

**Atf İçin:** Sulak M, 2021. Ege Bölgesinde Yetişen Antiviral M. parviflora L (Ebegümece) Bitkisi Kullanılarak Demir oksit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanopartiküllerin Sentezi ve Antibakteriyel Özelliklerinin İncelenmesi. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 11(4): 2937-2946.

**To Cite:** Sulak M, 2021. Synthesis of Iron Oxide ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles Using Antiviral M. Parviflora L (Mallow) Plant Growing in the Aegean Region and Investigation of Antibacterial Properties. Iğdır University Journal of Science and Technology Institute, 11(4): 2937-2946.

## Ege Bölgesinde Yetişen Antiviral M. parviflora L (Ebegümece) Bitkisi Kullanılarak Demir oksit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanopartiküllerin Sentezi ve Antibakteriyel Özelliklerinin İncelenmesi

Mine SULAK<sup>1\*</sup>

**ÖZET:** Son yıllarda manyetik nanomalzemeler arasında maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), doğal biyouyumlu doğası, oksidasyon kararlılığı ve iyi manyetik özellikleri nedeniyle biyoloji, kimya, metalurji alanlarında önemli bir araştırma alanı kazanmıştır. Kanser tedavisi, gen araştırmaları, ilaç kimyası gibi alanlarda uygulamaları mevcuttur. Toksin olmaması ve çevre dostu davranışı nedeniyle son derece umut verici olan son zamanlarda oldukça popüler yöntem olan yeşil sentez yoluyla nano boyutta demir oksit sentezlenmiştir. Bu çalışmada, nano ölçekli maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), antiviral özellikli M. parviflora L (ebegümece) yaprağı ekstresi kullanılarak heksahidrat ferrik klorürden (FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O) sentezlenmiştir. Elde edilen nano demir oksitlerin sentezi UV-Vis, FTIR, XRD, FESEM, EDX kullanılarak karakterize edilmiştir.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinin antimikrobiyal aktivitesi, disk difüzyon yöntemi ile gerçekleştirilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Yeşil sentez, M. parviflora L (ebegümece),  $\gamma$ -Demir oksit nanopartikül

**Synthesis of Iron Oxide ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Nanoparticles Using Antiviral M. Parviflora L (Mallow) Plant Growing in the Aegean Region and Investigation of Antibacterial Properties**

**ABSTRACT:** Maghemite ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) among magnetic nanomaterials in recent years has gained an important research field in the fields of biology, chemistry, metallurgy due to its natural biocompatible nature, oxidation stability and good magnetic properties. It has applications in areas such as cancer therapy, gene research, and drug chemistry. Extremely promising due to its non-toxic and environmentally friendly behavior, iron oxide in nanoscale has been synthesized via the highly applied green synthesis recently. In this study, nanoscale maghemite ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) was synthesized from hexahydrate ferric chloride (FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O) using M. parviflora L (mallow) leaf extract. The synthesis of nano iron oxides obtained was characterized by using UV-Vis, FTIR, XRD, FESEM, EDX. The antimicrobial activity of  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles was achieved by disk diffusion method.

**Keywords:** Green synthesis, M. parviflora L (mallow),  $\gamma$ -Ferric oxide nanoparticles

<sup>1</sup>Mine SULAK ([Orcid ID: 0000-0003-1300-8661](https://orcid.org/0000-0003-1300-8661)), Pamukkale Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Matematik ve Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü, Fen Bilgisi Eğitimi Anabilim Dalı, Denizli, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mine SULAK, e-mail: msulak@pau.edu.tr

## GİRİŞ

Nanoteknoloji, metrenin milyarda biri ölçeğine sahip olan atom ve molekülleri tek tek işleme, yeniden düzenleme yoluyla materyal, araç yaratma, sanat ve bilimde çeşitli madde yapılarını konu alan bir bilimdir (Mittal and Banerjee 2013).

Nanoteknoloji ile, nanometre ölçeğindeki malzemelerin sahip oldukları üstün fiziksel özellikler kullanılarak çeşitli alanlarda (bilişim, iletişim, elektronik, biyoteknoloji, farmakoloji, tıp, savunma, tekstil, makine ve inşaat sanayileri vb) teknolojik devrim niteliğinde yeni ürünler elde edilebilmektedir (Gunalan ve ark., 2012). Nanopartiküllerin (Np) sentezinde aşağıdan yukarı “Bottom Up” ve yukarıdan aşağı “Top Down” olarak adlandırılan iki yaklaşımdan bahsetmek mümkündür. Yukarıdan aşağıya yaklaşımı ile yapılan sentezlerde malzemeye dışarıdan mekaniksel ve/veya kimyasal işlemler ile malzeme nano boyuta indirilir (Salam ve ark., 2012; Fernandez-Remolar 2014; Khadeeja ve ark., 2016). Nano sentezinde kullanılan kimyasal sentez yöntemleri, sentezinin karmaşık, pahalı, zaman alıcı, toksik madde kullanılmasının gerekliliği, gibi birçok dezavantajları içermektedir, Nano sentezinde son dönemlerde tercih edilen yeşil sentez ise, bitkilerin kolay bulunması, yenilenebilir, güvenli, ekonomik, toksik madde kullanımı gerektirmeyen, atıkları oluşumu olmaması, biyoyumlu, düşük maliyetli olması, farmakolojik ve biyomedikal uygulamalara uygun olması nedeniyle günümüzde ilgi odağı olmuştur (Benelli ve Lukehart 2017). Nanoparçacıkların biyolojik yöntemler kullanılarak sentezlenmesinde çözücü olarak genellikle su kullanılmaktadır.

