

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TİTANYUM MALZEMELERİN ANODİZASYON
YÖNTEMİYLE TİTANYUM OKSİT KAPLANMASI VE
KARAKTERİZASYONU**

DOKTORA TEZİ

Neslihan SARICA

Enstitü Anabilim Dalı : **METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ**
Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Cuma BİNDAL**
Ortak Danışmanı : **Prof. Dr. Ahmet Hikmet ÜÇİŞİK**

Ekim 2016

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ


TİTANYUM MALZEMELERİN ANODİZASYON
YÖNTEMİYLE TİTANYUM OKSİT KAPLANMASI VE
KARAKTERİZASYONU


DOKTORA TEZİ

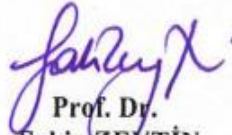
Neslihan SARICA


Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME
MÜHENDİSLİĞİ


Bu tez 14 / 10 /2016 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.



Prof. Dr.
A. Hikmet ÜÇİŞİK
Jüri Başkanı

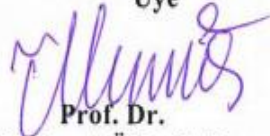

Prof. Dr.
Cuma BİNDAL
Üye


Prof. Dr.
Sakin ZEYİN
Üye


Prof. Dr.
Recep ARTIR
Üye


Prof. Dr.
Z. Ziya ÖZTÜRK
Üye


Prof. Dr.
Ayhan MERGEN
Üye


Prof. Dr.
Mahmut ÖZACAR
Üye

BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.

NESLİHAN SARICA

14.10.2016

TEŞEKKÜR

Doktora ve yüksek lisans eğitim hayatım boyunca birlikte çalışmaktan onur duyduğum, yardımlarını benden hiçbir zaman esirgemeyen, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşarak yol gösteren çok değerli hocalarım öncelikle Prof. Dr. Sayın Ahmet Hikmet Üçışık ve Prof. Dr. Sayın Cuma Bindal'a sonsuz teşekkür ve minnetlerimi sunarım.

Tez çalışmam sırasında bana laboratuvarlarını açan, bilgi ve deneyimlerini paylaşan tanışmaktan mutluluk duyduğum çok değerli hocam Prof. Dr. Sayın Zafer Ziya Öztürk'e ve ekibine çok teşekkür ederim. Ayrıca bilgi ve tecrübesiyle tez çalışmama katkıda bulunan çok değerli hocam Prof. Dr. Sayın Sakin Zeytin'e de teşekkürlerimi sunarım. Laboratuvar çalışmalarında bana çok yardımcı olan özellikle Dr. Erdem Şennik, Yard. Doç. Dr. Sadullah Öztürk ve Yard. Doç. Dr. Necmettin Kılınç, Dr. Levent Salim Aktuğ ve Ömer Faruk Deniz'e de çok teşekkür ederim. Ayrıca, laboratuvarında güzel bir çalışma ortamına vesile olan arkadaşlarım Onur Alev, Orhan Şişman, Fatma Rabia Özemre, Dilek Taşkın ve Asuman Cengiz'e de teşekkür ederim.

SEM ve AFM çalışmalarında yeralan Gebze Teknik Üniversitesi'nden uzman Ahmet Nazım, Adem Şen ve Sakarya Üniversitesi'nden uzman Fuat Kayış'a çok teşekkür ederim. Bakteri ekimi konusunda yardımlarını esirgemeyen ve laboratuvarını açan Prof. Dr. Sayın Oğuz Karabay ve ekibine de çok teşekkür ederim. AFM ile bakteri görüntüleme çalışmalarında yardımcı olan Doç. Dr. Şükran Demirkıran'a da teşekkürlerimi sunarım. Yard. Doç. Dr. Fırat Karakaş'a da yüzey temas açısı ölçümlerinden dolayı minnetlerimi bildiririm.

Osaka University’de “Nano-İndentasyon ve Nano-Triboloji” deneylerinin gerekleşmesini saęlayan Dr. Imai Hisashi ve Prof. Dr. H. Hishikikawa’ya Japonya’daki arařtırmalar için büyük ölçüde destek saęlayan Japan Society for Promotion of Science’a, Osaka University Joining and Welding Research Institute’e teřekkür ve minnetlerimi sunarım. Ayrıca, EDX ve X-ray alıřmalarında, deęerli yardımlarını gördüğümüz Dr. Yugis Yugeswaran’a da ok teřekkür ederim.

Öęrenimim sırasında burs vererek beni destekleyen Türk Petrol Vakfı’na ayrıca ok teřekkür ederim.

Son olarak, beni her zaman destekleyen aileme de ok teřekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	i
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	viii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	ix
TABLOLAR LİSTESİ.....	xxv
ÖZET.....	xxvi
SUMMARY.....	xxvii
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ.....	1
1.1. Metalik Malzemeler.....	1
1.2. Metalik İmplant Malzemelerin Problemleri.....	2
1.2.1. Aşınma.....	2
1.2.2. Korozyon.....	3
1.2.3. Mekanik problemler.....	3
1.2.4. Biyolojik problemler.....	3
1.2.5. Biyomalzeme kaynaklı enfeksiyonlar.....	5
1.2.5.1. <i>Staphylococcus aureus</i>	5
BÖLÜM 2.	
TİTANYUM.....	8
2.1. Oksijen-Titanyum Sistemi.....	9
2.2. Titanyum Dioksit.....	11
2.3. Titanyumun Biyomedikal Uygulamaları.....	12

BÖLÜM 3.

LİTERATÜR ARAŞTIRMASI.....	14
3.1. Anodizasyon Teorisi.....	14
3.2. Titanyumun Anodik Oksidasyonu.....	15
3.2.1. Nanotüp formasyonu.....	16
3.2.2. Elektrolitik atlama gerilimi olayı.....	19
3.3. Amaç.....	21
3.3.1. Üretim bölümü.....	21
3.3.2. İnceleme bölümü.....	21

BÖLÜM 4.

MATERYAL VE YÖNTEMLER.....	23
4.1. Numune Hazırlama.....	23
4.2. Anodizasyon Prosedürü.....	23
4.2.1. Nano pürüzlü yüzeylerin üretimi.....	24
4.2.2. Nano tanecikli yüzeylerin üretimi.....	24
4.2.3. Nanotüplü yüzeylerin üretimi.....	24
4.3. Numune Karakterizasyonu.....	25
4.3.1. Taramalı electron mikroskopu (SEM) çalışmaları.....	25
4.3.2. X-ışını difraktometresi (XRD) çalışmaları.....	25
4.3.3. Atomik kuvvet mikroskopu (AFM) çalışmaları.....	25
4.3.4. Taramalı prob mikroskopu (SPM) çalışmaları.....	25
4.3.5. Yüzey enerjisi ve temas açısı çalışmaları.....	26
4.4. Mekanik Deneyle.....	26
4.4.1. Nanoindentasyon çalışmaları.....	26
4.4.2. Nano-Triboloji Deneyle.....	28
4.5. Bakteri Ekimi.....	28

BÖLÜM 5.

DENEY SONUÇLARI.....	29
5.1. Numune Karakterizasyonu.....	29
5.1.1. Taramalı elektron mikroskopu çalışmaları.....	29

5.1.1.1. Kaplanmamış titanyum yüzeyler.....	29
5.1.1.2. Parlatılmış titanyum yüzeyler.....	30
5.1.1.3. Pürüzlü yüzeyler.....	31
5.1.1.4. Nano tanecikli yüzeyler.....	51
5.1.1.5. Nanotüp.....	54
5.1.2. EDX çalışmaları.....	56
5.1.2.1. Parlatılmış titanyum yüzeyin EDX çalışmaları.....	56
5.1.2.2. Nano pürüzlü yüzeylerin EDX çalışmaları.....	58
5.1.2.3. Nano tanecikli yüzeylerin EDX çalışmaları.....	65
5.1.2.4. Nanotüp yüzeylerin EDX çalışmaları.....	67
5.1.3. Nano pürüzlü yüzeylerin anodizasyonu sırasında akım zaman grafiği.....	69
5.1.4. XRD çalışmaları.....	71
5.1.4.1. Nano pürüzlü yüzeylerin XRD çalışmaları.....	71
5.1.4.2. Nano tanecikli yüzeylerin XRD çalışmaları.....	71
5.1.4.3. Nanotüp yüzeylerinin XRD çalışmaları.....	72
5.1.5. AFM çalışmaları.....	73
5.1.5.1. Nano pürüzlü yüzeylerin AFM çalışmaları.....	73
5.1.5.2. Nano tanecikli yüzeylerin AFM çalışmaları.....	83
5.1.5.3. Nanotüp yüzeylerin AFM çalışmaları.....	86
5.1.6. Taramalı prob mikroskobu (SPM) çalışmaları.....	89
5.1.6.1. Nano pürüzlü yüzeylerin SPM çalışmaları.....	89
5.1.6.2. Nano tanecikli yüzeylerin SPM çalışmaları.....	97
5.2. Temas Açısı Çalışmaları.....	104
5.2.1. Parlatılmış titanyum yüzeylerin temas açısı çalışmaları.....	104
5.2.2. Nano pürüzlü yüzeylerin temas açısı çalışmaları.....	104
5.2.3. Nano tanecikli yüzeyin temas açısı çalışmaları.....	107
5.2.4. Nanotüp yüzeyin temas açısı çalışmaları.....	107
5.3. Nanoindentasyon Çalışmaları.....	109
5.3.1. Parlatılmış yüzeylerin "penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü" altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları..	109

5.3.2. Nano pürüzlü yüzeylerin "penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen nanoindentasyon çalışmaları..	112
5.3.3. Nano tanecikli yüzeyin "penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen nanoindentasyon çalışmaları...	130
5.3.4. Nanotüp yüzeyin "penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen nanoindentasyon çalışmaları..	134
5.3.5. Nano pürüzlü yüzeylerin "penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen nanoindentasyon çalışmaları..	139
5.3.6. Nanotüp yüzeylerin "penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen nanoindentasyon çalışmaları..	154
5.3.7. Nano pürüzlü yüzeylerin "yük (3 mN) kontrolü" altında gerçekleştirilen nanoindentasyon çalışmaları.....	158
5.3.8. Nano tanecikli yüzeylerin "yük (3 mN) kontrolü" altında gerçekleştirilen nanoindentasyon çalışmaları.....	176
5.3.9. Nanotüp yüzeylerin "yük (3 mN) kontrolü" altında gerçekleştirilen nanoindentasyon çalışmaları.....	180
5.3.10. Parlatılmış yüzeylerin "penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi.....	184
5.3.11. Nano pürüzlü yüzeylerin "penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi.....	185
5.3.12. Nano pürüzlü yüzeylerin "penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi.....	186
5.3.13. Nanotüp yüzeylerin "penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi.....	187
5.3.14. Parlatılmış yüzeylerin "penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi.....	188
5.3.15. Nano pürüzlü yüzeylerin "penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi.....	188
5.3.16. Nanotüp yüzeylerin "penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi.....	189
5.3.17. Parlatılmış yüzeylerin "yük (3 mN) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi	190

5.3.18. Nano pürüzlü yüzeylerin "yük (3 mN) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi	191
5.3.19. Nano tanecikli yüzeylerin "yük (3 mN) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi	191
5.3.20. Nanotüp yüzeylerin "yük (3 mN) kontrolü" altında gerçekleştirilen sertlik analizi.....	192
5.4. Nano-Tribolojik Çalışmalar.....	193
5.4.1. Parlatılmış yüzeylerin üzerinde tribolojik çalışmalar.....	193
5.4.2. Nano pürüzlü yüzeylerin üzerinde tribolojik çalışmalar.....	194
5.4.3. Nano tanecikli yüzeylerin üzerinde tribolojik çalışmalar.....	206
5.4.4. Nanotüp yüzeylerin üzerinde tribolojik çalışmaları.....	209
5.5. Bakteri Tutunmasını AFM ile Görüntüleme.....	212
5.5.1. Parlatılmış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması.....	212
5.5.2. Nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması.....	213
5.5.3. Nano tanecikli yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması.....	215
5.5.4. Nanotüp yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması.....	216
5.6. Bakteri Tutunmasını SEM ile Görüntüleme.....	216
BÖLÜM 6.	
TARTIŞMA.....	221
BÖLÜM 7.	
SONUÇ.....	233
KAYNAKLAR.....	236
ÖZGEÇMİŞ.....	243

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

Å	: Angstrom
AFM	: Atomik kuvvet mikroskobu
ATCC	: Amerikan tipi kültür koleksiyonu
ATP	: Adenozin trifosfat
d	: Oksit kalınlığı
DC	: Doğru akım
DLVO	: Derjaguin-Landau-Verwey-Overbeek
EDX	: Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
SPM	: Taramalı prob mikroskobu
XRD	: X ışını difraksiyonu

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. <i>S. aureus</i> 'un titanyum yüzeydeki SEM görüntüsü (Truong ve ark., 2009).....	6
Şekil 2.1. Titanyum oksijen faz diagramı (Hansen, 1958).....	9
Şekil 2.2. Titanyum oksijen faz diagramı (Okamoto, 2011).....	10
Şekil 2.3. Titanyum oksijen faz diagramı (Okamoto, 2011).....	10
Şekil 2.4. Anataz ve rutil kristal yapılarının birim hücreleri (Diebold, 2003).....	12
Şekil 2.5. Titanyum/doku arayüzünün şematik görünümü (Bijursten, 1991)...	13
Şekil 3.1. Anodik oksidasyon sırasında oksit tabakasının büyümesi (Gueneau De Mussy, 2002).....	16
Şekil 3.2. a) Flor ve flor içermeyen elektrolit içerisinde titanyumun anodizasyonuna ait akım zaman grafiği; b) TiO_2 morfolojisinin oluşumu; c) eşit oranda TiO_2 'in çözünümü (v1) ve oluşumu (v2) ile karakterize edilen denge durumu (Macak ve ark., 2007).....	18
Şekil 3.3. Titanyumun anodizasyonu a) flor içermeyen elektrolit içerisinde; b) flor içeren elektrolitte (nanotüp oluşumu) (Macak ve ark., 2007).....	18
Şekil 3.4. Atlama gerilimin üzerinde gözenekli titanyum oksit oluşumunun şematik diagramı: a) maksimum kalınlığa kadar oksit büyümesi; b) gözeneklerin oluşumuyla oksitin patlaması; c) gözenek uçlarının aniden tekrar pasive olması, d) tekrar pasive olan oksitin patlaması, e) oluşan oksitin çözülmesi ve tekrar pasive olması (Choi ve ark., 2004).....	20
Şekil 4.1. Yük kontrolü (3 mN) altında gerçekleştirilen nanoindentasyon deneyinin şematik diagramı.....	27

Şekil 4.2. Penetrasyon kontrolü (40 nm) altında gerçekleştirilen nanoindentasyon deneyinin şematik diagramı.....	27
Şekil 4.3. Penetrasyon kontrolü (200 nm) altında gerçekleştirilen nanoindentasyon deneyinin şematik diagramı.....	28
Şekil 5.1. İşlem görmemiş titanyum yüzeyin SEM görüntüsü.....	29
Şekil 5.2. Parlatılmış yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1 µm; b) 500 nm.....	30
Şekil 5.3. Parlatılmış yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 200X; b) 1000X; c) 5000X; d) 10000X.....	30
Şekil 5.4. Parlatılmış yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b) 50000X; c) 80000X.....	31
Şekil 5.5. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1 µm; b) 500 nm; c) 200 nm.....	32
Şekil 5.6. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 250X; b) 1000X; c) 5000X; d) 10000X.....	32
Şekil 5.7. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b)30000X; c) 40000X; d) 50000X.	33
Şekil 5.8. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1000X; b) 5000X; c)10000X; d) 20000X....	33
Şekil 5.9.10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 30000X; b) 40000X; c) 50000X; d) 60000X.	34
Şekil 5.10.10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 80000X büyütmedeki SEM görüntüsü.....	34
Şekil 5.11. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b) 25000X; c) 50000X.....	35
Şekil 5.12. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 80000X'deki SEM görüntüleri.....	35
Şekil 5.13. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 200X; c) 500X; d) 1000X..	36
Şekil 5.14. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 500X; b) 10000X; c) 20000X; d) 30000X.	37

Şekil 5.15. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 40000X; b) 50000X.....	37
Şekil 5.16. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 200X; b) 1000X; c) 5000X; d) 10000X.....	38
Şekil 5.17. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b) 3000X; c) 40000X; d) 50000X.....	38
Şekil 5.18. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 2 µm; b) 500 nm; c) 200 nm.....	39
Şekil 5.19. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 2000X; c) 25000X; d) 50000X.....	39
Şekil 5.20. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 80000X'deki SEM görüntüsü.....	40
Şekil 5.21. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 2 µm; b) 500 nm; c) 200 nm.....	41
Şekil 5.22. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1 µm; b) 1 µm; c) 500 nm; d) 500 nm.....	41
Şekil 5.23. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 200X; c) 500X; d) 1000X.....	42
Şekil 5.24. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 1000X.....	42
Şekil 5.25. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 10000X; c) 20000X; d) 30000X	43
Şekil 5.26. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 20000X'deki SEM görüntüleri.....	43
Şekil 5.27. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 40000X; b) 50000X.....	44
Şekil 5.28. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b) 20000X; c) 50000X; d) 50000X.....	44

Şekil 5.29. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 65000X'deki SEM görüntüsü.....	45
Şekil 5.30. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 2 µm; b) 500 nm; d) 200 nm.....	46
Şekil 5.31. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 10000X ; c) 20000X.....	46
Şekil 5.32. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 1000X'deki SEM görüntüleri.....	47
Şekil 5.33. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 10000X; b) 20000X; c) 30000X; d) 40000X.....	47
Şekil 5.34. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 50000X'deki SEM görüntüleri.....	48
Şekil 5.35. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 50X; b) 100X; c) 1000X; d) 5000X.....	48
Şekil 5.36. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 10000X; c) 30000X; d) 40000X.....	49
Şekil 5.37. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 50000X; b) 60000X.....	49
Şekil 5.38. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1000X; b) 5000X; c) 10000X; d) 10000X.....	50
Şekil 5.39. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 10000X; b) 10000X.....	50
Şekil 5.40. Nano tanecikli yüzeyin 200000X'deki SEM görüntüsü.....	52
Şekil 5.41. Nano tanecikli yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100000X; b) 120000X.....	52
Şekil 5.42. Nano tanecikli yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 10000X; c) 20000X; d) 30000X.....	53

Şekil 5.43. Nano tanecikli yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 40000X; b) 50000X; c) 60000X; d) 80000X.....	53
Şekil 5.44. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 10000X; b) 20000X.....	54
Şekil 5.45. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 50000X; b) 80000X.....	54
Şekil 5.46. Nanotüp kaplı yüzeylerin 500X'deki SEM görüntüleri.....	55
Şekil 5.47. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1000X; b) 8000X; c) 10000X; d) 20000X.....	55
Şekil 5.48. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 30000X; b) 40000X; c) 50000X; d) 60000X.....	56
Şekil 5.49. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 80000X; b) 100000X.....	56
Şekil 5.50. Parlatılmış titanyumun EDX çalışması sonuçları.....	57
Şekil 5.51. Parlatılmış titanyumun EDX çalışması sonuçları.....	57
Şekil 5.52. Parlatılmış titanyumun EDX çalışması sonuçları.....	58
Şekil 5.53. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	59
Şekil 5.54. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	59
Şekil 5.55. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	60
Şekil 5.56. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	61
Şekil 5.57. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	61
Şekil 5.58. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	62
Şekil 5.59. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	62
Şekil 5.60. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	63

Şekil 5.61. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	63
Şekil 5.62. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	64
Şekil 5.63. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	64
Şekil 5.64. Nano tanecikli yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	65
Şekil 5.65. Nano tanecikli yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	66
Şekil 5.66. Nano tanecikli yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	66
Şekil 5.67. Nano tanecikli yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	67
Şekil 5.68. Nanotüp yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	68
Şekil 5.69. Nanotüp yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	68
Şekil 5.70. Nanotüp yüzeyin EDX çalışması sonuçları.....	69
Şekil 5.71. Nano pürüzlü yüzeylerin akım zaman eğrisi; a) 10V; b) 50V.....	70
Şekil 5.72. Nano pürüzlü yüzeylerin XRD çalışmaları; a) Kaplanmamış titanyum; b) 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan yüzey; c) 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan yüzey; d) 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan yüzey; e) 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan yüzey.....	71
Şekil 5.73. XRD çalışmaları; a) Kaplanmamış titanyum; b) nano tanecikli yüzey.....	72
Şekil 5.74. XRD çalışmaları; a) Kaplanmamış titanyum; b) nanotüp yüzey....	73
Şekil 5.75. 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5µm x 5 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	74
Şekil 5.76. 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	74
Şekil 5.77. a) 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	75
Şekil 5.78. 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	75

Şekil 5.79. 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	76
Şekil 5.80. 10 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	76
Şekil 5.81. 10 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	77
Şekil 5.82. a) 10V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) 10V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	77
Şekil 5.83. 10V 45 uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	78
Şekil 5.84. 10V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	78
Şekil 5.85. 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	79
Şekil 5.86. 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	79
Şekil 5.87. a) 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	80
Şekil 5.88. 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	80
Şekil 5.89. 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	81
Şekil 5.90. 50 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	81
Şekil 5.91. 50 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	82

Şekil 5.92. a) 50 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) 50V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	82
Şekil 5.93. 50V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	83
Şekil 5.94. 50V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	83
Şekil 5.95. Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	84
Şekil 5.96. Nano tanecikli yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	84
Şekil 5.97. a) Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) Nano tanecikli yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	85
Şekil 5.98. Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	85
Şekil 5.99. Nano tanecikli yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	86
Şekil 5.100. Nanotüp yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	86
Şekil 5.101. Nanotüp yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	87
Şekil 5.102. a) Nanotüp yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) Nanotüp yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	87
Şekil 5.103. Nanotüp yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	88
Şekil 5.104. Nanotüp yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.....	88
Şekil 5.105. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 3 boyutlu topografik SPM görüntüsü.....	89

Şekil 5.106. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait SPM faz analizi görüntüsü.....	90
Şekil 5.107. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait SPM faz analizi görüntüsü.....	90
Şekil 5.108. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 2 µm x 2 µm alan taramalı yüzeyin a) topografik SPM görüntüsü ;b) faz analizi SPM görüntüsü.....	91
Şekil 5.109. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 0,5 µm x 0,5 µm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü ;b) faz analizi SPM görüntüsü.....	91
Şekil 5.110. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 0,2 µm x 0,2 µm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü ;b) faz analizi SPM görüntüsü.....	92
Şekil 5.111. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.....	93
Şekil 5.112. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 2 µm x 2 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.....	94
Şekil 5.113. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 0,5 µm x 0,5 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.....	95
Şekil 5.114. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 0,2 µm x 0,2 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.....	96
Şekil 5.115. Nano tanecikli yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.....	98
Şekil 5.116. Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.....	98
Şekil 5.117. Nano tanecikli yüzeye ait 2 µm x 2 µm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.....	99
Şekil 5.118. Nano tanecikli yüzeye ait 1 µm x 1 µm alan taramalı yüzeyin a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.....	99
Şekil 5.119. Nano tanecikli yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.....	100

Şekil 5.120. Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.....	101
Şekil 5.121. Nano tanecikli yüzeye ait 2 µm x 2 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.....	102
Şekil 5.122. Nano tanecikli yüzeye ait 1 µm x 1 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.....	103
Şekil 5.123. Parlatılmış titanyumun yüzey temas açısı ölçüm görüntüsü.....	104
Şekil 5.124. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü	105
Şekil 5.125. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü	105
Şekil 5.126. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü	106
Şekil 5.127. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.....	106
Şekil 5.128. Nano tanecikli yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.....	107
Şekil 5.129. Nanotüp yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.....	107
Şekil 5.130. Parlatılmış titanyum yüzeyinin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri...	109
Şekil 5.131. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	113
Şekil 5.132. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	117
Şekil 5.133. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	121
Şekil 5.134. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	126

Şekil 5.135. Nano tanecikli yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	131
Şekil 5.136. Nanotüp yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	135
Şekil 5.137. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	139
Şekil 5.138. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	143
Şekil 5.139. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	147
Şekil 5.140. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	151
Şekil 5.141. Nanotüp yüzeylerin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	155
Şekil 5.142. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	159
Şekil 5.143. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	163
Şekil 5.144. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	168
Şekil 5.145. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	172
Şekil 5.146. Nano tanecikli yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	176

Şekil 5.147. Nanotüp yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.....	180
Şekil 5.148. Parlatılmış titanyumun “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değişimleri.....	185
Şekil 5.149. Nano pürüzlü yüzeylerin sertlik değerleri; a) 10V 10 dakika; b) 10V 45 dakika; c) 50V 10 dakika; d) 50V 45 dakika.....	186
Şekil 5.150. Nano tanecikli yüzeylerin sertlik değerleri.....	187
Şekil 5.151. Nanotüp yüzeylerin sertlik değerleri.....	187
Şekil 5.152. Parlatılmış titanyumun “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değerleri.....	187
Şekil 5.153. Nano pürüzlü yüzeylerin sertlik değerleri; a) 10V 10 dakika; b) 10V 45 dakika; c) 50V 10 dakika; d) 50V 45 dakika.....	189
Şekil 5.154. Nanotüp yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değerleri.....	190
Şekil 5.155. Parlatılmış titanyumun “yük (3 mN) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değerleri.....	190
Şekil 5.156. Nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altında sertlik değerleri; a) 10V 10 dakika; b) 10V 45 dakika; c) 50V 10 dakika; d) 50V 45 dakika.....	191
Şekil 5.157. Nano tanecikli yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altındaki sertlik değerleri.....	192
Şekil 5.158. Nanotüp yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altındaki sertlik değerleri.....	192
Şekil 5.159. Parlatılmış titanyum yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.....	193
Şekil 5.160. Parlatılmış titanyum yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.....	194
Şekil 5.161. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.....	195
Şekil 5.162. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.....	195
Şekil 5.163. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.....	196

Şekil 5.164. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	196
Şekil 5.165. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	197
Şekil 5.166. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	197
Şekil 5.167. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.....	198
Şekil 5.168. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.....	198
Şekil 5.169. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.....	199
Şekil 5.170. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	199
Şekil 5.171. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	200
Şekil 5.172. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	200
Şekil 5.173. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.....	201
Şekil 5.174. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.....	201
Şekil 5.175. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.....	202

Şekil 5.176. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	202
Şekil 5.177. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX görüntüsü.....	203
Şekil 5.178. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	203
Şekil 5.179. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	204
Şekil 5.180. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	204
Şekil 5.181. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.....	205
Şekil 5.182. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	205
Şekil 5.183. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	206
Şekil 5.184. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	206
Şekil 5.185. Nano tanecikli yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.....	207
Şekil 5.186. Nano tanecikli yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.....	207
Şekil 5.187. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.....	208
Şekil 5.188. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	208

Şekil 5.189. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	209
Şekil 5.190. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	209
Şekil 5.191. Nanotüp yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.....	210
Şekil 5.192. Nanotüp yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.....	210
Şekil 5.193. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.....	211
Şekil 5.194. Nanotüp yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	211
Şekil 5.195. Nanotüp yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	212
Şekil 5.196. Nanotüp yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.....	212
Şekil 5.197. Parlatılmış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 µm x 40 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	213
Şekil 5.198. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 µm x 40 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	213
Şekil 5.199. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 µm x 40 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	214
Şekil 5.200. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 µm x 40 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	214
Şekil 5.201. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 µm x 40 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	215
Şekil 5.202. Nano tanecikli yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 µm x 40 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	215

Şekil 5.203. Nanotüp yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 µm x 40 µm alan taramalı AFM görüntüsü.....	216
Şekil 5.204. Kaplanmamış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.....	217
Şekil 5.205. Parlatılmış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.....	217
Şekil 5.206. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.....	218
Şekil 5.207. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.....	218
Şekil 5.208. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.....	219
Şekil 5.209. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri..	219
Şekil 5.210. Nano tanecikli yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.....	220
Şekil 5.211. Nanotüp yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.....	220

TABLolar LİSTESİ

Tablo 1.1. Çevresindeki dokulara verdiği reaksiyonlara göre biyomalzemelerin sınıflandırılması (Geetha ve ark., 2009).....	4
Tablo 2.1. Titanyumun fiziksel özellikleri (Liu ve ark., 2004).....	8
Tablo 2.2. Anataz ve rutilin fiziksel ve kimyasal özellikleri (Jochen, 2003).....	11
Tablo 3.1. Farklı voltajlarda büyüyen anodik filmlerin kalınlıkları (Kuromoto ve ark., 2007).....	19
Tablo 5.1. Nano pürüzlü yüzeylerin anodizasyon parametrelerine göre değişen faz dağılımı.....	65
Tablo 5.2. Kaplanmış numunelerin karşılaştırmalı yüzey pürüzlülüğü analiz sonuçları.....	89
Tablo 5.3. Numunelerin karşılaştırmalı yüzey temas açısı sonuçları.....	107

ÖZET

Anahtar kelimeler: Anodizasyon, nano tanecik, nanotüp, *S. aureus*, titanyum, titanyum oksit

Titanyum yüzeyler, muhtemel tıp ve mühendislik uygulamalarında kullanılmak üzere nano tanecikli, nano pürüzlü ve nanotüplü yüzeyler olarak anodizasyon parametreleri değiştirilerek modifiye edilmiştir. Morfolojik yapıları incelemek için geleneksel mikroskopik yöntemler, taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı X ışını spektroskopisi (EDX) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) kullanılmıştır. Oksit yüzeylerin mekanik özellikleri hakkında bilgi edinmek için nano-indentasyon ve nano tribolojik metotlar uygulanmıştır. Anodizasyon çözeltisinin kimyasal kompozisyonuna bağlı olarak ya pürüzlü yüzeyler, nano tanecikler ya da nanotüpler elde edilmiştir. Pürüzlü yüzeylerde, pürüzlülük anodizasyon voltajının ve süresinin artmasıyla birlikte artmaktadır. Pürüzlü yüzeyleri elde etmenin yanı sıra, kimyasal ve kristallografik farklılıklar bakımından homojen olmayan morfolojik yapılar da elde edilmiştir. Nanoindentasyon sonuçlarına göre nanopürüzlü yüzeylerin kaplama kalınlığı yaklaşık olarak 50-100 nm arasında değişmektedir. Bu testler, kaplama kalınlığının değiştiğini gösterdiği gibi sertlik değerlerinin de değiştiğini göstermektedir. Kaplanmış numuneler arasında nanotüp kaplı yüzey kırılma yapısından dolayı en düşük sertliğe sahiptir. Numuneler üzerinde yapılan temas açısı ölçüm sonuçlarına göre, titanyum malzemeler kaplamadan sonra daha hidrofilik hale gelmiştir. Biyomalzeme kaynaklı enfeksiyona yol açan *S. aureus* bakteri çeşidi kaplanmış numunelerin antibakteriyel özelliklerini test etmek için numuneler üzerine ekilmiştir. Bakterileri, yüzeyde biyofilm oluşturmak üzere bir süre bıraktıktan sonra, yüzeydeki bakteriler SEM yardımıyla görüntülenmiştir. Nanotüp yüzeyler, porozlu ve /veya yüzey yapısından dolayı en çok bakteri tutan yüzey olarak gözlemlenmiştir.

Bu çalışma sonucunda, anodizasyon parametrelerini, değiştirerek farklı yüzey morfolojisine ve kristallografisine sahip yüzeyler elde edilmiş ve bu değişikliklere bağlı olarak bu yüzeylerin farklı mekanik ve antibakteriyel özelliklere sahip olduğu gözlemlenmiştir.

CHARACTERIZATION AND FABRICATION OF TITANIUM OXIDE COATED TITANIUM VIA ANODIZATION TECHNIQUE

SUMMARY

Keywords: Anodization, nanograin, nanotube, S aureus, titanium, titanium oxide

Titanium surfaces were modified in order to obtain nanosized grains, rough surfaces and nanotubes for the future applications in medicine and engineering by changing anodization parameters. Conventional microscopical techniques SEM (scanning electron microscopy), EDX (energy-dispersive X-ray spectroscopy) and AFM (atomic force microscopy) were applied to study morphological structures. Nanoindentations and nanotribological methods were applied to get informations on the effect of altered anodization parameters on mechanical behaviour of the oxide surfaces. Depending on chemical composition of the anodization solution either rough surfaces, nanograins or nanotubes were obtained. In case of the condition where rough surfaces were obtained roughness was increased with the increase in applied voltage and anodization time. In the same time other than obtaining rough surfaces inhomogeneous morphological structures in terms of chemistry and crystallographic differences were obtained. The thicknesses of the nanorough coatings were ranged roughly between 50-100 nm according to the nanoindentation tests. These tests also show that thickness of the coating varies and so does the hardness values. Among the samples, nanotube has the lowest hardness value due to its brittle nature. According to contact angle studies on the samples, it was found that titanium surfaces became more hydrophilic after anodization coating. The efficiency of the surfaces in preventing bacteria attachment were tested by seeding *S. aureus* on the titanium surface, which is the most common bacteria species causing biomaterial centered infections. After leaving the bacteria for a while to form biofilms, anti bacterial property of the surfaces were tested by visualizing the bacteria on the surfaces via SEM. Nanotube has the highest bacteria attachment on its surface, which may be resulted due to porosity and/or the feature of the surface of the nanotube.

In this study, it was found that surfaces having different surface morphology and crystallography by altering the anodization parameters were obtained and these surfaces had different mechanical and antibacterial properties due to these changes.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

1992 yılında, biyomalzemenin tanımı ‘biyolojik sistemlerle temas halinde olup herhangi bir doku, organ ya da vücut fonksiyonunu teşhis eden, tedavi eden, iyileştiren ya da onun yerine geçen herhangi bir malzeme’ olarak kabul edilmiştir (Williams ve ark, 1992). Biyomalzeme alanındaki yoğun ihtiyaca bağlı olarak, dental uygulama alanında kullanılan makro malzemelerden ilaç salınım sistemlerinde kullanılan nano boyuttaki malzemelere kadar çok çeşitli yeni biyomalzemeler ortaya çıkmıştır. Tabii ki, biyomalzemelerdeki bu çeşitlilik sadece kullanılan malzemenin boyutundan kaynaklanmamakta, aynı zamanda kullanılan malzemeler arasındaki fiziksel ve kimyasal farklılıklardan da ortaya çıkmaktadır. Biyomalzemeler metal, polimer, seramik ve kompozit gibi sentetik biyomalzemeler ve/veya kolajen gibi malzemelerdir.

Biyomalzemeler biyolojik sistemlerle doğrudan temas halinde oldukları için, alerjik reaksiyonlara yol açmamalı ve toksik olmamalıdır, diğer bir deyişle biyoyumlu olmalıdırlar. Biyoyumluluğun yanı sıra, bu malzemelerin kimyasal ve fiziksel özellikleri fonksiyonunu yerine getirdikleri ya da yardımcı oldukları vücut bölümünün fiziksel ve kimyasal özelliklerine mümkün olduğunca yakın olmalıdır. Bu özelliklerini de istenilen servis süresi boyunca gene mümkün olduğunca korumalıdırlar.

1.1. Metalik Malzemeler

Günümüz modern Tıp’da biyomalzemeler oldukça önemli bir yere sahiptir. Mekanik özellikleri açısından öne çıkan bazı metalik malzemeler, bizim durumumuzda titanyum malzemeler, ortopedi, kardiyoloji ve dental uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Vücuttaki eksik parçaların yerine metal malzemeleri kullanma fikri

çok eski zamanlarda akıllara gelmiş ve Agrawal (Agrawal, 1998) Aztek ve Antik Çinlilerin diş hekimliğinde altın kullandıklarını bildirmişlerdir. Buna rağmen 18. yüzyılın sonlarında ve 19. yüzyılda, mevcut metallerin mekanik dayanıksızlığı, zayıf fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı kırıkları tedavi etmek başarılı olmamış (Agrawal, 1998). 20. yüzyılda, tıp dünyasında özel paslanmaz çelik, kobalt krom ve titanyum biyomalzeme olarak yerini almıştır (Agrawal, 1998). Daha sonrasında, 316L paslanmaz çelik, Co-Cr-Mo gibi kobalt bazlı metaller, titanyum ve titanyum bazlı metalik malzemeler kullanılmıştır (Agrawal, 1998).

1.2. Metalik İmplant Malzemelerin Problemleri

İlerleyen teknoloji ile birlikte metalik implantlar zaman içerisinde oldukça büyük aşama kaydetmelerine rağmen vücut içerisinde zor bir ortamda buldukları için, zamanla özelliklerini kaybetmekte düşük aşınma ve korozyon direnci, biyouyumluluğun az olması, kemiğe göre yüksek elastik modülüs (Geetha ve ark, 2009), aseptik incelmeye ve enfeksiyona (Fehring ve ark, 2001) bağlı olarak bozulma kaçınılmaz hale gelmektedir.

1.2.1. Aşınma

Metal implantlar üstün mekanik özelliklerinden dolayı sert doku ve yüke dayanıklı yüzeylerde tercih edilmektedir. Buna rağmen, sürtünmenin fazla olduğu özellikle bağlantı protezlerinde, malzeme erozyonu oluşur ve protezin hasar görmesinde etkili olur. İmplant malzemesinden aşınma ile ayrılan partiküller implant malzemenin etrafındaki kemiğin ve diğer dokuların hasarına ve arzu edilmeyen diğer zararlara sebep olur (Jacobs ve ark., 1994; Hukkanen ve ark., 1997; Bauer ve ark., 1999). Bu partiküller karaciğer, dalak ve lenf bezlerinde birikerek (Case ve ark., 1994; Urban ve ark., 2000) bazı klinik problemlere yol açabilir. Kısa zamanda inflamasyona ve doku zararına yol açarken, uzun dönemde aşırı hassaslığa, kromozomal farklılaşmaya, toksiteye ve hatta kansere sebep olabilir (Geetha ve ark., 2009).

1.2.2. Korozyon

Bazı metalik implantların başarısız olmasının bir diğer sebebi ise vücut ortamında korozyona uğramalarıdır. İmplant vücut içerisine yerleştirilir yerleştirilmez, şiddetli korozif ortama maruz kalır. Biyolojik ortamın korozif özelliği vücut sıvısı içerisindeki yüksek klor iyonu konsantrasyonundan (Hanawa., 2004; Virtanen ve ark., 2008) ve klor iyonlarının bölgesel korozyonu indükleme özelliğinden kaynaklandığı (Virtanen ve ark., 2008) belirtilse de klor iyonlarına ek olarak, pH değerindeki düşme de aralık korozyonuna yol açabilir (Adya ve ark., 2005). Genel şartlarda, vücudun pH'ını önemli ölçüde değişmez fakat implantasyondan sonra implantın ertrafındaki dokunun pH değeri 5 civarına düşebilir ve zamanla 7.4 seviyesine tekrar döner (Virtanen ve ark., 2008). Bu düşük pH değeri implant korozyonunu hızlandırabilir. Ayrıca, vücut sıcaklığının ve kan akışının da korozyon reaksiyonları üzerinde etkileri olabilir (Virtanen ve ark., 2008).

1.2.3. Mekanik problemler

İnsan vücudu oldukça kompleks bir yapıya sahip olup her bir kısmı farklı bir amaca hizmet etmek için tasarlanmış değişik fiziksel ve kimyasal özelliklere sahiptir. Bu sebeplerden dolayı, özellikle sert doku implantasyonlarında implant malzemenin mekanik özellikleri önem kazanmaktadır. Zira implant malzeme yeterli mukavemete sahip değilse, implant malzemedeki kırılmalar oluşabilir (Geetha ve ark., 2009). Üstelik, kemik dokusunun ağırlığını ve yapısal yönelimini maruz kaldığı yüklerle göre yeniden modellediği bilinmektedir ve kemikten daha yüksek Young Modülüne sahip implant vücut içerisine yerleştirildiği zaman, mekanik bakımdan implant-kemik uyumsuzluğu meydana gelir. Bu durum kemik ve metalde hasara yol açabilir (Long, 2008; Hench, 2013) ve kemik kırılmasına neden olur (Long, 2008).

1.2.4. Biyolojik problemler

Vücut içerisine yerleştirilen bütün suni malzemeler ortamdaki dokular tarafından yabancı madde olarak algılanır ve büyük bir ihtimalle reaksiyonlar oluşur (Long,

2008). Biyomalzemeler gözlenen reaksiyonlara göre Tablo 1.1.'deki gibi sınıflandırılabilir (Geetha ve ark., 2009).

Tablo 1.1. Etrafındaki dokulara verdiği reaksiyonlara göre biyomalzemelerin sınıflandırılması (Geetha ve ark., 2009)

Sınıflandırma	Reaksiyon	Örnekler	Sonuç
Biyoinert malzemeler	İnce bağlayıcı doku kapsüllerinin oluşması (0.1-10 μ m) ve kapsül implant yüzeyine tutunmaz	Polimer-poli tetra floretilen (PTFE), polimetil metakrilat (PMMA), Ti, Co-Cr etc.	İmplant malzemenin reddedilmesi ve başarısızlığa neden olması
Biyoaktif malzemeler	İmplant etrafında kemikli dokunun oluşması ve implant yüzeyine entegre olması	Biyocam, Hidroksiapatit (HA) gibi sentetik kalsiyum fosfatlar	İmplantın kabul edilmesi ve başarılı olması
Biyoabsorban malzemeler	Otolog doku ile yer değiştirme	Polilaktik asit, poliglikolik polimerler, işlenmiş kemik dokuları, doku kompozitleri ya da proteinler ve bünyevi yapı sistemi	İmplantın kabul edilmesi ve başarılı olması

Metal implantlara karşı en sık gösterilen doku reaksiyonu, implant yüzeyinin uygun olmayan bir kapsülle kaplanarak çevre dokulardan izolasyonudur. Bu da malzemenin tamamen kapsülleşmesine yol açabilir, ancak implant üzerinde oluşan fibroz tabakanın kalınlığı metalin kimyası, doku ve implantın arayüzündeki uyum ve hareket gibi etkenlere bağlı olarak değişmektedir (Hench, 2013). Bir diğer biyolojik problem ise implant yüzeyine tutunan osteoblast hücrelerinin az olması (Anselme, 2000) ve osseointegrasyonun yetersiz kalmasıdır (Wiskott ve Belser, 1999). Bu etkenler, mekanik dengesizliğe neden olabilir (Wiskott ve Belser, 1999), implantın

hasarı ile sonuçlanabilir (Cristofolini ve ark., 2008), ağrı ve enfeksiyon gibi diğer rahatsızlıklara yol açabilir.

1.2.5. Biyomalzeme kaynaklı enfeksiyonlar

İmplant yüzeyine bakteri tutunması oldukça karışık bir olaydır ve günümüzde biyomalzeme kaynaklı enfeksiyonlar hala problem olarak görülmektedir. Bakteriler değişik kaynaklardan implant yüzeyine transfer olarak enfeksiyona yol açmaktadır. Bu kaynaklar, hasta derisi, mukus membranı, implantasyon sırasında klinik personelin elleri, kontamine olmuş dezenfektanlar, diğer hastalar ve uzak lokal enfeksiyonlardır (Pavithra ve Doble, 2008).

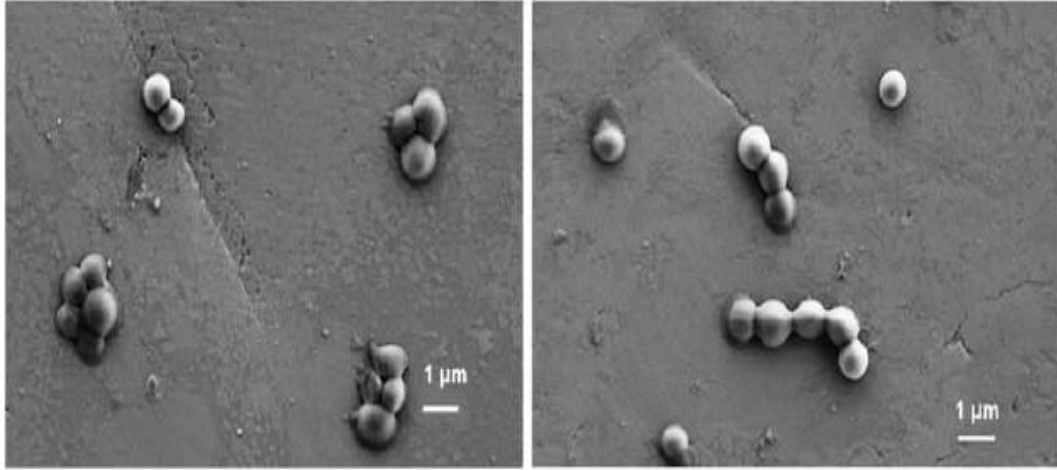
Bakteri ve implant yüzeyi arasında oluşan fizyokimyasal reaksiyonlar; kısa ve uzun alanlı etkileşimleri kapsayan faz 1 ve bakteri ile güçlü tutunmanın olduğu faz 2 olarak iki kısma ayrılır (An ve Friedman, 1998). Bu güçler, bakteri ve implant yüzeyinin fiziksel özelliklerinden, bakteri ve implant yüzeyi arasındaki sıvılardan etkilenirler ve dolayısıyla bakterinin implant yüzeyine ilk tutunmasında önemli rol oynarlar (Gristina, 1987).

Bakteri tutunmasında etkili olan kuvvetleri incelemek üzere üç farklı yaklaşım önerilmiştir. Bu yaklaşımlar Derjaguin-Landau-Verwey-Overbeek (DLVO) modeli, termodinamik yaklaşım ve genişletilmiş Derjaguin-Landau-Verwey-Overbeek teorisidir (Katsikogianni ve Missirlis, 2004).

1.2.5.1. Staphylococcus aureus

S. aureus, aerobik respirasyon yaparak adenzin trifosfat (ATP) üretebilen fakültatif bakteri çeşididir. Hareketsiz ve flajelsizdirler ve spor oluşturamazlar (Champoux ve ark., 2004). Tipik Gram-pozitif hücre yapısına sahiptirler ve yaşlı olmadıkları sürece belirli bir büyüklüğe sahiptirler (Champoux ve ark., 2004). Tipik bir *S. Aureus* görüntüsü Şekil 1.1.'de gösterilmektedir (Truong ve ark., 2009). Gram-pozitif

hücreler duvarlarının iki önemli bileşeni peptidoglikan ve teikoik asittir (Champoux ve ark., 2004).



Şekil 1.1. *S. aureus*'un titanyum yüzeydeki SEM görüntüsü (Truong ve ark., 2009).

S. aureus'un temel yerleşim alanı anterior nostriller ve perinedir. İnsanların %30'u bu organizmayı taşımaktadır ve bu oran hastane personellerinin ve hastaların arasında artmaktadır (Champoux ve ark., 2004).

S. aureus'a bağlı enfeksiyonlar akut, bölgesel olarak yıkıcı irinli lezyonlara sebep olur ve bunlardan en sık görüleni deride nekrotik merkezli acı veren bölgelerin oluşmasıdır (Champoux ve ark., 2004). Enfeksiyonlar kemik, akciğer, böbrek gibi iç organlarda da oluşabilir ve kana ve diğer organlara sıçrayabilir (Champoux ve ark., 2004). Bu enfeksiyonlar sistemik toksisiteye, ateşe ve bir kaç gün içerisinde ölüm sebebi olabilir (Champoux ve ark., 2004). Hastanelerde, enfeksiyon enfekte olmuş hastadan diğer hastaya, hastane personeli tarafından taşınabilirken, sosyal ortamda ise hijyenin yetersizliğinden bir insandan diğerine geçebilmektedir (Champoux ve ark., 2004). *S. aureus* çok uzun süre kuru kalmaya dayanıklı olduğu için daha önceki enfeksiyondan kontamine olmuş kıyafetleri kullanmak *S. aureus* enfeksiyonunun tekrarlanmasına yol açabilir (Champoux ve ark., 2004).

Günümüzde, *S. aureus* suşlarının çoğu, beta laktam antibiotiklerinin hedefi olan peptidoglikan transpeptidazdaki değişikliklere bağlı olarak penisiline karşı dirençlidir

(Champoux ve ark., 2004). Bu beta laktam antibiotikler penisilin, oxasillin ve methisillini ihtiva eder (Champoux ve ark., 2004). Bu tip bakterilerle enfekte olan insanlar vankomisin kullanılarak tedavi edilir (Champoux ve ark., 2004).



BÖLÜM 2. TİTANYUM

Atom numarası 22 ve bir geçiş metali olan titanyum, ilk defa Gregor tarafından 1790 yılında İngiltere’de keşfedilmiştir (Liu ve ark., 2004). Rutil (TiO_2) ve ilmenit (FeTiO_3) en önemli titanyum mineral kaynaklarıdır. Titanyumun genel özellikleri Tablo 2.1.’de özetlenmiştir (Liu ve ark., 2004). Hekzagonal sıkı paket kristalin yapıya sahiptir ve $882.5\text{ }^\circ\text{C}$ ’de hacim merkezli β fazlı kübik yapıya dönüşmektedir (Liu ve ark., 2004).

Tablo 2.1. Titanyumun fiziksel özellikleri (Liu ve ark., 2004)

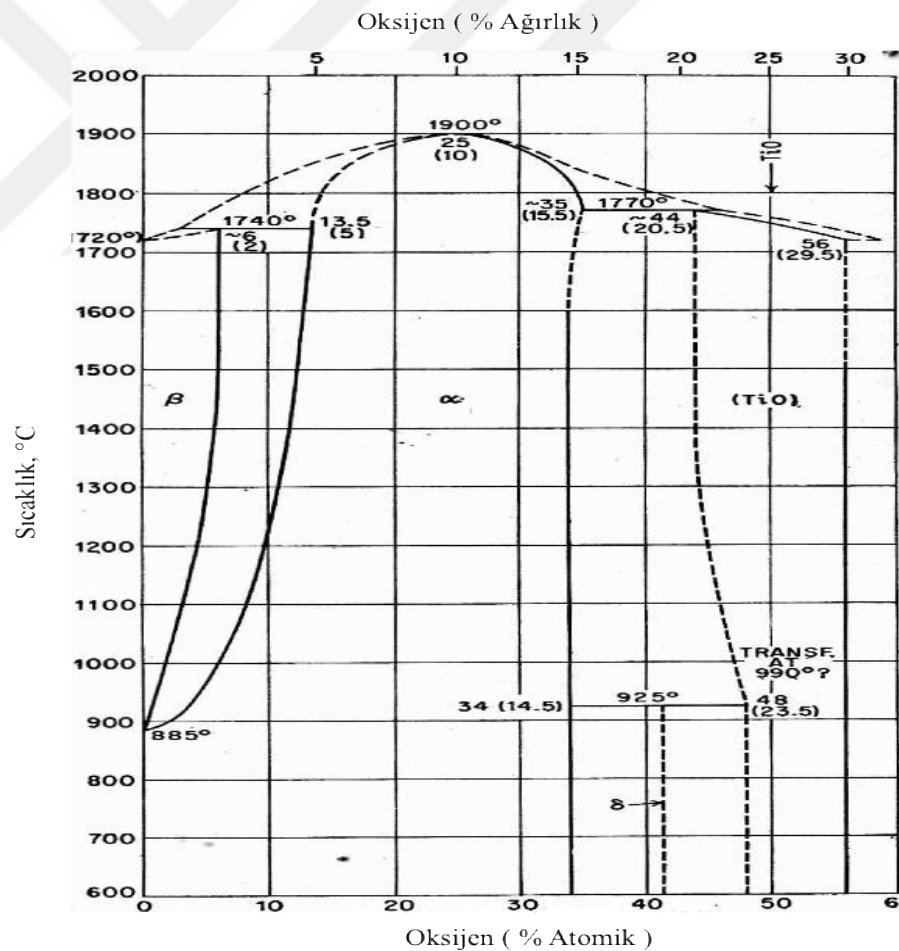
Özellik	Değer
Atom numarası	22
Atom ağırlığı	47,90
Kristal yapısı	
α , hekzagonal, sıkı paket	
a (Å)	2,9504
c (Å)	4,6832
β , kübik, hacim merkezli	
a (Å)	3,28
Yoğunluk (g/cm^3)	4,54
Isıl genleşme katsayısı, α , at $20\text{ }^\circ\text{C}$ (K^{-1})	$8,4 \cdot 10^{-6}$
Isıl iletkenlik ($\text{W}/(\text{mK})$)	19,2
Erime sıcaklığı ($^\circ\text{C}$)	1668
Kaynama sıcaklığı ($^\circ\text{C}$)	3260
Transformasyon sıcaklığı ($^\circ\text{C}$)	882,5
Elektrik direnci	
Yüksek saflıkta ($\mu\Omega\text{cm}$)	42

Tablo 2.1. (Devamı)

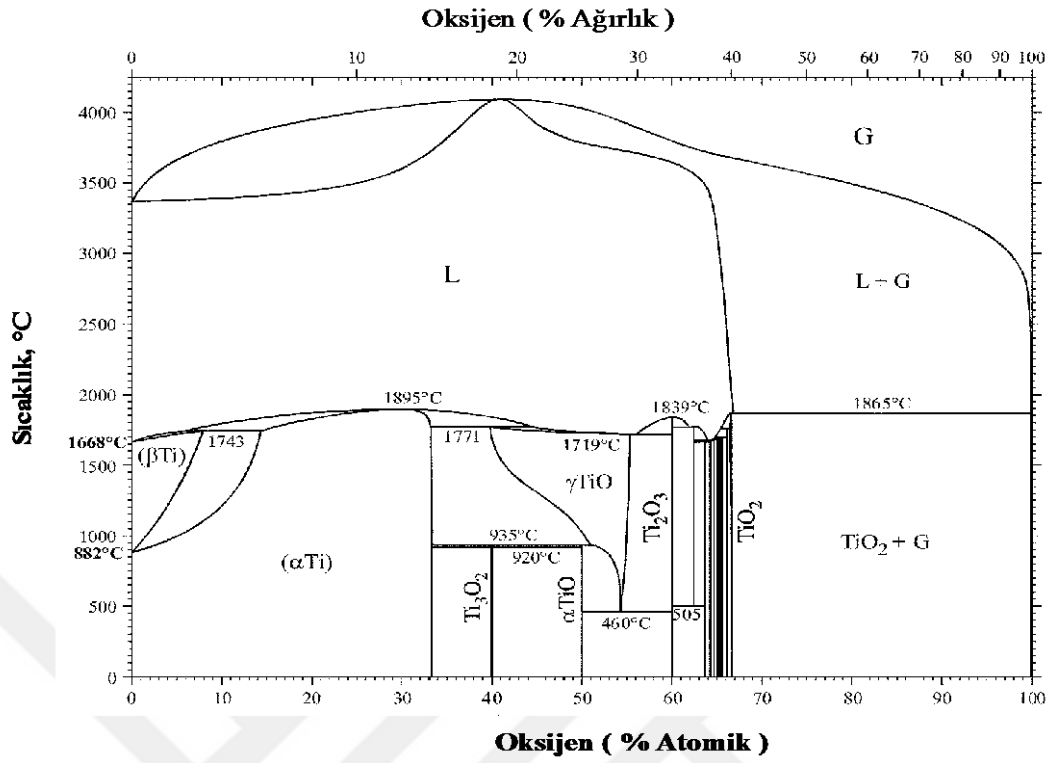
Elastik modülü (GPa)	105
Akma mukavemeti (MPa)	692
Maksimum mukavemet (MPa)	785

2.1. Oksijen-Titanyum Sistemi

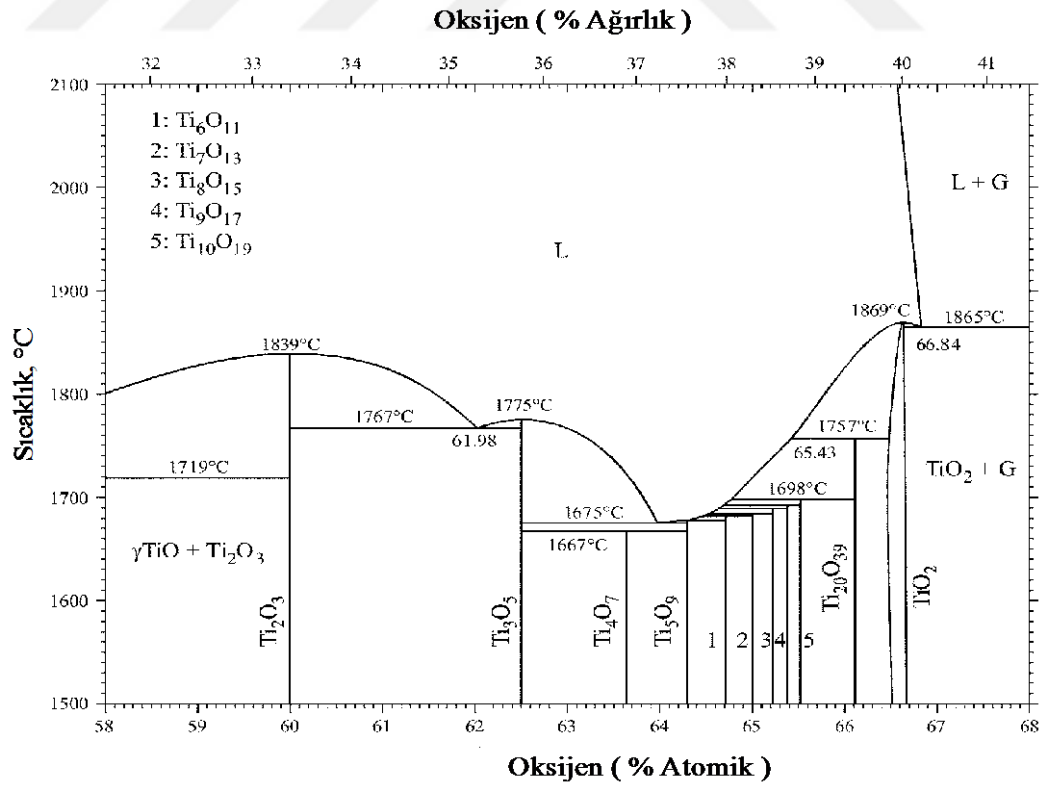
Ti-O sistemi, saf titanyumdan, titanyum dioksit kadar uzanan kompozisyonların yoğun fazlarının faz dengelerini ve kristal yapılarını ihtiva eder (Murray ve Mriedt, 1987). Değişik kaynaklardan alınan Ti-O diagramları Şekil 2.1.-2.3. arasında gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Titanyum oksijen faz diagramı (Hansen, 1958).



Şekil 2.2. Titanyum oksijen faz diagramı (Okamoto, 2011).



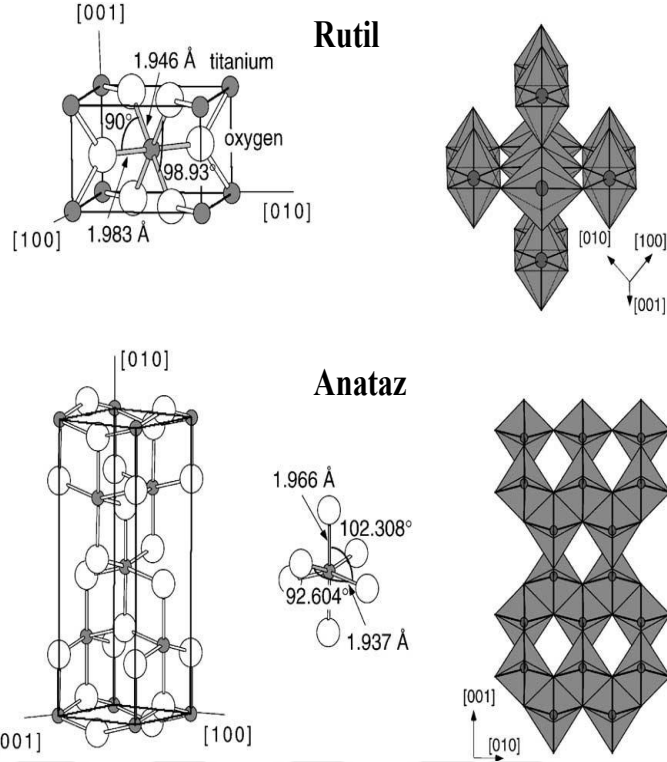
Şekil 2.3. Titanyum oksijen faz diagramı (Okamoto, 2011).

2.2. Titanyum Dioksit

Titanyum dioksit (TiO_2), titanyumun oksitidir ve doğada mineral halinde bulunur. Titanyum dioksitin, anataz, rutil ve brokit olmak üzere 3 farklı minerali vardır. Bu minerallerin fiziksel ve kimyasal özellikleri Tablo 2.2.'de verilmiştir (Jochen, 2003). Anataz ve rutilin kristal yapılarının birim hücreleri Şekil 2.4.'de gösterilmiştir (Diebold, 2003). Her iki yapıda da titanyum atomları bozulmuş sekiz yüzlü yüzeyde yer almaktadır ve 6 tane oksijen atomu tarafından paylaşılmaktadır.

Tablo 2.1. Anataz ve rutilin fiziksel ve kimyasal özellikleri (Jochen, 2003)

	Rutil	Anataz
Kimyasal formül	TiO_2	TiO_2
Kristal yapı	Tetragonal	Tetragonal
Schönflies'e göre nokta grubu	D_{4h}	D_{4h}
Herman-Mauguin'e göre nokta grubu	4 mmm	4 mmm
a (Å)	4,594	3,785
b (Å)	4,594	3,785
c (Å)	2,958	9,514
Birim hücre hacmi ((Å) ³)	62,07	136,25
Molar hacim (cm ³ /mol)	18,693	20,156
Mohs sertliği	6,5-7	5,5-6
Yoğunluk (g/cm ³)	4,2-4,3	3,8-3,9
Erime noktası (°C)	1830-1850	Rutil transformasyonu



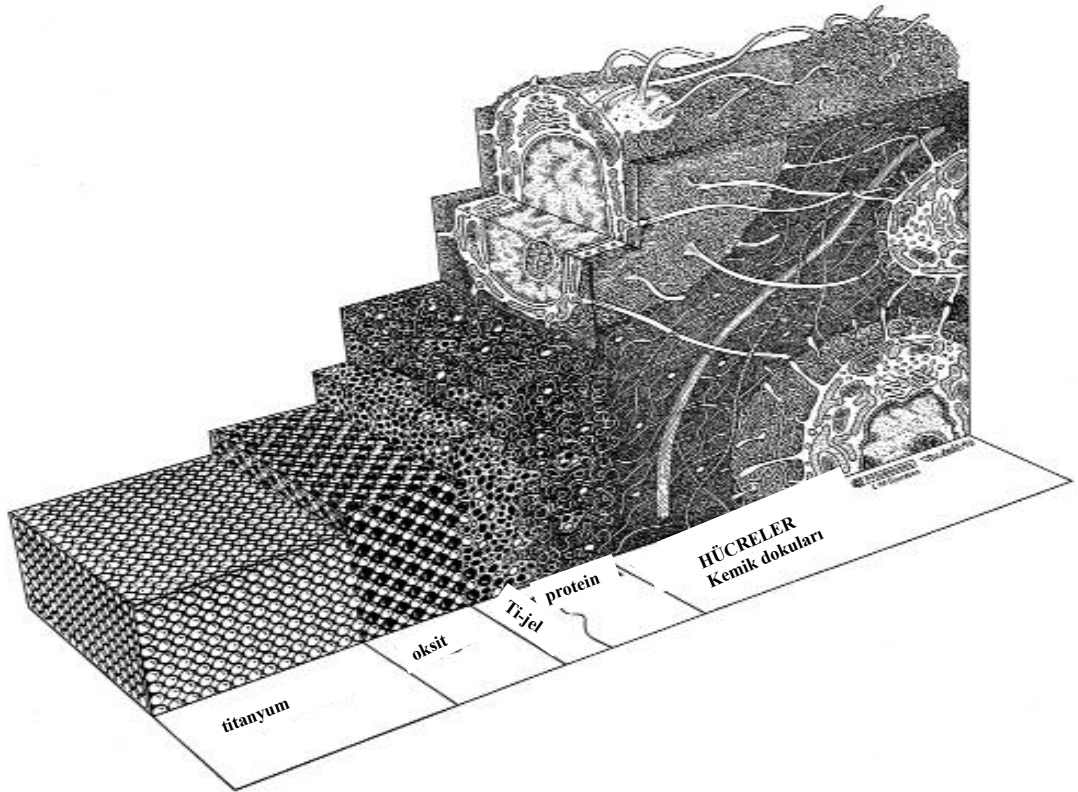
Şekil 2.4. Anataz ve rutil kristal yapılarının birim hücreleri (Diebold, 2003).

2.3. Titanyumun Biyomedikal Uygulamaları

Günümüzde, titanyum ve titanyum alaşımları düşük yoğunluk, yüksek korozyon direnci, üstün biyouyumluluk ve mekanik özelliklerinden dolayı oldukça önemli hale gelmiştir (Liu ve ark., 2004). Üstelik, titanyum atmosferde bırakıldığı zaman, yüzeyde ince bir oksit tabakası oluşur (Souza ve ark., 2007; Fadl-allah ve Mohsen, 2010). Makrofajları da kapsayan inflamatuvar hücrelerinin oksit tabakayla etkileşimi sonucu Şekil 2.5.'de görülen peroksi matriks oluşur (Bijursten, 1991). Bu matriksin canlı dokularla doğrudan temas halinde olduğuna inanılıyor ve Larsson ve ark. bu peroksi tabakanın reaktif oksijen türlerini üreten düşük polimorfonükleer nötrofillere bağlı olarak anti-inflamatuvar özellik gösterdiği bildirmiştir (Larsson ve ark., 2004). İnflamatuvara meydana getiren araçlar bu tabaka tarafından önlenir ve nekrozu engeller (Larsson ve ark., 2004).

Biyouyumluluğunun yanı sıra, paslanmaz çelik ve kobalt bazlı diğer medikal metallere göre daha düşük modüle sahip oldukları için daha az güç koruma kalkanı

(stress shielding) oluşur (Liu ve ark., 2004). Genellikle, kalça ve diz gibi sert doku implantasyonlarında kullanılırlar (Liu ve ark., 2004). Bu uygulamalara ek olarak, inert ve yüksek mukavemetli oldukları için yapay kalp kapakçıkları, kalp pilleri ve kalp damarlarında kullanılan stentlerde olduğu gibi kardiovasküler implantlarda da kullanılmaktadır (Liu ve ark., 2004). Kemik kırıklarında, kırıkları sabitlemek için osteosentez gayesiyle titanyum alaşımları kullanılabilir (Liu ve ark., 2004).



Şekil 2.5. Titanyum/doku arayüzünün şematik görünümü (Bijursten, 1991).

BÖLÜM 3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

3.1. Anodizasyon Teorisi

Metallerin anodik oksidasyonu, anot ve katot olmak üzere iki elektrotta sahip doğru akım (DC) kaynaklı elektrokimyasal hücrede, asit ihtiva eden elektrolit içerisinde gerçekleşir. Oksitlenecek metal parçası, DC kaynaklı terminalin oksidasyon reaksiyonunun gerçekleştiği anot kısmına kısaca pozitif terminaline yerleştirilir. Platin (Pt) indirgenme reaksiyonunun gerçekleştiği negatif terminale yerleştirilir. İki terminal arasında voltaj uygulandığı zaman, anot kısmında elektronlar metalden elektrolite doğru itilir. Bu elektronlar, hidrojen iyonlarıyla reaksiyona girerler ve katotta hidrojen gazı oluşur. Elektrolitteki iyonlar anottaki metalle reaksiyona girerler ve oksidasyon reaksiyonu sonucunda metal oksit oluşur. Anodizasyon yöntemi sabit voltaj (potensiyostatik) ya da sabit akım (galvanostatik) uygulayarak gerçekleştirilebilir.

Anodik oksidasyon ve nanotüp formasyonu sırasında gerçekleşen kimyasal reaksiyonlar aşağıda gösterilmiştir (Macak ve ark., 2007);



3.2. Titanyumun Anodik Oksidasyonu

Anodik oksidasyonda, titanyum levha asitli elektrotun anot terminaline yerleştirilir. Titanyum oksit aşağıdaki kimyasal reaksiyonlara göre oluşur (Li ve ark., 2009);



Oksidasyonunun gelişmesi, oksit filminden geçen iyon difüzyonu ve elektrik alan yönelimi sayesinde gerçekleşmektedir (Chiesa ve ark., 2003). Anottaki oksidasyon gelişimi aşağıdaki kimyasal reaksiyonlarla özetlenebilir (Chiesa ve ark., 2003);

Titanyum ve titanyum dioksit arasında



Titanyum dioksit ve elektrolit arayüzeyinde

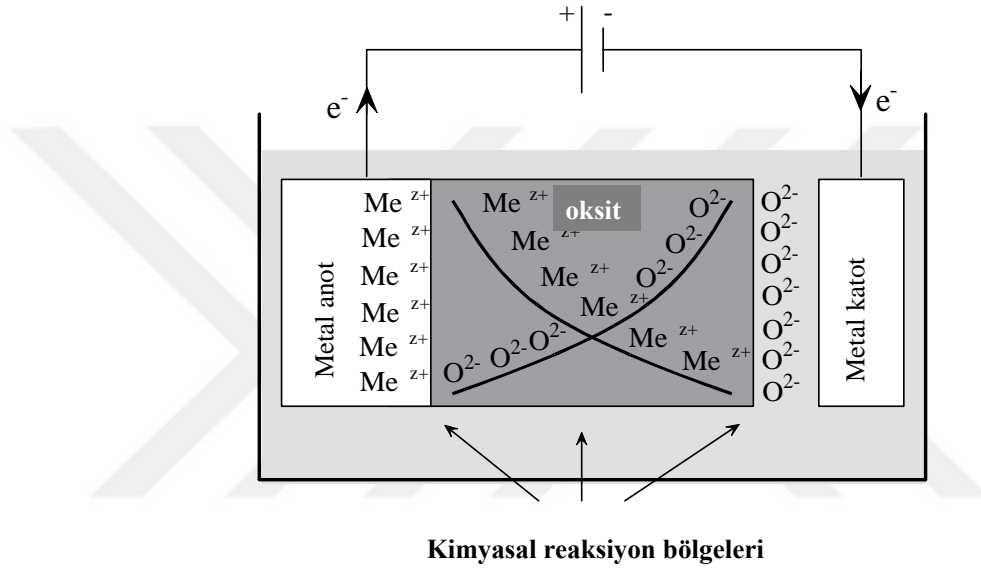


Titanyum/titanyum dioksit arayüzeyinde ve titanyum dioksit/elektrolit arayüzeyinde



Oksidasyonun büyümesi sırasında, titanyum ve oksijen iyonları oksitlenme ve redüklenme reaksiyonları sonucu oluşur. Elektrik alan yardımıyla titanyum iyonları metalden oksit filme doğru difüz eder ve oksit elektrolit arayüzünde O iyonları reaksiyona girerek oksit oluşumunu ve gelişimini sağlar. Titanyum oksit, titanyum ve titanyum oksit tabakası arayüzünde de oluşur. Uygulanan elektrik alanla,

elektrolitteki O²⁻ iyonları, titanyum oksit tabakadan titanyuma doğru hareket eder ve burada titanyum iyonlarıyla reaksiyona girerek titanyum/titanyum oksit arayüzünde titanyum oksitin oluşmasını sağlarlar. Oksit tabakası içerisinde, hem katyonlar hem anyonlar hareketli oldukları için, oksit büyümesi hem iç hem dış hem de oksit tabakasının içerisinde gerçekleşir (Gueneau De Mussy, 2002). Anodik oksidasyon sırasında oksit gelişimi ve iyonların hareketliliği Şekil 3.1.'de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Anodik oksidasyon sırasında oksit tabakasının büyümesi (Gueneau De Mussy, 2002).

3.2.1. Nanotüp formasyonu

Anodizasyon sırasında, sabit voltaj uygulandığı zaman titanyum oksitin direnci titanyumdan daha fazla olduğu için zamanla akım düşecektir. Bu olay Şekil 3.2.'de gösterilmiştir (Macak ve ark., 2007). Yüzey oksit özellikleri, uygulanan voltaj (Vanhumbeeck ve ark., 2011; Xing ve ark., 2013a), elektrolit cinsi (Liu ve ark., 2014; Yu ve ark., 2014), anodizasyon süresi (Wu ve ark., 2014) ve sıcaklık (Wang ve ark., 2014) gibi anodizasyon parametrelerinden etkilenir.

HF ve NH₄F gibi flor (F) içeren elektrolitler kullanıldığı zaman kompakt titanyum dioksit tabakasının yerine titanyum dioksit nanotüpleri oluşur. Yüzeydeki titanyum dioksitler, elektrik alan yardımıyla oluşan oksitlenmeyle, TiF₆⁻ oluşuma bağlı olarak

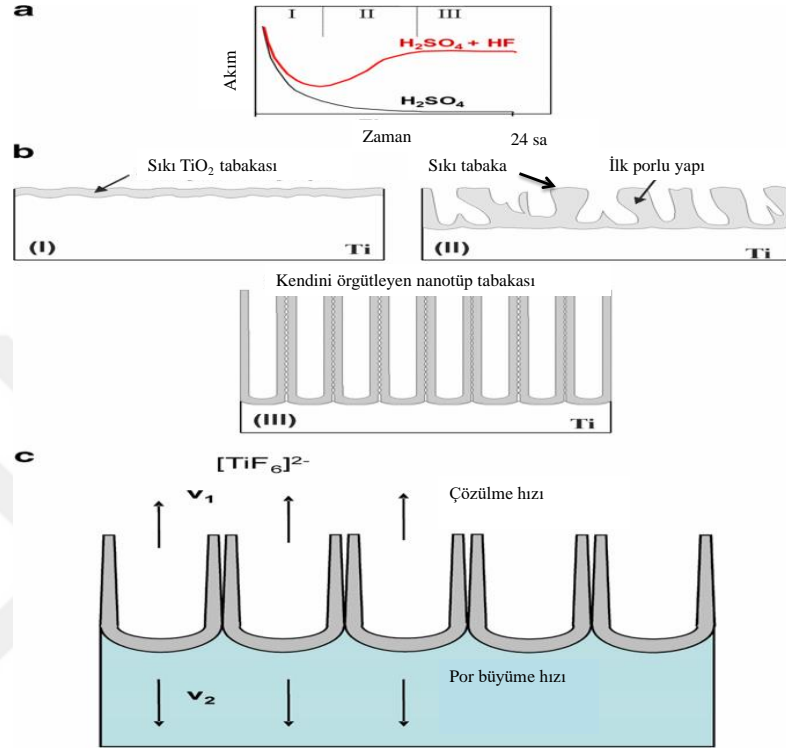
kimyasal çözünme arasındaki yarışın sonucunda oluşur (Macak ve ark., 2007; Hu ve ark., 2009). Bu olaylar, F iyonlarının TiF_6^- iyon kompleksini oluşturabilme yeteneğinden kaynaklanmaktadır. F iyonlarının iyonik yarıçapları küçük olduğu için büyüyen oksit tabakasının içine girebilirler ve uygulanan alanla transfer edilirler (Gueneau De Mussy, 2002). Bu kimyasal reaksiyonlar aşağıdaki gibi sıralanmıştır (Hu ve ark., 2009);



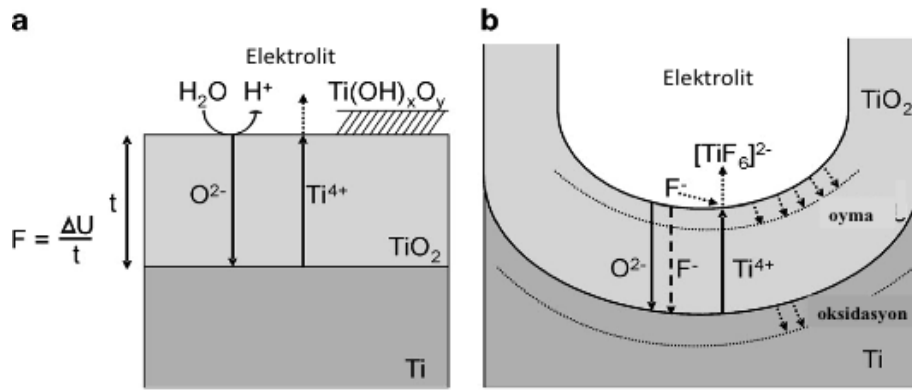
Bu kimyasal reaksiyonlara göre su anotta elektroliz edilir ve yüzeyde titanyum oksit tabakası oluşur. Elektrolit içerisindeki F iyonları, TiO_2 'in bölgesel olarak çözülmesine neden olur ve gözenekler oluşur. Dolayısıyla, gözenekğin alt kısmındaki yüksek elektrik alan oksit büyümesini sağlar, Ti iyonları metalden çıkar ve elektrolitte çözünür (Paulose ve ark., 2006; Yoriya ve ark., 2007). Oksidasyon boyunca, içerdeki arayüzde oksit büyümesi devam eder ve oksit tabakanın çözülümü gerçekleşir. Oksit çözünümü, metal oksit arayüzündeki gözenek büyümesine eşitlendiği zaman denge kurulur. Bu durum gerçekleştiği zaman, nanotüp oksit tabakası, oksit tabakayı kalınlaştırmadan titanyuma doğru ilerler (Macak ve ark., 2007). Elektrolitteki H konsantrasyonu sınırlandırılarak kimyasal çözünme kontrol edilebilir (Paulose ve ark., 2006). Belirli bir gözenek oluşumunda, tüp boyutu gözenekğin ağzında F iyonlarıyla gerçekleşen kimyasal çözülme tarafından belirlenmektedir (Paulose ve ark., 2006).

Nanotüp oluşumu, Şekil 3.2.'de gösterilen akım zaman grafiğinden gözlemlenebilir. Nanotüp üretiminin ilk aşamasında, oluşan sıkı oksit tabakanın yüksek direncine bağlı olarak akımda sert bir düşüş görülmektedir. İkinci aşamada, elektrolitteki F iyonları tarafından oksit tabakanın çözülmesine bağlı olarak akımda hafif bir artış görülmektedir. Bu aşamada, yüzeyde çok fazla sayıda gözenek oluşur. Bu gözenekler

zamanla birbirleriyle etkileşim haline geçer ve mevcut akım için yarışmaya başlarlar. Böylece, her gözenek mevcut akımı eşit bir şekilde paylaşır ve denge kurulmuş olur (Macak ve ark., 2007).



Şekil 3.2. a) Flor ve flor içermeyen elektrolit içerisinde titanyumun anodizasyonuna ait akım zaman grafiği; b) TiO_2 morfolojisinin oluşumu; c) eşit oranda TiO_2 'in çözünümü (v_1) ve oluşumu (v_2) ile karakterize edilen denge durumu (Macak ve ark., 2007).



Şekil 3.3. Titanyumun anodizasyonu a) flor içermeyen elektrolit içerisinde; b) flor içeren elektrolitte (nanotüp oluşumu) (Macak ve ark., 2007).

Daha önce de belirtildiği gibi, elektrolitten O anyonları ve metalden titanyum katyonları oksit tabakanın içine doğru nüfuz eder ve oksit filmin içerisinde iyonik akımın oluşmasını temin ederler. Bu iyon difüzyon mekanizması, uygulanan elektrik alan oksit tabakanın içindeki iyon iletimi sağlayacak kadar güçlü olduğu sürece oksit büyümesini sağlar (Yao ve Webster, 2007). Oksit tabakanın büyümesi, elektrolitin cinsi, konsantrasyonu, uygulanan akım yoğunluğu, voltaj ve sıcaklık gibi parametrelerle ilgilidir (Sul ve ark., 2001).

Uygulanan voltaj (U) ve oksit kalınlığı arasındaki ilişki aşağıdaki şekilde yazılabilir (Yao ve Webster, 2007);

$$d \approx aU \quad (3.13)$$

Bu denkleme göre, d oksit kalınlığını temsil ederken a ise farklı elektrolitler için 1,5 – 3 nm/V⁴ arasında değerler alabilen bir sabittir.

Farklı voltajlarda oluşan anodik filmlerin kalınlıkları, Tablo 3.1.'de gösterilmiştir (Kuromoto ve ark., 2007).

Tablo 3.1. Farklı voltajlarda büyüyen anodik filmlerin kalınlıkları (Kuromoto ve ark., 2007).

Voltaj (V)	Kalınlık (nm)
50	61,25 ± 15,17
100	136,5 ± 2,52
150	209,73± 30,81
200	331,06 ± 75,81
250	1714,26 ± 485,83

3.2.2. Elektrolitik atlama gerilimi olayı

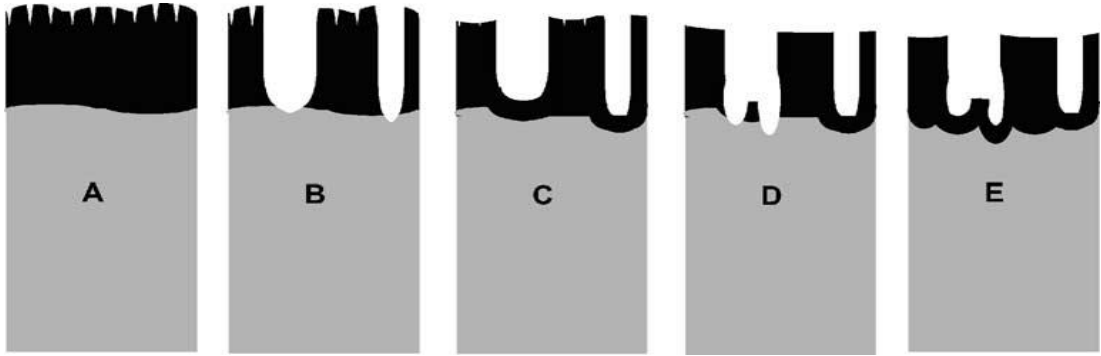
Uygulanan voltajın bir fonksiyonu olan atlama gerilimi olayı, belirli bir film kalınlığında oksit tabakanın kalınlığını sınırlar (Gueneau De Mussy, 2002). O

iyonlarının tüketilmesi hacim değişikliğine neden olduğu için anodizasyon sırasında hacim değişiklikleri oluşabilir. Dolayısıyla, oksit içerisinde mekanik stres oluşur ve deformasyonla bu stres serbest kalır (Gueneau De Mussy, 2002).

Atlama gerilimine imkan veren bir diğer faktör ise elektrolit içerisindeki iyon impürütelerinden kaynaklanabilmektedir. Bu impürüteler, oksit yüzeyindeki elektrik alanı bozabilir ve oksidasyon sırasında kimyasal reaksiyonları etkileyebilir (Gueneau De Mussy, 2002).

Oksitin elektrokimyasal çözünümü uygulanan elektrik alanla bağlantılıdır ve oksit tabakasında atlama gerilimine yol açar. Oksit tabakası akım geçişine dielektrik bariyer oluşturur ve yüksek voltaj uygulandığı zaman oksit tabakada elektrik atlama meydana gelir ve yüzeyde gözenekler oluşur. Anodizasyon süresi elektrik atlama olayında da etkilidir (Gueneau De Mussy, 2002). Dolayısıyla, yüksek voltaj ve anodizasyon süresi atlama olayında etkilidir.

Atlama geriliminin üzerinde gözenek oluşumunu gösteren şema, Şekil 3.4.'de gösterilmiştir (Choi ve ark., 2004).



Şekil 3.4. Atlama geriliminin üzerinde gözenekli titanyum oksit oluşumunun şematik diagramı: a) maksimum kalınlığa kadar oksit büyümesi; b) gözeneklerin oluşumuyla oksitin patlaması; c) gözenek uçlarının aniden tekrar pasive olması; d) tekrar pasive olan oksitin patlaması; e) oluşan oksitin çözülmesi ve tekrar pasive olması (Choi ve ark., 2004).

3.3. Amaç

Metal oksit filmler, güneş pilleri (Tang ve ark., 1994; Kim ve ark. 2014), biyomedikal alanlar (Piveteau ve ark., 1999) gibi mikro ve nano boyuttaki birçok cihazda kullanılmaktadır. Titanyum oksitler, üstün mekanik özellikleri, düşük yoğunluğu, yüksek biyouyumluluk özelliği sayesinde diğer malzemeler arasında önemli bir yere sahiptir (Liu ve ark., 2004). Titanyum oksitlerin oluşumunda, iyon implantasyonu (Sawase ve ark., 2001), sol- jel (Caruso ve ark., 2001) ve anodik oksidasyon (Ercan ve ark., 2011a), hidrotermal (Chang ve ark., 2012) gibi farklı yöntemler kullanılmaktadır. Bu teknikler arasında, ekonomik ve pratik nedenlere bağlı olarak anodizasyon yöntemi sıklıkla kullanılmaktadır. Üstelik, sıcaklık (Wang, 2014), uygulanan voltaj (Xing ve ark., 2013a), anodizasyon süresi (Wu ve ark. 2014), elektrolit cinsi (Liu ve ark., 2014) ve konsantrasyon (Fu ve ark., 2015; Zhang ve ark., 2015) gibi anodizasyon parametreleri değiştirilerek yüzey morfolojisi değiştirilebilir.

Bütün bunlar gözönünde bulundurularak, amacımız anodizasyon süresi, voltaj, elektrolit gibi anodizasyon parametrelerini değiştirerek, bu parametrelerin oksit morfolojisi üzerindeki etkilerini, mekanik ve antibakteriyel özellikler açısından mümkün olan biyomedikal özelliklerini incelemektir.

3.3.1. Üretim bölümü

- a. Parlatılmış yüzeyler
- b. Nano pürüzlü titanyum oksit yüzeyler
- c. Titanyum oksit nanotüp
- d. Nano tanecikli titanyum oksit tabaka

3.3.2. İnceleme bölümü

- a. Anodizasyon voltaj ve süresinin nano pürüzlü yüzeylerin elektrokimyasal özelliklerine etkisini incelemek

- b. Anodizasyon voltaj ve süresinin nano pürüzlü, nanotüp ve nano tanecikli yüzeylerin kristal yapısı ve morfolojisi üzerine etkilerini incelemek
- c. Yüzey pürüzlülüğü, morfolojisi ve kristal yapısının, yüzeylerin mekanik özellikleri üzerindeki etkilerini belirlemek
- d. Yüzey pürüzlülüğü, morfolojisi, kristal yapısı ve yüzey ıslanabilirliği özelliklerinin bakteri tutunmasındaki etkilerini incelemek



BÖLÜM 4. MATERYAL VE YÖNTEMLER

4.1. Numune Hazırlama

Nano yapılı yüzeyler geleneksel anodizasyon yöntemiyle üretilmiştir. Bütün deneylerde kullanılacak altlık malzeme % 99,5 saflığa sahip titanyum levhalardan oluşmaktadır. Titanyum levhalar 12x25x0,25 mm³ 'lük küçük parçalara ayrılmıştır. İlk olarak, bu parçaların her iki yüzeyi de 1200 grit SiC zımpara kağıdı ile mekanik olarak temizlenmiştir. 2400 grit SiC zımpara kağıdı kullanarak oksit kaplanacak yüzeydeki çizikler mümkün olduğunca giderilmiştir. Zımparalama işleminden sonra, bu yüzey üç ve bir mikronluk elmas parlatıcılarla parlatılmıştır.

Parlatılan yüzeyler saf su ile yıkanarak sırasıyla aseton, izopropil alkol ve metanol ile 10 dakika ultrasonik temizleyicide temizlenmiştir. Her temizleme aşamasında, numuneler saf su ile yıkanmış ve inert bir gaz olan argon gazı kullanılarak kurulanmıştır.

Yaklaşık 2,5 saat mekanik zımparalama ve temizleme işleminden sonra, anodizasyon işlemine hazır düz ve temiz yüzeyler elde edilmiştir (Williams ve Homerberg, 1948, Kehl, 1949).

4.2. Anodizasyon Prosedürü

Anodizasyon yöntemiyle, nano pürüzlü, nanotüp ve nano tanecikli olmak üzere üç farklı yüzey elde edilmiştir.

4.2.1. Nano pürüzlü yüzeylerin üretimi

Su ile hazırlanan ağırlıkça % 0,5 H₂SO₄ çözeltisi kullanılarak nano pürüzlü yüzeyler elde edilmiştir. Çözelti, manyetik karıştırıcıda 30 dakika karıştırılarak hazırlanmıştır. Anodizasyon voltajı, süresi ve banyo sıcaklığı 20 °C'de sabit tutularak dört farklı yüzey elde edilmiştir. Daha önce yapılan ön denemelerle tespit edilen optimum süre ve voltaj değerleri anodizasyonda esas alınmıştır. Bu durumda yüzeyler,

- a. 20 °C'de 10 dakika boyunca 10V gerilim altında
- b. 20 °C'de 45 dakika boyunca 10V gerilim altında
- c. 20 °C'de 10 dakika boyunca 50V gerilim altında
- d. 20 °C'de 45 dakika boyunca 50V gerilim altında

elde edilmiştir.

4.2.2. Nano tanecikli yüzeylerin üretimi

Nano tanecikli yüzeylerin üretilmesinde etilen glikol ile hazırlanan ağırlıkça % 0,5 NH₄F çözeltisi kullanılmıştır. Çözelti, oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda 60 dakika karıştırılarak hazırlanmıştır. Titanyum levhalar, DC güç kaynağının pozitif terminaline yerleştirilirken Pt levha titanyum levhaya paralel olacak şekilde negatif terminale yerleştirilmiştir. 20 °C'de, iki kutup arasında 5V 20 dakika boyunca uygulanmıştır. Voltaj, sıcaklık ve zaman gibi parametreler daha önce yapılan denemelerle sabitlenmiştir. Anodizasyon işleminden sonra, kaplanmış numune, saf su ile yıkanarak argon gazı ile kurulanmıştır.

4.2.3. Nanotüplü yüzeylerin üretimi

Titanyum oksit nanotüpler anodizasyon yöntemiyle üretilmiştir. Titanyumun anodik oksidasyonu DC kaynaklı anot ve katot olmak üzere iki elektrotu bulunan ve asit ihtiva eden elektrolit içerisinde gerçekleşmektedir. HF çözeltisi titanyum oksit nanotüplerin üretiminde sıklıkla kullanıldıkları için (Puckett ve ark., 2010; Ercan ve

ark., 2011a; Ercan ve ark., 2011b), ağırlıkça % 0,5 HF çözeltisi (Kılınç ve ark., 2014) manyetik karıştırıcıda 30 dakika karıştırılarak anodizasyona hazır hale getirilmiştir. Her iki terminal arasında 20V (Puckett, 2010; Ercan, 2011a) 20 °C’de, 45 dakika boyunca uygulanmıştır (Kılınç ve ark., 2014). Anodizasyon işleminden sonra, numuneler saf su ile yıkanmış ve argon gazıyla kurulanmıştır.

4.3. Numune Karakterizasyonu

4.3.1. Taramalı elektron mikroskopu (SEM) çalışmaları

SEM çalışmaları nano pürüzlü, nano tanecikli ve nanotüp kaplı numunelerin nicel yüzey analizleri için kullanılmıştır. Üç farklı JEOL mikroskopu kullanılarak yüzey görüntüleri elde edilmiştir. SEM çalışmalarından önce, yüzeydeki statik elektrik yük birikimini engellemek amacıyla numunelerin yüzeyleri altınla kaplanmıştır.

4.3.2. X-ışını difraktometresi (XRD) çalışmaları

Oksit tabakası çok ince olduğu için, difrakte olan ışınlar özellikle bu bölgeden gelmediği için, geleneksel x-ray ve hatta mikro x-ray cihazları bu kalınlıktaki oksitleri incelemeye elverişli değildir.

4.3.3. Atomik kuvvet mikroskopu (AFM) çalışmaları

Atomik kuvvet mikroskopu çalışmaları, temassız moda Q Scope Universal SPM atomik kuvvet mikroskopu kullanılarak ölçülmüştür. Silikon konsol kullanılmış ve tarama hızı 3 Hz olarak seçilmiştir.

4.3.4. Taramalı prob mikroskopu (SPM) çalışmaları

Oda sıcaklığında, SPM-9700 kullanılarak taramalı prob mikroskopik çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Aritmetik ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır;

$$R_a = (1/(\text{genişlik} \cdot \text{derinlik})) \iint [f(x,y)] d_x d_y \quad (4.1)$$

$$z = f(x, y) \quad (4.2)$$

z fonksiyonu yüksekliği gösterirken, x eksenini genişliği, y eksenini de derinliği göstermektedir.

4.3.5. Yüzey enerjisi ve temas açısı çalışmaları

Çekici kuvvetler katıları sıkı temas halinde tutar ve katı maddeleri yakın temastan kurtarmak için bu adeziv kuvvetleri ortadan kaldırma gayesiyle mekanik enerji kullanılmalıdır. Enerjinin korunumu yasasına göre bu enerji yeni yüzeyler meydana getirmede kullanılır. Dolayısıyla, yüzey serbest enerjisi yüzeydeki fazla enerji olarak açıklanabilir. İslanabilirlik, sıvının katı yüzeylerle moleküller arası etkileşimine bağlı olarak temas halinde kalmasını sağlar ve yüzey serbest enerjisini hesaplamak için kullanılabilir. Temas açısı ölçümleri yüzey ıslanabilirliğini hesaplamak için kullanılır. Katı yüzeyle sıvı arasındaki güçlü çekim, sıvının yüzeyde yayılmasına neden olur ve küçük temas açısı ile sonuçlanır. Bu katı yüzeyler hidrofilik yüzeyler olarak adlandırılırken, çekim kuvveti zayıfsa hidrofobik olarak adlandırılır.

Dataphysic temas açısı ölçüm aracı, durağan damla metoduyla değişik yüzeylerde saf suyun temas açısını ölçmek için kullanılmıştır. Her bir numunenin üzerinde en az üç kere 3 µL durağan damlanın temas açısı ölçülmüş ve her bir numune için deney sonuçlarının ortalaması hesaplanmıştır.

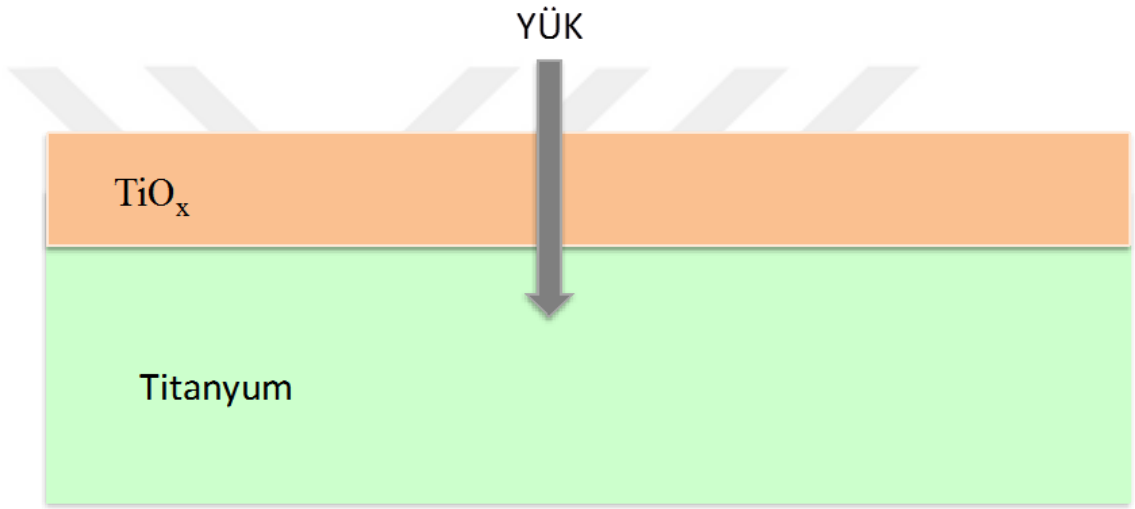
4.4. Mekanik Deneyler

4.4.1. Nanoindentasyon çalışmaları

Nano-indentation system, micromaterials Ltd cihazı, nanoindentasyon deneyleri için kullanılmıştır. Bütün deneylerde, yükleme hızı 0.15 mN/sn olarak seçildi. Bir tanesi yük kontrolü altında, bir diğeri ise derinlik penetrasyonu kontrolü altında olmak

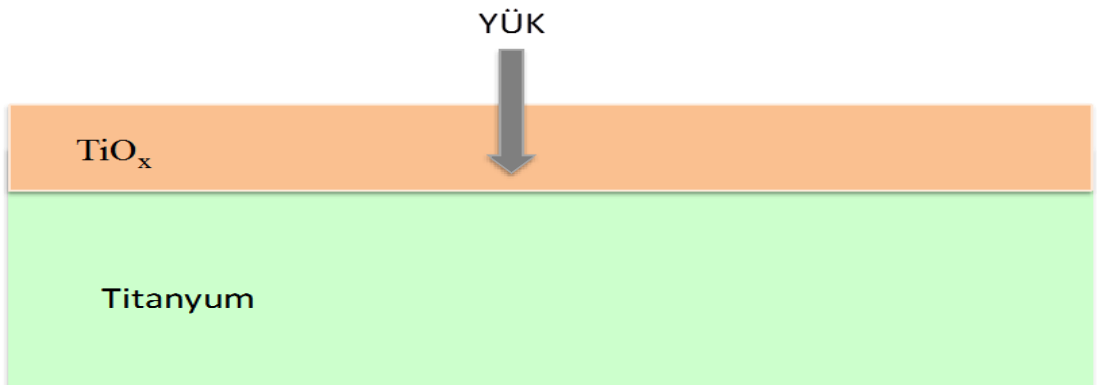
üzere, iki farklı yöntemle nanoindentasyon deneyleri yapılmıştır. Maksimum yükleme ile serbest bırakma arasındaki süre 60 saniyedir. Numunelerin her birinde Berkovitz indenter ile aynı bir hat boyunca 30 kez indentasyon deneyi gerçekleştirilmiştir. Her numune üzerinde iki indentasyon arasındaki mesafe 30 mikrometre olarak belirlenmiştir.

Yük kontrolü altında gerçekleşen deneylerde (Şekil 4.1.) maksimum yük miktarı 3mN olarak belirlenmiştir.

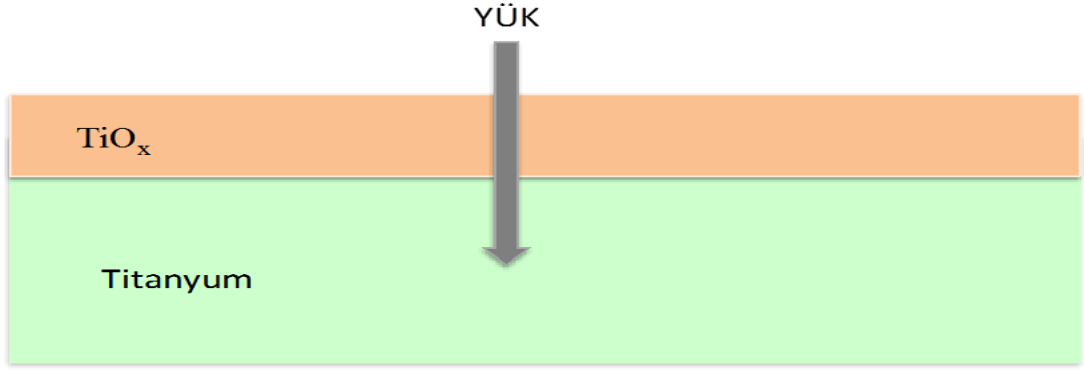


Şekil 4.1. Yük kontrolü (3 mN) altında gerçekleştirilen nanoindentasyon deneyinin şematik diagramı.

Derinlik kontrolü altında gerçekleştirilen deneylerde maksimum penetrasyon derinliği 40 nm (Şekil 4.2.) ve 200 nm (Şekil 4.3.) olarak belirlenmiştir



Şekil 4.2. Penetrasyon kontrolü (40 nm) altında gerçekleştirilen nanoindentasyon deneyinin şematik diagramı.



Şekil 4.3. Penetrasyon kontrolü (200 nm) altında gerçekleştirilen nanoindentasyon deneyinin şematik diagramı.

4.4.2. Nano-Triboloji Deneyleri

Tribolojik deneyler sırasında, paslanmaz çelik (SUS304) bilya ve disk üstünde pim tribometresi (FPR-2100 model) kullanılmıştır. Deneyler, 100 gr yük uygulanarak 59,96 mm/s kayma hızıyla 3,5 mm yarıçaplı yol üzerinde gerçekleşmiştir. Mekanik deney sonunda SEM çalışmaları ve 'EDX haritalama' ile yüzeydeki elementel dağılım tespit edilmiştir.

