

Article Arrival Date

16.06.2020

Article Type

Research Article

Article Published Date

15.09.2020

Doi Number: Doi Number :<http://dx.doi.org/10.38063/ejons.279>**TOZ METALURJİSİ İLE BİYOMEDİKAL Ti5Ag ALAŞIMININ ÜRETİMİ****PRODUCTION OF BIOMEDICAL Ti5Ag ALLOY BY POWDER METALLURGY****Rıdvan YAMANOĞLU**

Kocaeli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, ryamanoglu@kocaeli.edu.tr,
Kocaeli/Türkiye. ORCID: 0000-0002-4661-8215

Seda KARAYÜNLÜ BOZBAŞ

Kocaeli Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, sedak@kocaeli.edu.tr, Kocaeli/Türkiye
ORCID: 0000-0002-5177-3826

Fetiye KOLAYLI

Kocaeli Üniversitesi, Tıp Fakültesi, fkolayli@kocaeli.edu.tr, Kocaeli/Türkiye
ORCID: 0000-0003-2474-4541

Sümeyye ERKAN

Kocaeli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, erkansumeyye@gmail.com,
Kocaeli/Türkiye. ORCID: 0000-0002-9442-0094

Hüseyin UZUNER

Kocaeli Üniversitesi, Tıp Fakültesi, huseyin.uzuner@kocaeli.edu.tr, Kocaeli/Türkiye
ORCID: 0000-0002-2323-2977

Onur MURATAL

Kocaeli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, onurmuratal@gmail.com, Kocaeli/Türkiye
ORCID: 0000-0002-5419-9196

Hasan İsmail YAVUZ

Kocaeli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, hasanismailyavuz@gmail.com,
Kocaeli/Türkiye, ORCID: 0000-0001-6198-2560

ÖZET

Bu çalışmada Ti5Ag alaşımı toz metalürjik yöntemlerle üretilmiş, mekanik ve biyolojik özellikleri incelenmiştir. Ti ve Ag partikülleri bilyalı değirmende karıştırılmış ardından tek eksenli sıcak presleme ile sinterlenmiştir. Sinterleme 950 °C’de eş zamanlı olarak 50 MPa basınç altında 30 dakika süre ile gerçekleştirilmiştir. Sinterleme işlemleri kullanılan partiküllerin oksitlenmesini önlemek için vakum atmosferi altında yapılmıştır. Üretim sonrası elde edilen numunelerin sertlik ve kuru sürtünme aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Ti5Ag alaşımının saf titanyuma göre karşılaştırmalı olarak antibakteriyel özellikleri *Staphylococcus aureus* ATCC 29213 ve *Escherichia coli* ATCC 25922 bakterileri kullanılarak belirlenmiştir. Sitotoksikite tepkileri ise HeLa kanser hücreleri (ATTC, CCL-2) ile incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, Ti5Ag alaşımı saf titanyuma göre daha yüksek sertlik ve aşınma dayanımı ortaya koymuştur. Biyolojik test sonuçları Ag içeriğinin antibakteriyel özellikleri önemli derecede geliştirdiğini ve numune yüzeylerinde *E. Coli* ve *S. Aureus* kolonilerinin oluşumunu önlediğini göstermiştir. Tüm numuneler maksimum sitotoksikite değerlerinin çok daha altında kalarak çok iyi bir biyouyumluluk davranışı sergilemişlerdir.

Anahtar Kelimeler: Ti5Ag, toz metalurjisi, sıcak pres, antibakteriyel özellikler, sitotoksikite

ABSTRACT

In the current study, Ti5Ag alloy was produced by powder metallurgical techniques and its mechanical and biological properties were carried out. Pure Ti and Ag particles were mechanically mixed in a ball mill and then sintered by uniaxial hot pressing. Sintering was conducted simultaneously at 950 °C and 50 MPa pressure for 30 minutes. Sintering process was applied under a vacuum atmosphere to prevent oxidation of the particles. Hardness and dry sliding wear tests of the samples after production were studied. The antibacterial behaviour of the Ti5Ag alloy compared to pure titanium were determined using *Staphylococcus Aureus* ATCC 29213 and *Escherichia Coli* ATCC 25922 bacteria. Cytotoxicity reactions were investigated with HeLa cancer cells (ATTC, CCL-2). The results showed the Ti5Ag alloy showed higher hardness and wear resistance than pure titanium. Biological test results have revealed that Ag content significantly improves antibacterial properties and prevents the formation of *E. Coli* and *S. Aureus* colonies on sample surfaces. All the samples exhibited excellent biocompatibility, far below the maximum cytotoxicity values.

Keywords: Ti5Ag, powder metallurgy, hot press, antibacterial properties, cytotoxicity

