

## Saf Titanyum İmplantın Asit ve Alkali İşlemler ile Yüzey Modifikasyonu

Egemen Ünal, Melih Özçatal, Şükrü Taktak, Atilla Evcin, Yusuf Kayalı

*Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar*  
*Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar*  
*\*taktak@aku.edu.tr*

Geliş Tarihi:14.08.2015; Kabul Tarihi:06.10.2015

### Özet

#### Anahtar kelimeler

“Saf titanyum”;  
“İmplant”; “Kimyasal  
modifikasyon”; “Sıvı  
temas açısı”

Mevcut çalışmada, ticari saf titanyum numuneler biyouyumluluk açısından önem arz eden yüzey pürüzlülüğünün sıvı temas açısı üzerine etkisini incelemek için değişik asit ve alkali çözeltilerine maruz bırakılmıştır. Bu amaçla, titanyum yüzeyi 6 farklı asit ve alkali çözeltileri ile uzun süreli dağlanmış. Yüzeyler mekanik profilometre, sıvı temas açısı ölçüm cihazı ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Çalışma sonucunda, titanyum implant yüzeyindeki pürüzlülük değerinin artışı ile sıvı temas açısının arttığı görülmüştür. Orijinal numune ile mukayese edildiğinde, 1K, 2K ve 3K kodlu numunelerde yüzey pürüzlülüğü ve sıvı temas açısı düşmüş, 4K, 5K ve 6K kodlu numunelerde ise artma eğilimi göstermiştir. Bu durum ilk 3 kimyasal işlemin titanyum yüzeyinde hidrofilik bir özellik oluşturduğunun göstergesidir.

## Surface Modification of Pure Titanium Implant Using Acid and Alkali Treatments

### Abstract

#### Keywords

“Pure  
titanium”; “Implant”; “Chemical  
modification”; “Liquid contact  
angle”

In the present study, commercial pure titanium (Cp-Ti) samples were subjected to various acid and alkali solutions to study the role of surface roughness, which is important in terms of biocompatibility, on liquid contact angle of implant surfaces. For this purpose, the surfaces of titanium samples were etched by mixtures of acid and alkali for long duration. The surfaces of treated samples were characterized using mechanical profilometer, optical tensiometer for measurement liquid contact angle and scanning electron microscopy. In the results, it was observed that the contact angle of titanium implant increased with the increase in the surface roughness values on titanium surfaces. The surface roughness and liquid contact angle values of the samples with 1K, 2K and 3K codes decreased, whereas they increased for the samples with 4K, 5K and 6K codes when compared to the original titanium. This case indicated that the first three chemical treatments created hydrophilic property on titanium surfaces.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Çalışmanın Vücut içinde kullanılacak implant malzemeleri, vücudun doğal bir elemanının yerini alacağı için biyolojik olarak vücutla uyumlu (biyouyumlu) olmalıdır. Biyomedikal uygulamalarda en önemli konu implantların biyouyumluluklarının yüksek olması, vücut içerisinde (in vivo) mükemmel bir korozyon direncine sahip olması ve kemikle hızlı bir şekilde bütünleşerek (osseointegrasyon)

herhangi bir katkı maddesi kullanmaksızın (kalsiyum fosfat kristalleri, hücreler, proteinler ve kollajen gibi kemik bileşenlerinin oksitle bağlanması sayesinde) kalıcı bir bağlanma sağlanabilmesidir (Havıtcioğlu, 2011; Kulkarni et. al. 2015). İmplantın başarısını kemik-implant arasındaki osteointegrasyonun ne kadar iyi olduğu belirlemektedir. Bu bağın iyi olması implantın hasta vücudunda kalma süresini etkilemekte bu yüzden implant hücre uyumunun iyi olması gerekmektedir.

İmplant malzemesinin yüzey özellikleri bu uyumun nasıl olacağını belirlemektedir. Yüzeyin fiziksel yapısı doku ile implant arasındaki osteointegrasyonun nasıl olacağını göstermekte ve işlenmiş yüzeylerin, işlenmemiş olanlara göre osteoblast (kemik yapıcı hücre)aktiviteleri artmaktadır (Esposito et al. 1999).