4.5. Bakteri Ekimi

ATCC (American Type Culture Collection)'den elde edilen *S. aureus* suşlar, ekimden önce -20 °C'de muhafaza edilmiştir. Steril bir çubuk yardımıyla bakteriler stoktan alınarak santrifüj tübü aşılacaktır. İzotonik çözelti kullanılarak McFarland densimeter yardımıyla bakteri yoğunluğu 2 McFarland olarak ayarlanmıştır. Titanyum numuneler ekimden önce otoklavda 121°C'de 15 dakika boyunca steril edilmiştir. Daha sonra, titanyum numuneler tüplere konulmuştur ve 37 °C'de 3 saat boyunca inkübe edilmiştir. Bu sürenin sonunda, titanyum numuneler tüpten çıkartılmış ve yüzeye tutunmayan bakterileri uzaklaştırmak için izotonik çözelti ile yıkanmıştır. Daha sonra, numuneler oda sıcaklığında kurutulmuş ve AFM ve SEM ile görüntülenmiştir.

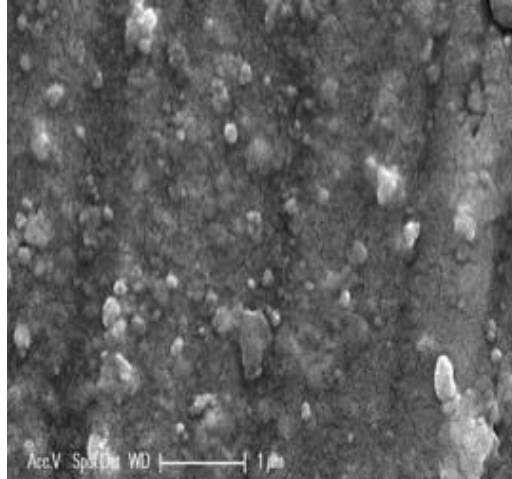
BÖLÜM 5. DENEY SONUÇLARI

5.1. Numune Karakterizasyonu

5.1.1. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları

5.1.1.1. Kaplanmamış titanyum yüzeyler

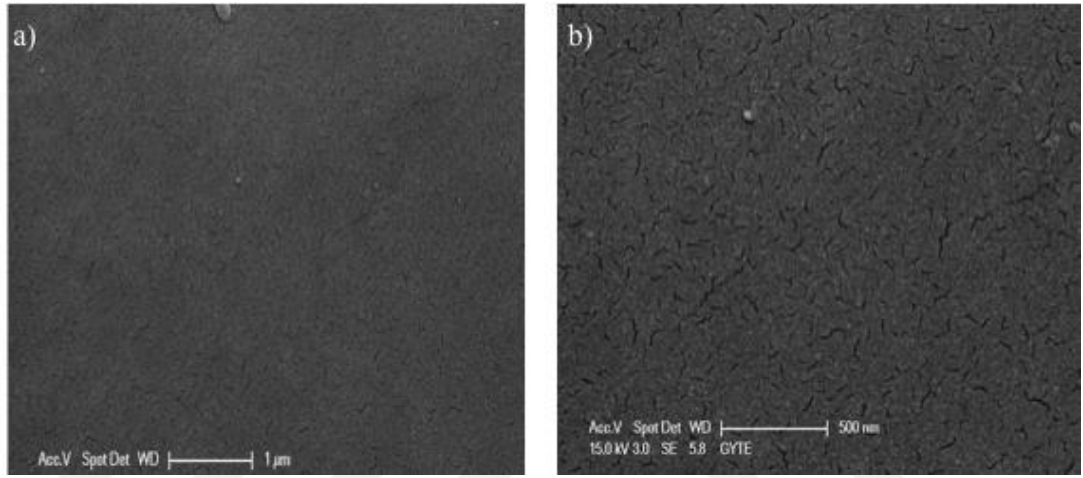
İşlem görmemiş titanyum yüzeylerin SEM görüntüsü Şekil 5.1.'de gösterilmiştir. Titanyum yüzeyler açık havada kaldığı zaman yüzeylerinde ince oksit tabakanın oluştuğu bilinmektedir (Fadl-allah ve Mohsen, 2010) ve bu oksitin kalınlığı 1,5-10 nm olarak bildirilmiştir (Kasemo ve Lausmaa, 1985). Şekil 5.1.'de görüldüğü üzere, yüzeyde doğal olarak oluşan pürüzlü, homojen olmayan oksit tabakası görülmektedir. Üretim prosesine bağlı olarak yüzeyde uzunlamasına çizikler görülmektedir (Şekil 5.1.).



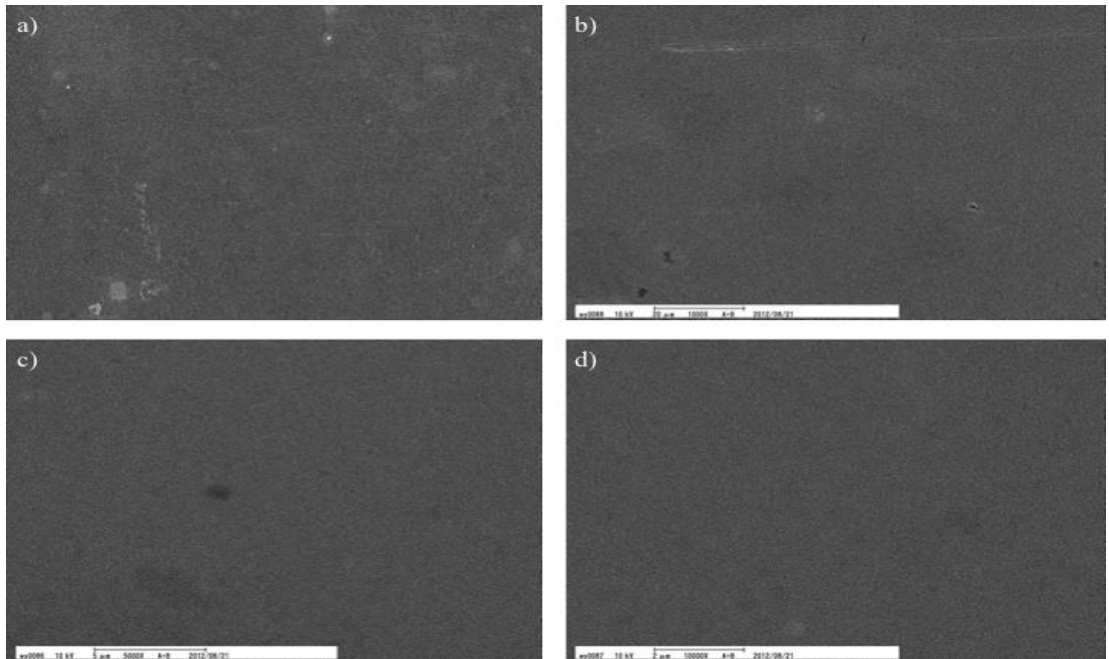
Şekil 5.1. İşlem görmemiş titanyum yüzeyin SEM görüntüsü.

5.1.1.2. Parlatılmış titanyum yüzeyler

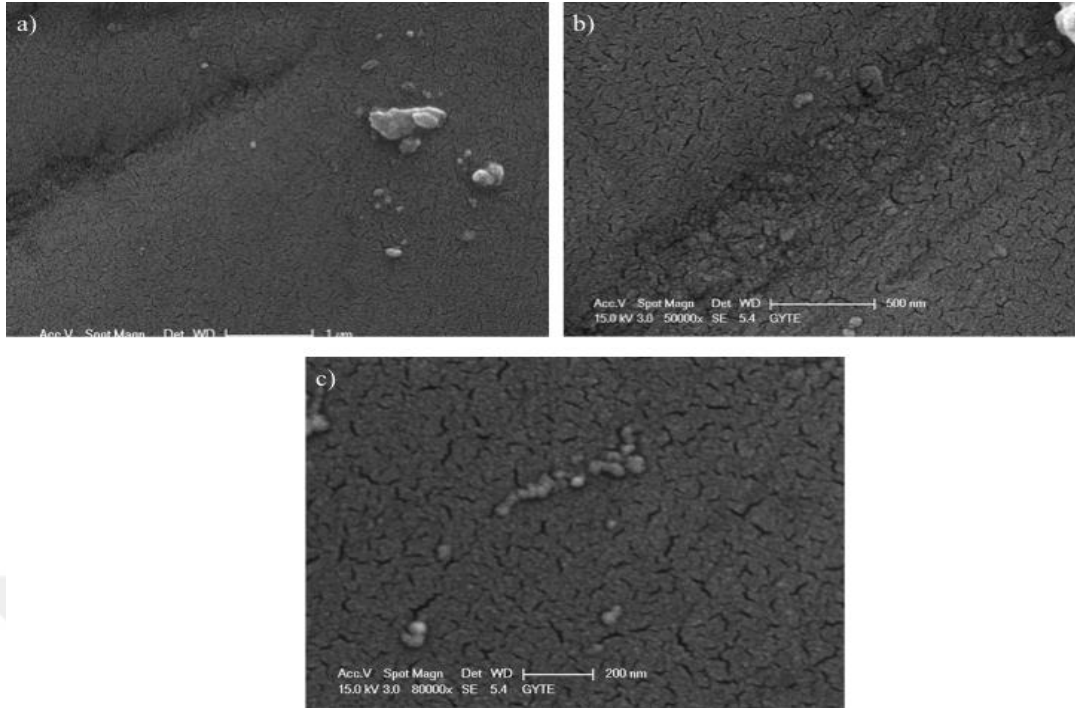
Parlatılmış titanyum yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 5.2.-5.4.'de gösterilmiştir. Bu görüntülerden de gözlemlendiğine göre, zımparalama ve parlatma işlemleriyle metalografik incelemeler yapılacak seviyede (Williams ve Homerberg, 1948, Kehl, 1949) yüzeyler elde edilmiştir. Yüzeyde doğal olarak oluşan oksit tabakası Şekil 5.2b.'de daha belirgin olarak görülmektedir



Şekil 5.2. Parlatılmış yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1 µm; b) 500 nm.



Şekil 5.3. Parlatılmış yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 200X; b) 1000X; c) 5000X; d) 10000X.

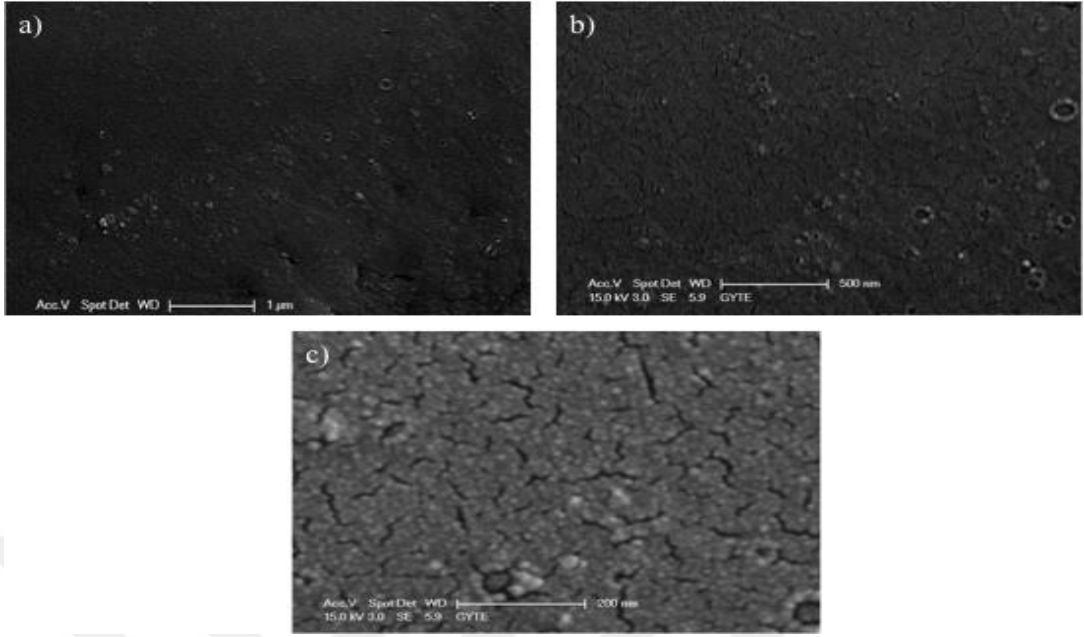


Şekil 5.4. Parlatılmış yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b) 50000X; c) 80000X.

Parlatma ve temizleme işlemlerini takiben tabii oksidasyona fırsat vermeyecek bir sürede derhal anodizasyon işlemine geçilmiştir.

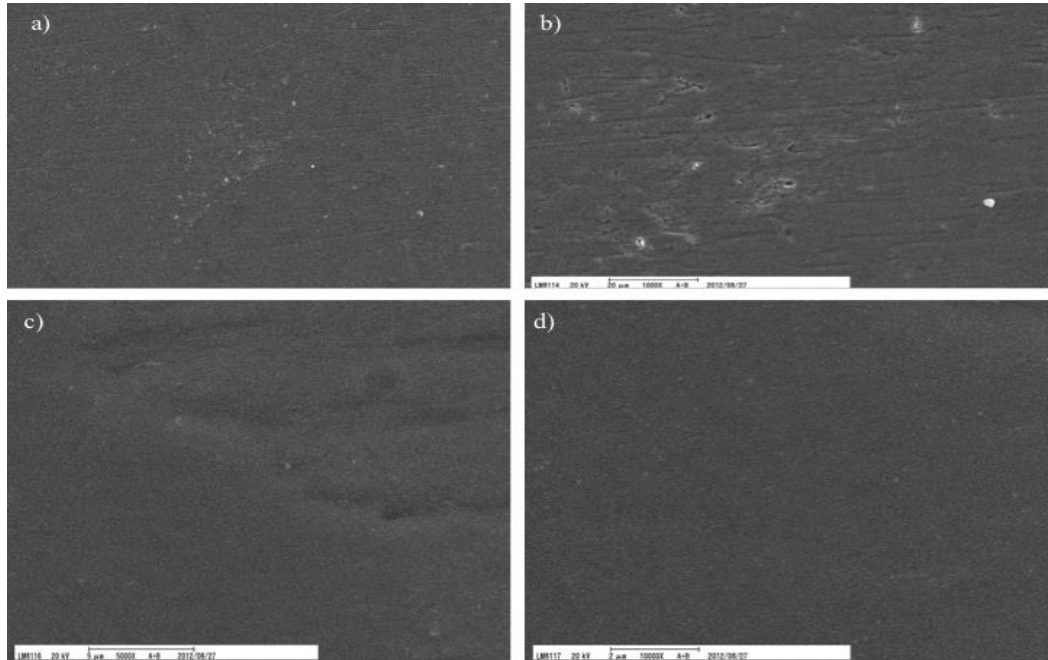
5.1.1.3. Pürüzlü yüzeyler

20 °C’de, 10 dakika boyunca 10V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait SEM görüntüleri Şekil 5.5.-5.12. arasında gösterilmektedir. SEM görüntüleri incelendiği zaman yüzeyde oksit tabakanın oluştuğu gözlemlenmektedir. 100 nm’den küçük tanecikler Şekil 5.12.’de görülmektedir. Şekil 5.5.’de küçük oksit parçaları görülmektedir. Bu şekilde, muhtemelen oksijen baloncuklarının patlamasından kaynaklanan küçük halka şeklinde oksit parçacıkları da görülmektedir.



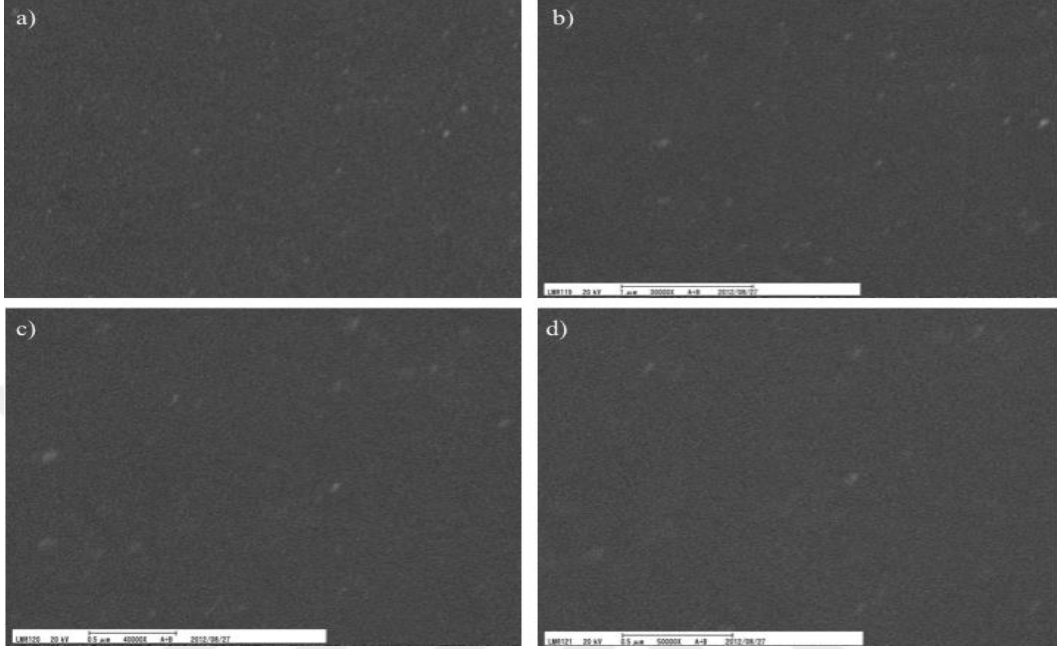
Şekil 5.5. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1 µm; b) 500 nm; c) 200 nm.

Dağınık bir şekilde az sayıda yaklaşık 25 nm çapında nano tanecikler görülmektedir.

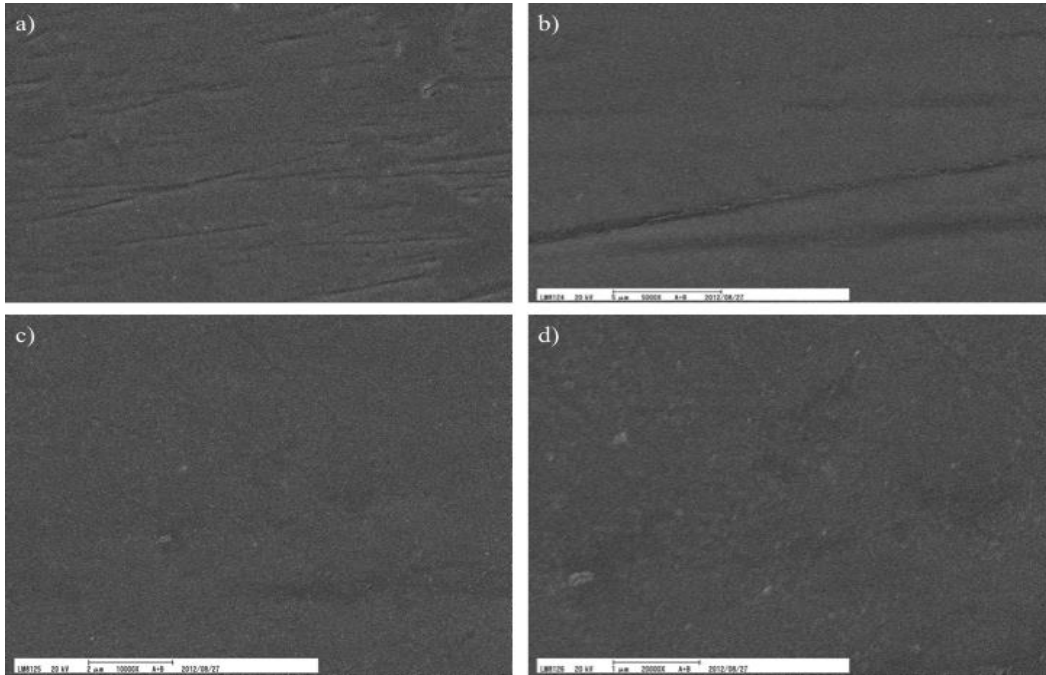


Şekil 5.6. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 250X; b) 1000X; c) 5000X; d) 10000X.

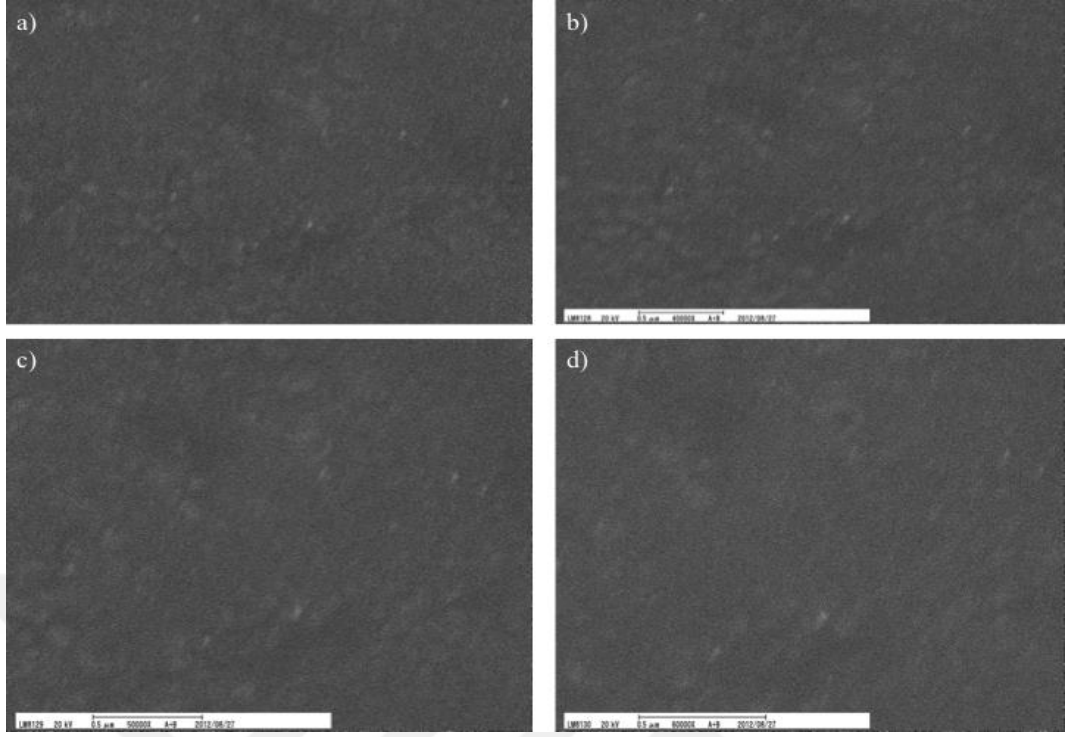
Şekil 5.5.'e nazaran daha küçük büyütmede çekilen SEM görüntülerinde de az da olsa partiküllerin meydana geldiği görülmektedir.



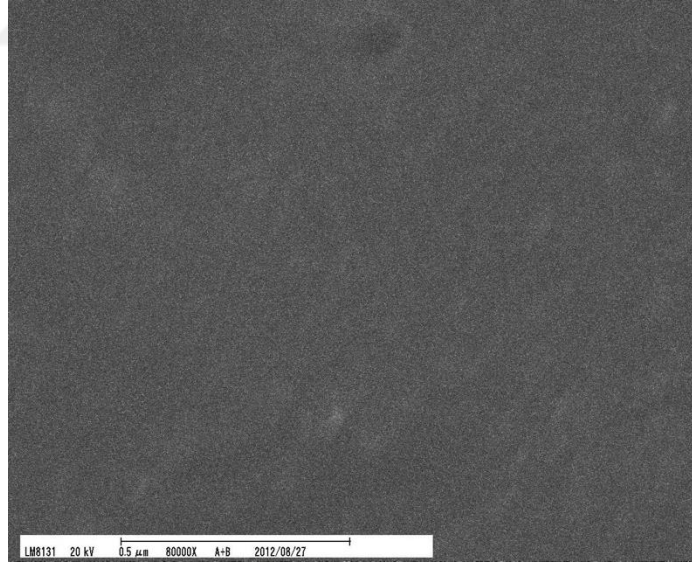
Şekil 5.7. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b)30000X; c) 40000X; d) 50000X.



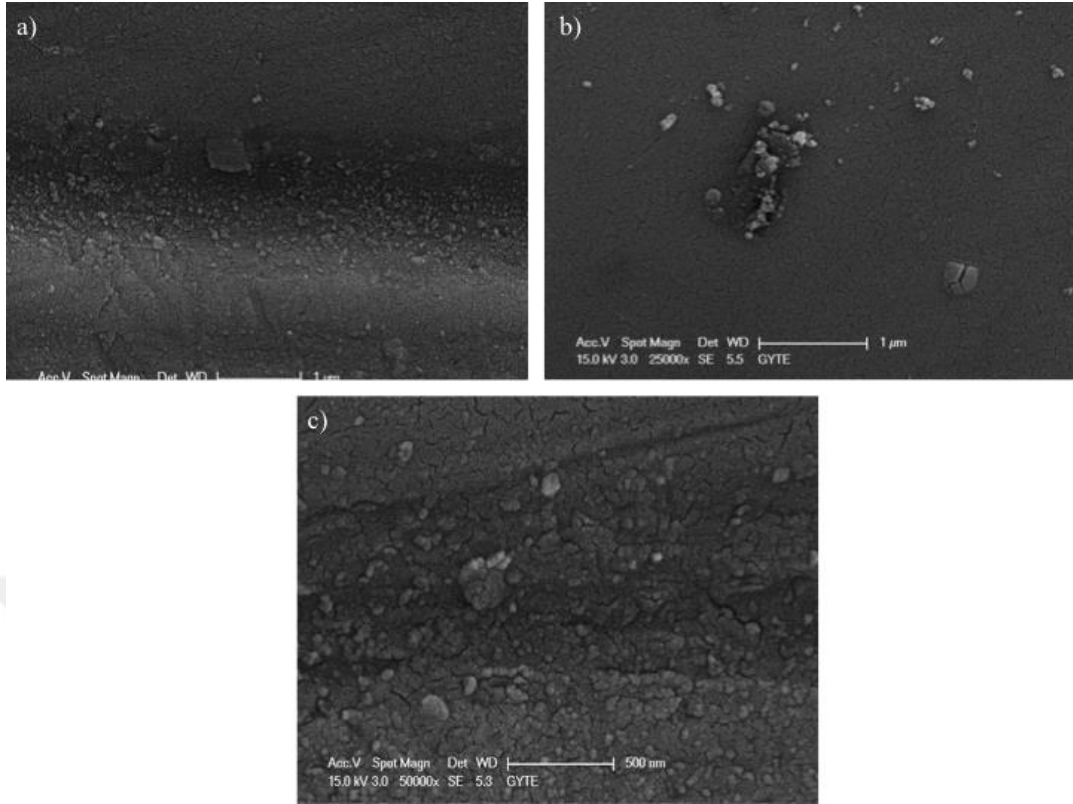
Şekil 5.8. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1000X; b) 5000X; c) 10000X; d) 20000X.



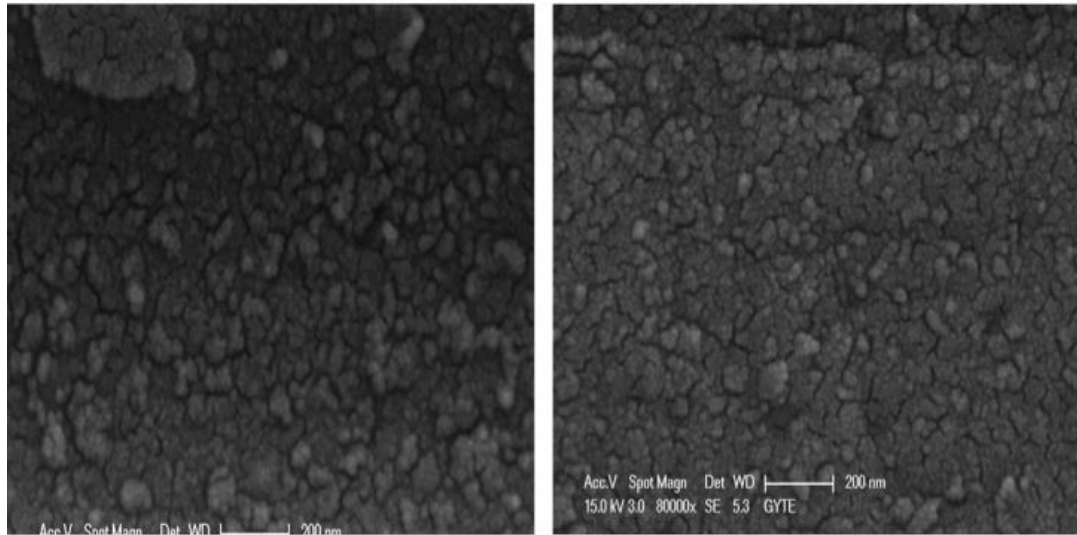
Şekil 5.9. 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 30000X; b) 40000X; c) 50000X; d) 60000X.



Şekil 5.10. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 80000X büyütmedeki SEM görüntüsü.



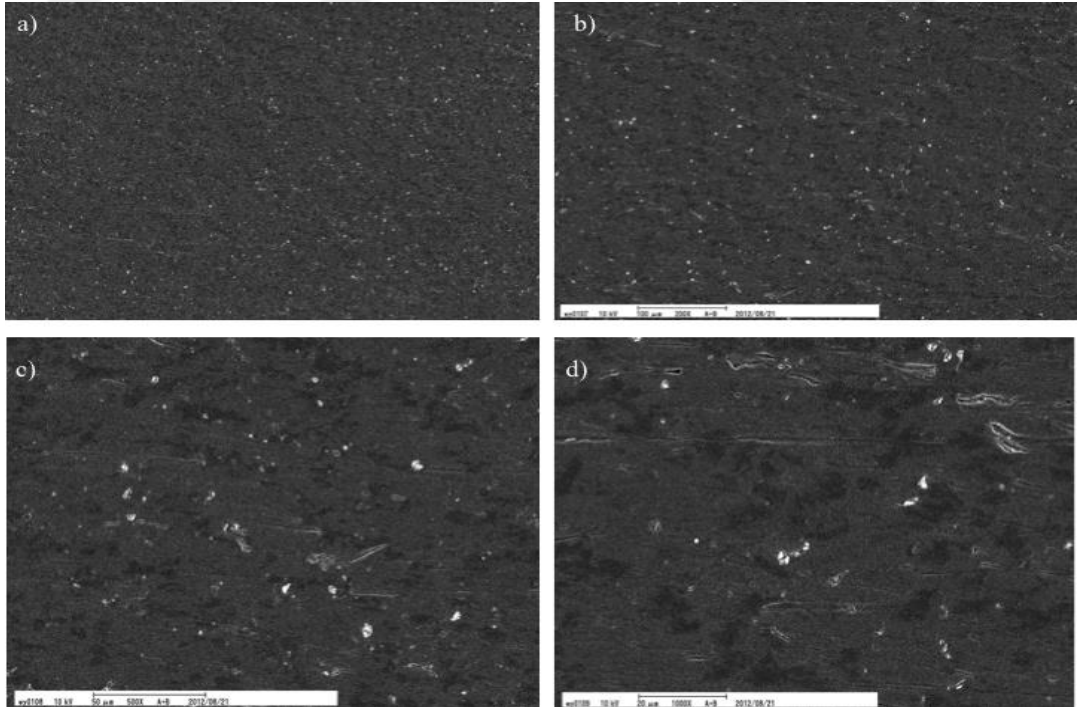
Şekil 5.11. 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b) 25000X; c) 50000X.



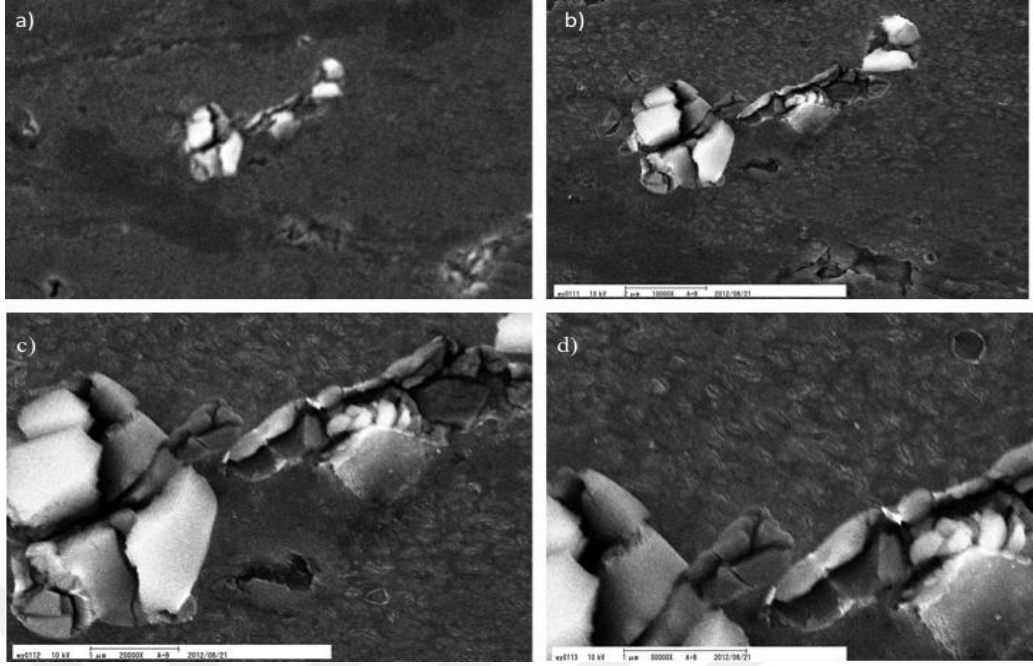
Şekil 5.12. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 80000X'deki SEM görüntüleri.

20 °C'de, 45 dakika boyunca 10V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait SEM görüntüleri Şekil 5.13.-5.20. arasında gösterilmektedir. Şekil 5.6. ile Şekil 5.13. karşılaştırıldığında anodizasyon süresinin yüzey morfolojisine etkileri açıkça

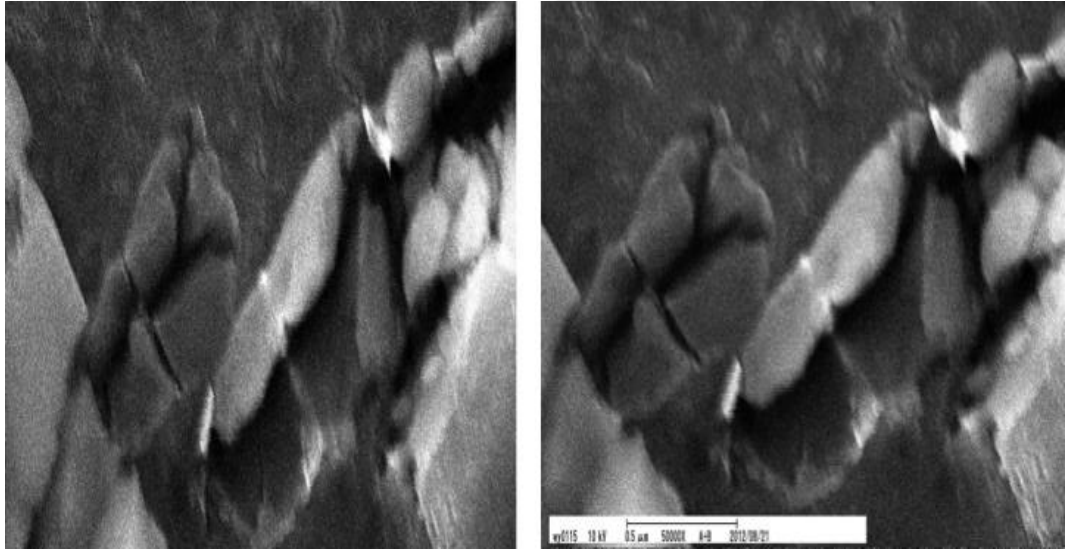
görülmektedir. Anodizasyon süresi arttığı zaman yüzey topografisi doğal oksit tabakası görüntüsünden farklılaşmaktadır. Şekil 5.13.'teki gibi düşük büyütmelerde bile, rastgele dağılmış küçük oksit tanecikleri görülmektedir. Zamanla yüzeydeki oksit yoğunluğunun da arttığı gözlemlenmektedir. Ayrıca, Şekil 5.18c.'de nano gözenekler görülmektedir. Şekil 5.14.-5.17.'de yaklaşık olarak 1,75 μm yarıçap büyüklüğüne sahip oksit parçacıkları görülmektedir. Şekil 5.17.'deki SEM görüntüsü yakından incelendiği zaman oksit parçacıklarının tabaka tabaka büyüdüğü gözlemlenmektedir. Büyüme sırasında ya bölüm bölüm kırıklar oluşuyor ya da her parça harmonik bir şekilde tek başına büyüyor. Farklı kristallografik istikametlerdeki değişik genişleme katsayısına bağlı olarak ilk fikir daha ön plana çıkmaktadır. Oksit katmanlarında kırılmalar oluşuyorsa oksit büyümesi esnasında yöne bağlı farklı elastisiteyi takiben gene farklı plastisite muhtemelen rol oynamaktadır. Buna rağmen, önerilen fikirlerin hepsi daha detaylı çalışmayı gerektirir. Şekil 5.17c.'de görüldüğü üzere farklı yönlerde de büyüme mekanizması olabilir. Yakın bölümlerde tabakalar birbirlerine dik olacak şekilde birikebilir. Açıkça görülmektedir ki anodizasyon oksidasyon için kısa sürede dahi netice vermektedir.



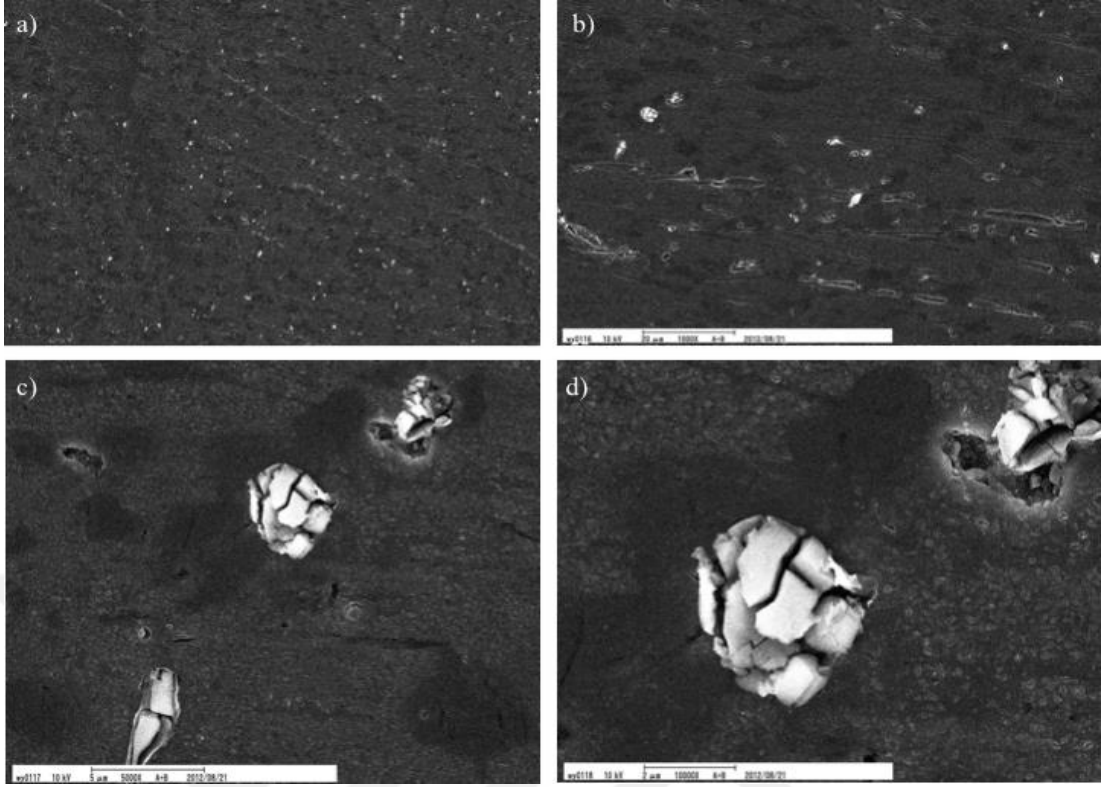
Şekil 5.13. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 200X; c) 500X; d) 1000X.



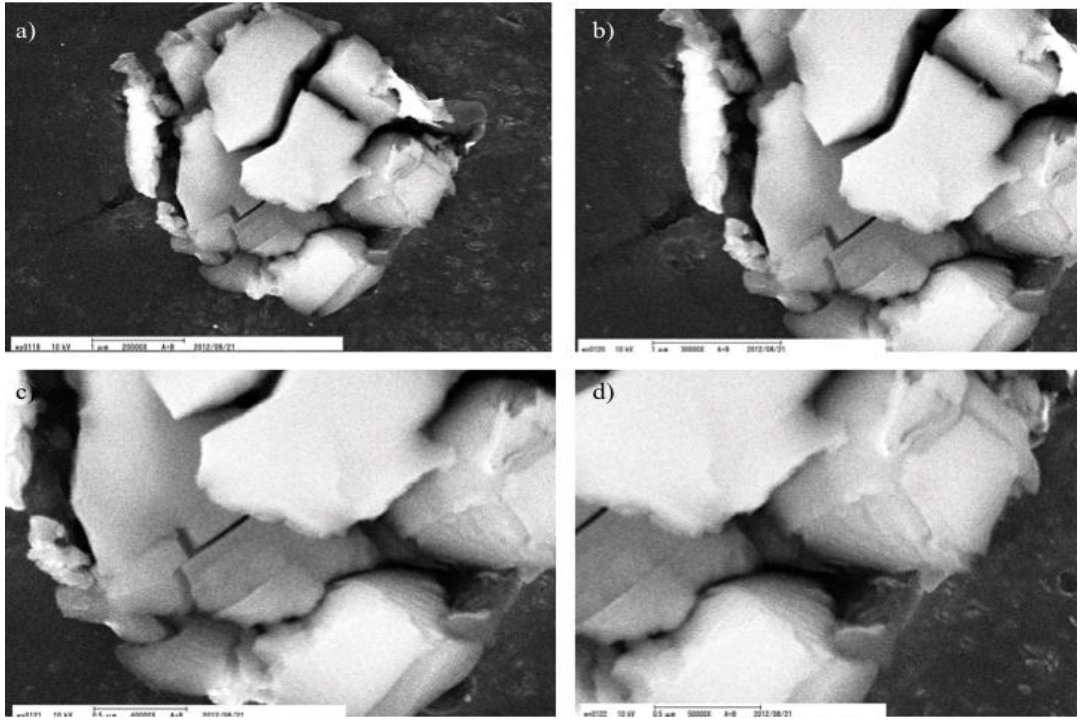
Şekil 5.14. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 500X; b) 10000X; c) 20000X; d) 30000X.



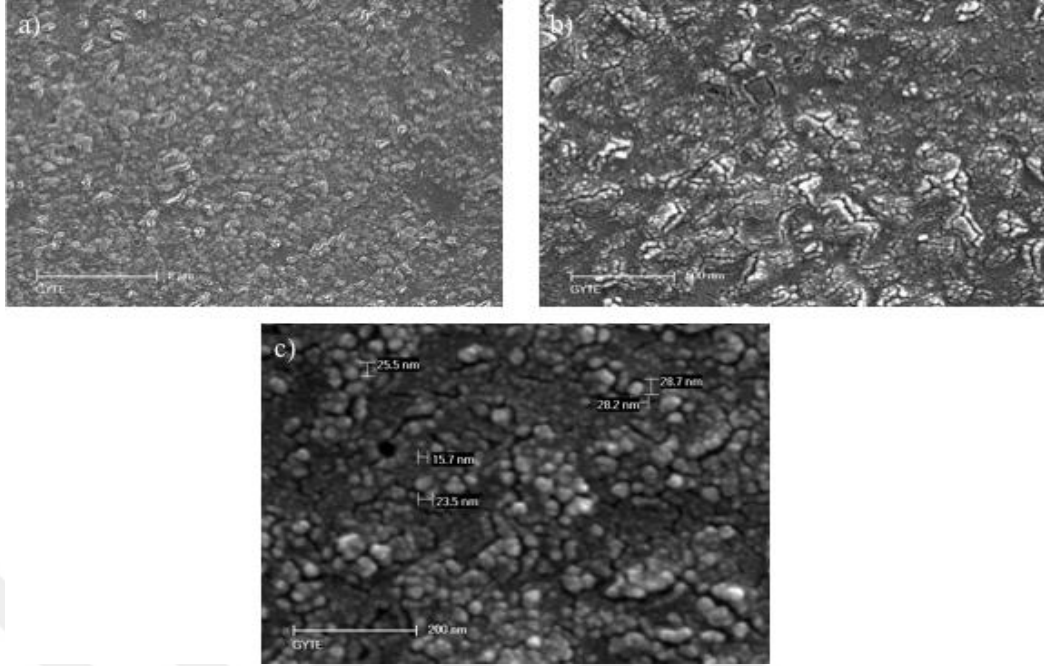
Şekil 5.15. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 40000X; b) 50000X.



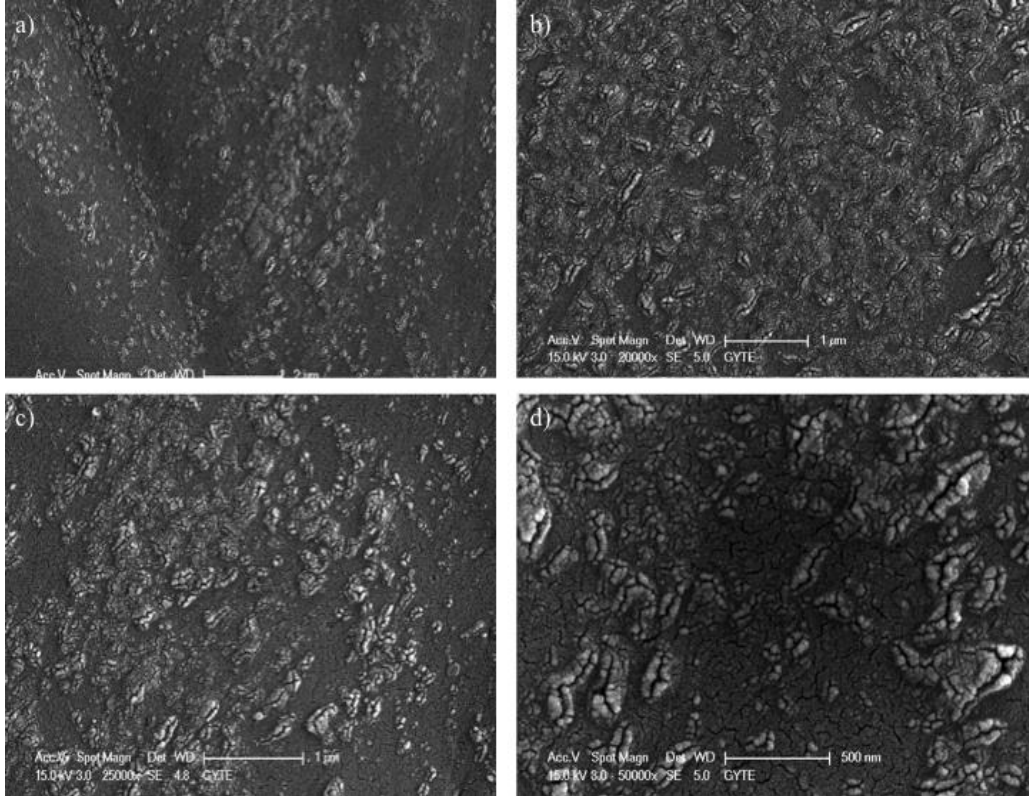
Şekil 5.16. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 200X; b) 1000X; c) 5000X; d) 10000X.



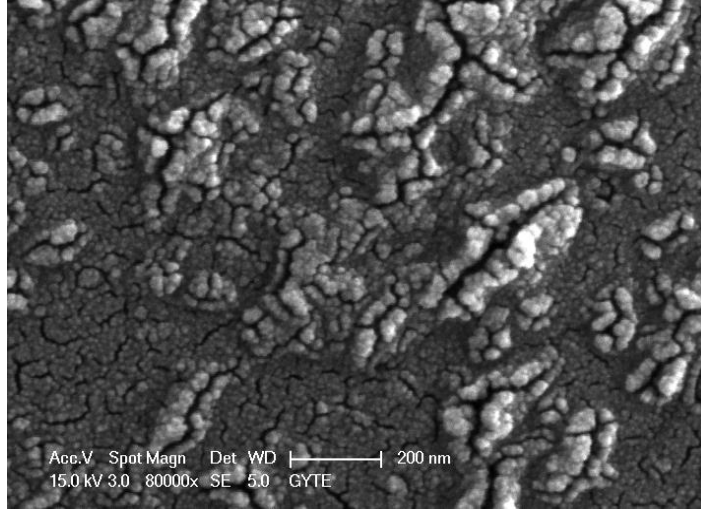
Şekil 5.17. 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b) 3000X; c) 40000X; d) 50000X.



Şekil 5.18. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 2 μm; b) 500 nm; c) 200 nm.

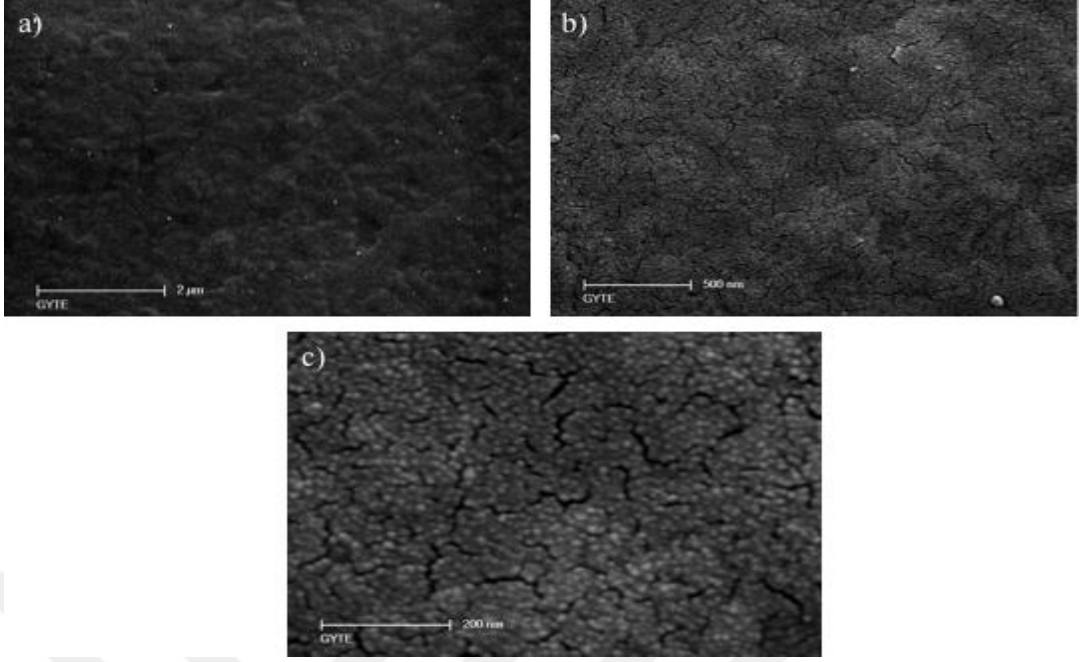


Şekil 5.19. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 2000X; c) 25000X; d) 50000X.

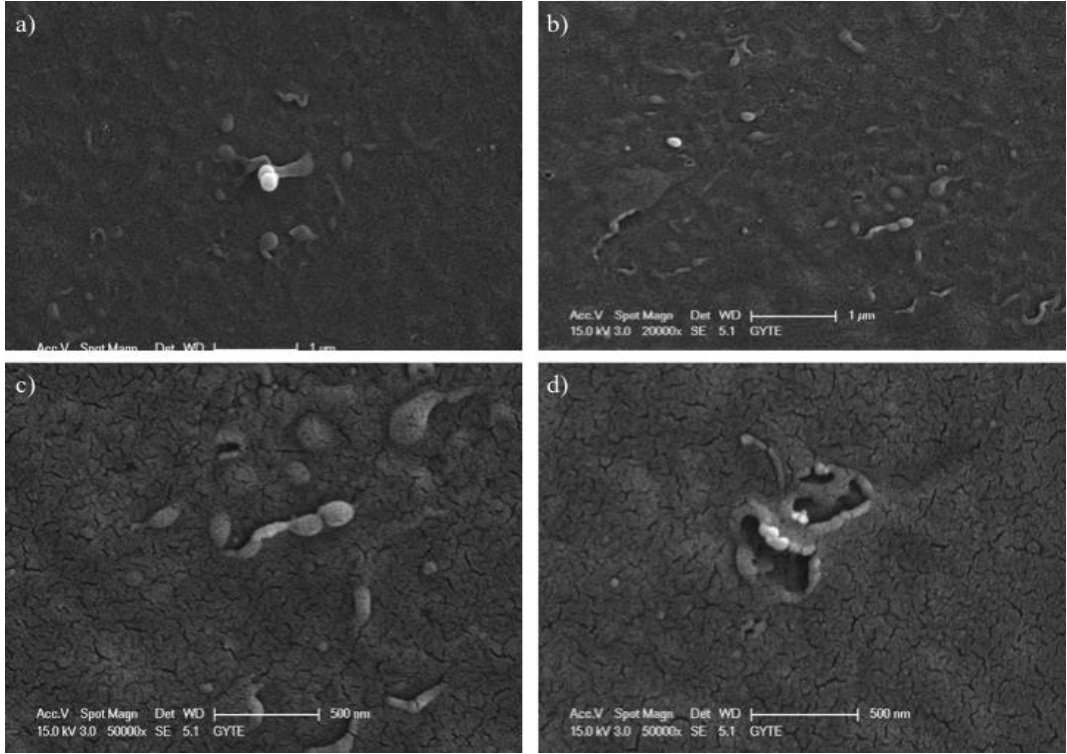


Şekil 5.20. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 80000X'deki SEM görüntüsü.

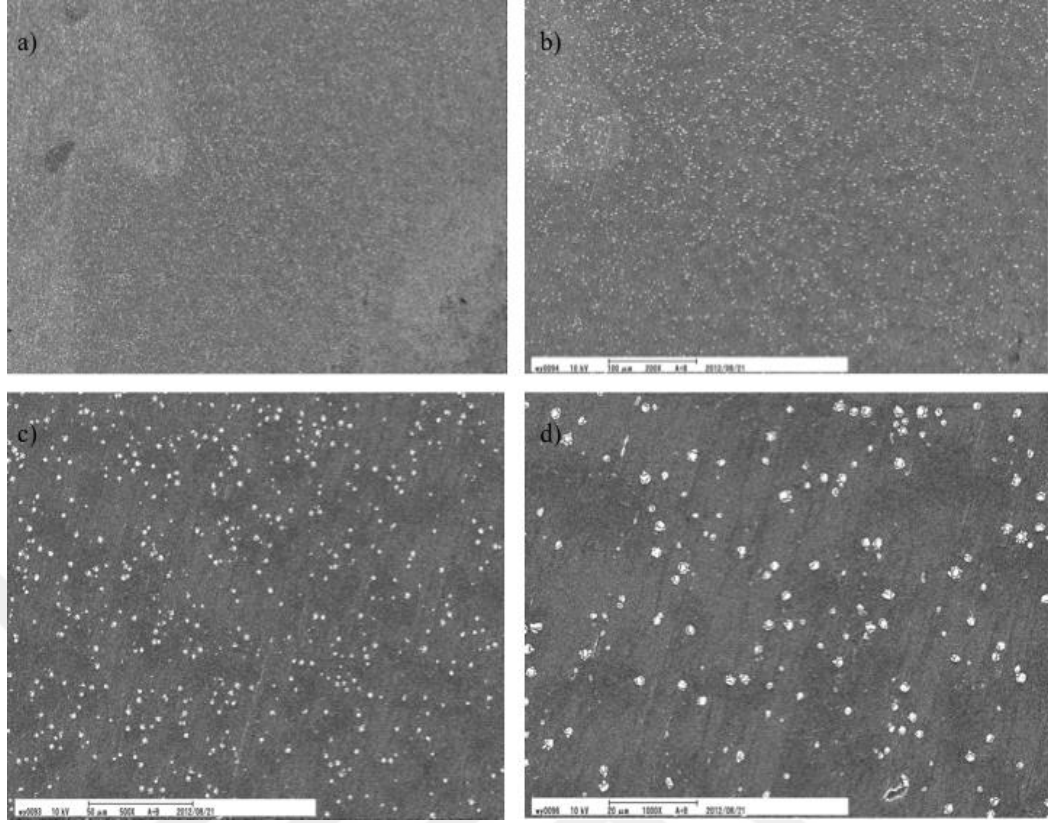
20 °C'de, 10 dakika boyunca 50V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait SEM görüntüleri Şekil 5.21.-5.29. arasında gösterilmektedir. Şekil 5.8. ve Şekil 5.23.; aynı sürede, 10 dakika, sırasıyla 10V ve 50V uygulanması halinde voltaj yükseltmenin yüzey morfolojisine büyük ölçüde etki ettiğini göstermektedir. Voltaj artırıldığı zaman düz yüzey topografisinin granüllü bir morfolojiye dönüştüğü ve yüzeydeki oksit parçacıklarının daha kolay görünür hale geldiği gözlemlenmektedir. Şekil 5.25.-5.27.'de yüzeydeki oksit parçacıkları kolayca görülmektedir. Bu oksit parçacıkları Şekil 5.26. ve Şekil 5.27.'de görüldüğü üzere tabaka tabaka gelişmiş 1 μm yarıçaplı çiçek görünümündedirler.



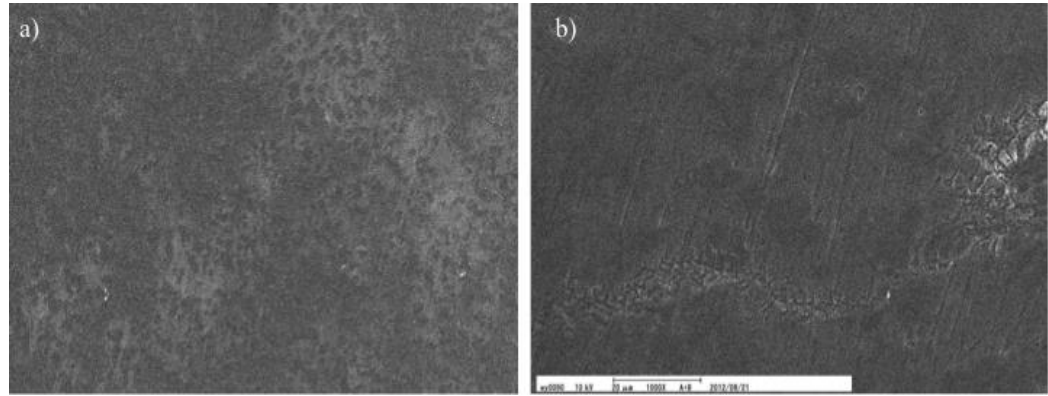
Şekil 5.21. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 2 µm; b) 500 nm; c) 200 nm.



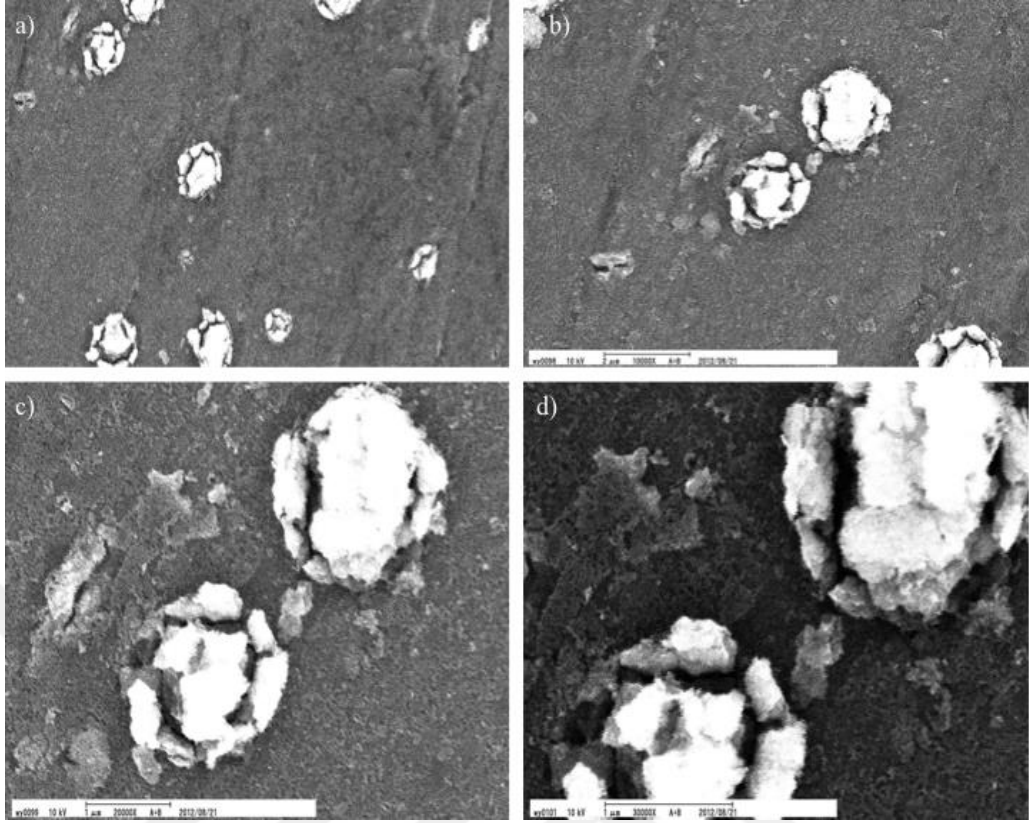
Şekil 5.22. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1 µm; b) 1 µm; c) 500 nm; d) 500 nm.



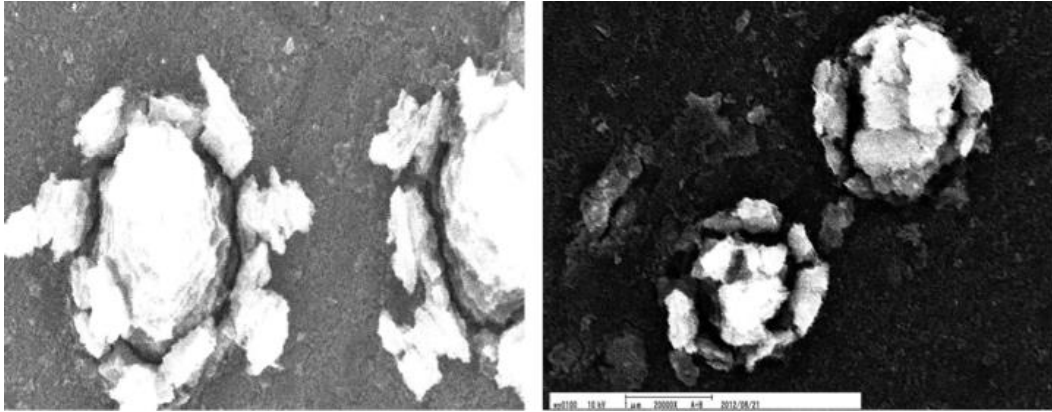
Şekil 5.23. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 200X; c) 500X; d) 1000X.



Şekil 5.24. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 1000X.

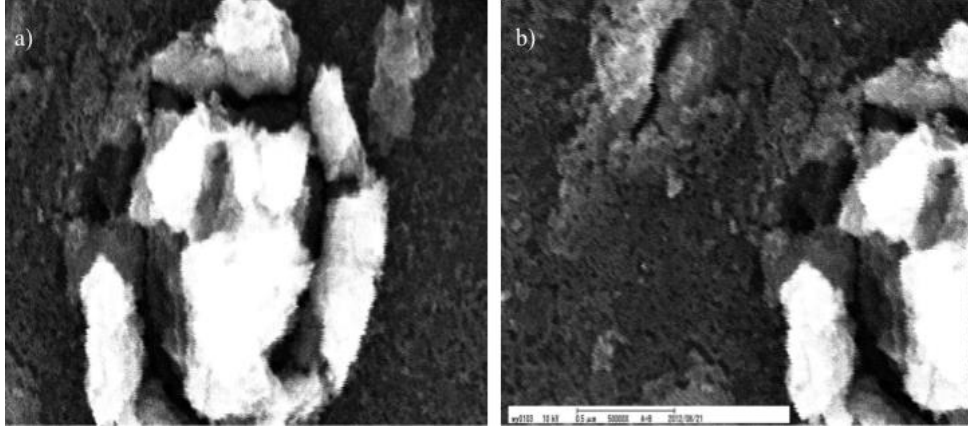


Şekil 5.25. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 10000X; c) 20000X; d) 30000X.

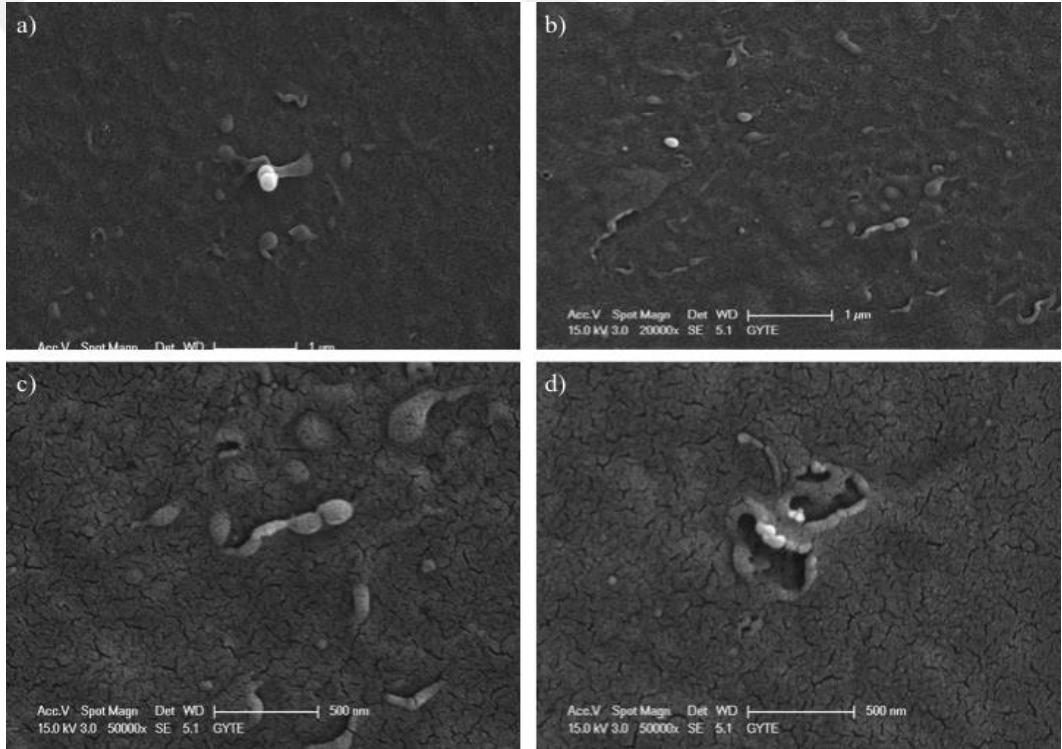


Şekil 5.26. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 20000X'deki SEM görüntüleri.

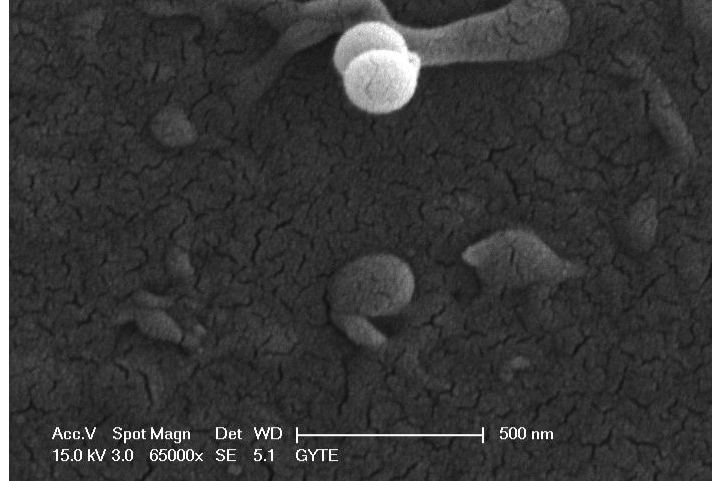
Şekil 5.25.- 5.27. bir taraftan büyüme esnasında partiküllerin birleşmesini gösterirken bir taraftan da ayrıldıklarını veya muhtemel bir iç mekanik etkiyle klivaj düzlemlerindeki dekohejin etkisiyle partiküllerde ayrışma meydana gelmektedir.



Şekil 5.27. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 40000X; b) 50000X.

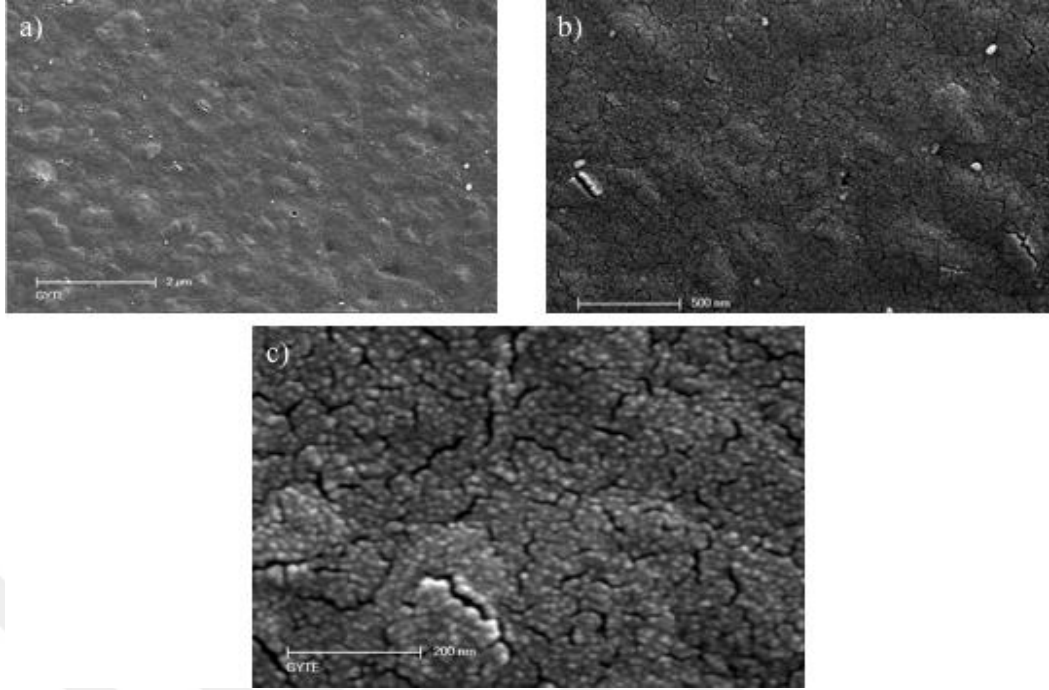


Şekil 5.28. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 20000X; b) 20000X; c) 50000X; d) 50000X.

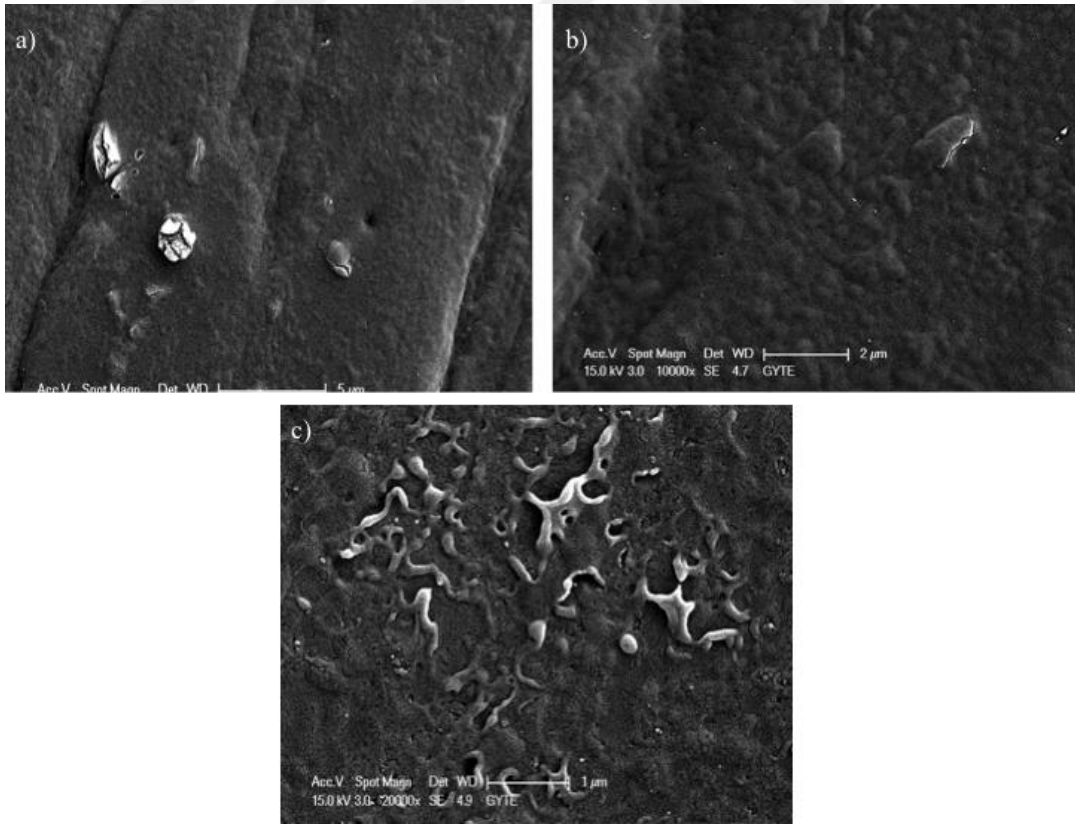


Şekil 5.29. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 65000X'deki SEM görüntüsü.

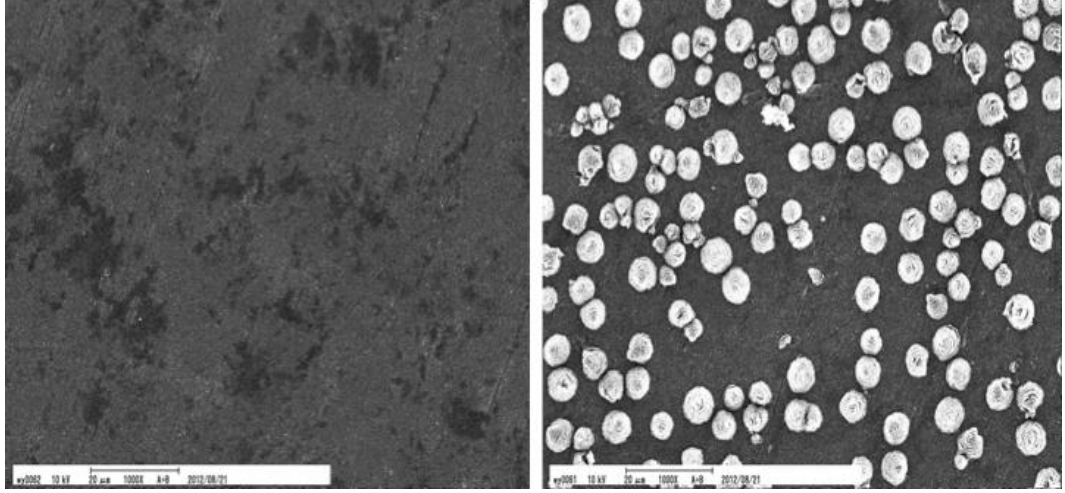
20 °C'de, 45 dakika boyunca 50V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait SEM görüntüleri Şekil 5.30.-5.39. arasında gösterilmektedir. Şekil 5.30.'da nispeten daha büyük oksit parçacıkları görülmektedir. Yaklaşık olarak 3,9 µm yarıçapa sahip çiçek şeklinde oksit parçacıkları yüzeyde rastgele dağılmış şekilde görülmektedir. Şekil 5.13. ve Şekil 5.35. karşılaştırıldığı zaman, uzun anodizasyon süresince yüksek voltajın etkisi görülmektedir. Yüksek voltaj uygulandığı zaman, oksit parçacıkların şekli değişerek çiçek şeklini alıyor ve büyüklüğü artıyor. Şekil 5.32b.'de oksit parçacıklarının yoğunluğunun arttığı ve yüzeyi neredeyse kapladığı görülmektedir. Yüksek voltajda anodizasyon süresinin etkisi Şekil 5.23. ve Şekil 5.35. karşılaştırıldığı zaman görülmektedir. Oksit parçacıklarının boyutu büyümektedir ve çiçek şeklini almaktadır. Şekil 5.36. ve Şekil 5.37., incelendiği zaman oksitlerin tabaka tabaka büyüdüğü görülmektedir. Şekil 5.36b.'de oksit parçacıklarının birbiri içerisine girdikleri görülmektedir. Anodizasyon süresi arttığı zaman, varolan oksit parçacıkları büyümeye devam eder ve birbiriyle birleşerek büyük oksit parçacıklarını oluşturur. Şekil 5.33.'de ise oksit çözülmesini işaret eden küçük nano gözenekler görülmektedir.



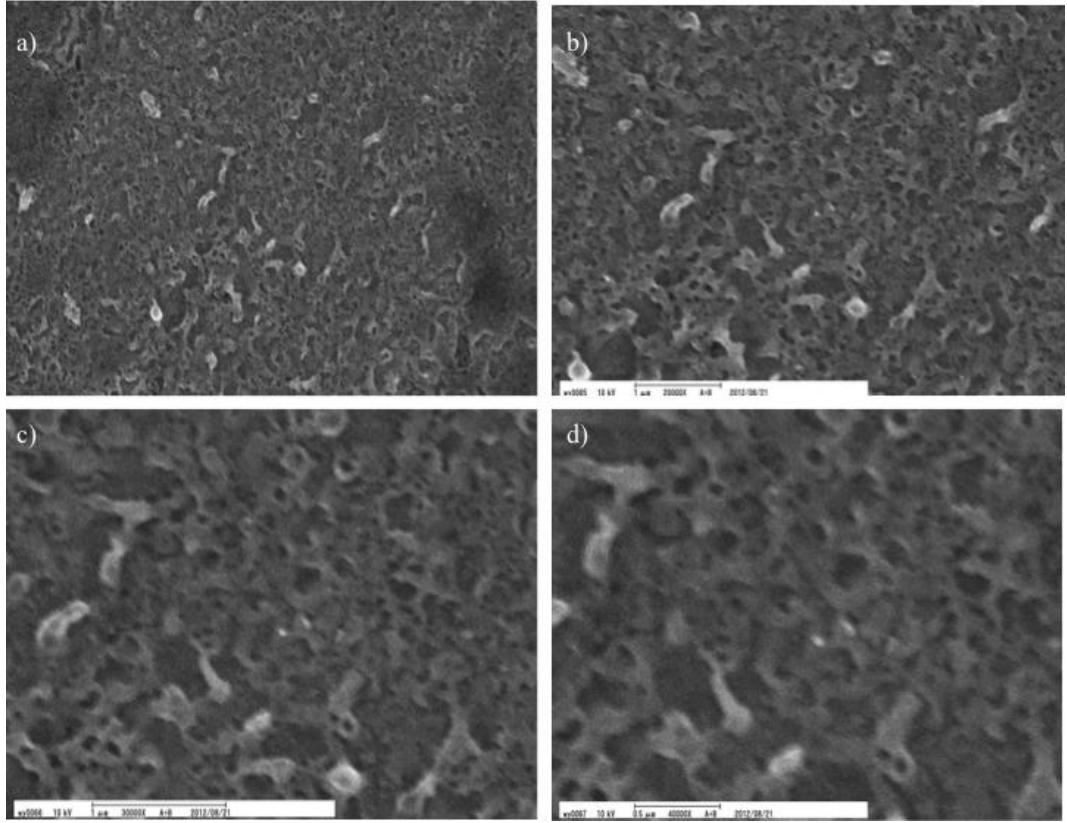
Şekil 5.30. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 2 μm; b) 500 nm; d) 200 nm.



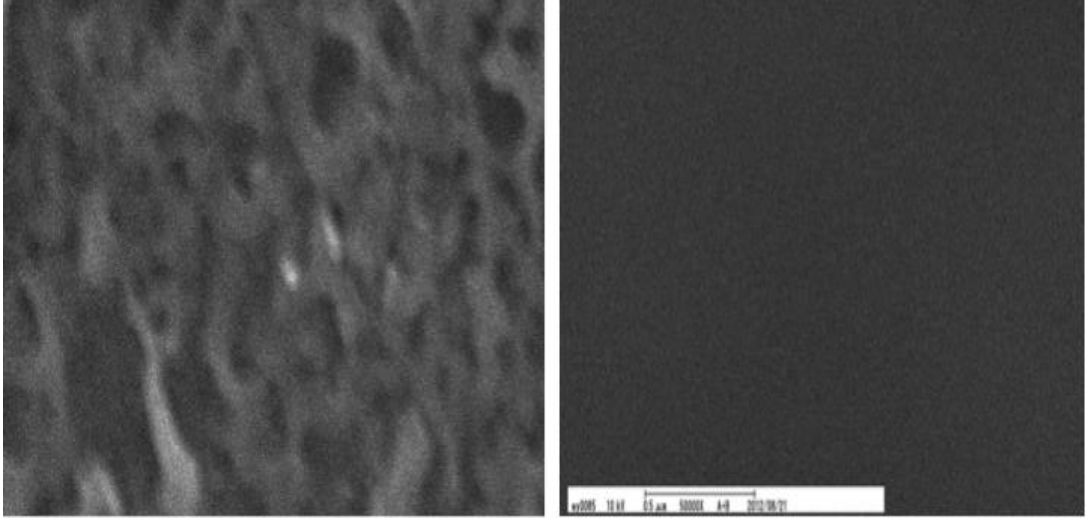
Şekil 5.31. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 10000X; c) 20000X.



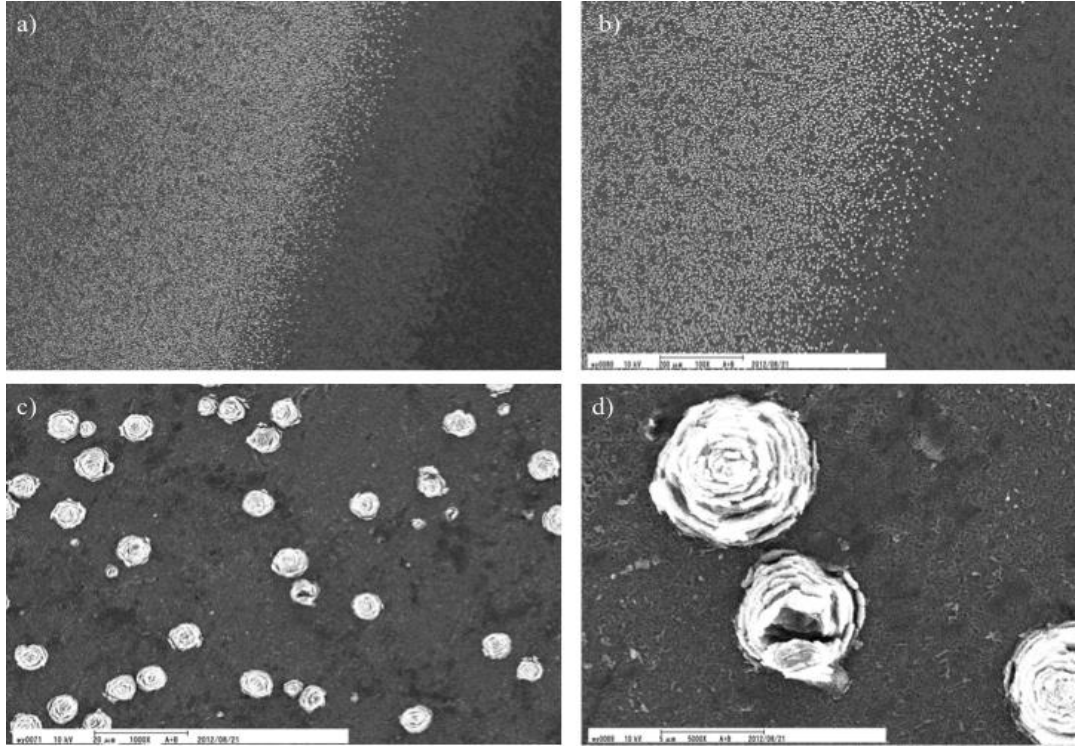
Şekil 5.32. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 1000X'deki SEM görüntüleri.



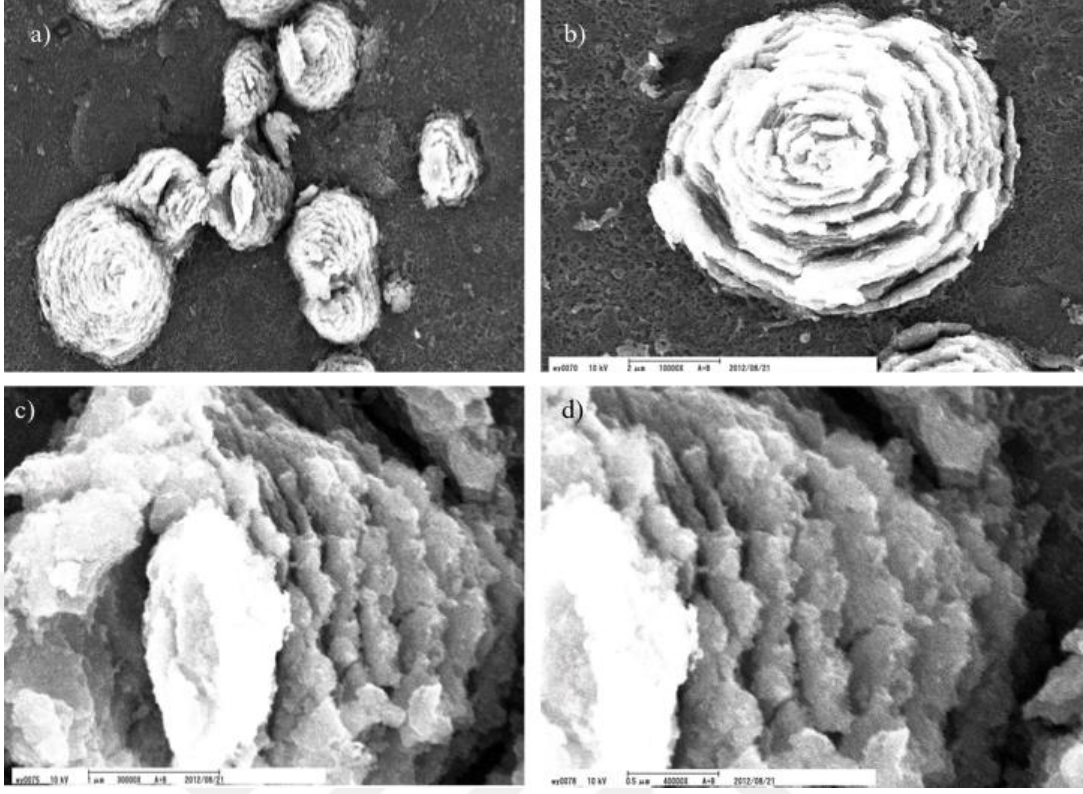
Şekil 5.33. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 10000X; b) 20000X; c) 30000X; d) 40000X.



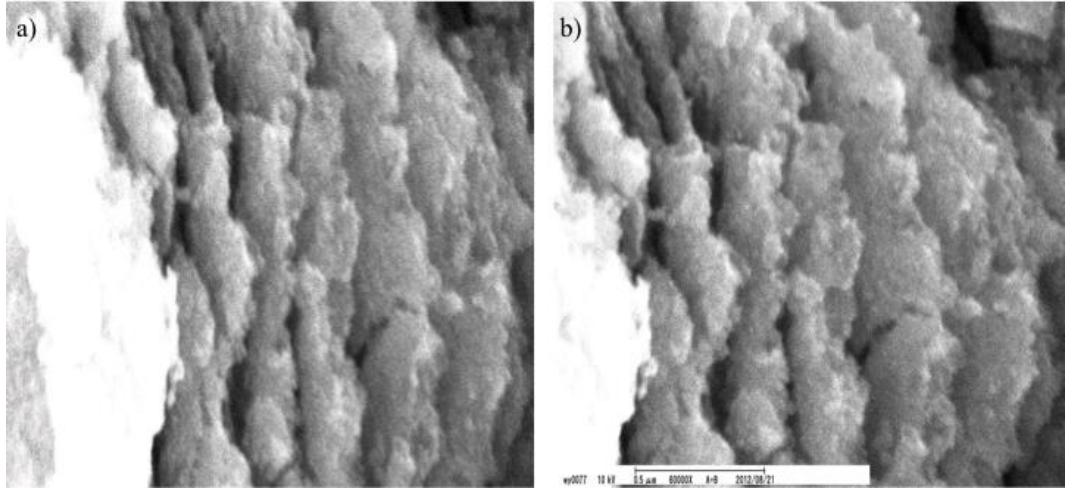
Şekil 5.34. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin 50000X'deki SEM görüntüleri.



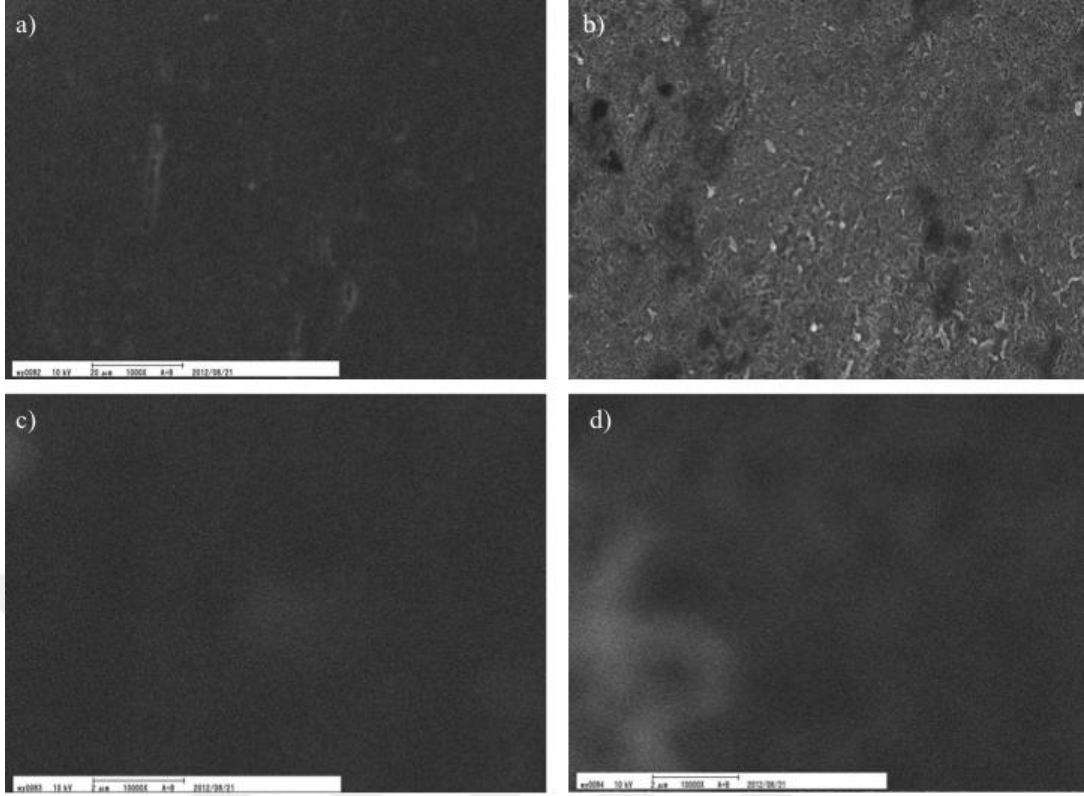
Şekil 5.35. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 50X; b) 100X; c) 1000X; d) 5000X.



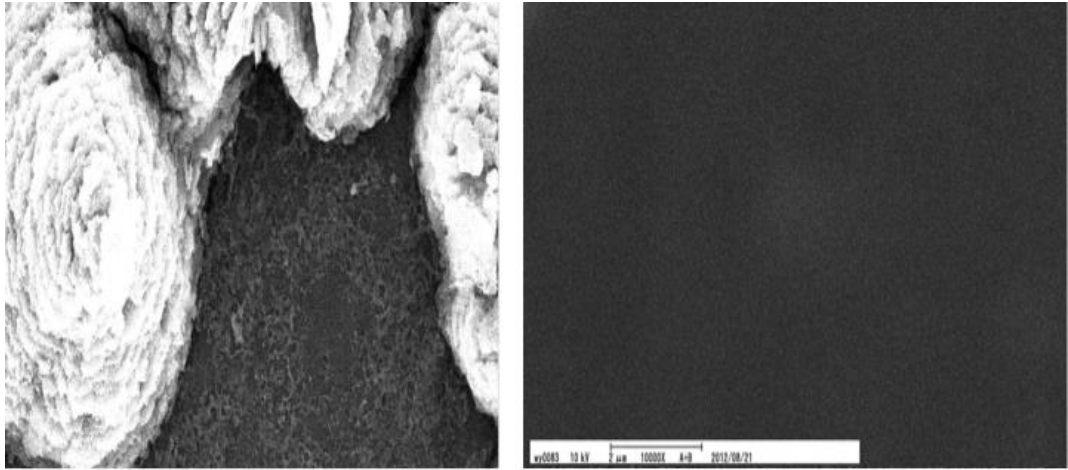
Şekil 5.36. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 10000X; c) 30000X; d) 40000X.



Şekil 5.37. 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 50000X; b) 60000X.



Şekil 5.38. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1000X; b) 5000X; c) 10000X; d) 10000X.



Şekil 5.39. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan pürüzlü yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 10000X; b) 10000X.

Kullanılan saf titanyum levha polikristalindir. Dolayısıyla, ana matrikteki taneler aynı faz olsa dahi kristalografik oryantasyon farklılıklarına sahiptirler. Bu ise her bir tanenin üst yüzeyinin kimyasal affinitelerinin farklılığına delalet eder. Affinite

farklılığı tabii olarak kinetik üzerine etki edecektir (Califano, 2012). Bazı tanelerde oksidasyon ve büyüme öncelik alırken diğerleri bu gidişata gecikme ile uğrayacaklardır. Nitekim, bütün alanın oksit partikülleri ile aynı anda kaplanmamış olması bunun teyidi mahiyetindedir.

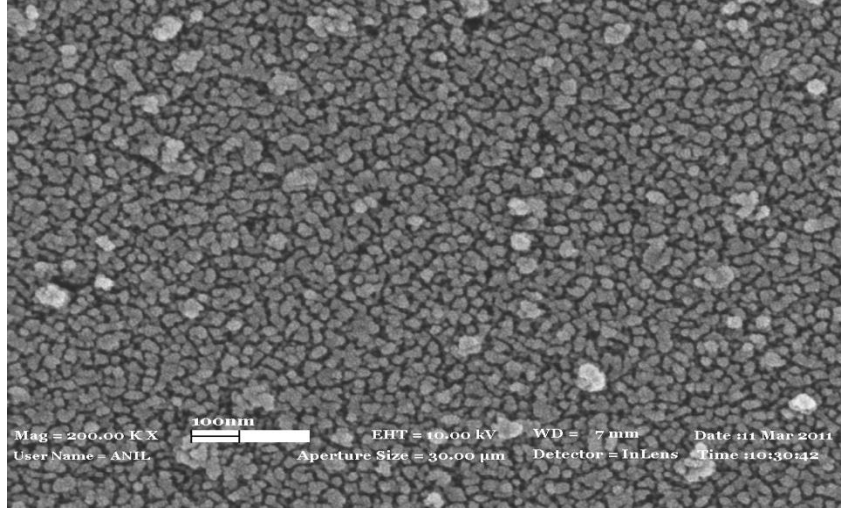
Zaman içerisinde yeni oksit oluşumları meydana gelirken öncekilerde büyüme görülmektedir. Bu durumun kantitatif olarak voltaj ve süre değişiminde de kendini göstermesi tabiidir.

Zaman ve voltajın artışı kinetik bakımından kendini gösterirken partiküllerin büyümesi esnasında birleşmeler görüldüğü gibi büyüme de mevcuttur. Büyüme esnasında partiküllerde genleşmenin kristallografik istikametlerde farklılığı, iç gerilmeler ve kalıntı gerilmelerinin etkisi de beklenebilir. Bazı partiküllerde klivaj kırılmasına benzer veya kayma neticesi kopmaların varlığını belirten ayrılmalar büyük büyütmelerde görülmektedir.

Oksit partiküllerin meydana çıkışı ve büyümesi mekanik özelliklere mikro ve nano seviyesinde etki edecektir (Argon, 2008).

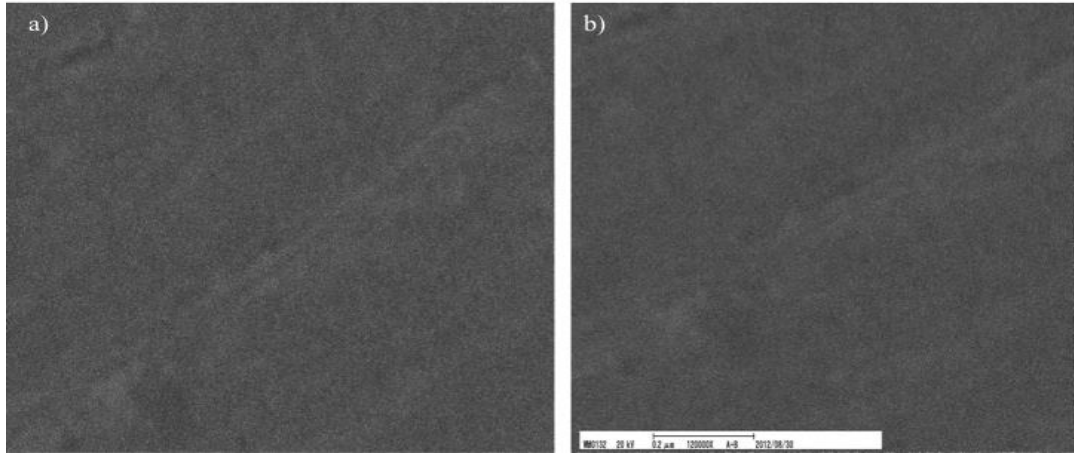
5.1.1.4. Nano tanecikli yüzeyler

Nano tanecikli yüzeylerin küçük ve büyük büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 5.40.- 5.43. arasında gösterilmiştir.