Son yıllarda, istenen morfoloji ve boyut nanopartiküllerini hazırlamak için doğal indirgeme ve stabilize edici maddeler kullanılarak sentez yöntemleri geliştirmek için birçok araştırma yapılmıştır. Meyveler, yapraklar, kökler, saplar, perikarp, lateks ve ekstraktlar gibi birçok bitki parçası, mantarlar, mikroorganizmalar ve biyolojik olarak bozunabilir polimerler, nanopartiküllerin yeşil sentezinde bir indirgeme ve stabilize edici maddeler kaynağı olarak kullanılır (Kharissova ve ark., 2013). Biyolojik olarak sentezlenen nanopartiküller, şekillerine, boyutlarına, bileşimlerine ve fizikokimyasal özelliklerine göre çalışmak için geniş bir alana sahiptir. Np'lerin bitki bazlı sentezinde seçilen bitkinin ekstraktı ile metal tuzu çözeltisi kullanılarak sentezlenir ve reaksiyon oda sıcaklığında veya belli bir sıcaklıkta dakikalar ile birkaç saat arasında tamamlanır. Bu yeşil biyo-perspektif sentez, kimyasal ve fiziksel yöntemlerin yerini almaktadır (Li ve ark., 2013)

Demir oksitler doğal olarak bulunur ve ayrıca laboratuvarında kolayca sentezlenebilirler. Yaklaşık 16 tür demir oksit vardır: oksitler, hidroksitler ve oksit-hidroksitlerdir. Götit, akaganeit, lepidokrosit, maghemit, manyetit ve hematit önemli demir oksitlerden bazılarıdır (Dale 2005). Demir oksitlerin mükemmel, benzersiz, fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikleri vardır.

Manyetik nanomalzemeler arasında maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Np), doğal biyoyumlu doğası ve oksidasyon kararlılığı ve iyi manyetik özellikleri nedeniyle çeşitli uygulamalar için en çok tercih edilen malzemelerden biri olarak kabul edilir (Singh ve ark., 2008; Hu ve ark., 2008; Lu ve ark., 2009).  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Np ayrıca orta düzeyde fotokatalitik aktivite ve ayrılabilirlik sergiler (Biswas ve ark., 1999).  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Np'nin yapısal özellikleri, yüksek manyetizasyonu, radyolojik uygulamalar (MRI), ilaç endüstrisi, gen terapisi, nano sensör uygulamaları, hücre etiketleme, kanser tedavisi ve atık su arıtımı gibi birçok uygulama alanına sahiptir. Sonuç olarak,  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano partiküllerinin önemli özelliği olan manyetik özellikleri, çalışma için dikkat çekicidir (Xinming 2000).

Ebegümece bitkisi Malvaceae yani ebegümecegiller familyasına ait olan otlardan birisidir. Ülkemizde birçok yerde farklı isimlerde anılmaktadır. *M. parviflora* L. türü en çok Ege ve Akdeniz bölgesinde yetişen bir türdür. Türkiye'de halk arasında solunum ve sindirim sistemi tahriş ve

iltihaplarında koruyucu olarak dahilen; cilt üzerindeki çıban ve yaraların tedavisinde ise lapa halinde haricen olarak kullanılmaktadır (Baytop 1994; Fenercioğlu ve Tuzlacı 1998; Dülger ve Gönüz 2004).

Md. Ashaduzzaman arkadaşları papaya yaprağı ekstresi kullanılarak yeşil sentez yöntemi ile demir oksit nanopartikülünün sentezini gerçekleştirmiş remazol sarı RR boyasının fotokatalitik bozunması ve antibakteriyel aktivite için uygulamasını incelemişlerdir. Şekil, boyut, kantitatif analizler sırasıyla transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ve UV-görünür spektroskopi kullanılarak yapılmıştır (Ashaduzzaman ve ark., 2020). 2019 yılında yapılan bir çalışmada Abdul Hamid Wani ve arkadaşları çınar ağacı yapraklarını kullanarak Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerini hazırlamak için çevre dostu ve uygun maliyetli bir yöntem geliştirmişlerdir. Platanus orientalis yapraklarında bulunan proteinin, demir sülfatın Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerine indirgenmesinden başlıca sorumlu olduğunu bildirmişler ve antifungal özelliklerini incelemişlerdir (Devi ve ark., 2019).

Yayınlanan birçok literatürde yeşil sentez yöntemi ile sentezlenen manyetit nanopartiküllerle ilgili çalışmalar mevcuttur (Pyle ve ark., 1999), ancak Ege bölgesine has Denizli’de yetişen antiviral ve antioksidan özelliğe sahip ebeğümece bitkisinin yaprakları kullanılarak manyetit nanopartiküllerin yeşil sentezine ilişkin literatür mevcut değildir. Bu nedenle, bu çalışmada ebeğümece bitkisinin yapraklarından yararlanarak Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinin sentezini ve antibakteriyel aktivitelerini incelemiştir.

## MATERYAL VE METOT

Demir (III) Klorür Hekzahidrat (FeCl<sub>3</sub> x6H<sub>2</sub>O % 99.99), sodyum hidroksit (NaOH) Sigma Aldrich Pvt. Ltd., Almanya’dan satın alınmıştır. Analitik saflıkta olduğu için tüm kimyasallar daha fazla saflaştırılmadan doğrudan kullanılmıştır. Ebeğümece Denizli ili Pamukkale ilçesinde yer alan sanayi bölgesinden uzak yerlerde yetişen tarlalardan toplanmıştır. Antibakteriyel aktivitelerini incelemek için kullanılan bakteriler Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Biyomedikal Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi Prof Dr. Ahmet Koluman’dan temin edilmiştir.