Günümüzde implant malzemeleri konusunda oldukça geniş araştırmalar sürmektedir. Bu çalışmalar implant malzemelerini biyo-uyumluluğu ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesine yönelik çalışmalardır. Bu araştırmalarda esas olarak kemiğin bir implanta gösterdiği reaksiyon üzerinde durulmaktadır (Geetha et al. 2009; Gil et al. 2002; Shah et al. 1999; Nithyanandam et al. 2014). Eğer bir protez iskelet sisteminin bir parçası olacaksa öncelikle var olan kemiklerle bir arada bulunacaktır. Bunun olması için doğrudan biyomalzeme-kemik temasının bulunması gereklidir. Gelişme sağlamanın anahtarı böyle bir temas durumunda arada yumuşak dokuların bulunması yada bulunmaması durumunda kararlı bir sistem sağlamaktan geçmektedir

Kristal yapıları ve çok güçlü metalik bağlar nedeniyle üstün mekanik özellikler taşıyan metal ve alaşımlarının biyomalzeme alanındaki payı çok büyüktür. Bir yandan ortopedik uygulamalarda eklem protezi ve kemik yenileme malzemesi olarak kullanılırken, öte yandan çene cerrahisinde, diş implantlarında, kalp damar cerrahisinde de kullanılmaktadırlar. Bu açıdan, biyomalzemenin dayanım mukavemeti, yorulması, yüzey korozyonu, dokulara karşı alerjik reaksiyon özellikleri ve biyolojik uyumluluğuüstünde en fazla durulan konulardır (John and Young 2000; Moruna et al. 2013). Titanyum ve alaşımları, biyolojik dokuya uyumluluk ve mekanik özelliklerinden dolayı sert doku onarımında ve/veya estetiğinin yenilenmesinde uzun yıllardır kullanılmaktadır. İlk bulguların yayınlandığı 1969 yılından beri titanyumun implant uygulamaları devam etmekte ve sadece titanyum implantın şekli ve yüzey özelliklerinin değiştirilmesi yönünde çalışmalar yapılmaktadır (Juodzbaly et al. 2003; Bauer et al. 2014; Qi et al. 2014). Biyomedikal uygulamalarda diğer metallere göre titanyum ve alaşımlarının

tercih edilmesinin temel nedenleri, bu malzemelerin yüzeyde oluşan pasif oksit(TiO<sub>2</sub>) tabakasından dolayı biyoyumluluklarının yüksek olması, vücut içerisinde (in vivo) mükemmel bir korozyon direncine sahip olması nedeniyle kemikle hızlı bir şekilde bütünleşerek (osseointegrasyon) kalıcı bir bağlanma sağlayabilmesi ve kemiğin elastik modülüne yakın yaklaşık 110 GPa değerinde düşük bir elastik modüle sahip olmasıdır (Geetha et al. 2009; Grigorescu et al. 2014; Hanawa et al. 1999; Niinomi, 2003; Pilliar, 2003).

Biyolojik ortamlarda kullanılan titanyum impantlarının başarısı büyük oranda yüzey özelliklerine bağlıdır. Vücuda yerleştirilen bir malzeme, vücut sıvıları ve diğer organlar ile çeşitli etkileşimlere maruz kalmaktadır. Vücuda yerleştirilen implant sonrasında hem implant hem de vücut etkileşmektedir. Titanyum implantların yüzey özelliklerinin değiştirilmesi ve geliştirilmesi gereksinimi bu nedenle ortaya çıkmaktadır. Titanyum implantın işlevselliğini artırmaya yönelik yüzey işlemleri; fiziksel (sol-gel, plazma işlemleri, termal ve plazma sprey, termal oksidasyon), mekanik (taşlama, parlatma ve kumlama), kimyasal (asit ve alkali ile dağlama, sıcak asidik ortamlarda pasifleştirme) ve elektrokimyasal (elektrolitik parlatma, anodik oksidasyon, mikro ark oksidasyon) olarak sınıflandırılmaktadır (García-Alonso et al. 2003; Komotori et al. 2001; Dearnley, 2005; Gülerüz and Cimenoglu 2004; Ross and Webster 2013). Titanyum implantlarında yüzeyin pürüzlülüğünü ve osseointegrasyonu artırmak için değişik asit ve alkali kullanılarak yüzey modifikasyonu uzun yıllardır yapılmaktadır. Asitle yüzey işleme, yüzeyi temizle, homojen hale getirme ve yüzeyden oksitleri kaldırma amaçlı olarak uygulanmaktadır. Saf suyun içinde %10-30 HNO<sub>3</sub> ve %1-3 HF asit karışımı en çok kullanılan çözeltilerden biridir. HF asit yüzeydeki TiO<sub>2</sub> tabakasını bozarak titanyum florür ve hidrojen oluşturmaktadır (Liu et al. 2004). Titanyum yüzeyinin hidrojen peroksitle (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) reaksiyonu sonucu amorf titanyum oksit jel olduğu, 600°C altındaki sıcaklıklarda ısıl işleme kristalin anataz fazına 600°C üzerindeki sıcaklıklarda ısıl işleme de rutil titanyum oksitlere

