Termiyonik Vakum Ark (TVA) ile Depolanan Katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO Katkılı V_2O_5 İnce Filmlerin Bazı Özelliklerinin İncelenmesi

Çağrı Durmuş

DOKTORA TEZİ

Fizik Anabilim Dalı

Mayıs 2024

Investigation of Some Properties of Undoped and P_2O_5, CdO and ZnO Doped V_2O_5 Thin Films Deposited by Thermionic Vacuum Arc (TVA)

Çağrı Durmuş

DOCTORAL DISSERTATION

Department of Physics

May 2024

Termiyonik Vakum Ark (TVA) ile Depolanan Katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO Katkılı V_2O_5 İnce Filmlerin Bazı Özelliklerinin İncelenmesi

Çağrı Durmuş

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği Uyarınca
Fizik Anabilim Dalı
Katıhal Fiziği Bilim Dalında
DOKTORA TEZİ
olarak hazırlanmıştır.

Danışman: Prof. Dr. Tamer Akan

"ESOGÜ-BAP tarafından FDK-2023-2603numaralı proje kapsamında desteklenmiştir."
YÖK 100/2000 Doktora Bursiyeri
Mikro ve Nanoteknoloji Alt Alanı
Mayıs 2024

ONAY

Fizik Anabilim Dalı Doktora öğrencisi **Çağrı Durmuş**'un DOKTORA tezi olarak hazırladığı "Termiyonik Vakum Ark (TVA) ile Depolanan Katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO katkılı V_2O_5 İnce Filmlerin Bazı Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek oybirliği ile kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. Tamer AKAN

İkinci Danışman: : -

Doktora Tez Savunma Jürisi:

Üye: Prof. Dr. Tamer AKAN

Üye: Doç Dr. Mustafa AKARSU

Üye: Prof. Dr. Emre GÜR

Üye: Prof. Dr. A. Şenol AYBEK

Üye: Prof Dr. Metin KUL

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ……..…….. tarih ve ……..…… sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. ....

Enstitü Müdürü

ETİK BEYAN

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Prof. Dr. Tamer Akan danışmanlığında hazırlamış olduğum "Termiyonik Vakum Ark (TVA) ile Depolanan Katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO Katkılı V_2O_5 İnce Filmlerin Bazı Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı Doktora tezimin özgün bir çalışma olduğunu; tez çalışmamın tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallarına uygun davrandığımı; tezimde verdiğim bilgileri, verileri akademik ve bilimsel ilke ve kurallara uygun olarak elde ettiğimi; tez çalışmamda yararlandığım eserlerin tümüne atıf yaptığımı ve kaynak gösterdiğimi ve bilgi, belge ve sonuçları bilimsel etik ilke ve kurallara göre sunduğumu beyan ederim. 27/05/2024

Çağrı Durmuş

İmza

ÖZET

Katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO katkılı V_2O_5 ince filmler Termiyonik Vakum Ark (TVA) plazma yöntemiyle depolanmış ve X-ışını kırınımı (XRD), X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), Raman spektroskopisi, Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR), taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı x-ışınları spektrometresi (EDS), atomik kuvvet mikroskobu (AFM), Ultraviyole-görünür spektroskopi (UV-Vis), ve Kirby-Bauer testi ile yapısal, yüzeysel, optik ve antibakteriyel analizleri yapılarak incelenmiştir. Üretilen plazmalar da optik emisyon spektrometresi (OES) ile incelenmiştir.

Katkısız V_2O_5 ince filmlerin amorf olduğu, kalınlıklarının 92-204 nm, yüzey pürüzlülüğünün 0,4-1,8 nm ve optik bant aralığının 3,20-3,84 eV olduğu görülmüştür. Mikroskop camı ve yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE) üzerinde depolanan V_2O_5-P_2O_5 ince filmlerinin cam formu gibi amorf ve pürüzlülüğünün 0,3-0,9 nm olduğu görülmüştür. CdO katkılı V_2O_5-P_2O_5 sentezlenerek cam haline getirilmiş ve ince filmlerinin sentezlenen cam ile benzer amorf yapı vermesine rağmen Raman sonuçlarına göre farklı yapısal özelliklere sahip olduğu görülmüştür. Katkısız Cd ince filmlerinin yapısal ve yüzeysel özellikleri incelenmiş, *E. coli* ve *L. innocua* bakterilerine karşı antibakteriyel özellikte olduğu ispatlanmıştır ve CdO ince filmlerinin ise polikristal yapıda ve kristalit boyutlarının 6,89-14,10 nm olduğu görülmüştür. V_2O_5'e Zn farklı oranlarda katkılanarak depolanan ince filmlerin görünür bölgede geçirgen olmasına karşı ayrı potalarda katmanlı ince film olarak üretilen V_2O_5-Zn ince filmlerinin görünür bölgede geçirgen olmadığı ve *S. aureus* bakterisine karşı katkılı V_2O_5-Zn ince filmlerine göre daha fazla antibakteriyel etki gösterdiği görülmüştür. TVA sisteminde aynı anda farklı potalara V_2O_5 ve ZnO koyularak katmanlı ince film üretimi gerçekleştirilmiştir. Molce %50-50 oranında karıştırılan V_2O_5-ZnO ince filminde yasak enerji aralığı 3,63 eV olarak hesaplanırken, V_2O_5 üzerine ZnO depolanan ince filmlerde 2,40 eV ve 3,48 eV olmak üzere iki bant, ZnO üzerine V_2O_5 depolanan ince filmlerde ise 2,48 eV ve 3,15 eV olmak üzere iki bant gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Termiyonik vakum ark, Vanadyum pentoksit, Fosfor pentoksit, Kadmiyum oksit, Çinko oksit, ince film

SUMMARY

Undoped and P_2O_5, CdO and ZnO doped V_2O_5 thin films were deposited by Thermionic Vacuum Arc (TVA) plasma method and analyzed by X-ray diffraction (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), Raman spectroscopy, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Structural, surface, optical and antibacterial analyses were performed by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive x-ray spectrometry (EDS), atomic force microscopy (AFM), ultraviolet-visible spectroscopy (UV-Vis), and Kirby-Bauer test. The produced plasmas were also analyzed by Optical emission spectrometry (OES).

The undoped V_2O_5 thin films were amorphous, with a thickness of 92-204 nm, a surface roughness of 0.4-1.8 nm and an optical band gap of 3.20-3.84 eV. V_2O_5-P_2O_5 thin films deposited on microscope glass and high density polyethylene (HDPE) were found to be amorphous like the glass form and had a roughness of 0.3-0.9 nm. CdO-doped V_2O_5-P_2O_5 was synthesized and made into glass and the thin films were found to have different structural properties according to the Raman results, although they gave a similar amorphous structure to the synthesized glass. The structural and surface properties of pure Cd thin films were investigated and proved to be antibacterial against *E. coli* and *L. innocua* bacteria and CdO thin films were polycrystalline with crystallite sizes of 6.89-14.10 nm. While thin films deposited by doping V_2O_5 with Zn at different ratios were permeable in the visible region, V_2O_5-Zn thin films produced as layered thin films in separate crucibles were not permeable in the visible region and showed more antibacterial effect against *S. aureus* bacteria than doped V_2O_5-Zn thin films. In the TVA system, layered thin films were produced by placing V_2O_5 and ZnO in different crucibles at the same time. While the forbidden energy range was calculated as 3.63 eV in the V_2O_5-ZnO thin film mixed 50-50% by mol%, two bands of 2.4 eV and 3.48 eV were observed in thin films with ZnO deposited on V_2O_5, and two bands of 2.48 eV and 3.15 eV were observed in thin films with V_2O_5 deposited on ZnO.

Keywords: Thermionic vacuum arc, Vanadium pentoxide, Phosphorus pentoxide, Cadmium oxide, Zinc oxide, thin film

TEŞEKKÜR

Sadece doktora tez çalışmam sürecinde değil, hayatın her alanında bilgi ve tecrübelerini benden sakınmayan, yol gösteren ve hep yanımda olup beni destekleyen kıymetli hocam Prof. Dr. Tamer AKAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Deneyler ve analizler sırasında yardımını esirgemeyen Arş. Gör. Uğur DEMİRKOL'a teşekkür ederim. Kullanılan camları sentezleyen Doç. Dr. Gökhan KILIÇ'a, Doç. Dr. Erkan İLİK'e ve Arş. Gör. Dr. U. Gökhan İŞSEVER'e teşekkür ederim. Biyolojik çalışmalardaki desteği için Dr. E. Serhat YAVAŞ'a, Gökhan G. GÖKMEN'e ve Prof. Dr. Duygu KIŞLA'ya çok teşekkür ederim. Katkılarından dolayı Prof. Dr. Ferhunde ATAY'a, ve Prof. Dr. İdris AKYÜZ'e, teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasını destekleyen TÜBİTAK 2211-A Genel Yurt İçi Doktora Burs Programı, YÖK 100/2000 Doktora Burs Programı ve Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna (ESOGÜ-BAP, Proje No: FDK-2023-2603) teşekkür ederim.

Hayatımın her döneminde olduğu gibi doktora sürecinde de bana destek olan aileme çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET ..... **vi**
SUMMARY ..... **vii**
TEŞEKKÜR ..... **viii**
İÇİNDEKİLER ..... **ix**
ŞEKİLLER DİZİNİ ..... **x**
ÇİZELGELER DİZİNİ ..... **xiv**
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ ..... **xv**
1. GİRİŞ VE AMAÇ **1**
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI **5**
3. MATERYAL VE YÖNTEM **12**
3.1. Materyal **12**
3.2. Yöntem **12**
3.2.1. Termiyonik Vakum Ark (TVA) Sistemi 12
3.2.2. Analiz yöntemleri 20
3.2.3. Mikroorganizma 21
4. BULGULAR VE TARTIŞMA **23**
4.1. V_2O_5 İnce Filmler 23
4.2. P_2O_5 katkılı V_2O_5 ince filmler 34
4.3. CdO katkılı V_2O_5-P_2O_5 İnce Filmler 47
4.4. Cd İnce Filmler 55
4.5. CdO İnce Filmler 63
4.6. Zn katkılı V_2O_5 İnce Filmler 68
4.7. ZnO katkılı V_2O_5 İnce Filmler 75
5. SONUÇ VE ÖNERİLER **84**
KAYNAKLAR DİZİNİ **88**

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil **Sayfa**

2.1. V_2O_5'in kristal yapısı 6
3.1. Termiyonik Vakum Ark (TVA) sistemi 13
3.2. TVA sisteminin gösterimi 14
3.3. a) TVA sisteminin elektrotları şematik düzeni, b) fotoğrafı 15
3.4. TVA vakum sistemi a) fotoğrafı, b) şematik gösterimi 17
3.5. TVA sistemi güç kaynağı 18
3.6. TVA sistemiyle üretilmiş a) bakır, b) karbon, c) kadmiyum ve d) silisyum plazmaları 19
3.7. TVA sistemi çift pota, tek elektron tabancası elektrot düzeni a) şematik gösterimi, b) fotoğrafı 20
4.1. a) V_2O_5 peleti ile vakum odasının içindeki TVA elektrotlarının fotoğrafı, b) vakum odasındaki V_2O_5 TVA plazmasının fotoğrafı 23
4.2. TVA yöntemiyle cam alttaş üzerinde üretilen V_2O_5 ince filmler 24
4.3. V_2O_5 ince film sonrası potadaki materyal 25
4.4. V_2O_5 plazmalarının OES grafikleri 26
4.5. Farklı ark güçlerinde depolanan V_2O_5 ince filmlerinin XRD desenleri 27
4.6. Farklı ark güçlerinde depolanan üç V_2O_5 ince filmin Raman spektrumları 28
4.7. Farklı ark güçlerinde depolanan üç V_2O_5 ince filmin FTIR spektrumları 29
4.8. Farklı ark güçlerinde depolanan üç farklı V_2O_5 ince filmin SEM görüntüleri 30
4.9. Farklı ark güçlerinde depolanan üç V_2O_5 ince filmin AFM görüntüleri ve çizgi taramaları 31
4.10. Farklı ark güçlerinde depolanan V_2O_5 ince filmlerinin geçirgenlik spektrumları 33
4.11. Farklı ark güçlerinde depolanan V_2O_5 ince filmler için $(\alpha h\upsilon)^2$'ye karşı $(h\upsilon)$ grafiği .. 33
4.12. V_2O_5 ince filmlerinin *S. aureus* planktonik bakterisi üzerine antibakteriyel etkisi 34
4.13. P_2O_5 plazmasının OES grafiği 35

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil **Sayfa**

4.14. V_2O_5, P_2O_5 karışımının OES grafiği 36
4.15. a) V_2O_5 ve P_2O_5 tozlarının, b) sentezlenen VP dökme camın, c) VP dökme cam buharının TVA plazmasının, d) YYPE attaş üzerine ve e) cam alttaş üzerine depolanan VP ince filmlerinin fotoğrafları 37
4.16. VP plazmasının OES verileri 38
4.17. Farklı parametrelerde üretilmiş VP ince filmleri 38
4.18. Cam ve YYPE alttaş üzerindeki VP ince filmlerin XRD desenleri 39
4.19. a) ve b) cam üzerinde ve c) ve d) YYPE yüzeyinde VP ince filmlerinin SEM görüntüleri 40
4.20. Cam yüzeyindeki VP ince filmlerin EDS haritası 40
4.21. VP ince filmlerinin a) cam yüzeyinde ve b) YYPE yüzeyinde AFM görüntüleri 42
4.22. Cam üzerindeki VP ince filminin Raman spektrumu 44
4.23. a) YYPE alttaş yüzeyi, b) YYPE alttaşın VP depolanmış yüzeyi, c) cam alttaşın yüzeyi; d) cam alttaşın VP depolanmış yüzeyi için su temas açısı görüntüleri 45
4.24. *E. coli*'ye karşı cam ve YYPE alttaşların VP depolanmış yüzeyleri ile modifiye Kirby-Bauer difüzyon testi a) cam ve YYPE alltaşlar, b) VP depolanmış cam alltaş ve c) VP depolanmış YYPE alltaş 46
4.25. *S. aureus*'a karşı cam ve YYPE alttaşların VP depolanmış yüzeyleri ile modifiye Kirby-Bauer difüzyon testi a) cam ve YYPE alttaşlar, b) VP depolanmış cam alttaş ve c) VP depolanmış YYPE alttaş 46
4.26. *L. İnnocua*'a karşı cam ve YYPE alttaşların VP kaplı yüzeyleri ile modifiye Kirby-Bauer difüzyon testi a) cam ve YYPE alttaşlar, b) VP depolanmış cam alttaş ve c) VP depolanmış YYPE alttaş 46
4.27. TVA sistemiyle üretilen VPCd plazması 48
4.28. a) İnce film üretimi sonrası potada kalan VPCd materyalinin görünümü, b) Üretilen VPCd ince filmi 49
4.29. VPCd plazmasının OES grafiği 50

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil **Sayfa**

4.30. a) cam VPCd ve b) ince film VPCd XRD desenleri 50
4.31. VPCd ince filmi Raman sonuçları 51
4.32. VPCd ince filmlerinin SEM görüntüleri 52
4.33. VPCd ince filminin EDS spektrum sonuçları 53
4.34. VPCd ince filmlerin geçirgenlik spektrumu 54
4.35. VPCd ince filminin *S. aureus* planktonik bakterisi üzerine antibakteriyel etkisi 55
4.36. a) TVA sisteminde üretilen Cd plazması, b) depolanan Cd ince filmler 56
4.37. TVA yöntemiyle üretilen Cd plazmasının OES verileri 57
4.38. TVA yöntemiyle cam ve YYPE üzerinde depolanan Cd ince filmlerin XRD desenleri 58
4.39. TVA yöntemiyle depolanan Cd ince filmlerin a) cam alttaş, b) YYPE alttaş üzerindeki SEM görüntüleri 59
4.40. Cd ince filmlerin elementel dağılım haritası 59
4.41. Cd ince filmlerin a) cam alttaş ve b) YYPE alttaş üzerindeki AFM görüntüleri 60
4.42. a) YYPE, b) YYPE alltaş üzerinde Cd ince film, c) cam ve d) cam alttaş üzerinde Cd ince filmin temas açısı 61
4.43. *E. coli*'ye a) cam ve YYPE yüzeyler, b) cam alttaş üzerinde Cd ince filmler ve c) YYPE alttaş üzerinde Cd ince filmlerin etkisi 62
4.44. *S. aureus*'a a) cam ve YYPE yüzeyler, b) cam alttaş üzerinde Cd ince filmler ve c) YYPE alttaş üzerinde Cd ince filmlerin etkisi 63
4.45. *L. innocua*'ya a) cam ve YYPE yüzeyler, b) cam alttaş üzerinde Cd ince filmler ve c) YYPE alttaş üzerinde Cd ince filmlerin etkisi 63
4.46. TVA yöntemiyle eldeedilen CdO plazmasının OES grafiği 64
4.47. TVA yöntemiyle üretilmiş CdO ince filminin XRD verileri 65
4.48. TVA yöntemiyle üretilmiş CdO ince filminin Raman spektrumu 66
4.49. CdO filmlerin farklı yakınlaştırmalar altında SEM görüntüleri 67
4.50. CdO ince filmlerin AFM görüntüleri 67

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil **Sayfa**

4.51. TVA ile üretilen V_2O_5-Zn ince filmler 69
4.52. VZ5 ve VZ10 üretimi için kullanılan potaların ve kalan materyalin görüntüleri..... 69
4.53. Farklı depolama oranlarında üretilen Zn katkılı V_2O_5 ince filmlerinin ve katmanlı V_2O_5-Zn ince filminin XRD desenleri 70
4.54. VZ5, VZ10, VZ1.1 filmleri için farklı yakınlaştırmalar altında SEM görüntüleri..... 71
4.55. VZ1.1 katmanlı ince filmin yandan SEM görüntüsü..... 71
4.56. VZ5, VZ10, VZ1.1 ince filmlerine ait AFM görüntüleri 73
4.57. VZ5 ve VZ10 ince filmlerinin geçirgenlik, yansıma, soğurma ve bant aralığı grafikleri..... 74
4.58. VZ5, VZ10 ve VZ1.1 ince filmlerinin *S. aureus* bakterisi üzerine etkisi..... 75
4.59. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin XRD desenleri 77
4.60. VZO_50, VZO_11 ve ZOV_11 ince film örneklerinin geniş taramalı XPS spektrumları. 78
4.61. VZO_50, VZO_11 ve ZOV_11 ince film örneklerinin V, Zn ve O piklerinin yüksek çözünürlüklü XPS spektrumları..... 79
4.62. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin Raman verileri 80
4.63. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin SEM görüntüleri ve elementel dağılım haritaları..... 81
4.64. ZnO- V_2O_5 ince filmlerinin geçirgenlik grafiği..... 82
4.65. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin dolaylı bant aralıkları..... 82
4.66. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin *S. aureus* bakterisi üzerine etkisi 83
4.67. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin *E. coli* bakterisi üzerine etkisi..... 83

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge **Sayfa**

4.1. TVA yöntemiyle üretilen V_2O_5 ince filmlerin çalışma parametreleri 24
4.2. Farklı ark güçlerinde depolanan üç V_2O_5 ince filmin EDS spektrum sonuçları 30
4.3. Farklı ark güçlerde üretilen V_2O_5 ince filmlerinin R_{pv}, R_q ve R_a pürüzlülük değerleri ve her üç filmin film kalınlığı (d) değerleri..... 32
4.4. VP cam sentezi parametreleri..... 37
4.5. TVA yöntemiyle üretilen VP ince filmlerin çalışma parametreleri 37
4.6. Cam ve YYPE alttaşların yüzeyindeki VP ince filmlerin EDS verileri 41
4.7. VP ince filmler için hesaplanan R_{pv}, R_q ve R_a pürüzlülük değerleri 42
4.8. Cam ve YYPE alt tabakaların ve VP depolanmış yüzeylerinin su temas açıları 45
4.9. VP kaplı cam ve YYPE alttaşların *E. coli*, *S. aureus* ve *L. innocua*'ya karşı İBÇ (mm) olarak antibakteriyel aktivitesi..... 47
4.10. VPCd cam sentezi parametreleri 47
4.11. VPCd ince film üretimi için TVA parametreleri..... 47
4.12. VPCd ince filmlerinin EDS sonuçları 53
4.13. Cd ince film üretiminin çalışma parametreleri..... 55
4.14. Cam ve YYPE yüzeylerindeki Cd ince filminin EDS verileri. 60
4.15. Kaplanmamış ve Cd kaplı cam ve YYPE yüzeylerin su temas açıları (°)..... 62
4.16. Cd kaplı cam ve YYPE yüzeylerin *E. coli*, *S. aureus* ve *L. İnnocua*'a karşı antibakteriyel aktivitesi inhibisyon bölgesi çapı (ZOI, mm) 62
4.17. CdO ince film üretimi için TVA çalışma parametreleri..... 63
4.18. CdO ince filminin EDS verileri. 67
4.19. CdO ince filmlerin pürüzlülük değerleri 68
4.20. TVA sistemiyle üretilen Zn katkılı V_2O_5 ince filmlerinin çalışma parametreleri 68
4.21. VZ ince filmlerinin EDS sonuçları..... 72
4.22. VZ5, VZ10 ve VZ1.1 filmlerinin pürüzlülük değerleri..... 72
4.23. TVA yöntemiyle depolanan V_2O_5-ZnO ince filmlerin deneysel parametreleri. 76
4.24. ZnO- V_2O_5 ince filmlerinin EDS sonuçları 81

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	**Açıklama**
V_2O_5	Vanadyum pentoksit
P_2O_5	Fosfor pentoksit
Cd	Kadmiyum
CdO	Kadmiyum oksit
Zn	Çinko
ZnO	Çinko oksit
O	Oksijen
mbar	Milibar
nm	Nanometre
eV	Elektron Volt
V	Volt
W	Watt
kHz	kilo Hertz

Kısaltmalar	**Açıklama**
TVA	Termiyonik Vakum Ark
AC	Alternatif akım
DC	Doğru akım
RF	Radyo frekansı

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Kısaltmalar	**Açıklama**
XRD	X-ışını kırınımı
XPS	X-ışını fotoelektron spektroskopisi
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
EDS	Enerji dağılımlı x-ışınları spektrometresi
AFM	Atomik kuvvet mikroskopu
FTIR	Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
OES	Optik emisyon spektrometresi
R_{pv}	tepe vadi pürüzlülüğü
R_q	kök ortalama kare pürüzlülüğü
R_a	ortalama pürüzlülük
UV-Vis	Ultraviyole- görünür bölge
YYPE	Yüksek yoğunluklu polietilen

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Vanadyum pentoksit (V_2O_5) bileşiği metal oksitler arasında son derece önemli bir yere sahiptir. V_2O_5 kimyasal ve termal kararlılığı, geniş optik bant aralığı, termokromik ve elektrokromik davranışları sayesinde son yıllarda pek çok araştırmacının ilgisini çekmiştir. Bu özellikleri sayesinde birçok organik ve inorganik kimyasal reaksiyonda katalizör olarak kullanılır. V_2O_5 aynı zamanda cam yapıcı özelliktedir ve cam yapısının içinde bulunduğunda camın kimyasal direncini arttırarak asitlere ve çeşitli kimyasallara dayanıklı olmasını sağlar. Camın termal stabilitesini ve ısı direncini arttırarak yüksek sıcaklıklarda kullanılan fırın ve laboratuvar camlarında avantaj sağlar. V_2O_5 içeren camlar ultraviyole ve kızılötesi ışınları soğurabilir. Bu sayede binalarda iç mekanı daha serin kalmasını sağlayarak enerji verimliliği sağlayabilir. V_2O_5 boya üretiminde renk verici/değiştirici olarak kullanılır. Bunun yanı sıra korozyon önleyici özelliği sayesinde kimyasal tesislerde, petrol rafinelerinde, gemi gövdelerinde ve deniz yapılarında kullanılır. Yüksek sıcaklıklara dayanıklı ve kendi kendini temizleyen boya üretiminde kullanılmaktadır. V_2O_5 katkılı camlar ve boyalar bazı ışıma türlerini soğurarak radyasyon kalkanı olarak da kullanılabilmektedir. Bu özelliği sayesinde tıbbi tesislerde ve nükleer santrallerde kullanılır. Enerji depolama teknolojilerinde de V_2O_5 önemli bir yere sahiptir. Lityum-iyon pillerde katot malzemesi olarak kullanılan V_2O_5, yüksek enerji yoğunluğu, yüksek şarj/deşarj hızlarına dayanıklılığı, kimyasal ve termal stabilitesi sayesinde önemli rol oynar.

V_2O_5 nanoyapılar ve ince filmler enerji depolama, kataliz ve elektronik gibi çeşitli uygulamalarda önemli potansiyele sahiptir. Nanoyapıların ve ince filmlerin yüksek yüzey alanı, elektriksel ve iyonik iletkenliği sayesinde bataryalarda yüksek kapasite sağladığı gibi hızlı iyon hareketi ve düşük iç direnç sağlar. Ayrıca V_2O_5 ince filmler iyi elektriksel iletkenliğin yanı sıra mekanik esneklikte sağlayabilir. Bu da V_2O_5 ince filmleri sensörler için ideal hale getirir.

V_2O_5 çeşitli bileşiklerle katkılanarak özellikleri geliştirilebilir ve yeni özellikler kazanabilir. Bu katkılar sayesinde V_2O_5'in elektriksel, optik, kimyasal ve mekanik özellikleri iyileştirilebilir. Örneğin; kobalt katkılı V_2O_5 lityum-iyon pillerde yüksek kapasiteli katot malzeme olarak kullanılırken, nikel katkılı V_2O_5 kataliz uygulamalarında kullanılabilir. V_2O_5'e TiO_2 katkılandığı zaman fotokatalitik özellikleri artar ve güneş ışığı altında organik kirleticilerden daha etkili bir şekilde temizlenme sağlanır. Çinko (Zn) katkılı V_2O_5 fotovoltaik hücrelerin performansını arttırır ve aynı zamanda antibakteriyel özellikler kazanır. Fosfor Pentoksit (P_2O_5) cam yapısına katıldığında yüksek termal genleşme ve düşük camsı geçiş sıcaklıklarından dolayı tercih edilmektedir. Kadmiyum oksit (CdO) katkılı ince filmler ise yüksek optik geçirgenlik ve düşük elektiriksel dirençleri sayesinde fotodiyotlar ve fototransistörler gibi cihazlarda kendilerine uygulama alanı bulmaktadırlar.

Katkılı ve katkısız V_2O_5 ince filmler şimdiye kadar termal buharlaştırma, kimyasal buhar biriktirme, magnetron püskürtme gibi pek çok fiziksel ve kimyasal yöntemle üretilmiştir. Bu tez çalışması kapsamında termiyonik vakum ark (TVA) sistemiyle ilk defa katkısız ve katkılı V_2O_5 ince filmler üretilmiştir. Elektron bombardımanı sayesinde anottaki katı malzemeyi plazma haline dönüştüren Termiyonik Vakum Ark (TVA) sistemi ile üretilen ince filmler; yüksek yüzey tutunumu, düşük pürüzlülüğe sahip yüzeyler, yüksek saflık, hızlı ve kontrollü ince film üretimi, farklı attaşlarla çalışabilme esnekliği, ince film üretimi sırasında yardımcı gaz ve kimyasal kullanmaması gibi özellikleri sayesinde diğer ince film üretim yöntemlerine göre avantajlar sağlamaktadır.

V_2O_5 ince filmlerin karakterizasyonu için çeşitli analiz yöntemleri kullanılması gerekmektedir. Bu yöntemler sayesinde depolanan ince filmlerin yapısal, yüzeysel, optik ve kimyasal özellikleri belirlenebilmektedir. XRD yöntemiyle ince filmlerin kristal yapısı ve yönelimleri belirlenebilirken, XPS ile V_2O_5'in kimyasal bileşimi ve oksidasyon durumu belirlenebilmektedir. Yüzey morfolojisi hakkında bilgi edinebilmek için SEM ve AFM oldukça önemli bir yere sahiptir. Filmlerin kimyasal yapısı hakkında bilgi edinmek için ise FTIR ve Raman spektroskopisi sıkça kullanılan yöntemlerdendir. Uv-görünür bölge spektroskopi ile filmlerin geçirgenliği ve yasak enerji aralıkları hakkında bilgi edinilebilmektedir. Ayrıca TVA sistemi bir ince film depolama yöntemi olmasının yanı sıra

aynı zamanda bir plazma üretim yöntemi olduğu için elde edilen katkılı ve katkısız V_2O_5 plazmalarının analizi için optik emisyon spektrometresi (OES) oldukça önemli bir yere sahiptir.

Sensörler, kapasitörler, fotovoltaik cihazlar ve optoelektronik cihazlar gibi pek çok alanda kullanılabilen katkılı ve katkısız V_2O_5 ince filmler aynı zamanda antibakteriyel özellikler gösterdiği için tıp, biyomedikal ve gıda paketleme alanlarındaki uygulamalar açasında da önemlidir. Bu ince filmler bakteriyel hücreleri öldürebilir ve biyofilm oluşmasını engelleyebilir. Planktonik bakteri ve biyofilm oluşmasını engellemek için tıbbi cihazlarda, gıda paketlemede kullanılabilme imkanına sahiptir.

TVA sisteminin avantajları göz önünde bulundurularak optoelektronik, sensör üretimi, biyomedikal uygulamalar gibi pek çok teknolojik alanda kullanılabilecek katkılı ve katkısız V_2O_5 ince filmlerin TVA sistemiyle üretilmesi ve yapısal, yüzeysel, optik ve antibakteriyel özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bu sebeple katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO katkılı V_2O_5 ince filmler Termiyonik Vakum Ark (TVA) plazma yöntemiyle depolanmış ve X-ışını kırınımı (XRD), X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), Raman spektroskopisi, Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR), Taramalı elektron mikroskobu (SEM), Enerji dağılımlı x-ışınları spektrometresi (EDS), Atomik Kuvvet Miskroskobu (AFM), Ultraviyole-görünür spektroskopi (UV-Vis), ve Kirby-Bauer testi ile yapısal, yüzeysel, optik ve antibakteriyel analizleri yapılarak incelenmiştir. Üretilen plazmalar da Optik emisyon spektrometresi (OES) ile incelenmiştir.

TVA yönteminde ince filmi üretilmek istenen materyalin plazması üretilmektedir. Bu nedenle bu çalışmada esasında katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO katkılı V_2O_5 materyallerinin plazması da üretilmiştir. Plazma teknolojileri iyon bombardımanı ile ince film ürettiği için çağımızın ihtiyaç duyduğu üstün kalitede materyal üretiminde üst bir teknolojidir. Çalışmada üretilen ince filmlerin üstün kalitede üretilmesi amaçlanırken plazma özelliklerinin ve plazma parametreleri de inceleme altına alınmıştır. Dolayısıyla ileriki çalışmalarda istenilen özellikte materyallerin üretimi için plazma parametreleri ortaya konmuştur. Bu çalışmada TVA yöntemiyle katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO katkılı V_2O_5

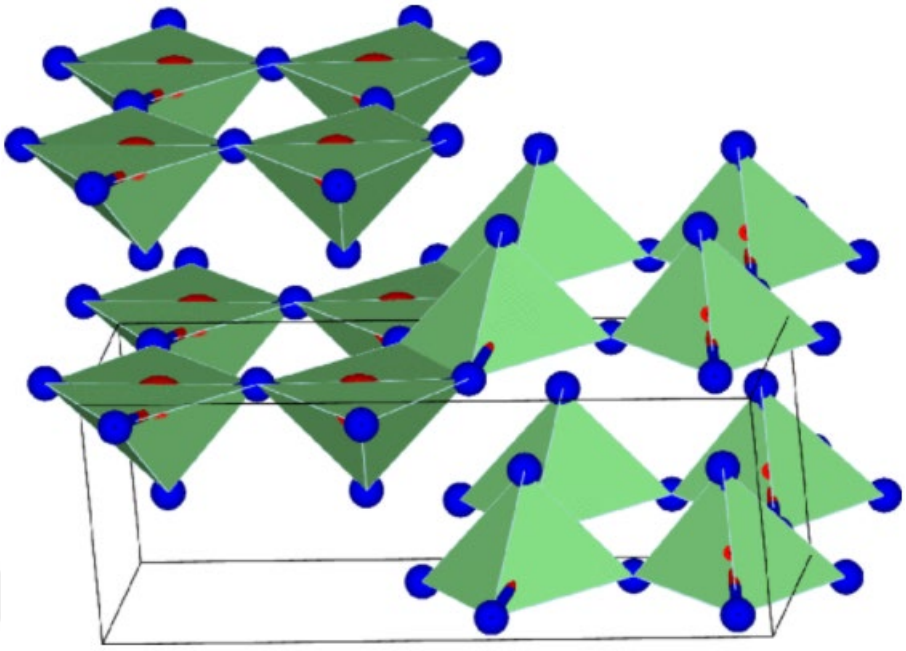
materyallerinin ince filmlerinin üretilmesi ve özelliklerinin incelenmesinde ilk çalışma olmasının yanında bu materyallerin TVA plazmasını da inceleyen ilk çalışmadır.

Bu çalışmada katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO katkılı V_2O_5 materyallerinin bilimsel aşamada üretilip incelenmesi, kontrollü olarak ileriki çalışmalarda üretilebilmesinin altyapısı ve sensör gibi elektronik, koruyucu gibi materyal ve antibakteriyel kaplama gibi biyomedikal alanda uygulama ortaya konularak sektörlere hazır üretim ortaya konulmak istenmiştir. Özellikle çağımızda yaygın kullanıma dönüşen camsı malzeme üretimine ağırlık verilmek istenmiş TVA yöntemiyle metalik cam üretimine alt yapı hazırlanması amaçlanmıştır. Bu bağlamda tek potada farklı materyallerin katkılanması ve çift pota ile farklı materyallerin tabaka tabaka depolanması hem bu çalışmada hem de ileriki çalışmada TVA sistemine çok farklı malzemeler üretimine evrilmesi istenmiştir.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Geçiş metal oksitleri, özellikle manyetik, optik ve elektrokimyasal gibi öne çıkan benzersiz karakteristikleri nedeniyle bilimsel araştırmaların odak noktası olmuştur. Bu özellikleri sayesinde, enerji depolama (süperkapasitörler, lityum-iyon piller vb.), sensörler, güneş pilleri ve kızılötesi dedektörler gibi çeşitli pratik uygulamalarda kullanılmalarına yönelik bir öngörü sağlamıştır. Fiziksel ve kimyasal özelliklerin modüle edilebilmesi, ayarlanabilir özelliklere sahip yeni cihazların tasarlanmasına katkıda bulunarak, bu malzemelerin bilimsel ve endüstriyel önemini artırmaktadır (Tyagi vd., 2020).

Önemli geçiş metal oksitler arasında yer alan Vanadyum oksitler, V^{2+} ve V^{5+} arasında değişen oksidasyon durumları nedeniyle farklı çalışmalara olanak sağlayan malzemelerdir. VO, VO_2, V_2O_3 ve V_2O_5 gibi farklı vanadyum oksitler vardır (Viliani, 1972). Vanadyumun en yüksek oksidasyon durumunda bulunan V_2O_5 yüzyıldan fazla bir süredir bilinmekte ve çalışılmaktadır. İlk kez Ditte tarafından petrol yakıtlı baca gazı tortularında 1885 yılında bulunmuştur (Ditte, 1885). V_2O_5'ten izole edilen kristalin yapısı ilk kez Katelaar (Ketelaar, 1936) tarafından iki moleküllü ortorombik birim hücre olarak tanımlanmıştır. Bachmann (Bachmann vd., 1961) V_2O_5'in kristal yapısını yeniden belirledi ve lattis parametrelerini a=11,510 Å, b=4,369 Å, c= 3,563 Å olduğunu bildirdi. Oda sıcaklığında bir yarı iletken olan ve V-O sistemindeki en kararlı fazlardan biri olan V_2O_5, yüksek kimyasal ve termal kararlılığı, geniş optik bant aralığı, çok değerlikli ve katmanlı yapısı nedeniyle son yıllarda yaygın olarak çalışılmaktadır (Yamaki vd., 1998). V_2O_5 ve bileşikleri bazı özel durumlarda termokromik ve elektrokromik davranış gösterir. Elektrokromik bir malzeme olarak, şarj/deşarj olduğunda optik özelliklerinde tersinir veya kalıcı değişiklikler yaşayabilir (Kang vd., 2012).



Şekil 2.1. V_2O_5'in kristal yapısı (piramitlerinin içindeki kırmızı küreler V'yi, mavi olanlar O'yu temsil etmektedir) (Bhandari vd., 2015)

Bazı vanadyum oksitler, kritik bir sıcaklığı (Tc) aştıklarında optik ve elektriksel özelliklerde önemli bir değişiklikle birlikte ani bir yarı iletkenden metale geçiş yaşarlar (Case, 1984). Vanadyum dioksit bu geçişi 68°C civarında yaşarken, V_2O_5 257°C civarında benzer bir faz geçişi yaşar (Chain, 1991). Sensörler, elektrotlar, elektrokromik cihazlar, akıllı pencereler, kapasitörler, fotovoltaik uygulamalarda, güneş pillerinde, şarj edilebilir pillerde, mikroelektronik ve optoelektronik cihazlarda kullanılabilen V_2O_5 pek çok uygulama için en iyi malzemelerden birisidir (Mauger ve Julien, 2018). Bu özellikleri sayesinde V_2O_5 ince filmler gaz/nem/termal sensörler, ışık modülatörleri, kızılötesi sensörler, katalizörler, elektrik ve optik anahtarlar, termoelektrik, elektrokromik cihazlar, lityum-iyon piller ve ince film elektrotlar gibi teknolojik kullanımlarda büyük ilgi görmüştür (Kang vd., 2012; Światowska-Mrowiecka vd., 2008; Yoon vd., 2004). Elektrot olarak kullanılan V_2O_5 bazlı nanokompozitler, pillerle rekabet edebilecek yüksek enerji yoğunluğuna ve geniş voltaj aralığına sahiptir (Chen vd., 2019).

Depolama/kaplama yöntemi ve çalışma parametreleri vanadyum oksit ince filmlerinin yapısını ve morfolojisini doğrudan etkileyen faktörlerdir. Şimdiye kadar V_2O_5 ince filmi üretmek için; termal buharlaştırma (Dhananjaya vd., 2017; Santos vd., 2013), flaş buharlaştırma (C. Julien vd., 1995), kimyasal buhar biriktirme (Barreca vd., 2000;

Vernardou, 2017), magnetron püskürtme (Quinzeni vd., 2011; Su vd., 2009), puls lazer depolama (Iida vd., 2008), elektron demeti buharlaştırma (Ramana vd., 1997), sprey piroliz (Irani vd., 2013), sol-jel yöntemi (Najdoski vd., 2014) gibi birçok yöntem kullanılmaktadır.

Termal buharlaştırma; katalizör olmadan vakum odası içinde bir buhar akışı ile ince filmler üretmeye dayanan yöntemdir. Bu yöntemde ısıya dayanıklı bir pota içerisinde genellikle toz halindeki materyal ısıtılarak buharlaştırılır. Termal buharlaştırma yöntemi ile silikon alttaş (111) üzerine kaplanan V_2O_5 alttaş sıcaklığı $T_s \leq 200°C$ iken amorf, $T_{s\geq}$ 300°C iken polikristal yapı vermektedir (Kumar vd., 2003). Ni alttaş üzerine termal buharlaştırma ile depolanan 25 nm tane boyutlu V_2O_5 ince filmleri Ts=300°C'de (001) tercihli yönelim gösterir (Dhananjaya vd., 2017).

Flaş buharlaştırma yöntemi termal buharlaştırma yönteminden farklı olarak materyal ısıtılan potaya damla damla dökülerek buharlaştırılır. Bu yöntem buharlaşma hızı kontrolüne izin verdiğinden üretilen ince filmlerin daha homojen olduğu gözükmektedir (C Julien vd., 1995). Flaş buharlaştırma ile üretilen polikristal V_2O_5 ince filmler sıcaklığın bir fonksiyonu olarak O/V oranının gelişimi olarak incelendiğinde en iyi stokiyometri O/V= 2,497 olan filmler pota sıcaklığı 910-980 °C aralığında elde edilmiştir (Ramana vd., 1998).

Kimyasal buhar biriktirme (CVD); materyal önce bir flaş buharlaştırma sistemi olarak işlev gören bir reaktörde buharlaştırılır daha sonra buhar, merkezi bölgeye yerleştirilen alttaşın sabit sıcaklıkta tutulduğu soğuk duvarlı bir reaktörde yoğunlaşır (Vernardou, 2017). 240 nm kalınlığındaki V_2O_5 ince filmler 300°C sıcaklıkta ve 2400 Pa toplam basınç altında 100 sccm O_2 akış hızında oluşturuldu. Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme (PE-CVD) yöntemi ile büyük boyutlarda film biriktirme yapılabilir. Bu teknikte, yüksek enerjili elektronlar gaz halindeki molekülleri iyonize eder ve kimyasal olarak reaktif iyonlar üretir (Barreca vd., 2000).

Magnetron püskürtme; metal oksit film üretmek için en popüler tekniktir. Hızlı ve tek tip yüzey oluşturur. Kullanılan güç kaynağına göre RF magnetron püskürtme, DC magnetron püskürtme ve iyon demet püskürtme (ion beam sputtering) olarak üçe ayrılır. Bir magnetron püskürtme sisteminde plazma vakum odası içinde düşük basınç altında V_2O_5 hedefi argon iyonları ile bombardıman edilerek kaplama yapılır. Yoon (Yoon vd., 2004) Si

(100) üzerinde DC püskürtme ile üretilen filmler amorf, RF ile üretilenler kristal yapıda olduğunu söylemiştir.

Film oluşumu sırasında depolama işlemleri ve çalışma parametreleri, depolanan filmin fiziksel, kimyasal ve optik özelliklerinde çok önemli değişikliklere neden olur. Bu nedenle V_2O_5 ince film üretiminde farklı parametrelerde çalışan depolama yöntemleri önemlidir (Mauger ve Julien, 2018). Örneğin, V_2O_5 ince filmler 300°C'nin üzerindeki alttaş sıcaklığında ortorombik kristal yapıya ve yaklaşık 2,24 eV optik bant aralığına sahipken, 300°C'nin altındaki alttaş sıcaklıklarında depolandığında amorfturlar ve optik bant aralığı yaklaşık 3,58 eV'dir (Abbasi vd., 2015; İnceçam vd., 2021; Pepe vd., 2021). Amorf V_2O_5 ince filmlerin, karşılık gelen kristal örneklerden daha fazla miktarda lityum barındırdığı bilinmektedir (Lee vd., 2002). Sulu çinko iyon pil için amorf V_2O_5 katot, yüksek spesifik deşarj kapasitesi ve uzun vadeli döngü kararlılığı dahil olmak üzere kristal V_2O_5'ten daha iyi performans gösterir (Wu vd., 2020).