XRD (GNR APD PRO 2000), Cu K $\alpha$ 1 radyasyonu ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ) kullanılarak 5-90° arasında 2 $\theta$  aralığında hazırlanan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinin fazlarını incelemek için kullanılmıştır. Nanopartiküllerin morfolojisi SEM (Zeiss Supra 40 VP) kullanılarak incelenmiş ve kantitatif analizleri SEM'e bağlı enerji dağıtıcı spektroskopi (EDX) kullanılarak yapılmıştır. UV-Görünür spektroskopi (UV/Vis-1601, Shimadzu, Kanagawa, Japan), manyetit nanopartiküllerin optik özelliklerini incelemek için kullanılmıştır. Hazırlanan maghemit nanopartiküllerinin antibakteriyel aktiviteleri, disk difüzyon yöntemi ile üç tane gram-pozitif (*Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus*, *Enterococcus faecalis*) ve üç tane gram-negatif (*Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella enteritidis*, *K. Pneumoniae*) olmak üzere altı bakteri suşlara karşı incelenmiştir.

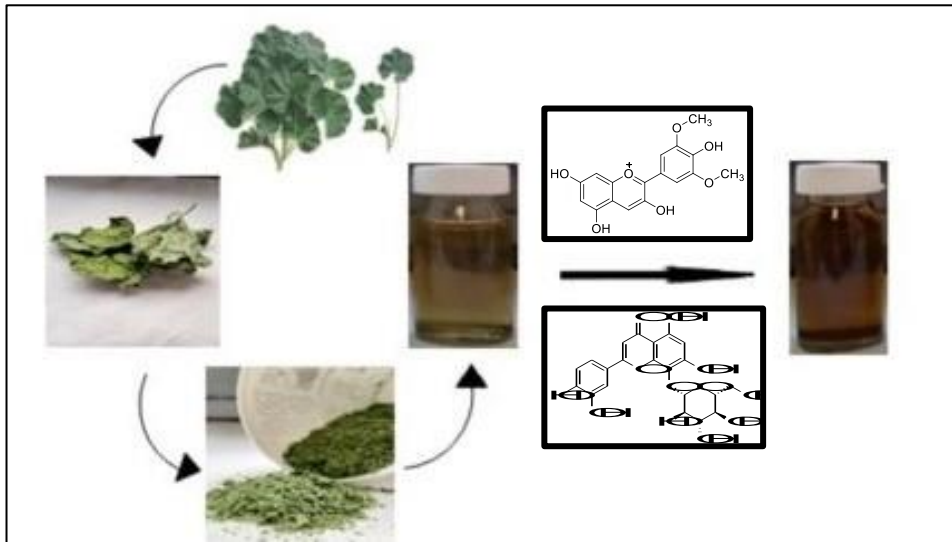
### Ebeğümece Yaprak Ekstrelerinin Hazırlanması

Ebeğümece bitki yaprakları üzerinde bulunan kirlere arındırılmak için öncelikle saf su ile yıkanmış karanlık ortamda kurutularak toz haline getirilmiştir. Ebeğümececinin 5 gram toz yaprakları 100 mL deiyonize su ile karıştırılmış ve çözelti, güçlü sarı renkli bir çözelti elde edilene kadar 15-20 dakika süreyle 80 °C'de kaynatılmıştır. Daha sonra çözelti oda sıcaklığına (yaklaşık 25 °C) soğutulmuş ve genel amaçlı filtre kağıtlarından süzülüş ve ardından berrak koyu sarı renkli bitki ekstrakt çözeltisi elde etmek için santrifüjlenmiştir.

### $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanopartikülünün Hazırlanması

0.01 M 'lik bir demir klorür çözeltisi 100 mL deiyonize su içerisinde çözündürülmüştür. Daha sonra homojen bir çözelti elde etmek için karışım manyetik bir karıştırıcıda 25 °C 'de 10 dakika karıştırılmıştır. Manyetit nanopartiküllerinin ilk oluşumunu gösteren koyu kahverengimsi bir renk elde etmek için yavaş yavaş 5 mL ebegümeçi bitki ekstraktı ilave edilmiş ve çözelti manyetik bir karıştırıcıda 80 °C 'de belirgin renk değişimi olana kadar (yaklaşık 20 dakika) karıştırılmıştır. pH:11 olana kadar 0.1 M NaOH ilave edilmiş ve 80 °C 'de 10 dakika daha karıştırılmış ardından oda sıcaklığına soğutulmuştur.

Elde edilen çözelti, tüm safsızlıklarından uzaklaştırmak için 10.000 rpm'de 10 dakika santrifüjlenmiş üstte oluşan süpernatant çözeltisi atılmıştır. Nanopartiküller suda çözünen safsızlıklardan arındırılmak için en az 3 kez su ile yıkanarak santrifüjlenmiştir. Tüpün altında toplanan kahverengi  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikülleri bir saat camında toplanmış ve gece boyunca etüvde 70 °C 'de kurutulmuştur. Kurutulmuş koyu kahverengi renkli  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküller, buharlaşabilir safsızlıklardan uzaklaştırmak için 300 °C 'de fırında iki saat kalsine edilmiştir. Kalsine numuneler oda sıcaklığına soğutulmuş, toz haline getirilip daha sonra karakterizasyon yapılmak üzere saklanmıştır. Şekil 1'de  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinin hazırlanması şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 1. Nanopartiküllerin hazırlama şeması

### Antibakteriyel Çalışmalar

Antibakteri duyarlılığının saptanmasında en sık olarak kullanılan yöntem disk difüzyon testleridir. Kirby Bauer tarafından geliştirilmiş olan bu yöntem ucuz ve uygulaması basit olan bir yöntemdir. Bu işlem yapılırken, oluşacak zonların birbirine üzerine gelmemesi için diskler arasında 22 mm, petri kenarından ise 14 mm uzaklık olmasına dikkat edilir. Bu çalışmada nanopartiküllerin antimikrobiyal aktivitesi, Clinical Laboratory Institute standardına (Anonymous 2020, M100 | Performance Standards for Antimicrobial Sensceptibility Testing, 31th Edition, Clinical Laboratory) göre disk difüzyon yöntemi kullanılarak üç gram negatif ve üç gram pozitif bakteri üzerinde tanımlanmıştır <https://clsi.org/>.

