



2020 - 2021

Atatürk University İspir Hamza Polat Vocational School
Atatürk Üniversitesi İspir Hamza Polat Meslek Yüksekokulu
THE WORLD OF BIOMEDICAL TECHNOLOGY
BİYOMEDİKAL TEKNOLOJİ DÜNYASI

Aralık-December

Cilt/Volume 01

Sayı/Issue 01

Editor-in-Chief
Asst. Prof. Sevda SARITAŞ



WBTECH

Volume 1 Issue 1 2021

Publisher : Ataturk University
Address : Ispir Hamza Polat Vocational College, Atatürk University, Erzurum, Turkey

Phone : +90 4424515039
Fax : +90 4424512959
E-mail : worldbiomedtech@atauni.edu.tr
sevda.saritas@atauni.edu.tr

Cover Design: Murat Suna

Frequency : 2 issues per year (June, December)
Website : <http://bilimseldergiler.atauni.edu.tr/system/worlbiomedtech>

Editor-in-Chief

Asst. Prof. Sevda SARITAŞ Department of Electric Power Generation, Transmission and Distribution,
İspir Hamza Polat Vocational College, Atattürk University,Erzurum, Turkey, Phone: +904424515039
sevda.saritas@atauni.edu.tr

Associate Editors

Asst. Prof. Haluk Kemal NARMANLIOĞLU İspir Hamza Polat Vocational School, Department of Plant Protection, Atatürk University Erzurum, Turkey, knarmanli@atauni.edu.tr

Asst. Prof. Tuba ÇAKICI İspir Hamza Polat Vocational School, Department of Electricity and Energy , Atatürk University, Erzurum, Turkey, tuba.cakici@atauni.edu.tr

Asst. Prof. Semra Çiçek Faculty of Agriculture, Department of Animal Biotechnology, Atatürk University Erzurum, 25240, Erzurum, Turkey, semra.cicek@atauni.edu.tr

Asst. Prof. Ali Atasever İspir Hamza Polat Vocational School, Department of Biochemistry, Atatürk University, aliatasever@atauni.edu.tr

Asst. Prof. Aytac Levet İspir Hamza Polat Vocational School, Department of Electricity and Energy , Atatürk University Erzurum, Turkey, aytaclevet@atauni.edu.tr

Assoc. Prof. Mine Uğurlu Science Faculty, Department of Physics, Atatürk University, Erzurum, 25240, Erzurum, Turkey, ugurlumine25@gmail.com

Asst. Prof. Günay Merhan Muğlu Hınıs Vocational School, Department of Medical Services and Techniques, Atatürk University, Erzurum, Turkey, gunay.merhan@atauni.edu.tr

Table of Contents

Research Article

Effects of Ferulic Acid on Human Serum Paraoxonase Enzyme Purified by Three Phase Partitioning

Semra Çiçek / Pages: 1-7

<http://bilimseldergiler.atauni.edu.tr/system/worlbiomedtech/article/view/121/1-1-2021-1-7>

The Effect of Annealing Temperature on Al Doped Fe₂O₃ Thin Films Grown by Sputtering Technique

Erdal Turgut / Pages:8-10

<http://bilimseldergiler.atauni.edu.tr/system/worlbiomedtech/article/view/228/1-1-2021-8-10>

Transmission Electron Microscope (TEM)

Zeynep Orhan/Pages:11-14

<http://bilimseldergiler.atauni.edu.tr/system/worlbiomedtech/article/view/111/1-1-2021-11-14>

Raman Spectroscopy and Its Applications

Yılmaz Şahin / Pages: 15-18

<http://bilimseldergiler.atauni.edu.tr/system/worlbiomedtech/article/view/131/1-1-2021-15-18>

Determination of Structural Properties of Fe₂O₃ Compound

Sevda Sarıtaş / Pages : 19-21

<http://bilimseldergiler.atauni.edu.tr/system/worlbiomedtech/article/view/109/1-1-2021-19-21>



EFFECTS OF FERULIC ACID ON HUMAN SERUM PARAOXONASE ENZYME PURIFIED BY THREE PHASE PARTITIONING Semra Çiçek*1

*1 Department of Animal Biotechnology, Faculty of Agriculture, Atatürk University, Erzurum, Turkey.

(Alınış / Received: 31.09.2021, Kabul / Accepted: 02.10.2021, Online Yayınlanma / Published Online: 21.12.2021)

*Corresponding Author: semra.cicek@atauni.edu.tr (S. ÇİÇEK) (ORCID:
<http://orcid.org/0000-0002-2927-2793>)

Keywords

Paraoxonase 1,
Three-Phase Partitioning Method;
Ferulic Acid

Abstract: Human serum paraoxonase 1 (PON1) is a enzyme which inhibits macrophage cholesterol biosynthesis, metabolizes peroxides of cholesterol esters and reduces cholesterol efflux into macrophages. Therefore, it is speculated to play a role in several human diseases including diabetes mellitus and atherosclerosis. In

this study, paraoxonase enzyme was first purified from human serum with three-phase partitioning method (TPP), also kinetic, characterization studies, and effects of ferulic acid were carried out. TPP purification process was performed in three stages. In first stage, PON1 was exposed to 60-80% ammonium sulfate precipitation, in the second stage, 1,0:0,5 ratio of human serum/ t-butanol and 20% ammonium sulfate saturation were used. In the third stage, the second TPP stage made over the intermediate, PON1 enzyme was purified from human serum with 49,87% recovery and 182,66 purification fold using constant ratio of human serum:t-butanol. In studies of the purified enzyme for kinetic properties, optimum pH, stable pH, optimum temperature, stable temperature were determined as 8,1, 7,0, 37°C, 20°C, respectively. Molecular weight of enzyme was found to be 45 kDa from Sodium Dodecyl Sulfate Polyacrylamide Gel Electrophoresis (SDS-PAGE). In addition, the inhibition effects of ferulic acid on the purified PON1 enzyme were investigated and Lineweaver Burk plots were obtained.

FERULİK ASİDİN ÜÇ FAZLI AYRIŞTIRMA İLE SAFLAŞTIRILMIŞ İNSAN SERUM PARAOKSONAZ ENZİM ÜZERİNE ETKİLERİ

Anahtar Kelimeler

Paraoksonaz 1,
Üç fazlı ayırıştırma Yöntemi,
Ferulik asit

Özet: İnsan serum paraoksonaz 1 (PON1), makrofaj kolesterol biyosentezini inhibe eden, kolesterol esterlerinin peroksitlerini metabolize eden ve makrofajlara kolesterol akışını azaltan bir enzimdir. Bu nedenle, şeker hastalığı ve damar sertliği dahil olmak üzere birçok insan hastalığında rol oynadığı tahmin edilmektedir. Bu çalışmada paraoksonaz enzimi ilk kez insan serumundan üç fazlı ayırıştırma ile (TPP) saflaştırılmıştır, ayrıca kinetik karakterizasyon çalışmaları ve ferulik asidin etkileri çalışılmıştır. TPP saflaştırma prosesi, üç aşamada gerçekleştirilmiştir. Birinci aşamada PON1 %60-80 amonyum sülfat çökmesine maruz bırakılmış, ikinci aşamada 1,0:0,5 oranında insan serumu/t-bütanol ve %20 amonyum sülfat doygunluğu kullanılmıştır. Ara ürün üzerinden yapılan ikinci TPP aşaması olan üçüncü aşamada, PON1 enzimi sabit insan serumu:t-butanol oranı kullanılarak insan serumundan %49,87 geri kazanım ve 182,66 kat saflaştırma ile elde edilmiştir. Saflaştırılan enzimin kinetik özellikleri için yapılan çalışmalarda optimum pH, stabil pH, optimum sıcaklık, stabil sıcaklık sırasıyla 8,1, 7,0, 37°C, 20°C olarak belirlenmiştir. Sodyum Dodesil Sülfat Poliakrilamid Jel Elektroferezinden (SDS-PAGE) enzimin moleküler ağırlığı 45 kDa olarak bulunmuştur. Ayrıca, ferulik

1. Introduction

Paraoxonase (PON) is a calcium-dependent serum esterase, a member of the polygene family with PON1, PON2 and PON3, having both arylesterase (E.C. 3.1.1.2) and paraoxonase (E.C.3.1.8.1) activity. PON1 has a molecular weight of 43-45 kDa and is circulated bound to HDL [1]. The isoelectric point of PON1 is 5.1. PON1 enzyme has paraoxonase activity that provides hydrolysis of paraoxon, arylesterase activity that provides hydrolysis of phenylacetate, and lactonase activity that provides hydrolysis of lactones [2-4].

It is known that paraoxonase plays an important role in the prevention of atherosclerosis and drug metabolism in recent years [5-6]. Paraoxonase has a protective effect against atherosclerosis by both preventing the oxidation of LDL and HDL lipids and metabolizing lipid peroxides thanks to its lactonase activity [7-8]. It has been determined that PON1 enzyme level and activity decrease in cardiovascular diseases, hypercholesterolemia patients, elderly people, obesity, menopause, diabetes, Parkinson's disease and kidney failure [9-11].

Precipitation, chromatographic methods, dialysis and filtration methods are prominent as enzyme purification methods. However, these methods include processes with many steps, loss of time, difficulty in implementation, and loss of high efficiency. Three-phase partitioning (TPP) is an easy-to-use method that has come to the fore in recent years for the purification of proteins. With TPP, it is possible to perform bioseparation of two or more compounds by single-step extraction. Taking advantage of the different physicochemical properties of the three liquid layers, the separation of these systems with a single extraction is one of the benefits of this system. TPP method is a technique that can use salting out, isoionic precipitation, precipitation with co-solvent, osmolytic precipitation and cosmotropic precipitation techniques together. In TPP, t-butanol is used to precipitate proteins, form triple-phase layers and remove lipids, phenolic compounds, and some detergents [12-17].

2.1. Materials

Human blood serum was obtained from Atatürk University Research Hospital Biochemistry Laboratory, Erzurum, Turkey. Ammonium sulfate, t-butanol, coomassie Brilliant Blue R-250 and other chemicals, reagents were purchased from Sigma Chem. Co.

2.2. Determination of paraoxonase

500 μ L substrate (1 mM paraoxon), 400 μ L buffer (50 mM Tris/HCl buffer containing 1 mM CaCl₂ pH 8.0) and 100 μ L purified enzyme were taken a test tube (molar extinction coefficient ϵ : 18,000 M⁻¹ cm⁻¹, pH 8.0). The reaction was incubated at 37°C for 15 min. Then, it was measured spectrophotometrically at 412 nm. Measuring the activity is based on absorbance of paranitrophenol as a result of the reaction between paraoxon and PON1. The enzyme unit of paraoxonase is the quantity of micromoles of the paraoxon hydrolyzed per min. Pure water was used as blank [18-19].

2.3. Protein Concentration

Concentration of protein was determined by Bradford method using Coomassie brilliant blue G-250 dye as reagent by measuring the absorbance at 595 nm at room temperature. 5 mL Coomassie brilliant solution and 10 μ L purified enzyme were taken a test tube, after vortex and incubation 25 °C for 10 min, it was measured spectrophotometrically at 595 nm. Pure water was used as blank [20].

2.4. Three-Phase Partitioning (TPP)

2.4.1. Effect of t-butanol

TPP experiments were performed by applying various t-butanol ratios (human blood serum: t-butanol; 1.0:0.5, 1.0:1.0, 1.0:1.5, 1.0:2.0) with a constant ammonium sulfate saturation at 20% (w/v). The mixture was mixed in magnetic stirrer for 30 min at room temperature. Then, it was centrifuged at 5000 rpm for 10 min at +4°C to facilitate the separation of phases. The bottom phase and the interfacial phase were separately collected and dialyzed against 50 mM Tris/HCl buffer containing 1 mM CaCl₂ pH 8.0 for 3 hours (Figure 1). Each of phases was analyzed for enzyme activity and protein content. The experimental conditions at which the highest enzyme activity observed were selected for the further experiments [21].