550

1. GİRİŞ

Son yıllarda, mükemmel korozyon direnci, yüksek mekanik özellikleri ve biyouyumlulukları nedeniyle titanyum ve titanyum alaşımları kemik ve diş cerrahisinde implant malzeme olarak sıklıkla tercih edilmektedir (Geetha, Singh, Asokamani, & Gogia, 2009). Saf Ti ve Ti6Al4V alaşımı en yaygın kullanılan metalik implant malzemelerdendir (X. Y. Liu, Chu, & Ding, 2004). Buna rağmen saf titanyumun zayıf mekanik özellikleri ve Ti6Al4V alaşımında bulunan Al ve V elementlerinin insan vücudunda toksik etkisinden dolayı bu elementleri içermeyen yeni ve daha yüksek dayanıma sahip antibakteriyel özellikler barındıran titanyum alaşımları geliştirilmektedir (Yamanoglu, Efendi, Kolayli, Uzuner, & Daoud, 2018). Alaşımlama için kullanılan bu elementler molibden, zirkonyum, niyobyum, tantalum ve gümüş olarak örneklendirilebilir (Y. Zhang, Sun, Cheng, Tsoi, & Chen, 2020), (Oh, Shim, & Kim, 2005), (Yamanoglu, 2020), (Yamanoglu, Khoshnaw, Daoud, & Efendi, 2020), (Zhou, Niinomi, Akahori, Fukui, & Toda, 2005). Titanyuma ikinci bir alaşım elementi katkısı ile uzun süreli antibakteriyel aktiviteye sahip uygun mekanik ve biyolojik özellikler sergileyen malzemelerin elde edilmesi mümkün olmaktadır. Özellikle gümüş bu noktada dikkat çekmektedir (Chen, Zhang, & Zhang, 2016).

Elde edilen biyomalzemelerden beklenen en önemli özelliklerden birisi enfeksiyon riskinin azaltılmasıdır. Enfeksiyonlar uzun süreli antibiyotik kullanımı ve implantın gevşemesine dolayısıyla tekrarlı ameliyatlara sebep olabilirler (X. Y. Liu et al., 2004), (Harrasser et al., 2016), (Yamanoglu, Khoshnaw, Kolayli, & Uzuner, 2019). Alaşım elementleri ilavesi ile kazandırılan antibakteriyel özellikler kaplama teknikleri ile elde edilen antibakteriyel özelliklere nazaran daha uzun süreli antibakteriyel etkiye sahip olmaktadır. Bunu destekler nitelikte alaşım elementi takviyesi ile antibakteriyel özelliklerin geliştirilmesine yönelik bir çok çalışma yapılmıştır. Zhang ve ark saf titanyuma ağırlıkça %10 bakır ilavesi yaparak hem E.coli hem de S. aureus bakteri kolonilerinin oluşumunun engellendiğini bildirmişlerdir (E. L. Zhang et al., 2013). Yamanoglu ve ark Ti5Al2.5Fe alaşımına belirli oranlarda (ağırlıkça % 1, 3 ve 5 Cu) takviyesi yaparak alaşımın antibakteriyel özelliklerini ve sitotoksik özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan Cu takviyesinin antibakteriyel özellikleri geliştirdiğini bildirmişlerdir (Yamanoglu et al., 2018).

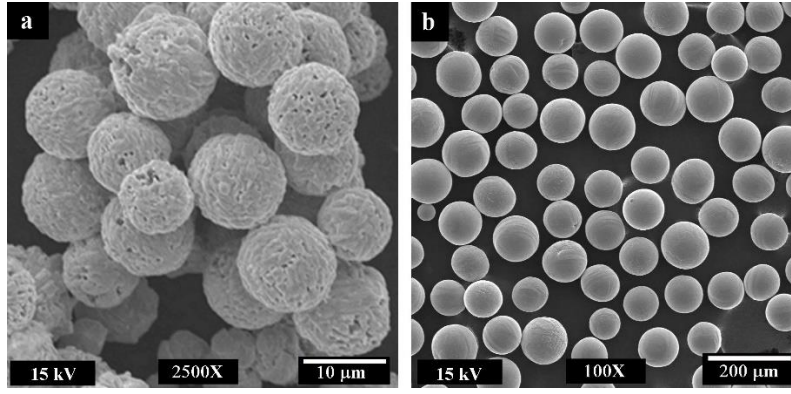
Metalik biyomalzemelerde dikkat edilmesi gerek en önemli özelliklerden birisi de aşınma özellikleridir. En çok kullanılan biyomedikal malzemelerden birisi olarak bilinen saf titanyum sürtünme koşullarında zayıf aşınma özellikleri sergilemektedir (Iijima, Yoneyama, Doi, Hamanaka, & Kurosaki, 2003). Bu nedenle birçok araştırmacı titanyumun bakır veya gümüş ile alaşımlanması sonucu hem antibakteriyel özelliklerinde hem de tribolojik özelliklerin geliştirilebileceğini öne sürmüşlerdir (Yamanoglu et al., 2020), (Wang et al., 2015), (Luangvaranunt & Pripanapong, 2012), (Muratal & Yamanoglu, 2018).

Bu çalışma kapsamında saf titanyum içerisine saf gümüş tozları ilave edilerek mekanik olarak karıştırılmış ve sıcak pres ile sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen Ti5Ag karışımının antibakteriyel özellikleri, sitotoksikite özellikleri ve aşınma özellikleri incelenmiştir.

2. DENEYSEL

2.1 Ti-Ag Alaşımının Hazırlanması

Çalışma kapsamında kullanılan saf gümüş ve saf titanyum tozlarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile çekilen görüntüleri Şekil 1'de verilmiştir. Gümüş partikülleri kimyasal çöktürme ile üretilmiştir. Çöktürme işlemi için gümüş nitrat (AgNO_3) ve demir2sülfat heptahidrat ($\text{Fe(II)SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) bileşikleri kullanılmıştır. Gümüş tozu üretiminde gümüş nitrat çözeltisi önce solüsyon hale getirilmiş ardından demir2sülfat heptahidrat çözeltisi ile karışım yapılarak gümüş tozunun çökmesi sağlanmıştır. Saf Ag partikülleri küresele yakın morfolojiye sahip ayrıca topaklanmış bir yapı sergilemektedirler. Bu çalışmada da elde edilen Ag partiküllerinin boyutları d_{50} 10 μm olarak belirlenmiştir. Saf titanyum tozları ise Alfa-Aesar firmasından temin edilmiştir. Saf titanyum tozları da küresel morfolojide ve d_{50} 120 μm boyutuna sahiptirler. Toz boyutları Helos marka partikül boyut ölçüm sistemi ile gerçekleştirilmiştir. Ti5Ag alaşımını elde etmek amacı ile saf titanyum içerisine saf Ag tozu eklenerek yatay tip bilyalı değirmen ile zirkonya kavanoz ve bilyalar (8 mm ϕ) kullanılarak mekanik olarak karıştırma işlemi uygulanmıştır.