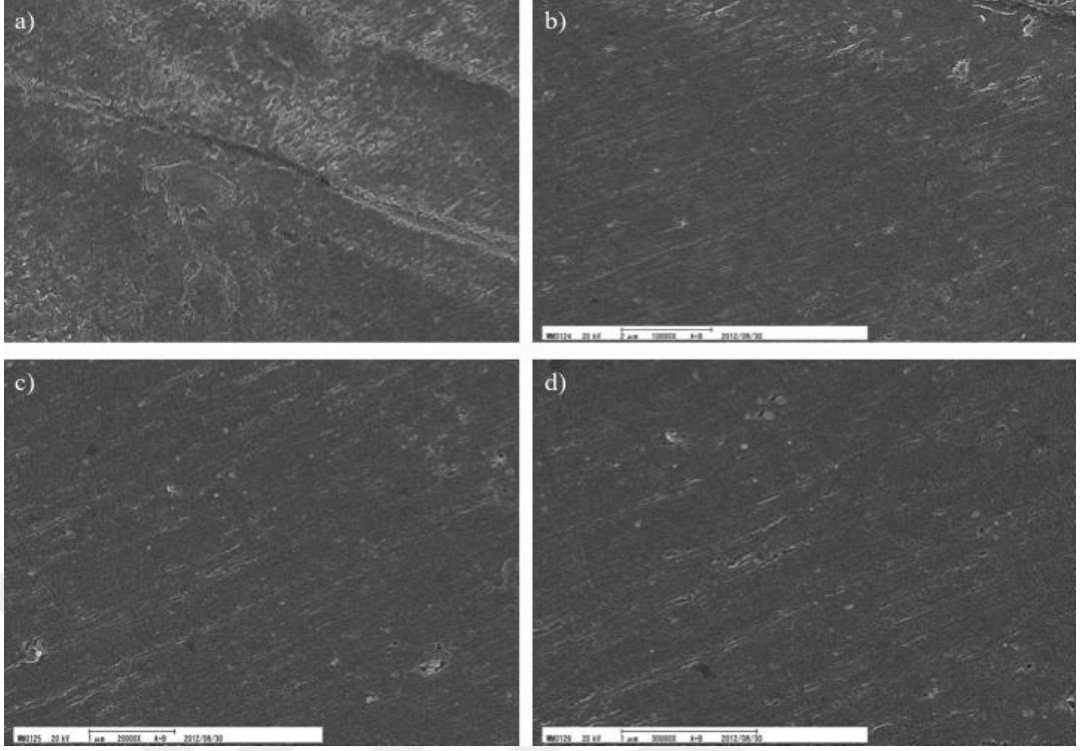


Şekil 5.40. Nano tanecikli yüzeyin 200000X'deki SEM görüntüsü.

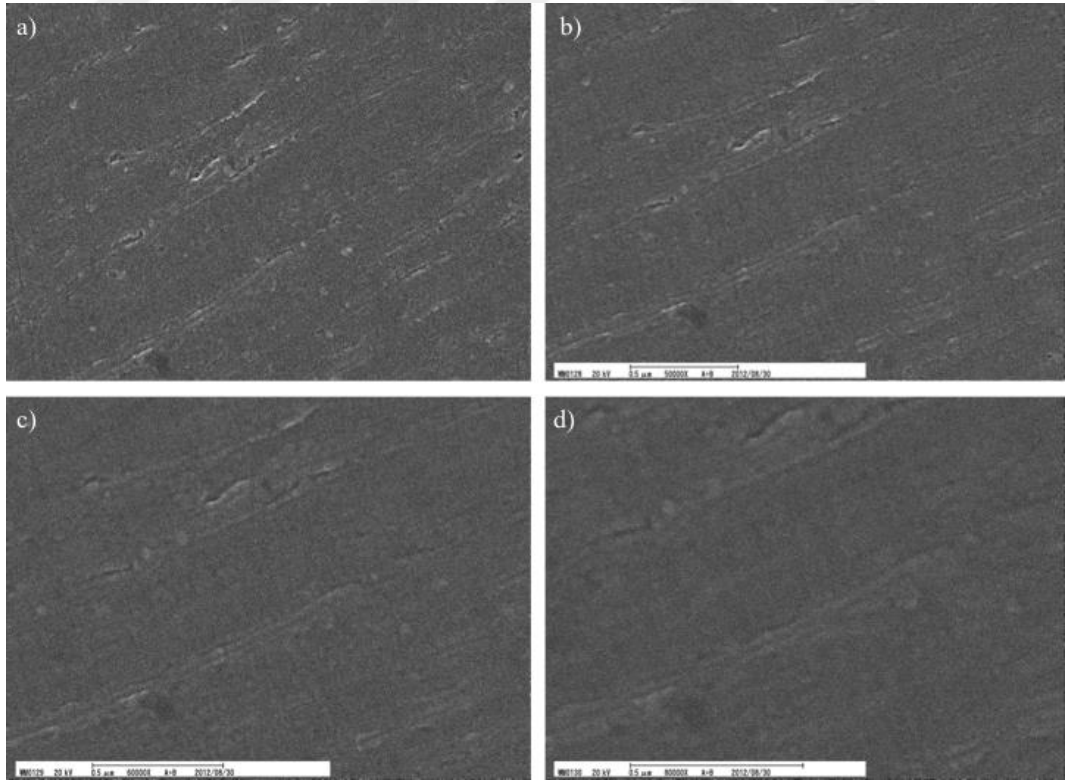
Flor iyonlarının delme özelliğine bağlı olarak 50 nm'den küçük yuvarlak tanecikler Şekil 5.40.'da görülmektedir. Şekil 5.41.-5.43.'de nano tanecikli yüzeylerin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri yer almaktadır. Küçük büyütmelerde, düz bir yüzey görülmektedir.



Şekil 5.41. Nano tanecikli yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100000X; b) 120000X.



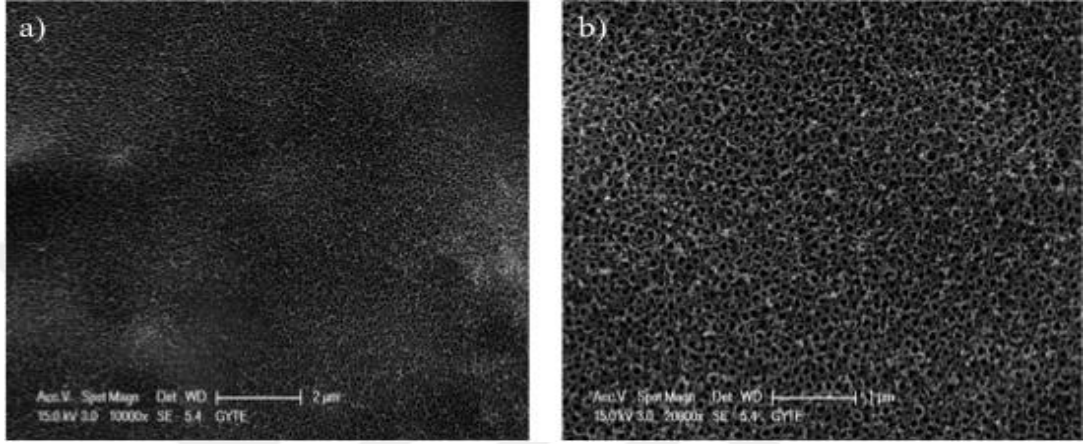
Şekil 5.42. Nano tanecikli yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 5000X; b) 10000X; c) 20000X; d) 30000X.



Şekil 5.43. Nano tanecikli yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 40000X; b) 50000X; c) 60000X; d) 80000X.

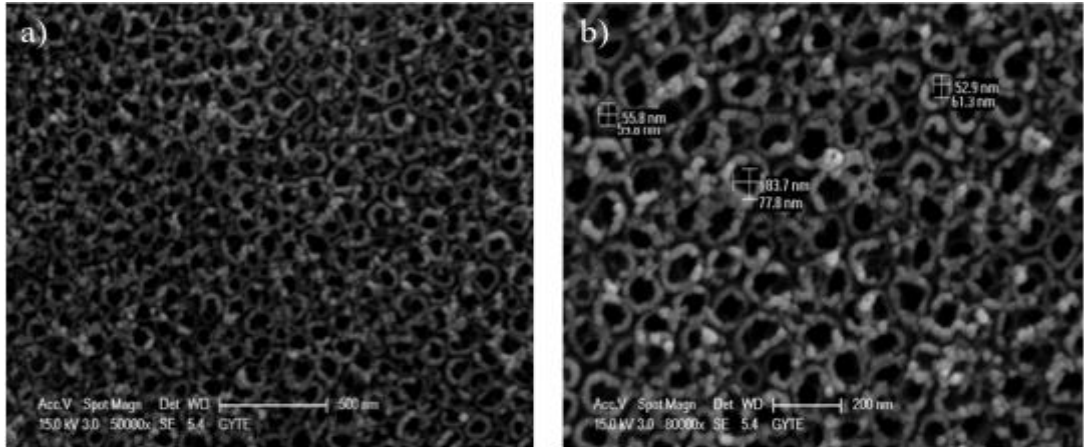
5.1.1.5. Nanotüp

Titanyum oksit nanotüplere ait SEM görüntüleri Şekil 5.44.-5.49. arasında gösterilmektedir. Bu şekillerden görüldüğü üzere, titanyum oksit nanotüpler düzenli bir şekilde bütün yüzeye yayılmışlardır.

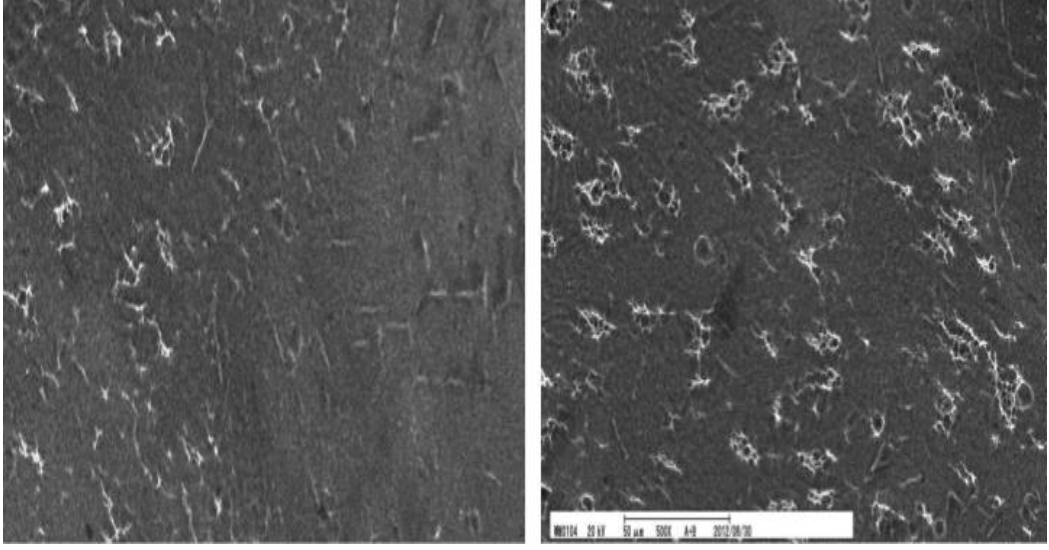


Şekil 5.44. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 10000X; b) 20000X.

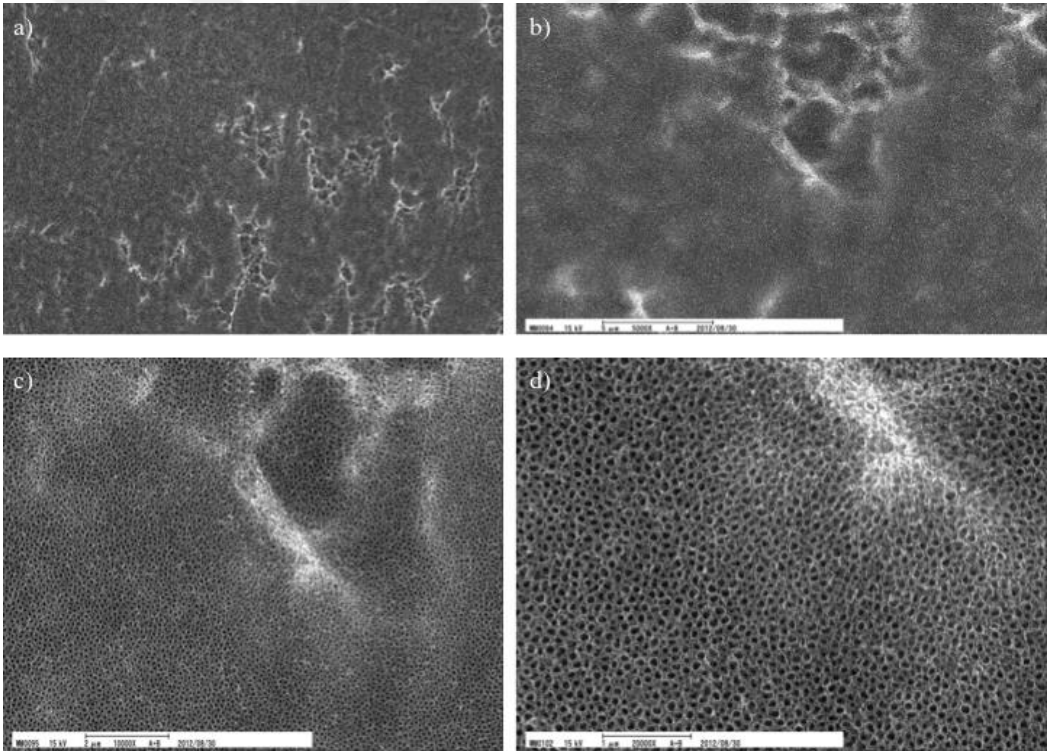
Şekil 5.45.'de nanotüplerin iç yarıçapları görülmektedir. Yarıçaplar 55 ve 85 nm arasında değişmektedir. Tüplerin et kalınlığı ise yaklaşık olarak 15 nm civarındadır.



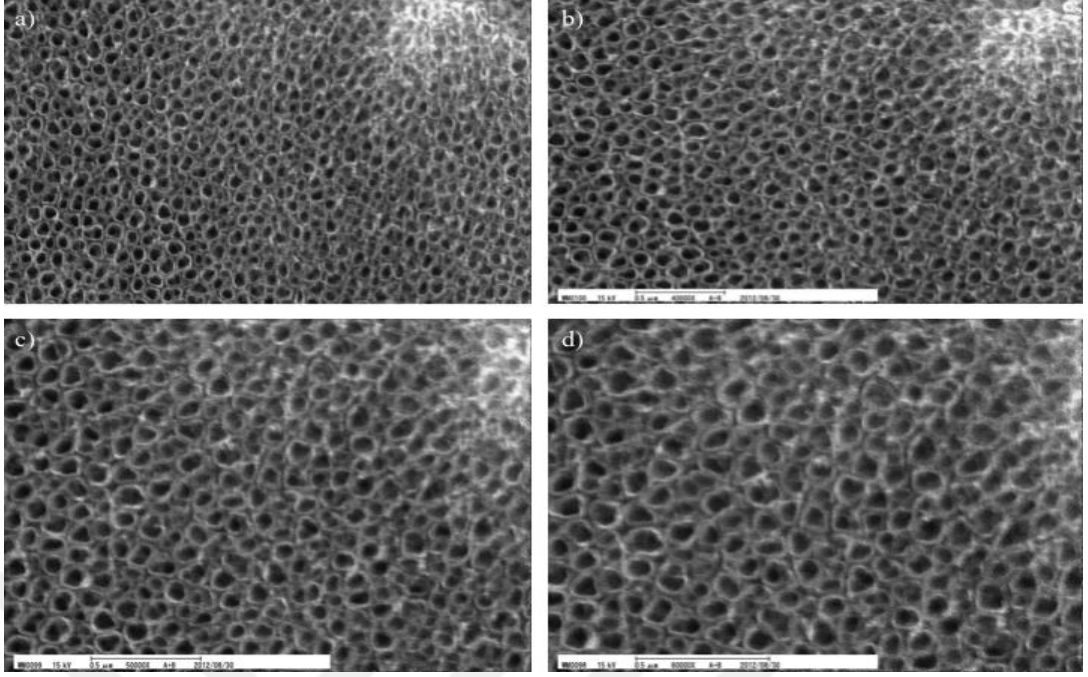
Şekil 5.45. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 50000X; b) 80000X.



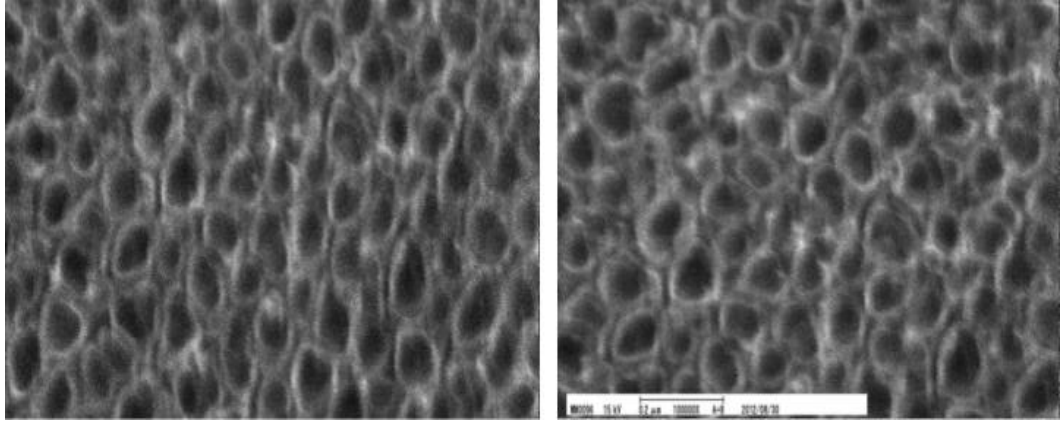
Şekil 5.46. Nanotüp kaplı yüzeylerin 500X'deki SEM görüntüleri.



Şekil 5.47. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 1000X; b) 8000X; c) 10000X; d) 20000X.



Şekil 5.48. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 30000X; b) 40000X; c) 50000X; d) 60000X.



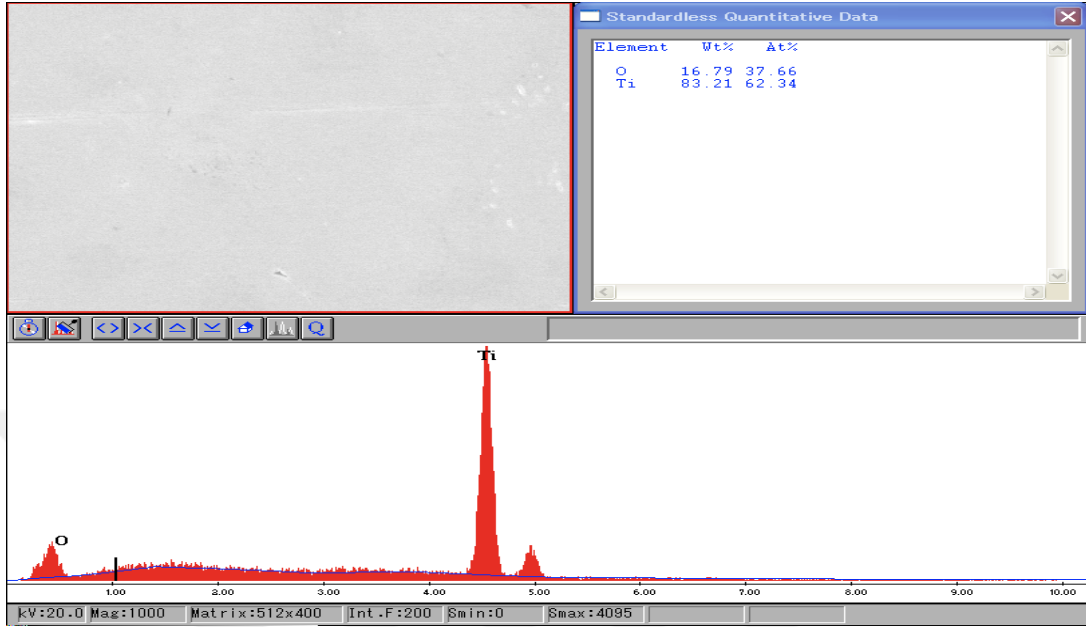
Şekil 5.49. Nanotüp kaplı yüzeylerin SEM görüntüleri. Ölçek; a) 80000X; b) 100000X.

5.1.2. EDX çalışmaları

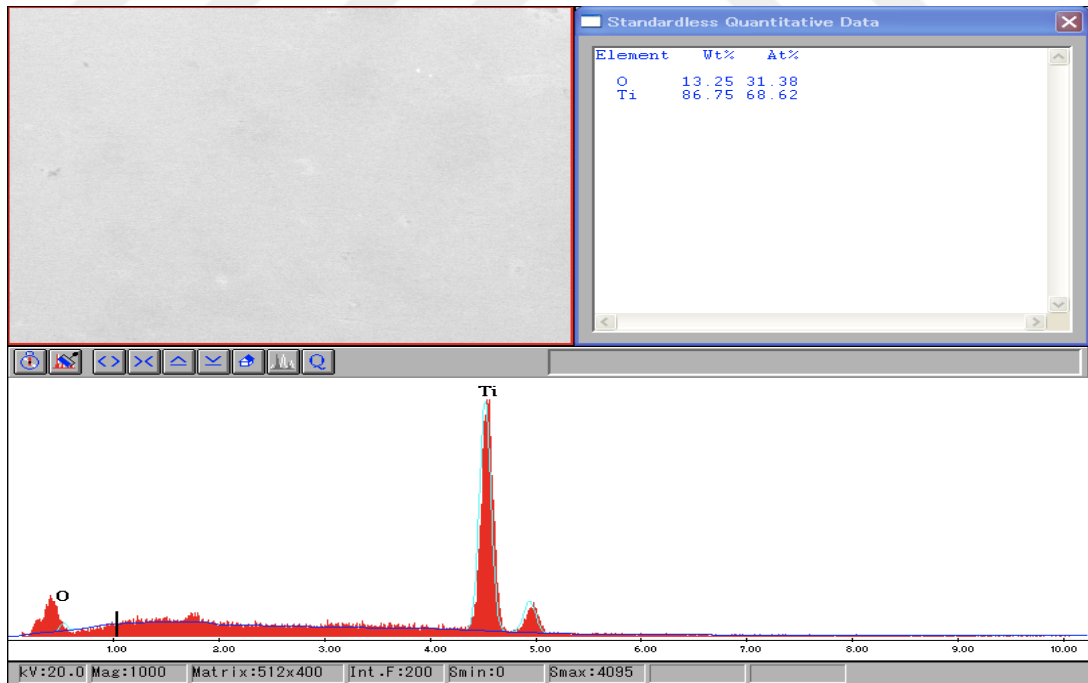
5.1.2.1. Parlatılmış titanyum yüzeyin EDX çalışmaları

Sadece parlatılmış titanyumun değişik bölgelerinden alınan EDX görüntüleri Şekil 5.50.-5.52. arasında gösterilmiştir. Şekillerden görüldüğü üzere doğal olarak yüzeyde oluşan oksitin atomik yüzde miktarı yaklaşık olarak 31-37 % arasında değişmektedir.

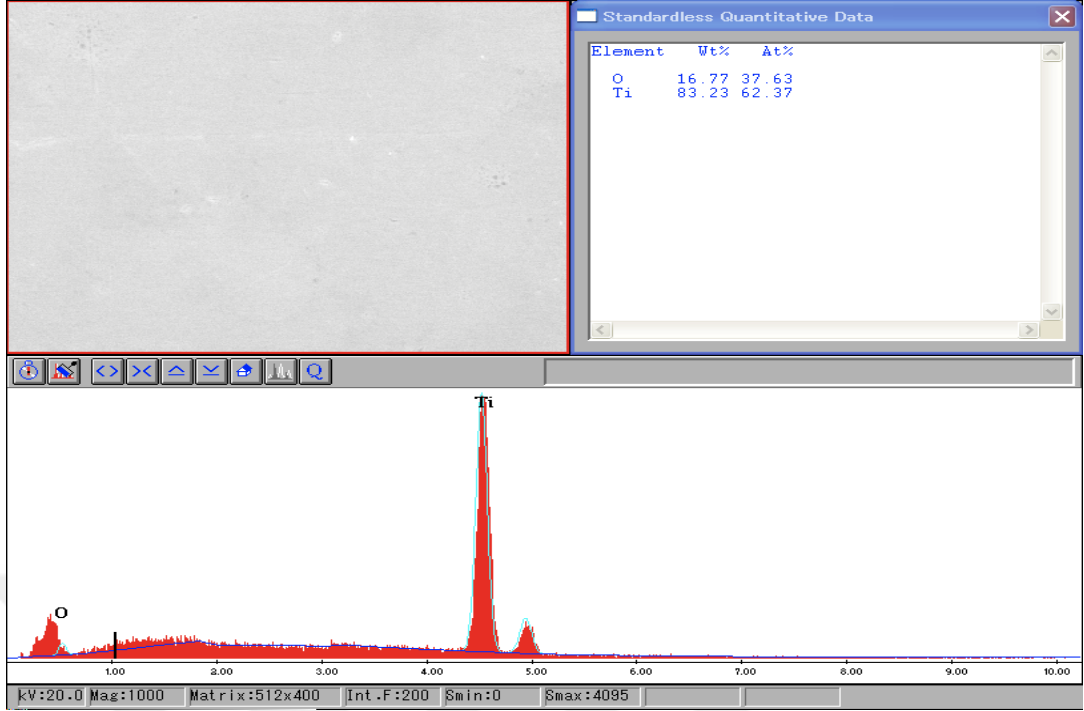
Büyük ihtimalle yüzeyde oluşan oksit α fazı bölgesindedir (Hansen, 1958; Okamoto, 2011), ancak β titanyumun de beraberce bulunma ihtimali vardır (Shunk, 1969).



Şekil 5.50. Parlatılmış titanyumun EDX çalışması sonuçları.



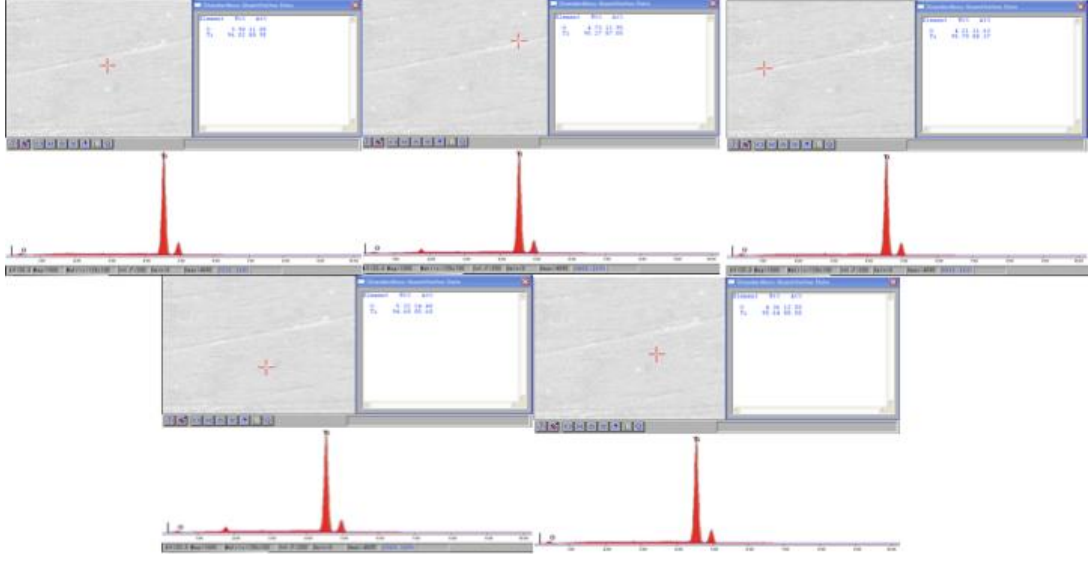
Şekil 5.51. Parlatılmış titanyumun EDX çalışması sonuçları.



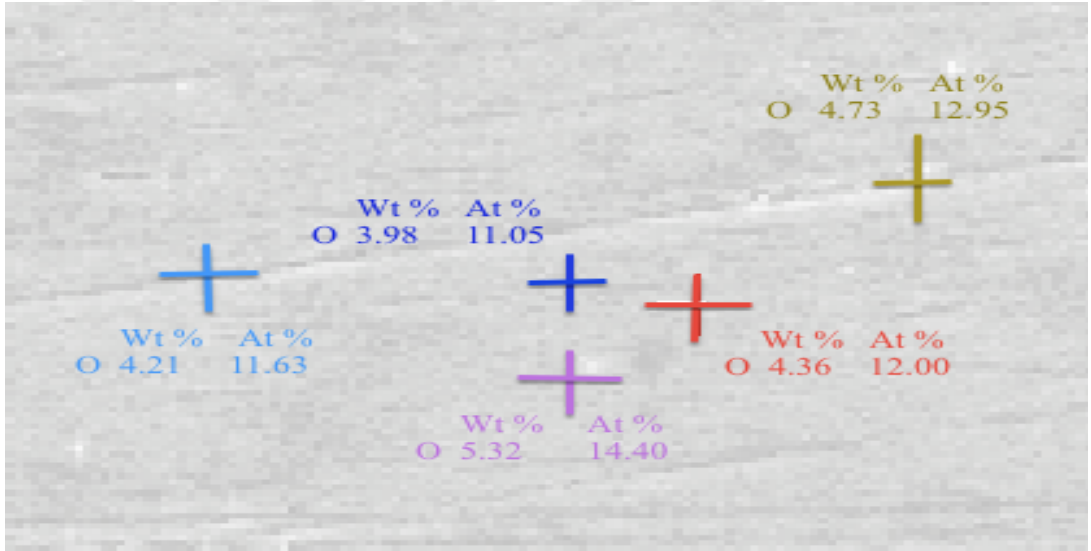
Şekil 5.52. Parlatılmış titanyumun EDX çalışması sonuçları.

5.1.2.2. Nano pürüzlü yüzeylerin EDX çalışmaları

20 °C’de, 10 dakika boyunca 10V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait EDX çalışmaları Şekil 5.53.-5.54. arasında gösterilmektedir. Bu şekillerden de görüldüğü üzere yüzeydeki oksijen miktarı diğer kaplanmış yüzeylere oranla daha düşüktür. Çok büyük bir ihtimalle bu yüzeyde oluşan oksitler α fazı bölgesindedir (Hansen, 1958; Okamoto, 2011).

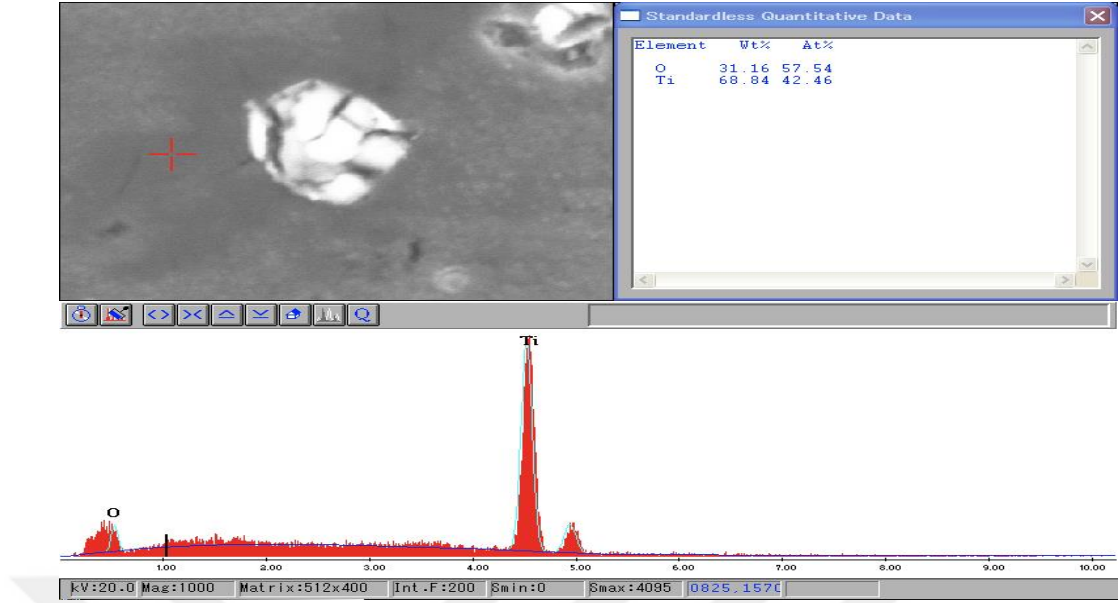


Şekil 5.53. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



Şekil 5.54. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.

20 °C’de, 45 dakika boyunca 10V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait EDX çalışmaları Şekil 5.55.’de gösterilmektedir. Düşük voltajda anodizasyon süresi arttırıldığı zaman, yüzeydeki oksijen miktarı artmakta ve yeni bir oksit fazı elde edilmektedir.

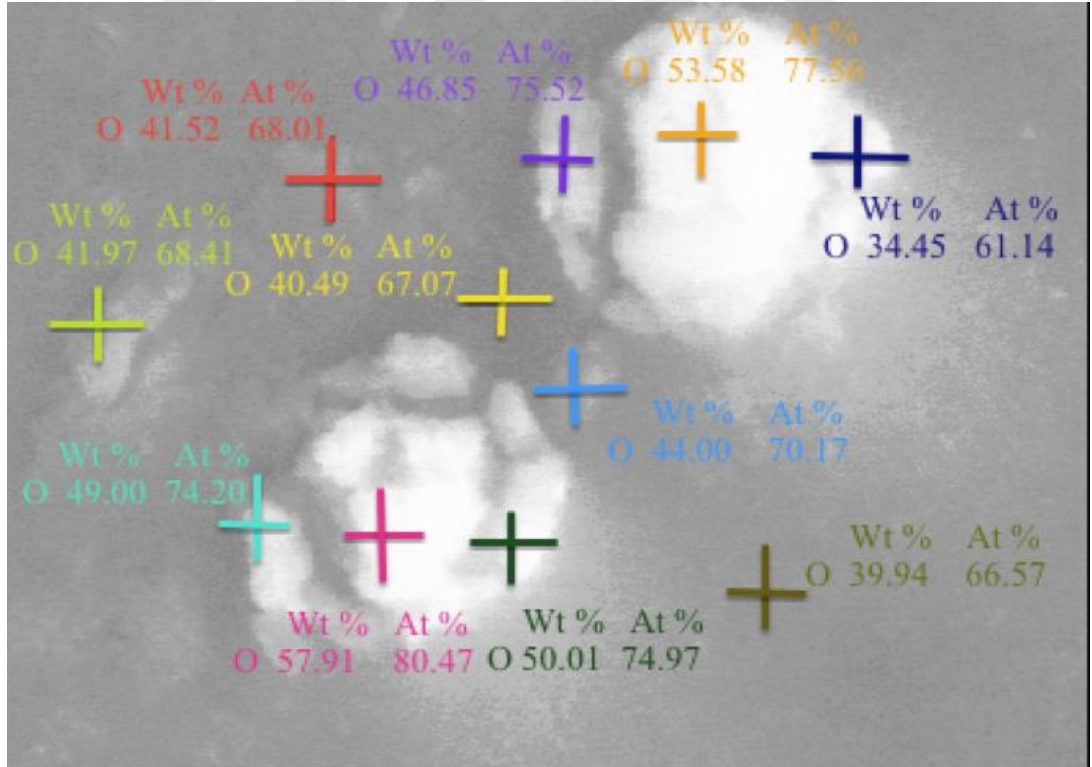


Şekil 5.55. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.

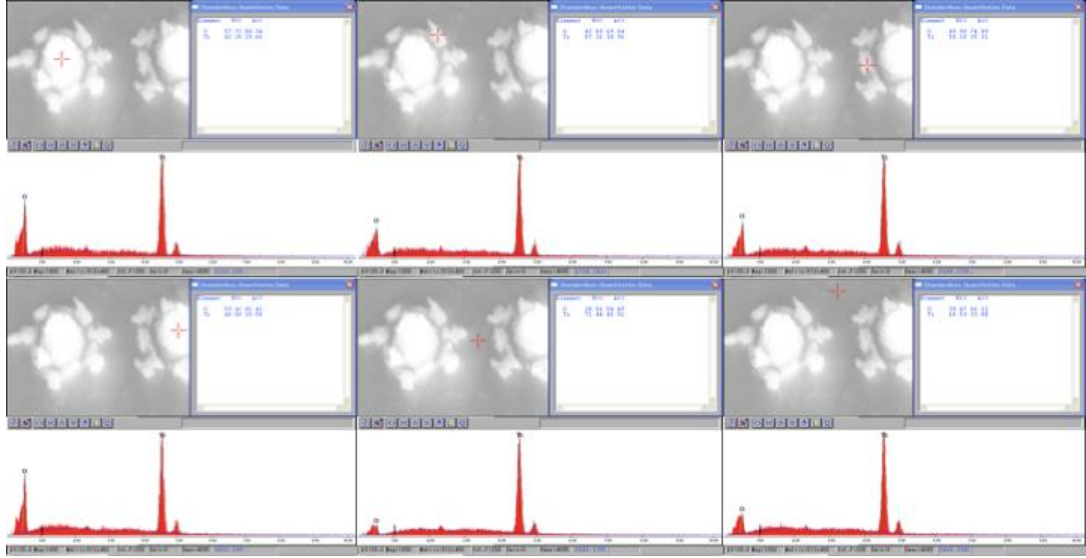
20 °C’de, 10 dakika boyunca 50V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait EDX çalışmaları Şekil 5.56.-5.59.’da gösterilmektedir. Şekil 5.57. ve 5.59. 10 dakika boyunca 50V uygulayarak elde edilen nano pürüzlü yüzeyin iki farklı bölgesi üzerinde yapılan EDX çalışmalarını özetlemektedir. 45 dakika boyunca 50V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye oranla anodizasyon süresinin kısa olmasına rağmen elde edilen oksitler neredeyse aynıken sadece büyük oksit partiküllerinin etrafında daha küçük oksit parçacıklarının yer aldığı gözlemlenmiştir. Muhtemelen, bu küçük oksit parçacıkları zamanla birbirleriyle birleşerek ve daha büyük oksit partiküllerini oluşturmaktadırlar.



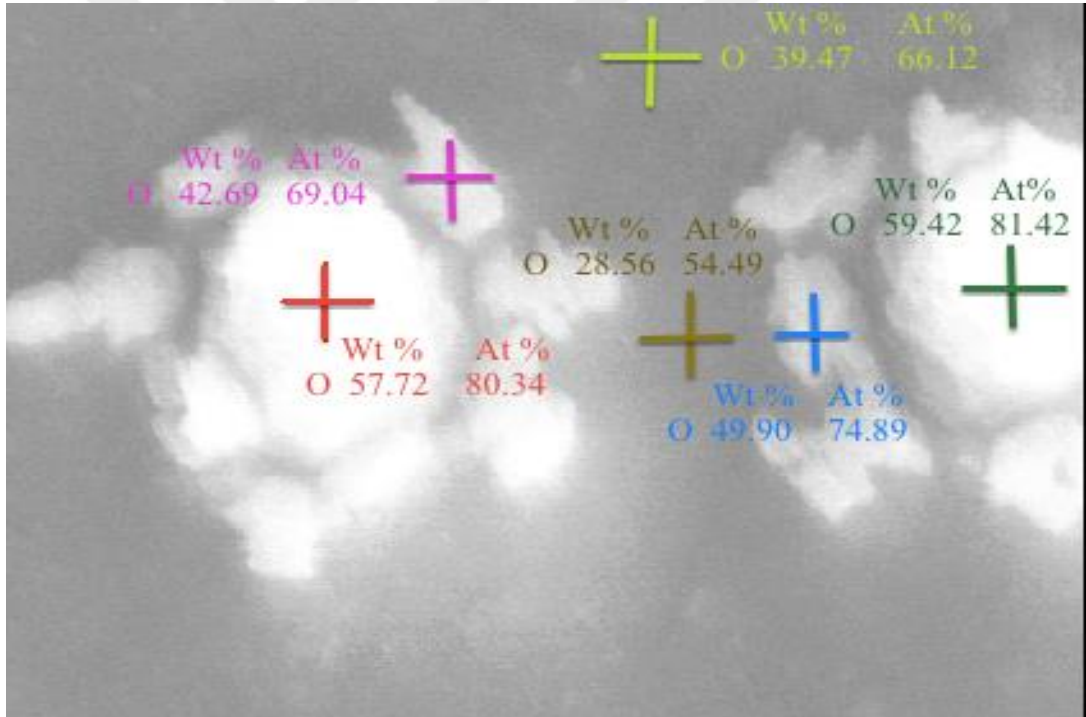
Şekil 5.56. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



Şekil 5.57. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



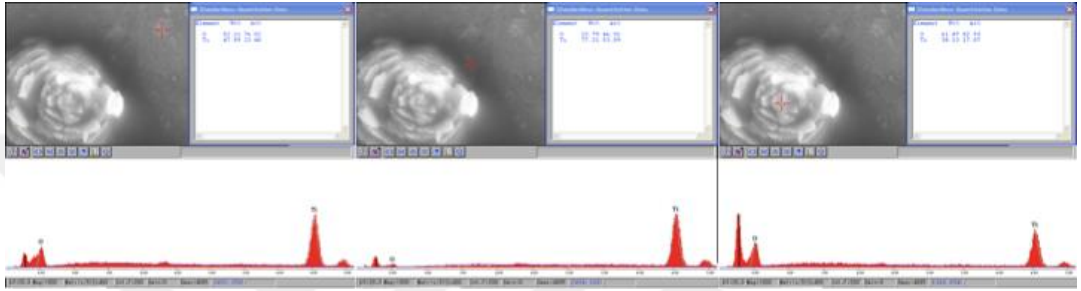
Şekil 5.58. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



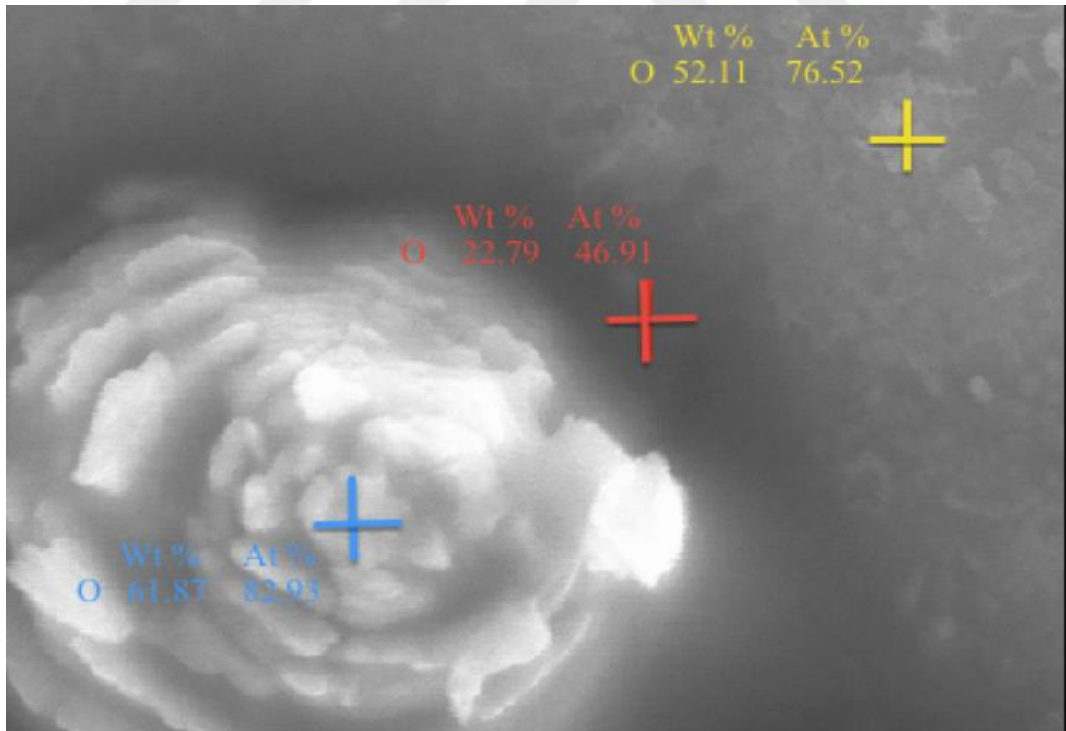
Şekil 5.59. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.

20 °C'de, 45 dakika boyunca 50V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait EDX çalışmaları Şekil 5.60.-5.63.'de gösterilmektedir. Yüksek voltaj ve anodizasyon süresinde, titanyum oksit partikülleri birikerek yüzeyin farklı bölgelerinde gül şeklinde büyümektedir. Yüzeyin farklı bölgelerinde birikerek

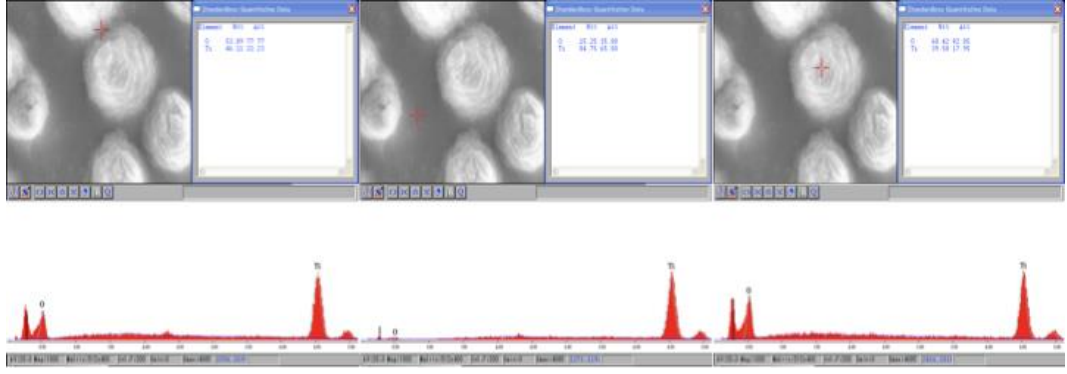
büyüyen oksit partikülleri hacim ve büyüklük bakımından farklı olduğu için yüzeyin pürüzlü olmasına imkan verir. EDX sonuçları pürüzlü yüzeylerin oluştuğunu teyid etmektedir. Elde edilen titanyum oksitler (TiO_x) birbirlerinden kimyasal ve kristallografik olarak farklıdır. Elde edilen titanyum oksitler (TiO_x) farklı x değerlerine sahiptirler ve bu farklı kimyasal yapıya sahip olduklarını ifade eder. Hansen'e göre (Hansen, 1958), yüzeyde farklı atomik oksijen seviyelerine ve farklı latis parametrelerine sahip titanyum oksitler yer almaktadır.



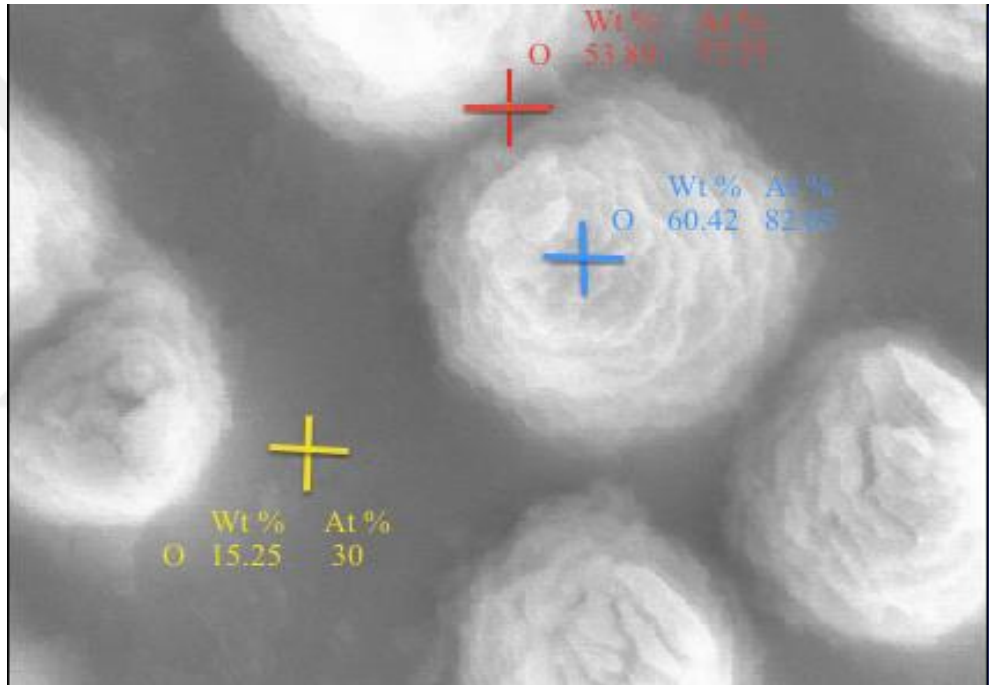
Şekil 5.60. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



Şekil 5.61. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



Şekil 5.62. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



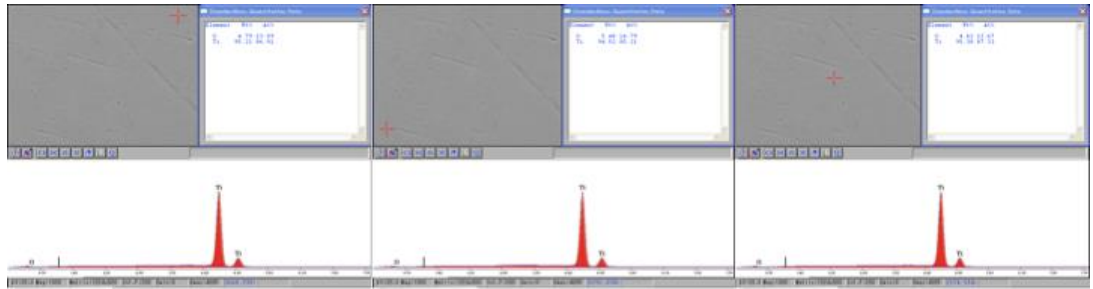
Şekil 5.63. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin EDX çalışması sonuçları.

Tablo 5.1. Nano pürüzlü yüzeylerin anodizasyon parametrelerine göre değişen faz dağılımı

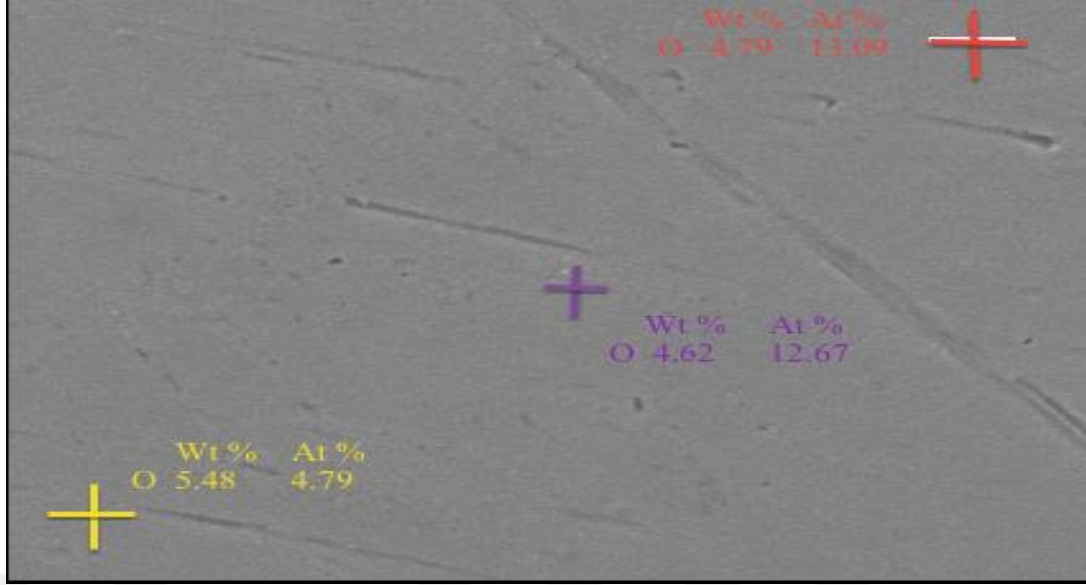
10V 10min				10V 45 min				50V 10 min				50V 45 min			
Oksijen oranı		Faz	Uzay grubu	Oksijen oranı		Faz	Uzay grubu	Oksijen oranı		Faz	Uzay grubu	Oksijen oranı		Faz	Uzay grubu
Wt %	At %			Wt %	At %			Wt %	At %			Wt %	At %		
3.98	11.05	α Ti	hexagonal	31.16	57.54	α TiO	28.56	54.49	TiO		15.25	35.00	Ti ₂ O	
4.21	11.63	α Ti	hexagonal					34.45	61.14	Ti ₂ O ₃		22.79	46.91	Ti ₂ O ₂	
4.36	12.00	α Ti	hexagonal					39.47	66.12	Ti ₂₀ O ₃₉		52.11	76.52	TiO ₂	Tetragonal
4.73	12.95	α Ti	hexagonal					39.94	66.57	Ti ₂₀ O ₃₉		53.89	77.77	TiO ₂	Tetragonal
5.32	14.40	α Ti	hexagonal					40.49	67.07	TiO ₂	Tetragonal	60.42	82.05	TiO ₂	Tetragonal
								41.52	68.01	TiO ₂	Tetragonal	61.87	82.93	TiO ₂	Tetragonal
								41.97	68.41	TiO ₂	Tetragonal				
								42.69	69.04	TiO ₂	Tetragonal				
								44.00	70.17	TiO ₂	Tetragonal				
								46.85	75.52	TiO ₂	Tetragonal				
								49.00	74.20	TiO ₂	Tetragonal				
								49.90	74.89	TiO ₂	Tetragonal				
								50.01	74.97	TiO ₂	Tetragonal				
								53.58	77.56	TiO ₂	Tetragonal				
								57.72	80.34	TiO ₂	Tetragonal				
								57.91	80.47	TiO ₂	Tetragonal				
								59.42	81.42	TiO ₂	Tetragonal				

5.1.2.3. Nano tanecikli yüzeylerin EDX çalışmaları

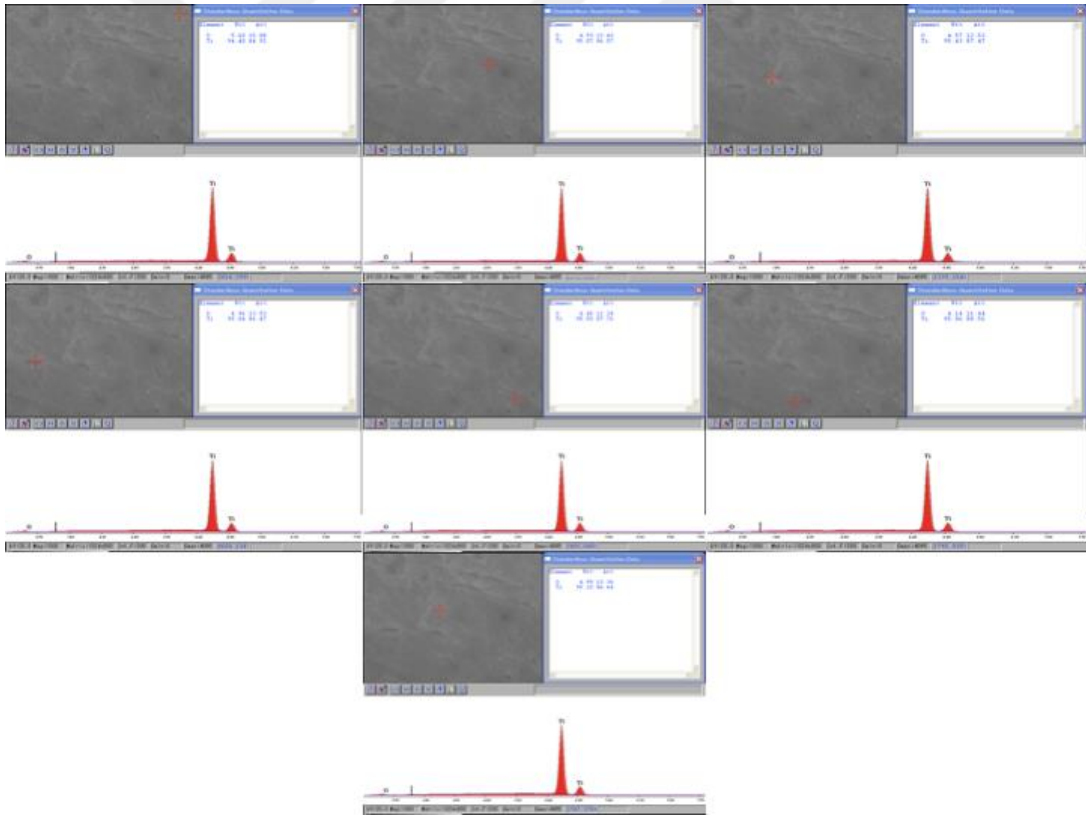
Nano tanecikli yüzeylerin iki farklı bölgesine ait EDX çalışmalarının sonuçları Şekil 5.65. ve Şekil 5.67.'de verilmiştir. Bu yüzeylerin detaylı EDX analizlerinin sonuçları toplu halde Şekil 5.64. ve 5.66.'da gösterilmiştir. EDX analizleri küçük büyültmelerde gerçekleştiği için, maalesef yüzeydeki küçük tanecikleri görmek mümkün değildir. Diğer taraftan Şekil 5.40.'daki SEM görüntüsünden nano tanecikleri görmek mümkündür. Bu yüzeylerde elde edilen titanyum oksit α fazında yer almaktadır.



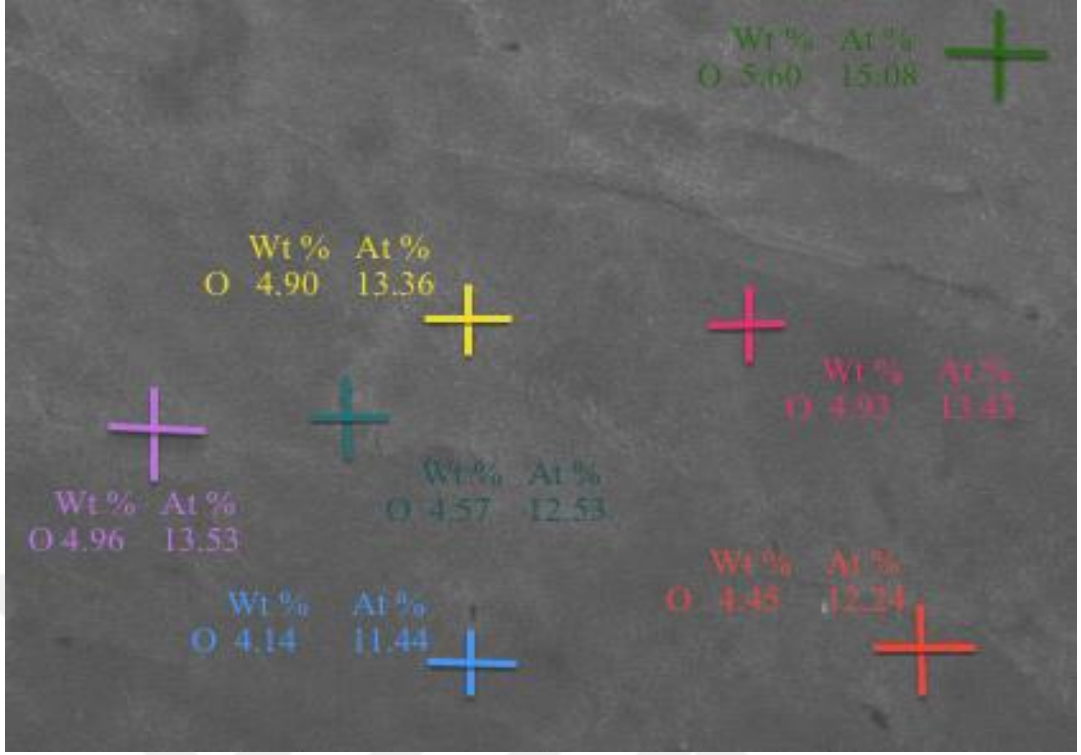
Şekil 5.64. Nano tanecikli yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



Şekil 5.65. Nano taneçikli yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



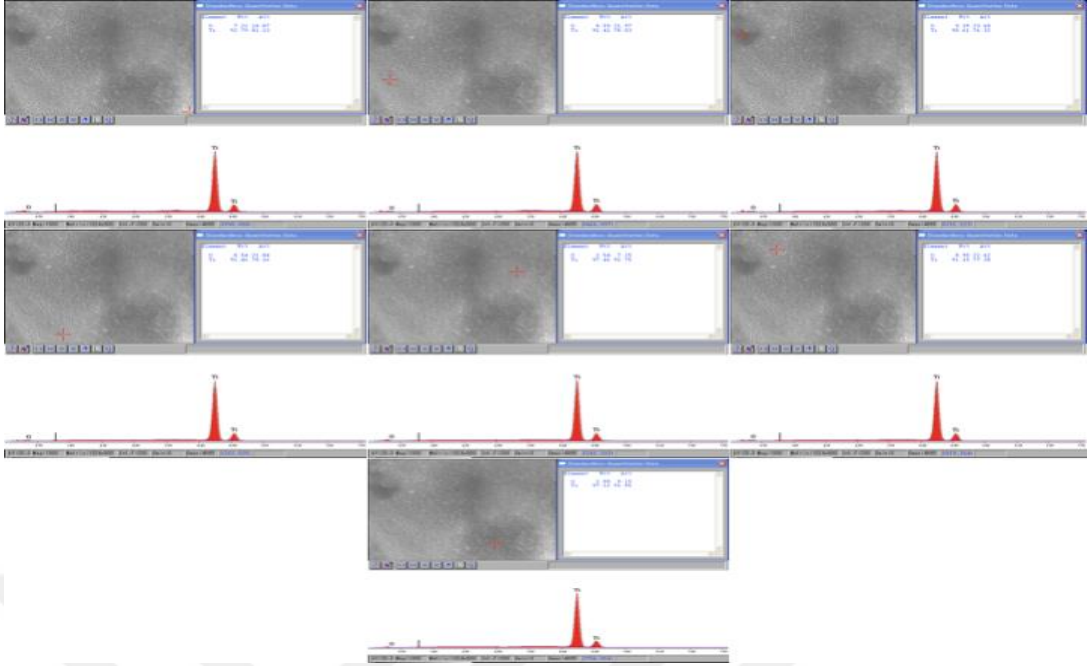
Şekil 5.66. Nano taneçikli yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



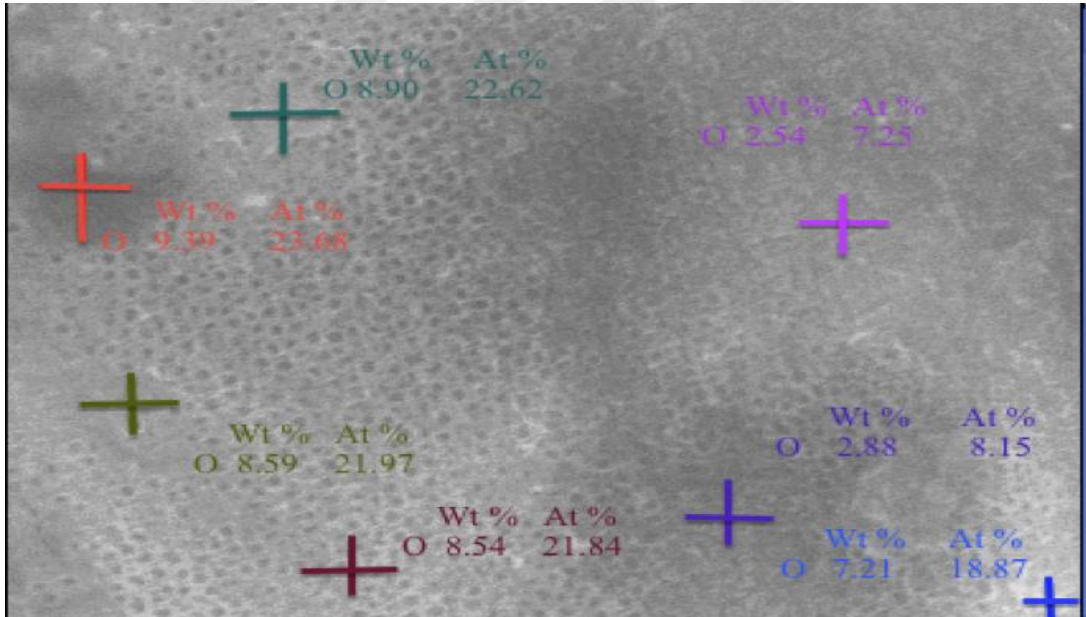
Şekil 5.67. Nano tanecikli yüzeyin EDX çalışması sonuçları.

5.1.2.4. Nanotüp yüzeylerin EDX çalışmaları

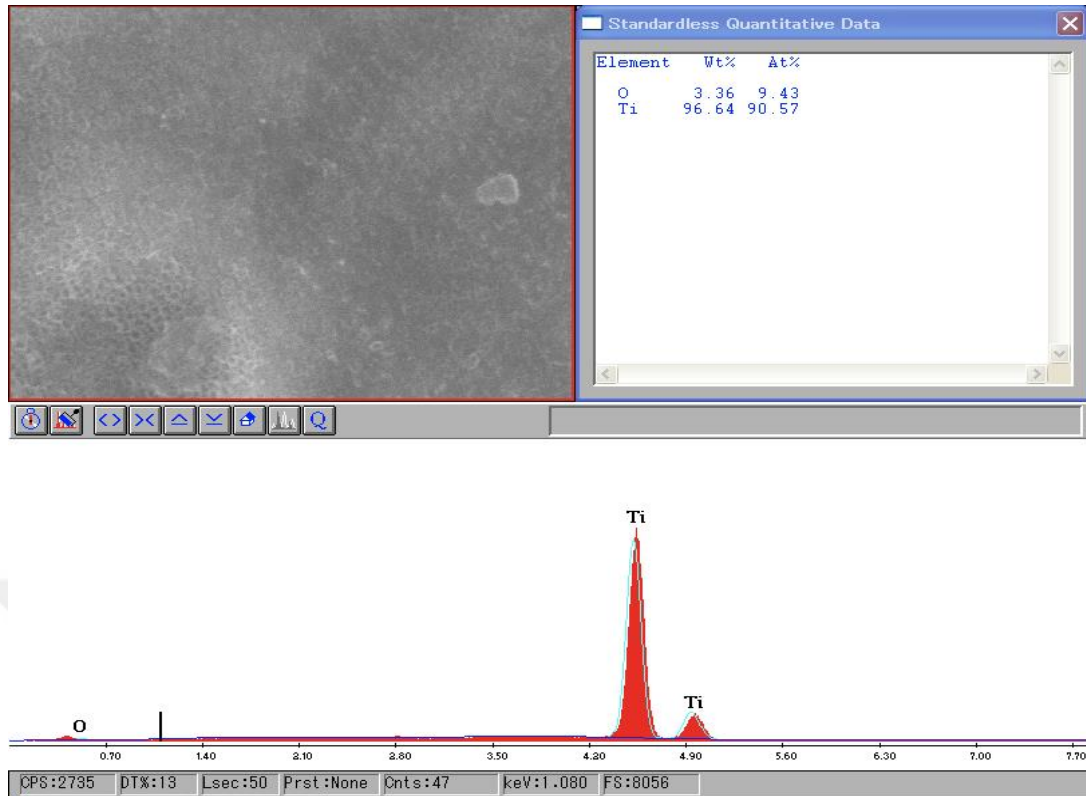
Nanotüp kaplı yüzeylerin EDX çalışmaları Şekil 5.68. ve Şekil 5.70.'de verilmiştir. Nanotüplerin bütün EDX çalışmaları Şekil 5.69.'da özetlenmiştir. Nanotüplerin et kalınlığı, gönderilen X ışının yapısına uygun olmadığı için EDX çalışmalarındaki farklılıklar tartışmayı güç hale getirmektedir. Buna rağmen, SEM ve AFM çalışmalarından görüldüğü üzere yüzeyde düzgün bir şekilde nanotüpler üretilmiştir. Ölçülen oksijen değerlerinin nanotüplere ait olduğu düşünülürse, elde edilen TiO_x 'in en düşük oksijen miktarına sahip oksit olan α fazına ait olduğu görülmektedir (Hansen, 1958; Okamoto, 2011).



Şekil 5.68. Nanotüp yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



Şekil 5.69. Nanotüp yüzeyin EDX çalışması sonuçları.



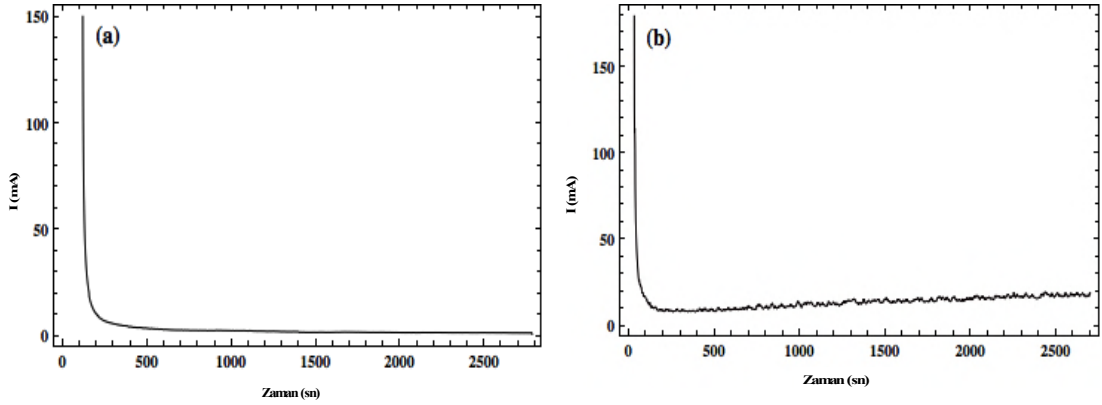
Şekil 5.70. Nanotüp yüzeyin EDX çalışması sonuçları.

5.1.3. Nano pürüzlü yüzeylerin anodizasyonu sırasında akım zaman grafiği

20 °C’de, 45 dakika boyunca 10V ve 50V uygulayarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeylere ait zaman eğrileri Şekil 5.71a. ve Şekil 5.71b.’de sırasıyla gösterilmiştir. Her iki numuneye ait eğride de görüldüğü üzere, anodizasyonun ilk bir kaç saniyesinde yüzeyde oluşan pasif oksit tabakaya bağlı olarak akımda hızlı bir düşüş görülmektedir (Xing ve ark., 2013), buna rağmen oksijen titanyum katı erigi ve oluşan bileşikler nispeten daha iletken oldukları için (Walsh ve ark., 2010) akım hiçbir zaman sıfırlanmıyor ve oksitlenme anodizasyon boyunca devam ediyor. Anodizasyon prosesinin başlangıcında, titanyum yüzeyinin bazı bölgeleri morfolojik olarak farklıdır ve bu bölgelerde daha sonra oksit partiküllerinin oluşmasına neden olan akım farklılıkları vardır (Xing ve ark., 2013b). Diğer taraftan, kristal filmler amorf filmlerden daha az yoğun olduğu için zımparalama işlemi esnasında oluşan gerilmeler oksit partiküllerin oluşmasını sağlayabilir (Capek ve ark., 2008). 10V uygulanarak gerçekleştirilen anodizasyonun sonunda oksit partikülleri daha belirgin hale gelmektedir. 50V uygulanarak gerçekleştirilen anodizasyonda, daha fazla iyon

hareketine amil yüksek elektrik alana bağılı olarak, 10 dakikanın sonunda yüzeyde oksit partikülleri oluşmaktadır ve daha fazla oksit partikülü yoğunluğu görülmektedir. Akım yoğunluğundaki hızlı düşüşten sonra, akımda hafif bir yükselme görülmektedir. Akımdaki bu yükselme, daha az iletken olan fazların daha fazla iletken fazlara dönüşmesi ile (Mazzarolo ve ark., 2012) ve veya yüzeydeki orjinal iletken yüzeyin veya tabakanın açılmasına neden olan çözülme (Xing ve ark., 2013; Yu ve ark., 2014) ile açıklanabilir. Anodizasyon prosedürün sonunda, oksit kristalleri amorf fazdan daha iletken oldukları için iyon kanalı rolünü üstlenmekte (Xing ve ark., 2013) ve büyüyerek bütün yüzeyi kaplamaktadırlar.

Elektrik iletkenliğindeki bu artış oksit tabakanın içerisine daha fazla oksijen iyonunun difüze etmesini sağlar. Anodizasyonun başında iletken olan saf titanyum ve oksijen titanyum katı eriği ilk baştaki iletkenliği sağlar, dolayısıyla oksijen iyonları göç esnasında elektronlarını kaybeder ve oksit ve oksijen titanyum katı eriğinin içerisinde oksijen molekülüne dönüşür (Fu ve ark., 2015). Kristal etrafında oksijen balonu oluşur ve oksit büyümesi aynı bölgede meydana gelir (Habazaki ve ark., 2003).

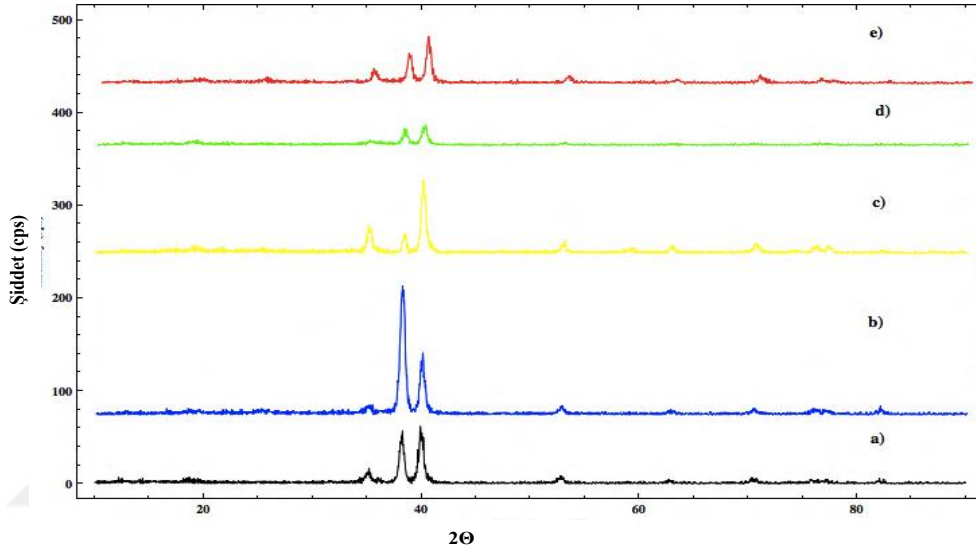


Şekil 5.71. Nano pürüzlü yüzeylerin akım zaman eğrisi; a) 10V; b) 50V.

5.1.4. XRD çalışmaları

5.1.4.1. Nano pürüzlü yüzeylerin XRD çalışmaları

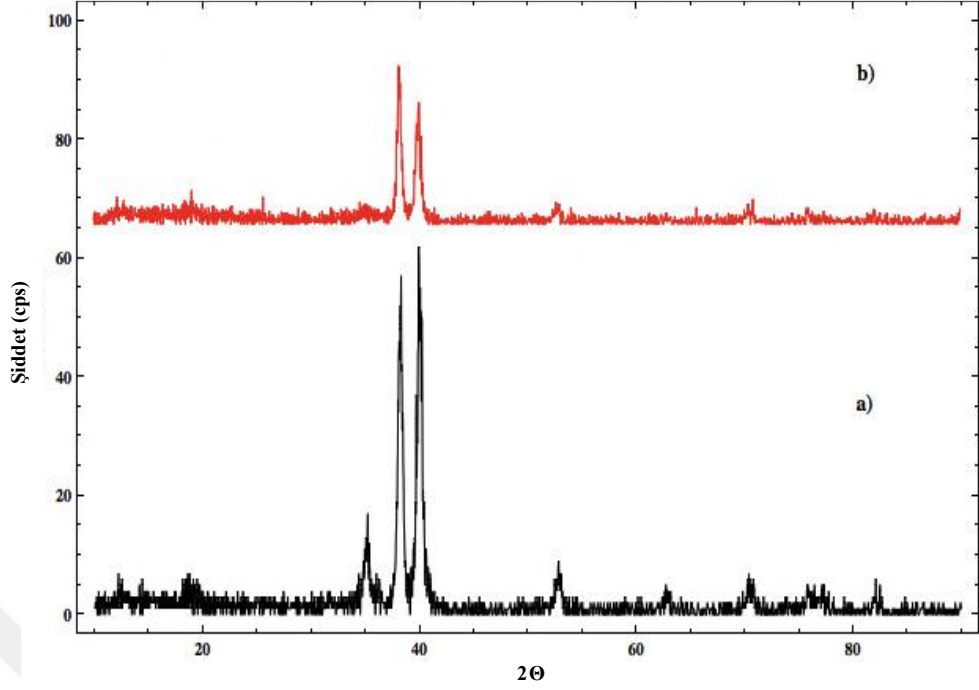
Nano pürüzlü yüzeylerin XRD çalışmaları toplu halde Şekil 5.72.'de gösterilmiştir. Numunelerin oksit kalınlığı çok ince olduğu için, XRD'de sadece tabandan gelen titanyuma ait pikler görülmektedir.



Şekil 5.72. Nano pürüzlü yüzeylerin XRD çalışmaları; a) Kaplanmamış titanyum; b) 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan yüzey; c) 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan yüzey; d) 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan yüzey; e) 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan yüzey.

5.1.4.2. Nano tanecikli yüzeylerin XRD çalışmaları

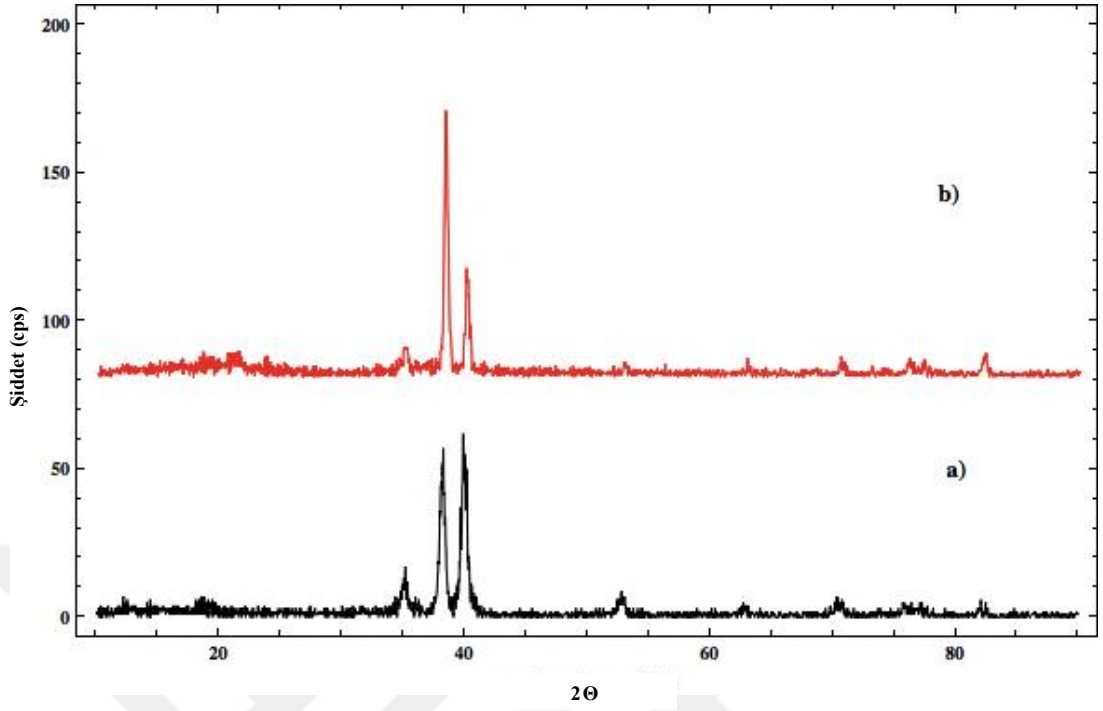
Nano tanecikli ve kaplanmamış titanyum yüzeylerinin XRD çalışmaları Şekil 5.73.'de gösterilmektedir. Nano pürüzlü yüzeylerde olduğu gibi, yüzeydeki oksit tabakası çok ince olduğu için XRD çalışmalarında oksit tabakanın altında kalan titanyumdan gelen pikler görülmektedir. Buna rağmen, kaplanmış numunede XRD piklerinin şiddetinin düştüğü gözlemleniyor ki bu da bir miktar titanyumun oksijenle reaksiyona girdiğini teyid etmektedir.



Şekil 5.73. XRD çalışmaları; a) Kaplanmamış titanyum; b) nano tanecikli yüzey.

5.1.4.3. Nanotüp yüzeylerinin XRD çalışmaları

Kaplanmamış titanyumun ve nanotüplerin XRD çalışmaları Şekil 5.74.'de gösterilmiştir. Diğer örneklerde olduğu gibi burada da sadece titanyum pikleri görülmektedir.

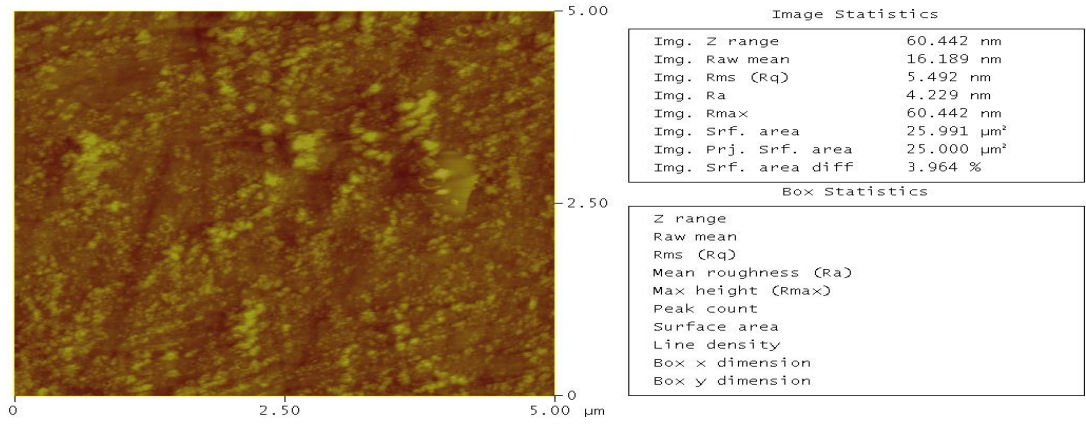


Şekil 5.74. XRD çalışmaları a) Kaplanmamış titanyum; b) nanotüp yüzey.

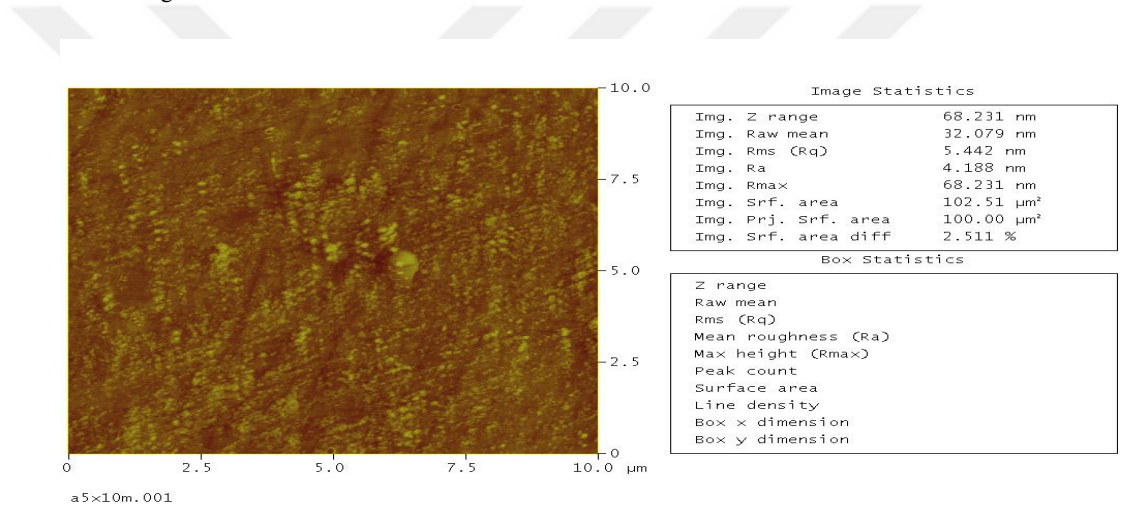
5.1.5. AFM çalışmaları

5.1.5.1. Nano pürüzlü yüzeylerin AFM çalışmaları

20 °C’de, 10 dakika boyunca 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 μm x 5 μm ve 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM görüntüleri Şekil 5.75. ve Şekil 5.76.’da gösterilmektedir. Bu görüntülerde küçük partiküller görülmektedir. Büyük yüzey alan taramasında yüzeylerin pürüzlülüğü çok fazla değişmemektedir. Buna ek olarak, küçük alan taramasında yüzey pürüzlülüğü artmaktadır. Bir başka deyişle, küçük alanda yüzey pürüzlülüğü daha fazladır.

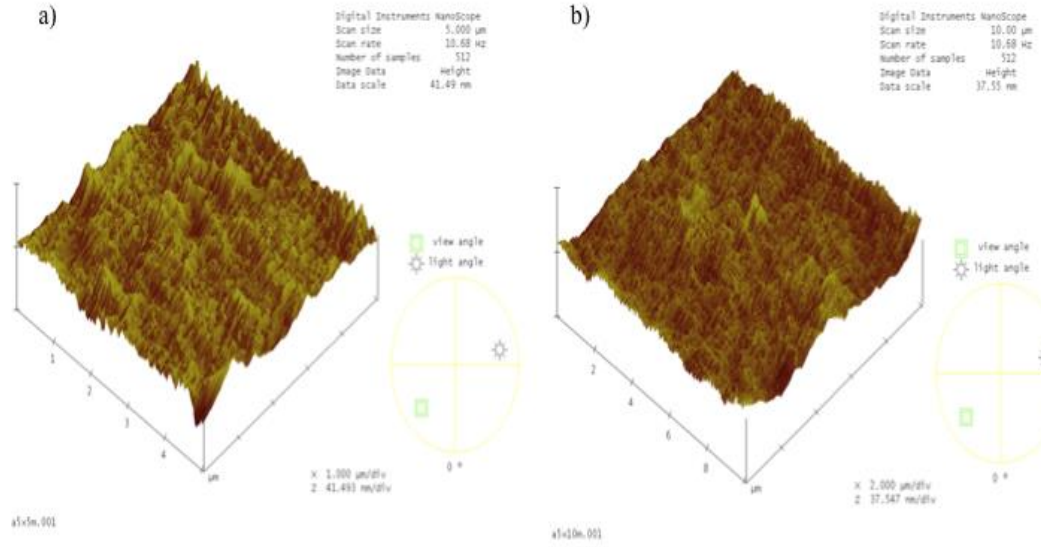


Şekil 5.75. 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM görüntüsü.



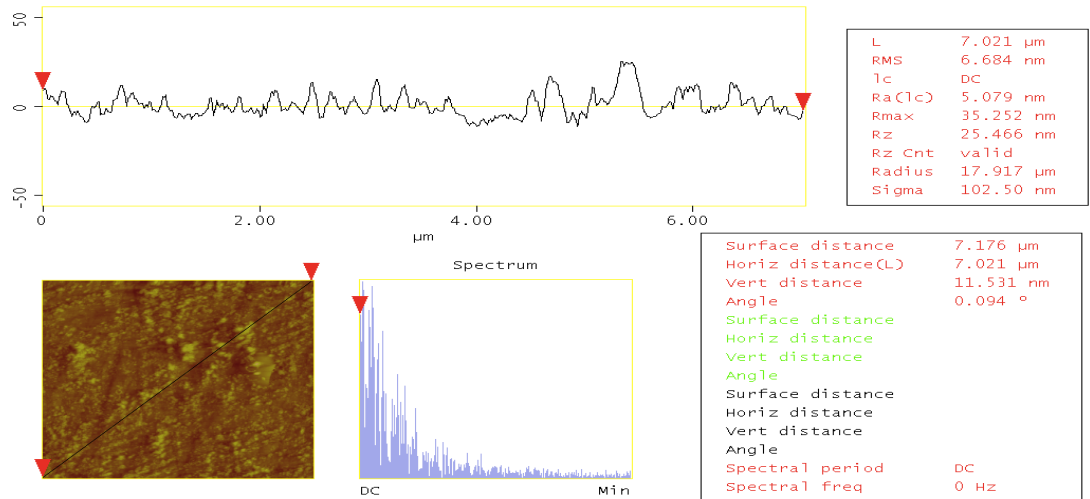
Şekil 5.76. 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.

10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin 3 boyutlu AFM görüntüsü Şekil 5.77.'de gösterilmektedir. Şekil 5.77a. ve Şekil 5.77b. karşılaştırıldıkları zaman, küçük tarama alanındaki AFM görüntüsünün daha dalgalı olduğu görülmektedir.

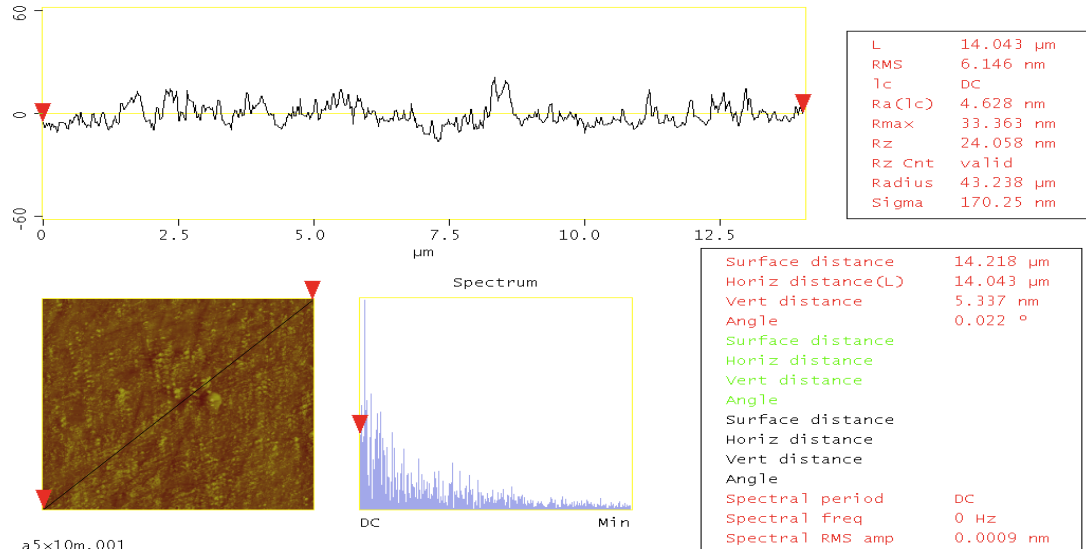


Şekil 5.77. a) 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.

20 °C’de, 10 dakika boyunca 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm ve 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analiz görüntüleri Şekil 5.78. ve Şekil 5.79.’da gösterilmektedir. Her iki görüntü de karşılaştırıldığı zaman, küçük ve büyük alanda yüzey pürüzlülüğünün önemli ölçüde değişmediği görülmektedir.

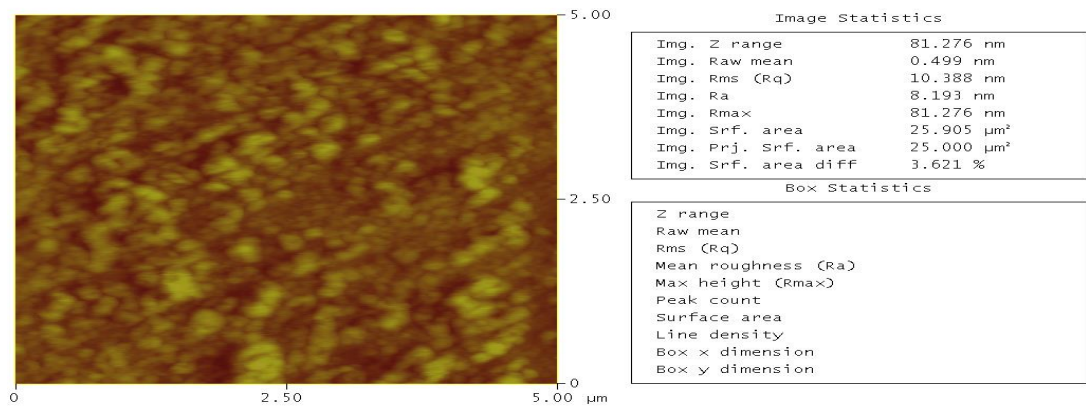


Şekil 5.78. 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.

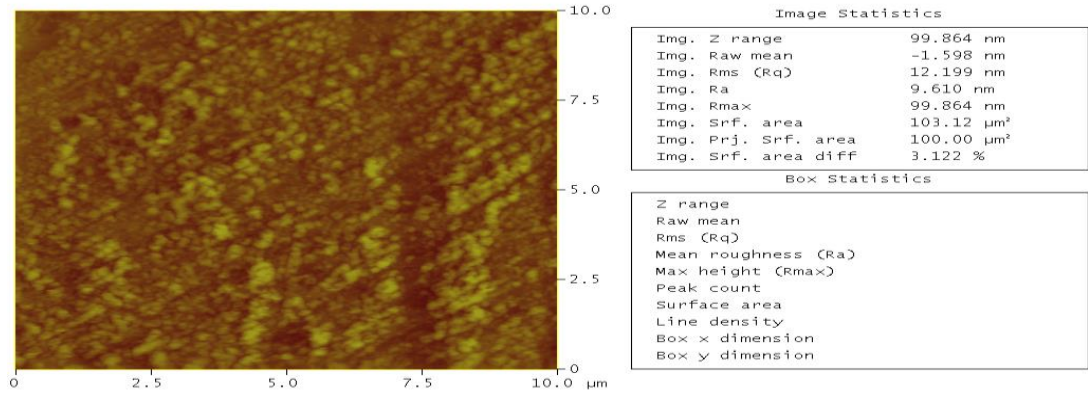


Şekil 5.79. 10 dakika 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.

20 $^{\circ}\text{C}$ 'de, 45 dakika boyunca 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 μm x 5 μm ve 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM görüntüleri Şekil 5.80. ve Şekil 5.81.'de gösterilmektedir. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin ve 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin AFM görüntüleri karşılaştırıldığı zaman, anodizasyon zamanının etkisi görülmektedir. Anodizasyon süresi arttıkça, daha granüler bir yüzey elde edilmiştir ve tanecik boyutu daha büyük hale gelmiştir. Dolayısıyla, yüzey pürüzlülüğü artmaktadır.

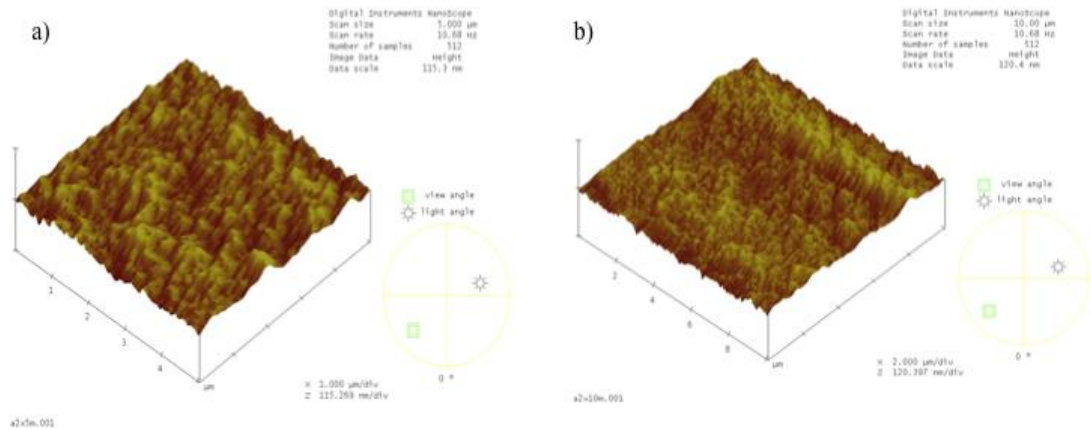


Şekil 5.80. 10 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı AFM görüntüsü.



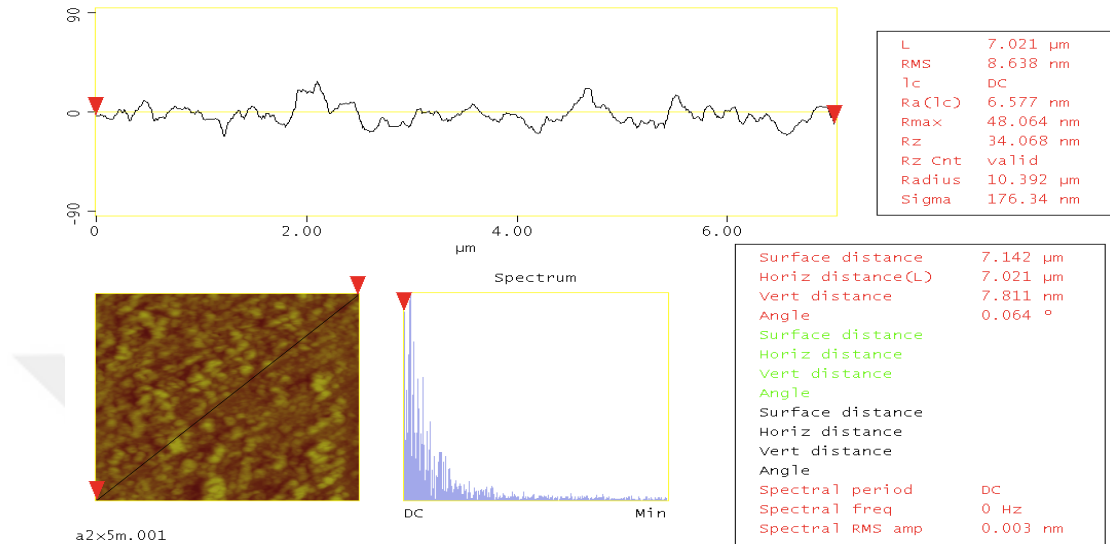
Şekil 5.81. 10 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.

45 dakika boyunca 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm ve 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüleri Şekil 5.82.'de gösterilmektedir. Şekil 5.77a. ve Şekil 5.82a. karşılaştırıldıkları zaman, daha pürüzlü bir yüzey Şekil 5.82a.'da görülmektedir. Anodizasyon sırasında oksit büyümesi titanyum iyonlarının metal/oksit arayüzünden oksit /elektrolit arayüzüne ve oksijen iyonlarının elektrolit/oksit arayüzünden metal/oksit arayüzüne göç etmesiyle oluşmaktadır. Titanyumun üretim prosesinden ve temizleme işleminden kaynaklanan bazı engellerde, iyon difüzyonu daha fazladır ve bu yerlerde oksit büyümesi gerçekleşir. Dolayısıyla, anodizasyon süresi arttıkça yüzey pürüzlülüğü artar.

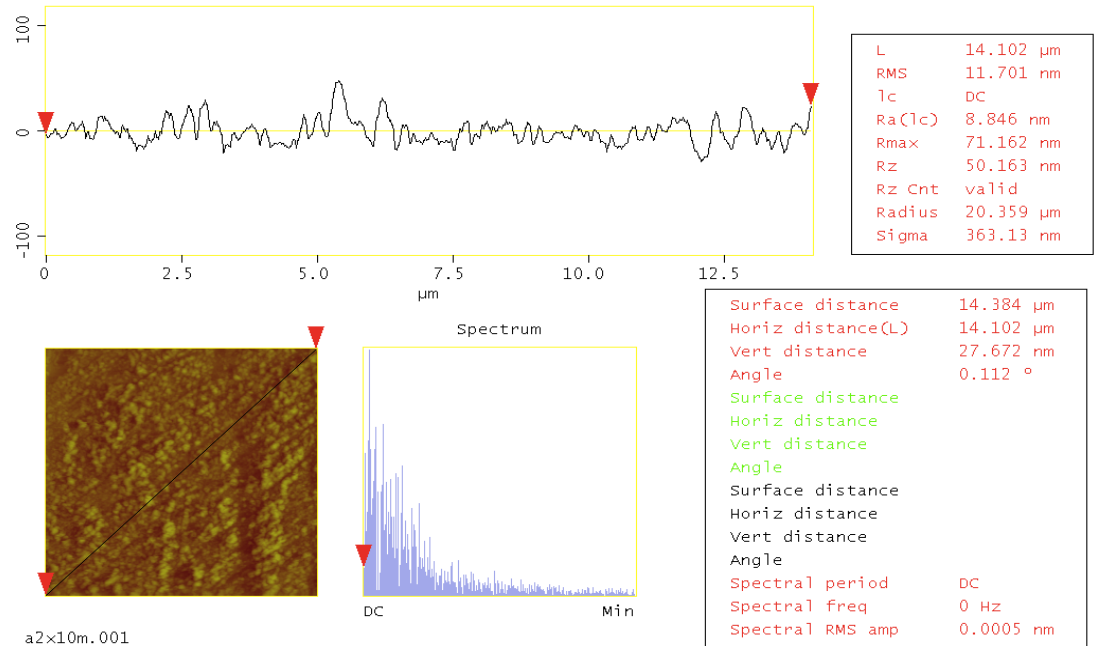


Şekil 5.82. a) 10 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) 10V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.