dönüştüğü ifade edilmiştir. Aynı zamanda, anataz fazının biyoyumluluğunun rutilden daha iyi olduğu da rapor edilmiştir (Wälivaara et al. 1994; Pan et al. 1996). Klokkeveid ve ark. (1997) tavşan femurlarına yerleştirdikleri parlatılmışTi ve HCl/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile asitlenerek pürüzlendirilmiş (Osteotite) 3.25x4 mm'lik implantları iki aylık iyileşme dönemi sonunda tork testine tabi tutarak Osteotite implantlarda 20,5 Ncm, parlatılmışTi implantlarda 4,95 Ncm değerlerini bulmuşlar ve pürüzlü yüzeylerin kemiğe bağlanmayı artırdığını belirlemişlerdir. Nishiguchi ve ark., (2003) Ti implantı 5 mol/L NaOH sulu çözeltisinde 60°C'de 24 saat beklettikten sonra 600°C'de 1 saat ısıtma işlemine tabi tutmuşlardır. Bu yüzeyi alkali ile işlenmiş titanyumu işlem görmeyen titanyumla mukayese ettiklerinde kuvvetli kemik bağı gözlemlemişlerdir. Bu çalışmanın amacı, değişik asit ve alkali çözeltilerine maruz bırakılmış titanyum yüzeyinin biyoyumluluk açısından önem arz eden pürüzlülük ve sıvı temas açısı gibi özelliklerini incelemektir.

## 2. Materyal ve Metod

Deneysel çalışmalarda Grade-2 saf titanyum kullanılmıştır. Saf titanyum çubuk kaba kesme cihazı ile 16 mm çap ve 5 mm kalınlığında kesilmiştir. Kesilen her bir numune sırası ile 120-1000 gritlik zımparalama kâğıtları ile zımparalama işlemine tabi tutulmuştur. Numunelere alkali ve asitlerle 6 farklı kimyasal dağlama işlemi uygulanmıştır. Uygulanan kimyasal dağlama işlemleri Tablo 1'de özetlenmiştir.

Tablo 1. Kimyasal dağlama kodlaması ve yapılan işlemler

Kodlama	Açıklama
1K	1M çözelti (NaOH ve saf su) içerisinde 24 saat bekletme
2K	1M çözelti (NaOH ve saf su) içerisinde 24 saat bekletme ve sonrasında 600°C'de 1 saat ısıtma işlemine tabi tutma
3K	25 mL HCl* ve 25 mL H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ** asit çözeltisi içerisinde 24 saat bekletme
4K	25 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> *** ve 25 mL HCl asit çözeltisi içerisinde 24 saat bekletme
5K	25 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> asidi içerisinde 12 saat daha sonra 25 mL HCl asidi içerisinde 12 saat bekletme
6K	25 mL HCl ve 25 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> asit çözeltisi içerisinde 30 dakika bekletme sonrasında 0,2 M (NaOH ve saf su) çözeltide 140°C'de 5 saat bekletme

Asit derişimleri: HCl\*: %37, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>\*\* : %80, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>\*\*\*: %95-98

Kimyasal dağlama işlemi sonrası numunelerin yüzey morfolojileri taramalı elektron mikroskobu yardımıyla incelenmiştir. Yüzeylerin pürüzlülüğü mekanik profilometre ile Ra ve Rz verileri cinsinden ölçülmüştür. Ölçümlerde en az 10 değer alınmış ve bu verilerin ortalaması nihai veri olarak verilmiştir. Yüzeylerdeki ıslatma açısı değişimi ise sıvı temas açısı ölçüm cihazı (KSV Attension ThetaLite TL 101 Optical Tensiometer) ile Damla Yayınlı (Sessile Drop) yöntemi kullanılarak her bir numuneden 3 değer alınarak belirlenmiştir. ıslatma açılarının ölçümünde sıvı olarak Yapay Vücut Sıvısı (YVS, Simulated Body Fluid, SBF) kullanılmış ve ölçümler oda sıcaklığında (25 ±2°C) gerçekleştirilmiştir. Cihazın çalışma prensibi; yüzey gerilimi (veya enerjisi) belli olan sıvının Hamilton mikro şırınga vasıtasıyla katı yüzeyine damlatılması ve bu damlanın katı yüzeyinde oluşturduğu temas açısının optik kamera ile hassas şekilde görüntüsünün alınması ve akabinde bu görüntü üzerinde dijital goniometre yardımıyla temas açısının ölçülmesine dayanır. Sıvı yüzeye damlatılır damlatılmaz kısa süre içerisinde (milisaniye gibi zaman dilimlerinde) 10 farklı görüntüsü alınıp kaydedilir. Sonra her bir görüntüdeki su damlasının yüzeyle yaptığı temas açısı belirlenir ki bu açı sıvı damlasının her iki yönde yaptığı açının ortalamasıdır. Sonrasında diğer her bir görüntü üzerinde benzer şekilde temas açıları ölçülür ve tüm bu ölçümlerin aritmetik ortalaması alınır. Bu şekilde Tablet yüzeyinde farklı 3 noktadaki temas açısı belirlenerek yeniden bunların aritmetik ortalaması alınarak o tablet numunesinin nihai anlamda sıvı ile temas açısı belirlenmiş olur. Kullanılan yapay vücut sıvısı literatürde önerilen kimyasalların, 750 mL saf su içerisinde karıştırılarak çözünmesiyle elde edilmiş, daha sonra 1M HCl ilavesiyle çözelti pH değeri 7,4'e ayarlanmıştır. Yapay vücut sıvısı hazırlamada kullanılan kimyasallar ve miktarları Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Yapay vücut sıvısı hazırlamada kullanılan kimyasallar ve miktarları (Kokubo et al. 1990)

