are in agreement with the interplanar crystallographic spacings of the phases detected in the XRD analysis. BET analysis revealed that while the surface area was 18.3433 cm^2/g for Fe_2O_3-250-0 nanoparticles, this value decreased to 15.7035 cm^2/g for the aged Fe_2O_3-250-2H-0 sample, and was measured as 15.9167 cm^2/g in Fe_2O_3-250-1 nanoparticles due to the PVA coating effect along with an increased pore size. In the FTIR spectra, α-Fe_2O_3 and γ-Fe_2O_3 phases coexisted in the 400–700 cm^{-1} region.

1. Giriş

Demir oksit nanopartikülleri, sahip oldukları manyetik, katalitik, optik ve yüzey özellikleri nedeniyle son yıllarda malzeme bilimi, biyomedikal uygulamalar, sensör teknolojileri, adsorpsiyon sistemleri ve ilaç taşıma çalışmaları açısından dikkat çeken nanoyapılar arasında yer almaktadır. Demir oksitlerin farklı kristal fazlarda bulunabilmesi, bu malzemelerin kullanım alanlarını genişletmekte ve sentez koşullarına bağlı olarak değişen yapısal özelliklerini daha önemli hâle getirmektedir. Özellikle hematit (α-Fe_2O_3) ve maghemit (γ-Fe_2O_3) fazları, farklı fiziksel ve kimyasal davranışlar sergileyebilmeleri nedeniyle nanopartikül çalışmalarında ayrı bir öneme sahiptir. Bu nedenle demir oksit nanopartiküllerinin faz yapısı, kristal boyutu, morfolojisi, gözeneklilik özellikleri ve yüzey kimyası gibi parametrelerin kontrollü bir şekilde incelenmesi gerekmektedir (Fatima ve ark., 2026; Rodríguez Flores ve ark., 2025).

Nanopartiküllerde yalnızca kimyasal bileşim değil, aynı zamanda parçacık boyutu, yüzey alanı, gözenek hacmi ve parçacıkların birbiriyle etkileşimi de malzemenin performansını doğrudan belirlemektedir. Yüksek yüzey alanına sahip yapılar, sensör uygulamalarında ortamdaki gaz molekülleriyle daha etkin temas sağlayabilirken; gözenekli yapıların gelişmesi, adsorpsiyon ve kontrollü salınım gibi uygulamalarda malzemenin işlevselliğini artırabilmektedir (Nasirpouri ve ark., 2023). Bununla birlikte, demir oksit nanopartiküllerinde sentez sırasında ortaya çıkan en önemli problemlerden biri parçacıkların kontrolsüz büyümesi ve aglomerasyon eğilimidir. Bu durum, aktif yüzey alanının azalmasına, gözenek yapısının değişmesine ve nanopartiküllerin beklenen özellikleri yeterli düzeyde göstermemesine neden olabilmektedir (Azmoudeh ve ark., 2024; Wu ve ark., 2008).

Bu noktada sol-jel yöntemi, demir oksit nanopartiküllerinin kontrollü sentezi açısından önemli avantajlar sunmaktadır. Sol-jel yöntemi; başlangıç bileşenlerinin çözelti ortamında daha homojen dağılmasına, düşük sıcaklıklarda oksit yapıların elde edilmesine ve sentez parametrelerinin daha kontrollü biçimde düzenlenmesine imkân vermektedir (Fatima ve ark., 2026; Jijo ve ark., 2025). Bu yöntemle elde edilen jel yapının yaşlandırma, kurutma ve kalsinasyon aşamalarından geçirilmesi sonucunda, nihai oksit fazının oluşumu sağlanmaktadır (Jijo ve ark., 2025). Ancak kalsinasyon sıcaklığı, nanopartiküllerin faz dönüşümü, kristallenme davranışı, tane büyümesi ve yüzey özellikleri üzerinde belirleyici bir etkiye sahiptir (Abdullah ve ark., 2023; Fatima ve ark., 2026; Kushwaha ve Chauhan, 2021). Bu nedenle düşük kalsinasyon sıcaklıklarında elde edilen yapıların incelenmesi, özellikle faz oluşumunun erken aşamalarını ve kaplama etkisini anlamak açısından önem taşımaktadır. Polivinil alkol (PVA), nanopartikül sentezinde yüzey kaplayıcı ve stabilizasyon sağlayıcı bir polimer olarak kullanılabilmektedir (Jijo ve ark., 2025; Keshta ve ark., 2024). PVA'nın yapısındaki hidroksil grupları, sentez ortamında metal iyonları ve oluşan oksit yüzeyleriyle etkileşime girerek parçacıkların büyüme sürecini etkileyebilir. Bu etkileşim, nanopartiküllerin birbiriyle doğrudan temasını azaltarak aglomerasyon eğilimini sınırlayabilir ve daha kontrollü bir morfolojik yapı oluşmasına katkı sağlayabilir (Jansook ve ark., 2026). Bunun yanında PVA'nın ısıl işlem sırasında yapıdan kısmen uzaklaşması, gözenek hacmi ve gözenek boyutu üzerinde de değişiklik oluşturabilmektedir. Dolayısıyla PVA kaplamanın yalnızca yüzeyde koruyucu bir tabaka oluşturmasının yanı sıra, aynı zamanda faz oluşumu ve gözenek yapısı üzerinde de etkili olabileceği değerlendirilmektedir (Ianasi ve ark., 2016; Sadullahoğlu, 2024).

Bu çalışmada, PVA kaplamanın, sol-jel yöntemiyle sentezlenen demir oksit nanopartiküllerinin yapısal, morfolojik ve yüzey özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir.