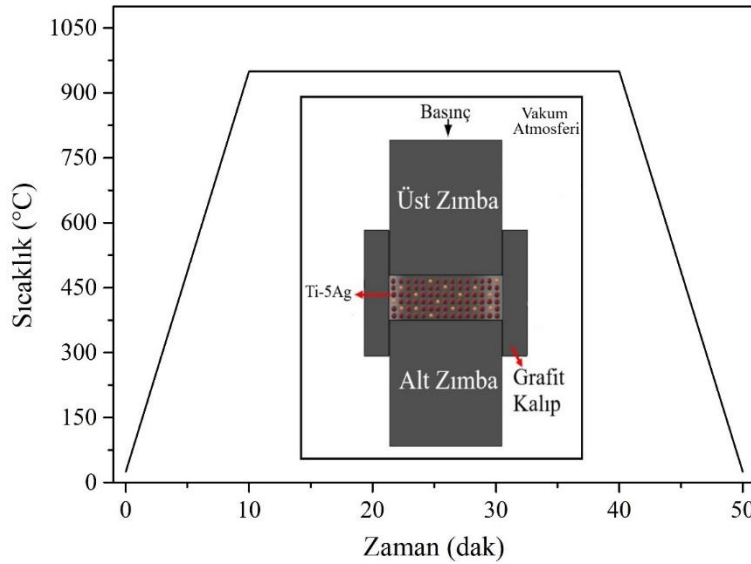
Şekil 1. Çalışmada kullanılan tozların SEM görüntüleri a) Ag b) Ti

Elde edilen toz karışımları, 20 mm iç çapa sahip grafit kalıpların içerisine dökülerek nihai parça yüksekliği 5 mm olacak şekilde tek eksenli sıcak pres cihazı (DIEX VS 50) kullanılarak 950°C’de eş zamanlı olarak 50 MPa basınç altında 30 dakika süre ile sinterlenmiştir. Sinterleme çevrimi ve kullanılan grafit kalıbın şematik bir gösterimi Şekil 2’de verilmiştir. Oksidasyonun önlenmesi amacı ile tüm sinterleme çevrimi 10^{-4} mbar vakum altında gerçekleştirilmiştir. Üretim sonrası tüm numuneler standart metalografik yöntemler ile hazırlanmıştır. Elde edilen numunelerin sertlikleri Future-Tech sertlik cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Sertlik testleri 10 kg yük altında 10 s yükleme süresi ile uygulanmıştır. Ag içeriğinin saf titanyumun aşınma direnci üzerindeki etkisini belirlemek için, kuru sürtünme koşullarında aşınma testleri yapılmıştır. Aşınma testleri ASTM G99-95 standartlarına uygun olarak TURKYUS (POH/HT/WT) marka ball-on-disc tipi aşınma cihazı kullanılarak 250 metre sürtünme mesafesi boyunca $0,094 \text{ m s}^{-1}$ 20 N yük koşulları altında gerçekleştirilmiştir. Numunelerin aşınma oranı aşağıdaki denklem ile hesaplanmıştır;

$$W = M \rho^{-1} D^{-1}$$

burada W aşınma oranıdır ($\text{mm}^3 \text{ m}^{-1}$), M kütle kaybını (g) ve ρ yoğunluk (g mm^{-3}) ve D sürtünme mesafesidir (Yamanoglu, 2020).

552



Şekil 2. Sıcak pres prosesinin sıcaklık-zaman çevrimi ve kullanılan grafit kalıbın şematik gösterimi

2.2 Antibakteriyel ve Sititoksisite Özelliklerinin Analizi

Üretilen numunelerin antibakteriyel özellikleri ve sitotoksisite davranışları Kocaeli Üniversitesi Tıp Fakültesi Mikrobiyoloji Ana Bilim Dalı’nda gerçekleştirilmiştir. Antibakteriyel aktivite özelliklerinin belirlenmesi amacı ile Staphylococcus aureus (ATCC 29213) ve Escherichia coli (ATCC 25922) bakterileri kullanılmış ve bakteriler MHA besiyerine tek koloni şeklinde ekilmiştir. Ekilen koloniler petriler içerisinde 37°C’lik etüvde 18-24 saat inkübe edilmiştir. E. coli ve S. aureus bakterilerine karşı