Geniş uygulamalar için katkılı nanoyapılı V_2O_5'in sentezi son zamanlarda pek çok araştırmanın konusu olmuştur. V_2O_5'in özelliklerinin, çeşitli metal iyonlarının V_2O_5'e katkılanmasıyla yükseltilebileceği görüşmüştür (Akkila ve Basha, 2018). Bu nedenle çeşitli yöntemlerle elektrokimyasal, elektrokromik ve termoelektrik özellikleri geliştirmek için Ag (Hwang vd., 2004), Mo (Jin vd., 2009), Sn (Li vd., 2013), Zr (Zhang vd., 2014), Cu (Yu vd., 2013) ve Zn (Jiang vd., 2014) gibi birçok metal iyonları ile katkılama yapılmıştır.

V_2O_5 optik malzemelerin üretiminde yaygın cam şekillendirici olarak bilinir. Bu tür oksit yapılar, şeffaf iletken oksit filmler (transparent conducting oxide) yapmak için kullanılabilir (Miyata vd., 2002). V_2O_5, katkılandığı cama yarı iletken özellikler kazandırdığı için hala birçok araştırmacı tarafından araştırılmaktadır (Das vd., 2019; Salehizadeh vd., 2016). Yapıdaki V_2O_5 katkısının artması cam yapının yarı iletken özellik kazanmasına neden olur. Bu tür camlar V^{4+} ve V^{5+} değerlik durumları içerdiğinden elektronik ve optik çalışmalarda uygulama alanları olabilir (Majjane vd., 2014; Mekki vd., 2003).

Son zamanlarda cam teknolojisindeki gelişmelerle birlikte birçok uygulama alanı bulan çeşitli özelliklere sahip camlar literatürde sıklıkla çalışılmaktadır. Sentezlenen camların kalıntı gerilmelerinin giderilmesi için geleneksel erime-söndürme yönteminin

kullanılması düşünülmekte ve belirli sıcaklıklarda tavlama işlemleri gerçekleştirilmektedir. V_2O_5 cam oluşturucu olarak bilinmesine rağmen V_2O_5 bazlı camların çok fazla kullanılmadığı bir gerçektir. Ancak bilimsel olarak B_2O_3, TeO_2 ve SiO_2 camlarına eklendiğinde ağ değiştirici özellik gösterdiği birçok çalışmada rapor edilmiştir. Ayrıca V_2O_5 katkılı cama yarı iletken özellik kazandırdığı için birçok araştırmacı tarafından halen çalışılmaktadır (Das vd., 2019; Salehizadeh vd., 2016). Yapıdaki V_2O_5 katkısının artması cam yapının yarı iletken özellik kazanmasına neden olmaktadır. Bu tip camlar V^{4+} ve V^{5+} değerlik durumlarını içerdiğinden elektronik ve optik çalışmalarda uygulama alanı bulabilmektedir (Majjane vd., 2014; Mekki vd., 2003). Ayrıca, düşük geçirgenlikleri nedeniyle, yüksek oranda V_2O_5 katkılı cam yapıların emici bir tabaka olarak da oluşabildiği gözlemlenmiştir (Cervantes-Juárez vd., 2019; Ilik vd., 2020; Kilic vd., 2020). Benzer şekilde, Fosfor Pentoksit (P_2O_5) cam yapısında benzersiz ve ilginç özellikler sergilemektedir (Brow, 2000). P_2O_5 katkılı camlar genellikle yüksek termal genleşme katsayılarına ve düşük camsı geçiş sıcaklıklarına (340°C) sahip olduklarından cam çalışmalarında önemli bir adaydır (Elbatal vd., 2018). Diğer bir açıdan CdO cam bileşimine eklendiğinde cam yapısında ağ değiştirici olarak görev yaptığı bilinmektedir (Safonov ve Tsygankov, 1996). Yarı iletken özelliğe sahip olan CdO katkılı camlar, düşük elektrik direnci ve görünür bölgedeki yüksek geçirgenlikleri nedeniyle tercih edilen cam yapılar arasında yer almaktadır. Bu nedenlerden dolayı CdO katkılı camlar ve ince filmler güneş pilleri, fotodiyotlar ve fototransistörler vb. alanlarda tercih edilmektedir (Ferro ve RodríGuez, 2000; Wang vd., 2001; Zou vd., 1999). Farklı bileşimlere sahip camların ağır metal oksitler veya ağır lantanitler ile sentezlendiğinde radyasyon çalışmalarında kullanıldığı da görülmektedir (Tekin vd., 2019; Uosif vd., 2020).

Kristal ve amorf fosfatların temel yapı taşları, P dış elektronları ($3s^2 3p^3$) tarafından sp^3 hibrit orbitallerinin oluşumundan kaynaklanan P-tetrahedradır. Beşinci elektron, oksijen 2p elektronları ile güçlü p-bağ moleküler orbitallerinin oluştuğu bir 3d orbitaline yükseltilir (Brow, 2000). Bu tetrahedralar çeşitli fosfat anyonları oluşturmak için kovalent köprü oksijenleri aracılığıyla bağlanır. Fosfat camlarının ağları, komşu P-tetrahedralar arasında köprü oksijenleri aracılığıyla tetrahedral bağlantıların sayısını belirleyen oksijen-fosfor oranına göre sınıflandırılabilir (Kirkpatrick ve Brow, 1995).

Gıdaların özellikle balıkların bozunması sırasında yayılan TMA (trimethylamine) gazı için hassas bir sensör elde etmek için ZnO temelli V_2O_5 katkılı ince filmleri kullanılabilir (Park vd., 1998). Zn katkılı V_2O_5 nanoyapılar gaz sensörleri ve optoelektronik cihazlarda kullanılabilir (Rai vd., 2021). Zehirli gaz algılama sensörlerinde kullanılabilmektedir (Sreedhar vd., 2020). Bununla birlikte Zn katkılı V_2O_5 nanoparçacıkları fotokatalitik ve optoelektronik özellik sergilemektedir (Suresh vd., 2012; Zou ve Gao, 2010).

Çinko (Zn), 0,074 nm iyonik yarıçapa sahip önemli bir geçiş metal elementidir, bu V^{5+}'dan (0,059 nm) biraz daha büyüktür ve dolayısıyla Zn^{2+} iyonları muhtemelen V_2O_5 kristal kafesine dahil olabilir ve kristaldeki V^{5+} konumunu kısmen değiştirebilir. Düşük değerlikli bir katyonu V_2O_5 kafesine katma işlemiyle, büyüme kinetiği önemli ölçüde değiştirilebilir (Akkila ve Basha, 2018).

Literatürde Zn iyonlarının katkılandığında cam ağı üzerinde cam yapıcı ya da cam modifiye edici özellikleri olduğu bilinmektedir. Bu yapı genellikle çinkonun ZnO_4'ün tetrahedral koordinasyonlu bağ yapısından kaynaklanmaktadır (Azooz ve ElBatal, 2020; Liu vd., 1997). Ayrıca son zamanlarda ZnO katkılı cam yapılarının antibakteriyel özellikler sergilemesi sebebiyle de literatürde bazı çalışmalara rastlanmaktadır (Bae vd., 2018).

Zn katklı V_2O_5 yapılar RF - DC magnetron püskürtme yöntemi (Jiang vd., 2014; Sreedhar vd., 2020), sprey piroliz (Akkila ve Basha, 2018) gibi yöntemlerle üretilse de Termiyonik Vakum Ark Sistemi ile bu çalışmada ilk kez üretilecektir (Vladoiu vd., 2020). Bununla birlikte TVA sistemi genelde tek pota içine hem ana madde hem de katkı maddesi aynı anda konularak aynı vakum içinde sentezlenir. TVA'nın iki pota ile kullanımı yapılmıştır (Rasleanu vd., 2013). Ancak bu çalışmalarda ikinci potaya konulan malzeme vakum açılarak elektron tabancası önüne getirilmektedir. Bu işlem vakum yapılmadan ilk kez Akan ve arkadaşları tarafından Ag ve Al_2O_3 katmanlı yapı üretiminde kullanılmıştır ve son derece orijinal kullanımdır (Akan vd., 2006).

Bu tez çalışmada, V_2O_5 ince filmler ilk kez plazmasını üreten Termiyonik Vakum Ark (TVA) yöntemi ile üretilmiştir. Bir TVA plazma kaynağı, büyüyen filmi enerjik iyonlarla bombardıman ederek ince filmler üretme potansiyeli sunar; bu iyonlar film malzemesiyle kimyasal olarak özdeştir. TVA sistemi, katot-filament ısıtma akımı ve

depolama sırasında elektrotlar arasında uygulanan voltaj gibi depolama parametrelerinin değiştirilmesine izin verir. Bu özelliğinden dolayı diğer V_2O_5 depolama tekniklerine göre çok önemli bir avantaja sahiptir. TVA sisteminde katot-filament ısıtma akımı ve elektrotlar arasına uygulanan voltaj değiştirilerek ark gücü kolaylıkla değiştirilebilmektedir. Bu çalışmada, TVA sistemi kullanılarak V_2O_5 ince filmlerin diğer yöntemlerde kolaylıkla düzenlenemeyen, teknolojinin belirlediği özelliklerde depolanabildiğinin gösterilmesi amaçlanmıştır.

TVA, depolanacak malzemenin buharlarında anodik bir ark deşarjıdır (Akan, 2002). TVA sistemi ile üretilen ince filmler, iyi yapışabilme, tanecik içermeme, yüksek saflık, oldukça düz yüzey, düşük pürüzlülük, iyi yapısal katman ve hızlı depolama gibi önemli özelliklere sahiptir. Ayrıca, çok düşük basınç altında çalıştığı için üretilen ince filmlere istenmeyen azot veya oksijen katkısı yoktur (Vladoiu vd., 2020).

Bu çalışmada, V_2O_5 ince filmler TVA plazma yöntemi ile üretilmiş ve yapısal, elementel, yüzey morfolojik ve optik, antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. Bu amaçla, üç farklı ark-deşarj gücünde cam altlıklar üzerinde depolanan V_2O_5 ince filmlerin X-ışını kırınımı (XRD), alan emisyon taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM), enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS), atomik kuvvet mikroskobu (AFM), Raman spektroskopisi, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) ve Ultraviyole-görünür spektroskopisi (UV-VIS) analizleri gerçekleştirilmiştir. Katkılı ve katkısız V_2O_5 materyalinin TVA yöntemiyle plazmalarının üretilmesi plazma karakterizasyon çalışmaları için öneminin yanı sıra, TVA yöntemiyle farklı yüzeyler üzerinde depolanan V_2O_5 ince filmler antimikrobiyal etkileri sayesinde uygulamaya hazır ince filmler üretilebilir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Kullanılan hammaddeler: Deneyler sırasında kullanılan V_2O_5 için Alfa Aesar marka saflıkta %99,5+ toz materyal, P_2O_5 Alfa Aesar marka %99,5+ saflıkta toz materyal, Cd Merck marka %99,9 saflıkta, CdO Thermo Scientific marka %99 saflıkta, Zn Fisons Marka %99,95 saflıkta ve ZnO ChemSolute marka %99 saflıkta kullanılmıştır.

Alttaşlar: İnce filmleri depolamak için IsoTherm marka 76 mm x 26 mm ölçülerinde önceden temizlenmiş mikroskop camı ve yüksek yoğunluklu polietilen (YYPE) 50 mm x 50 mm alttaş kullanılmıştır. Tüm alttaşlar depolama işlemi başlamadan önce ultrasonik temizleyici ve etanol ile temizlenmiştir.

Filament ve pota: Tüm çalışmalarda TVA sisteminin katot elektrodunda bulunan filament Alfa Aesar marka %99,95 saflıkta 0,5 mm çapında Tungsten filament 4 sarım yapılarak kullanılmıştır. Anot elektrodunda ise Nanovak marka 0,13 mm kalınlığında Tungsten pota ve Nanovak marka 0,25 mm kalınlığında Molibden pota kullanılmıştır.

3.2. Yöntem

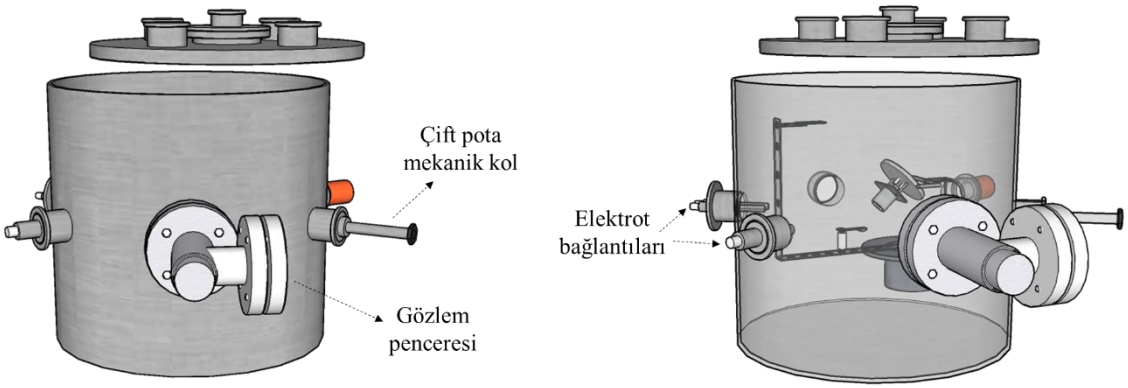
3.2.1. Termiyonik Vakum Ark (TVA) Sistemi

1983 yılında, Bükreş'teki Ulusal Lazer, Plazma ve Radyasyon Fiziği Enstitüsü'nden (INFLPR) Düşük Sıcaklık Plazma Fiziği Grubu tarafından önerilen Termiyonik Vakum Ark (TVA), anodun metal buharı plazmasını vakum içinde üretmek için elektrostatik olarak odaklanmış elektron bombardımanını kullanır (Musa vd., 1983). Termiyonik Vakum Ark (TVA) sistemi bir vakum odası, vakum sistemi, basınçölçer sistemi, güç kaynağı, elektriksel ölçüm sistemi ve elektrotlar sisteminden oluşur. TVA sistemin fotoğrafı Şekil 3.1.'de ve şematik gösterimi Şekil 3.2.'de verilmiştir. TVA sisteminin vakum odası; çapı 445 mm,

yüksekliği 415 mm ve kalınlığı 5mm boyutlarında paslanmaz çelik malzemedendir. Vakum odasının kapağı aynı malzemeden üretilmiş olup kalınlığı 20 mm'dir. Bu kapak vinç yardımıyla açılıp kapatılabilmektedir. Sistemin üzerinde çeşitli bağlantılar için çeşitli flanjlar vardır. Flanjlardan ikisi elektrotların elektrik bağlantısı için kullanılmıştır ve paslanmaz çelik vakum odasından seramikler ile yalıtılmıştır. Flanjlardan birisine yüksek basınç ölçer bağlanmıştır. Vakum odasının arka tarafında bulunan flanja difüzyon pompası ve mekanik pompa bağlanmıştır. Difüzyon pompası ile mekanik pompa arasına düşük basınç ölçer bağlıdır. Ayrıca TVA deşarj içinden geçen akımın okunması için analog ampermetre ve TVA deşarj üzerindeki potansiyel farkının ölçülmesi için analog voltmetre kullanılmıştır.

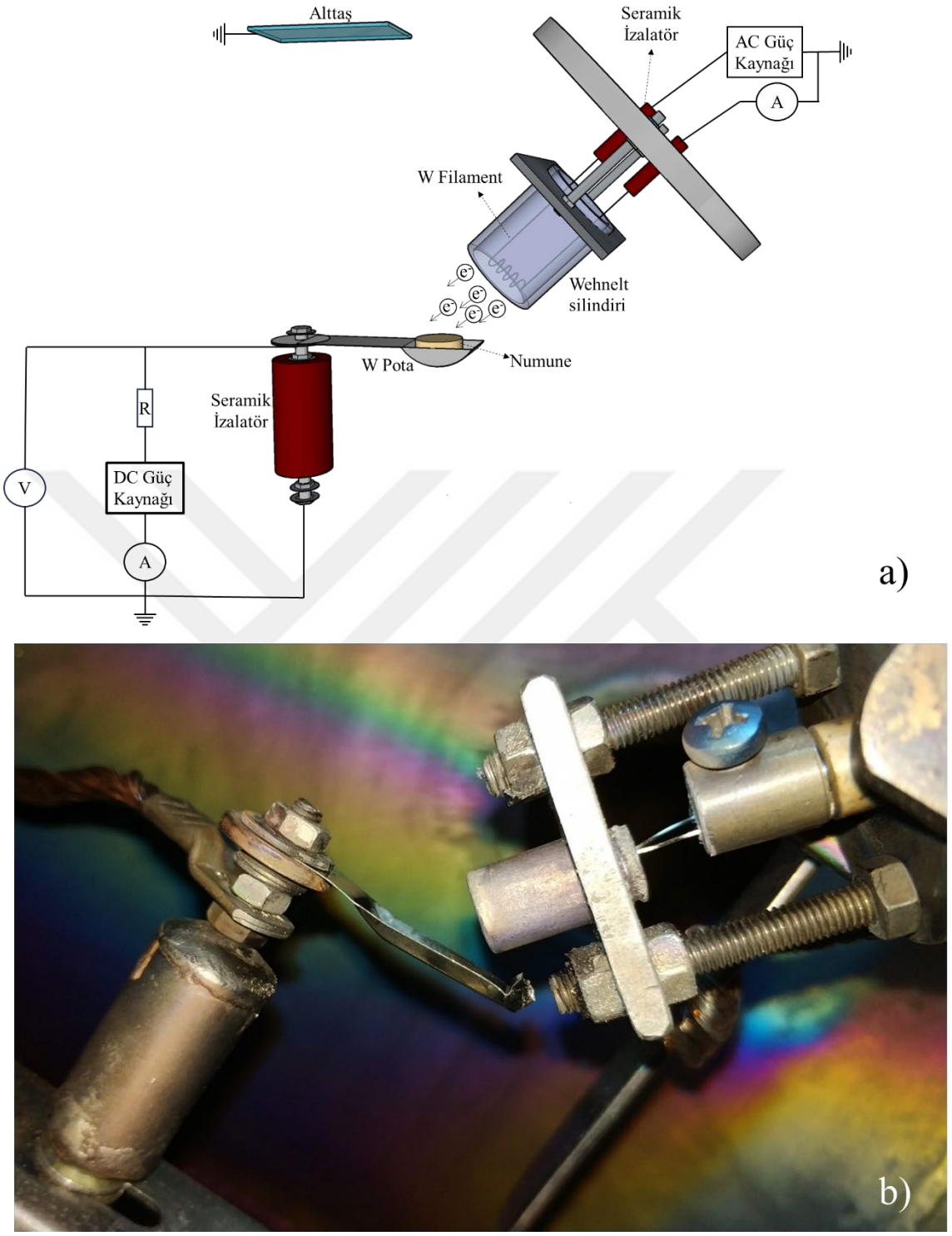


Şekil 3.1. Termiyonik Vakum Ark (TVA) sistemi



Şekil 3.2. TVA sisteminin gösterimi

TVA plazması, katot ve anot olarak adlandırılan iki elektrot arasında oluşur. Sıcak bir filamentin elektron emisyonunu sağladığı elektrota katot, anot ise elde edilecek plazmanın malzemesinin buharlaştırıldığı bir pota içerisindedir. Elektrot düzenin şematik gösterimi ve deney öncesindeki fotoğrafı Şekil 3.3.'te verilmiştir.



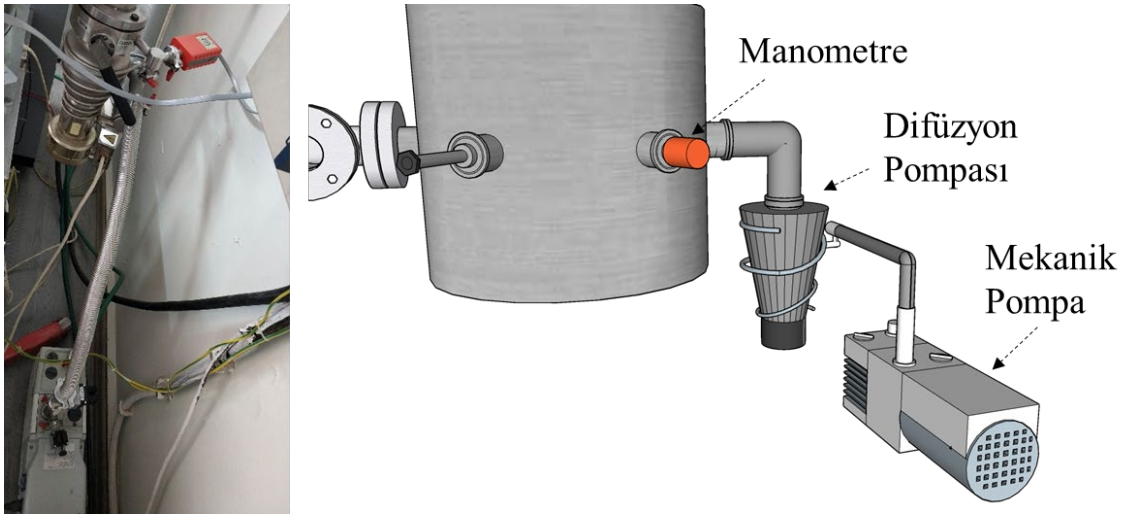
Şekil 3.3. a) TVA sisteminin elektrotları şematik düzeni, b) fotoğrafı

Katotta bulunan Tungsten filament Wehnelt silindiri içinde bulunmaktadır. Wehnelt silindiri 15 mm uzunluğunda ve iç çapı 6 mm olan paslanmaz çelikten üretilmiştir ve filamentte üretilen elektron demetlerinin anot materyaline doğru odaklanmasını sağlar. Katot

elektrotta bulunan filament, sistemin geri kalanından seramik izolatörler yardımıyla elektriksel olarak yalıtılmıştır. Tungsten filament, Wehnelt silindiri ve paslanmaz çelik tutucularla birlikte elektron tabancası adını alır. Anot elektrotta ise plazması üretilmek istenen malzemenin koyulacağı yüksek erime sıcaklığına sahip pota bulunmaktadır. Anot elektrotu da seramik izolatör ile elektriksel olarak yalıtılmıştır.

Elektrot düzeneği, plazması üretilecek materyal ve alttaş 60 L hacmindeki paslanmaz çelik vakum odasında bulunmaktadır. Vakum odasının üzerinde elektrotların güç kaynaklarıyla bağlantısını yapabilmek için seramik izolatörlerle yalıtılmış bağlantı noktaları, ampermetre ve voltmetre, gözlem penceresi, vakum pompaları ve basınç okuyucular için giriş çıkışlar bulunmaktadır.

Vakum odasının basıncını plazması üretilmek istenen malzemenin doymuş buhar basıncına indirebilmek için ve plazması üretilmek istenen malzeme dışındaki atom ve molekülleri minimuma indirebilmek için basıncı 10^{-6} mbar mertebesine kadar indirebilen bir vakum sistemi kullanılmaktadır. Bu sistem bir adet mekanik pompa (Edwards RV3 model), bir adet difüzyon pompası (Edwards Diffstak 63/150 model, manometrelerden (Edwards Active Pirani Gauge APG-M model, Edwards Active Inverted Magnetron Gauge AIM-S model) ve basınç değerini görebilmek için basınç ölçerden (Edwards Active Gauge Controller AGC Single Display model) oluşmaktadır. Sistemin basınç değeri 10^{-2} mbar değerine ulaşıncaya kadar sadece mekanik pompa çalışmaktadır. Bu değerden sonra difüzyon pompasına da güç vererek difüzyon ve mekanik pompanın birlikte çalışması sağlanır ve sistemin basınç değeri istenilen basınç değerlerine inmesi sağlanır. Şekil 3.4.'te vakum sisteminin şematik gösterimi ve fotoğrafı görülmektedir.



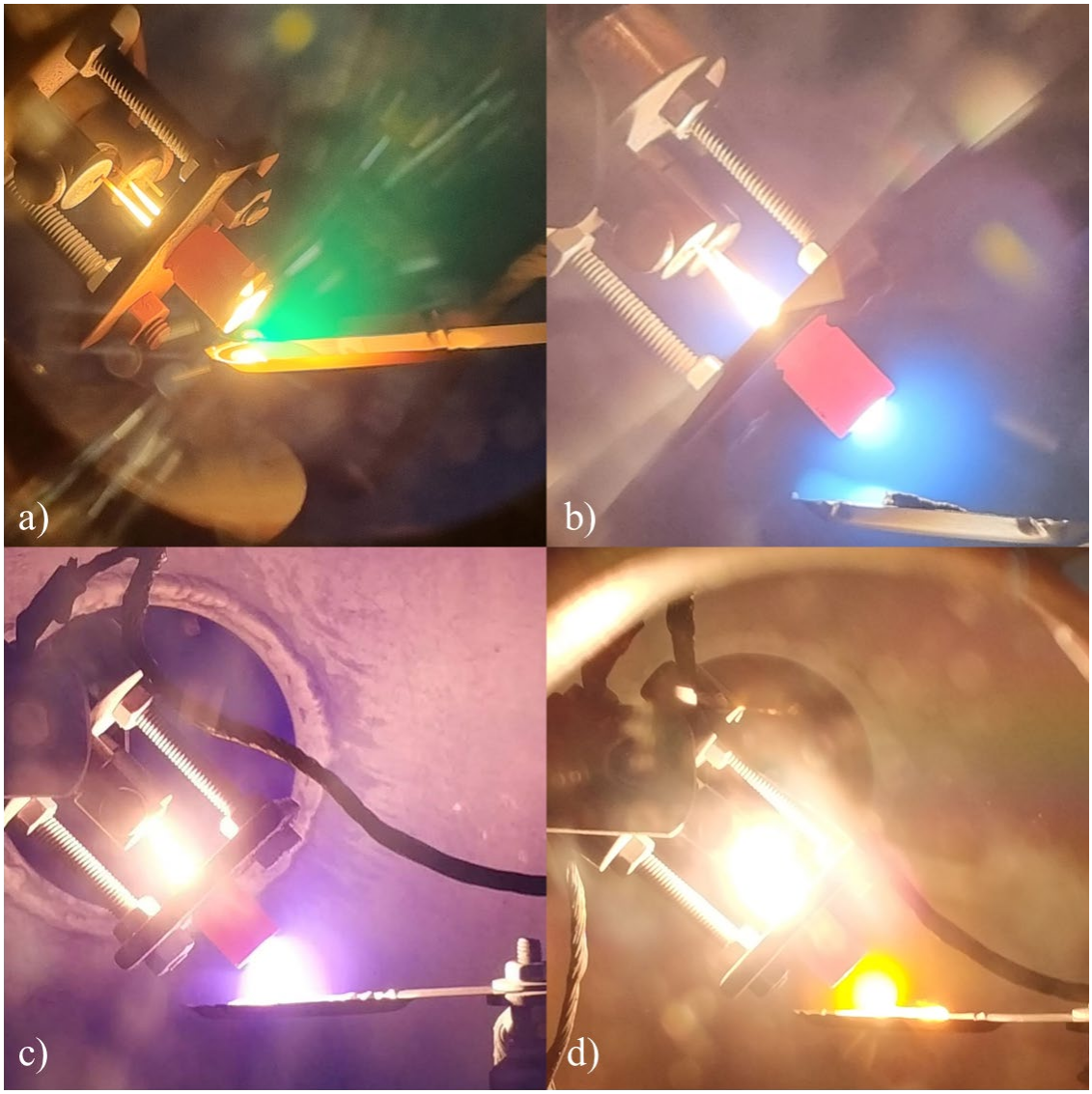
Şekil 3.4. TVA vakum sistemi a) fotoğrafı, b) şematik gösterimi

TVA plazma üretimi için aynı panel üzerine yerleştirilmiş iki elektriksel güç kaynağı kullanılmıştır. Bunlardan birincisi DC, 0-5 kV ve 10 kW kapasiteli ayarlanabilir çıkış voltajlı yüksek voltaj güç kaynağı, ikincisi ise 1 kW kapasiteli ve 27 V AC ayarlanabilir çıkış voltajlı düşük voltaj, yüksek akım güç kaynağıdır. Yüksek voltaj güç kaynağı elektrotlar arasına yüksek voltaj uygulamak için kullanılır. Düşük voltaj güç kaynağı filament üzerinden akım geçirerek, filamentin ısınarak elektron emisyonu yapması için kullanılır. Bu panel üzerinde her iki kaynağın açma kapama düğmeleri, sigortaları ve uygulama voltajlarının kademe kademe arttırılabildiği varyakları bulunmaktadır. Güç kaynağı paneli Şekil 3.5.'te görülmektedir.



Şekil 3.5. TVA sistemi güç kaynağı

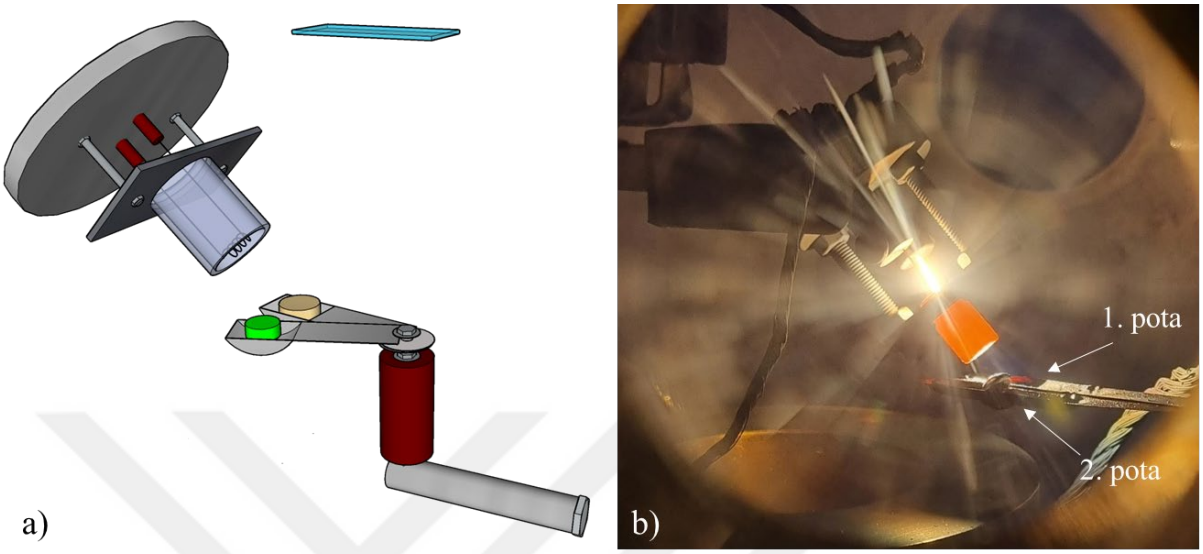
Vakum odası içine ince filmi depolanmak istenen materyali içeren anot potası ve ince filmin depolanacağı alttaşlar yerleştirilip elektrot bağlantıları yapıldıktan sonra vakum odası kapatılır ve 10^{-5}-10^{-6} mbar'a kadar vakumlanır. Yüksek akım üreten AC güç kaynağı ile katot elektrotu olarak kullanılan filamente akım verilerek filamentin ısınması ve dolayısıyla anot materyali üzerine elektron bombardımanı sağlanır. Daha sonra katot ve anot arasına yüksek DC voltaj uygulanarak katot filamentinden önce termiyonik emisyon, daha sonra yüksek alanlarda alan emisyonu ve Schottky etkisi ile elektron emisyonu sağlanır ve bu elektronlar anotta bulunan materyale doğru hızlandırılarak materyale enerji aktarımı sağlayarak, malzemenin önce erimesine daha sonra buharlaşarak plazmaya dönüşmesi sağlanır. Şekil 3.6.'da TVA sistemi içinde üretilen farklı materyallerin plazması örnek olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.6. TVA sistemiyle üretilmiş a) bakır, b) karbon, c) kadmiyum ve d) silisyum plazmaları

TVA Çift pota sistemi: TVA sisteminde vakum ortamını bozmadan katmanlı ince filmler üretmek mümkündür. Bunun için Şekil 3.7.'de görülen sistemin anot elektrotuna birbirini engellemeyecek şekilde çift pota ve bu potaların içine de katmanlı olarak kaplanmak istenen materyaller ayrı ayrı koyulmaktadır. Anotta bulunan potalar vakum odası dışından kontrol edilebilen bir mekanik kol yardımı ile döndürülerek elektron tabancasının altına plazması üretilmek istenen materyalin bulunduğu pota getirilerek katmanlı ince film üretimi sağlanır. Katmanlı ince film üretiminde sistemin vakum ortamı bozulmadığı için katmanlar arasında atmosferde bulunan atom veya moleküllerin girişi engellenir bu sistem

üretilen katmanlı ince filmlerin safsızlığına katkıda bulunur. Ayrıca sistemi iki kere vakumlamak gerekmediği için zamandan ve enerjiden tasarruf edilir.



Şekil 3.7. TVA sistemi çift pota, tek elektron tabancası elektrot düzeni a) şematik gösterimi, b) fotoğrafı

3.2.2. Analiz yöntemleri

X-ışını kırınımı (XRD) analizi: V_2O_5 temelli ince filmlerinin kristal yapısını ve yönelimini belirlemek için x-ışını kırınım (XRD) desenleri Panalytical Empyrean XRD cihazı ile Bragg-Brentano geometrisi kullanılarak oda sıcaklığında 0.01° adımlarla alınmıştır.

Raman ve Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi: Üretilen ince filmlerin moleküler bağ titreşimlerini belirlemek için Renishaw inVia Raman Mikroskobu ve Perkin-Elmer FTIR 100 mikroskobu kullanılmıştır.

Alan emisyonlu taramalı elektron mikroskopu (FE-SEM): Üretilen ince filmlerin yüzeylerini farklı yakınlaştırmalar altında inceleyebilmek için Hitachi Regulus 8230 FE-SEM marka elektron mikroskobu kullanılmıştır.

Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDS): İnce filmlerin elementsel analizi ve oransal dağılımı için Hitachi Regulus 8230 elektron mikroskobunun EDS dedektörü kullanılmıştır.

Atomik kuvvet mikroskobu (AFM): Yüzey görüntülerini daha ayrıntılı irdeleyebilmek için Park Systems XE 100 atomik kuvvet mikroskobu kullanılmıştır.

Optik analizler: İnce filmlerin geçirgenlik, soğurma ve yansıma özelliklerini belirlemek için Himadzu-Solid Spec-2500 UV-VIS Spektrofotometre kullanılmıştır. Ayırca TVA sisteminde üretilen plazmanın optik emisyon spektrumları Ocean Optics USB2000+ XR1-ES optik emisyon spektrometresi kullanılarak alınmıştır.

Film kalınlığı: Depolanan V_2O_5 temelli ince filmlerin kalınlıkları, 15 nm ila 70 μm kalınlık aralığında 400-1000 nm dalga boyu aralığında çalışan Filmetrics F20 ince film kalınlığı ölçüm sistemi ile interferometri ile ölçülmüştür.

Temas açısı: Cam ve YYPE alt tabakaların ince film depolanmış ve depolanmamış yüzeylerinin ıslanabilirlik özelliklerini araştırmak için Krüss DSA100 model temas açısı gonyometresi kullanılmıştır.

3.2.3. Mikroorganizma

Bakteri suşları ve kültür hazırlama: Çalışmada kullanılan bakteri suşları *Escherichia coli* (*E. coli*) O157:H7 ATCC 35150, *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) 6538P ve *Listeria innocua* (*L. innocua*) ATCC 33090'dır. Suşlar Ege Üniversitesi, Gıda Mikrobiyolojisi Bölümü, İzmir, Türkiye tarafından ve Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Biyoteknoloji ve Biyogüvenlik laboratuvarı tarafından sağlanmıştır. Bakteri suşları Tryptic Soy Broth (TSB, pH 7,3 ± 0,2) ve Tryptic Soy Agar (TSA, pH 7,3 ± 0,2) besiyerlerinde 37ºC'de 24 saat süreyle üretilmiştir.

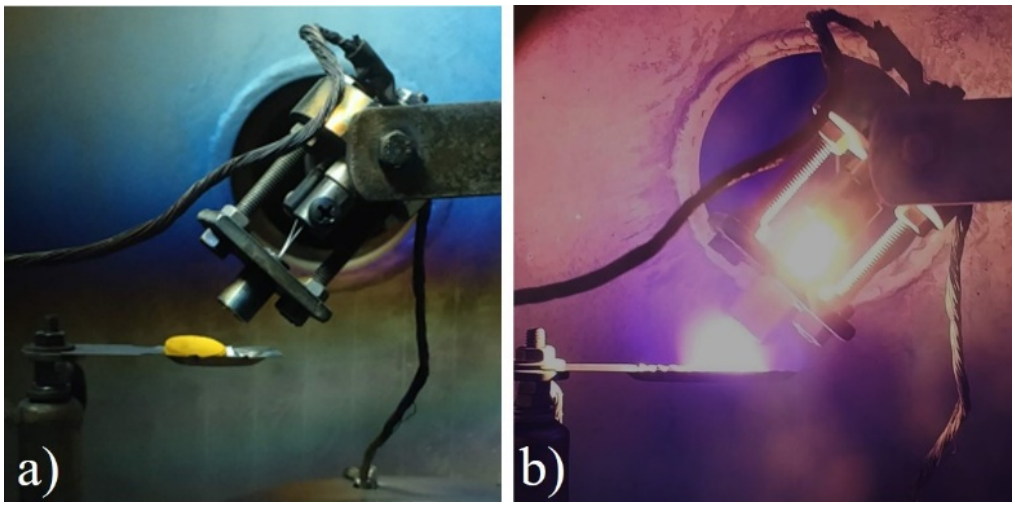
Modifiye Kirby-Bauer difüzyon testi: *S. aureus*, *E. coli* ve *L. innocua* suşları TSB besiyerine ekilmiş ve 37 ºC'de 24 saat inkübe edilmiştir. İnkübasyondan sonra kültür süspansiyonları steril PBS içinde 0,5 McFarland ($1,5 \times 10^8$ cfu/mL) standardına ayarlanmıştır. 100 µL bakteri süspansiyonu Nutrient Agar (NA, pH 7,0 ±0.2, Merck, Almanya) plakalarının yüzeyine eşit olarak yayılmış ve plakalar biyogüvenlik kabininde 15 dakika kurumaya bırakılmıştır. İnce film depolanmış ve depolanmamış örnekler daha sonra agar plakalarının yüzeyine yüzleri aşağı bakacak şekilde yerleştirilmiş ve 37 ºC'de 24 saat boyunca inkübe edilmiştir. İnkübasyondan sonra, örneklerin antibakteriyel aktivitesi, örnekleri çevreleyen berrak inhibisyon bölgesi çapı (İBÇ) milimetre cinsinden ölçülerek belirlenmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde, TVA sistemiyle üretilen V_2O_5, V_2O_5-P_2O_5, V_2O_5-P_2O_5-CdO, Cd, CdO, V_2O_5-Zn ve V_2O_5-ZnO ince filmlerin üretilmesi ve çeşitli özelliklerinin incelenmesi işlemleri alt başlıklar halinde verilmiştir. İlk olarak TVA sisteminde V_2O_5 ince filmlerin özellikleri incelenecek ve daha sonra V_2O_5'e P_2O_5, CdO, Zn, ZnO katkıları yapılarak elde edilen ince filmlerin özellikleri incelenecektir.

4.1. V_2O_5 İnce Filmler

TVA yöntemiyle V_2O_5 ince film üretebilmek için toz halindeki V_2O_5 materyali vakum ortamında vakum pompaları tarafından sistem dışına atılmaması için pelet haline getirilerek anot elektrotta bulunan pota üzerine koyulmuştur. Alttaşlar ise potanın yaklaşık 10 cm üzerinde duracak şekilde konumlandırılmıştır. Bu çalışmada, elektrot düzeni, katot filament akımı ve depolama süresi sabit tutularak, üç farklı ark gücü için cam alttaşlar üzerinde V1, V2 ve V3 olarak kodlanan üç farklı V_2O_5 ince filmi depolanmıştır. V_2O_5 TVA plazması, Şekil 4.1b'de görüldüğü gibi TVA sisteminde üretilmiştir. Bu çalışma için seçilen TVA çalışma parametreleri Çizelge 4.1'de verilmiştir (Durmuş ve Akan, 2023).

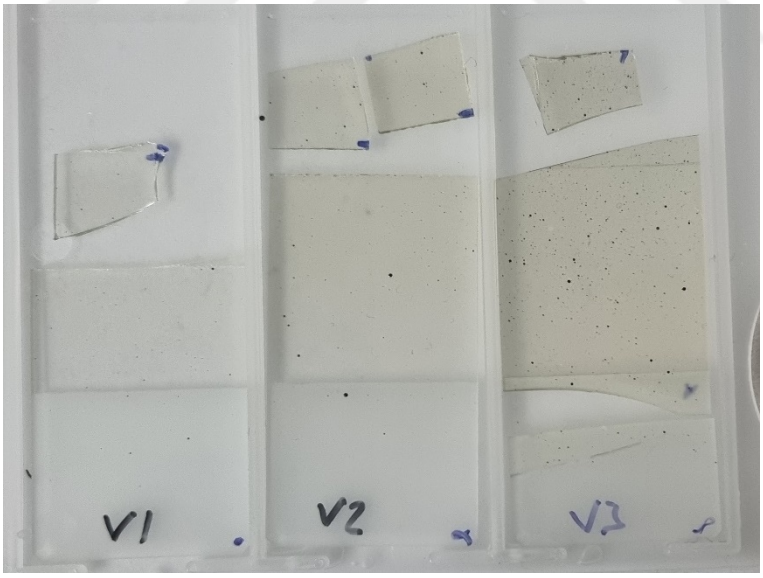


Şekil 4.1. a) V_2O_5 peleti ile vakum odasının içindeki TVA elektrotlarının fotoğrafı, b) vakum odasındaki V_2O_5 TVA plazmasının fotoğrafı

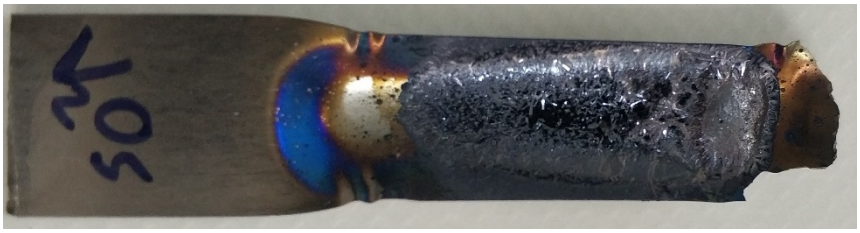
Çizelge 4.1. TVA yöntemiyle üretilen V_2O_5 ince filmlerin çalışma parametreleri

Uygulama Voltajı (V)	Ark Akımı (A)	Ark Voltajı (V)	Ark Gücü (W)	Çalışma Basıncı (mbar)	Filament Akımı (A)	Depolama Zamanı (s)	Kodu
600	0,16	500	80	$2,3x10^{-4}$	20	50	V1
2000	0,40	700	280	$3,0x10^{-4}$	20	50	V2
3000	0,80	800	640	$2,5x10^{-4}$	20	50	V3

TVA yöntemiyle üretilen ince filmlerin fotoğrafı Şekil 4.2.'de verilmiştir. Deney sonrası potada kalan V_2O_5 materyalinin görünümü Şekil 4.3.'te verilmiştir. TVA sisteminde O katkısı fazla olan materyallerin ince filmlerinde alttaşlar üzerine makro parçacıkların sıçradığı gözlemlenmiştir. Bunun sebebi oksijenin iyonlaşma enerjisinin farklı olmasından dolayı gelen enerjiyi homojen olarak bütün malzemeye dağıtmak yerine lokal deşarjlarla boşalması olabilir.