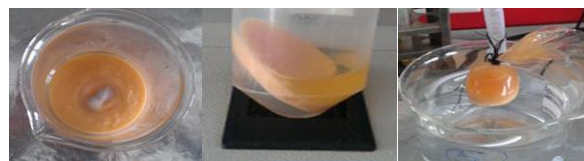


Figure 1. Steps of purification of paraoxonase by TPP

2.4.2. Effect of Ammonium Sulfate Saturation

The effects of different ammonium sulfate saturations (20, 40, 60, 80%) (w/v) were performed at the best recovery activity crude enzyme: t-butanol

ratio is obtained first step in TPP. The interfacial phase were collected and dialyzed against 50 mM Tris/HCl buffer containing 1 mM CaCl₂ pH 8.0 for 3 hours. Each of phases was analyzed for enzyme activity and protein content. The experimental conditions at which the highest enzyme activity observed were selected for the further experiments [21].

2.4.3. Optimization of TPP conditions

For the second step of TPP, the highest activity recovery of aqueous phase from the first step was used for optimization of TPP conditions. Selected phase wasn't dialyzed. t-butanol in ratio of 1.0:0.5 was added, then saturated with different ammonium sulfate to final concentration of 25, 30, 35, 40, 45, 50%. The enzyme recovery and protein content of phases were analyzed as previously mentioned [21].

2.5. SDS-PAGE

Molecular weight of purified paraoxonase (PON1) was determined by discontinuous SDS-PAGE according to the method of Laemmli on a Biorad Mini Protean electrophoresis [22]. Electrophoresis was performed at 100 mV-160 mV for 5 hours in 3% upsetting gel and 10% separating gel. For each lane 40 µL enzyme was applied. The gel was stained Coomassie Brilliant Blue R-250 for 45 min then destained by 30% methanol and 10% acetic acid for 2 hours [23].

2.6. Kinetic Studies

In order to determine the optimum pH value of the PON1 enzyme, the enzyme was kept in a water bath at 37°C for 15 minutes in appropriate buffers for different pH values (Acetate buffer (10 mM) for values of pH 3.0, 4.0, 5.0; Tris/HCl buffer (10 mM) for

values of pH 6.0, 7.0, 8.0; Glycine buffer (10 mM) was used for values of pH 9.0, 10.0.), and then its activity was determined spectrophotometrically at 279 nm [24].

To determine the stable pH of the enzyme, using the corresponding buffers given in the above paragraph at varying pH values (3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0) The prepared samples were stored at +4°C for 7 days. Samples were prepared using 500 µL of buffer used for the relevant pH value and 500 µL of enzyme. 100 µL of these samples, which were prepared in the same time zone for each day, was taken and 1.4 mL of substrate was added. Then, after 15 minutes in a 37°C water bath, spectrophotometric measurements were made at 279 nm [24].

In order to determine the optimum and stable temperature value of the enzyme, the prepared samples were kept at different temperatures (10°C, 20°C, 30°C, 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C, 90°C) for 15

minutes and 1 hour, respectively, and then the activity was determined at 279 nm. Samples were prepared to contain 100 µL of buffer + enzyme and

1.4 mL of substrate. Pure water was used as the blank [24].

2.7. In vitro Study for Ferulic Acid

10 mM, 50 mL stock solutions of ferulic acid were prepared. Samples were prepared Using 50 µL of enzyme and varying amounts of ferulic acid, 500 µL of 10 mM Tris/HCl buffer (pH 8.0) containing 1 mM CaCl₂, 300 µL of paraoxane solution dissolved in 2.5 mL acetone and prepared at a concentration of 3 mM with a final volume of 1 mL. Spectrophotometric activity was determined at 412 nm using paraoxane substrate in the samples, which were kept in a water bath at 37°C for 15 minutes.

Based on the measurements taken, % Activity-[I] plots for ferulic acid were obtained and IC₅₀ values were calculated using the curve equations. In order to determine the K_i values of these compounds, 3 different inhibitor concentrations were determined by using the concentration of the compounds that halved the purified PON1 enzyme activity. Stock solutions of the related compounds were prepared at these three different concentrations. Samples were prepared using 500 µL of 10 mM Tris/HCl buffer (pH 8.0), 50 µL of enzyme, varying values (50 µL, 90 µL, 140 µL, 190 µL, 230 µL) of 3 mM paraoxane, varying amounts of distilled water and antioxidant compounds (Final volume is 1 mL). Afterwards, the samples were kept in a water bath at 37°C for 15 minutes and measured spectrophotometrically at 412 nm. Lineweaver-Burk graphs were drawn for inhibitors with the obtained data [25].

3. Results and Discussions

3.1. Results of Paraoxonase Enzyme Purification Steps

According to the volume of human serum used in the purification of the paraoxonase enzyme, n-butanol was used at the ratios of 1.0:0.5, 1.0:1.0, 1.0:1.5, 1.0:2.0. In the activity measurements, the ratio of n-butanol giving the maximum activity value (51.89) for the paraoxonase enzyme was 1.0:0.5 as seen in Figure 2.

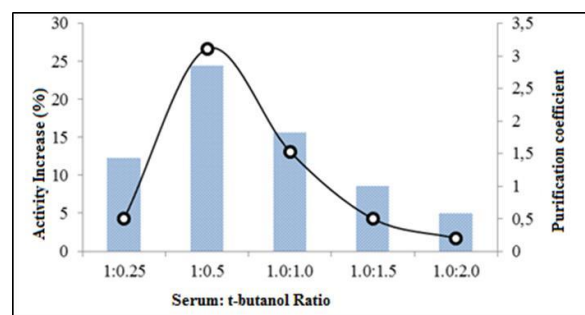


Figure 2. n-butanol optimization in PON1 enzyme purification studies

In ammonium sulphate optimization studies, 20% ammonium sulphate rate was determined as the most appropriate rate (Figure 3). The sample with 20% ammonium sulphate rate was again subjected to the 2nd ammonium sulphate

optimization. Here, the best activity gain was obtained at 25% ammonium sulfate saturation (Figure 4).

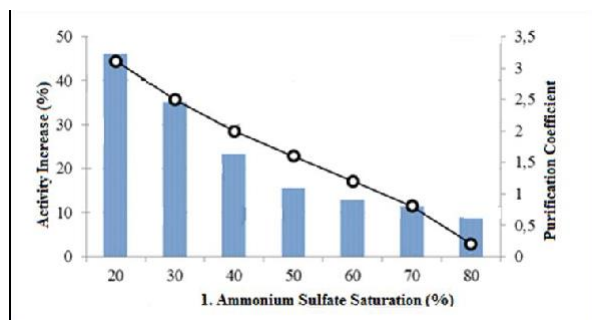


Figure 3. 1. Ammonium sulfate optimization in PON1 enzyme purification studies

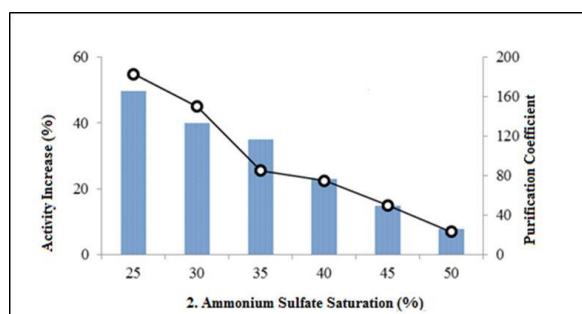


Figure 4. 2. Ammonium sulfate optimization in PON1 enzyme purification studies

In the purification stages of the paraoxonase enzyme with TPP, both activity and protein determination were made. With the data obtained as a result of the measurements, parameters such as activity, total activity, specific activity, purification coefficient, % yield were calculated. Calculated parameters of PON1 purified with TPP were given in the Table 1.4.

Table 1. Purification and yield profile of human serum PON1 purified by TPP

Steps	Volume (mL)	Activity (EU/)	Total Activity (EU/mL)	%
Serum	50	821,42	$4,11 \cdot 10^4$	----
A. Sulphate (%60-80)	15	1216,22	$1,82 \cdot 10^4$	24,42
1.TPP	15	1266,69	$1,9 \cdot 10^4$	46,23
2.TPP	15	1368,63	$2,05 \cdot 10^4$	49,87

Steps	Specific Activity (EU/mL)	Protein (mg protein / mL)	Purification Coefficient
Serum	0,088	$9,32 \cdot 10^3$	----
A. Sulphate (%60-80)	2,85	427	2,53
1.TPP	7,24	175	3,11
2.TPP	575,8	2,377	182,66

PON1 enzyme was purified from human serum from 60-80% by ammonium sulfate precipitation and

hydrophobic interaction chromatography methods [26]. In enzyme activity measurements made at 60- 80% ammonium sulfate precipitation, 83,588 U/mL activity, 1,504,58 U total activity, 0.0783 U/mg specific activity, 45.37% yield and 1.74 purification coefficient were obtained. By hydrophobic interaction chromatography, 131,404 U/mL activity, 394.21 U total activity, 11.76 U/mg specific activity, 11.89% yield and 150.19 purification coefficient were obtained. According to the results obtained in this study (see as Table 1), the purification method with the TPP method stands out as an advantage over other methods.

3.2. SDS-PAGE Image of Human Serum Paraoxonase Enzyme

In the purification studies for the PON1 enzyme from human serum, values between 43-45 kDa were found in molecular weight determination [27-30]. The molecular weight of the PON1 was determined as 40-45 kDa [31-32]. Our data related to molecular weight of the PON1 was determined as 45 kDa (Figure 5). These results support each other.

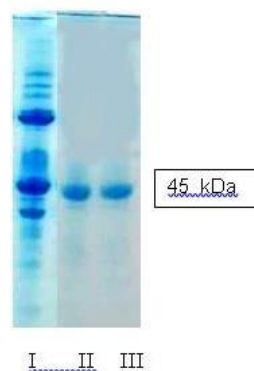


Figure 5. SDS-PAGE image of paraoxonase enzyme purified by TPP. I: standard protein myosin (200 kDa), β -galactosidase (125 kDa), bovine serum albumin (BSA) (66 kDa), ovalbumin (45 kDa), carbonic anhydrase (29 kDa), lysozyme (14.3 kDa) II and III purified PON1 enzyme 45 kDa.

3.4. Results of Kinetic Studies

According to the data obtained, graphs of optimum pH in Figure 6, optimum temperature in Figure 7, stable pH in Figure 8, and stable temperature in Figure 9 were given.

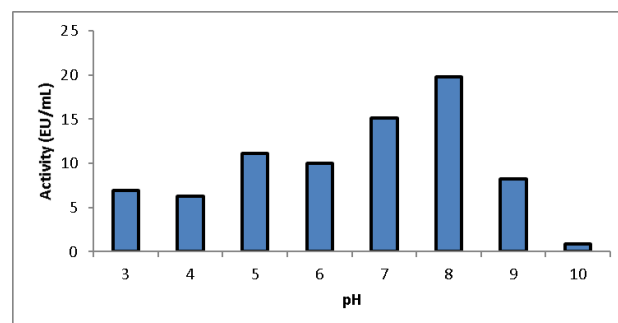


Figure 6. Optimum pH graph obtained in PON1 enzyme purification studies

According to the data obtained in optimum pH studies, the highest enzyme activity (19.8%) was obtained at pH 8.1. In a study conducted by Kanamori-Kataoka and Seto in 2009, they measured the activity at pH 8.0 [30]. In the study conducted by Sayın and Özensoy Güler (2015), bovine serum paraoxonase enzyme was purified and the variation of the activity with pH was investigated [33]. The highest % activity value for bovine serum paraoxonase enzyme at pH 8.0 was found in this study. In the study published by Demir et al. (2008), the optimum pH value of the PON1 enzyme purified from human serum was expressed as 8.0 [29]. However, in the study conducted by Aşkın et al. (2012), it was stated that this enzyme purified from beef liver has a high activity in the pH range of 7.0-7.5 and shows its maximum activity at pH 7.1 in this range [34].