45 dakika boyunca 10V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ ve $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ alan taramalı AFM kesit analiz görüntüleri Şekil 5.83. ve Şekil 5.84.'de gösterilmektedir.



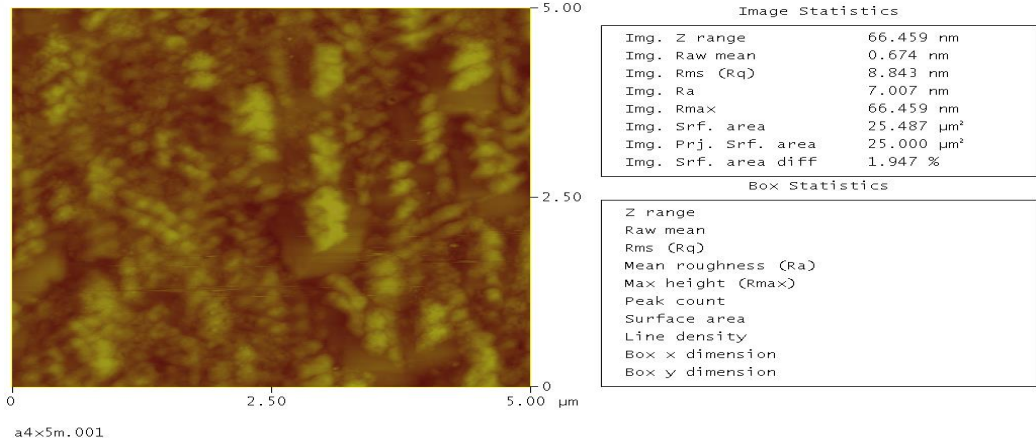
Şekil 5.83. 10V 45 uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.



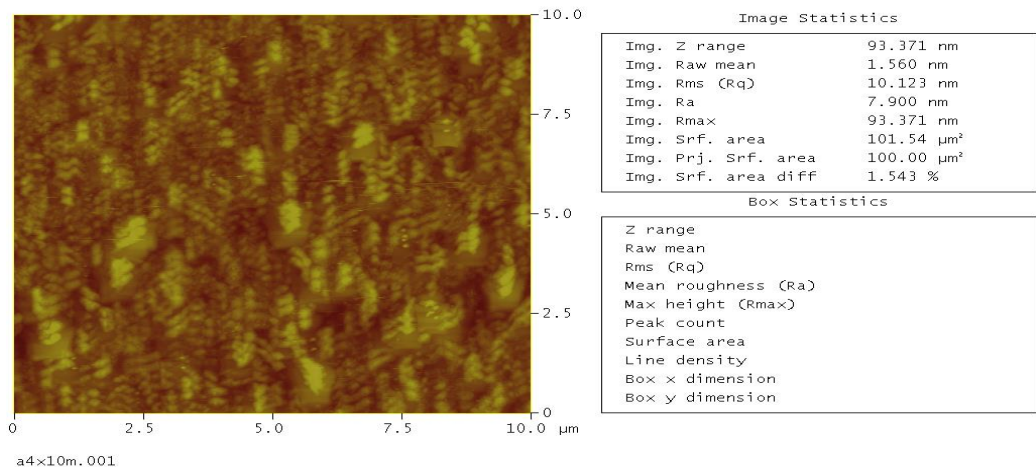
Şekil 5.84. 10 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.

10 dakika boyunca 50V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ ve $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ alan taramalı AFM görüntüleri Şekil 5.85. ve Şekil 5.86.'da

gösterilmektedir. Şekil 5.76. ve Şekil 5.87. karşılaştırıldığı zaman, uygulanan voltajın etkisi görülmektedir. Oksit filmi içerisinde uygulanan elektrik alanı iyon difüzyonunu sağlayacak kadar güçlü olduğu sürece, oksit gelişmesinin devam ettiği bilinmektedir. Dolayısıyla, uygulanan voltaj arttıkça artan iyon difüzyonuna bağlı olarak yüzeyde daha fazla oksit oluşmaktadır. Üretim ve zımparalama prosesine bağlı olarak, bazı bölgelerde uygulanan elektrik alan fazla olabilir ve daha fazla iyon difüzyonu oluşur. Dolayısıyla bu bölgede daha fazla oksit birikir ve bu birikimler granüler bir yüzey topografisi oluşturur. Buna ek olarak, partiküllerin büyüklüğü artar. Şekil 5.85.'de küçük partiküllerin birbirleriyle kaynaşarak büyük partikülleri oluşturduğu görülmektedir.

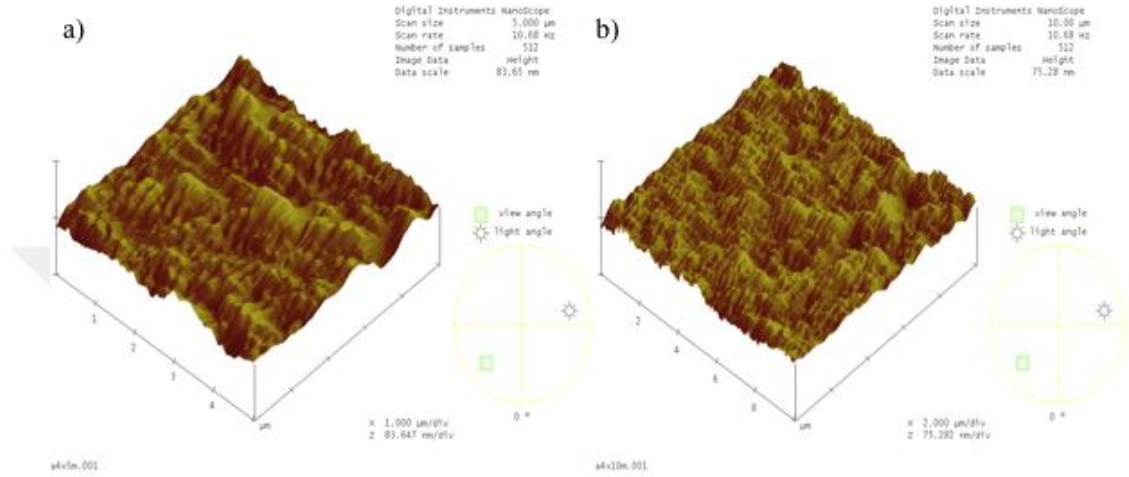


Şekil 5.85. 50 V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı AFM görüntüsü.



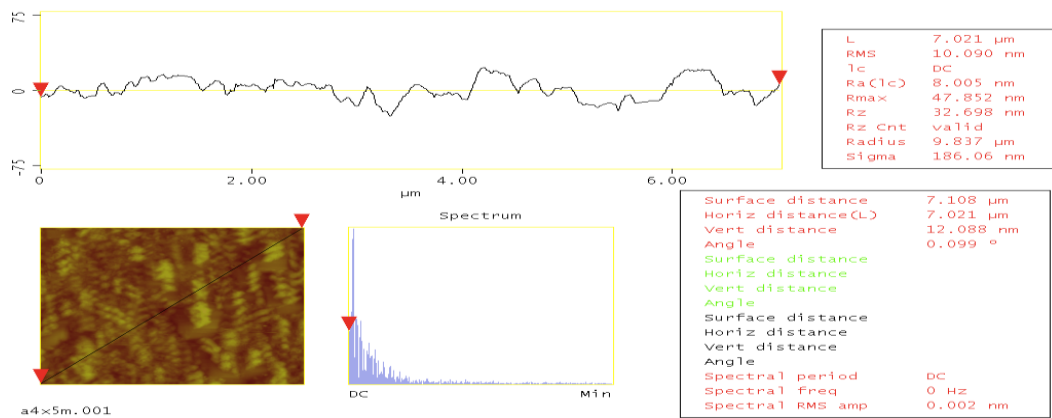
Şekil 5.86. 50 V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM görüntüsü.

10 dakika boyunca 50V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ ve $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüleri Şekil 5.87a. ve Şekil 5.87b.'de gösterilmektedir. Şekil 5.77. ve 5.87. karşılaştırıldığı zaman uygulanan voltajın etkisi görülmektedir. Uygulanan voltaj arttığı zaman, yüzey pürüzlülüğü artmaktadır.

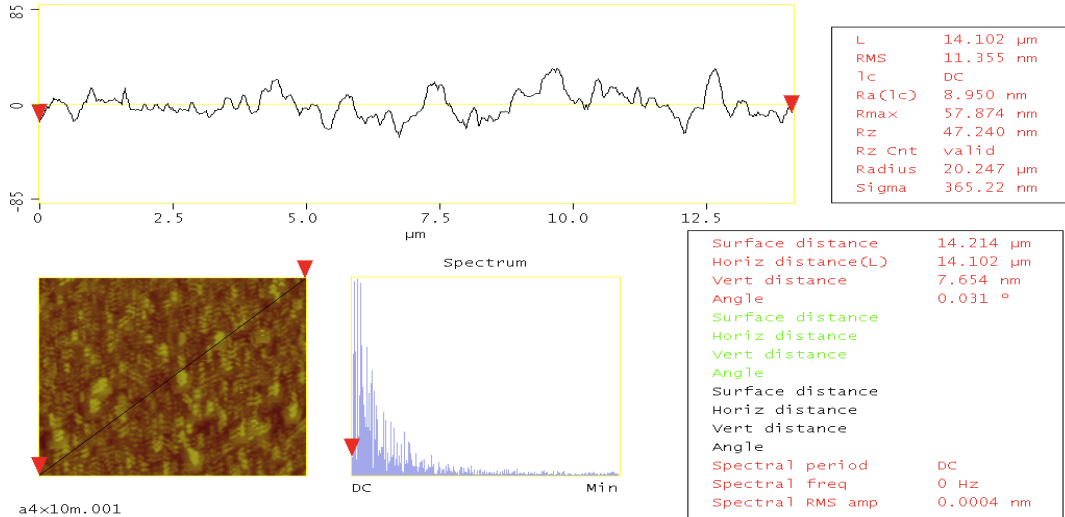


Şekil 5.87. a) 50 V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.

10 dakika boyunca 50V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ ve $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ alan taramalı AFM kesit alanı analizi görüntüleri Şekil 5.88. ve Şekil 5.89.'da gösterilmektedir. Yine, uygulanan voltaj arttıkça, yüzey kesit analizinde de yüzey pürüzlülüğü artmaktadır.

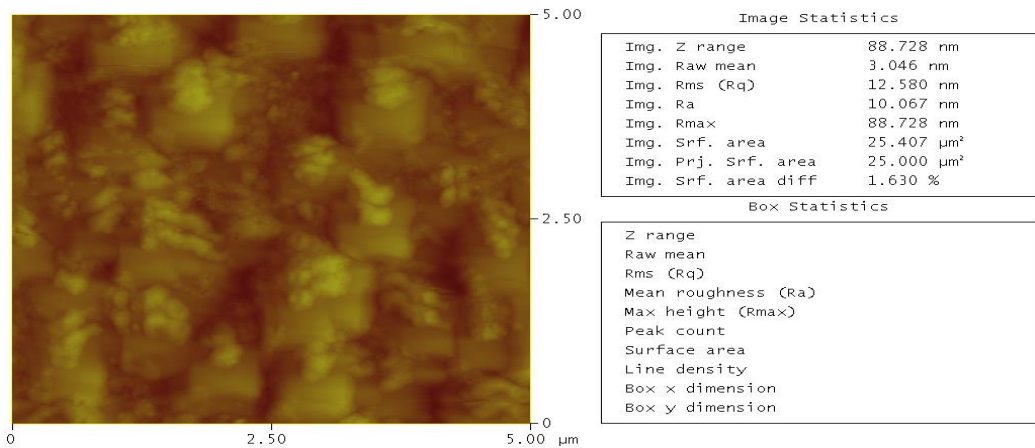


Şekil 5.88. 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.

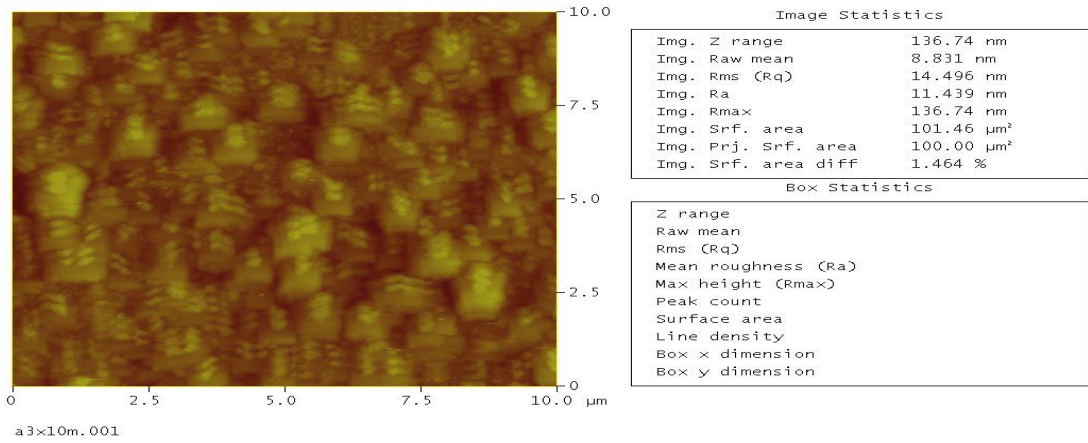


Şekil 5.89. 50V 10 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.

45 dakika boyunca 50V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 μm x 5 μm ve 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM görüntüleri Şekil 5.90. ve Şekil 5.91.'de gösterilmektedir. Şekil 5.91. ve Şekil 5.76. karşılaştırıldığı zaman, uygulanan voltaj arttıkça oksit tane boyutu da artmaktadır. Bu olay, uygulanan voltajdaki artışla birlikte iyon difüzyonunun da artması ve küçük partiküllerin birbiriyle kaynaşarak büyük oksit partiküllerinin oluşmasıdır. Ayrıca, Şekil 5.91. ve Şekil 5.86. karşılaştırıldığı zaman, uygulanan voltaj arttıkça tanecik boyutunun arttığı da görülmektedir.

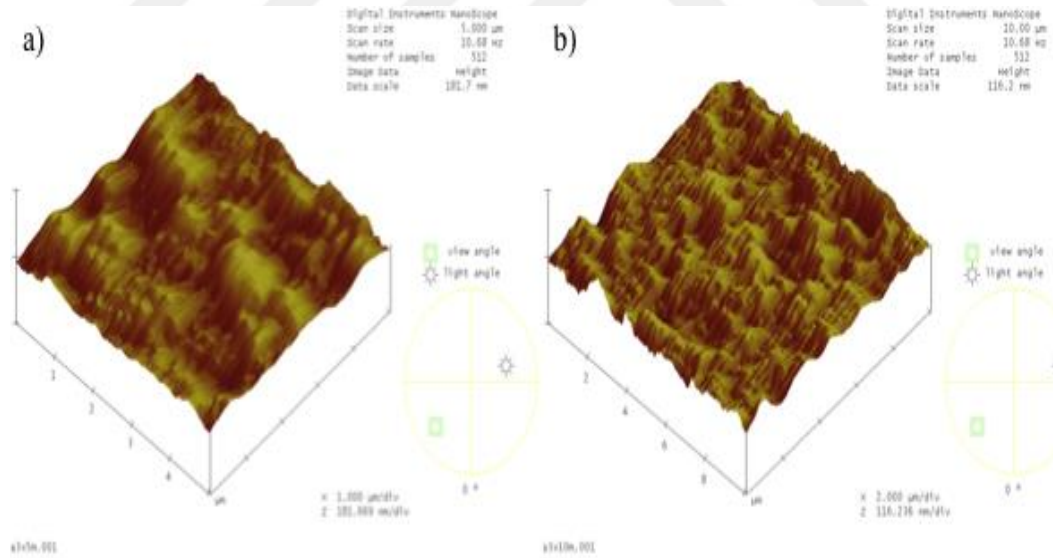


Şekil 5.90. 50 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı AFM görüntüsü.



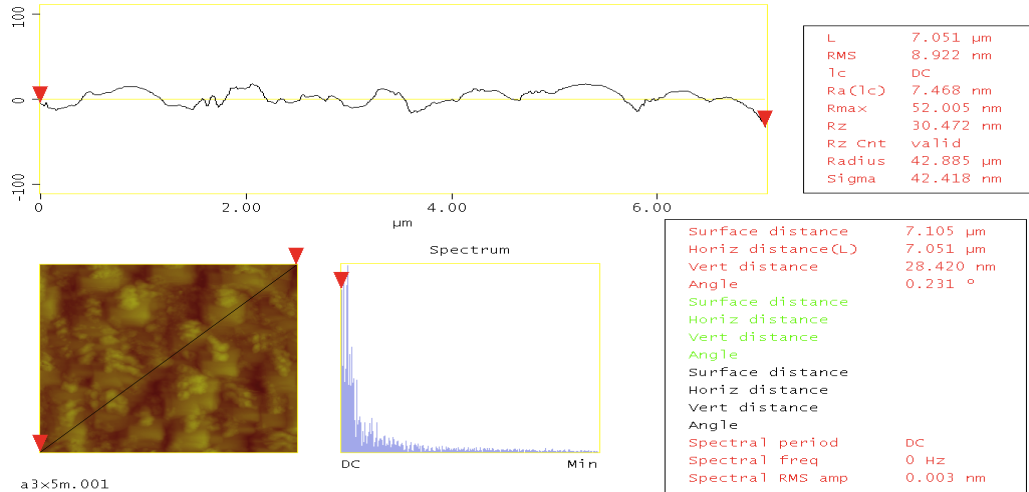
Şekil 5.91. 50 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.

45 dakika boyunca 50V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm ve 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüleri Şekil 5.92. ve Şekil 5.93.'de gösterilmektedir. Şekil 5.93a.'da daha büyük oksit partikülleri görülmektedir.

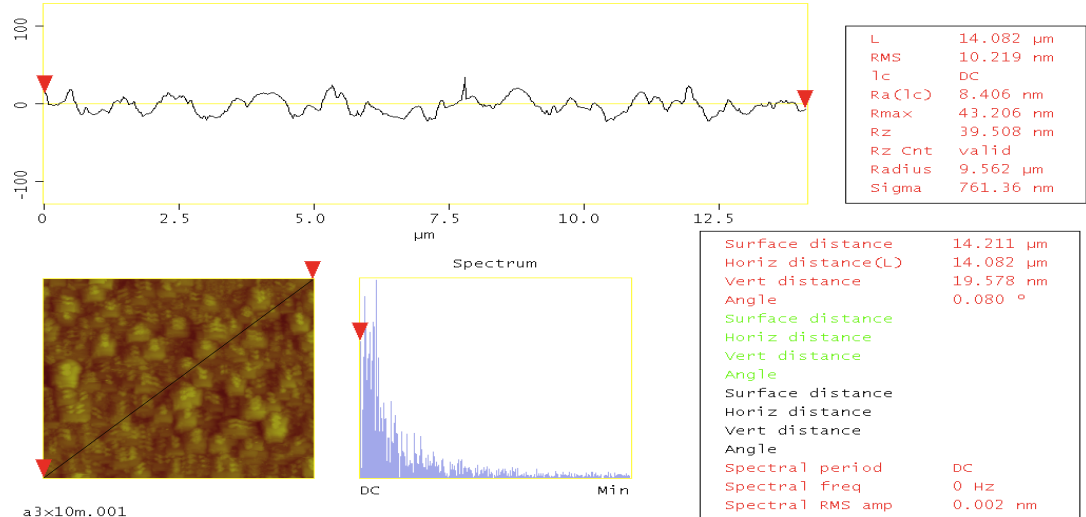


Şekil 5.92. a) 50 V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) 50V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.

45 dakika boyunca 50V uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm ve 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit alanı görüntüleri Şekil 5.93. ve Şekil 5.94.'de gösterilmektedir. Şekil 5.94.'de oksit partiküllerinin büyüdüğü görülmektedir.



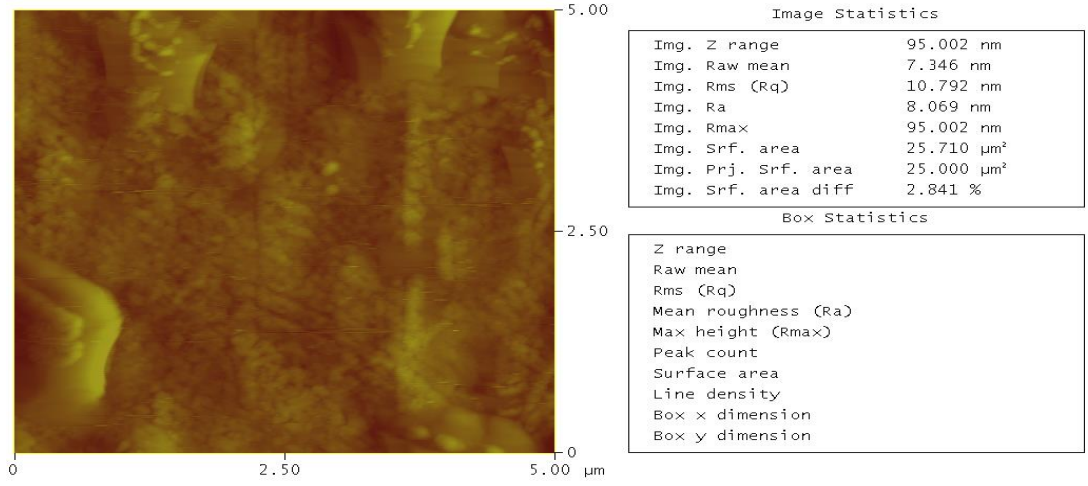
Şekil 5.93. 50V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.



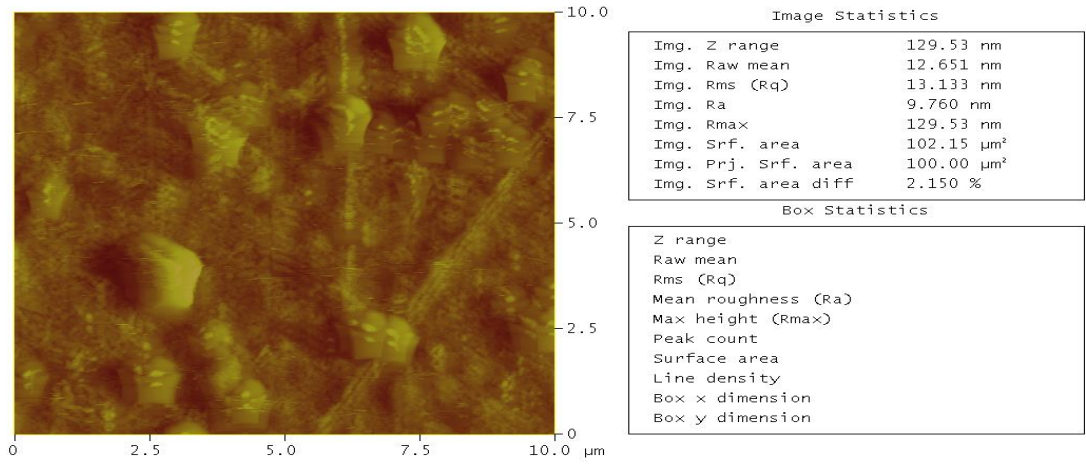
Şekil 5.94. 50V 45 dakika uygulanarak oluşturulan nano pürüzlü yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.

5.1.5.2. Nano tanecikli yüzeylerin AFM çalışmaları

Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm ve 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüleri Şekil 5.95. ve Şekil 5.96.'da gösterilmektedir. Nano taneciklerin AFM görüntülerinden de anlaşıldığı üzere, büyük alanda yüzey pürüzlülüğünün arttığı görülmektedir. Bu durum, anodizasyon öncesi üretim prosesinden kaynaklanıyor olabilir. Özellikle, Şekil 5.96.'da, tanecikler daha kolay bir şekilde görülmektedir.

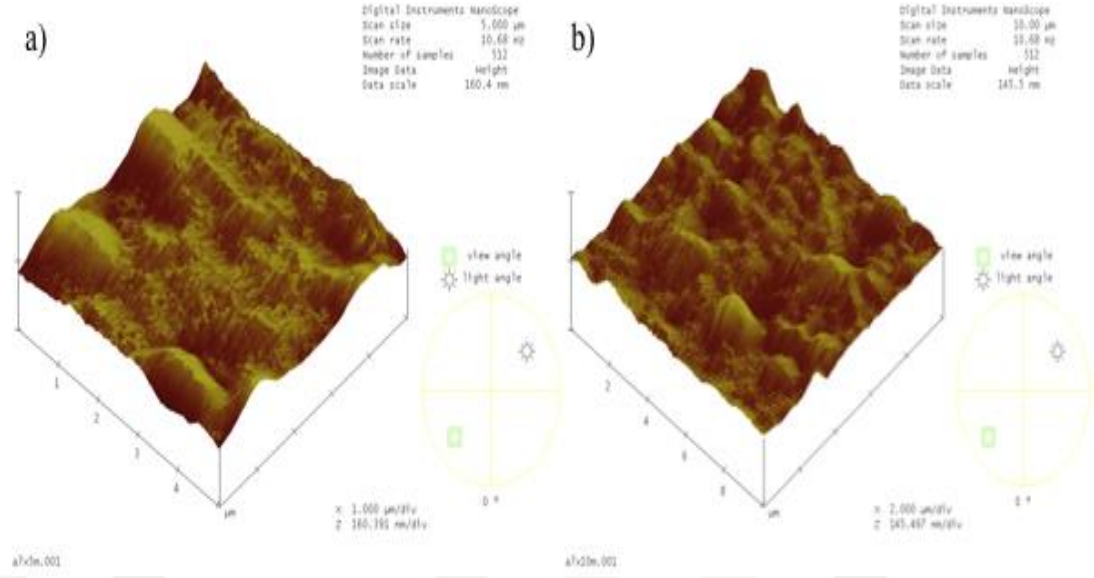


Şekil 5.95. Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM görüntüsü.



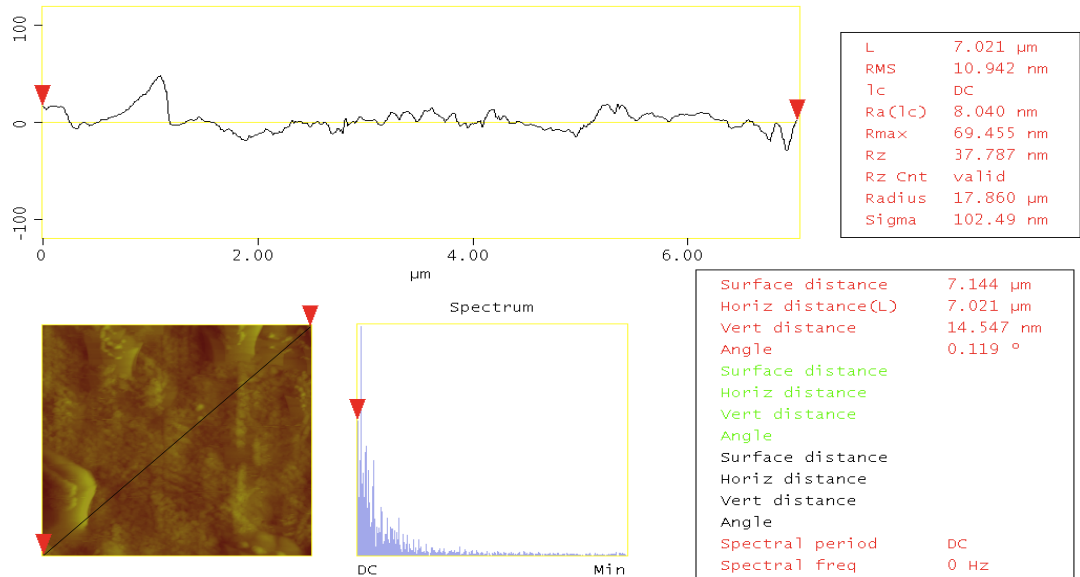
Şekil 5.96. Nano tanecikli yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM görüntüsü.

Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm ve 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüleri Şekil 5.97.'de gösterilmektedir. Küçük alan taramasında yüzey pürüzlülüğünün düştüğü görülmektedir.

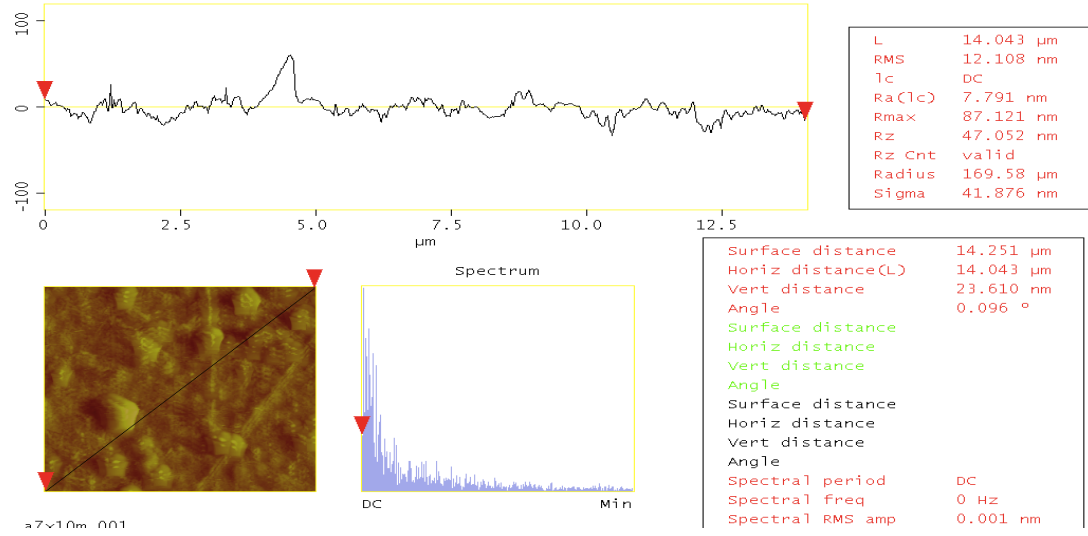


Şekil 5.97. a) Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) Nano tanecikli yüzeye ait 10 µm x 10 µm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.

Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm ve 10 µm x 10 µm alan taramalı AFM kesit analiz görüntüleri Şekil 5.98. ve Şekil 5.99.'da gösterilmektedir. Bu yüzeyler üzerinde de tanecikler açık bir şekilde görülmektedir.



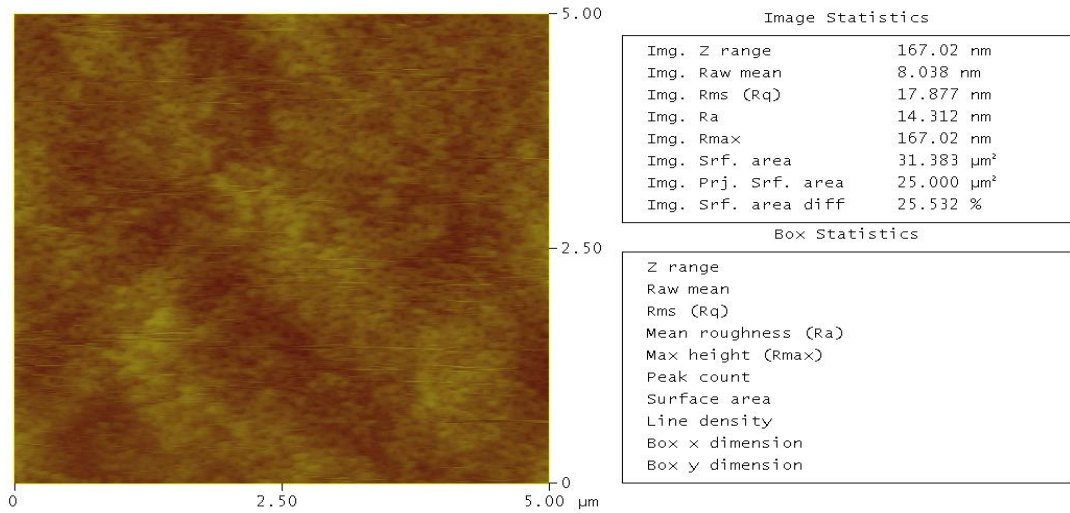
Şekil 5.98. Nano tanecikli yüzeye ait 5 µm x 5 µm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.



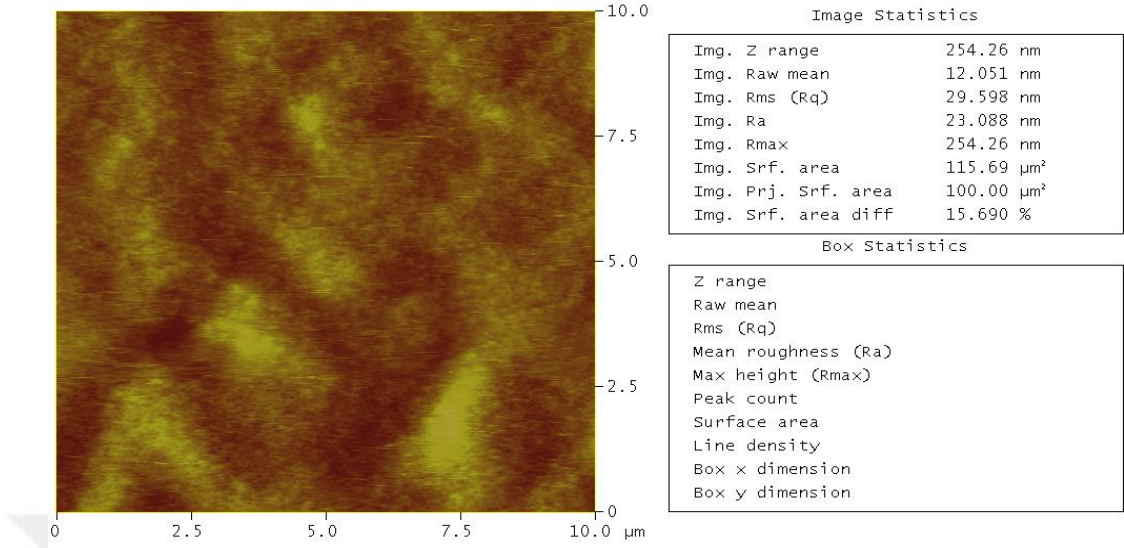
Şekil 5.99. Nano tanecikli yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.

5.1.5.3. Nanotüp yüzeylerin AFM çalışmaları

Nanotüp yüzeye ait 5 μm x 5 μm ve 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM görüntüleri Şekil 5.100. ve Şekil 5.101.'de gösterilmektedir.

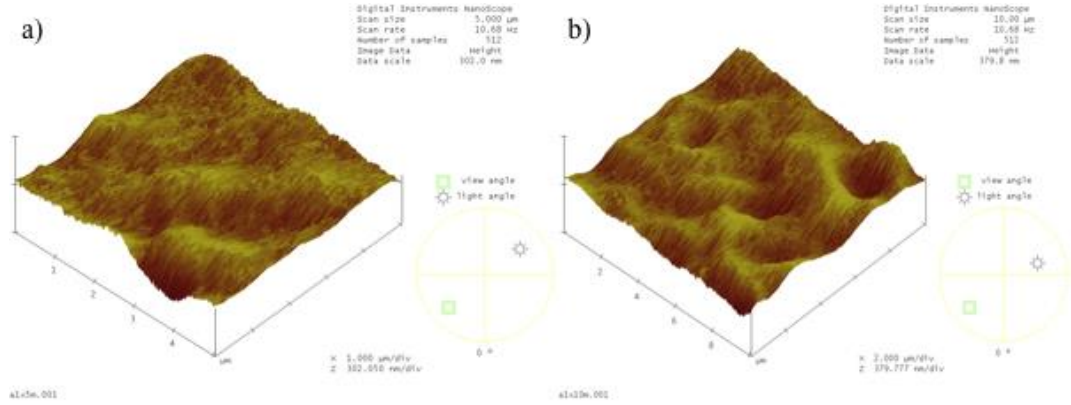


Şekil 5.100. Nanotüp yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı AFM görüntüsü.



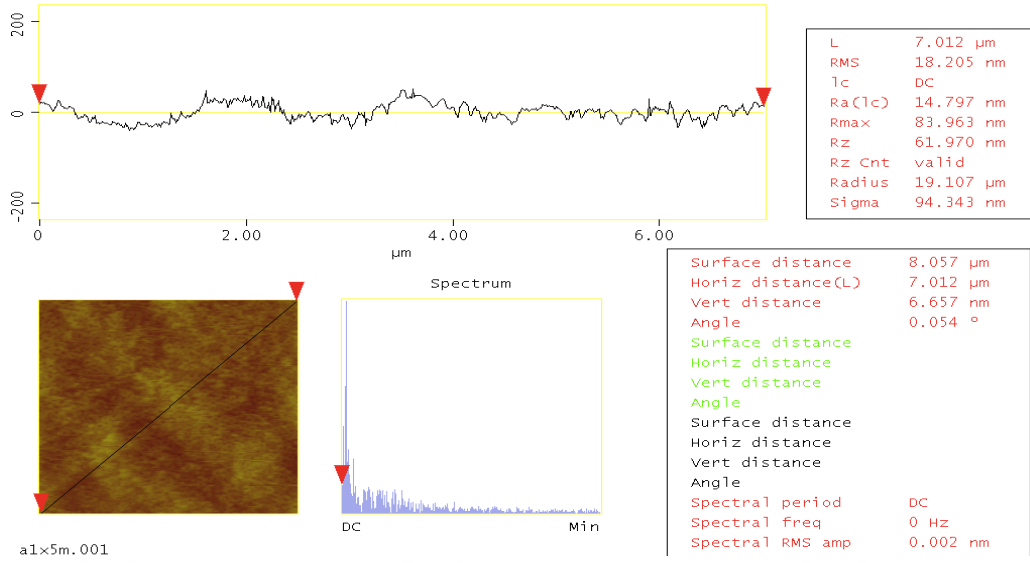
Şekil 5.101. Nanotüp yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM görüntüsü.

Nanotüp yüzeye ait 5 μm x 5 μm ve 10 μm x 10 μm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüleri Şekil 5.102. ve Şekil 5.103.'de gösterilmektedir. Büyük alan taramalı yüzeyde, girinti ve çıkıntılar daha belirgin olarak görülmektedir.

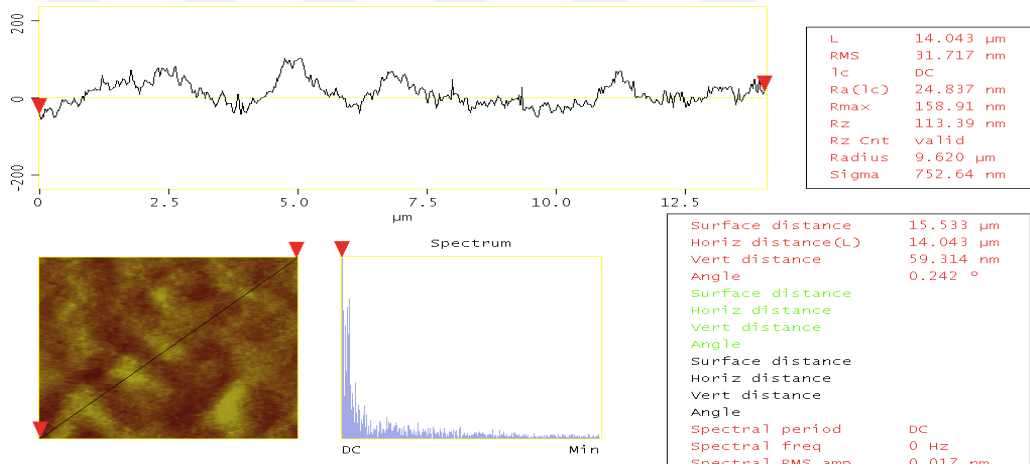


Şekil 5.102. a) Nanotüp yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü; b) Nanotüp yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı 3 boyutlu AFM görüntüsü.

Nanotüp yüzeye ait 5 μm x 5 μm ve 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM kesit alanı görüntüleri Şekil 5.103. ve Şekil 5.104.'de gösterilmektedir. Diğer görüntülerde de olduğu üzere, büyük alan taramalı görüntülerde, yüzey pürüzlülüğü artmaktadır.



Şekil 5.103. Nanotüp yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.



Şekil 5.104. Nanotüp yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı AFM kesit analizi görüntüsü.

Tablo 5.2.'den de görüldüğü üzere uygulanan voltaj arttıkça, yüzey pürüzlülüğü de artmaktadır. Dolayısıyla, yüzey pürüzlülüğünün derecesi anodizasyon süresine bağlıdır. Anodizasyon süresi arttıkça, yüzey pürüzlülüğü de artmaktadır. Bu durumda, diğer nano pürüzlü yüzeylerin arasında 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzey en düşük yüzey pürüzlülüğüne sahiptir. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan numune en yüksek pürüzlülüğe sahiptir. Bütün numuneler karşılaştırıldıkları zaman, nanotüp en yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahiptir.

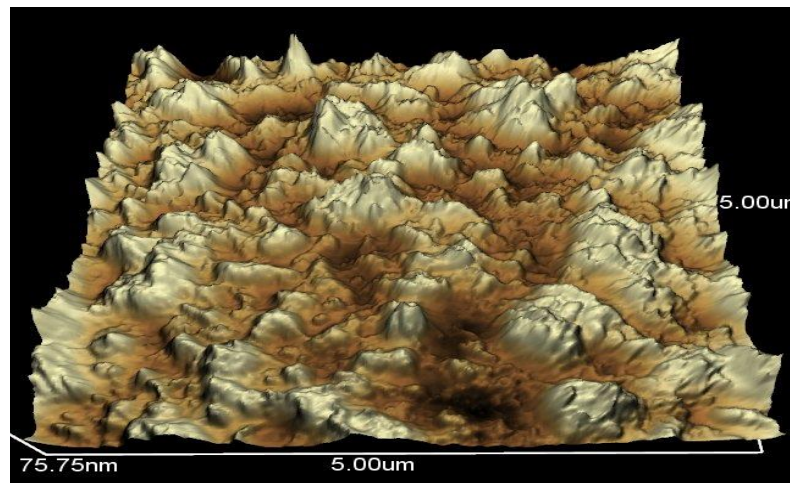
Tablo 5.2. Kaplanmış numunelerin karşılaştırmalı yüzey pürüzlülüğü analiz sonuçları

Numuneler	Tarama alanı, 5 μm x 5 μm		Tarama alanı, 10 μm x 10 μm	
	Rms (nm)	Ra (nm)	Rms (nm)	Ra (nm)
10 V 10 dakika	5,49	4,22	5,44	4,18
10 V 45 dakika	10,38	8,19	12,19	9,61
50V 10 dakika	8,84	7,00	10,12	7,90
50V 45 dakika	12,58	10,06	14,49	11,43
Nano tanecik	10,792	8,06	13,13	9,76
Nanotüp	17,87	14,31	29,98	23,08

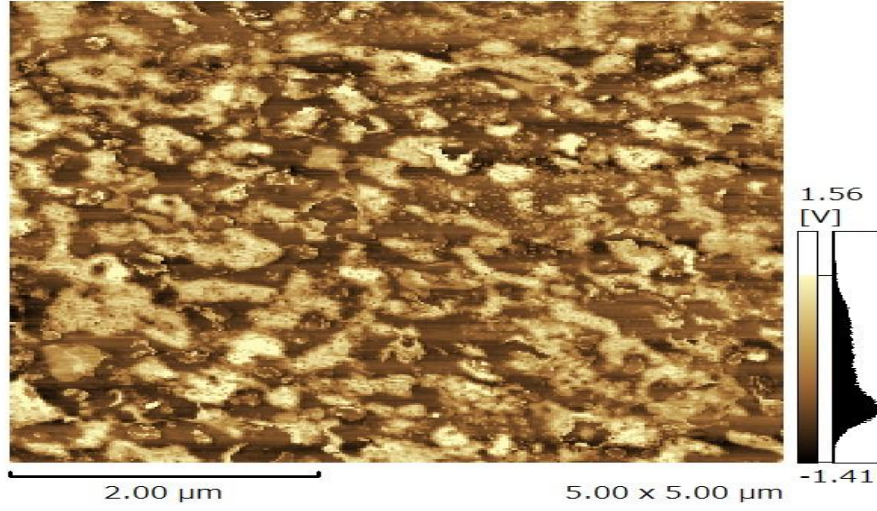
5.1.6. Taramalı prob mikroskobu (SPM) çalışmaları

5.1.6.1. Nano pürüzlü yüzeylerin SPM çalışmaları

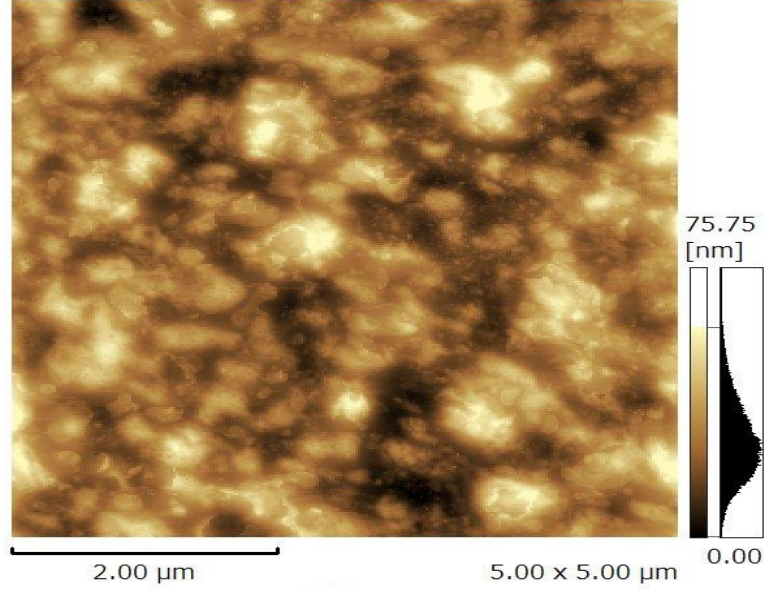
50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait faz analizi ve 3-boyutlu SPM görüntüleri Şekil 5.105. ve Şekil 5.106.'da gösterilmiştir. Şekil 5.105.'de oksit oluşumna bağlı olarak dalgalı bir görüntü görülmektedir. Şekil 5.106.'da titanyum oksit parçacıklarının bütün yüzeye serpiştirildiği görülmektedir. 5 μm x 5 μm alan taramasında yüzey pürüzlülüğü 11.292 nm olarak ölçülmüştür (Şekil 5.107).



Şekil 5.105. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 3 boyutlu topografik SPM görüntüsü.

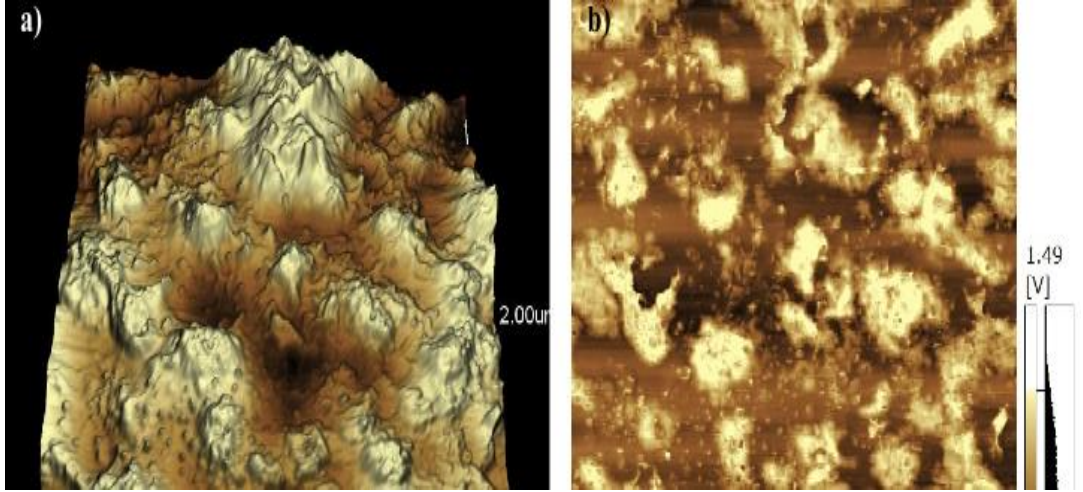


Şekil 5.106. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait SPM faz analizi görüntüsü.

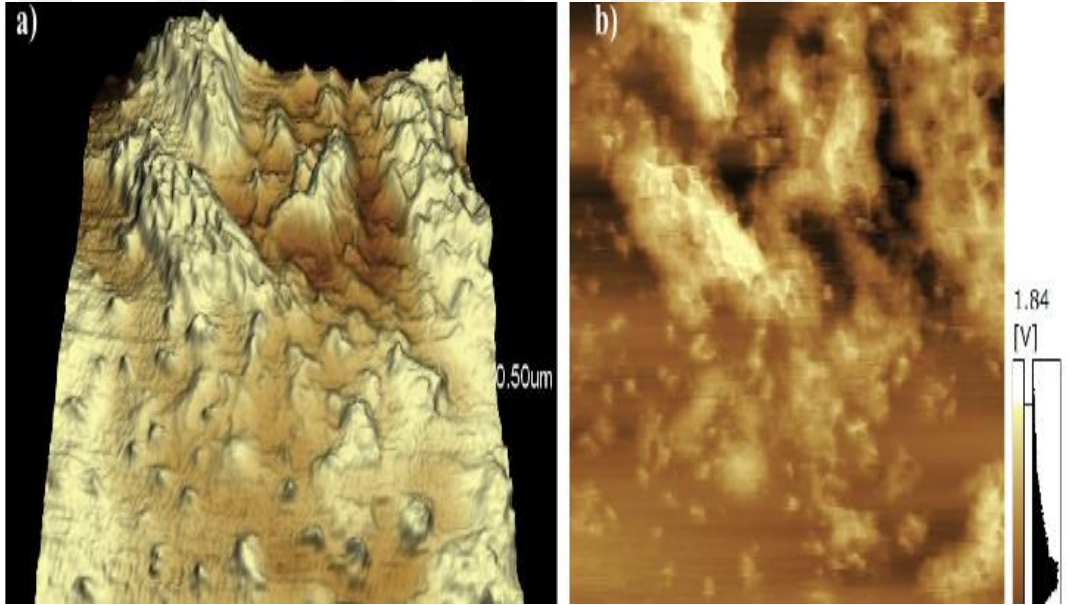


Şekil 5.107. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait SPM faz analizi görüntüsü.

50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ ve $0,5\ \mu\text{m} \times 0,5\ \mu\text{m}$ alan taramalı yüzey analiz görüntüleri Şekil 5.108.-5.110.'da gösterilmiştir. Şekil 5.108a. ve Şekil 5.109.'da, yüzeyin pürüzlülüğü açıkça görülmektedir. Şekil 5.108b. ve Şekil 5.109b.'de kahverengi yüzey üzerinde beyaz parçacıklar görülmektedir. Bu beyaz açık renkli parçacıklar ve diğer koyu renkli parçacıklar farklı oksit fazlarının meydana geldiğinin teyididir.

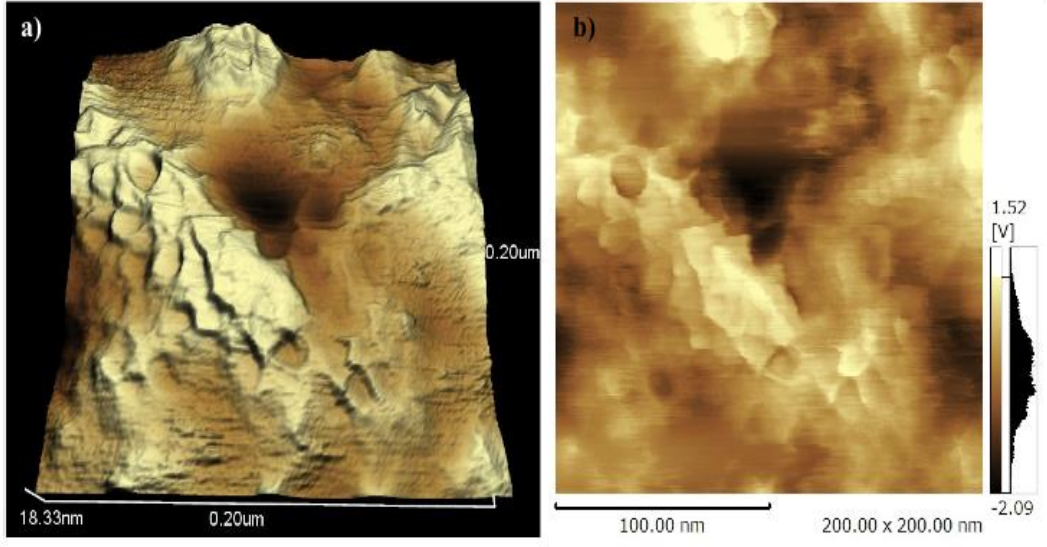


Şekil 5.108. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 2 µm x 2 µm alan taramalı yüzeyin a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.

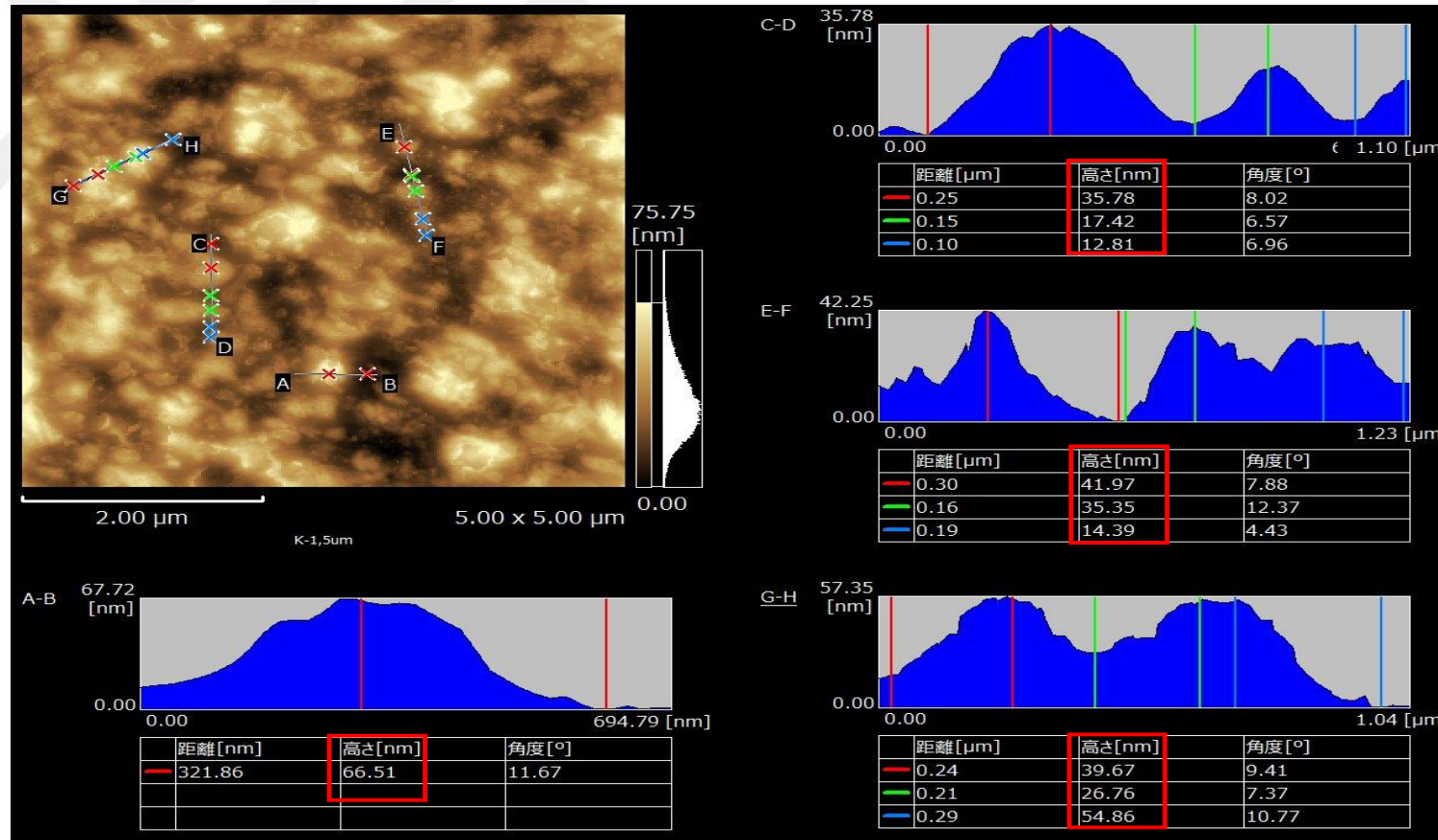


Şekil 5.109. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 0,5 µm x 0,5 µm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.

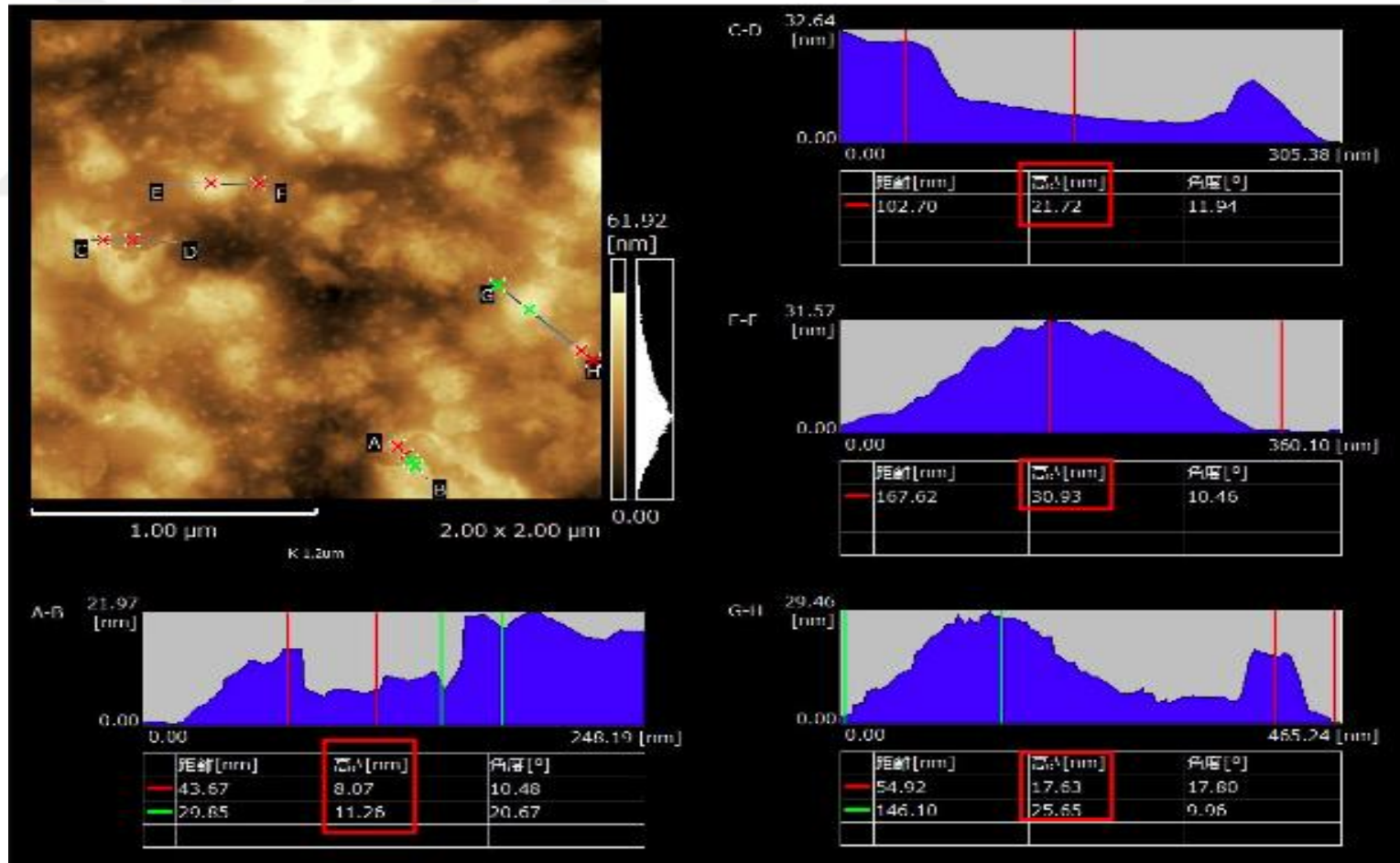
Şekil 5.110.'da küçük bir delik ve etrafında oksit çözülmesinden kaynaklanan kraterler görülmektedir. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin 5 µm x 5 µm, 2 µm x 2 µm, 0,5 µm x 0,5 µm, 0,2 µm x 0,2 µm alan taramalı SPM görüntüleri Şekil 5.111.- 5.114.'de gösterilmektedir.



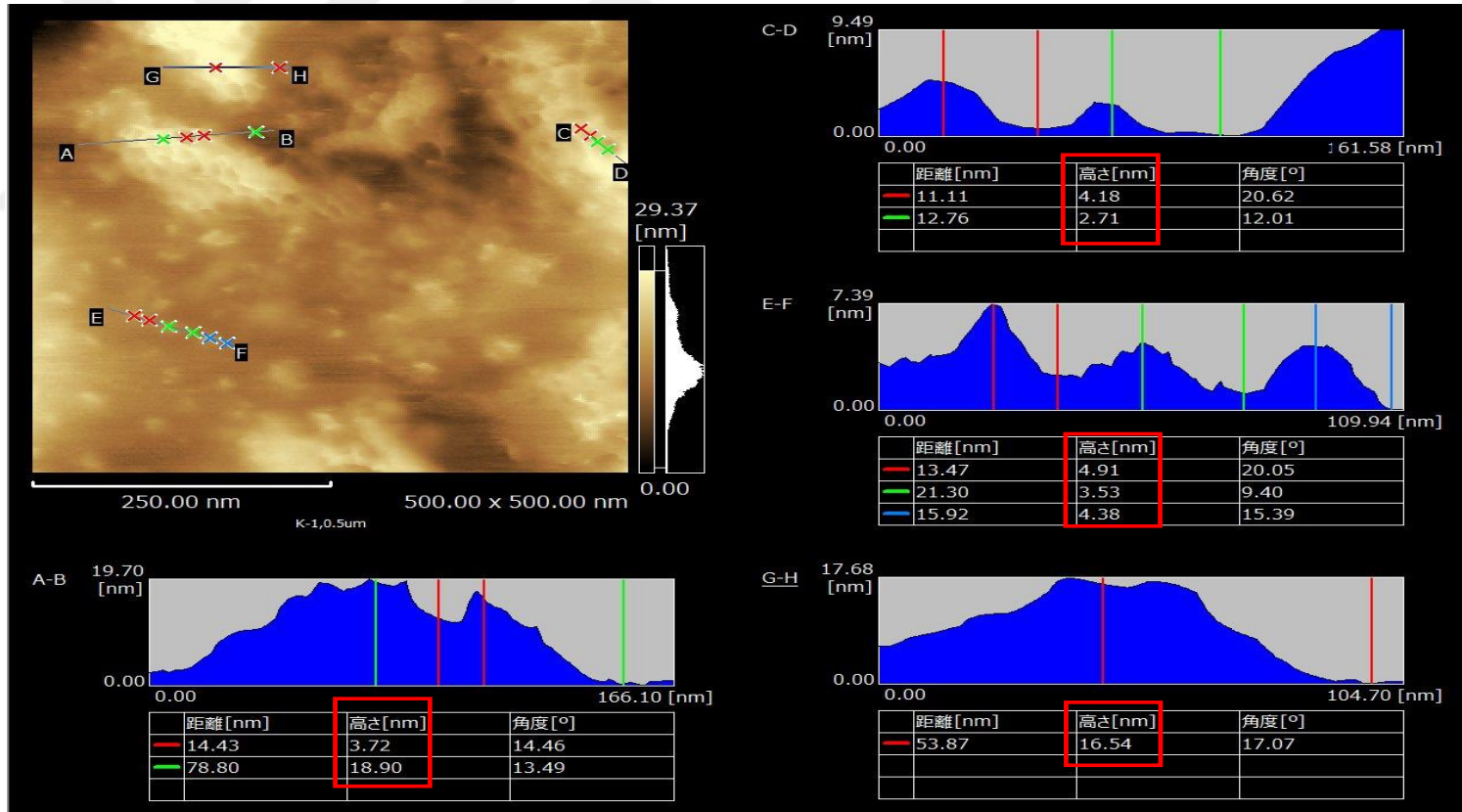
Şekil 5.110. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 0,2 μm x 0,2 μm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.



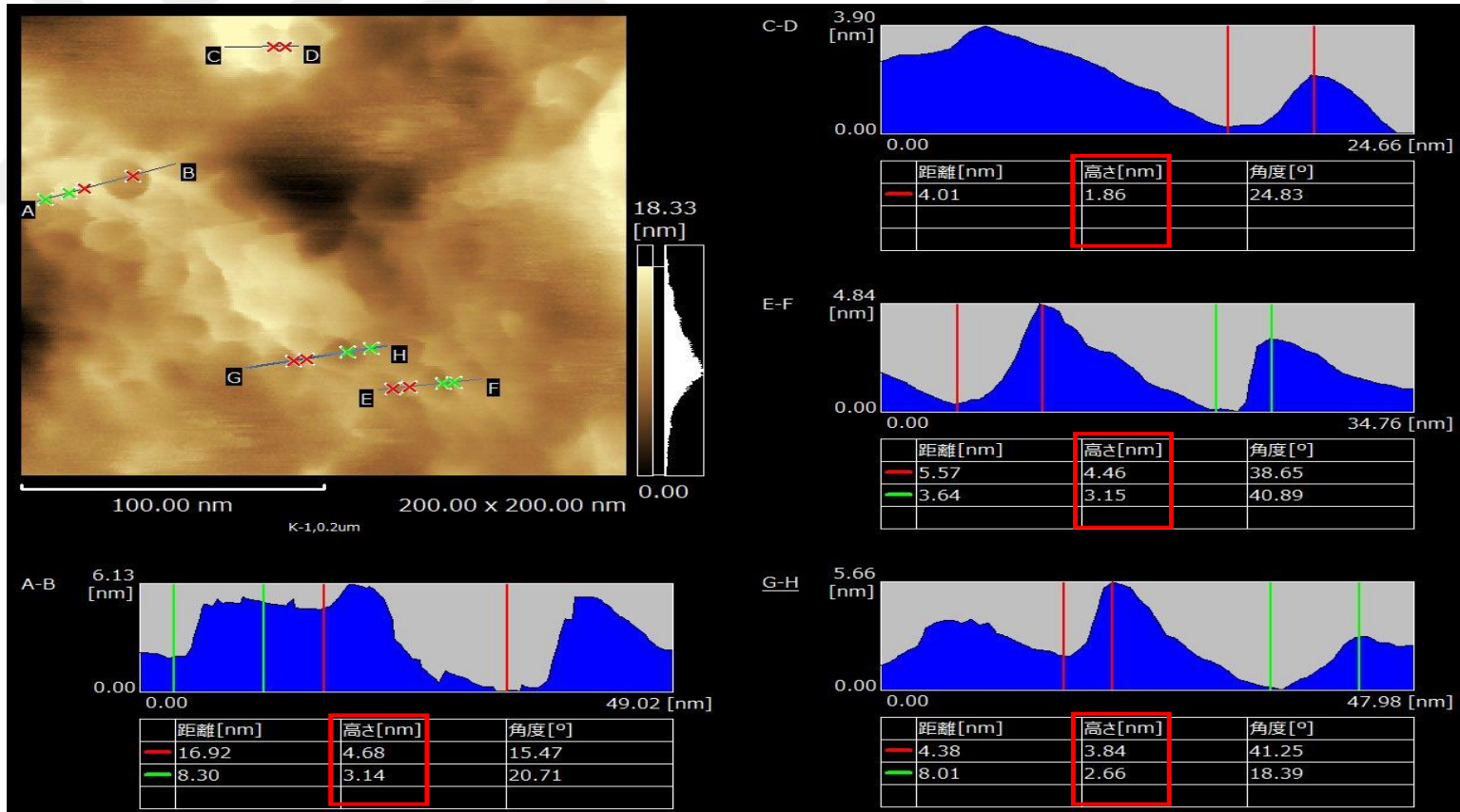
Şekil 5.111. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.



Şekil 5.112. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 2 μm x 2 μm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.



Şekil 5.113. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 0,5 µm x 0,5 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.



Şekil 5.114. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait 0,2 µm x 0,2 µm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.

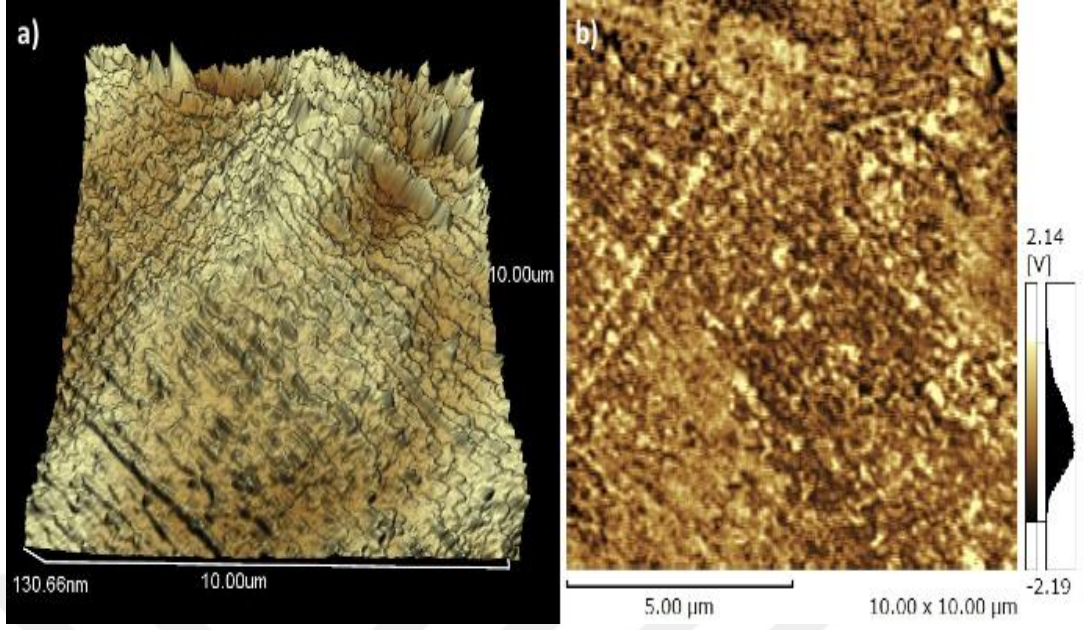
Şekil 5.111.'de, GH çizgisi boyunca iki tane büyük oksit parçacığı görülmektedir. Bu oksit parçacıklarının yarıçapları 0,24 μm ve 0,29 μm olarak ve bu parçacıkların boyu ise 39.67 nm ve 54.86 nm olarak ölçülmüştür. CD çizgisi boyunca, yine iki tane oksit parçacığı görülmektedir. Bu parçacığın yarıçapı 0,25 μm ve boyu ise 35.78 nm olarak ölçülmüştür. EF çizgisi boyunca, parçacığın boyu 0,16 μm ve boyu ise 35.35 nm olarak ölçülmüştür. AB çizgisi boyunca, kaplanmamış yüzey ile parçacık arasındaki boy farkı 66.51 nm olarak ölçülmüştür. Dolayısıyla, parçacığın boyu yaklaşık olarak 35 nm'dir.

Şekil 5.114.'de, bu yüzeyin 0,2 μm x 0,2 μm alan taramalı SPM görüntüsü yer almaktadır. Bu şekilde, AB hattı üzerinde bir tane çukur görülmektedir. Bu çukurun derinliği 4.68 nm'dir. EF hattı boyunda görülen çukurun derinliği ise 3.15 nm'dir. Kısacası, yüzeydeki oksit parçacıklarının boyundaki değişimler yaklaşık olarak 3-4 nm civarındadır.

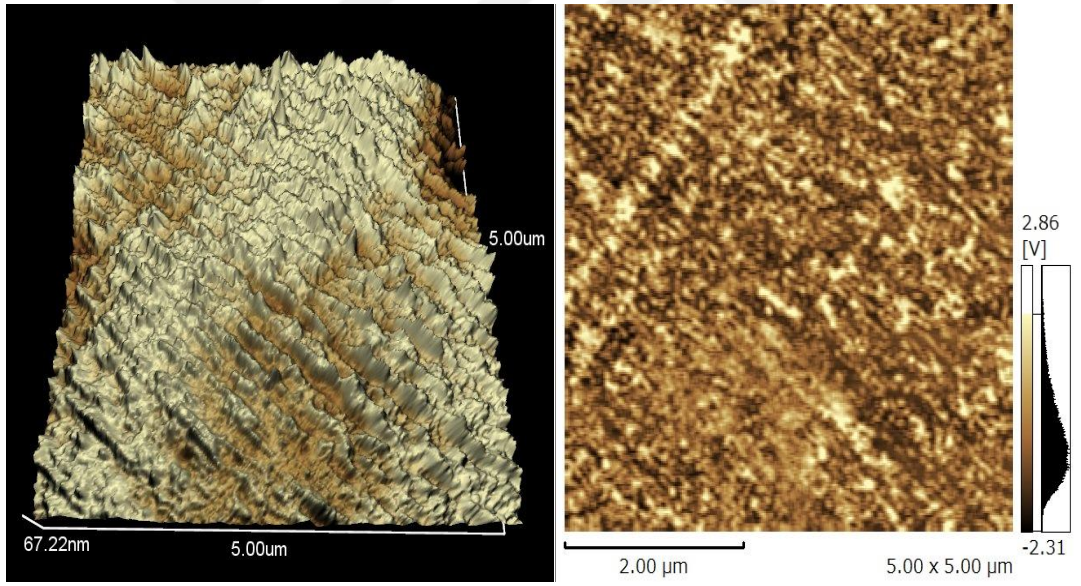
5.1.6.2. Nano tanecikli yüzeylerin SPM çalışmaları

Nano tanecikli yüzeylerin 10 μm x 10 μm , 5 μm x 5 μm , 2 μm x 2 μm , 1 μm x 1 μm alan taramalı yüzey analizleri Şekil 5.115.-5.118.'de gösterilmektedir. Bu yüzeylerin nano pürüzlü yüzeylerden daha düz olduğu görülmektedir. 5 μm x 5 μm alan taramalı yüzeyde pürüzlülük 8.72 nm olarak ölçülmüştür. 10 μm x 10 μm , 5 μm x 5 μm , 2 μm x 2 μm ve 1 μm x 1 μm alan taramalı profil analiz görüntüleri Şekil 5.119.-5.122.'de gösterilmektedir.

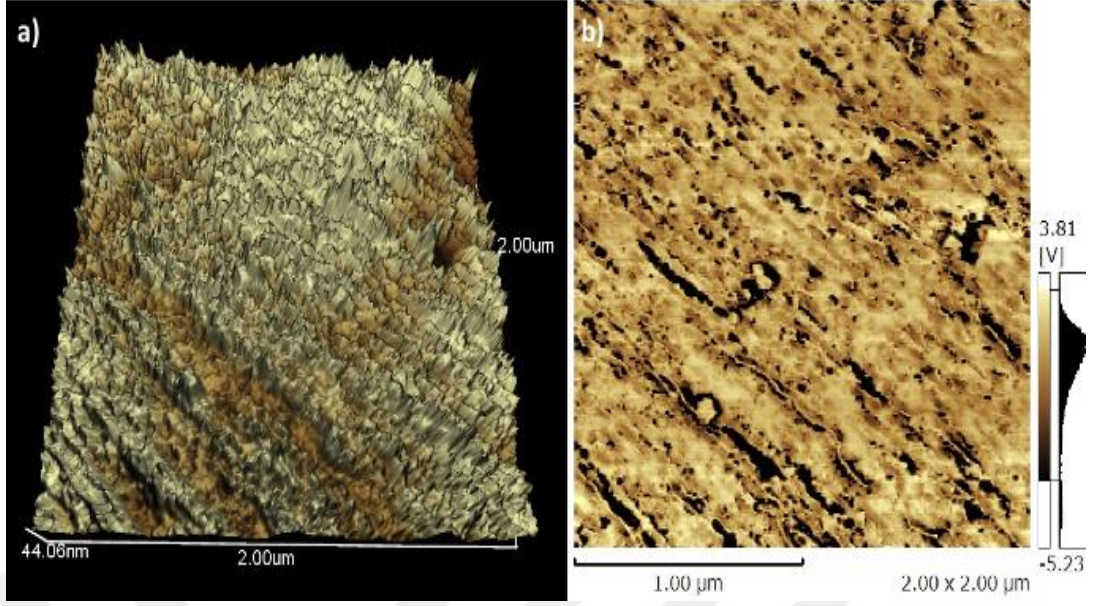
Şekil 5.120.'de oksit parçacığın boyu 30 nm olarak ölçülmüştür. Şekil 5.121.'de, AB çizgisi boyunca oksit parçacığı görülmektedir. Bu parçacığın boyu ve büyüklüğü sırasıyla 37 nm ve 200 nm olarak ölçülmüştür.



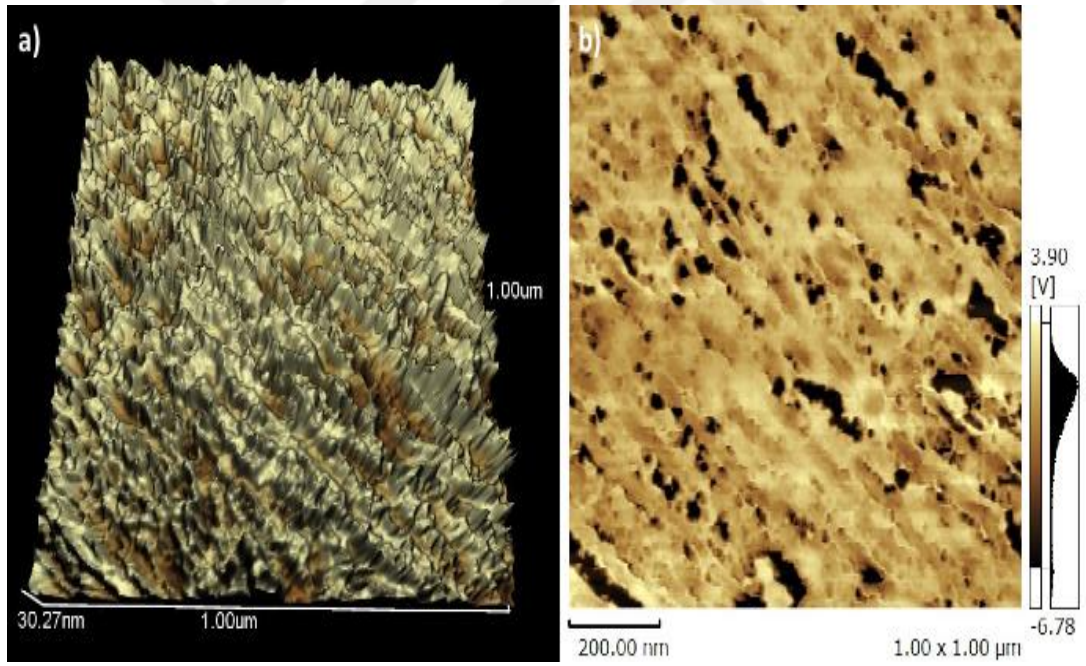
Şekil 5.115. Nano tanecikli yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.



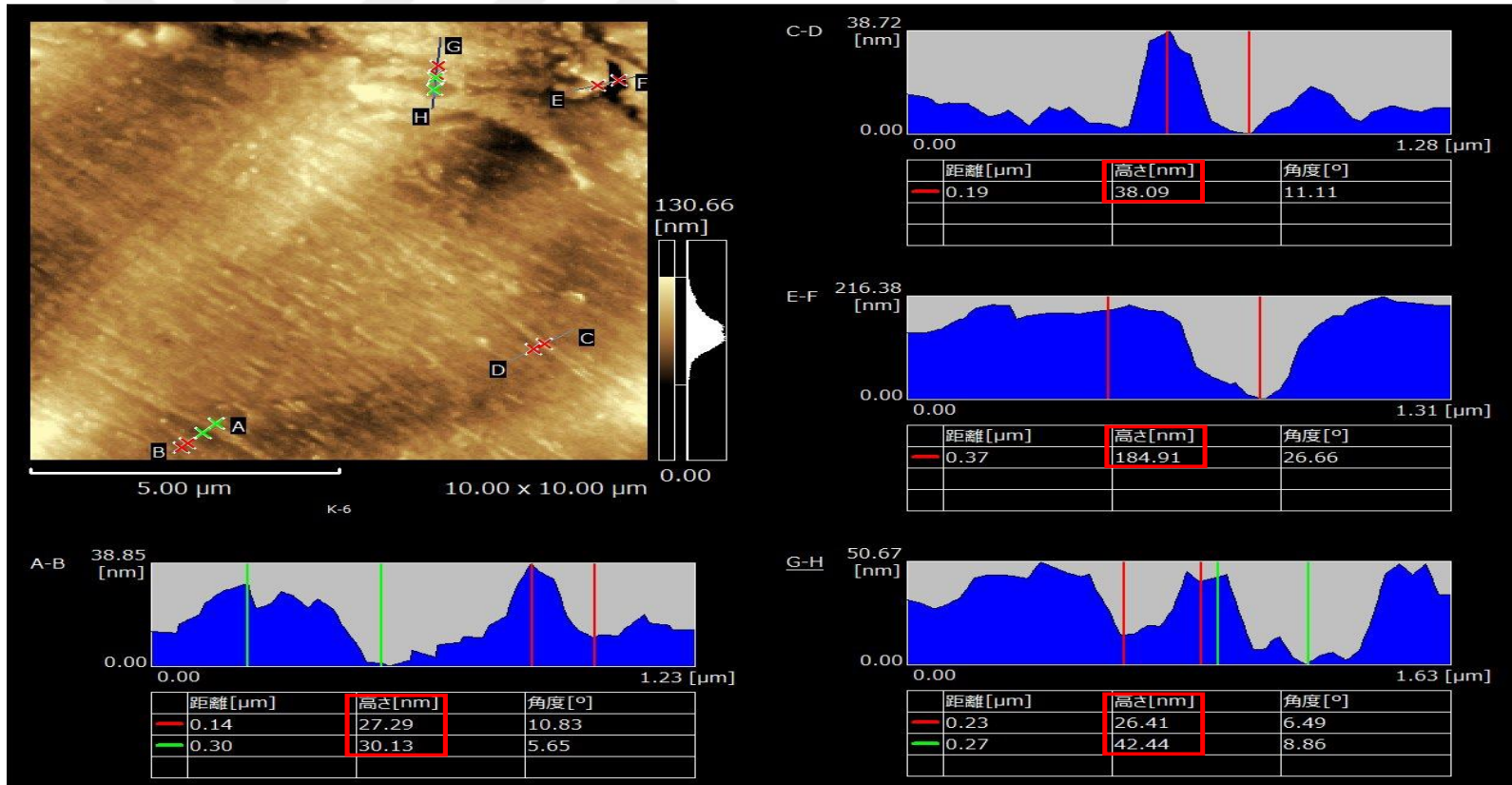
Şekil 5.116. Nano tanecikli yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.



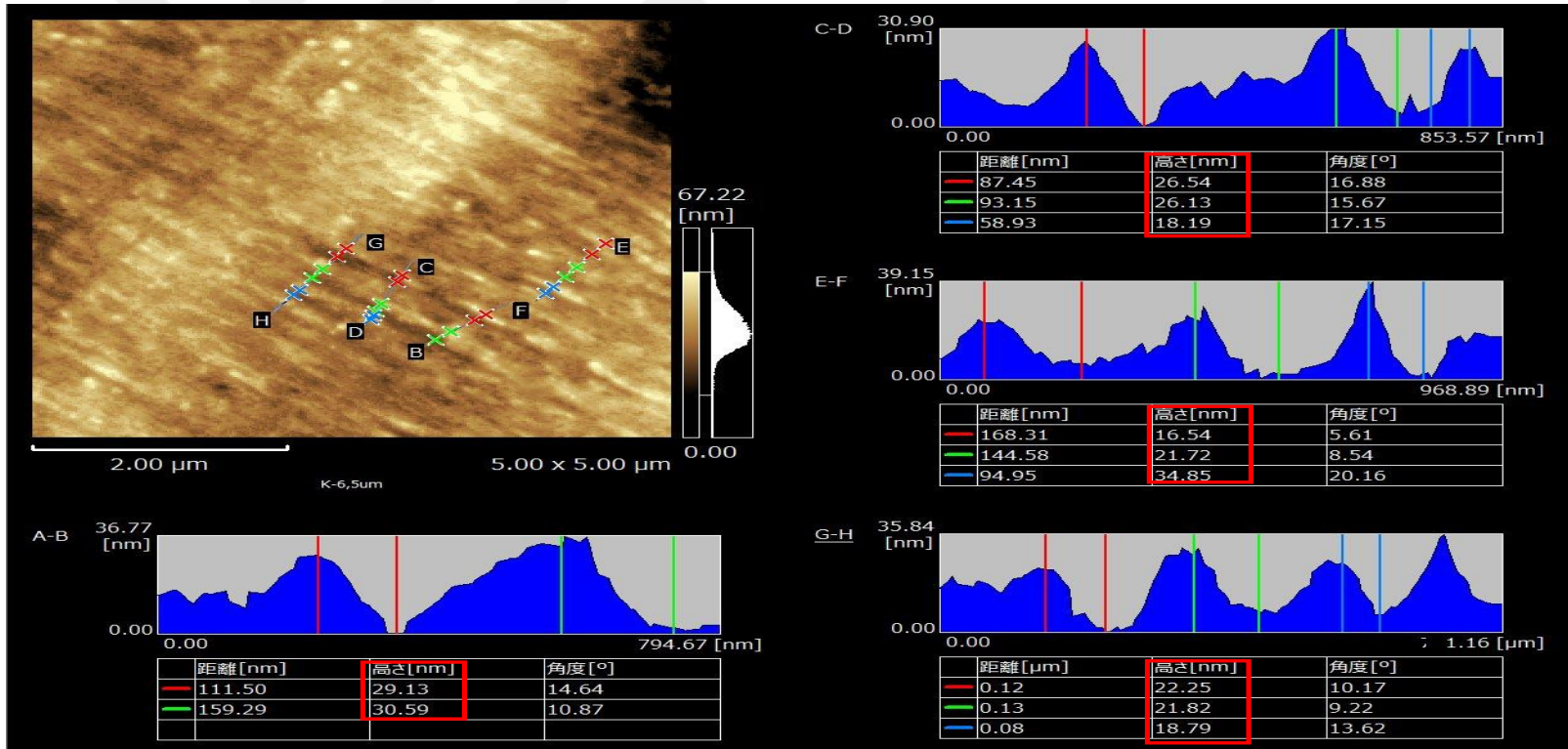
Şekil 5.117. Nano tanecikli yüzeye ait 2 μm x 2 μm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.



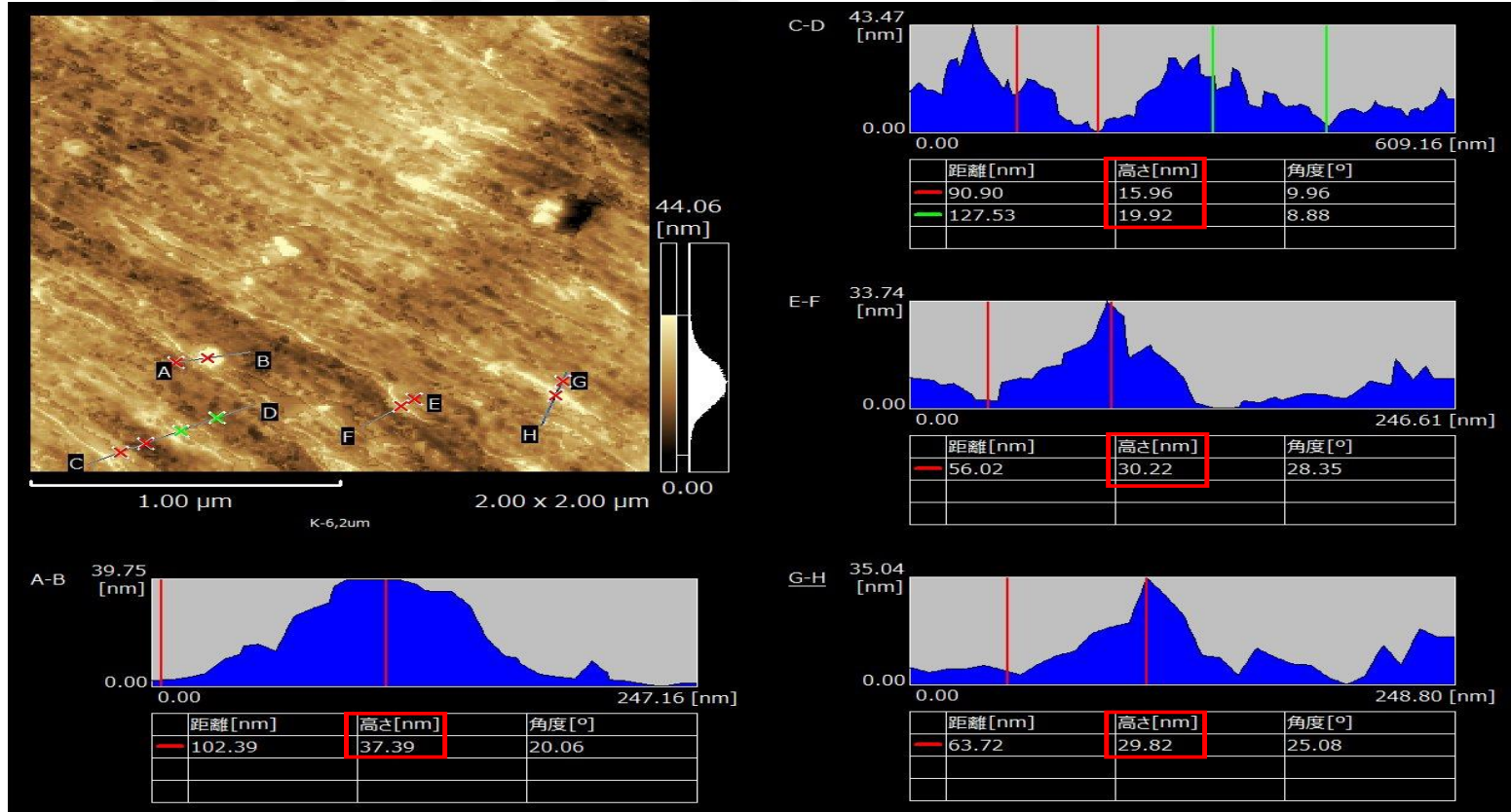
Şekil 5.118. Nano tanecikli yüzeye ait 1 μm x 1 μm alan taramalı yüzeyin; a) topografik SPM görüntüsü; b) faz analizi SPM görüntüsü.



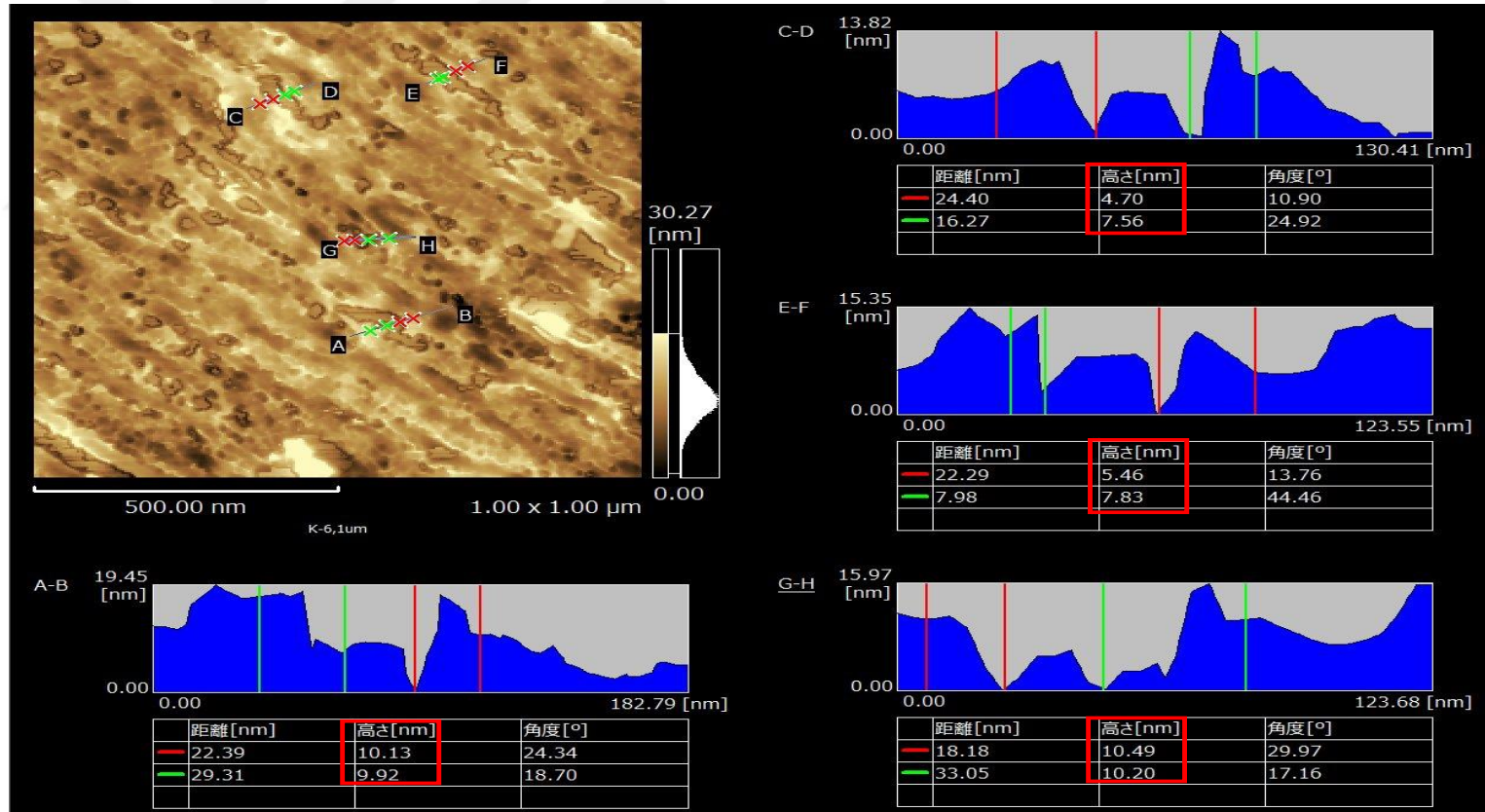
Şekil 5.119. Nano tanecikli yüzeye ait 10 μm x 10 μm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.



Şekil 5.120. Nano tanecikli yüzeye ait 5 μm x 5 μm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.



Şekil 5.121. Nano tanecikli yüzeye ait 2 μm x 2 μm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.

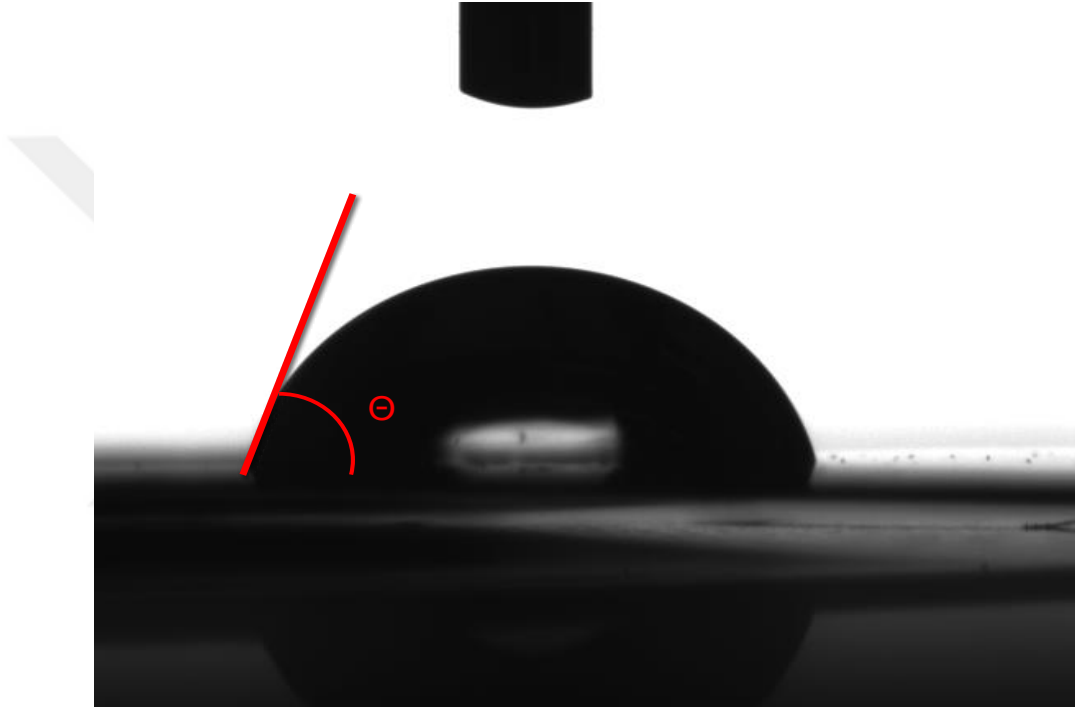


Şekil 5.122. Nano tanecikli yüzeye ait 1 μm x 1 μm alan taramalı yüzeyin SPM görüntüsü.

5.2. Temas Açısı Çalışmaları

5.2.1. Parlatılmış titanyum yüzeylerin temas açısı çalışmaları

Parlatılmış kaplanmamış titanyum yüzeyin temas açısı çalışması görüntüsü Şekil 5.123.'de verilmiştir.



Şekil 5.123. Parlatılmış titanyumun yüzey temas açısı ölçüm görüntüsü.

5.2.2. Nano pürüzlü yüzeylerin temas açısı çalışmaları

Nano pürüzlü yüzeylerin temas açısı ölçüm sonuçları Şekil 5.124.-5.127. arasında gösterilmektedir.



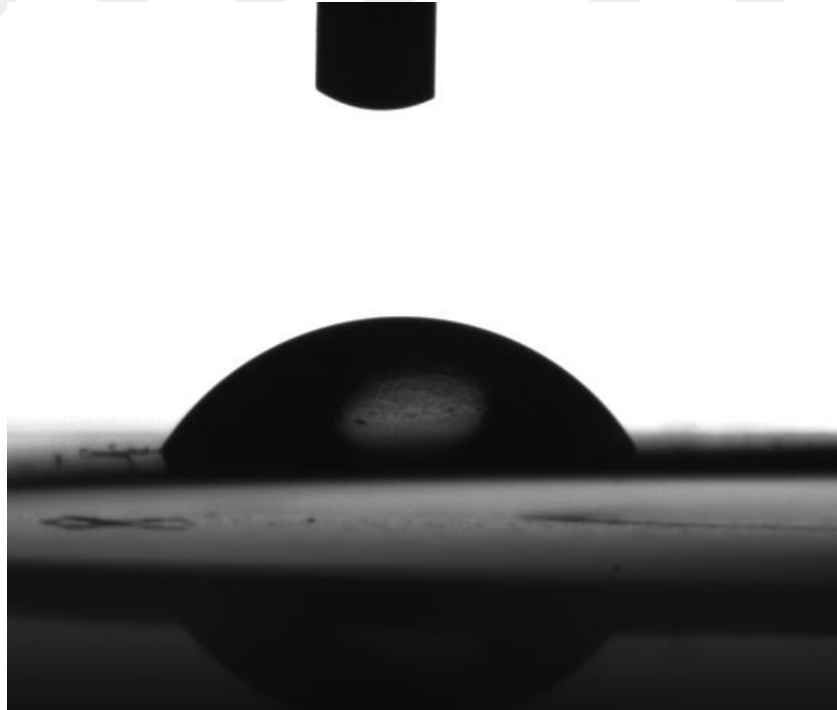
Şekil 5.124. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.