$\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikülleri içeren diskler steril bir pens yardımıyla agar yüzeyine yerleştirilmiştir. Daha sonra besiyerler 18-24 saat süreyle 35°C 'de inkübe edilmiş ve oluşan inhibisyon zonları mm cinsinden ölçülmüştür. Deney üç kez tekrarlanmış ve ortalama değerler antibakteriyel aktivite için hesaplanmıştır.

## BULGULAR VE TARTIŞMA

### X-Işını Kırınımı

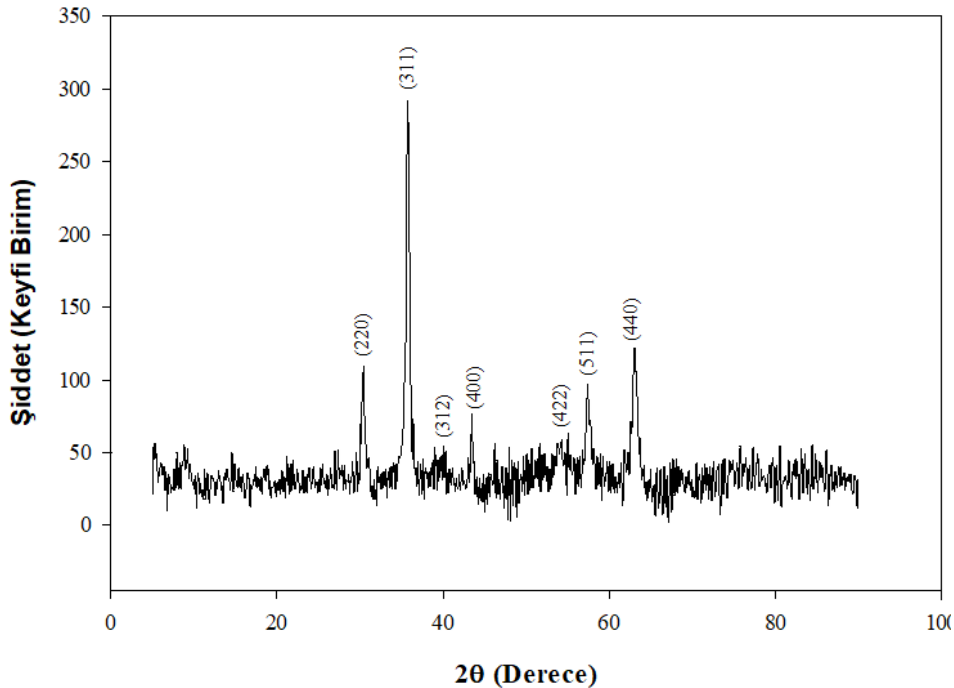
*M. parviflora* L (ebegümece), yaprakları ekstresi tarafından hazırlanan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinin XRD kırınım modeli Bragg kırınım değerleri ((2 2 0), (3 1 1), (3 1 2), (4 0 0), (5 1 1) ve (4 4 0)) Şekil 2’de gösterilmiştir. XRD analiz sonuçlarına göre oluşan piklerin, tetragonal yapıdaki Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerine ait olduğu ve örgü parametrelerinin a=8.339 Å ve c=8.322 Å olduğu ICDD kütüphanesine göre belirlenmiştir (ICDD card no: 03-065-0390).

XRD analizleri CuK<sub>α</sub> radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan X-Işınının dalga boyu 1.54059 Å’ dır. Elde edilen XRD difraktogramı, difraktometreye bağlı bilgisayarda bulunan Match programında ve ICDD (International Centre for Diffraction Data)’nın kütüphanesine göre yarı kantitatif olarak değerlendirilmiştir. Hazırlanan manyetit nanopartiküllerinin kristalit boyutu, Scherrer’in formülü ile aşağıdaki gibi hesaplanmıştır:

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

Burada, D = Ortalama kristalit boyutu, K = 0.94’e eşit bir sabit,  $\lambda$  = X-ışını radyasyonunun dalga boyu (0.144 nm),  $\beta$  = Tam genişlikte tepe noktasının maksimum yarısı (FWHM) (radyan cinsinden) ve  $2\theta$  = Bragg açısı (derece). Debye Scherrer formülüne göre hesaplanan ortalama tanecik boyutu yaklaşık 17,57 nm’ dir. Şekil 2’ de  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerine ait X-Işını difraktogramı, Miller indisleri (yönelim düzlemleri) ile birlikte verilmiştir.