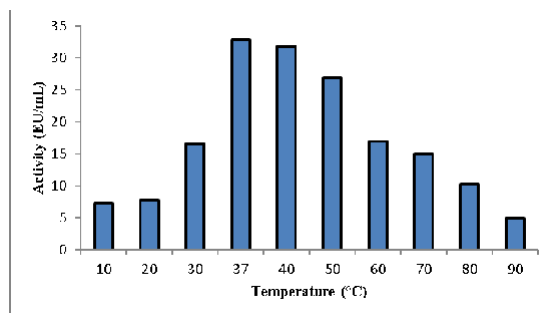


Figure 7. Optimum temperature graph obtained in PON1 enzyme purification studies

Rodrigo et al. (2001) made the highest paraoxonase enzyme activity measurements at pH 8.5 and 37°C. According to the data obtained from the optimum temperature studies of the purified enzyme, the highest activity value was obtained at 37°C with 32.81%. An activity measurement of 31.85% was made at 40°C, which is close to this value. However, at temperatures below and above these temperatures, significant decreases were observed in the % activity value of the enzyme. A decrease in activity is expected, as the enzyme is prone to denaturation with temperature due to its protein structure above 40°C [35]. In the study published by Aşkın et al. (2012), some kinetic properties of the paraoxonase enzyme were examined. In this study, the activity of the PON1 enzyme reached the highest value with an average absorbance of 2,228 at 37°C [34]. These values are in agreement with the data obtained in our study.

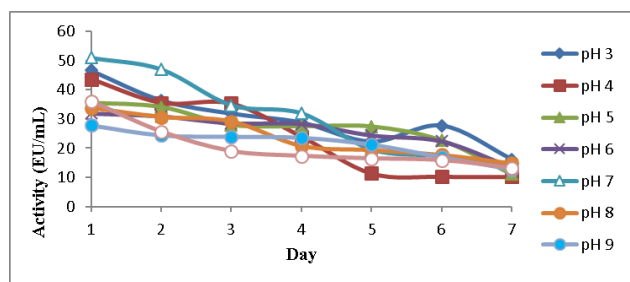


Figure 8. Stable pH graph obtained in PON1 enzyme purification studies

According to the data obtained in stable pH studies, enzyme activity decreased for 7 days compared to the first day at all ambient pHs. On the 1st day it was the pH 7.0 medium that gave the highest activity (50.94), while on the 7th day it was the pH 8.0 medium that gave the highest activity (14.79). The pH 7.0 medium was accepted as the stable pH value for the purified paraoxonase enzyme.

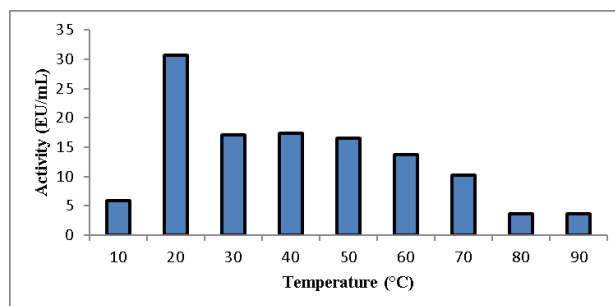


Figure 9. Stable temperature graph obtained in PON1 enzyme purification studies

In the stable temperature studies carried out for the purified enzyme, a temperature environment of 20°C was accepted as a stable temperature.

3.3. in vitro Study of Ferulic Acid on Purified Paraoxonase Enzyme

The graph used to determine the IC₅₀ values of ferulic acid was given in the Figure 10.

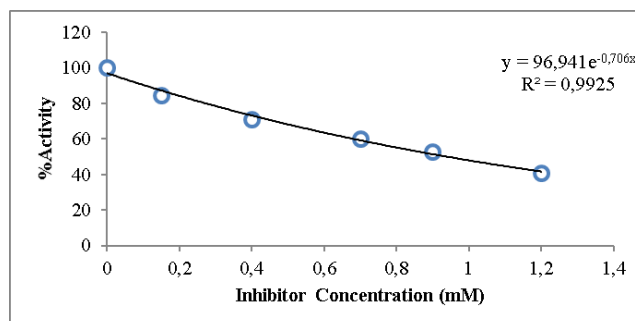


Figure 10. Effect of ferulic acid on human serum PON1 enzyme activity

Lineweaver-Burk graphs were drawn to determine the K_i values and inhibition type of the purified

human serum PON1 enzyme for ferulic acid substrates (Figure 11). K_i values and inhibition type were determined for the substrates by using these graphs [36]. In the calculation of K_i value, the

formula
$$v = \frac{v_0}{1 + \frac{[I]}{K_i}}$$
 was used in competitive

inhibition types, while the formula

$$v = \frac{v_0}{1 + \frac{[I]}{K_i}}$$
 was used in non-competitive

inhibition types.

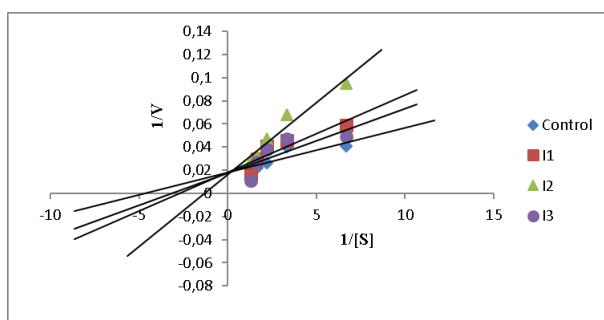


Figure 11. Lineweaver-Burk graph of ferulic acid for human serum PON1 enzyme

The IC_{50} value for ferulic acid was 0.938 mM, K_i values were 0.370, 0.770, 0.314, K_i mean value was 0.485, inhibition type was determined as competitive.

Conclusions

Using the TPP method, PON1 enzyme was purified from human serum in a short time and with higher efficiency, and the inhibition effect of ferulic acid was investigated. The activity recovery of the enzyme was found to be higher than the purification studies of the PON1 enzyme by some chromatographic methods. The fact that the purification steps are fast, cheap and can be done in three steps, especially besides the high activity gain, shows the potential of this process and has a great advantage for industrial-scale enzyme purification applications.

Conflict of Interest

The author declares that she has no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

References

[1] Précourt, L. P., Amre, D., Denis, M. C., Lavoie, J. C., Delvin, E., Seidman, E., & Levy, E. (2011). The three-gene paraoxonase family: physiologic roles, actions and regulation. *Atherosclerosis*, 214(1), 20-36.

[2] Draganov, D. I., Teiber, J. F., Speelman, A., Osawa, Y., Sunahara, R., & La Du, B. N. (2005). Human paraoxonases (PON1, PON2, and PON3) are lactonases with overlapping and distinct substrate specificities. *Journal of lipid research*, 46(6), 1239-

1247.

[3] Blaha-Nelson, D., Krüger, D. M., Szeler, K., Ben-David, M., & Kamerlin, S. C. L. (2017). Active site hydrophobicity and the convergent evolution of paraoxonase activity in structurally divergent

enzymes: the case of serum paraoxonase 1. *Journal of the American Chemical Society*, 139(3), 1155-1167.

[4] Shunmoogam, N., Naidoo, P., & Chilton, R. (2018). Paraoxonase (PON)-1: a brief overview on genetics, structure, polymorphisms and clinical relevance. *Vascular health and risk management*, 14, 137.

[5] Draganov, D. I., & La Du, B. N. (2004). Pharmacogenetics of paraoxonases: a brief review. *Naunyn-Schmiedeberg's archives of pharmacology*, 369(1), 78-88.

[6] Mackness, B., Davies, G. K., Turkie, W., Lee, E., Roberts, D. H., Hill, E., ... & Mackness, M. I. (2001). Paraoxonase status in coronary heart disease: are activity and concentration more important than genotype?. *Arteriosclerosis, thrombosis, and vascular biology*, 21(9), 1451-1457.

[7] Teiber, J. F., Draganov, D. I., & La Du, B. N. (2003). Lactonase and lactonizing activities of human serum paraoxonase (PON1) and rabbit serum PON3. *Biochemical pharmacology*, 66(6), 887-896.

[8] Deakin, S., Leviev, I., Gomaschi, M., Calabresi, L., Franceschini, G., & James, R. W. (2002). Enzymatically active paraoxonase-1 is located at the external membrane of producing cells and released by a high affinity, saturable, desorption mechanism. *Journal of Biological Chemistry*, 277(6), 4301-4308.

[9] Mackness, B., Durrington, P. N., & Mackness, M. I. (1998). Human serum paraoxonase. *General Pharmacology: The Vascular System*, 31(3), 329-336.

[10] Gugliucci, A., Kotani, K., & Kimura, S. (2012). Paraoxonase 1 in chronic kidney failure. *Journal of Lipids*, 2012.

[11] Ikeda, T., Obayashi, H., Hasegawa, G., Nakamura, N., Yoshikawa, T., Imamura, Y., ... & Kinoshita, S. (2001). Paraoxonase gene polymorphisms and plasma oxidized low-density lipoprotein level as possible risk factors for exudative age-related macular degeneration. *American journal of ophthalmology*, 132(2), 191-195.

- [12] Roy, I., & Gupta, M. N. (2002). Three-phase affinity partitioning of proteins. *Analytical Biochemistry*, 300(1), 11-14.
- [13] Narayan, A. V., Madhusudhan, M. C., & Raghavarao, K. S. M. S. (2008). Extraction and purification of Ipomoea peroxidase employing three- phase partitioning. *Applied biochemistry and biotechnology*, 151(2), 263-272.
- [14] Keskin, S. Y., & Büşra, K. A. T. (2013). İvertaz Enziminin Üçlü Faz Sistemi İle Saflaştırılması Ve Termal Kararlılığının İncelenmesi. *Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 17(2), 291-294.
- [15] Duman, Y., & Kaya, E. (2014). Purification and recovery of invertase from potato tubers (*Solanum tuberosum*) by three phase partitioning and determination of kinetic properties of purified enzyme. *Turkish Journal of Biochemistry/Türk Biyokimya Dergisi*, 39(4).
- [16] Sagu, S. T., Nso, E. J., Homann, T., Kapseu, C., & Rawel, H. M. (2015). Extraction and purification of beta-amylase from stems of *Abrus precatorius* by three phase partitioning. *Food chemistry*, 183, 144- 153.
- [17] Vetat, M. D., & Rathod, V. K. (2015). Three phase partitioning a novel technique for purification of peroxidase from orange peels (*Citrus sinenses*). *Food and Bioprocess Technology*, 94, 284-289.
- [18] Türkeş, C., Söyüt, H., & Beydemir, Ş. (2014). Effect of calcium channel blockers on paraoxonase-1 (PON1) activity and oxidative stress. *Pharmacological reports*, 66(1), 74-80.
- [19] Alim, Z., & Beydemir, Ş. (2016). Some anticancer agents act on human serum Paraoxonase-1 to reduce its activity. *Chemical biology & drug design*, 88(2), 188-196.
- [20] Bradford, M. M. (1976). A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical biochemistry*, 72(1-2), 248-254.
- [21] Özer, B., Akardere, E., Çelem, E. B., & Önal, S. (2010). Three-phase partitioning as a rapid and efficient method for purification of invertase from tomato. *Biochemical engineering journal*, 50(3), 110- 115.
- [22] Laemmli, U. K. (1970). Cleavage of structural proteins during the assembly of the head of bacteriophage T4. *nature*, 227(5259), 680-685.
- [23] Demir, Y., Işık, M., Gülçin, İ., & Beydemir, Ş. (2017). Phenolic compounds inhibit the aldose reductase enzyme from the sheep kidney. *Journal of biochemical and molecular toxicology*, 31(9), e21936.
- [24] Başkol, G., & Köseoğlu, K. (2004). Paraoxonase: biochemical features, functions and clinical importance. *Erciyes Medical Journal*, 26(2), 75-80.
- [25] Demira, N., & Nadaroğlu, H. (2011). An, In Vitro, Study of some Pesticides on the Activity of Human Serum Paraoxonase (PON1). *Jordan Journal of Chemistry Vol*, 6(4), 439-451.
- [26] Erzen, M., Basaran, I., Cakir, U., Aybey, A., & Sinan, S. (2012). In vitro inhibition effect of some dihydroxy coumarin compounds on purified human serum paraoxonase 1 (PON1). *Applied biochemistry and biotechnology*, 168(6), 1540-1548.
- [27] Sinan, S., Kockar, F., & Arslan, O. (2006). Novel purification strategy for human PON1 and inhibition of the activity by cephalosporin and aminoglikozide derived antibiotics. *Biochimie*, 88(5), 565-574.
- [28] Renault, F., Chabrière, E., Andrieu, J. P., Dublet, B., Masson, P., & Rochu, D. (2006). Tandem purification of two HDL-associated partner proteins in human plasma, paraoxonase (PON1) and phosphate binding protein (HPBP) using hydroxyapatite chromatography. *Journal of Chromatography B*, 836(1-2), 15-21.
- [29] Demir, N., Nadaroğlu, H., & Demir, Y. (2008). Purification of human serum paraoxonase and effect of acetylsalicylic acid on paraoxonase activity. *Pharmaceutical Biology*, 46(6), 393-399.
- [30] Kanamori-Kataoka, M., & Seto, Y. (2009). Paraoxonase activity against nerve gases measured by capillary electrophoresis and characterization of human serum paraoxonase (PON1) polymorphism in the coding region (Q192R). *Analytical biochemistry*, 385(1), 94-100.
- [31] Türkeş, C. (2019). A potential risk factor for paraoxonase 1: in silico and in-vitro analysis of the biological activity of proton-pump inhibitors. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 71(10), 1553-1564.
- [32] Işık, M., Beydemir, Ş., Demir, Y., Durgun, M., Türkeş, C., Nasır, A., ... & Akkuş, M. (2020). Benzenesulfonamide derivatives containing imine and amine groups: Inhibition on human paraoxonase and molecular docking studies. *International journal of biological macromolecules*, 146, 1111-1123.
- [33] Sayın, M., & Guler, O. O. (2015). Purification of bovine serum paraoxonase and its immobilization on Eupergit C 250 L by covalent attachment. *Journal of enzyme inhibition and medicinal chemistry*, 30(1), 69- 74.