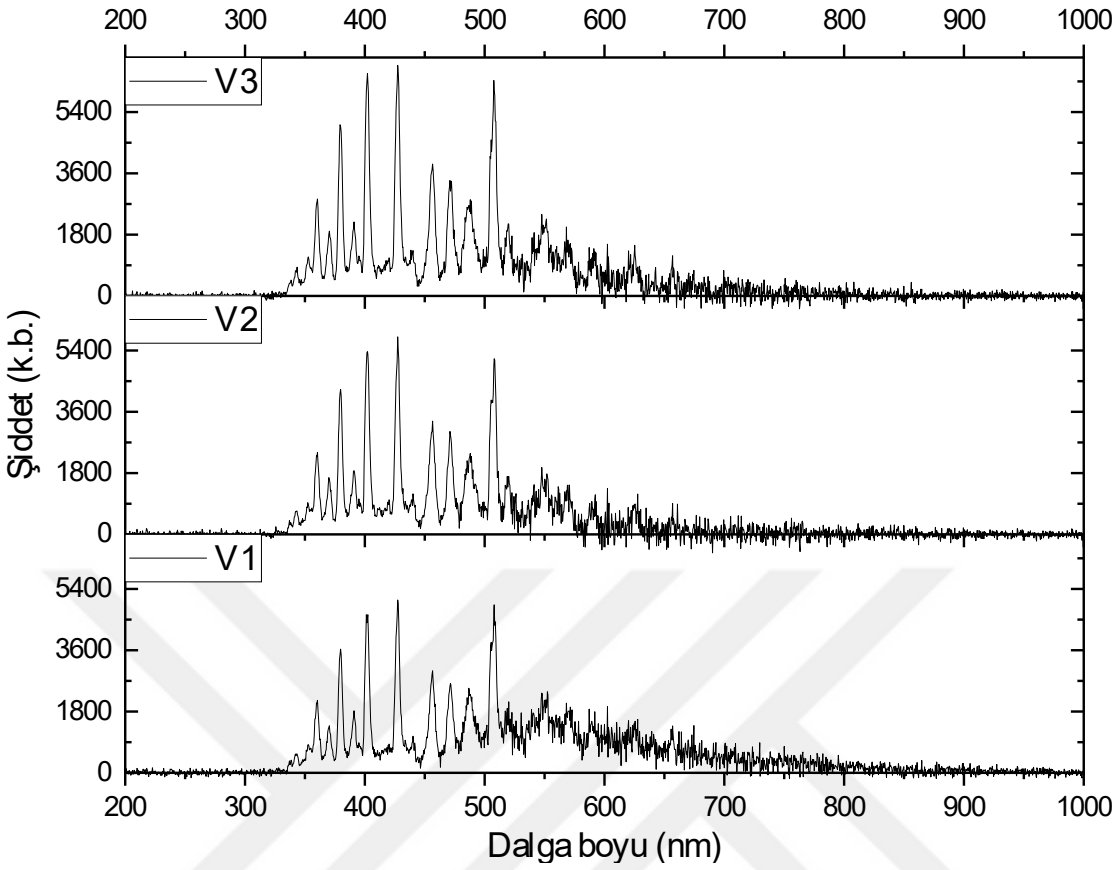


Şekil 4.2. TVA yöntemiyle cam alttaş üzerinde üretilen V_2O_5 ince filmler



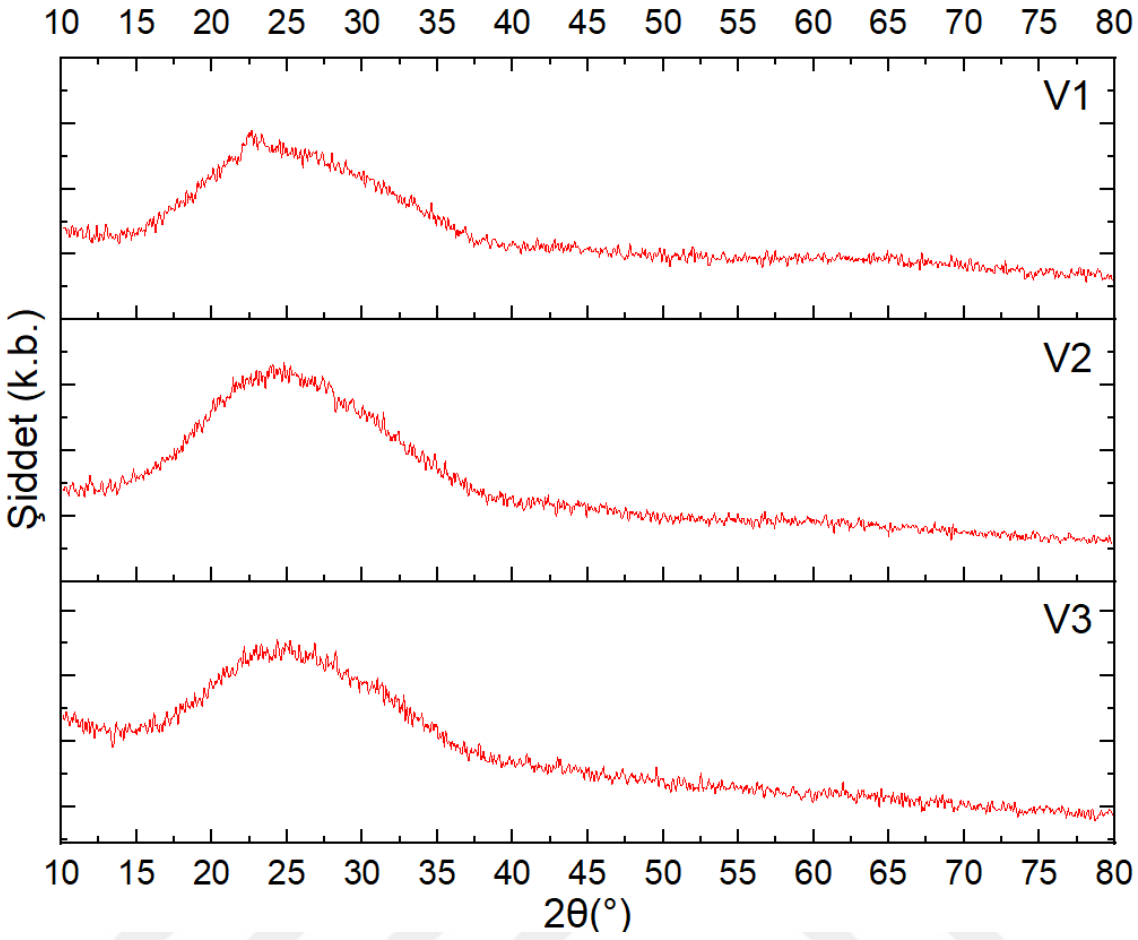
Şekil 4.3. V_2O_5 ince film sonrası potadaki materyal

TVA yöntemiyle V_2O_5 plazması oluşturulduğu sırada oluşan plazmanın analizi için vakum odasının gözlem penceresinden V1, V2 ve V3 materyalleri için OES alınmıştır. V1, V2 ve V3 plazmaları için elde edilen OES grafikleri Şekil 4.4.'te verilmiştir. OES verileri 200-1000 nm dalga boyu arasında alınmıştır. Grafikten de görülebildiği gibi uygulama gücü arttıkça oluşan piklerin şiddetinde artma gözlemlenmiştir. NIST verilerine göre 343 nm, 352 nm, 360 nm, 370 nm, 379 nm, 390 nm, 402 nm, 427 nm, 438 nm 456 nm, 470 nm, 488 nm, 507 nm, 547 nm, 551 nm, 568 nm, 602 nm, 625 nm ve 656 nm Vanadyum'un 4p-4s geçişine karşılık gelmektedir (NIST, 2021). Ancak bu dalga boylarını Oksijen açısından da irdelersek 351 nm ve 360 nm'de 5s-3p geçişi, 371 nm'de 3p-3s geçişi, 379 nm'de 4s-3p geçişi, 400 nm'de 3d-3p geçişi, 436 nm'de 4p-3s geçişi, 470 nm'de 3d-3p geçişi, 486 nm'de 3d-3p geçişi, 508 nm'de 3d-3p geçişi, 520 nm'de 3d-3p geçişi, 547 nm'de 3d-3p geçişi, 604 nm'de 6s-3p geçişi ve 700 nm'de 4d-3p geçişi olabileceği görülmüştür. Ayrıca OES grafiğinde yüksek akım altında ışıma yapan tungsten filamentten kaynaklı ışımalar da gürültü olarak görülmektedir.



Şekil 4.4. V_2O_5 plazmalarının OES grafikleri

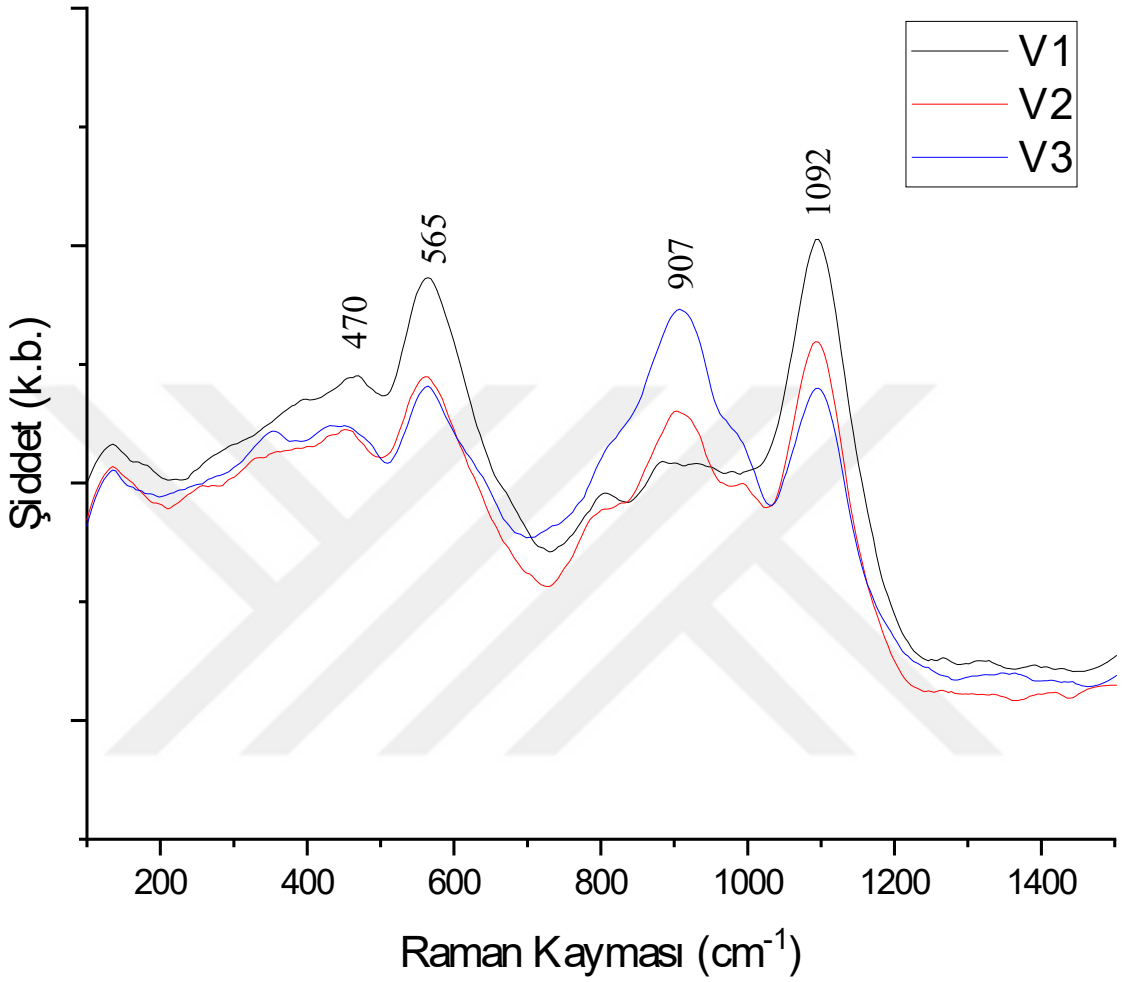
Depolanan V_2O_5 ince filmlerin XRD desenleri Şekil 4.5.'te verilmiştir. TVA yöntemiyle üretilen V_2O_5 ince filmlerin XRD desenleri incelenmiş ve belirli bir kristal yapısına rastlanmamıştır. XRD desenleri her üç materyal için de benzerdir. Ancak, $2\theta=22°$ (101)'deki pik V1 ince filminde görülmektedir. Bu sonuç, yapı amorf olmasına rağmen V1 numunesinin daha düzenli bir yapıya işaret ettiğini göstermektedir. XRD sonuçları, TVA plazması ile depolanan V_2O_5 ince filmlerinin amorf bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. TVA yöntemiyle cam alttaş üzerinde depolanan V_2O_5 kümeleri kristal bir yapı oluşturmak için yeterli enerjiye sahip olmadığından ve depolama işleminden sonra tavlama işlemi yapılmadığından, depolanan V_2O_5 filmlerinin amorf bir yapıda olması beklenmektedir. Isıtılmamış alttaş üzerinde depolanan, tavlanmamış veya düşük sıcaklıkta tavlanmış V_2O_5 ince filmlerinin amorf bir yapıya sahip olduğu literatürde görülmektedir (Santos vd., 2013; Wu vd., 2020).



Şekil 4.5. Farklı ark güçlerinde depolanan V_2O_5 ince filmlerinin XRD desenleri

Farklı deşarj gücünde depolanan V_2O_5 ince filmlerin Raman spektrumları 200 cm^{-1} ila 1500 cm^{-1} aralığında Şekil 4.6.'da gösterilmiştir ve grafikler aynı frekanslarda aynı sayıda çok benzer bant görünmektedir. V_2O_5 ince filmlerin Raman spektrumunda dört olası bant oluşumu vardır. İnce film spektrumlarında 470 cm^{-1} civarındaki bant V-O-V'nin simetrik gerilmesine (Vernardou, 2017), 565 cm^{-1} V-O'nun gerilme titreşimine (Shvets vd., 2019; Yelsani vd., 2019), 907 cm^{-1} paylaşılmamış oksijenden kaynaklanan simetrik V=O gerilme modunun özelliklerine (Liu vd., 2006; Saad vd., 2017; Wachs vd., 1989), 1092 cm^{-1} terminal oksijenin V^{5+}=O gerilme moduna (Lee vd., 2002; Shvets vd., 2019) ait veya 1092 civarında mikroskop camından kullanılan alttaştan kaynaklanması muhtemeldir (Wang vd., 2011). Ark gücü arttığında, yeni bir Raman piki oluşumu gözlemlenmedi, sadece mevcut piklerin şiddeti değişti. Şekil 4.6'da görüldüğü gibi, V1 ince filminde 565 cm^{-1} ve 1092 cm^{-1} piklerinin diğer ince filmlere göre daha güçlü ve dar olduğu görülmektedir. Bu durum V1 ince filminde oluşan kristal pikin (101) daha düzenli bir yapıya sahip olması ile

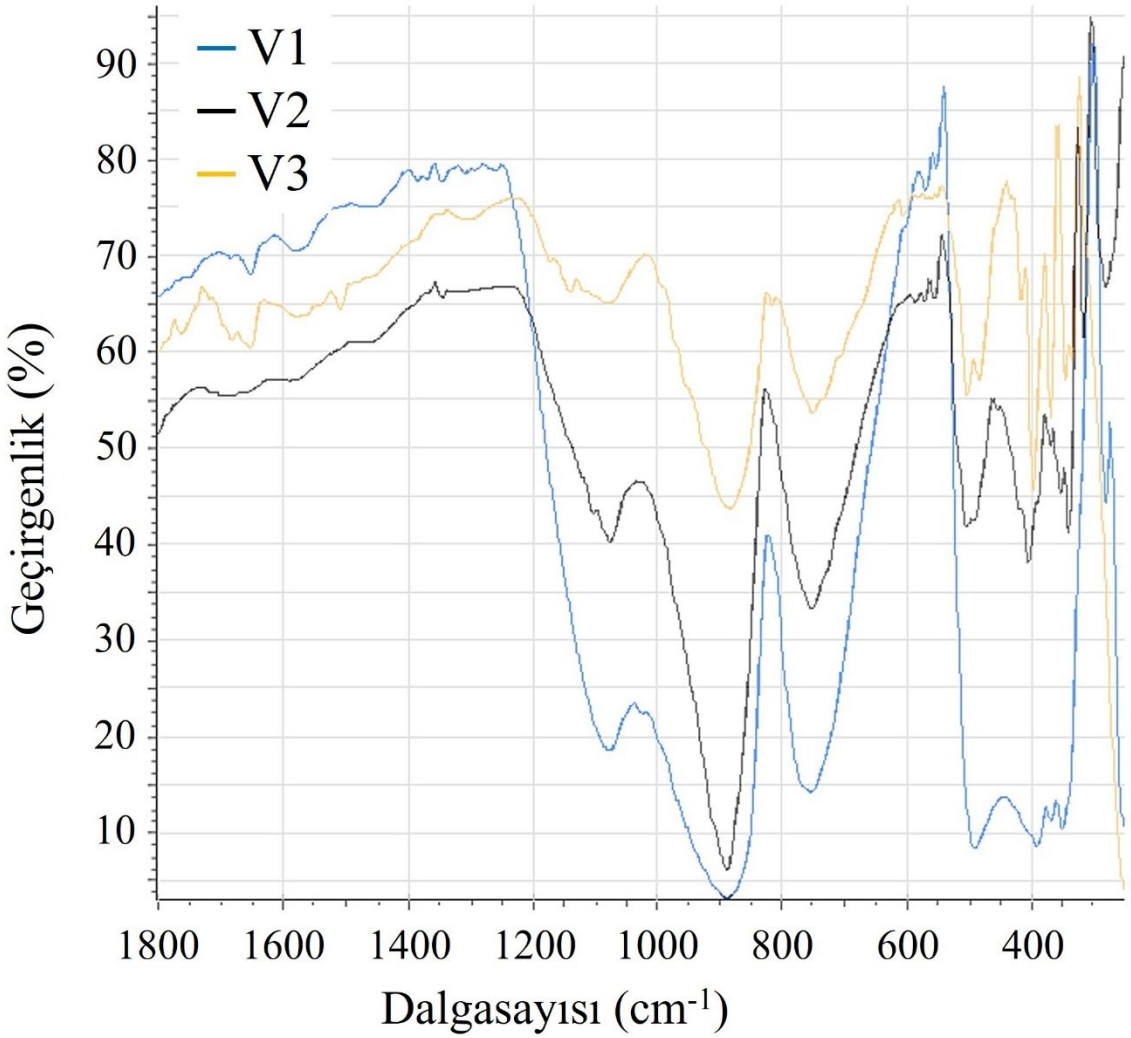
örtüşmektedir. Ark gücü arttıkça yapıdaki V^{5+} oluşumu zayıflamaktadır. V3 ince filminde daha güçlü olan 907 cm^{-1} piki daha geniştir ve amorf yapıya işaret etmektedir.



Şekil 4.6. Farklı ark güçlerinde depolanan üç V_2O_5 ince filmin Raman spektrumları

V_2O_5 ince filmlerin FTIR spektrumu Şekil 4.7.'de verilmiştir ve grafikler aynı frekanslarda aynı sayıda bant göstererek çok benzer görünmektedir. FTIR incelemesi V_2O_5'in yapısal değişikliklerini ve bant gerilmesini incelemek için yapılmıştır. Çoğu araştırmada 1025 cm^{-1} ila 900 cm^{-1} aralığındaki soğurma bantlarının paylaşılmamış V=O bağlarının gerilme titreşimine atfedilebileceği konusunda hemfikirdir (Benmoussa vd., 1995; Kumar ve Sahay, 2020; Zhou vd., 2012). 1078 cm^{-1}'deki bant, paylaşılmamış V=O bağlarının gerilme titreşimine aittir. 886 cm^{-1}'deki bant V-O-V bükülme titreşimlerine (Kim vd., 2015) veya V=O gerilme titreşimlerine (Sasidharan vd., 2012) aittir. 750 cm^{-1}'deki bant, köşe paylaşımlı oksijenden çift eşleşmiş oksijen (köprü oksijen) bağına (Zhou vd., 2012)

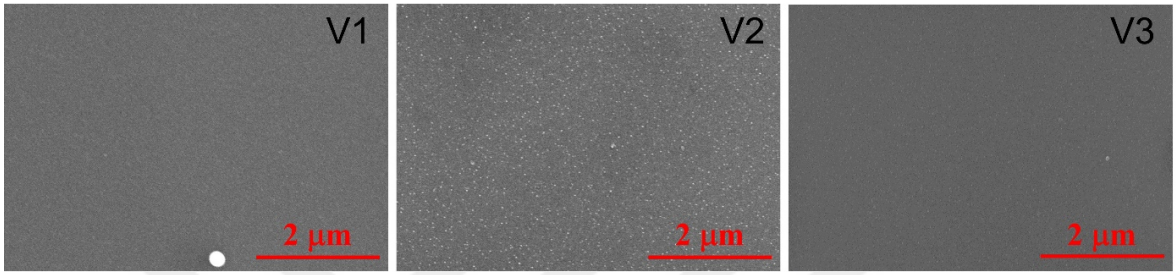
veya 758 cm^{-1}'deki V-O-V asimetrik gerilmesine (Jin vd., 2008) aittir. 840 ve 433 cm^{-1}'de bulunanlar, iki vanadyum atomu (V-O-V) tarafından paylaşılan bağlı oksijenlerin titreşimlerinin karakteristiğidir (Benmoussa vd., 1995). 500 cm^{-1}'deki bant, esas olarak VO_5'in kare piramitleri arasındaki kenar paylaşımına katkıda bulunan V-O bağlarıyla ilgili açısal deformasyon modlarına karşılık gelir (Ramana vd., 1997).



Şekil 4.7. Farklı ark güçlerinde depolanan üç V_2O_5 ince filmin FTIR spektrumları

Şekil 4.8'de üç farklı ark gücünde çalışan TVA ile kaplanan V_2O_5 ince filmlerinin SEM görüntülerini (20000 kat büyütülmüş) göstermektedir. Depolanan V_2O_5 ince filminin mikroyapı ve morfoloji analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.8.'deki SEM görüntüsü, filmlerin herhangi bir iğne deliği veya çatlak olmadan oldukça homojen olduğunu ve alttaşa iyi depolandığını göstermektedir. V_2O_5 düz bir film olarak görülmektedir. Vanadyum ve

oksijenin varlığı EDS analizi ile doğrulanmış ve atomik ağırlık yüzdeleri Çizelge 4.2'de verilmiştir. Ark gücü arttıkça ince filmdeki Oksijen oranının azaldığı, Vanadyum oranının ise Çizelge 2'de görüldüğü gibi arttığı görülmektedir. V_2O_5 filmlerinin özellikleri büyük ölçüde sentez yöntemine bağlıdır çünkü V_2O_5 ısıtıldığında oksijen kaybeder; bu da yerel kırılmalara ve oksijenin V_2O_5 kafesinden uzaklaşmasına yol açar, bu da ortaya çıkan katmanlarda kusurların veya daha düşük bir fazın oluşmasına neden olur (Schneider, 2020)

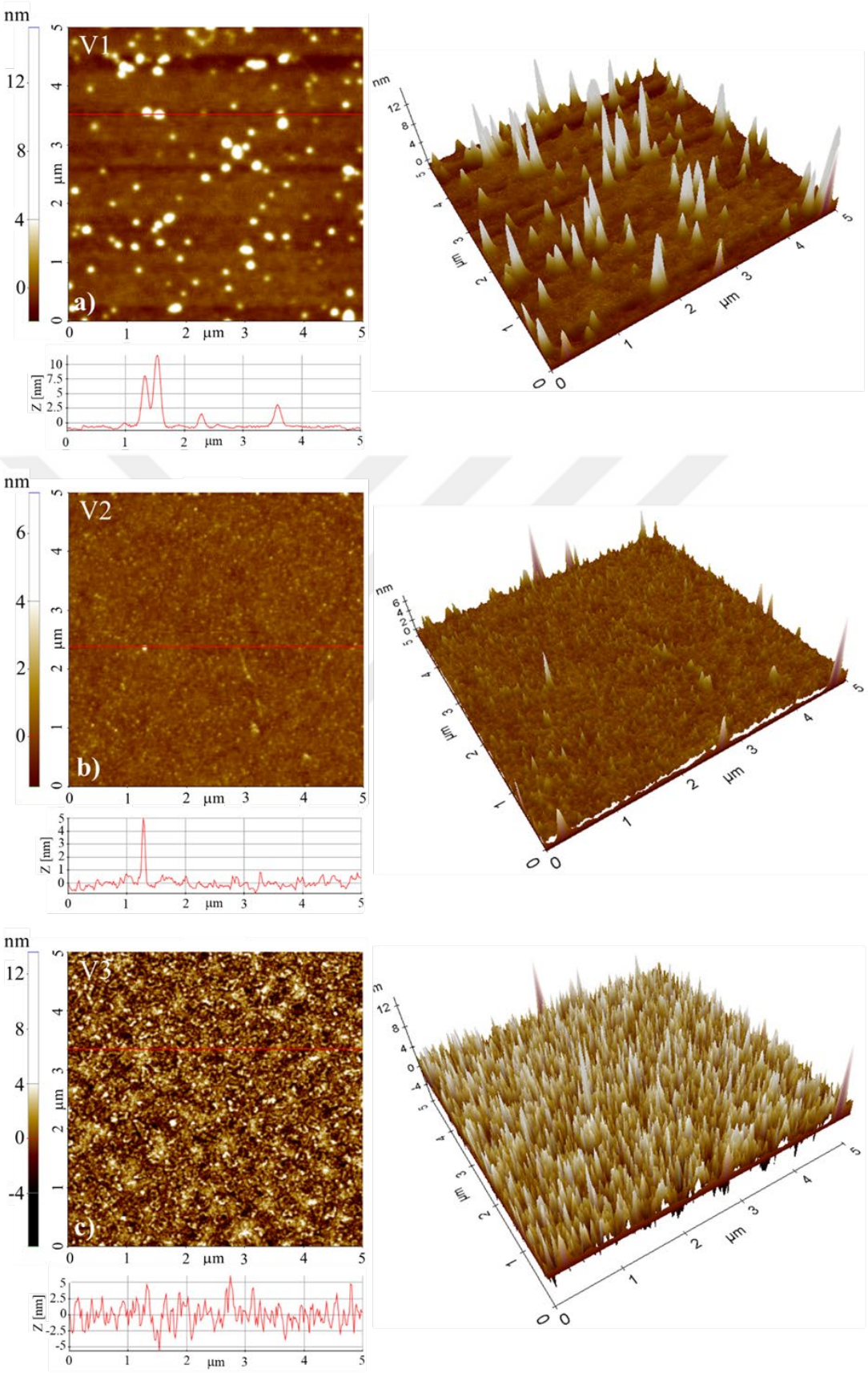


Şekil 4.8. Farklı ark güçlerinde depolanan üç farklı V_2O_5 ince filmin SEM görüntüleri

Çizelge 4.2. Farklı ark güçlerinde depolanan üç V_2O_5 ince filmin EDS spektrum sonuçları

Element (Atomik %)	**V1**	**V2**	**V3**
V	72	72	74
O	28	28	26
V/O	2,6	2,6	2,9

Üç farklı ark gücünde TVA yöntemiyle depolanan V_2O_5 ince filmlerinin AFM görüntüleri ve çizgi taramaları Şekil 4.9.'da verilmiştir. Farklı ark güçlerinde depolanan V_2O_5 ince filmlerinin iki boyutlu (2D) AFM görüntüleri, sırasıyla Şekil 4.9a-c'de gösterilen 1 Hz tarama hızı ile temassız modda çizilmiştir. Şekil 4.9'daki beyaz alanlar üst üste toplanmış tanelerin oluşumunu temsil etmektedir. AFM yüzey görüntülerinden hesaplanan R_{pv} (tepe vadi pürüzlülüğü), R_q (kök ortalama kare pürüzlülüğü) ve R_a (ortalama pürüzlülük) değerleri ile her üç filmin interferometre ile ölçülen film kalınlığı değerleri (d) Çizelge 4.3'te verilmiştir.



Şekil 4.9. Farklı ark güçlerinde depolanan üç V_2O_5 ince filmin AFM görüntüleri ve çizgi taramaları

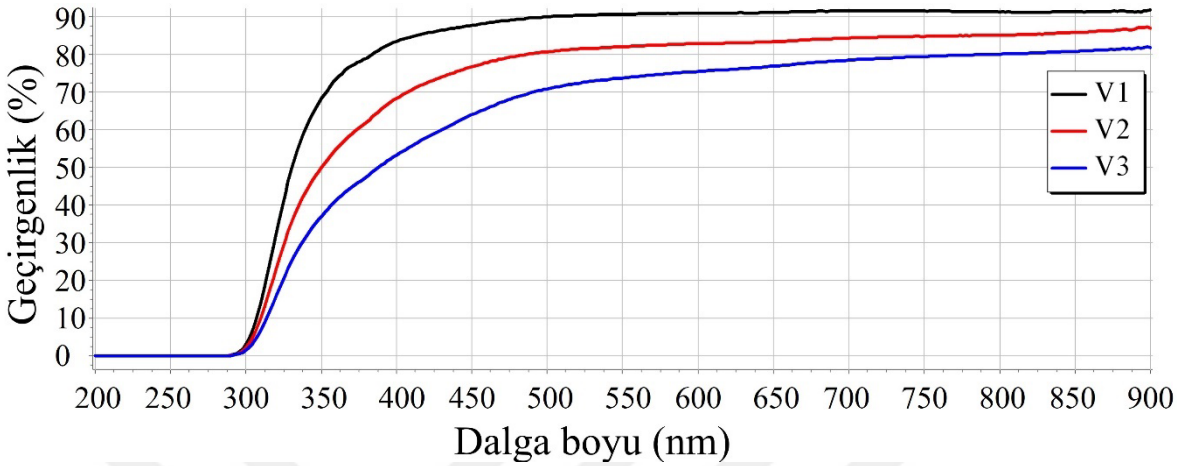
Çizelge 4.3. Farklı ark güçlerde üretilen V_2O_5 ince filmlerinin R_{pv}, R_q ve R_a pürüzlülük değerleri ve her üç filmin film kalınlığı (d) değerleri

Kod	R_{pv} (nm)	R_q (nm)	R_a (nm)	d (nm)
V1	17,2	1,2	0,6	92
V2	8,9	0,4	0,3	98
V3	21,5	1,8	1,4	204

TVA yöntemi ile depolanan film üzerine gelen iyonların enerjisi ile pürüzlülüğün azalması (Vladoiu vd., 2003)'de tartışılmıştır. TVA'nın ark gücü iyonların enerjisini belirleyen önemli bir parametre olduğundan, ark gücü arttığında depolanan V_2O_5 ince filmin daha düşük yüzey pürüzlülüğü beklenir. Depolanan üç V_2O_5 ince filminin R_q değerleri 0,4 ila 1,8 nm arasında değişmektedir. Bu kadar küçük boyutlarda böyle bir ilişki görmek için depolanan süresini (film kalınlığını) artırmak gerektiği görülmektedir. Bununla birlikte, Şekil 4.9b'de görüldüğü gibi, V2 ince filmi için ark gücü arttıkça depolanan filmin yüzey pürüzlülüğü azalmaktadır. Ancak, Şekil 4.9c'de V3 ince filmi için son derece yoğun birikim gözlenmektedir. Üç ince filim de bu açıdan incelendiğinde ark gücünün artmasıyla daha yoğun yapılaşmaya sahip ince filmler üretilmektedir. Düşük ark güçlerinde yüzeyin bazı bölgelerde iğne benzeri yapılara sahip olduğu görülmektedir. Ark gücünün artmasıyla birlikte özellikle V3 ince filminde tamamen iğne tipi bir yüzey dokusunun ortaya çıktığı dikkat çekmektedir. Şekil 4.9'daki çizgi tarama verilerine göre, 80 W ark gücü kullanılarak depolanan V1 ince filminde oldukça büyük çıkıntılar gözlenirken, 280 W ark gücü ile depolanan V2 ince filminde nispeten düz ve yoğun bir film yüzeyi gözlenmektedir. En yüksek ark gücü olan 640 W ile depolanan V3 ince filmi daha az pürüzsüz ve dalgalı bir yüzey sergilemekle birlikte, daha büyük çıkıntılar boyunca nispeten küçük pürüzlülüğe sahiptir.

V_2O_5 ince filmlerinin geçirgenlik spektrumları Şekil 4.10'da verilmiştir. Şekil 4.10, farklı ark gücünde depolanan üç film için UV-görünür bölgedeki geçirgenliğin eğrisini göstermektedir. Film kalınlığı arttıkça geçirgenliğin azaldığını göstermektedir. Bunun nedeni, ince filmin kalınlığında artışa yol açan ark gücündeki artıştır. Üç farklı ark gücünde depolanan V_2O_5 ince filmlerin kalınlıkları sırasıyla 92, 98 ve 204 nm olarak ölçülmüştür. Depolanan ince filmler görünür bölgede %65-90 oranında bir geçirgenliğe sahiptir. Görünür spektrum aralığında filmin nispeten yüksek geçirgenliği ve net soğurma kenarı gözlenmiştir.

V_2O_5 ince filmlerin yüksek geçirgenliği nedeniyle, küçük parçacık boyutlarına ve homojen yüzey yapılarına sahip oldukları söylenebilir (Hwang vd., 2012).

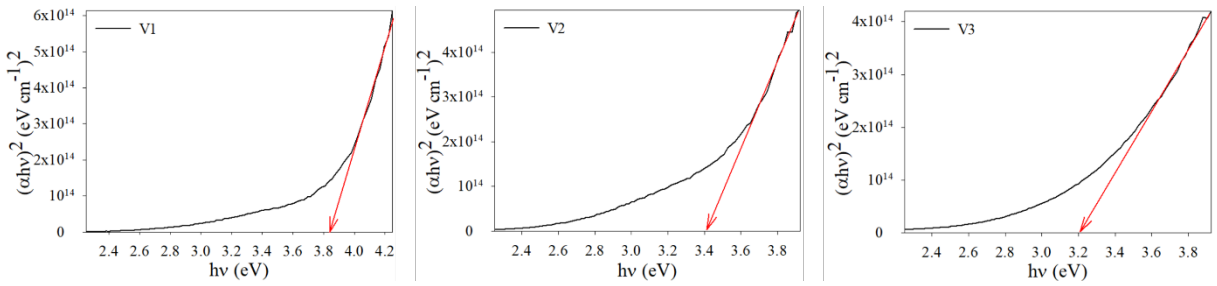


Şekil 4.10. Farklı ark güçlerinde depolanan V_2O_5 ince filmlerinin geçirgenlik spektrumları

V1, V2 ve V3 ince filmlerinin optik enerji bant aralığı (E_g) değerleri Şekil 4.11'deki veriler kullanılarak Tauc plot yöntemi ile hesaplanmıştır.

$$(\alpha h\upsilon)^n = A(h\upsilon - E_g) \tag{4.1}$$

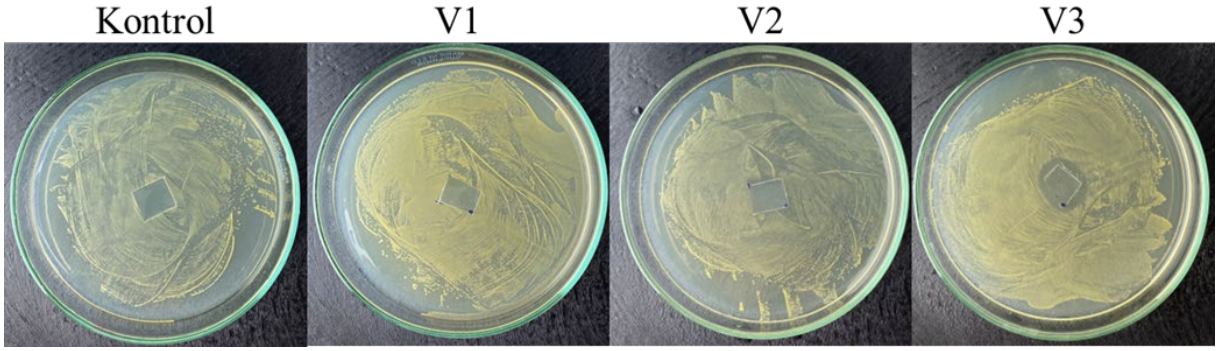
Burada α: soğurma katsayısı, h: Plank sabiti, ν: foton frekansı, n: geçişlerin doğasına göre belirlenen bir değerdir (doğrudan izinli geçişler için n=2, dolaylı izinli geçişler için n=1/2), A: enerjiden bağımsız bir sabittir. Doğrudan izinli geçişler için optik bant aralığı enerjisi sırasıyla yaklaşık 3,84; 3,42 ve 3,20 eV olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.11. Farklı ark güçlerinde depolanan V_2O_5 ince filmler için $(\alpha h\upsilon)^2$'ye karşı ($h\upsilon$) grafiği

Pepe ve arkadaşları, V_2O_5 ince filmin E_g değerinin 3,58 eV olduğunu ve 450°C, 500°C ve 550°C'de tavlama sonrasında sırasıyla 2,73, 2,70 ve 2,63 eV'ye düştüğünü bulmuşlardır (Pepe vd., 2021). Yelsani ve arkadaşları da V_2O_5 ince film bant aralığının tavlama sıcaklığının artmasıyla azaldığını bulmuşlardır (Yelsani vd., 2019). TVA yöntemiyle üretilen V_2O_5 ince filmlerde de ark gücü arttıkça E_g'nin azaldığı gözlenmiştir. Ark gücü arttığında iyon enerjisinin artmasının tavlama sıcaklığının artmasına benzer bir etkiye sahip olduğu görülmektedir.

TVA yöntemiyle farklı ark güçlerinde üretilen V1, V2, V3 ince filmlerinin antibakteriyel etkilerine bakmak için *S. aureus* bakterisi tercih edilmiş ve petrilere yayma ekim yapılmıştır. Daha sonra bu petrilere 1x1 cm^2 olarak kesilmiş ince filmler film yüzeyi bakterilere bakacak şekilde yerleştirilmiştir. Şekil 4.12'de görüldüğü gibi ark gücü en yüksek olan V3 ince filminde film çevresinde en geniş bakterisiz alan inhibisyon bölgesi çapı (İBÇ) oluşumu gözlemlendi. İBÇ artışı film kalınlığı artmasıyla birlikte cam yüzeyler üzerinde daha fazla V_2O_5 bulunması ve Şekil 4.9'da görüldüğü gibi V3 filminin iğne tipi yüzey oluşumu sayesinde daha fazla yüzey alanına sahip olmasıyla ilişkilendirilir.

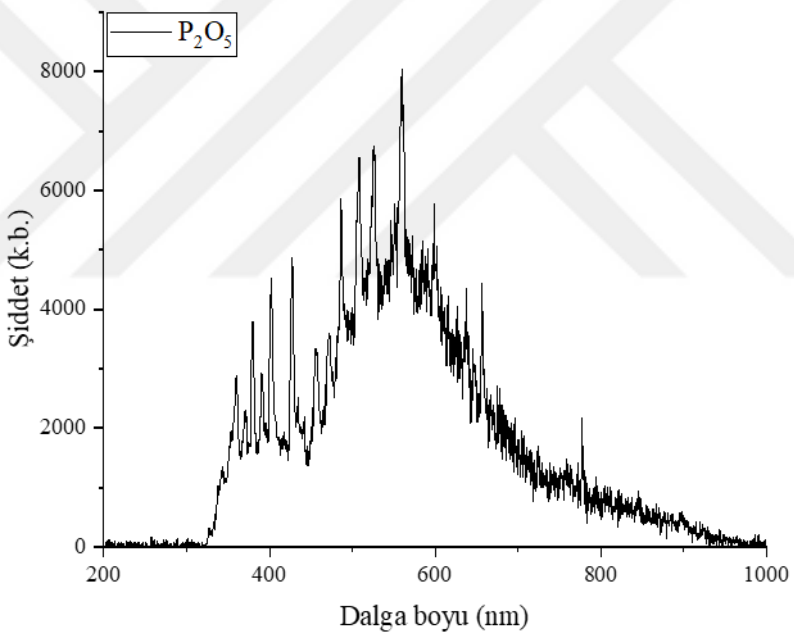


Şekil 4.12. V_2O_5 ince filmlerinin *S. aureus* planktonik bakterisi üzerine antibakteriyel etkisi

4.2. P_2O_5 katkılı V_2O_5 ince filmler

Toz halindeki P_2O_5'in TVA yöntemiyle ince filmini üretmek için toz halindeki P_2O_5 sıkıştırılarak pelet haline getirilmiştir ve anot elektrodunda bulunan tungsten potaya yerleştirilmiştir. Vakum odasının basıncı 4,6 x 10^{-5} mbar ulaştığında filament akımı 18 A olacak şekilde ayarlanmıştır. Daha sonra uygulama voltajı 3500 V olacak şekilde elektrotlara

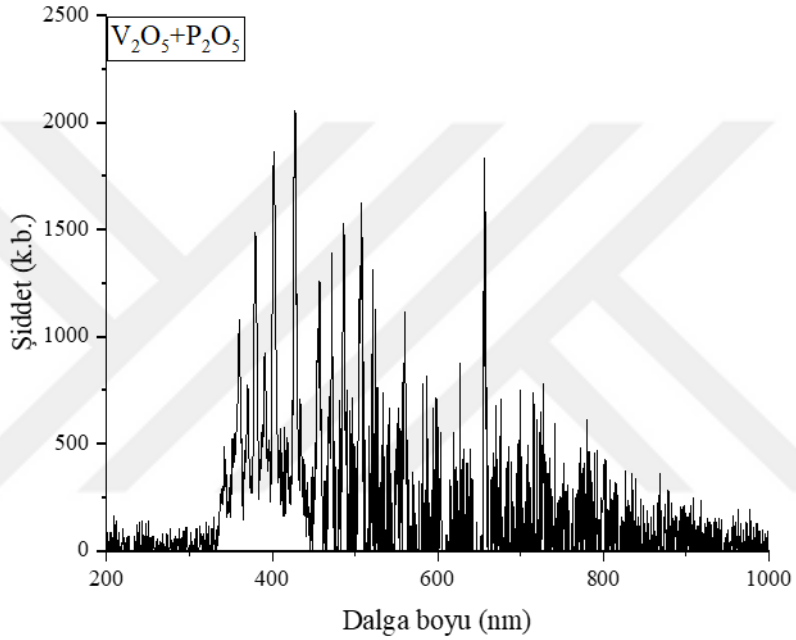
voltaj verilmiştir. Bu sırada ark voltajı 500 V ve ark akımı 900 mA olarak ölçülmüş ve yaklaşık 10 saniye boyunca pelet haldeki P_2O_5'i plazma haline çevirerek ince film depolaması yapılmıştır. Üretim sırasında alınan P_2O_5 plazmasının OES verilerinin grafiği Şekil 4.13'te verilmiştir. Fosfor'a ait NIST verileri irdelendiğinde 390 nm'de 4p-4s, 205 nm'de 4p-3d, 455 nm'de 4d-4p, 486 nm'de 5s-4p, 508 nm'de 5p-4s, 526 nm'de 4p-4s, 559 nm'de 5s-4p ve 602 nm'de 4p-4s geçişleri olduğu görülmüştür. Bu piklerden en kuvvetlisi 559 nm'ye denk gelen piktir. Ayrıca NIST oksijen verilerinden 354 nm,360 nm,370 nm, 379 nm, 390 nm, 402 nm, 427 nm, 455 nm, 472 nm, 486 nm, 508 nm, 559 nm, 599 nm, 656 nm ve 777 nm dalga boyuna denk gelen ışımaların oksijene ait geçişler olabileceği görülmüştür. TVA sistemiyle P_2O_5 plazması gözlemlenmiş olmasına rağmen mikroskop camı üzerinde homojen ve kullanılabilir katkısız P_2O_5 ince film elde edilemedi.