Şekil 5.125. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.



Şekil 5.126. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.



Şekil 5.127. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.

5.2.3. Nano tanecikli yüzeyin temas açısı çalışmaları

Nano tanecikli yüzeyin temas açısı ölçüm sonuçları Şekil 5.128.'de gösterilmiştir.



Şekil 5.128. Nano tanecikli yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.

5.2.4. Nanotüp yüzeyin temas açısı çalışmaları

Nanotüp yüzeyin temas açısı ölçüm sonuçları Şekil 5.129.'da gösterilmiştir.



Şekil 5.129. Nanotüp yüzeyin temas açısı ölçüm görüntüsü.

Kaplanmış ve kaplanmamış yüzeylerin temas açısı ölçüm sonuçları Tablo 5.2.'de gösterilmiştir. Zımparalanmış ve kaplanmamış titanyum yüzeyinin temas açısı ölçümü 82° olarak bulunmuştur. Dolayısıyla, anodizasyonla oksit kaplama yüzeylerin hidrofilik özelliğini arttırmaktadır. Kısa anodizasyon süresi için voltaj yükseltildiğinde, yüzey ıslanabilirlik özelliği artmakta ve yüzey temas açısı yaklaşık olarak %32 olarak düşmektedir. Uzun anodizasyon durumunda ise, voltaj yükseltildiği zaman, temas açısı sadece % 10 düşmektedir. Uzun ve kısa anodizasyon süresince anodizasyon voltajı arttıkça yüzey ıslanabilirliği artmaktadır. Anodizasyon süresi durumunda ise, düşük voltaj uygulandığı zaman, yüzey temas açısı %11 düşmektedir. Diğer taraftan yüksek voltajda, anodizasyon süresi 10 dakikadan 45 dakikaya yükseltildiği zaman, temas açısı %17 artmaktadır. Nanotüpte ise, yüzey temas açısı kaplanmamış yüzeyden düşük olmasına rağmen kaplanmış yüzeylerin temas açısından yüksektir. Diğer taraftan, nano tanecikli yüzeyin temas açısı kaplanmış yüzeylerin çoğundan daha düşüktür. Bu durum da oksit taneciklerinin küçük olmasından kaynaklanıyor olabilir.

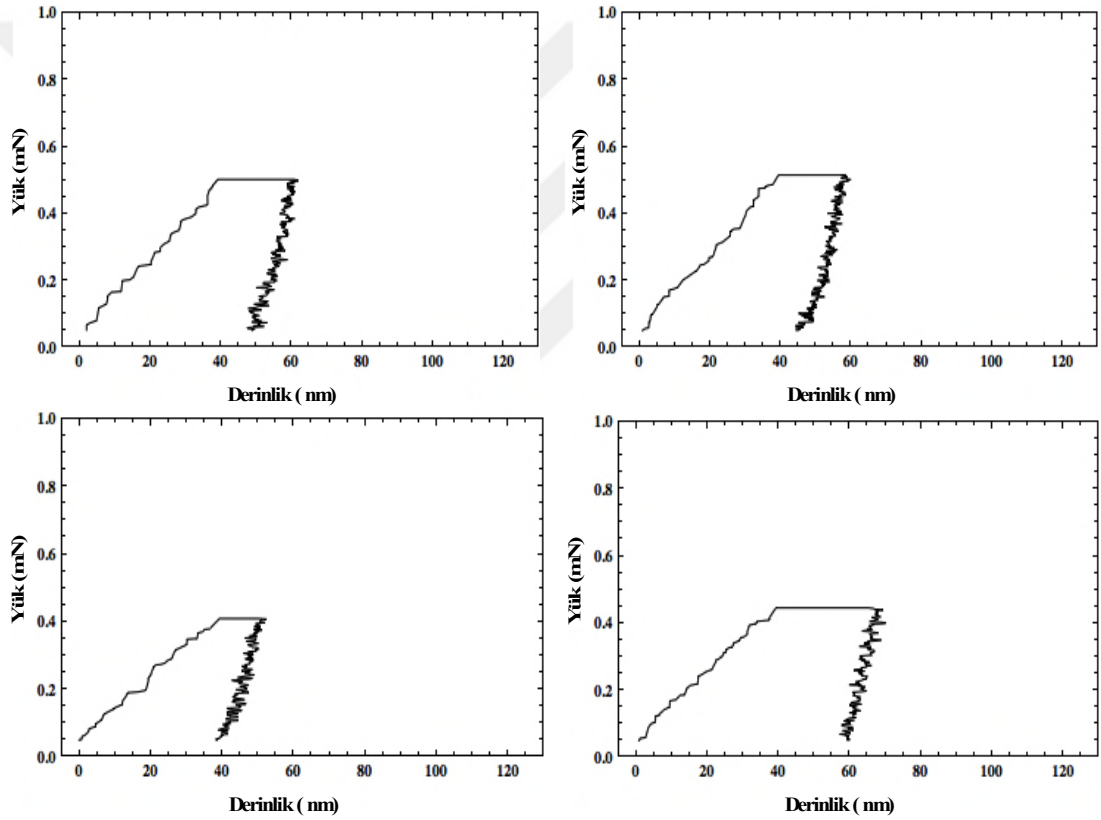
Tablo 5.3. Numunelerin karşılaştırmalı yüzey temas açısı sonuçları

Numuneler	Sağ temas açısı	Sol temas açısı
Kaplanmamış	82.56±3.74	82.83±3.72
10 V 10 dakika	68.73±0.87	69.23±0.95
10 V 45 dakika	60.53±1.87	60.66±0.74
50V 10 dakika	46.43± 0.36	46.73±1.14
50V 45 dakika	54.2± 0.69	54.7±1.60
Nano tanecik	50.23±1.51	49.6±1.76
Nanotüp	72.72±0.86	72.3±0.82

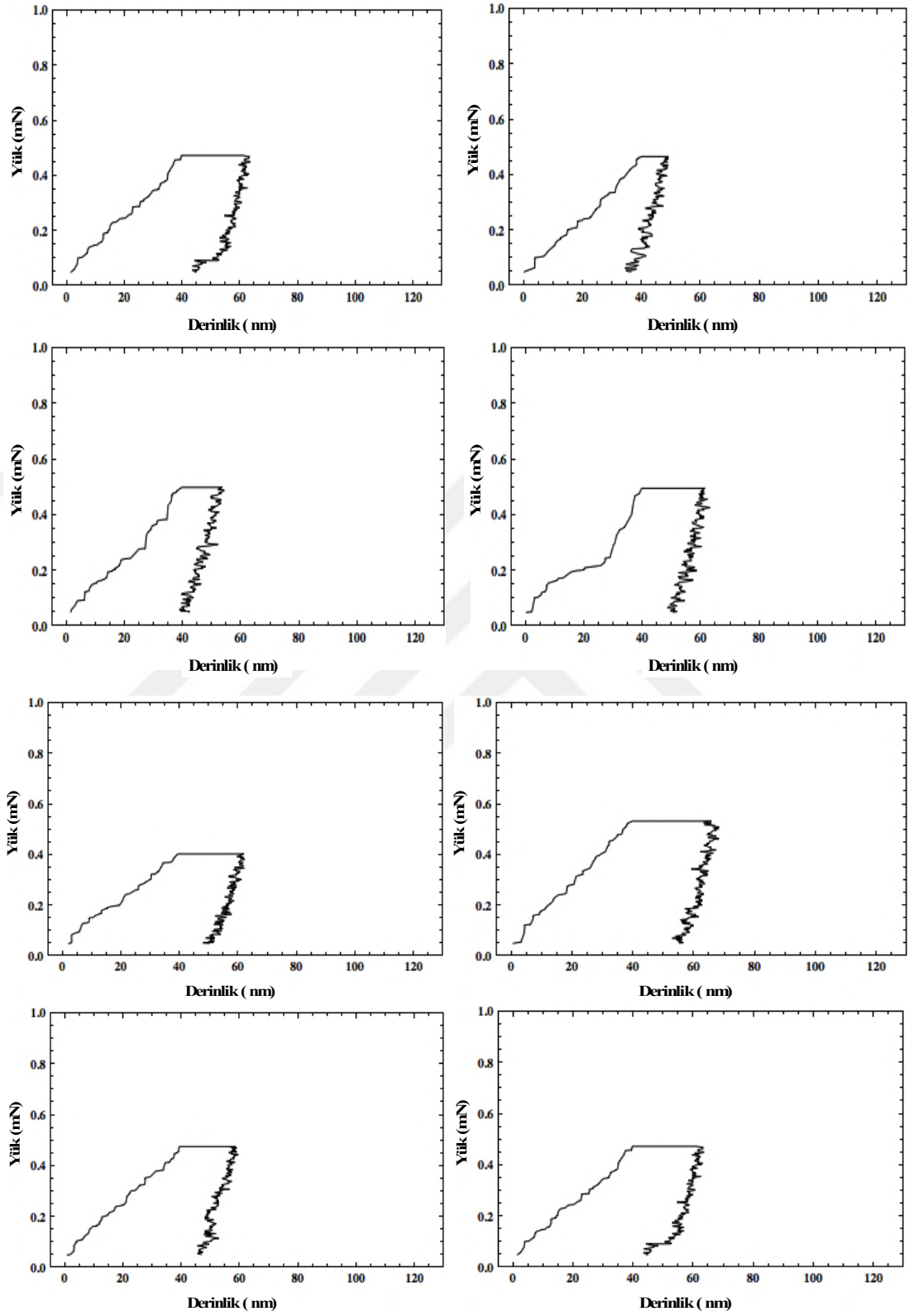
5.3. Nanoindentasyon Çalışmaları

5.3.1. Parlatılmış yüzeylerin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

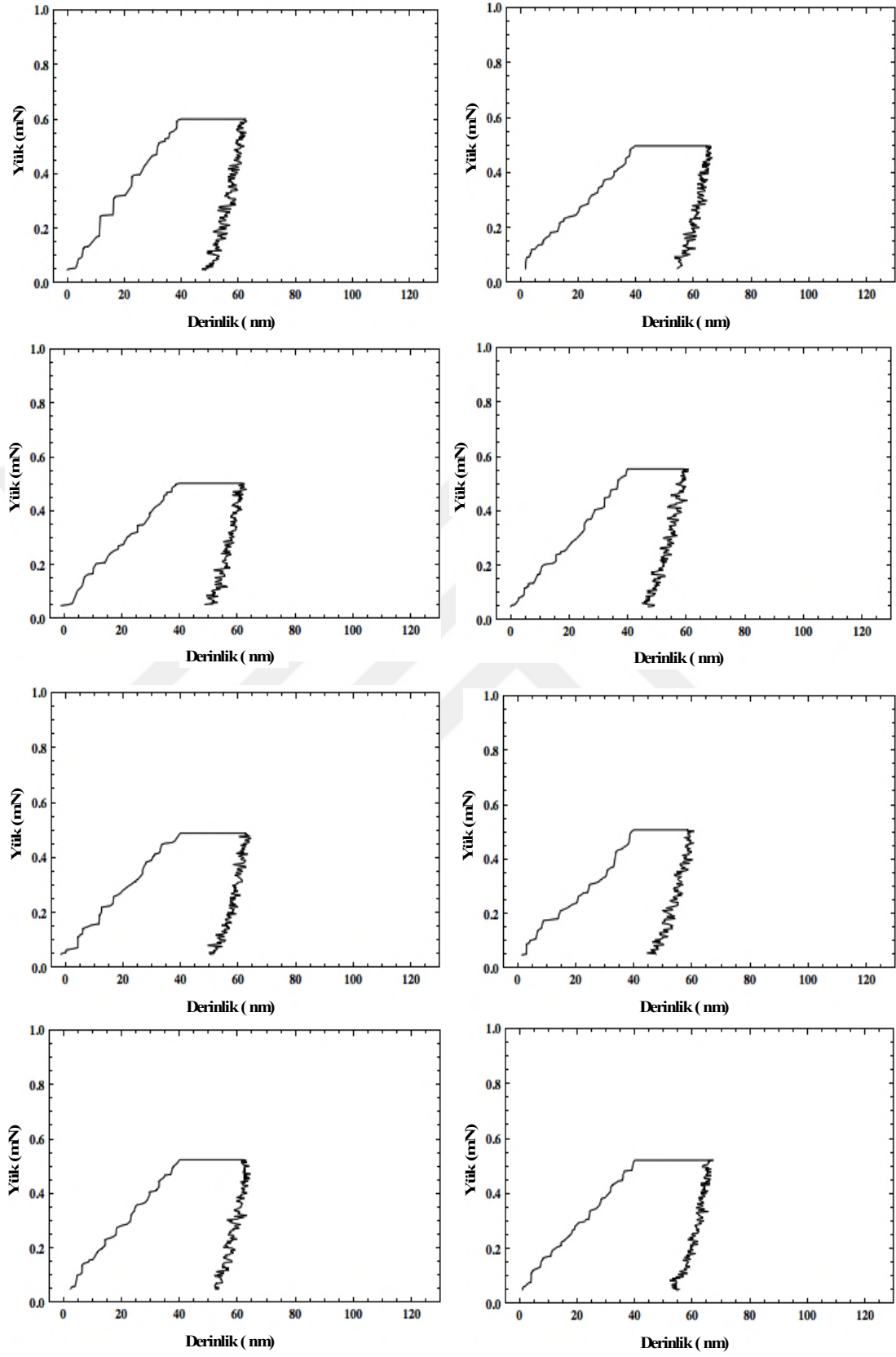
Parlatılmış yüzeylerin nanoindentasyon deney sonuçları Şekil 5.130.’da gösterilmiştir. Bu şekilde, bu numune üzerinde yapılan her bir deneye ait diyagramlar tek tek gösterilmektedir. En son diyagramda, nanoindentasyon deneylerinin hepsi toplu halde tek bir eğride gösterilmektedir.



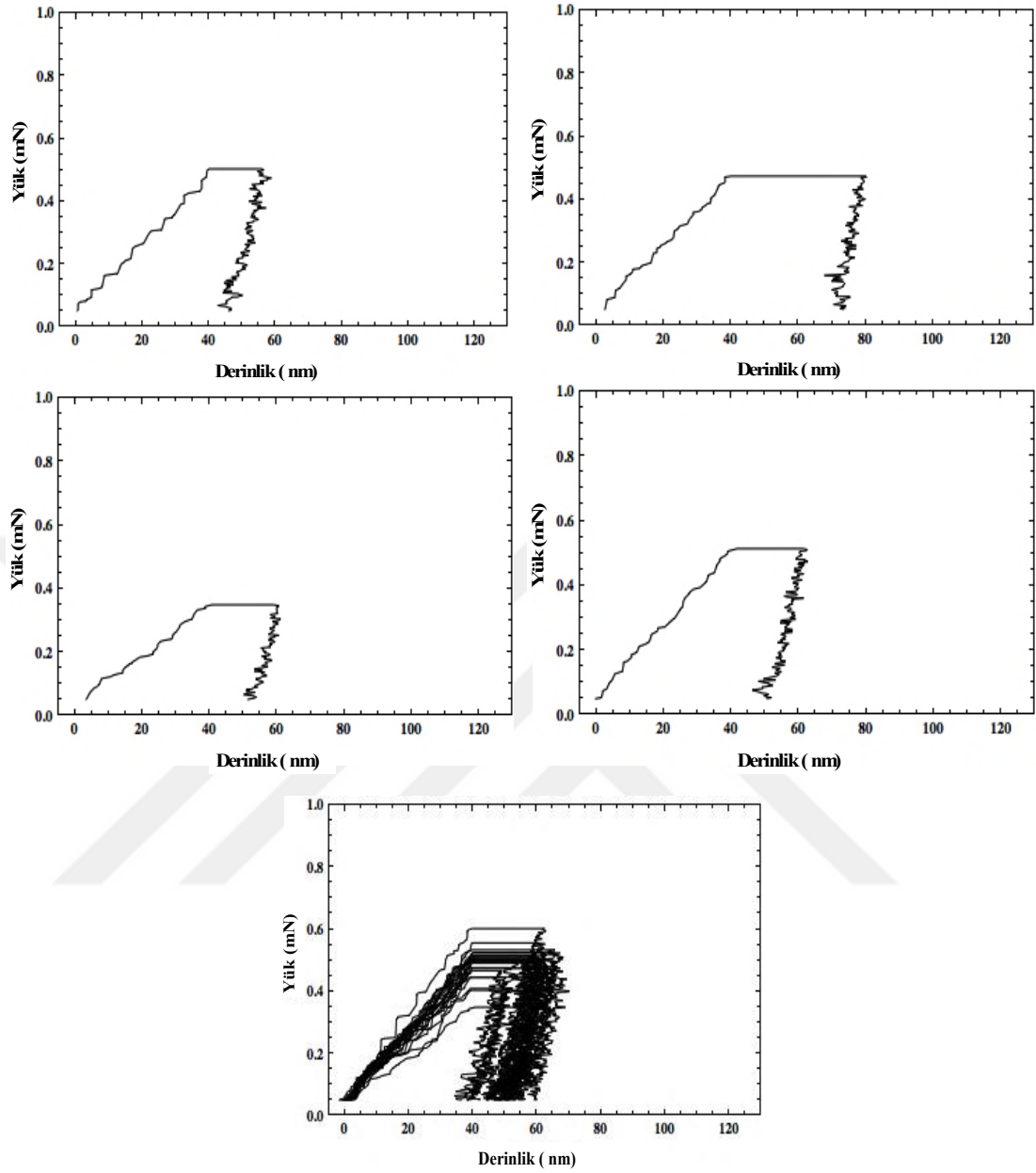
Şekil 5.130. Parlatılmış titanyum yüzeyinin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.130. (Devamı).



Şekil 5.130. (Devamı).

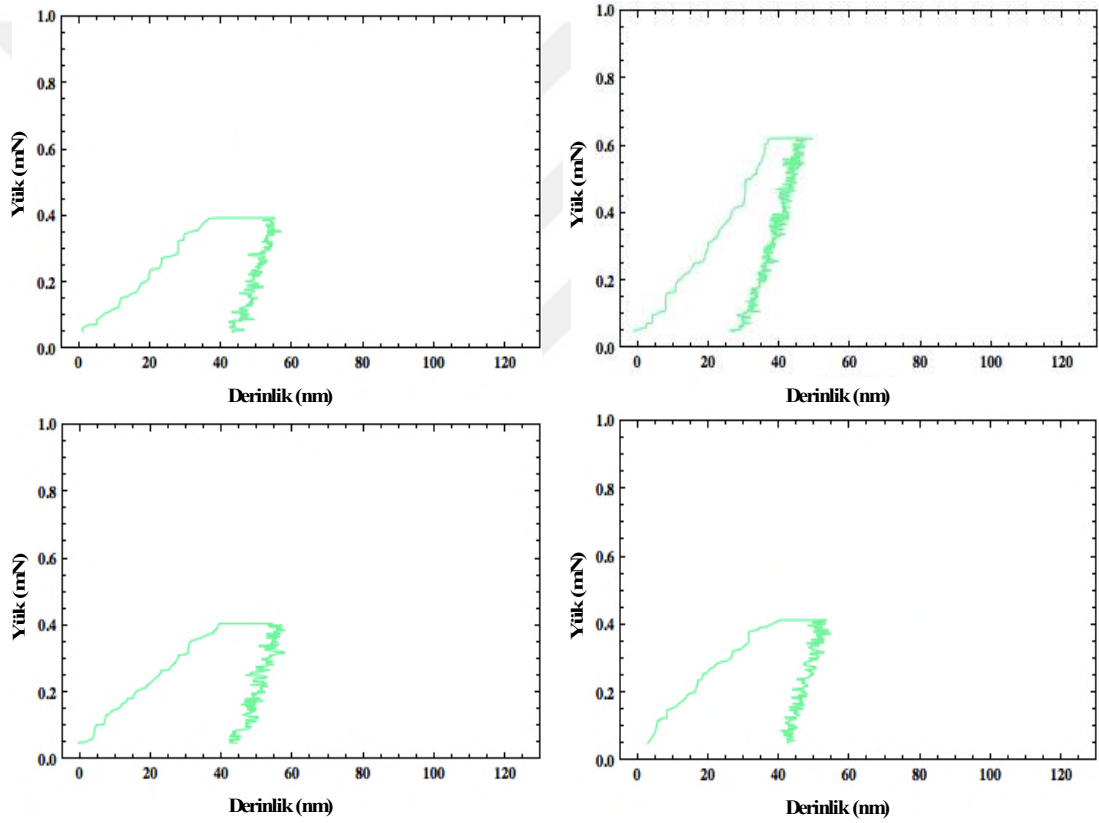


Şekil 5.130. (Devamı).

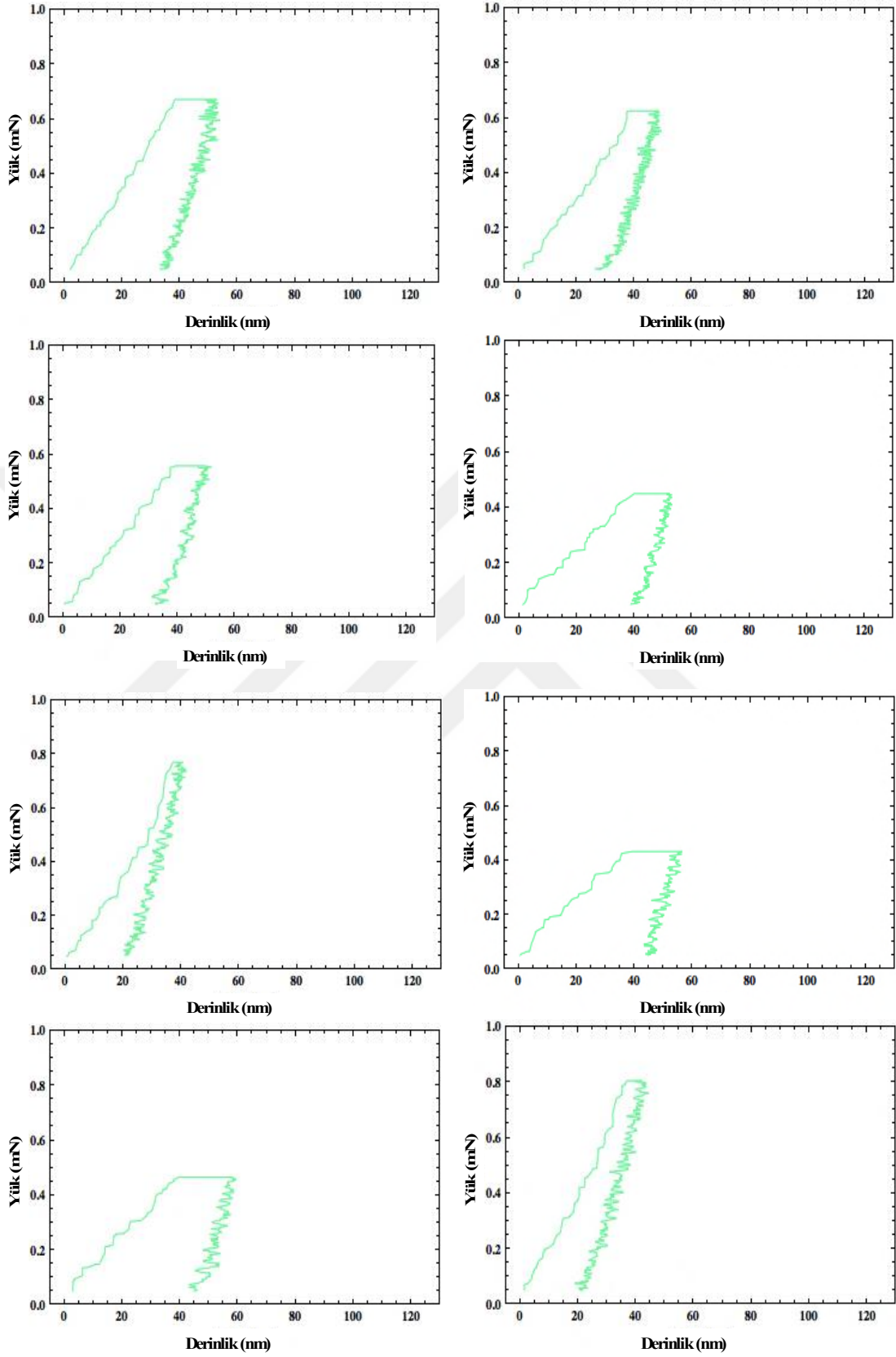
5.3.2. Nano pürüzlü yüzeylerin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait nanoindentasyon testleri Şekil 5.131.’de gösterilmiştir. Bu şekildeki son egride, bütün nanoindentasyon testleri toplu halde gösterilmiştir. Oksidasyon başlar başlamaz, malzemenin yüzeyi kimyasal kompozisyon ve fiziksel açıdan homojen olmayan bir

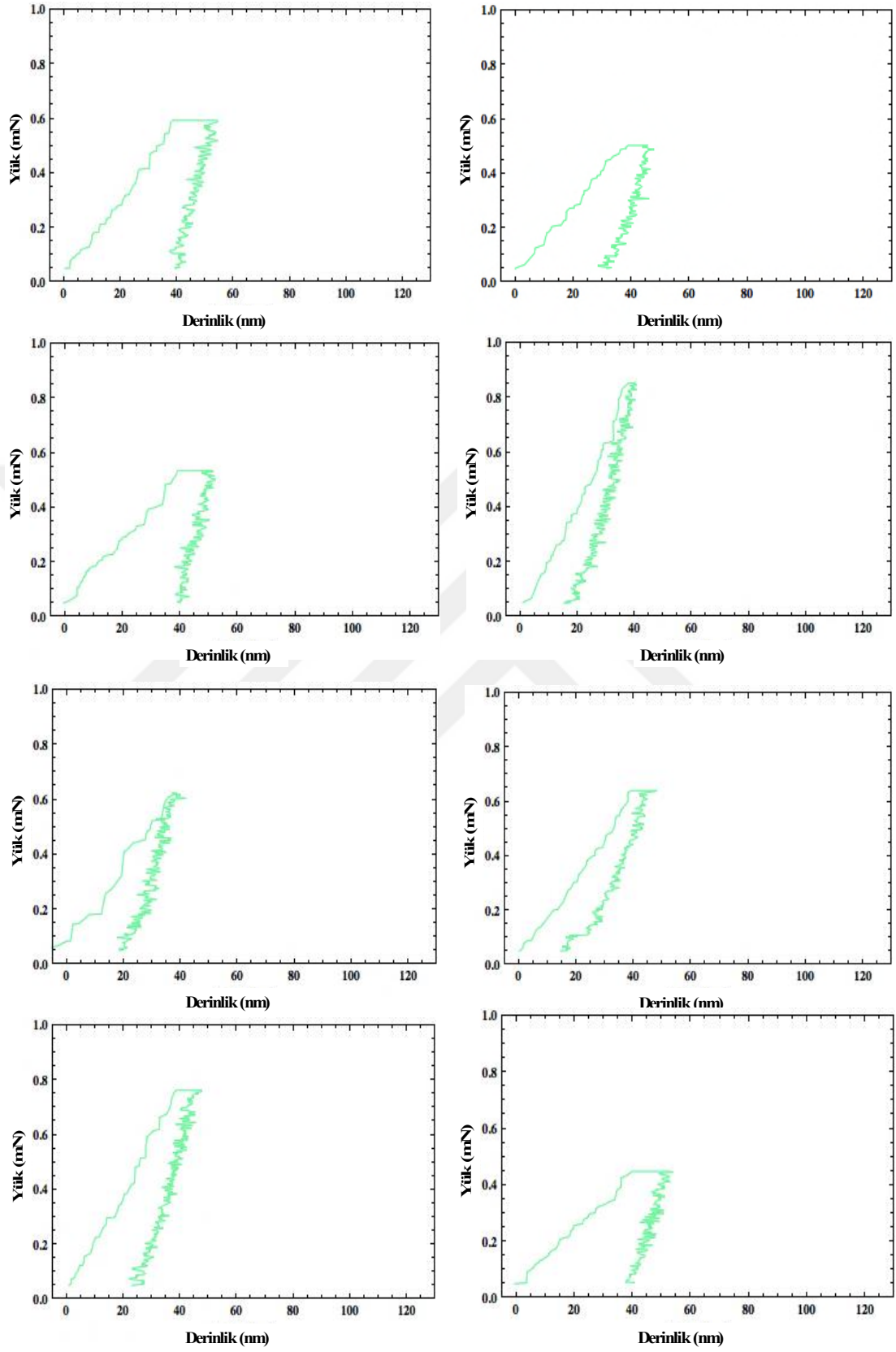
yapıya dönüşür. 10V 10 dakika uygulayarak yapılan anodizasyon sonucunda oksijen titanyum katı çözeltilisinin oluştuğu EDX çalışmalarıyla ortaya konulmuştur. Dolayısıyla bu olayın, Şekil 5.131.'de görüldüğü üzere yüzeylerin mekanik özelliklerini değiştirdiği görülmektedir. Üstelik, yüzeyde titanyumun olmadığı diğer oksidasyon şartlarına göre 10V 10 dakika uygulayarak yapılan anodizasyon işleminde yüzeyde az miktarda saf titanyum da olabilir. Diğer şartlara oranla 10V 10 dakika uygulayarak yapılan anodizasyonda titanyum ve diğer fazlar arasında nanoindentasyon deneylerinde büyük farklılıklar görülmektedir. Bu daha yüksek farklılıklara yol açmaktadır.



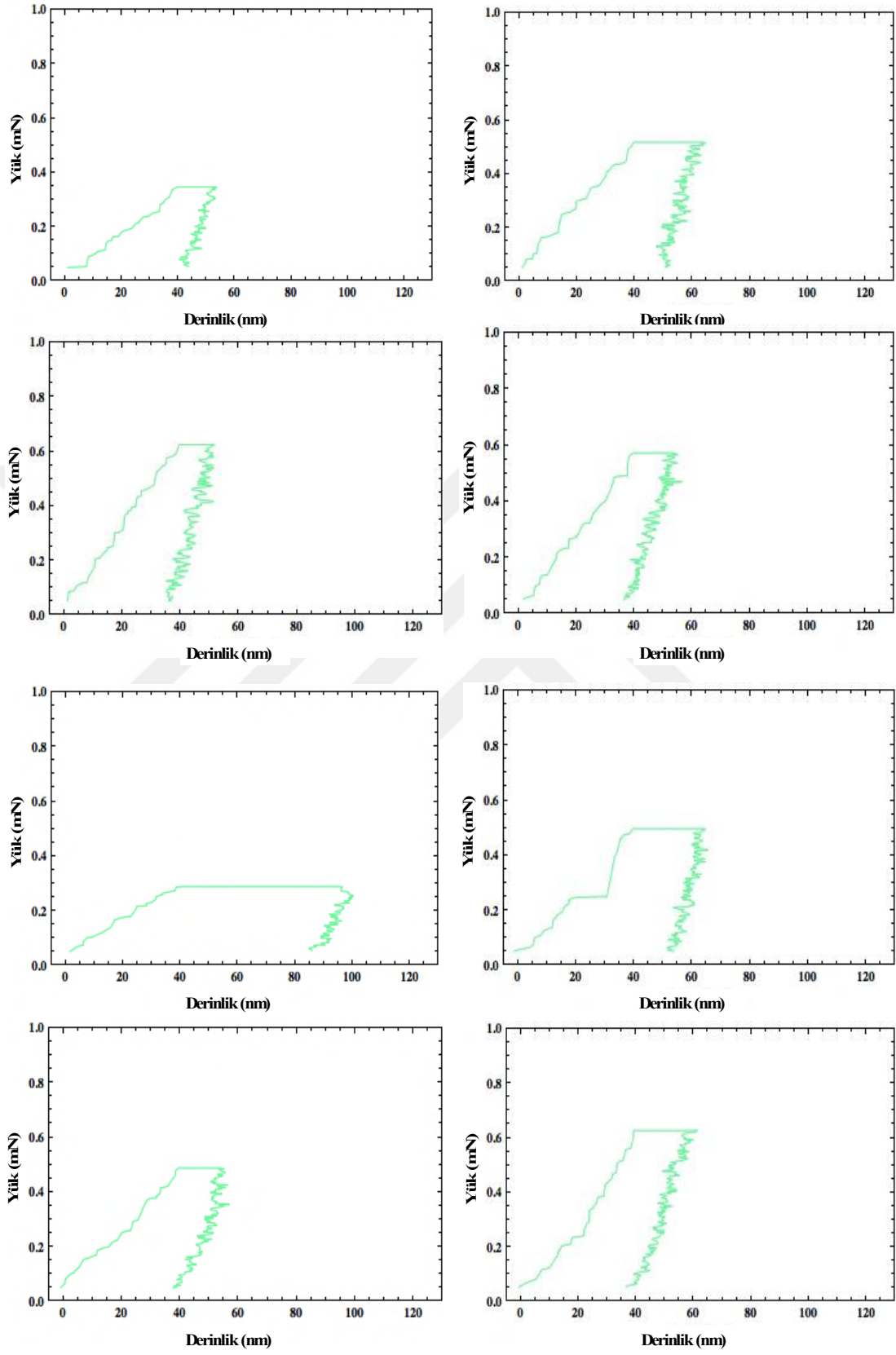
Şekil 5.131. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



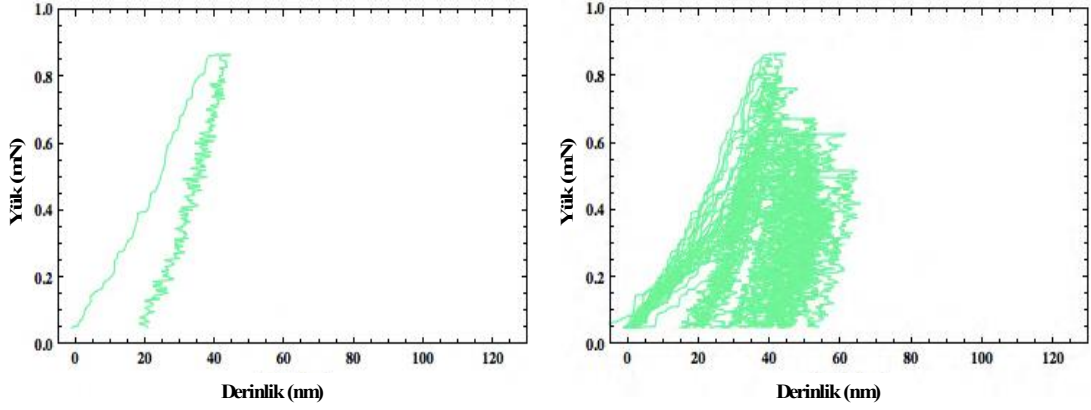
Şekil 5.131. (Devamı).



Şekil 5.131. (Devamı).

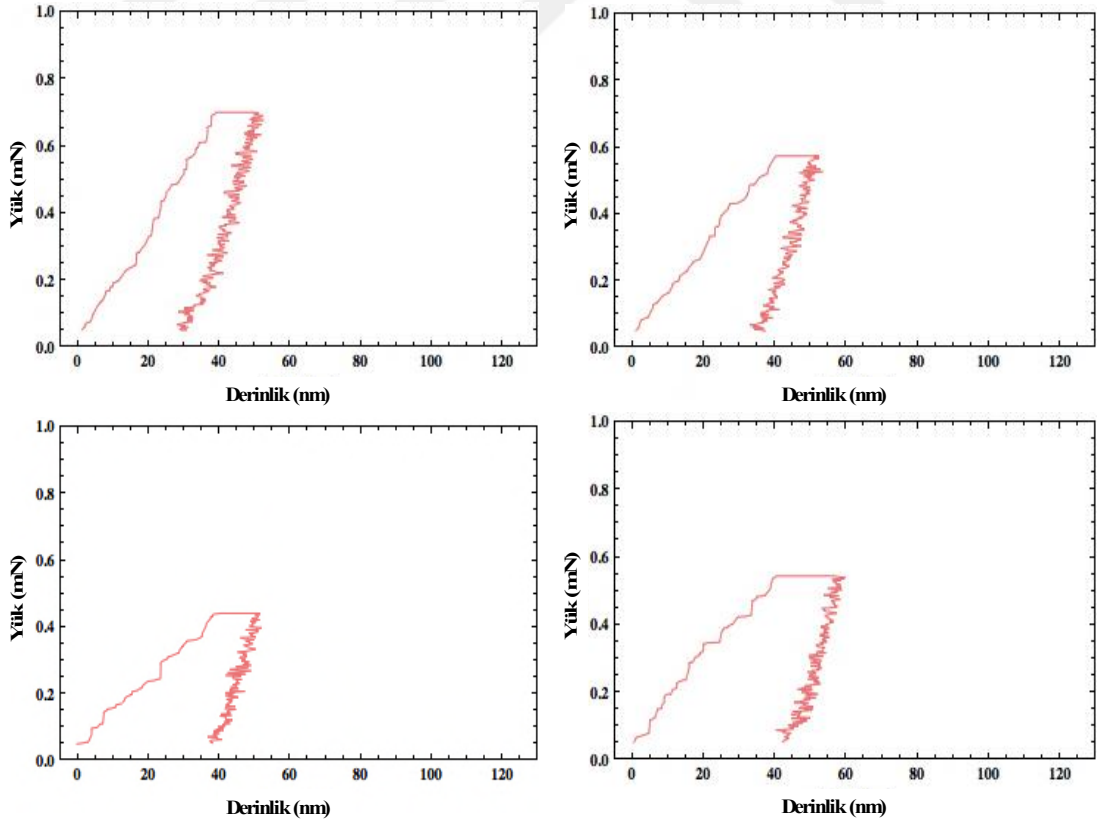


Şekil 5.131. (Devamı).

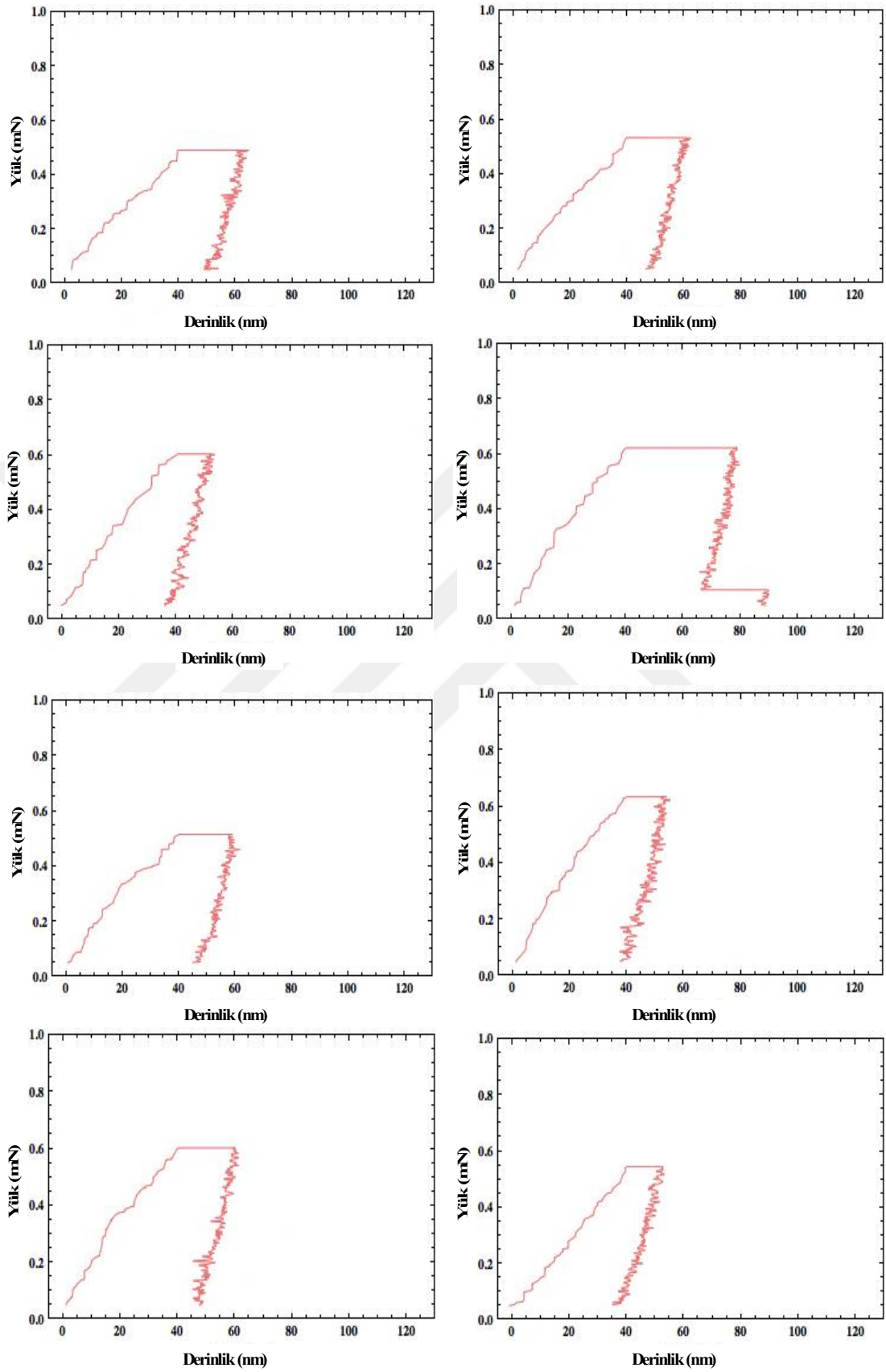


Şekil 5.131. (Devamı).

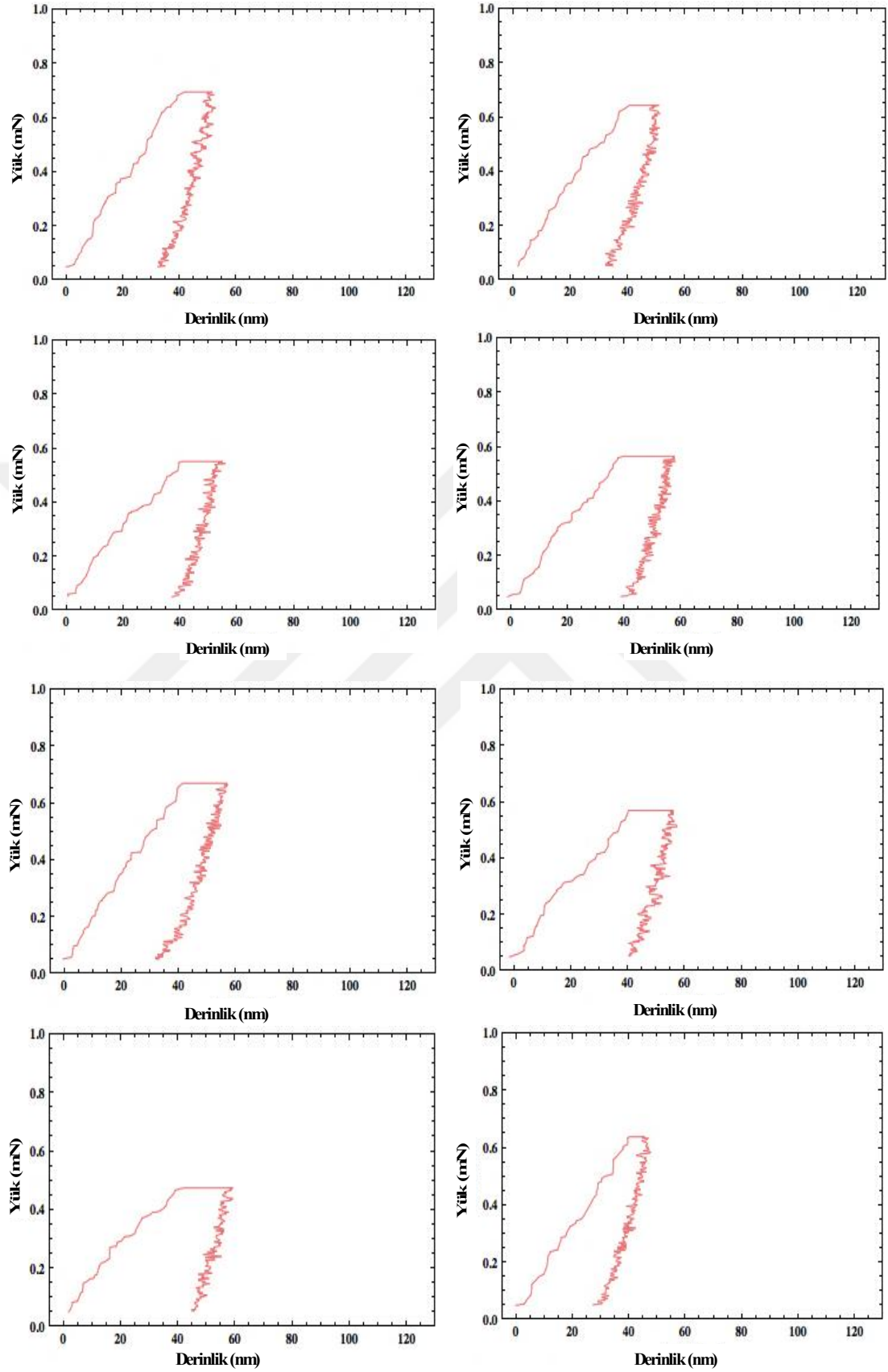
10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait nanoindentasyon testleri Şekil 5.132.'de gösterilmiştir. Bu numuneye ait nanoindentasyon deneylerinde de farklılıklar vardır. Bu farklılıklar, EDX çalışmalarında açıklandığı üzere, değişik faz ve yönelimlerden kaynaklanıyor olabilir. Buna rağmen, bu farklılık 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan yüzeydeki farklılıktan daha azdır.



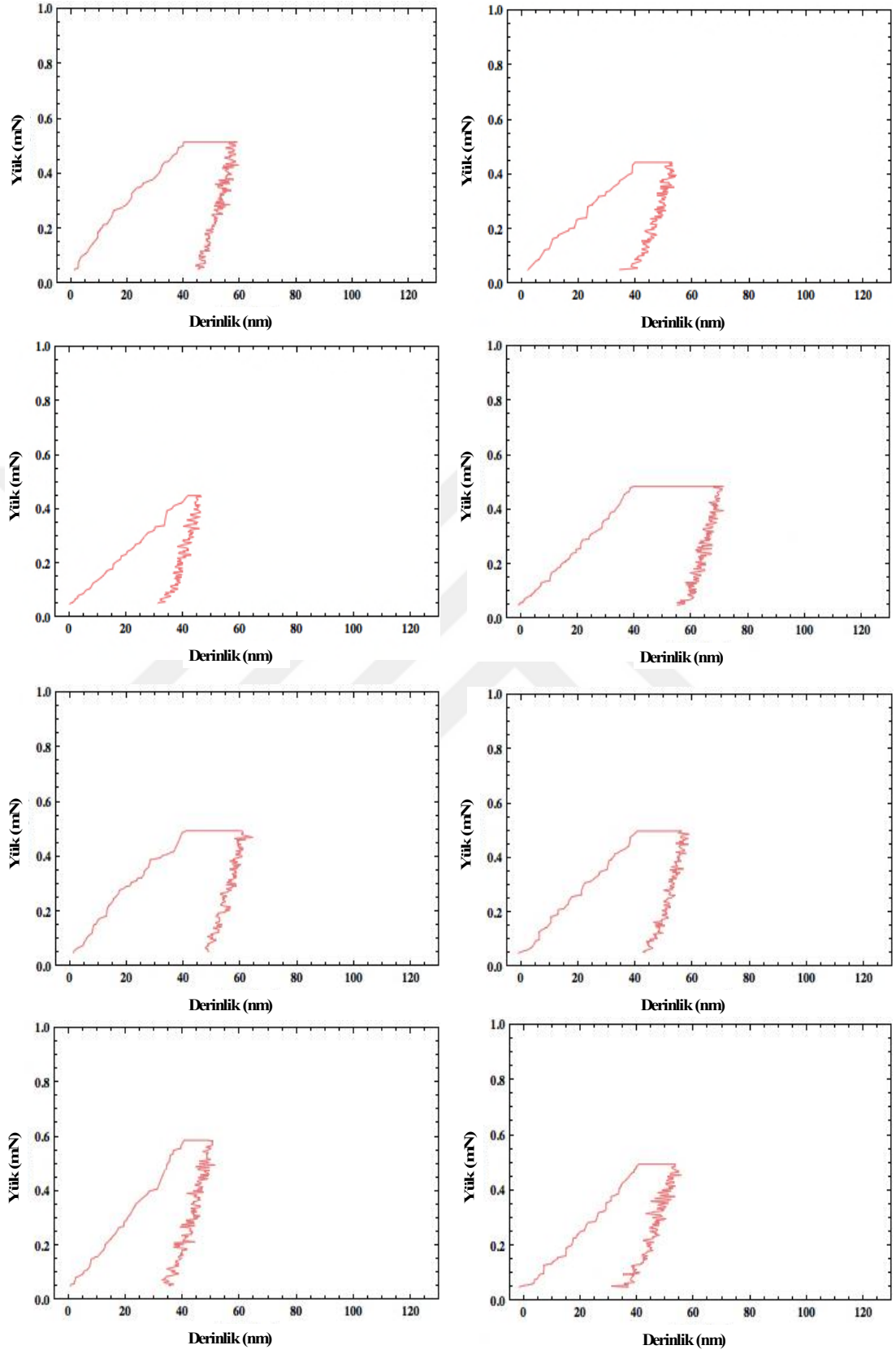
Şekil 5.132. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



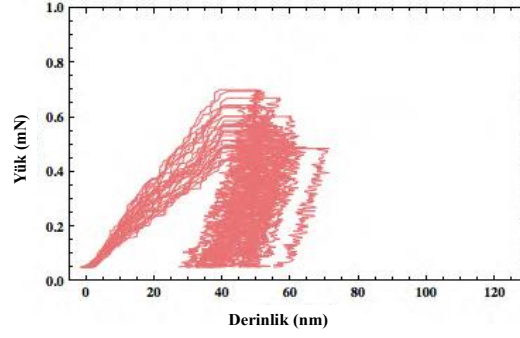
Şekil 5.132. (Devamı).



Şekil 5.132. (Devamı).

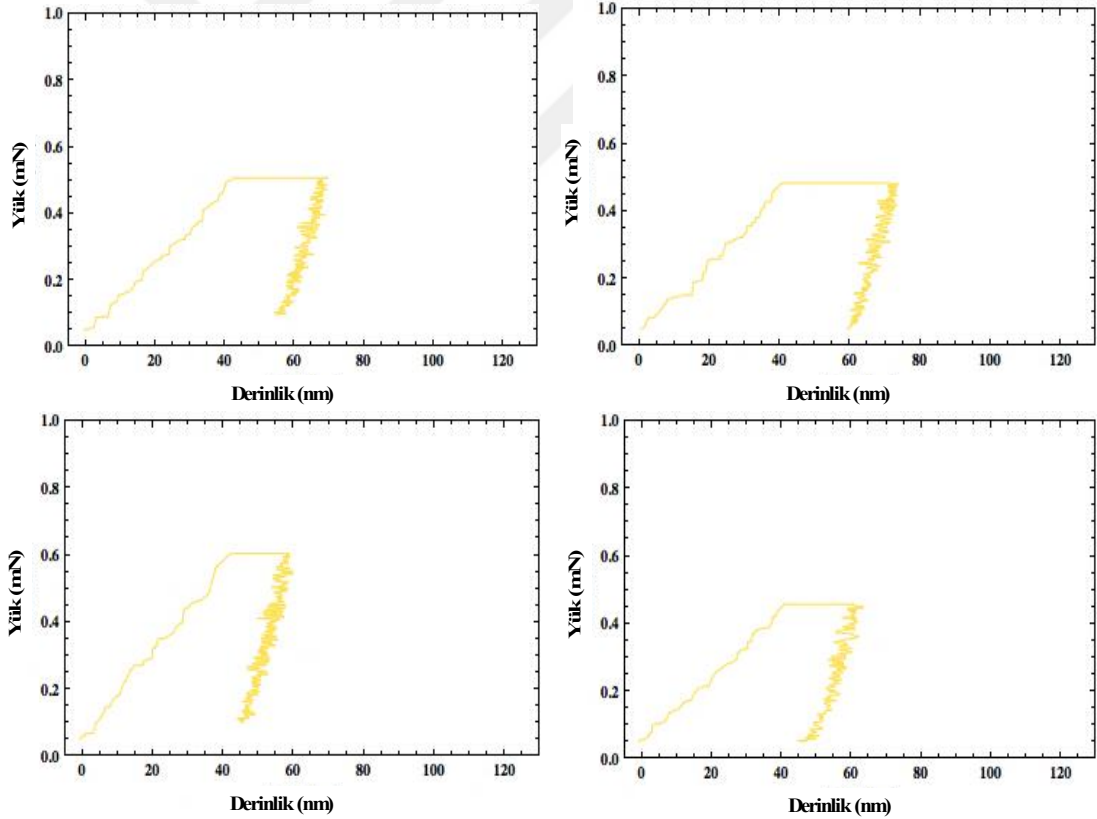


Şekil 5.132. (Devamı).

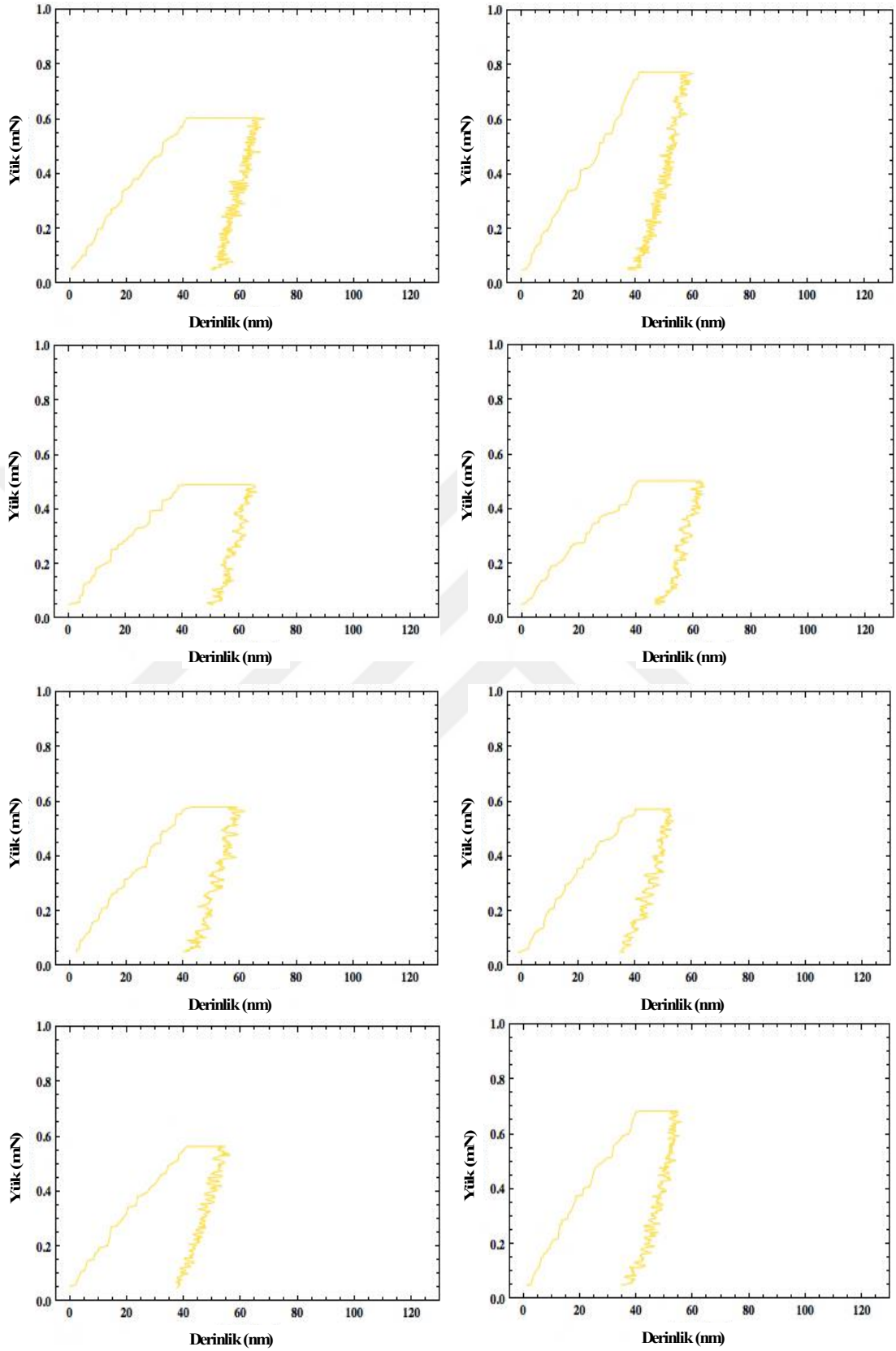


Şekil 5.132. (Devamı).

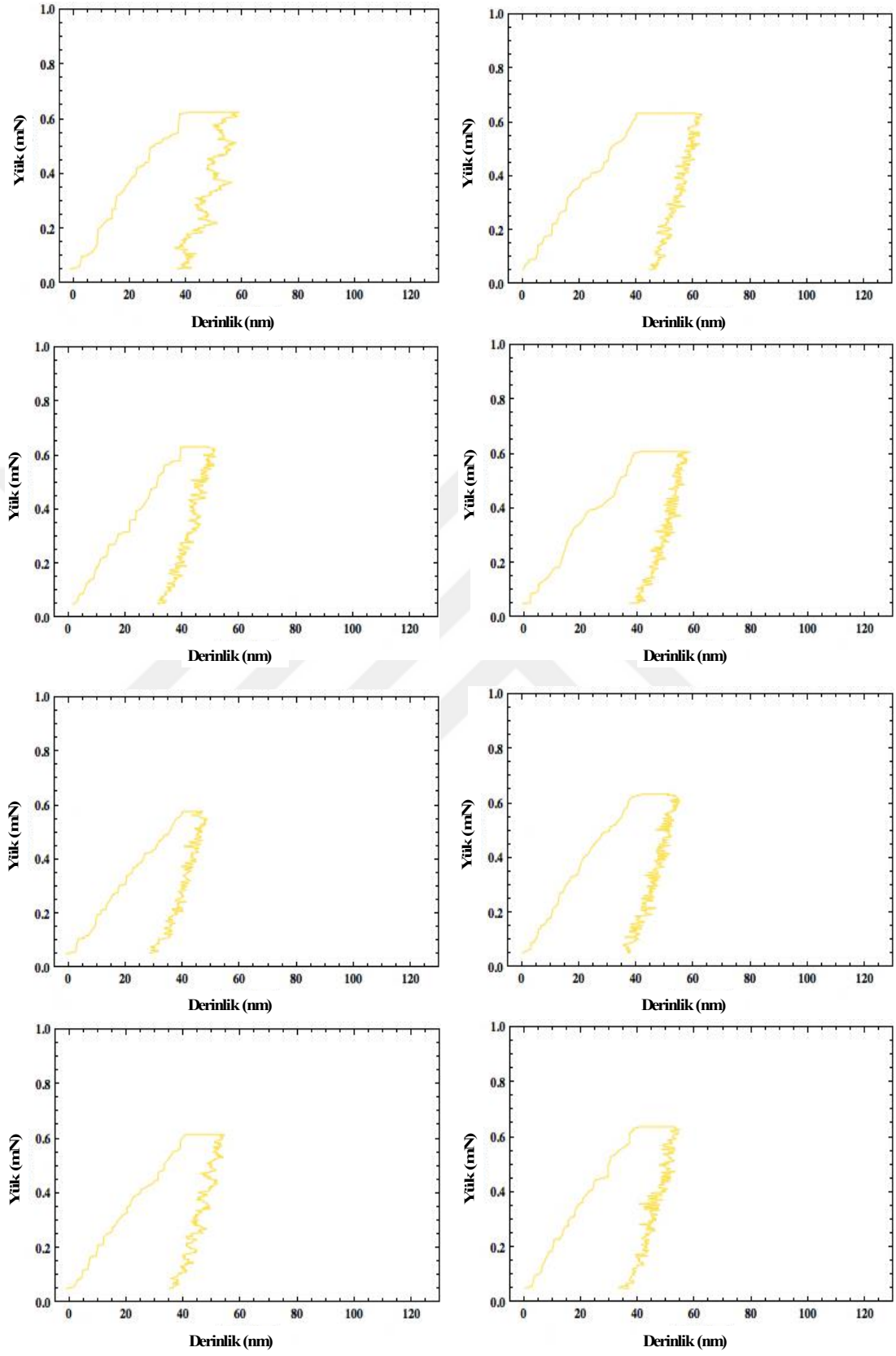
50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait nanoindentasyon testleri Şekil 5.133.'de gösterilmiştir. Diğer örneklerde de olduğu üzere, farklı titanyum oksit fazları ve yüzey pürüzlülüğüne bağlı olarak nanoindentasyon diyagramlarında farklılıklar görülmektedir.



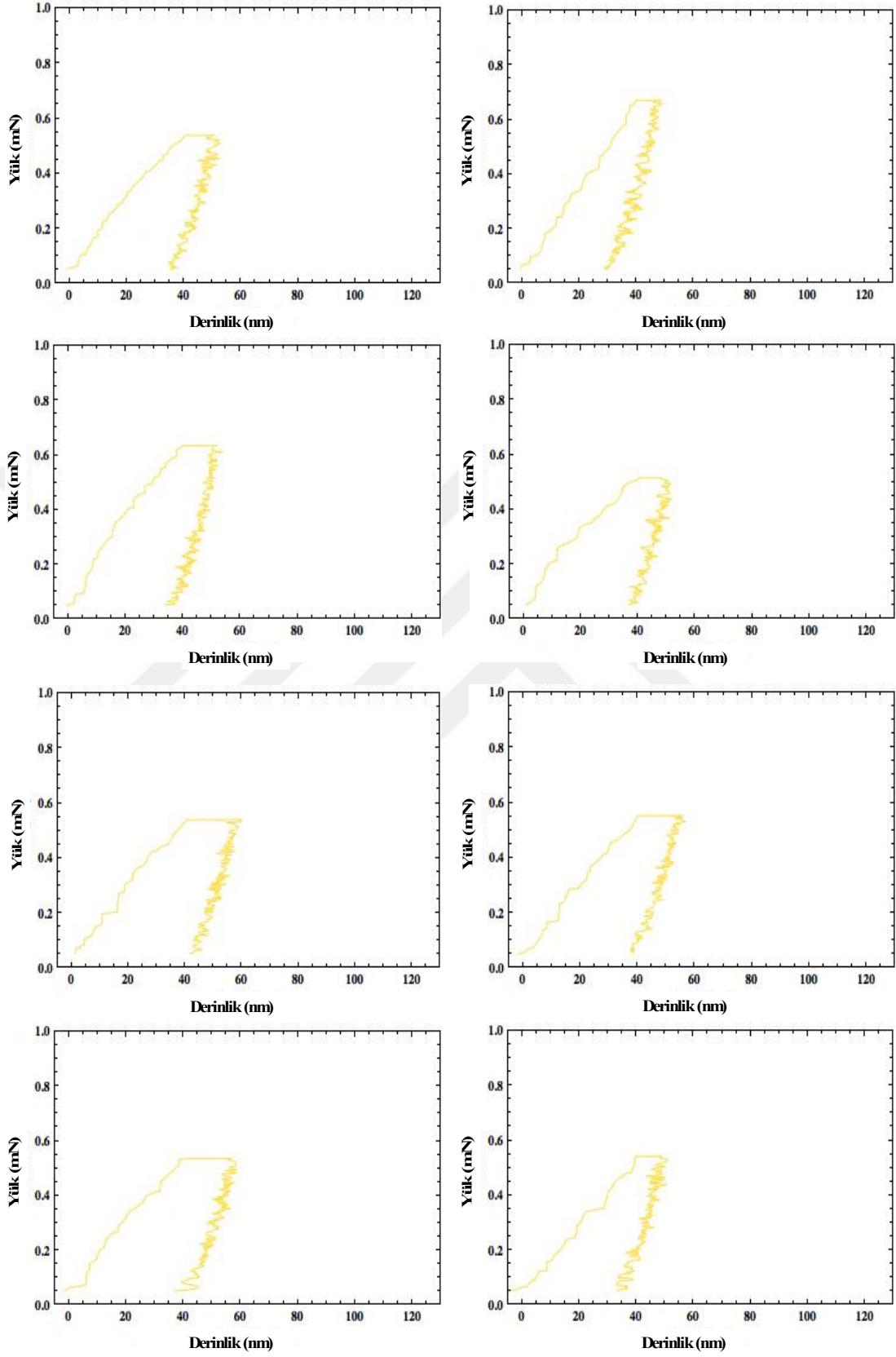
Şekil 5.133. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



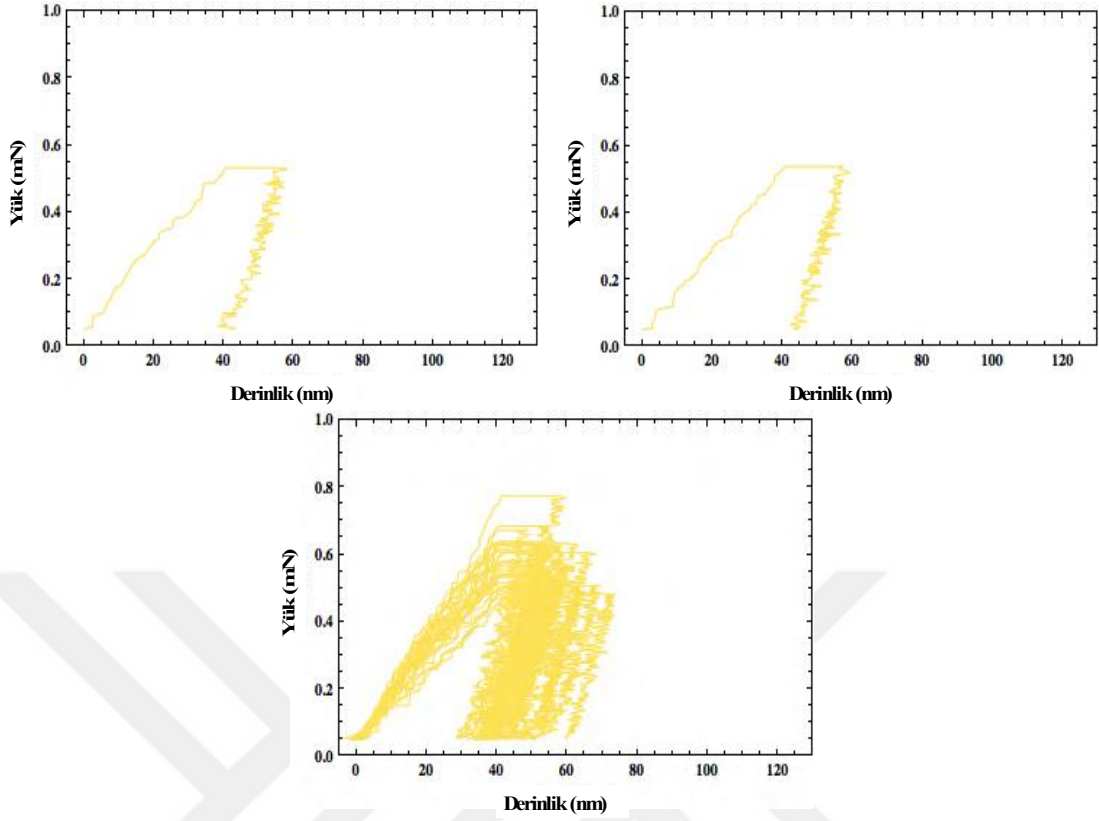
Şekil 5.133. (Devamı).



Şekil 5.133. (Devamı).

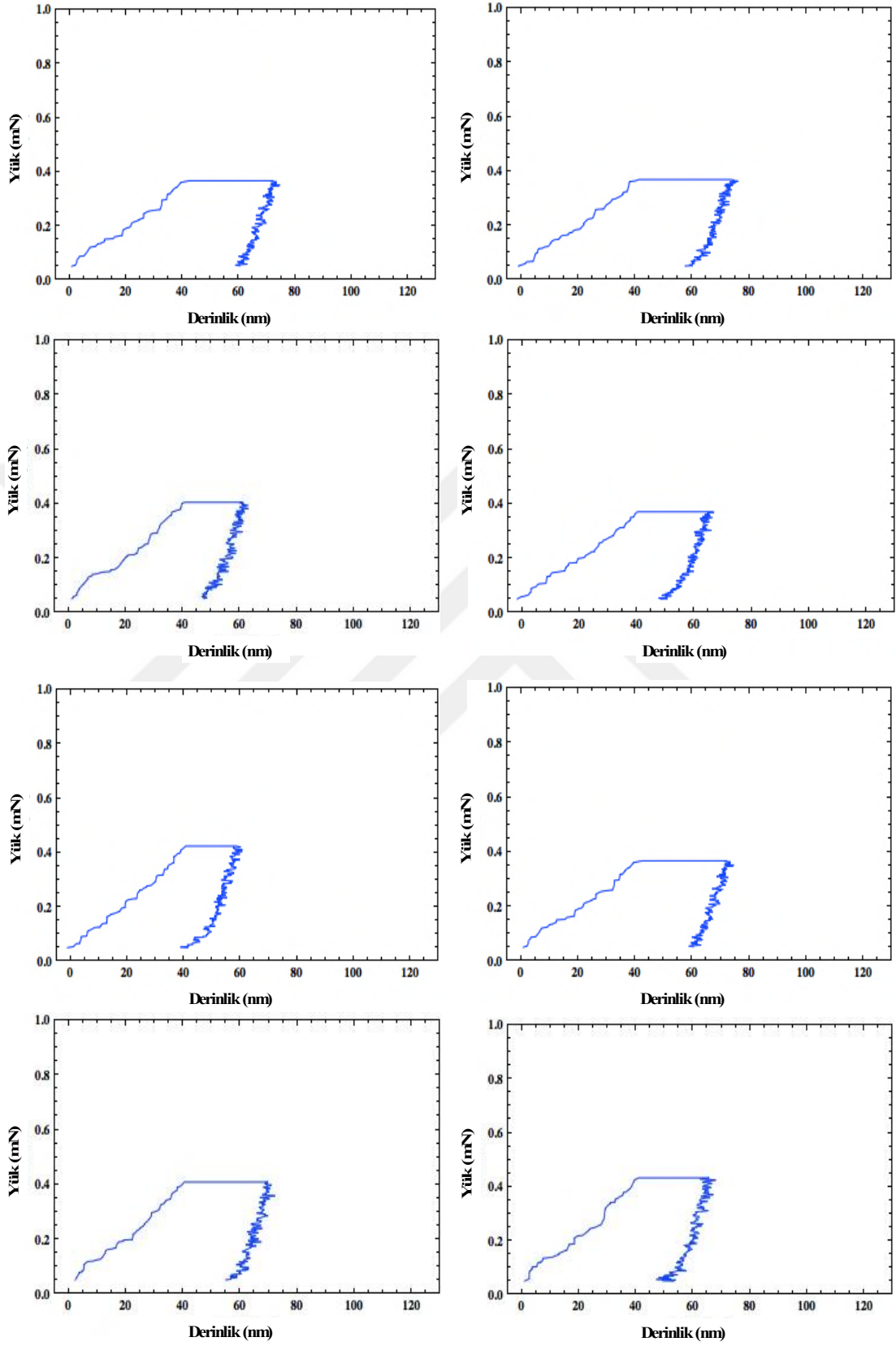


Şekil 5.133. (Devamı).

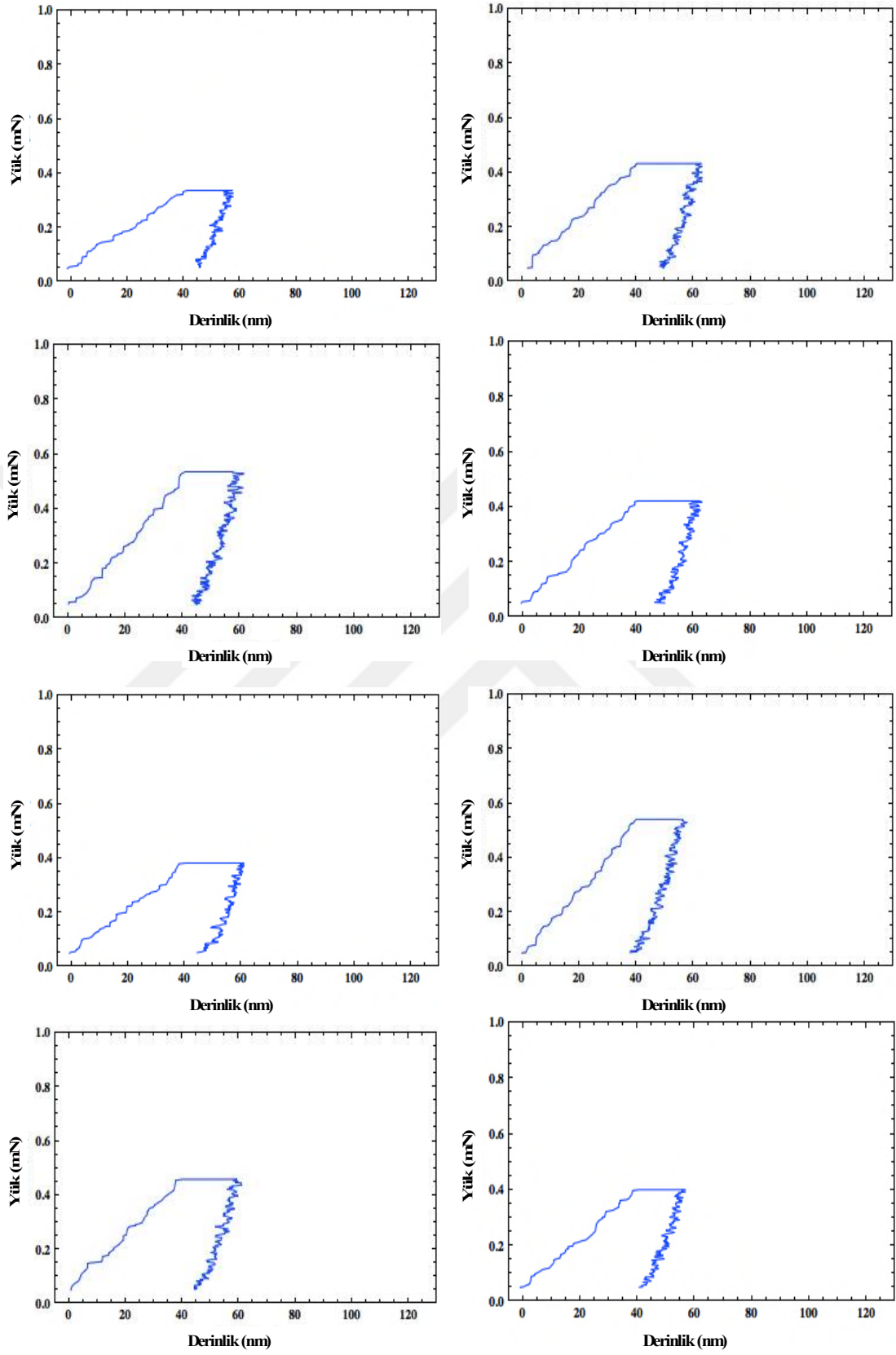


Şekil 5.133. (Devamı).

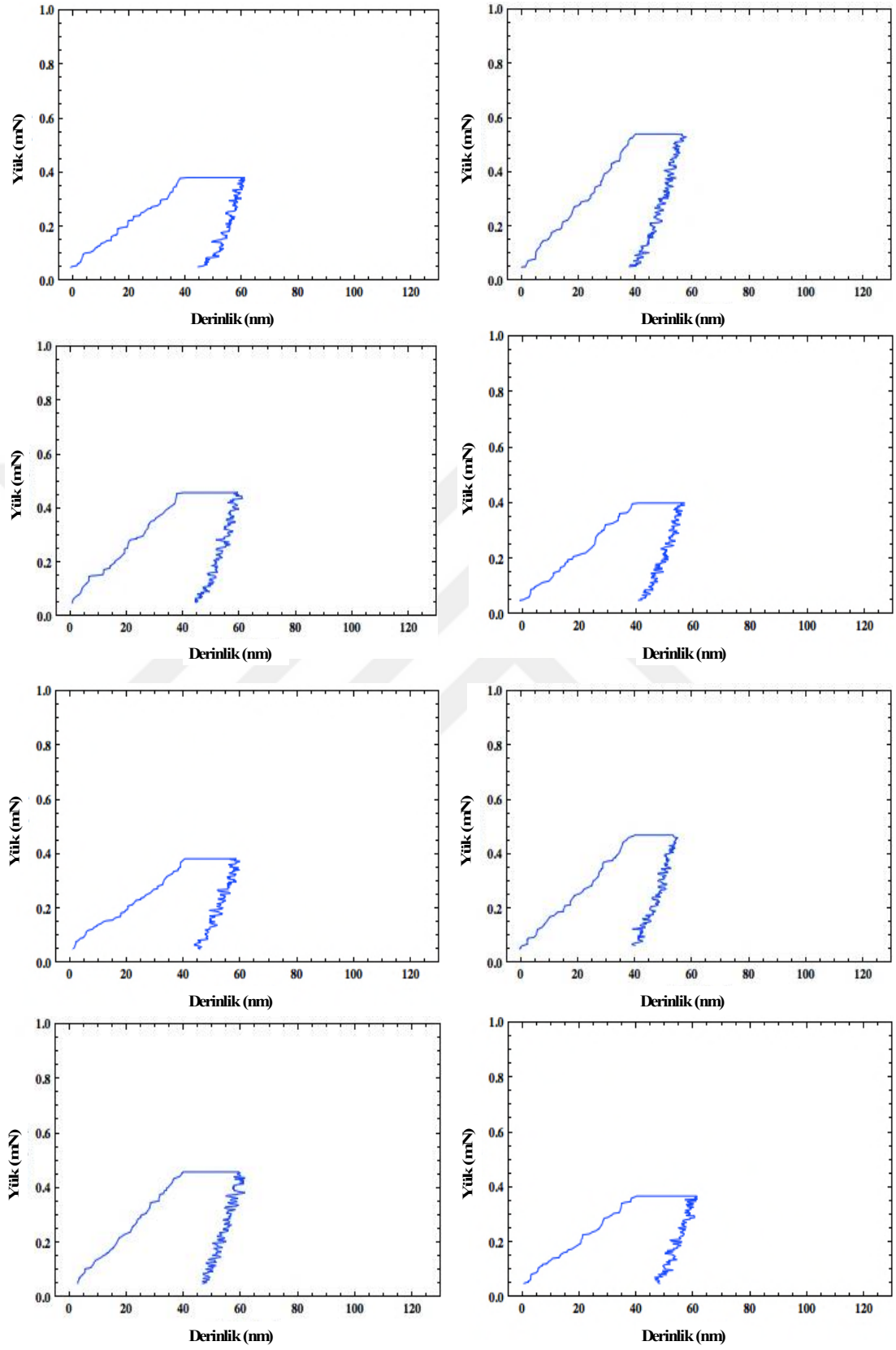
50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait nanoindentasyon testleri Şekil 5.134.'de gösterilmiştir. Oksit tabakasındaki faz farklılıklarından dolayı, bu şekildeki eğrilerde farklılıklar görülmektedir. Bütün nano pürüzlü yüzeyler karşılaştırıldıkları zaman, 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan numunenin sertliği en düşük değere sahiptir. Bu olay yüzeydeki faz farklılıklarından ve yüksek pürüzlülüğünden kaynaklanıyor olabilir.



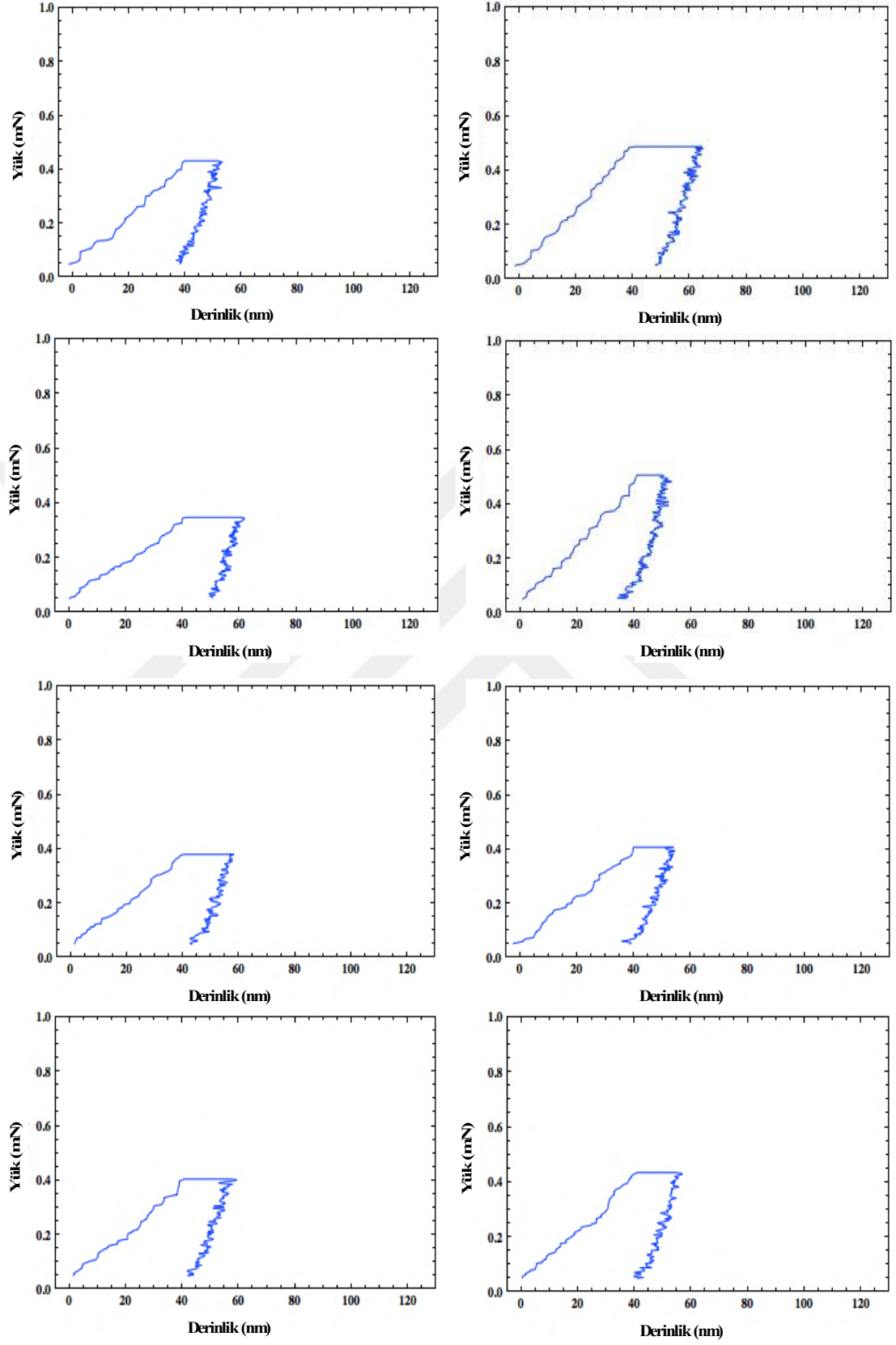
Şekil 5.134. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



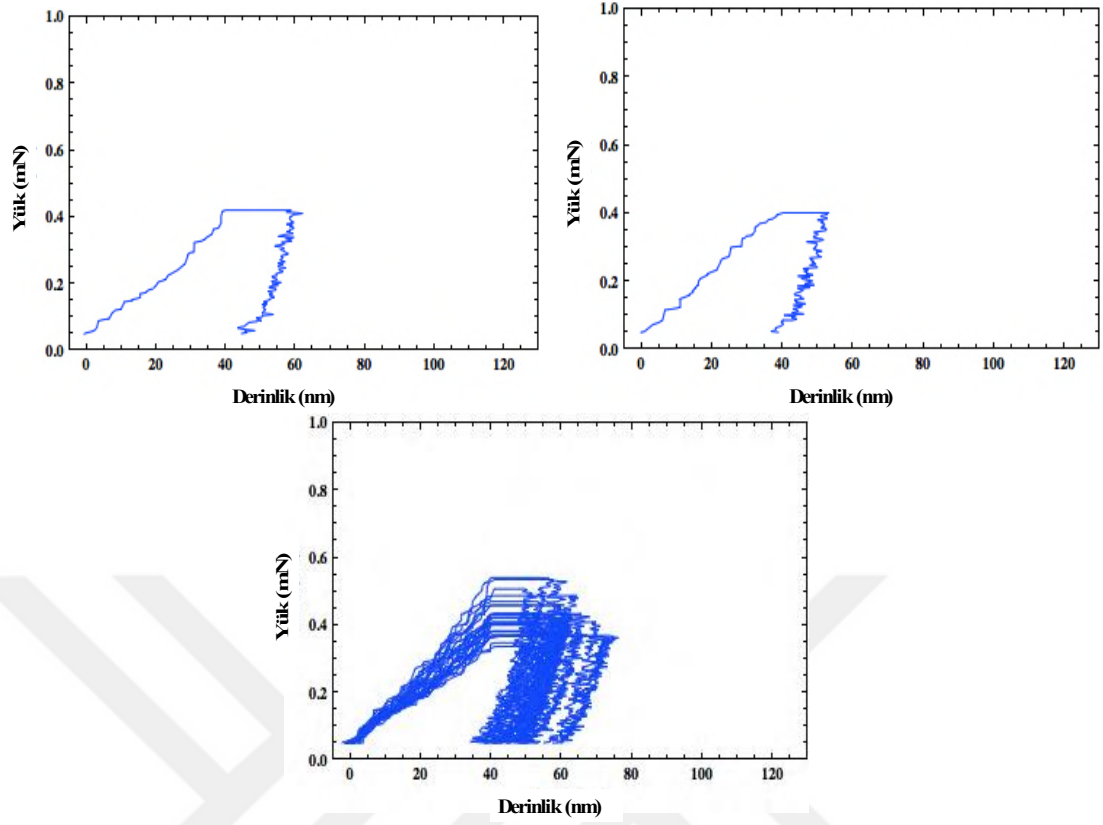
Şekil 5.134. (Devamı).



Şekil 5.134. (Devamı).



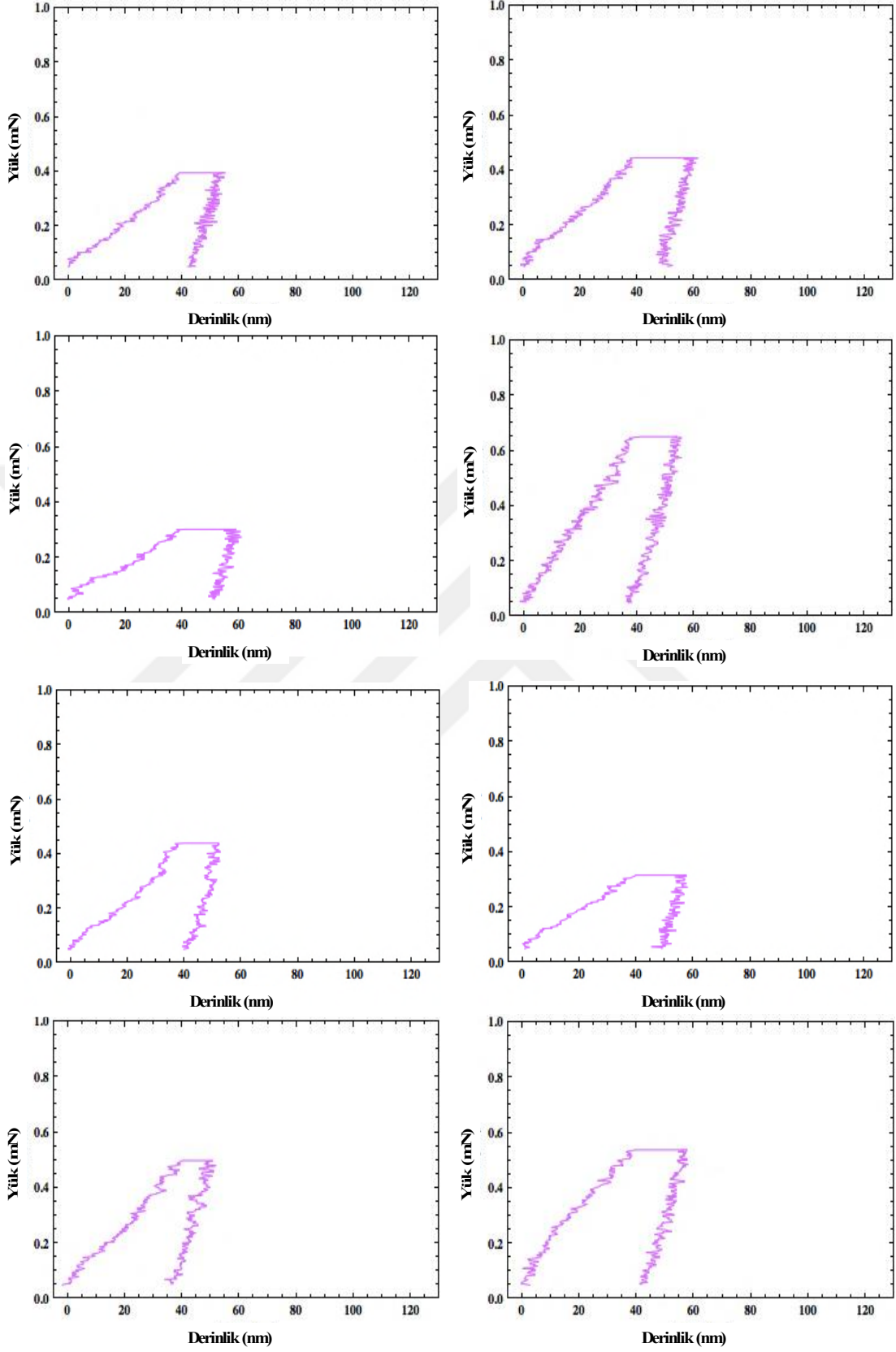
Şekil 5.134. (Devamı).



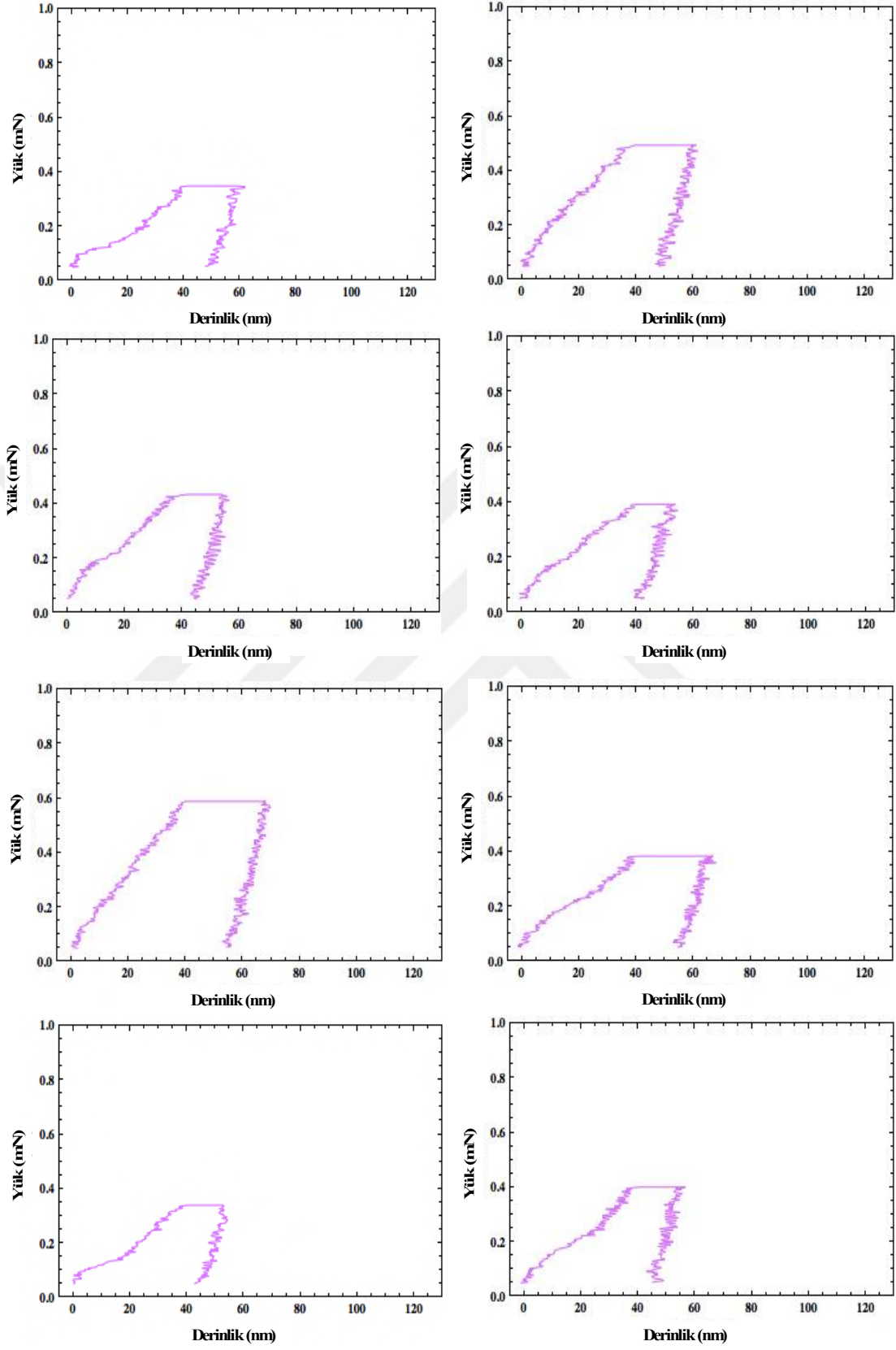
Şekil 5.134. (Devamı).

5.3.3. Nano tanecikli yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

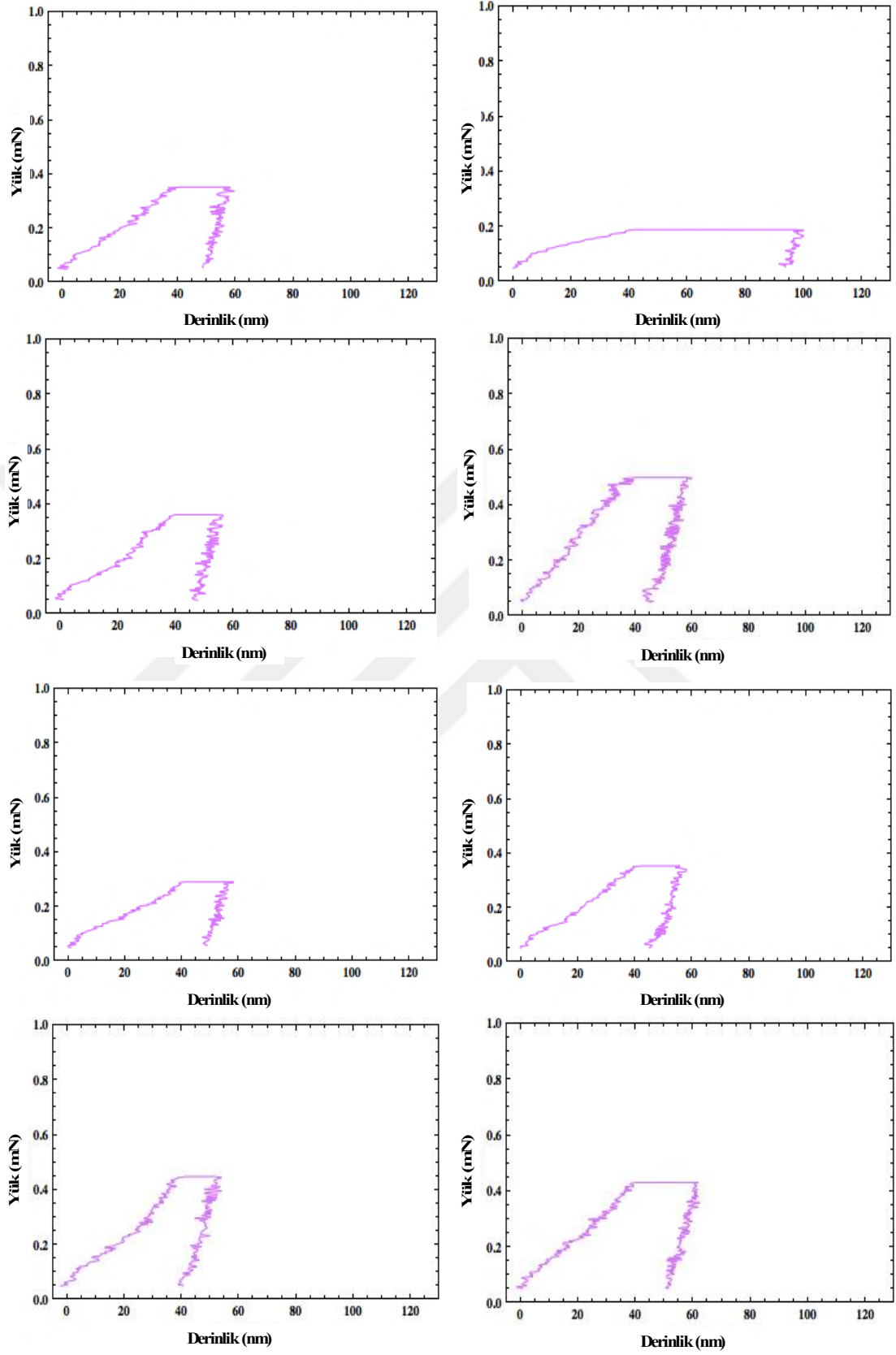
Nano tanecikli yüzeye ait nanoindentasyon testleri Şekil 5.135.’de gösterilmiştir. Bu numunede de diğer numunlerde olduğu gibi yükleme ve boşaltma eğrilerinde farklılıklar gözükmemektedir. Bu da yüzeyin pürüzlü ve homojen olmayan yapısından kaynaklanmaktadır.



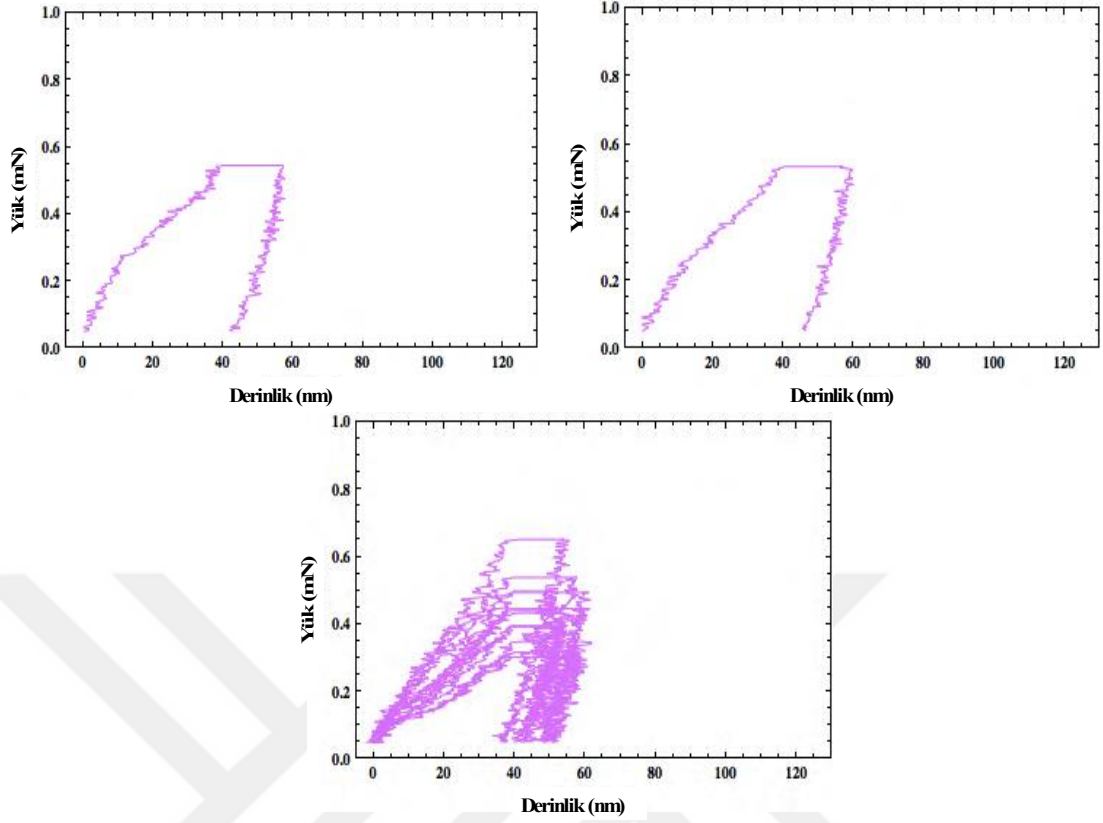
Şekil 5.135. Nano tanecikli yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.135. (Devamı).