[34] Aşkın, U., Karataş, F., Türköz, Y., & Aydın, S. (2012). Paraoksonaz-1 enziminin bazı kinetik özelliklerinin incelenmesi ve ghrelin hormonu ile ilişkisi.

[35] Rodrigo, L., Hernández, A. F., Lopez-Caballero, J. J., Gil, F., & Pla, A. (2001). Immunohistochemical evidence for the expression and induction of paraoxonase in rat liver, kidney, lung and brain tissue. Implications for its physiological role. *Chemico-biological interactions*, 137(2), 123- 137.

[36] Lineweaver, H., & Burk, D. (1934). The determination of enzyme dissociation constants. *Journal of the American chemical society*, 56(3), 658-666.



THE EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE ON AL DOPED Fe_2O_3 THIN FILMS GROWN BY SPUTTERING TECHNIQUE

Erdal Turgut ^{*1}

¹Aşkale Vocational School, Atatürk University, Department of Electrical Energy, 25240, Erzurum

(Alınış / Received: 19.09.2021, Kabul / Accepted: 19.10.2021, Online Yayınlanma / Published Online: 20.12.2021)

*Corresponding Author: erdal.turgut@atauni.edu.tr (E.TURGUT)
(ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-8747-545X>)

Keywords

Magnetron Sputtering
 $Fe_2O_3:Al$

Abstract: In this study, the structural and optical properties of the aluminum doped Fe_2O_3 thin film were investigated. XRD analyzes and absorption measurements were taken before and after annealing of $Fe_2O_3:Al$ film grown by FR Magnetron Sputtering method. The band gap energy ranges of the samples we obtained are about 1.87 eV before annealing, and XRD peaks were not observed in XRD analyses. As a result of the annealing of the same Al-doped samples at 560 degrees for 1 hour, the band gap was measured as approximately 2.18 eV, and at the same time, it was observed that in the XRD analyzes of the samples, peaks of various intensities occurred, with the most intense peak at 33.47 degrees.

SAÇTIRMA TEKNİĞİ İLE BÜYÜTÜLEN Al KATKILI Fe_2O_3 İNCE FİLMLEİ ÜZERİNDE TAVLAMA SICAKLIĞININ ETKİSİ

Anahtar Kelimeler

Magnetron Saçtırma
 $Fe_2O_3:Al$

Özet: Bu çalışmada alüminyum katkılı Fe_2O_3 ince filminin yapısal ve optik özellikleri araştırılmıştır. RF Magnetron Saçtırma (sputter) yöntemi ile büyütülen $Fe_2O_3:Al$ filminin tavlansmadan önce ve tavlandıktan sonra XRD analizleri ve soğurma ölçüleri alınmıştır. Elde ettiğimiz numunelerin yasak enerji aralıkları tavlansmadan önce yaklaşık 1.87 eV olup, XRD analizlerinde herhangi bir XRD piki gözlenmemiştir. Al katkılanmış aynı numunelerin, 560oC'de 1 saat tavlansması sonucunda yasak enerji aralıkları ise yaklaşık 2.18 eV olarak ölçülmüş ve aynı zamanda 560oC'de tavlama işlemine tabi tutulan numunelerin XRD analizlerinde ise en şiddetli pik 33.42 derecede olmak üzere çeşitli şiddetlerde piklerin meydana geldiği gözlenmiştir.

1. Giriş

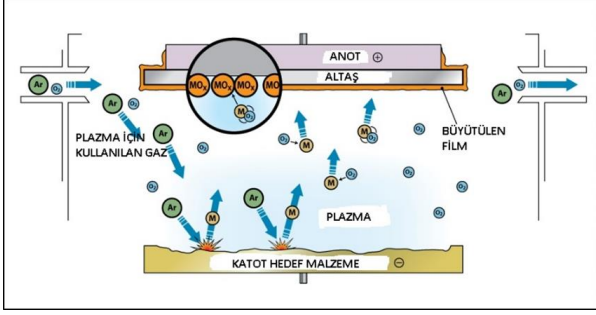
Elektronüğın temel yapı taşı olan yarıiletkenlerin; yapısal ve optik özelliklerinin incelenmesi, uygulama alanlarında daha iyi sonuçlar elde etmek için oldukça gereklidir. Özellikle yarıiletken malzemelerin yapısal özellikleri hakkında oldukça fazla bilgi sunan X Işını Kırınımı (XRD) spektrometresi bu açıdan önemlidir. XRD analizi ile, malzeme yapısı (kristal/amorf), kristalin malzemeler için kalitatif analizi, latis parametresinin hesaplanması, düzlemler arası mesafenin belirlenmesi, miller indislerinin

hesaplanması, kristal kafes yapısının belirlenmesi mümkündür. Ayrıca ince filmler hakkında optik özellikler açısından önemli bilgiler sunan ve yasak enerji aralığının belirlenmesinde soğurma ölçüleri büyük önem arz etmektedir. Bunun yanı sıra yarıiletken ince filmlerinin tavlansması, filmlerin daha iyi bir kristal yapı özelliği göstermesi açısından uygulanan yöntemlerden birisidir. Yapılan çeşitli çalışmalarda Al katkılı Fe_2O_3 yapısının geniş bir uygulama alanına sahip olduğu görülmektedir. Al katkı

Fe₂O₃ gaz sensörü, çeşitli yanıcı gazların düşük konsantrasyonlarının tespitinde yüksek bir gaz tepkisi ve hızlı cevap tepkisi sergilemektedir [1].

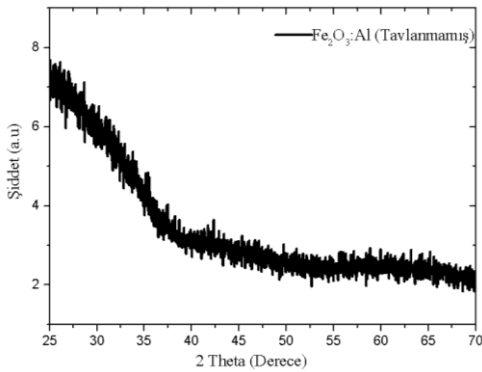
2. Materyal ve Yöntem

Al katkılı Fe₂O₃ yapısı çeşitli büyütme teknikleri [2-5] ile literatürde büyük bir çalışma alanı sunmuştur, bu çalışmalarda Magnetron Saçtırma (sputter) yöntemi ile büyütülen filmler mevcuttur [2]. Şekil 1'de RF Magnetron Saçtırma (sputter) yöntemi ile ince film büyütme tekniği gösterilmiştir

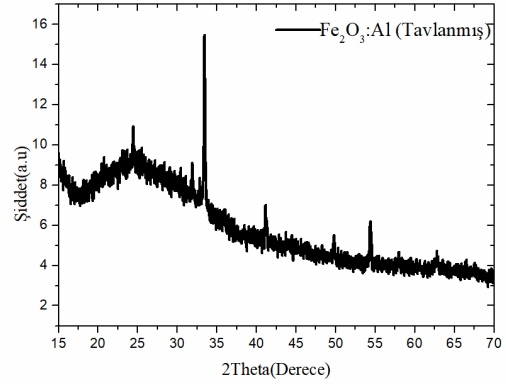


Şekil 1. Supetter (Saçtırma) Mekanizması (Inf.umich.edu)

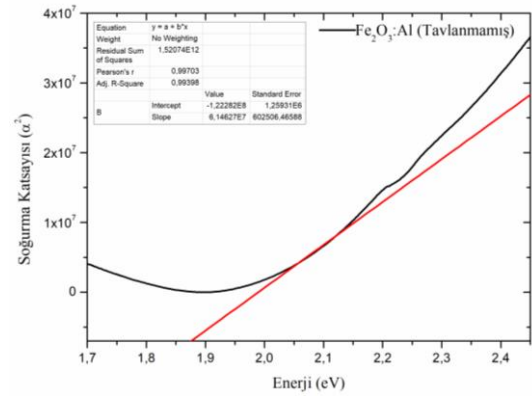
Elde ettiğimiz numunelerin yasak enerji aralıkları tavlandıktan önce yaklaşık 1.87 eV olup (Şekil.4), XRD analizlerinde herhangi bir XRD piki gözlenmemiştir (Şekil.2). Al katkılanmış aynı numunelerin, 560oC'de 1 saat tavlama sonucunda yasak enerji aralıkları ise yaklaşık 2.18 eV olarak ölçülmüş (Şekil.5) ve aynı zamanda 560oC'de tavlama işlemine tabi tutulan numunelerin XRD analizlerinde ise en şiddetli pik 33.42 derecede olmak üzere çeşitli şiddetlerde piklerin meydana geldiği gözlenmiştir (Şekil 3).