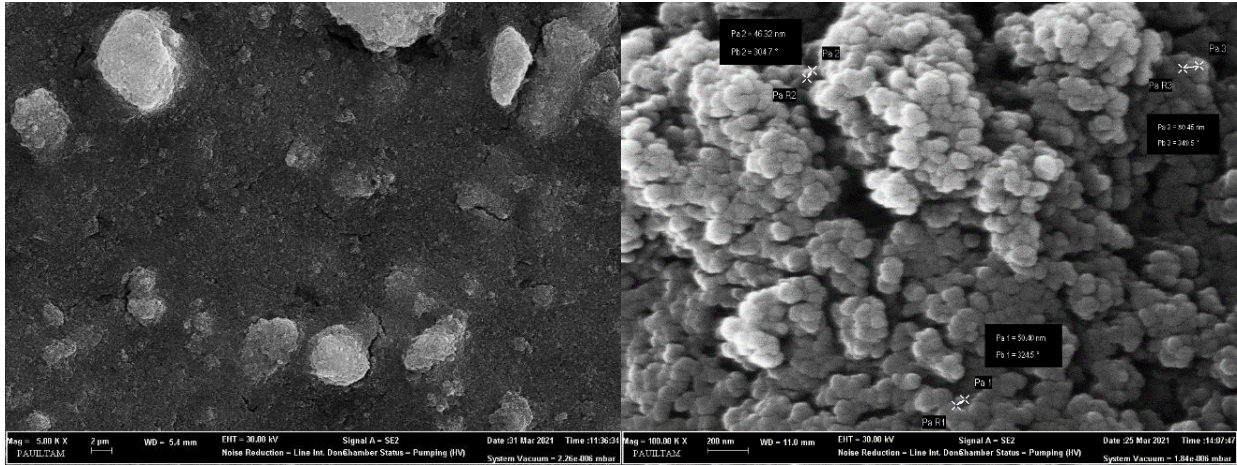
Daha yüksek yoğunluk, maghemit fazının ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) varlığını gösterir; bunun nedeni, ebegümece içinde bulunan polihidroksi fenol türevi olan malvidin ve hipolaetin-3-glukozid bileşiği ile ferrik (Fe<sup>3+</sup>) iyonlarının daha iyi şelatlaşması sonucunda  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikülün daha çok oluştuğu düşünülmektedir.



Şekil 2. Ebe gümecinden elde edilen nano  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bileşiğinin XRD grafiği

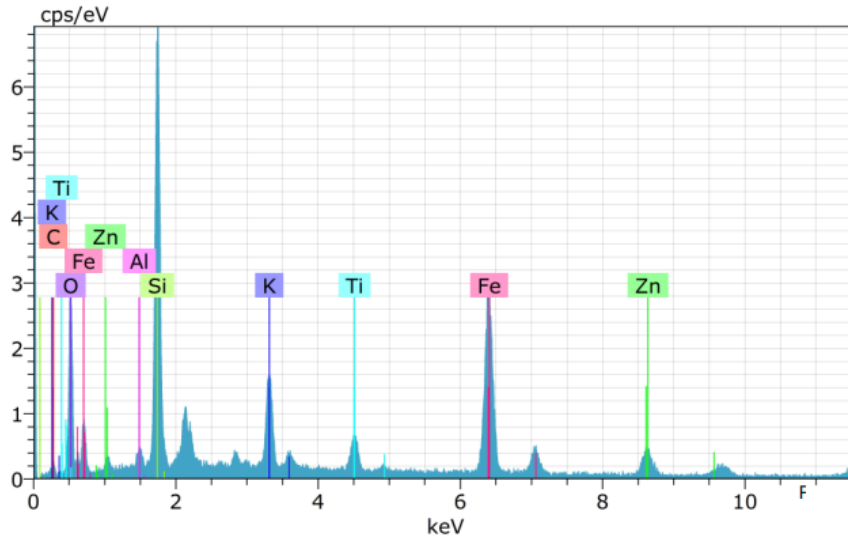
### Taramalı Elektron Mikroskobu

Hazırlanan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinin SEM analizi Şekil 3' de gösterilmektedir. SEM görüntüleri dikkatlice incelendiğinde, neredeyse aynı boyutlardaki kübik ve ortalama küresel manyetit nanopartiküller görebilmektedir. Hazırlanan manyetit nanopartiküllerinin ortalama partikül boyutunun yaklaşık 30 nm olduğu bulunmuştur.



Şekil 3.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Np'nin SEM görüntüsü

Biyoekestreler ile sentezlenen Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Np' lerin EDX analizi ile karakterizasyonu yapılmıştır. EDX sonuçlarına ait örnek Şekil 4' de verilmiştir.



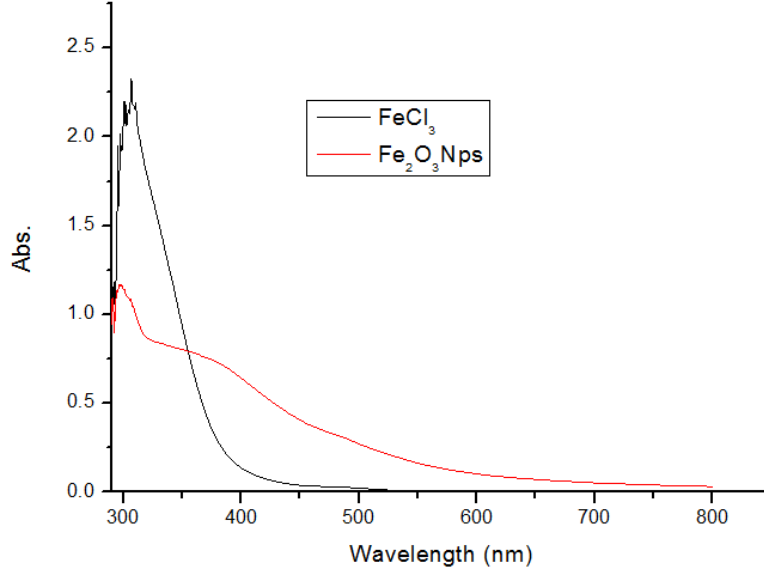
Şekil 4.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikül için EDX sonuçları

EDX analizi sonucunda 0.8 keV ve 6.5 keV civarında gelen güçlü pikler Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Np' lerin başarılı bir şekilde sentezlendiğini göstermiştir. EDX spektrumunda oksijene ait pikin gözlenmesi ve O pikinin şiddetinin 6.5 keV' daki Fe pikinin şiddetinin 3 katı olması ve bu iki pik arasında 2:3 oranının bulunması Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinin sentezlendiğini desteklemektedir.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Np'lere ait piklerin yanında biyoekestreden gelen C' a ait ve analizde Zn band kullanımından kaynaklı Zn' a ait pikler safsızlık olarak EDX spektrumundaki gözlenmiştir.