Kimyasal (YVS)	Miktarı, gr
NaCl	7,996
NaHCO <sub>3</sub>	0,35
KCl	0,224
K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> .3H <sub>2</sub> O	0,228
MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0,305
CaCl <sub>2</sub>	0,278
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,071
(CH <sub>2</sub> OH) <sub>3</sub> CNH <sub>2</sub>	6,057

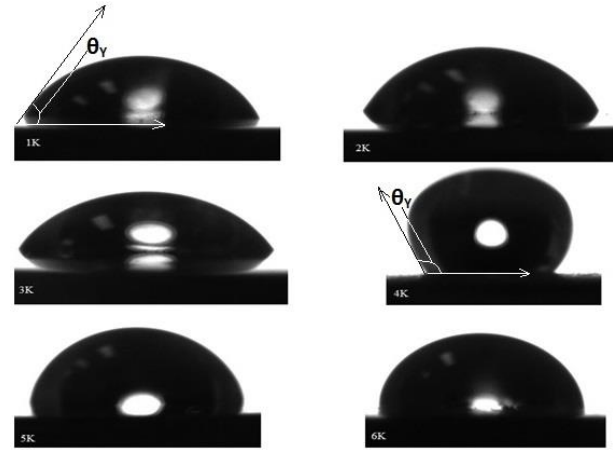
### 3. Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

Tablo 3'te kimyasal dağlama uygulanmış numunelerin yüzey pürüzlülük ve ıslatma temas açısı değerleri Şekil 1'de ise numunelerin üzerindeki sıvının ıslatma temas açısı gösterimleri verilmiştir. Ra yüzey pürüzlülük değeri, yüzey pürüzlülük profiline karşılık gelen  $\gamma$ - koordinatlarının merkez hattında ortalama aritmetik sapmasını tanımlar ve en çok yaygın kullanılan yüzey pürüzlülük verisidir. Fakat Ra profildeki çıkıntı ve boşluk kesitlerinin derinliği hakkında ilgili bilgi vermez. Rz değeri ise maksimum pürüzlülük derinliği olarak isimlendirilir ve yüzey pürüzlülük profilinin en yüksek ve en düşük noktaları arasındaki dikey mesafesinin ölçülmesini temel alır. Bu iki pürüzlülük değeri beraber değerlendirildiğinde yüzeyin pürüzlülüğü hakkında daha doğru bir değerlendirme yapılmış olur. Tablo 3'te görüldüğü gibi en yüksek pürüzlülük değeri (Ra ve Rz) 4K kodlu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve HCl asit çözeltisi içerisinde 24 saat bekletilen numunede görülmüştür. Numunelerin Ra ve Rz değerleri arasında bir oran olduğu da görülmektedir. Ra değerinin artmasıyla Rz değeri de belli oranda artmaktadır. 5K ve 6K kodlu numunelerin Ra değerleri birbirine yakın olmasına rağmen (0,423 ve 0,431), Rz değerleri arasındaki fark büyüktür (1,61 ve 2,34). Bu durum 6K kodlu numunede yüzeydeki girinti ve çıkıntıların arasındaki farkın da büyük olduğunun bir göstergesidir.

Tablo 3. Kimyasal dağlanmış numunelerin yüzey pürüzlülük ve ıslatma temas açısı değerleri

Kimyasal Dağlama	Yüzey pürüzlülüğü, Ra ( $\mu$ m)	Yüzey pürüzlülüğü, Rz ( $\mu$ m)	Islatma Temas Açısı, $\theta$ (°)
Orijinal	0,183	1,10	73,80
1K	0,172	1,41	60,80
2K	0,151	1,06	69,24
3K	0,163	1,31	62,88
4K	4,894	28,9	138,53
5K	0,423	1,61	75,54
6K	0,431	2,34	92,28

Numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile çekilmiş yüzey görünüşleri Şekil 2'de görülmektedir. Elektron mikroskobu ile alınmış yüzey görünüşleri de pürüzlülük değerleri ile uyumludur. 4K kodlu numunenin yüzeyinde derin boşlukların olduğu ve morfolojisinin dalgalı olduğu SEM mikrografında görülmektedir. 1K, 2K ve 3K numunelerinin pürüzlülükleri ve sıvı temas açıları orijinal titanyum numuneden daha düşüktür. SEM yüzey görünüşlerin de görüldüğü gibi 1K ve 2K kodlu numunelerde yüksek büyütmelede görünen lifli (kemiğimsi) bir yüzey oluşmuştur. Sıvı temas açısının düşüşünün bir nedeni de (pürüzlülüğün yanında) bu yapı olabilir.



Şekil 1. Kimyasal dağlanmış numuneler üzerindeki sıvının ıslatma temas açısı gösterimleri.

Tablo 3'ten görüldüğü gibi yüzey pürüzlülüğü arttıkça ıslatma temas açısı da artmaktadır. Temas açısının büyüklüğü sıvının katı yüzeyindeki dağılımına bağlıdır. Temas açısı aşağıda verilen 1 nolu denklemden hesaplanmaktadır. Denklem Young eşitliği olup denklemdaki  $\gamma_{SH}$  sıvının yüzey

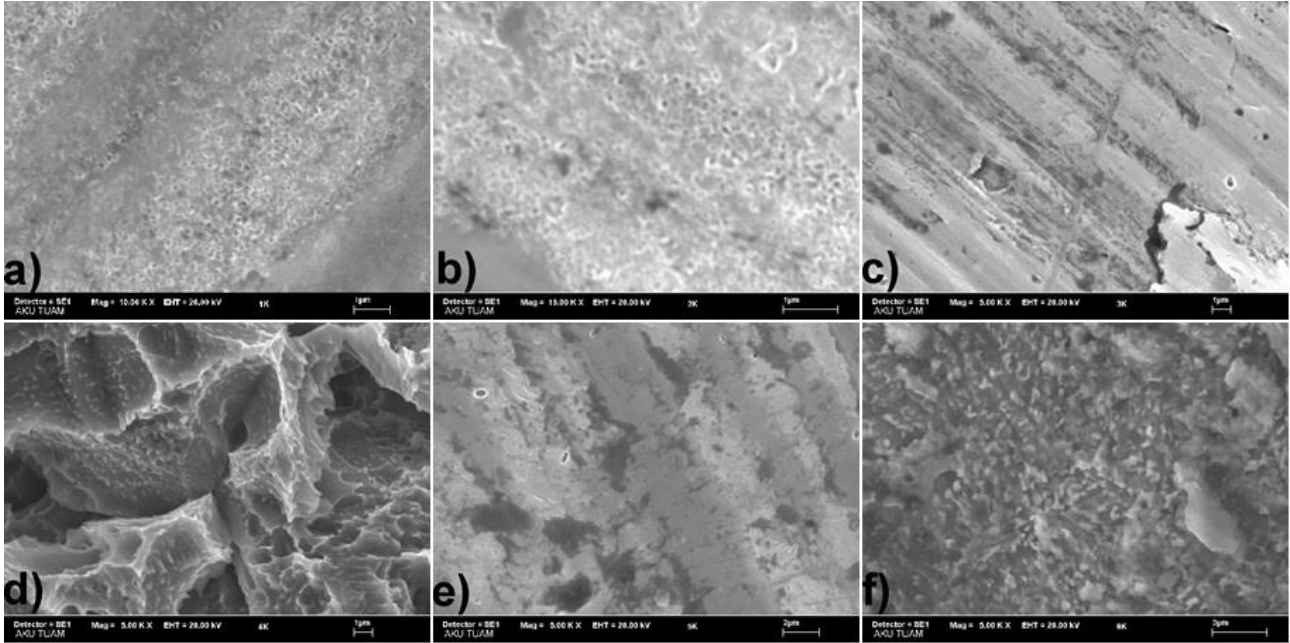
gerilimini ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ ),  $\gamma_{KS}$  katı-sıvı arayüzeyi enerjisini ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ ) ve  $\gamma_{KH}$  ise katı yüzeyinin enerjisini ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ ) ifade etmektedir. Sıvı yüzey üzerinde ne kadar dağılmadan kalırsa açı o kadar büyük olur (Şekil 1). Sıvı damlası yüzeyde yayılma eğilimi gösteriyorsa buna hidrofilik yüzey, damla küresel şekilde durma eğilimi gösteriyorsa hidrofobik yüzey olarak adlandırılır.