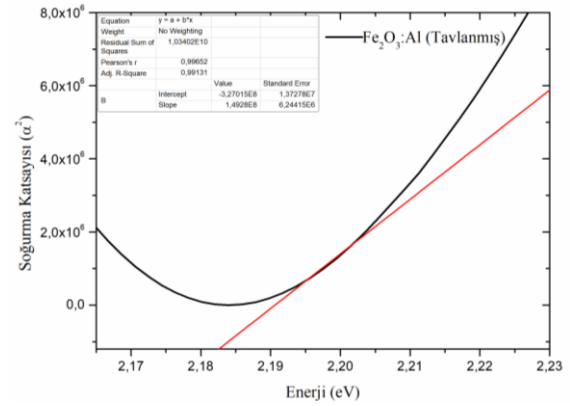
Şekil 2. Tavlansız Al:Fe₂O₃ Yarıiletken ince filmlerinin XRD Analizi



Şekil 3. Tavlansız Al:Fe₂O₃ Yarıiletken ince filmlerinin XRD Analizi



Şekil 4. Tavlansız Fe₂O₃:Al Yarıiletken ince filmlerinin Soğurma Grafiği



Şekil 5. Tavlansız Fe₂O₃:Al Yarıiletken ince filmlerinin Soğurma Grafiği

3. Sonuç ve Tartışma

Yaptığımız bu çalışmada görüldüğü gibi; katkı veya saf yarıiletken ince filmler üzerine ısı işleminin (tavlama) etkileri ortaya konulmuştur. Tavlama sonucunda elde edilen XRD analizleri sonucunda daha çok amorf yapıda olan ince filmlerde daha düzenli kristal bir yapı oluştuğu gözlenmiştir. Tavlama işlemine tabi tutulan Al katkılı Demir Oksit ince filmlerinin XRD analizlerinde 33.420'de şiddetli pikin meydana geldiği gözlenmiştir. Bunun yanı sıra

tavlama işlemleri uygulanmış olan ince filmlerin sođurma ölçöleri sonucunda yasak enerji aralıklarında da bir takım deđişiklikler meydana geldiđi görölmüştür. Üzerinde çalıştığımız Al katkılı demir oksit (Fe₂O₃) yarıiletkenlerinin yasak enerji aralıklarının, tavlama işlemleri sonrası yaklaşık 1.87 eV'tan 2.18 eV'a dođru genişlediđi sonucu ortaya çıkmıştır.

Çıkar çatışması

Yazar, bu makalede rapor edilen çalışmayı etkileyebilecek görönen hiçbir rekabet halindeki finansal çıkarları veya kişisel ilişkileri olmadığını beyan eder.

Teşekkür: Bu çalışma 8217 nolu proje ile Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) tarafından desteklenmiştir.

Kaynakça

[1] SI, S. F., YANG, S. L., & YAN, X. (2007). Preparation, Characterization and Gas Responsibilities of Al Doped α -Fe₂O₃ [J]. Chemical Journal of Chinese Universities, 11.

[2] Al-Kuhaili, M. F., Durrani, S. M. A., El-Said, A. S., & Heller, R. (2017). Enhancement of the refractive index of sputtered zinc oxide thin films through doping with Fe₂O₃. Journal of Alloys and Compounds, 690, 453-460.

[3] Cho, T. S., Yi, M. S., Noh, D. Y., Doh, S. J., & Je, J. H. (2007). Thickness dependence of the crystallization of α -Fe₂O₃/ α -Al₂O₃ (0001) thin films grown by sputtering. In Solid State Phenomena (Vol. 124, pp. 1213-1216). Trans Tech Publications Ltd.

[4] Doh, S. J., Je, J. H., & Cho, T. S. (2002). Role of interfacial crystallites in the crystallization of α -Fe₂O₃/ α -Al₂O₃ (0 0 0 1) thin films. Journal of crystal growth, 240(3-4), 355-362.

[5] Saritas, S., Kundakci, M., Coban, O., Tuzemen, S., & Yildirim, M. (2018). Ni: Fe₂O₃, Mg: Fe₂O₃ and Fe₂O₃ thin films gas sensor application. Physica B: Condensed Matter, 541, 14-18.



TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE (TEM)

Zeynep Orhan^{*1}

^{1*}Department of Physics, Science Faculty, Atatürk University, Atatürk University,Erzurum, Turkey

(Alınış / Received: 19.09.2021, Kabul / Accepted: 19.10.2021, Online Yayınlanma / Published Online: 20.12.2021)

*Corresponding Author: zeynep.orhan@atauni.edu.tr (Z.ORHAN)
(ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-2593-4307>)

Keywords

Electron Microscope,
Transmission Electron
Microscopy (TEM),
Inorganic and organic
material,
Electron,

Abstract: Transmission Electron Microscopy (TEM) is used for the simultaneous determination of micro/nano and crystal structure of inorganic and organic materials. Devices with lanthanum hexaboride (LaB6) electron gun operating under accelerating voltage in the range of 40-200 kV are particularly suitable for imaging biological, polymeric and nano-structured materials in high resolution (HR) or high contrast (HC) mode. The device can switch from search mode (viewing the on-screen camera) to high-quality, full-size image capture mode (main camera mode) with the push of a button, allowing quick snapshots of the selected area. Since the device can switch from high resolution mode to high contrast mode very quickly, it is suitable for versatile use and is suitable for examining and analyzing both materials and various biological samples.

GEÇİRİMLİ ELEKTRON MİKROSKOBU (TEM)

Anahtar Kelimeler

Elektron Mikroskobu,
Geçirimli Elektron
Mikroskobu (TEM),
İnorganik ve organik
Malzeme,
Elektron

Özet: Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) inorganik ve organik malzemelerin eş zamanlı mikro/nano ve kristal yapısının belirlenmesinde kullanılmaktadır. Lantan hekzaborür (LaB6) elektron tabancalı, 40-200 kV aralığında hızlandırıcı voltaj altında çalışan cihazlar özellikle biyolojik, polimerik ve nano yapıli malzemelerin yüksek çözünürlük (HR) ya da yüksek kontrast (HC) modunda görüntülenmesi için uygundur. Cihaz tek bir düğmeye basarak arama modundan (search mode) (ekran kamerasını görüntüleyerek) yüksek kaliteli, tam boyutlu resim çekme moduna (main camera mode) geçiş yapabildiği için seçilen alandan hızlı bir biçimde görüntü alınmasını sağlar. Cihaz yüksek çözünürlük modundan yüksek kontrast moduna çok hızlı geçiş yapabildiği için çok yönlü kullanım için uygundur ve hem materyallerin hem de çeşitli biyolojik örneklerin incelenip analiz edilmesine uygundur..

1. Giriş

Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronların bir numune üzerine gönderilmesiyle, elektronlar ile numune atomları arasında çeşitli etkileşimler olur. Bu etkileşimler sonucunda numuneden farklı enerjide elektronlar ve X-ışınları çıkar. Bu etkileşimlerden yararlanılarak numunenin incelenmesi elektron mikroskobunun çalışma prensibini oluşturur. Eğer hızlandırılmış elektronlar ince numune üzerine gönderilmiş ise, elektronların

bir kısmı etkileşmeden numunenin diğer tarafında kırınıma uğrayarak numunenin alt yüzünden dışarı çıkar. Bu tür elektronları kullanarak numunenin iç yapısının incelenmesi geçirimli elektron mikroskobuyla olur. Bu elektron mikroskobu Transmission Electron Microscope (TEM) olarak adlandırılır [1].

TEM atomik seviyede görüntü, kimyasal analiz imkânı ve kristalografik bilgi oluşturduğu için çok

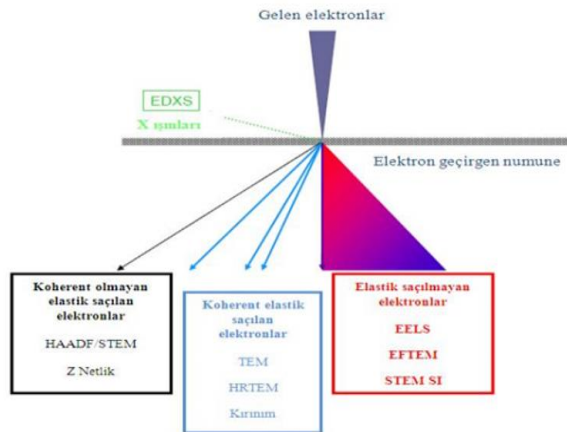
çeşitli amaçlar için kullanılmaktadır. Kullanılan bu amaçlardan belli başlıları aşağıdaki gibi sıralanmaktadır:

- Faz içeriğinin ve fazların tane boyutunun belirlenmesi,
- Mekanik deformasyonun oluşup oluşmadığının belirlenmesi,
- Bir iç yapıda mikron-altı boyutlar için bir fazın amorf mu kristal yapıda mı olduğunun bulunması,
- Farklı kristaller arasında oluşan hataların şeklinin belirlenmesi.

TEM cihazlarında nanoparçacık, karbon nanotüp, nanoplaka, nanofiber, polimer malzemeler, nanosünger, bakteriyofaj, polimerik-RNA gibi numuneler incelenmektedir.

2. Materyal ve Yöntem

Geçirimli elektron mikroskobunda (TEM) elektron-madde etkileşimiyle farklı sinyaller oluşmaktadır. Bunlar; elastik olarak saçılan elektronların, doğrudan geçen elektronların, elastik olmadan saçılan elektronların ve karakteristik X-ışınlarının oluşturduğu sinyallerdir. Her bir sinyal farklı tekniklerde kullanılmaktadır [1]. Şekil 1'de toplanan bu sinyaller ve hangi tekniklerde kullanıldıkları gösterilmektedir.

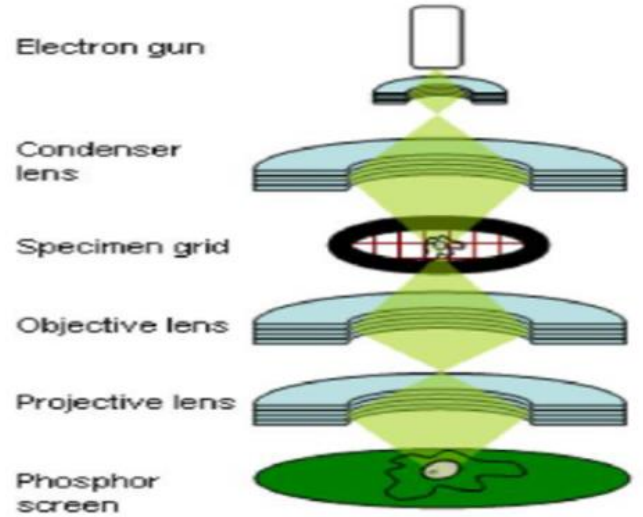


Şekil 1 Elektron-madde etkileşimi sonucu oluşan sinyaller ve kullandıkları teknikler [2].

2.1 TEM Cihazının Genel Çalışma Prensibi

TEM cihazında elektron kaynağından çıkan elektron demeti numuneye çarpar ve bir kısmı numuneden geçer. Geçen bölüm objektif lensler yardımıyla odaklanılarak görüntü oluşturur. Görüntü daha sonra kolondan aşağıya projektör lensine doğru büyütülerek ilerler. Görüntü en sonunda fosfor görüntü ekranına yansıtılır ve dışarıdan sağlanan bir ışık kaynağı altında görüntülenir. TEM cihazında görüntüleme aydınlık alan ve karanlık alan görüntüleme tekniği olarak iki şekilde oluşmaktadır

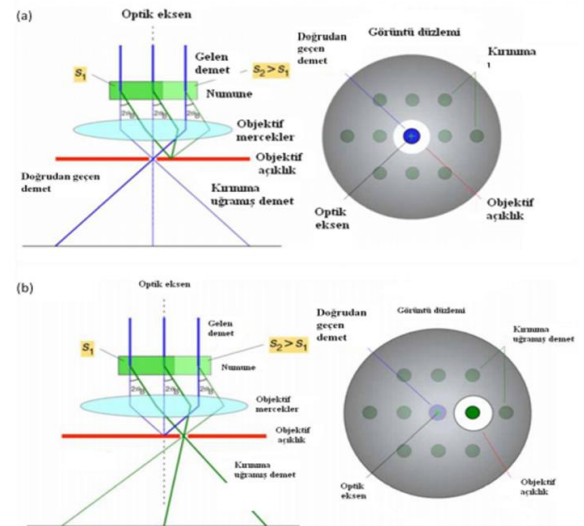
[3].



Şekil 2 Elektron-madde etkileşimi sonucu oluşan sinyaller ve kullandıkları teknikler [3].