### Ebegümeçi Yaprak Ekstresi Kullanılarak Sentezlenen $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartilülün FTIR Analizi ve UV-Görünür spektroskopisi

$\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinin optik yapısını açıklamak için UV-Vis spektroskopisinden bilgi edinmek mümkündür. Hazırlanan nanopartiküller, homojen bir çözelti elde etmek için 10 dakika

süreyle bir ultrasonikatör kullanılarak deiyonize su içinde dağıtılmıştır. Şekil 5’ de görüldüğü gibi Fe<sup>3+</sup> çözeltisinin karakteristik absorpsiyon piki 300 nm dedir. 300 nm’deki pikin ise Fe(OH)<sup>2+</sup> veya Fe(OH)<sup>2+</sup> demirin sulu komplekslerine ait olduğu bilinmektedir. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Np’lerin UV-Vis spektrumlarındaki karakteristik absorpsiyon piki 377 nm dalga boyu aralığında gözlenmiştir.



Şekil 5. Yeşil sentezle elde edilen  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküle ait UV-Vis spektrumu

Hazırlanan manyetit nanopartiküllerinin bant aralığı enerjisi (E) aşağıdaki kullanılarak hesaplanmıştır.

$$E = h \cdot c / \lambda \quad (2)$$

E = Bandgap enerjisi

h = Plank sabiti =  $6.626 \times 10^{-34}$  Joule.sec

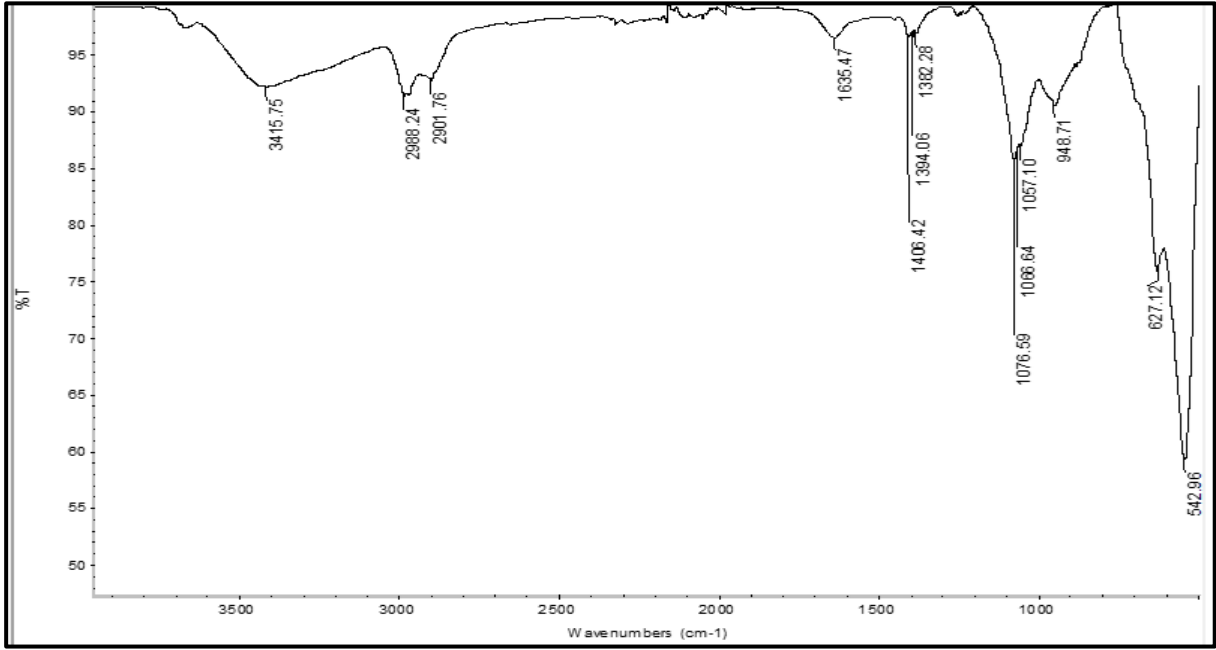
C = Işık hızı =  $3.0 \times 10^8$  metre / sn

$\lambda$  = Kesilmiş dalga boyu =  $377 \times 10^{-9}$  metre

\* Dönüşüm 1eV =  $1.6 \times 10^{-19}$  Joule

Manyetit nanopartiküllerin hesaplanan bant aralığı enerjisi 3.29 eV olarak bulunmuştur. Ghandoor ve ark. manyetit nanopartiküllerinin bant aralığını 3.64 olarak rapor etmişlerdir (Ghandoor ve ark., 2012). Hesaplanan bant aralığı değerlerimiz rapor edilen değerlerden daha düşüktür ve bu da bizim örneğimizin onlarınkinden daha iletken olduğunu doğrulamaktadır. Ayrıca elde edilen nanopartikülün dalga boyu daha uzun dalga boyuna doğru, yani 230'dan 340'a kırmızıya kayması bleşğin  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 'ten  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 'e faz dönüşümünü kanıtlamaktadır (Qingyi ve ark., 2015).