$$\gamma_{SH} \cos \theta_Y = \gamma_{KH} - \gamma_{KS} \quad (1)$$

1 nolu denklemdeki eşitlik ideal pürüzsüz yüzeyler için geçerlidir. Genelde ölçülen yüzeylerde ise yüzeyler pürüzlü olduğundan temas açısı farklı değerlerde çıkabilmektedir. Yüzeyler ideal olmadığında (pürüzlülük gibi etmenlerden dolayı) temas açısı histerisis etkisi (zaman bağlı etki) gösterecektir. Yani sıvı damlası yüzeye değdikten sonra yüzey üzerinde zamanla yerleşecektir. Bu

yerleşme pürüzlü yüzeylerde daha da zaman alacaktır. Bu durumda sıvı temas açısını etkileyecektir (Miwa et al. 2000). Temas açısı üzerinde pürüzlülüğün etkisini azaltmak amacıyla Wenzel (1936) tarafından 2 nolu denklemle gösterilen bir eşitlik ortaya atılmıştır. Bu denklemde  $\theta_m$  ölçülen temas açısını,  $r$  pürüzlülük oranını ( $r=1$  pürüzsüz yüzeyler için,  $r>1$  ise pürüzlü yüzeyler için) ve  $\theta_Y$  ise Young temas açısını ifade etmektedir. Wenzel denklemi sıvı damlasının pürüz içerisine yayıldığı durumlar için geçerlidir. Wenzel denklemi pürüzlü yüzeylerde temas açısının pürüzsüz yüzeylere göre daha büyük çıkacağını göstermektedir. Bu da bu çalışmada pürüzlülüğün artmasıyla neden sıvı temas açısının neden arttığını açıklamaktadır.

$$\cos \theta_m = r \cdot \cos \theta_Y \quad (2)$$



Şekil 2. Numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile çekilmiş yüzey görüntüleri; a) 1K, b) 2K, c) 3K, d) 4K, e) 5K ve f) 6K.

İmplant malzemelerde yüzeyin ıslatılabilirliği önemli bir özelliktir ve yüzey enerjisi ve yüzey pürüzlülüğü ıslatılabilirliği etkileyen önemli faktörlerdir (Dearnley, 2005). Hidrofobik yüzeylerde artan pürüzlülük yüzeyi daha fazla hidrofobik yapmakta, hidrofilik yüzeylerde ise artan pürüzlülük yüzeyi daha fazla hidrofilik yapmaktadır (Miwa et al. 2000). Titanyum implantlar üzerinde yapılan çalışmada, yüzey pürüzlülüğün hücre

adhezyonunu artırdığı ifade edilmektedir (Deligianni et al. 2001; Bagno et al. 2004). Bunun yanında, titanyum yüzeyinde oluşacak  $\text{TiO}_2$ 'in biouyumluluğunun olduğu ve hücre adhezyonunu artırdığı da belirtilmektedir (Kulkarni et al. 2015). Mevcut çalışmada, kimyasal dağlama neticesinde yüzeyde bir oksit veya hidroksit tabakasının oluşup oluşmadığı hakkında bir inceleme yapılmamıştır. Ponsonnet ve ark. (2003) ise pürüzlülüğün hücre adhezyonu ve çoğalmasında belli bir aralıkta (0,08-

1µm arasında) etkin olduğunu ve bu aralıkta üzerinde hücre çoğalmasının azaldığını ifade etmişler ve yüzey serbest enerjinin hücre çoğalmasında daha etkin olduğunu rapor etmişlerdir. Hallab ve ark. (2001) hücre adhezyonu için yüzey enerjisinin yüzey pürüzlülüğünden daha etkin olduğunu rapor etmişler ve polimerler gibi düşük yüzey enerjili yüzeylerin artan yüzey pürüzlülüğü ile hücre adhezyonunun arttığını metaller gibi yüksek yüzey enerjili yüzeylerin ise artan pürüzlülük ile hücre adhezyonunun değişmediğini belirtmişlerdir. Huang ve ark. (2004) değişik pürüzlülük değerlerine (Ra: 0,05-1,20 µm) sahip titanyum üzerinde hücre adhezyonunu incelemişler ve Ra 0,15 pürüzlülük değerinin daha pürüzsüz (Ra: 0,05 and 0,07 µm) ve daha pürüzlü (Ra: 0,33 and 1,20 µm) değerlere göre optimum sonuç verdiğini rapor etmişlerdir. Mevcut çalışmada pürüzlülüğün artmasıyla sıvı temas açısı artmakta yani yüzey hidrofobik eğilime yönelmektedir. Hücre adhezyonu bakımından sıvı temas açısı ve pürüzlülük önemli olmakla beraber, hangisinin dominant olduğunu belirlemek için yüzey üzerinde hücre adhezyonu deneyleri yapılmalıdır.