2.1.1 TEM Aydınlık Alan ve Karanlık Alan Görüntüleme Tekniği

Doğrudan geçen elektronların kullanıldığı aydınlık alan (bright field, BF) görüntüleme tekniği ile elastik olarak saçılan elektronların kullanıldığı karanlık alan (dark field, DF) görüntüleme tekniği TEM'de temel netlik mekanizmalarına karşılık gelir. Şekil 3'de BF ve DF görüntüleme tekniklerinin çalışma prensipleri şematik olarak gösterilmiştir.

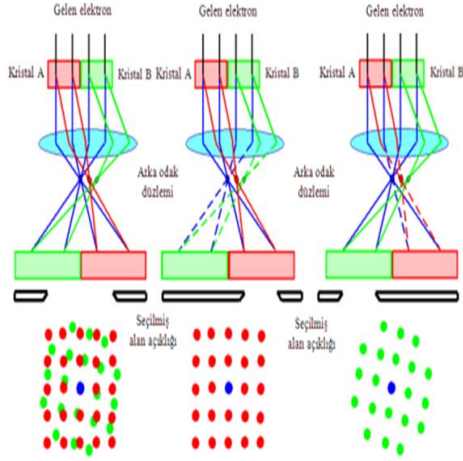


Şekil 3 (a) BF ve (b) DF görüntüleme tekniklerinin çalışma prensipleri [4]. Saçıklık (slit width)

2.1.2 Seçilmiş Alan Tekniği

Elektronların dalgaboyları bilindiği sürece, düzlemler arası mesafe kırınım ağından

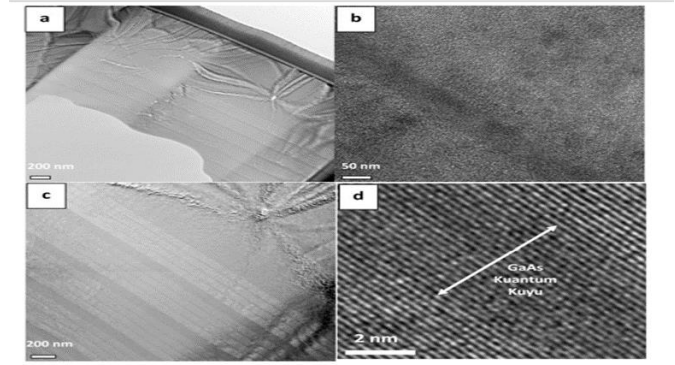
hesaplanabilir. Ayrıca kristal simetri hakkında bilgi edinilebilir. Diğer kırınım teknikleriyle çok geniş alanlar taranırken TEM'deki kırınım tekniği ile nanometre boyutlarında inceleme yapılabilir. Seçilmiş alan kırınımı (selected area diffraction, SAD) tekniğinde genel olarak kırınım örgüleri belirlenmiş bir yapıda, istenilen bölgenin kırınım örgüsü farklı açıklıklar yardımı ile elde edilir. Bu yöntem kristal yapıyı ve hataları belirlemede kullanılır. Şekil 5'de seçilmiş alan açıklığı ile numunenin farklı bölgelerinden alınmış kırınım ağlarının şekli gösterilmektedir.



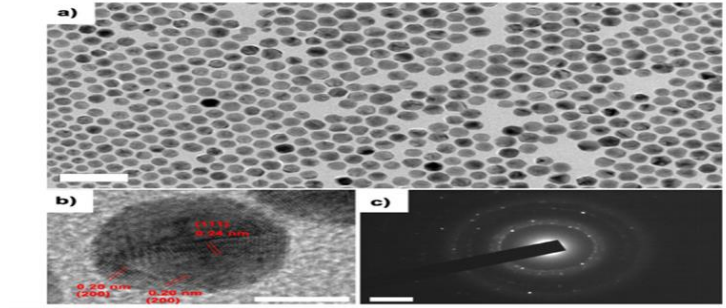
Şekil 5 SAD açıklığı ile numunenin farklı yerlerinden alınan kırınım ağları [5].

3. Sonuç ve Tartışma

Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) inorganik ve organik malzemelerin eş zamanlı mikro/nano ve kristal yapısının belirlenmesinde kullanılmaktadır. Yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu (high resolution transmission electron microscopy, HRTEM) ise yapısal hataların, ara yüzeylerin ve tane sınırlarının görüntülenmesinde kullanılmaktadır. Atom dizilimleri doğrudan görüntülenebilir. Şekil 6 ve 7'de TEM ve HRTEM ile alınmış örnek görüntü gösterilmektedir [6].



Şekil 6 (a-c) GaAs/AlGaAs kuantum kuyulu yapıların TEM görüntüsü. (b-d) HRTEM



Şekil 7 (a-c) Au nanopartiküllerin TEM görüntüsü. (b) HRTEM. (c) SAED

Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) küçük boyuttaki görüntüleri elde etmek için ışık yerine elektron demetini kullanan bir mikroskoptur. TEM cihazıyla;

- Nanomalzemeler için boyut belirleme,
- Yüksek çözünürlükte görüntü elde etme ve eş zamanlı görüntü kaydetme,
- Elementel haritalama,
- STEM modu aracılığıyla uygun numunelerde karanlık alan görüntülemesi yapılabilmektedir

Çıkar çatışması

Yazar, bu makalede rapor edilen çalışmayı etkileyebilecek görünen hiçbir rekabet halindeki finansal çıkarları veya kişisel ilişkileri olmadığını beyan eder.

Kaynakça

- [1] Ashcroft, N.W., Mermin, N.M. (1976). Solid State Physics, Int.Ed., Saunders College Publishing, Philadelphia, A.B.D.

[2] Williams, D. B., & Carter, C. B. (1996). Transmission electron microscopy Plenum Press. New York and London.

[3] Karakulak, T. (2010). GaAs/AlGaAs tabanlı kuantum kuyularının TEM (geirimli elektron mikroskobu) ile analizi (Doctoral dissertation, Anadolu University (Turkey)).

[4] Williams, D. B., & Carter, C. B. (1996). Transmission electron microscopy Plenum Press. New York and London.

[5] Kuru, H. (2010). GaAs/AlGaAs tabanlı kuantum kuyularının optiksel ve elektriksel karakterizasyonu (Master's thesis, Anadolu Üniversitesi).

[6] Bozzola, J. J., & Russell, L. D. (1999). Electron microscopy: principles and techniques for biologists. Jones & Bartlett Learning.



RAMAN SPECTROSCOPY AND ITS APPLICATIONS Yılmaz Şahin*¹

¹Vocational School of Health Services, Atattürk University, Erzurum, Turkey

(Alınış / Received: 10.09.2021, Kabul / Accepted: 14.10.2021, Online Yayınlanma / Published Online: 21.12.2021)

*Corresponding Author: yilmaz.sahin@atauni.edu.tr (Y.ŞAHİN)
(ORCID: <http://orcid.org/0000-0003-2998-8879>)

Keywords

Raman Spectroscopy,
Diagnosis,
Application Areas,
Spectroscopic Analysis

Abstract: The discovery of Raman scattering was made by Krishna and Raman in 1928 and attracted thousands of people [1]. Until about 1986, the Raman literature was dominated by physical and structural studies. There were few reports of Raman spectroscopy applied to chemical analysis. The application of Raman spectroscopy for "real world" chemical analysis has been blocked by both fundamental and technical issues, including poor intensity, fluorescence interference, and inefficient light collection and detection. Prospects for routine chemical analysis took a big turn towards a better start in 1986 with the introduction of the Fourier transform (FT)-Raman, charge-coupled devices, small computers, and near-infrared lasers. These developments overcame major hurdles and resulted in a Raman renaissance in the context of chemical analysis.

RAMAN SPEKTROSKOPİSİ VE UYGULAMA ALANLARI

Anahtar Kelimeler

Raman Spektroskopisi,
Teşhis,
Uygulama Alanları,
Spektroskopik Analiz

Özet: Raman saçılmasının keşfi 1928 yılında Krishna ve Raman tarafından yapıldı ve binlerce kişinin ilgi odağı oldu [1]. Yaklaşık 1986 yılına kadar, Raman literatürüne fiziksel ve yapısal araştırmalar hakimdi. Kimyasal analize uygulanan Raman spektroskopisine ait az rapor vardı. "Gerçek dünya" kimyasal analizi için Raman spektroskopisinin uygulanması, zayıf yoğunluk, floresan girişimi ve verimsiz ışık toplama ve algılama dahil olmak üzere hem temel hem de teknik sorunlar tarafından engellendi. Rutin kimyasal analiz için beklentiler, 1986'da Fourier dönüşümü (FT)-Raman, şarj bağlantılı cihazlar, küçük bilgisayarlar ve yakın kızılötesi lazerlerin piyasaya sürülmesiyle daha iyi bir başlangıç için büyük bir dönüş aldı. Bu gelişmeler büyük engellerin üstesinden geldi ve kimyasal analiz bağlamında bir Raman rönesansı ile sonuçlandı.

1. Giriş

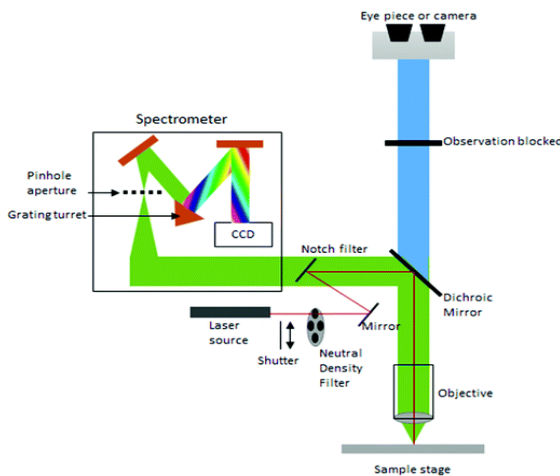
Moleküllerdeki titreşimleri tespit etmek için kullanılan ana spektroskopiler, kızılötesi Absorpsiyon ve Raman saçılması süreçlerine

dayanır. Raman Spektroskopisi, kimyasal yapı, faz ve polimorfi, kristallik ve moleküler etkileşimler hakkında ayrıntılı bilgi sağlayan tahribatsız bir

kimyasal analiz tekniğidir. Işığın bir malzeme içindeki kimyasal bağlarla etkileşimine dayanır [2]. Raman, bir molekülün yüksek yoğunluklu lazer ışığı kaynağından gelen ışığı dağıttığı bir ışık saçılım tekniğidir. Saçılan ışığın çoğu lazer kaynağıyla aynı dalga boyunda (veya renkte) olup yararlı bilgiler sağlamaz – buna Rayleigh Saçılımı adı verilir. Bununla birlikte, analitin kimyasal yapısına bağlı olarak farklı dalga boylarında (veya renklerde) az miktarda ışık (tipik olarak %0.0000001) saçılır - buna Raman Saçılımı adı verilir. Bir Raman spektrumu, saçılan ışığın yoğunluğunu ve dalga boyu konumunu gösteren bir dizi tepe noktası içerir. Her tepe noktası, C-C, C=C, N-O, C-H vb. gibi bireysel bağlar ve benzen halkası solunum modu, polimer zincir titreşimleri, kafes modları vb. gibi bağ grupları dahil olmak üzere belirli bir moleküler bağ titreşimine karşılık gelir [2].

2. Materyal ve Yöntem

Raman spektroskopisi aynı zamanda eş odaklı bir şekilde mikroskopla birleştirilecek yüzey haritalamasında da etkin bir şekilde kullanılmaktadır. Şekil 1. bir konfokal Raman mikroskopisini göstermektedir [3]. Son yıllarda özellikle bu haritalama özelliği ile Raman Spektroskopisi birçok biyoteknolojik alanda sıkça ihtiyaç duyulan bir teknik olmuştur. Bu anlamda çeşitli malzemelerin yüzeyde nerelerde yerleştiklerinin, ilaç tedavisinde kullanılan ilacın nasıl yayıldığına takip edilmesi, kanserli ve kansersiz hücrelerin belirlenmesi gibi birçok moleküler biyoloji uygulama alanlarında bilgi edinilebilmektedir.