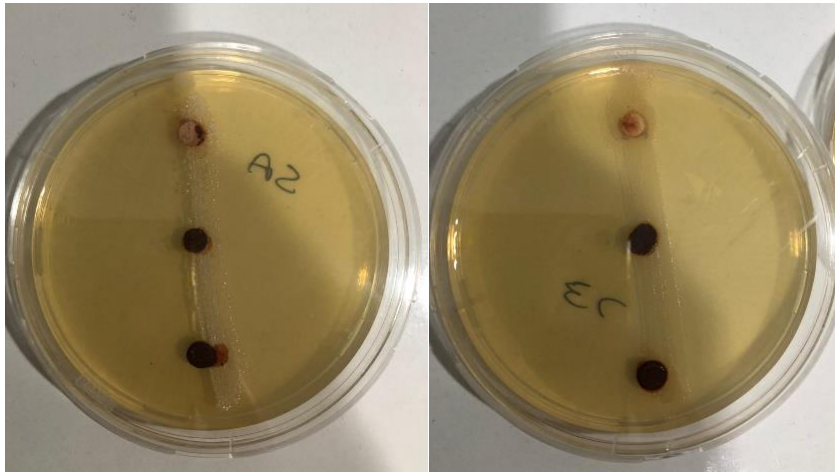
Demir oksit nanopartiküllerinin FTIR spektrumu Şekil 6 'da gösterilmektedir. Spektrumda gözlenen  $3415.75 \text{ cm}^{-1}$  deki güçlü pik hidroksil gruplarına,  $2988.24 \text{ cm}^{-1}$  deki pik C-H gruplarının ait titreşim hareketlerinin frekanslarını temsil etmektedir.  $1635.47 \text{ cm}^{-1}$  ve  $1394.06 \text{ cm}^{-1}$  deki pikler karbonil gruplarının (C=O) asimetric ve simetric gerilme titreşimlerinden kaynaklanmıştır. Bu piklerin büyük olasılıkla  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Np'lerin sentezinde kullanılan ebegümeçi ekstrenin içeriğindeki karbosilik asit gruplarından kaynaklandığı düşünülmektedir.  $1076.59 \text{ cm}^{-1}$  deki pikin ise ekstredeki protein bağlarına (C-O-C ve C-OH) aittir.  $627.12 \text{ cm}^{-1}$  ve  $542.96 \text{ cm}^{-1}$  deki bandların gözlenmesi Fe-O bağlarının oluştuğunu ve Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Np'lerin sentezlendiğini desteklemektedir.



Şekil 6.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikülüne ait FTIR analizi

### Antibakteriyel Çalışmalar

Biosentezle elde edilen manyetik nano partikülün antibakteriyel özellikleri incelenmiştir.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerin farklı boyutlarda (20nm, 30nm, 70nm) sentezi gerçekleştirilmiş, farklı konsantrasyonlarda Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 'ün dispersiyon çözeltileri hazırlanmış ayrıca değişik çözümler ( etil alkol, metil alkol, su) kullanılarak  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerin antibakteriyel özellikleri disk difüzyon tekniği kullanılarak incelenmiştir.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikülleri nanopartiküllerin boyutunun değişmesi, farklı konsantrasyonlarda nanopartiküllerin kullanılması, çözücünün değişmesi durumunda bile antibakteriyel etki göstermemiştir (Şekil 7). Deney sonucunda  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerin çalıştığımız bakteriler için immünomanyetik ayırma yaptığı sonucuna varılmıştır.



Şekil 7.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'in antibakteriyel çalışmaları

### SONUÇ

Bu çalışmada Ege bölgesinde yetişen şifalı bitkiler sınıfında yer alan *M. parviflora* L (ebegümece) bitkisini kullanılarak kolay, çevre dostu bitki aracılı biyolojik bir yöntemle demir oksit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nano partikülleri başarılı bir şekilde hazırlanmıştır. Çalışmamızda kullanılan ebegümece bitkisi nanopartiküllerin sentezinde hem indirgeme aracı hem de stabilizasyon aracı olarak işlev görmüştür,



bu nedenle hazırlanan nanopartiküllerde çok az topaklaşma (aglomerasyon) oluşmuş şekilde elde edilmiştir.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerin sentezlendiği UV-Vis, FTIR, SEM, XRD analizleri ile ispatlanmıştır. XRD analiz sonuçlarına göre hazırlanan maghemit nanopartiküller için oluşan piklerin, tetragonal yapıdaki  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerine ait olduğu ve örgü parametrelerinin a=8.339 Å ve c=8.322 Å olduğu ICDD kütüphanesine göre belirlenmiştir (ICDD card no: 03-065-0390), ayrıca Scherrer'in formülü ile hesaplanan kristal boyutu 17.57 nm olarak hesaplanmıştır. SEM çalışmaları, hazırlanan nanopartiküllerin topaklaşması (aglomerasyon) çok az küresel bir yapıda olduğunu göstermektedir. EDX analizi teorik ve deneysel olarak sitokiyometrik 2:3 demir ve oksijen oranlarını doğrulamıştır. Manyetit nanopartiküllerinin UV-Görünür spektroskopisi, 375 nm'de geniş bir yüzey plasmon rezonans absorpsiyon zirvesi göstermiştir.

Hazırlanan demir oksit nanopartiküller, 3.31 eV'lik bir bant aralığı sergilemiştir ki bu, bildirilen diğer değerlere kıyasla oldukça az ve dolayısıyla daha iletken olduğunu göstermektedir. Hazırlanan manyetit nanopartiküllerinin *Bacillus subtilis*, *Enterococcus faecalis*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella enteritidis*, *Staphylococcus aureus* bakteri şuşlarına karşı antibakteriyel aktivitesi araştırılmıştır.  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerin şartları (farklı boyutta, farklı konsantrasyonda ve farklı çözücülerde) değiştirilerek birçok çalışma yapılmasına rağmen bakteri şuşları üzerinde antibakteriyel özellik göstermediği gözlenmiştir. Demiroksit nanopartikülünün manyetik etkisinden dolayı bakterilerde antibakteriyel etki yapmadığı düşünülmüştür. Antibakteriyel çalışmaları sonucunda elde edilen veriler ışığında ilerleyen çalışmalarda iminogloblin üzerinde çalışmalar devam edecektir.

