

T.C.
İstanbul
YENİ YÜZYIL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
BİYOMEDİKAL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



**BAKIR NANOPARTİKÜL KAPLAMA SONRASI Ti6Al4V ALAŞIMININ
ANTİBAKTERİYEL, BİYOUYUMLULUK VE BİYOKOROZYON
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SELEN ERKAN

Tez Danışmanı

Dr. Öğr. Üyesi Şakir ALTINSOY

İSTANBUL

Eylül 2022

T.C.
İstanbul
YENİ YÜZYIL ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimleri Enstitüsü

Kabul ve Onay

Biyomedikal Mühendisliği Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans Programı çerçevesinde yürütölmüş olan bu çalışma aşğıdaki jüri tarafından Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi: 19/09/2022

Tez Danışmanı

Dr. Öğr. Üyesi Şakir ALTINSOY

İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Şakir ALTINSOY

İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Sezen CANIM ATEŞ

İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Nuray BEKÖZ ÜLLEN

İstanbul Üniversitesi- Cerrahpaşa

Etik Beyanı

İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu, bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

19/09/2022

Selen ERKAN

Teşekkür

Tez çalışmam süresince, değerli fikirleri ile beni yönlendiren, çalışma süresince emeğini, sabrını, ilgi ve desteğini hiçbir zaman esirgemeyen, birlikte çalışmaktan onur duyduğum çok değerli hocam ve danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Şakir ALTINSOY'a saygılarımı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım sırasında; İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünden sayın Dr. Öğr. Üyesi Nuray BEKÖZ ÜLLEN ve sayın Prof. Dr. İlven MUTLU, İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa Mühendislik Fakültesi, Kimya Bölümünden Doç. Dr. Selcan KARAKUŞ ve İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi-Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Biyomedikal Mühendisliği Bölümünden Dr. Öğr. Üyesi Sezen CANIM ATEŞ'e teşekkür ederim.

Bor. Kesici Takım ve Mak. San. Tic. Ltd. Şti. Müdürü Sayın Tarkan YAZICI'ya ve şirket çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

Hayatım boyunca destekleri ve sevgileri ile her zaman yanımda olan, varlıkları ile bana güven veren canım AİLEME sonsuz teşekkürlerimi ve minnetlerimi sunarım.

İçindekiler

Kabul ve Onay	i
Etik Beyanı	ii
Teşekkür	iii
İçindekiler	iv
Sembol ve Kısaltma Listesi	vii
Şekil ve Grafik Listesi	viii
Tablo Listesi	ix
Özet	x
Abstract	xii
1 GİRİŞ	1
2 GENEL BİLGİ	3
2.1 Biyomalzemeler	3
2.1.1 Metalik Biyomalzemeler	5
2.1.2.1 Paslanmaz çelikler	6
2.1.2.2 Titanyum ve alaşımları	7
2.2 Titanyum Alaşımlarının Sınıflandırılması	8
2.2.1 α Alaşımları	8
2.2.2 β Alaşımları	9
2.2.3 $\alpha+\beta$ Alaşımları	9
2.3 Biyomalzemelerin Özellikleri	10
2.3.1 Biyouyumluluk	10
2.3.2 Aşınma direnci	10
2.3.3 Toksik oluşturmama	11
2.3.4 Biyoaktivite	11
2.3.5 Mekanik özellikler	11
2.4 Moringa Bitkisi	11
2.5 Nanopartiküllerin Biyolojik Yöntemlerle Sentezlenmesi	12
2.6 Korozyon	13
2.6.1 Korozyon hızı	13
2.6.2 Biyokorozyon	14
2.6.3 Biyomalzemelerde görülen korozyon türleri	15
2.6.4 Metal implantların korozyonu	16
2.6.5 Korozyon önlenmesi	17
2.7 Yüzey Kaplama	17

2.7.1	Metal kaplamalar	17
2.7.1.1	<i>Kimyasal buhar çöktürme (CVD)</i>	18
2.7.1.2	<i>Fiziksel Buhar biriktirmesi (PVD)</i>	19
2.7.1.3	<i>Sol-Jel yöntemi</i>	20
2.7.1.4	<i>Damlatarak kaplama</i>	22
2.7.2	Metal olmayan kaplamalar	22
2.8	Literatür Araştırması	23
3	MALZEME VE YÖNTEM	27
3.1	Kullanılan İş Parçasının Özellikleri.....	27
3.2	İş Parçasının İşlenmesi	28
3.3	Kaplama Malzemesinin Hazırlanması.....	29
3.3.1	Moringa tozunun hazırlanışı.....	29
3.3.2	CuO NPs esaslı moringa ekstrat hazırlanması.....	29
3.3.3	İş Parçasının kaplanması	29
3.4	Karakterizasyon Çalışmaları	30
3.4.1	Optik mikroskop incelemesi.....	31
3.4.2	Yüzey pürüzlülüğü ölçümü	32
3.4.3	Biyokorozyon ölçümü	33
3.4.4	Biyoaktivite çalışmaları.....	33
3.4.4.1	Antibakteriyel test	34
3.4.4.2	Sitotoksisite (MTT) testi.....	35
3.4.5	SEM-EDX analizleri	38
3.4.6	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) analizleri	39
3.4.7	X -Işını kırınımı (XRD) analizi	40
4	BULGULAR	41
4.1	Mikroyapı İncelemeleri	41
4.2	Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçları.....	42
4.3	Biyokorozyon Test Sonuçları	43
4.4	Biyoaktivite Test Sonuçları	48
4.4.1	Antibakteriyel test sonuçları.....	48
4.4.2	Sitotoksisite (MTT) test sonuçları	49
4.5	SEM-EDX Analizleri	50
4.6	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizleri	54
4.7	XRD Analiz Sonucu.....	55
5	TARTIŞMA VE SONUÇ	56
5.1	Genel Sonuçlar	56
5.2	Öneriler.....	59

KAYNAKÇA	60
ÖZGEÇMİŞ	66



Sembol ve Kısaltma Listesi

ASTM	: Amerikan Test ve Materyalleri Topluluğu
DMSO	: Dimetil sülfoksit
EPS	: Ekstrasellülerik Polimerik Yapılar
FeTiO	: İlmenit
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
HCA	: Hidroksi Karbona Apatit
MWCNT	: Çok Duvarlı Karbon Nanotüpler
NP	: Nanopartikül
OCP	: Açık devre potansiyeli
PA	: Poliasetal
PE	: Polietilen
PET	: Polietilenteraftalat
PGA	: Poliglikolik Asit
PLA	: Polilaktik Asit
PMM	: Polimetilmetakrilat
PVD	: Fiziksel Buharın Biriktirilmesi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SR	: Silikon Kauçuk
TiO₂	: Titanyum Mineral Kaynakları Rutil

Şekil ve Grafik Listesi

Şekil 2.1: Biyomalzeme türleri	3
Şekil 2.2: Biyofilm ve biyokorozyon oluşumu	14
Şekil 2.3: Kimyasal buhar çöktürme (CVD) yöntemi	19
Şekil 2.4: Fiziksel buharın biriktirilmesi (PVD) yöntemi	20
Şekil 2.5: Sol-jel tekniği ile ince film kaplaması	21
Şekil 2.6: Damlatma tekniği ile ince film kaplaması	22
Şekil 3.1: Deneysel çalışmada tornalama işlemleri için kullanılan CNC tezgâhı	28
Şekil 3.2: CNC tornalama işleminden sonra iş parçasının görüntüsü	28
Şekil 3.3: (a) Elektromag markalı Etüv cihazı, (b) P selecta markalı Ultrasonik banyo cihazının görüntüsü	30
Şekil 3.4: (a) Damlatma ile kaplama, (b) Kaplama malzemesinin görüntüsü	30
Şekil 3.5: (a) Struers Cito Pres-1 cihazı, (b) Struers Labo Pol-1 cihazı	31
Şekil 3.6: (a) Bakalitli numune, (b) 4XCE CCD dijital invertör metalurjik mikroskop cihazı	32
Şekil 3.7: Yüzey pürüzlülük ölçümü	33
Şekil 3.8: Kullanılan steril kaplar	33
Şekil 3.9: Hücreleri içeren 25 cm ² 'lik flask	33
Şekil 3.10: (a) Hücrelerin aktarılması ve (b) MTT solüsyonunun 96'lık plate eklenmesi	33
Şekil 3.11: MTT testinde yapılan çalışmalar	33
Şekil 3.12: SEM cihazı görüntüsü	33
Şekil 3.13: Çalışmada kullanılan FTIR cihazının görüntüsü	33
Şekil 3.14: PANalyticalEmpyrean XRD cihazı	33
Şekil 4.1: Ti6Al4V numunesine ait mikroyapı görüntüsü	41
Şekil 4.2: Yüzey pürüzlüğünü sonuçları	42
Şekil 4.3: Ti6Al4V alaşımının Açık Devre Potansiyel testi sonucu (Kaplamasız kontrol)	44
Şekil 4.4: Ti6Al4V alaşımının Açık Devre Potansiyel testi sonucu (Moringa-Cu tek kaplamalı)	45
Şekil 4.5: Ti6Al4V alaşımının Açık Devre Potansiyel testi sonucu (Moringa-Cu çift kaplamalı)	45
Şekil 4.6: Ti6Al4V alaşımının Açık Devre Potansiyel testi sonucu (hepsi)	45
Şekil 4.7: Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (kaplamasız kontrol)	46
Şekil 4.8 : Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (Moringa-Cu tek kaplamalı)	47
Şekil 4.9: Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (Moringa-Cu çift kaplamalı)	47
Şekil 4.10 :Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (hepsi)	47
Şekil 4.11 :(a) E. Coli kontrol, (b) E. Coli numune kontrol, (c) E. Coli tek kaplama ve (d) E.coli çift kaplama antibakteriyel test sonuçları	47
Şekil 4.12 :(e) S. Aureus kontrol, (f) S. Aureus numune kontrol, (g) S. Aureus tek kaplama ve (h) S. Aureus çift kaplama antibakteriyel test sonuçları	47
Şekil 4.13: MTT testi sonuçlarının grafik görünümü	50
Şekil 4.14: Farklı büyütme ölçeklerinde saf Moringa SEM görüntüsü	51
Şekil 4.15: Farklı büyütme ölçeklerinde Moringa-Cu SEM görüntüsü	51
Şekil 4.16: (a) tek kaplamalı Moringa-Cu, (b) çift kaplamalı Moringa-Cu SEM görüntüsü	51
Şekil 4.17: Moringa-Cu EDX analiz sonucu	52
Şekil 4.18: Tek kaplamalı Moringa-Cu EDX analiz sonucu	53
Şekil 4.19: Çift kaplamalı Moringa-Cu EDX analiz sonucu	53
Şekil 4.20: Moringa-Cu nanopartikül FTIR analiz sonucu	53
Şekil 4.21: Moringa-Cu kaplama malzemesinin XRD analiz sonucu	53

Tablo Listesi

Tablo 2.1: Biyomalzeme çeşitleri ve uygulama alanları .	5
Tablo 2.2: Metalik biyomalzemelere ait yoğunluk değerleri	6
Tablo 2.3: Saf Ti ve Ti6Al4V Alaşımının özellikleri	8
Tablo 3.1: Ti6Al4V titanyum alaşımının kimyasal bileşimi.	27
Tablo 3.2: Ti6Al4V titanyum alaşımının mekanik özellikleri.	27
Tablo 3.3: Yüzey pürüzlülük ölçümünde kullanılan cihazın özellikleri.	32
Tablo 3.4: MTT testindeki plate düzeni	37
Tablo 4.1: Yüzey pürüzlülüğünün sonuçları	42
Tablo 4.2: Günlere göre MTT testi sonuçları.	49



Özet

Bakır Nanopartikül Kaplama Sonrası Ti6Al4V Alaşımının Antibakteriyel, Biyouyumluluk ve Biyokorozyon Özelliklerinin İncelenmesi

Selen ERKAN

İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Biyomedikal Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Şakir ALTINSOY

Eylül 2022, 80 sayfa

Metalik biyomalzemelerin yüzey özellikleri, kullanıldığı şartlar altında istenilen performansı göstermekte tek başlarına yetersiz kalabilmektedirler. Bu sebeple malzemelerin uygulamalarda daha işlevsel hale getirilmesi ve bazı özellikleri kazanması adına diğer fonksiyonel malzemelerle kaplama gibi işlemlere tabi tutulması ve yüzey özelliklerinin değiştirilmesi gerekebilmektedir. Biyomalzemelerin geliştirilmesi için ince film kaplama yöntemleri kullanılarak malzeme yüzeyinde koruyucu katmanlar oluşturulmaktadır.

Bu çalışmada, Ti6Al4V alaşımının yüzey özelliklerinin, damlatma kaplama yöntemiyle geliştirilmesi amaçlanmıştır. Ti6Al4V numuneleri ortogonal yüzey tornalama işlemiyle işlendikten sonra yeşil sentez yöntemiyle elde edilen Moringa-Cu nanopartikülleri ile farklı kalınlıklarda kaplanmıştır. Kaplama işlemi sonrası Ti6Al4V numunelerinin optik mikroskop incelemeleri, yüzey pürüzlülüğü, biyokorozyon, antibakteriyel, biyouyumluluk, SEM-EDX, FTIR spektrofotometre ve XRD karakterizasyon çalışmaları yapılarak kaplama malzemesinin etkileri incelenmiştir.

Yapılan incelemelerin sonucunda Ti6Al4V alaşımına uygulanan ince yüzey kaplamasının, numunelerin yüzey kalitesini ve biyokorozyon direncini arttırdığı tespit edilmiştir. SEM görüntülerinde kaplama sonrası Cu nanopartiküllerin küresel formlardan iğnesel forma dönüştüğü görülmüştür. SEM ve EDX ile yapılan elementel analiz sonuçları uyumlu olduğu görülmüştür. Elde edilen FTIR sonuçlar ise, Moringa-Cu tozları ile altlık malzemesinin arasında kimyasal bir bağ olmadığını, aralarındaki etkileşimin fiziksel bir bağ olduğunu göstermiştir. XRD analizi sonucu herhangi bir oksit ya da safsızlık olmadığını, saf yüzey merkezli kübik Cu nanopartiküllerin oluştuğunu göstermiştir. Bununla beraber antibakteriyel aktivitenin kaplama malzemesi Moringa-Cu kaplamasına göre değişkenlik gösterdiği

görülmüştür. Ayrıca tek ve çift Moringa-Cu nanopartikülleriyle kaplamalı numunelerin kaplamasız kontrol numunesine göre biyouyumluluğunu olumsuz etkilemeyerek canlılığını koruduğunu da göstermiştir.



Anahtar kelimeler: *Ti6Al4V, yüzey kaplama, biyouyumluluk, antibakteriyel, biyokorozyon.*

Abstract

Investigation of the Antibacterial, Biocompatibility and Biocorrosion Properties of Ti6Al4V Alloy After Copper Nanoparticle Coating

Selen ERKAN

Istanbul Yeni Yuzyil University, Science and Engineering Institute

Master Thesis, Biomedical Engineering Department

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Sakir ALTINSOY

September 2022, 80 pages

The surface properties of metallic biomaterials may be insufficient on their own to show the desired performance under the conditions in which they are used. For this reason, it may be necessary to subject the materials to processes such as coating with other functional materials and to change the surface properties in order to make the materials more functional in applications and to gain some properties. For the development of biomaterials, protective layers are formed on the material surface by using thin film coating methods.

In this study, it is aimed to improve the surface properties of Ti6Al4V alloy by drip coating method. After the Ti6Al4V samples were processed with orthogonal surface turning, they were coated with Moringa-Cu nanoparticles obtained by green synthesis method in different thicknesses. After the coating process, the effects of the coating material were investigated by making optical microscope examinations, surface roughness, biocorrosion, antibacterial, biocompatibility, SEM-EDX, FTIR spectrophotometer and XRD characterization studies of the Ti6Al4V samples.

As a result of the examinations, it was determined that the thin surface coating applied to the Ti6Al4V alloy increased the surface quality and biocorrosion resistance of the samples. In the SEM images, it was observed that the Cu nanoparticles changed from spherical forms to needle forms after coating. Elemental analysis results with SEM and EDX were found to be compatible. The obtained FTIR results showed that there is no chemical bond between Moringa-Cu powders and the substrate material, but that the interaction between them is a physical bond. XRD analysis showed that there were no oxides or impurities, and pure face-centered cubic Cu nanoparticles were formed. However, it has been observed that the

antibacterial activity varies according to the coating material Moringa-Cu coating. It also showed that the samples coated with single and double Moringa-Cu nanoparticles maintained their viability by not adversely affecting their biocompatibility compared to the uncoated control sample.



Keywords: *Ti6Al4V, surface coating, biocompatibility, antibacterial, biocorrosion.*

1 GİRİŞ

Biyomalzemeler, belirli zaman periyotları ile biyolojik sistemlerle etkileşime girecek şekilde tasarlanmış; sistemin işlevini yitirmiş parçasının yerine geçerek yeniden işlev kazandıran, canlı dokular ile etkileşim içinde çalışabilmesi için kullanılan doğal veya yapay malzemelerdir [1]. Genel olarak, biyomalzemeler hastaların ömrünü ve yaşam kalitesini iyileştirmeye yardımcı olur. Bu malzemeler, kazalar veya hastanın yaşlanmasıyla ilişkili kırıklar ve protezler için kullanıldığından, bu malzemelere olan talep büyük ölçüde artmıştır. Aslında, 40 yaşın üzerindeki nüfusun %90'ı kemikle ilgili hastalıklardan muzdariptir. Veriler, implant sayısının 2002'den bu yana yaklaşık 7 kat arttığını gösteriyor [2].

Tıbbi amaç için kullanılan biyomalzemelerin kullanım alanlarının genişliği gibi biyoteknoloji alanında da kullanımı yaygındır [3]. Üretim teknolojilerinin gelişmesiyle, kullanılabilirliği olan biyomalzeme üretimi arttıkça malzeme biliminin uygulama alanları genişlemektedir. Biyomalzemeler dokularda farklı ortamlar ve koşullarda kullanılmaktadır. Biyomalzemelerde aranan özellikler kullanım alanına bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Kemik dokusu için yorulma ve mekanik mukavemeti açısından değerlendirilir. Biyomalzemeler yalnızca implant ve protez olarak değil, ekstrakorporeal (vücut dışına yerleştirilen ancak vücut ile etkileşime giren cihazlar), tanı kitlerinde de yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [4].

Cerrahi implantasyonu ile işlevsel olarak görevini yerine getiremeyen yapılara uygun şekil ve boyutta getirilen biyomateryaller yerleştirilerek, kaybedilen işlevi geri kazandırmaya yardımcı olur. Bu sayede biyomalzemeler üzerine olan implant talep artış ihtiyacının çözülmesine katkıda bulunmaktadır. İmplant üretimi için uygun biyomateryal seçimi, implantın etkinliği ve başarısı açısından risk taşımaktadır. İnsan vücudunun farklı bölgelerinde kullanılan hemen hemen tüm biyomalzemeler metaller, polimerler, seramikler ve kompozitlerden üretilir. Bununla birlikte titanyum ve titanyum alaşımları bu uygulamalar için en popüler malzemelerdir.

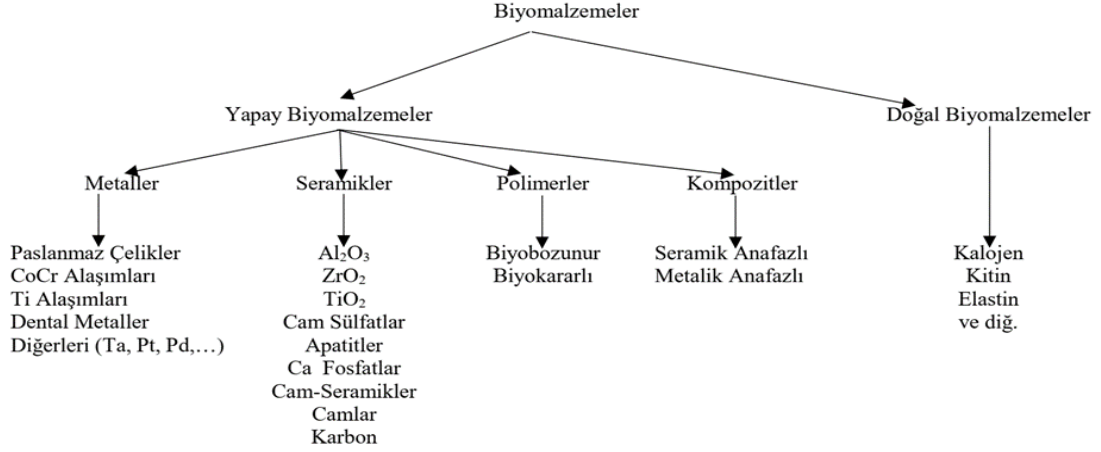
Ti ve alaşımları, mukavemet-ağırlık oranı ve yüksek sıcaklıkta üstün korozyon dayanımı nedeniyle biyomedikal, kimya endüstrisi, uzay ve havacılık gibi endüstrilerde, yaygın olarak kullanılmaktadır. Titanyum alaşımları diğer metallere göre daha hafiftir ve iyi mekanik-

kimyasal özelliklere sahiptir. Titanyum alaşımları mükemmel biyouyumluluğa sahip olup ve en yaygın kullanılan metallerdir [5]. Titanyum ve alaşımları; saf titanyum, α -Ti alaşımları, (α - β)-Ti alaşımları ve β -Ti alaşımları olarak sınıflandırılmaktadırlar. Titanyum üretiminin yaklaşık %30'unu alaşımsız grup, %45'ini Ti6Al4V ve %25'ini ise diğer alaşım grupları oluşturmaktadır. Ti6Al4V alaşımı en yaygın olarak kullanılan (α - β)-Ti alaşımıdır. Havacılık, uzay ve medikal endüstrilerinde %80, global üretimde ise %50'den fazla kullanım potansiyeline sahiptir [6, 7]. Bu oranda kullanım nedenleri; mükemmel kimyasal ve mekanik özelliklere sahip olması, ısıtılma işlem ve kaynak edilebilirlik özelliklerinin iyi olmasıdır.

Genel olarak Ti ve alaşımları biyomalzemeler içerisinde gittikçe artan kullanım alanlarına sahip olmakla birlikte, özelliklerinin daha fazla iyileştirilmesi de ön plana çıkmaktadır. Biyouyumluluk, biyokorozyon ve yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi, bu alanda çalışmayı zorunlu kılmıştır. Bu çalışmada, Ti6Al4V alaşım parçaları Moringa bitkisinden elde edilen nanoboyuttaki Moringa-Cu ile damlatma yöntemiyle farklı kalınlıklarda kaplanarak biyouyumluluk, biyokorozyon, antibakteriyel ve yüzey özellikleri, konuyla ilgili literatür ışığı altında detaylı bir şekilde incelenmiştir.

2 GENEL BİLGİ

Malzeme biliminde yapay olarak geliştirilen biyomalzemeler metaller, polimerler, seramikler ve kompozitler olarak sınıflandırılır [8]. Şekil 2.1.' de biyomalzemelerin türleri gösterilmiştir.



Şekil 2.1: Biyomalzeme türleri [9]

2.1 Biyomalzemeler

Biyomalzemeler dokularla etkileşime girdiklerinde biyolojik etkiler gerçekleşir ve bu etkilere göre biyoinert, biyotolerant, biyobozunur ve biyoaktif malzeme adını alırlar [8]. Biyotolerant biyomalzemeler, ihmal edilebilir olumsuz etkileri olan dokular tarafından kabul edilen malzeme türleridir. Çoğu metal ve polimer, arayüzey reaksiyonları ile çevrelendiğinden, biyotolerant biyomalzeme örnekleri arasına girer. Biyo-inert biyomalzemeler, çevreleyen doku ile etkileşime girmeyen ve kimyasal olarak kararlı olan malzeme türleridir. Biyoaktif biyomalzemeler, dokularla etkileşime girerek yeni doku ve hücreler oluşturulmasına yardımcı olan malzemelerdir. Biyobozunur malzemeler, görevini yerine getiren biyomalzemenin çevre dokular tarafından emildiği, kimyasal olarak parçalanarak zamanla vücut içinden atılan malzemelerdir. Bazı polimerler, seramikler ve magnezyum alaşımları biyobozunur malzemeler arasındadır [10].

Biyoseramikler, biyoaktif, biyobozunur ve tepkimeye giren (aşınır), yarı inert (reaktif), inert (tepkime vermeyen), özelliklere sahip olan malzemelerdir. Polikristal yapıya sahip olup metal

oksit, inorganik ve silikat gibi farklı madde türlerinde, yüksek sıcaklığa dayanıklı malzemelerdir [8]. Biyoseramik malzemeler, toksik olmaması, biyouyumluluklarının yüksek olması, kimyasal yapılarının kararlı olması sayesinde korozyon risklerinin olmaması, alerjen olmamaları, oldukça hafif ve aşınmaya karşı dayanıklı olmaları neticesinde tıp alanında yaygın olarak kullanılan inorganik malzemelerdir. Al_2O_3 malzemesi cerrahide kullanılan ilk seramik malzeme olarak bilinmektedir [11].

Polimerler, monomerlerden oluşan makromoleküler kimyasal yapılardır. Polimerler, içerisinde karbon bulunduran, uzun organik molekül zincirlerinden oluşurlar [11]. Polietilen (PE), polilaktik asit (PLA), polisülfon (PS), silikon kauçuk (SR), polietilenteraftalat (PET), polimetilmetakrilat (PMMA), poliüretan (PU), politetrafloroetilen (PTFE), poliasetal (PA) ve poliglikolik asit (PGA) gibi tıbbi uygulamalarda kullanılan polimerler, çok farklı bileşimlerde, boyutlarda ve şekillerde (lif, jel, boncuk, film ve nanopartikül) hazırlanabildikleri için biyomalzeme olarak geniş bir kullanım alanına sahiptirler [12]. Polimerler moleküler ve monomerik yapılarına, imal edildikleri reaksiyon tiplerine ve fiziksel özelliklerine göre farklı şekilde sınıflandırılır. Biyomalzeme endüstrisinde kullanılan biyopolimerler, kazanılmış özelliklerine göre doğal ve sentetik polimerler olarak sınıflandırılmaktadır [8].