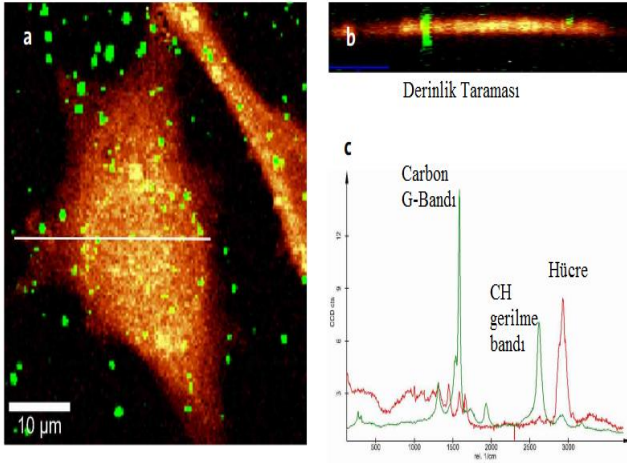


Şekil 1. Konfokal Raman mikroskopunun standart konfigürasyonu [3].

Bu teknikte lazer ışını, geleneksel Raman spektroskopisi ile elde edilenden çok daha iyi bir çözünürlük sağlamak için bir mikroskop lensi ile hücreye odaklanır [4]. Raman spektrometresini bir kameraya, genellikle bir şarjlı-bağlı cihaza (CCD) bağlayarak, konfokal Raman spektroskopisi, Raman spektrumlarını toplamanın yanı sıra, hücre içi bileşenlerin görselleştirilmesine izin vererek, numuneleri görüntüleyebilir veya haritalayabilir [5]. Geniş alanlı Raman görüntüleme, tüm numuneyi bir lazerle aydınlatan doğrudan bir yaklaşımdır ve belirli bir dalga sayısı aralığını ölçmek için dar bantlı bir filtre kullanılır. Raman haritalama, hücre çalışmalarında daha yaygın olarak kullanılır ve geleneksel olarak, bir konfokal lazer noktasının raster taramasını ve spektrometre CCD'ye dağıldıktan sonra numunenin her yerinde sırayla tüm Raman spektrumlarının toplanmasını içerir [6,7]. Bir Raman haritası, her pikselde belirli bir dalga boyunda Raman spektrumlarının nispi yoğunluğuna göre gölgelenmiş sahte renkli bir görüntü üretmek için hesaplamalı olarak oluşturulabilir [8].

3. Sonuç ve Tartışma

Raman spektroskopisinin en önemli potansiyel uygulamalarından biri hastalıkların teşhisinde kullanılmasıdır. Birçok hastalık, hücrelerdeki temel biyokimyasal değişikliklerden kaynaklanır ve Raman spektroskopisi bu ince değişiklikleri, bazen yüksek bir hassasiyetle tespit edebildiği için, teşhisteki potansiyeli göz ardı edilemez. Raman spektroskopisi, aterosklerozdan osteoartrite kadar bir dizi farklı hastalığın teşhisinde potansiyel olarak kullanılabilir, ancak özellikle kanser araştırmalarında önemli bir role sahiptir [9-11]. Sabit hücrelerde olduğu gibi, Raman spektroskopisi, normal ve neoplastik canlı hücreler arasındaki farklılıkları esas olarak Raman spektrumlarıyla incelemek için kullanılmıştır [12,13]. Birçok kanser hücresi, genellikle aynı fenotipteki normal hücrelerde bulunmayan proteinleri eksprese eder ve bu proteinlerin tespiti, hastalığın teşhisine yardımcı olabilir. Chan ve ark. sabit ve sabitlenmemiş hücreler arasındaki DNA, RNA, protein ve lipid titreşimleriyle ilişkili bantların yoğunluğunda değişiklikler bildirmiş, metanol fiksasyonu paraformaldehitten daha büyük değişiklikler göstermiştir [14].



Şekil 2. Eş odaklı Raman mikroskopi düzeneği ile alınmış karbon nanotüp hücre etkileşimi [15].

Genel olarak, bu çalışmalar kanser teşhisinde Raman spektroskopisinin potansiyelini göstermektedir. Mevcut teşhis teknikleri, Raman spektroskopisinin yapabildiği şekilde bir numune hakkında doğru biyokimyasal bilgi vermez ve genellikle yanlış yorumlanabilecek görsel farklılıkları incelemeye dayanır. Bu nedenle daha doğru teknikler geliştirmeye ihtiyaç vardır ve Raman spektroskopisinin uygulanabilir, etiketsiz ve invaziv olmayan bir alternatif olabileceğine dair kanıtlar mevcuttur.

4. Sonuç

Özetlemek gerekirse, Raman spektroskopisi, bir numunenin kimyasal yapısını karakterize etmek için moleküler titreşimleri tespit eden spektroskopik bir tekniktir. Mevcut görüntüleme tekniklerinin yapamayacağı şekilde normal fizyolojik koşullar altında hücrelerin invazif olmayan, etiketsiz gözlemlenmesine ve görüntülenmesine izin verdiği için biyoloji ile özellikle ilgilidir. Raman görüntüleme, özellikle canlı hücre görüntülemeye gelişen bir tekniktir ve daha önce de gösterdiğimiz gibi, bir dizi farklı biyomedikal alanda potansiyel uygulama olarak görünmektedir.

Çıkar çatışması

Yazar, bu makalede rapor edilen çalışmayı etkileyebilecek görünen hiçbir rekabet halindeki finansal çıkarları veya kişisel ilişkileri olmadığını beyan eder.

Kaynakça

- [1] Le Ru, E., & Etchegoin, P. (2008). Principles of Surface-Enhanced Raman Spectroscopy: and related plasmonic effects. Elsevier.
- [2] Smith, E., & Dent, G. (2019). Modern Raman spectroscopy: a practical approach. John Wiley & Sons.
- [3] Smith, R., Wright, K. L., & Ashton, L. (2016). Raman spectroscopy: an evolving technique for live cell studies. *Analyst*, 141(12), 3590-3600.
- [4] Puppels, GJ, De Mul, FFM, Otto, C., Greve, J., Robert-Nicoud, M., Arndt-Jovin, DJ, & Jovin, TM (1990). Konfokal Raman mikrospektroskopisi ile tek canlı hücrelerin ve kromozomların incelenmesi. *Doğa*, 347 (6290), 301-303.
- [5] Zoladek, A., Pascut, F., Patel, P., & Notingher, I. (2010). Development of Raman Imaging System for time-course imaging of single living cells. *Spectroscopy*, 24(1-2), 131-136.
- [6] Delhaye, M., & Dhamelincourt, P. (1975). Raman microprobe and microscope with laser excitation. *Journal of Raman spectroscopy*, 3(1), 33-43.
- [7] Schlücker, S., Schaeberle, MD, Huffman, SW ve Levin, IW (2003). Raman mikrospektroskopisi: nokta, çizgi ve geniş alan görüntüleme metodolojilerinin karşılaştırılması. *Analitik Kimya*, 75 (16), 4312-4318.
- [8] Ashton, L., Hollywood, KA ve Goodacre, R. (2015). Tek hücrelerin Raman görüntülerini renkli anlamlandırma. *Analist*, 140 (6), 1852-1858.
- [9] Lattermann, A., Matthäus, C., Bergner, N., Beleites, C., Romeike, B. F., Krafft, C., ... & Popp, J. (2013). Characterization of atherosclerotic plaque depositions by Raman and FTIR imaging. *Journal of biophotonics*, 6(1), 110-121.
- [10] Marzec, K. M., Wrobel, T. P., Rygula, A., Maslak, E., Jaształ, A., Fedorowicz, A., ... & Baranska, M. (2014). Visualization of the biochemical markers of atherosclerotic plaque

with the use of Raman, IR and AFM. *Journal of biophotonics*, 7(9), 744-756.

[11] Kumar, R., Singh, G. P., Grønhaug, K. M., Afseth, N. K., de Lange Davies, C., Drogset, J. O., & Lilledahl, M. B. (2015). Single cell confocal Raman spectroscopy of human osteoarthritic chondrocytes: a preliminary study. *International journal of molecular sciences*, 16(5), 9341-9353.

[12] Omberg, K. M., Osborn, J. C., Zhang, S. L., Freyer, J. P., Mourant, J. R., & Schoonover, J. R. (2002). Raman spectroscopy and factor analysis of tumorigenic and non-tumorigenic cells. *Applied Spectroscopy*, 56(7), 813-819.

[13] Chan, JW, Taylor, DS, Zwerdling, T., Lane, SM, Ihara, K., & Huser, T. (2006). Mikro-Raman spektroskopisi, bireysel neoplastik ve normal hematopoietik hücreleri tespit eder. *Biyofizik dergisi*, 90 (2), 648-656.

[14] Chan, J. W., Taylor, D. S., & Thompson, D. L. (2009). The effect of cell fixation on the discrimination of normal and leukemia cells with laser tweezers Raman spectroscopy. *Biopolymers: Original Research on Biomolecules*, 91(2), 132-139.

[15] Erim, A. S. (2011). Tabakalı yarıiletkenlerin konfokal raman ve fotolüminesans spektrumları (Master's thesis, Trakya Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü).



DETERMINATION OF STRUCTURAL PROPERTIES OF Fe₂O₃ COMPOUND

Sevda Sarıtaş*¹

¹Department of Electric Power Generation, Transmission and Distribution, İspir Hamza Polat Vocational College, Atattürk University,Erzurum, Turkey

(Alınış / Received: 19.09.2021, Kabul / Accepted: 19.10.2021, Online Yayınlanma / Published Online: 21.12.2021)

*Corresponding Author: sevda.saritas@atauni.edu.tr (S.SARITAŞ)

(ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-7274-3968>)

Keywords

Fe₂O₃
XRD
Structural analysis
Crystal lattice

Abstract: Semiconductors that form the basis of electronics; examination of its electrical, optical, magnetic, etc. properties in a wide range is thought to accelerate technological development and progress. X-Ray Diffraction (XRD) spectrometry, which provides a lot of information about the structural properties of semiconductor materials, is especially important in this respect. With XRD analysis, properties such as material structure (crystalline/amorphous), qualitative analysis for crystalline materials, calculation of lattice parameter, determination of interplanetary distance, calculation of miller indices, determination of crystal lattice structure can be determined. In this study, Fe₂O₃ structure has been investigated, which attracts great attention due to its application potential such as field effect transistors, solar cells, UV photodetectors and gas sensors. The Fe₂O₃ structure with an average crystal size of 8.6 nm and a preferential crystal orientation (311) grown by RF magnetron sputtering method was investigated by XRD technique.

Fe₂O₃ BİLEŞİĞİNİN YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Anahtar Kelimeler

Fe₂O₃
XRD
Yapısal analiz
Kristal kafes

Özet: Elektroniğin temel yapı taşı olan yarıiletkenlerin; elektriksel, optik, manyetik vb özelliklerinin oldukça geniş bir yelpazede incelenmesi teknolojik gelişmeyi ve ilerlemeyi hızlandırdığı düşünülmektedir. Özellikle yarıiletken malzemelerin yapısal özellikleri hakkında oldukça fazla bilgi sunan X Işını Kırınımı (XRD) spektrometresi bu açıdan önemlidir. XRD analiz ile, malzeme yapısı (kristal/amorf), kristalin malzemeler için kalitatif analiz, latis parametresinin hesaplanması, düzlemler arası mesafenin belirlenmesi, miller indislerinin hesaplanması, kristal kafes yapısının belirlenmesi gibi özellikler belirlenebilir. Bu çalışmada alan etkili transistörler, güneş pilleri, UV fotodedektörler ve gaz sensörleri gibi uygulama potansiyeli nedeniyle büyük ilgi görmekte olan Fe₂O₃ yapısı araştırılmıştır. RF magnetron saçırma yöntemi ile büyütülen (311) tercihli kristal yönelimine sahip, ortalama kristal büyüklüğü 8,6 nm olan Fe₂O₃ yapısı XRD tekniği ile incelenmiştir.