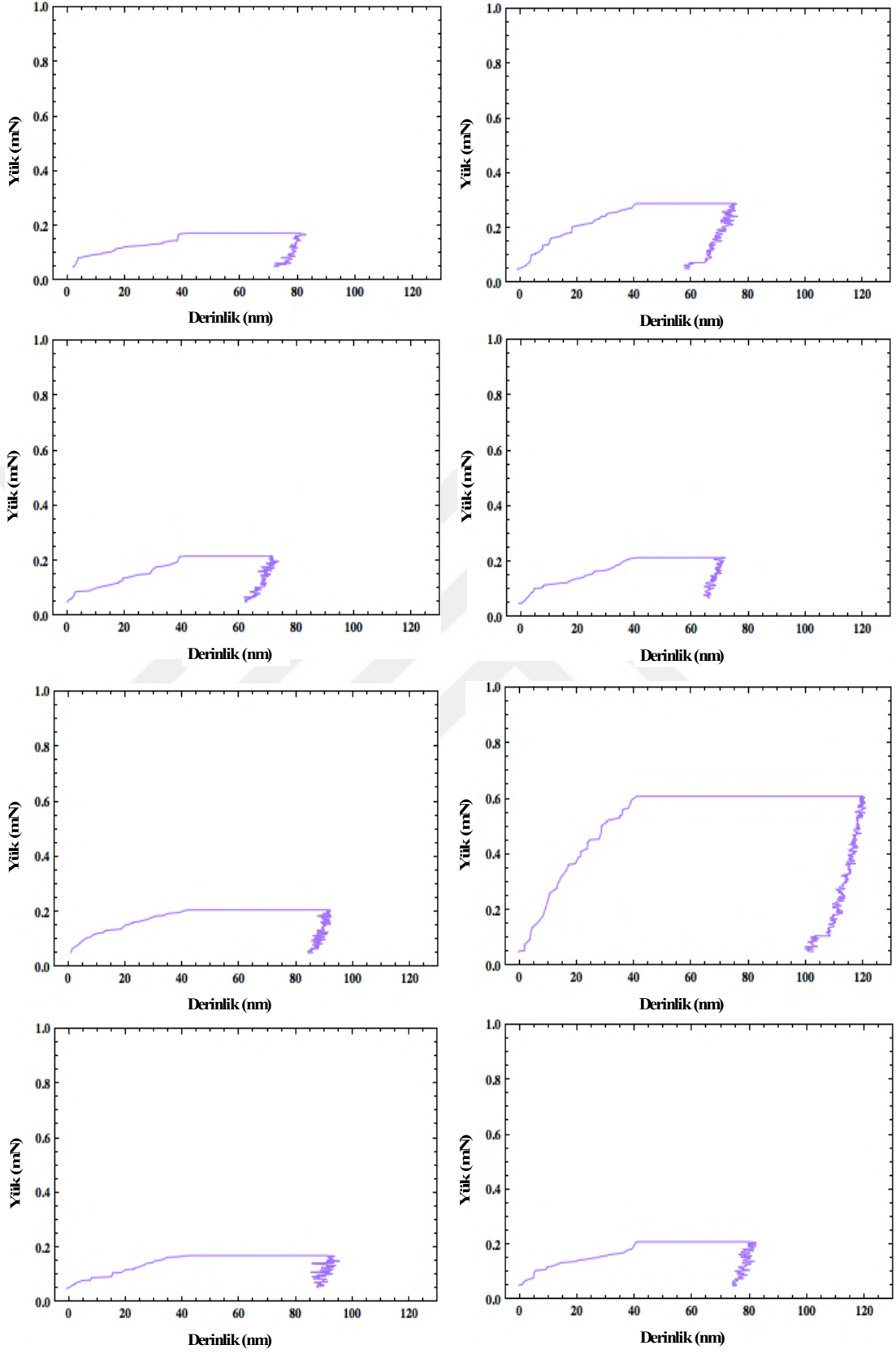
Şekil 5.135. (Devamı).



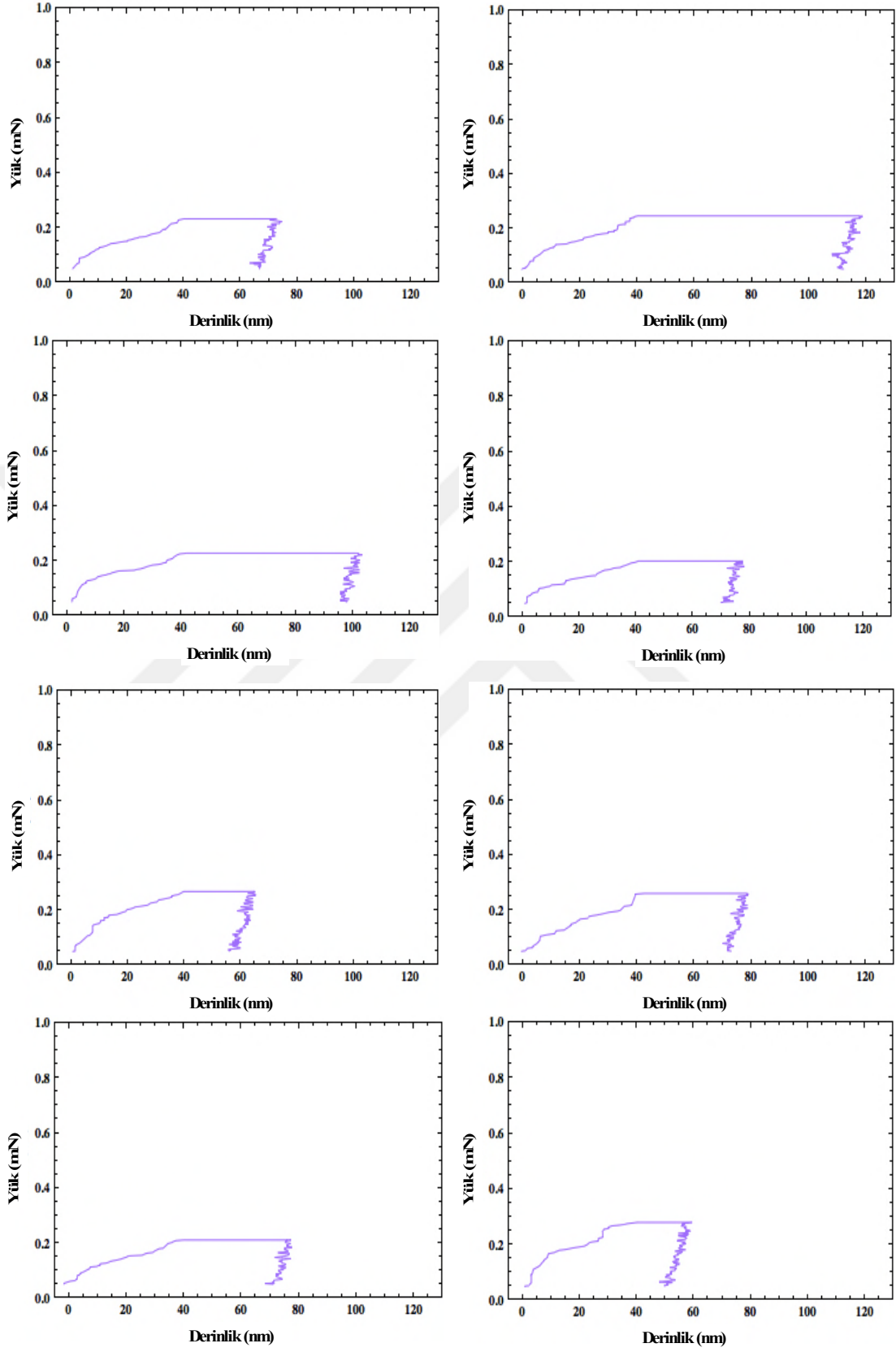
Şekil 5.135. (Devamı).

5.3.4. Nanotüp yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

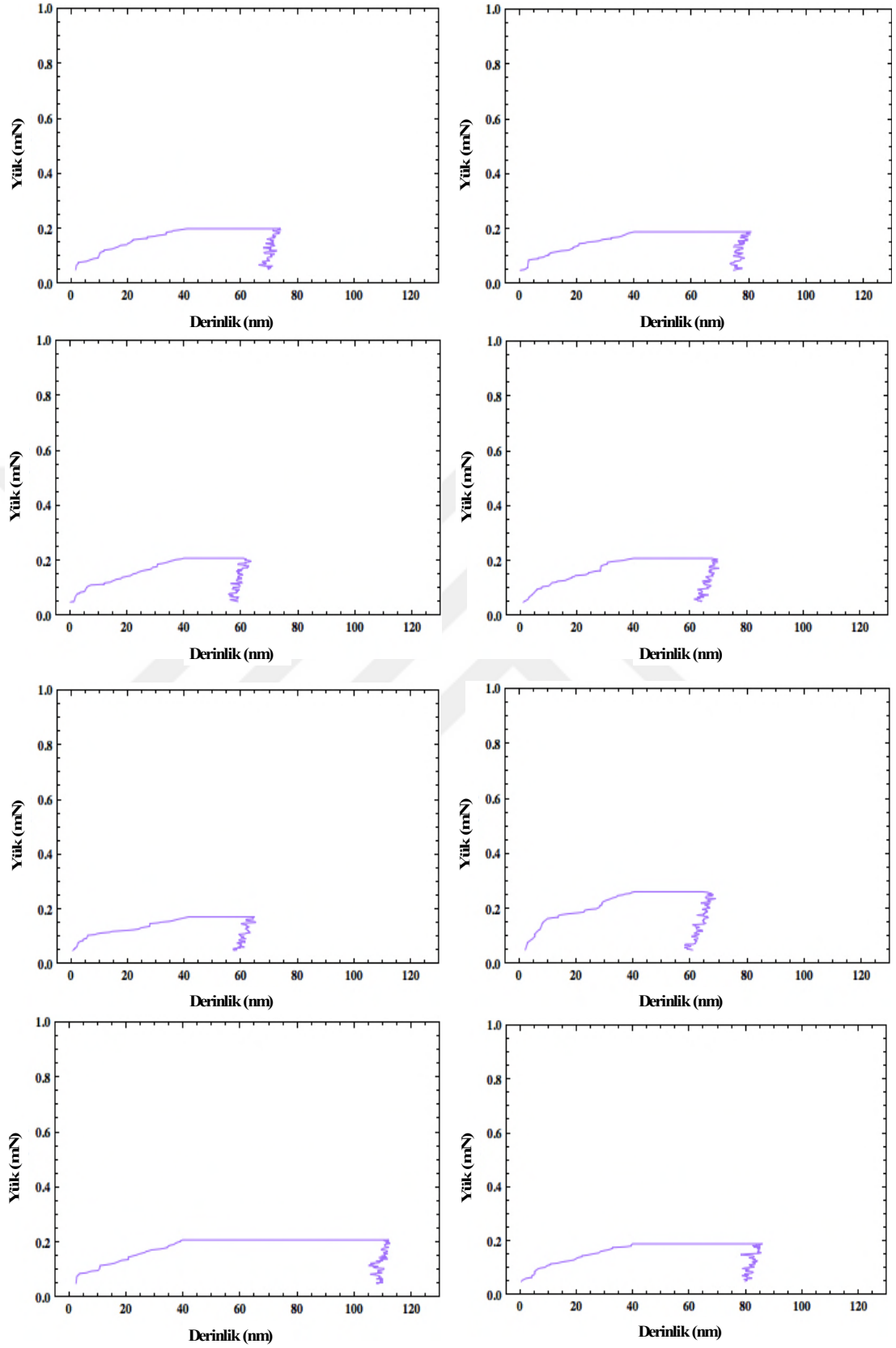
Nanotüplerin penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü altında gerçekleşen nanoindentasyon deney sonuçları Şekil 5.136.’da gösterilmiştir. Çabuk kırılabilme özelliğine bağlı olarak nanotüplerin indentasyon eğrileri birbirinden farklılıklar göstermektedir. Üstelik, bütün kaplanmış yüzeyler kıyaslandığı zaman, indentasyon sırasında kırılıp ezilmelerinden dolayı nanotüplerin en düşük sertliğe sahip oldukları görülmektedir.



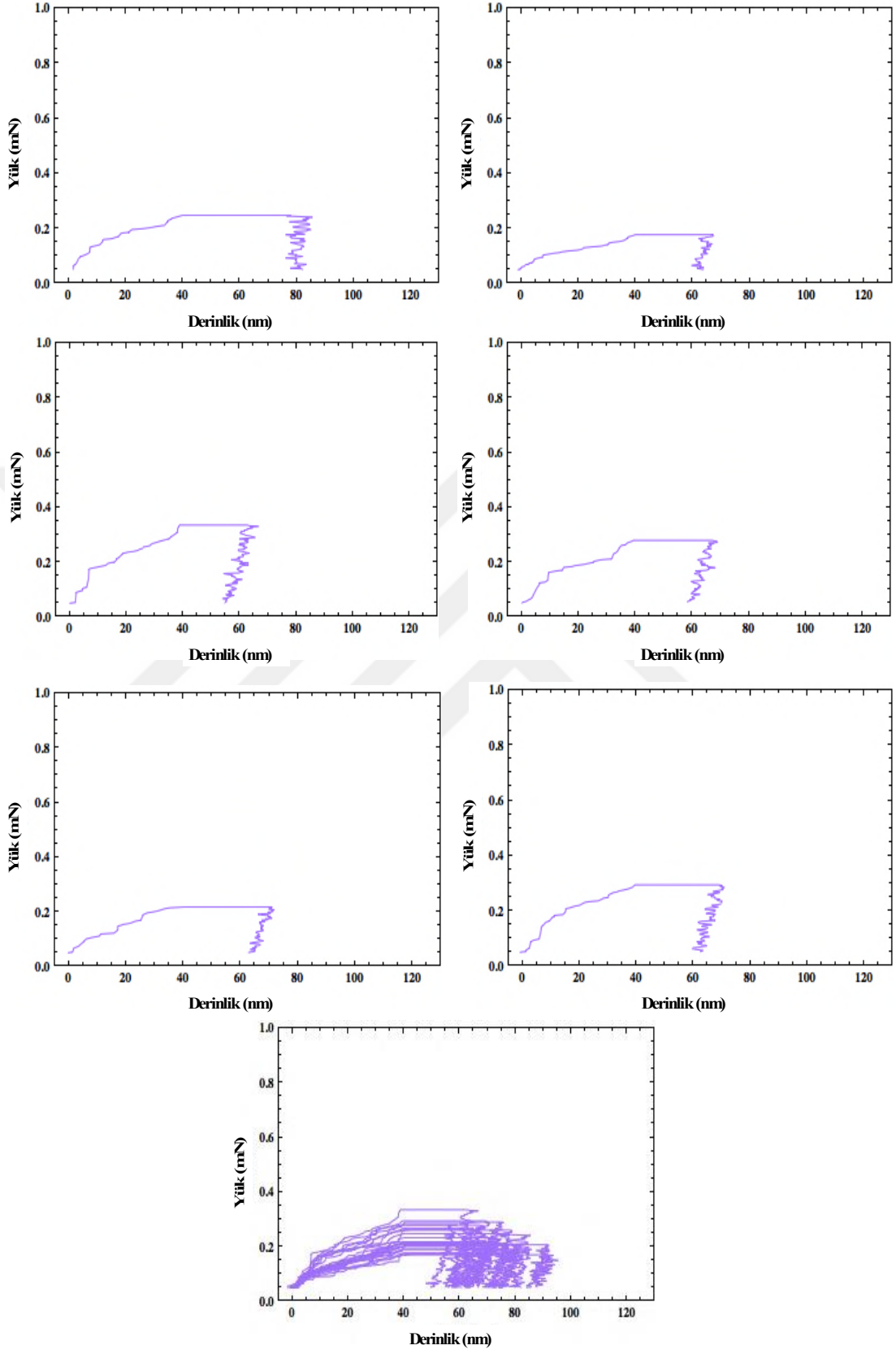
Şekil 5.136. Nanotüp yüzeyin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.136. (Devamı).



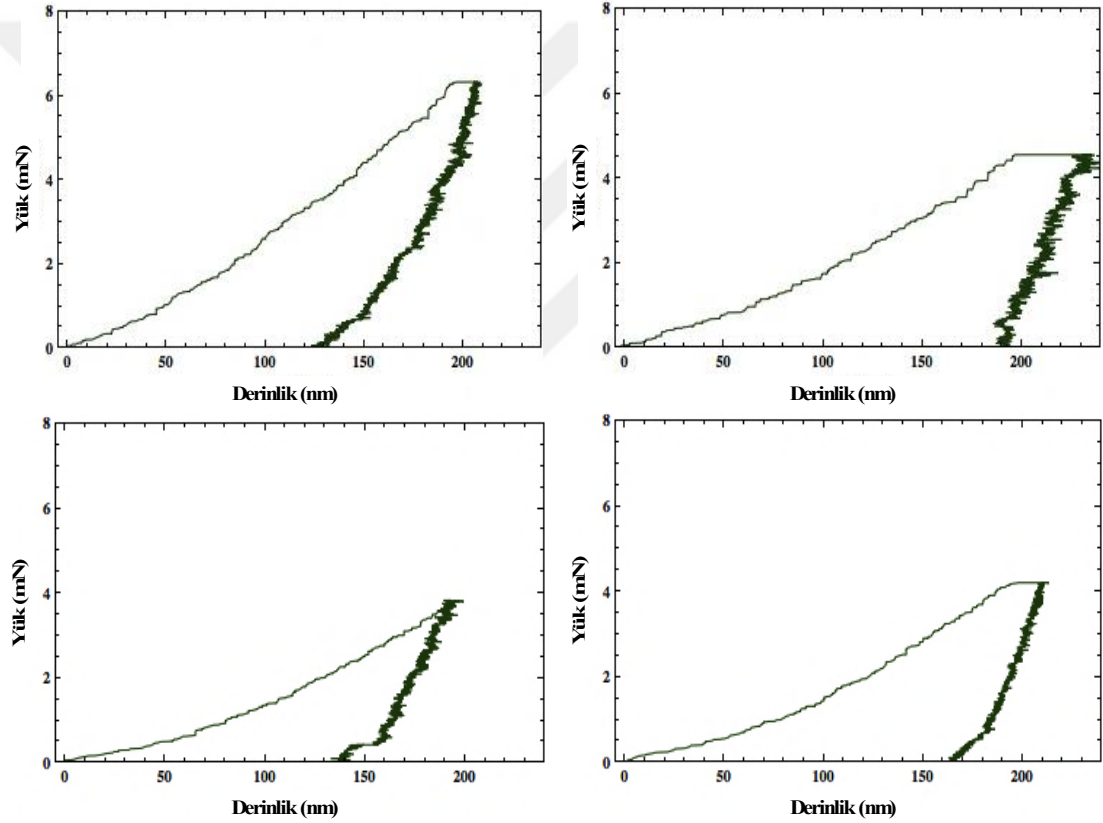
Şekil 5.136. (Devamı).



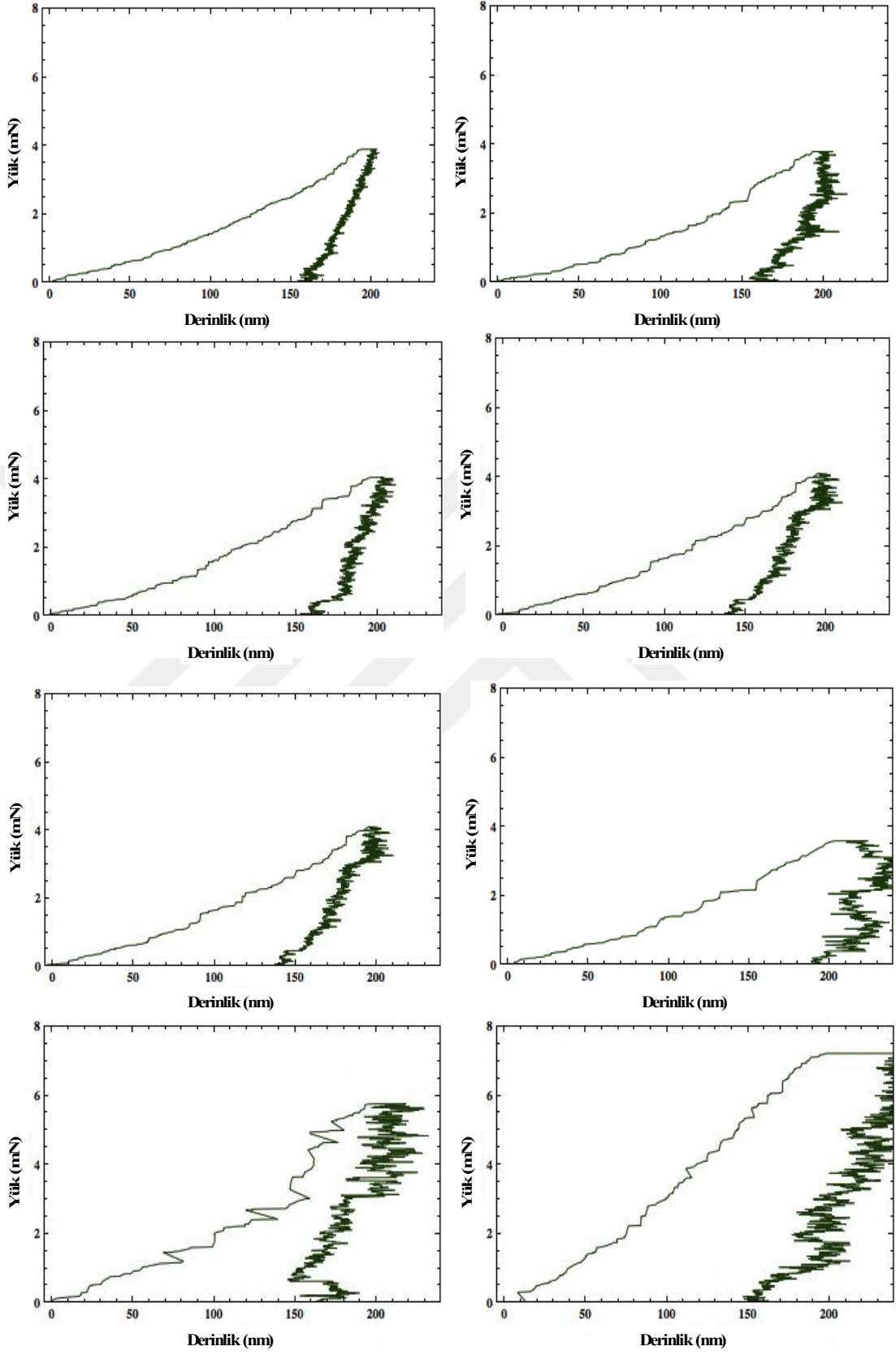
Şekil 5.136. (Devamı).

5.3.5. Nano pürüzlü yüzeylerin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

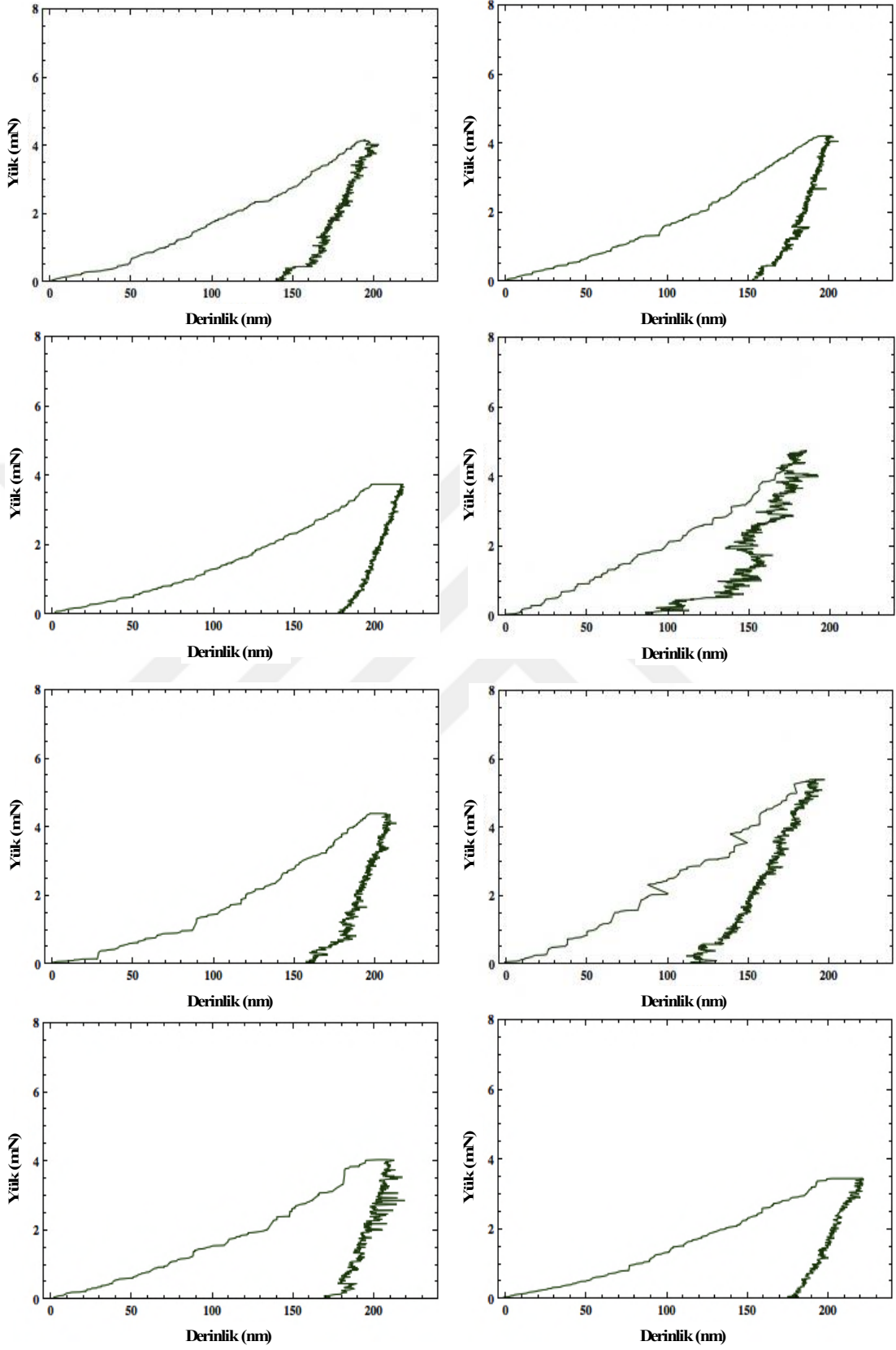
10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin penetrasyon derinliği kontrolü altında gerçekleştirilen nanoindentasyon deney sonuçları Şekil 5.137.’de gösterilmektedir. Bu deney çeşidinde, indenter üstteki oksit tabakayı geçerek alttaki titanyumun içerisine doğru ilerler. Dolayısıyla, matriks ve kaplanmış bölgeler farklı bileşenlere, mikroskobik ve kristallografik farklılıklara sahip oldukları için eğrilerin yüklenme ve boşaltma bölümlerinde eğim farklılıkları vardır.



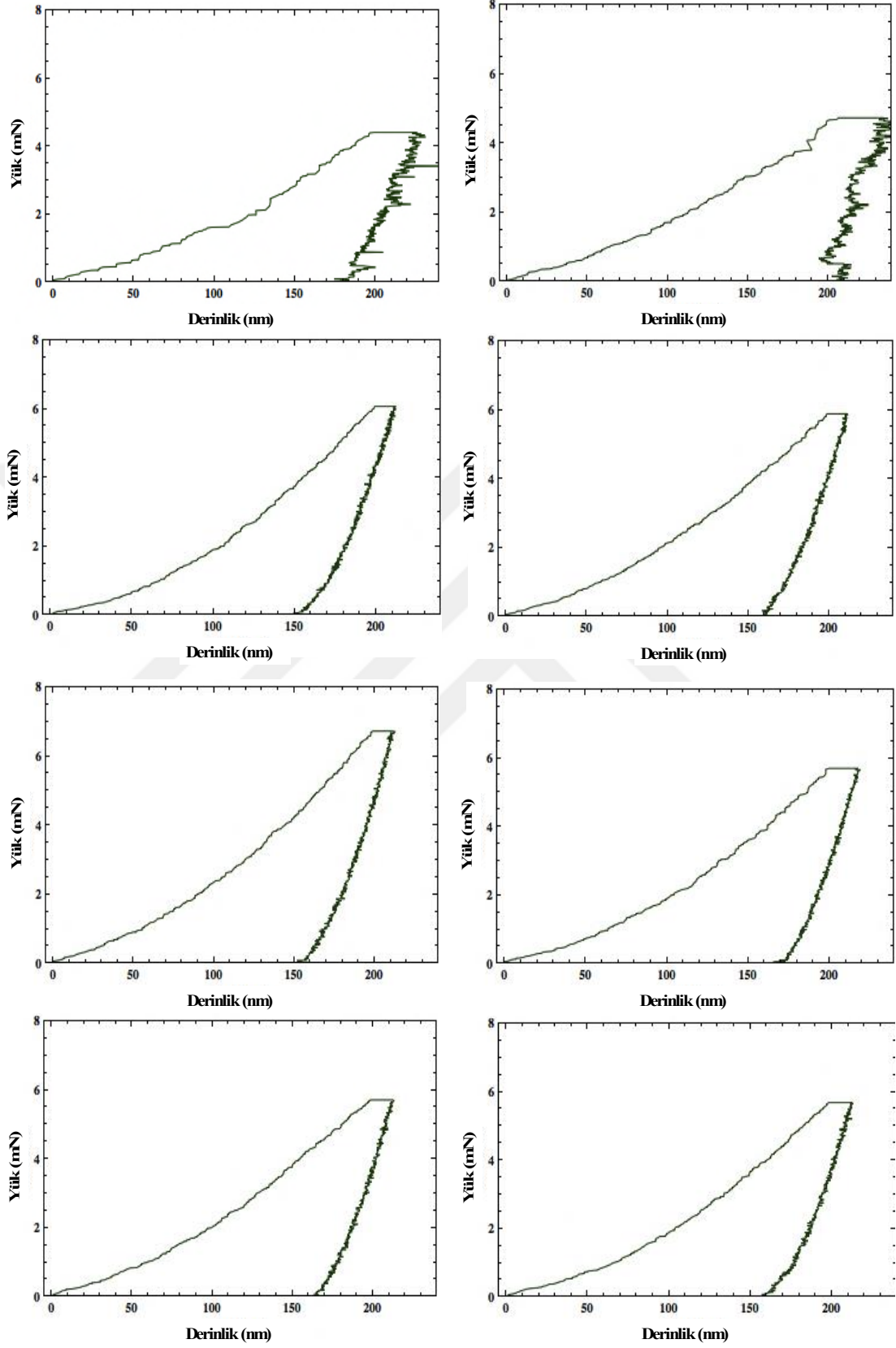
Şekil 5.137. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları.



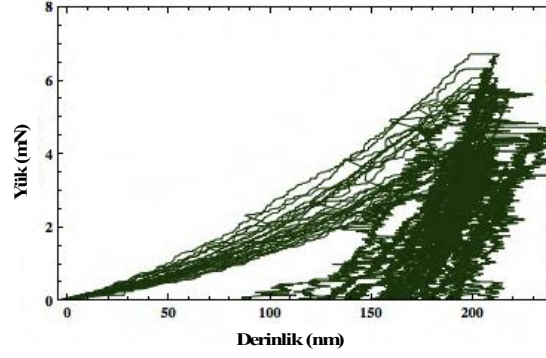
Şekil 5.137. (Devamı).



Şekil 5.137. (Devamı).

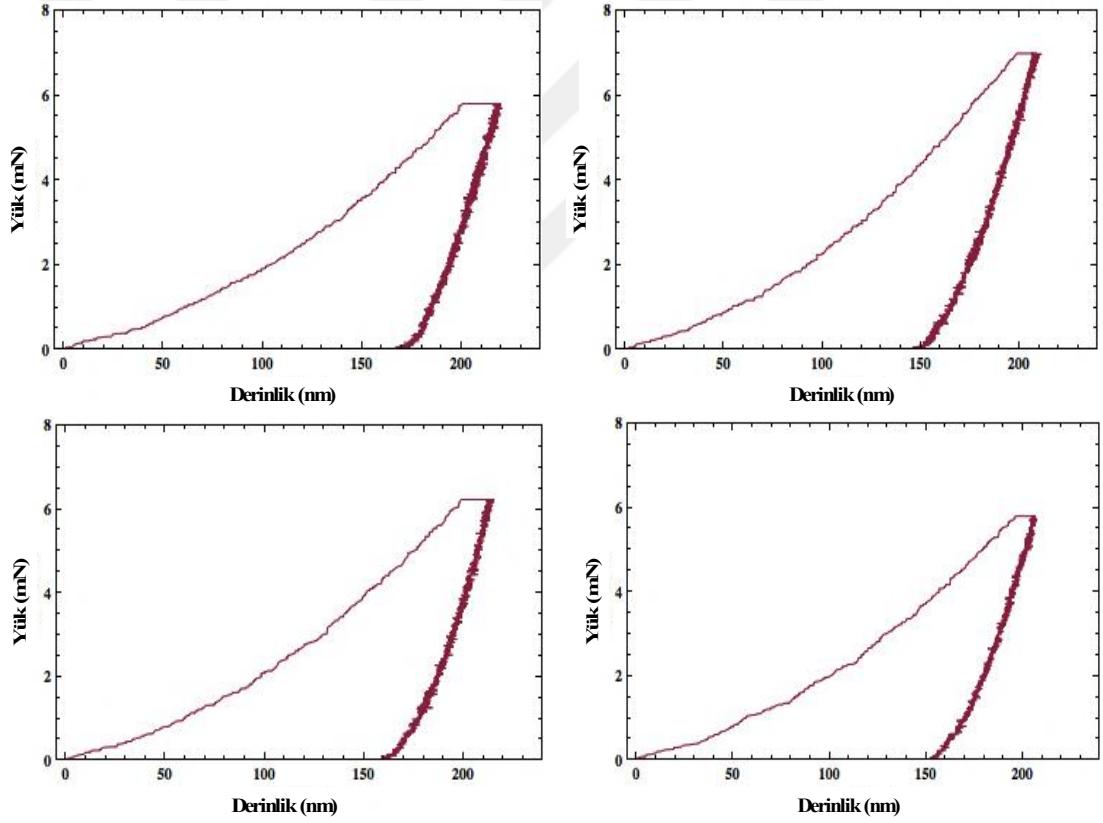


Şekil 5.137. (Devamı).

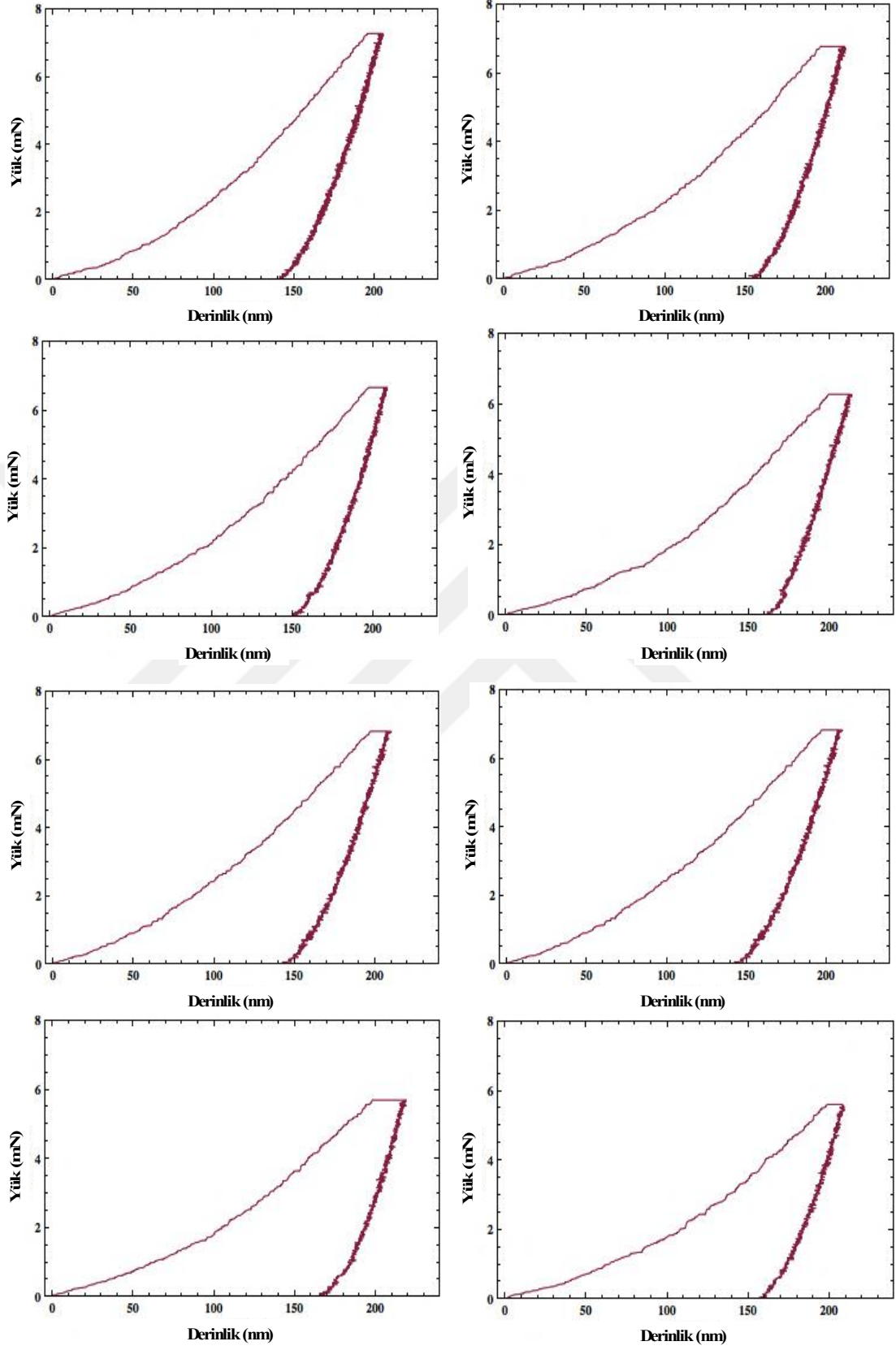


Şekil 5.137. (Devamı).

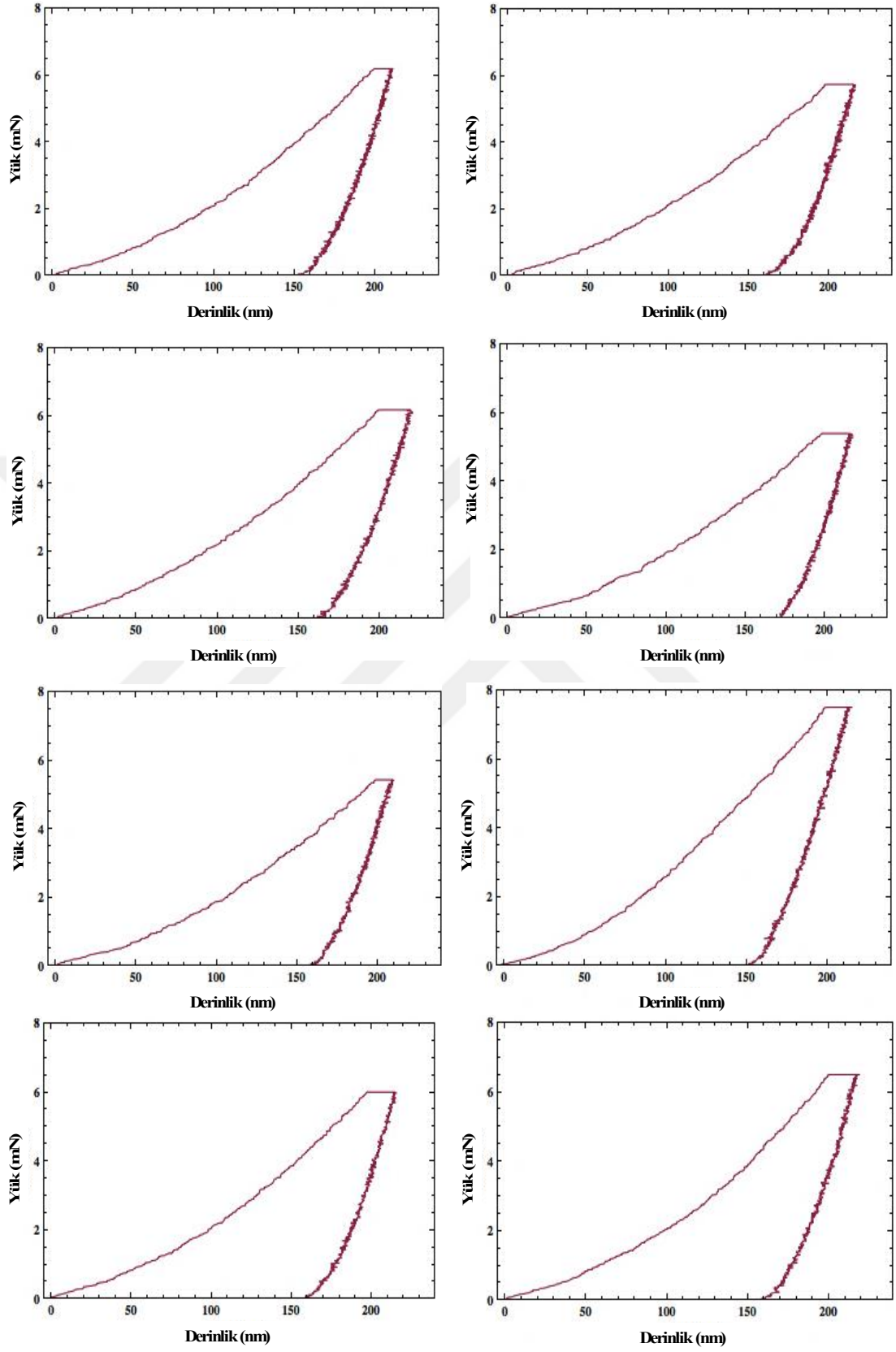
10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait nanoindentasyon deneyleri Şekil 5.138.'de gösterilmektedir.



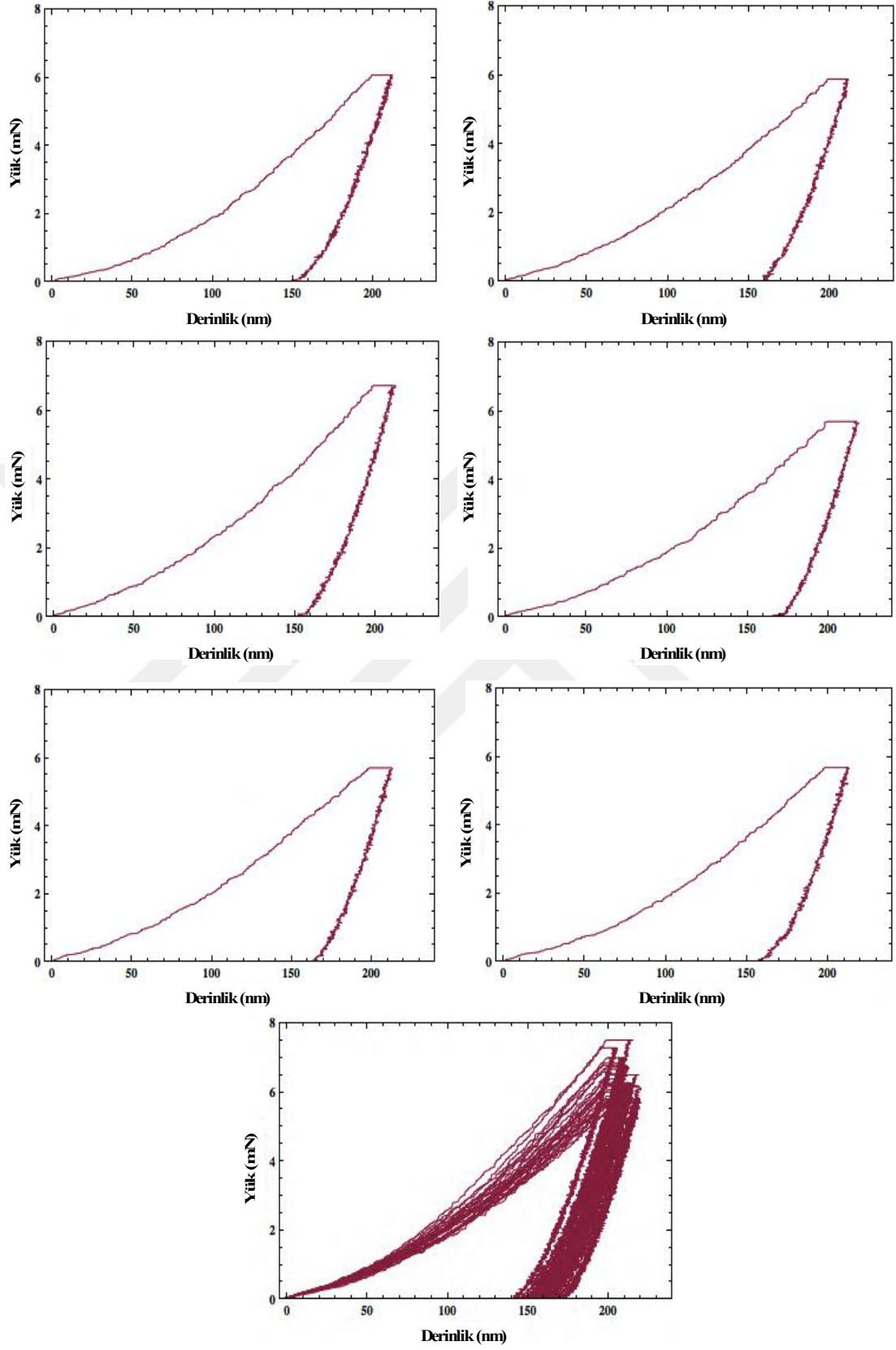
Şekil 5.138. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.138. (Devamı).

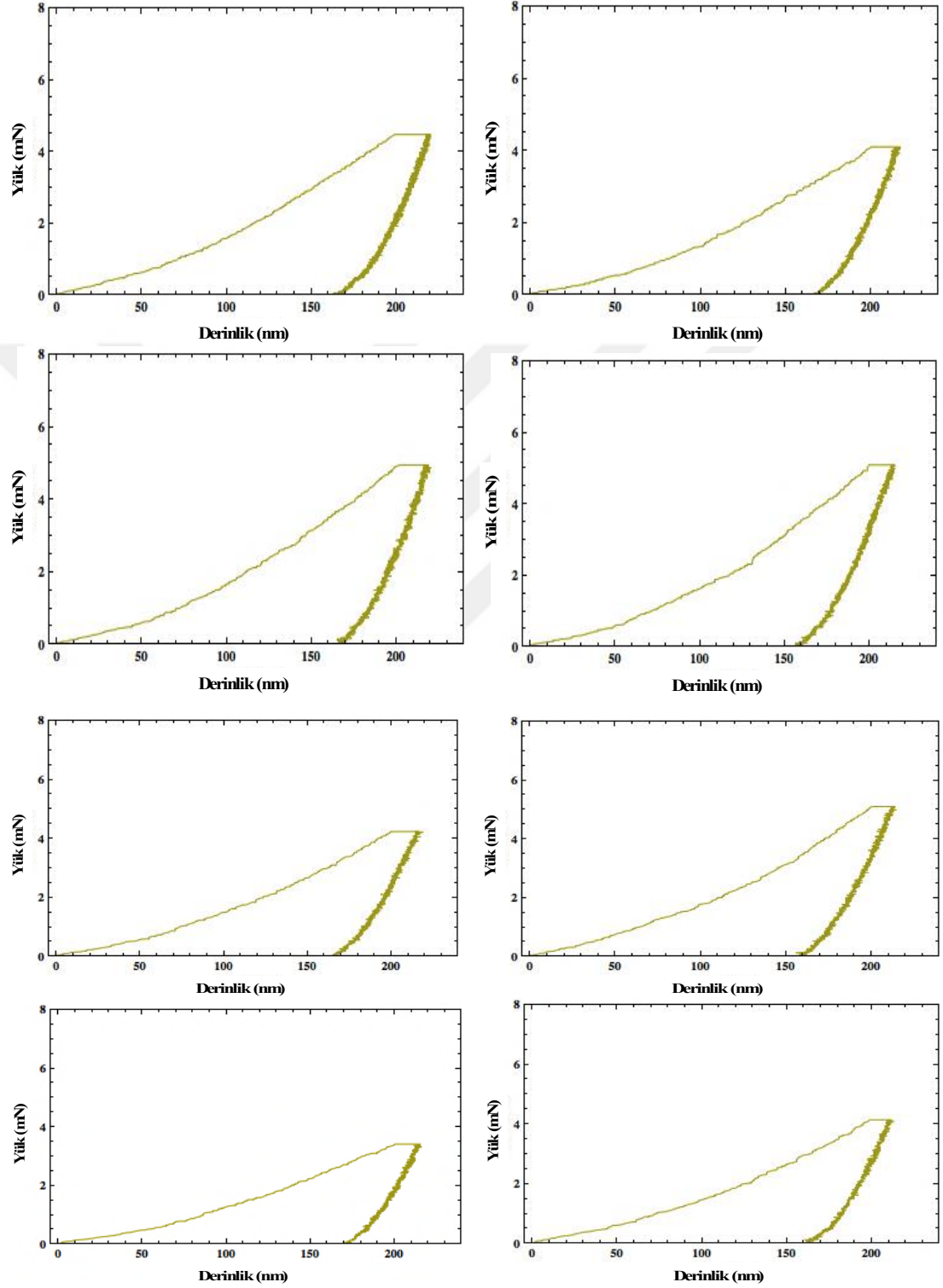


Şekil 5.138. (Devamı).

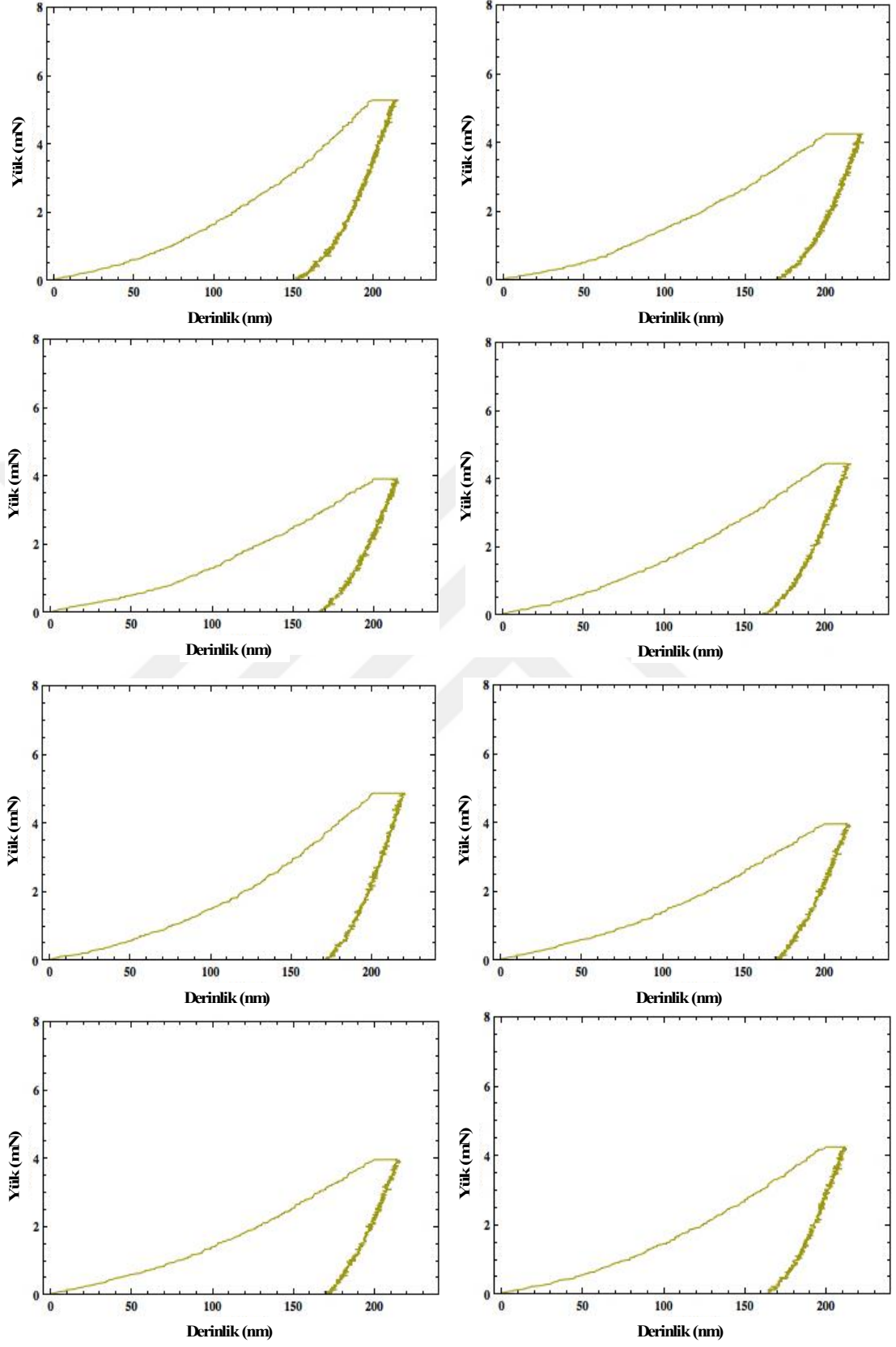


Şekil 5.138. (Devamı).

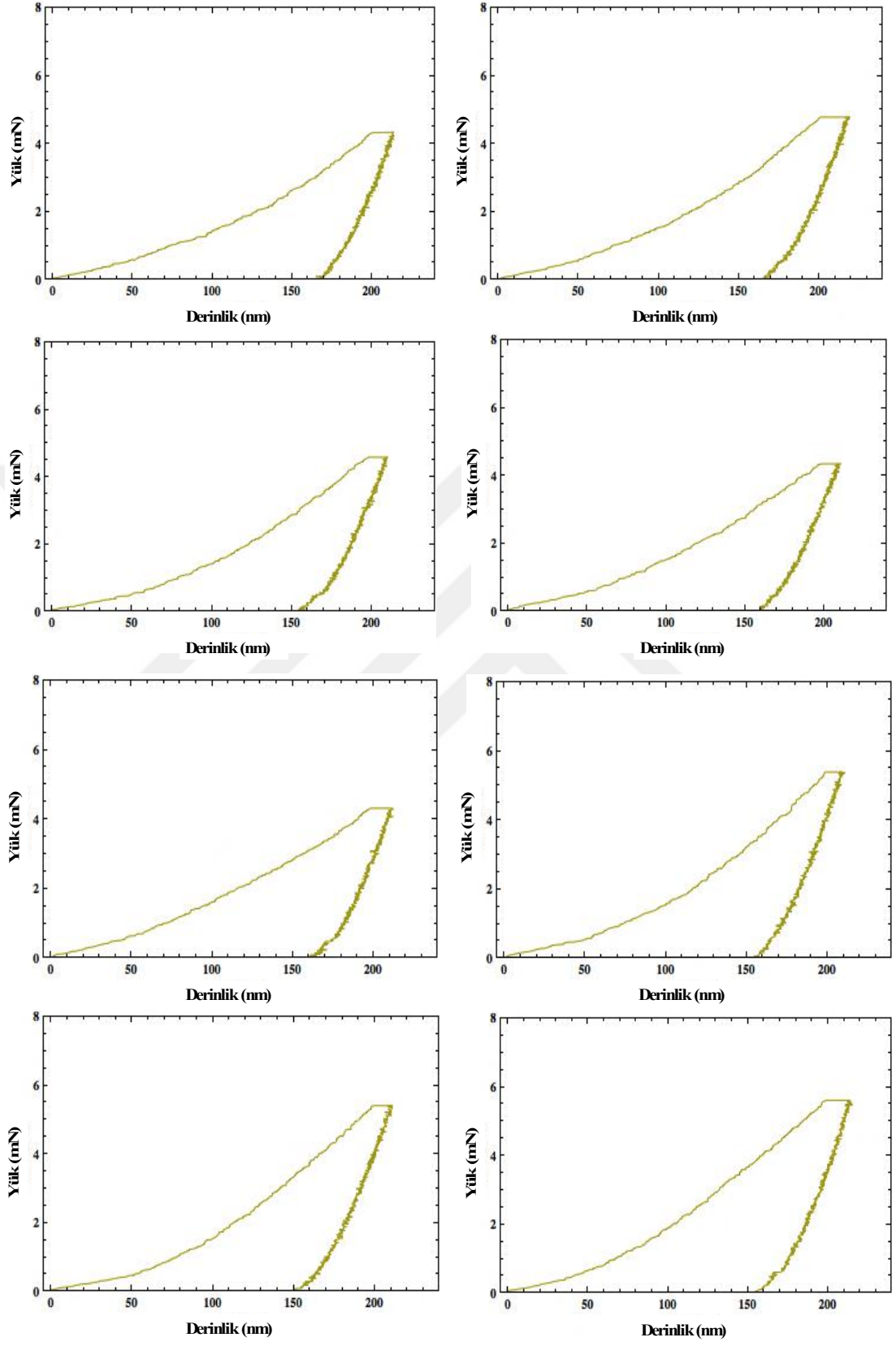
50V 10 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylere ait nanoindentasyon deneyleri Şekil 5. 139.'da gösterilmektedir.



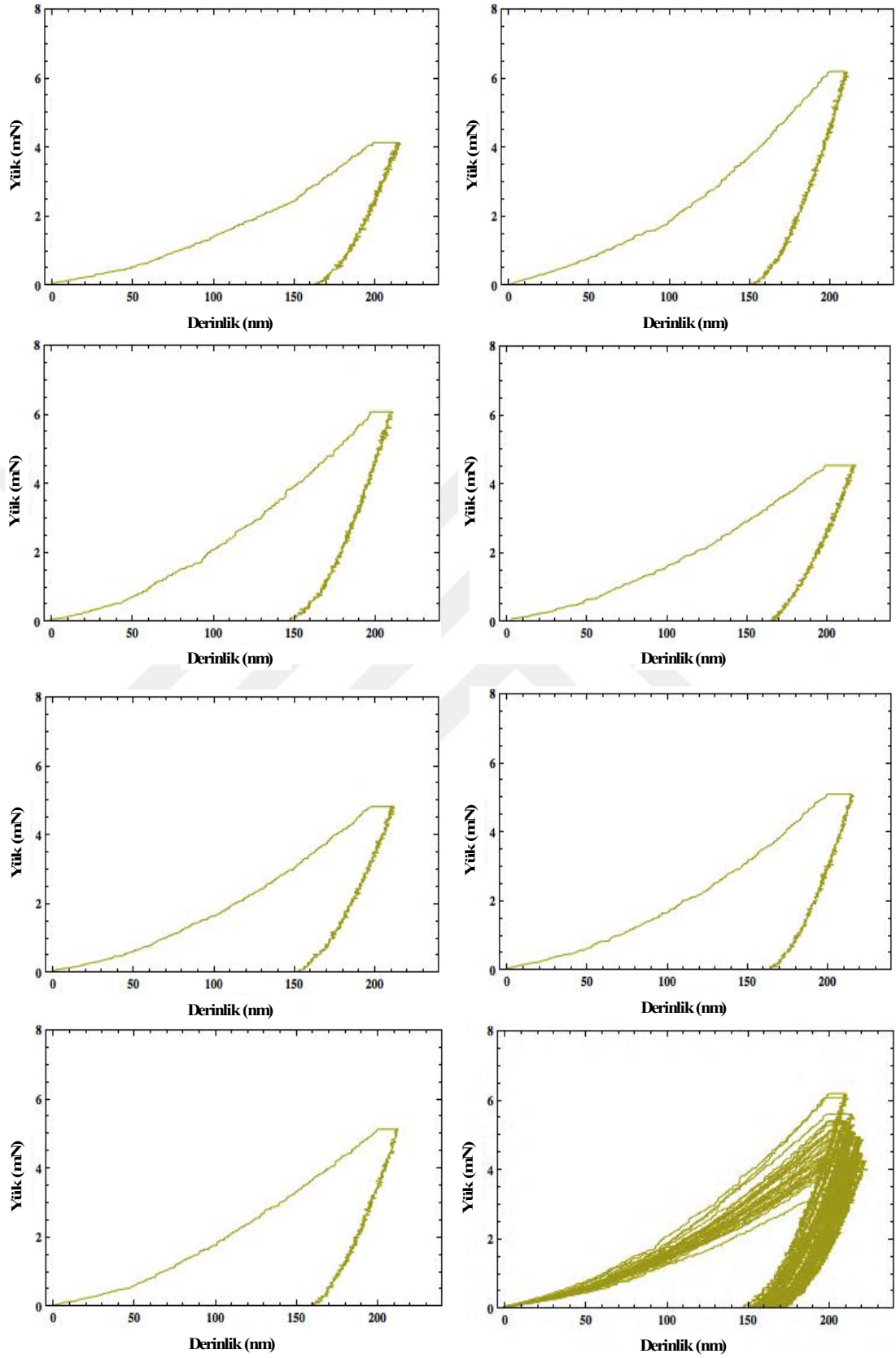
Şekil 5.139. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.139. (Devamı).

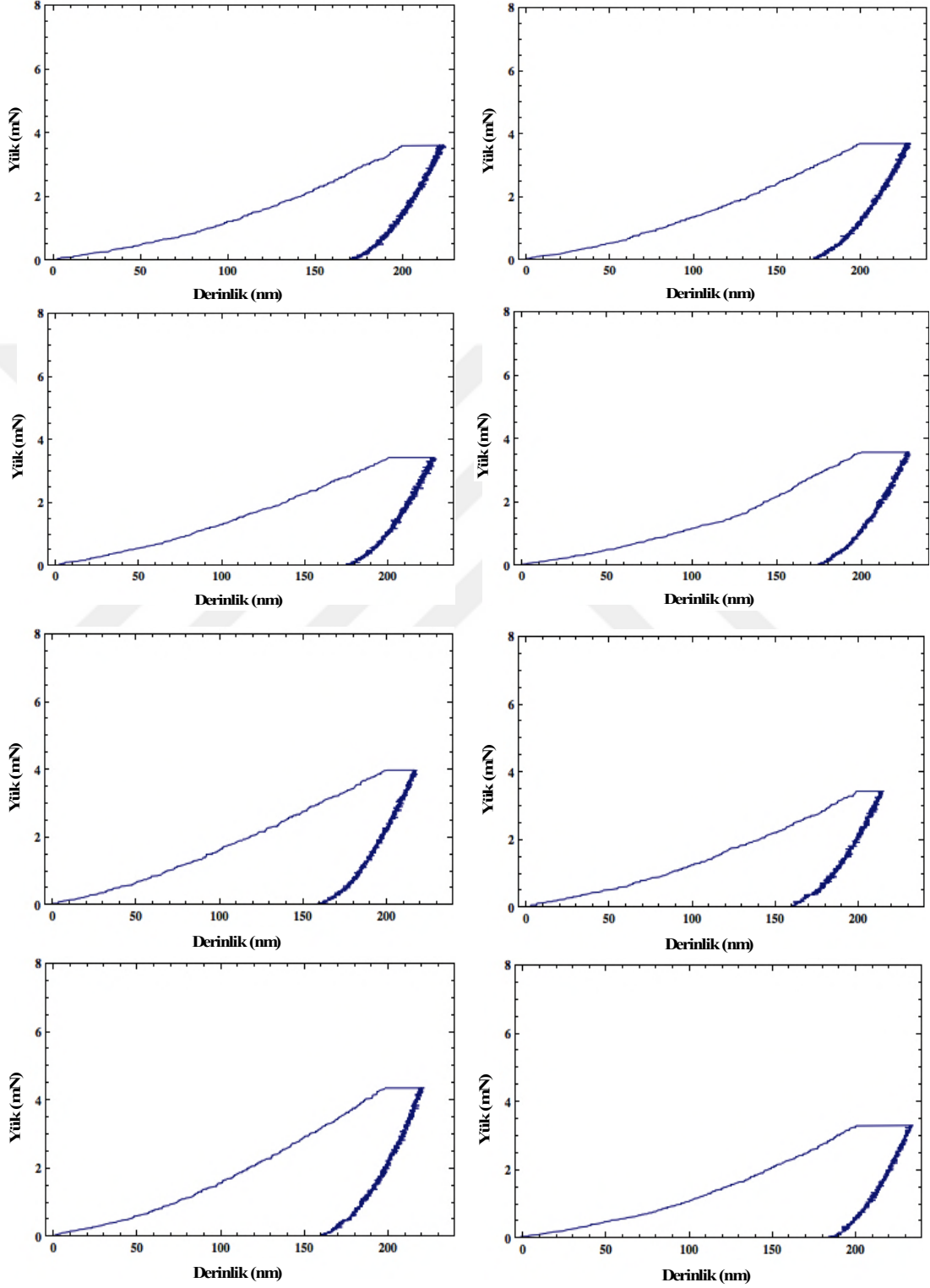


Şekil 5.139. (Devamı).

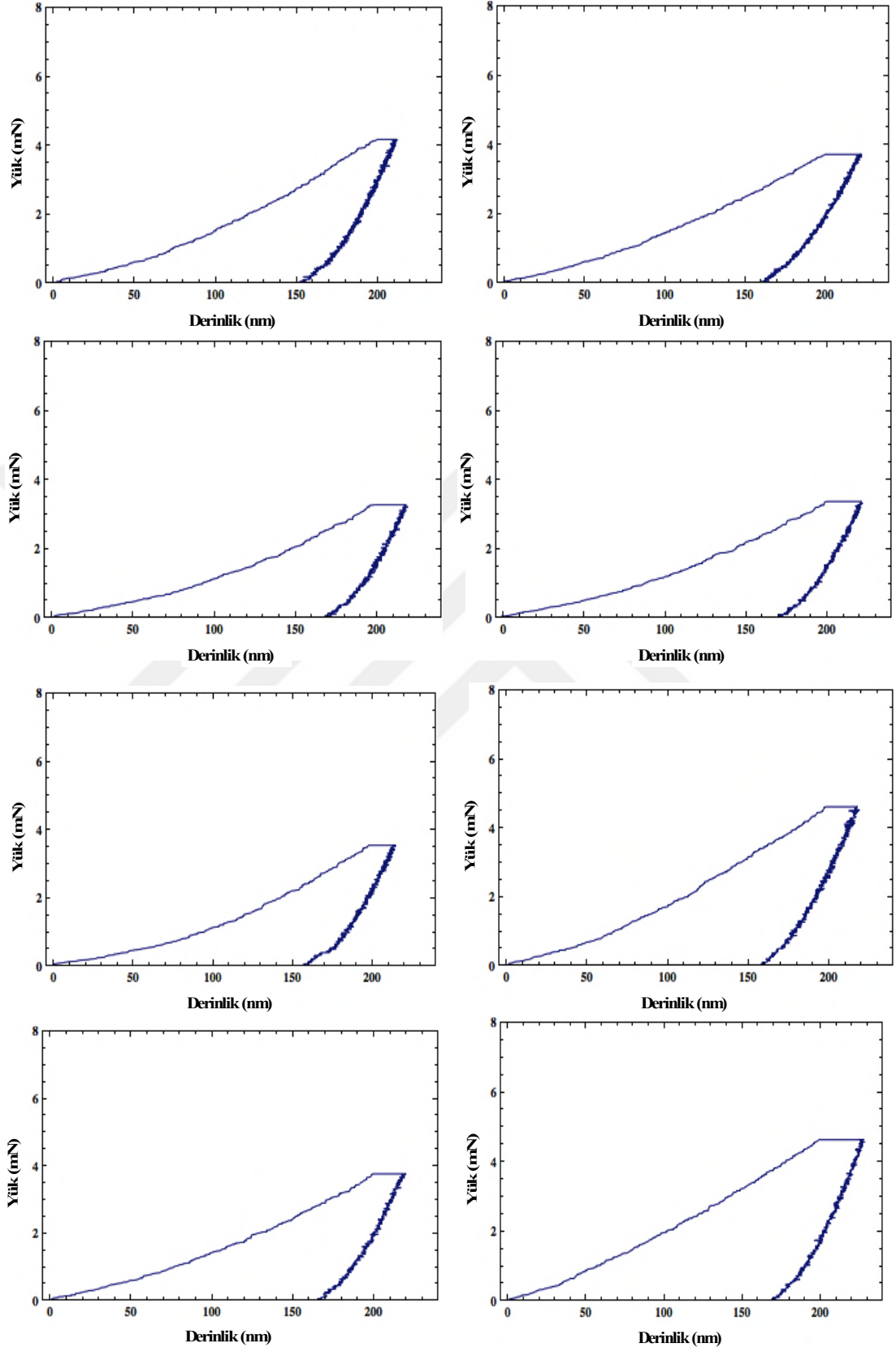


Şekil 5.139. (Devamı).

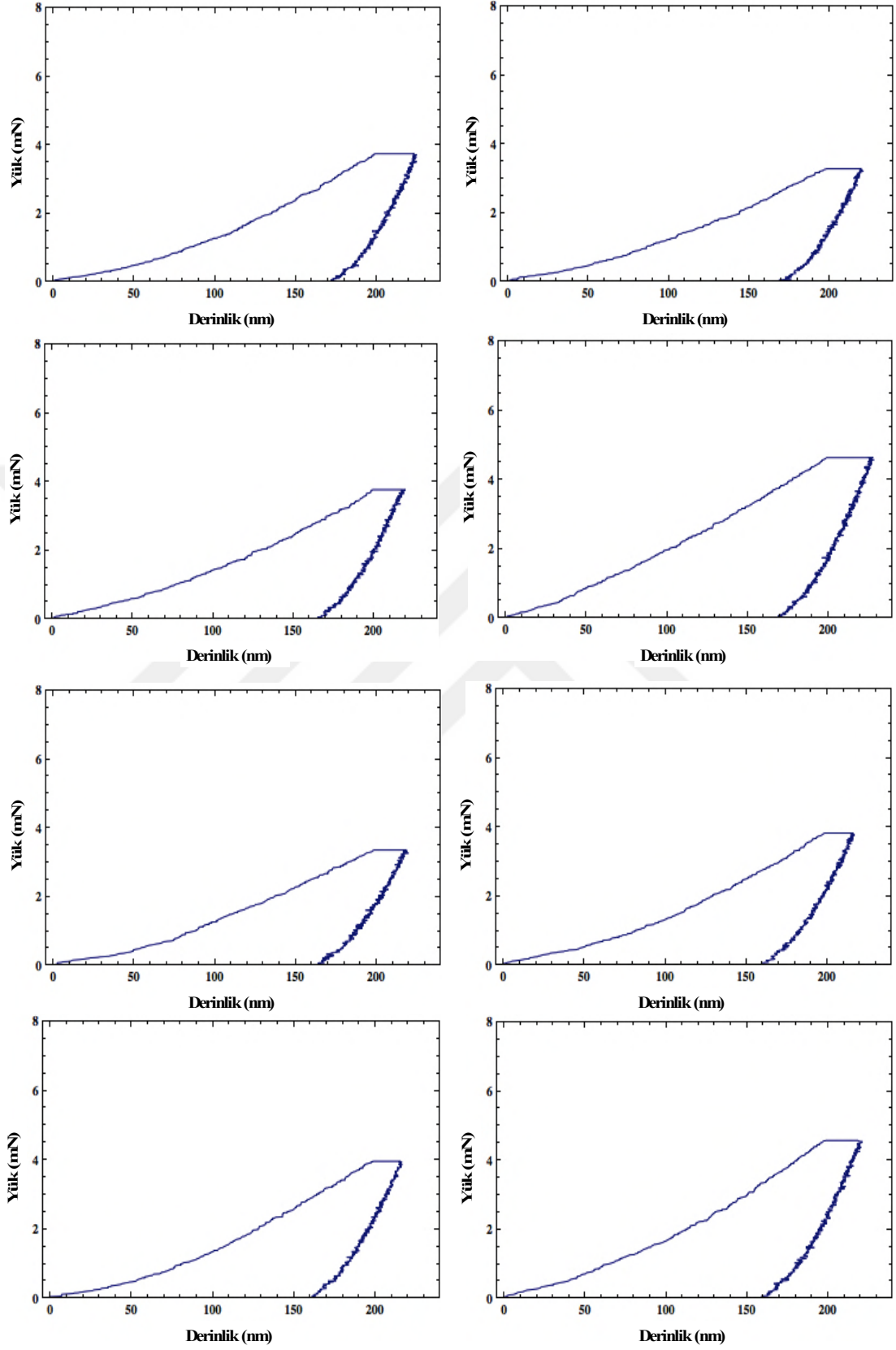
50V 45 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait nanoindentasyon deney sonuçları Şekil 5.140.'da gösterilmektedir.



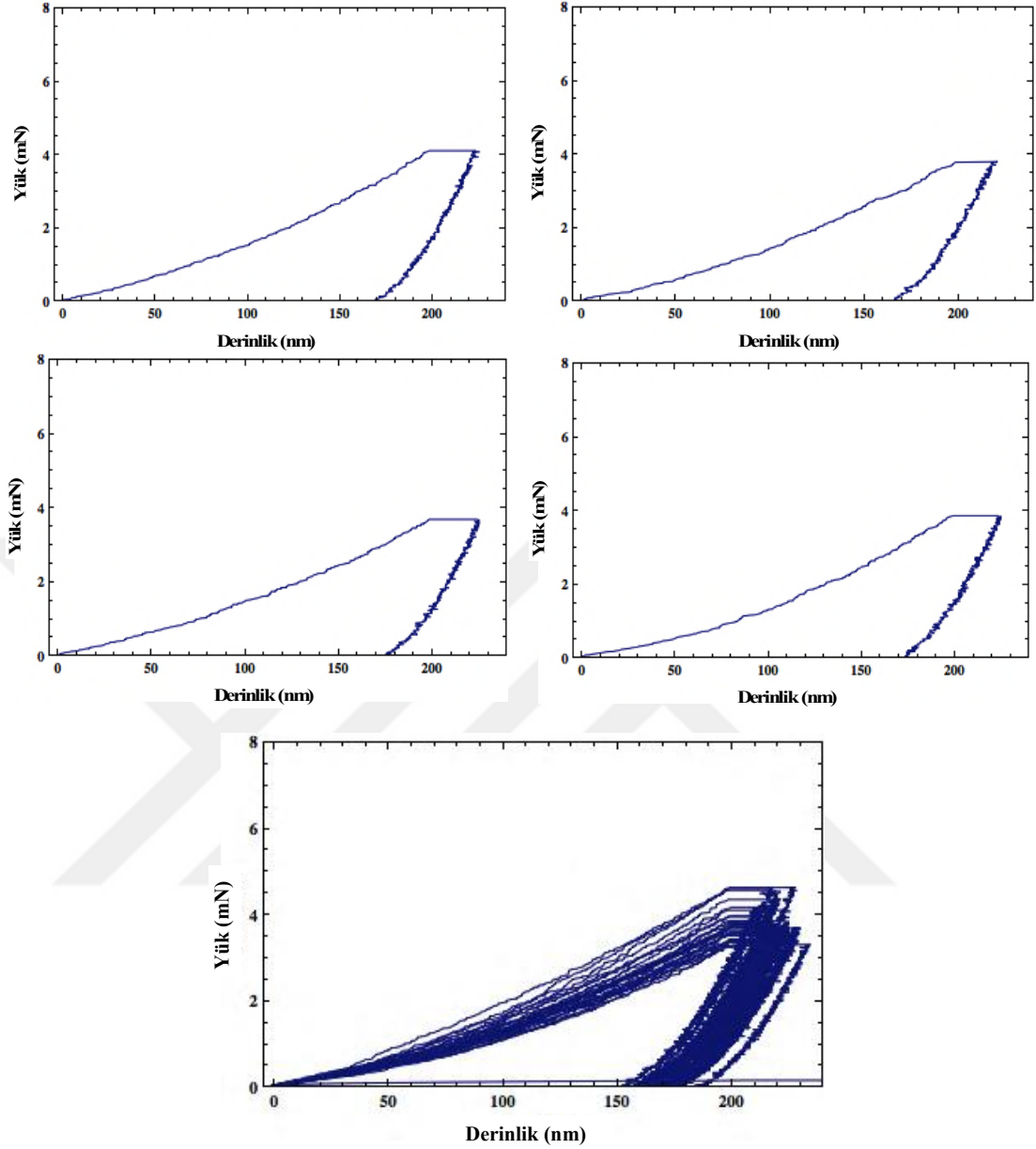
Şekil 5.140. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.140. (Devamı).



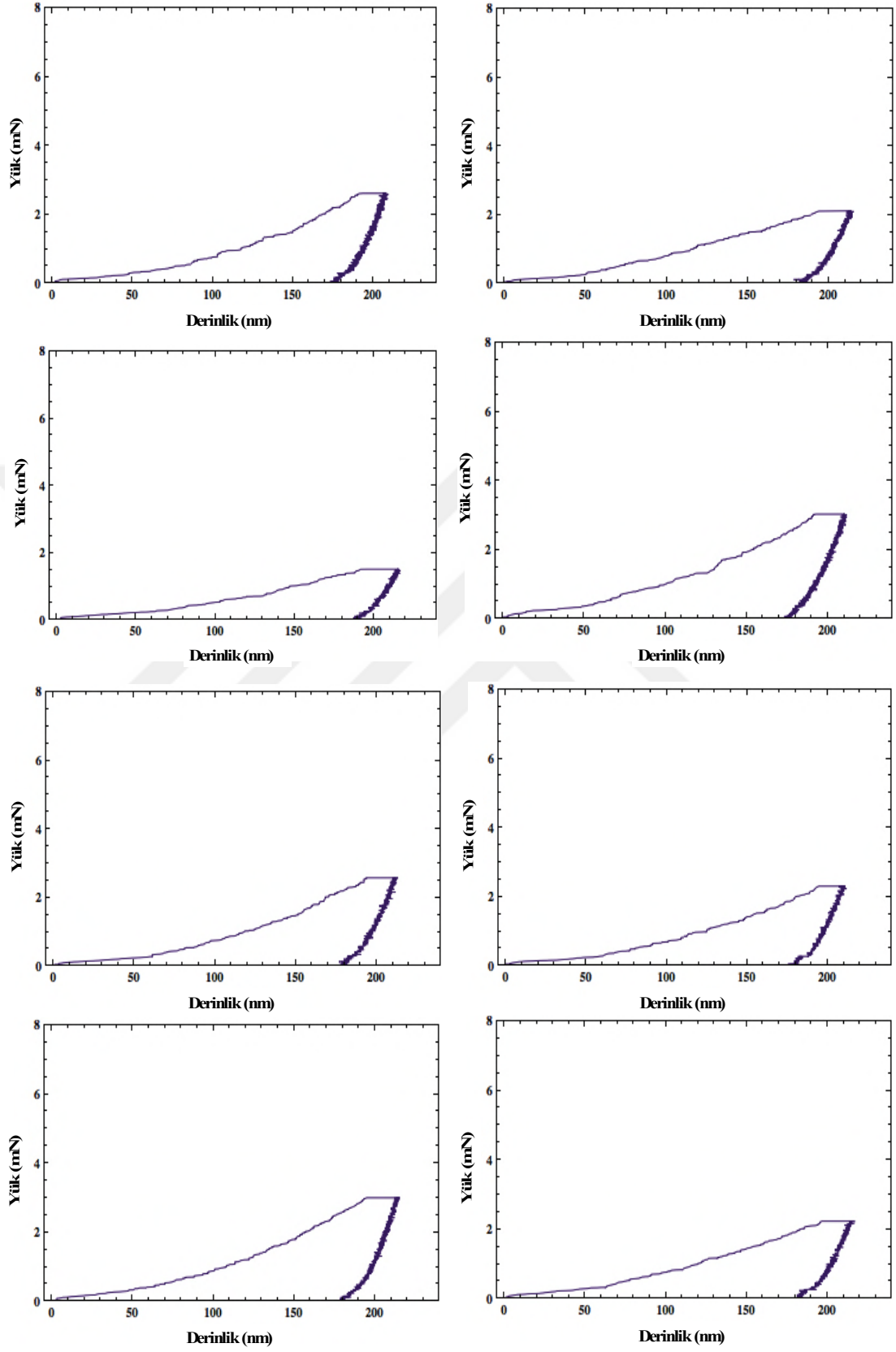
Şekil 5.140. (Devamı).



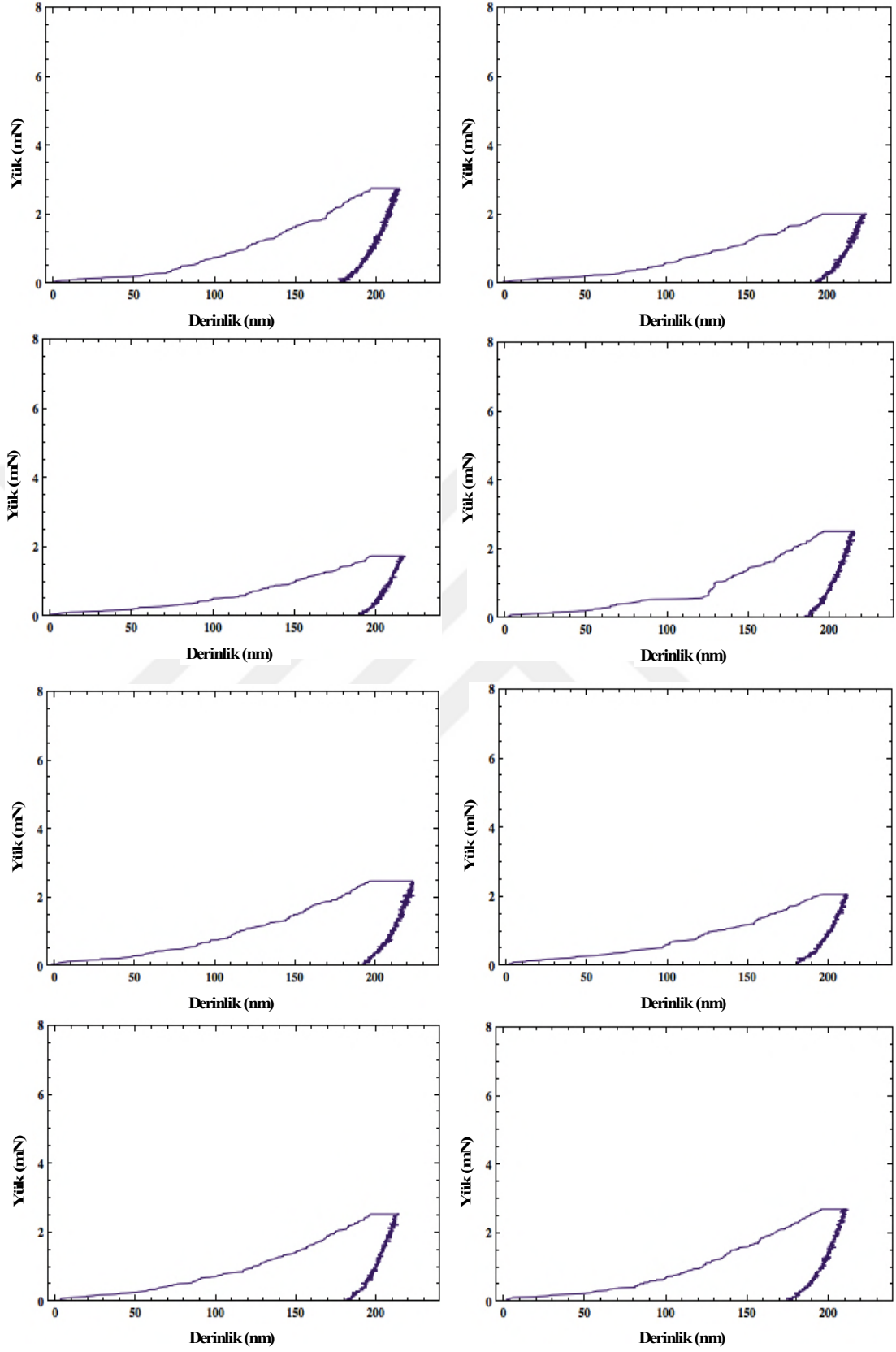
Şekil 5.140. (Devamı).

5.3.6. Nanotüp yüzeylerin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

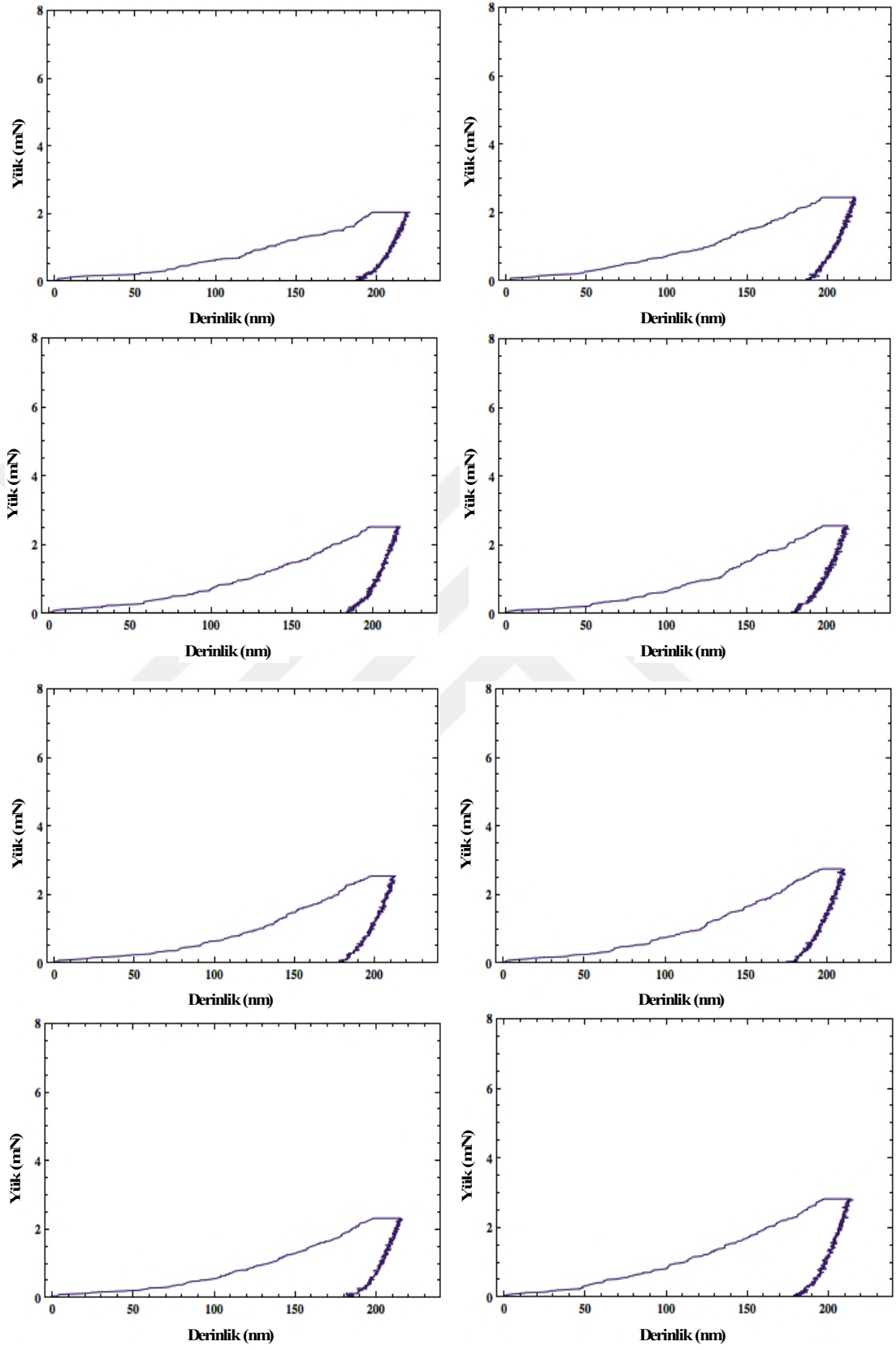
Nanotüp yüzeylerin penetrasyon kontrolü altında gerçekleştirilen nanoindentasyon deneylerinin sonuçları Şekil 5.141.’de gösterilmektedir. Bu şekillerden de görüldüğü üzere, nanotüplerin uygulanan yük altında kırılmasından dolayı eğrilerde eğim değişiklikleri görülmektedir.



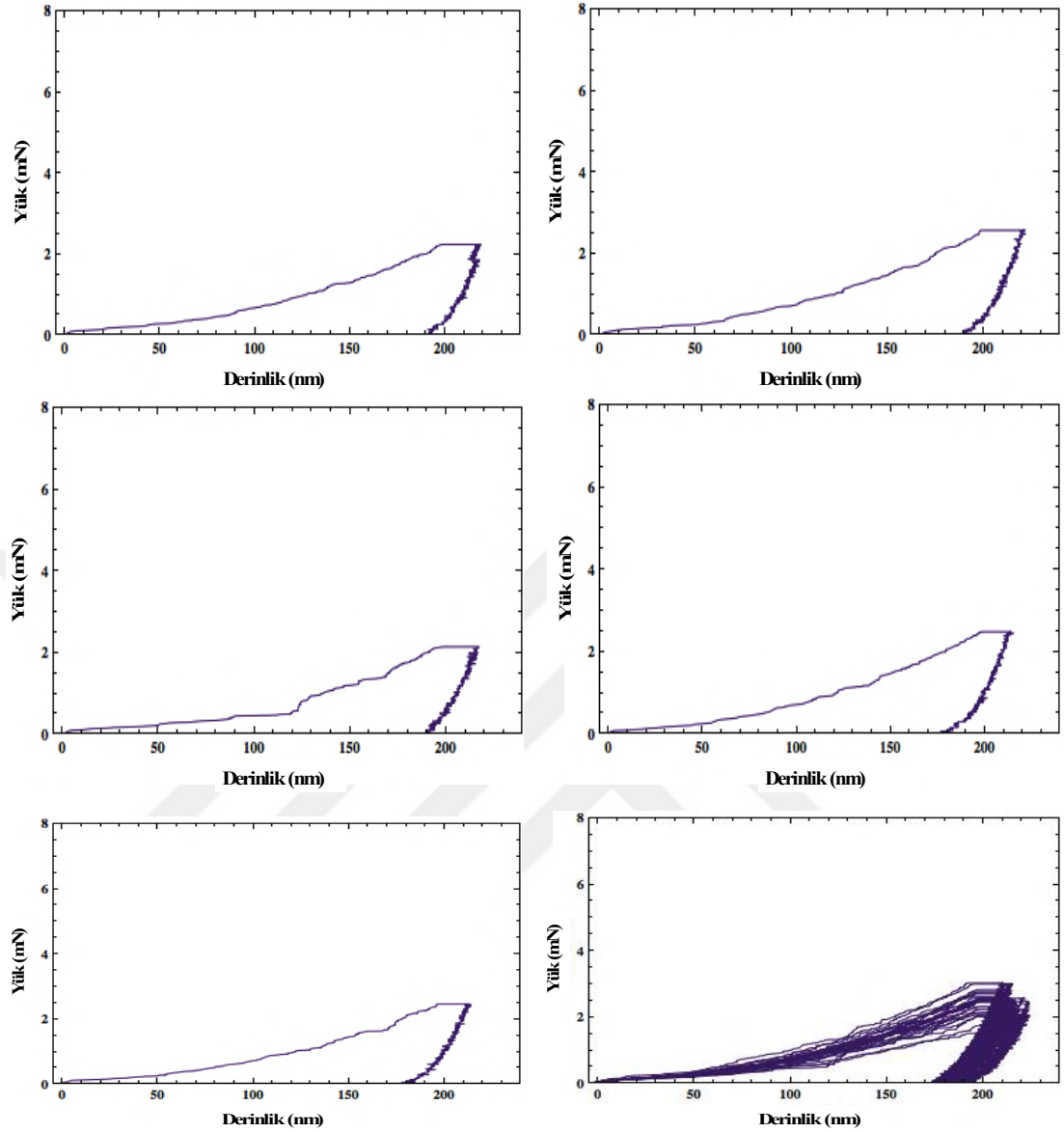
Şekil 5.141. Nanotüp yüzeylerin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri



Şekil 5.141. (Devamı).



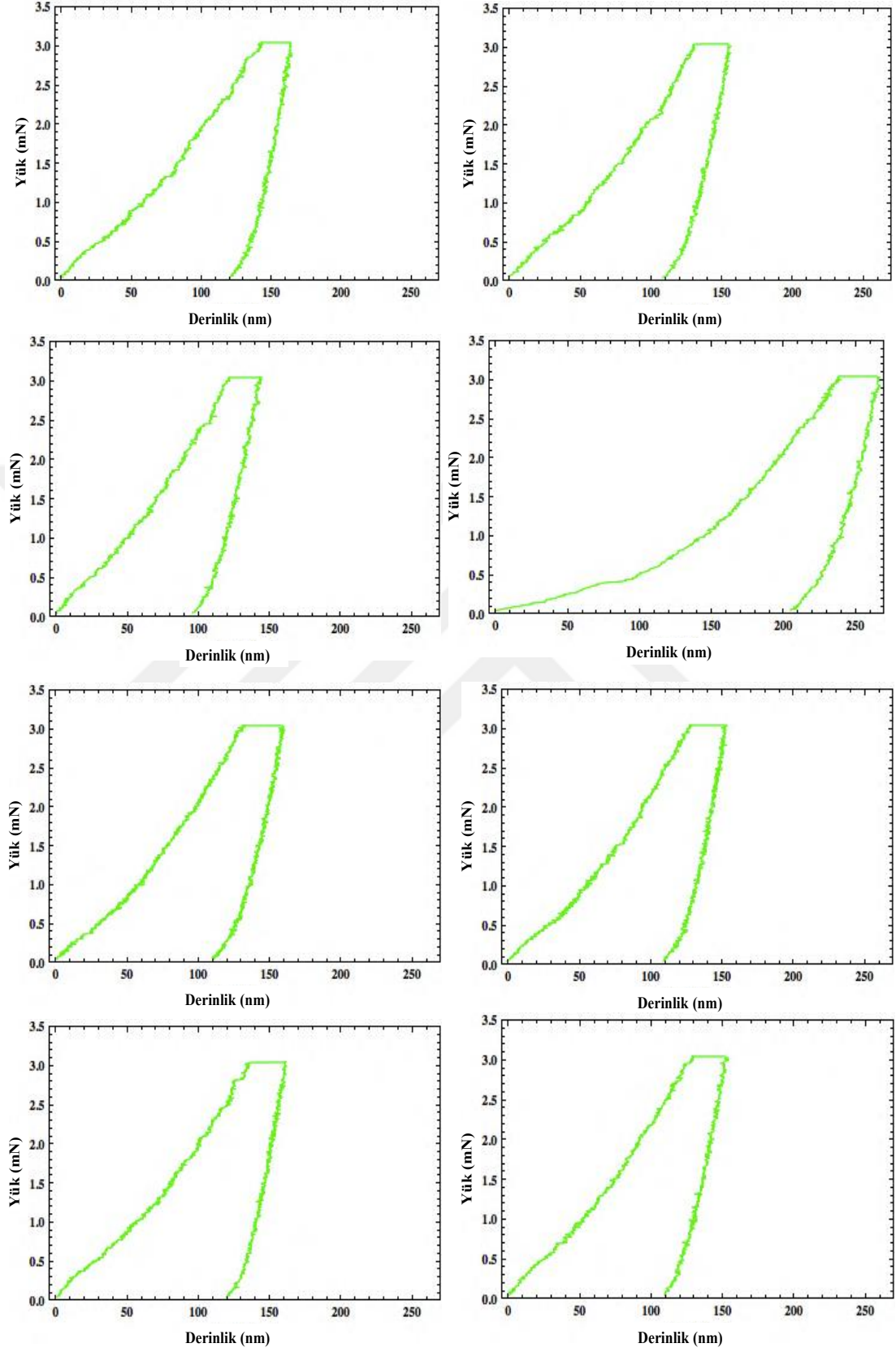
Şekil 5.141. (Devamı).



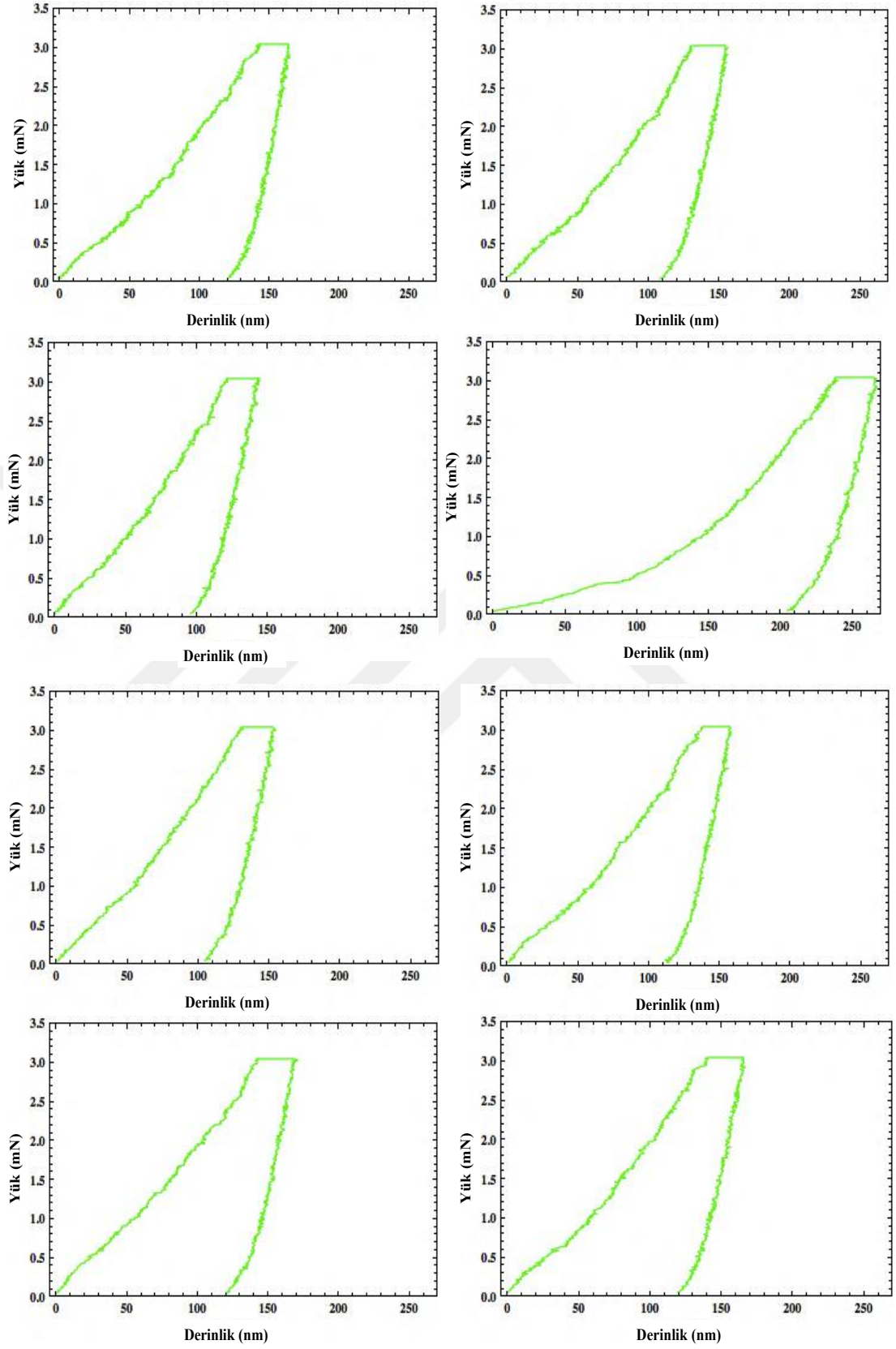
Şekil 5.141. (Devamı).