Kompozitler, farklı kimyasal yapılara sahip fazların bir araya getirilmesiyle oluşan, homojen bir dağılım gösteren bir malzeme türüdür. Kompozitler üretim aşamasındayken malzeme özellikleri kontrol edilebilir ve yapı taşlarının malzeme türlerine göre avantajlar gösterirler [8,13]. Biyomalzemeler alanında çok önemli olan bir diğer malzeme metaller ve alaşımlarıdır. Güçlü metalik bağları ve üstün mekanik özellikleri nedeniyle ortopedik uygulamalarda olduğu gibi yüz ve çene cerrahisi, kalp kapakçığı kardiyovasküler cerrahi, eklem protezi, katater ve diş implant uygulamaları gibi vücudun farklı bölgelerinde kullanılırlar [8].

Tablo 2.1: Biyomalzeme çeşitleri ve uygulama alanları [14].

Malzeme Türü	Kullanım Yeri
Paslanmaz Çelik	Kalp kapakçıkları, eklem protezleri, elektrodlar
Ti ve alaşımları	Stentler, eklem protezleri, dental protezler
Co-Cr alaşımları	Kemik onarım aparatları, eklem protezleri
Altın	Dental dolgu ve kuronlar, elektrodlar
Gümüş	Dental dolgular
Platin	Sinirsel uyarım cihazları, elektrodlar
Al ₂ O ₃	Dental protezler, koklear protezler, kalça protezleri
Zirkonya	Kalça protezleri
Kalsiyum fosfat	Hücre iskeletleri, eklem protezi kaplamaları, kemik aşıları
Kalsiyum sülfat	Kemik aşıları
Karbon	Ortopedik protezler, kalp kapakçığı kaplamaları
Cam	Dental dolgular, kemik aşıları
Naylon	Sindirim sistemi segmentleri, trekeal tüpler
Silikon	Göğüs protezleri, kataterler, parmak eklemleri, göziçi lensler, yapay deri
Polyester	Hücre iskeletleri, emilebilir dikiş, ilaç taşıyıcılar
Polietilen	Vasküler graftlar, yapay tendonlar, yüz implantları, kalça ve diz protezleri
Polimetil metakrilat	Göziçi lensler, kemik dolguları
Polivinil klorid	Yüz protezleri
Kolajen	Hücre iskeletleri

2.1.1 Metalik Biyomalzemeler

Seramik ve polimer malzemelerle karşılaştırıldığında metalik malzemeler üstün mekanik özellikleri ile öne çıkmaktadır. Kas-iskelet sistemine iletilen güçlü yükler ve bu sistemin biyomekanik özellikleri dikkate alındığında çekme mukavemeti, kırılma tokluğu, yüksek elastik modülü, yüksek yorulma direncine sahip metalik biyomalzemeler tercih edilmektedir [15]. Farklı biyomalzeme türleri arasında metal biyomalzemeler en eski geçmişe sahiptir [11]. Metal biyomalzemeler dayanıklı, kolay şekillendirilebilir ve aşınmaya karşı dirençli oldukları için kas-iskelet sisteminin mekanik koşullarına en iyi uyum sağlayan malzemeler arasındadır.

Yüksek dayanım gerektiren implantlar kalça-diz protezleri, takma diş takımları, vidalar, diş implantlarıdır. Dokuya oranla oldukça sert olmaları, yapılarının yoğun olması ve metal iyon salınımının doku alerjik reaksiyonlarına neden olmasına rağmen kristal yapıları ve güçlü metal bağları, metal biyomalzemeleri daha üstün kılmıştır. Tıp dünyasında, metalik biyomalzemelerin en sık tercih edilen uygulama alanı, metal ve alaşımları; paslanmaz çelikler, Co-Cr alaşımları, Ti ve alaşımları, tantal alaşımları, nikel-titanyum alaşımları, amalgam ve altın'dır [11]. Tablo 2.1'de metalik biyomalzemelerin yoğunlukları verilmiştir [16].

Tablo 2.2: Metalik biyomalzemelere ait yoğunluk değerleri [16].

Malzeme	Yoğunluk (gr/cm ³)
Ti ve Ti alaşımları	4,5
316 paslanmaz çelik	7,9
Co Cr Mo	8,3
Co Ni Cr Mo	9,2
Ni Ti	6,7

2.1.2.1 Paslanmaz çelikler

Paslanmaz çelik, diğer biyometalik malzemelerine göre mekanik özelliklerin, korozyona karşı direncinin ve maliyet etkinliğinin uygun kombinasyonu nedeniyle dahili sabitleme cihazları için yaygın olarak kullanılan bir malzemedir. Ortopedik ve travma cerrahisinde, sertlik gerektiğinde paslanmaz çelik esas olarak kullanılır. Paslanmaz çelik, altıgen kristal yapısı nedeniyle cp titanyumdan daha sünektir. Bu, paslanmaz çelik plakaların titanyum plakalara kıyasla daha kolay şekillendirilmesini sağlar. Bu nedenle pelvik cerrahi ve diğer anatomik bölgelerde paslanmaz çelikten yapılmış rekonstrüksiyon plakları tercih edilir [17]. Paslanmaz çelik implantların dezavantajı düşük elastikiyettir. Bu düşük elastikiyet özelliği kemik iyileşmesinin gecikmesine sebep olur [18]. Östenitik paslanmaz çelik 316L, biyomedikal alanda kullanım için rapor edilen tek paslanmaz çeliktir. Ancak bazı araştırmacılar, bu alaşımdaki nikelin alerjik reaksiyonlara neden olabileceğini bulmuşlardır [19]. 316L'den imal edilen implantlar için oyuklaşma, çatlak ve gerilim korozyonu bildirilmiştir [20]. Ni alerjik reaksiyonları önlemek için yüksek nitrojen içeriğine sahip östenitik paslanmaz çelik geliştirilmiştir. Bu amaçla, yeni bir araştırma hedefi, nikel içermeyen paslanmaz çelikler geliştirmektir [21].

2.1.2.2 Titanyum ve alaşımları

Bir geiş elementi olan titanyum, atom numarası 22, periyodik tabloda 4B grubunda yer alan ve atom ağırlığı 47,87'i olan elementtir. Titanyum evrende yaklaşık olarak % 0,6 demir oranıyla, Mg ve Al'dan sonra en fazla bulunan metaldir. Doğada ilmenit (FeTiO_3) ve rutil (TiO_2) bulunmaktadır. Diğer titanyum mineralleri ise sfen, perovskit, brukit ve titanomanyetitir [22]. Titanyum ve alaşımları reaktif metallerdir ve havayla etkileşime girdiklerinde yüzey tabakasında 2-10 nm kalınlığında, kararlı bir oksit tabaka oluşturur ve oluşan bu tabaka titanyumun korozyon direncini arttırmaktadır. Titanyum yüzeyinde farklı sitokiyometriye sahip TiO , Ti_2O_3 ve TiO_2 gibi değişik çeşitlerde oksit tabakası oluşmaktadır. Yüzeyinde oluşan TiO_2 oksit tabakası, titanyumu korozyona en dayanıklı metallerden biri haline getirir. TiO_2 oksit tabakası kimyasal etkilere karşı yüksek kararlılık gösterir ve kendini hızlıca yenileyebilen ve substrata oldukça güçlü yapışan bir tabakadır [23].

Ticari kalitedeki titanyum (ASTM F67) ve Ti6Al4V (ASTM F136) titanyum alaşımı implant malzeme üretiminde en sık kullanılan titanyum temelli malzemelerdir. Ticari kalitedeki titanyumun içerisinde (ASTM F67) % 98,9-99,6 seviyesinde titanyum bulunmaktadır. Ticari kalitedeki titanyum, içeriğindeki oksijen miktarı ve bulundurdıkları diğer element miktarına göre 1. ile 4. kalite arasında isimlendirilmektedir. Ticari kalitedeki titanyumun yapısındaki oksijen oranına göre akma ve yorulma mukavemeti değişmektedir [24].

Titanyum ve alaşımlarının rezerv olarak dünyanın farklı noktalarında bulunmaktadır ve kullanımı oldukça yaygındır. Ancak mevcut teknolojiler ile işlenmesinin zorluğu ve rezerv yatakların farklı yerlerde bulunması titanyumu pahalı bir metal haline getirmektedir. Titanyum metali mineral olarak kâğıt, plastik ve boya sanayisinde tercih edilmektedir. Dayanıklı bir metal olduğu için kimya, uçak ve silah sanayileri, uzay ve elektrokimya endüstrilerinde tercih edilmektedir.

Titanyum ve alaşımlarının mekanik özelliklerinin iyi olması, korozyona karşı dirençli olması, elastisite modülünün kemiğe benzer sertlikte olması, uzun süreli implantasyon uygulamalarında biyouyumluluğun yüksek olması, kimyasal tepkimeye girme ihtimalinin az oluşu, manyetik tepki göstermemesi, yoğunluğunun düşük oluşu, hipoalerjik olması, küçük boyutlu numunelerin rahat bir şekilde üretilebilmesi gibi etkenlerde dolayı biyomedikal alanındaki uygulamalarda kullanımı oldukça yaygındır [25, 26]. Tablo 2.3'de Saf Ti ve Ti6Al4V alaşımının özellikleri verilmiştir [27].

Tablo 2.3: Saf Ti ve Ti6Al4V Alaşımının özellikleri [27].

Fiziksel ve Mekanik Özellikler	Saf Ti	Ti6Al4V
Yoğunluk (g/cm ³)	4,51	4,43
Ergime Sıcaklığı (°C)	1675	163-1650
Elastik Modülü (GPa)	100-145	110-140
Akma Dayanımı (MPa)	140	800-1100
Çekme Dayanımı (MPa)	235	900-1200
Kesit Alan Daralması (%)	30	36
Yorulma Dayanımı (MPa)	250	240
Kırılma Tokluğu (MPa √m)	99-140	75
Sertlik (Brinell)	265	334
Isıl İletkenlik (W/mK)	17,2	6,7

2.2 Titanyum Alaşımlarının Sınıflandırılması

Ti alaşımları içerdikleri faz oranlarına göre; α , $\alpha + \beta$ alaşımları ve β alaşımları şeklinde gruplandırılırlar. α alaşımının içeriğinin tamamı α fazı iken, β alaşımlarının içeriğinde yüksek oranda β fazı bulunmaktadır. $\alpha + \beta$ alaşımları ise oda sıcaklığı koşullarında içeriklerinde α ve β fazını birklikte bulundurlar. Yapısında β fazına göre daha fazla α fazı olan alaşımlara alfaya yakın alaşımlar olarak adlandırılmaktadır [28].

2.2.1 α Alaşımları

α Titanyum alaşımlar tek fazlı alaşımlardır ve fiziksel ve kimyasal özellikleri sayesinde yüksek mukavemete, yüksek sıcaklıkta mükemmel sürünme direncine sahiptirler [29, 30].

α alaşımlarının yüksek korozyon direncinden dolayı en önemli ve öncelikli kullanım alanları kimya endüstrisi ve yüksek sıcaklıkta da yapısını koruyabildiği için yüksek sıcaklıkta tercih edilir [29, 31]. Az miktarda ara yer atomu içeren α alaşımları, sünekliğini ve tokluğunu çok düşük sıcaklıklarda bile koruyabilmektedir [32]. α alaşımları, yapılarındaki α fazı bulundurdıkları için $\alpha + \beta$ alaşımları ve β alaşımları gibi ısıtılma işlemi ile sertleştirilememektedir [33]. Dövme kabiliyeti çok düşüktür ve $\alpha + \beta$ ve β alaşımlarına göre daha dar dövme sıcaklığına sahiptir. Dövme işlemi sırasında deformasyon miktarının daha küçük seçilmesi ve sürekli

tavlama işleminin uygulanması ile dövme sonucu oluşan çatlakların engellemesi mümkündür. Tek fazlı yapıya sahip α alaşımına Ti5Al2.5Sn alaşımı örnek verilebilir [34].

2.2.2 β Alaşımları

β -Titanyum yapısı gereği yüksek çekme dayanımı ve yorulma mukavemetine sahiptir [1]. β alaşımları, β fazını kararlaştırıcı alaşım elementleri bulunduran ve oda sıcaklığı koşullarında $\alpha + \beta$ alaşımları ile eş değer mukavemet değerlerine sahip olan alaşımlardır [35]. β alaşımları kararsız alaşımlardır ve α fazının β matrisi içinde çökeltilmesi ile sertleştirilirler. Yüksek kırılma tokluğu ve yapısındaki molibden nedeniyle, bu alaşımlar korozyon direncini artırır. Isıl işleme daha duyarlı oldukları ve $\alpha+\beta$ alaşımlarına göre daha iyi işlenebilirlikte oldukları için ısıtılma işleme daha yatkın olduğu bilinmektedir [36, 37].

2.2.3 $\alpha+\beta$ Alaşımları

Bu alaşımlar, bileşim yapılarında α ve β fazlarının kararlılığını artıran bir veya daha fazla kararlaştırıcı alaşım elementleri bulundurlar. α ve β fazını kararlaştırıcı elementlerin uygun şekilde ayarlanması ile sıcaklığında α ve β fazlarının karışımı olan bir mikroyapı elde edilebilmektedir. Tavlama işleminin ardından homojenlik, yüksek süneklik ve mukavemet sağlanmaktadır [38]. En yaygın kullanılan $\alpha+\beta$ alaşımı Ti6Al4V 1950'lerde geliştirilmiştir ve bilinen en eski titanyum alaşımlarından biridir. Ti6Al4V'nin avantajı sadece istikrarlı performans değil, aynı zamanda en yaygın kullanılan titanyum malzeme oluşudur. Özellikle havacılık endüstrisinde en çok test edilmiş, denenmiş ve geliştirilmiş titanyum alaşımı, yaygın olarak kullanılmaktadır. Diğer yaygın kullanıma sahip $\alpha+\beta$ alaşımları; yüksek mukavemet amaçlı geliştirilmiş Ti6Al6V2Sn, yüksek mukavemet ve tokluğa sahip olan Ti6Al2Sn4Zr6Mo, gaz türbin motorlarında 400 °C'a kadar olan sıcaklıklarda kullanılmak için geliştirilmiş alaşımlar Ti6Al2Sn2Zr2Mo2Cr 'dır [36].

Üretilen titanyumun %50 'inden fazlasını Ti6Al4V alaşımı oluşturmaktadır. Mukavemet değerlerini yükseltebilmek için bu alaşımlara ısıtılma işlemi uygulanmaktadır. Uygulanan ısıtılma işlemleri sayesinde $\alpha+\beta$ alaşımları sıcaklık değeri 350-400 °C olan koşullarda yüksek mukavemet dayanımı gerektiren uygulamalarda kullanılabilir [32, 36]. Bu alaşımlar bileşimlerinde, β fazını kararlı hale getirebilecek % 4-6 oranında alaşım elementleri içerirler [33]. Kompozit bir yapı olarak bakıldığında α fazı tarafından sağlanan süneklik ve tokluk,

yüksek sıcaklıktaki mükemmel sürünme dayanımı ile β fazından sağlanan yüksek çekme dayanımı ve yorulma mukavemeti özelliklerinden ileri gelmektedir [39].

2.3 Biyomalzemelerin Özellikleri

Biyomalzemeler doku ile uyum içerisinde çalışabilmesi için sahip olması gereken bazı özellikler vardır. Metalik biyomalzemelerin uygulanması ve üretimde beklenen temel özellikler şunlardır [40];

- Uygulama için yeterli statik dayanım, yorulma direnci ve aşınma direncine sahip olmalıdır.
- Toksik madde oluşturmamalı, antialerjen ve steril olmalıdır.
- Fizyolojik ortamda korozyon direnci yüksek olmalıdır.
- Etkileşim halinde olduğu doku, kemik veya vücut sıvılarıyla dejeneratif reaksiyona girmemelidir.
- Verimliliğini ve performansını uzun süre korumalıdır.

2.3.1 Biyouyumluluk

Biyouyumluluk en açık şekilde vücudun malzemeyi kabul edebilme kabiliyeti şeklinde tanımlanmaktadır. Biyouyumluluk, uygulanan malzemenin etkileşim halindeki doku ve organlara istenilen tepkiyi verebilme yeteneğidir [41]. Biyomalzemelerde uyumluluk yapısal ve yüzeysel biyouyumluluk olarak iki türde gerçekleşir. Yapısal biyouyumluluk, etkileşimli doku ve organlarına, mekaniksel davranışına uyumu olarak tanımlanırken; yüzeysel biyouyumluluk fiziksel, kimyasal ve biyolojik açıdan etkileşimli dokuya uygunluk olarak tanımlanmaktadır [42].

2.3.2 Aşınma direnci

Aşınma, terim olarak iki farklı malzemenin birbiriyle fiziksel etkileşimi ile sürtünmesinden kaynaklı yüzeylerinden küçük parçacıkların ayrışmasıdır. Oluşabilecek herhangi bir durumda tüm biyomalzemelerde gözlenen bir olası durumdur. Aşınma direnci yüksek olan biyomalzemeler uzun ömürlü malzemelerdir [8].

2.3.3 Toksik oluřturmama

Sözlük anlamı canlı organizmalarda görölen zehir olan toksin, dokular ve vücut sıvıları ile teması halinde toksite oluřturma etkisi gösterir. Kullanılan invaziv- invivo malzemelerin toksite oluřturmaması malzemenin biyofonksiyonelliğini ve biyouyumluluğunu arttırması önemli bir husustur. Malzemenin toksisitesi uygulama yöntemi, toksine maruz kalma süresi, maruz kalma sayısı, toksinin fiziksel formu (katı, sıvı, gaz), bireyin genetik yapısı, genel sağılık durumu ve benzeri birçok kořuldan etkilenebilmektedir [43].

2.3.4 Biyoaktivite

Biyoaktivite yani biyolojik aktivasyon; bir biyolojik temas sırasında malzeme arayüzlerinde gerçekteřen bağı oluřumudur. Aktivitesi yüksek olan biyoseramikler, insan vücudunda var olan kollajen doku lifleri ile tepkimeye girerek arayüzeyde hidroksi karbona apatit (HCA) oluřtururlar. Hidroksi karbona apatit (HCA) tabakasının fiziksel ve kimyasal yapısı kemiğe ile benzer yapıdadır. Doku ve organlar ile biyomalzemenin arayüzeyinde meydana gelen bu tabaka, bağlanmanın gerçekteřtiğini göstermektedir [44].

2.3.5 Mekanik özellikler

İřlenilebilirlik, elastik modülü ve uzama miktarı, sertlik, çekme ve basma mukavemetleri gibi etkenler biyomalzemenin etkileřimli dokuya ve bölgeye göre değıřen mekanik özellikleridir. Biyomalzemelerin mekanik etkilerden dolayı hasara uğrayarak iřlev görememesi, malzemenin biyomekanik uygunsuzluğunu ifade etmektedir [8].

2.4 Moringa Bitkisi

Moringa bitkisi (Moringa oleifera Lam.) Moringaceae ailesine mensuptur ve “yabanturbu, baget, ben-oil veya benzoil ağacı” gibi farklı isimlerle bilinmektedir [45]. Deniz seviyesinden 1000 m yüksekliğinde Hindistan, Güney Doğı Asya, Afrika ve Güney Amerika gibi ölkelerde kendiliğinden yetiřtirilmektedir [46]. Moringa bitkisini diğeri bitkilerden ayıran en temel özellik ise; zayıf topraklarda yetiřebilme özelliğı ve bitkinin çabuk harman edebilmesidir [47]. Moringa tüketiminin Hindistan’da yaygınlařmasından olduğı tüm dünyaya yayıldığı bildirilmektedir [45]. Ayrıca kuraklık kořullarına elveriřli ve yıllık ortalama 250-1500 mm

arasında yağışlı bölgelerde yetişebilen bir ağaç türüdür [48]. Moringa bitkisinin yapısında; tanenler, vitaminler, glukozinolatlar, karotenoidler, alkaloidler, saponinler, fenolik asitler, polifenoller, flavonoidler, fitatlar, alkaloidler, izotiyosiyanatlar gibi temel bileşenler bulunmaktadır [49]. Yaprakları çay ve drog yapımında kullanılan moringa bitkisinin sahip olduğu antimikrobiyal, antifibrotik, antiinflamatuvar, antihiperglisemik ve antioksidan özellikler sayesinde vücuda olumlu etkilerinin de bulunduğu bilinmektedir [50].

2.5 Nanopartiküllerin Biyolojik Yöntemlerle Sentezlenmesi

Nanopartiküllerin biyolojik yöntemlerle (Green synthesis) sentezlenmesi biyolojik sentez veya yeşil sentez, bitkiler, virüsler mikroorganizmalar, veya bunların lipitler ve proteinler gibi yan ürünlerini içeren biyolojik materyallerden çeşitli biyoteknolojik reaktifler yardımıyla nanopartiküllerin veya nanomalzemelerin üretilmesini ifade eder. Bu ürünler biyojenik nanopartiküller olarak adlandırılır [51].

Nanopartiküllerin yeşil sentezinde toksik olmayan, güvenli ve çevre dostu reaktifler kullanılmalıdır. Biyolojik teknik ve yöntemler kullanılarak sentezlenen nanopartiküller, tek adımlı bir yöntem kullanıldığı için daha fazla stabiliteye ve uygun boyutlara sahip olma özellikleri vardır [52].

Son yıllarda araştırmacıların biyojenik nanopartiküllerin sentezinde bitki özlerine ilgileri artmıştır. Bunun başlıca sebebi bitki özleridir; ucuz, seri üretilebilir, özel saklama koşullarına ihtiyaç duymaz, kontaminasyon riski yoktur ve bitki özleri zorlu koşullarda (yüksek sıcaklık, geniş pH aralığı ve tuz gibi) çok kararludur [53].

Biyolojik öncülere dayalı yeşil sentez yöntemleri, basınç, sıcaklık, pH faktörleri gibi çeşitli reaksiyon koşullarına bağlıdır. Bitki özlerinden amidler, aldehytler, ketonlar, flavonoidler, karboksilik asitler, fenoller terpenoidler ve askorbik asit gibi metabolitler metal/metal oksit nanoparçacıklarını sentezlemek için kullanılmıştır. Bu bileşenler, metal tuzlarını metal nanoparçacıklara indirgeme yeteneğine sahiptir [54]. Fiziksel ve kimyasal yöntemlerle üretilen nanopartiküllere kıyasla yeşil sentez yöntemleri ile üretilen nanopartiküllere, birçok yönden çok daha üstündür çünkü pahalı kimyasalların kullanımını ortadan kaldırır, daha az enerji tüketir ve çevreye zararsız ürünler ve yan ürünler üretir [51].

2.6 Korozyon

Korozyon, metal veya metal alaşımların bulundukları ortamlarda elektron kaybederek oksitlendiği bir süreçtir [55]. Korozyon direnci ise metal veya metal alaşımlarının kendilerini aşındırabilecek ortam ve koşullara gösterdikleri pozitif direnci ifade eder. Kullanılan malzemelerin korozyona mahal vermeyecek biçimde konumlandırılması önemli bir koşuldur. Malzeme üretiminin ardından tepkime analizleri için klinik deneylerle muhakkak test edilmesi gerekmektedir.

2.6.1 Korozyon hızı

Korozyon hızı, birim zamanda çözünen metal miktarıdır. Korozyon hızı, metal yüzeyin her tarafında düzgün çözünme koşulu altında kütledeki azalma olarak tanımlanabilir. Kütle azalması da yüzey alanı ile ilgilidir ve korozyon hızı, aşağıda verilen (2.1) formülle ifade edilebilir;

$$\text{korozyon hızı} = \frac{\text{Kütle azalması (mg)}}{\text{Metalin yüzey alanı (dm}^2\text{)}} \times \frac{1}{\text{Zaman (gün)}} \quad (2.1)$$

Derinlemesine korozyonlarda kütle azalması çok önemli olmamasına hatta bazı durumlarda dikkate alınmayacak kadar az olmasına karşın metalin herhangi bir bölgeden delinmesi sistemi kullanılamaz hale getirir. Bu sebepten dolayı korozyon hızını derinliğe ilerleme biçiminde denklem (2.2)'deki şekilde ifade etmek daha doğrudur.

$$\text{Korozyon hızı} = \frac{8760 \times 10 \times \Delta p}{A \times d \times t} \quad (2.2)$$

bağlantısıyla verilir. Burada;

8760= 1 yılın saat olarak karşılığı,

Δp = Kütle kaybı (gr),

t= Metalin korozyon ortamda bulunduğu zaman (saat),

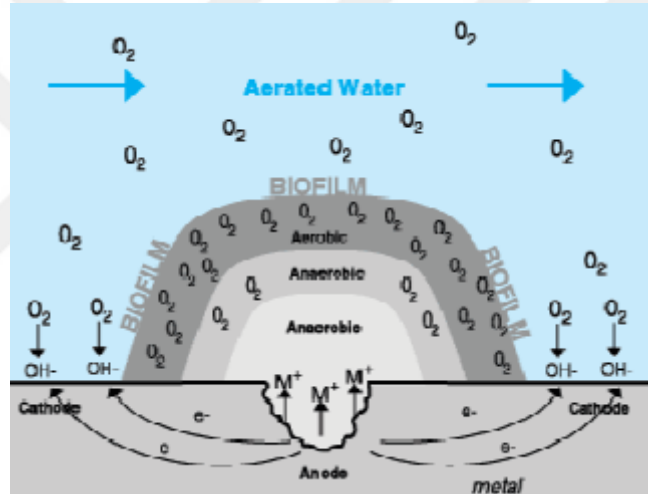
A = Metalin korozyon ortam etkisinde bulunan toplam yüzey alanı (cm²),

d = Metalin yoğunluğu (gr.cm⁻³)'dir [56].

2.6.2 Biyokorozyon

Biyokorozyon, metallerin mikrobiyal bozunmasını içeren mikrobiyal başlatılmış veya hızlandırılmış bir korozyon reaksiyonudur. Biyokorozyon, aynı zamanda Mikrobiyal olarak uyarılan korozyon (Microbiologically induced/influenced corrosion, MIC), mikrobiyal korozyon ya da biyolojik korozyon olarakta anılmaktadır. Şekil 2.2’de Biyofilm ve biyokorozyon oluşumu verilmiştir [57, 58, 59, 60].

Mikroorganizmaların metabolik süreçleri çevrelerindeki habitatı da etkilemektedir. Yüzey değişiklikleri metal yüzeyinde bulunan koruyucu tabakanın kırılması, lokalize asidik bölgelerin oluşması, korozif atık oluşumu, artan anodik ve katodik reaksiyonları olarak sınıflandırılabilir [59].



Şekil 2.2: Biyofilm ve biyokorozyon oluşumu.