2. Materyal ve Yöntem

2.1 Materyaller ve Numune Hazırlama

Fe_2O_3 nanopartiküllerinin sentezinde ilk olarak 4,864 g $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, 150 mL distile su içerisinde manyetik karıştırıcı kullanılarak (450 rpm) çözündürülmüş, ardından elde edilen solüsyona şelatlama ajanı olarak sitrik asit çözeltisi (2,306 g $C_6H_8O_7$ / 30 mL distile su) eklenmiştir. Karışımın pH değeri, amonyak (NH_3) ilavesiyle 6'ya ayarlanmıştır. PVA kaplamalı nanopartiküllerin sentezi için Fe:PVA mol oranı 1:1 olacak şekilde PVA, distile su içerisinde çözündürülerek dehidrasyon işleminden önce çözeltiye damla damla ilave edilmiştir. 70–80 °C'de gerçekleştirilen dehidrasyon ve jelleşme işlemlerinden sonra kurutma aşamasına geçilmiştir. Elde edilen Fe_2O_3-250-0 ve Fe_2O_3-250-1 jelleri 100 °C - 200 °C 'ye kadar olan sıcaklıklarda kademeli olarak kurutulurken Fe_2O_3-250-2H-0 numunesi için bu işlem öncesinde oda sıcaklığında 2 hafta yaşlandırma işlemi uygulanmıştır. Elde edilen tüm kuru toz numunelere, hava atmosferinde 250 °C sıcaklıkta 2 saat boyunca kalsinasyon işlemi uygulanarak nihai nanopartiküller elde edilmiştir.

2.2 Karakterizasyon

Sentezlenen nanopartiküllerin faz analizi, 3–90° 2θ aralığında ve Cu-Kα radyasyonu (λ = 0,15425 nm) kullanılarak Malvern PANalytical X'Pert PRO difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir. Nanopartiküllerin morfolojik incelemeleri geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ile yapılmış; kristal düzlemleri arası mesafe (d-aralığı) hesaplamaları ise yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu (HRTEM) görüntüler üzerinden Fiji/ImageJ yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Örneklerin özgül yüzey alanları ve gözenek yapıları, 77 K sıcaklıkta gerçekleştirilen azot (N_2) adsorpsiyon-desorpsiyon ölçümleri doğrultusunda Brunauer–Emmett–Teller (BET) yöntemiyle hesaplanmıştır. Fe_2O_3 nanopartiküllerinin kimyasal bağ analizleri ise Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR, Perkin Elmer Spectrum BX) ile 400–4000 cm^{-1} tarama aralığında analiz edilmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

3.1 X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi Bulguları

Şekil 1'de sunulan Fe_2O_3-250-0, Fe_2O_3-250-2H-0 ve Fe_2O_3-250-1 numunelerine ait XRD desenleri, tüm örneklerde α-Fe_2O_3 ve γ-Fe_2O_3 fazlarının birlikte bulunduğunu göstermektedir. Fe_2O_3-250-0 numunesinde α-Fe_2O_3 fazına ilişkin kırınım pikleri, 2θ = 24.1°, 33.1°, 35.6°, 40.8°, 49.5°, 54.1° ve 64.0° konumlarında gözlenmiş olup, bunlar sırasıyla (012), (104), (110), (113), (024), (116) ve (300) kristal düzlemlerine indekslenmiştir.

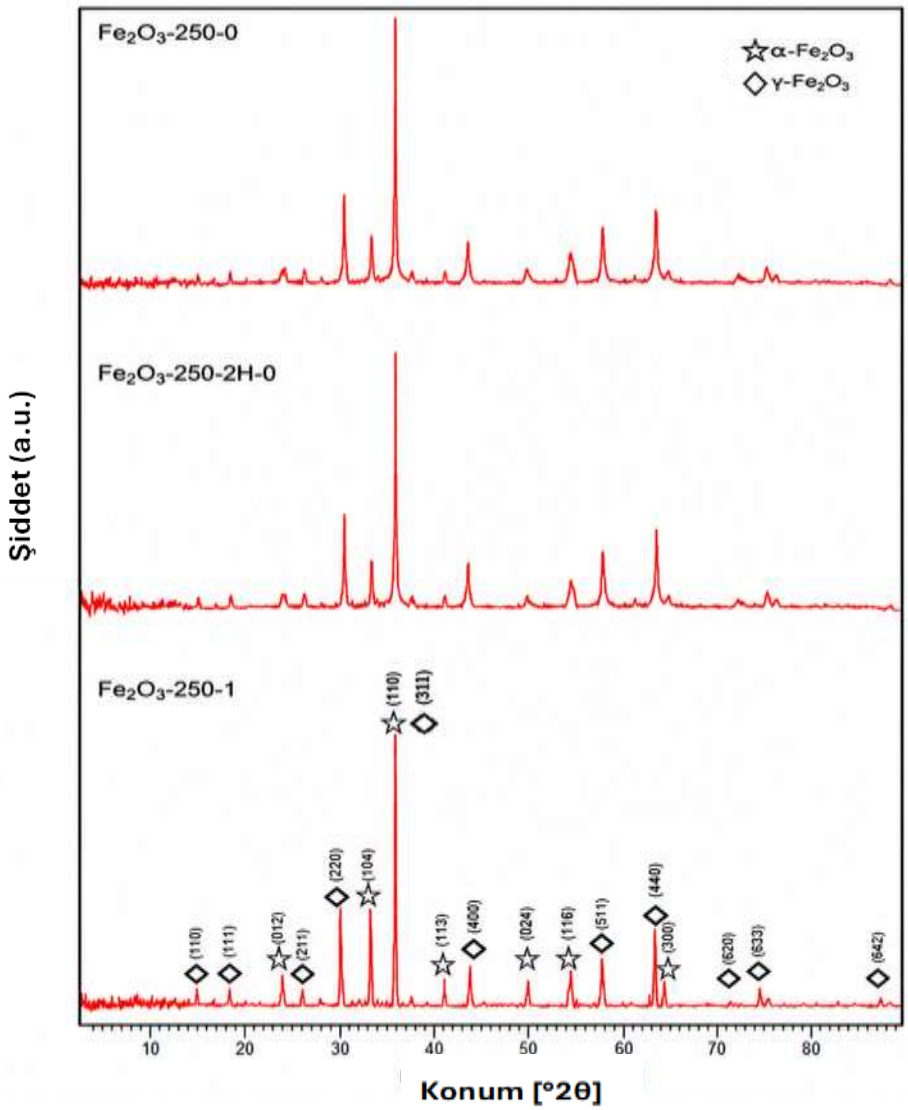
Buna karşılık, γ-Fe_2O_3 fazına ait karakteristik yansımalar 2θ = 15.0°, 18.5°, 26.1°, 30.2°, 35.6°, 43.2°, 57.2°, 63.0°, 71.4°, 74.4° ve 87.5° konumlarında belirlenmiş ve sırasıyla (110), (111), (211), (220), (311), (400), (511), (440), (620), (533) ve (642) düzlemlerine karşılık gelmektedir.