5.3.7. Nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

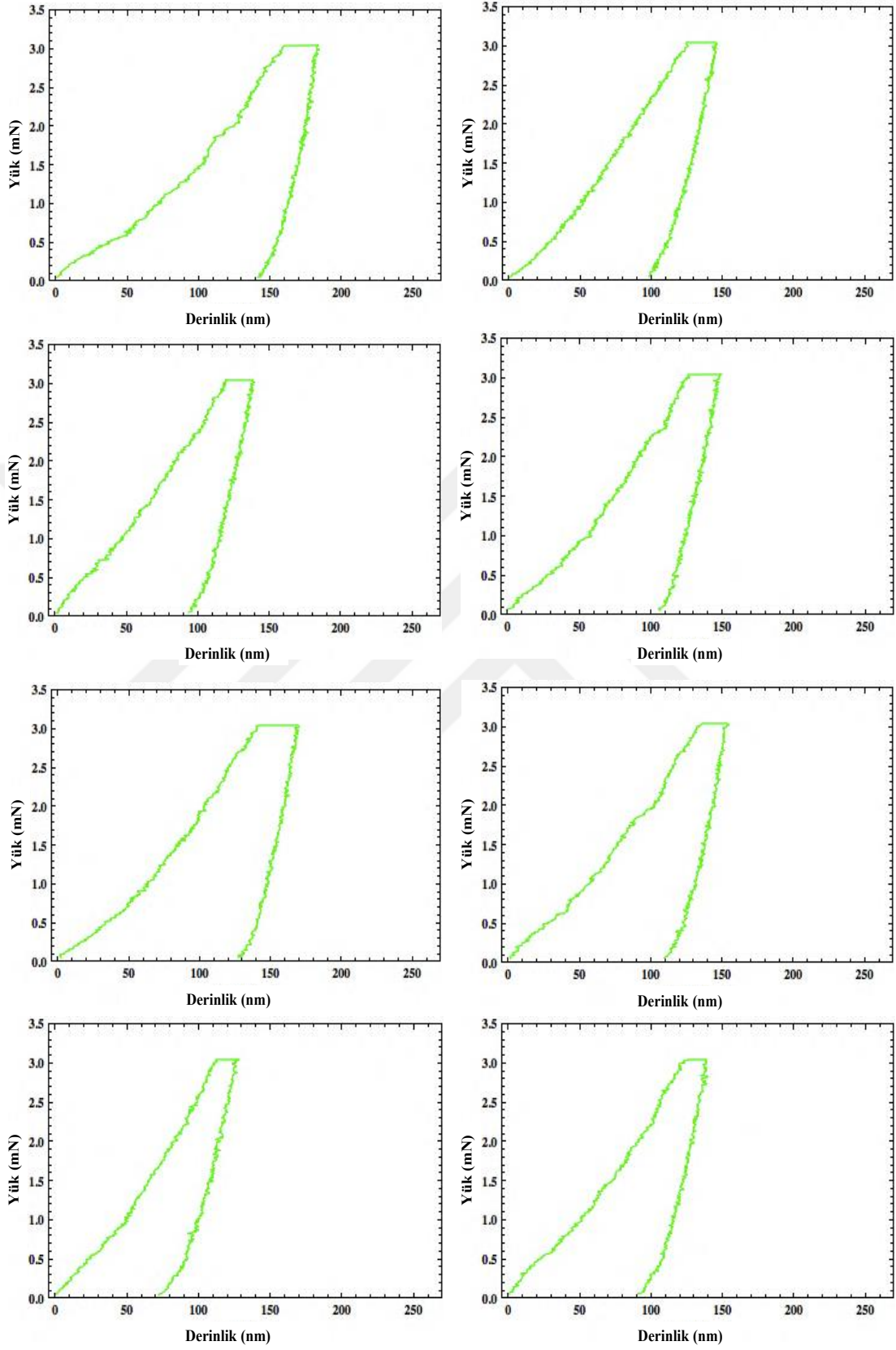
10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin yük kontrolü altında gerçekleşen nanoindentasyon deney sonuçları Şekil 5.142.’de gösterilmektedir. Bu tip deneyde, indenter titanyum oksit tabakadan geçerek titanyum altlığa geçer. Bu iki tabaka birbirinden farklı makroskobik ve kristallografik farklılıklara sahip oldukları için, indenterin matrikse geçmesiyle eğim farklılıkları oluşmaktadır.



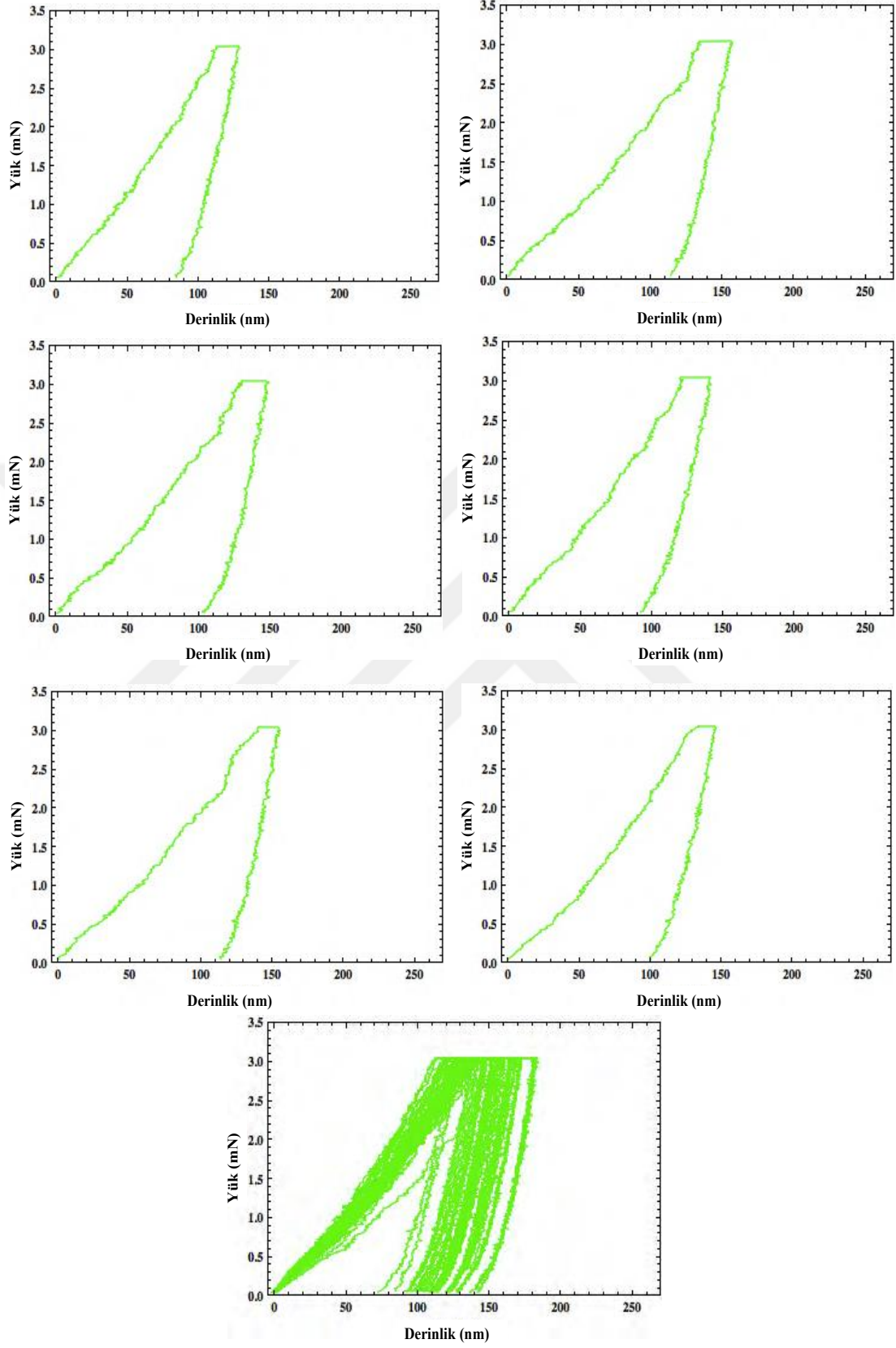
Şekil 5.142. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.142. (Devamı).

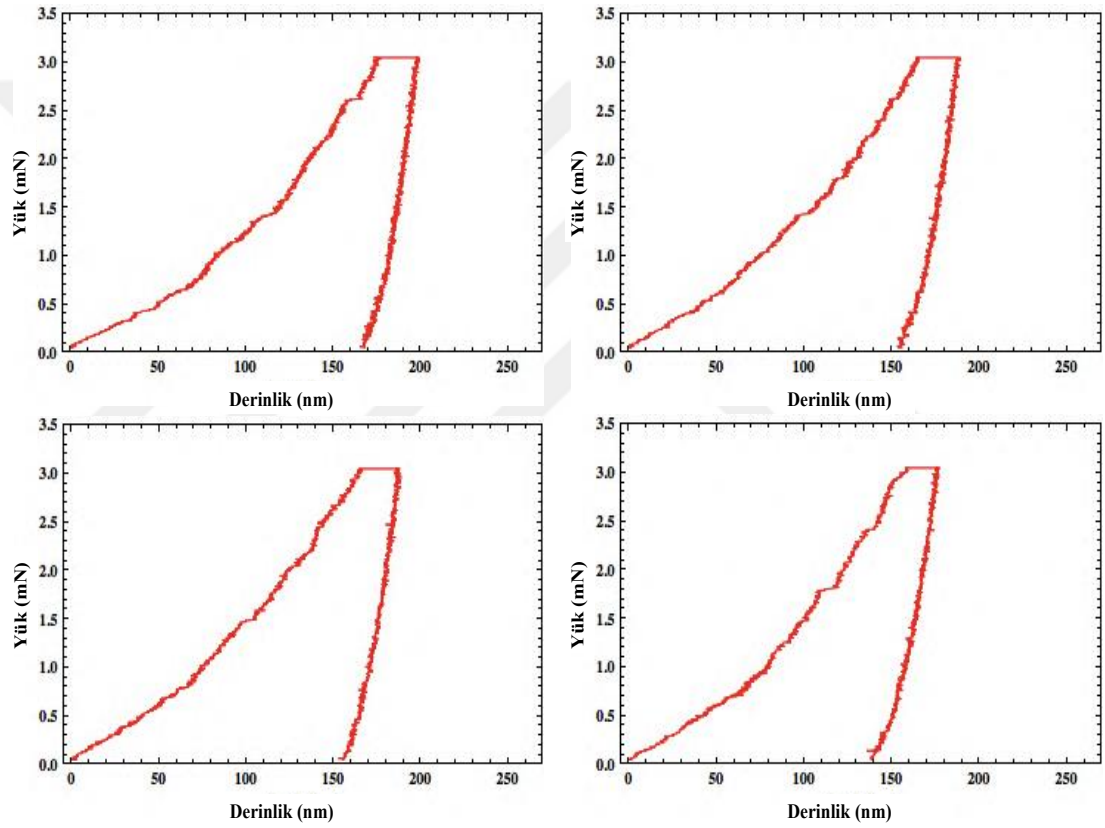


Şekil 5.142. (Devamı).

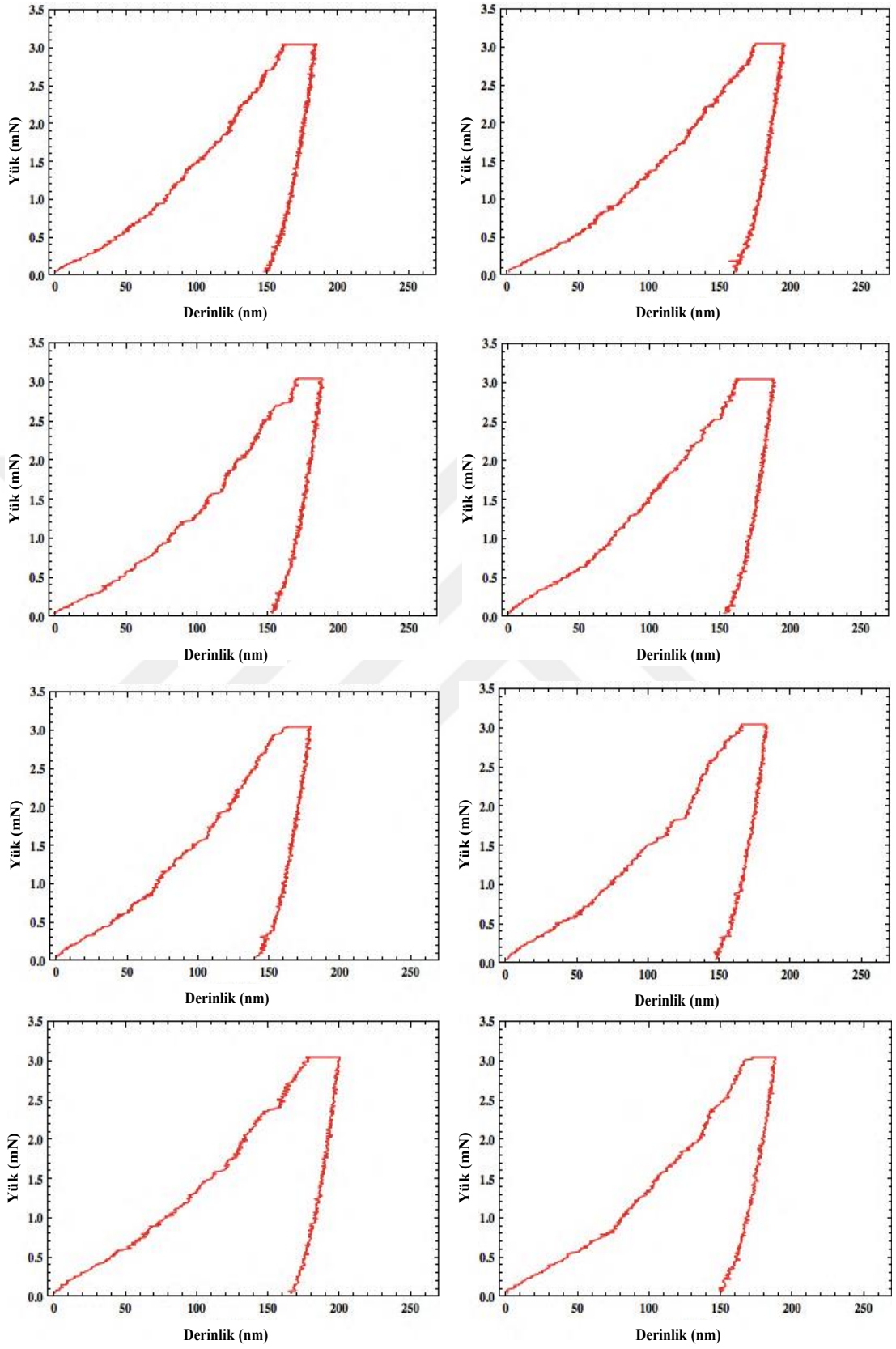


Şekil 5.142. (Devamı).

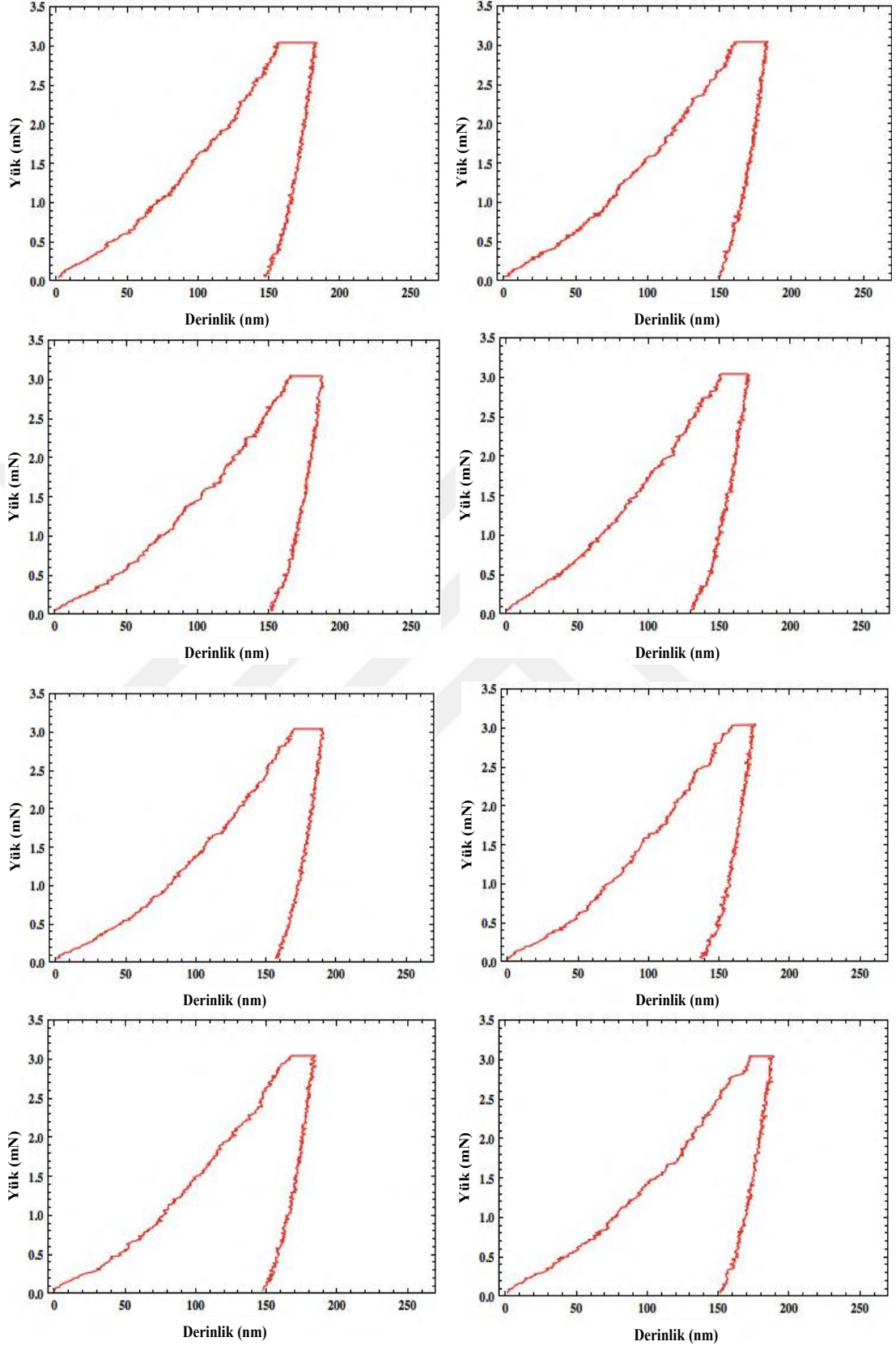
10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait nanoindentasyon deneyleri Şekil 5.143.'de gösterilmiştir. Bu şekilden görüldüğü üzere, eğrilerin hem yükleme hem de boşaltma bölümlerinde eğim farklılıkları vardır. Kaplanmış yüzeylerin pürüzlülüğü ve oksit çeşitleri farklı yapıda oldukları için, nanoindentasyon eğrisinin yükleme bölümünden de anlaşıldığı üzere, yüzeydeki oksit tabakanın kalınlığı farklılıklar göstermektedir. Aynı durum eğrinin boşaltma bölümünden de görülmektedir. Boşaltma eğimi değişmektedir ve aynı sebepten dolayı farklı bölgelerde kalıcı bozulmalar vardır.



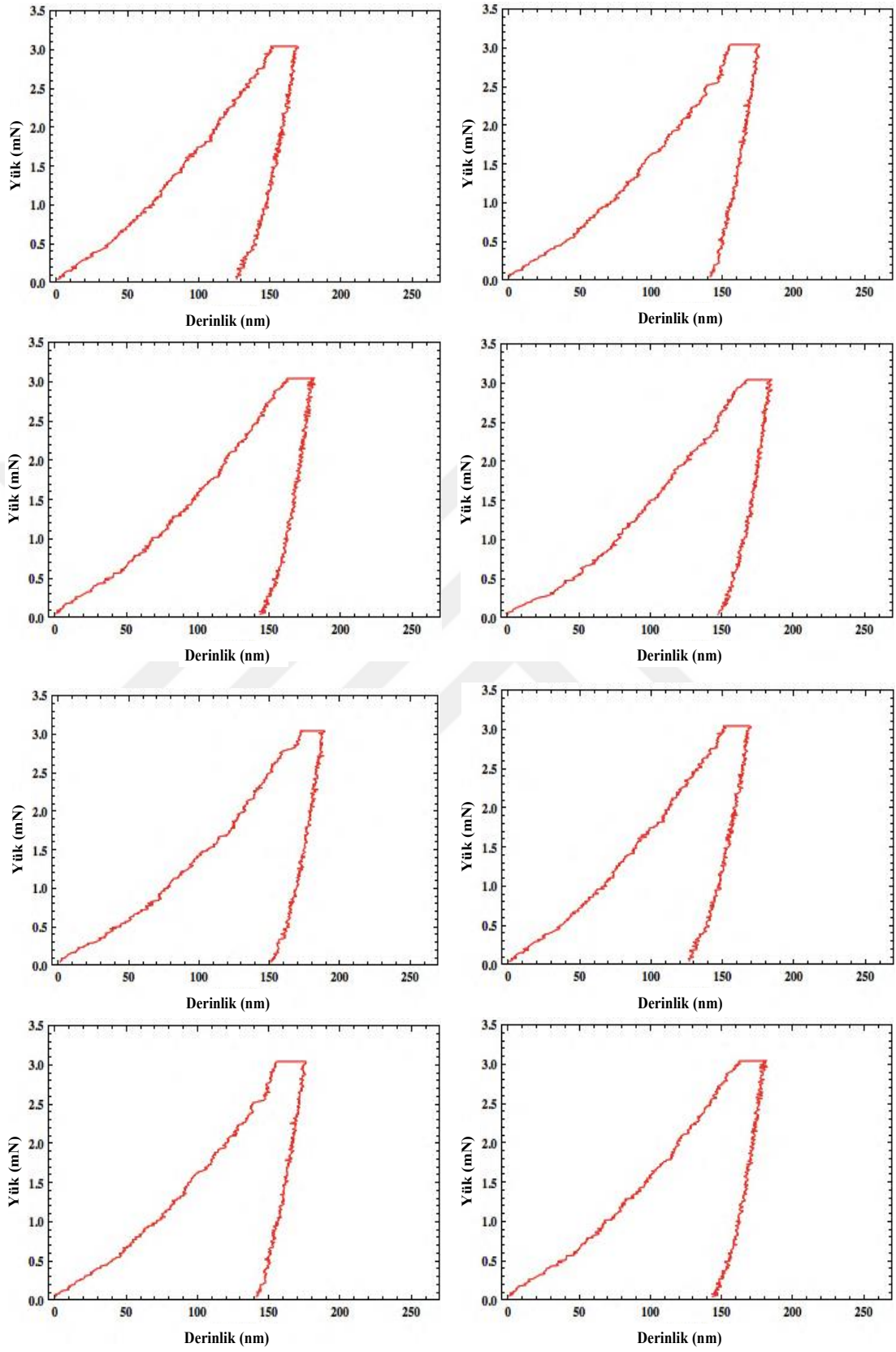
Şekil 5.143. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



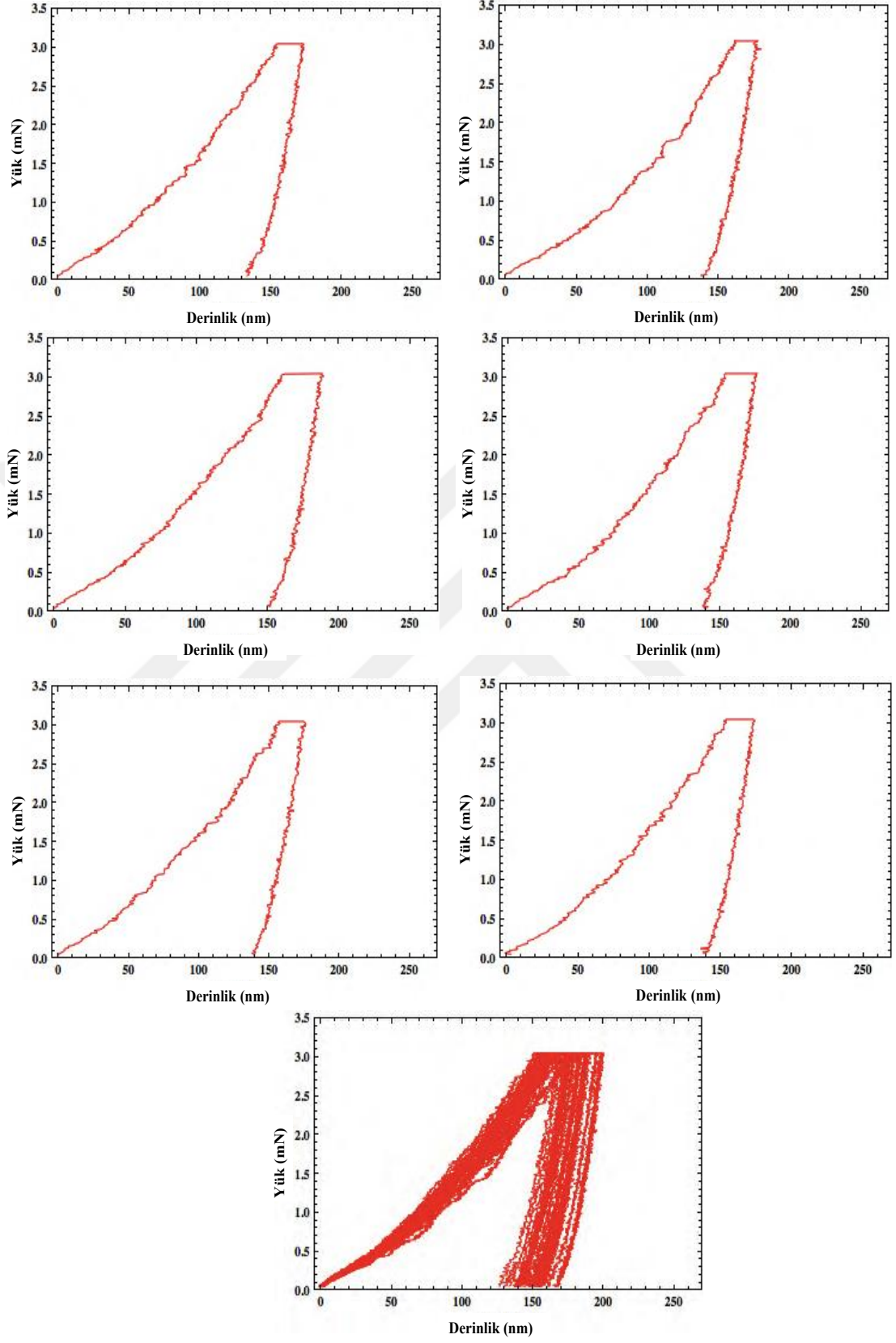
Şekil 5.143. (Devamı).



Şekil 5.143. (Devamı).

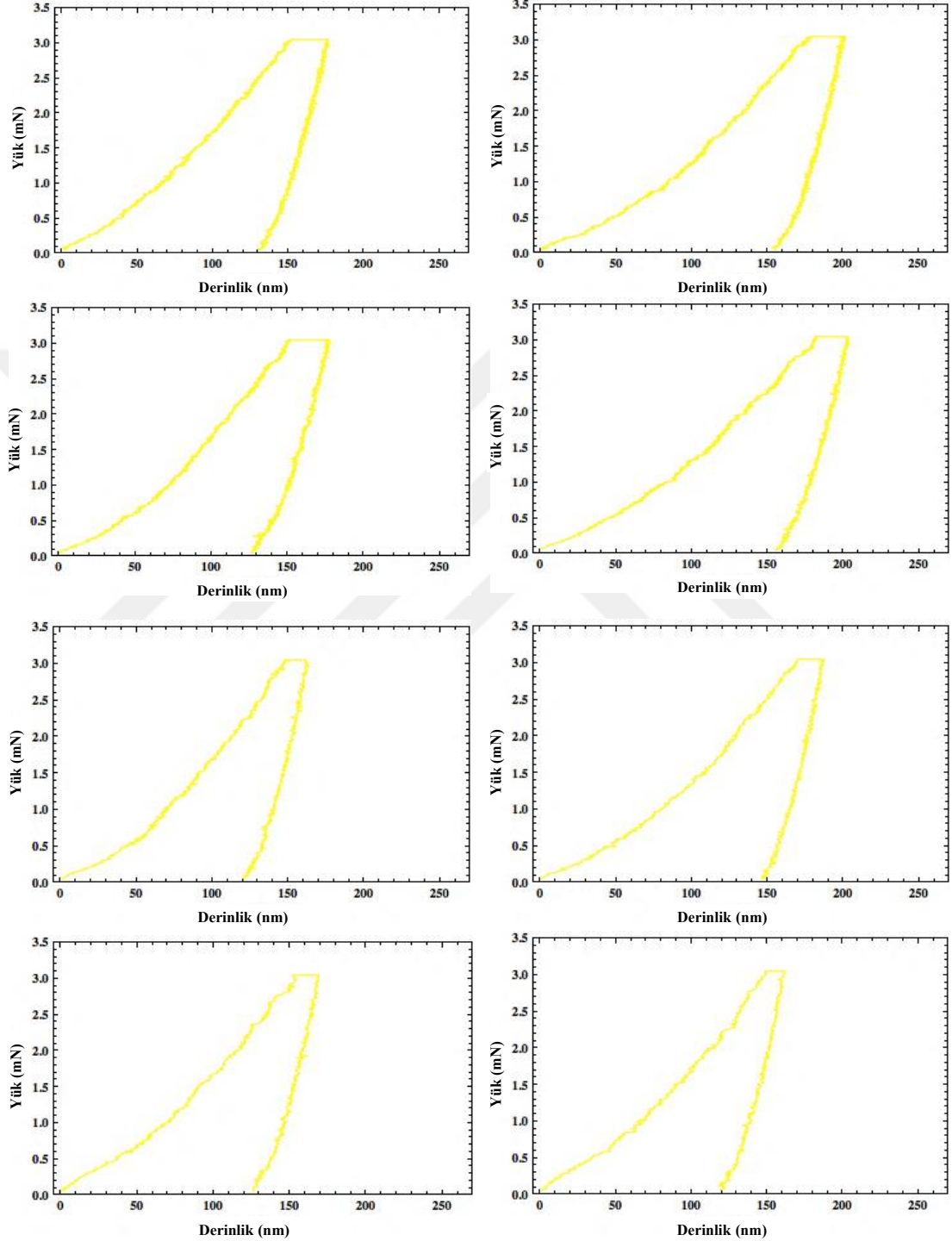


Şekil 5.143. (Devamı).

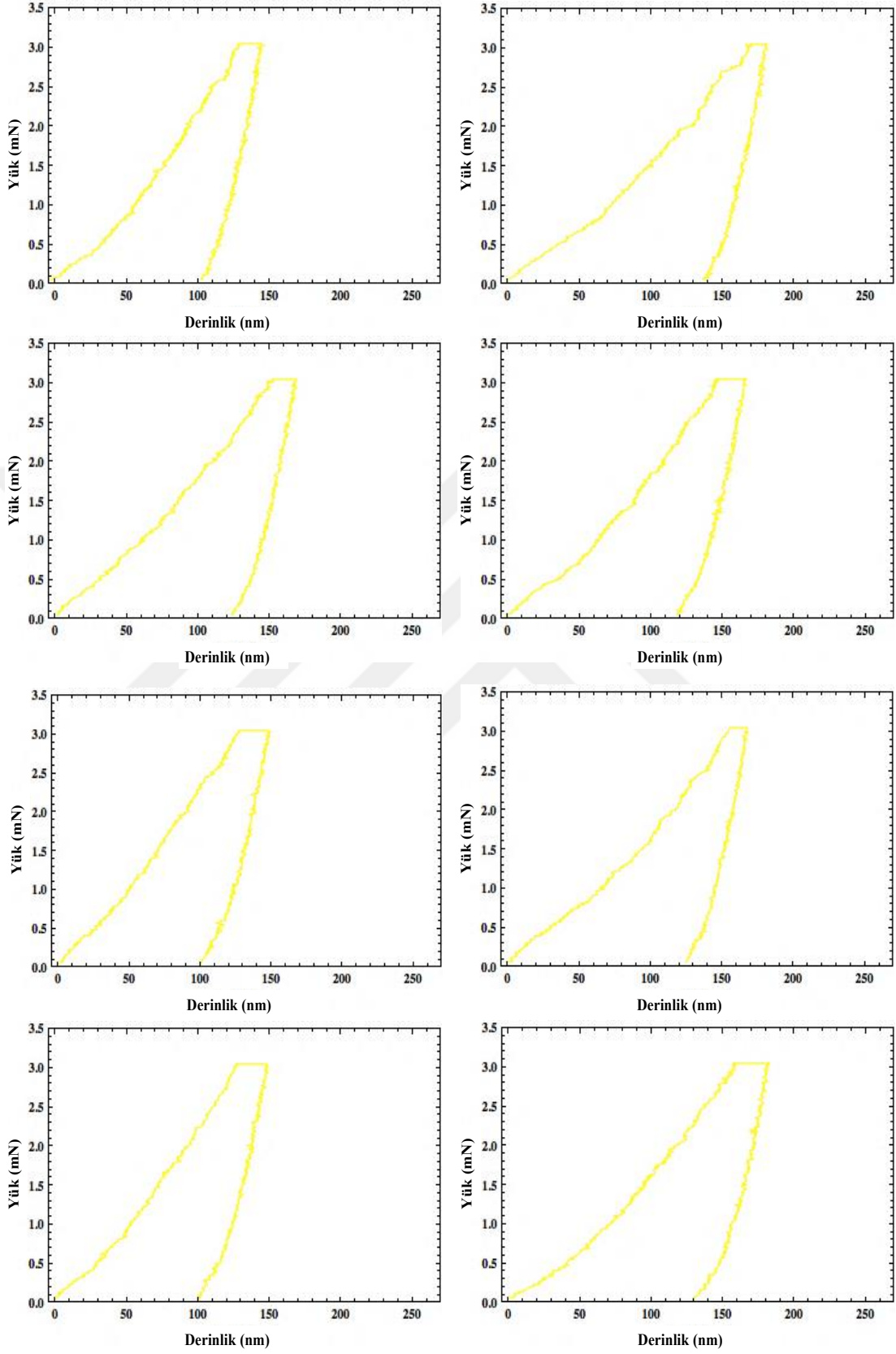


Şekil 5.143. (Devamı).

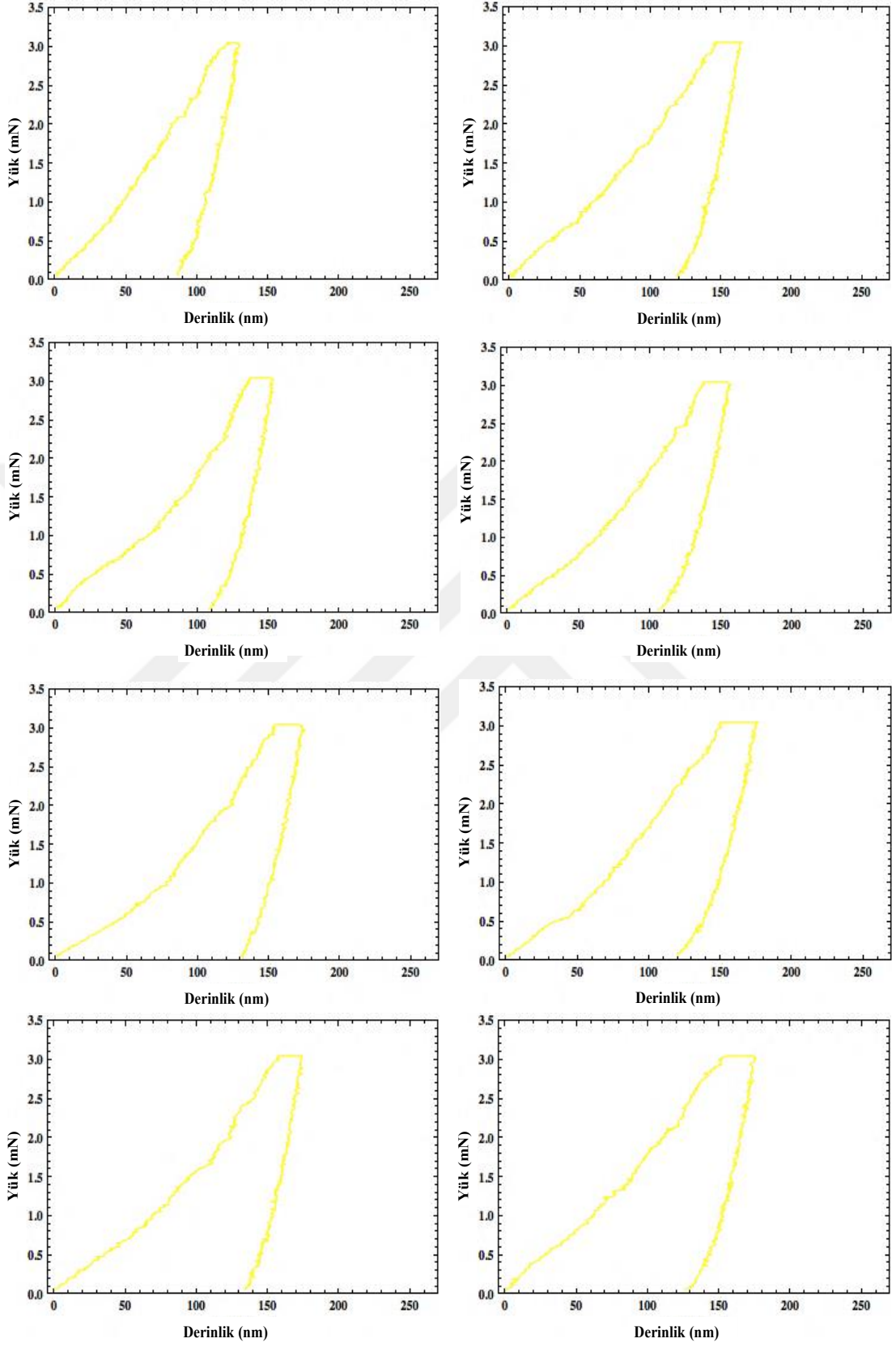
50V 10 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin nanoindentasyon eğrileri Şekil 5.144.'de gösterilmiştir.



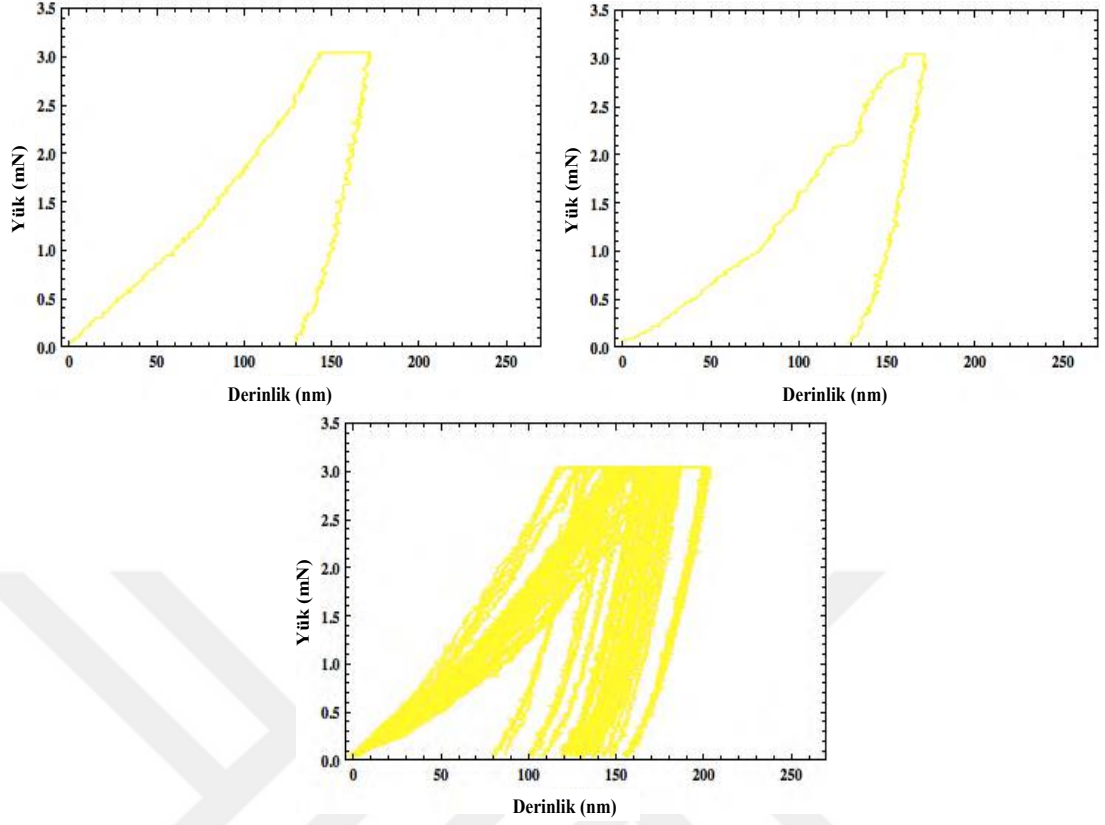
Şekil 5.144. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.144. (Devamı).

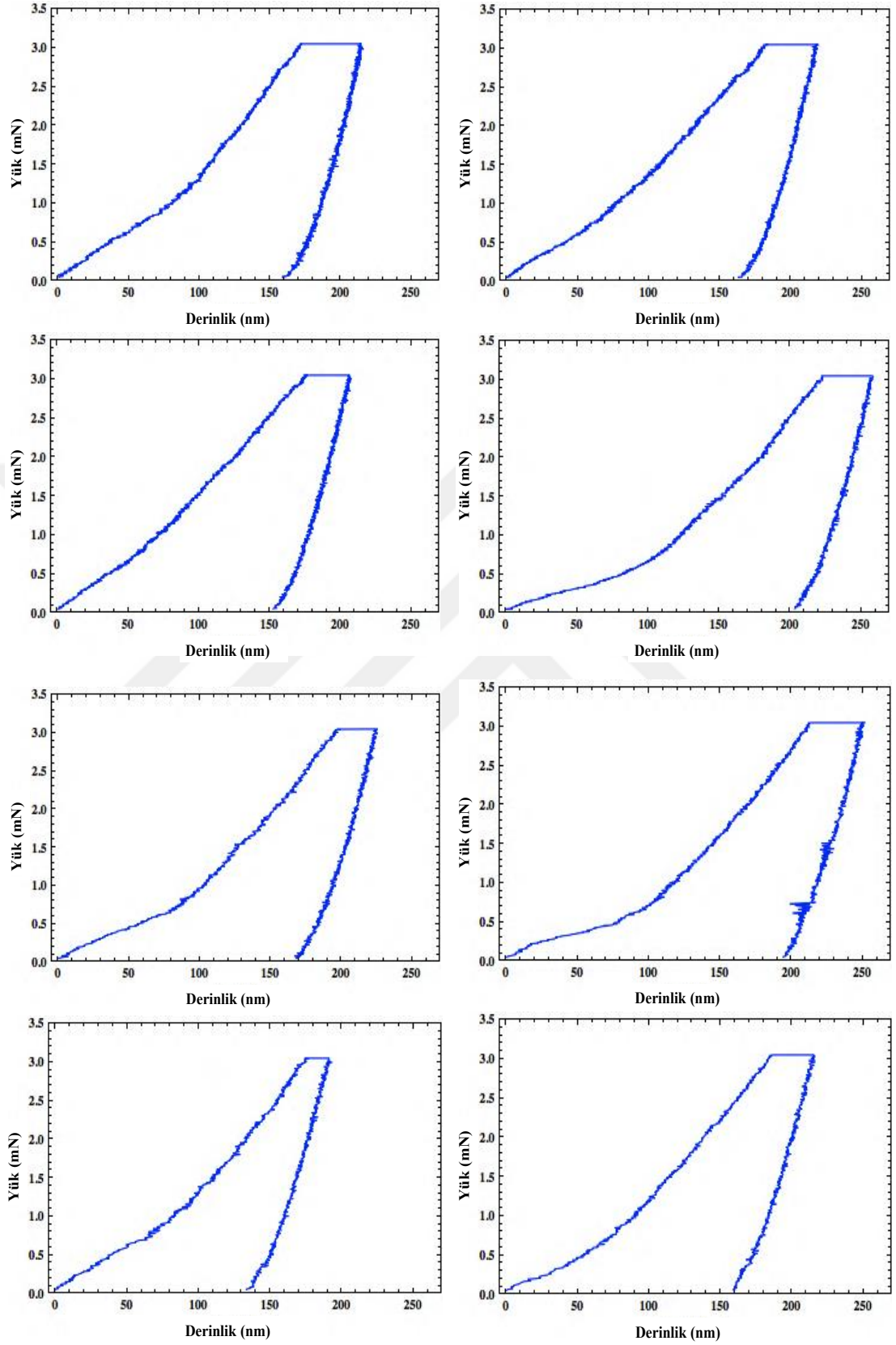


Şekil 5.144. (Devamı).

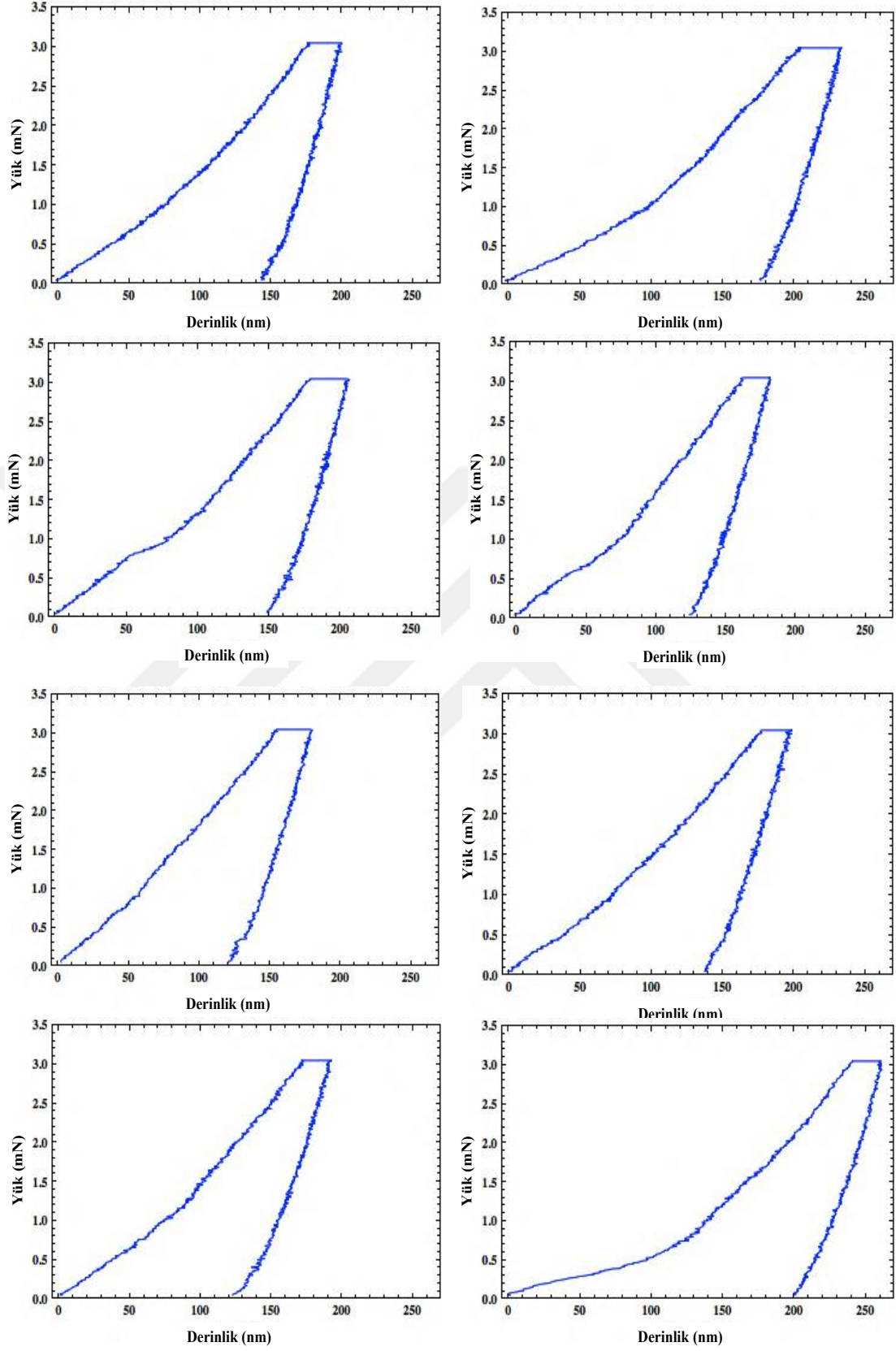


Şekil 5.144. (Devamı).

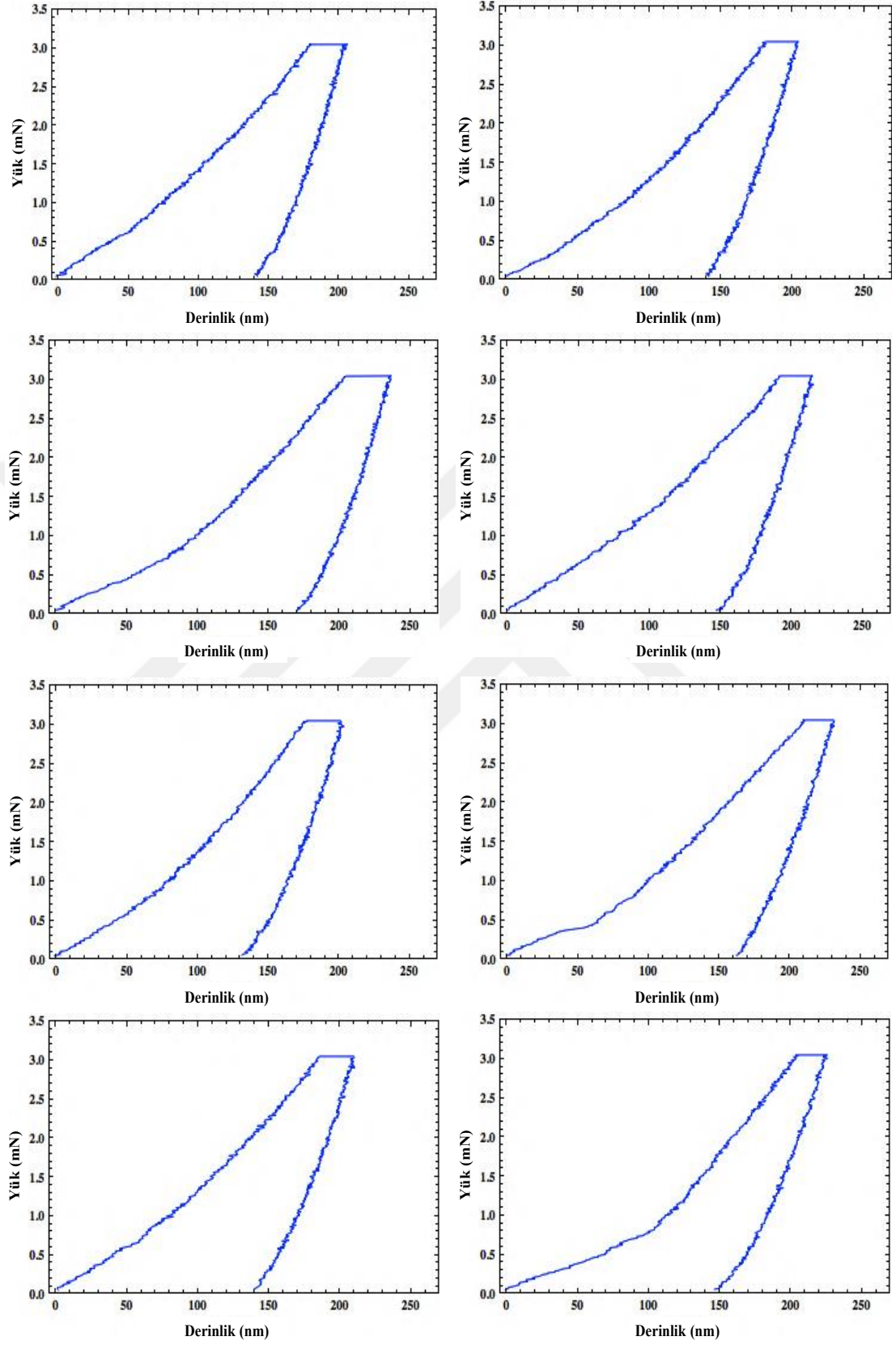
50V 45 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin nanoindentsayon deney sonuçları Şekil 5.145.'de gösterilmektedir. Daha önce bahsedilen nedenlerden dolayı, diğer nano pürüzlü yüzeylerde olduğu gibi bu yüzeye ait eğrinin yükleme ve boşaltma eğrilerinde eğim farklılıkları vardır.



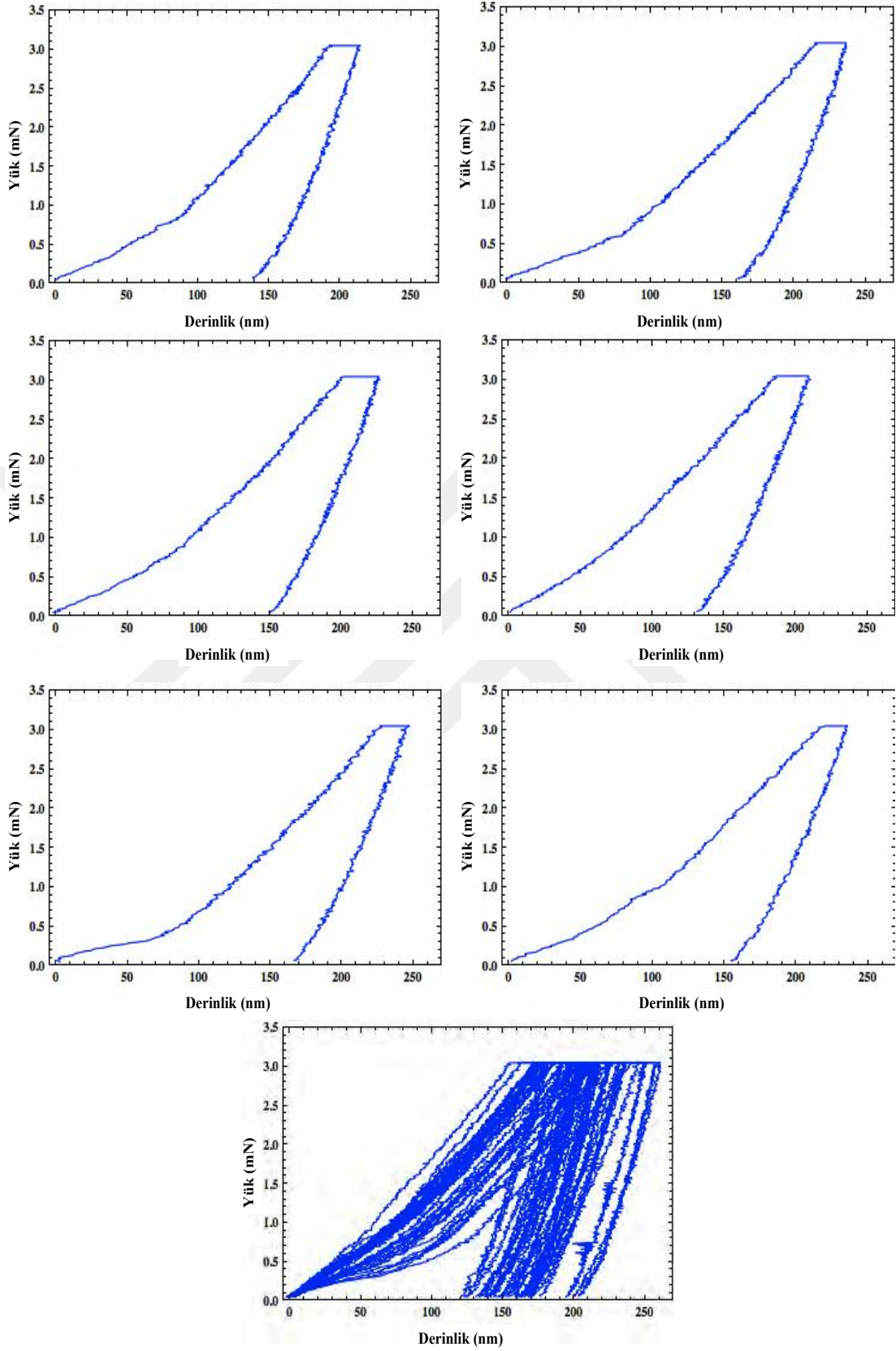
Şekil 5.145. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



Şekil 5.145. (Devamı).



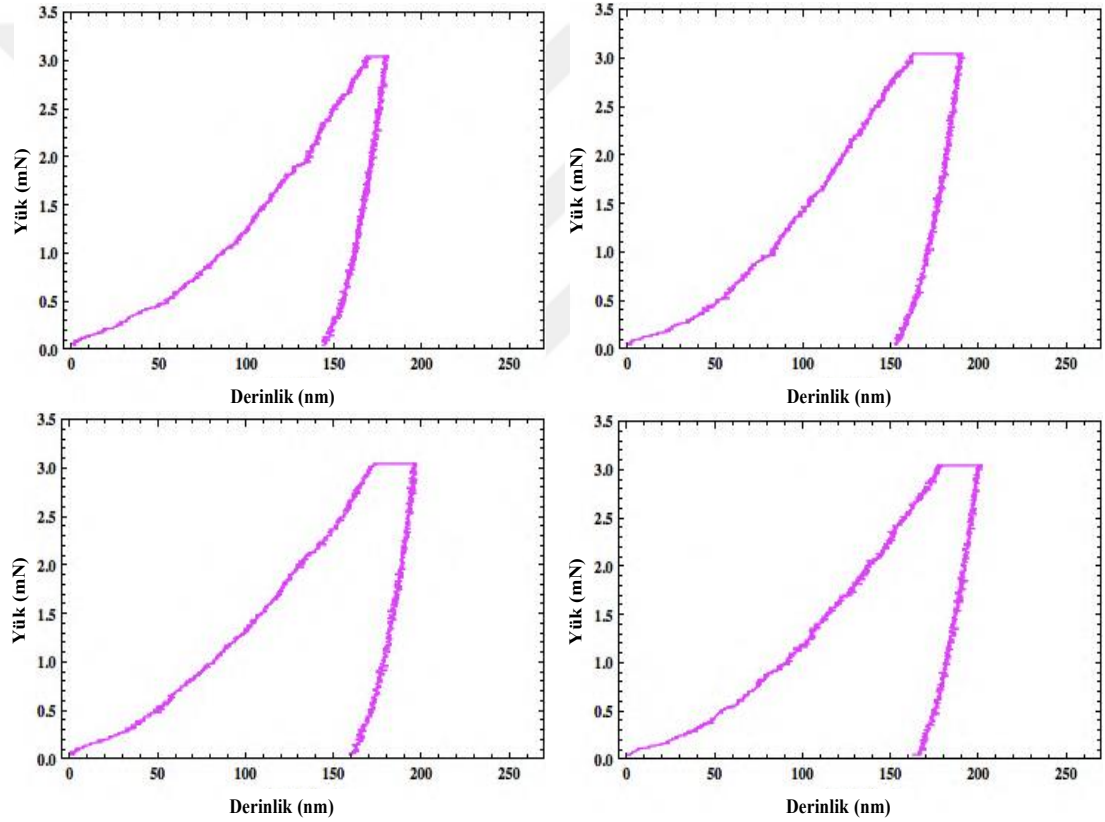
Şekil 5.145. (Devamı).



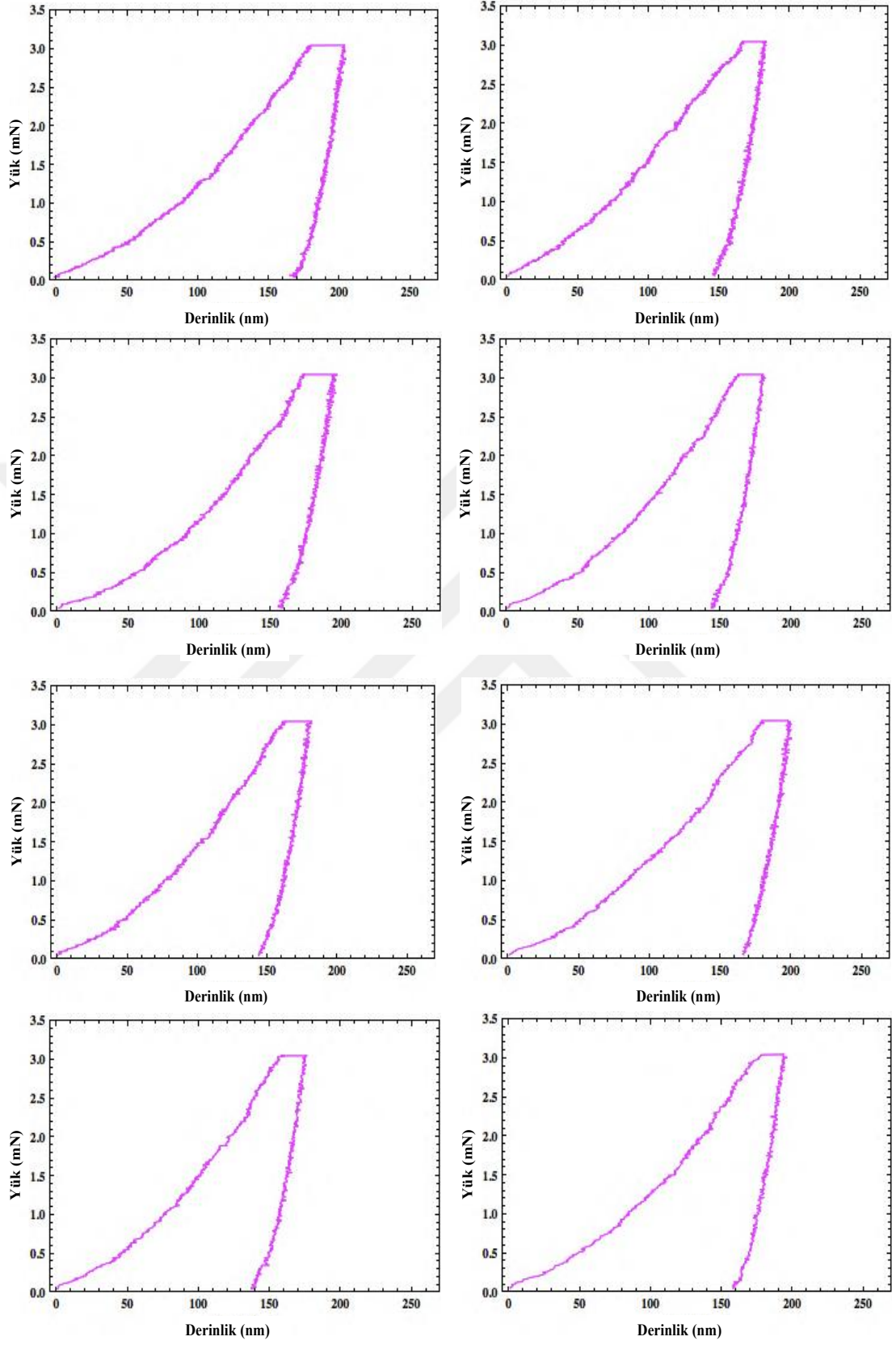
Şekil 5.145. (Devamı).

5.3.8. Nano tanecikli yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

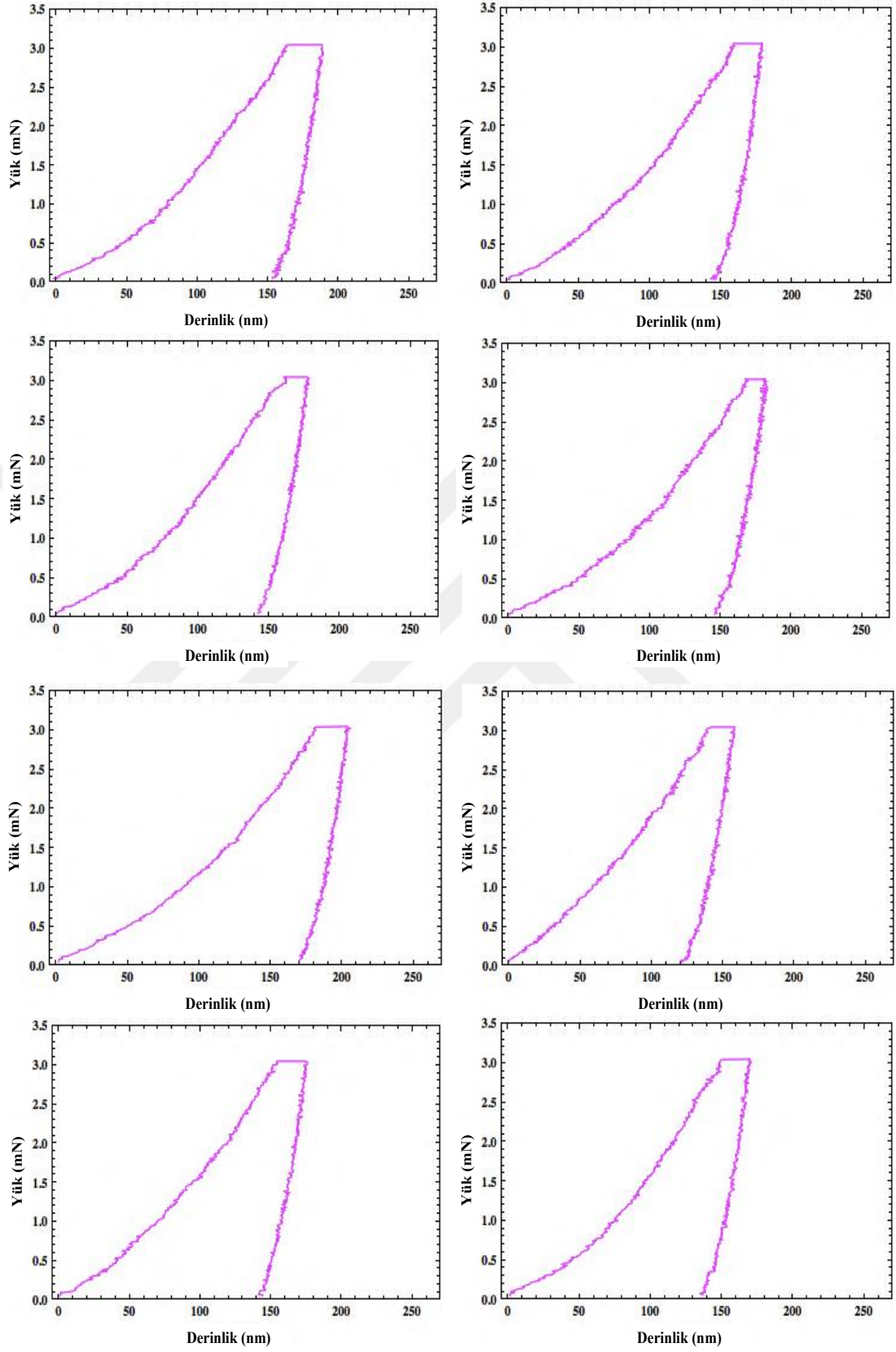
Nano tanecikli yüzeylerin yük kontrolü altında gerçekleşen nanoindentasyon deneylerinin sonuçları Şekil 5.146.’da gösterilmektedir. Yüzey pürüzlülüğü ve diğer bileşen gibi farklılıklara bağlı olarak eğrinin yükleme ve boşaltma bölümlerinde farklılıklar görülmektedir. Kaplanmış yüzeydeki farklılıklara ve/veya indenter’in oksit tabakadan titanyum matrikse geçmesinden dolayı eğrinin yükleme ve boşaltma bölümlerinde eğim değişimleri vardır.



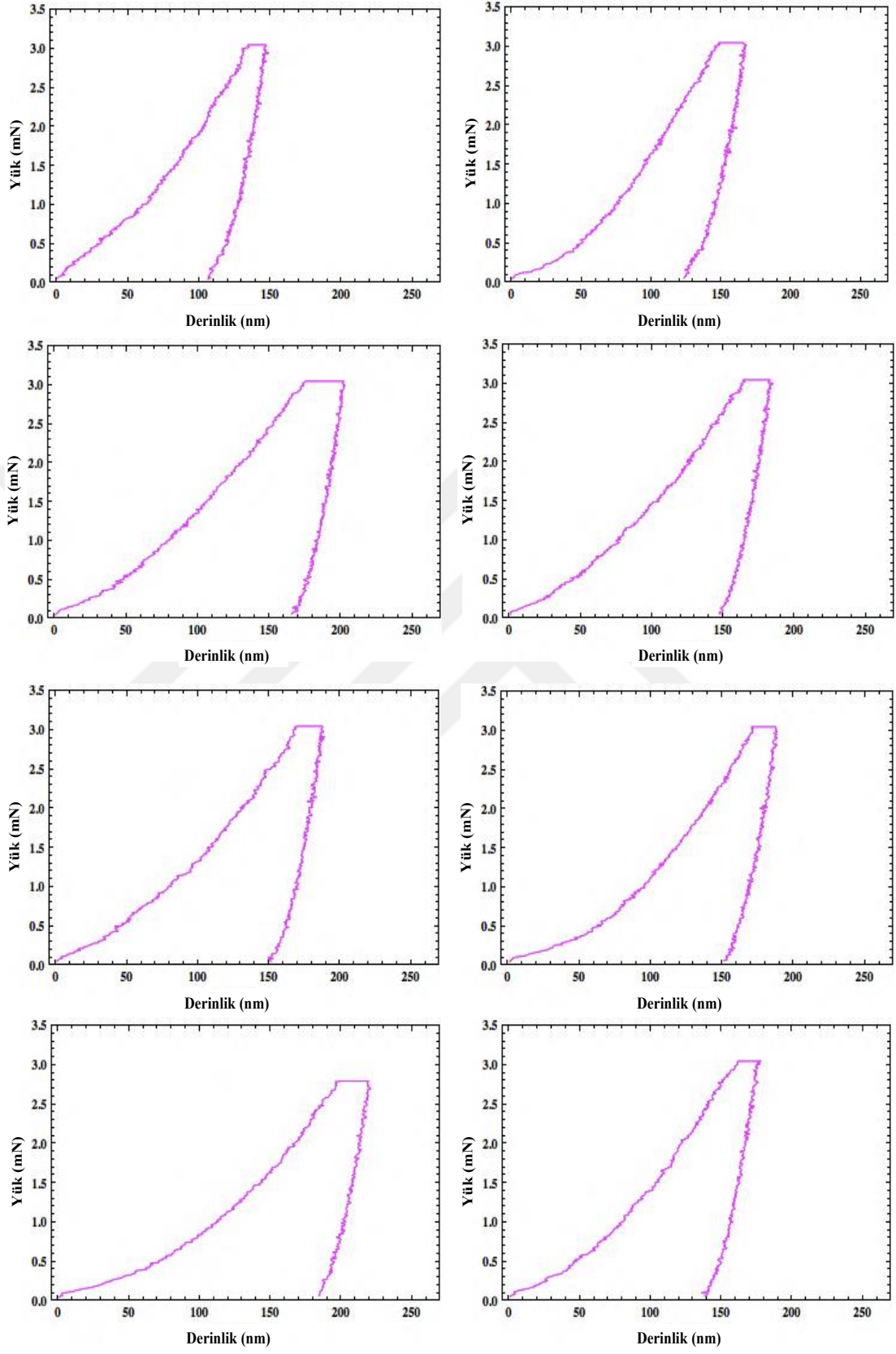
Şekil 5.146. Nano tanecikli yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



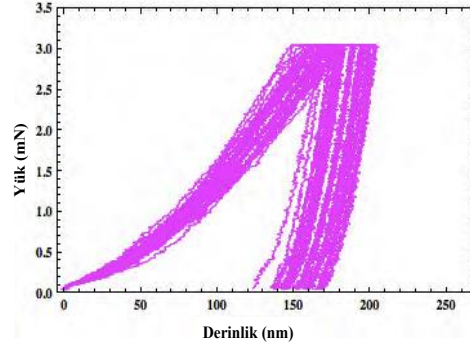
Şekil 5.146. (Devamı).



Şekil 5.146. (Devamı).



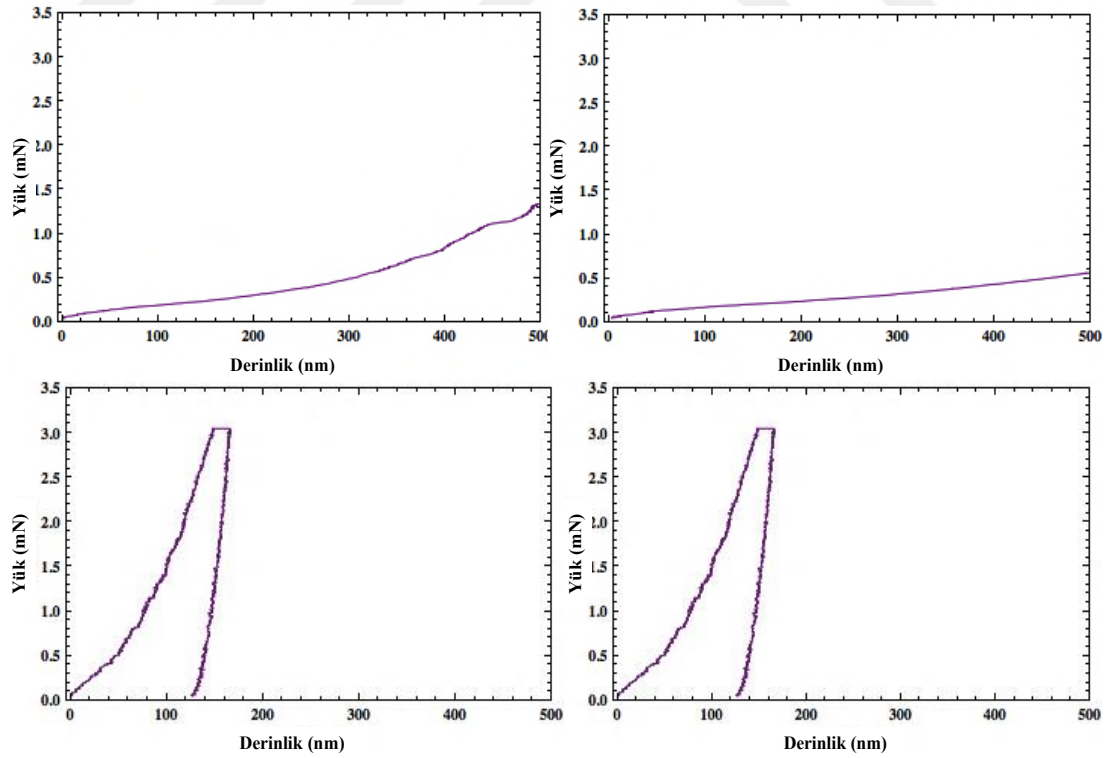
Şekil 5.146. (Devamı).



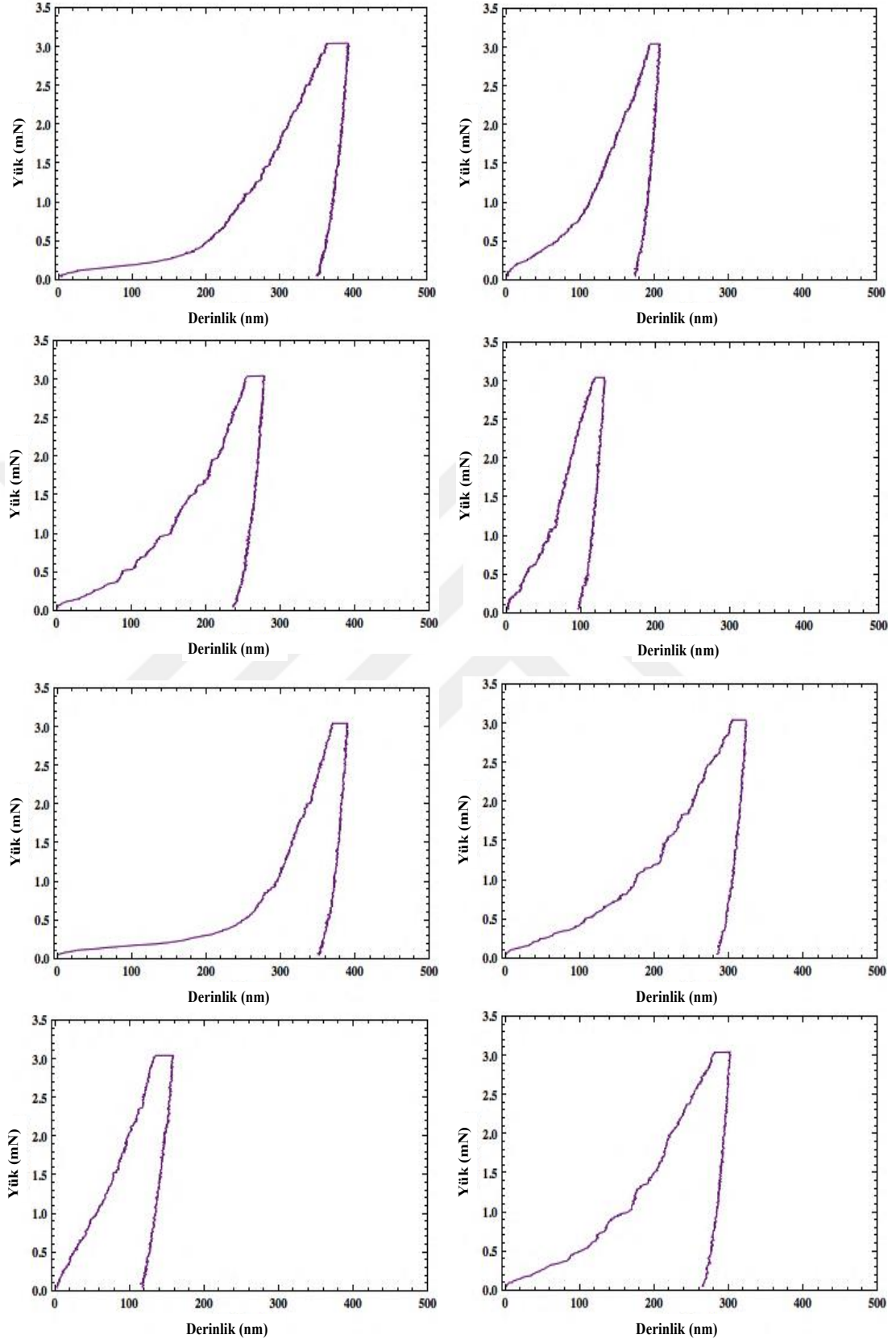
Şekil 5.146. (Devamı).

5.3.9. Nanotüp yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon çalışmaları

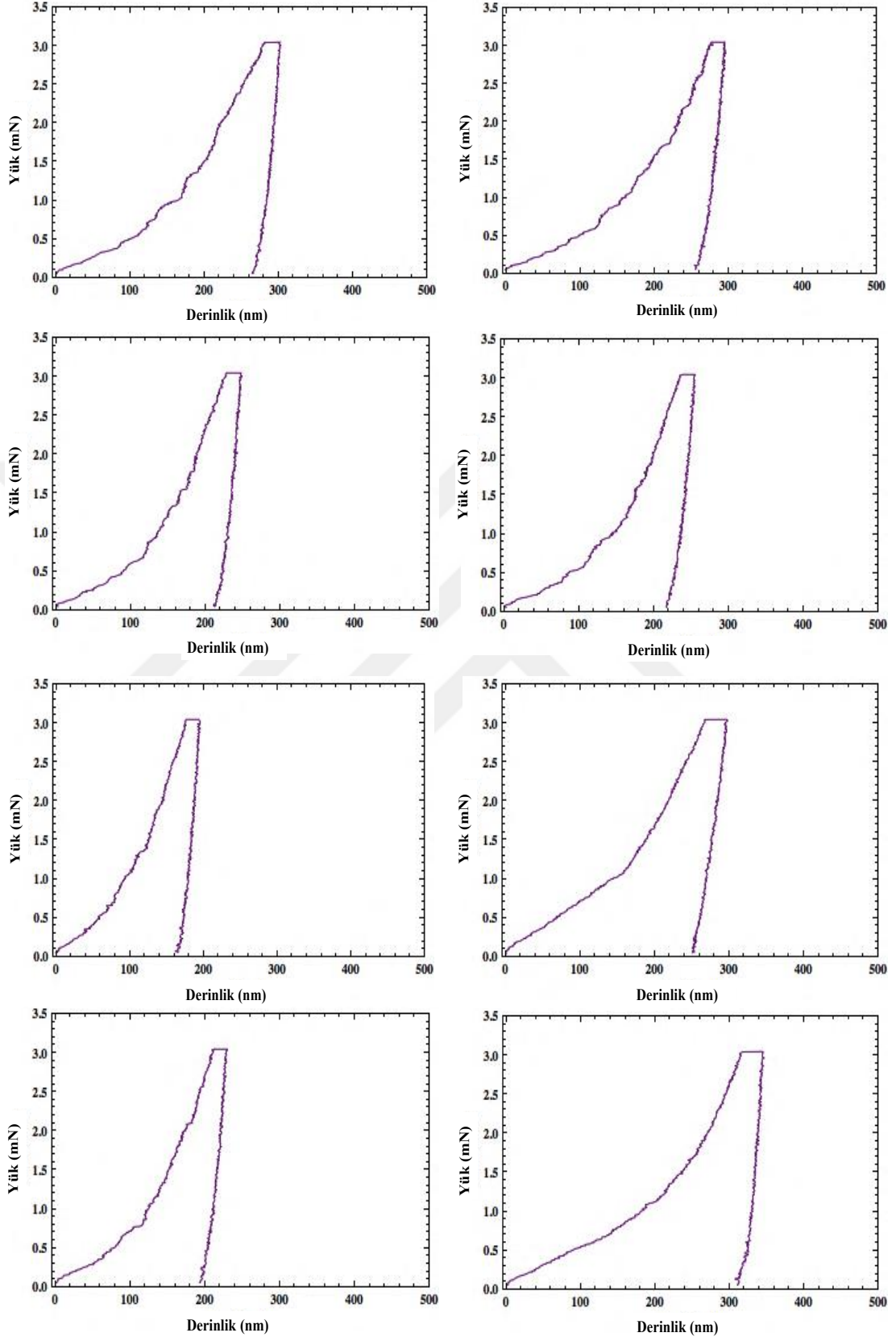
Nanotüp kaplı yüzeylerin nanoindentasyon çalışması sonuçları Şekil 5.147.’de görülmektedir. Nanotüpler kırılgan oldukları için, her bir diyagramın diğer(ler)i arasındaki fark oldukça büyüktür. Üstelik, eğrilerin yükleme ve boşaltma bölümlerindeki eğim farklılıkları açıkça görülmektedir.



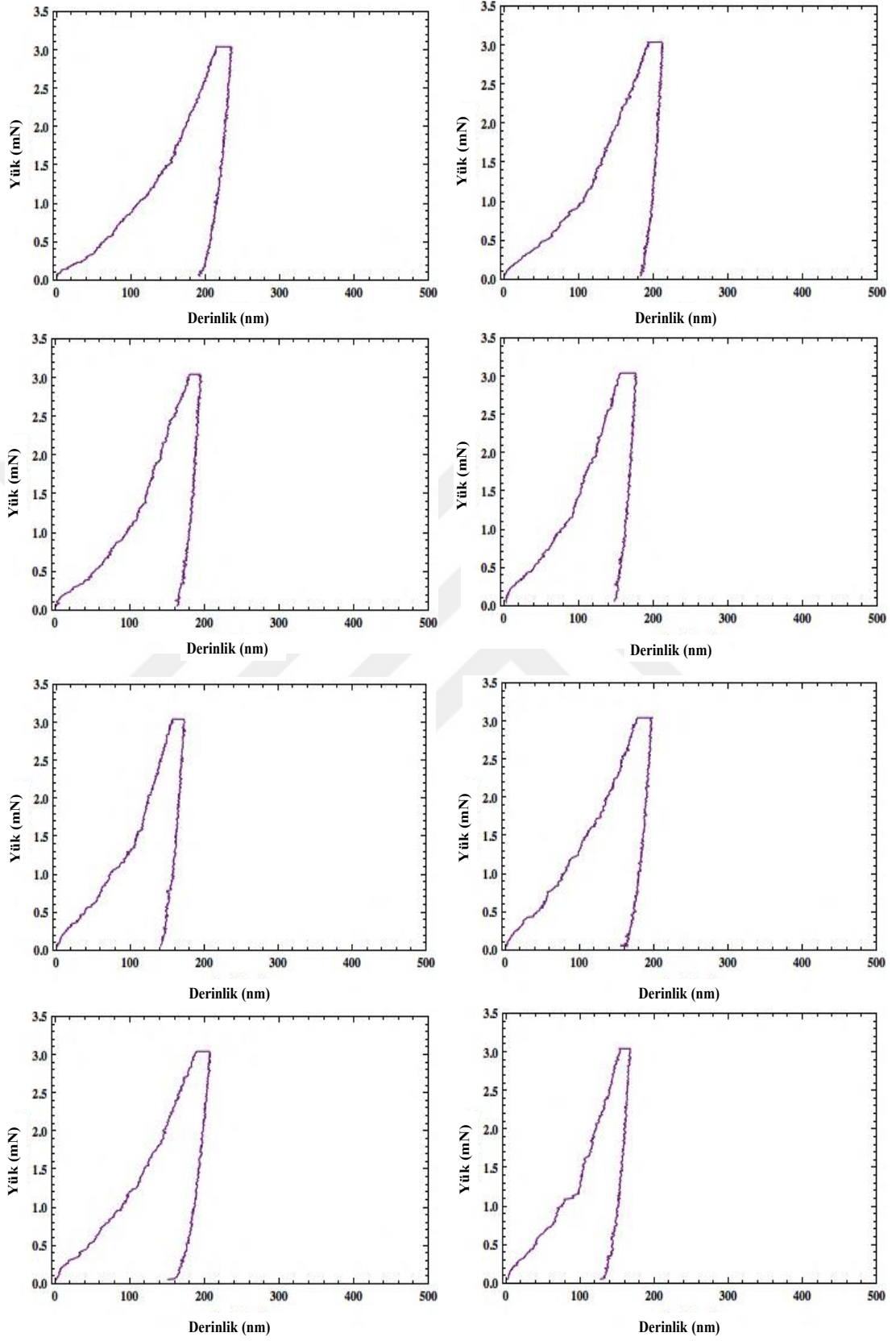
Şekil 5.147. Nanotüp yüzeylerin “yük (3mN) kontrolü” altında gerçekleşen nanoindentasyon grafikleri.



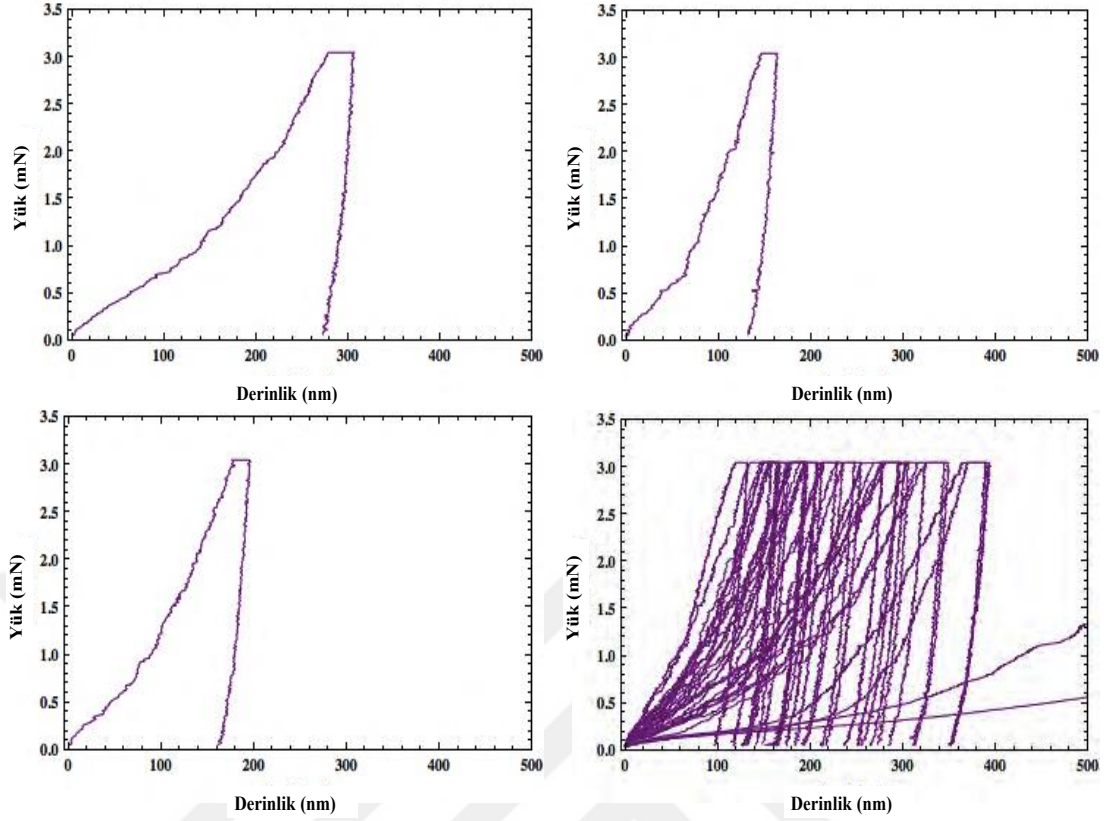
Şekil 5.147. (Devamı).



Şekil 5.147. (Devamı).



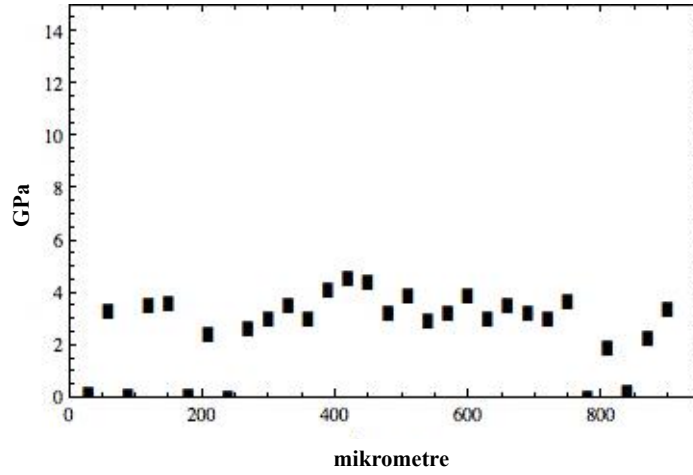
Şekil 5.147. (Devamı).



Şekil 5.147. (Devamı).

5.3.10. Parlatılmış yüzeylerin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

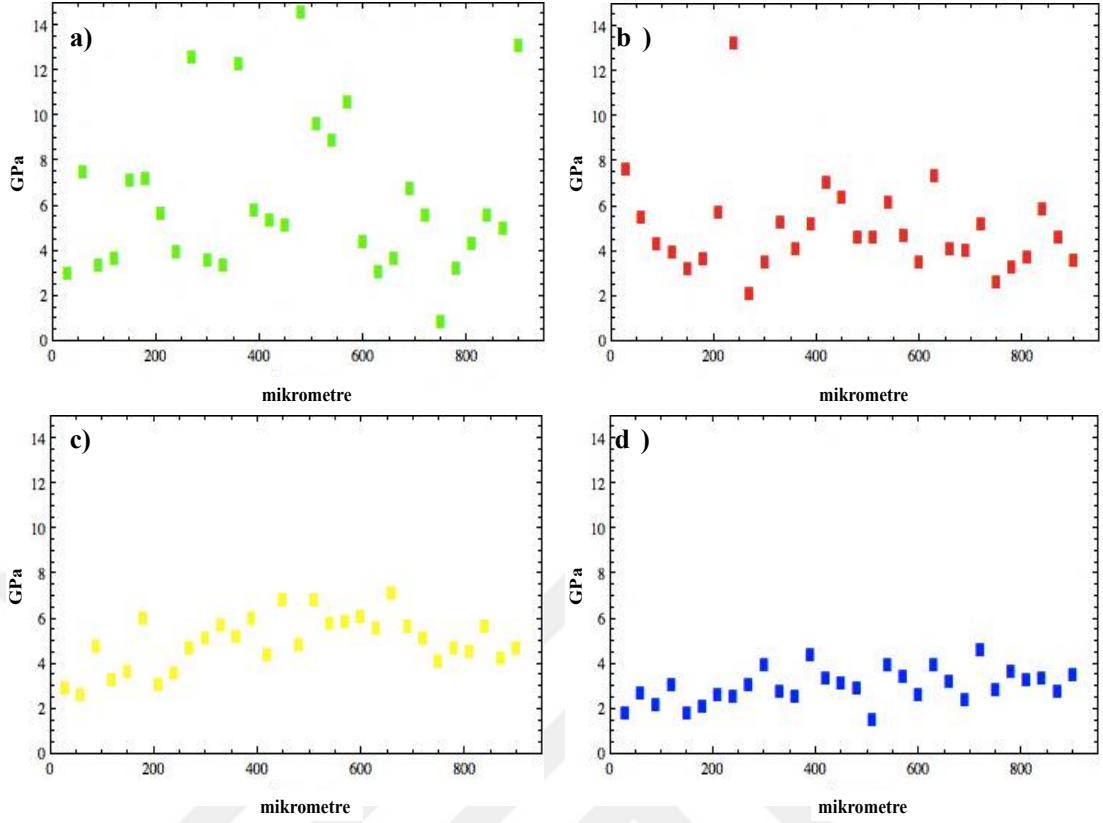
Bu tip indentasyon deneyi “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilmiştir. Her bir numunenin farklı bölgelerinde yapılan 30 nanoindentasyon deneyinin sonuçları Şekil 5.148.’de gösterilmektedir. Kaplanmamış titanyumun sertliği yaklaşık olarak 3,5 GPa olarak bulunmuştur.



Şekil 5.148. Parlatılmış titanyumun “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değişimleri.

5.3.11. Nano pürüzlü yüzeylerin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

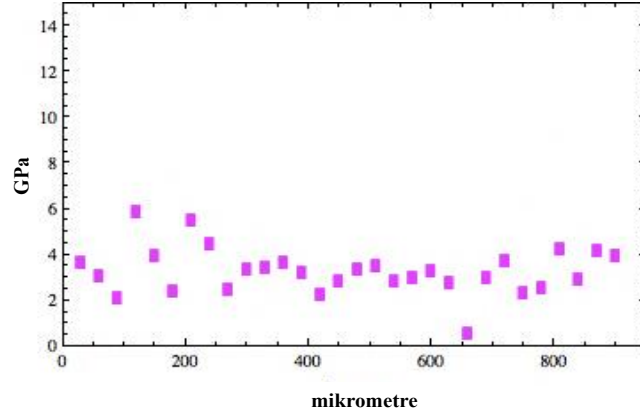
Şekil 5.149.’da gösterilen nano pürüzlü yüzeylere ait sertlik değerleri hem kendi içlerinde hem de birbirleri arasında farklılıklar göstermektedir. En fazla farklılık en düşük voltaj ve en düşük anodizasyon süresi kullanılarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye aittir. 50V 45 dakika uygulanarak nano pürüzlü yüzeyde ise en az farklılık görülmektedir. Dört farklı nano pürüzlü yüzey arasındaki fark kinetik ve yeni oksit taneciklerinin oluşması ile ilgilidir. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzey en yüksek kalınlığa sahip gibi görünüyor. Bu, kinetik olarak yapısal dengeyi sağlama eğilimini gösteriyor olabilir. Diğer taraftan, 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan numunenin bazı bölgelerinde oksit kalınlığı 40 nm’den daha az olabilir ve indenter’in titanyum matrikse geçmesine izin verir. Dolayısıyla, sertlik değerlerinde değişimler daha çok görülmektedir.



Şekil 5.149. Nano pürüzlü yüzeylerin sertlik değerleri; a) 10V 10 dakika; b) 10V 45 dakika; c) 50V 10 dakika; d) 50V 45 dakika.

5.3.12. Nano tanecikli yüzeylerin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

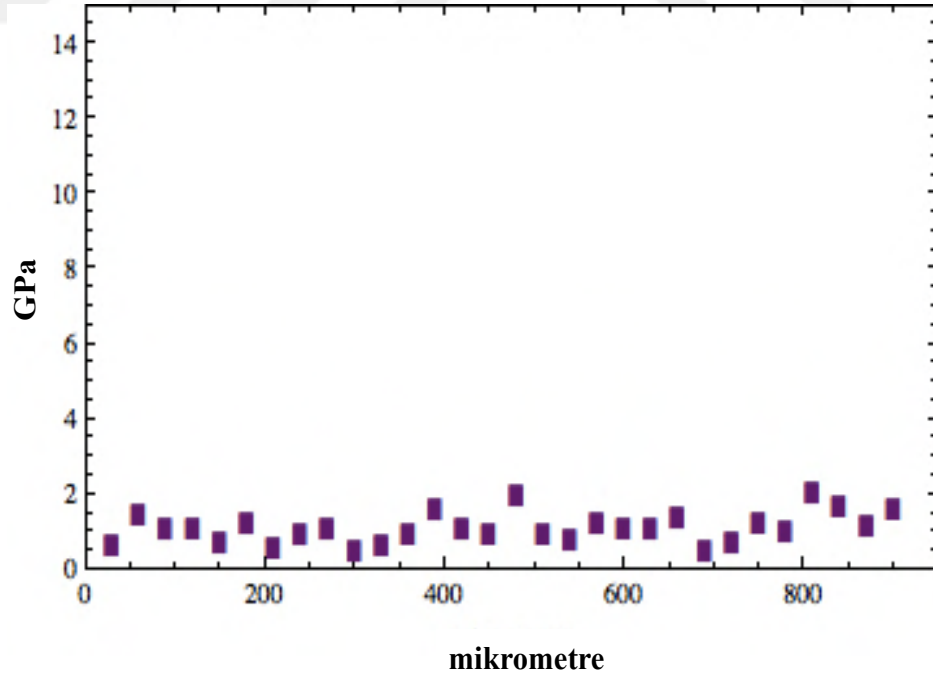
Nano tanecikli yüzeylerin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değerleri Şekil 5.150.’de gösterilmektedir. Diğer numunelerde olduğu gibi bunda da oksit yüzeyindeki farklılıklardan dolayı sertlik değerlerinde dalgalanmalar görülmektedir.



Şekil 5.150. Nano taneçikli yüzeylerin sertlik değerleri.