Hidrokarbonlar metal üzerinde sudan ayrı bir tabaka oluşturur ve bu hidroka parçalayan mikroorganizmaların ara yüzeyde kolayca degradasyon yapmasını sağlar. Biyofilm oluşumu biyobozunmaya, ısı transfer kayıplarına, ürün kalite kaybına ve biyokorozyona neden olur. Heterojen bakteriler ve ekstrasellülerik polimerik yapılar (EPS) biyofilm oluşturur ayrıca pH gradienti, çözünmüş oksijen ve klorür iyon değişimi gibi olaylarla lokal korozyona neden olur. Biyofilmler, patojenik mikroorganizmaların büyümesi için besin açısından zengin bir yaşam alanı yaratır ve mikroorganizmaları biyosit etkisinden korur ve güçlü floklaşmaya neden olurlar. Bu nedenlerle biyofilmler endüstride önemli role sahiptir. MIC, mikrobiyal aktivite ile korozyon süreci arasındaki etkileşimde yer alır ve mikroorganizmaların malzemeye yapışarak korozyonu hızlandırmasına neden olur [61, 62].

Literatürde mikrobiyal korozyon ile ilgili iki problem ortaya çıkmaktadır. Bu problemler artan korozyon potansiyeli ve sülfat indirgenmesinin sülfüre doğru olmasıdır. Biyokorozyon mekanizması, çevresel faktörlerle anodik reaksiyonun artması ve metalin çözünmesi veya daha sonra katotta indirgenecek protonların katodik reaksiyonları başlatmasıdır. Tüm bu değişiklikler korozyon hızını artırır, koruyucu oksit tabakasının direncini azaltır veya katodik akımını artırır [61, 62].

2.6.3 Biyomalzemelerde görülen korozyon türleri

Vücut sıvılarıyla (örnek kan ve tükürük) düzenli olarak temas eden biyolojik materyaller zamanla korozyona uğramaktadır. Farklı ortamlarda meydana gelen korozyon olayları büyük farklılıklar gösterir [56].

Uniform korozyon: Metal yüzeyinin her bölgesinde aynı oranda meydana gelen bir korozyondur. Tipik olarak, korozyonun bu şekilde ilerlemesi beklenir. Bu tip korozyon nedeniyle metal kalınlığı her bölgede inceler. Homojen şekilde gerçekleşen korozyonun sebep olduğu metal kaybı diğer korozyon türleriyle karşılaştırıldığında daha yaygındır. Buna rağmen diğer türlere göre en az korozyon türüdür [56].

Çukurcuk korozyonu: Çukurcuk korozyon türünde metal yüzeyde belirli noktalarda çukurlaşma oluşur. Bu tip korozyonda katot ve anot bölgeleri birbirinden tamamen ayrıdır. Anot, yüzeyin herhangi bir noktasında açıklığın içinde dar bir alandır, katot ise çukurun etrafında çok geniş bir alandır. Korozyon nedeniyle çukur büyür ve kısa sürede metalin o noktadan delinmesine neden olur [56].

Aralık korozyonu: Dar aralıklarda meydana gelen korozyondur. Bu tür dar aralıklar, durgun çözeltinin bulunduğu yerlerdir ve oksijenin bu alanlara yayılması zordur. Aralık korozyonunun meydana gelmesi için boşluk, sıvının nüfuz etmesine izin verecek kadar geniş, ancak durgun bir bölge oluşturacak kadar dar olmalıdır. Bu mesafe milimetrenin onda biri veya daha azdır. Boşluk genişledikçe korozyon etkinliğini kaybeder ve genişlik birkaç milimetre olduğunda korozyon nadiren meydana gelir [56].

Sürtünme ve erozyon korozyonu: Parçalanmış yüzey elemanları özellikle mekanik aşınma ile korozyona uğrar ve yapısal pas olarak bilinen korozyona bağlı maddeler oluşturur [56].

Taneler arası korozyon: Malzemenin tane sınırları yakınında sıklaşması nedeniyle oluşan bozulma türüdür. Tane sınırı korozyonu özellikle alüminyum-bakır alaşımları ve östenitik krom-nikel çeliklerinde görülür [56].

Gerilme korozyonu: Elektrolit içindeki bir çatlak başlangıcı taşıyan parça üzerine çekme gerilmelerinin etkimesi ile meydana gelir [56].

Mikrobiyal korozyon: Bakteriler, glikoliz sırasında organik asitleri serbest bırakarak ortamın pH'ını düşürür. Düşük pH, aerobik bakteriyel korozyona elverişli bir ortam oluşturur. Biyofilm oluşumuna bağlı olarak biyofilmin altındaki metal yüzey değişen miktarlarda oksijene maruz kalabilir ve daha az havalandırılan alan anodik davranış sergileyerek korozyona uğrar ve tükürükte metal iyonlarının salınımı gerçekleşir. Bu tür metal iyonları, bakteri son ürünleri ve klorür iyonları ile birleşerek $MnCl_2$, $FeCl_2$ gibi daha fazla korozyon ürününün ortaya çıkmasına neden olur ve korozyonun ilerlemesini etkiler. Mikrobiyal korozyon, bakterilerden kaynaklanan asidik atık ürünler metal yüzeyleri aşındırdığında meydana gelir. Yüzeyi mümkün olduğunca temiz tutarak ve antibiyotik ajanların kullanımıyla mikrobiyal korozyonun insidansı ve yoğunluğu azaltılabilir [63]. Streptococcus mutans varlığında diş hekimliğinde kullanılan metalik malzemelerin artan korozyon davranışını bildirdi.

Galvanik korozyon: Farklı iki veya daha fazla metal ve alaşımların aynı ortamda birbirleriyle temas etmesi sonucu oluşan korozyon olayıdır. Bu tür galvanik korozyona neden olmamak ve farklı iki veya daha fazla metal arasında elektron transferini önlemek için ipek bant, macun, amyant veya diğer benzeri ayırıcılar gibi izolasyon malzemeleri tercih edilebilir [56].

2.6.4 Metal implantların korozyonu

Bir metal korozyon bir ortamda üç farklı davranış şekli gösterir; pasifleşebilir, çözeltilere karşı bağışık olabilir veya korozyona uğrayabilir. Pasifleşme durumunda metalin potansiyeli, metalin üzerini koruyucu bir film tabakası oluşturacak şekilde kalınlaşır ve bu koruyucu film çevre ile doğrudan temasını önler. Metal çözeltiye geçmesiyle korozyon gerçekleşir. Bağışıklık durumunda, metalin potansiyeli, metalin çözeltiye girmesini önleyecek kadar düşüktür [64].

Titanyum ve alaşımlarının korozyonu: Yüksek sıcaklıkta titanyum; oksijen (O_2), hidrojen (H), ve azot (N) ile reaksiyona girer. Kontrolü yapılmamış vakum ortamında döküm işlemi gerçekleşirse titanyumun yüzeyi oksijenden zengin, sert, 100 μm kalınlığına kadar çıkabilen alfa tabakası ile bulaşır. Bu tabaka mukavemeti ve çekilebilirliği olumsuz etkiler ve çatlaklara neden olur. Bu sebeple santrifüj ve vakum basıncının beraber kullanıldığı geliştirilmiş döküm teknikleri ile birlikte titanyum oksitten daha kararlı oksit içeren özel revetman kullanılması gerekir. Bu amaçla içerisine magnezyum oksit, alüminyum oksit veya kalsiyum oksit ilaveli fosfat bağlı revetmanlar kullanılır.

Titanyumun korozyon direncini azaltan durumlar da bulunmaktadır. Florür ve düşük pH iyonlarının da korozyonu hızlandırdığı bilinmektedir. Titanyum alaşımları geometrik yapılarında boşluk bulunduğu durumlarda sülfat, florür, bromür, veya klorür içeren çözeltiler içinde lokal bölgelerde istenmeyen bir etkileşime girebilirler. Bu boşluk oluşan titanyum klorür dengeli değildir ve hidrolize olup korozyon ürünleri olarak hidroklorik asit ve titanyum oksit/hidroksit oluşturmaya eğilimlidir. Bu boşluk çözelti miktarının sınırlı olması nedeniyle çok düşük pH değerleri oluşabilmektedir. Sıcaklığa ve alaşım direnci bağlı olan bu koşullar, çok hızlı ve aktif bölgesel bir korozyon oluşması için uygun bir zemin hazırlar. Bakır (Cu), Demir (Fe), Oksijen (O₂), klorür gibi çözünmüş ve oksidasyona yol açan iyonlar, açık titanyum yüzeylerinde genel korozyonu etkili biçimde inhibe etme eğiliminde olmalarına rağmen, bu aralıklar korozyonunu hızlandırırlar [64].

2.6.5 Korozyon önlenmesi

Alaşım elementi katma, saf metal kullanımı, uygun tasarım, ısıt işlem, korozyon önleyicisi (inhibitör) kullanımı, yüzey kaplama ve katodik koruma yöntemleri ile korozyonu önlemek mümkündür [64].

2.7 Yüzey Kaplama

Yüzey kaplamaları; metal kaplamalar ve metal olmayan kaplamalar olmak üzere iki farklı gruba ayrılabilir.

2.7.1 Metal kaplamalar

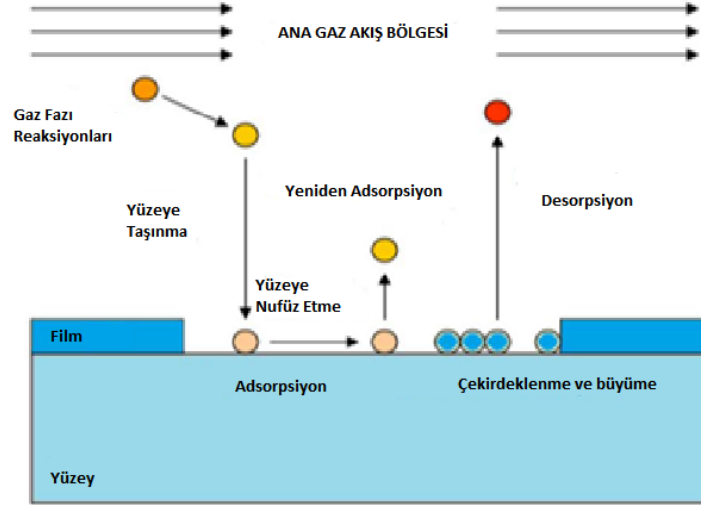
Metal kaplamalar elektrokaplama, sıcak daldırma ve mekanik kaplama difüzyon gibi yöntemlerle yapılmaktadır. Aslında, korozyon direnci için en yaygın olarak çinko veya alüminyum kaplamalar tercih edilir. Sıvı metal daldırma yöntemi esas olarak çeliğin, kalay, alüminyum, kadmiyum, kurşun veya çinko ile kaplanmasına uygulanır ve bu yöntem yaygın bir şekilde kullanılır. Galvanizasyon olarak da bilinen galvanizli tabaka, esas olarak çelik malzemelere uygulanır. Atmosfere maruz kalan ortamlarda kullanılan çatı kaplama malzemeleri, çelik sac malzemeler, levhalar, buhar kazanları, tel ve kablo ürünleri, borular ve yapı çeliği genellikle çinko kaplanır. Çeliğin ısı direncini ve korozyon direncini artırmak için alüminyum kaplamalar da kullanılır. Bazı durumlarda çinko kaplama yerine kadmiyum

kaplama tercih edilir, ancak bu kaplama atmosfere açık ve temas içinde olan ortamlarda çinko kaplama kadar iyi performans göstermez. Krom kaplama da ayrıca belirli makine parçalarının veya çeşitli aletlerin korozyon ve aşınma direncini artırmak ve görünümelerini iyileştirmek için de uygulanmaktadır. Krom kaplama esas olarak sıhhi tesisata, otomotiv parçalarına, metal işlere ve çeşitli aletlere uygulanır. Nikel kaplama esas olarak altın, gümüş, krom ve rodyum kaplamanın altında katman olarak kullanılmaktadır. Nikel, korozyona karşı dayanıklıdır ancak atmosferden etkilendiğinde matlaşır. Bakır kaplama, özellikle çinko dökümlerde krom ve nikel kaplamanın altında kullanılmaktadır [56, 64].

Malzeme bilimi ve mühendisliği, gelişmelere paralel olarak gelişen teknolojiler için ihtiyaç duyulan malzemeleri üretebilmekle kalmamış, aynı zamanda birçok teknolojik alanda yeniliklere öncülük etmiştir. Malzemelerin endüstride faydalı olabilmesi için bazı yüzey özelliklerine sahip olmaları gerekir. İnce filmler oluşturularak yüzey kalitesi ve malzeme özellikleri iyileştirilebilir. İnce filmler elde etmek için çeşitli kaplama teknikleri kullanılmaktadır. Bu teknikler içinde en yaygın olarak kullanılan yöntemler; kimyasal buhar çöktürme (CVD), fiziksel buharın biriktirilmesi (PVD), Sol-Jel yöntemlerinden olan döndürerek kaplama, daldırarak kaplama ve püskürtme kaplama ve damlatarak kaplama yöntemleridir. Diğer ince film teknikleri ile karşılaştırıldığında, damlatarak kaplama yöntemi, düşük maliyetli, saf kaplama ve ince film yapısının kolay kontrolü gibi avantajlara sahiptir ve ince film kaplama teknolojileri arasında dikkat çekici bir yöntemdir.

2.7.1.1 Kimyasal buhar çöktürme (CVD)

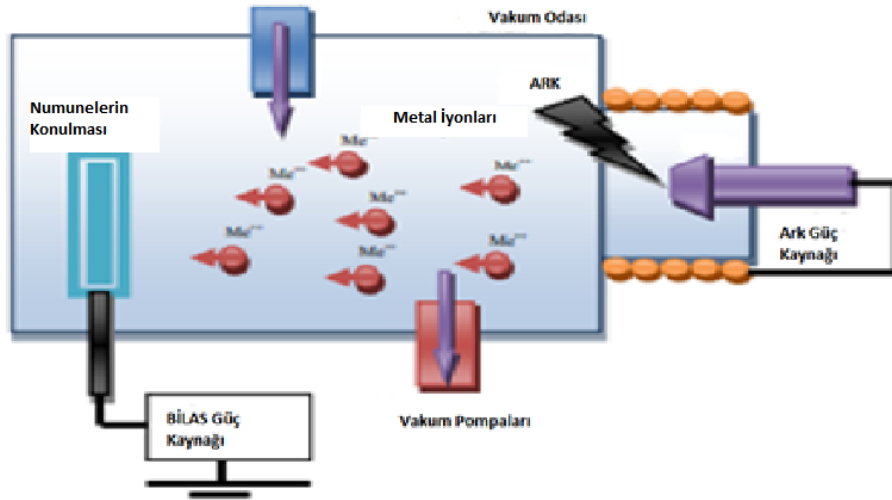
Bu yöntem en sık kullanılan ve gaz bileşikler arasındaki kimyasal reaksiyon prosesi olan bir malzeme üretim teknolojisidir. Esas olarak ince film kaplamaların üretiminde kullanılmasıyla beraber yüksek saflıkta tozlar üretmek için de kullanılır. Bu teknoloji kullanılarak ürün yüzeyde ince bir film olarak biriktirilir. CVD prosesinin ince film biriktirme metodunun en temel avantajı altlık ile senkronize olması ve yüksek saflıkta biriktirmeye olanak sağlamasıdır. Kaplama malzemesi ve yardımcı maddelerin oluşturduğu gaz halindeki bileşik, uygun sıcaklıkta iş parçası yüzeyinde kimyasal ayrışmaya uğrar. Gaz halindeki yardımcı maddeler dış ortama atılır. Kaplama malzemesi parça üzerinde yoğunlaşır. Bu işlem için gereken yüksek sıcaklık (1000°C) nedeniyle, seramik esaslı numuneleri kaplamak için genellikle CVD kullanılır. 2300 HVN gibi yüksek sertlik değerleri elde edilmiştir [65, 66]. Şekil 2.3'te kimyasal buhar çöktürme (CVD) yöntemi verilmiştir.



Şekil 2.3: Kimyasal buhar çöktürme (CVD) yöntemi [65].

2.7.1.2 Fiziksel Buhar biriktirmesi (PVD)

PVD, bir vakum odasında gerçekleştirilen bir işlemdir. Yoğunlaştığında, yüzeyi kaplamak için buhar oluşturulur. Çizgi görünümlü işlemleri, görünür yüzeylerin kaplanabileceği anlamına gelir. PVD düşük sıcaklıklarda, yüksek hız çeliği için 500°C'nin altında ve rulman (yatak) çeliği için 440°C'de 250°C'de çalışabilir. Kaplama malzemesine bağlı olarak PVD uygulanan kaplamaların sertliği 2800 HVN'yi geçebilir. PVD, son zamanlarda özellikle yüksek sıcaklıklarda çalışan kalıp kaplamalarında daha sık tercih edilir hale geldi. Metaller için en yaygın PVD yöntemleri buharlaştırma, plazma sprej biriktirme, elektron ışın buharlaştırma ve sıçratma teknikleridir [63, 64]. Şekil 2.4'te fiziksel buharın biriktirilmesi (PVD), yöntemi verilmiştir.

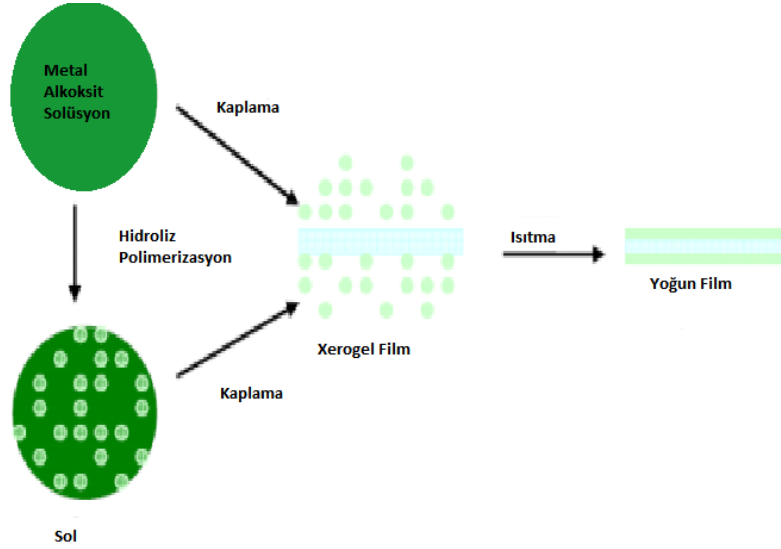


Şekil 2.4: Fiziksel buharın biriktirilmesi (PVD) yöntemi [65].

2.7.1.3 Sol-Jel yöntemi

Sıvı fazdan (sol) katı faza (jel) geçiş sistemini içeren sol-jel yöntemiyle birbirinden farklı özelliklere sahip malzemeler elde edilebilmektedir. İnce film kaplamalar, çok gözenekli aerogel malzemeler, mikro gözenekli inorganik zarlar, saf ve küresel biçimli tozlar, seramik fiberler gibi seramik ve cam malzemeler sol-jel yöntemiyle elde edilir. Farklı kaplama metodlarıyla altlık üzerinde kuru jel film üretilebilmektedir. Jele uygulanan ısı ile kristalleşme sağlanarak ince filmler oluşturulmaktadır. Çökeltmeyle aşırı düzgün ve ince seramik tozlar elde edilmektedir ve bu tozlar biyomedikal uygulamalarda kullanılmaktadır [67].

Farklı uygulamaları olan sol-jel yönteminin tercih edilen uygulaması ince film kaplamalarıdır. Sol-jel işleminde, jelleşme öncesi akışkan çözelti ya da sol herhangi bir yüzey üzerine ince film şeklinde kaplanabilmektedir. Sol-jel yöntemiyle pek çok kaplama metodu bulunmaktadır. Şekil 2.5'te Sol-jel yöntemi ile ince film kaplamasının şematik çizimi gösterilmiştir.



Şekil 2.5: Sol-jel tekniği ile ince film kaplaması [67].

Döndürerek kaplama metodu: Farklı teknik alanlardaki birçok uygulama için döndürerek kaplama metodu tercih edilmektedir. Filmler, çözeltinin düz bir altlık tabakanın yüzeyine damla damla kaplanması ve sonraki işlem adımları için tek tip bir tabaka bırakmak üzere döndürülmesiyle oluşturulabilir. Filmin düzgün ve eşit bir şekilde dağılması döndürerek kaplamanın avantajıdır. Bu işlem sonucunda filmin kalınlığı, yüzeyin tamamında eşit ve homojen bir yapıda olur. Solün vizkositesi değişmediği sürece film kalınlığı da değişmez. Döndürerek kaplama metodu ile üretilen filmlerin kalınlığı sıvı konsantrasyonu, döndürme süresine, döndürme hızına ve viskoziteye gibi faktörlere bağlıdır [68].

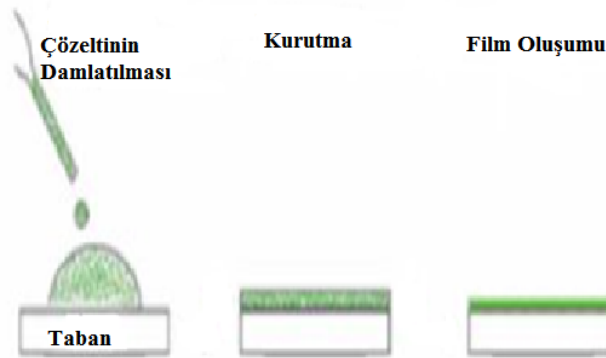
Daldırarak kaplama yöntemi: Bu yöntem genel olarak saydam katmanlar elde etmek için uygulanır. Hazırlanan çözelti içine kullanılan altlık malzemesinin belirli bir hızda daldırılması ve aynı hızda çekilmesi esasına dayanmaktadır. Daldırma ile kaplama metodu daldırma, yukarı çekme, kaplama, süzülme ve buharlaşma olmak üzere beş işlem basamağında tamamlanır. Daldırarak kaplama yönteminin avantajı her şekilde ve boyutta altlıkların kaplanmasına olanak sağlamasıdır. Düzgün ve kontrol edilebilen bir kalınlık elde etmek için bu yöntem kullanılabilir ve bu işlemin sonucunda film kalınlığı, tüm yüzey boyunca homojen bir özellik göstermektedir [68].

Püskürterek kaplama yöntemi: Bu yöntemde kaplanacak film öncelikle hava veya nitrojen vasıtasıyla atomize edilen ve sıcak altlık tabaka üzerine püskürtülen sulu bir çözelti halinde hazırlanmalıdır. İnce partiküllerin sentezinde bu tekniğin iki temel avantajı bulunmaktadır. İlk olarak, malzemeler bir çözelti içinde karıştırılır, böylece başlangıçta atomik düzeyde homojen olarak karıştırılırlar. İkincisi, kristal partikülleri hazırlamak için sadece sinterleme altı sıcaklıklar

gerekmektedir. Bu yöntemle 5-500 nm arası büyüklükteki partiküllerin sentezi yapılabilmektedir. Film kalitesi film kalınlığı, püskürtme oranı ve altlık sıcaklığı gibi deneysel parametrelere bağlı olarak değişiklik gösterir. Sprey solüsyonunun damlacık boyutunun film kalitesi üzerinde önemli bir etkisi vardır. Ayrıca saf su oranı, püskürtme başlığının çapı ve püskürtme başlığının altlıktan uzaklığı gibi deneysel parametreler de film kalitesini doğrudan etkilemektedir [68].

2.7.1.4 Damlatarak kaplama

Bu yöntemde kaplama için hazırlanan çözelti bir alt malzeme üzerine uygun miktarda damlatılarak uygulanır. Altlık malzeme yüzey kaplama öncesinde kimyasal çözeltiler kullanılarak temizlenir. Bu yöntem ile oluşması istenen filmin niteliklerine göre damlatılacak miktar hesaplanır. Damlatarak kaplama yöntemi temizleme, damlatma, kurutma ve film oluşumu şeklinde dört adımda gerçekleşir. Bu yöntemin diğer ince film tekniklerine kıyasla en belirgin avantajı uygun maliyetli olmasıdır. Damlatarak kaplama yöntemi dezavantajları ise; damlatama için kullanılan pipetteki kusurların tabana damlatılan çözeltide hava boşluklarının oluşmasına neden olur. Ayrıca çözelti içerisinde çözünmemiş parçacıkların bulunması ve ortamdan gelen toz parçacıkları yüzeye yapışması kaplamayı olumsuz yönde etkiler [65]. Şekil 2.6'da damlatma yöntemi ile ince film kaplamasının şematik çizimi gösterilmiştir.



Şekil 2.6: Damlatma tekniği ile ince film kaplaması [65].

2.7.2 Metal olmayan kaplamalar

Organik maddeler içeren boyalar ve diğer metalik olmayan kaplamalar, esas olarak parçaların yüzeyini korumak, görünümlerini iyileştirmek için tercih edilir. Boya, malzemenin yüzey tabakasında koruyucu bir film oluşturur ve bu film, çatlama ve soyulma olmadığı sürece metal

malzemeyi korozyona karşı korur. Metalik malzemeler etkililim halinde olduğu bölgeyle reaksiyona girdiğinde yüzeylerinde oksit filmler veya toz oluşur. Metal yüzeyde oluşan bu filmler koruyucu kaplama işlevi de görür [56, 64].

2.8 Literatür Araştırması

Metalik biyomalzemelerin işlenmesi güç olan malzeme grubunda bulunmaktadırlar. İmalat sürecindeki zorluklar bu malzemelerin kullanım maliyetlerini de arttırmaktadır. Bu dezavantajların üstesinden gelebilmek için bu konunun detaylı olarak ele alınması gerekmektedir. Literatürde malzemeler ile ilgili yapılan kaplama ve yüzey kalitesini iyileştirme çalışmaları yapıldığında, farklı kaplama yöntemleri üzerine farklı parametrelerin etkisini incelediği görülmektedir. Bu çalışmalar konunun bilimsel ve endüstriyel anlamda önemini anlamak açısından aşağıda özetlenmiştir.