Şekil 4.13. P_2O_5 plazmasının OES grafiği

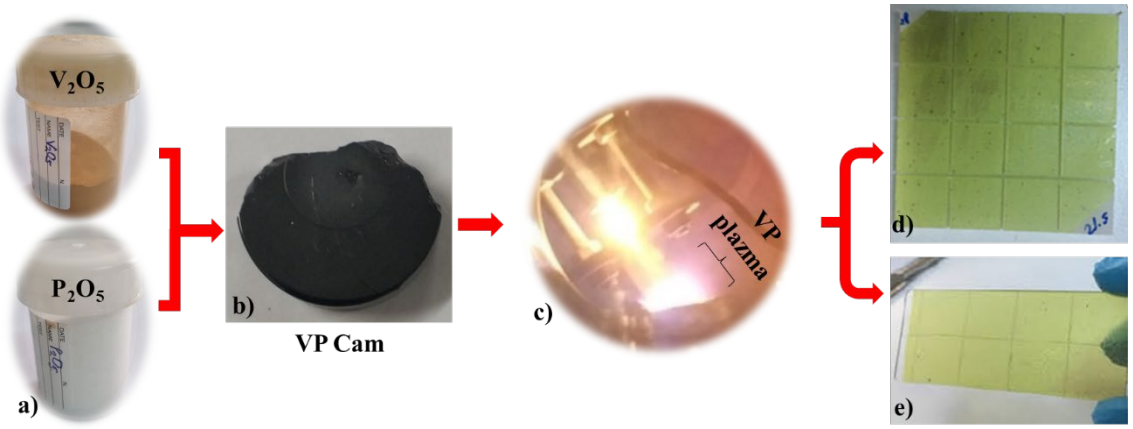
Daha sonra toz haldeki V_2O_5 ve P_2O_5 molce %50-50 karıştırılarak pelet haline getirilmiştir ve bu şekilde TVA sisteminin anot ucunda bulunan tungsten potaya yerleştirilmiştir. Sistemin basıncı $6{,}0x10^{-5}$ mbar basınca düştüğünde 18.5 A filament akımı altında üretilen elektronları malzemeye yönlendirmek için 500 V ark voltajı ve 320 mA ark akımı altında bu karışımın plazması yapılmıştır. 20 saniye süren plazma sırasında alınan OES grafiği Şekil 4.14'te verilmiştir. OES grafiğinde görüldüğü gibi piklerin şiddetleri çok

düşük ve arka plan gürültüsünden ayırmak oldukça zordur. En kuvvetli piklere baktığımız zaman 343 nm'de vanadyumun 4p-4s geçişi, 360 nm'de vanadyumun 4p-4s geçişi ya da oksijenin 5s-3p geçişi, 379 nm'de vanadyumun 4p-4s geçişi ya da oksijenin 4s-3p geçişi, 402 nm'de vanadyumun 4p-4s geçişi ya da fosforun 4p-3d geçişi, 427 nm'de vanadyumun 4p-4s geçişi ya da oksijenin 3d-4p geçişi, 456 nm'de vanadyumun 4p-4s geçişi ya da oksijenin 3d-3p geçişi, 524 nm'de fosforun 4p-4s geçişi, 560 nm'de fosforun 5s-4p geçişi, 656 nm'de vanadyumun 4p-4s geçişi ya da oksijenin 4p-3d geçişi olabilir (NIST, 2021).



Şekil 4.14. V_2O_5, P_2O_5 karışımının OES grafiği

V_2O_5-P_2O_5 (VP) camından ince film üretmek için öncelikle molce %50 V_2O_5 ve %50 P_2O_5 karışımı standart erime-söndürme yöntemiyle sentezlenerek cam haline getirilmiştir. Sentezleme parametreleri Çizelge 4.4'te verilmiştir. Bu yöntemde sentezlenmek istenen cam için gerekli hammaddeler yüksek sıcaklıkta eritilir ardından uygun zaman aralığında soğutularak malzemenin amorf yapıda kalması sağlanır. Şekil 4.15'de toz haldeki V_2O_5 ve P_2O_5'ten ince filme geçiş aşamaları resmedilmiştir. Çizelge 4.5'te V_2O_5-P_2O_5 ince filmi üretmek için kullanılan TVA çalışma parametreleri verilmiştir (Kışla vd., 2024).



Şekil 4.15. a) V_2O_5 ve P_2O_5 tozlarının, b) sentezlenen VP dökme camın, c) VP dökme cam buharının TVA plazmasının, d) YYPE attaş üzerine ve e) cam alttaş üzerine depolanan VP ince filmlerinin fotoğrafları

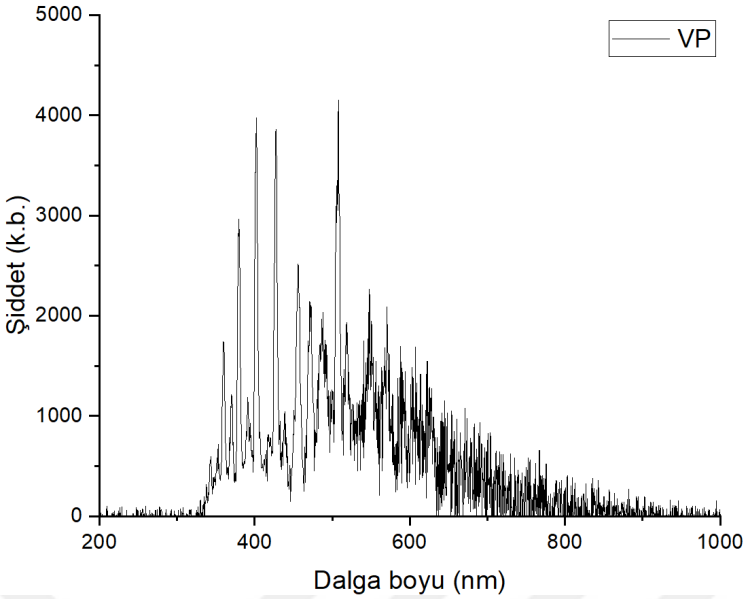
Çizelge 4.4. VP cam sentezi parametreleri

Ön ısıtma	Eritme işlemi	Tavlama işlemi	Soğutma işlemi
0-1100 ^{0}C 60 dk	1100 ^{0}C 90 dk	400 ^{0}C 60 dk	18 saat

Çizelge 4.5. TVA yöntemiyle üretilen VP ince filmlerin çalışma parametreleri

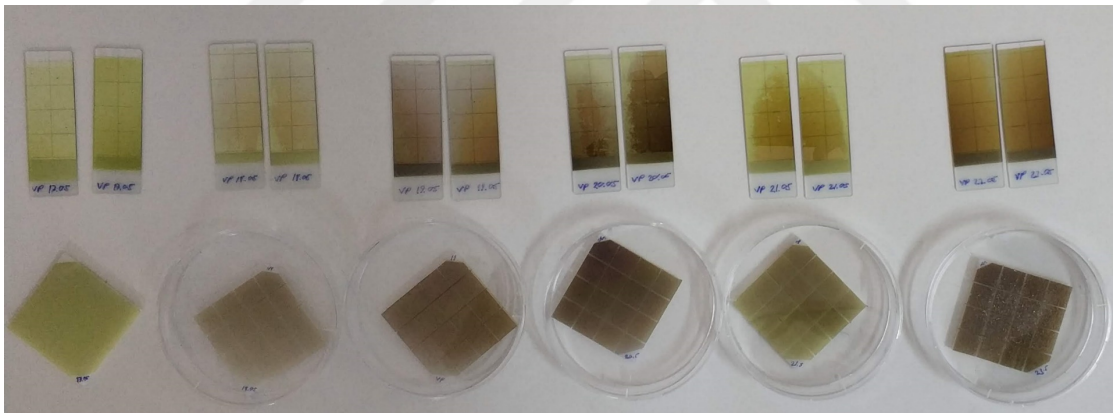
Uygulama Voltajı (V)	Ark Akımı (A)	Ark Voltajı (V)	Ark gücü (W)	Çalışma Basıncı (mbar)	Filament Akımı (A)	Depolama Zamanı (s)
3500	0,6	500	300	$5{,}0\text{x}10^{-5}$	19	60

TVA sisteminde VP plazması üretilirken elde edilen OES verilerinin grafiği Şekil 4.16'da verilmiştir. VP plazmasının OES grafiği Şekil 4.14'te verilen molce %50-%50 hazırlanan V_2O_5-P_2O_5 materyalinin plazmasının OES grafiğine oldukça benzer fakat daha şiddetli olarak gözlemlenmiştir.



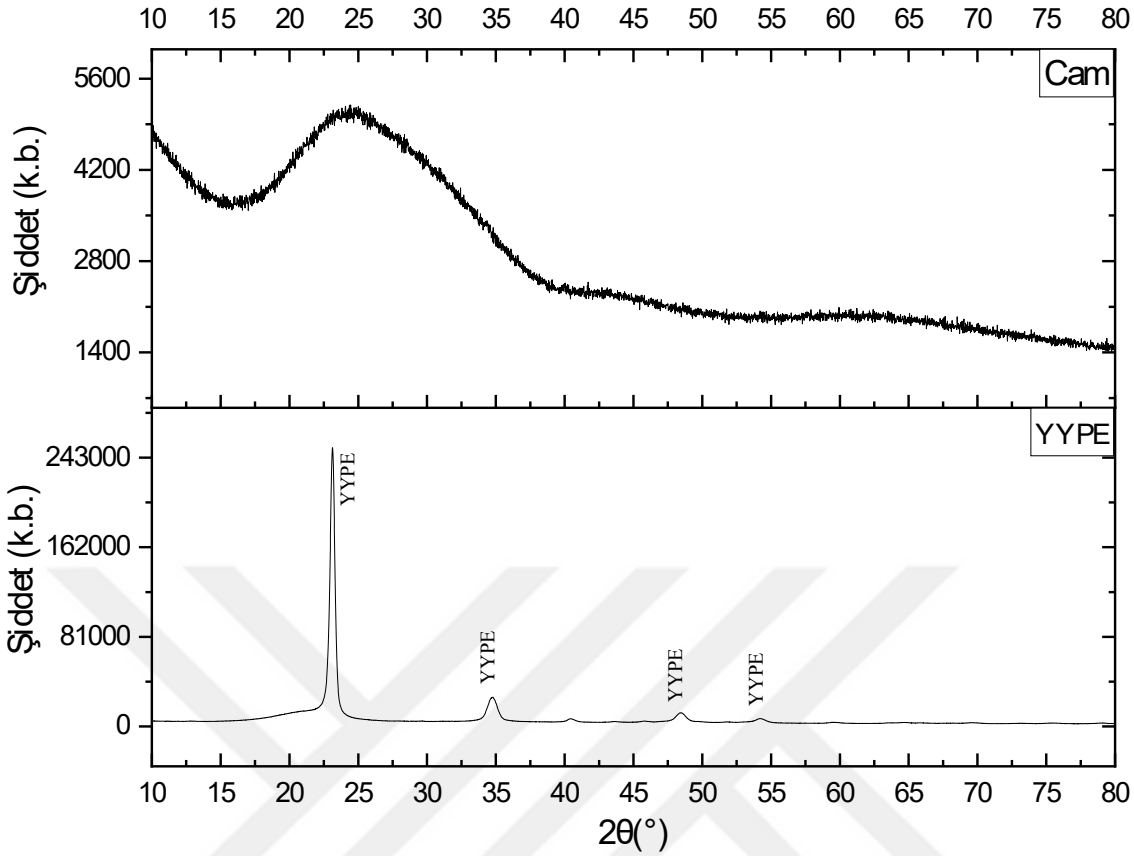
Şekil 4.16. VP plazmasının OES verileri

TVA sisteminle üretilen VP ince filmler Şekil 4.17'de verilmiştir.



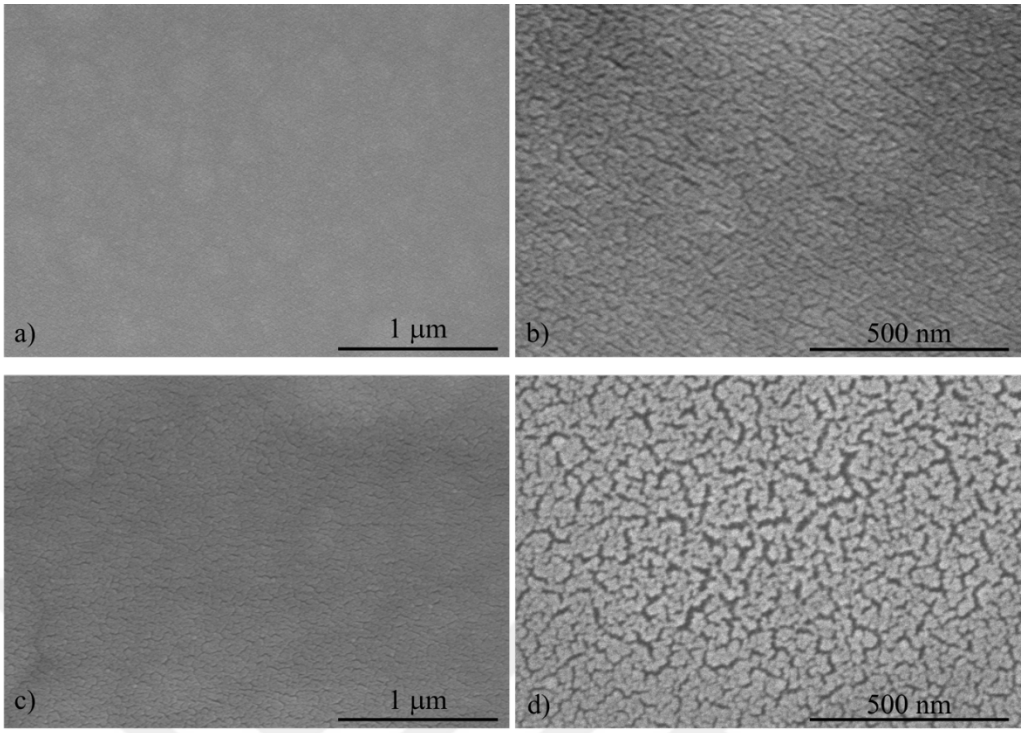
Şekil 4.17. Farklı parametrelerde üretilmiş VP ince filmleri

VP dökme cam buharından üretilen TVA plazması ile hem cam hem de YYPE üzerinde depolanan VP ince filmlerine ait X-ışını kırınım desenleri Şekil 4.18'de verilmiştir. Cam üzerinde depolanan VP ince filmde kristal pikleri gözlenmezken, YYPE (Pdf: 00-003-0293) üzerinde depolanan filmde sadece alttaş kaynaklı kristal pikleri gözlenmiştir. XRD verileri, cam ve YYPE üzerine depolanan VP ince filmlerin amorf olduğunu göstermektedir. Vanadyum bazlı ince filmler, bir tavlama veya alt tabaka ısıtma işlemine tabi tutulmadığında amorf yapılar verir (Santos vd., 2013; Wu vd., 2020).

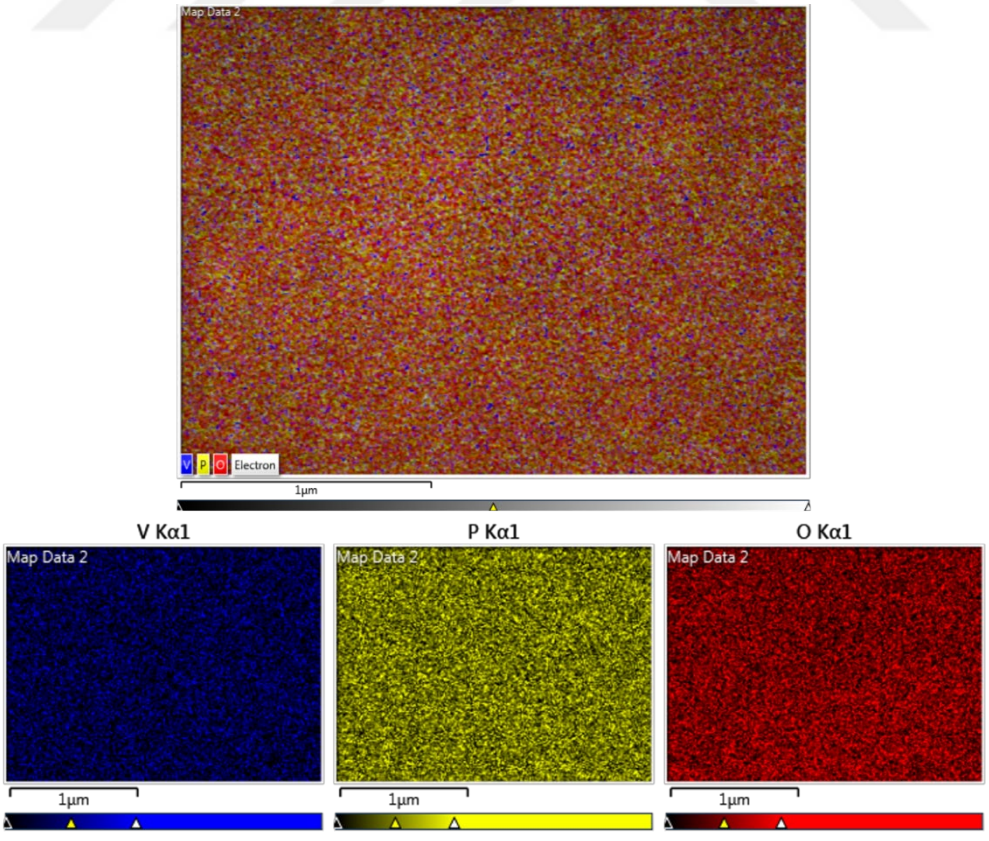


Şekil 4.18. Cam ve YYPE alttaş üzerindeki VP ince filmlerin XRD desenleri

Hem cam hem de YYPE üzerine depolanan VP ince filmlerin 40000 ve 100000 kez yakınlaştırma altındaki SEM görüntüleri Şekil 4.19'da verilmiştir. Şekil 4.19a ve c'de verilen SEM görüntülerinde, cam ve YYPE yüzeylerinde depolanan VP ince filmlerin herhangi bir iğne deliği veya çatlak olmaksızın yoğun, homojen ve düzgün bir şekilde depolandığı gözlemlenebilir. Ayrıca, depolanan VP ince filmlerin Şekil 4.19b ve d'de görüldüğü gibi nano ölçekli kümeler yapısında büyüdüğü görülmektedir. YYPE yüzeyindeki VP birikiminin cam yüzeye kıyasla daha geniş kümelenme sınırlarına sahip olduğu da gözlemlenmektedir. Çizelge 4.6'da verilen EDS verileri VP filmlerinde oksijen, fosfor ve vanadyum elementlerinin varlığını doğrulamıştır. Cam veya YYPE üzerine kaplama yapıldığında elementlerin yapıya katkısında önemli bir fark gözlenmemiştir. Ayrıca Şekil 4.20'de verilen element haritasında da görüleceği üzere her V, P, O elementi de yapıda homojen olarak dağılmış ve belli bir bölgede toplanmamıştır. Bu durum VP ince filmlerin de element dağılımının homojen olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.19. a) ve b) cam üzerinde ve c) ve d) YYPE yüzeyinde VP ince filmlerinin SEM görüntüleri

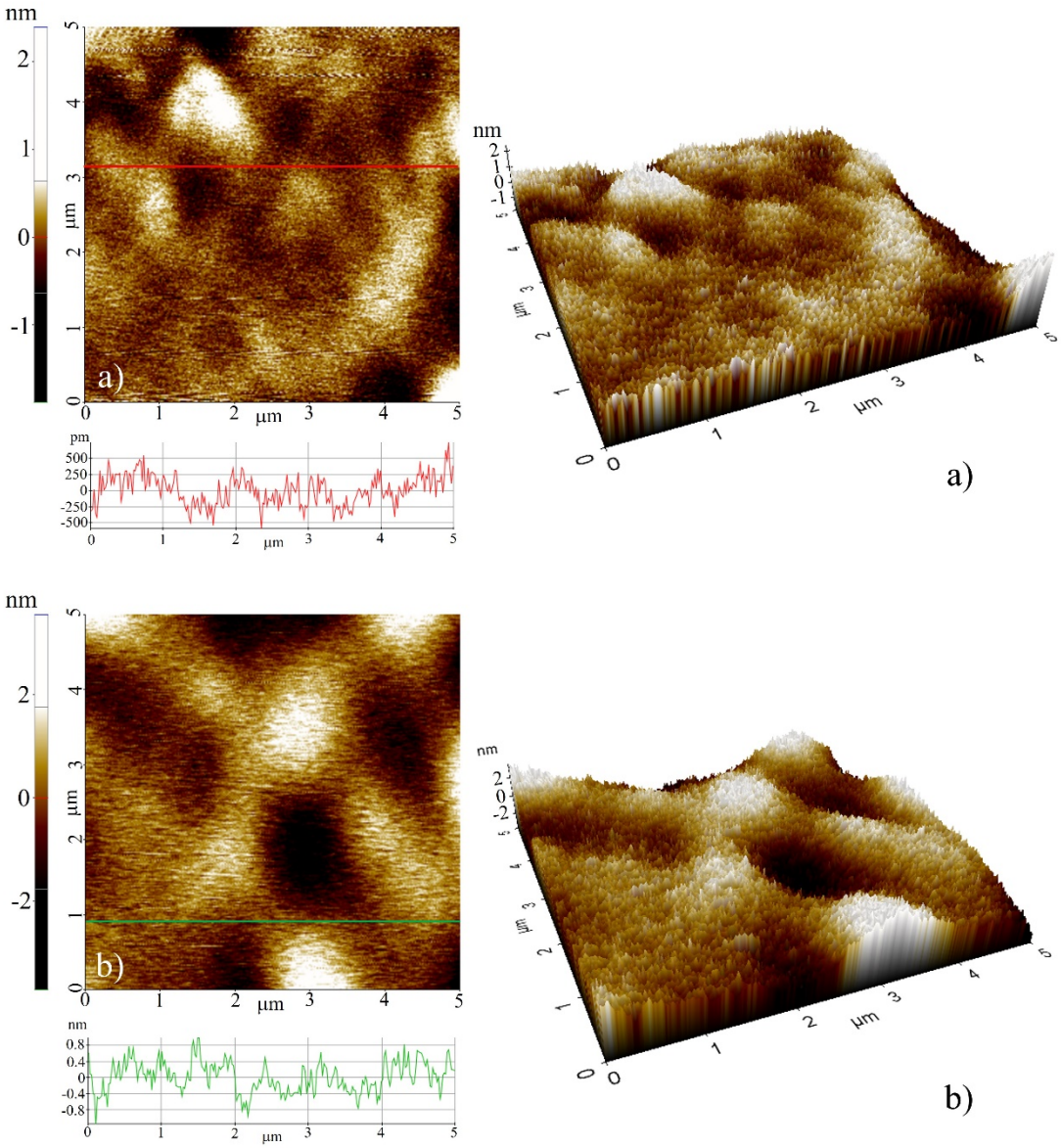


Şekil 4.20. Cam yüzeyindeki VP ince filmlerin EDS haritası

Çizelge 4.6. Cam ve YYPE alttaşların yüzeyindeki VP ince filmlerin EDS verileri

	Cam üzerinde VP			**YYPE üzerinde VP**	
Element	Ağırlıkça%	At%	**Element**	Ağırlıkça%	At%
O	23	42	**O**	19	37
P	35	33	**P**	34	34
V	42	25	**V**	47	29

Şekil 4.21, hem iki boyutlu (2D) hem de üç boyutlu (3D) atomik kuvvet mikroskobu (AFM) görüntülerini ve cam ve YYPE yüzeylerinde biriken VP ince filmlerini gösteren çizgi tarama grafikleri verilmiştir. Beyaz alanlar üst üste toplanmış kümelerin oluşumunu temsil etmektedir. VP ince filmlerin yüzeylerinin AFM ile hesaplanan R_{pv}, R_q ve R_a değerleri Çizelge 4.7'de verilmiştir. Pürüzlülük değerlerinin gelişimini görmek için AFM görüntülerinin altında bir çizgi tarama grafiği de verilmiştir. Şekil 4.21'deki AFM görüntülerinden görüldüğü üzere, depolanan VP filmler 1 nm'nin altındaki R_q pürüzlülük değerleri ile nispeten düz bir yapı sergilemektedir. AFM görüntüleri, Şekil 4.19'daki SEM görüntüleriyle tutarlı olarak, VP ince filmlerin düzgün bir şekilde depolandığı ve tüm alt tabaka boyunca yoğun bir şekilde paketlendiğini doğrulamaktadır.

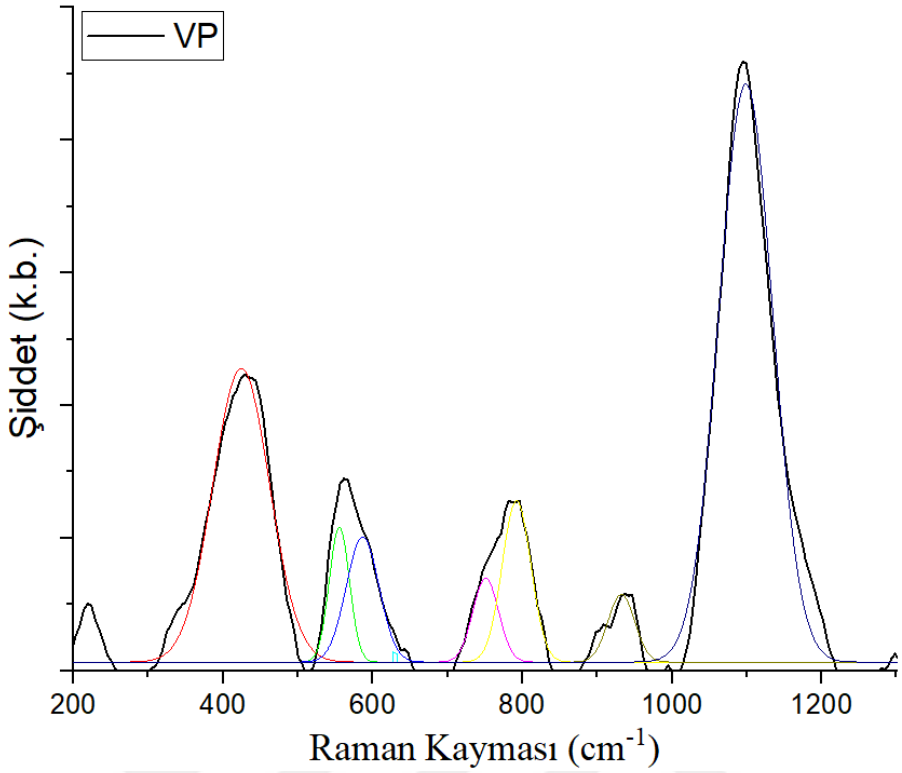


Şekil 4.21. VP ince filmlerinin a) cam yüzeyinde ve b) YYPE yüzeyinde AFM görüntüleri

Çizelge 4.7. VP ince filmler için hesaplanan R_{pv}, R_q ve R_a pürüzlülük değerleri

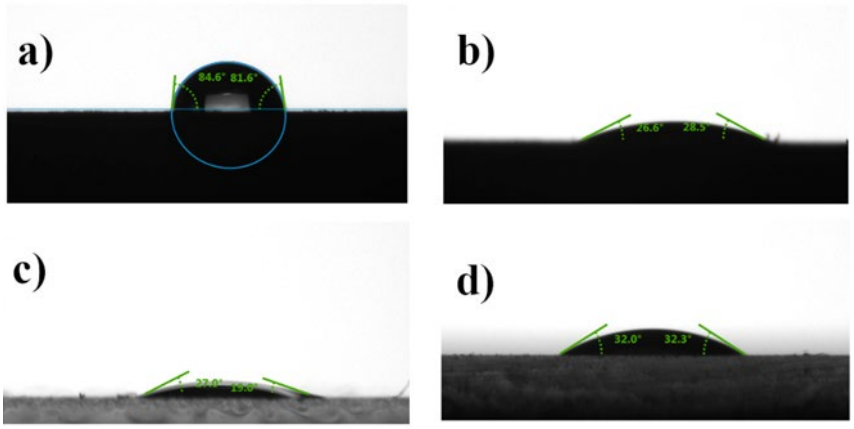
Alttaş	**R_{pv} (nm)**	**R_q (nm)**	**R_a (nm)**
Cam	4,276	0,327	0,249
YYPE	7,251	0,899	0,708

Cam üzerine depolanan VP ince filmlerin Raman spektrumları Şekil 4.22'de verilmiştir. Grafiğin altında kalan bağları ortaya çıkarmak için Origin programında Gaussian yöntemi kullanılarak spektrumun ikinci türevi ile gizli pikler de Şekil 4.22'de gösterilmiştir. VP ince filmin Raman spektrumunda altı ana olası bant gösterilmiştir. Yaklaşık 220 cm^{-1}'deki bant V-O titreşimlerine karşılık gelirken, 409-451 cm^{-1} aralığı metavanadatların V-O-V titreşimlerine karşılık gelmektedir (Hübert vd., 2001). 636-642 cm^{-1} arasındaki düşük yoğunluklu bant zincir içi P-O-P titreşiminden kaynaklanır (Vedeanu vd., 2008) ve 750-790 cm^{-1} aralığındaki bant V-O-V titreşimine atfedilir (Yadav ve Singh, 2015). 930 cm^{-1} civarındaki bant izole VO_5 trigonal bipiramitlerdeki V=O titreşimine atanmıştır (Saad vd., 2017). Ancak 550 ve 1090 cm^{-1} civarındaki piklerin attaş olarak kullanılan mikroskop camından kaynaklandığı düşünülmektedir (Wang vd., 2011). VP ince filmlerin Raman spektrumunda VP yığın malzemenin Raman spektrumuna kıyasla uyumsuz piklerin alttaştan kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca, TVA plazma ile depolanan VP ince filmlerin Raman spektrumu, Kilic ve arkadaşlarının çalışmasında geleneksel erime- söndürme tekniği kullanılarak sentezlenen VP dökme cam malzemenin Raman spektrumu ile benzerlik göstermektedir (Kilic vd., 2021) Bu nedenle, depolanan VP ince filmlerin camsı özellikler sergilediği sonucuna varılabilir.



Şekil 4.22. Cam üzerindeki VP ince filminin Raman spektrumu

Yüzeyler ıslanabilirlik açısından hidrofilik (<90°) ve hidrofobik (>90°) olarak sınıflandırılır ve biyomedikal uygulamalara yönelik yüzey çalışmaları için önemli özelliklerden biridir (Han ve Gao, 2009). Ayrıca, 40°- 80° aralığında temas açısına sahip yüzeyler bakteri hücreleri için yüksek yapışma özelliğine sahip olabilir (Matlaga vd., 1976). Bu çalışmada, en yüksek su temas açısı (STA) değeri VP depolanmamış YYPE yüzeylerde gözlenmiştir (Çizelge 4.8, Şekil 4.23a). Buna karşılık, VP ince film depolanmış alttaşların STA değeri 33,11°±1,37° ile oldukça düşüktü (Şekil 4.23b), dolayısıyla TVA yöntemiyle YYPE üzerine VP depolamanın alt tabakaların hidrofilikliğini önemli ölçüde arttırdığı açıkça görülmüştür. Öte yandan, cam alttaşın (27,75°±1,35°) (Şekil 4.24c) ve VP depolanmış (26,89°±0,75°) (Şekil 4.23d) cam alttaşın STA değerleri arasında anlamlı bir fark yoktur (Çizelge 4.8). Şekil 4.20'da verilen SEM görüntülerinden görüldüğü üzere, YYPE yüzeyindeki VP ince filmi daha geniş kümelenme sınırları sergilerken, cam yüzeyindeki VP ince filmi daha sıkı kümelenme ile büyümüştür. Cam yüzeyde biriken VP ince filmindeki daha sıkı kümelenme STA değerlerinin artmasını engellerken, YYPE yüzeyindeki VP ince filmindeki daha geniş kümelenme sınırları yüzeyi daha hidrofilik hale getirmiştir.

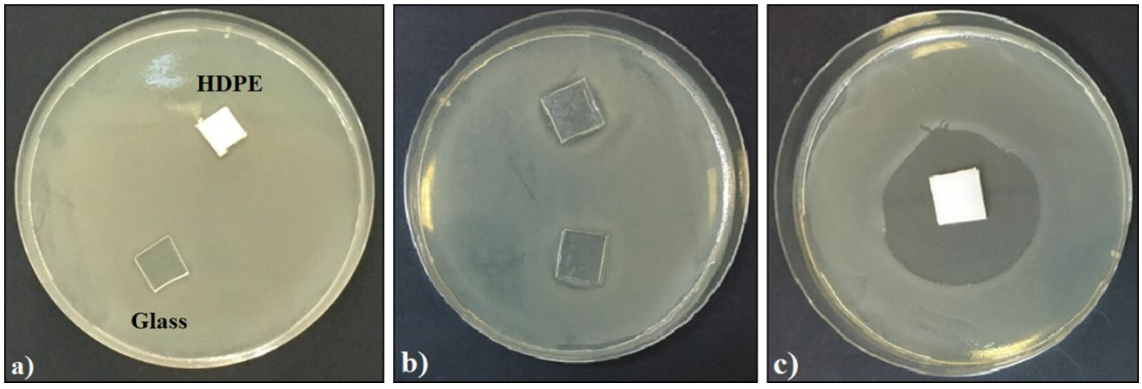


Şekil 4.23. a) YYPE alttaş yüzeyi, b) YYPE alttaşın VP depolanmış yüzeyi, c) cam alttaşın yüzeyi; d) cam alttaşın VP depolanmış yüzeyi için su temas açısı görüntüleri

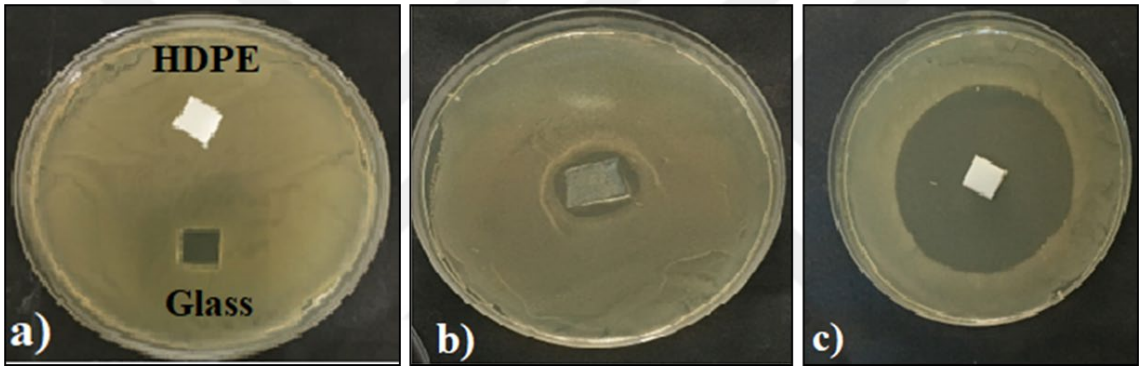
Çizelge 4.8. Cam ve YYPE alt tabakaların ve VP depolanmış yüzeylerinin su temas açıları

	Cam Kontrol	**V**P	YYPE Kontrol	**V**P
Temas açısı (°)	27,75 ± 1,35	26,89±0,75	80,57 ± 4,09	33,11±1,37

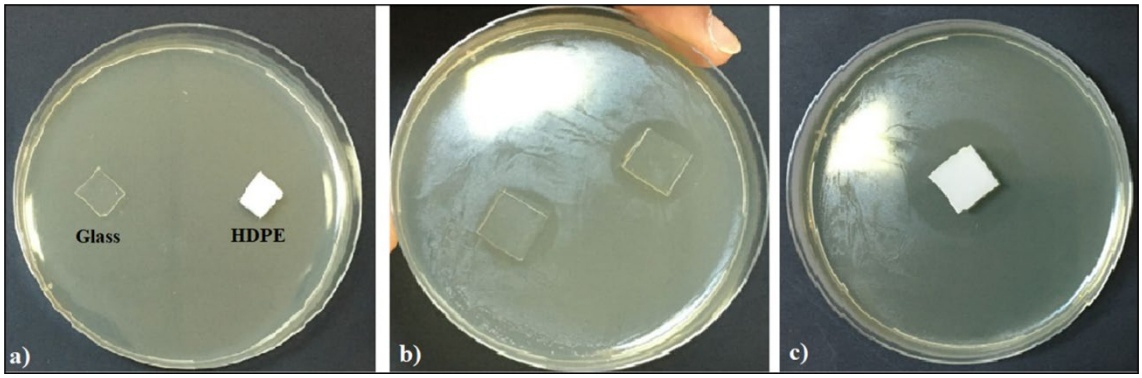
Cam ve YYPE alttaş üzerine depolanmış VP ince filmlerin antibakteriyel aktivitesi de modifiye edilmiş Kirby-Bauer difüzyon testi kullanılarak araştırılmıştır. *E. coli* üzerinde YYPE alttaşa depolanmış VP ince filmlerinin antibakteriyel aktivitesi (27.75±0.43 mm, Çizelge 4.9) cam alttaşa depolanmış VP filmlerden (3.75±0.25 mm, Çizelge 4.9) daha yüksekti (Şekil 4.24). En yüksek inhibisyon bölgesi çapı (İBÇ) *S. aureus*'a karşı VP kaplı YYPE alttaşlarda gözlenmiştir (43,33±1,77 mm) (Çizelge 4.9, Şekil 4.25). *L. innocua*'ya karşı cam üzerine VP ince film depolanmış ve YYPE üzerine VP ince filmler için İBÇ sırasıyla 8,25±1,79 mm ve 24,75±0,83 mm olarak ölçülmüştür (Çizelge 4.9, Şekil 4.26). Bu çalışma, VP depolanmış YYPE alttaşın antibakteriyel aktivitesinin VP depolanmış cam alttaştan daha yüksek olduğunu göstermiştir. Bu sonucun YYPE yüzeyinde depolanan VP ince filmlerin daha yüksek hidrofilisitesi ile ilgili olduğu söylenebilir. Cam üzerindeki VP ince filme kıyasla daha hidrofilik olan YYPE üzerindeki VP ince film, bakterilerin yüzeye daha yoğun bir şekilde yapışmasına neden olmuş ve böylece antibakteriyel ajanların nüfuz etmesi için yüzey alanını arttırmıştır.



Şekil 4.24. *E. coli*'ye karşı cam ve YYPE alttaşların VP depolanmış yüzeyleri ile modifiye Kirby-Bauer difüzyon testi a) cam ve YYPE alltaşlar, b) VP depolanmış cam alltaş ve c) VP depolanmış YYPE alltaş



Şekil 4.25. *S. aureus*'a karşı cam ve YYPE alttaşların VP depolanmış yüzeyleri ile modifiye Kirby-Bauer difüzyon testi a) cam ve YYPE alttaşlar, b) VP depolanmış cam alttaş ve c) VP depolanmış YYPE alttaş



Şekil 4.26. *L. İnnocua*'a karşı cam ve YYPE alttaşların VP depolanmış yüzeyleri ile modifiye Kirby-Bauer difüzyon testi a) cam ve YYPE alttaşlar, b) VP depolanmış cam alttaş ve c) VP depolanmış YYPE alttaş

Çizelge 4.9. VP depolanmış cam ve YYPE alttaşların *E. coli*, *S. aureus* ve *L. innocua*'ya karşı İBÇ (mm) olarak antibakteriyel aktivitesi.

	Cam		**YYPE**	
Mikroorganizma	**Kontrol**	**VP**	**Kontrol**	**VP**
E. coli	0,00	3,75±0,25	0,00	27,75±0,43
S. aureus	0,00	5,00±1,63	0,00	43,33±1,77
L. innocua	0,00	8,25±1,79	0,00	24,75±0,83

4.3. CdO katkılı V_2O_5-P_2O_5 İnce Filmler

CdO katkılı V_2O_5-P_2O_5 camından ince film üretmek için öncelikle molce %46 V_2O_5 ve %46 P_2O_5 ve %8 CdO (VPCd) karışımı Standart erime-söndürme yöntemiyle sentezlenerek cam haline getirilmiştir. Sentezleme parametreleri Çizelge 4.10'da verilmiştir (Ilik vd., 2021).

Çizelge 4.10. VPCd cam sentezi parametreleri

Ön ısıtma	Eritme işlemi	Tavlama işlemi	Soğutma işlemi
0-1000 ^{0}C 60 dk	1100 ^{0}C 60 dk	360 ^{0}C 60 dk	18 saat

Sentezlenen materyalden bir miktar TVA sisteminin anot elektrotunda bulunan potaya koyularak VPCd plazması üretimi işlemine geçilmiştir. Deney sırasındaki parametreler Çizelge 4.11'de verilmiştir. Deney sırasında üretilen VPCd plazması Şekil 4.27'de verilen fotoğrafta görülmektedir.