Tablo 1. Nanopartiküllerin XRD Analizinde α-Fe_2O_3 fazının (104) düzlemine ait Bağıl Pik Şiddetleri

Numune Adı	Bağıl Şiddet (%)
Fe_2O_3-250-0	15.85
Fe_2O_3-250-2H-0	17.12
Fe_2O_3-250-1	31.26

Tablo 1'de, sentezlenen nanopartiküllerin XRD analizinden elde edilen α-Fe_2O_3 fazının (104) kristalografik düzlemine ait karakteristik pik şiddeti değerlerini sunulmaktadır. PVA içermeyen kontrol numunelerinde, oda sıcaklığında 2 hafta yaşlandırma süresi ile α -Fe_2O_3 fazına ait bağıl pik şiddetinde 15.85 'ten 17.12 değerine bir artış gözlenmiştir. Artan bu

kristallenme derecesi, yaşlandırma periyodunun uygulanan kalsinasyon sıcaklığı ile kararlı nihai oksit fazının çekirdeklenme ve kristallenme kinetiğini etkili bir şekilde hızlandırdığı literatürde yer alan konu ile ilgili yapılmış olan çalışmalarla uyumludur (Luna ve ark., 2014; Supothina ve ark., 2007).



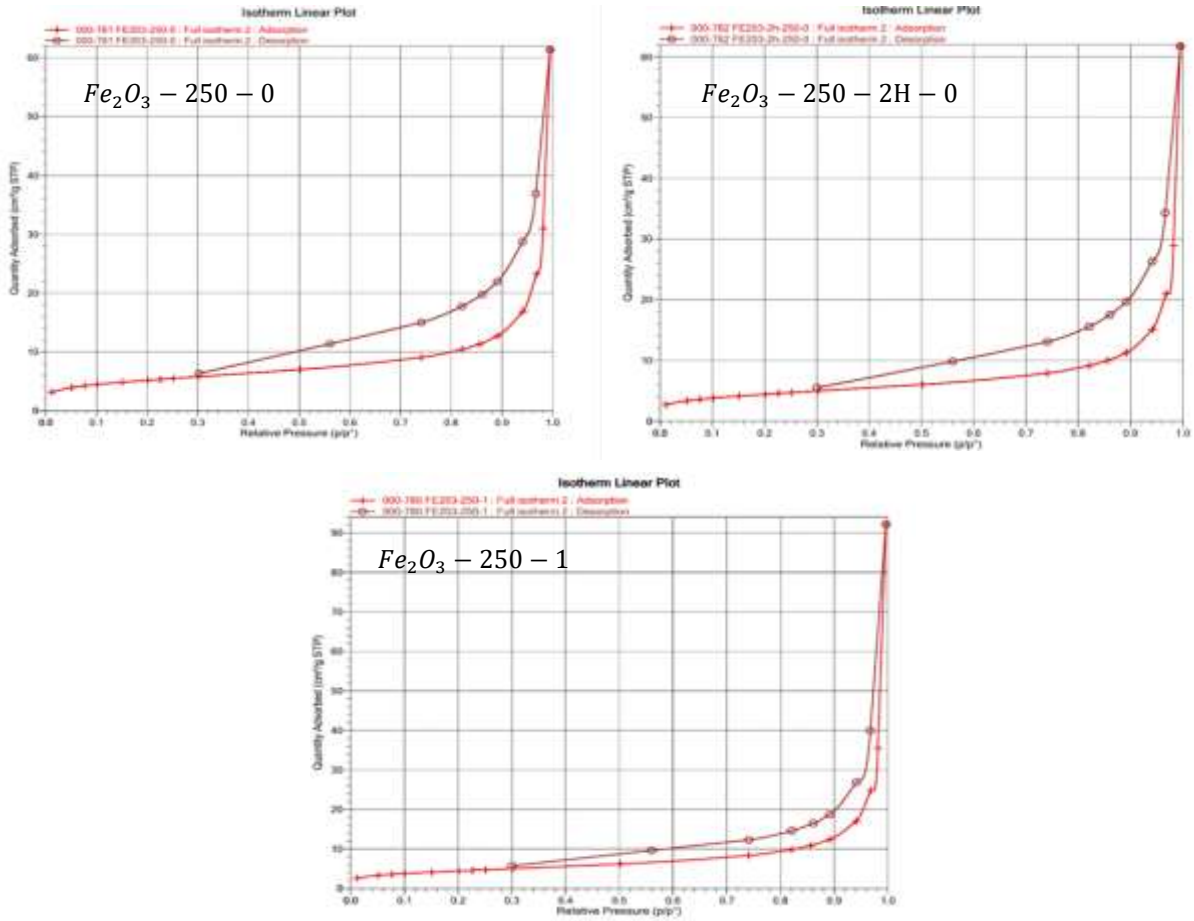
Şekil 1. Fe_2O_3-250-0, Fe_2O_3-250-2H-0 ve Fe_2O_3-250-1 numunelerine ait XRD desenleri.

Bununla birlikte, Fe_2O_3-250-1 numunesi için bu pik şiddetinin keskin bir yükselişle 31.6 değerine ulaştığı görülmüştür. Bu davranış, 250 °C'deki kalsinasyon süreci sırasında PVA 'nın termal bozunması ve eş zamanlı kütle kaybının, atomik yeniden düzenlenmeyi kolaylaştırarak termodinamik olarak daha kararlı olan α-Fe_2O_3 fazının kristallenmesini teşvik ettiği şeklinde değerlendirilmektedir (Patil ve Joshi, 2007; Sarangi ve ark. 2009).