#### 4. Sonuçlar

İmplant malzemeler arasında oldukça yaygın bir şekilde kullanılan saf titanyumun (Grade-2) yüzeyi değişik asit ve alkaliler ile uzun süreli dağlanmış ve yüzeyinde morfolojik modifikasyonların gerçekleştirilmesi hedeflenmiştir. Çalışma sonucunda yüzeyi alümina çözelti ile parlatılmış orijinal numuneye göre 1K, 2K ve 3K kodlu numunelerde yüzey pürüzlülüğü ve sıvı temas açısı düşmüş, 4K, 5K ve 6K kodlu numunelerde ise artma eğilimi göstermiştir. Bu durum ilk 3 kimyasal işlemin titanyum yüzeyinde hidrofilik bir özellik oluşturduğunun göstergesidir. SEM incelemelerinde görüldüğü gibi 1K ve 2K kodlu alkali işlemler neticesinde yüzeyde çok ince lifli bir yapı meydana gelmiştir. Buda alkali işlemlerin asitli işlemlere göre implant yüzey modifikasyonu açısından daha faydalı olduğunu göstermektedir. Bunun yanında,

yüzeydeki pürüzlülük ile sıvı temas açısının artışı arasında bir doğru orantı olduğu görülmüştür.

#### Kaynaklar

- Bagno, A., Bello, C., 2004. Surface treatments and roughness properties of Ti based biomaterials. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **15**, 935-949.
- Bauer, S., Schmuki, P., von der Mark, K., Park, J., 2013. Engineering biocompatible implant surface: Part I: Materials and surfaces. *Progress in Materials Science*, **58**, 261-326.
- Dearnley, P.A., 2005. A brief review of test methodologies for surface-engineered biomedical implant alloys. *Surface and Coatings Technology*, **198** (1-3), 483-490.
- Deligianni, D.D., Katsala, N., Ladas, S., Sotiropoulou, D., Amedee, J. and Missirlis, Y.F., 2001. Effect of surface roughness of the titanium alloy Ti6Al4V on human bone marrow cell response and on protein adsorption. *Biomaterials*, **22** (11), 1241-1251.
- Esposito, M., Hirsch, J., Lekholm, U. and Thomsen, P., 1999. Differential diagnosis and treatment strategies for biologic complications and failing oral implants: a review of the literature. *International Journal of Oral & Maxillofacial Implants*, **14**, 473-490.
- García-Alonso, M.C., Saldaña, L., Vallés, G., González-Carrasco, J.L., González-Cabrero, J., Martínez, M.E., Gil-Garaye, E. and Munuera, L., 2003. In vitro corrosion behaviour and osteoblast response of thermally oxidised Ti6Al4V alloy. *Biomaterials*, **24** (1), 19-26.
- Geetha, M., Singh, A.K., Asokamani, R. and Gogia, A.K., 2009. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants-A review, *Progress in Materials Science*, **54**, 397-425.
- Gil, F.J., Padros, A., Manero, J.M., Aparicio, C., Nilsson, M. and Planell, J.A., 2002. Growth of bioactive surfaces on titanium and its alloys for orthopedic and dental implants. *Materials Science and Engineering C*, **22**, 53-60.