Shao ve Zhao, (2010) tarafından AgNO_3 bazlı akımsız kaplama çözeltileri kullanılarak paslanmaz çelik plakalar üzerinde üç tip gümüş kaplama hazırlanmıştır. Kaplama süresi sırasıyla 5, 15 ve 30 dak. olarak belirlemişleridir. Kaplamaların korozyon oranı, % 0,9 NaCl çözeltisinde veya suni idrarda kaplama kalınlığı arttıkça hafifçe azaltıldığı belirtilmiştir. Gümüş kaplamaların % 0,9 NaCl çözeltisindeki korozyon oranı yapay idrardakinden daha yüksek olduğu belirtilmiştir. Yapışan bakteri sayısı gümüş kaplamalarda paslanmaz çelik plakalara göre anlamlı derecede düşük olduğu belirtilmiştir. Korozyon oranı düşük olduğundan ve kaplamadan biraz Ag + salındığından % 0,9 NaCl çözeltisindeki yapışmış bakteri sayısı yapay idrardakinden daha yüksek olduğu belirtilmiştir. Düşük korozyon oranı bakteriyel yapışmayı etkileyen faktördür. Toplam yüzey enerjisi arasında güçlü bir korelasyon vardır. Yüzey enerjileri arttıkça, gümüş kaplamalara ve 316L'ye yapışan bakteri sayısı doğrusal olarak arttığını tespit etmişlerdir. Düşük yüzey enerjisine sahip gümüş kaplamalara yapışan bakteri sayısı, yüksek yüzey enerjisine sahip 316L'den daha az olduğu belirtilmiştir [69].

Liang ve ark., (2017), yaptıkları çalışmada cam yüzeyler üzerine kaplanmış çok katmanlı Ag- TiO_2 filmler ve Ag- TiO_2 / Ag filmler basit bir daldırma kaplama yöntemi ile imal etmişlerdir. Filmler şeffaf ve düzdür. UV-vıs spektroskopisi Ag filminin güçlü SPR etkisi sağladığını belirtmişlerdir. XPS sonuçları, Ag- TiO_2 'deki Ag türlerinin esas olarak metalik Ag ve Ag_2O 'da bulunduğunu doğruladığını belirtmişlerdir. Tüm Ag bazlı TiO_2 örnekleri, halojen aydınlatma altında gelişmiş fotokatalitik aktiviteleri gösterilmektedir. 7Ag- TiO_2 filmleri, 44 nm stearik asit

bozunmuş olan en yüksek fotokatalitik aktiviteleri sağladığı belirtilmektedir. 1 Ag-TiO₂ / Ag, 5Ag-TiO₂ / Ag ve 7Ag-TiO₂ / Ag filmleri stearik asit için neredeyse benzer fotodegradasyona sahip olduğu belirtilmiştir. SPR etkisi (özellikle lokal elektrik alan etkisi), ayırma ve rekombinasyon fotojenere elektron deliği çifti ve Ag₂O Ag-TiO₂ numunelerinde bulunan türler, halojen aydınlatmadaki stearik asit bozunması için sinerjik etkileşime sahip olduğu belirtilmiştir. Elektronların TiO₂'nin iletiminden Ag'ye enjekte edilmesinin rolü gelecekte daha fazla araştırılabileceği belirtilmiştir [70].

Ahmed ve ark., (2016) yaptıkları çalışmada, oda sıcaklığında indica yaprağı ekstresi kullanılarak stabil gümüş nanoparçacıkların basit bir tek kap yeşil sentezi rapor etmiştir. Sentezin, reaksiyon süresi ve harici stabilizatörleri / indirgeyicileri hariç tutan sentezlenmiş nanopartiküllerin stabilitesi açısından verimli olduğu bulunmuşlardır. Gümüş nanopartiküllerin sentezi için uygun maliyetli ve verimli bir yol sağlayan sentez için çevre dostu, hızlı yeşil bir yaklaşım olduğunu kanıtlanmış olduğu için bu reaksiyon yolu % 100 yeşil kimyasal işlemin tüm koşullarını karşıladığını belirtilmiştir. Sentezlenen gümüş nanopartiküller, hem E. coli hem de S. aureus'a karşı etkili antimikrobiyal aktiviteler göstermektedir. Sentez için bitki özütü kullanmanın faydaları, enerji verimli, uygun maliyetli, daha az atık ve daha güvenli ürünlerin olduğu belirtilmiştir. Bu çevre dostu yöntem, gümüş nanopartikülün sentezi için kullanılan geleneksel fiziksel/kimyasal yöntemlere rekabetçi bir alternatif olabilir ve bu sayede biyomedikal uygulamalarda kullanım potansiyeline sahip ve yakın gelecekte opto-elektronik ve tıbbi cihazlarda önemli bir rol oynayacağı belirtilmiştir [71].

Sidane ve ark., (2017) yaptıkları çalışmada 50 vol pct TiO₂ takviyeli HAP tabakası, silika kaplı 316L SS'nin yüzeyine sol-jel yöntemi ile başarıyla tutturmışlardır. Silika iç tabakasının yüzey özellikleri, TiO₂ ve HAP fazlarının Si-OH hidroksil grupları vasıtasıyla bağlanmasını ve TiO₂'nin HAP'a kimyasal afinitesini arttırarak korozyon direncinde, bağlanma mukavemetinde, elastik modülde ve sert doku için gerekli olan kaplanmış 316L SS'nin sertliğinde bir iyileşme olduğunu belirtmiştir [72].

Alias ve ark., (2020) bu çalışmada Ag/AgTa₂O₅ Nano-kompozit film, PVD magnetron püskürtme kullanan cerrahi aletler/stent uygulamaları için SS 316L üzerine yerleştirmişlerdir. Çeşitli biriktirme güçleri uygulanarak bir dizi biriktirilmiş parçacık boyutu elde etmişlerdir. Sonuçlar, alt tabaka sıcaklığının püskürtmeli film kompaktlığını etkilediğini belirtmişlerdir. Ayrıca, püskürtülen Nano-kompozit film, düşük yapışma mukavemeti ve zayıf kristalleşme sergilemiş olduğu belirtilmiştir. Bir dizi sıcaklıkta tavlama sonrası, püskürtülen numunelerin

morfolojisini önemli ölçüde değiştirmiş olduğu belirtilmiştir. Morfolojideki bu değişiklik, film fazının daha iyi yapışma mukavemeti elde etmesine de yardımcı olduğu olduğu belirtilmiştir. 400 °C'de tavlama, aşırı Ag ayrışmasına ve mükemmel yapışma mukavemeti ile sonuçlanan gelişmiş kristalliğe neden olduğu belirtilmiştir. Bununla birlikte, 550 °C'nin ötesinde, Ta₂O₅'in yüzeyde ayrılma eğilimi açık olduğu belirtilmiştir. Yüzeyde, ayrılmış Ta₂O₅, çevredeki Ag ile reaksiyona girebilir ve azalan yapışma mukavemetinden, antibakteriyel performanstan ve biyouyumluluktan sorumlu olabilecek yeni bir AgTaO₃ fazı oluşturabileceği belirtilmiştir. Ag/Ag-Ta₂O₅-400 °C, Ag/Ag-Ta₂O₅-700 °C ve kaplanmamış SS 316L'nin aksine olağanüstü antibakteriyel aktivite, hBMSCs tutunma ve çoğalma aktivitesi göstermiş olduğu belirtilmiştir. Bu nedenle, bu çalışmada elde edilen Ag/Ag-Ta₂O₅-400 °C, üstün nano kompozit ince film tabanlı cerrahi aletlere katkıda bulunabileceğini belirtmişlerdir [73].

Meikandan ve ark., (2021) yaptıkları bu çalışmada çok duvarlı karbon nanotüpler (MWCNT), hava fırçası sprej kaplama tekniği ile bakır (Cu) substratlar üzerinde başarılı bir şekilde biriktirmişlerdir. Cu substratlar üzerindeki sprej kaplı MWCNT'ler, yüzey pürüzlülüğünde önemli bir gelişme göstermiş olduğu belirtilmiştir. MWCNT nanoparçacıklarını kalın film ve geniş yüzey alanı ile bakır substratın üstüne yerleştirmek için hava fırçası sprej kaplama tekniği kullanmışlardır. Ayrıca, yüksek dereceli nano mühendislik kompozitleri üreten mikro/nano hibrit kompozitlerin mühendislik uygulamaları için ölçeği büyütmek mümkün olduğunu belirtmişlerdir. Cu substrat üzerindeki MWCNT'ler, benzer bir sertlik sergiler ancak temiz ve yoğunlaştırılmış mikro yapı nedeniyle saf bir Cu'dan daha yüksek termal yayılımı sahip olduğu belirtilmiştir. MWCNT ve Cu arasındaki güçlü fiziksel ve kimyasal bağ, zayıf arayüzey bağından dolayı beklenmediğini belirtmişlerdir. Bu, Cu substrat kaplama üzerinde MWCNT'lerin güçlendirilmemesinin ana nedeni olduğu belirtilmiştir. MWCNT'lerin %'si. DeneySEL sonuçlar, bakır ve MWCNT'lere dayalı sprej kaplama yöntemini kullanan nanokaplamanın geniş yüzey alanı uygulamaları için uygun olduğunu göstermişlerdir [74].

Roslov ve ark., (2009) yaptıkları bu çalışmada titanyum içeren kaplamaların yüzeyinde gümüş fotokimyasal çökeltme sonuçlarını sunmuşlardır. Parçacıkların oluşumu, UV ışığının etkisi altında bir anataz yapısı kazanan kaplamanın doğrudan katılımı ile yüzeye yakın bir tabakada meydana geldiği belirtilmiştir. Gümüşün çökmesi, uzun ışınlama altında 300 nm çapında ve 35-40 nm kalınlığında parçacık boyutlarına ulaşan düşük atomlu kümelerin oluşmasıyla başladığı belirtilmiştir. Ag (I) iyonlarının indirgenmesinin kuantum verimi 0,001' olarak belirtilmiştir [75].

Amini (2016) yaptıkları çalışmada antimikrobiyal ambalaj kolloidal gümüş nanopartiküllerin selüloz nanofiber (CNF) ile karıştırılması ve bu hibrit kaplamanın (CNF/Ag) farklı kağıt alt tabakalar üzerine tabaka halinde çökeltilmesi ile hazırlamışlardır. CNF / Ag kaplı kağıtları daha sonra taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile karakterize etmişlerdir. Ek olarak, antimikrobiyal aktiviteleri ve bariyer ve mukavemet özellikleri değerlendirilmişlerdir. SEM, CNF yüzeyinde Ag nanoparçacıklarının biriktiğini ve kağıt yüzeyinde nispeten pürüzsüz, yoğun bir kaplama tabakasının oluştuğunu göstermişlerdir. Sonuçlarda ayrıca CNF / Ag kaplamasının *Escherichia coli* (Gramnegatif) ve *Staphylococcus aureus* (Gram pozitif) bakterilerine karşı iyi antibakteriyel aktivite sergilediğini göstermişlerdir. Kaplama kaplaması, kağıt yüzey özelliklerinden ve kaplama ağırlıklarından etkilenmiş olsa da, CNF/Ag kaplamalı kağıtların su buharı geçirgenliği, yağ direnci ve gerilme mukavemeti dâhil olmak üzere hemen hemen tüm özellikler (yağlı kağıdın su emilimi hariç) iyileştirilmiş olduğu belirtilmiştir [76].

3 MALZEME VE YÖNTEM

Tez çalışması kapsamında kullanılan ve ticari ismi Ti6Al4V olan titanyum alaşımı Tuzla’da bulunan Varzene Metal San. ve Tic. A.Ş. firmasından temin edilmiştir. Parçaların talaşlı imalatı ise İkitelli Organize Sanayi Sitesinde bulunan Bor Kesici Takım ve Makine San. Tic. Ltd. Şti.’de gerçekleştirilmiştir. Bu tez çalışmasında, Ti6Al4V alaşımının işlenmesinde ve kaplanmasında, farklı kaplama parametreleri ve kalınlıkları kullanılarak, işlenen ve kaplanan parçaların yüzey pürüzlülükleri, biyokorozyon, antibakteriyel ve biyouyumluluk test sonuçları, konuyla ilgili literatür ışığı altında detaylı olarak incelenmiştir. Çalışmada kullanılan malzemenin özellikleri, iş parçasına uygulanan testlerin ve yöntemlerin detayları bu bölümde belirli bir sırayla aşağıda açıklanmıştır.

3.1 Kullanılan İş Parçasının Özellikleri

Bu çalışmada, Varzene Metal San. ve Tic. A.Ş.’den temin edilen 30 mm çapında ASTM standart numarası B348 olan Ti6Al4V titanyum alaşımı çubuklar kullanılmıştır. Deneysel çalışmada kullanılan Ti6Al4V titanyum alaşımının firma tarafından verilen kalite belgesinde kimyasal bileşimi ve mekanik özellikleri sırasıyla Tablo 3.1 ve 3.2’de yer verilmiştir. Ayrıca malzemeye ultrasonik iç çatlak testi ve yüzey çatlak testi uygulandığı rapor olarak bildirilmiştir.

Tablo 3.1: Ti6Al4V titanyum alaşımının kimyasal bileşimi.

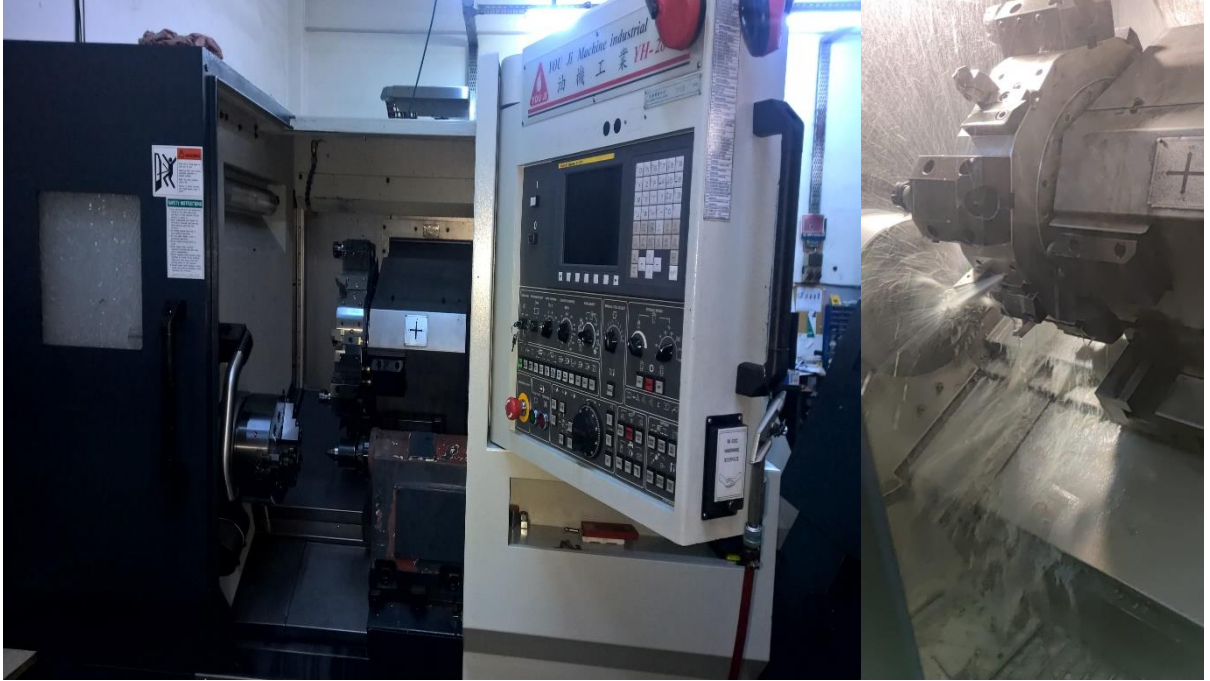
Element	Al, %	V, %	Fe,%	C, %	N, %	H, %	O, %	Ti, %
Ti6Al4V	6,09	3,9	0,13	0,02	0,01	0,001	0,09	Kalan

Tablo 3.2: Ti6Al4V titanyum alaşımının mekanik özellikleri.

Mekanik Özellik	Çekme Dayanımı, Mpa	Akma Dayanımı, Mpa	Sertlik, HV	Uzama, %
Ti6Al4V	992	935	310	21

3.2 İş Parçasının İşlenmesi

Ti6Al4V parçalarının ortogonal yüzey tornalama işlemi YouJi Machine Industrial Co. Ltd. tarafından üretilen, X ve Z eksenli, 550 mm işleme kursuna ve 3000 RPM devire sahip CNC tezgâhta yapılmıştır. Şekil 3.1’de üste işleme tezgâhının fotoğrafı altta ise iş parçasının tezgâhta işleme görüntüsü verilmiştir. Tüm işlemlerde kesme sıvısı olarak %5 ESTRA 320 mikro emülsiyon metal işleme sıvısı ve % 95 su karışımı kullanılmıştır. İş parçaları 30 m/dak kesme hızı, 0,15 mm/dev ilerleme hızı ve 0,6 mm kesme derinlikleri kullanılarak Ø 25 x 2,5 mm boyutlarında hazırlanmıştır. Şekil 3.2’de CNC tornalama işlemi sonrası işlenen parçanın görüntüsüne yer verilmiştir.



Şekil 3.1: Deneysel çalışmada tornalama işlemleri için kullanılan CNC tezgâhı.



Şekil 3.2: CNC tornalama işleminden sonra iş parçasının görüntüsü.

3.3 Kaplama Malzemesinin Hazırlanması

3.3.1 Moringa tozunun hazırlanışı

5 gr moringa tozu 250 ml damıtılmış suya eklenir ve oda sıcaklığında 3 gün bekletilir. Ardından solüsyon steril şırınga filtre ile filtrelendir, moringa ekstratı (öz, esans) elde etmek için ve kullanılabileceği kadar depolanacağı steril cam kaplarda 25 derecede depolanır.

3.3.2 CuO NPs esaslı moringa ekstrat hazırlanması

Hazırlanan CuO NPs esaslı moringa ekstratı yeşil sonikasyon yöntemi ile hazırlandı. 0,08 gr CuCl_2 , 100 ml damıtılmış suda çözülür. Sonra Cu çözeltisi 10 dakika 25 C'de karıştırılır. 0.1gr NaOH, 125 ml damıtılmış suda çözülür ve 10 dakika 25 C'de karıştırılır. İkinci olarak 50 ml moringa ekstratı ve Cu çözeltisi karıştırılır ve 30 dakika sonikasyon edilir. Sonra ekstrat çözeltiye damla damla 1 ml NaOH çözeltisi eklenir. Sonunda, numuneler steril şırınga filtre kullanarak filtrelendir ve vakum desikatörde 25 C'de kullanılabileceği kadar steril cam kaplarda saklanır.

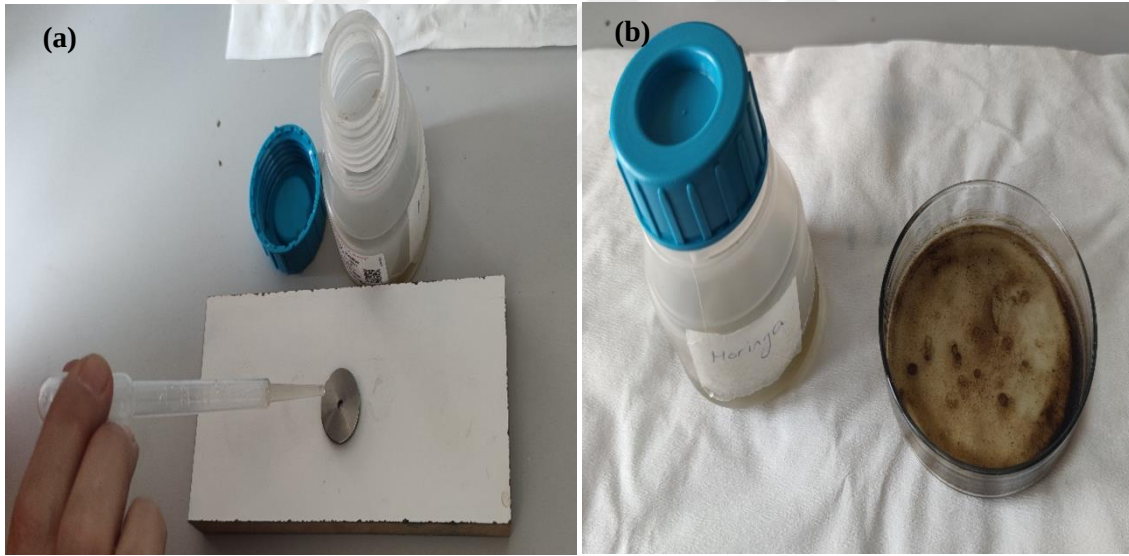
3.3.3 İş Parçasının kaplanması

Damlatarak kaplama yöntemi farklı teknolojik alanlarda farklı uygulamalar için tercih edilmektedir. İnce filmler düz bir altlık tabakasının yüzeyine çözelti damlalarının kaplanması ile oluşturulabilir. Bu yöntemde kaplama için hazırlanan Moringa Cu nanopartiküllerin çözeltisi Ti6Al4V alt malzeme üzerine uygun miktarda damlatılarak uygulanmıştır. Altlık malzeme yüzey kaplama öncesinde kimyasal çözeltiler kullanılarak temizlenmiştir. Alt malzeme kaplama öncesi Ultrasons H-D modeli P selecta markalı Ultrasonik banyo cihazı içinde temizlenmiştir. Temizleme işlemi sonrası daha temiz yüzeyler elde etmek amaçlı ISO LAB tarafından temin edilen Ethanol kullanılmıştır. Temizlenen Ti6Al4V malzemesi üzerine ISOLAB Pastör Pipeti PE 3 ml kullanarak 0,4 ml hacminde 8 adet damlatma işlemi uygulanmıştır. Kaplama işlemi uygulanan altlık iş parçaları İstanbul Üniversitesi–Cerrahpaşa, Fiziksel Kimya ABD Araştırma Laboratuvarı I'de bulunan M420P modeli Elektromag markalı Etüv kullanılarak 60 °C de 1 saat süre ile kurutma işlemi uygulanmıştır. Şekil 3.3 (a) ve (b)'de Elektromag markalı Etüv cihazı ve P selecta markalı Ultrasonik banyo cihazının görüntüsü verilmiştir. Çift kaplamalı iş parçaları için kaplama işlemi aynı şartlar altında tekrarlanmıştır.

Şekil 3.4 (a) ve (b)'de damlatma ile kaplama işlemi ve kaplama malzemesinin görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.3: (a) Elektromag markalı Etüv cihazı, (b) P selecta markalı Ultrasonik banyo cihazının görüntüsü.



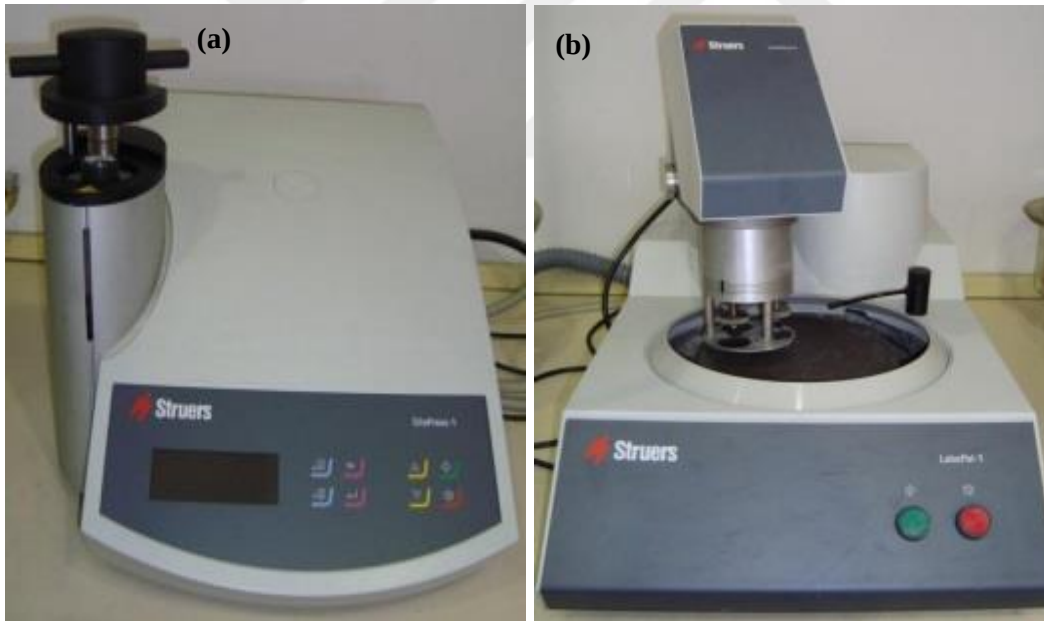
Şekil 3.4: (a) Damlatma ile kaplama, (b) Kaplama malzemesinin görüntüsü.

3.4 Karakterizasyon Çalışmaları

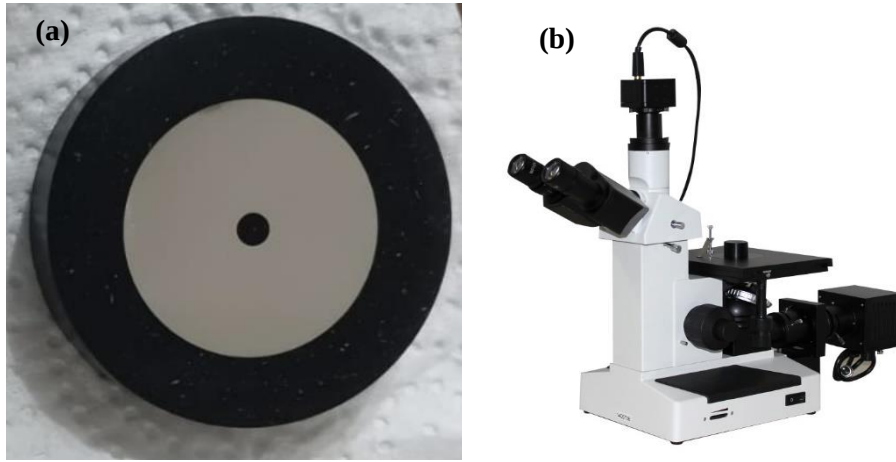
Bu tez çalışmasında, Ti6Al4V alaşımının işlenmesinde ve kaplanmasında farklı kaplama parametreleri ve kalınlıkları kullanılarak iş parçaların yüzeyleri kaplanmıştır. Bu amaçla kaplama sonucu oluşan yüzey pürüzlülük ölçümleri, biyokorozyon, antibakteriyel ve biyouyumluluk, SEM-EDX, FTIR spektrofotometre analiz sonuçlarında kullanılan karakterizasyon çalışmalarının detayları aşağıda verilmektedir.