3.2 BET Yüzey Alanı ve Gözeneklilik Analizi Bulguları

Sentezlenen nanopartiküllerin N_2 adsorpsiyon-desorpsiyon izotermleri H3 tipi histerezis davranışı sergilemektedir. Yüksek bağıl basınç (p/p°) bölgesinde herhangi bir sınırlayıcı adsorpsiyon davranışı sergilemeyen bu izoterm tipi, yarık ve çatlak şeklinde gözeneklerin oluşumuna neden olan levha benzeri partikül agregalarıyla karakterizedir. Yüksek bağıl basınç (p/p°) bölgelerinde gözlenen histerezis döngüleri ise partiküller arası mezogözenekli bir yapının varlığına işaret etmektedir (Sing, 1982; Wang ve ark., 2022).

Fe_2O_3-250-0 ve Fe_2O_3-250-2H-0 numuneleri, yüksek bağıl basınç bölgesinde ($p/p° \approx 1,0$) benzer adsorpsiyon davranışı sergilemiş ve her iki numunenin gaz alım kapasitesi 60 cm^3/g'nin biraz üzerinde kalmıştır. Buna karşın, Fe_2O_3-250-1 numunesinde gaz alım kapasitesinin yaklaşık 90 cm^3/g değerine yükseldiği belirlenmiştir. Ayrıca, Fe_2O_3-250-1 numunesinde gözlenen nispeten daha dar histerezis döngüsü, daha erişilebilir ve daha az kısıtlanmış bir gözenek ağının yanı sıra daha fazla sayıda açık gözenek yapısının varlığına işaret etmektedir (Wang ve ark., 2022). Bu davranış, 250 °C'deki kalsinasyon süreci sırasında PVA 'nın kısmi termal bozunmaya uğrayarak yapıdan uzaklaşması ve buna bağlı olarak partiküller arası bölgelerde daha yüksek erişilebilirliğe sahip, birbirine bağlı açık boşlukların oluşmasıyla ilişkilendirilebilir (Ianasi ve ark., 2016; Nasirpouri ve ark., 2023; He ve ark., 2023).



Şekil 2. Sentezlenen Fe_2O_3 nanopartiküllerine ait azot adsorpsiyon-desorpsiyon izotermi

Bu bağlamda elde edilen bulgular, PVA kaplamasının salt bir yüzey pasivasyon ajanı olmanın ötesinde, malzemenin nihai gözenek topolojisinin oluşumunu yönlendiren yapısal bir düzenleyici olarak işlev görebileceğine işaret etmektedir (Ianasi ve ark., 2016; Sadullahoğlu, 2024; Silva ve ark., 2013).

Tablo 2 'de verilen yapısal parametreler incelendiğinde, sentezlenen Fe_2O_3 nanopartikülleri arasında en yüksek spesifik yüzey alanının 18.3433 m^2/g ile Fe_2O_3-250-0 numunesinde elde edildiği görülmektedir. Bu davranış, levha benzeri partikül agregasyonundan kaynaklanan ve yarık biçimli (slit-shaped) gözeneklerin gelişimine yol açan bir morfolojik düzenleme ile ilişkilendirilebilir (Ianasi ve ark., 2016; Wang ve ark., 2022). Bu numunenin toplam gözenek hacmi ve ortalama gözenek çapı ise sırasıyla 0.092653 cm^3/g ve 24.6444 nm olarak belirlenmiştir.

Tablo 2. Kaplamasız ve PVA kaplamalı numunelerin yüzey alanı, gözenek hacmi ve ortalama gözenek boyutu (çapı) değerleri.

Numune Adı	Yüzey Alanı (m^2/g)	Gözenek Hacmi (cm^3/g)	Gözenek boyutu (nm)
Fe_2O_3-250-0	18.3433	0.092653	24.6444
Fe_2O_3-250-2H-0	15.7035	0.093801	28.0212
Fe_2O_3-250-1	15.9167	0.141269	37.5515

Buna karşın, Fe_2O_3-250-2H-0 numunesinde spesifik yüzey alanı 15.7035 m^2/g 'e değerine azalırken, toplam gözenek hacmi ve ortalama gözenek çapı sırasıyla 0.093801 cm^3/g ve 28.0212 nm olarak belirlenmiştir. Burada uygulanan yaşlandırma işlemi ile gözenek boyutunun arttığı ve toplam yüzey alanının azaldığı görülmüştür. Jel yapısının polimerleşme ve kondenzasyon süreçlerini içeren yaşlandırma işlemi oda sıcaklığında veya yüksek sıcaklıkta farklı sürelerde uygulandığında nanopartiküllerin kurutma sonrasında gözenek yapısını etkilemektedir (Brinker ve Scherer, 1990; Hasanuzzaman ve Tanha, 2025; Park ve ark. 2016; Raja K. ve ark. 2015).