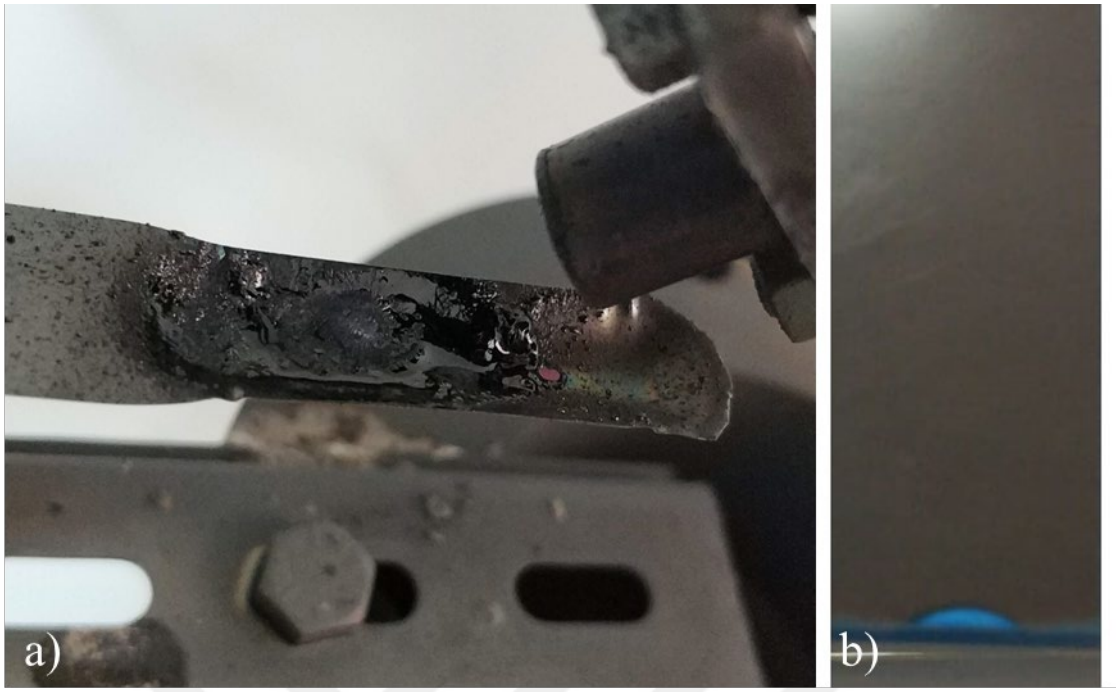
Çizelge 4.11. VPCd ince film üretimi için TVA parametreleri

Uygulama Voltajı (V)	Ark Akımı (A)	Ark Voltajı (V)	Ark gücü (W)	Çalışma Basıncı (mbar)	Filament Akımı (A)	Depolama Zamanı (s)
600	0,16	500	80	$2,3x10^{-4}$	20	50



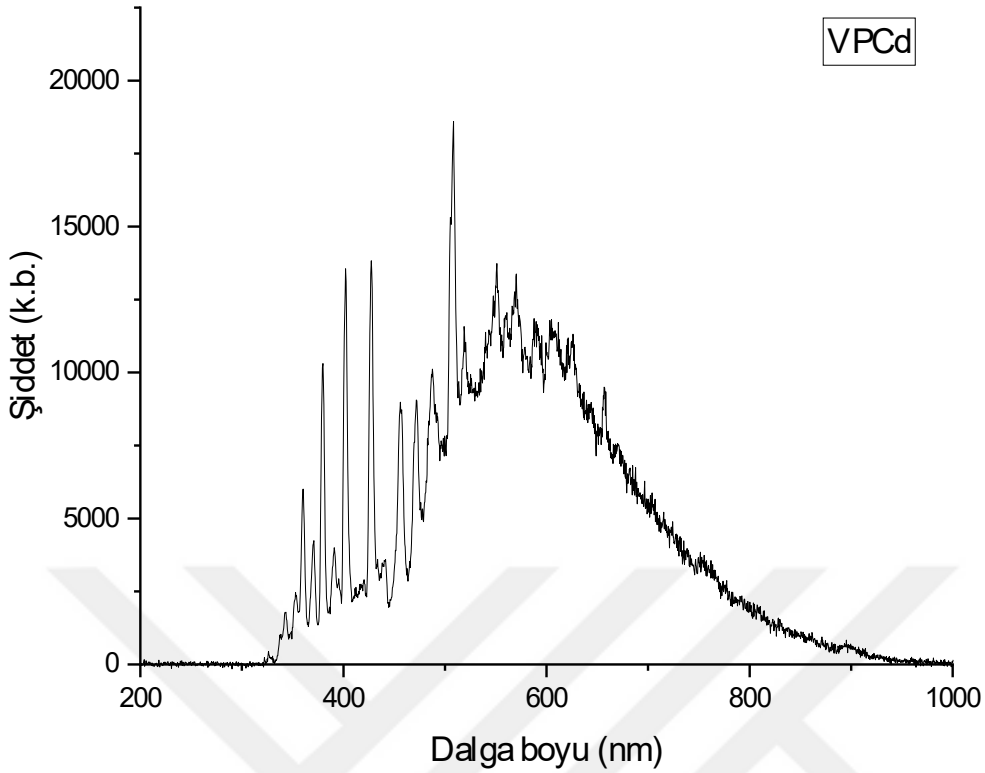
Şekil 4.27. TVA sistemiyle üretilen VPCd plazması

TVA sistemiyle ince film üretimi sonrası potada kalan materyal ve ince film Şekil 4.28'de verilmiştir. Potada kalan materyal üzerinde odaklanmış elektron bombardımanın yapıldığı yer açıkça görülmektedir. Bu noktadaki yüzey oluşumu potanın geri kalanındaki erimiş materyale göre farklılık göstermektedir.



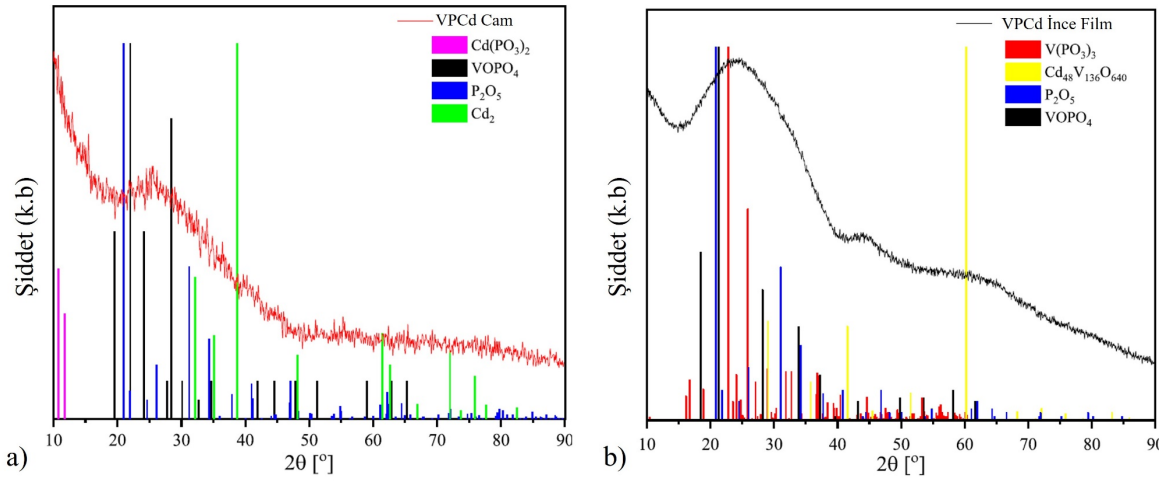
Şekil 4.28. a) İnce film üretimi sonrası potada kalan VPCd materyalinin görünümü, b) üretilen VPCd ince filmi

Deney sırasında üretilen VPCd plazmasının analizi için OES ölçümü alınmıştır. Şekil 4.29'da görüldüğü gibi 360 nm, 370 nm, 379 nm, 402 nm, 427 nm, 456 nm, 471 nm, 487 nm, 508 nm, 551 nm, 570 nm ve 656 nm de pikler vermiştir. NIST atomik spektrum veri tabanı incelendiğinde bu piklerin her birine karşılık gelen vanadyum atomunun 4p-4s geçişi olduğu görülebilmektedir (NIST, 2021). Ayrıca gözlemlenen pikler materyalde var olan diğer atomlar açısından da incelendiğinde 360 nm'de kadmiyumun 5d-5p geçişi, 370 nm'de oksijenin 3p-3s geçişi, 379 nm'de oksijenin 4s-3p geçişi, 402 nm'de fosforun 4p-3d geçişi, 456 nm'de fosforun 4d-4p geçişi ya da oksijenin 3d-3p geçişi, 470 nm'de oksijenin 3d-3p geçişi, 487 nm'de fosforun 5s-4p geçişi ya da oksijenin 3d-3p geçişi, 508 nm'de fosforun 5p-4s geçişi ya da kadmiyumun 6s-6p geçişi olabileceği de NIST veri tabanında görülmüştür.



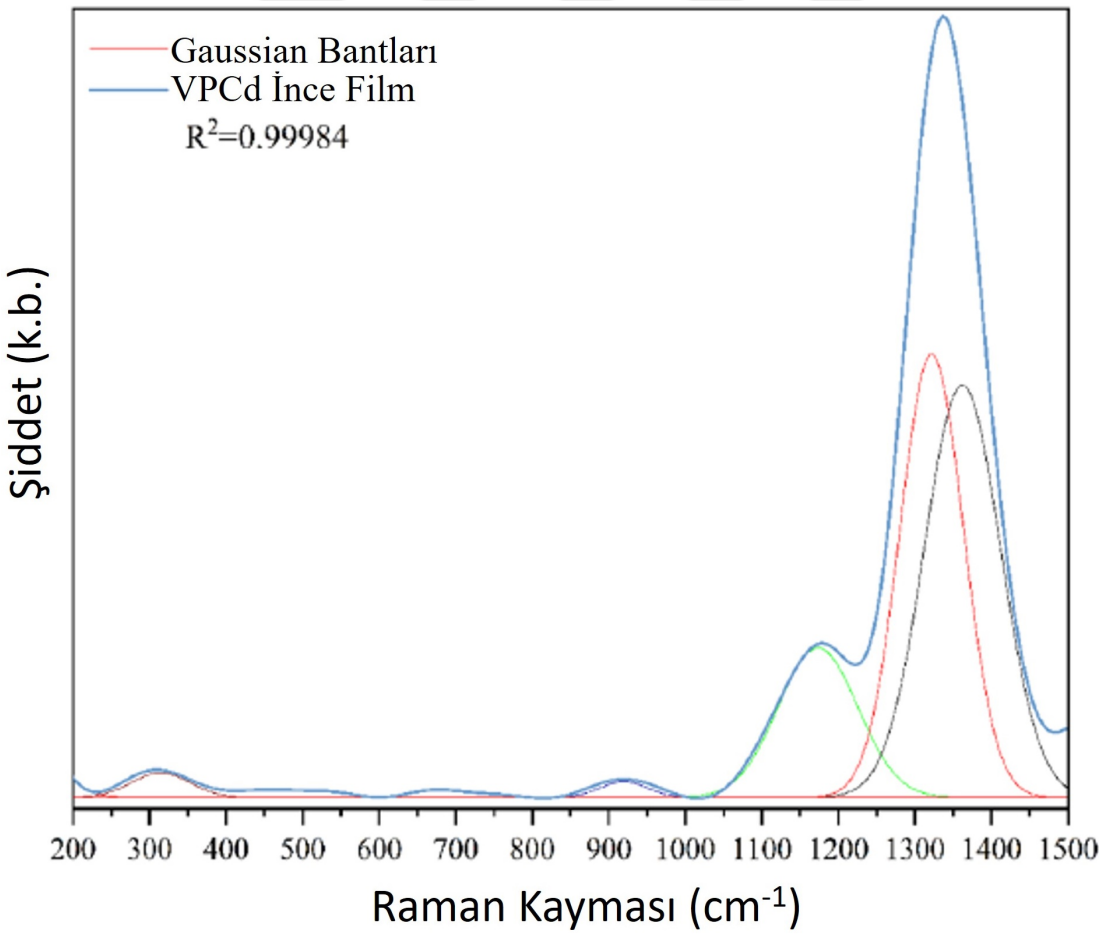
Şekil 4.29. VPCd plazmasının OES grafiği

XRD analizi ince filmlerin cam materyale benzer amorf yapıda olduğunu göstermiştir. XRD desenlerinde bir kristal piki gözlemlenmemiştir. Öte yandan, XRD grafiği altındaki olası tepe noktaları, HighScore plus analiz programı veri tabanı kullanılarak analiz edildi. İnce filmin analizlerinde dört bileşik olabileceği görülmüştür. Bunlar $V(PO_3)_3$, $Cd_{48}V_{136}O_{640}$, P_2O_5, $VOPO_4$. VPCd ince filminin XRD değerleri Şekil 4.30'da verilmiştir.



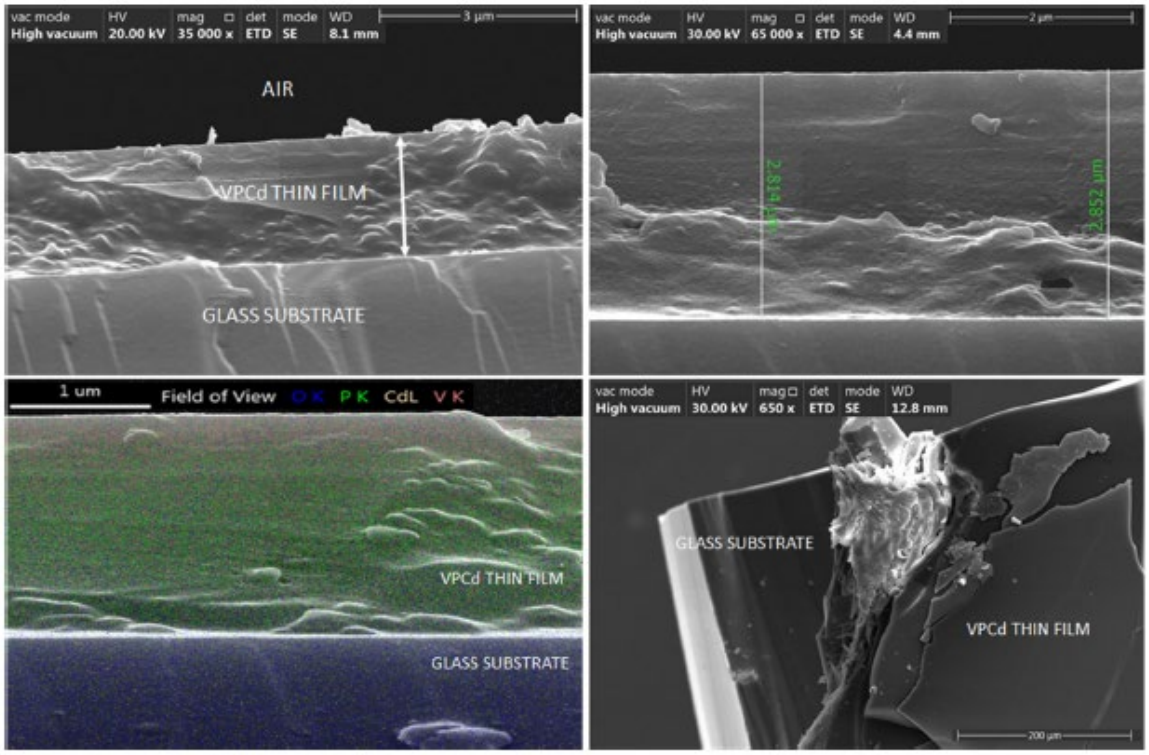
Şekil 4.30. a) cam VPCd ve b) ince film VPCd XRD desenleri

Üretilen ince filmlerin ve yığın malzemenin Raman spektrumları ve Gaussian metodu ile incelenerek Raman spektrumunun altında kalan olası pikler gösterilmiştir (Şekil 4.31). Bu işlem sonucu ince filmimde 7 tane olası pik gözlemlenmiştir. Gözlemlenen piklerle ilgili literatür araştırması yapıldığında bu piklerden 314 cm^{-1} pikinin Cd-O titreşim moduna karşılık gelmektedir (Hivrekar vd., 2017). 400-800 cm^{-1} arasındaki zayıf piklerden 485 cm^{-1} V-O-V titreşimi (Hübert vd., 2001), 687 cm^{-1} piki P-O-P bağının simetrik gerilmesine ya da VO3 titreşimine ait olabilir (Hussin vd., 2009; Shvets vd., 2019). 920 cm^{-1} bandı V=O titreşimi olabilir (Garbarczyk vd., 2000; Saad vd., 2017). En şiddetli piklerin olduğu 1000-1500 cm^{-1} arasındaki 1173 cm^{-1} PO_2 gruplarının simetrik gerilme titreşimleridir. 1321 cm^{-1} P=O gerilmesi (Brow, 2000; Hussin vd., 2009), 1362 cm^{-1} ise P=O bağının karakteristik gerilme modu (Hussin vd., 2009; Yadav ve Singh, 2015) nedeniyle oluşmuştur.



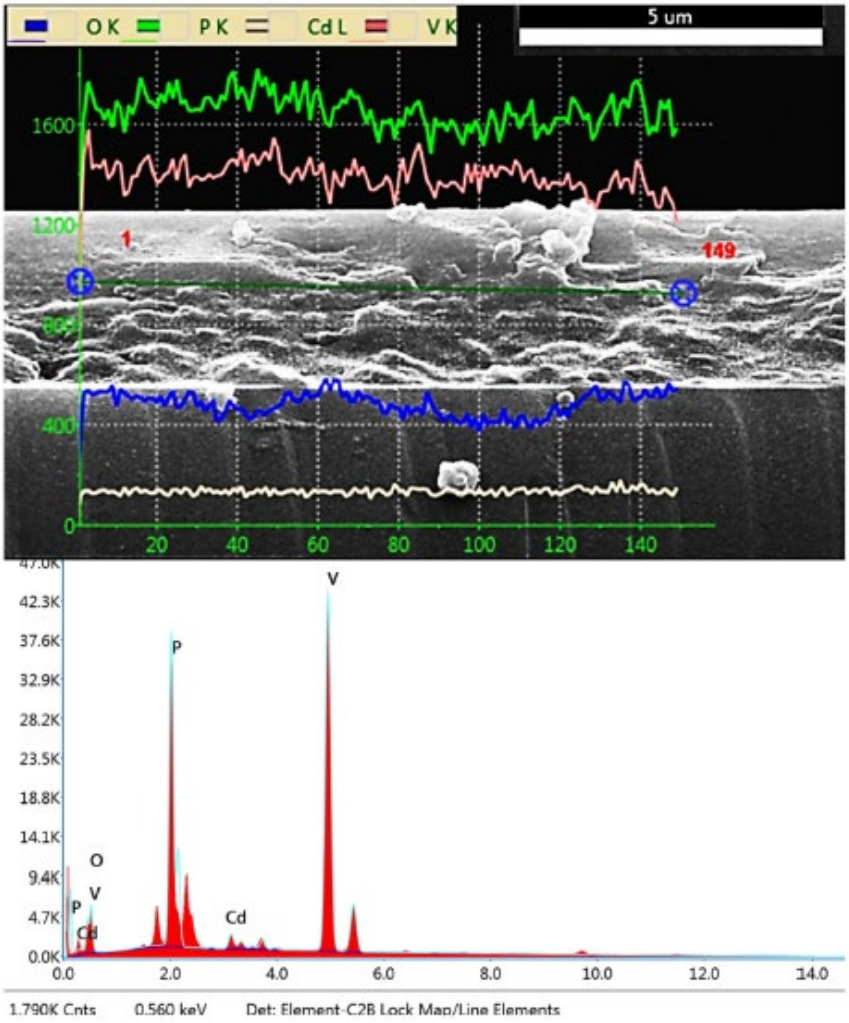
Şekil 4.31. VPCd ince filmi Raman sonuçları

Üretilen ince filmin SEM yardımıyla yan kesitten incelendiğinde kalınlığın 2,813 µm- 2,852 µm arasında olduğu görülmüştür (Şekil 4.32). Bu sonuç TVA ile depolama işleminin her yerde hemen hemen eşit kalınlıkta olduğunu göstermiştir. VPCd ince filminin elementsel dağılım haritasına baktığımızda ince filmin yüzeyine doğru fosfor atomlarının azaldığı, vadanyum atomlarının ise yüzeyde fosfora göre daha fazla olduğu görülmektedir.



Şekil 4.32. VPCd ince filmlerinin SEM görüntüleri

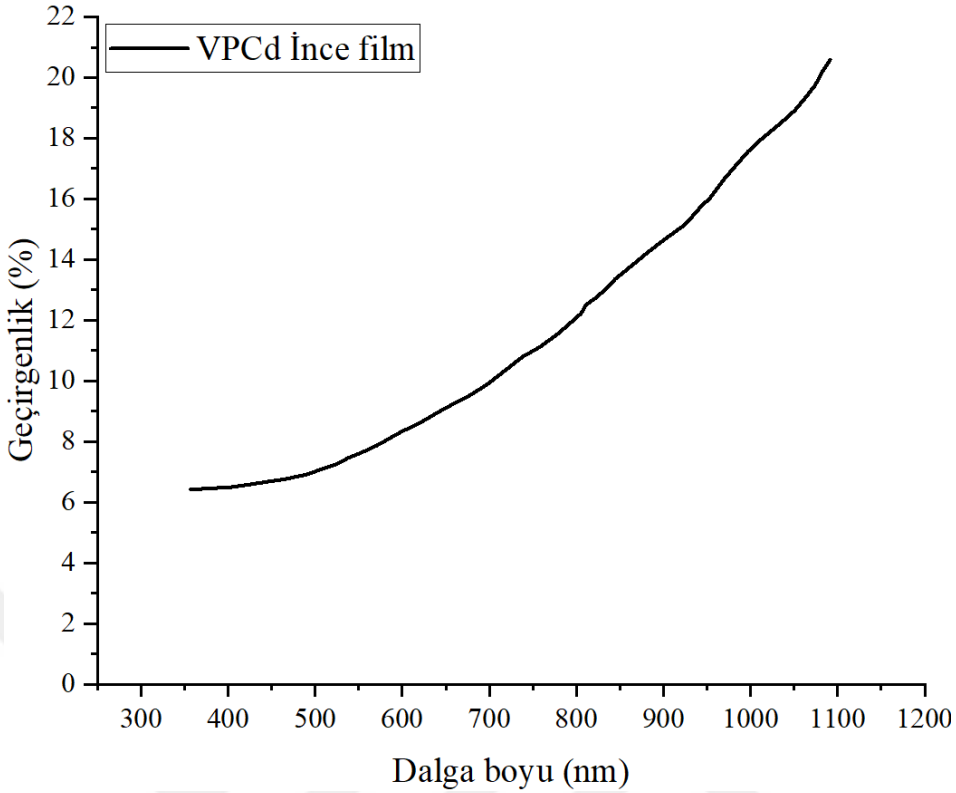
EDS tarama grafiğine göre üretilen VPCd camsı ince filmini tamamen V,P,Cd,O elementlerinden oluştuğu görülmüştür. Çizelge 4.12'de verilen VPCd ince filminin ağırlıkça ve atomik oranları incelendiğinde VPCd ince filminin oksijen kaybettiği ve ince filmde atomik olarak en yüksek orana vanadyum atomlarının sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 4.33. VPCd ince filminin EDS spektrum sonuçları

Çizelge 4.12. VPCd ince filmlerinin EDS sonuçları

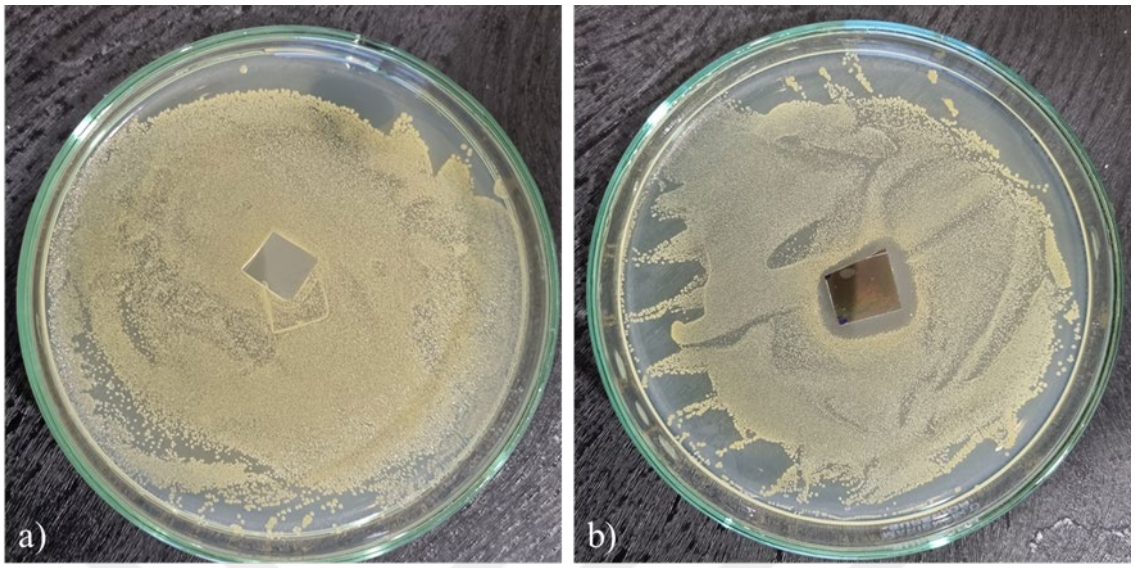
Element	Ağırlıkça %	Atomik %
V	60	45
P	29	36
Cd	3	1
O	7	17



Şekil 4.34. VPCd ince filmlerin geçirgenlik spektrumu

VPCd camsı ince filmin yüzey taramasıyla elde edilen geçirgenlik spektrumları Şekil 4.34'de verilmiştir. Bu spektrumlar, camsı ince film yüzeyinde yüzey tarama aparatı kullanılarak on bir farklı nokta üzerinden alınarak elde edilmiştir. Sentezlenen VPCd camı ile VPCd ince filminin geçirgenlikleri karşılaştırıldığında geçirgenliğin %40'dan %20'ye düştüğü görülmektedir (Kilic vd., 2020). Kalınlığı 1,7 mm olan VPCd dökme camı ile Şekil 4.32'de SEM görüntüsünde verilen 2,8 μm kalınlığındaki VPCd ince filminin kalınlık farkından dolayı geçirgenliklerinin farklı olması beklenen bir sonuçtur. Ayrıca XRD ve Raman analizleri ile materyalin yapısal değişimlere uğraması da soğurma kenarının kaymasında önemli bir etkendir.

Cam üzerine depolanmış VPCd ince filmlerin antibakteriyel etkisini gözlemlemek için *S. aureus* bakterisi kullanılmıştır. Petri içine yayma ekim yapılan *S. aureus* bakterisi üzerine 1 cm^2 yüzey alanına sahip VPCd ince filmi koyulmuştur. Şekil 4.35'te görülebileceği gibi üzerinde ince film bulunmayan mikroskop camında herhangi bir bakterisiz alan bulunmazken VPCd ince filmin S. aureus bakterisine karşı İBÇ oluşturduğu görülmektedir. Bu da VPCd ince filmlerin antibakteriyel etkiye sahip olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.35. VPCd ince filminin *S. aureus* planktonik bakterisi üzerine antibakteriyel etkisi

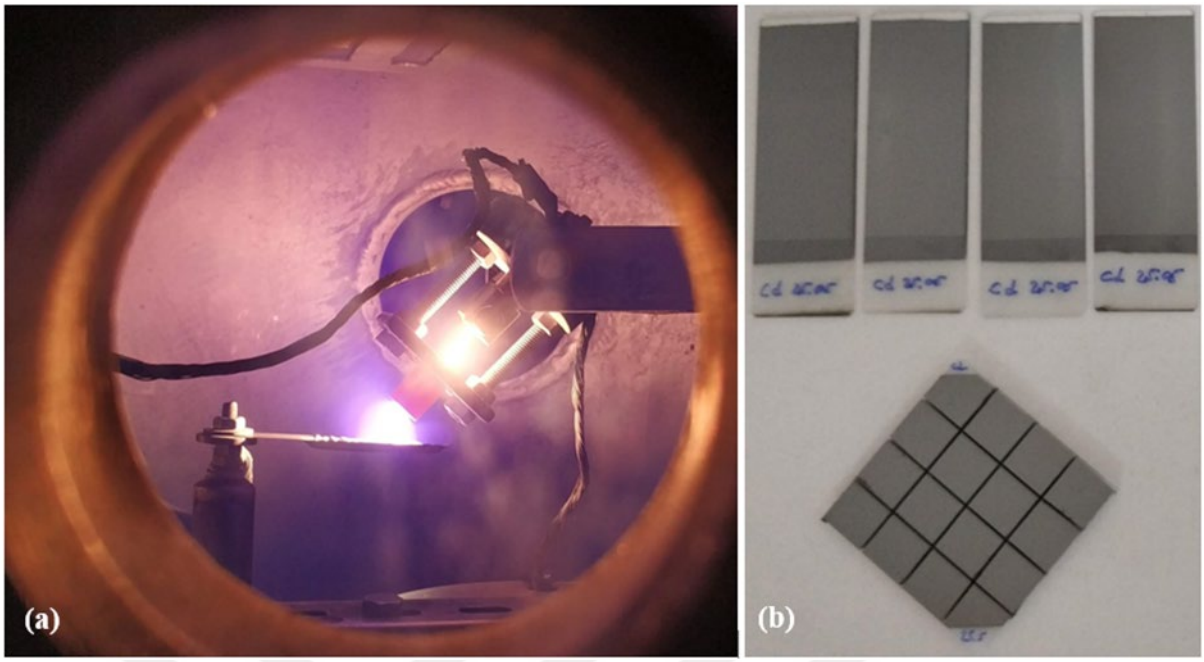
4.4. Cd İnce Filmler

TVA sistemiyle Cd ince filmler üretmek için Cd granüller anot potasına koyulmuş ve Çizelge 4.13'te verilen parametrelerle sistem çalıştırılmıştır. Alttaş olarak mikroskop camı ve YYPE kullanılmıştır (Akan vd., 2023).

Çizelge 4.13. Cd ince film üretiminin çalışma parametreleri

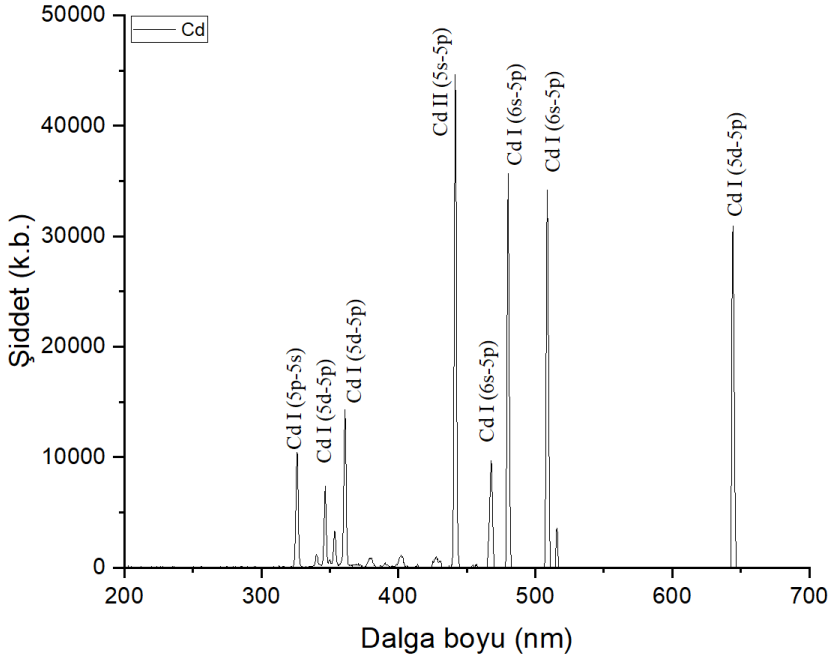
Uygulama Voltajı (V)	Ark Akımı (A)	Ark Voltajı (V)	Ark gücü (W)	Çalışma Basıncı (mbar)	Filament Akımı (A)	Depolama Zamanı (s)
600	0,4	500	200	$4{,}2x10^{-5}$	17,5	60

Üretim sırasındaki Cd plazması Şekil 4.36'da görülmektedir. Cam ve YYPE alttaşlar üzerinde depolanan Cd ince filmler Şekil 4.36'da verilmiştir.



Şekil 4.36. a) TVA sisteminde üretilen Cd plazması, b) depolanan Cd ince filmler

Deney sırasında Cd plazmasının karakterizasyonu için OES kullanılmış ve OES grafiği Şekil 4.37'de verilmiştir. Cd plazmasının şiddetli pikleri oldukça OES verilerinde oldukça net bir şekilde ortaya çıkmaktadır. Gözlemlenen geçişler; 326 nm'de 5p-5s geçişi, 346 nm ve 361 nm'de 5d-5p, 441 nm'de 5s-5p, 467 nm, 479 nm ve 508 nm'de 6s-5p geçişi son olarak 643 nm'de ise 5d-5p geçişi olduğu NIST verileri yardımıyla anlaşılmıştır (NIST, 2021).



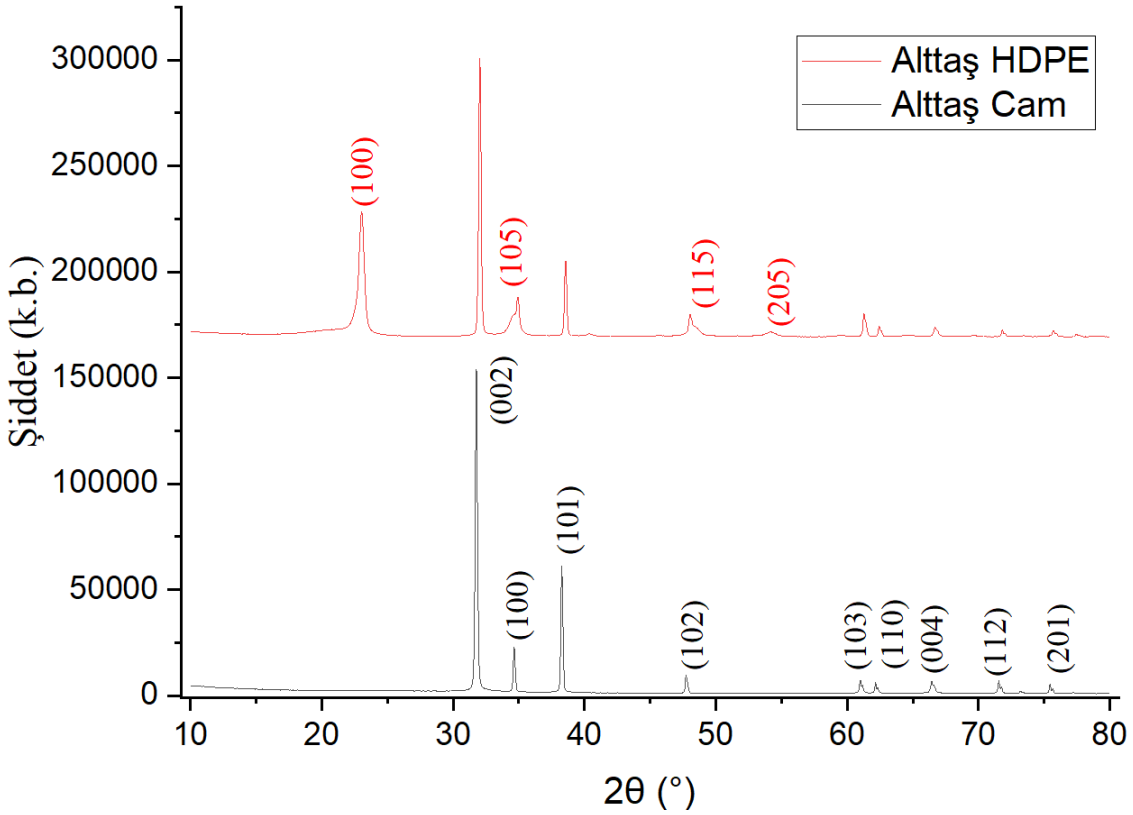
Şekil 4.37. TVA yöntemiyle üretilen Cd plazmasının OES verileri

Cam ve YYPE üzerine depolanan Cd ince filmlerinin XRD desenleri Şekil 4.38'de verilmiştir. 2θ= 31,8°; 34,6°; 38,2°; 47,7°; 61,1°; 62,2°; 66,6°; 71,7°; 73,3°; 75,6°; 77,2°'de gözlenen pikler sırasıyla (002), (100), (101), (102), (103), (110), (004), (112), (200), (201), (202) Cd düzlemlerine karşılık gelmektedir. Bu desen, kafes sabitleri a=b=2,9793 Å ve c=5,6181 Å olan standart (Pdf: 01-085-1328) kullanılarak tanımlanan hekzagonal yapıya sahip Cd filmlerinin oluşumunu göstermektedir. 2θ= 23,0°; 34,5°; 48,5° ve 54,4° YYPE alt tabaka üzerine depolanmış Cd ince filmlerinde gözlenen alt tabaka katkısı sırasıyla (100), (105), (115) ve (205) olarak görünmektedir (Pdf: 00-003-0293). Cam ve YYPE üzerindeki ince film, tercih edilen (002) yönelimli polikristalin bir Cd yapısı göstermiş ve filmler bant testi ile incelenen alt tabakalara mükemmel bir şekilde yapıştığı görülmüştür.

Cam ve YYPE üzerinde depolanan Cd ince filmler için kristalit boyutu (D) Debye Scherrer denklemi kullanılarak hesaplanmış ve sırasıyla 52,1 nm ve 72,5 nm olarak bulunmuştur.

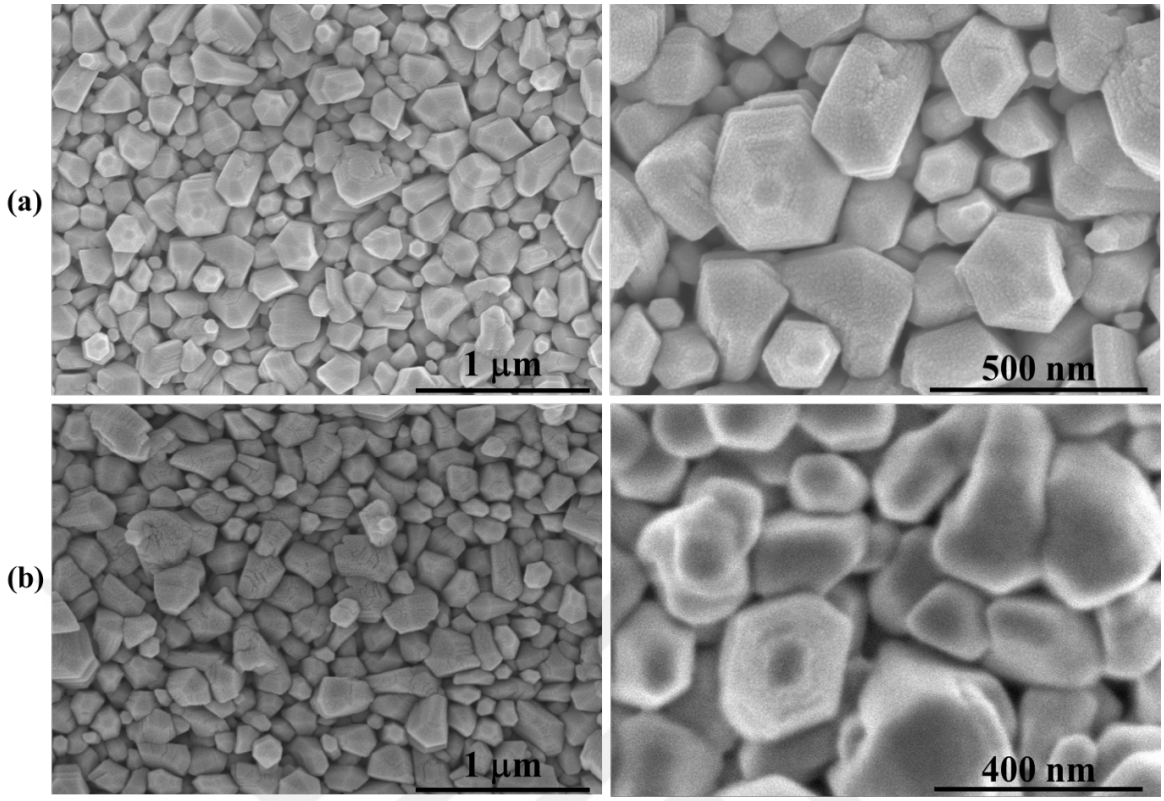
$$D = {}^{0,89\lambda}/_{\beta \cos\theta} \tag{4.2}$$

Burada, λ X-ışınının dalga boyunu (Cu-Kα:1.5406 Å), β; FWHM (maksimum yarısı tam genişlik) ve θ; Bragg açısını ifade etmektedir.

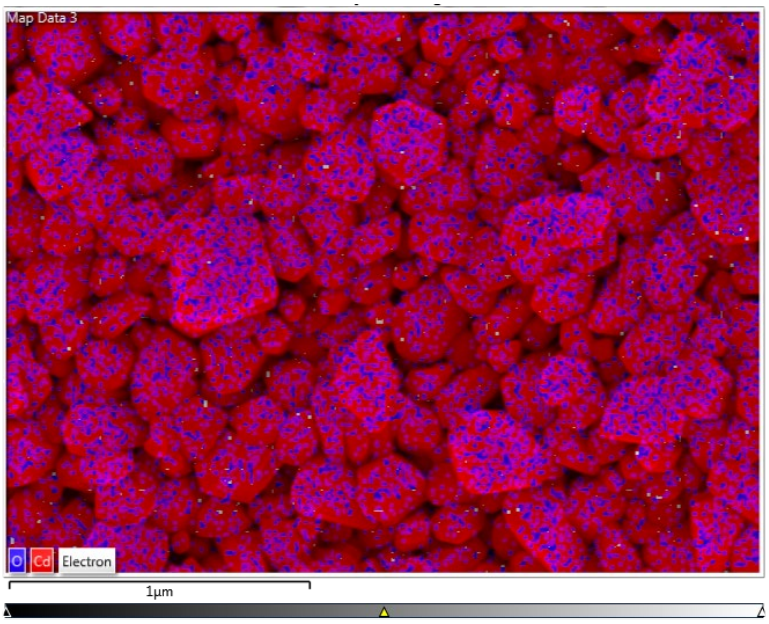


Şekil 4.38. TVA yöntemiyle cam ve YYPE üzerinde depolanan Cd ince filmlerin XRD desenleri

Cam ve YYPE üzerine depolanan Cd ince filmlerinin farklı yakınlaştırmalar altındaki SEM görüntüleri Şekil 4.39'da verilmiştir. SEM görüntülerinden Cd'nin tekil kristal yapıları ve sürekli bir film oluşturmak üzere birleşmiş yapıları net bir şekilde görülebilmektedir. SEM görüntüleri, cam ve YYPE üzerindeki Cd filmlerinin, film yüzeyi yönünde iyi hizalanmış, yüksek saflıkta altıgen yapılı tanelerle (birbirinden ayırt edilebilen) çatlaksız ve gözeneksiz kompakt ve yoğun bir dağılıma sahip olduğunu göstermektedir. Cd filmlerin elementel dağılım haritasına baktığımızda Cd atomlarının yüzeye eşit miktarda yayıldığı görülmektedir (Şekil 4.40). Cam ve YYPE yüzeyindeki Cd filmleri için Çizelge 4.14'de verilen EDS sonuçlarına göre, depolanan ince filmin büyük kısmını kadmiyum oluştururken, çok az oksijen gözlenmiştir.