1. Giriş

Günümüz teknolojisi ile neredeyse tüm malzemelerin (iletken, yarıiletken ve yalıtkan vb.) elektriksel, optik, manyetik özelliklerinin yanı sıra yapısal, morfolojik ve topografik tüm özelliklerini inceleyebilmekteyiz. X Işını Kırınımı (XRD)

spektrometresinde, malzemeye gönderdiğimiz X ışının dalga boyu, incelendiğimiz malzemenin atomlar arası mesafe de aynı mertebede olduğundan dolayı kırınım şartı sağlanmış olup, malzemenin kristal yapısı hakkında bilgi elde edebilmemizi

sağlamaktadır. Bu tahribatsız analiz yöntemi malzeme bilimi, jeoloji, fizik, kimya, biyoloji gibi temel bilimler, nanoteknoloji, biyoteknoloji gibi sayısız değişik alanda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [1-3].

Soğurma ve yansıma Spektroskopisi, incelenen malzemeye gönderilen ışık madde ile etkileşmekte ve dedektör tarafından elde edilen veriler ile malzemenin optik özellikleri, band aralığı hakkında bilgi elde edilmektedir.

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) incelenen malzeme hakkında yapısal ve morfolojik bilgiler sunmaktadır. Bu arada inceleme için ışık değil daha kısa dalga boylu olan elektronlar kullanılmaktadır [2-5].

Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM), incelenen malzemenin topografik özellikleri hakkında bilgi vermekte olup, inceleme sırasında mekanik anlama bir temas mevcut olmaktadır [6-7].

Bu cihazlara ek olarak inceleme sırasında, Geçirimli Elektron Mikroskobu, Raman Spektroskopisi, Enerji Ayırımı X-Işınları Floresans Spektrometresi (WD-XRF), Fotoluminesans spektrometresi (PL), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi gibi çok sayıda cihaz kullanılmaktadır.

Geçiş metal oksit bileşikleri yaygın olarak birçok teknolojik uygulama alanında kullanılmaktadır. Son yıllarda bu metal oksit tabanlı yarıiletken aygıtların öneminin artması bilimsel çalışmaları bu yöne yöneltmiş olup yapılan çalışma bu araştırma alanına katkı sağlamaktadır.

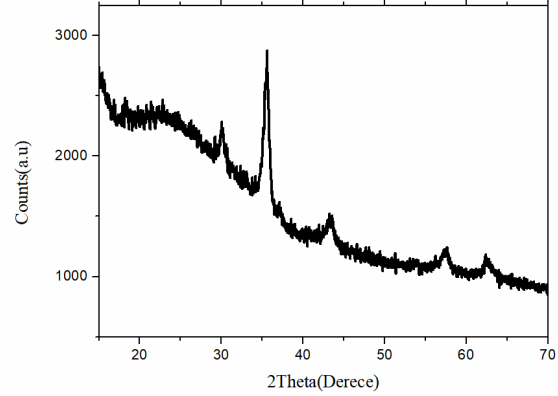
Yapılan birçok çalışmada Fe₂O₃ yapısı hakkında kapsamlı çalışmalar mevcuttur bunların bazıları, Fe₂O₃ yapısının toz nanopartikül şeklinde sentezlemesi [8], Fe₂O₃ filminin farklı morfolojik yapıların incelenmesi ve ayrıntılı SEM görüntü analizi [9-10], Fe₂O₃ yapısının farklı fazların incelenmesi ayrıca XRD, FTIR, TEM, XPS ayrıntılı yapısal karakterizasyon [11-12] şeklinde çalışmalardır. Bu çalışmada XRD ile, Fe₂O₃ bileşiğinin yapısı (kristal/amorf), kristalin latis parametresini, düzlemler arası mesafesi, miller indisleri, kristal kafes sabitleri belirlenecektir.

2. Materyal ve Yöntem

X-ışını kırınımı ölçümleri ile, kristalin yapısal özellikleri hakkında bilgi sahibi olmak, Fe₂O₃ bileşiğinin yapısı (kristal/amorf), kristalin latis parametresini, düzlemler arası mesafesi, miller indisleri, kristal kafes sabitleri, bulunmuştur. Fe₂O₃ ince filmlerin yapısal analizi için D-2 Phaser Bruker (CuK_α = 1.5406 Å) markalı X-ışını Kırınımı (XRD) ölçüm cihazı kullanılmıştır. RF Magnetron Sıçratma tekniği ile demir oksit yarıiletken ince filmlerini büyütülmüştür, elde edilen filmlerin yapısal özelliklerinin belirlenmesi için X-ışını kırınımı (XRD) ölçümleri alınmıştır.

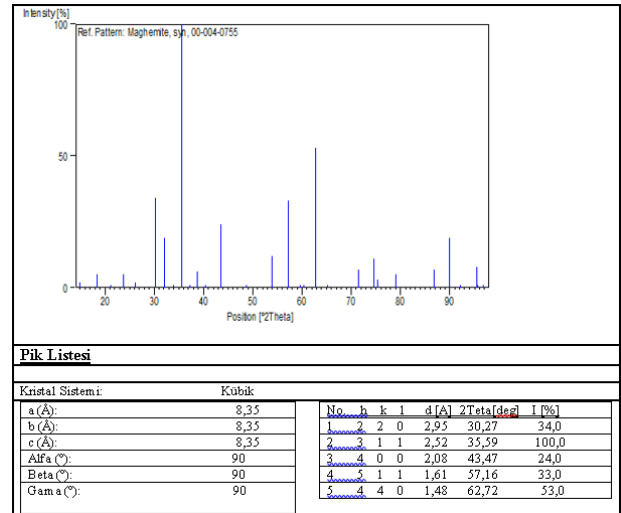
RF magnetron sıçratma yönteminde büyüme plazma ortamında gerçekleştirilmektedir. Plazma yönlendiricinin yani uygulanan güç, işlevi ise plazmayı

bir alana yoğunlaştırıp, plazmanın doğrultu şeklinde alttaş üzerine homojen olarak gitmesini sağlamaktır. Mıknatıslar materyali iyonize ederek malzemenin plazma formuna geçmesini sağlarlar. İstenilen malzeme alttaş üzerine yönlendirilerek orada yoğunlaşması sağlanır ve ince film oluşturulur. Şekil 1'de RF Magnetron Sıçratma tekniği ile büyütülen demir oksit yarıiletken ince filmin XRD kırınım deseni verilmiş olup değerlendirmeler ve hesaplamalar bu veriler üzerinden yapılmıştır.



Şekil 1. RF Magnetron Sıçratma tekniği ile büyütülen demir oksit yarıiletken ince filmin XRD kırınım deseni

Tablo 1. Fe₂O₃ ince filmlerinin bazı yapısal parametrelerin literatür verileri (Reference Code:00-004-0755)



Tablo 1'de Fe₂O₃ ince filmlerinin bazı yapısal parametrelerinin literatür verileri sunulmuştur. Bu verilerin deneysel veriler ile uyumlu olduğu görülmektedir.

Numunelerimizin her birinin tanecik boyutunu hesaplamak için Scherrer formülü kullanılmıştır [13].

$$D = K\lambda / \beta \cos\theta \quad (1)$$

Bu ifade de D kristalin tanecik boyutu, β pikin yarı yükseklik tam genişliği, θ Bragg'ın kırınım açısı λ kullanılan X ışını dalga boyu ve $K = 0,9$ kullanılan sabit olarak verilmektedir. Bu formülden yararlanarak, numunelerimizin yapısal parametreleri hesaplanmış ve bunlar Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Cam alt taş üzerine büyütülen Fe₂O₃ ince filmlerinin bazı yapısal parametreleri

Uygulanan büyütme sıcaklığı	Yarı yükseklik tam genişliği (FWHM)	Miller indisi (hkl)	Gözlenen 2θ (°)	Kristal tanecik boyutu (D)(nm)
450°	1,54	(220)	30,12	5,34
	0,74	(311)	35,62	11,25
	1,22	(400)	43,48	7,01
	0,90	(511)	57,58	10,07
	0,98	(400)	62,58	9,48

3. Sonuç ve Tartışma

Cam alt taş üzerine büyütülen Fe₂O₃ ince filmlerinin kübik kristal yapısı, kristalin latis parametresini a (Å):8,35, b (Å):8,35, c (Å):8,35, alpha 90°, beta 90°, gamma 90°, olduğu ve FWHM, kristal tanecik büyüklüğü, miller indislerinin (hkl) değerleri Tablo 2 verilmiştir. Büyütülen Fe₂O₃ ince filmlerin (311) tercihli kristal yönelimine sahip, ortalama kristal büyüklüğü 8,6 nm olan maghemit yapısı olduğu görülmüştür. Bu veriler doğrultusunda yapının kristal özellikleri ölçüm sonucunda bulunmuş olup literatür ile uyumludur.

Çıkar çatışması

Yazar, bu makalede rapor edilen çalışmayı etkileyebilecek görünen hiçbir rekabet halindeki finansal çıkarları veya kişisel ilişkileri olmadığını beyan eder.

Kaynakça

- [1] Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W., Scott, J. H. J., & Joy, D. C. (2017). Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. Springer.
- [2] Thamaphat, K., Limsuwan, P., & Ngotawornchai, B. (2008). Phase characterization of TiO₂ powder by XRD and TEM. Agriculture and Natural Resources, 42(5), 357-361.
- [3] Monshi, A., Foroughi, M. R., & Monshi, M. R. (2012). Modified Scherrer equation to estimate more

accurately nano-crystallite size using XRD. World journal of nano science and engineering, 2(3), 154-160.

- [4] McMullan, D. (1995). Scanning electron microscopy 1928–1965. Scanning, 17(3), 175-185.
- [5] Zhou, W., Apkarian, R., Wang, Z. L., & Joy, D. (2006). Fundamentals of scanning electron microscopy (SEM). In Scanning microscopy for nanotechnology (pp. 1-40). Springer, New York, NY.
- [6] Wojcikiewicz, E. P., Zhang, X., & Moy, V. T. (2004). Force and compliance measurements on living cells using atomic force microscopy (AFM). Biological procedures online, 6(1), 1-9.
- [7] Trache, A., & Meininger, G. A. (2008). Atomic force microscopy (AFM). Current Protocols in Microbiology, 8(1), 2C-2.
- [8] Chen, D., & Xu, R. (1998). Hydrothermal synthesis and characterization of nanocrystalline Fe₃O₄ powders. Materials Research Bulletin, 33(7), 1015-1021.
- [9] Mitra, S., Das, S., Mandal, K., & Chaudhuri, S. (2007). Synthesis of a α -Fe₂O₃ nanocrystal in its different morphological attributes: growth mechanism, optical and magnetic properties. Nanotechnology, 18(27), 275608.
- [10] Zhang, X., Sui, C., Gong, J., Su, Z., & Qu, L. (2007). Preparation and formation mechanism of different α -Fe₂O₃ morphologies from snowflake to paired microplates, dumbbell, and spindle microstructures. The Journal of Physical Chemistry C, 111(26), 9049-9054.
- [11] Schimanke, G., & Martin, M. (2000). In situ XRD study of the phase transition of nanocrystalline maghemite (γ -Fe₂O₃) to hematite (α -Fe₂O₃). Solid State Ionics, 136, 1235-1240.
- [12] Guivar, J. A. R., Sanches, E. A., Bruns, F., Sadrollahi, E., Morales, M. A., López, E. O., & Litterst, F. J. (2016). Vacancy ordered γ -Fe₂O₃ nanoparticles functionalized with nanohydroxyapatite: XRD, FTIR, TEM, XPS and Mössbauer studies. Applied Surface Science, 389, 721-734.
- [13] Patterson, A. L. (1939). The Scherrer formula for X-ray particle size determination. Physical review, 56(10), 978