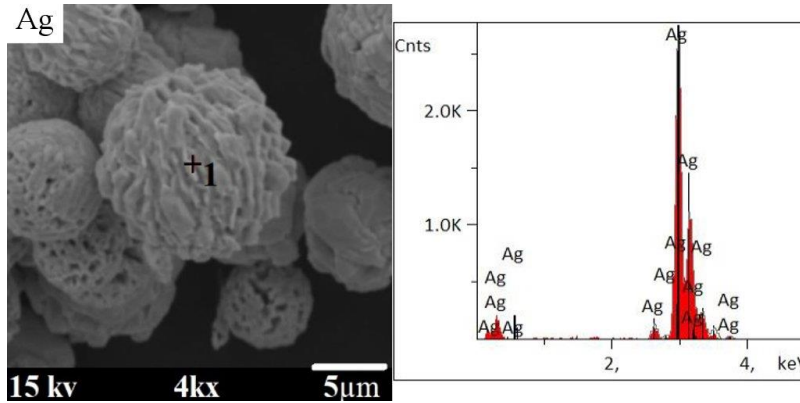
üretileen numunelerin antibakteriyel aktivitelerinin belirlenmesi için öncelikle bir miktar steril fosfat tamponu içerisinde birkaç E. coli ve S.aureus kolonisi süspanse edilerek spektrofotometrede 600 nm’de 0,08-0,1 arası absorban değeriine eş değeri bulanıklık elde edilmiştir (10^8 CFU/mL). Elde edilen süspanسیونlara fosfat tampon çözeltisi ile 10’ar kat sulandırma yapılarak 10^4 CFU/mL bakteri içeren süspanسیونlar hazırlanmıştır. Bu süspanسیونlardan 0,4 mL alınarak, numuneler üzerine uygulanmıştır. Üzerine ekim yapılan numuneler, % 90 nemli bir ortamda 37°C’lik optimum inkübasyon sonrasında alaşımların üzerindeki sıvılar alınarak 3.6 mL fosfat tampon çözeltisi içeren tüp içerisine konulmuştur. Vorteksleme işleminin ardından, tüplerden S.aureus bakterileri için 100 µL, E.coli bakterileri içinse 20 µL sıvı çekilerek MHA besiyerine cam baget ile ekim yapılmıştır. Ekimler 37 °C’de 18-24 saat inkübasyon işlemine tabi tutulmuştur. İnkübasyon sonrasında üreyen koloniler sayılarak sonuçlar incelenmiştir.

3. BULGULAR ve TARTIŞMALAR

3.1 Ag tozlarının karakterizasyonu

Ti5Al alaşımlarının elde edilmesi için bu çalışmada kullanılan gümüş tozları kimyasal çöktürme işlemi ile elde edilmiştir. Şekil 3’de elde edilen saf gümüş tozlarının SEM görüntüsü ve bir partikül üzerinde yapılan EDX analizi verilmiştir. Kimyasal çöktürme yöntemi ile saf gümüş tozu elde etmek amacı ile iki farklı bileşik kullanılmıştır. Bunlardan birisi (AgNO_3), diğeri ise demir(II)sülfat heptahidrat ($\text{Fe(II)SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) bileşiğidir. Çalışmamızdaki kimyasal çöktürme işlemi bu iki bileşiğin reaksiyona girerek tepkime sonunda gümüşün indirgenmesi ve demirin yükseltgenmesi esasına dayanmaktadır. Gümüş tozu üretimi için gereken bileşiklerden kimyasal tepkimeler sonucunda gümüş partiküllerinin içerisinde düşük miktarlarda da olsa safsızlıklar kalabilmektedir. An ve arkadaşları benzer bileşikler kullanarak yaptıkları çalışmada saf gümüş partikülleri içerisinde çok düşük miktarlarda demir atomlarına rastlandığını bildirmişlerdir (An, Cai, Wu, & Wu, 2010).