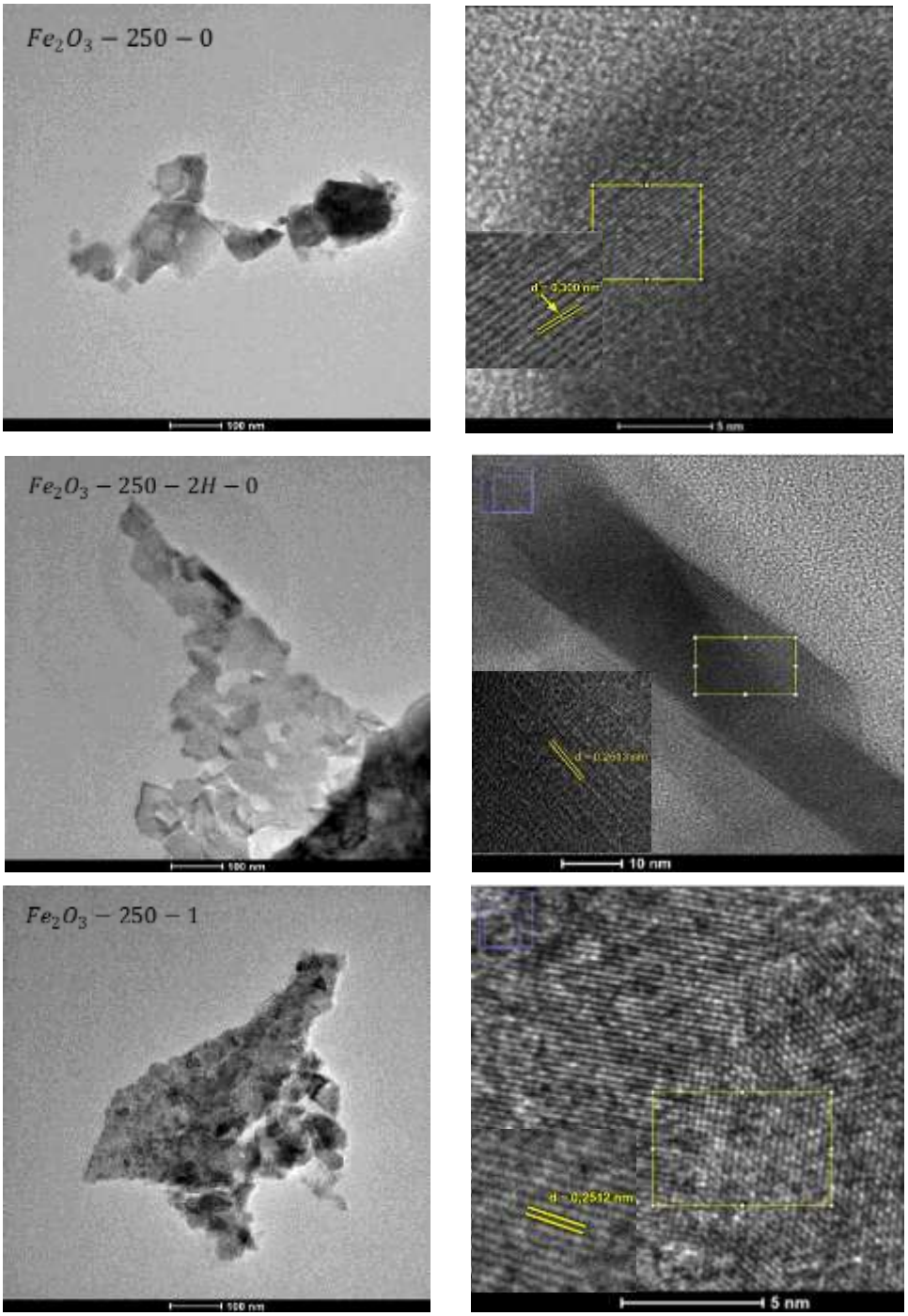
Fe_2O_3-250-1 numunesi ise 0.141269 cm^3/g gözenek hacmi ve 37.5515 nm ortalama gözenek çapı ile incelenen numuneler arasında en yüksek değerlere ulaşmıştır. Bu bulgular, Şekil 2 'de aynı numuneye ait adsorpsiyon-desorpsiyon izoterminde gözlenen nispeten daha dar histerezis döngüsü ile tutarlılık göstermektedir (Sadullahoğlu, 2024; Wang ve ark., 2022).

Söz konusu davranış, kalsinasyon süreci boyunca PVA zincirlerinin kısmi termal bozunma sonucu yapıdan uzaklaşması ve bunun sonucunda partiküller arası bölgelerde daha erişilebilir, birbirine bağlı ikincil (sekonder) boşlukların oluşmasıyla ilişkilendirilebilir (Ianasi ve ark., 2016; He ve ark., 2023; Nasirpouri ve ark., 2023).

3.3 Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi Bulguları

Şekil 3'te sentezlenen nanopartiküllere ait geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ve yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu (HRTEM) görüntüleri ile hesaplanan kristalografik düzlemler arası mesafeler (d-aralıkları) sunulmaktadır.

Fe_2O_3-250-0 nanopartiküllerine ait TEM görüntüleri incelendiğinde, belirgin bir aglomerasyon eğiliminin bulunduğu görülmektedir. Bu davranış, nanopartiküllerin yüksek özgül yüzey enerjilerini minimize etme eğiliminden kaynaklanabilir; ayrıca kurutma ve kalsinasyon süreçlerinde partiküller arası etkileşimlerin güçlenmesi, yığınlaşma ve kümelenme mekanizmalarını teşvik edebilir (Nahim ve ark., 2026; Sadullahoğlu, 2024). Fe_2O_3-250-0 numunesi için hesaplanan kristalografik düzlemler arası mesafe (d-aralığı) 0.300 nm olarak belirlenmiş olup, bu değer γ-Fe_2O_3 fazının (220) kristal düzlemine karşılık gelmektedir (Kushwaha ve Chauhan, 2021; Perez De Berti ve ark., 2013; Rodríguez Flores ve ark., 2025).



Şekil 3. Sentezlenen nanopartiküllere ait Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntüleri.