## TEŞEKKÜR

Katkılarından dolayı Prof. Dr. Ahmet Koluman hocama teşekkürü bir borç bilirim. Bu çalışma, Pamukkale Üniversitesi, BAP 2021HZDP014 kodlu proje ile desteklenmiştir.

## Çıkar Çatışması

Çıkar çatışması yoktur, yazarın kendi özgün çalışmasıdır.

## Yazar Katkısı

Tüm çalışma, yazarın kendisine aittir.

## KAYNAKLAR

- Ashaduzzaman M, Hossen Bhuiyan S, Miah MY, Shujit Chandra P, Das Aka T, Saha O, Rahaman M, Sharif JI, Habiba O, 2020. Green synthesis of iron oxide nanoparticle using *Carica papaya* leaf extract: application for photocatalytic degradation of remazol yellow RR dye and antibacterial activity. *Heliyon*, 6(8): 4603
- Baytop T, 1994. Türkçe Bitki Adları Sözlüğü. Atatürk Kültür, Dil ve Tarih Yüksek Kurumu, Türk Dil Kurumu Yayınları: 578, Türk Tarih Kurumu Basımevi. Ankara-Türkiye
- Benelli G, Lukehart CM, 2017. Applications of green-synthesized nanoparticles in pharmacology, parasitology and entomology. *Journal of Cluster Science*, 28(1): 1-2.
- Biswas PS, Debnath TK, Saha PK, Chowdury AV, Shaw U, 1999. Chemical and pharmacological evaluation of different Ayurvedic preparations of iron. *Journal of Ethnopharmacology*, 65: 149–156.
- Dale L, 2005. Synthesis, properties, and applications of iron nanoparticles. *Small Nano Micro*, 1: 482–501.

- Devi HS, Boda A, Ashraf Shah M, Parveen S, Wani AH, 2019. Green synthesis of iron oxide nanoparticles using *Platanus orientalis* leaf extract for antifungal activity. *Green Processing Synthesis*, 8: 38–45.
- Dülger B, Gönüz A, 2004. Antimicrobial activity of certain plants used in Turkish traditional medicine. *Asian Journal Plant Science*, 3: 104-107.
- Fenercioğlu ET, Tuzlacı E, 1998. Şile (İstanbul) yöresinde geleneksel halk ilacı olarak kullanılan bitkileri, *Proceedings of XIIth International Symposium on Plant Originated Crude Drugs*, Ankara, Mayıs, 1998: 243-248.
- Fernandez-Remolar DC, 2014. Iron oxides, hydroxides and oxy-hydroxides. *Encyclopedia of Astrobiology*, pp. 1268-1270, France.
- Ghandoor HE, Zidan HM, Khalil MH, Ismail MIM, 2012. Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Nanoparticles. *International Journal of Electrochemical Science*, 7:5734-45.
- Gunalan S, Sivaraj R, Rajendran V, 2012. Green synthesized ZnO nanoparticles against bacterial and fungal pathogens. *Progress in Natural Science*, 22 (6): 693-700.
- Hu JS, Zhong LS, Song WG, Wan LJ, 2008. Synthesis of hierarchically structured metal oxides and their application in heavy metal ion removal. *Advanced Materials*, 20: 2977–2982.
- Khadeeja P, Banse V, Ledwani L, 2016. Green synthesis of nanoparticles: their advantages and disadvantages. *AIP Conference Proceedings*. 1724: 020048.
- Kharissova OV, Dias HR, Kharisov BI, Pérez BO, Pérez VMJ, 2013. The greener synthesis of nanoparticles. *Trends in Biotechnology*, 31(4): 240-248.
- Li L, Jiang W, Luo K, Song H, Lan F, Wu Y, GZ, 2013. Superparamagnetic iron oxide nanoparticles as MRI contrast agents for non-invasive stem cell labeling and tracking. *Theranostics*, 3(8): 595.
- Lu J, Jiao X, Chen D, Gu W, 2009. Solvothermal Synthesis and Characterization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoplates. *Journal of Physical Chemistry C*, 113: 4012–4017.
- Mittal AK, Chisti Y, Banerjee UC, 2013. Synthesis of metallic nanoparticles using plant extracts. *Biotechnology Advances*, 31 (2): 346–356.
- Pyle BH, Broadaway SC, Mcfeters GA, 1999. Sensitive detection of *Escherichia coli* O157:H7 in food and water by immunomagnetic separation and 76 solid-phase laser cytometry. *Applied and Environmental Microbiology*, 65(5): 1966- 1972.
- Qingyi Z, Bai J, Li J, Xia L, Huang K, Li X, Zhou BA, 2015. Novel Insitu preparation method for nanostructured  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films from electrodeposited Fe films for efficient photoelectrocatalytic water splitting and the degradation of organic pollutants. *Journal of Materials Chemistry A*, 3: 4345– 4353.
- Salam HA, Rajiv P, Kamaraj M, Jagadeeswaran P, Gunalan S, Sivaraj R, 2012. Plants: green route for nanoparticle synthesis. *International Research Journal of Biological Science*, 1: 85–90.
- Singh K, Ohlan A, Kotnala RK, Bakhshi AK, Dhawan SK, 2008. Dielectric and magnetic properties of conducting ferromagnetic composite of polyaniline with gamma-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles. *Material Chemistry Physics*, 112: 651–658.
- Xinming Q, 2000. Nanomagnetism and magnetic nanoparticles for biomedical application. *Journal Nano Research*, 2: 191–198.