553

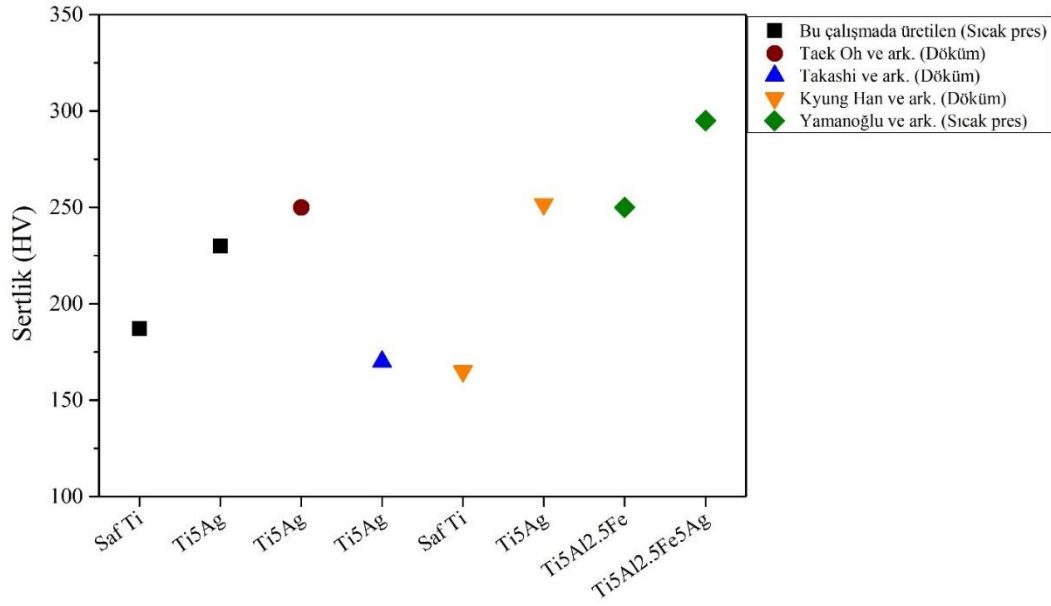


Şekil 3. a) Ag tozunun SEM görüntüsü b) Ag partikülü üzerindeki EDX analizi

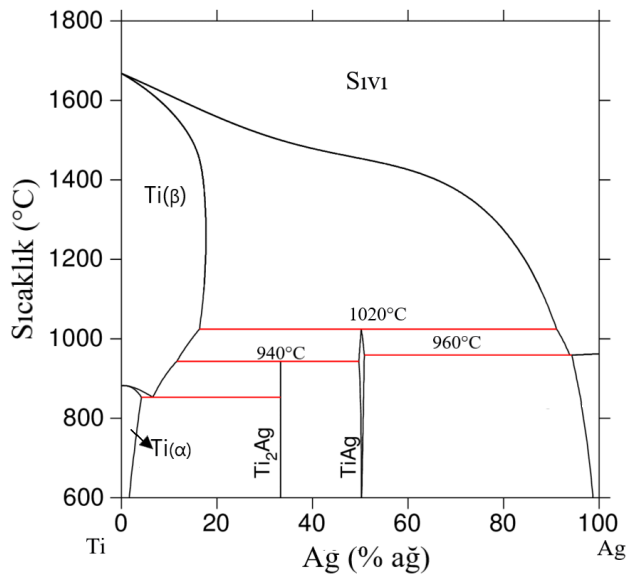
3.2 Mekanik Özellikler

Bu çalışma kapsamında üretilen Ti5Ag alaşımı ve farklı titanyum alaşımlarının sertlik sonuçları karşılaştırılmalı olarak Şekil 4’de verilmiştir. Başlangıçta üretilen saf titanyumun sertlik değeri 187 HV iken ağırlıkça % 5 Ag takviyesi ile sertlik değeri 235 HV değerine yükselmiştir. Sertlikteki artış Ti-Ag faz diyagramında bulunan Ti_2Ag ve TiAg gibi yüksek sertliğe sahip intermetalik fazlarının yapıda çökmesine bağlanmaktadır. Her ne kadar bu intermetalik fazların Ti-Ag faz diyagramına göre (Şekil 5) %22.5 üzerinde gümüş ilavesi ile oluşacağı öngörülse de toz metalurjisi ile üretimin en büyük avantajlarından birisi olan elementel tozların sinterlenmesi sırasında titanyum ve gümüş partiküllerinin temas noktasında farklı oranlarda bir araya gelmesi ile faz diyagramının izin verdiği tüm intermetalik fazların oluşmasına imkan sağlanmaktadır. Takashi ve ark. döküm yöntemi ile saf

titanyum içerisine ağırlıkça % 5 ila % 30 arasında gümüş ilave etmişlerdir. Ağırlıkça % 22.5 ve üzerinde gümüş takviyesin Ti_2Ag fazının yapıda çökerek numunelerin sertliğinde artış meydana getirdiğini bildirmişlerdir (Takahashi, Kikuchi, & Takada, 2015). Taek Oh ve arkadaşları vakum ergitme yöntemi ile saf titanyuma ağırlıkça % 0.5 ila 5 arasında değişen oranlarda saf gümüş ilavesi ile numuneler elde etmişlerdir. Ağırlıkça Ag oranı % 2 ila 4 arasında iken yapının hızlı soğumaya bağlı olarak α' martenzit yapısından oluştuğunu ve % 5 Ag ilavesi ile beraber α' yapısının incelendiğini, yapıda β fazının oluştuğunu bildirmişlerdir. Yükselen sertlik değerlerinin $\alpha + \beta$ fazlarının ve katı çözelti oluşum mekanizmasının bir fonksiyonu olarak geliştiğini bildirmişlerdir (Oh et al., 2005). Başka bir çalışmada ise Kyung ve arkadaşları vakum ergitme tekniği ile saf titanyuma ağırlıkça % 5, 10, 15 ve 20 Ag ilave ederek masif dönüşüme izin vererek numuneler elde etmişlerdir. Denge dışı katılaşma sonucu sertlikteki artışa % 5 Ag içeren titanyum numunelerin yapısında bulunan α' ve Ti_2Ag katı çökeltilerinin bir etkisi olduğunu bildirmişlerdir (Han et al., 2014).



Şekil 4. Farklı teknikler ile üretilen Ag katkılı titanyum alaşımlarının karşılaştırmalı sertlik diyagramı

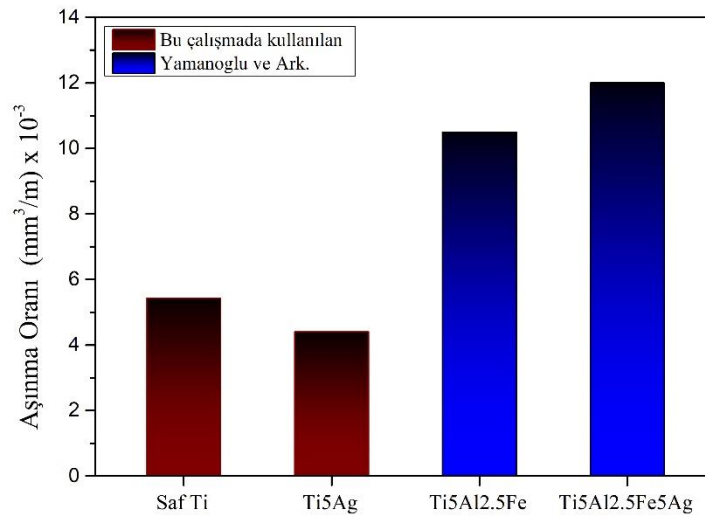


Şekil 5 Ti-Ag ikili faz diyagramı (Dezellus, Arroyave, & Fries, 2011)

Lei ve ark. yaptıkları bir diğer çalışmada saf titanyuma ağırlıkça % 1, 3 ve 5 oranında gümüş partikülleri ilave ederek kıvılcım plazma sinterleme ile yoğunlaştırmışlardır. Sinterlenen numunelerin

XRD analizlerinde ağırlıkça % 5 Ag ilavesi ile yapıda Ti_2Ag fazları belirlenmiştir. Bu durumun sertlik ve antibakteriyel özelliklere olumlu yönde katkıda bulunduğunu bildirmiştir (Lei et al., 2018).