3.4.1 Optik mikroskop incelemesi

Çalışmada kullanılan Ti6Al4V numune parçalarının mikro yapısını incelemek için Ti6Al4V numuneleri Şekil 3.5 a’da gösterilen Struers Cito Pres-1 cihazında Phenolic Powder kullanarak gömme işlemleri uygulanmıştır. Ölçüm yapılacak yüzey 200-1200 gritlik SiC zımpara ile su altında Şekil 3.5 b’de gösterilen Struers Labo Pol-1 cihazında zımparalama işlemine tabi tutulmuştur. Parlatılan numunelerin yüzeyleri alkol ile yıkanıp sonra kurutulmuştur. Mikroskopik incelemeye hazır hale getirilen numuneler, (%2ml HF+%10ml HNO+%88 ml H₂O) ile dağlama çözeltisi hazırlanarak 60 sn süreyle dağlanmıştır. Dağlama işleminden sonra parçalar su ile yıkanıp yüzeyleri alkol ile temizlendikten sonra kurutulan numuneler incelemeye hazır hale getirilmiştir. Numunelerin mikro yapıları 4XCE CCD dijital invertör metalurjik mikroskop kullanılarak incelenmiştir. Şekil 3.6 (a) ve (b)’de sırasıyla; incelemeye hazır olan numune ve 4XCE CCD dijital invertör metalurjik mikroskop gösterilmiştir.



Şekil 3.5: (a) Struers Cito Pres-1 cihazı, (b) Struers Labo Pol-1 cihazı.



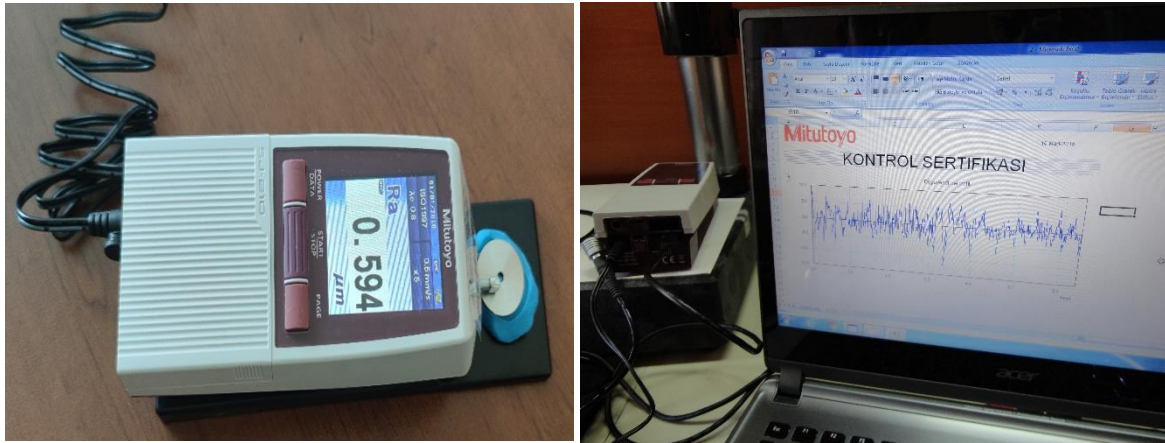
Şekil 3.6: (a) Bakalitli numune, (b) 4XCE CCD dijital invertör metalurjik mikroskop cihazı.

3.4.2 Yüzey pürüzlülüğü ölçümü

Kaplamaların değerlendirilmesi için yüzey pürüzlülüğünün bilinmesi çok önemlidir. Bu tez çalışmasında kaplanmış numunelerin yüzey pürüzlülük ölçümleri, Mitutoyo marka Surf test SJ-210 model cihazda “Surface Roughness Tester SJ-210/310/410” programı kullanılarak tespit edilmiştir. Yüzey pürüzlülük ölçüm cihazına ait özellikler Tablo 3.3’te verilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü, tornada işlenen parçanın özel bir macunla ölçü tablasına sabitlenmesiyle yapılmıştır. Yüzey pürüzlülük ölçümleri, kaplamasız numuneler ve kaplama kalınlığına göre gruplandırılmıştır. Tüm ölçümler sonucunda bulunan yüzey pürüzlülük (Ra) değerlerinin aritmetik ortalaması alınarak yüzey pürüzlülük değerleri hesaplanmıştır. Yüzey pürüzlülük cihazının (solda) ve ölçümü yapılan parçanın (sağda) fotoğrafı Şekil 3.7’te verilmiştir.

Tablo 3.3: Yüzey pürüzlülük ölçümünde kullanılan cihazın özellikleri.

Model	Mitutoyo Surf test SJ-210
Ölçme Hızı, mm/s	0,25, 0,5, 0,75
Ölçme Kuvveti, Mn	0,75
Uç Malzemesi	Elmas
Kesme Uzunluğu (λc), mm	0,08, 0,25, 0,8, 2,5
Değerlendirme Uzunluğu, mm	0,3-16 aralığında



Şekil 3.7: Yüzey pürüzlülük ölçümü.

3.4.3 Biyokorozyon ölçümü

Elektrokimyasal korozyon test çalışması yapay vücut sıvısı içerisinde Potansiyostat (Interface 1000, Gamry, USA) yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Hücre düzeneği olarak 3-elektrotlu elektrokimyasal korozyon ölçüm hücresi kullanılmıştır. Karşı elektrot olarak yüksek yoğunluklu grafit, referans elektrot olarak doymuş kalomel elektrot (SCE), çalışma elektrodu olarak numune kullanılmıştır. Elektrokimyasal korozyon verilerinin elde edilmesi ve analizi bilgisayar programı yardımıyla gerçekleştirilmiştir (Framework ve Echem, Gamry, USA). Bütün deneyler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Numuneler bakır kablo ile bağlanmış ve epoksi içerisine kalıplanmıştır. Öncelikle açık devre potansiyeli (OCP) ölçümü gerçekleştirilmiştir. Açık devre potansiyeli (OCP) ölçümüne 2-3 saat boyunca OCP değeri kararlı hale gelene kadar devam edilmiştir. Ardından Tafel deneyleri gerçekleştirilmiştir. Tafel testleri, OCP değerine göre -250 to +250 mV arasında 1,0 mV/s tarama hızı ile gerçekleştirilmiştir. Biyokorozyom testlerinde ortamı olarak NCM019K Ringers solution kullanılmıştır.

3.4.4 Biyoaktivite çalışmaları

Üretilen Ti6Al4V numunelerinin biyomalzeme olarak kullanılması düşünülmektedir. Üretimi sırasında antibakteriyel ve sitotoksik testler yapılarak vücuttaki ya da implantasyon sırasındaki muhtemel etkisi analiz edilmiştir. Numunelere uygulanan antibakteriyel çalışmalar üniversitemizin mikrobiyoloji laboratuvarında sitotoksik çalışmalar ise yaşam bilimleri laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

3.4.4.1 Antibakteriyel test

Bu tez çalışmasının antibakteriyel testlerinde, Clinical and Laboratory Standards Institute (CLSI) tarafından kullanımı önerilen duyarlılık özelliği bilinen ve Yıldız Teknik Üniversitesi Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümünden temin edilen, *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) (ATCC number: 25923) ve *Escherichia coli* (*E.coli*) (ATCC number: 8739) suşları kullanılmıştır.

Bakteriyel çalışmalardaki çözeltilerin hazırlanması: *S. aureus* ve *E.coli* suşlarıyla yapılan çalışmalarda kullanılacak olan Mueller-Hinton broth (MHB) 21 gr ve Mueller-Hinton agar (MHA) 38 gr tartılarak üzerlerine 1000 mL damıtılmış su ilave edilerek hazırlanmıştır.

Hazırlanan solüsyonların pH değeri 7,4'e ayarlanmıştır. Phosphate-buffered saline (PBS) (Sigma P4417) solüsyonu 1 tabletin 200 mL damıtılmış suda çözülmesi ile hazırlanmıştır ve pH değeri 7,4'e ayarlanmıştır. MHB, MHA ve PBS çözeltisi daha sonra 121°C' de 20 dakika otoklavlama ile sterilize edilmiştir. MHA steril tek kullanımlık petrilere dökülerek kullanıma hazır hale getirilmiştir. Öncelikle, bakteri stok kültürlerinden taze bakteri kültürü hazırlanmıştır. 10⁹ cfu/mL olacak şekilde hazırlanan bakteri süspansiyonundan 100 µL MHA yüzeyine homojen olarak yayılmış 24 saat 37°C'de inkübe edilmiştir. Çalışmada kullanılan *E. coli* ve *S. aureus* bakterilerinin, MHA petrilere birkaç iyi izole edilmiş kolonisinin MHB içerisinde 37°C'de ve 200 rpm'de çalkalamalı bir inkübatörde bir gece süreyle inkübe edilmesi ile bakteri süspansiyonları elde edilmiştir [77]. Süspansiyonlar daha sonra UV spektrofotometrede ölçülerek, 600 nm'de OD 0,1-0,2 absorbans aralığında olana kadar steril MHB ile seyreltilmiştir. Bu konsantrasyon aralığındaki bakteri solüsyonu 10⁸ cfu/mL olarak kabul edilmiştir. Bu seyreltilmiş bakteri kültürleri testte çalışma kültürü olarak kullanılmıştır.

Antibakteriyel aktivite testi: Bu tez çalışmasında, malzeme numunelerinin Gram-pozitif *S. aureus* ve Gram negatif *E.coli* bakterilerine karşı antibakteriyel özellikleri değerlendirmek için koloni sayma yöntemi kullanılmıştır. Tüm numuneler, deneylerden önce 121°C' de 20 dakika otoklavlama ile sterilize edilmiş ve antibakteriyel çalışma steril ortamda gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan *S. aureus* ve *E.coli* bakteri solüsyonlarından 10 µL alınarak kaplamasız, tek kaplamalı ve çift kaplamalı malzeme numunelerinin yüzeylerine ayrı ayrı damlatılarak inoküle edildi. Bu malzemeler 37 °C'de ve 1 saat boyunca %90'ın üzerinde bağıl nemde inkübe edilmiştir. Daha sonra canlı kalan mikroorganizmaların geri kazanılması için malzeme

numuneleri 10 mL MHB besiyeri içeren steril kaplara aktarıldı. Şekil 3.8’de kullanılan steril kaplar gösterilmiştir.



Şekil 3.8: Kullanılan steril kaplar.

Bu şekilde 30 dakika oda sıcaklığında tutulan malzeme numuneleri alınarak 0, 2, 4, 8 ve 24. saatlerde 10^{-8} 'e kadar seyreltmeler yapılmıştır. Her seyreltiden 100 µl 'lik numuneler alınarak drigalski spatülü ile MHA agar petrilere yayıldı. Petriler 37 °C'de 24 saat inkübe edildikten sonra, ortamda gelişen koloni sayısı sayılarak % öldürme 4.1'deki şekildeki denklem ile hesaplanmıştır.

$$\% \text{öldürme} = \frac{\text{kontrol koloni sayısı} - \text{test numunelerindeki koloni sayısı}}{\text{kontrol koloni sayısı}} \times 100 \quad (4.1)$$

3.4.4.2 Sitotoksiste (MTT) testi

Metalik malzemenin mekanik özelliklerinin yanında metalik malzemenin biyoyumluluk özelliği de oldukça önemlidir. Malzeme etrafını çevreleyen dokular üzerinde kaplama malzemesinin ve metalik malzemenin pıhtı ve iltihap oluşumu vb. olumsuz etkilere sebep olup olmadığını ve vücudun bu malzemelere karşı tepkisini ölçmek için biyoyumluluk testlerinin yapılması kaçınılmaz bir durumdur. Bu tez çalışmasının biyoyumluluk testleri ISO 10993-5 biyoyumluluk test standartlarına uygun olarak MTT sitotoksiste testi ile L929 fare fibroblast hücreleri kullanılarak yapılmıştır [78].

Numunelerin Hazırlanması: Tek kaplamalı, çift kaplamalı ve kaplamasız Ti6Al4V numunelerimiz otoklavda sterilize edildi. Daha sonra üzerlerine 5 ml FBS'siz DMEM F12 besiyeri eklenerek 37 °C'de 7 gün inkübe edildi. Numunelerle etkileşen besiyerinden 1., 4., ve 7. günlerde örnek alınarak +4°C'de muhafaza edildi.

Hücrelerin Aktivasyonu: Azot tankından L929 (fare fibroblastı) hücreleri çıkarıldı ve 37°C'deki suda çözöldü. 4 ml %10 FBS'li DMEM F12 besiyerine hücreler aktarıldı ve 1000 rpm'de 5 dak. santrifüj edildi. Santrifüj sonrası üst fazlar uzaklaştırıldı. Hücreler 25 cm²'lik flaska 5 ml %10 FBS'li DMEM F12 besiyeri ile birlikte aktarıldı. Şekil 3.9'da hücreleri içeren 25 cm²'lik flask gösterilmiştir.



Şekil 3.9: Hücreleri içeren 25 cm²'lik flask

Hücre Sayımı: Hücreler flaskın %90'ını kapladığı zaman besiyeri flasktan uzaklaştırılmıştır ve 1 mL tripsin-EDTA solüsyonu eklenip 5 dak. inkübatörde bekletilmiştir. Hücrelerin yüzeyden ayrıldığı gözlemlendikten sonra flaska 2 mL besiyeri eklenmiştir ve hücreler falkona aktarılmıştır. Hücreler 1000 rpm hızında 5 dak. santrifüjlenmiştir. Santrifüj sonrası dibe çöken hücre peleti besiyeri ile 1 mL'ye tamamlanıp birkaç kez pipetaj yapılarak homojen hale getirilmiştir. Hücre sayımı için ependorfa 50 µl tripan mavisi, 48 µl besiyeri ve 2 µl hücre aktarılmıştır. Ependorftan örnek alınıp Thoma lamında sayım yapılmıştır denklem (4.2).

$$\begin{aligned}\text{Toplam Hücre Sayısı} &= \text{Ortalama Hücre Sayısı} \times \text{Seyreltme Faktörü} \times 10^4 & (4.2) \\ &= 2 \times 50 \times 10000 \\ &= 1.000.000 \text{ hücre}\end{aligned}$$

Hücrelerin 96 Kuyucuklu Mikroplaklara Ekimi: Sayım yaptığımız 1.000.000 hücre, 100 µl’de 10.000 hücre olacak şekilde besiyeri ile 10 mL’ye tamamlandı. Sonrasında her kuyucuğa 10.000 hücre ekilerek 24 saat inkübasyona bırakıldı.

Kuyucuklara Numunelerin Eklenmesi: 24 saat inkübasyon sonunda hücrelerin kuyucukları kapladıkları gözlemlendi. Besiyerinin tamamı çekilerek 1., 4. ve 7. günün numunelerinden 100’er µl kuyucuklara eklendi. Bu 8 tekrarlı biçimde yapıldı. Hücreler numunelerle birlikte 24 saat inkübe edildi. Tablo 3.4’te MTT testindeki plate düzeni verilmiştir.

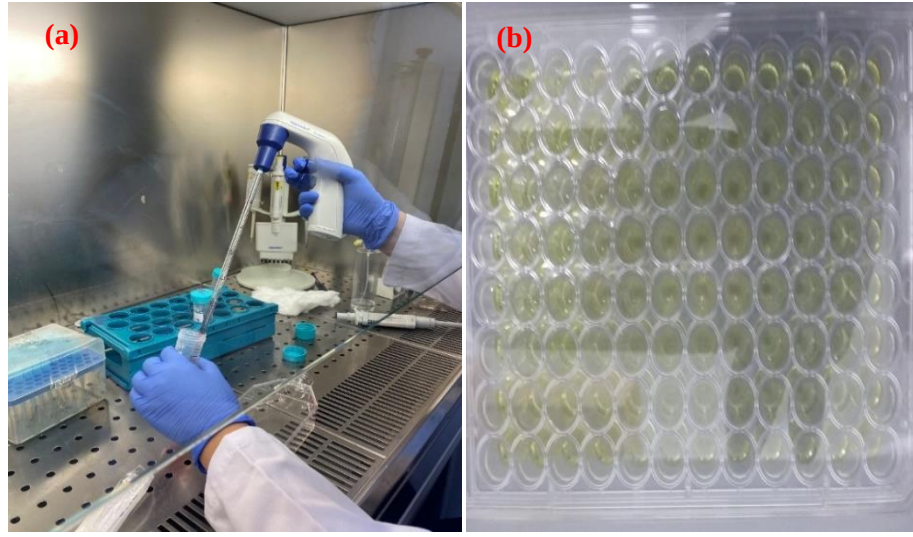
Tablo 3.4: MTT testindeki plate düzeni.

1. GÜN				4. GÜN				7. GÜN			
K	Ç	T	N	K	Ç	T	N	K	Ç	T	N
K	Ç	T	N	K	Ç	T	N	K	Ç	T	N
K	Ç	T	N	K	Ç	T	N	K	Ç	T	N
K	Ç	T	N	K	Ç	T	N	K	Ç	T	N
K	Ç	T	N	K	Ç	T	N	K	Ç	T	N
K	Ç	T	N	K	Ç	T	N	K	Ç	T	N
K	Ç	T	N	K	Ç	T	N	K	Ç	T	N
K	Ç	T	N	K	Ç	T	N	K	Ç	T	N

*Ç: Çift Kaplamalı Ti6Al4V, T: Tek Kaplamalı Ti6Al4V, N: Kaplamasız Ti6Al4V, K: Kontrol

MTT Testinin Uygulanması: İnkübasyonun 24. saatinde kuyucukların her birine 10 µl steril MTT solüsyonundan (10 mg/mL) eklendikten sonra 4 saat inkübasyona bırakılmıştır. Bu süre sonunda hücre canlılığının göstergesi olan formazan kristallerinin oluşması beklenmiştir. Oluşan formazan kristallerini çözmek için kuyucukların her birine 100 µl DMSO eklenmiştir ve karanlıkta 15 dakika daha bekletilmiştir. Sonrasında mikropilaka 540 nm dalga boyunda ELISA plaka okuyucu cihazında okutulurken, kuyucuklardaki absorbans değerleri tespit edilmiştir. Bu absorbans değerlerinden 4.3’te verilen dekleme göre hücrelerin canlılığı hesaplanmıştır. Şekil 3.10 (a), (b) ve Şekil 3.11’ sırasıyla; hücrelerin aktarılması ve MTT solüsyonunun 96’lık plate eklenmesi ve MTT testinde yapılan çalışmalar gösterilmiştir.

$$\% \text{ Canlılık} = \frac{\text{Deney Grubu Absorbansı}}{\text{Kontrol Grubu Absorbansı}} \times 100 \quad (4.3)$$



Şekil 3.10: (a) Hücrelerin aktarılması ve (b) MTT solüsyonunun 96'lık plate eklenmesi.



Şekil 3.11: MTT testinde yapılan çalışmalar.

3.4.5 SEM-EDX analizleri

Kaplama solüsyonunda kullanılan Moringa Cu nanopartiküllerin ve kaplama yüzeylerinin morfolojisi ve büyüklüğü; Doğu Anadolu Yüksek Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan Zeiss Sigma 300 model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelendi. Görüntüleme için, numuneler çift taraflı yapışkan karbon iletken bantlara yapıştırıldı ve plakalara monte edildi. Ayrıca, SEM'in enerji saçınımlı x ışını spektroskopisi (EDX), biyosentez Cu-NPs'lerin element yapısı kantitatif olarak belirlemek için kullanıldı. EDX analizi SEM ile bağlantılı olarak çalışmaktadır. SEM'de elektron demeti, katı örnek yüzeyi üzerine yüksek enerjili bir elektron demeti gönderir ve yüzeyden çeşitli sinyaller alır. Bu sinyaller, ikincil elektronlar ve elektron mikroprob için kullanılan x ışını elektron demetleridir. EDX elektron bombardımanına tutulan örneğin gönderdiği x ışını emisyonunu

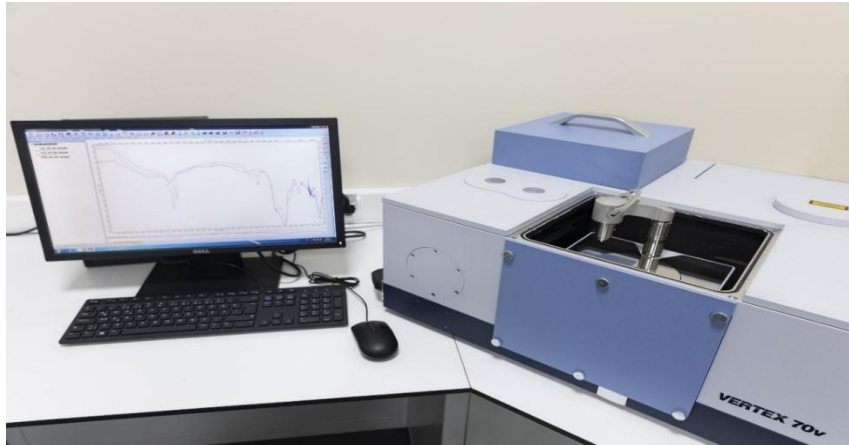
ölçer. Dalga boylarındaki farklılıklardan ölçüm yapılır [79]. Çalışmada kullanılan SEM cihazının görüntüsü aşağıda Şekil 3. 12’de verilmiştir.



Şekil 3.12: SEM cihaz görüntüsü.

3.4.6 Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) analizleri

Bu çalışmada yaklaşık 0,5 gr sonokimyasal yöntem ile sentezlenmiş Cu-NP katı toz formdaki numuneler Doğu Anadolu Yüksek Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi’nde bulunan Bruker VERTEX 70v marka FTIR Spektrofotometresi kullanılarak $4000\text{ cm}^{-1} - 400\text{ cm}^{-1}$ aralığında tarandı. Elde edilen sonuçlar, kütüphane veri tabanlı, kızılötesi tablosuyla karşılaştırılarak yorumlandı. Çalışmada kullanılan FTIR cihazının görüntüsü aşağıda Şekil 3.13’te verilmiştir.



Şekil 3.13: Çalışmada kullanılan FTIR cihazının görüntüsü.

3.4.7 X -Işını kırınımı (XRD) analizi

Kaplama malzemesini daha detaylı incelemek için çalışmada kullanılan Moringa-Cu'a XRD analizleri uygulanmıştır. Bu çalışmanın XRD analizlerinde, 5 kV/40 mA'de bir numune 4° /dak tarama hızında 2θ - θ , 10-90° açı aralığında, PANalyticalEmpyrean markalı cihaz kullanılmıştır. Şekil 3.14' te Atatürk Üniversitesi Doğu Anadolu Yüksek Teknolojileri Uygulama ve Araştırma Merkezinde (DAYTAM) bulunan ve bu çalışmanın XRD analizinde kullanılan cihaz gösterilmiştir.



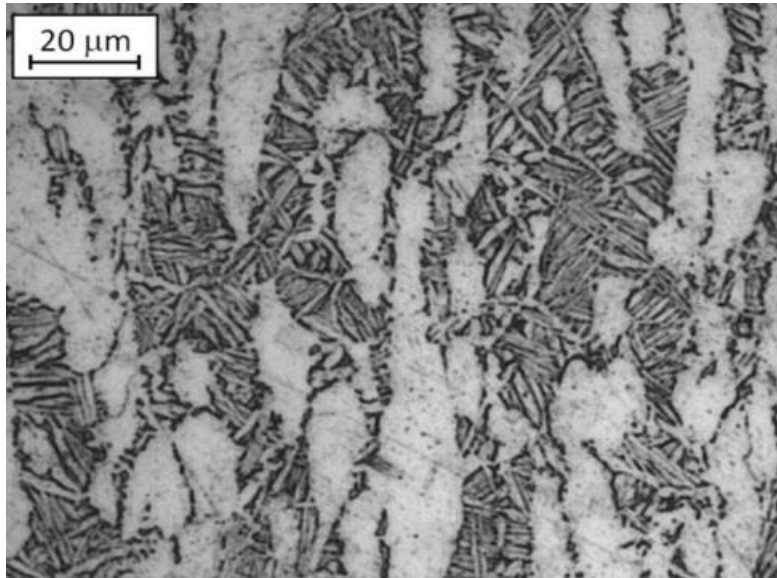
Şekil 3.14: PANalyticalEmpyrean XRD cihazı.

4 BULGULAR

Bu bölümde, tıp ve biyomedikal alanda biyomalzeme olarak sıklıkla kullanılan Ti6Al4V alaşımının üzerine yapılan test sonuçları verilmiştir. Deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen sonuçlar ve bu sonuçlara neden olduğu düşünülen etkilerin ve sebeplerin değerlendirilmesi yapılmıştır. Değerlendirmeler her bir test sonucu için münferit olarak gerçekleştirilerek raporlandırılmıştır. Bu bölümde mikroyapı incelemeleri, yüzey pürüzlülüğünün sonuçları, biyokorozyon testi, antibakteriyel testi, biyoyumluluk test sonuçları, SEM-EDX analizleri, FTIR ve XRD analizleri yapılmıştır.

4.1 Mikroyapı İncelemeleri

Optik mikroskop ile yapılan metalografik incelemeler sonucunda, elde edilen Ti6Al4V numunesinin mikroyapı görüntüsü Şekil 4.1’de verilmiştir. Ti6Al4V titanyum alaşımı başlangıçta orijinal alfa (α) ve beta (β) fazlarından oluşmaktadır. Ti6Al4V alaşımının, α + β tane yapısına sahip olduğu ve sertlik değerinin 78,3 HRB olduğu tespit edilmiştir. Bu alaşım ve üretim sonrası uygulanan tavlama sıcaklığına göre teorik olarak beklenen faz dağılımı yaklaşık olarak %92 alfa (α), %8 beta (β) fazı şeklinde olmaktadır. Yapının faz oranları miktarında uygulanan tavlama sıcaklığı ve malzeme ısıtım işlem geçmişi oldukça önemlidir.



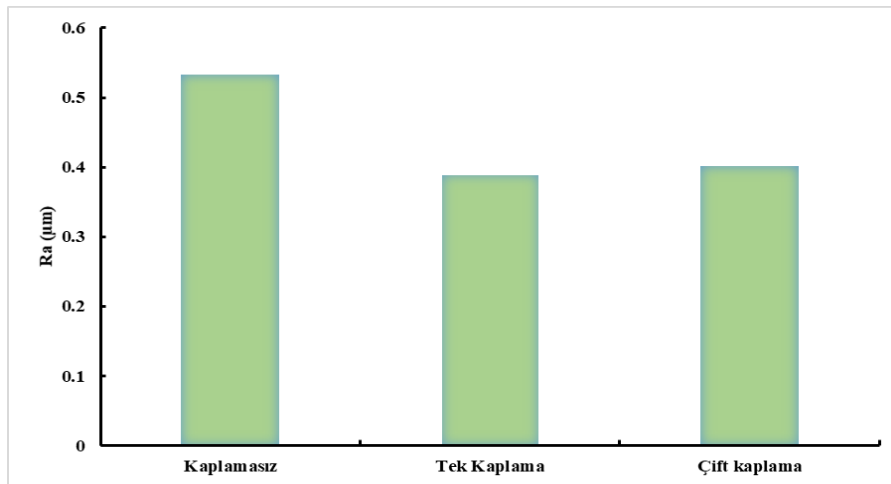
Şekil 4.1: Ti6Al4V numunesine ait mikroyapı görüntüsü.