- Grigorescu, S., Pruna, V., Titorencu, I., Jinga, V.V., Mazare, A., Schmuki, P., Demetrescu, I., 2014. The two step nanotube formation on TiZr scaffolds for cell growth. *Bioelectrochemistry*, **98**, 39-45.
- Guleryuz, H. and Cimenoğlu, H., 2004. Effect of thermal oxidation on corrosion and corrosion-wear behaviour of a Ti-6Al-4V alloy. *Biomaterials*, **25** (16), 3325-3333.
- Hallab, N.J., Bundy, K.J., O'Connor, K., Moses, R.L. and Jacobs, J.J., 2001. Evaluation of metallic and polymeric biomaterial surface energy and surface roughness characteristics for directed cell adhesion, *Tissue Engineering*, 2001, **7**(1), 55-71.
- Hanawa, T., Asami, K., Asaoka, K., 1998. Repassivation of titanium and surface oxide film regenerated in simulated bioliquid. *Journal of Biomedical Materials Research*, **40**(4), 530-538.
- Havıtcıoğlu, H., 2011. İmplant malzemelerinin yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi. *TOTBİD Dergisi*, **10**(2), 178-183.
- Huang, H.H., Ho, C.T., Lee, T.H., Lee, T.L., Liao, K.K. and Chen, F.L., 2004. Effect of surface roughness of ground titanium on initial cell adhesion, *Biomolecular Engineering*. **21** (3-5), 93-97.
- Jonn, B.P. and Young, K.K., 2000. Metallic Biomaterials. *Biomedical Engineering Handbook*, Unit:37.
- Juodzbaly, G., Sapragnoniene, M. and Wennerrberg, A., 2003. New Acid Etched Titanium Dental Implant Surface. *Stomatologija, Baltic Dental and Maxillofacial Journal*, **5**, 101-105.
- Klokkevold, P.R., Nishimura, R.D., Adachi, M. and Caputo, A., 1997. Osseointegration enhanced by chemical etching of titanium surface: atorque removal study in the rabbit. *Clinical Oral Implants Research*, **8**(6), 442-447.
- Kokubo, T., Kushitani, H., Sakka, S., Kitsugi, T. and Yamamuro, T., 1990. Solutions able to reproduce in vivo surface-structure changes in bioactive glass-ceramic A-W. *Journal of Biomedical Materials Research*, **24**(6), 721-734.
- Komotori, J., Lee, B.J., Dong, H. and Dearnley, P.A., 2001. Corrosion response of surface engineered titanium alloys damaged by prior abrasion. *Wear*, **251** (1-12), 1239-1249.
- Kulkarni, M., Mazare, A., Schmuki, P., Iglıç, A., 2015. Biomaterial surface modification of titanium and titanium alloys for medical applications. *Nanomedicine*, **5**, 111-136.
- Larsson, C., Thomsen, P., Lausmaa, J., Rodahl, M., Kasemo, B. and Ericson, L.E., 1994. Bone response to surface modified titanium implants: studies on electropolished implants with different oxide thicknesses and morphology. *Biomaterials*, **15**, 1062-1074.
- Liu, X., Chub, P.K. and Ding, C., 2004. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, **47** (3-4), 49-121.
- Miwa, M., Nakajima, A., Fujishima, A., Hashimoto, K. and Watanabe, T., 2000. Effects of the Surface Roughness on Sliding Angles of Water Droplets on Superhydrophobic Surfaces, *Langmuir*, **16** (13), 5754-5760.
- Moruna, C., Espanol, M., Montufar, E., Mestres, G., Aparicio, C., Javier, G.F., Ginebra, M., 2013. Biomaterials Surface Science. Taubert, A., Mano, J.F., Rodriguez, Cabello, J.C. (eds.), Wiley-VCH Verlag, 337-374.
- Niinomi, M., 2003. Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods. *Science and Technology of Advanced Materials*. **4**, 445-454.
- Nishiguchi, S., Fujibayashi, S., Kim, H.M., Kokubo, T. and Nakamura, T., 2003. Biology of alkali- and heat-treated titanium implants. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, **67A**(1), 26-35.
- Nithyanandam, J., LalDas, S., Palanikumar, K., 2014. Surface Roughness Analysis in Turning of Titanium Alloy by Nanocoated Carbide Insert. *Procedia Materials Science*, **5**, 2159-2168.
- Pan, J., Thierry, D. and Leygraf, C., 1996. Hydrogen peroxide toward enhanced oxide growth on titanium in PBS solution: Blue coloration and clinical relevance. *Journal of Biomedical Materials Research*, **30** (3), 393-402.

Pilliar, R.M., 2003. Metals and Orthopaedic Implants-Past Successes, Present Limitations, Future Challenges. *Medical Device Materials, Proceedings of the Materials & Processes for Medical Device Conference*, Ed. Shrivastava S., Anaheim C.A., 8-22.

Ponsonnet, L., Reybier, K., Jaffrezic, N., Comte, V., Lagneau, C., Lissac, M. and Martelet, C., 2003. Relationship between surface properties (roughness, wettability) of titanium and titanium alloys and cell behavior. *Materials Science and Engineering C*, **23**(4), 551–560.

Qi, Y.M., Ma, B.H., Geng, Y.J., Deng, J.Y., Cui, C.X., 2014. Nanosurface modification of biomedical  $\beta$  titanium alloy for dental implant and its antibacterial property. *Advanced Materials Research*, **904**, 142-145.

Ross, A.P., Webster, T.J., 2013. Anodizing color coded anodized Ti6Al4V medical devices for increasing bone cell functions. *International Journal of Nanomedicine*, **8**, 109-117.

Shah, A.K., Sinha, R.K., Hickok, N.J. and Tuan, R.S., 1999. High-resolution morphometric analysis of human osteoblastic cell adhesion on clinically relevant orthopedic alloys. *Bone*, **24** (5), 499-506.

Wälivaara, B., Aronsson, B.O., Rodahl, M., Lausmaa, J. and Tengvall, P., 1994. Titanium with different oxides: in vitro studies of protein adsorption and contact activation. *Biomaterials*, **15** (10), 827-834.

Wenzel, R.N., 1936. Resistance of solid surfaces to wetting by water. *Industrial and engineering chemistry*, **28**(8), 988-994.