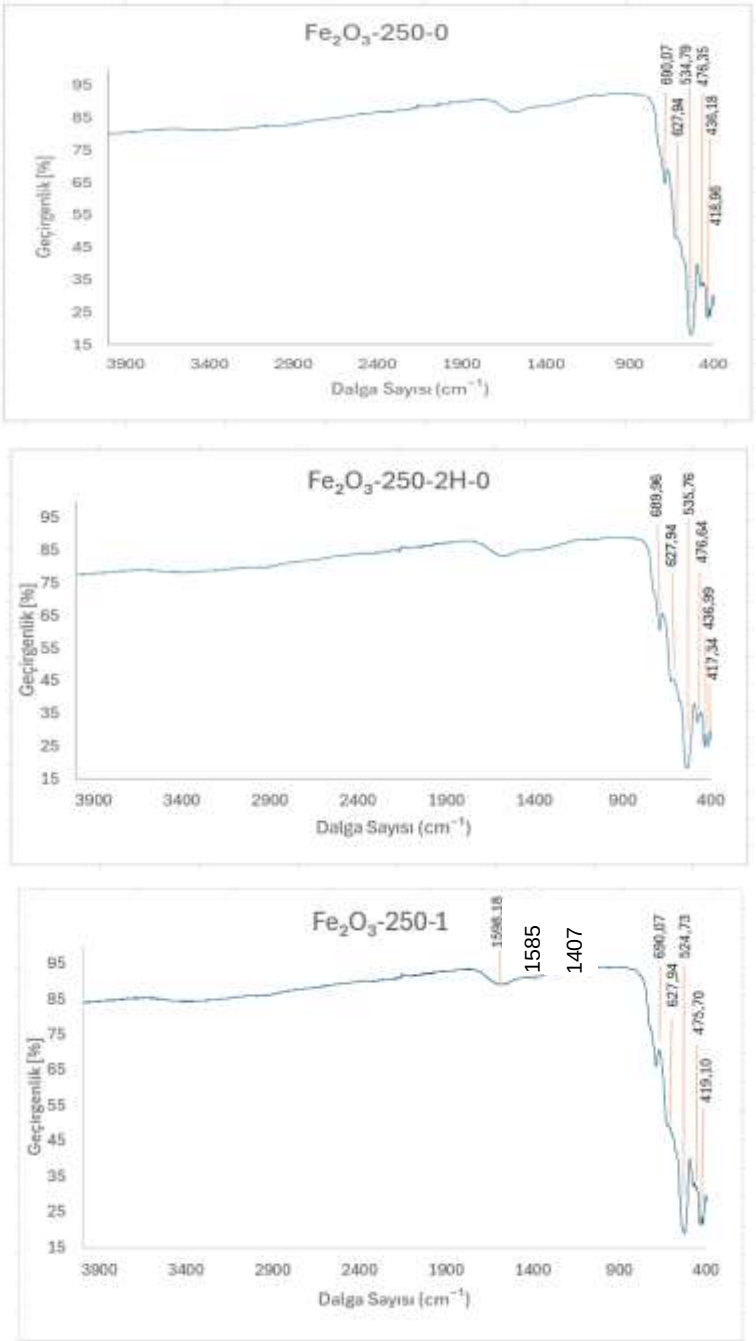
Öte yandan, Fe_2O_3-250-2H-0 numunesine ait HRTEM incelemelerinde d-aralığı 0.2513 nm olarak ölçülmüştür. Bu değer, XRD desenlerinde yaklaşık $2\theta = 35.6°$ konumunda gözlenen ve α-Fe_2O_3 ile γ-Fe_2O_3 fazlarına ait sırasıyla (110) ve (311) kristal düzlemlerinin üst üste gelmesinden kaynaklanan kırınım piki ile uyum göstermektedir.

Fe_2O_3-250-1 numunesine ait HRTEM görüntülerinden hesaplanan 0.2512 nm'lik düzlemler arası mesafe, XRD desenlerinde $2\theta = 35.6°$ konumunda gözlenen ve α-Fe_2O_3 ile γ-Fe_2O_3 fazlarına ait sırasıyla (110) ve (311) kristal düzlemlerinin üst üste gelmesinden kaynaklanan kırınım piki ile uyum göstermektedir. Ayrıca, HRTEM analizlerinden belirlenen

d-aralığı değerlerinin, XRD verilerinden elde edilen kristalografik parametrelerle iyi bir uyum içerisinde olduğu görülmektedir.

3.4 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizi

Şekil 4 'te sunulan Fe_2O_3-250-0 numunesine ait FTIR spektrumunda, yaklaşık 690.07, 627.94, 534.79, 476.35, 436.18 ve 418.96 cm^{-1} dalga sayılarında gözlenen karakteristik absorpsiyon bantları, demir oksit kristal örgüsündeki Fe–O bağ titreşimlerine atfedilmektedir. Özellikle, 534.79 ve 476.35 cm^{-1} bantları, α-Fe_2O_3 fazına özgü Fe–O gerilme titreşim modlarıyla uyum göstermektedir (Namduri ve Nasrazadani, 2008; Silva ve ark., 2013; Cornell ve Schwertmann, 2003).



Şekil 4. Sentezlenen Fe_2O_3-250-0, Fe_2O_3-250-2H-0 ve Fe_2O_3-250-1 numunelerine ait Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) spektrumu.

Bunun yanında, yaklaşık 436.18 ve 418.96 cm^{-1} 'de gözlenen absorpsiyon bantları, γ-Fe_2O_3 fazına özgü Fe–O örgü titreşim modlarına karşılık gelmektedir (Namduri ve Nasrazadani, 2008; Silva ve ark., 2013). α-Fe_2O_3 ve γ-Fe_2O_3 fazlarına ait karakteristik titreşim bantlarının aynı spektrumda birlikte gözlenmesi, Fe_2O_3-250-0 numunesinde her iki fazın eş zamanlı olarak bulunduğunu göstermektedir (Namduri ve Nasrazadani, 2008; Silva ve ark., 2013).

Benzer şekilde, Fe_2O_3-250-2H-0 numunesine ait FTIR spektrumunda 689.96, 627.94, 535.76, 476.64, 436.99 ve 417.34 cm^{-1} dalga sayılarında karakteristik Fe–O titreşim bantları tespit edilmiştir (Namduri ve Nasrazadani, 2008; Silva ve ark., 2013). Yaklaşık 627.94 cm^{-1} 'de gözlenen omuz bandı γ-Fe_2O_3 fazına özgü titreşim modlarıyla ilişkilendirilirken, 535.76 ve 476.64 cm^{-1}'deki bantlar α-Fe_2O_3 fazına ait Fe–O gerilme titreşimleriyle uyum göstermektedir (Namduri ve Nasrazadani, 2008; Silva ve ark., 2013).