Şekil 6’da elde edilen numunelerin aşınma oranları verilmiştir. Saf titanyum aşınma özellikleri zayıf olan bir malzemedir. Bunun sebeplerinden birisi saf titanyumun düşük sertliği ve sürtünme aşınmasına karşı gösterdiği zayıf dirençtir. Titanyumun yüzeyinde kırılkan tribooksit yapılar oluşmaktadır. Sürtünme aşınması sırasında oksit tabakası yüzeyden kolayca uzaklaşmaktadır. Sürtünme koşulları altında yüzeyde oluşan ısı ile beraber oksit tabaka sürekli oluşma eğilimi gösterir. Bundan dolayı oluşan yeni oksit tabaka sürekli yüzeyden uzaklaşarak malzeme kaybını artırmaktadır (Hussein, Mohammed, & Al-Aqeeli, 2015). Şekil 6 incelendiği zaman saf titanyuma yapılan ağırlıkça % 5 Ag takviyesi ile daha önceden yine bir biyomalzeme olarak üretilmiş ve gümüş ilave edilmiş $Ti5Al2.5Fe$ alaşımına göre dahi çok daha iyi aşınma özellikleri elde edilmiştir (Yamanoglu et al., 2020).



Şekil 6. Saf Ti ve Ti5Ag numunelerinin aşınma oranları

Gümüşün aşınma oranını etkili bir şekilde azalttığı görülmektedir. Ag elementi titanyum içerisinde β kararlaştırıcı alaşım elementi olarak görev yapmaktadır. Saf titanyuma yapılan gümüş takviyesi ile beraber yapıda oluşan β fazları aşınma direncini önemli ölçüde geliştirmiştir. Yamanoglu, saf titanyuma farklı oranlarda molibden takviyesi gerçekleştirmiştir. Molibden ilavesi ile oluşan β fazının aşınma direncini geliştirdiğini ortaya koymuştur (Yamanoglu, 2020).

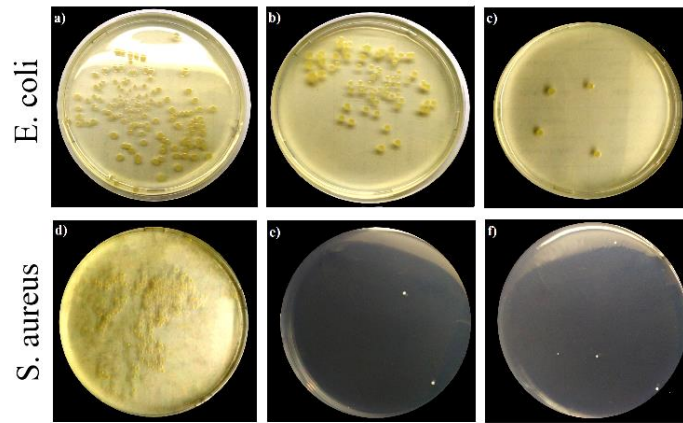
3.3 Antibakteriyel ve Sitotoksikite Özellikleri

Numunelere uygulanan antibakteriyel test sonuçları Tablo 1’de gösterilmiştir. Saf titanyuma yapılan Ag ilavesi E. coli ve S. aureus bakterileri açısından önemli değişikliklere yol açmıştır. E. coli ve S. aureus bakterileri için kontrol ekiminin ardından yüzeydeki koloni sayısının Ti5Ag numunesi için hızla azaldığı görülmektedir. Bu durum gümüş ilavesi ile beraber antibakteriyel özelliklerin geliştirildiği anlamına gelmektedir.

Tablo 1. Saf Ti ve Ti5Ag numunelerinin antibakteriyel özellikleri

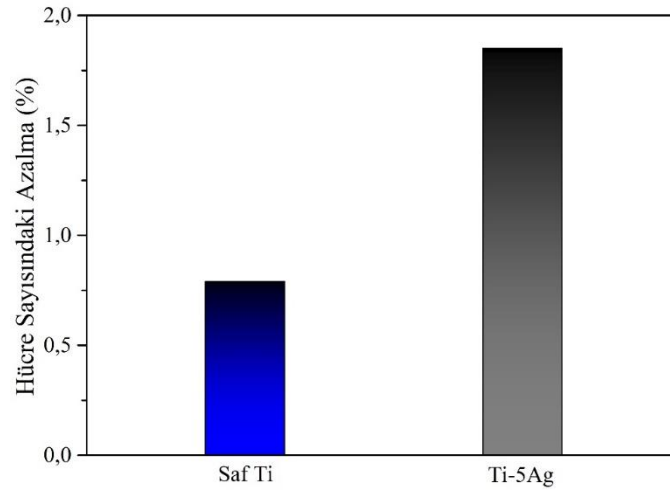
Alaşım adı	<i>Escherichia coli</i>		<i>Staphylococcus aureus</i>	
	Koloni Sayısı	Koloni Sayısı	Koloni Sayısı	Koloni Sayısı
Saf Ti	82	4.100	2	20
Ti5Ag	4	200	4	40
Kontrol ekimi	186	9.300	242	12.100