4.2 Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçları

Farklı imalat yöntemleriyle üretilen parçaların aynı yüzey pürüzlülüğü değerlerinde, bazı durumlarda sürtünme, korozyon ve yorulma dayanımı farklı davranışlar göstermektedir. Üretilecek malzemelerin yüzey kalitesinin geliştirilmesinde ve belirlenmesinde yüzey pürüzlülüğü ölçümü oldukça önemli bir yere sahiptir. Yüzey kalitesinin artması, pürüzlülük değerinin azaltılması ile sağlanmaktadır, bu da kaplama yöntemleriyle mümkündür. Aksi takdirde gereksiz yere maliyet artışına ve zaman kaybına sebep olur. Tablo 4.1’de kaplamasız, tek kaplamalı ve çift kaplamalı yapılan Ti6Al4V alaşımı parçalarının yüzeylerinin ortalama yüzey pürüzlülük değerleri verilmektedir. Her bir kaplama tabakası için dört parçanın yüzeyleri kaplanmıştır. Damlatma yöntemiyle kaplanan numunelerin her bir yüzeyin farklı noktalardan üç ölçüm yapılarak ortalamaları alınmıştır. Böylece farklı kaplama kalınlıkları ile kaplanan yüzeylerin yüzey pürüzlülük ölçümleri yapılmıştır. Değişen kaplama kalınlıkları kaplanan yüzeylerdeki pürüzlülük değerlerinin değişimini daha net anlamak için grafik gösterimi Şekil 4.2’de verilmiştir.

Tablo 4.1: Yüzey Pürüzlülüğünün Sonuçları

No	Yüzey Pürüzlülüğü (Ra) μm		
	Kaplamasız (Kontrol)	Tek Kaplamalı	Çift Kaplamalı
1	0,594	0,513	0,451
2	0,517	0,326	0,423
3	0,495	0,364	0,377
4	0,528	0,359	0,359
Ort.	0,533	0,390	0,402



Şekil 4.2: Yüzey pürüzlülüğünü sonuçları.

Tablo 4.1 ve Şekil 4.2 incelendiğinde tek tabakalı kaplamanın yapılmasıyla yüzey pürüzlülük değerinin ortalama olarak $0,533 \mu\text{m}$ 'den $0,390 \mu\text{m}$ 'ye düştüğü görülmektedir. Cu - Moringa NPs'leriyle Ti6Al4V tek kaplama sonucu yüzey pürüzlülüğü ortalama olarak %37 oranında azalmıştır. Çift kaplamaya göre değerlendirildiğinde ise; yüzey pürüzlülüğü değerinde çok az oranda artış meydana gelmiştir. Yüzey pürüzlülüğü değeri $0,402 \mu\text{m}$ 'ye artarak tek ve çift kaplama arasında %3 oranında artış tespit edilmiştir. Bunun sebebi ise; ikinci kaplama ile kaplama tabakasının artması ve yüzey dalgalarının oluşması ile açıklanabilir. Aynı çalışmada kaplamasız numuneler ile çift kaplamalı numunelerinin yüzey pürüzlülüğü arasında %33 değerinde azalma ölçülmüştür.

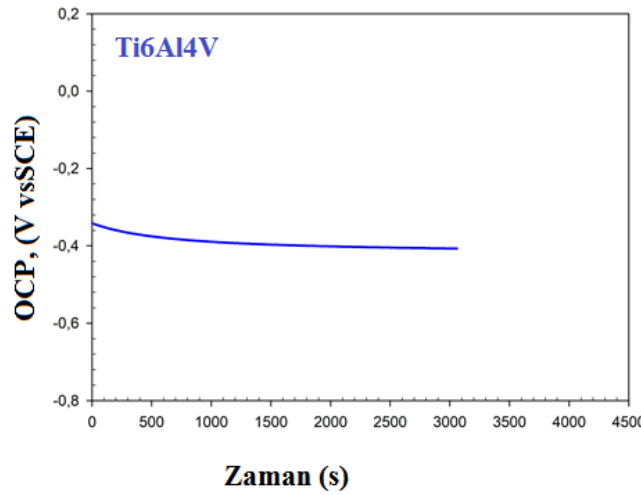
4.3 Biyokorozyon Test Sonuçları

Titanyum alaşımları çok yüksek korozyon direncine sahip malzemeler olarak bilinirler. Titanyum, 1,63 voltluk galvanik karakter değeri ile alüminyuma oldukça yakındır. Bundan dolayı titanyumun üstün bir soy yapıya sahip olduğu söylenemez. Buna karşın titanyumun pek çok farklı kullanım ortamında üstün korozyon direnci gösterdiği bilinen bir gerçektir. Bunun temel sebebi ise titanyum yüzeyinde oluşan kararlı ve koruyucu TiO_2 tabakasıdır. Oluşan bu oksit tabakası yapısal bütünlüğünü korur ve hasara uğradığında ise hızlı bir şekilde tekrar oluşur. Bu tabakanın oluşumuna izin veren ortamlarda titanyum, korozyona karşı oldukça dirençlidir. Hipoklorürler, sülfatlar, klorürler, sülfürler gibi tuz çözeltileri nitrik ve kromik asit çözeltileri bu ortamlara örnek olarak verilebilir. Ancak sülfürik, hidroklorik ve fosforik asitler gibi indirgen ortamlarda TiO_2 tabakasının kırılmasına ve korozyon direncinin düşmesine yardımcı olur. Bu tür işlemlerde korozyon direncini artırmak için yüzey filminde oksit tabakasını etkileyecek işlemler yapılabilir [80].

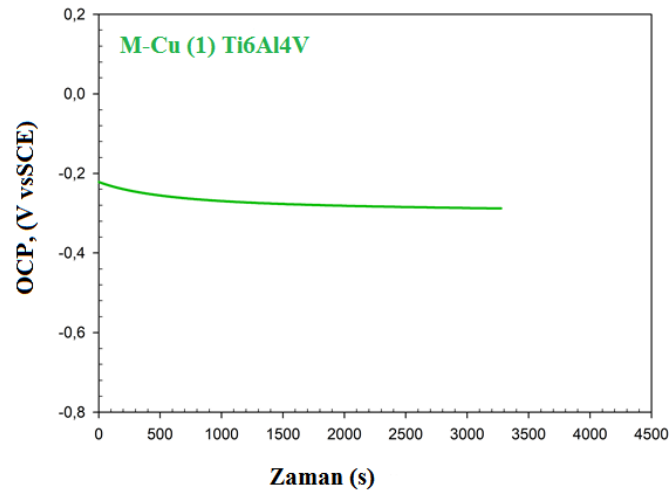
Titanyum alaşımları farklı ortamlarda gösterdiği korozyon direncindeki artış veya azalma olayı malzemenin yüzey yapısını veya iç yapısını etkileyen işlemlerin sonucudur. Bu nedenle kaplama işleminin diğer özelliklere olan etkilerinin yanında korozyon özelliklerine etkisinin araştırılması oldukça önemlidir. Bu amaç doğrultusunda korozyon testi yapılmasına karar verilmiştir. Ti6Al4V numune parçaları ile çözeltide yapılan önceki çalışmalar incelendiğinde, numuneler yüzeyinde pasif bir film oluşumu şeklinde meydana geldiği tespit edilmiştir [81, 82]. Deneyler sonucu elden veriler grafikler şekline getirilmiştir. Şekil 4.3, Şekil 4.4, Şekil 4.5 ve Şekil 4.6 sırasıyla; Ti6Al4V alaşımının Açık Devre Potansiyel (OCP) testi sonucu (Kaplamasız

kontrol), Ti6Al4V alařımının Aık Devre Potansiyel (OCP) testi sonucu (Moringa-Cu tek kaplamalı), Ti6Al4V alařımının Aık Devre Potansiyel (OCP) testi sonucu (Moringa-Cu ift kaplamalı) ve Ti6Al4V alařımının Aık Devre Potansiyel (OCP) testi sonucu (hepsi) gsterilmiřtir. OCP lm deneylerinin temel amacı yapılan test řartları altında malzemenin korozyona karřı olan potansiyelinin llmesi ve korozyona karřı istikrarlı yzey filminin oluřturma potansiyelinin belirlenmesidir.

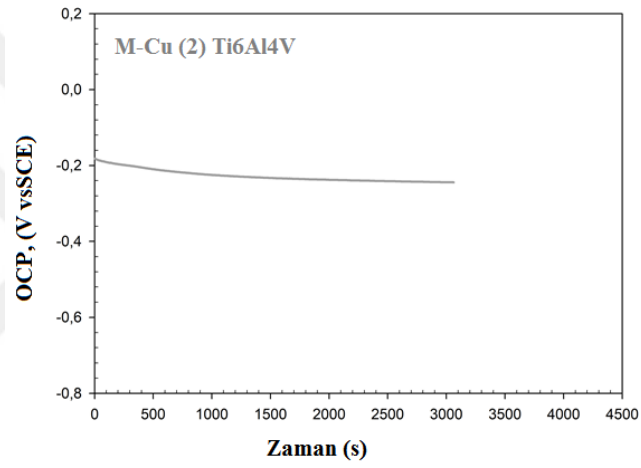
Bu testler sonucunda oluřan eęrinin pozitif yne doęru ykselmesi yzeyde pasif bir film tabakasının oluřmasına iřaret etmektedir [83], bu eęilimin testler boyunca devam etmesi oluřan tabakanın kendini koruduęu ve kırılmadıęını gsterir. Ancak bu eęrinin negatif yne doęru potansiyelde azalma gstermesi yzeyde oluřan filmin kendini koruyamadıęı ve hasara uęradıęını iřaret eder. řekil 4.3 - řekil 4.6 arasındaki (OCP)–zaman grafikleri incelendięinde; kaplamanın yzeylerde koruyucu film oluřturduęu grlmektedir. Kaplamasız kontrol malzemesinde (OCP) deęeri -0,35 (V) iken bu deęerin Moringa-Cu nanopartikllerle tek kaplama sonucu -0,22 (V)’a doęru kaydıęı grlmektedir. Tek kaplama sonucu oluřan yzey film tabakası kendisini % 37,14 artıř ile koruduęu tespit edilmiřtir. Kaplama kalınlıęının artırılmasıyla OCP deęerinin -0,18 (V)’a kadar ykseldięi grlmektedir. Moringa-Cu nanopartikller ile ift kaplama sonucu oluřan yzey film tabakası tek kaplamalı numunelere gre ise %18 artıř ve kaplamasız kontrol numunelerine gre % 49 artıř ile koruduęu tespit edilmiřtir.



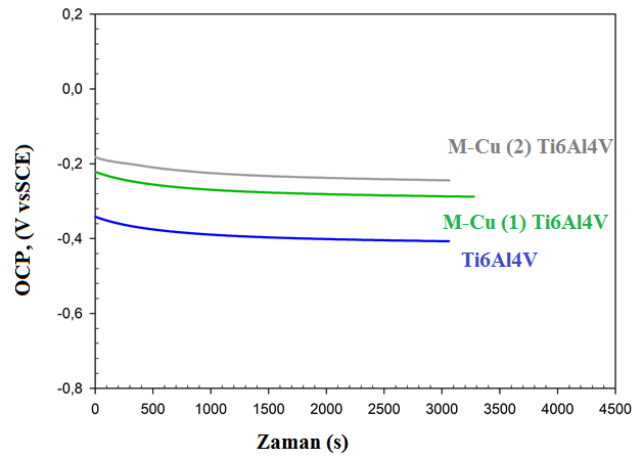
řekil 4.3: Ti6Al4V alařımının Aık Devre Potansiyel testi sonucu (Kaplamasız kontrol).



Şekil 4.4: Ti6Al4V alaşımlarının Açık Devre Potansiyel testi sonucu (Moringa-Cu tek kaplamalı).



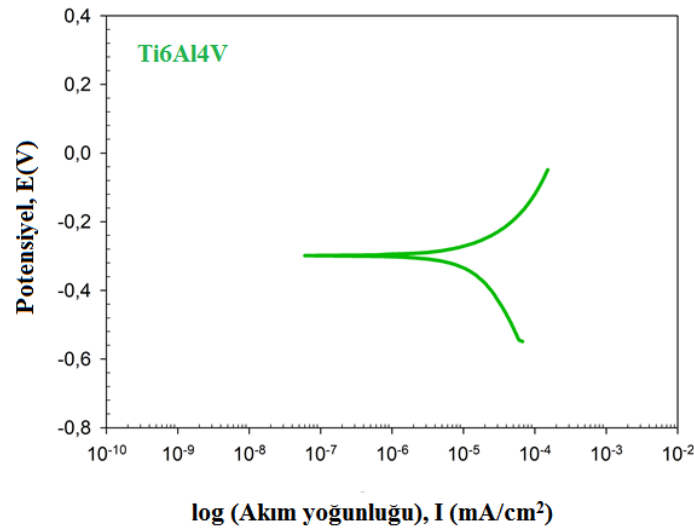
Şekil 4.5: Ti6Al4V alaşımlarının Açık Devre Potansiyel testi sonucu (Moringa-Cu çift kaplamalı).



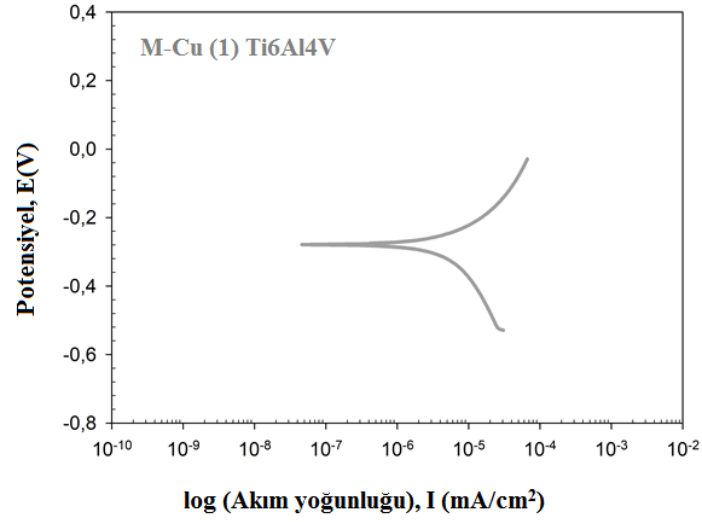
Şekil 4.6: Ti6Al4V alaşımlarının Açık Devre Potansiyel testi sonucu (hepsi).

Ti6Al4V parçalarının korozyon direncindeki değişiklikleri gözlemlemek için yapılan bir diğer test de potansiyodinamik polarizasyon testidir. Şekil 4.7, Şekil 4.8, Şekil 4.9 ve Şekil 4.10 sırasıyla; Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (kaplamasız kontrol), Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (Moringa-Cu tek kaplamalı), Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (Moringa-Cu çift kaplamalı) ve Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (hepsi) grafikler halinde verilmiştir. Grafikten I_{corr} ve E_{corr} değerleri test cihazının yazılımı aracılığıyla Tafel yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Şekil 4.7 - Şekil 4.10 arasındaki Tafel eğrisi grafikleri incelendiğinde; farklı kaplama miktarlarına sahip olan eğrilerin birbirine benzer olduğu görülmektedir. Korozyon araştırma alanında, düşük korozyon akımı ve yüksek korozyon potansiyeli, düşük korozyon hızı ve yüksek korozyon direnci şeklinde ifade edilmektedir [84, 85].

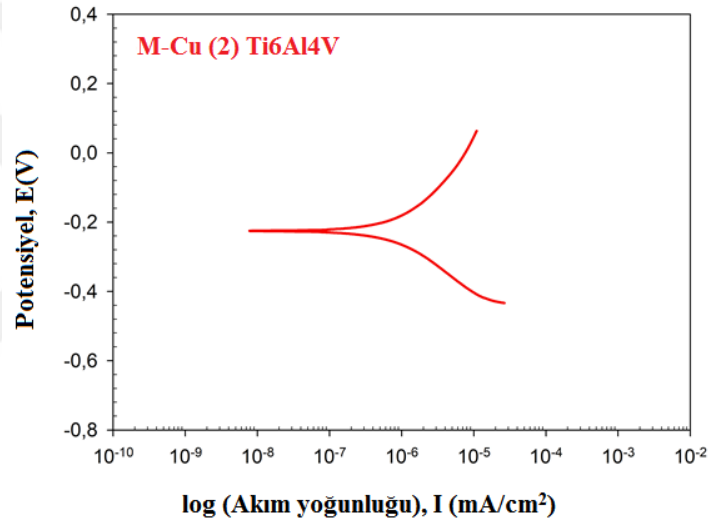
Elde edilen Tafel eğrisi sonuçlarında Moringa-Cu kaplamasının artmasıyla potansiyelin katodik bölgeye doğru kaydığı çok net bir şekilde görülmektedir. Kaplama sonucu Tafel eğrisinin potansiyelin katodik bölgeye doğru kaymasıyla korozyon yüzeyinin pasifleşme eğiliminin azaldığı anlaşılmaktadır. Ancak elde edilen değerler incelendiğinde, kaplamasız kontrol Ti6Al4V numunelerinde korozyon direncinin daha düşük olduğu görülmektedir. Tafel eğrilerine göre; kaplamanın artmasıyla; en yüksek korozyon oranı kaplamasız Ti6Al4V alaşımlarında, en düşük korozyon oranı ise çift kaplamalı Moringa-Cu alaşımlarında elde edilmiştir.



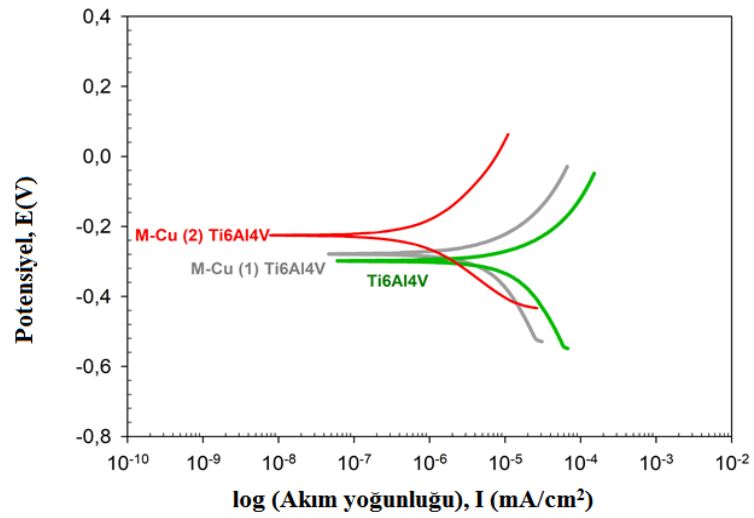
Şekil 4.7: Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (kaplamasız kontrol).



Şekil 4.8 : Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (Moringa-Cu tek kaplamalı).



Şekil 4.9: Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (Moringa-Cu çift kaplamalı).



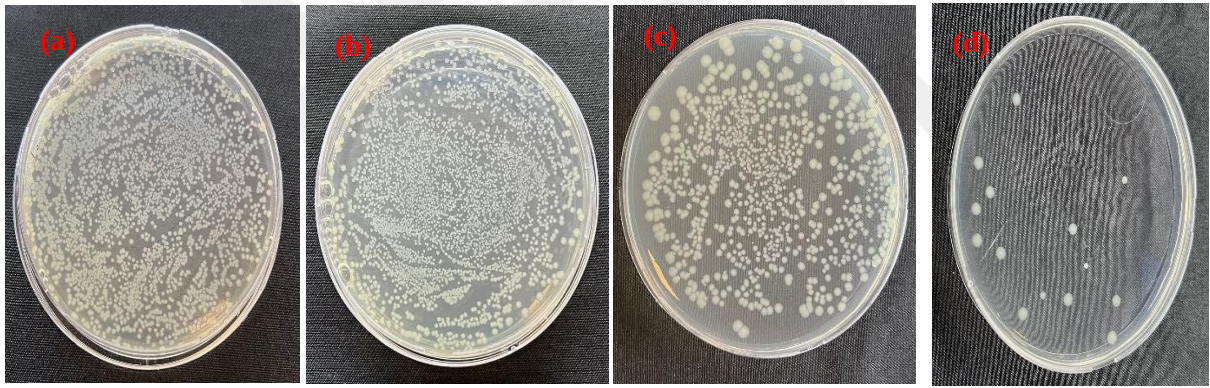
Şekil 4.10 :Ti6Al4V alaşımının Tafel eğrisi (hepsi).

4.4. Biyoaktivite Test Sonuçları

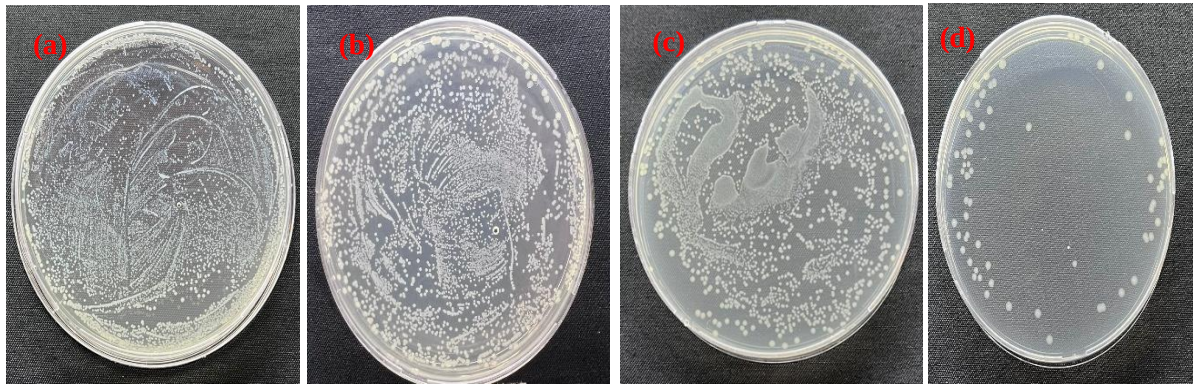
Biyoaktivite testleri kapsamında Ti6Al4V alaşımının kaplamasız hali malzeme kontrolü olarak ve Ti6Al4V alaşımının Moringa-Cu tek kaplamalı ile Ti6Al4V alaşımının Moringa-Cu çift kaplamalı numunelerinin antibakteriyel ve sitotoksiste testleri yapılmıştır.

4.4.1. Antibakteriyel test sonuçları

Biyoaktivite testleri kapsamında sadece bakteriler (*S. Aureus* ve *E.coli*) antibakteriyel test kontrolü olarak, Ti6Al4V alaşımının kaplamasız hali malzeme kontrolü olarak ve Ti6Al4V alaşımının Moringa-Cu tek kaplamalı ile Ti6Al4V alaşımının Moringa-Cu çift kaplamalı numunelerinin antibakteriyel testleri yapılmıştır. 24. saatte *E.coli* Numune, kontrol, tek kaplama ve çift kaplama numunelerinin antibakteriyel test sonuçları Şekil 4.11 ve Şekil 4.12’de verilmiştir.



Şekil 4.11: (a) *E.coli* kontrol, (b) *E.coli* numune kontrol, (c) *E.coli* tek kaplama ve (d) *E.coli* çift kaplama antibakteriyel test sonuçları.



Şekil 4.12: (e) *S. Aureus* kontrol, (f) *S. Aureus* numune kontrol, (g) *S. Aureus* tek kaplama ve (h) *S. Aureus* çift kaplama antibakteriyel test sonuçları.

Şekil 4.11 ve Şekil 4.12'deki *S. Aureus* ve *E.coli* çözeltilisindeki numunelerin sonuçlarına bakıldığında, antibakteriyel aktivitenin kaplama malzemesi Moringa-Cu kaplamasına göre değişkenlik gösterdiği görülmüştür. Numunelerde ortak bulunan Moringa-Cu kaplamasının antibakteriyel etkinlik gösterdiği belirlenmiştir. En etkili antibakteriyel aktivite Moringa-Cu çift kaplamada görülürken Moringa-Cu tek kaplamada Moringa-Cu çift kaplamaya göre daha az antibakteriyel etkinlik görülmekle birlikte yine de antibakteriyel aktivite görülmüştür.

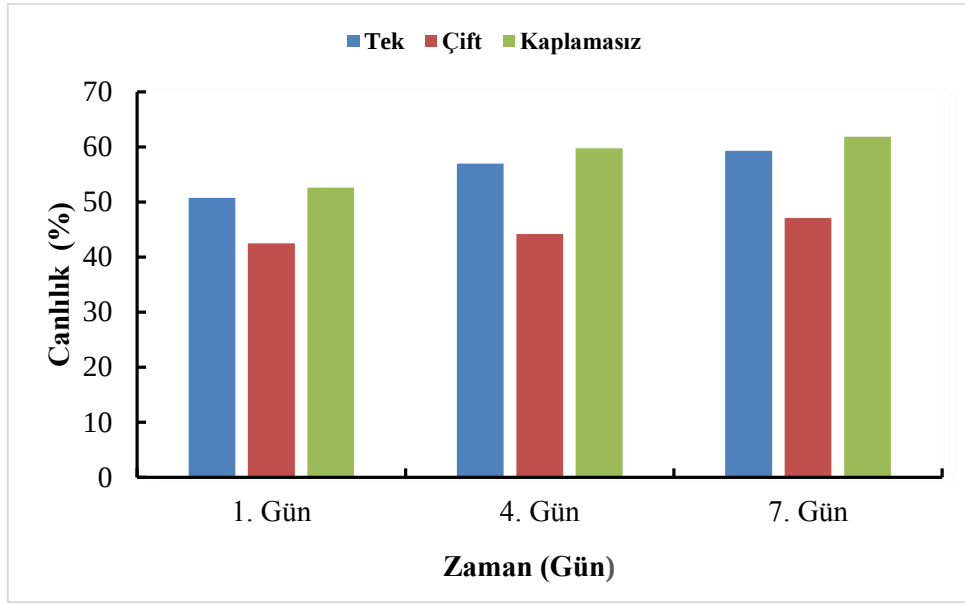
Koloni sayılarının yoğunluğu ile canlılık oranı yüksek olduğu için antibakteriyel özellik ters orantıdadır. Alınan sonuçlar numunelerin kaplaması arttıkça antibakteriyel özelliğinin de arttığını göstermektedir.