Şekil 4.39. TVA yöntemiyle depolanan Cd ince filmlerin a) cam alttaş, b) YYPE alttaş üzerindeki SEM görüntüleri

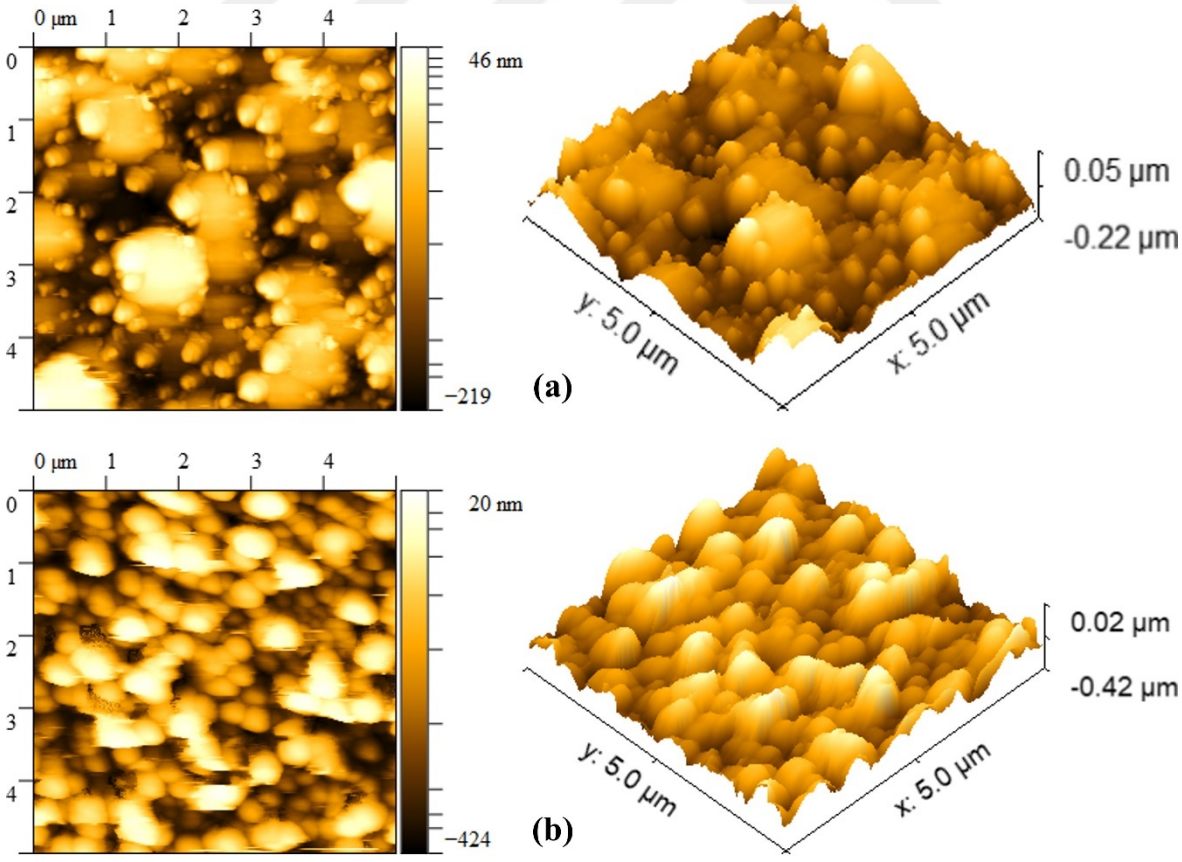


Şekil 4.40. Cd ince filmlerin elementel dağılım haritası

Çizelge 4.14. Cam ve YYPE yüzeylerindeki Cd ince filminin EDS verileri.

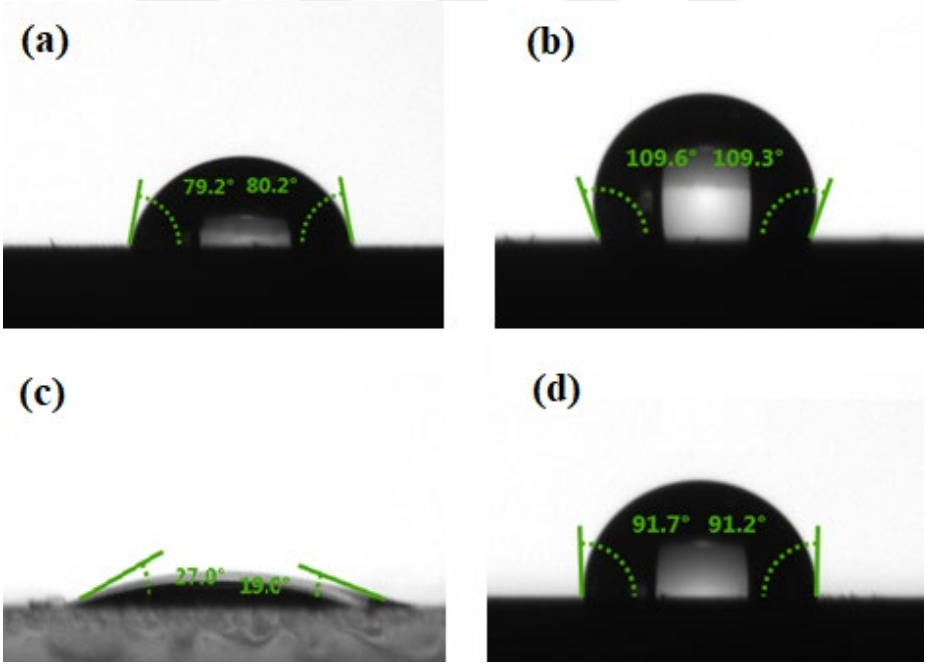
	Cam		**YYPE**
Element	Ağırlıkça%	**Element**	Ağırlıkça%
O	3	**O**	3
Cd	97	**Cd**	97
Toplam	100	**Toplam**	100.00

2D ve 3D AFM görüntüleri, cam ve YYPE üzerindeki Cd ince filmlerinin yüzey morfolojisini göstermek için Şekil 4.41'de gösterilmiştir. AFM görüntüleri tüm ince filmlerin pürüzlü yüzeylere sahip olduğunu ortaya koymaktadır. Cam ve YYPE alt taşı üzerindeki Cd ince filminin R_q yüzey pürüzlülüğü sırasıyla 39,3 nm ve 70,3 nm'dir. Cam ve YYPE üzerinde depolanan Cd ince filmlerin yüzeylerinin homojen pürüzlü (pürüzsüz yüzey), çatlaksız ve hücre tutunması için uygun olmayan yoğun yüzey morfolojileri gösterdiği sonucuna varabiliriz (Gao ve Guo, 2017).



Şekil 4.41. Cd ince filmlerin a) cam alttaş ve b) YYPE alttaş üzerindeki AFM görüntüleri

İnce film depolanmamış camın su temas açısı (STA) 28,89° ± 9,16° değeriyle oldukça düşük bulunmuştur (Çizelge 4.15), ayrıca ince film depolanmamış cam numunelerin temas açısı değerlerinin ölçümü su damlacıklarının yüzeyde hızlı yayılması nedeniyle zor olmuştur (Şekil 4.42c). Öte yandan, ince film depolanmamış YYPE alttaşın ortalama STA değeri 78,39° ± 4,06° olarak ölçülmüştür (Şekil 4.42a). Hem cam (Şekil 4.42b) hem de YYPE (Şekil 4.42d) materyallerin hidrofobikliğinin TVA yöntemiyle Cd depolanmasıyla arttığı açıkça gözlemlenmiştir. Cd depolanmış cam ve YYPE örneklerinin ortalama STA değerleri sırasıyla 71,78° ± 9,26° ve 98,68° ± 2,94° olarak bulunmuştur. Temas açıları 40°-80° aralığında olan yüzeylerin bakteri hücreleri için yüksek yapışma özelliği gösterebileceği, bunun aksine temas açıları 65°'den büyük olan yüzeylerin hücre yapışmasını engelleyebileceği ve hidrofobik olarak sınıflandırılabileceği bildirilmiştir (Matlaga vd., 1976).



Şekil 4.42. a) YYPE, b) YYPE alttaş üzerinde Cd ince film, c) cam ve d) cam alttaş üzerinde Cd ince filmin temas açısı

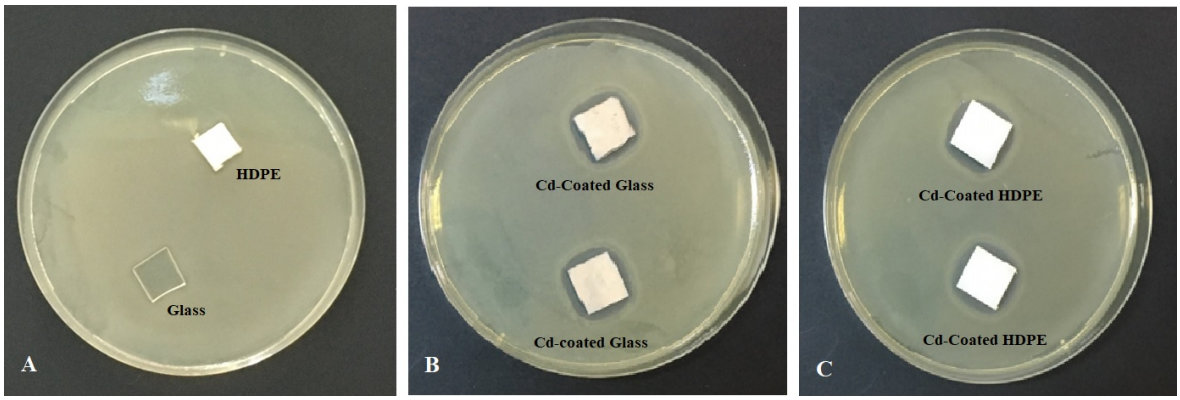
Çizelge 4.15 Cam ve YYPE yüzeylerin ve Cd depolanmış yüzeylerin su temas açıları (°)

Materyal	Cam		YYPE	
	Alttaş	Cd	Alttaş	Cd
Temas açısı (°)	28,89 ± 9,16	71,78 ± 9,26	78,39 ± 4,06	98.68 ± 2,94

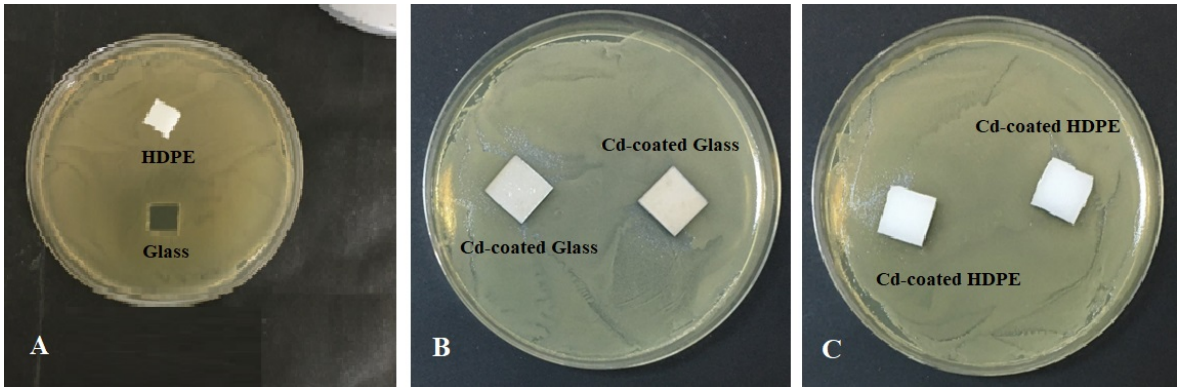
Cd depolanmış cam ve YYPE yüzeylerin antibakteriyel aktivitesini araştırmak için modifiye edilmiş bir Kirby-Bauer difüzyon testi de kullanılmıştır. Modifiye Kirby-Bauer testine göre YYPE alttaş üzerindeki Cd ince filmlerin antibakteriyel aktivitesi hem *E. coli* (Şekil 4.43) hem de *L. İnnocua*'ya karşı cam alttaş üzerine depolanmış Cd ince film yüzeylerden daha yüksek bulunmuştur. Cd ince filmler *S. aureus*'a karşı net bir bölge göstermemiştir (Şekil 4.44). Öte yandan, en yüksek inhibisyon bölgesi çapları *L. innocua*'ya karşı YYPE yüzeylerde depolanmış Cd ince filmlerde gözlenmiştir (16.50±1.77 mm) (Çizelge 4.16, Şekil 4.45).

Çizelge 4.16. Cd depolanmış cam ve YYPE yüzeylerin *E. coli*, *S. aureus* ve *L. İnnocua*'a karşı antibakteriyel aktivitesi inhibisyon bölgesi çapı (ZOI, mm)

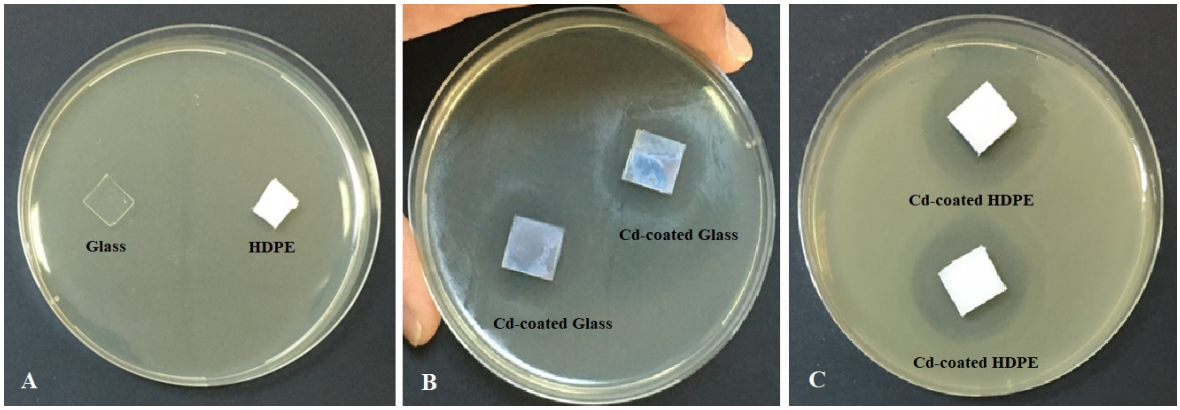
Alttaş	**Cam**		**YYPE**	
Mikroorganizma	**Kontrol**	**Cd**	**Kontrol**	**Cd**
E. coli	0.00	4,63±0,92	0.00	6,00±0,00
S. aureus	0.00	-	0.00	-
L. innocua	0.00	7,63±1,85	0.00	16,50±1,77



Şekil 4.43. *E. coli*'ye a) cam ve YYPE yüzeyler, b) cam alttaş üzerinde Cd ince filmler ve c) YYPE alttaş üzerinde Cd ince filmlerin etkisi



Şekil 4.44. *S. aureus*'a a) cam ve YYPE yüzeyler, b) cam alttaş üzerinde Cd ince filmler ve c) YYPE alttaş üzerinde Cd ince filmlerin etkisi



Şekil 4.45. *L. innocua*'ya a) cam ve YYPE yüzeyler, b) cam alttaş üzerinde Cd ince filmler ve c) YYPE alttaş üzerinde Cd ince filmlerin etkisi

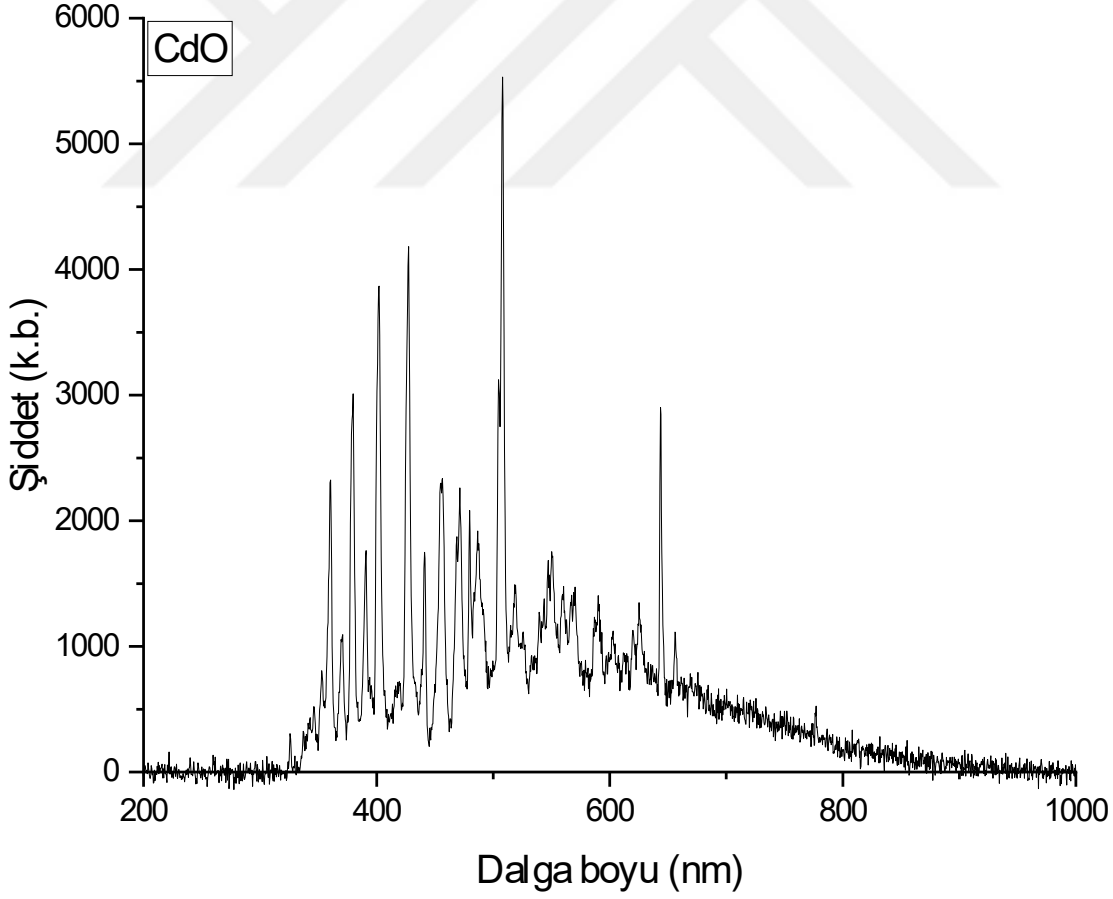
4.5. CdO İnce Filmler

TVA sisteminde CdO ince film üretmek için pelet hale getirilmiş CdO materyali Tungsten potaya koyulmuştur. CdO ince filmi depolamak için cam alttaş tercih edilmiştir. CdO plazması elde edebilmek için kullanılan TVA parametreleri Çizelge 4.17'de verilmiştir.

Çizelge 4.17. CdO ince film üretimi için TVA çalışma parametreleri

Uygulama Voltajı (V)	Ark Akımı (A)	Ark Voltajı (V)	Ark gücü (W)	Çalışma Basıncı (mbar)	Filament Akımı (A)	Depolama Zamanı (s)
	0,6	750	450	$6{,}5 \times 10^{-5}$	18	100

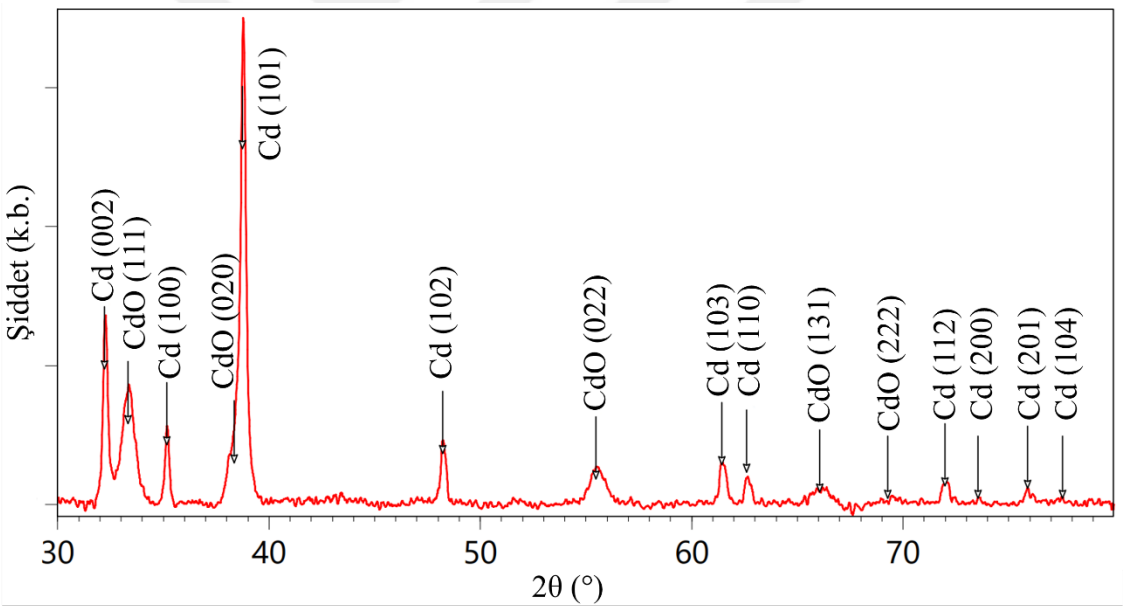
Bu parametreler altında elde edilen CdO plazmasınının analizi için OES alınmıştır (Şekil 4.46). CdO plazmasının OES verileri incelendiğinde; Cd'ye ait 326 nm'de 5p-5s geçişi, 346 nm'de 5d-5p geçişi, 361 nm'de 5d-5p geçişi, 441'de 5s-5p geçişi, 479 nm'de 6s-5p geçişi ve en kuvvetli pik olan 508 nm'de ise 6s-5p geçişi, 644 nm'de 5d-5p geçişi olduğu gözlemlenmiştir. CdO plazmasında Cd geçişlerinin yanı sıra çok sayıda O geçişi de gözlemlenmiştir. Oksijene ait geçişler ise; 351 nm'de 4s-3p, 371 nm'de 3p-3s, 379 nm'de 4s-3p, 389 nm'de 3d-3p, 400 nm'de 3d-3p, 423 nm'de 3d-4p, 456 nm'de 3d-3p, 470 nm'de 3d-3p, 486 nm'de 3d-3p, 546 nm'de 3d-3p, 595 nm'de 5d-3p, 604 nm'de 6s-3p, 625 nm'de 4d-3p ve 656 nm'de 4p-3d geçişi olduğu gözlenmiştir. CdO plazması Cd plazması ile kıyaslandığında Cd plazmasındaki piklerin çok daha şiddetli olduğu ve bununla beraber OES grafiğinde bir gürültü olmadığı görülmektedir. CdO plazmasında ise Oksijen katkısından kaynaklanan pikler dikkat çekmektedir.



Şekil 4.46. TVA yöntemiyle eldeedilen CdO plazmasının OES grafiği

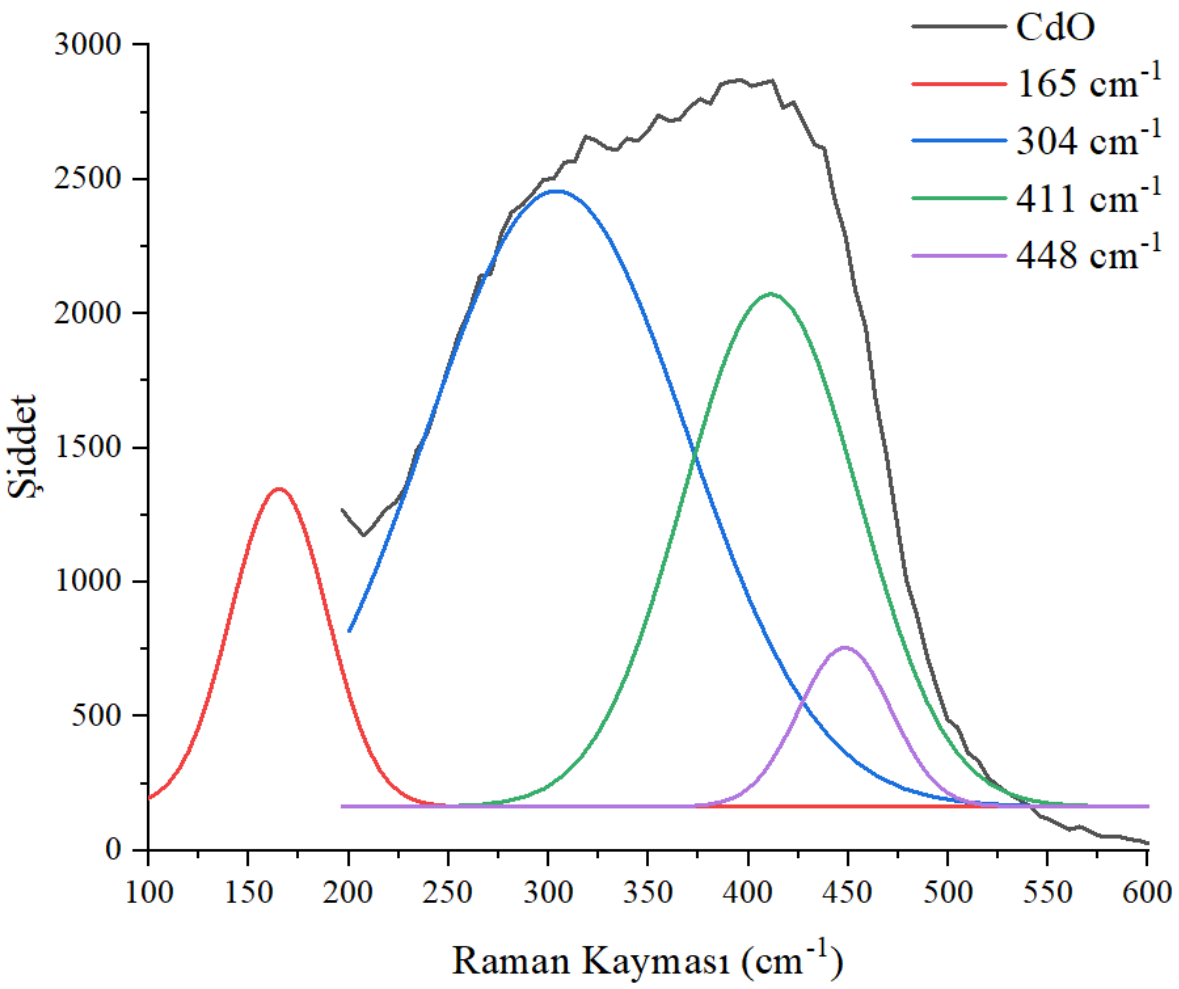
TVA yöntemiyle cam üzerine depolanan CdO ince filmlerin yapısal özelliklerini incelemek için XRD alınmıştır. XRD desenleri Şekil 4.47'de verilmiştir. XRD pikleri incelendiği zaman yapı içinde (002), (100), (101), (102), (103), (110), (112), (200), (201), (104) yönelimli hegzagonal Cd (Pdf: 96-900-8491) ve (111), (020), (022), (131), (222) yönelimli kübik CdO (Pdf: 96-101-1004) kristal yönelimli yapılarının olduğu gözlemlenmiştir.

XRD verilerinden yararlanarak CdO'nun Debye Scherrer denklemi ile kristalit boyutu hesaplandığında CdO'nun kristalit boyutunun 6,89 nm ile 14,10 nm arasında olduğu ve Cd'nin kristalit boyutunun ise 11,83 nm ile 51,85 nm arasında olduğu görülmektedir. Cd ince filmlerindeki kristalit boyutuyla kıyaslandığı zaman CdO ince filmlerinin kristalit boyutunun oldukça küçük olduğu görülmektedir.



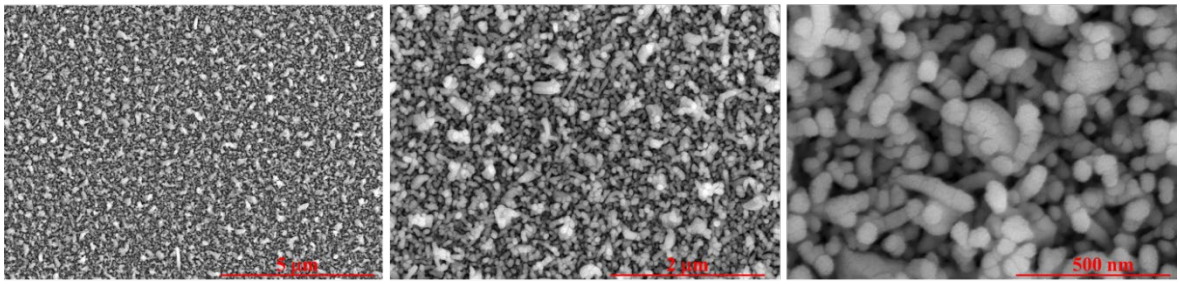
Şekil 4.47. TVA yöntemiyle üretilmiş CdO ince filminin XRD verileri

CdO ince filmin Raman spektrumlarında Şekil 4.48'de verilmiştir. Raman spektrumlarında ~304, ~ 411 ve ~ 448 cm^{-1}'de üç pik göstermektedir. CdO'da sadece ikinci dereceden Raman saçılması beklenmektedir (Cuscó vd., 2010). 304 ve ~ 411 cm^{-1}'deki Raman pikleri 2TA(L) ve 2LA(L) Raman saçılma piklerine aittir. ~165 ve ~448 cm^{-1}'deki pikler borosilikat mikroskop camı olan alttaştan kaynaklıdır.



Şekil 4.48. TVA yöntemiyle üretilmiş CdO ince filminin Raman spektrumu

Şekil 4.49'da verilen SEM görüntüleri TVA yöntemiyle üretilmiş CdO ince filminin SEM görüntüleri 10000, 25000 ve 100000 yakınlaştırma altında alınmıştır. Filmlerin yüzeylerinde birikintiler, çatlaklar olmadan sıkıca paketlenmiş görünmektedir. Çubuk şeklinde ve küresel nano yapılar görülebilmektedir. İnce film yüzeyindeki CdO varlığını ve oranlarını görmek için alınan EDS Çizelge 4.18'de verilmiştir. Üretilen CdO ince filminde Cd ve O atomik olarak neredeyse aynı oranda bulunduğu gözlemlenmiştir.

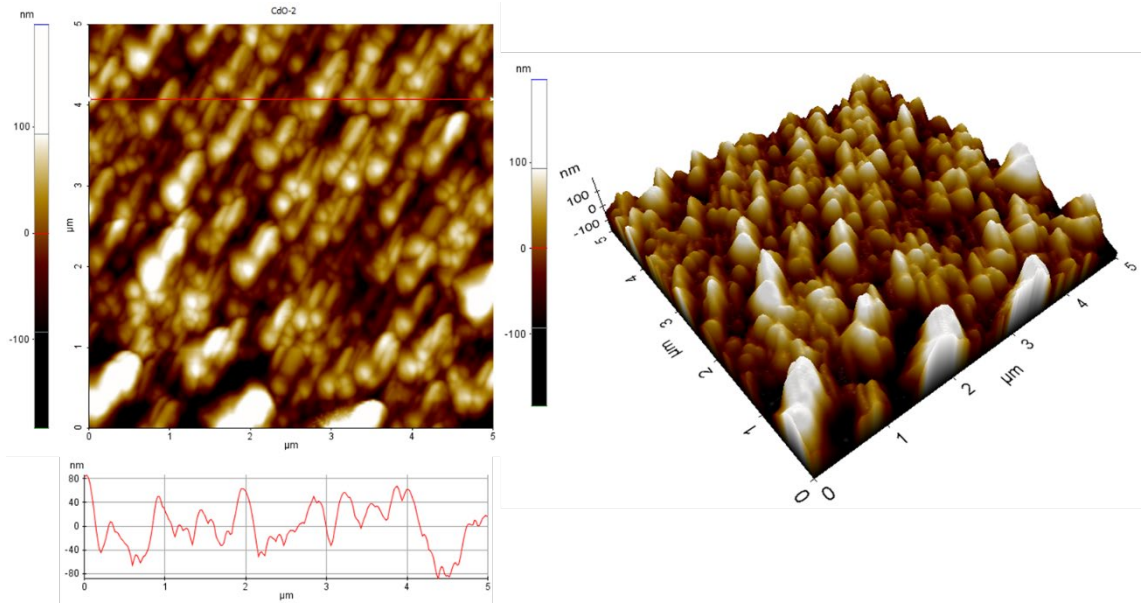


Şekil 4.49. CdO filmlerin farklı yakınlaştırmalar altında SEM görüntüleri

Çizelge 4.18. CdO ince filminin EDS verileri.

Element	% Ağırlıkça	% Atomik
O	11	46
Cd	89	54

Şekil 4.50'de CdO ince filmlerin 2D, 3D ve çizgi taraması verileri görülmektedir. Çizelge 4.19'da CdO ince filmlerin pürüzlülük değerleri görülmektedir. TVA yöntemiyle üretilmiş CdO ince filmlerin yüzey pürüzlülükleri Cd ince filmlerle benzerlik göstermektedir.



Şekil 4.50. CdO ince filmlerin AFM görüntüleri

Çizelge 4.19. CdO ince filmlerin pürüzlülük değerleri

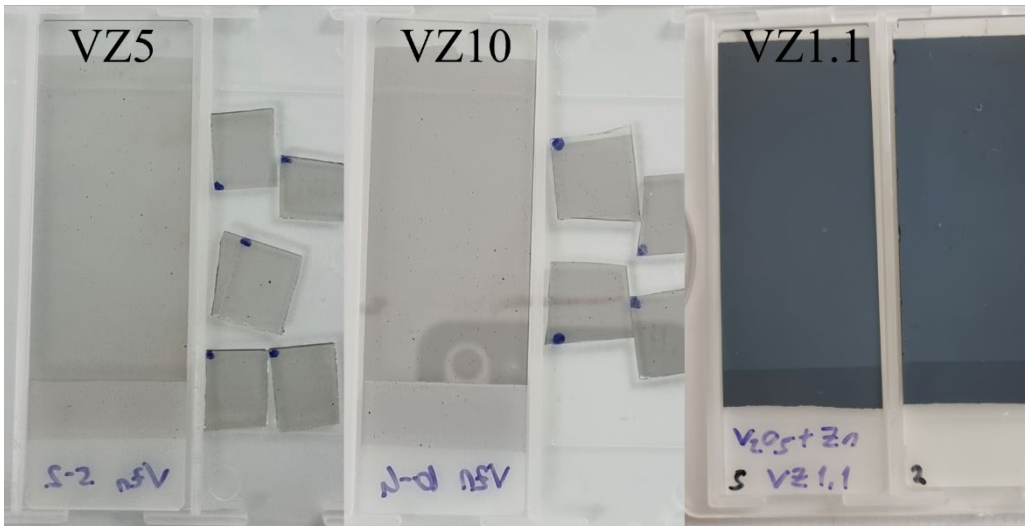
	R_{pv} (nm)	R_q (nm)	R_a (nm)
CdO	380,240	47,476	37,244

4.6. Zn katkılı V_2O_5 İnce Filmler

Toz halindeki V_2O_5 ile Zn ağırlıkça %5, %10 oranlarında karıştırılarak pelet haline getirilmiştir. Sistemin anot elektrotunda bulunan Tungsten potaya koyulmuştur. Ayrıca V_2O_5 ve Zn ayrı ayrı pelet yapılarak anot elektrota ayrı çift pota olarak koyulmuştur. Çift pota deneylerinde vakumu bozmadan önce alttaş üzerine V_2O_5 kaplanmış daha sonra vakum açılmadan diğer potaya vakum odası dışında bulunan mekanik kol yardımıyla diğer pota elektrot tabancasının hizasına getirilmiş, V_2O_5'in üstüne Zn kaplanmıştır. Vakum bozulmadan bu işlem gerçekleştiği için V_2O_5 ve Zn katmanları arasına atmosferde bulunan moleküllerin girmesine olanak tanımadan çift katmanlı ince film üretilmiştir. Alttaş olarak kullanılan mikroskop camları ultrasonik banyo ve etil alkol yardımıyla temizlenerek kullanılmıştır. Deney parametreleri Çizelge 4.20'de verilmiştir. Zn katkılı V_2O_5'in deneye başlamadan önceki ve çift katmanlı ince film deneyi sırasındaki sistemin fotoğrafı Şekil 3.7'de verilmiştir. Deney sonucu üretilen ince filmler Şekil 4.51'de verilmiştir. Sistemin anot elektrotunda malzeme koymak için kullanılan potaların deney sonrası görüntüsü Şekil 4.52'de verilmiştir. %5 Zn katkılı numune VZ5, %10 Zn olan numune VZ10 ve ayrı potalarda katmanlı yapı elde etmek için hazırlanan numune VZ1.1 olarak isimlendirilmiştir.

Çizelge 4.20. TVA sistemiyle üretilen Zn katkılı V_2O_5 ince filmlerinin çalışma parametreleri

Katkılama Oranı % (Zn)	Uygulama Voltajı (V)	Ark Akımı (A)	Ark Voltajı (V)	Ark Gücü (W)	Çalışma Basıncı (mbar)	Filament Akımı (A)	Depolama Zamanı (s)
5	3500	0,12	500	60	$8,5x10^{-5}$	19	30
10	4000	0,12	500	60	$8,0x10^{-5}$	19	30
1.1	2000 1500	0,2 0,42	750	150	$5,5x10^{-5}$ $5,5x10^{-5}$	20	60 20

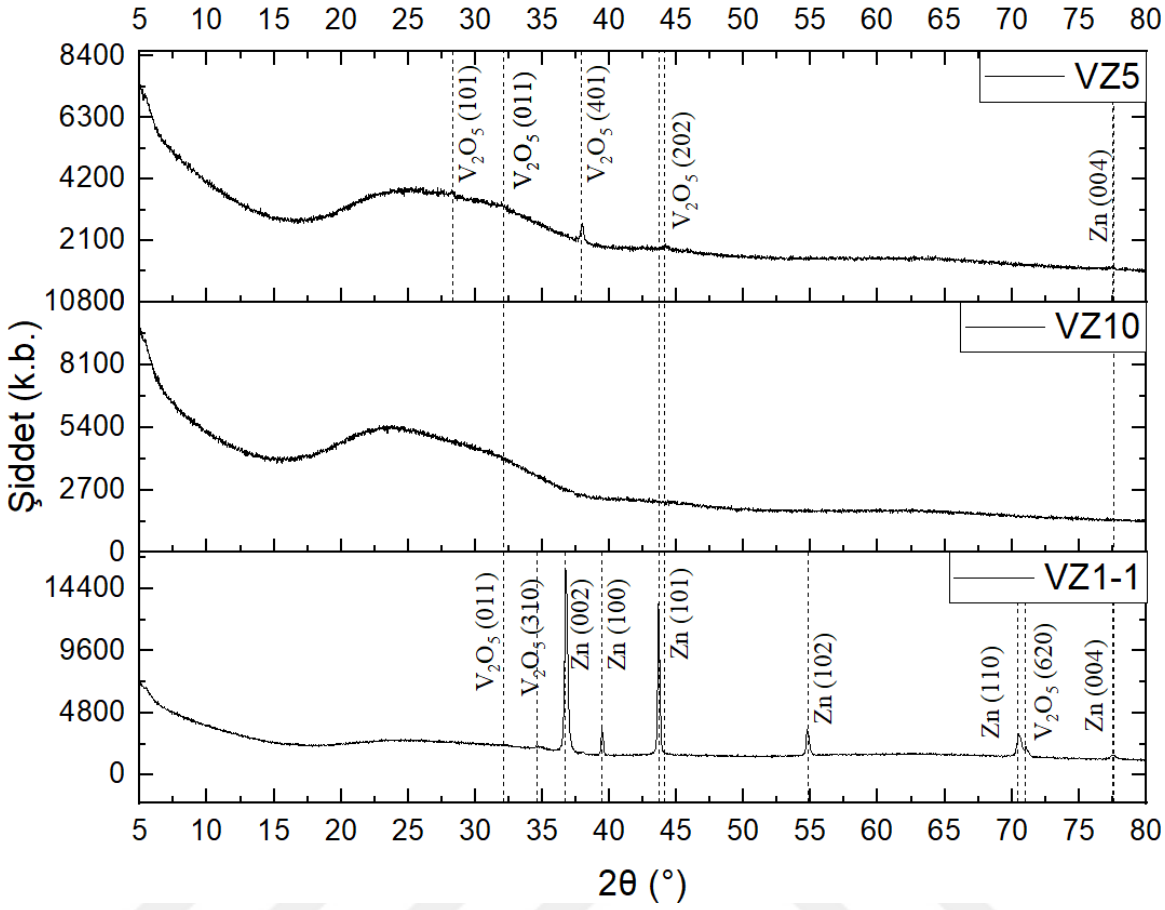


Şekil 4.51. TVA ile üretilen V_2O_5-Zn ince filmler



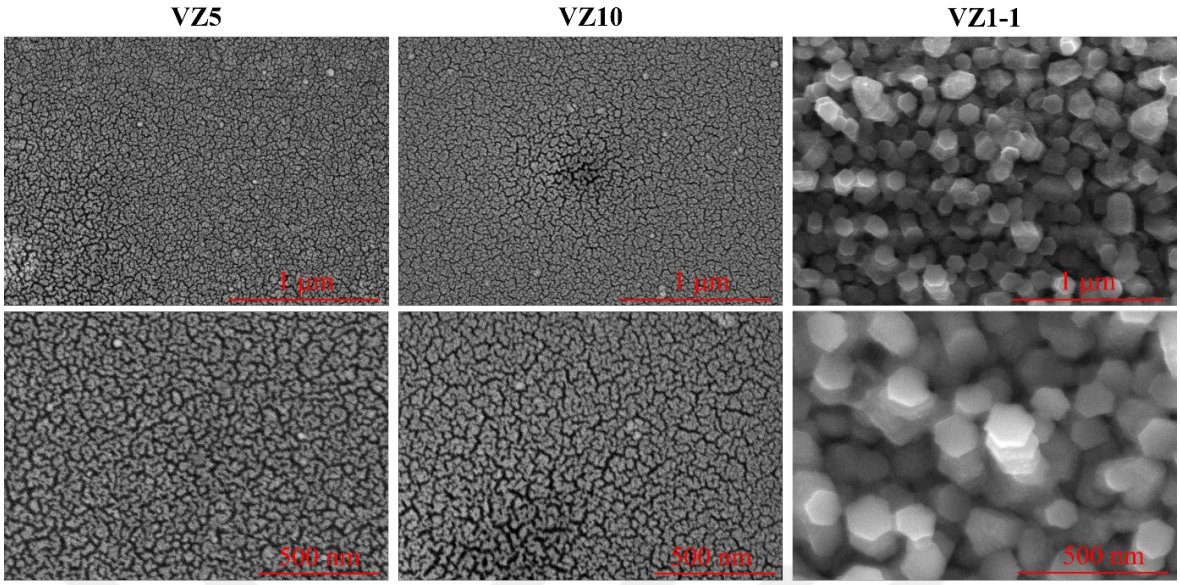
Şekil 4.52. VZ5 ve VZ10 üretimi için kullanılan potaların ve kalan materyalin görüntüleri

Cam üzerine depolanan V_2O_5-Zn ince filmlerinin XRD spektrum grafikleri Şekil 4.53'te verilmiştir. Grafikler incelendiğinde farklı katkılıma oranı ile üretilen ince filmlerden VZ5 kodlu ince filmde diğer filmlere göre daha belirgin kristal pikleri gözlemlenmiştir. Bu sonuç VZ5 ince filmin daha düzenli bir yapıda olduğunu göstermektedir. Piklerin 2θ° değerleri 28,3°; 32,1°; 37,9°; 44,1° ve 77,6° olarak gözükmektedir. 2θ°= 28,3°; 32,1°; 37,9°; 44,1° pikler Ortorombik V_2O_5'in sırasıyla (101), (011), (401), (202) yönelimlerine aittir (Pdf: 01-089-0612). 2θ=77,57° ise Zn (004) olduğu düşünülmektedir (Pdf : 00-001-1244). VZ1.1 ince filminde ise 2θ°= 36,7°; 39,4°; 43,6°; 54,7°; 70,4°; 71,0°; 77,4° pikler hegzagonal Zn'ye ait sırasıyla (002), (100), (101), (102), (110), ve (004) yönelimlerine aittir (Pdf: 00-001-1244).