Chen ve ark yaptıkları çalışmada saf titanyuma ağırlıkça % 1, 3 ve 5 oranında Ag ilave ederek antibakteriyel özelliklerini incelemişlerdir; sonuçlar % 3 Ag ilavesinin altındaki alaşımların yetersiz antibakteriyel özelliklikler gösterdiğini % 3 Ag ilavesinin ise kararsız antibakteriyel özellikler sergilediğini göstermiştir. Bu nedenle en iyi oranın % 5 Ag ilavesi olduğunu bildirmişlerdir (Chen et al., 2016). Şekil 7’de Tablo 1’de verilen sonuçların numune yüzeyi sayım sonuçları verilmiştir. Ti-Ag alaşımları için antibakteriyel etkinin Ti_2Ag fazının çökmesinin bir sonucu olduğu düşünülmektedir. Shi ve ark yaptıkları çalışmada Ti-Ag alaşımlarının antibakteriyel özelliklerdeki gelişmenin Ti_2Ag çökmesinden kaynaklı olduğunu bildirmişlerdir (Shi et al., 2020). Bu noktada özellikle toz metalurjisi ile üretilen Ti-Ag alaşımları öne çıkmaktadır. Şekil 5’te verilen Ti-Ag faz diyagramı incelendiği zaman özellikle ağırlıkça % 22.5 Ag takviyesi ile Ti_2Ag fazının oluşacağı görülmektedir. Ağırlıkça yüksek miktarlarda ağır metal içeren biyomalzemeler sitotoksik açıdan tehlike yaratmaktadır. Bu nedenle toz metalurjik üretim proseslerinde çok daha düşük Ag içeriğine sahip titanyum alaşımlarında dahi Ti_2Ag fazının çökeceği ve antibakteriyel etkiye katkı sağlayacağı görülmektedir.



Şekil 7. Saf titanyum ve Ti5Ag alaşımlarının üzerine ekilen S.aureus ve E.coli bakteri kolonileri a) kontrol numunesi (E.coli) b) saf Ti c) Ti5Ag d) kontrol numunesi (S.Aureus) e) saf Ti f) Ti5Ag

Şekil 8 elde edilen saf titanyumun ve Ti5Ag alaşımının sitotoksikite test sonuçlarını göstermektedir. Elde edilen sonuçlara göre tüm numuneler standartların belirlediği hücre canlılığı olan %30 değerinin çok altında kalarak çok iyi biyouyumluluk sergilemiştir (Standardization, 2009). Gümüş ve bakır gibi metaller insan vücudu için ağır metaller sınıfına giren elementlerdir. Bu metaller her ne kadar üstün antibakteriyel özellikler sergilesede biyomedikal implant malzemesi olarak kullanılacak alaşımların içerdiği bu tarz ağır metallerin yapıda bulunma yüzdeleri belirli oranların altında tutulmalıdır. Şekil 8 incelendiği zaman ağırlıkça % 5 gümüş miktarı dahi sitotoksikite etkiyi arttırma eğilimindedir. Bu noktada en uygun değer bir çok çalışmacı tarafından ağırlıkça % 5 değeri olarak belirlenmiştir (Yamanoglu et al., 2018), (Ren et al., 2014), (J. Liu et al., 2014).



Şekil 8. Gümüş ilavesinin sitotoksosite sonuçlarına etkisi

4. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Bu çalışmada Ti5Ag alaşımı üretilerek, sertlik, aşınma, antibakteriyel ve sitotoksosite özellikleri incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlar ortaya konmuştur;

- 1) Ti5Ag alaşımı basınç destekli sinterleme tekniklerinden sıcak pres ile başarılı bir şekilde üretilmiştir.
- 2) Saf titanyuma yapılan gümüş takviyesi ile beraber sertlik ve aşınma direncinde önemli derece artış sağlanmıştır. Sertlik sonuçları aşınma testi sonuçlarını destekler nitelikte bulunmuştur.
- 3) Antibakteriyel analizler, Ag ilavesinin numunelerin yüzeylerinde hem E.coli hem de S.aureus bakteri kolonilerinin oluşumunu engellendiğini bu nedenle yüksek antibakteriyel etki sağlandığını göstermiştir.
- 4) Ag vücut için düşükte olsa sitotoksik etkiye sahip ağır bir metaldir. Bu nedenle Ag ilavesiyle beraber hücre canlılığında saf titanyuma göre azalma gözlenmiştir. Ancak ISO standartlarınca belirlenen % 30 değerinin çok altında kalarak çok iyi biyoyumluluk sergilemiştir.

557

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Kocaeli Üniversitesi Bilimsel Araştırma Birimi tarafından (Proje No: 2019/002) desteklenmiştir.

Kaynakçalar

- An, B., Cai, X. H., Wu, F. S., & Wu, Y. P. (2010). Preparation of micro-sized and uniform spherical Ag powders by novel wet-chemical method. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20(8), 1550-1554.
- Chen, M. A., Zhang, E. L., & Zhang, L. (2016). Microstructure, mechanical properties, bio-corrosion properties and antibacterial properties of Ti-Ag sintered alloys. *Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications*, 62, 350-360.
- Dezellus, O., Arroyave, R., & Fries, S. G. (2011). Thermodynamic modelling of the Ag-Cu-Ti ternary system. *International Journal of Materials Research*, 102(3), 286-297.
- Geetha, M., Singh, A. K., Asokamani, R., & Gogia, A. K. (2009). Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants - A review. *Progress in Materials Science*, 54(3), 397-425.