4.4.2. Sitotoksosite (MTT) test sonuçları

3.4.4.2. Bölümünde anlatıldığı şekliyle numunelerden elde edilen 1, 4 ve 7. gün süpernatantlarının 24 saat inkübasyonu sonrası canlı hücrelerde oluşan MTT formazanlar, kuyucukların tabanında mor kristaller şeklinde görülmüştür. DMSO ilavesi ve bekleme sonrası formazan kristallerin çözülmesini takiben absorbans ölçümü yapılmıştır. UV spektro okuyucuda 540 nm dalga boyunda yapılan ölçüm sonuçlarına göre elde edilen % canlılık değerleri tablo 4.2'de ve Şekil 4.13'de MTT testi sonuçlarının grafik görünümü verilmiştir.

Tablo 4.2: Günlere göre MTT testi sonuçları.

1. GÜN			4. GÜN			7. GÜN		
Çift Kaplama	Tek Kaplama	Kaplamasız Yüzey	Çift Kaplama	Tek Kaplama	Kaplamasız Yüzey	Çift Kaplama	Tek Kaplama	Kaplamasız Yüzey
%42,48	%50,78	%52,59	%44,18	%56,99	%59,79	%47,09	%59,33	%61,84

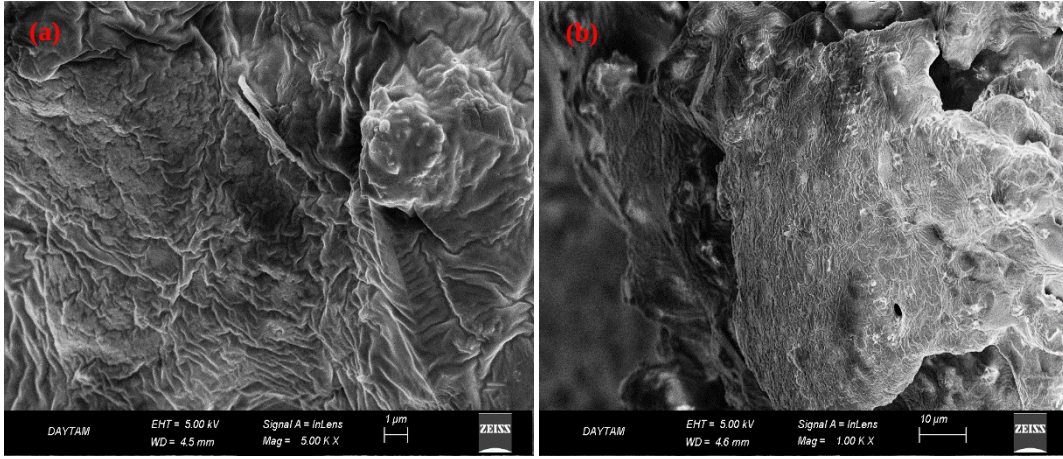


Şekil 4.113: MTT testi sonuçlarının grafik görünümü.

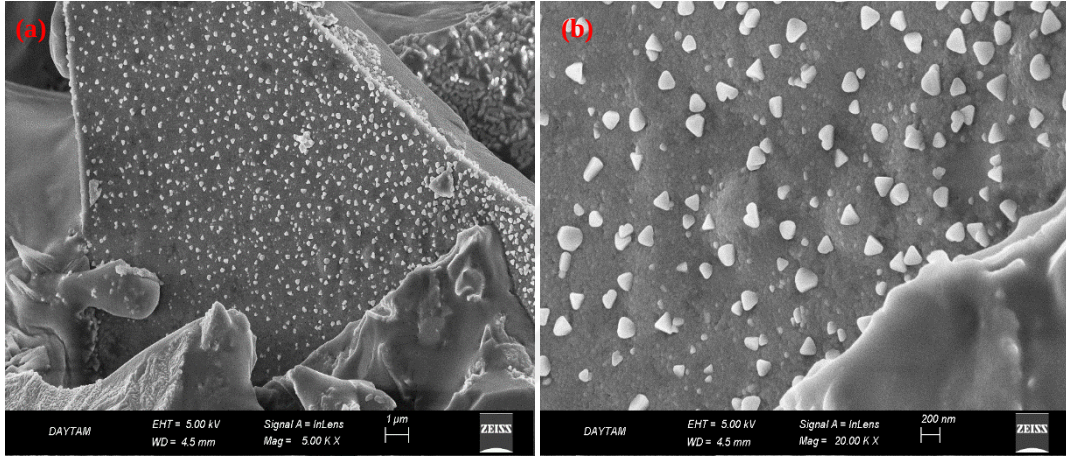
Şekil 4.13'te görüldüğü gibi tek ve çift Moringa-Cu nanopartikülleriyle kaplamalı numunelerin kaplamasız kontrol numunesine göre biyouyumluluğunu olumsuz etkilemeyerek canlılığını korumuştur. Ancak kaplama arttıkça sitotoksik etkinin arttığı görülmektedir. Ayrıca tek kaplamalı, çift kaplamalı ve kaplamasız malzemelerin tümünde gün sayısı arttıkça hücre canlılığının da doğru orantılı olarak arttığı da görülmüştür. Bu durum malzememizin vücutta tolere edilebilir bir biyouyumluluğunun olabileceğini göstermektedir.

4.5 SEM-EDX Analizleri

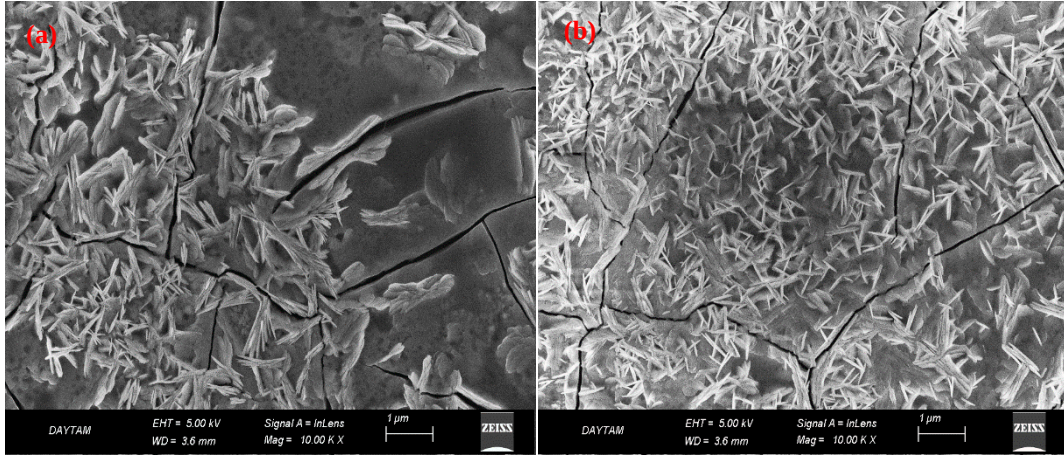
Kaplama solüsyonunda kullanılan Moringa-Cu nanopartiküllerin ve kaplama yüzeylerinin morfolojisi ve büyüklüğü yapısal farklılıkları ve bu farklılıkların Moringa-Cu kaplamasının etkilerinin değerlendirilmesi için numunelerin SEM-EDX görüntüleri incelenmiştir. Şekil 4.14 (a) ve (b)'de farklı büyütmelerde saf Moringa, Şekil 4.15 (a) ve (b)'de farklı büyütmelerde Moringa-Cu ve Şekil 4.16'da (a) tek kaplamalı Moringa-Cu, (b) çift kaplamalı Moringa-Cu SEM görüntüleri gösterilmiştir.



Şekil 4.124: Farklı büyütmelerde saf Moringa SEM görüntüsü.



Şekil 4.135: Farklı büyütmelerde Moringa-Cu SEM görüntüsü.



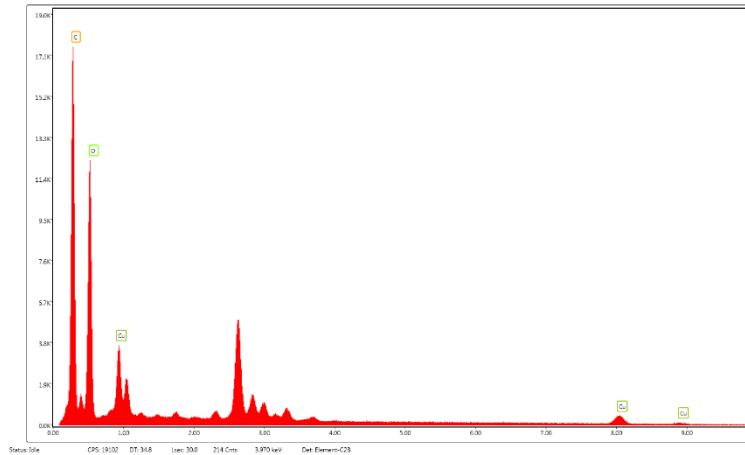
Şekil 4.146: (a) tek kaplamalı Moringa-Cu, (b) çift kaplamalı Moringa-Cu SEM görüntüsü.

Şekil 4.14'te verilen saf Moringa SEM mikrograf görüntüleri incelendiğinde, Moringa parçacıklarının düzensiz şekillerde olduğu ve uniform olmadığı çok net görülmektedir. Aynı görüntülerde yüzeylerin buruşuk ve parçacıkların aglomere olduğu görülmüştür. Şekil 4.15'te

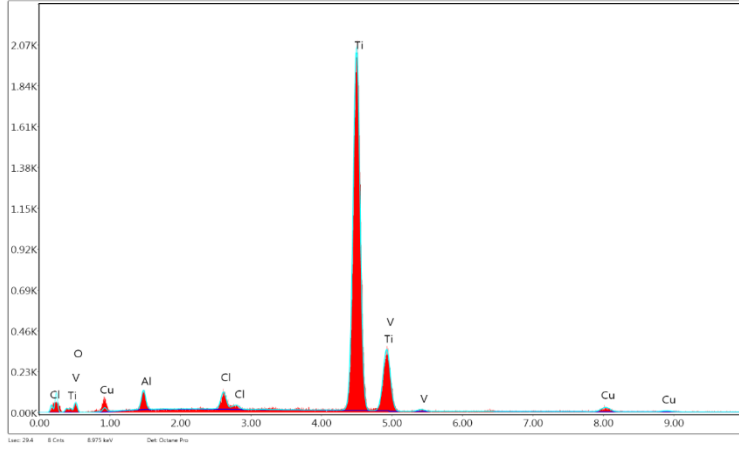
verilen Moringa-Cu SEM görüntülerinden Cu nanopartiküllerin çok net olarak, farklı çaplarda ve büyüklükte oldukları görülmektedir. Farklı büyütmede Cu nanopartikül şekillerinin bazı bölgelerde nanoparçacık topaklanmaları görülse de genel olarak matris içinde homojen bir dağılım içinde olduğu görülmektedir. Ayrıca küresel ve küresele çok yakın şekilli nanopartiküllerden oluştuğu ve boyutlarının oldukça küçük olduğu görülmektedir. Cu nanoparçacıklarının yaklaşık 10-150 nm arasında olduğu görülmektedir.

Şekil 4.16’da verilen tek ve çift kaplamalı Moringa-Cu SEM görüntülerinden anlaşıldığı üzere kaplama sonrası Cu nanopartiküllerin küresel formlardan iğnesel forma dönüştüğü görülmektedir. Tek kaplamada Cu nanoparçacıkların bölgesel olarak yoğunlaştığı, çift kaplamalı görüntülerde ise iğnesel yapının daha sıkı ve homojen dağılım sergilediği görülmektedir. Görüntüde bulunan çatlaklar ise, kaplama sonrası numunelerin etüvde kurutulmasından kaynaklı ısı çatlakları olduğu düşünülmektedir. Daha kontrollü bir kurutma ile bu durum bertaraf edilebilir.

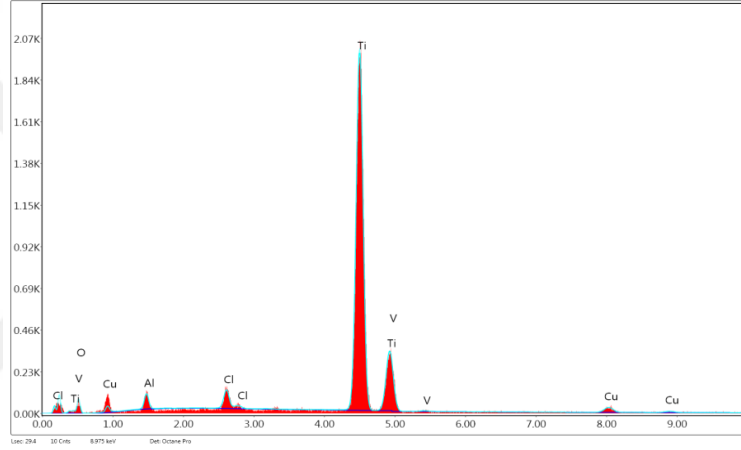
Bu çalışmada kullanılan altlık ve Moringa malzemelerinin kimyasal kompozisyon ve elementel dağılımını belirlemek için enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi EDX haritalaması kullanılmıştır. Şekil 4.17, Şekil 4.18 ve Şekil 4.19’de sırasıyla; Moringa-Cu EDX analiz sonucu, tek kaplamalı Moringa-Cu EDX analiz sonucu ve çift kaplamalı Moringa-Cu EDX analiz sonuçları gösterilmiştir.



Şekil 4.157: Moringa-Cu EDX analiz sonucu.



Şekil 4.168: Tek kaplamalı Moringa-Cu EDX analiz sonucu.

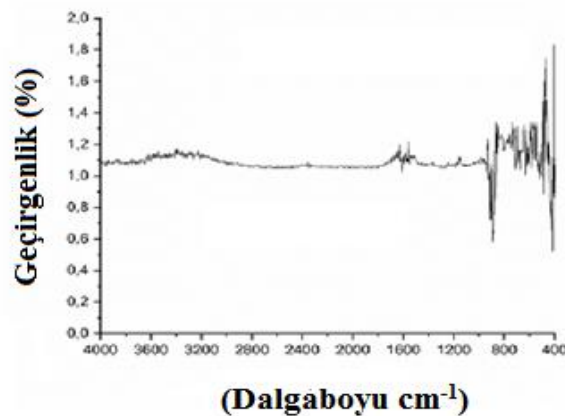


Şekil 4.179: Çift kaplamalı Moringa-Cu EDX analiz sonucu.

Şekil 4.17’de verilen EDX sonucu incelendiğinde, spektrumda Cu atomlarından gelen kuvvetli sinyallerin ve bu sinyaller ile birlikte oksijen (O) ve karbon (C) atomlarından kaynaklanan sinyallerde görülmektedir. Oksijen (O) ve karbon (C) atomlarından gelen bu sinyallerin Etüv cihazındaki kurutma atmosferinden kaynaklandığı yorumlanmıştır. Ancak O atomundan kaynaklanacak herhangi bir oksitli bileşiğin XRD ile tespit edilemeyecek düzeyde düşük olduğu açıktır. Bu sonuçlara göre elde edilen bakır nanopartiküllerinin saf olduğu açıkça görülmektedir. Şekil 4.18 ve Şekil 4.19’da verilen EDX analizlerinde yoğun bir element içeriği görülmektedir. Ti elementinin kuvvetli sinyaller verdiği aynı zamanda farklı sinyallere sahip Cu elementi tespit edilmiştir. Ayrıca EDX analizinde Moringa Cu ekstraktının hazırlanmasında kullanılan CuCl_2 ’dan kaynaklı; Cl iyonlarına rastlanmıştır. SEM ve EDX ile yapılan elementel analiz sonuçları uyumludur.

4.6 Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) Analizleri

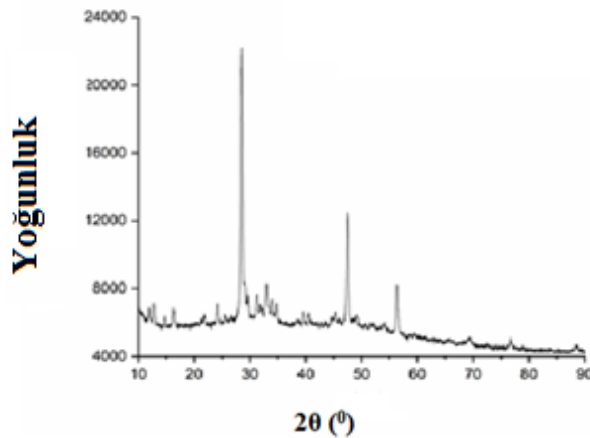
Tez çalışmasında kullanılan Moringa-Cu yapısal analizleri FTIR kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi Spektrometresinin temeli, kızılötesi ışığın incelenen numune tarafından soğurulmasıyla moleküllerin titreşme ve dönme düzeylerini uyarmasına dayanmaktadır. Bileşenlerin FTIR spektrumlarında fark edilebilecek değişikliklerden gözlemlenebilen bazı seçkin etkileşimler (spesifik absorpsiyon bölgesinde belirgin değişiklikler) varsa, malzeme bileşenleri uyumlu kabul edilebilir [87, 88]. Şekil 4.20’ de Moringa-Cu nanopartikül katı fazın yüzey yapısının FTIR analiz sonucu gösterilmiştir. Şekilde çok net olarak görülen bantlar, nanopartiküllerin üzerine adsorbe edilen biyomoleküllerin fonksiyonel gruplarını gösteren kafes titreşim modlarıdır. Bakır nanopartiküllerin FTIR spektrumları, Cu nanopartiküllerin oluşumunu doğrulayan Cu titreşimlerine atfedilebilecek 400-800 cm^{-1} bölgesinde titreşimler gerçekleşmiştir. CuNps için yapılan FTIR analizinde 500, 900 ve 1600 cm^{-1} sayısal değerleri gösteren pikler gözlemlenmiştir. Oluşan bu pikler parmak izi bölgesinde olup dalga boylarında görülen absorpsiyon bantları C-O gerilme titreşimine yorumlanabilir [89, 90, 91]. Elde edilen FTIR sonucu literatürde geçen sonuçlar ile uyumlu olduğu görülmüştür. Bu çalışmada elde edilen sonuçlar, Moringa-Cu tozları ile altlık malzemesinin arasında kimyasal bir bağ olmadığını, aralarındaki etkileşimin fiziksel bir bağ olduğunu göstermektedir. Bu sonuç 4.5 SEM-EDX analizleri başlığı altında incelenen SEM görüntülerinden elde edilenler ile uyum sağlamaktadır.



Şekil 4.20: Moringa-Cu nanopartikül FTIR analiz sonucu.

4.7 XRD Analiz Sonucu

Moringa-Cu X Işınları Difraktometresi (XRD) analizinde; Malzemelerin kristallografik özelliklerinin ve içerdikleri fazların belirlenmesini sağlayan güvenli bir analiz yöntemidir. Moleküler seviyelerde partiküllerin kristallik yapısını incelemek ve değerlendirmek için çok önemli bir anahtar araç olarak kabul edilen XRD ile Cu nanopartiküller tanımlanmıştır [92, 93]. Toz numunelere uygulanan X ışını difraksiyonu ile kristal yapısının yanı sıra, tane boyutu ve tercihli yönlenme gibi özellikler belirlenebilir. Moringa-Cu'nun XRD analiz sonucu Şekil 4.21'de gösterilmiştir. Elde edilen nanoparçacıkların şiddetli kristal yansımalar sergilediği görülmektedir. Yapılan bu analizde yoğunluğun 22000 değerinde ve yaklaşık olarak 30° 'da pik noktaya ulaştığı görülmektedir. Yoğunluğun yaklaşık olarak 12000 ve 48° 'de 2. pik noktasına ulaştığı görülürken, yoğunluğun 8000'de yaklaşık olarak 58° 'de 3. ve en düşük pik noktasına ulaştığı görülmüştür. Şekildeki kırınım piklerinin tamamı saf yüzey merkezli kübik bakıra aittir. Herhangi bir oksit ya da safsızlık piki olmayışı elde edilen numunenin saflığını göstermektedir.



Şekil 4.21: Moringa-Cu kaplama malzemesinin XRD analiz sonucu.

5 TARTIŞMA VE SONUÇ

Son yıllarda kullanımı ve uygulama alanı gittikçe artan biyouyumlu, güvenilir ve etkin olan biyomalzemeler, insan vücudundaki dokuların veya organların desteklemek, işlevlerini yerine getirmek amacıyla vücuda yerleştirilen implantlar sürekli olarak vücut sıvıları ile temas halinde olmaktadır. Bu temas belirli bir süre sonrası aşınmalara, bakteri oluşumuna, alerjik reaksiyonlara ve iltihaplanmalara sebep olmaktadır. Bu nedenle vücut içerisine yerleştirilen implantın toksik etkilerini önlemek amacıyla kaplanmanın önemi artmaktadır. Metallerin yüzey kaplama işlemleri, metallerin yüzeyinde oluşan ve metalin kullanım ömrünü azaltan korozyon adı verilen doğal sürecin önlenmesinde kullanılan en önemli yöntemlerden biridir. Ayrıca metallerin yüzeylerinin kaplanmasıyla yüzey kalitesini ve biyouyumluluğunu da arttırmak mümkündür.

Bu tez çalışmasında, Ti6Al4V alaşım parçaları Moringa bitkisinden yeşil sentez ile elde edilen nanoboyuttaki Moringa-Cu ile damlatma yöntemiyle farklı kalınlıklarda kaplanarak parça yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi ve modifiye edilerek daha kullanışlı hale getirilmesi hedeflenmiştir. Yapılan çalışmalar sonucu mikroyapı incelemeleri, yüzey pürüzlülüğünün analizi, biyokorozyon testi, antibakteriyel testi, biyouyumluluk testleri yapılarak, SEM-EDX analizleri, FTIR analizleri ve XRD analizleri yapılmış ve sonuçlar literatür bilgileriyle desteklenmiştir. Detaylı bir şekilde inceleme sonucu ile elde edilen sonuçlar “Genel ve Sonuçlar” başlığı altında maddeler halinde aşağıda verilmiştir.

5.1 Genel Sonuçlar

- Optik mikroskop ve sertlik ölçümü inceleme sonucu Ti6Al4V alaşımının, $\alpha+\beta$ tane yapısına sahip olduğu ve sertlik değerinin 78,3 HRB olduğu tespit edilmiştir.
- Tek tabakalı kaplamanın yapılmasıyla yüzey pürüzlülük değerinin ortalama olarak 0,533 μm 'den 0,390 μm 'ye düştüğü görülmüştür. Cu - Moringa NPs'leriyle Ti6Al4V tek kaplama sonucu yüzey pürüzlülüğü ortalama olarak %37 oranında azaldığı tespit edilmiştir.
- Çift tabakalı kaplama da ise; yüzey pürüzlülüğü değerinde çok az oranda artış ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülüğü değeri 0,402 μm 'ye artarak tek ve çift kaplama arasında %3 oranında artış tespit edilmiştir. İkinci kaplama ile kaplama kalınlığının artması ve dolayısıyla yüzey dalgalarının oluşması, ayrıca kurutma işleminde termal gerilmelerin artmasıyla kaplama kalınlığından kaynaklanan çatlak bölgelerin artması

sonucunda yüzey pürüzlülüğü değerinin artmasını etkilemiştir [94]. Aynı çalışmada kaplamasız numuneler ile çift kaplamalı numunelerinin yüzey pürüzlülüğü arasında %33 değerinde azalma ölçülmüştür.

- Açık Devre Potansiyel (OCP) biyokorozyon testi sonucuna göre; kaplamanın yüzeylerde koruyucu film oluşturduğu tespit edilmiştir. Kaplamasız kontrol malzemesinde (OCP) değeri -0,35 (V) iken bu değerin Moringa-Cu nanopartiküllerle tek kaplama sonucu -0,22 (V)'a doğru kaydığı görülmüştür. Tek kaplama sonucu oluşan yüzey film tabakası kendisini % 37,14 artış ile koruduğu tespit edilmiştir. Kaplama kalınlığının artırılmasıyla OCP değerinin -0,18 (V)'a kadar yükseldiği görülmüştür. Moringa-Cu nanopartiküller ile çift kaplama sonucu oluşan yüzey film tabakası tek kaplamalı numunelere göre ise %18 artış ve kaplamasız kontrol numunelerine göre % 49 artış ile koruduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlar literatürde yapılan bezer çalışmalar ile uyum göstermiştir [81, 82, 83].
- Korozyon Tafel eğrisi sonuçlarına göre; Moringa-Cu kaplamasının artmasıyla potansiyelin katodik bölgeye doğru kaydığı çok net bir şekilde görülmüştür. Kaplama sonucu Tafel eğrisinin potansiyelin katodik bölgeye doğru kaymasıyla korozyon yüzeyinin pasifleşme eğiliminin azaldığı anlaşılmaktadır [84, 85]. Çalışma sonucu elde edilen değerlere göre, kaplamasız kontrol Ti6Al4V numunelerinde korozyon direncinin daha düşük olduğu görülmüştür. Tafel eğrilerine göre; kaplamanın artmasıyla; en yüksek korozyon oranı kaplamasız Ti6Al4V alaşımlarında, en düşük korozyon oranı ise çift kaplamalı Moringa-Cu alaşımlarında elde edilmiştir.
- Antibakteriyel test sonuçlarına göre *S. Aureus* ve *E.coli* çözültisindeki numunelerin sonuçlarına bakıldığında, antibakteriyel aktivitenin kaplama malzemesi Moringa - Cu kaplamasına göre değişkenlik gösterdiği görülmüştür. Numunelerde ortak bulunan Moringa - Cu kaplamasının antibakteriyel özelliğini olumlu yönde etkilemiştir. En iyi sonuç Moringa - Cu çift kaplamada elde edilirken, en olumsuz sonuç Moringa - Cu tek kaplamada görülmüştür. Alınan sonuçlar numunelerin kaplaması arttıkça antibakteriyel özelliğinin de arttığını göstermektedir.
- Tek ve çift Moringa-Cu nanopartikülleriyle kaplamalı numunelerin kaplamasız kontrol numunesine göre biyoyumluluğunu olumsuz etkilemeyerek canlılığını korumuştur. Ancak kaplama arttıkça sitotoksik etkinin arttığı görülmektedir. Ayrıca tek kaplamalı, çift kaplamalı ve kaplamasız malzemelerin tümünde gün sayısı arttıkça hücre canlılığının da doğru orantılı olarak arttığı da görülmüştür. Bu durum malzememizin vücutta tolere edilebilir bir biyoyumluluğunun olabileceğini göstermektedir.