Fe_2O_3-250-1 numunesine ait FTIR spektrumu incelendiğinde ise, demir oksit yapılarına özgü 690.07, 627.94, 524.73, 475.70 ve 419.01 cm^{-1} dalga sayılarında karakteristik absorpsiyon bantlarının korunduğu görülmektedir (Namduri ve Nasrazadani, 2008; Silva ve ark., 2013). Bu bantlardan 524.73 cm^{-1} ve 475.70 cm^{-1} civarında gözlenen titreşimler α-Fe_2O_3 fazına ait Fe–O bağlarının karakteristik titreşim modlarıyla uyum gösterirken; 627.94 cm^{-1} ve 419.01 cm^{-1} civarındaki bantlar ise γ-Fe_2O_3 fazına özgü Fe–O örgü titreşimlerine karşılık gelmektedir (Namduri ve Nasrazadani, 2008; Silva ve ark., 2013). 1585 cm^{-1} ve 1407 cm^{-1} civarında görülen titreşim bandları her üç numunede bulunmakta olup sırasıyla N-H ve O-H bağlarının eğilme titreşim modlarına aittir (Yekeen ve ark., 2025, InstaNANO, 2026).

4. Sonuçlar

Bu çalışmada, sol-jel yöntemiyle sentezlenen ve 250 °C'de kalsine edilen PVA kaplamalı ve kaplamasız Fe_2O_3 nanopartiküllerinin yapısal, morfolojik ve yüzey özellikleri üzerindeki PVA etkisi sistematik olarak incelenmiştir. XRD, FTIR, TEM, HRTEM ve BET analizlerinden elde edilen bulguların bütüncül değerlendirilmesi, PVA'nın yalnızca partikül yüzeyini örten pasif bir polimer tabakası olarak değil, aynı zamanda faz gelişimi ve gözenek yapısının gelişimini etkileyen etkin bir yapısal düzenleyici olarak işlev görebileceğini ortaya koymuştur.

BET analizleri, PVA'nın nanopartiküllerin yüzey ve gözenek özelliklerini belirgin şekilde etkilediğini göstermiştir. Kalsinasyon sürecinde PVA zincirlerinin kısmi termal bozunmaya uğrayarak yapıdan uzaklaşmasının, partiküller arası bölgelerde ikincil (sekonder) boşlukların oluşumunu teşvik ettiği ve gözenek ağının yeniden düzenlenmesine katkıda bulunduğu değerlendirilmektedir. Bu yapısal yeniden organizasyon sonucunda, Fe_2O_3-250-1 numunesinde kaplamasız referans numunelere kıyasla gözenek hacmi ve ortalama gözenek çapında belirgin bir artış meydana gelmiş; sırasıyla 0.141 cm^3/g ve 37.55 nm değerlerine ulaşılmıştır.

FTIR spektrumlarında 400–700 cm^{-1} aralığında gözlenen Fe–O titreşim bantları, α-Fe_2O_3 ve γ-Fe_2O_3 fazlarının eş zamanlı varlığını doğrulamış, ayrıca mikroyapıda organik fonksiyonel grupların korunmuş olması, düşük sıcaklıktaki kalsinasyon sonrasında belirli miktarda kalıntı organik türlerin yapıda varlığını sürdürdüğünü göstermiştir.

Sonuç olarak, PVA kaplamasının demir oksit nanopartiküllerinin faz gelişimini ve gözenek yapısını yönlendiren etkin bir yapı düzenleyicisi olarak davrandığı ve gözenek hacmi ile gözenek çapındaki artış sayesinde gaz veya sıvı fazdaki türlerin aktif yüzeylere taşınımını kolaylaştırabilecek yapısal avantajlar sağladığı değerlendirilmektedir. Bu özellikler, söz konusu nanopartiküllerin adsorpsiyon, kataliz ve sensör uygulamalarındaki potansiyel performansını artırabilecek önemli bir mühendislik yaklaşımı sunduğunu göstermektedir.

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar, bu çalışma için herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

Kaynaklar

Abdullah, J.A.A., Jiménez-Rosado, M., Guerrero, A., Romero, A., 2023. Effect of Calcination Temperature and Time on the Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles: Green vs. Chemical Method. *Materials*, 16(5): 1798.

Azmoudeh, A., Moral, S., Sâri, S., Türk, M., Kahveci, M.U., Doganay, G.D., Ağaoğulları, D., 2024. Magnetic iron-based nanoparticles encapsulated in graphene/reduced graphene oxide: Synthesis, functionalization and cytotoxicity tests. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 9: 100776.

Brinker C.J., Scherer G. W., 1990. *SOL-GEL SCIENCE The Physics and Chemistry of Sol_Gel Processing.* Academic Press Inc. Elseiver.

Cornell, R.M., Schwertmann, U., 2003. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. Wiley-VCH.

Fatima, H., Atta, M., Bukhari, A., Mnif, W., Alkhaloofa, F., Iqbal, M., Ahmed, T., Yasir, M., Irfan, M., Nazir, A., 2026. Cage-like core–shell iron oxide nanoparticles: Engineering structure and function for advanced biomedical and catalytic applications: *A review. Micro and Nanostructures*, 209: 208438.

Hasanuzzaman M., & Tanha T., 2025. Effect of pH, acid catalyst, and aging time on pore characteristics of dried silica xerogel. *Advances in Materials and Processing Technologies*, 11(4): 2199-2216.

He, Y., Zheng, Y. Liu, X., Liu ,C., Zhang, H., and Han, J., 2023. Polyvinyl Alcohol–Citric Acid: A New Material for Green and Efficient Removal of Cationic Dye Wastewater. Polymers, 15: 4341.

Ianasi, C., Costisor, O., Putz, A.M., Lazau, R., Negrea, A., Niznansky, D., Sacarescu, L., Savii, C., 2016. Low temperature superparamagnetic nanocomposites obtained by Fe(acac)3-SiO2-PVA hybrid xerogel thermolysis. *Processing and Application of Ceramics,* 10(4): 265–275.

InstaNANO. FTIR Functional Group Database Table with Search. Web adresi: https://instanano.com/all/characterization/ ftir/ftir-functional-group-search/ (Acces Date: 6.09.2026).