- Han, M. K., Hwang, M. J., Won, D. H., Kim, Y. S., Song, H. J., & Park, Y. J. (2014). Massive Transformation in Titanium-Silver Alloys and Its Effect on Their Mechanical Properties and Corrosion Behavior. *Materials*, 7(9), 6194-6206.
- Harrasser, N., Jüssen, S., Obermeir, A., Kmeth, R., Stritzker, B., Gollwitzer, H., & Burgkart, R. (2016). Antibacterial potency of different deposition methods of silver and copper containing diamond-like carbon coated polyethylene. *Biomaterials Research*, 20(1), 17.
- Hussein, M. A., Mohammed, A. S., & Al-Aqeeli, N. (2015). Wear Characteristics of Metallic Biomaterials: A Review. *Materials*, 8(5), 2749-2768.
- Iijima, D., Yoneyama, T., Doi, H., Hamanaka, H., & Kurosaki, N. (2003). Wear properties of Ti and Ti-6Al-7Nb castings for dental prostheses. *Biomaterials*, 24(8), 1519-1524.
- Lei, Z. M., Zhang, H. Z., Zhang, E. L., You, J. H., Ma, X. X., & Bai, X. Z. (2018). Antibacterial activities and biocompatibilities of Ti-Ag alloys prepared by spark plasma sintering and acid etching. *Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications*, 92, 121-131.
- Liu, J., Zhang, X. X., Wang, H. Y., Li, F. B., Li, M. Q., Yang, K., & Zhang, E. L. (2014). The antibacterial properties and biocompatibility of a Ti-Cu sintered alloy for biomedical application. *Biomedical Materials*, 9(2).
- Liu, X. Y., Chu, P. K., & Ding, C. X. (2004). Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Materials Science & Engineering R-Reports*, 47(3-4), 49-121.
- Luangvaranunt, T., & Pripanapong, P. (2012). Pin-On-Disc Wear of Precipitation Hardened Titanium-Copper Alloys Fabricated by Powder Metallurgy. *Materials Transactions*, 53(3), 518-523.
- Muratal, O., & Yamanoglu, R. (2018). *Hurda Bakır Tellerin Titanyumun Mekanik Özellikleri Üzerine Etkisi*. Paper presented at the 2nd International Symposium on Multidisciplinary Studies and Innovative Technologies (ISMSIT), Ankara.
- Oh, K. T., Shim, H. M., & Kim, K. N. (2005). Properties of titanium-silver alloys for dental application. *Journal of Biomedical Materials Research Part B-Applied Biomaterials*, 74b(1), 649-658.
- Ren, L., Ma, Z., Li, M., Zhang, Y., Liu, W. Q., Liao, Z. H., & Yang, K. (2014). Antibacterial Properties of Ti-6Al-4V-xCu Alloys. *Journal of Materials Science & Technology*, 30(7), 699-705.
- Shi, A. Q., Zhu, C. S., Fu, S., Wang, R. X., Qin, G. W., Chen, D. F., & Zhang, E. L. (2020). What controls the antibacterial activity of Ti-Ag alloy, Ag ion or Ti₂Ag particles? *Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications*, 109.
- Standardization, I. O. f. (2009). Biological Evaluation of Medical Devices—Part 5: Tests for In Vitro Cytotoxicity. In. Geneva, Switzerland.
- Takahashi, M., Kikuchi, M., & Takada, Y. (2015). Mechanical properties of dental Ti-Ag alloys with 223, 25, 273, and 30 mass% Ag. *Dental Materials Journal*, 34(4), 503-507.
- Wang, S., Ma, Z., Liao, Z. H., Song, J., Yang, K., & Liu, W. Q. (2015). Study on improved tribological properties by alloying copper to CP-Ti and Ti-6Al-4V alloy. *Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications*, 57, 123-132.
- Yamanoglu, R. (2020). Network distribution of molybdenum among pure titanium powders for enhanced wear properties. *Metal Powder Report, Article in press*.

- Yamanoglu, R., Efendi, E., Kolayli, F., Uzuner, H., & Daoud, I. (2018). Production and mechanical properties of Ti-5Al-2.5Fe-xCu alloys for biomedical applications. *Biomedical Materials*, 13(2).
- Yamanoglu, R., Khoshnaw, F., Daoud, I., & Efendi, E. (2020). Effect of silver content on the wear and mechanical properties of powder metallurgical Ti-5Al-2.5Fe-xAg ALLOYS. *Journal of Mining and Metallurgy Section B-Metallurgy*, 56(1), 119-125.
- Yamanoglu, R., Khoshnaw, F., Kolayli, F., & Uzuner, H. (2019). *Antibacterial Properties of Stainless Steel Coated on Ti6Al4V Alloy*. Paper presented at the International Journal of Mechanical and Production Engineering.
- Zhang, E. L., Li, F. B., Wang, H. Y., Liu, J., Wang, C. M., Li, M. Q., & Yang, K. (2013). A new antibacterial titanium-copper sintered alloy: Preparation and antibacterial property. *Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications*, 33(7), 4280-4287.
- Zhang, Y., Sun, D., Cheng, J., Tsoi, J. K. H., & Chen, J. (2020). Mechanical and biological properties of Ti-(0–25 wt%)Nb alloys for biomedical implants application. *Regenerative Biomaterials*, 7(1), 119–127.
- Zhou, Y. L., Niinomi, M., Akahori, T., Fukui, H., & Toda, H. (2005). Corrosion resistance and biocompatibility of Ti-Ta alloys for biomedical applications. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 398(1-2), 28-36.