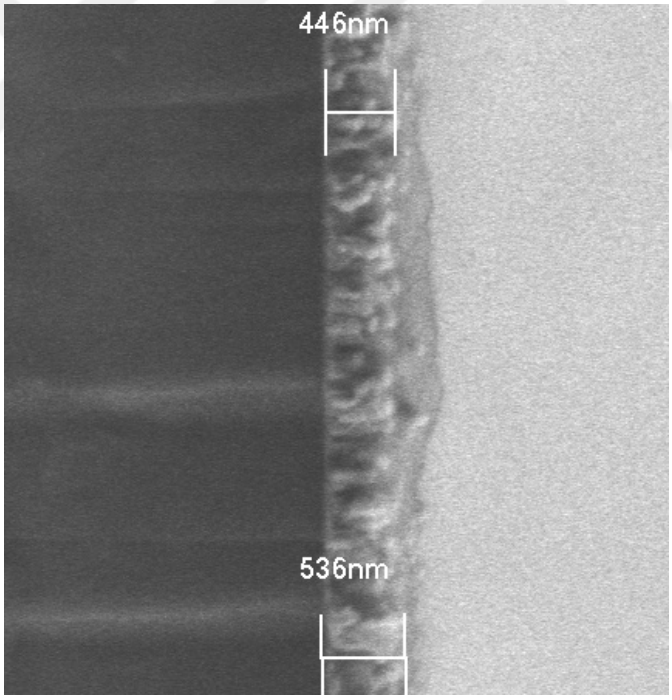


Şekil 4.53. Farklı depolama oranlarında üretilen Zn katkılı V_2O_5 ince filmlerinin ve katmanlı V_2O_5-Zn ince filminin XRD desenleri

Şekil 4.54'te VZ ince filmlerinin SEM görüntüleri farklı yakınlaştırma oranlarında görülmektedir. VZ5 ve VZ10 oldukça homojen ve birbirlerine benzer yüzey görüntüleri ortaya koyarken, üst katmanı Zn olan VZ1.1 numunesi çinko etkisi sayesinde kristal görünümündedir. Çizelge 4.21'de verilen EDS sonuçlarında da V, Zn ve O katkıları görülmektedir. Hazırlanan hedef malzemedeki çinko oranı arttıkça üretilen ince filmdeki çinko miktarının da arttığı görülmektedir. VZ1.1 numunesinde üst katman çinko olduğu için SEM görüntülerinde diğer iki numunenin yüzey görünümünün aksine Zn kristalleri açıkça görülmektedir. Bu durum VZ1.1 ince filminin EDS verilerinde de Vanadyum atomlarının gözükmesine engel olmaktadır. Şekil 4.55'te VZ1.1 numunesinin yandan SEM görüntüsü alınarak film kalınlığının 450-550 nm arasında olduğu gözükmektedir.



Şekil 4.54. VZ5, VZ10, VZ1.1 filmleri için farklı yakınlaştırmalar altında SEM görüntüleri



Şekil 4.55. VZ1.1 katmanlı ince filmin yandan SEM görüntüsü

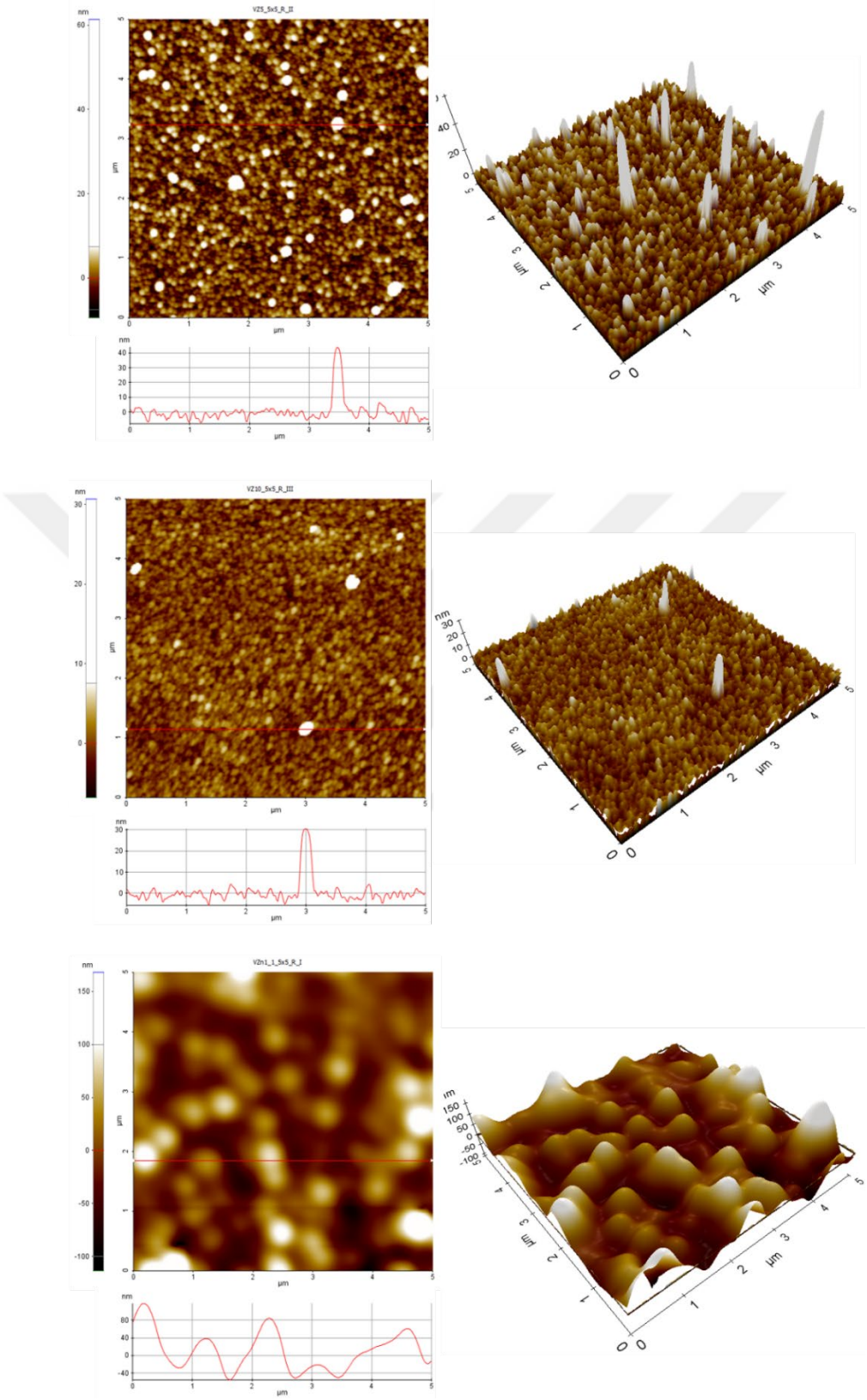
Çizelge 4.21. VZ ince filmlerinin EDS sonuçları

Element	VZ5		VZ10		VZ1.1	
	Ağırlık%	At%	Ağırlık%	At%	Ağırlık%	At%
O	56	82	46	77	2	7
V	18	9	26	13	-	-
Zn	26	8	28	11	98	93

Üretilen ince filmlerin 2D ve 3D AFM görüntüleri ile çizgi taraması grafikleri Şekil 4.56'da verilmiştir. Zn katkılı filmler oldukça düz ve homojen yüzeyler vermektedir. Zn oranı fazla olan VZ10 filminin pürüzlülük değerleri VZ5 numunesine göre daha düşüktür. yüzeyi katmanı Zn olan VZ1.1 filminde ise pürüzlülük Zn katkılı filmlere göre çok daha yüksektir. Numunelerin pürüzlülük değerleri Çizelge 4.22'de verilmiştir.

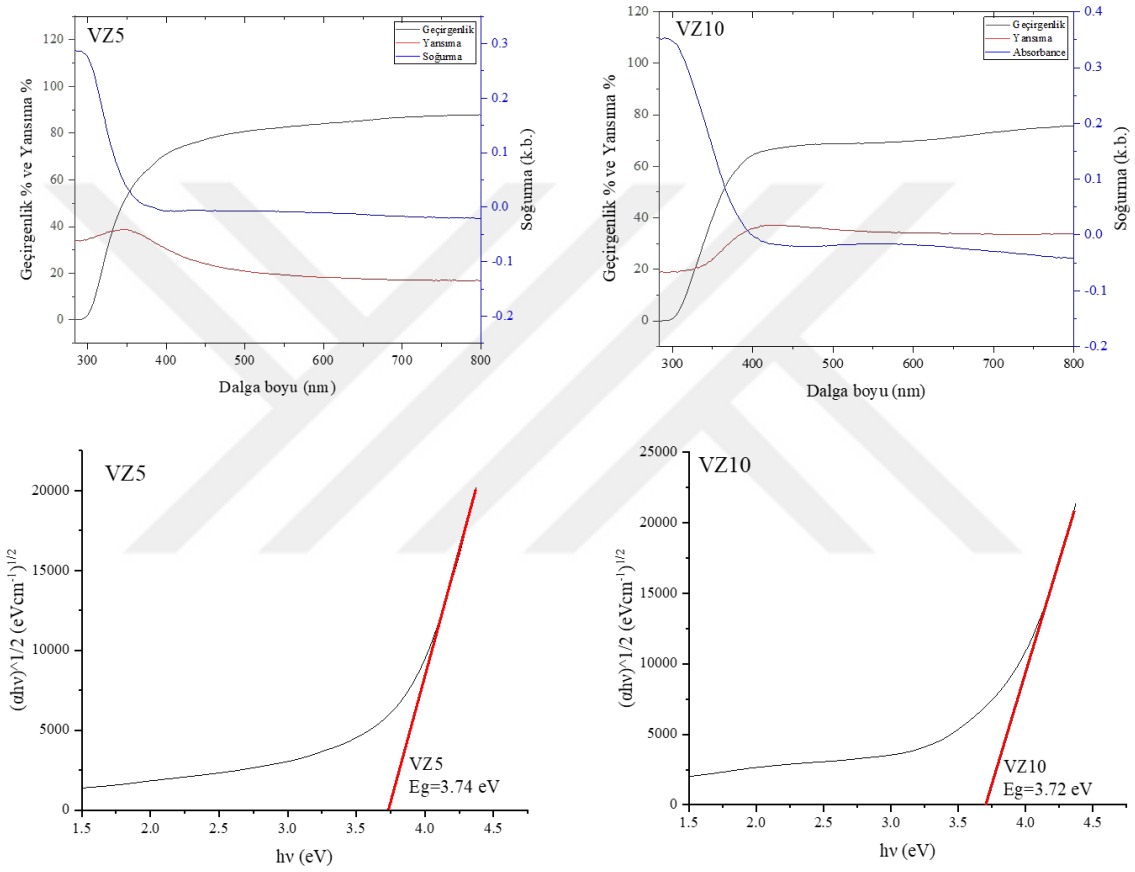
Çizelge 4.22. VZ5, VZ10 ve VZ1.1 filmlerinin pürüzlülük değerleri

Materyal kodu	R_{pv} (nm)	R_q (nm)	R_a (nm)
VZ5	70,775	4,865	2,869
VZ10	37,469	2,233	1,520
VZ1.1	281,547	38,155	29,408



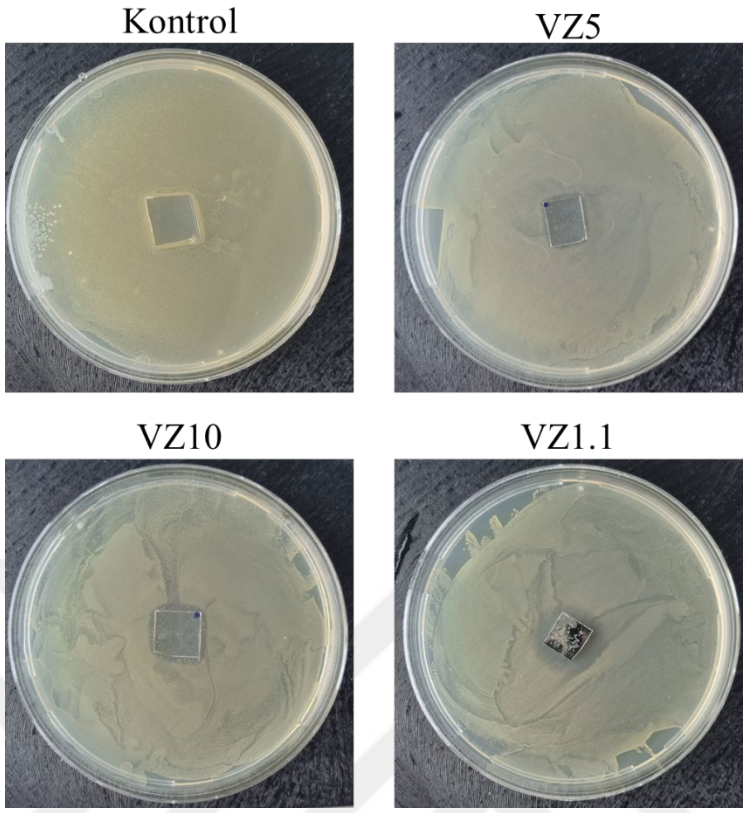
Şekil 4.56. VZ5, VZ10, VZ1.1 ince filmlerine ait AFM görüntüleri

Üretilen ince filmlerin Uv-Vis spektrometre aracılığıyla alınan geçirgenlik, soğurma ve yansıma grafikleri Şekil 4.57'de verilmiştir. Burada VZ5 ve VZ10 grafikleri birbirine benzese de VZ10 numunesinin geçirgenliğinde yaklaşık %20'lik bir fark olduğu görülmektedir. Tauc plot metoduna göre çizilen bant aralığı hesaplarında ise benzer sonuç vermektedir. VZ1.1 katmanlı ince filmi oldukça opak bir film olduğu ve yansıma da yapmadığı için geçirgenlik ve yansıma grafiklerinde sağlıklı veriler elde edilememiştir.



Şekil 4.57. VZ5 ve VZ10 ince filmlerinin geçirgenlik, yansıma, soğurma ve bant aralığı grafikleri

Cam üzerine kaplanan V_2O_5-Zn filmlerin anti bakteriyel özelliklerini incelemek için *S. aureus* bakterileri kullanılmıştır. Kontrol olarak kaplanmamış mikroskop camı kullanılmıştır. Şekil 4.58'de görüldüğü gibi kontrol numunelerinde İBÇ oluşmamış ancak V_2O_5-Zn kaplı numunelerde bakterisiz bölge oluşmaya başlamıştır. VZ5 ve VZ10 ince fimlerinde antibakteriyel etki azken katmanlı olarak kaplanan VZ1.1 numunelerinde çok daha belirgin ve geniş İBÇ oluşmuştur.



Şekil 4.58. VZ5, VZ10 ve VZ1.1 ince filmlerinin *S. aureus* bakterisi üzerine etkisi

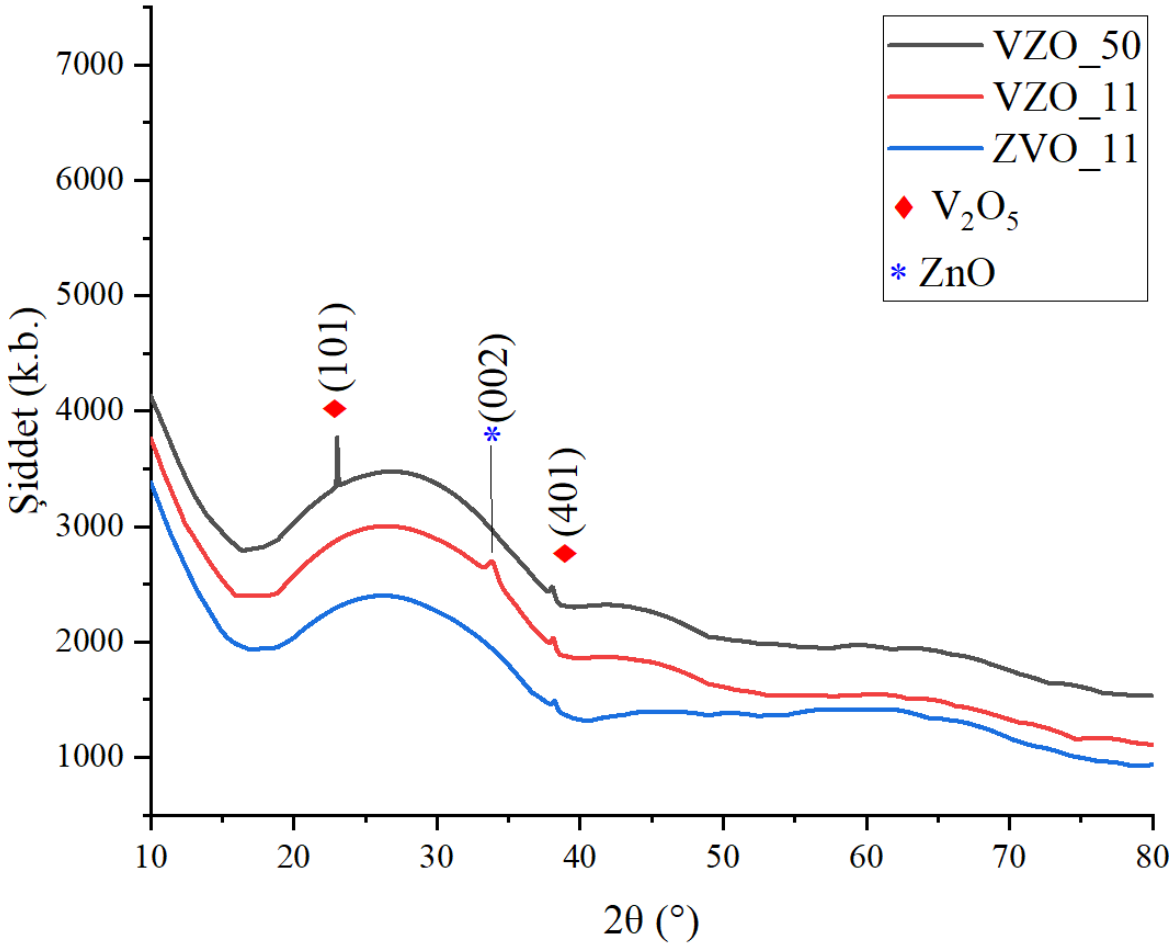
4.7. ZnO katkılı V_2O_5 İnce Filmler

Toz halindeki V_2O_5 içine toz halinde ZnO molce %50 (VZO_50) olarak karıştırılmış ve pelet haline getirilmiştir. Hazırlanan peletler TVA sistemi içinde anot potasına koyulmuştur. TVA sistemi modifiye edilerek sistemin anot ucuna iki pota koyulmuştur. Bu potalara ayrı ayrı V_2O_5 pelet ve ZnO pelet olarak koyulmuştur. Cam alttaş üzerine V_2O_5 üstüne ZnO olacak şekilde çift katmanlı ince film üretilmiştir (VZO_11) daha sonra cam alttaş üzerine ZnO üzerine V_2O_5 olacak şekilde ince film üretilmiştir (ZVO_11). Deney parametreleri Çizelge 4.23'te verilmiştir.

Çizelge 4.23. TVA yöntemiyle depolanan V_2O_5-ZnO ince filmlerin deneysel parametreleri.

Materyal kodu	V_{arc} (V)	I_{ark} (A)	I_f (A)	Basınç (mbar)	Depolama zamanı (s)
VZO_50	3500	0,2	20	$6,0x10^{-5}$	90
VZO_11	1100-1400	0,8-0,6	20-20	$1,4\ x10^{-4}$-$7,0\ x10^{-5}$	90-60
ZVO_11	1500-1800	0,6-0,5	20-20	$6,5x10^{-5}$ - $1,0x10^{-4}$	60-90

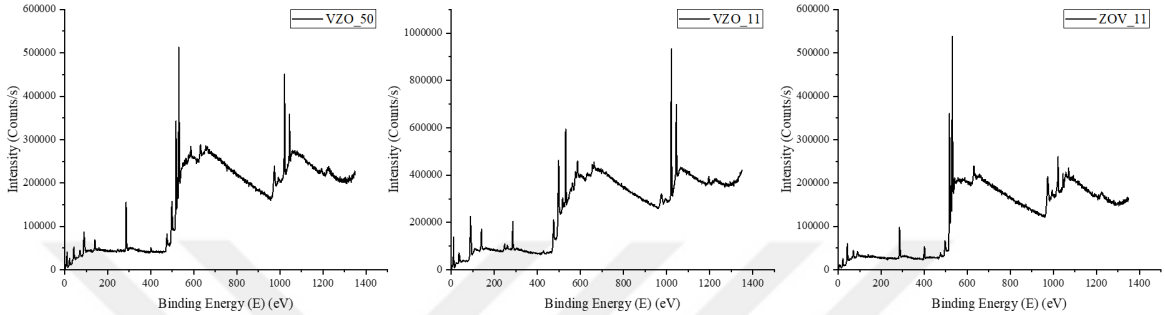
Cam üzerine depolanan V_2O_5-ZnO ince filmlerinin XRD desenleri Şekil 4.59'da verilmiştir. Grafikler incelendiğinde molce %50-50 karıştırılan V_2O_5-ZnO film ile katmanlı yapıda olan filmler arasında farklı kristal pikleri gözlemlenmiştir. VZ_50 numunesinde gözlemlenen 2θ=22° V_2O_5'in (101) yönelimine aittir (Pdf: 01-089-0612). Her üç örnekte de gözlemlenen 2θ=38° ise Ortorombik V_2O_5'in (401) yönelimine aittir (Pdf: 01-089-0612). Üst katmanı çinko oksit olan VZO_11 numunesinde diğer iki numunede gözükmeyen 2θ=34° hekzagonal ZnO'ya ait (002) yönelimidir (Pdf: 00-001-1136).



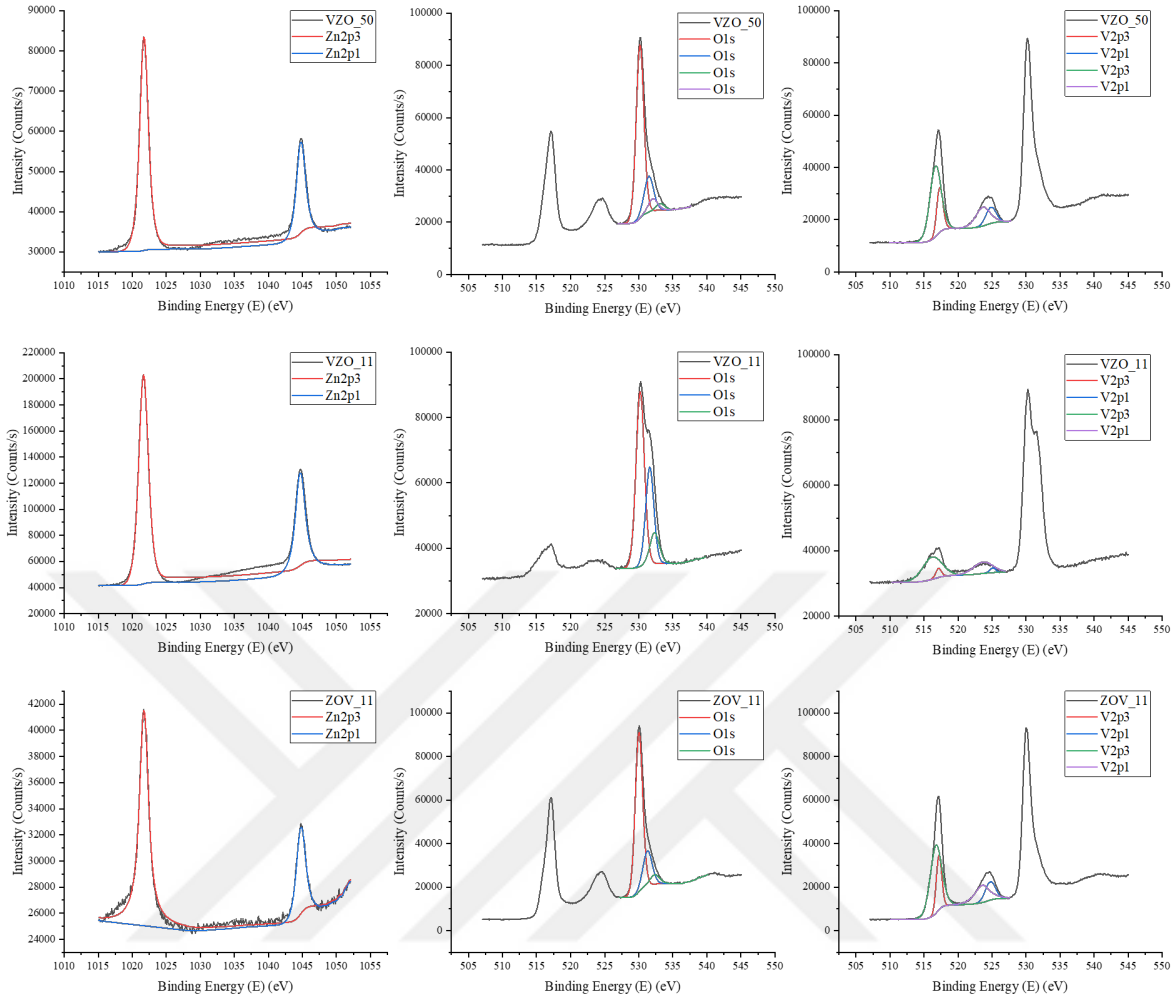
Şekil 4.59. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin XRD desenleri

Elementel bileşimi daha iyi anlamak için her üç ince film için XPS analizi yapılmıştır. XPS spektrumları, her üç ince film için 300 µm spot çapına sahip bir alüminyum K-alfa karakteristik X-ışını kaynağı kullanılarak elde edilmiştir. XPS analizi sonucunda üretilen ince filmlerin yapısında V, Zn ve O elementlerinin bulunduğu ispatlanmıştır. Her üç ince filmin geniş taramalı, düşük çözünürlüklü XPS spektrumları Şekil 4.60'da gösterilmiştir. VZO_50, VZO_11 ve ZVO_11 ince film numunelerinin spektrumlarının genel görünümü benzerdir; ancak Şekil 4.61'de verilen ayrıntılı XPS verileri incelendiği zaman şiddet farklılıkları ortaya çıkmaktadır. Üç ince filmde de oksijene ait piklerinin şiddeti benzerdir. Üst katmanı ZnO olan VZO_11 ince filminde çinko pikleri diğer iki numuneye göre daha yüksekken, üst katmanı vanadyum pentoksit olan ZVO_11 ince filminde ise vanadyum oranı diğer iki filme göre yüksektir. 517 eV'da gözlemlenen V2p3 piki V^{5+} osidasyon durumunu işaret etmektedir (Yang vd., 2016). O1'lerin pikleri 530,10 eV'dedir ve ZnO-V_2O_5 ince filmdeki kafes oksijenin ana kimyasal oksidasyon durumlarını gösterir.

530, 531 ve 533 eV pikleri sırasıyla kafes O2'yi, oksijen boşluklarına veya kusurlarına bağlı yüzey hidroksil gruplarını ve soğurulmuş oksijene atfedilir (Lakshmi Prasanna ve Vijayaraghavan, 2015; Mane vd., 2015; Zou vd., 2010). Oksijen boşluğu, elektronların hollerle rekombinasyonunu önleyen elektron tuzakları olarak hareket edebilir ve böylece OH üretimini artırabilir (Sun vd., 2019). Bağlanma enerjisi 1021,19 eV'de bulunan pik, Zn'nin Zn^{2+} formunda olduğunu doğrulamaktadır (Nagaraju vd., 2019).

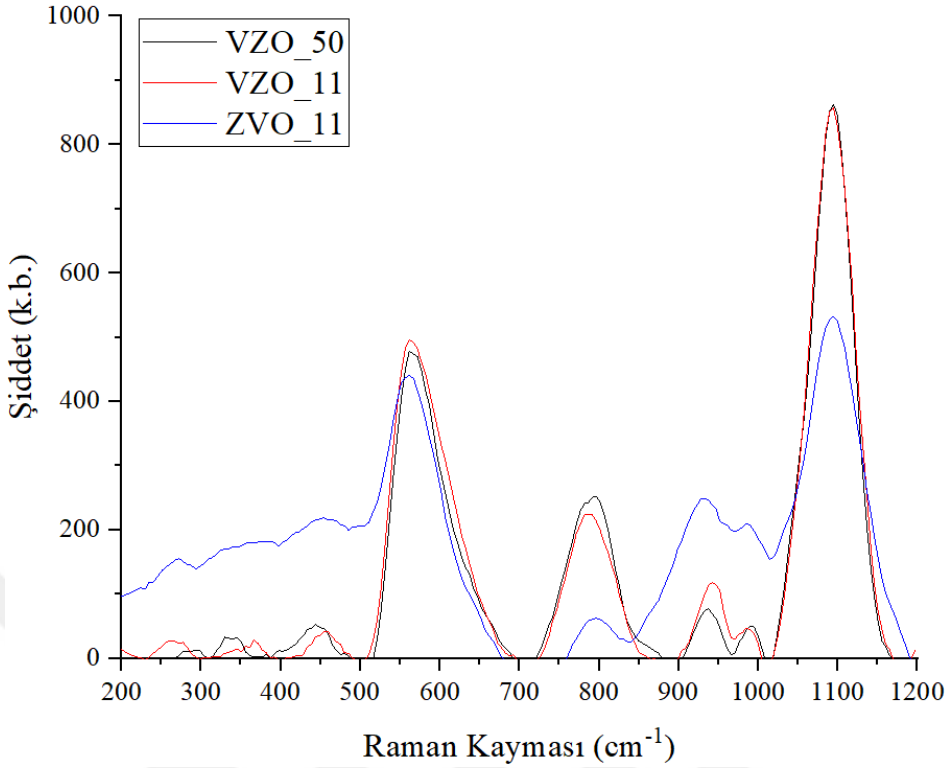


Şekil 4.60. VZO_50, VZO_11 ve ZOV_11 ince film örneklerinin geniş taramalı XPS spektrumları.



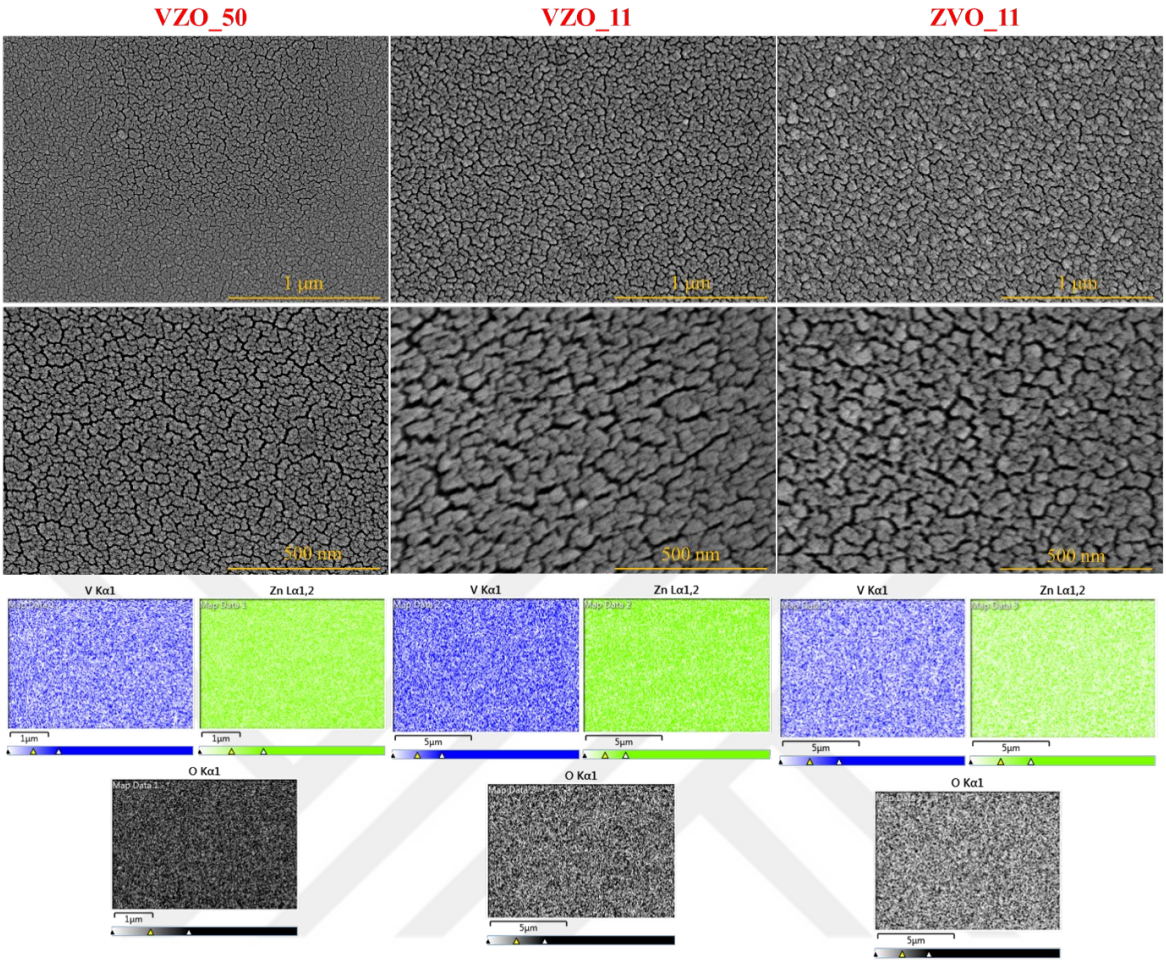
Şekil 4.61. VZO_50, VZO_11 ve ZOV_11 ince film örneklerinin V, Zn ve O piklerinin yüksek çözünürlüklü XPS spektrumları.

ZnO katkılı V_2O_5 ince filmlerin Raman sonuçları incelendiği zaman üç numeninde şiddetli pikleri ortak çıktığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.62). VZO_50, VZO_11 ve ZVO_11 numuneleri için 265 cm^{-1}'deki mod V-O-V bükülme moduna karşılık (Nagaraju vd., 2019) 300-350 cm^{-1} aralığında V-O-V simetrik uzaysal titreşimi görülür, 430-450 cm^{-1} aralığında ve 570 cm^{-1}'de Zn-O bükülme titreşimi görülür (Ansari vd., 2018; Malhotra vd., 2023), 474 cm^{-1}'deki pik köprü (V-O-V) bükülme titreşimlerine atanmıştır (Sundara Selvam vd., 2020). 795 cm^{-1} civarındaki pik ise V-O-V titreşimi ya da Zn-O bükülme titreşimi olabilir. 930 cm^{-1} piki V^{4+}=O bağına karşılık gelir (Lee vd., 2002). 996 cm^{-1} 'deki pik, terminal oksijen (V=O) germe moduna karşılık gelir (Sundara Selvam vd., 2020), 1090 cm^{-1} pikinin Zn-O titreşimine atfedilir (Malhotra vd., 2023).



Şekil 4.62. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin Raman verileri

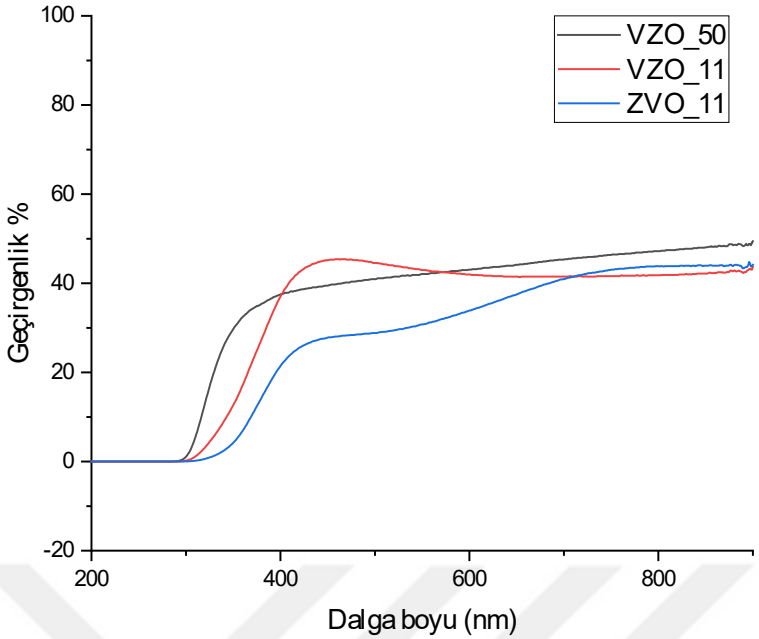
Şekil 4.63'te TVA tarafından depolanan üç farklı V_2O_5-ZnO ince filmlerinin SEM görüntülerini 50000 ve 100000 yakınlaştırma altında görülmektedir. Depolanan V_2O_5-ZnO ince filminin mikroyapı ve morfoloji analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.63'teki SEM görüntüsü, filmlerin herhangi bir iğne deliği veya çatlak olmadan oldukça homojen olduğunu ve alt tabakayı iyi kapladığını göstermektedir. V_2O_5-ZnO düz bir film olarak görülmekte ve yüzeyde herhangi bir nanoyapısal oluşum gözlenmemektedir. Filmlerdeki elemenlerin atomik olarak oranları Çizelge 4.24'te verilmiştir. EDS verileri filmlerde sadece vanadyum, çinko ve oksijen olduğunu doğrulamaktadır. Her üç filmde oksijence zengin yapılar varken, en üst katmanın ZnO olduğu durumda çinko oranı yüksek, üst katmanın V_2O_5 olduğu durumda ise vanadyum oranı yüksektir. Ayrıca EDS yardımı ile alınan elementsel dağılım haritasında da vanadyum, çinko ve oksijenin herhangi bir bölgede toplanma yapmadan filmlerin her tarafına homojen olarak dağıldığı gözükmektedir.



Şekil 4.63. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin SEM görüntüleri ve elementel dağılım haritaları

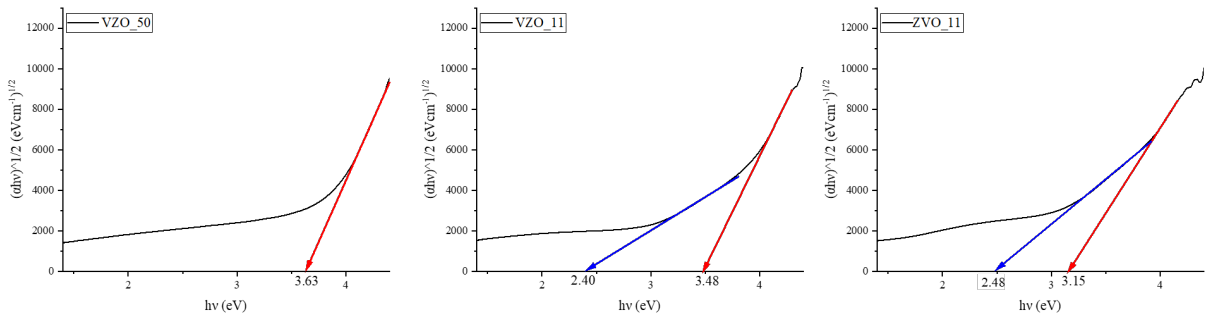
Çizelge 4.24. ZnO- V_2O_5 ince filmlerinin EDS sonuçları

Kod\At%	O	V	Zn
VZO_50	79	8	13
VZO_11	63	15	22
ZVO_11	46	38	16



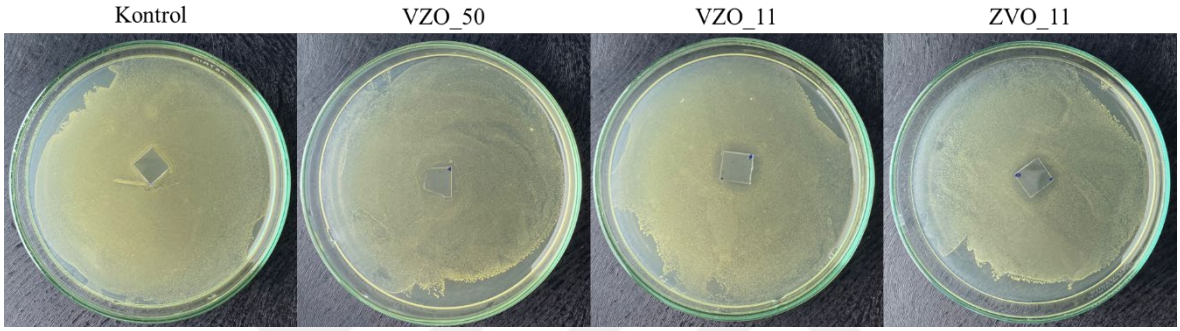
Şekil 4.64. ZnO- V_2O_5 ince filmlerinin geçirgenlik grafiği

VZO_50, VZO_11 ve ZVO_11 numunelerinin optik enerji bant aralığı (E_g) değerleri Şekil 4.64'deki grafikten yararlanılarak kullanılarak tauc plot yöntemi ile hesaplanmıştır. Şekil 4.64'te VZO_11 ince filminin soğurma kenarına gelmeden önce geçirgenliğinin arttığı daha sonra keskin bir şekilde azaldığı görüşürken ZVO_11 ince filmi daha yüksek dalga boylarında geçirgenliğinin diğer filmlere göre azaldığı görülmektedir. VZO_50 numuesinde dolaylı izin verilen geçişler için optik bant aralığı enerjisi 3,63 eV olarak hesaplanırken katmanlı yapıda üretilen VZO_11 ve ZVO_11 de iki farklı bant gözlemlenmiştir. VZO_11 numunesindeki bant aralıkları 2,40 eV ve 3,48 eV iken ZVO_11 numunesindeki bant aralıkları 3,48 eV ve 3,15 eV olarak hesaplanmıştır.