- Saf Moringa SEM mikrograf görüntülerinde Moringa parçacıklarının düzensiz şekillerde olduğu ve uniform olmadığı çok net görülürken aynı görüntülerde yüzeylerin buruşuk ve parçacıkların aglomere olduğu görülmüştür. Moringa-Cu SEM görüntülerinden Cu nanopartiküllerin çok net olarak, farklı çaplarda ve büyüklükte oldukları görülmüştür. Cu nanopartikül şekillerinin bazı bölgelerde nanoparçacık topaklanmaları görülse de genel olarak matris içinde homojen bir dağılım içinde olduğu görülmüştür. Ayrıca küresel ve küresele çok yakın şekilli nanopartiküllerden oluştuğu ve boyutlarının oldukça küçük olduğu görülmüştür. Cu nanoparçacıklarının yaklaşık 10-150 nm olarak ölçülmüştür.
- Tek ve çift kaplamalı Moringa-Cu SEM sonuçlarına göre kaplama sonrası Cu nanopartiküllerin küresel formlardan iğnesel forma dönüştüğü tespit edilmiştir. Tek kaplamada Cu nanoparçacıkların bölgesel olarak yoğunlaştığı, çift kaplamalı görüntülerde ise iğnesel yapının daha sıkı ve homojen dağılım sergilediği çok net olarak görülmüştür.
- EDX analizinde, spektrumda Cu atomlarından gelen kuvvetli sinyallerin ve bu sinyaller ile birlikte oksijen (O) ve karbon (C) atomlarından kaynaklanan sinyallerde tespit edilmiştir. Oksijen (O) ve karbon (C) atomlarından gelen bu sinyallerin Etüv cihazındaki kurutma atmosferinden kaynaklandığı yorumlanmıştır. Ancak O atomundan kaynaklanacak herhangi bir oksitli bileşiğin XRD ile tespit edilemeyecek düzeyde düşük olduğu açık ve net olarak gözlemlenmiştir. Bu sonuçlara göre elde edilen bakır nanopartiküllerinin saf olduğu açıkça göstermiştir.
- EDX analizinde Ti elementinin kuvvetli sinyaller verdiği aynı zamanda farklı sinyallere sahip Cu elementi tespit edilmiştir. Ayrıca Moringa Cu ekstraktının hazırlanmasında kullanılan CuCl_2 'dan kaynaklı; Cl iyonlarına rastlanmıştır. SEM ve EDX ile yapılan elementel analiz sonuçları uyumludur.
- FTIR analizinde 500, 900 ve 1600 cm^{-1} sayısal değerleri gösteren pikler gözlemlenmiştir. Oluşan bu pikler parmak izi bölgesinde olup dalga boylarında görülen absorpsiyon bantları C-O gerilme titreşiminden kaynaklandığı olarak yorumlanmıştır [87, 88, 89]. Elde edilen FTIR sonucu literatürde geçen sonuçlar ile uyumlu olduğu görülmüştür. FTIR analizinde sonucunda, Moringa-Cu tozları ile alt malzemenin arasında kimyasal bir bağ olmadığını, aralarındaki etkileşimin fiziksel bir bağ olduğunu göstermiştir.

- Moringa-Cu'nun XRD analiz sonucu elde edilen nanoparçacıkların şiddetli kristal yansımalar sergilediği görülmüştür. Moringa-Cu'nun XRD analizinde herhangi bir oksit ya da safsızlık piki olmayışı elde edilen numunenin saflığını göstermiş bulunmaktadır.
- Bu çalışmadaki SEM-EDX, FTIR ve XRD analiz sonuçları benzer literatür çalışmaları ile uyum sağlamıştır.

5.2 Öneriler

Bu çalışmanın, Ti6Al4V alaşımının yüzey modifikasyonun etkisi üzerine yapılacak olan çalışmalara ışık tutacağı düşünülmektedir. Ayrıca oluşturulan kaplamaların dayanıklılığını ve biyouyumluluğunu tam olarak anlamak için daha fazla test ve çalışmaya ihtiyaç vardır. Bu çalışmanın devamı olarak aşağıda yazılı olanların yapılması tavsiye edilir:

- Bu çalışmanın devamı olarak en iyi sonuçların alındığı numunelere in vitro hücre çalışmaları yapılabilir.
- Ti6Al4V alaşımı yerine 316 L gibi farklı metal alaşımların kullanılması ve farklı kaplama yöntemleriyle kaplama işlemlerinin yapılması.
- Çinko, Altın ve Gümüş gibi farklı NPs kaplama malzemeleri kullanılabilir.
- Bu çalışmada kullanılan Ti6Al4V alaşımının, yüzdelik oranları değiştirilerek yeni çalışmalar yapılabilir.
- Termal gerilmeleri azaltacak bir ara katman ile kaplama yapılarak çatlak bölgelerin giderilmesi üzerine çalışma yapılabilir.
- Ti6Al4V alaşımı üzerinde oluşturulan kaplamaların çizik testi ve Temas Açısı Ölçümü (CA) analizlerin yapılması da önerilmektedir.
- Kaplama kalınlığının arttırılması ve antibakteriyel testlerinin yapılması ve sonuçların benzer çalışmalarla karşılaştırılması yapılabilir.
- Biyouyumluk sonuçları bakıldığında kaplama sayısına göre anlamlı bir farklılık görülmemiştir. Bu durum malzemenin vücut tarafından tolere edilebilir olduğunu göstermektedir. Bu nedenle bu malzemelerin antikanserojen etkilerine de ileriki çalışmalarda bakılabileceği önerilmektedir.

KAYNAKÇA

- [1]. Cömert, I., Biyomalzemelerin gelişimine toz metalurjisinin etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2005
- [2]. Vu, N. B., Truong, N. H., Dang, L. T., Phi, L. T., Ho, N. T. T., Pham, T. N., ... & Pham, P. V. In vitro and in vivo biocompatibility of Ti-6Al-4V titanium alloy and UHMWPE polymer for total hip replacement. *Biomedical Research and Therapy*, 2016, **3**(3), 1-11.
- [3]. Zitter, H. ve Plenk Jr, H. Biyouyumluluklarının bir göstergesi olarak metalik implant malzemelerinin elektrokimyasal davranışı. *Biyomedikal malzeme araştırmaları dergisi*, 1987, **21** (7), 881-896.
- [4]. Güven, Ş. Y., Güven, Biyouyumluluk ve biyomalzemelerin seçimi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 2014, **2** (3): pp. 303-311.
- [5]. A. International, J. R. Davis. *Handbook of materials for medical devices*. ASM international. 2003. 38-40.
- [6]. Amin, AN, İsmail, AF ve Khairusshima, MN Titanyum alaşımı-Ti-6Al-4V'nin parmak frezelemede kaplanmamış WC-Co ve PCD uçlarının etkinliği. *Malzeme işleme teknolojisi dergisi*, 2007, **192**, 147-158.
- [7]. Shokrani, A., Dhokia, V., & Newman, S. T. Investigation of the effects of cryogenic machining on surface integrity in CNC end milling of Ti6Al4V titanium alloy. *Journal of Manufacturing Processes*, 2016, **21**, 172-179.
- [8]. Yılmaz, Y., Avcı, B., & Demirören, H., Biyomalzeme sektöründe kullanılan titanyum ve alaşımları. 4 th International Symposium on Innovative Approaches in Engineering and Natural Sciences, November 22-24, 2019, Samsun, Turkey.
- [9]. Vallet-Regí, M. *Ceramics for medical applications*. *Journal of the Chemical Society, Dalton Transactions*, 2001, (2), 97-108.
- [10]. Dikici B., "Toz Metalurjisi Yöntemiyle Nikel Titanyum Alaşımlarının Üretimi", Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2010.
- [11]. Özkan, A., Şişik, N., & Öztürk, U. Kompozit Malzemelerin Ağız, Yüz, Çene Cerrahisinde Kullanımı ve Malzeme Uygunluklarının Belirlenmesi. *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 2016, **4**(1), 227-242.
- [12]. Bronzino, J. D. *Biomedical Engineering Handbook 2* (Vol. 2). 2000, Springer Science & Business Media. 124-126.
- [13]. Ayhan, H. Biyomalzemeler, Hacettepe Üniversitesi. *Bilim Teknik Dergisi*, 2002, 17.
- [14]. Kuhn, T.L. *Biomaterials Introduction to Biomedical Engineering*, Third Edition, 2012, Elsevier Press, chapter 5.
- [15]. Biehl, V., & Breme, J. Metallic biomaterials. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, **32**(2), 2001, 137-141.
- [16]. Şahin, Y., Kompozit malzemelere giriş. 1.Baskı, 2006, Seçkin Yayıncılık.
- [17]. Disegi, J. A., & Eschbach, L. Stainless steel in bone surgery. 2000, *Injury*, 31, D2-D6.
- [18]. Ganesh, VK, Ramakrishna, K. ve Ghista, DN, Paslanmaz çelik plakalara kıyasla sertlik dereceli plakalarla kemik kırığı fiksasyonunun biyomekaniği. *Biyomedikal Mühendisliği Çevrimiçi*, **4** (1), 2005, 1-15.

- [19]. Niinomi, M. Recent research and development in metallic materials for biomedical, dental and healthcare products applications. In Materials science forum 2007, (Vol. 539, pp. 193-200). Trans Tech Publications Ltd.
- [20]. Niinomi, M. Metallic biomaterials. Journal of Artificial Organs, 2008, 11(3), 105-110.
- [21]. Hussein, MA, Mohammed, AS ve Al-Aqeeli, N. Metalik biyomalzemelerin aşınma özellikleri: bir inceleme. Malzemeler, 2015, **8** (5), 2749-2768.
- [22]. Balaban, N, Titanyum ve Alaşımlarının Biyouyumluluk İncelemesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 82s, İstanbul, 2007.
- [23]. Yeniyol, S, Saf Titanyum İmplant Yüzeylerinin Değişik Yöntemlerle Modifikasyonu ve Karakterizasyonu - İn Vitro Çalışma, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 132s, İstanbul, 2006.
- [24]. Çetiner D, Biyomedikal Uygulamalar İçin ASTM F75 Kobalt-Krom Alaşımının Yüzey Modifikasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 109s, İstanbul, 2015.
- [25]. Mierzejewska, Ż. A., Hudák, R. ve Sidun, J. Biyomedikal uygulamalara adanmış DMLS Ti6Al4V alaşımının mekanik özellikleri ve mikro yapısı. *Malzemeler*, 2019, **12** (1), 176.
- [26]. Welsch, G., Boyer, R., & Collings, E. W. (Eds.). Materials properties handbook: titanium alloys, 1993, ASM international.
- [27]. Rännar, L. E., Koptug, A., Olsén, J., Saeidi, K., & Shen, Z. Hierarchical structures of stainless steel 316L manufactured by Electron Beam Melting. Additive Manufacturing, 2017, **17**, 106-112.
- [28]. Mythili, R., Paul, VT, Saroja, S., Vijayalakshmi, M., & Raghunathan, VS Ti-4.4 Ta-1.9 Nb alaşımında dönüşüm davranışının incelenmesi. *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği*: 2005, A, **390** (1-2), 299-312.
- [29]. Lemons, J. E. Medical applications of titanium and its alloys: the material and biological issues (No. 1272), 1996, ASTM International.
- [30]. Hasırcı, N., ve Hasırcı, V, Biyomalzemelerin Temel İlkeleri. 1.Baskı, 2022, ODTÜ, Ankara.
- [31]. Handbook, M. Properties and Selection: Stainless Steels, Tool Materials and Special-Purpose Metals. Vol. 3, 1980, Amer. Soc. Metals Metals Park OH, 351-417.
- [32]. G.Lütjering and J.C.Williams, "Titanium, Engineering Materials and Processes" , Springer, 2003, p.1-18,333-481
- [33]. İçdem, C. Saf Titanyum ve Ti6Al4V, Ti6Al7Nb Alaşımlarının Akışkan Yatak Ortamında Termal Oksidasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2007.
- [34]. Akhtar S. Khan, Rehan Kazmi, Babak Farrokh, Marc Zupan "Effect of oxygen content and microstructure on the thermo-mechanical response of three Ti-6Al-4V alloys: Experiments and modeling over a wide range of strain-rates and temperatures" International Journal of Plasticity, 2002, **23** p.1105– 1125
- [35]. Ezugwu, E. O., & Wang, Z. M. Titanium alloys and their machinability-a review. *Journal of materials processing technology*, 1997, **68**(3), 262-274.
- [36]. Ezugwu, E. O., & Wang, Z. M., Titanium alloys and their machinability-a review. *Journal of materials processing technology*, 1997, **68**(3), 262-274.

- [37]. Tanrıöver, K. ve Tasçı, A., Titanyum Alaşımlarının Isıl İşlemi, Makine Magazin, Agustos 1997, 58.
- [38]. Berberich, F., Matz, W., Richter, E., Schell, N., Kreißig, U., & Möller, W. Structural mechanisms of the mechanical degradation of Ti–Al–V alloys: in situ study during annealing. *Surface and Coatings Technology*, 2000, **128**, 450-454.
- [39]. Kotan, G., & Bor, A. Ş. Production and characterization of high porosity Ti-6Al-4V foam by space holder technique in powder metallurgy. *Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences*, 2007, **31** (3), 149-156.
- [40]. Akyıldız, E. Ticari Hidroksiapatit Esaslı Üç Bileşenli Kompozit Biyomalzemelerin Üretimi Ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2014.
- [41]. Hench, L. L. and Ethridge, E. C., *Biomaterials: An interfacial approach*., Academic Press, 1982, New York/USA.
- [42]. Gümüşderelioğlu, M., Yeni ufuklara biyomalzemeler, *Bilim ve Teknik Dergisi*, 2002, 7, 2-5.
- [43]. Oshida Y., *Biological Reaction*, Editor: Oshida Y., Bioscience and Bioengineering of Titanium Materials, 1st ed., 2010, Elsevier, Oxford, 127-148,
- [44]. Black, J. and Hastings, G., *Handbook of biomaterial properties*, chapman and hall publication, 1998, London.
- [45]. Koul, Bhupendra, Chase, Neikuo "Moringa Oleifera Lam.: Panacea To Several Maladies". *Journal Of Chemical And Pharmaceutical Research*, 2015, 7 (6), 687-707.
- [46]. Stevens, G. C., Baiyeri, K. P., Akinnnagbe, O. "Ethno-Medicinal And Culinary Uses Of Moringa Oleifera Lam. In Nigeria". *Journal Of Medicinal Plants Research*, 2013, 7(13), 799-804.
- [47]. Habtemariam, S., & Varghese, G. K. Extractability of rutin in herbal tea preparations of *Moringa stenopetala* leaves. *Beverages*, 2015, **1**(3), 169-182.
- [48]. Dhakar, R. C., Maurya, S. D., Pooniya, B. K., Bairwa, N., & Gupta, M. Moringa: The herbal gold to combat malnutrition. *Moringa: The Herbal Gold To Combat Malnutrition*. **2**(3), 2011, 3-4.
- [49]. Leone, A., Spada, A., Battezzati, A., Schiraldi, A., Aristil, J., & Bertoli, S. Cultivation, genetic, ethnopharmacology, phytochemistry and pharmacology of *Moringa oleifera* leaves: An overview. *International journal of molecular sciences*, 2015, **16**(6), 12791-12835.
- [50]. Abdull Razis, A. F., Ibrahim, M. D., & Kntayya, S. B. Health benefits of *Moringa oleifera*. *Asian pacific journal of cancer prevention*, 2014, **15**(20), 8571-8576.
- [51]. Patra, J. K., & Baek, K. H. Green nanobiotechnology: factors affecting synthesis and characterization techniques. *Journal of Nanomaterials*, 2014, pp. 1–12, 2014, doi: 10.1155/2014/417305.
- [52]. K. Parveen, V. Banse, and L. Ledwani, "Green synthesis of nanoparticles: Their advantages and disadvantages," in *AIP Conference Proceedings*, 2016, vol. 1724, doi: 10.1063/1.4945168.

- [53]. Duman, F., Ocsoy, I., & Kup, F. O. Chamomile flower extract-directed CuO nanoparticle formation for its antioxidant and DNA cleavage properties. *Materials Science and Engineering*; 2016, C, 60, 333-338.
- [54]. Singh, J., Dutta, T., Kim, K. H., Rawat, M., Samddar, P., & Kumar, P. 'Green'synthesis of metals and their oxide nanoparticles: applications for environmental remediation. *Journal of nanobiotechnology*, 2018, **16**(1), 1-24.
- [55]. Erbil, M. Korozyon ilkeler-Önlemler, Korozyon Derneği, 2012, Ankara.
- [56]. Çiftçi, N., Sol-Gel yöntemi ile 316 LSS ve Ti implant malzemelerin üzerine Hidroksiapatit (HAP) kaplamaların üretilmesi ve korozyon davranışlarının elektrokimyasal yöntemle incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar, 2009.
- [57]. Borenstein, S.W. *Microbiologically Influenced Corrosion Handbook*. 1994, Industrial Press Inc. New York.
- [58]. Mansfeld, F. The interaction of bacteria and metal surfaces. *Electrochimica Acta*, 2007, 52, 7670-7680.
- [59]. Ali, H. E. S. Spacer effects in novel cationic surfactants as a primordial parameter for an optimal inhibition of SRB. *Journal of Surfactants and Detergents*, 2007, **10**(4), 225-230.
- [60]. Jianhua, L., Xin, L., & Songmei, L. Study of microbiologically induced corrosion action on Al-6Mg-Zr and Al-6Mg-Zr-Sc. *Journal of Rare Earths*, 2007, **25**(5), 609-614.
- [61]. El-Shamy, A. M., Soror, T. Y., El-Dahan, H. A., Ghazy, E. A., & Eweas, A. F. Microbial corrosion inhibition of mild steel in salty water environment. *Materials chemistry and physics*, 2009, **114**(1), 156-159.
- [62]. İlhan-Sungur, E., & Çotuk, A. Microbial corrosion of galvanized steel in a simulated recirculating cooling tower system. *Corrosion Science*, 2010, **52**(1), 161-171.
- [63]. Chang, Y. C., Tai, K. W., Cheng, M. H., Chou, L. S. S., & Chou, M. Y. Cytotoxic and non- genotoxic effects of arecoline on human buccal fibroblasts in vitro. *Journal of oral pathology & medicine*, 1998, **27**(2), 68-71.
- [64]. Bayramoğlu, G., *Aluminyum ve Alüminyum Alaşımlarının Çeşitli Ortamlardaki Korozyonuna Fenolik Maddelerin Etkisi*, Doktora Tezi, 72s, cuAnkara, 2000.
- [65]. Dadvand, N., *Investigation of the Corrosion Behaviour of Electroless Nickel-Boron and Nickel-Phosphorous Coatings in Basic Solutions*, PhD Thesis, Metallurgical Engineering at Dalhousie University, Halifax, Nova Scotia, 2002.
- [66]. May, G. S., and Sze, S. M., *Fundamentals of semiconductor fabrication*. 2004, Wiley Inc., pp. 145-167,
- [67]. Kartal İ, *UV Işınlarıyla Sertleşebilen Çizilmeye, Aşınmaya ve Kirlenmeye Dayanıklı Kaplama Malzemeleri ve Uygulamaları*, Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 155s, İstanbul, 2009.
- [68]. Köse H, *Lityum İyon Piller İçin Sol-Jel Yöntemiyle SnO₂/ÇDKNT Nanokompozit Anot Üretimi*, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 2014.
- [59]. Shao, W. and Zhao, Q. The speed of silver coatings and the unifying effect of the surface. *Colloids and B: Biointerfaces*, 2010, **76**(1), 98-103.
- [70]. Liang, Y., Wang, S., & Guo, P. Effects of Ag on the photocatalytic activity of multiple layer TiO₂ films. *Materials Technology*, 2017, **32**(1), 46-51.

- [71]. Ahmed, S., Seyfullah, Ahmed, M., Swami, BL ve Ikram, S. Azadirachta indica sulu yaprak ekstresi kullanılarak gümüş nanopartiküllerin yeşil sentezi. Radyasyon araştırmaları ve uygulamalı bilimler dergisi, 2016, **9**(1), 1-7.
- [72]. Sidane, D., Khireddine, H., Bir, F., Yala, S., Montagne, A., & Chicot, D. Hydroxyapatite-TiO₂-SiO₂-coated 316L stainless steel for biomedical application. Metallurgical and Materials Transactions A, 2017, **48**(7), 3570-3582.
- [73]. Alias, R., Mahmoodian, R., Genasan, K., Vellasamy, K. M., Abd Shukor, M. H., & Kamarul, T. Mechanical, antibacterial, and biocompatibility mechanism of PVD grown silver–tantalum-oxide-based nanostructured thin film on stainless steel 316L for surgical applications. *Materials Science and Engineering: 2020, C, 107*, 110304.
- [74]. Meikandan, M., Ganesh Kumar, P., Sakthivadivel, D., Vigneswaran, V. S., & Malar Mohan, K., Multi-wall carbon nanotubes coating on a copper substrate using airbrush spray coating. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*, 2021, **235**(2), 285-291.
- [75]. Roslov, I. I., Bartak, D., Gorbunova, V. V., & Boitsova, T. B. Photochemical method of silver deposition on a quartz surface modified by polybutoxytitanium. *Russian Journal of General Chemistry*, 2009, **79**(4), 711-716.
- [76]. Amini, E., Azadfallah, M., Layeghi, M., & Talaei-Hassanloui, R. Silver-nanoparticle-impregnated cellulose nanofiber coating for packaging paper. *Cellulose*, 2016, **23**(1), 557-570.
- [77]. Süer, N. C., Arasoğlu, T., Cankurtaran, H., Okutan, M., Gallei, M., & Eren, T., Detection of bacteria using antimicrobial polymer derived via ring-opening metathesis (romp) pathway. *Turkish Journal of Chemistry*, 2021, **45**(4), 986-1003.
- [78]. Sharma, K. L. Biomaterial & Biocompatibility Testing Laboratory. World Health Organization India, NHSRC, 2015, 1-3.
- [79]. Dudkiewicz, A., Tiede, K., Loeschner, K., Jensen, LHS, Jensen, E., Wierzbicki, R., ... & Molhave, K. Elektron mikroskobu ile gıdalardaki nanomalzemelerin karakterizasyonu. *Analitik Kimyada TrAC Trendleri*, 2011, **30**(1), 28-43.
- [80]. Leyens, C., & Peters, M. Titanium and titanium alloys: Fundamentals and applications. 2003, Wiley-VCH, Weinheim, Germany
- [81]. Alves, V. A., Reis, R. Q., Santos, I. C. B., Souza, D. G., de F. Gonçalves, T., Pereira-daSilva, M. A., da Silva, L. A. In situ impedance spectroscopy study of the electrochemical corrosion of Ti and Ti–6Al–4V in simulated body fluid at 25°C and 37°C. *Corrosion Science*, 2009, **51**(10), 2473-2482.
- [82]. Gu, K. X., Wang, K. K., Zheng, J. P., Chen, L. B., & Wang, J. J., Electrochemical behavior of Ti–6Al–4V alloy in Hank’s solution subjected to deep cryogenic treatment. *Rare Metals*, 2018, 1-10..
- [83]. Gurrappa, I. Characterization of titanium alloy Ti-6Al-4V for chemical, marine and industrial applications. *Materials Characterization*, 2003, **51**(2-3), 131-139.
- [84]. He, X., Song R. G., Kong D. J. “Microstructure and corrosion behaviour of lasercladding Al-Ni-TiC-CeO₂ composite coatings on S355 offshore steel” *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 770, 771-783
- [85]. Matik, U. (2019). Corrosion Resistance of Electroless NiP/NiB Duplex Coating. UDSCS'19 Fourth International Iron and Steel Symposium, 4-6 April 2019, Karabuk. 10-12.

- [86]. Sun Q., Development of Bio-based and Biodegradable Film from Carbon Dioxide Based Polymer and Poly (Lactic acid), Master Thesis, The University of Guelph, Applied Science in Engineering, Canada, 2015.
- [87]. Shobha, G., Moses, V., & Ananda, S. Biological synthesis of copper nanoparticles and its impact. International Journal of Pharmaceutical Science Invention, 2014, **3**(8), 6-28.
- [88]. Yaprak E., Yeşil Sentez Metoduyla Karabaş Otundan (*Lavandula stoechas* L.) Bakır Nanopartikül Sentezi, Karakterizasyonu ve Antimikrobiyal Aktivitesinin Değerlendirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 2019.
- [89]. Rajesh, K. M., Ajitha, B., Reddy, Y. A. K., Suneetha, Y., & Reddy, P. S. Assisted green synthesis of copper nanoparticles using *Syzygium aromaticum* bud extract: Physical, optical and antimicrobial properties. Optik, 2018, 154, 593-600.
- [90]. Ghareib, M., Abdallah, W., Tahon, M., & Tallima, A. Biosynthesis Of Copper Oxide Nanoparticles Using the Preformed Biomass of *Aspergillus Fumigatus* and Their Antibacterial and Photocatalytic Activities. Digest Journal of Nanomaterials & Biostructures (DJNB), 2019, **14**(2).
- [91]. Sapsford, K. E., Tyner, K. M., Dair, B. J., Deschamps, J. R., & Medintz, I. L., Analyzing nanomaterial bioconjugates: a review of current and emerging purification and characterization techniques. Analytical chemistry, 2011, **83**(12), 4453- 4488.
- [92]. Li, Z., Xin, Y., Zhang, Z., Wu, H., & Wang, P. Rational design of binder-free noble metal/metal oxide arrays with nanocauliflower structure for wide linear range nonenzymatic glucose detection. Scientific reports, 2015, 5, 10617.
- [93]. Ceyhun, K.Ö. SE, Kaçar, R., ZORBA, AP, BAĞIROVA, M., ABAMOR, E. Ş., & Allahverdiyev, AM Fibroblast hücreleri ve lazer ışını kaynaklı AISI 2205 dubleks paslanmaz çelik arasındaki etkileşimler. Malzeme Bilimi, 2018, **24**(2), 159-165.
- [94]. Caruso R. Miranda, P., Guiberteau F., “Controlled preparation and characterization of multilayer sol-gel zirconia dip-coatings”, Journal of Materials Research 2018, 16(08), 2391-2398.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Selen ERKAN

Doğum Tarihi :

Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim Bilgileri

Lisans : Yakın Doğu Üniversitesi / Biyomedikal Mühendisliği