Jansook, P., Soe, H.M.S.H., Tun, T., Hnin, H.M., Chamni, S., Asasutjarit, R., Lapmanee, S., Bhummaphan, N., Puttipanyalears, C., Bhubhanil, S., Inchan, A., Charoenphon, N., Lu, Y., Wu, W., 2026. Development of piperine/HPβCD-loaded PVA-coated iron oxide nanoparticles in in situ gel for enhanced retinal delivery and anti-VEGF activity. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics,* 218: 114931.

Jijo, H., Shamlath, A., Abraham, A., Xavier P A, F., Chahal, S., Numan, A., Simon, S.M., 2025. Harnessing the potential of iron oxide nanoparticles: A comprehensive review on their synthesis, functionalization and pharmaceutical innovations. *Next Nanotechnology*, 8: 100270.

Keshta, B.E., Gemeay, A.H., Sinha, D.K., Elsharkawy, S., Hassan, F., Rai, N., Arora, C., 2024. State of the art on the magnetic iron oxide Nanoparticles: Synthesis, Functionalization, and applications in wastewater treatment. *Results in Chemistry*, 7: 101388.

Kushwaha, P., Chauhan, P., 2021. Microstructural evaluation of iron oxide nanoparticles at different calcination temperature by Scherrer, Williamson-Hall, Size-Strain Plot and Halder-Wagner methods. *Phase Transitions,* 94(10): 731-753.

Luna C., Barriga-Castro E.D., Mendoza-Rese´ndez R., 2014. The effects of aging time on the size, morphology, oriented attachment and magnetic behavior of hematite nanocrystals synthesized by forced hydrolysis of FeIII solutions. *Acta Materialia* 66: 405–413.

Nahim, M.A.M., Rahman, A., Ahmed, J., Naime, J., Khan, M.A.R., Rahman, S., A-Gawati, M., Ahsan, H.M., 2026. Phyto-fabricated iron oxide nanoparticles from Phyllanthus acidus: A magnetically recoverable nanoadsorbent for rapid Congo red detoxification. *RSC Advances*, 16: 20809–20821.

Namduri, H., Nasrazadani, S., 2008. Quantitative analysis of iron oxides using Fourier transform infrared spectrophotometry. *Corrosion Science*, 50(9): 2493–2497.

Nasirpouri, F., Fallah, S., Ahmadpour, G., Moslehifard, E., Samardak, A.Y., Samardak, V.Y., Ognev, A.V., Samardak, A.S., 2023. Microstructure, ion adsorption and magnetic behavior of mesoporous γ-Fe_2O_3 ferrite nanoparticles. *RSC Advances*, 13(36): 25140–25158.

Park C., Jung J., Wee Lee C. & Cho J., 2016. Synthesis of Mesoporous α-Fe_2O_3 Nanoparticles by Non-ionic Soft Template and Their Applications to Heavy Oil Upgrading. *Scientific Reports*, 6(39136).

Patil P. R, & Joshi S. S., 2007. Synthesis of α-Fe_2O_3 Nanocubes *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry*, 37: 425–429.

Perez De Berti, I.O., Fellenz, N.A., Soldati, A.L., Stewart, S.J., Bengoa, J.F., 2013. Alternative low-cost approach to the synthesis of magnetic iron oxide nanoparticles by thermal decomposition of organic precursors. *Nanotechnology*, 24(17): 175601.

Rodríguez Flores, T., Shafiq, F., Bona, G., Bragaggia, G., Cantoni, M., Scotti, R., Gross, S., Nisticò, R., 2025. Mixed hydro-solvothermal synthesis process: An unconventional route to obtain mixed iron oxide systems. *Ceramics International*, 51: 65640–65647.

Raja K., Mary Jaculine M., Jose M., Verma S., Prince A.A.M., Ilangovan K., Sethusankar K., Jerome Das S., 2015. Sol–gel synthesis and characterization of α-Fe_2O_3 nanoparticles. *Superlattices and Microstructures*, 86: 306–312.

Sadullahoğlu, G., 2024. Optimization of Properties of Iron Oxide Nanoparticles Synthized by Sol-Gel Method. *The Eurasia Proceedings of Science, Technology, Engineering & Mathematics (EPSTEM)*, 28: 565–574.

Sarangi P. P., Naik B., Ghosh N.N., 2009. Low temperature synthesis of single-phase α-Fe2O3 nano-powders by using simple but novel chemical methods. *Powder Technology*, 192: 245–249.

Silva, M.F., de Oliveira, L.A.S., Ciciliati, M.A., Silva, L.T., Pereira, B.S., Hechenleitner, A.A.W., Oliveira, D.M.F., Pirota, K.R., Ivashita, F.F., Paesano Jr., A., Pastor, J.M., Pérez-Landazábal, J.I., Pineda, E.A.G., 2013. Nanometric particle size and phase controlled synthesis and characterization of γ-Fe_2O_3 or (α + γ)-Fe_2O_3 by a modified sol-gel method. *Journal of Applied Physics*, 114: 104311.

Sing, K. S. W., 1982. REPORTING PHYSISORPTION DATA FOR GAS/SOLID SYSTEMS with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity. *Pure & Appl.Chem.*, 54(11): 2201-22l8.

Supothina S., Juengsuwattananon K., Panyathanmaporn T., Jaroenworaluck A., Jinawath S., Sooknoi T., Tawkaew S., 2007. Effect of Aging Time on Crystalline Structure Evolution

of TiO_2 Nanoparticles. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 1(9): 1105-111.

Wang, L., Li, Z., Mao, G., Zhang, Y., & Lai, F. P. (2022). Effect of nanoparticle adsorption on the pore structure of a coalbed methane reservoir: A Laboratory Experimental Study. *ACS Omega*, 7: 6261–6270.

Wu, W., He, Q., Jiang, C., 2008. Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis and surface functionalization strategies. *Nanoscale Research Letters*, 3(11): 397–415.

Yekeen M. O., Ibrahim M., Wachira J. and Pramanik S., 2025. Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using Egeria densa Plant Extract. *ppl. Biosci*. 2025, 4(2): 27.