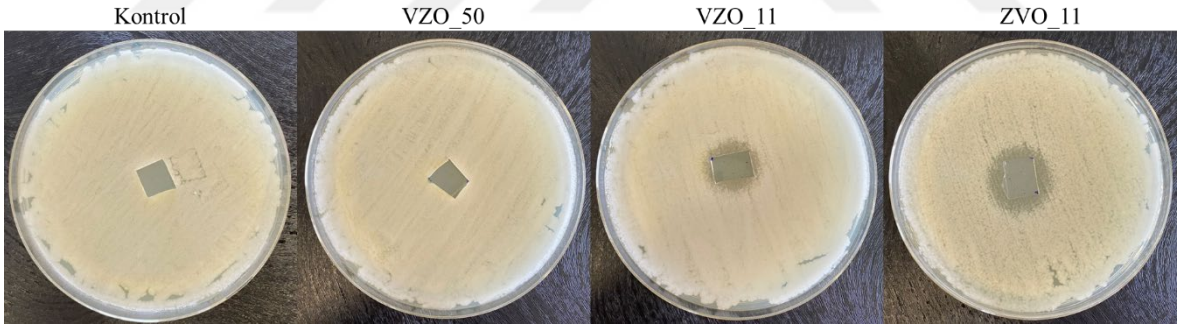


Şekil 4.65. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin dolaylı bant aralıkları

Cam üzerine kaplanan V_2O_5-ZnO filmlerin anti bakteriyel özelliklerini incelemek için *S. aureus* ve *E. coli* bakterileri kullanılmıştır. Kontrol olarak mikroskop camı kullanılmıştır. Şekil 4.66'da ve Şekil 4.67'de görüldüğü gibi kontrol numunelerinde İBÇ oluşmamış ancak V_2O_5-ZnO kaplı numunelerde etki gözükmüştür. VZO_50 numunesinde antibakteriyel etki azken katmanlı olarak kaplanan VZO_11 ve ZVO_11 numunelerinde zon çapı daha geniştir. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinde en yüksek antibakteriyel etki *E. coli* bakterilerine karşı ZVO_11 ince filmi vermiştir.



Şekil 4.66. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin *S. aureus* bakterisi üzerine etkisi



Şekil 4.67. ZnO-V_2O_5 ince filmlerinin *E. coli* bakterisi üzerine etkisi

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

V_2O_5 ince filmleri depolamak için TVA plazma yöntemi kullanılmıştır. Filmler çeşitli ark güçlerinde cam alt tabakalar üzerinde depolanmıştır. X-ışını analizi V_2O_5 filmlerinin amorf olduğunu ortaya koymaktadır. Morfolojik çalışmalar iyi tanımlanmış bir yapı ve elemental kompozisyon göstermiştir. Depolanan V_2O_5 ince filmler 0,4 -1,8 nm kadar küçük bir pürüzlülüğe sahiptir. Ark gücü arttıkça, film kalınlığı sırasıyla 92, 98 ve 204 nm'ye yükselmiştir. Depolanan V_2O_5 ince filmlerin optik enerji bant aralığı (E_g) değerleri, doğrudan izin verilen geçişler için sırasıyla 3,84, 3,42 ve 3,20 eV olarak bulunmuştur. Ark gücü arttığında geçirgenlik ve optik enerji bant aralığı azalmıştır. TVA ile depolanan V_2O_5 ince filmlerin özelliklerinin ark gücüne büyük ölçüde bağlı olmasının yanı sıra, istenen özelliklere sahip V_2O_5 ince filmler üretmek için TVA ark gücünün kontrol edilebilir bir parametre olması önemlidir. TVA ile depolanan V_2O_5 ince filmlerin sensörler veya elektriksel ve optik anahtarlama gibi teknolojik uygulamalarda kullanımı için gelecek çalışmalar yapılacaktır.

Dünya genelinde insan ölümlerinin en önemli nedenlerinden birinin bulaşıcı hastalıklar, özellikle de gıda ile temas eden kontamine yüzeylerden kaynaklanan antibiyotiklere dirençli bakteriler olduğu iyi bilinmelidir. Geleneksel antimikrobiyal ajanlar bu tür patojenleri engellemek için yeterli değildir, bu nedenle çeşitli metal veya metal oksit nanopartikülleri içeren antimikrobiyal kaplamalar yeni bir yaklaşım olarak kabul edilmektedir. Bu çalışmada, vanadyum pentoksit/fosfor pentoksit (V_2O_5-P_2O_5) ince filmler cam ve YYPE alt tabakalar üzerine TVA plazması ile depolanmıştır. Ayrıca, VP ince filmlerle kaplanan yüzeylerin yapısal, morfolojik ve antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. XRD verilerine göre, depolanan ince filmler amorf bir yapıya sahiptir. Ayrıca, SEM ve AFM verilerinde yüzeyin oldukça homojen, pürüzsüz ve nano ölçekli olduğu görülmektedir. Raman spektrumu da depolanan VP ince filminin camsı bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Su temas açısı analizi, VP ince filmlerin YYPE alt tabakaların hidrofilikliğini önemli ölçüde artırdığını (80,57°±4,09°'den 33,11°±1,37°'ye), ancak VP kaplı ve kaplanmamış cam alt tabakaların su temas açıları arasında önemli bir fark olmadığını göstermiştir. Modifiye Kirby Bauer testleri, VP kaplı cam ve YYPE yüzeylerin *E. coli*, *L. innocua*, *S. aureus*'a karşı büyük antibakteriyel aktiviteye sahip olduğunu açıkça

göstermiştir. En yüksek inhibisyon bölgesi çapı (43,33±1,77 mm) da *S. aureus*'a karşı YYPE alttaşa depolanmış VP ince filmde gözlemlenmiştir. Bu çalışma, TVA plazması ile cam ve YYPE yüzeyler üzerinde depolanan VP ince filmlerin yüksek antibakteriyel aktivitesini doğrulamıştır. Bununla birlikte, VP kaplı YYPE yüzeyindeki daha küçük su temas açısı, bakterilerin yüzeyde daha kapsamlı bir şekilde yayılmasına neden olarak daha geniş bir antibakteriyel yüzey alanı oluşturmuştur. VP ince filmlerin büyük antibakteriyel aktivitesine rağmen, daha ileri çalışmalar VP ince filmlerin iyon salınımı, göç testleri, VP'nin çevrede birikmesi ve VP'nin insan hücreleri üzerindeki in vitro ve/veya in vivo sitotoksisite etkilerine odaklanmalıdır.

Cam ve plastik yüzeylerde bakteriyel yapışmanın ve biyofilm oluşumunun önlenmesi, ev ve klinik cihazlardan gıda depolamaya kadar hem sağlık hem de endüstriyel uygulamalarda büyük önem taşımaktadır. Bu çalışmada, Cd metalleri cam ve YYPE numunelerine TVA yöntemiyle depolanmıştır ve Cd kaplı yüzeylerin antibakteriyel aktivitesi *S. aureus*, *E. coli* ve *L. innocua*'ya karşı araştırılmıştır. Cd ince filmlerin yapısal ve yüzey morfolojik özellikleri XRD, FE-SEM ve AFM kullanılarak incelenmiştir. Cam ve YYPE üzerine depolanan filmlerin kristalit boyutu sırasıyla 52,1 nm ve 72,5 nm olarak hesaplanmıştır. SEM görüntüleri ve AFM, cam ve YYPE üzerindeki Cd filmlerinin kompakt ve düşük pürüzlü (pürüzsüz) yüzeyler olduğunu açıkça göstermiştir. Cd ince filminin Rms yüzey pürüzlülüğü cam substrat için 39,3 nm ve YYPE substrat için 70,3 nm olarak ölçülmüştür. Su temas açısı ölçümlerinin sonuçları, Cd kaplamaların cam (28,89°'den 71,78°'ye) ve YYPE (78,39°'den 98,68°'ye) alt tabakaların hidrofobikliğini arttırdığını göstermiştir. Modifiye Kirby-Bauer ve doğrudan temas testlerinin sonuçlarına göre, cam ve YYPE numunelerinin antibakteriyel aktivitesi, farklı bakterilere (Gram-pozitif ve Gram-negatif) karşı TVA yöntemiyle kadmiyum depolanması nedeniyle artmıştır. Böylece, en yüksek İBÇ değeri *L. innocua*'ya karşı Cd kaplı YYPE yüzeylerde 16,50±1,77 mm olarak ölçülmüştür. Sonuçlar, Cd'nin etkili antibakteriyel yüzeylere sahip çeşitli malzemeler elde etmek için uygulanabileceğini kanıtlamıştır. Bununla birlikte, Cd insan kanserojeniyle ilişkili ağır metallerden biri olarak bilinmektedir. Bu nedenle, daha ileri çalışmalar çevreye Cd iyonu salınımını anlamak için insan hücre kültürü çalışmalarına odaklanmalıdır.

Bu çalışmada, daha önce sentezlenen VPCd camının yapısı korunarak dökme camdan camsı ince film depolanması amaçlanmıştır. Bu işlem için, dökme cam numunesini

sentezlemek için geleneksel erime-söndürme yöntemi kullanılmıştır. Daha sonra sentezlenen VPCd dökme cam numunesinden camsı ince film depolamak için TVA yöntemi kullanılmıştır. XRD analizinin bir sonucu olarak, camsı ince film depolama işlemi sırasında dökme cam yapısı amorf doğasını korumuştur. SEM görüntülerine göre camsı ince filmin kalınlığı her bölgede neredeyse aynıdır. Yapı içindeki bağlar Raman spektrumlarına göre belirlenmiştir. Raman analizini desteklemek için camsı ince filmin EDS spektrum analizi yapılmış ve bu elementlerin VPCd camsı ince film yapısında olduğu kanıtlanmıştır. Geçirgenlik spektrumunun bir sonucu olarak, depolanan camsı ince filmin geçirgenliği, sentezlenen dökme cama kıyasla 1800 nm'den 600 nm'ye değişmektedir. TVA yöntemi ile dökme camlar yerine camsı ince filmlerle alternatif emici katmanlar oluşturulabileceği öngörülmektedir. Depolanan camsı ince filmin yoğunluğunun belirlenmesi halinde, gelecekte camsı ince film çalışmalarına radyasyon kalkanlama yeteneği gibi yeni bir bakış açısı getirecektir.

CdO ince filmler TVA yöntemiyle depolanmıştır. XRD sonuçlarında Cd ve CdO kristal yönelimleri gözlenmiştir. SEM görüntülerinde yüzeyde nano yapı oluşumu gözlenmiştir. Filmin yapasındaki Cd-O atomlarının oranı neredeyse bire bir olarak depolandığı EDS ile doğrulanmıştır. Yüzeyin R_q pürüzlülük değeri Cd ince filme göre yakın ancak biraz daha yüksek olduğu gözlenmiştir.

V_2O_5-Zn ince filmler hem tek pota hem de çift pota kullanılarak üretilmiştir. Çift pota kullanılarak üretilen katmanlı ince filmlerin XRD verilerinde çinko pikleri çok daha baskın şekilde görüldü. %5 ve %10 çinko katkılı filmlerin yüzeyi birbirine oldukça benzerken yüzeyde çinko bulunan katmanlı ince filmin yüzeyinde nano yapılar oluştuğu gözlemlendi. Filmin yan kesitinden alınan SEM görüntüsünde bu kristal oluşumu daha net görülebilmektedir.

Bu çalışma plazma yöntemiyle katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO katkılı V_2O_5 ince filmlerin üretilmesi, incelenmesi ve uygulamalarının ortaya konulmasıdır. V_2O_5, P_2O_5, VP, VPCd, Cd ve CdO materyallerinin plazmalarının incelenmesi OES analizi ile yapılmaya çalışılmıştır. OES verileri ve Boltzmann grafik yöntemi gibi yöntemlerle üretilen plazmaların elektron sıcaklığı, elektron yoğunluğu hesaplanabilir. Bu hesaplama çalışmaları

üretilen ince filmlerin özelliklerini de belirlemede yardımcı olabilir ve hatta kontrollü üretim için bu parametreler kullanılabilir.

Çalışma daha da genişletilerek depolama süreci sonrasında pota içinde kalan materyalin analizi de yapılabilir. Bu analiz sonuçları da depolanan ince filmlerin özellikleri hakkında veya sürecin tanımlamasında yardımcı olabilir.

Bu çalışmada katkısız ve P_2O_5, CdO ve ZnO katkılı V_2O_5 ince filmler başarılı bir şekilde depolanmış ve antibakteriyel uygulamalar yapılmıştır. Ayrıca ileride üretilen bu ince filmler yardımıyla enerji depolama ya da sensör yapımı gibi bir cihaz üretilmesi çalışmayı çok daha başarılı noktaya ulaştıracaktır.

KAYNAKLAR DİZİNİ

Abbasi, M., Rozati, S. M., Irani, R., & Beke, S. (2015). Synthesis and gas sensing behavior of nanostructured V2O5 thin films prepared by spray pyrolysis. *Materials Science in Semiconductor Processing*, *29*, 132-138. https://doi.org/10.1016/j.mssp.2014.01.008

Akan, T. (2002). Operation parameters of the thermionic vacuum arc discharge. *Turkish Journal of Physics*, *27*(1), 69-76.

Akan, T., Ekem, N., Demirkol, S., Pat, S., Balbag, M. Z., Cenik, M. I., Deligoz, H., & Musa, G. (2006, Aug 22-26). Studies on Ag-Al2O3 nano-layer composite produced by the thermionic vacuum arc method (TVA).*AIP Conference Proceedings* [Six international conference of the balkan physical union]. 6th International Conference of the Balkan-Physical-Union, Istanbul, TURKEY.

Akan, T., Kışla, D., Gökmen, G. G., & Durmuş, Ç. (2023). Antibacterial efficiency of cadmium thin films deposited by the thermionic vacuum arc. *Surface and Coatings Technology*, *456*(129250). https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2023.129250

Akkila, T., Basha, I. M. (2018). Study of structural, morphological and optical properties of nano-structured zinc doped V2O5 thin films. *J. Pure Appl. Sci. Technol.*, *8*(2), 18-33.

Ansari, A. R., Hussain, S., Imran, M., Al-Ghamdi, A. A., & Chandan, M. R. (2018). Optical investigations of microwave induced synthesis of zinc oxide thin-film. *Materials Science-Poland*, *36*(2), 304-309.

Azooz, M., ElBatal, H. (2020). Preparation and characterization of invert ZnO–B2O3 glasses and its shielding behavior towards gamma irradiation. *Materials Chemistry and Physics*, *240*, 122129.

Bachmann, H.-G., Ahmed, F. R., & Barnes, W. H. (1961). The crystal structure of vanadium pentoxide. *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials*, *115*(1-6), 110-131.

Bae, J.-H., Cha, J.-M., Kim, D.-S., Kim, Y.-S., & Ryu, B.-K. (2018). Structure and Antibacterial Property of ZnO-B2O3-P2O5 Glasses. *Journal of the Korean Ceramic Society*, *55*(2), 135-139. https://doi.org/10.4191/kcers.2018.55.2.03

Barreca, D., Armelao, L., Caccavale, F., Di Noto, V., Gregori, A., Rizzi, G. A., & Tondello, E. (2000). Highly Oriented V2O5Nanocrystalline Thin Films by Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition. *Chemistry of Materials*, *12*(1), 98-103. https://doi.org/10.1021/cm991095a

KAYNAKLAR DİZİNİ

Benmoussa, M., Ibnouelghazi, E., Bennouna, A., & Ameziane, E. L. (1995). Structural, electrical and optical properties of sputtered vanadium pentoxide thin films. *Thin Solid Films*, *265*(1-2), 22-28. https://doi.org/10.1016/0040-6090(95)06617-9

Bhandari, C., Lambrecht, W. R., & van Schilfgaarde, M. (2015). Quasiparticle self-consistent g w calculations of the electronic band structure of bulk and monolayer V 2 O 5. *Physical Review B*, *91*(12), 125116.

Brow, R. K. (2000). Review: the structure of simple phosphate glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *263-264*, 1-28. https://doi.org/10.1016/s0022-3093(99)00620-1

Case, F. C. (1984). Modifications in the phase transition properties of predeposited VO2 films. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, *2*(4), 1509-1512. https://doi.org/10.1116/1.572462

Cervantes-Juárez, E., Meza-Rocha, A. N., Romero-Romo, W., Caldiño, U., Falcony, C., Álvarez, E., Palomino-Ovando, M., & Lozada-Morales, R. (2019). Up and down-shifting emission properties of novel Er3+-doped CdO-V2O5-P2O5 glass system. *Ceramics International*, *45*(2), 1609-1615. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.036

Chain, E. E. (1991). Optical properties of vanadium dioxide and vanadium pentoxide thin films. *Applied optics*, *30*(19), 2782-2787. https://doi.org/10.1364/AO.30.002782

Chen, D., Li, J., & Wu, Q. (2019). Review of V2O5-based nanomaterials as electrode for supercapacitor. *Journal of Nanoparticle Research*, *21*(9). https://doi.org/10.1007/s11051-019-4645-8

Cuscó, R., Ibáñez, J., Domenech-Amador, N., Artús, L., Zúñiga-Pérez, J., & Muñoz-Sanjosé, V. (2010). Raman scattering of cadmium oxide epilayers grown by metal-organic vapor phase epitaxy. *Journal of Applied Physics*, *107*(6).

Das, S., Madheshiya, A., Ghosh, M., Dey, K. K., Gautam, S. S., Singh, J., Mishra, R., & Gautam, C. (2019). Structural, optical, and nuclear magnetic resonance studies of V2O5-doped lead calcium titanate borosilicate glasses. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, *126*, 17-26. https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2018.10.030

Dhananjaya, M., Prakash, N. G., Sandhya, G. L., Narayana, A. L., & Hussain, O. (2017). Microstructure and supercapacitor properties of V 2 O 5 thin film prepared by thermal evaporation method. *Mech Mater Sci Eng*, *11*, 140-146.

Ditte, A. (1885). Recherches sur le vanadium, propriétés de l'acide vanadique. *CR Acad Sci Paris*, *101*, 698-702.

KAYNAKLAR DİZİNİ

Durmuş, Ç., & Akan, T. (2023). Vanadium pentoxide thin films deposited by the Thermionic Vacuum Arc Plasma. *Thin Solid Films*, *770*, 139764. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2023.139764

Elbatal, F. H., Elbatal, H. A., & Hammad, A. H. (2018). The role of V2O5 on the Structural and Optical Properties of MgO-ZnO-CdO-P2O5 Glasses and the Impact of Gamma Irradiation. *Silicon*, *10*(3), 831-840. https://doi.org/10.1007/s12633-016-9537-2

Ferro, R., & RodríGuez, J. A. (2000). Influence of F-doping on the transmittance and electron affinity of CdO thin films suitable for solar cells technology. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, *64*(4), 363-370. https://doi.org/10.1016/s0927-0248(00)00228-2

Gao, X., & Guo, Z. (2017). Biomimetic superhydrophobic surfaces with transition metals and their oxides: a review. *Journal of Bionic Engineering*, *14*(3), 401-439. https://doi.org/10.1016/S1672-6529(16)60408-0

Garbarczyk, J. E., Machowski, P., Wasiucionek, M., Tykarski, L., Bacewicz, R., & Aleksiejuk, A. (2000). Studies of silver-vanadate-phosphate glasses by Raman, EPR and impedance spectroscopy methods. *Solid State Ionics*, *136*, 1077-1083. https://doi.org/Doi 10.1016/S0167-2738(00)00504-X

Han, J., & Gao, W. (2009). Surface wettability of nanostructured zinc oxide films. *Journal of Electronic Materials*, *38*(4), 601-608. https://doi.org/10.1007/s11664-008-0615-0

Hivrekar, M. M., Sable, D. B., Solunke, M. B., & Jadhav, K. M. (2017). Network structure analysis of modifier CdO doped sodium borate glass using FTIR and Raman spectroscopy. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *474*, 58-65. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2017.08.028

Hussin, R., Salim, M. A., Alias, N. S., Abdullah, M. S., Abdullah, S., Fuzi, S. A. A., Hamdan, S., & Yusuf, M. N. M. (2009). Vibrational studies of calcium magnesium ultraphosphate glasses. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, *5*(1).

Hübert, T., Mosel, G., & Witke, K. (2001). Structural Elements in Borovanadate Glasses. *Glass Physics and Chemistry*, *27*(2), 114-120. https://doi.org/10.1023/a:1011376225695

Hwang, H., Oh, S., Kim, H., Cho, W., Cho, B., & Lee, D. (2004). Characterization of Ag-doped vanadium oxide (AgxV2O5) thin film for cathode of thin film battery. *Electrochimica Acta*, *50*(2-3), 485-489.

KAYNAKLAR DİZİNİ

Hwang, K. S., Kang, B. A., Kim, S. D., Hwangbo, S., & Kim, J. T. (2012). Amorphous vanadium pentoxide thin films prepared by electrostatic spraying-pyrolysis deposition. *Ceramics International*, *38*, S645-S647. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.05.117

Iida, Y., Kaneko, Y., & Kanno, Y. (2008). Fabrication of pulsed-laser deposited V2O5 thin films for electrochromic devices. *Journal of Materials Processing Technology*, *197*(1-3), 261-267. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.06.032

Ilik, E., Durmus, C., Kilic, G., Gokhan Issever, U., & Akan, T. (2021). Deposition of cadmium (II) oxide-reinforced VP glassy thin films by thermionic vacuum arc (TVA) and structural characterization. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, *32*(12), 16311-16323. https://doi.org/10.1007/s10854-021-06179-9

Ilik, E., Kilic, G., & Issever, U. G. (2020). Synthesis of novel AgO-doped vanadium–borophosphate semiconducting glasses and investigation of their optical, structural, and thermal properties. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, *31*(11), 8986-8995. https://doi.org/10.1007/s10854-020-03432-5

İnceçam, S., Saraç, A., Erdil, E., Çağırtekin, A., & Selim, A. (2021). Effect of Post-Annealing Treatment on the Structural, Optical, and Electrical Properties of V2O5 Thin Films. *Gazi University Journal of Science Part A: Engineering and Innovation*, *8*(2), 299-307.

Irani, R., Rozati, S. M., & Beke, S. (2013). Structural and optical properties of nanostructural V2O5 thin films deposited by spray pyrolysis technique: Effect of the substrate temperature. *Materials Chemistry and Physics*, *139*(2-3), 489-493. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.01.046

Jiang, M., Bao, S., Cao, X., Li, Y., Li, S., Zhou, H., Luo, H., & Jin, P. (2014). Improved luminous transmittance and diminished yellow color in VO2 energy efficient smart thin films by Zn doping. *Ceramics International*, *40*(4), 6331-6334.

Jin, A., Chen, W., Zhu, Q., Yang, Y., Volkov, V., & Zakharova, G. (2009). Structural and electrochromic properties of molybdenum doped vanadium pentoxide thin films by sol–gel and hydrothermal synthesis. *Thin Solid Films*, *517*(6), 2023-2028.

Jin, A., Chen, W., Zhu, Q., Yang, Y., Volkov, V. L., & Zakharova, G. S. (2008). Electrical and electrochemical characterization of poly (ethylene oxide)/V2O5 xerogel electrochromic films. *Solid State Ionics*, *179*(21-26), 1256-1262. https://doi.org/10.1016/j.ssi.2008.01.019

Julien, C., Guesdon, J., Gorenstein, A., Khelfa, A., & Ivanov, I. (1995). The growth of V2O5 flash-evaporated films. *Journal of materials science letters*, *14*, 934-936. https://doi.org/10.1007/BF02427469

KAYNAKLAR DİZİNİ

Julien, C., Ivanov, I., & Gorenstein, A. (1995). Vibrational modifications on lithium intercalation in V2O5 films. *Materials Science and Engineering: B*, *33*(2-3), 168-172. https://doi.org/10.1016/0921-5107(95)80032-8

Kang, M. I., Kim, I. K., Oh, E. J., Kim, S. W., Ryu, J. W., & Park, H. Y. (2012). Dependence of optical properties of vanadium oxide films on crystallization and temperature. *Thin Solid Films*, *520*(6), 2368-2371. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2011.11.028

Ketelaar, J. (1936). Crystal structure and shape of colloidal particles of vanadium pentoxide. *Nature*, *137*(3460), 316-316.

Kilic, G., Ilik, E., Issever, U. G., & Peker, M. (2020). The effect of B2O3/CdO substitution on structural, thermal, and optical properties of new black PVB/Cd semiconducting oxide glasses. *Applied Physics A*, *126*(7). https://doi.org/10.1007/s00339-020-03689-x

Kilic, G., Ilik, E., Mahmoud, K. A., El-Agawany, F. I., Alomairy, S., & Rammah, Y. S. (2021). The role of B2O3 on the structural, thermal, and radiation protection efficacy of vanadium phosphate glasses. *Applied Physics A*, *127*(4). https://doi.org/10.1007/s00339-021-04409-9

Kim, T., Shin, J., You, T.-S., Lee, H., & Kim, J. (2015). Thermally Controlled V2O5 Nanoparticles as Cathode Materials for Lithium-Ion Batteries with Enhanced Rate Capability. *Electrochimica Acta*, *164*, 227-234. https://doi.org/10.1016/j.electacta.2015.02.208

Kirkpatrick, R. J., & Brow, R. K. (1995). Nuclear magnetic resonance investigation of the structures of phosphate and phosphate-containing glasses: a review. *Solid state nuclear magnetic resonance*, *5*(1), 9-21. https://doi.org/10.1016/0926-2040(95)00042-o

Kışla, D., Akan, T., Gökmen, G. G., & Durmuş, Ç. (2024). Novel antibacterial nanoscale glass surfaces coated with vanadium pentoxide/phosphorus pentoxide (V2O5-P2O5) thin film by the thermionic vacuum arc plasma. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *625*, 122737. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2023.122737

Kumar, A., & Sahay, P. P. (2020). Influence of Ti doping on the microstructural and electrochromic properties of dip-coated nanocrystalline V2O5 thin films. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, *95*(1), 34-51. https://doi.org/10.1007/s10971-020-05298-9

Kumar, R. R., Karunagaran, B., Venkatachalam, S., Mangalaraj, D., Narayandass, S. K., & Kesavamoorthy, R. (2003). Influence of deposition temperature on the growth of vacuum evaporated V2O5 thin films. *Materials Letters*, *57*(24-25), 3820-3825.

KAYNAKLAR DİZİNİ

Lakshmi Prasanna, V., & Vijayaraghavan, R. (2015). Insight into the mechanism of antibacterial activity of ZnO: surface defects mediated reactive oxygen species even in the dark. *Langmuir*, *31*(33), 9155-9162.

Lee, S.-H., Cheong, H. M., Je Seong, M., Liu, P., Tracy, C. E., Mascarenhas, A., Pitts, J. R., & Deb, S. K. (2002). Microstructure study of amorphous vanadium oxide thin films using raman spectroscopy. *Journal of Applied Physics*, *92*(4), 1893-1897. https://doi.org/10.1063/1.1495074

Li, Y., Yao, J., Uchaker, E., Zhang, M., Tian, J., Liu, X., & Cao, G. (2013). Sn-Doped V2O5 Film with Enhanced Lithium-Ion Storage Performance. *The Journal of Physical Chemistry C*, *117*(45), 23507-23514. https://doi.org/10.1021/jp406927m

Liu, H., Chin, T., & Yung, S. (1997). FTIR and XPS studies of low-melting PbO-ZnO-P2O2 glasses. *Materials Chemistry and Physics*, *50*(1), 1-10.

Liu, X., Huang, C., Qiu, J., & Wang, Y. (2006). The effect of thermal annealing and laser irradiation on the microstructure of vanadium oxide nanotubes. *Applied Surface Science*, *253*(5), 2747-2751. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2006.05.041

Majjane, A., Chahine, A., Et-Tabirou, M., Echchahed, B., Do, T.-O., & Breen, P. M. (2014). X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and FTIR studies of vanadium barium phosphate glasses. *Materials Chemistry and Physics*, *143*(2), 779-787. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.10.013

Malhotra, N., Kaur, N., Ghosh, A., Mehta, M., & Kodan, N. (2023). Enhanced Photoelectrochemical Response of the ZnO/V₂O₅ Heterojunction Via Improved Visible-Light Absorption and Charge Carrier Separation. *ACS Applied Energy Materials*. https://doi.org/10.1021/acsaem.3c00359

Mane, A., Ganbavle, V., Gaikwad, M., Nikam, S., Rajpure, K., & Moholkar, A. (2015). Physicochemical properties of sprayed V2O5 thin films: effect of substrate temperature. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, *115*, 57-65.

Matlaga, B. F., Yasenchak, L. P., & Salthouse, T. N. (1976). Tissue response to implanted polymers: the significance of sample shape. *Journal of biomedical materials research*, *10*(3), 391-397. https://doi.org/10.1002/jbm.820100308

Mauger, A., & Julien, C. M. (2018). V2O5 thin films for energy storage and conversion. *AIMS Materials Science*, *5*(3), 349-401.

Mekki, A., Khattak, G. D., Holland, D., Chinkhota, M., & Wenger, L. E. (2003). Structure and magnetic properties of vanadium–sodium silicate glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *318*(1-2), 193-201. https://doi.org/10.1016/s0022-3093(02)01883-5

KAYNAKLAR DİZİNİ

Miyata, T., Suzuki, S., Ishii, M., & Minami, T. (2002). New transparent conducting thin films using multicomponent oxides composed of ZnO and V2O5 prepared by magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, *411*(1), 76-81. https://doi.org/10.1016/S0040-6090(02)00191-8

Musa, G., Betiu, N., Mustata, I., Baltog, A., & Popescu, A. (1983). Low Voltage Arc Welding in Vacuum. *Rev. Roum. Phys*, *28*(10), 907-908.

Nagaraju, P., Vijayakumar, Y., M, & Deshpande, U. P. (2019). Effect of vanadium pentoxide concentration in ZnO/V_2O_5 nanostructured composite thin films for toluene detection. *Rsc Advances*, *9*(29), 16515-16524. https://doi.org/10.1039/c9ra02356a

Najdoski, M., Koleva, V., & Samet, A. (2014). Effect of Deposition Conditions on the Electrochromic Properties of Nanostructured Thin Films of Ammonium Intercalated Vanadium Pentoxide Xerogel. *The Journal of Physical Chemistry C*, *118*(18), 9636-9646. https://doi.org/10.1021/jp4127122

NIST. (2021). *Atomic Spectra Database*. Retrieved 09.09.2021 from https://physics.nist.gov/PhysRefData/ASD/lines_form.html

Park, S.-H., Ryu, J.-Y., Choi, H.-H., & Kwon, T.-H. (1998). Zinc oxide thin film doped with Al2O3, TiO2 and V2O5 as sensitive sensor for trimethylamine gas. *Sensors and Actuators B: Chemical*, *46*(2), 75-79.

Pepe, Y., Tutel, Y., Yildiz, E. A., Karatay, A., Unalan, H. E., & Elmali, A. (2021). Thermally Induced Phase Transition and Defect-Assisted Nonlinear Absorption and Optical Limiting in Nanorod Morphology V2O5 Thin Films. *Advanced Engineering Materials*, *23*(10), 2100468. https://doi.org/10.1002/adem.202100468

Quinzeni, I., Ferrari, S., Quartarone, E., & Mustarelli, P. (2011). Structural, morphological and electrochemical properties of nanocrystalline V2O5 thin films deposited by means of radiofrequency magnetron sputtering. *Journal of Power Sources*, *196*(23), 10228-10233. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2011.08.073

Rai, S. K., Rai, R., Bairy, R., Murari, M., Jayarama, A., & Pinto, R. (2021). Role of Zn in tuning the structural, morphological and optical properties of V2O5 nanostructures deposited by spray pyrolysis. *Materials Today: Proceedings*, *35*, 469-473. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.028

Ramana, C., Hussain, O., Naidu, B. S., Julien, C., & Balkanski, M. (1998). Physical investigations on electron-beam evaporated vanadium pentoxide films. *Materials Science and Engineering: B*, *52*(1), 32-39. https://doi.org/10.1016/S0921-5107(97)00273-0

KAYNAKLAR DİZİNİ

Ramana, C. V., Hussain, O. M., & Naidu, B. S. (1997). Growth and structure of electron beam evaporated V2O5 thin films. *Materials Chemistry and Physics*, *50*(3), 195-199. https://doi.org/10.1016/s0254-0584(97)01914-7

Rasleanu, D., Ciupina, V., Prodan, G., Lungu, C. P., Jepu, I., & Eugeniu, V. (2013). Obtaining and stuying of thermionic vacuum arc deposited Cu and Co nanostructured multilayers on ceramic substrate. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, *15*(1-2), 46-49.

Saad, M., Stambouli, W., Sdiri, N., & Elhouichet, H. (2017). Effect of mixed sodium and vanadium on the electric and dielectric properties of zinc phosphate glass. *Materials Research Bulletin*, *89*, 224-231. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2017.01.043

Safonov, V., & Tsygankov, V. (1996). Electrical properties of glasses in the systems BaO (Bi2O3,CdO,PbO)-TeO2-WO3 and CdO-PbO-TeO2. *Inorganic materials*, *32*(9), 984-987.

Salehizadeh, S. A., Melo, B. M. G., Freire, F. N. A., Valente, M. A., & Graça, M. P. F. (2016). Structural and electrical properties of TeO2–V2O5–K2O glassy systems. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *443*, 65-74. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2016.03.012

Santos, R., Loureiro, J., Nogueira, A., Elangovan, E., Pinto, J. V., Veiga, J. P., Busani, T., Fortunato, E., Martins, R., & Ferreira, I. (2013). Thermoelectric properties of V2O5 thin films deposited by thermal evaporation. *Applied Surface Science*, *282*, 590-594. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.06.016

Sasidharan, M., Gunawardhana, N., Yoshio, M., & Nakashima, K. (2012). V2O5 Hollow Nanospheres: A Lithium Intercalation Host with Good Rate Capability and Capacity Retention. *Journal of the Electrochemical Society*, *159*(5), A618-A621. https://doi.org/10.1149/2.082205jes

Schneider, K. (2020). Optical properties and electronic structure of V2O5, V2O3 and VO2. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, *31*(13), 10478-10488. https://doi.org/10.1007/s10854-020-03596-0

Shvets, P., Dikaya, O., Maksimova, K., & Goikhman, A. (2019). A review of Raman spectroscopy of vanadium oxides. *Journal of Raman Spectroscopy*, *50*(8), 1226-1244. https://doi.org/10.1002/jrs.5616

Sreedhar, A., Reddy, I. N., Ta, Q. T. H., Doan, T. H. P., Shim, J., & Noh, J.-S. (2020). Unveiling the impact of interfacially engineered selective V2O5 nanobelt bundles with flake-like ZnO and Co–ZnO thin films for multifunctional visible-light water splitting and toxic gas sensing. *Journal of Power Sources*, *478*, 229081. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2020.229081

KAYNAKLAR DİZİNİ

Su, Q., Lan, W., Wang, Y. Y., & Liu, X. Q. (2009). Structural characterization of β-V2O5 films prepared by DC reactive magnetron sputtering. *Applied Surface Science*, *255*(7), 4177-4179. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2008.11.002

Sun, H., Yang, Z., Pu, Y., Dou, W., Wang, C., Wang, W., Hao, X., Chen, S., Shao, Q., & Dong, M. (2019). Zinc oxide/vanadium pentoxide heterostructures with enhanced day-night antibacterial activities. *Journal of Colloid and Interface Science*, *547*, 40-49.

Sundara Selvam, P. S., Chinnadurai, G. S., Ganesan, D., & Kandan, V. (2020). Eggshell membrane-mediated V2O5/ZnO nanocomposite: synthesis, characterization, antibacterial activity, minimum inhibitory concentration, and its mechanism. *Applied Physics A*, *126*(11). https://doi.org/10.1007/s00339-020-04076-2

Suresh, R., Giribabu, K., Vijayalakshmi, L., Stephen, A., & Narayanan, V. (2012). Visible light photocatalytic property of Zn doped V2O5 nanoparticles. AIP Conference Proceedings,

Świątowska-Mrowiecka, J., Martin, F., Maurice, V., Zanna, S., Klein, L., Castle, J., & Marcus, P. (2008). The distribution of lithium intercalated in V2O5 thin films studied by XPS and ToF-SIMS. *Electrochimica Acta*, *53*(12), 4257-4266.

Tekin, H. O., Issa, S. A. M., Kavaz, E., & Altunsoy Guclu, E. E. (2019). The direct effect of Er2O3 on bismuth barium telluro borate glasses for nuclear security applications. *Materials Research Express*, *6*(11), 115212. https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab4cb5

Tyagi, A., Banerjee, S., Cherusseri, J., & Kar, K. K. (2020). Characteristics of transition metal oxides. *Handbook of Nanocomposite Supercapacitor Materials I: Characteristics*, 91-123.

Uosif, M. A. M., Mostafa, A. M. A., Issa, S. A. M., Tekin, H. O., Alrowaili, Z. A., & Kilicoglu, O. (2020). Structural, mechanical and radiation shielding properties of newly developed tungsten lithium borate glasses: An experimental study. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *532*, 119882. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2019.119882

Vedeanu, N., Cozar, O., Ardelean, I., Lendl, B., & Magdas, D. A. (2008). Raman spectroscopic study of CuO–V2O5–P2O5–CaO glass system. *Vibrational Spectroscopy*, *48*(2), 259-262. https://doi.org/10.1016/j.vibspec.2008.01.003

Vernardou, D. (2017). Using an Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition Process for the Development of V2O5 as an Electrochromic Material. *Coatings*, *7*(2), 24. https://doi.org/10.3390/coatings7020024

KAYNAKLAR DİZİNİ

Viliani, G. (1972). Kofstad P. Nonstoichiometry, Diffusion, and Electrical Conductivity in Binary Metal Oxides. *Scientia*, *66*(107), 1078.

Vladoiu, R., Musa, G., & Mustata, I. (2003). Thermoionic vacuum arc- a new method of thin film deposition. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, *5*(1), 325-330.

Vladoiu, R., Tichy, M., Mandes, A., Dinca, V., & Kudrna, P. (2020). Thermionic Vacuum Arc-A Versatile Technology for Thin Film Deposition and Its Applications. *Coatings*, *10*(3), Article 211. https://doi.org/10.3390/coatings10030211

Wachs, I. E., Jehng, J.-M., & Hardcastle, F. D. (1989). The interaction of V2O5 and Nb2O5 with oxide surfaces. *Solid State Ionics*, *32*, 904-910. https://doi.org/10.1016/0167-2738(89)90374-3

Wang, M., Cheng, J., Li, M., & He, F. (2011). Raman spectra of soda–lime–silicate glass doped with rare earth. *Physica B: Condensed Matter*, *406*(20), 3865-3869. https://doi.org/10.1016/j.physb.2011.07.014

Wang, Y. W., Liang, C. H., Wang, G. Z., Gao, T., Wang, S. X., Fan, J. C., & Zhang, L. D. (2001). Preparation and characterization of ordered semiconductor CdO nanowire arrays. *Journal of materials science letters*, *20*(18), 1687-1689. https://doi.org/10.1023/a:1012477520377

Wu, S., Ding, Y., Hu, L., Zhang, X., Huang, Y., & Chen, S. (2020). Amorphous V2O5 as high performance cathode for aqueous zinc ion battery. *Materials Letters*, *277*, 128268. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128268

Yadav, A. K., & Singh, P. (2015). A review of the structures of oxide glasses by Raman spectroscopy. *Rsc Advances*, *5*(83), 67583-67609. https://doi.org/10.1039/c5ra13043c

Yamaki, J.-I., Tobishima, S.-I., Sakurai, Y., Saito, K.-I., & Hayashi, K. (1998). Safety evaluation of rechargeable cells with lithium metal anodes and amorphous V2O5 cathodes. *Journal of Applied Electrochemistry*, *28*(2), 135-140.

Yang, X., Fu, H., An, X., Jiang, X., & Yu, A. (2016). Synthesis of V 2 O 5@ TiO 2 core–shell hybrid composites for sunlight degradation of methylene blue. *Rsc Advances*, *6*(41), 34103-34109.

Yelsani, V., Pothukanuri, N., Sontu, U. B., Yaragani, V., & Musku Venkata, R. R. (2019). Effect of Annealing Temperature on Structural, Morphological, Optical and Electrical Properties of Spray Deposited V2O5 Thin Films. *Materials Science*, *25*(1). https://doi.org/10.5755/j01.ms.25.1.18492

KAYNAKLAR DİZİNİ

Yoon, Y., Kim, J., & Choi, S. (2004). Structural and electrochemical properties of vanadium oxide thin films grown by dc and rf reactive sputtering at room temperature. *Thin Solid Films*, *460*(1-2), 41-47.

Yu, H., Rui, X., Tan, H., Chen, J., Huang, X., Xu, C., Liu, W., Denis, Y., Hng, H. H., & Hoster, H. E. (2013). Cu doped V2O5 flowers as cathode material for high-performance lithium ion batteries. *Nanoscale*, *5*(11), 4937-4943.

Zhang, H., Wu, Z., Wu, X., Wei, X., & Jiang, Y. (2014). Preparation and phase transition properties of nanostructured zirconium-doped vanadium oxide films by reactive magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, *568*, 63-69. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2014.08.004

Zhou, X., Wu, G., Gao, G., Cui, C., Yang, H., Shen, J., Zhou, B., & Zhang, Z. (2012). The synthesis, characterization and electrochemical properties of Multi-Wall Carbon Nanotube-induced vanadium oxide nanosheet composite as a novel cathode material for lithium ion batteries. *Electrochimica Acta*, *74*, 32-38. https://doi.org/10.1016/j.electacta.2012.03.178

Zou, B. S., Volkov, V. V., & Wang, Z. L. (1999). Optical Properties of Amorphous ZnO, CdO, and PbO Nanoclusters in Solution. *Chemistry of Materials*, *11*(11), 3037-3043. https://doi.org/10.1021/cm9810990

Zou, C., & Gao, W. (2010). Fabrication, optoelectronic and photocatalytic properties of some composite oxide nanostructures. *Transactions on electrical and electronic materials*, *11*(1), 1-10.

Zou, C., Rao, Y., Alyamani, A., Chu, W., Chen, M., Patterson, D. A., Emanuelsson, E. A., & Gao, W. (2010). Heterogeneous lollipop-like V2O5/ZnO array: a promising composite nanostructure for visible light photocatalysis. *Langmuir*, *26*(14), 11615-11620.