5.3.13. Nanotüp yüzeylerin “penetrasyon derinliği (40 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

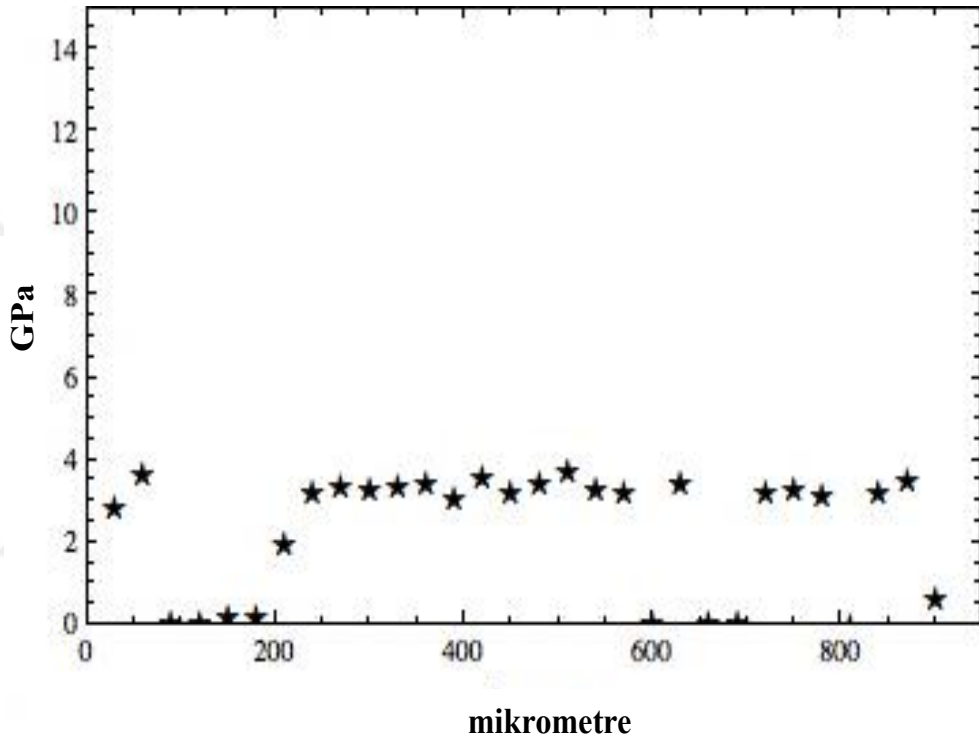
Nanotüplerin penetrasyon kontrolü altında gerçekleştirilen sertlik deney sonuçları Şekil 5.151.’de gösterilmiştir. Nanotüplerin sertlik değerleri yük altında kırılıp ezilmelerinden dolayı diğer numunelerden daha düşüktür.



Şekil 5.151. Nanotüp yüzeylerin sertlik değerleri.

5.3.14. Parlatılmış yüzeylerin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

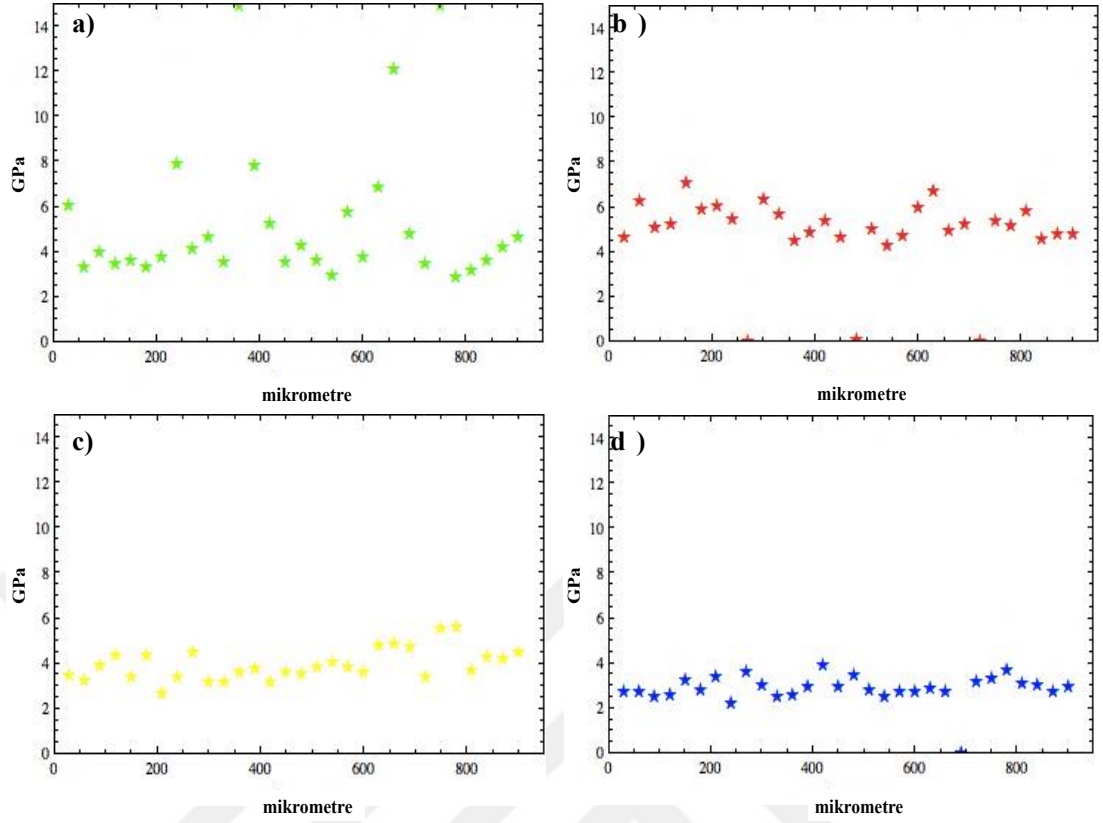
Kaplanmamış titanyum yüzeyin penetrasyon derinliği kontrolü altında gerçekleştirilen sertlik değerleri Şekil 5.152.’de gösterilmiştir. Ortalama sertlik değeri yaklaşık olarak 3,5 GPa olarak ölçülmüştür.



Şekil 5.152. Parlatılmış titanyumun “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değerleri.

5.3.15. Nano pürüzlü yüzeylerin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

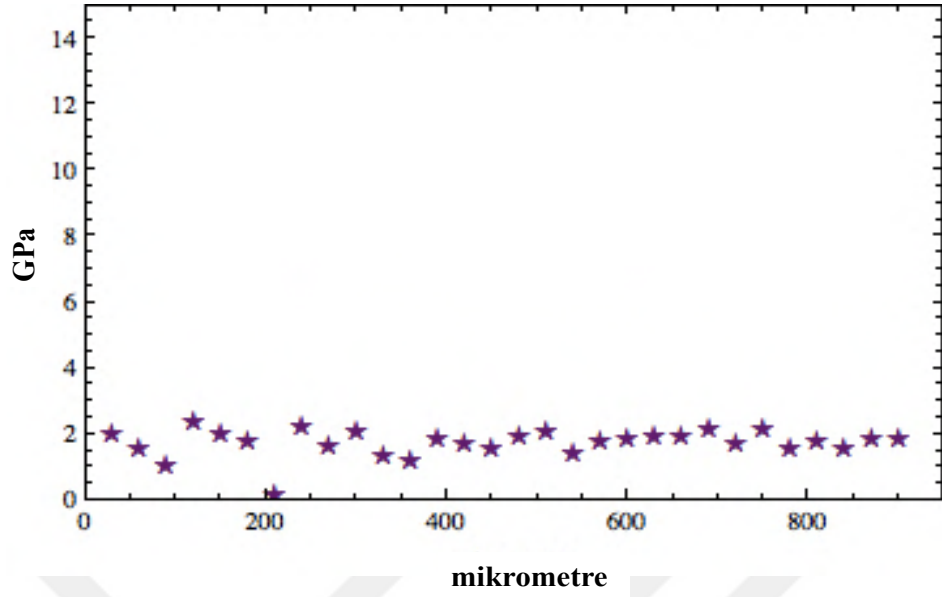
Nano pürüzlü yüzeylerin penetrasyon derinliği kontrolü altında gerçekleştirilen sertlik değişimleri Şekil 5.153.’de gösterilmiştir. 10V 10 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü yüzey en yüksek sertlik değerine sahiptir. 10V 45 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü yüzey en yüksek sertlik değerine sahipken 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzey en düşük sertlik değerlerine sahiptir.



Şekil 5.153. Nano pürüzlü yüzeylerin sertlik değerleri; a) 10V 10 dakika; b) 10V 45 dakika; c) 50V 10 dakika; d) 50V 45 dakika.

5.3.16. Nanotüp yüzeylerin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

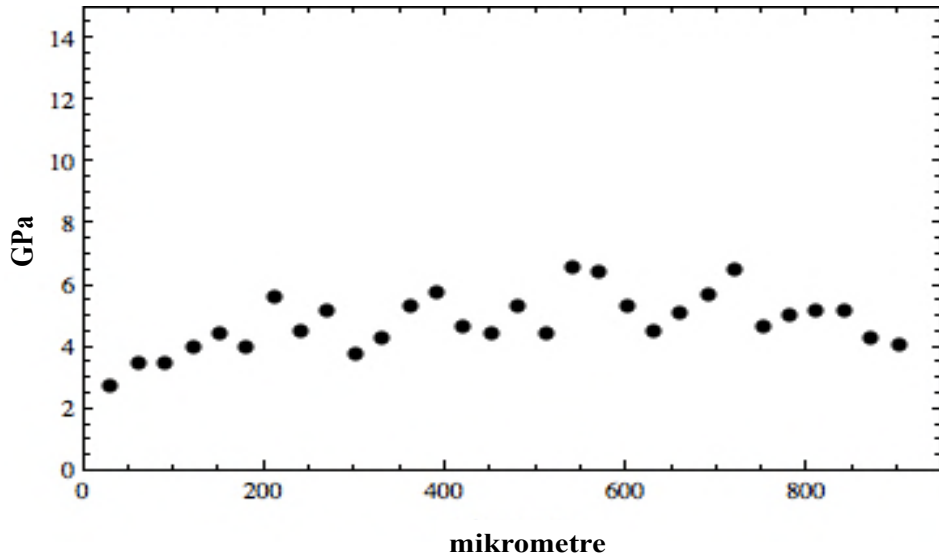
Nanotüplerin penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü altında gerçekleştirilen sertlik değerleri Şekil 5.154.’de gösterilmektedir. Burkulmadan dolayı nanotüplerin sertlik değerleri daha düşüktür.



Şekil 5.154. Nanotüp yüzeyin “penetrasyon derinliği (200 nm) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değerleri.

5.3.17. Parlatılmış yüzeylerin “yük kontrolü (3 mN) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

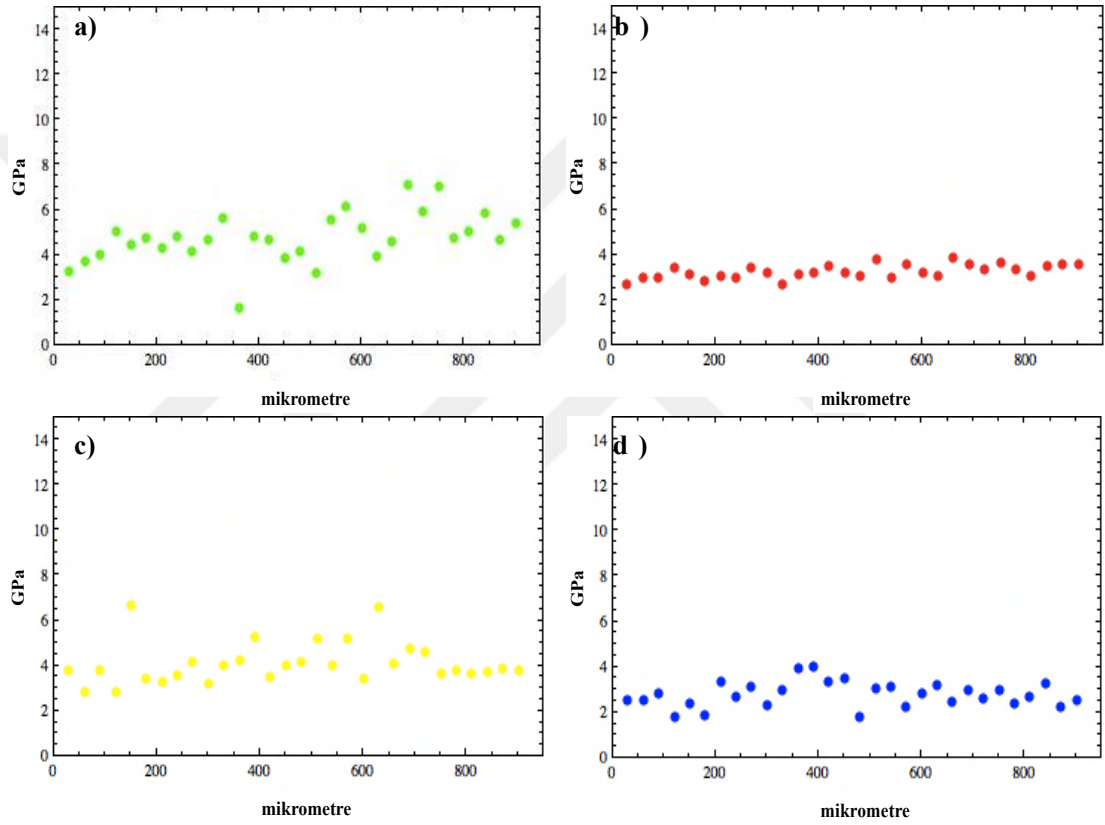
Kaplanmamış yüzeylerin yük kontrolü altında gerçekleştirilen sertlik deney sonuçları Şekil 5.155.’de gösterilmiştir.



Şekil 5.155. Parlatılmış titanyumun “yük (3 mN) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik değerleri.

5.3.18. Nano pürüzlü yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

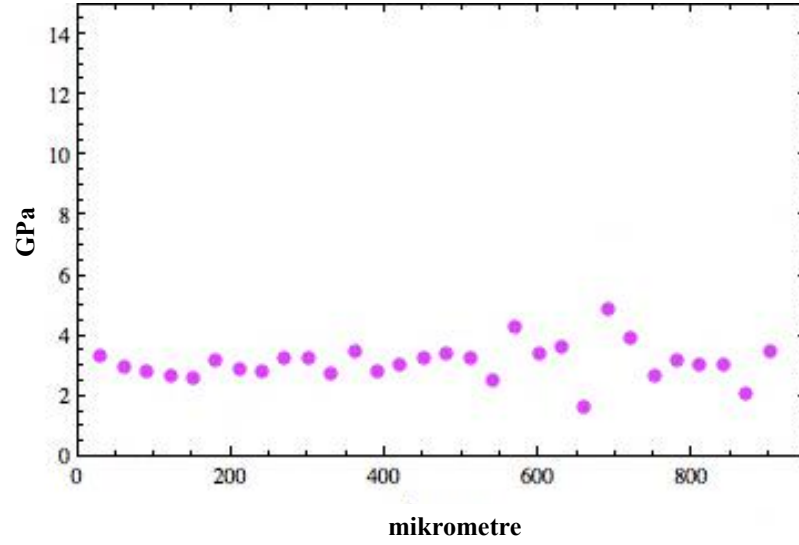
Nano pürüzlü yüzeylerin yük kontrolü altında gerçekleştirilen sertlik değerleri Şekil 5.156.’da gösterilmektedir. 10V 10 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü deneyin sertliği en yüksek değere sahipken 50V 45 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sertliği en düşük değere sahiptir.



Şekil 5.156. Nano pürüzlü yüzeylerin sertlik değerleri a) 10V 10 dakika; b) 10V 45 dakika; c) 50V 10 dakika; d) 50V 45 dakika.

5.3.19. Nano tanecikli yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

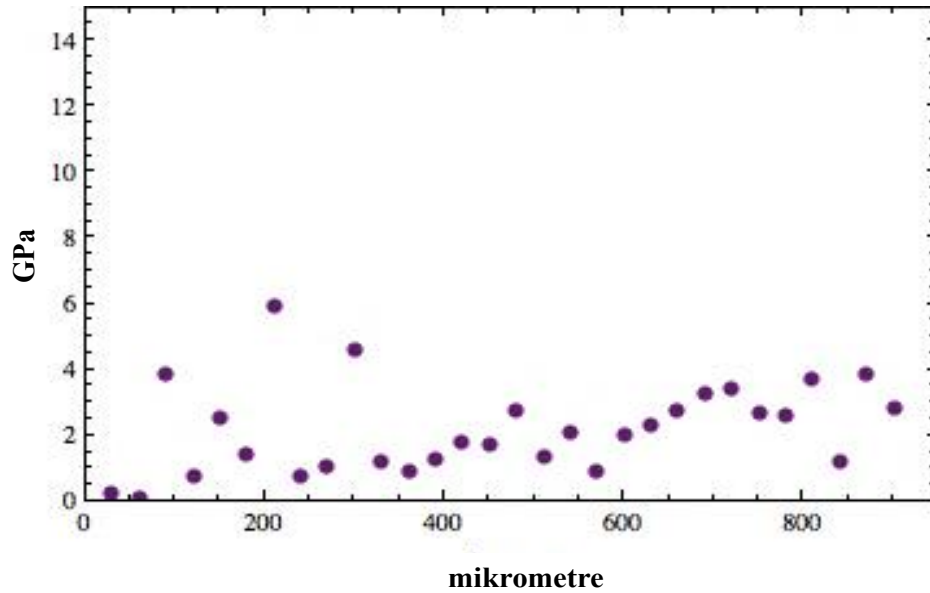
Nano tanecikli yüzeylerin yük kontrolü altında gerçekleşen sertlik değerleri Şekil 5.157.’de gösterilmiştir. Oksit yüzeydeki farklılıklardan dolayı nano tanecikli yüzeyin sertlik değerlerinde dalgalanmalar görülmektedir.



Şekil 5.157. Nano tanecikli yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altındaki sertlik değerleri.

5.3.20. Nanotüp yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altında gerçekleştirilen sertlik analizi

Nanotüplerin yük kontrolü altında gerçekleştirilen deneylerden elde edilen sertlik değerleri Şekil 5.158.’de gösterilmektedir. Yük altında nanotüplerin kırılmasından dolayı nanotüplerin tespit edilen sertlik değerlerinde farklılıklar vardır.

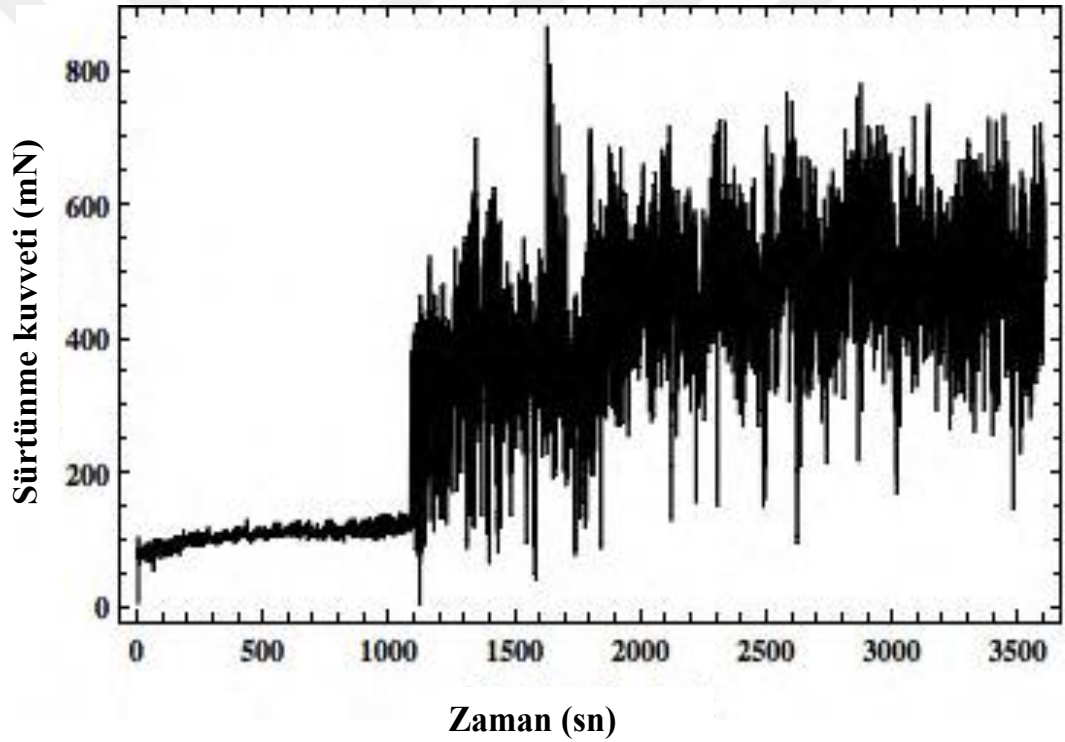


Şekil 5.158. Nanotüp yüzeylerin “yük (3 mN) kontrolü” altındaki sertlik değerleri.

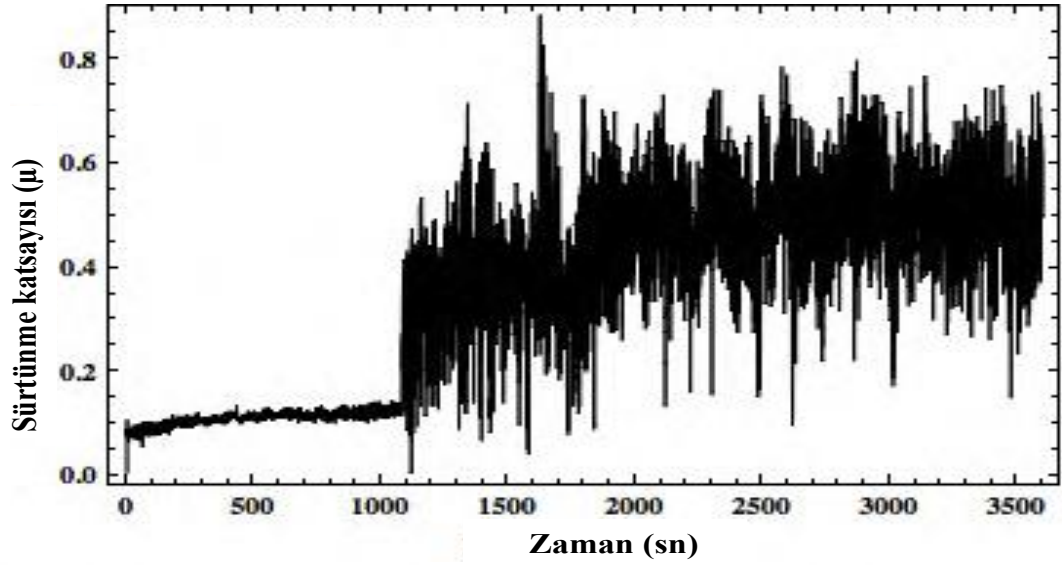
5.4. Nano-Tribolojik Çalışmalar

5.4.1. Parlatılmış yüzeylerin tribolojik çalışmaları

Parlatılmış yüzeylerin tribolojik çalışmaları Şekil 5.159. ve Şekil 5.160.'da gösterilmektedir. Şekil 5.160.'da görüldüğü üzere sürtünme katsayısı 0,1 civarındadır ve 1100 saniyeye kadar sabit kalmaktadır. Bu sürenin sonunda sürtünme katsayısı artmaktadır ve dalgalanmalar görülmektedir. Bu olay yüzeydeki doğal oksit tabakasının kırılmasından ve bilyanın yüzeyden kopan debrislerle temas etmesi sonucu sürtünme kuvveti ve sürtünme katsayısı artmaktadır.



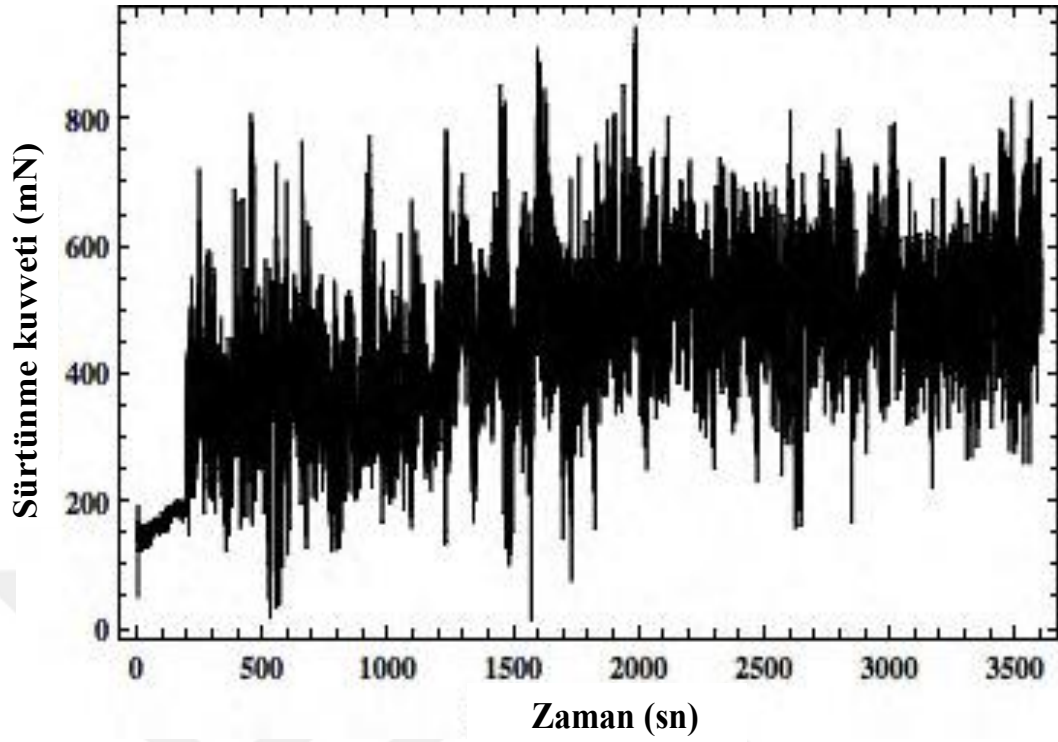
Şekil 5.159. Parlatılmış titanyum yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.



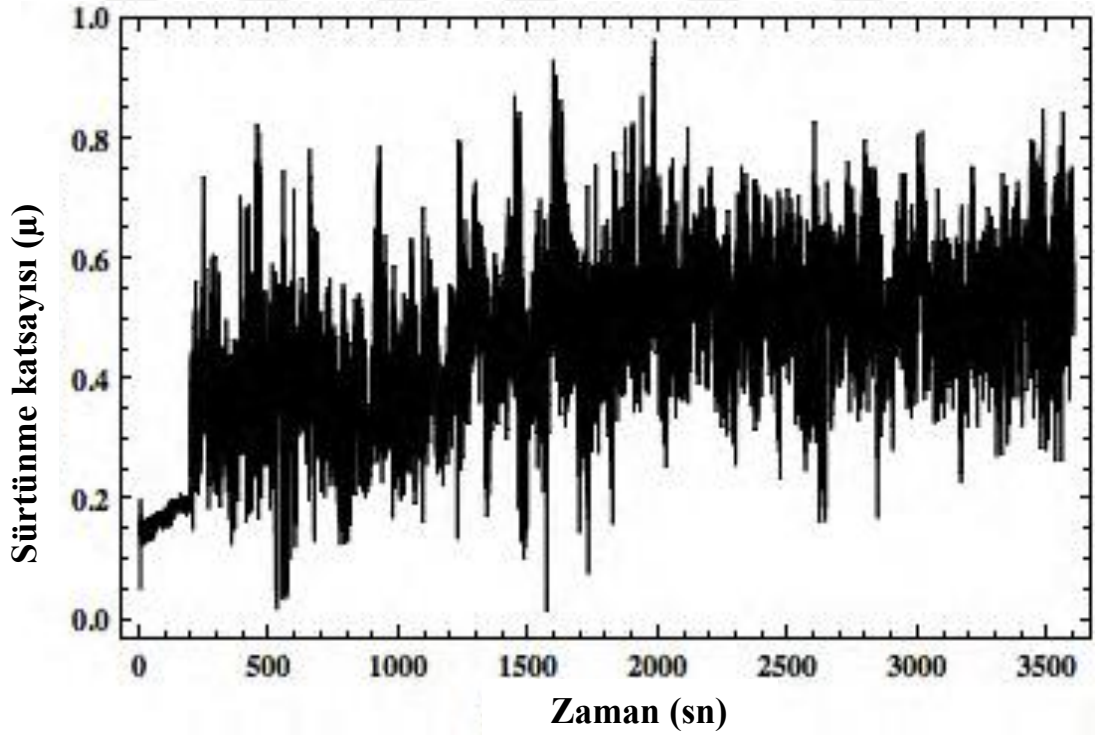
Şekil 5.160. Parlatılmış titanyum yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.

5.4.2. Nano pürüzlü yüzeylerin tribolojik çalışmaları

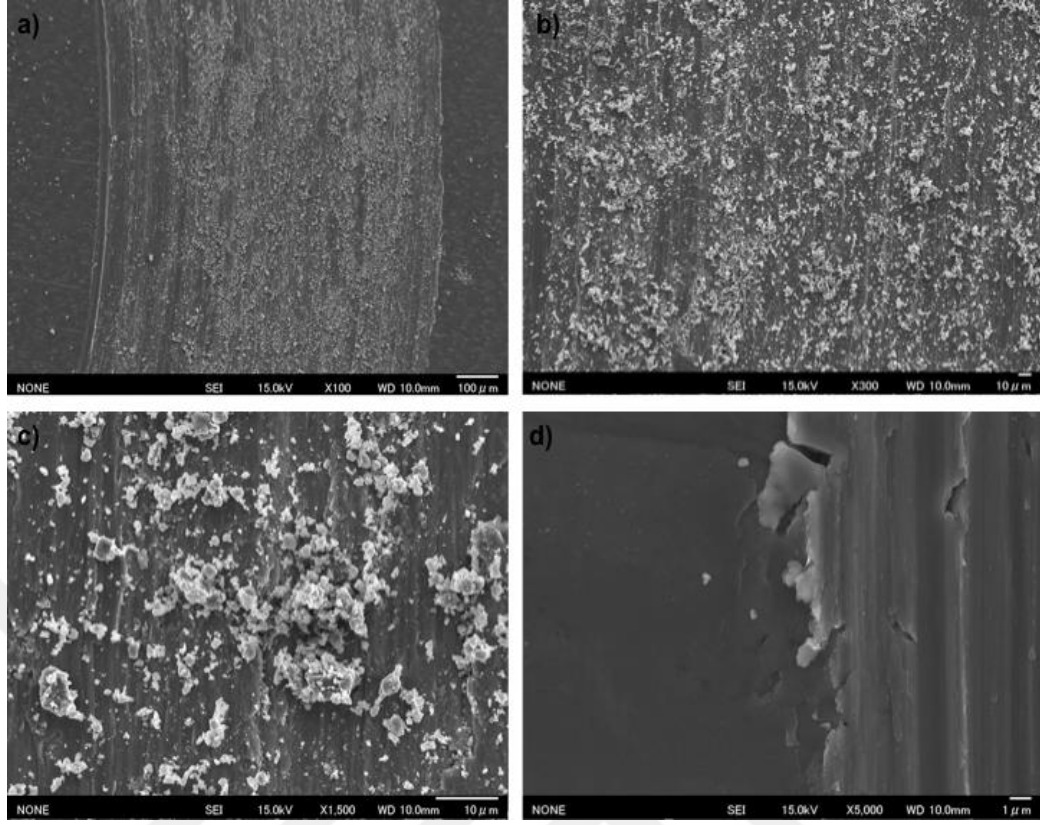
10V 10 dakika uygulayarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti ve sürtünme katsayısı analizleri sırasıyla Şekil 5.161. ve Şekil 5.162.'de gösterilmektedir. Görüldüğü üzere zaman ilerledikçe sürtünme kuvveti ve katsayısı artmaktadır. Oksit yüzeyi pürüzlü olduğu için, kayan bilya oksit yüzeyindeki bu düzensiz yapılarla temas ederek onları temizler ve sürtünme katsayısının artmasına ve dalgalanmalara neden olur. Aşınma deneylerinden sonra yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 5.163.'de gösterilmektedir. Beyaz ve gri bölgeler adhesif ve abrasif bölgeleri göstermektedir. Şekillerde farklı büyüklüklerde debrisler görülmektedir. Aşınma izinde ve yüzeyden kopan parçaların üzerinde yapılan EDX haritalama analizleri Şekil 5.164.-5.166.'da görülmektedir. Oksit tabakasının kırılmasına bağlı olarak aşınma izinde daha az oksijen oranı görülmektedir. Yüzeyden kopan debrislerin daha fazla oksijen oranına sahip olması da yüzeydeki oksit tabakanın kırıldığını göstermektedir.



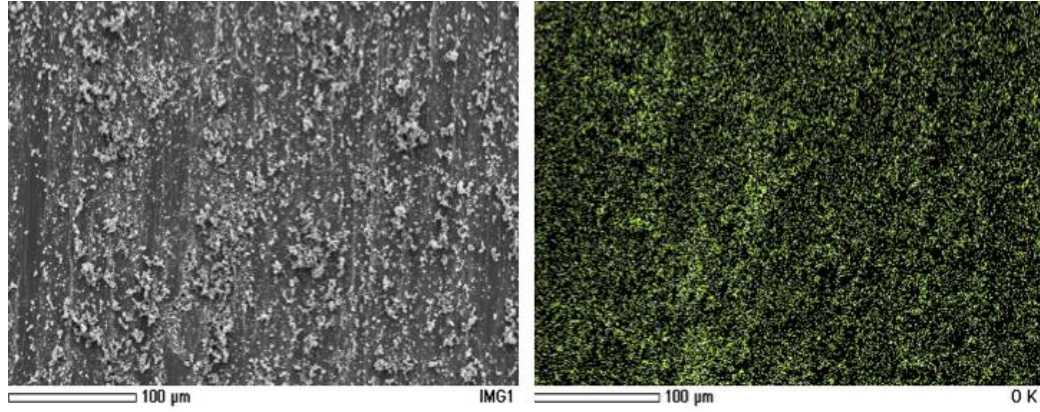
Şekil 5.161. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.



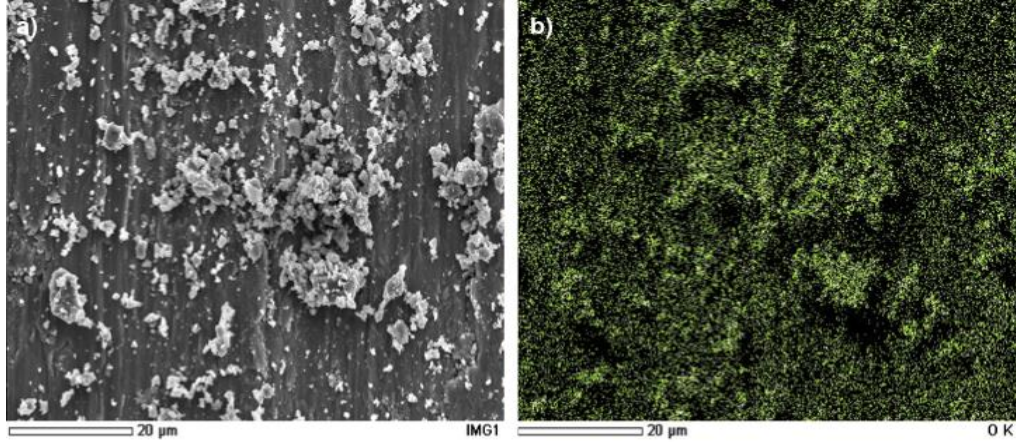
Şekil 5.162. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.



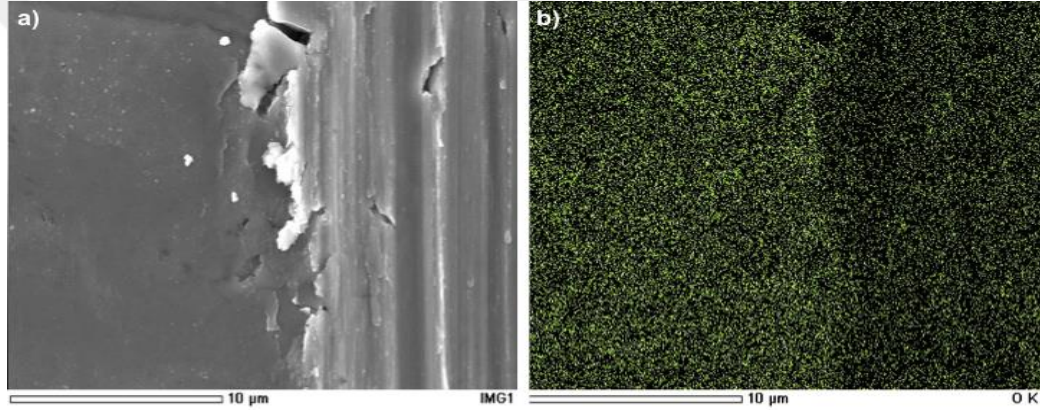
Şekil 5.163. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.



Şekil 5.164. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

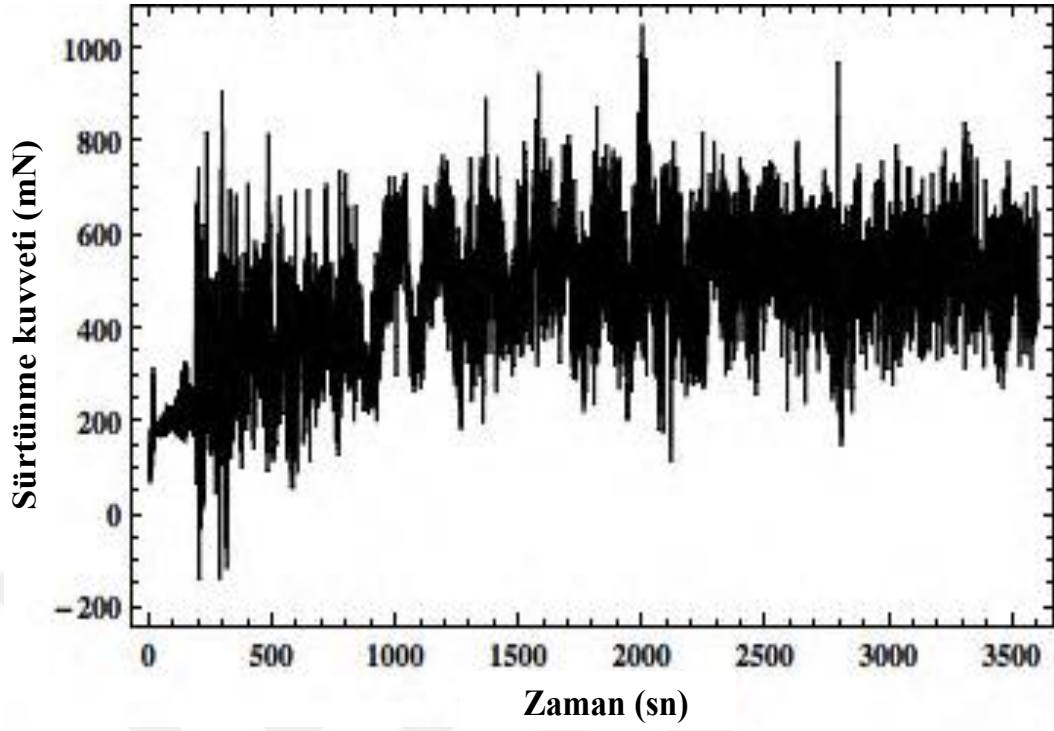


Şekil 5.165. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

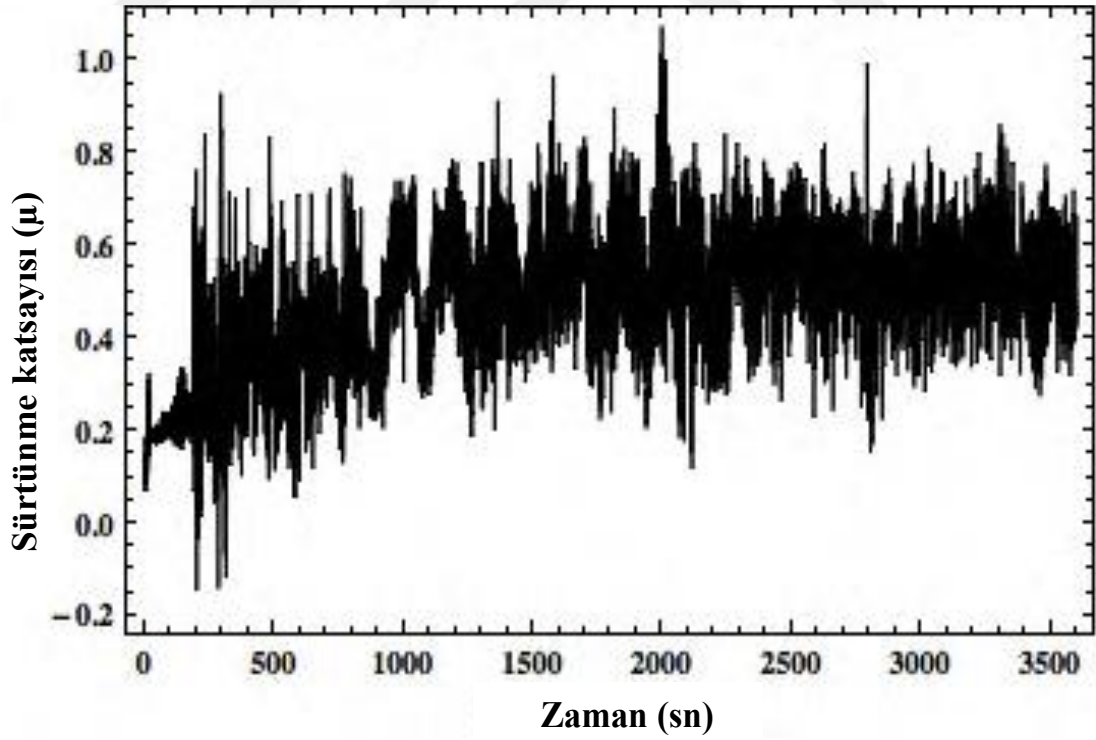


Şekil 5.166. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

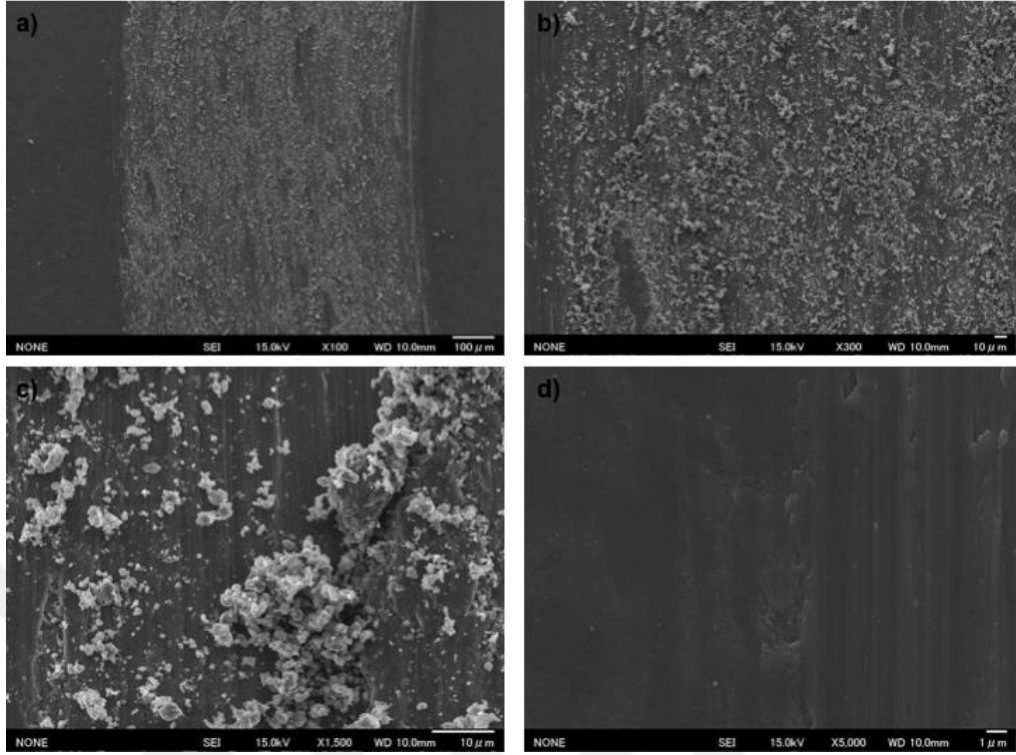
10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti ve katsayısı analizleri Şekil 5.167. ve Şekil 5.168.'de gösterilmiştir. Aşınma testlerinden sonra aşınma izinin üzerinde yapılan SEM çalışmaları Şekil 5.169.'da gösterilmiştir. Aşınma testi sırasında, kayan bilya yüzeydeki oksit parçaları silmiş ve oksit tabakayı kırmıştır. Bu yüzeyler üzerinde yapılan EDX harita analizleri (Şekil 5.170.-5.172.) de bu olayı teyid etmiştir.



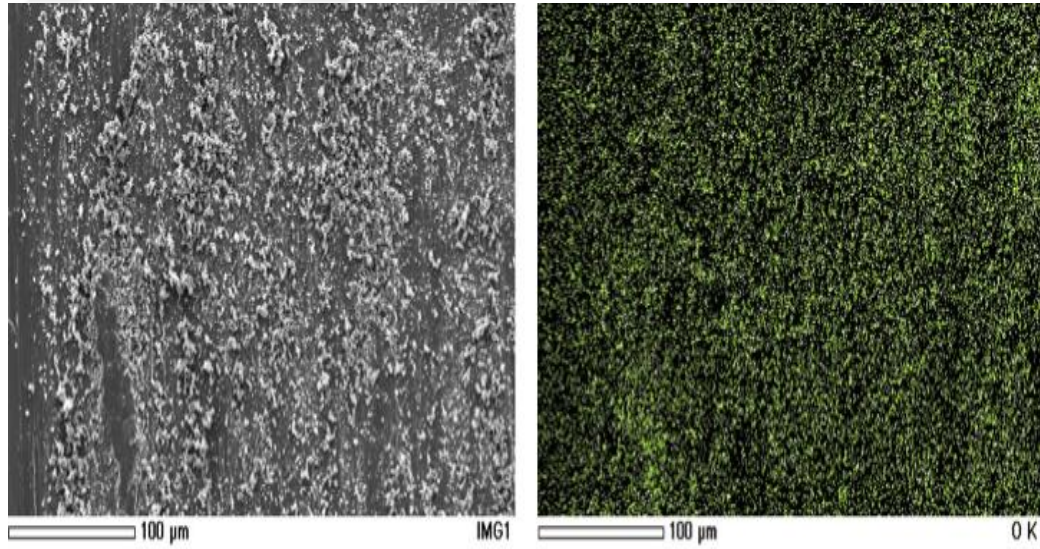
Şekil 5.167. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.



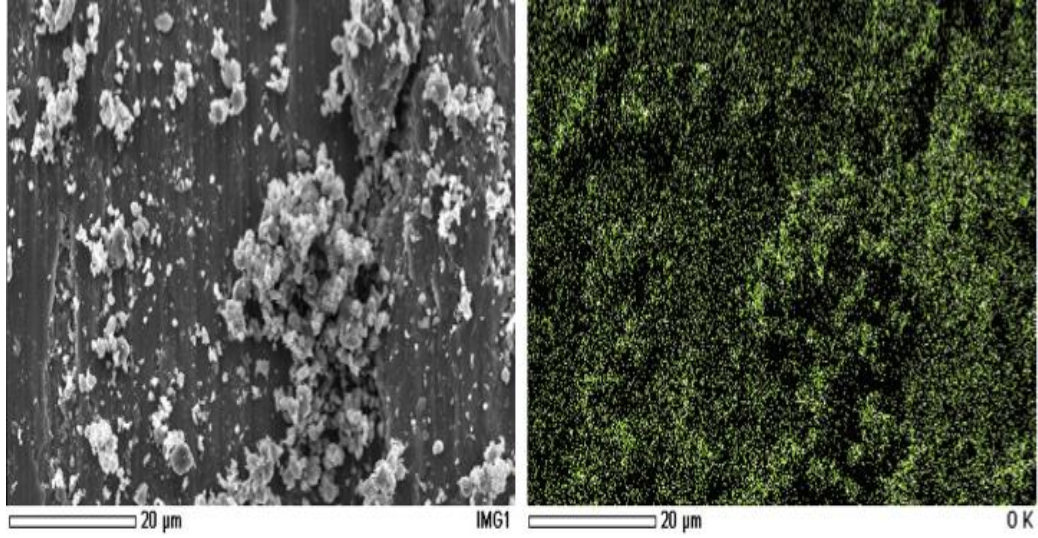
Şekil 5.168. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.



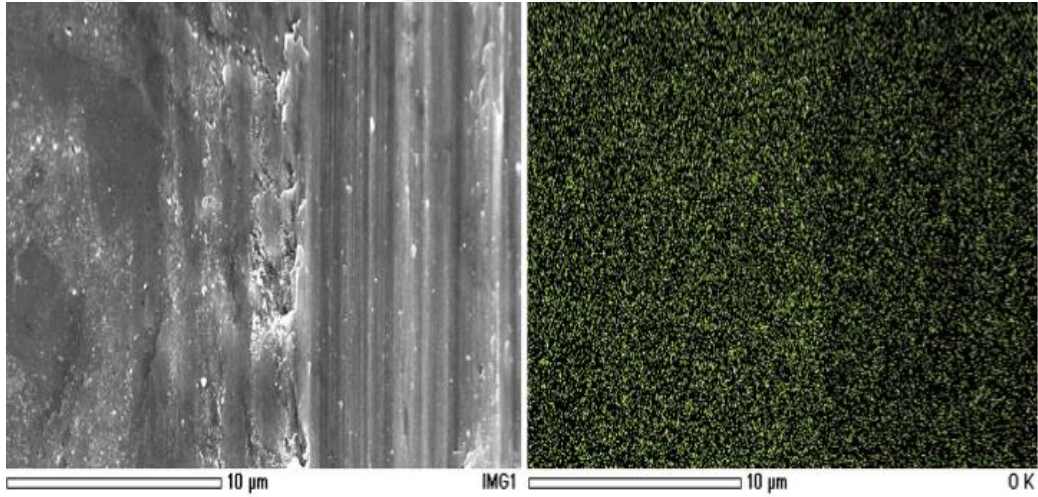
Şekil 5.169. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.



Şekil 5.170. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

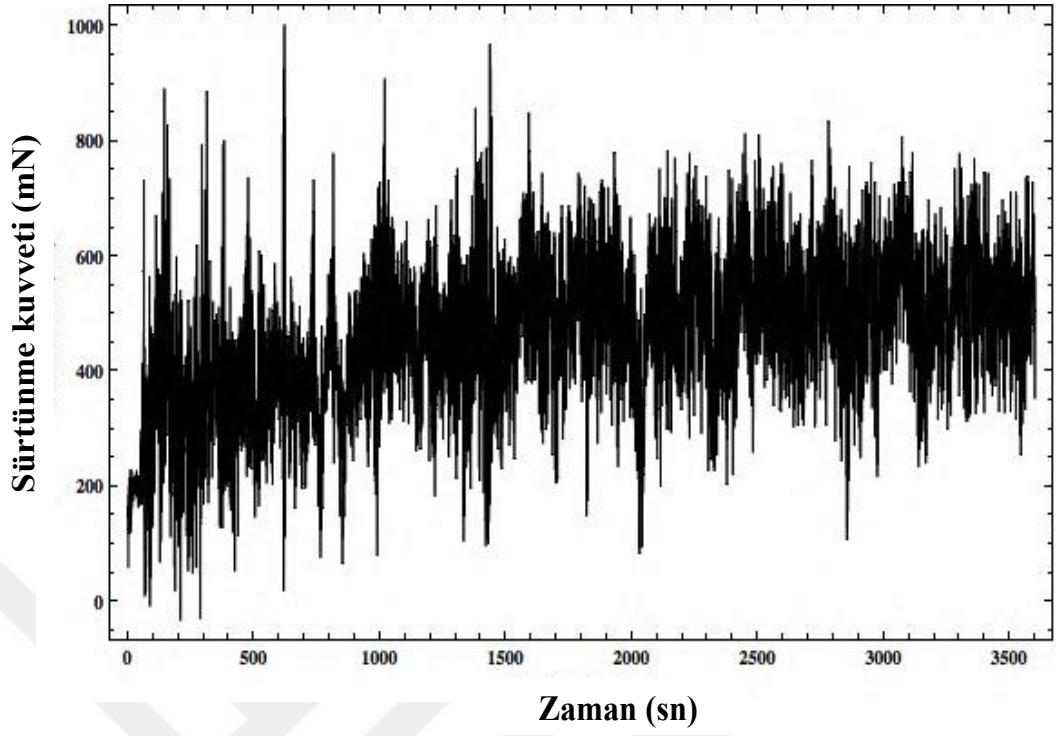


Şekil 5.171. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

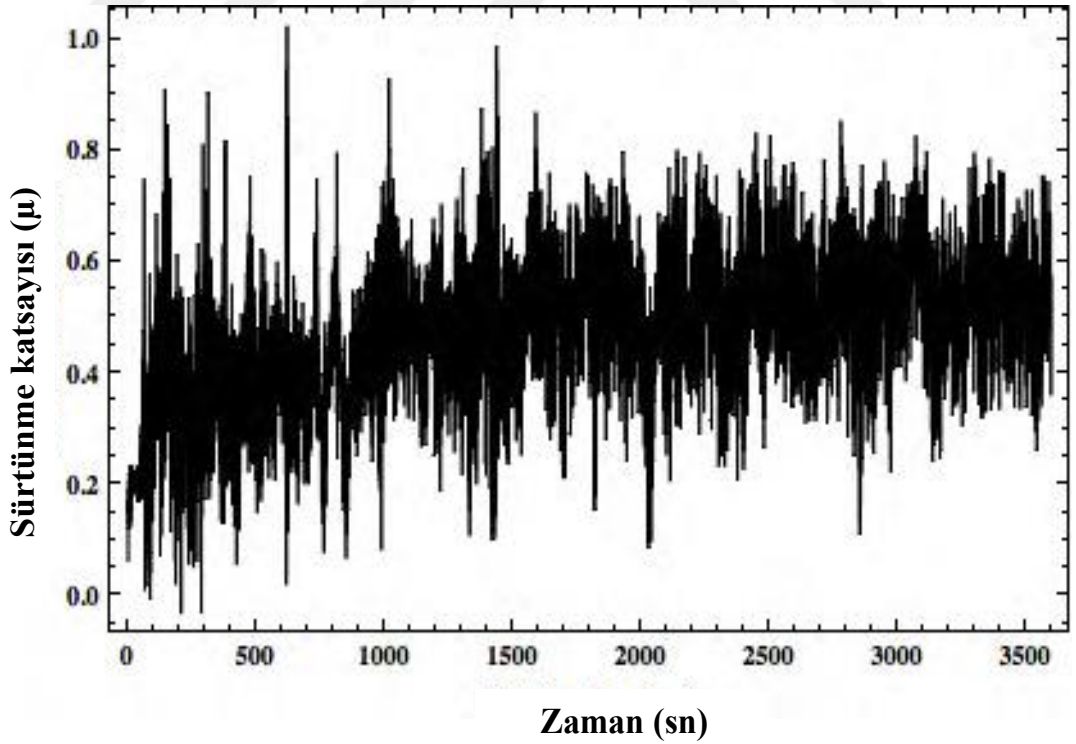


Şekil 5.172. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

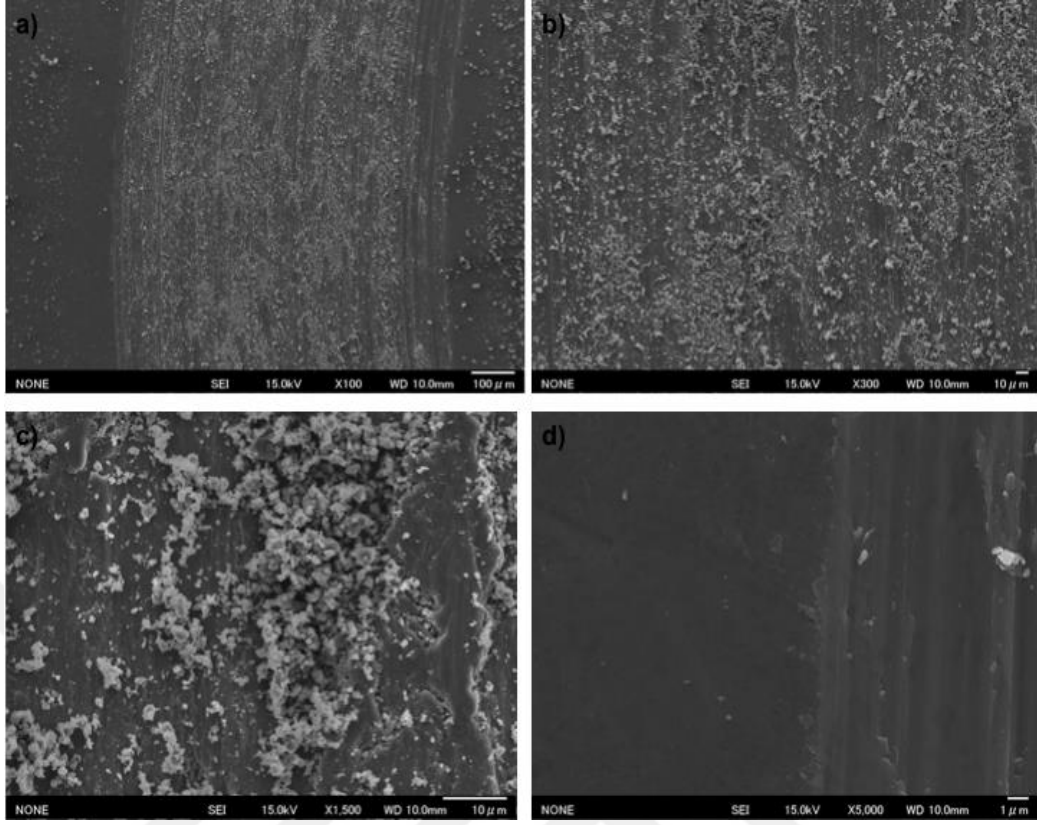
50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti ve katsayısı Şekil 5.173. ve Şekil 5.174.'de gösterilmektedir. Diğer numunelerde de olduğu üzere, bu numunede de oksit yüzeyin kayan bilya ile süpürülmesinden dolayı dalgalanmalar görülmektedir. 1500 saniyeden sonra, dalgalanmalar biraz düşmekte ve diğer nano pürüzlü yüzeylerde olduğu seviyeye gelmektedir. Aşınma izinin üzerindeki SEM görüntüleri Şekil 5.175.'de gösterilmektedir. Bu yüzeyler üzerindeki EDX haritalama çalışmaları (Şekil 5.176.-5.178.) yüzeyde kayan bilyanın oksit tabakayı sıyırdığını göstermektedir.



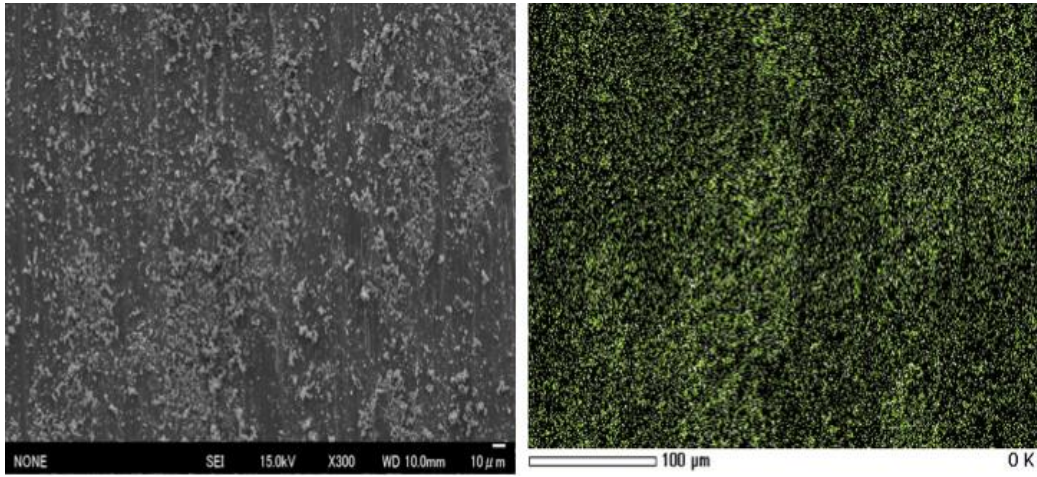
Şekil 5.173. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.



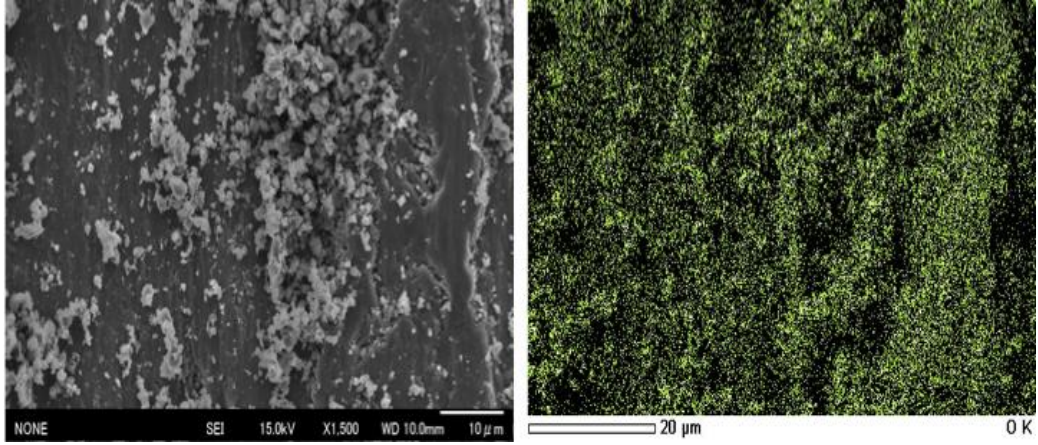
Şekil 5.174. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.



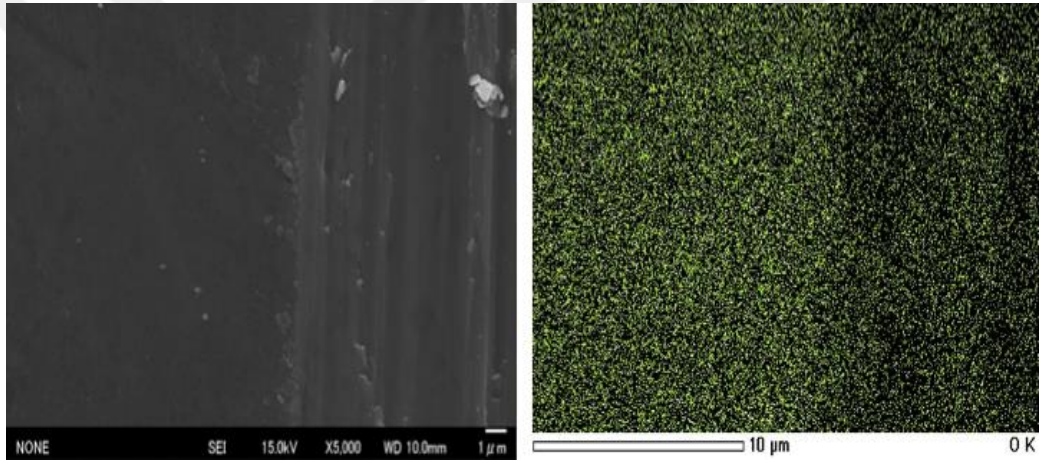
Şekil 5.175. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.



Şekil 5.176. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) EDX görüntüsü.

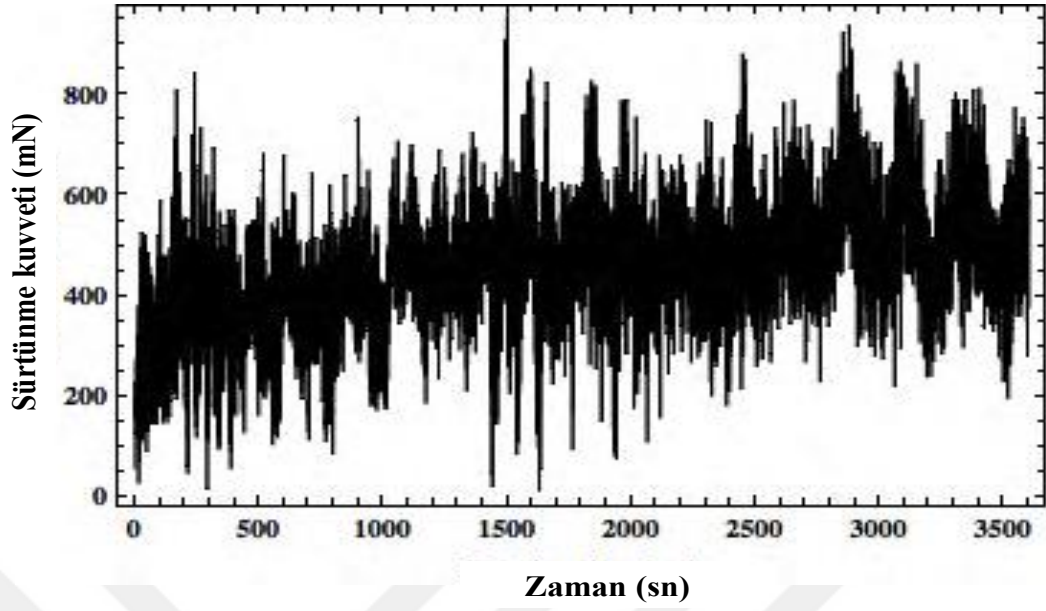


Şekil 5.177. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) EDX görüntüsü.

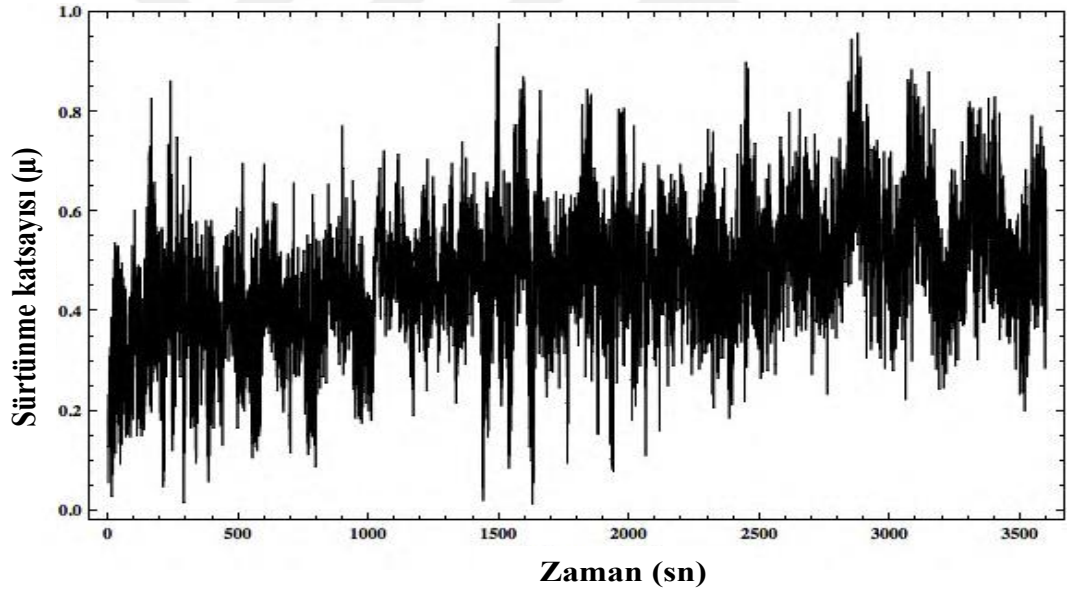


Şekil 5.178. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) EDX görüntüsü.

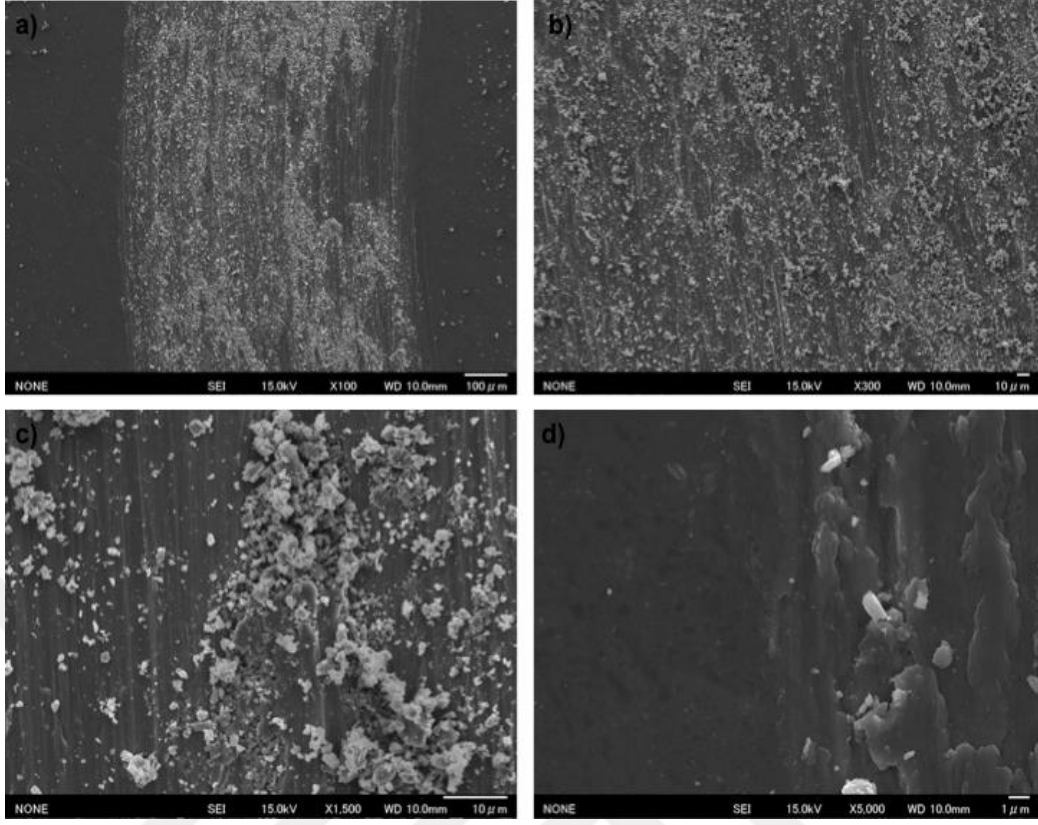
50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeye ait sürtünme kuvveti ve katsayısı analiz görüntüleri Şekil 5.179.-5.180.'de gösterilmektedir. Oksit tabakası üzerinde kayan bilyanın yüzeydeki parçaları süpürmesinden dolayı sürtünme kuvveti ve katsayısının değiştiği gözlemlenmektedir. Şekil 5.181.'de yüzeyden kopan debrislerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntülerine yer verilmiştir. EDX haritalama yöntemi (Şekil 5.182-5.184.) de bu olayı teyid etmektedir.



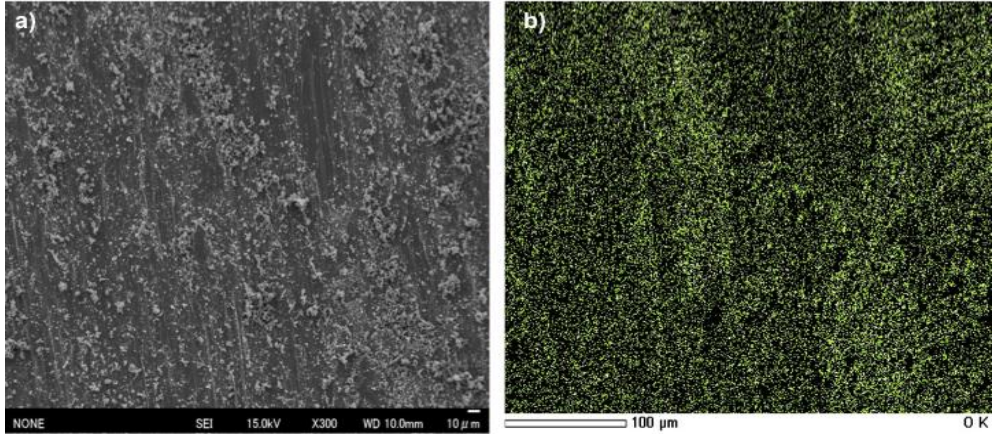
Şekil 5.179. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.



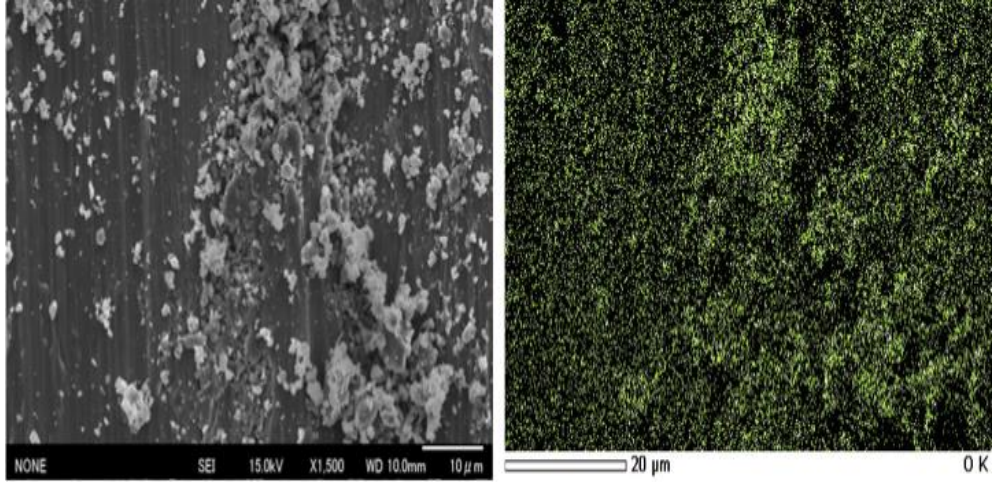
Şekil 5.180. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.



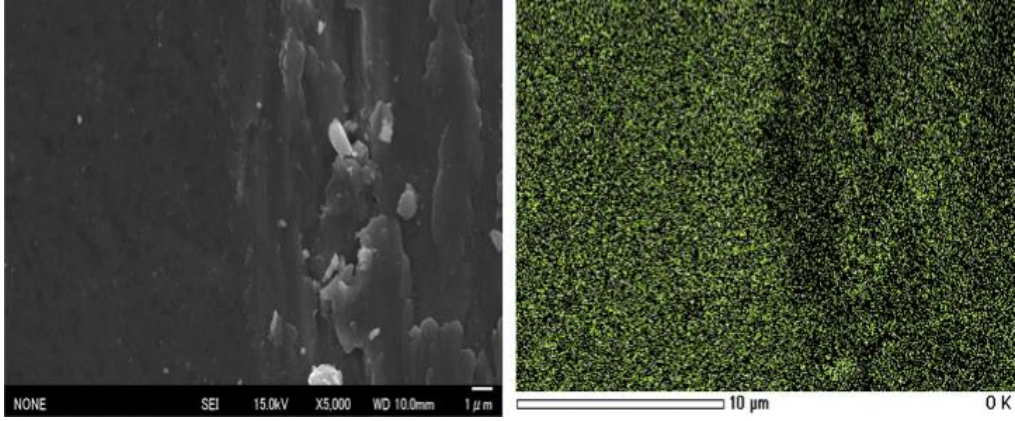
Şekil 5.181. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.



Şekil 5.182. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.



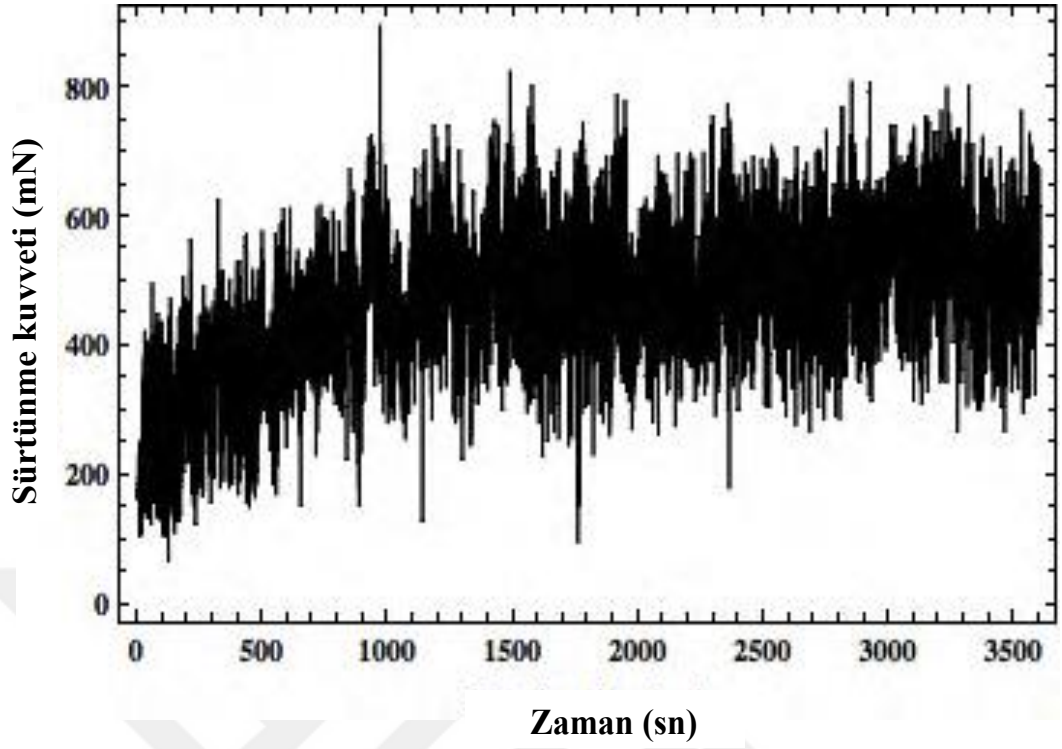
Şekil 5.183. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.



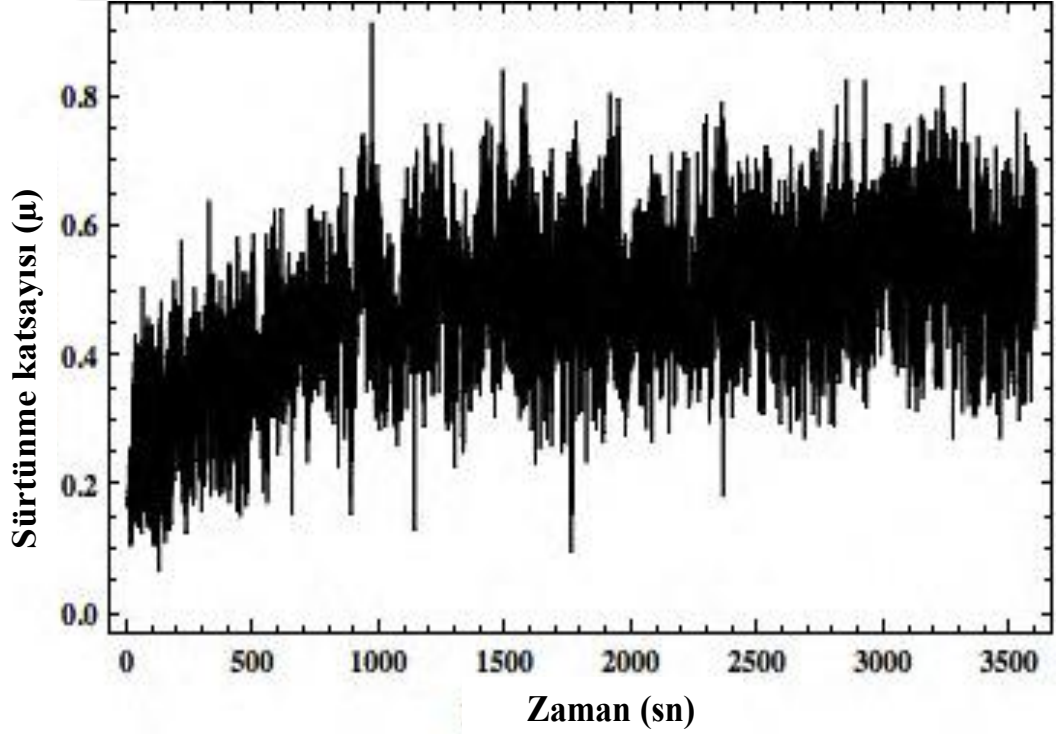
Şekil 5.184. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

5.4.3. Nano tanecikli yüzeylerin tribolojik çalışmaları

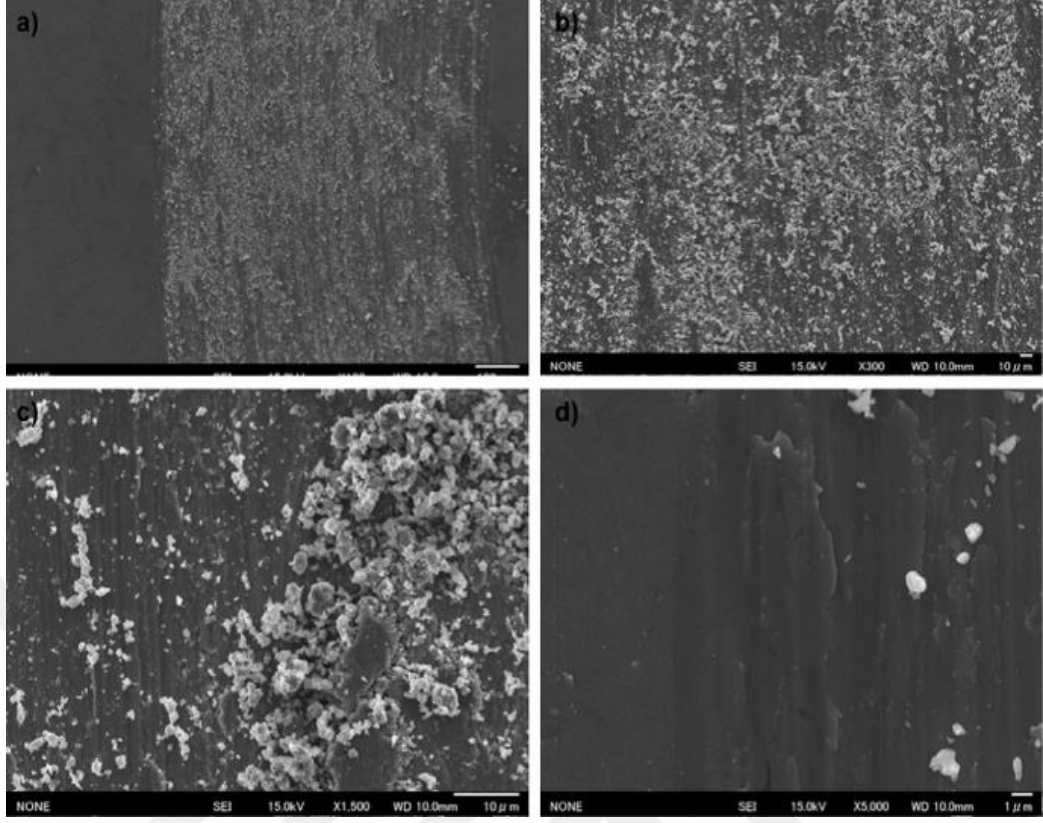
Nano tanecikli yüzeyin sürtünme kuvveti ve katsayısı analiz sonuçları Şekil 5.185. ve Şekil 5.186.'da gösterilmektedir. 1000 saniyeye kadar, dalgalanarak yükseldiği ve bu süreden sonra da diğer numunelerde olduğu gibi aynı değer civarında dalgalandığı görülmektedir. SEM ve EDX analiz sonuçlarından (Şekil 5.187.-5.190.) yüzeyde kayan bilyanın oksit taneciklerini süpürdüğü görülmektedir.



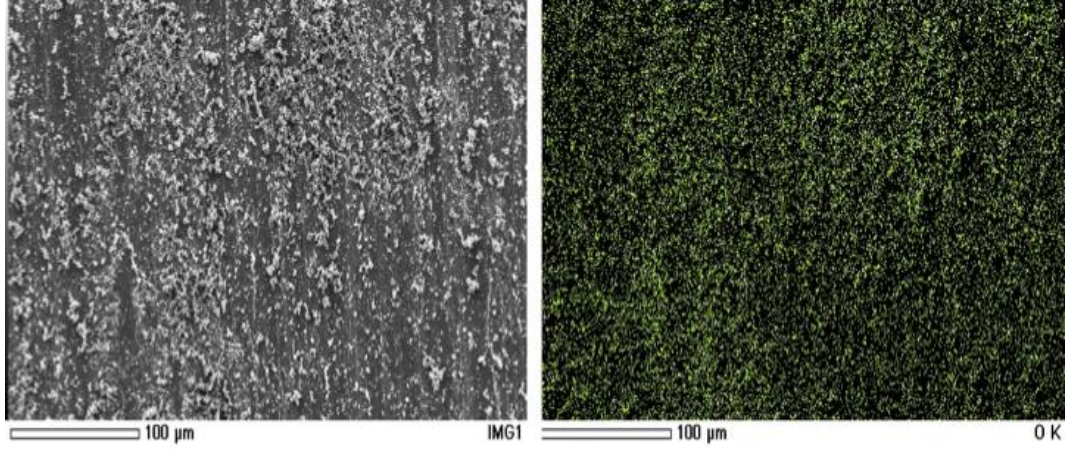
Şekil 5.185. Nano tanecikli yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.



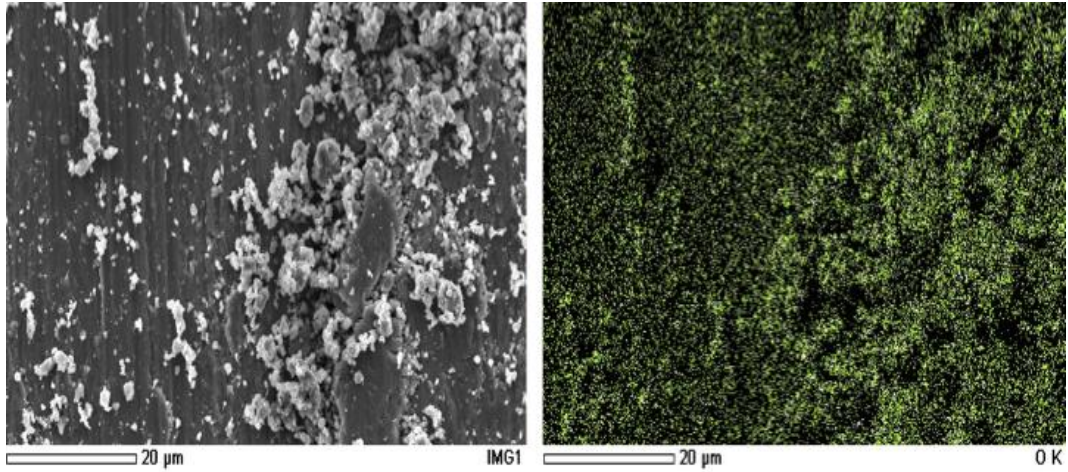
Şekil 5.186. Nano tanecikli yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.



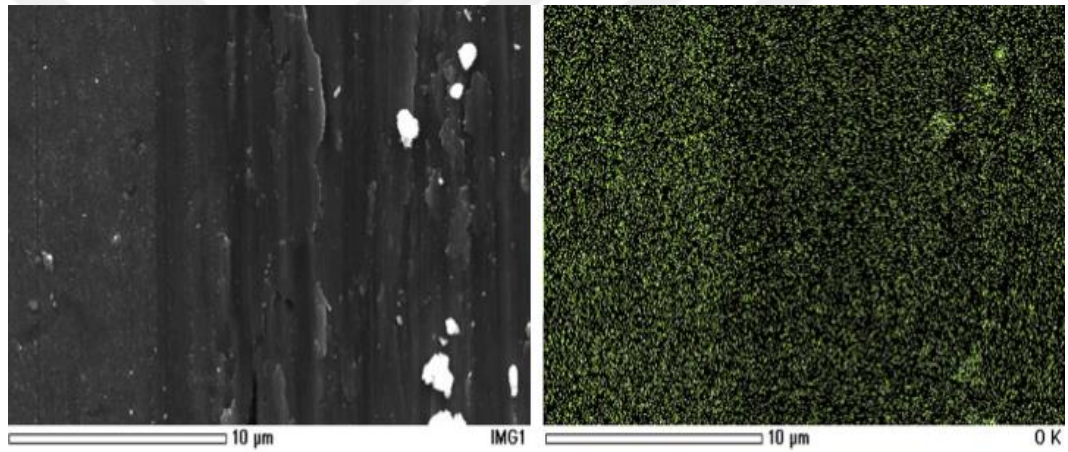
Şekil 5.187. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.



Şekil 5.188. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) EDX görüntüsü.



Şekil 5.189. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

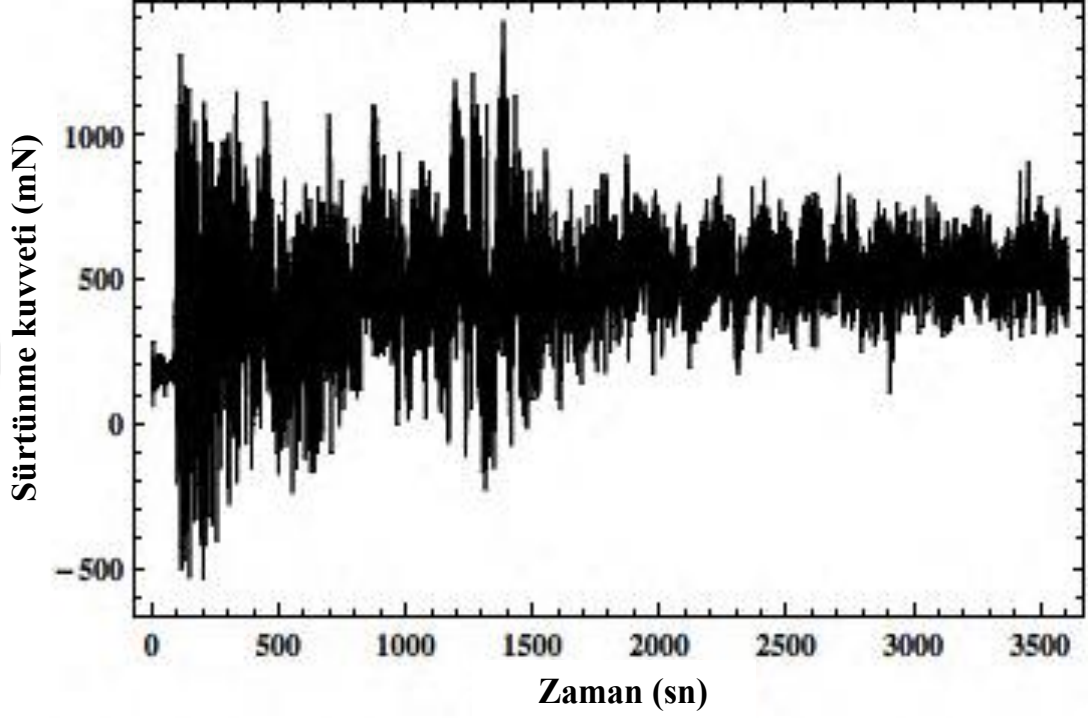


Şekil 5.190. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

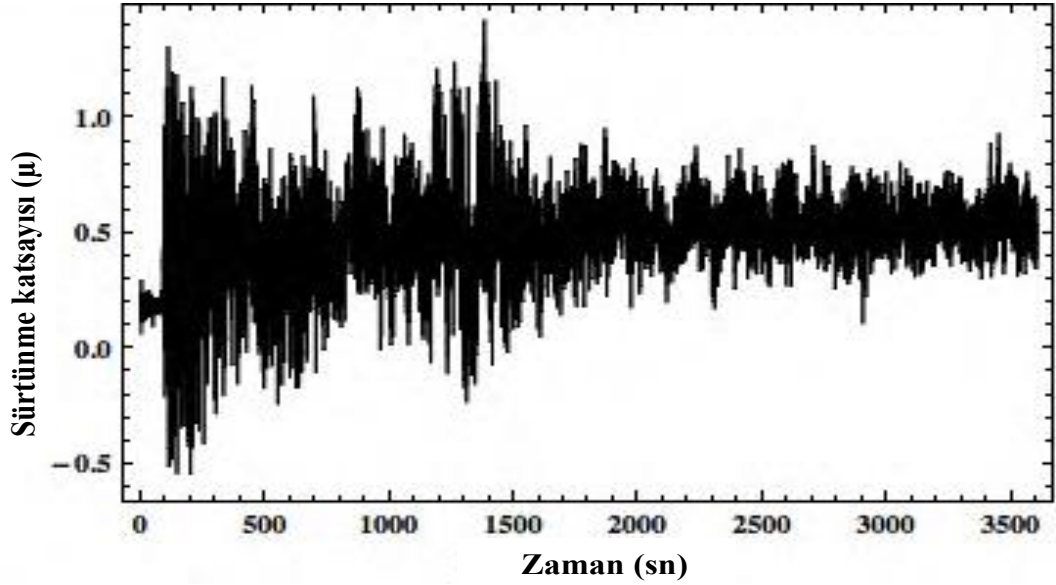
5.4.4. Nanotüp yüzeylerin tribolojik çalışmaları

Nanotüplerin sürtünme kuvveti ve katsayı analizleri Şekil 5.191. ve Şekil 5.192.'de gösterilmektedir. 100 ve 1600 saniye arasında, nanotüplerin kırılmasından dolayı sürtünme kuvveti ve katsayısında büyük dalgalanmalar görülmektedir. Zamanla kopan debriserin daha da küçük parçalar haline gelerek yüzeyde düz bir tabaka oluşturdukları için sürtünme kuvveti ve katsayısı düşmekte ve dalgalanmalar azalmaktadır. Aşınma testlerinden sonra farklı büyüklüklerdeki SEM görüntüleri Şekil 5.193.'de gösterilmektedir. Şekil 5.193c.'de, yüzeyde kayan bilya sadece gittiği yolu değil yolun etrafına da zarar vermiştir. Bu olay, nanotüplerin kırılğan

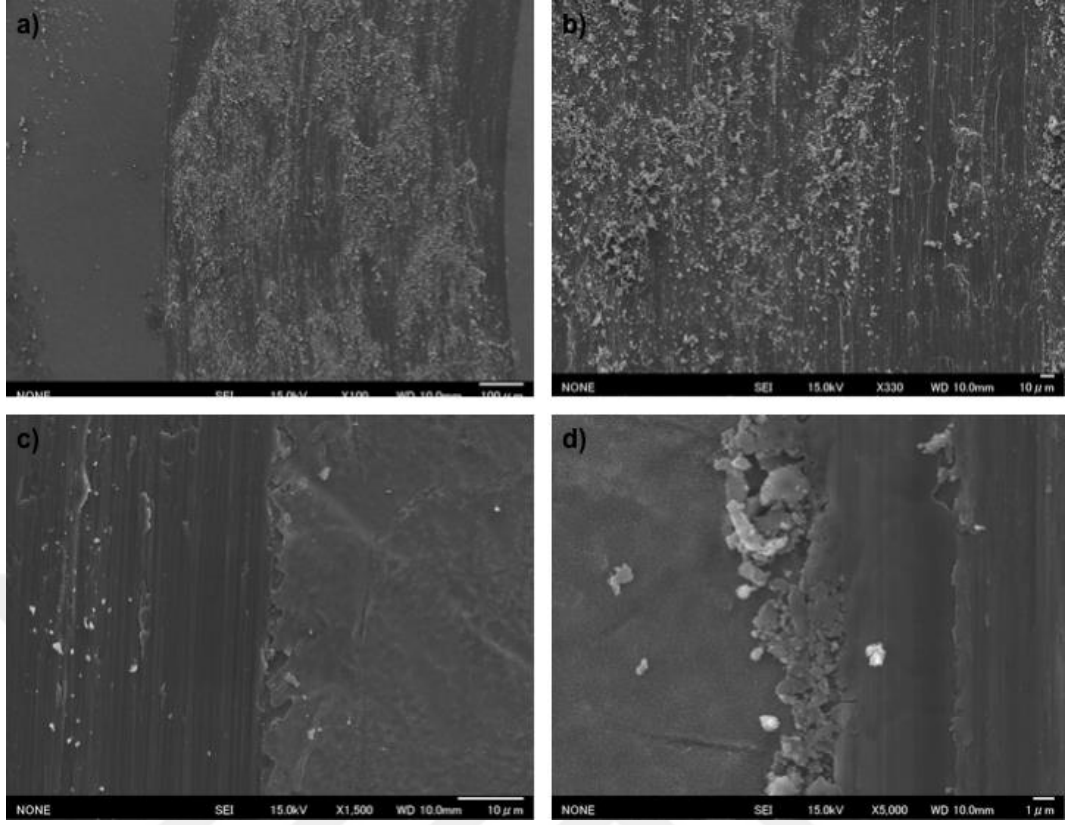
davranışından kaynaklanmaktadır. Aşınma testlerinden sonra yapılan EDX haritalama yöntemi bu olayı teyid etmektedir (Şekil 5.194.-5.196.). Yol üzerinde kırılmış nanotüpler ve yolun etrafı görülmektedir.



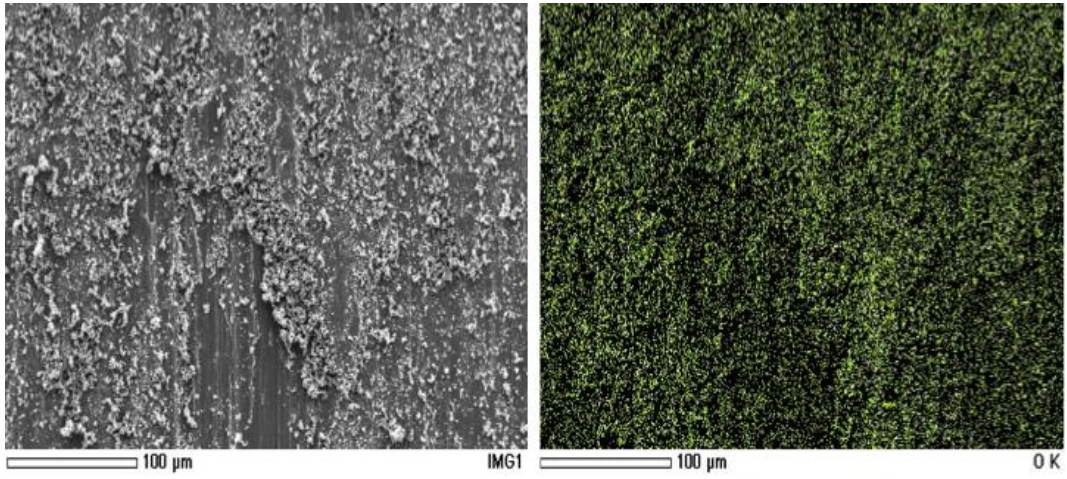
Şekil 5.191. Nanotüp yüzeyin sürtünme kuvveti analizi.



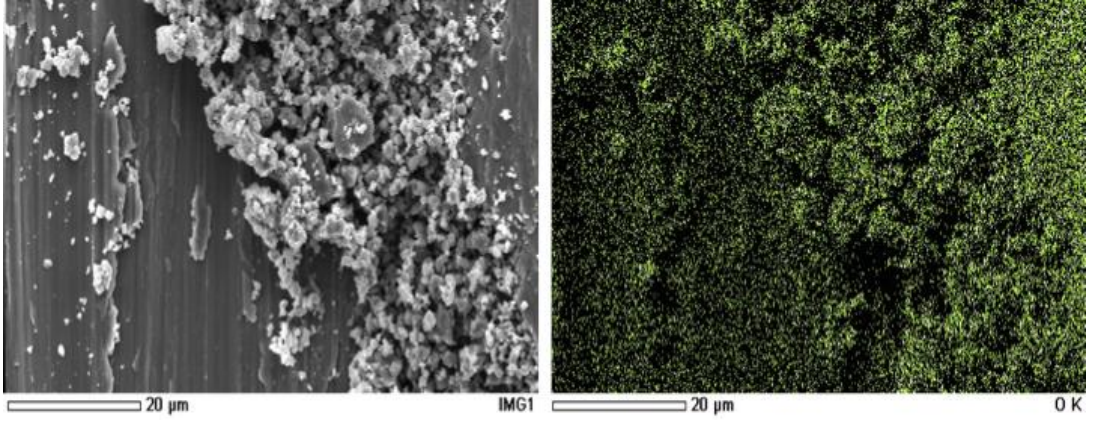
Şekil 5.192. Nanotüp yüzeyin sürtünme katsayısı analizi.



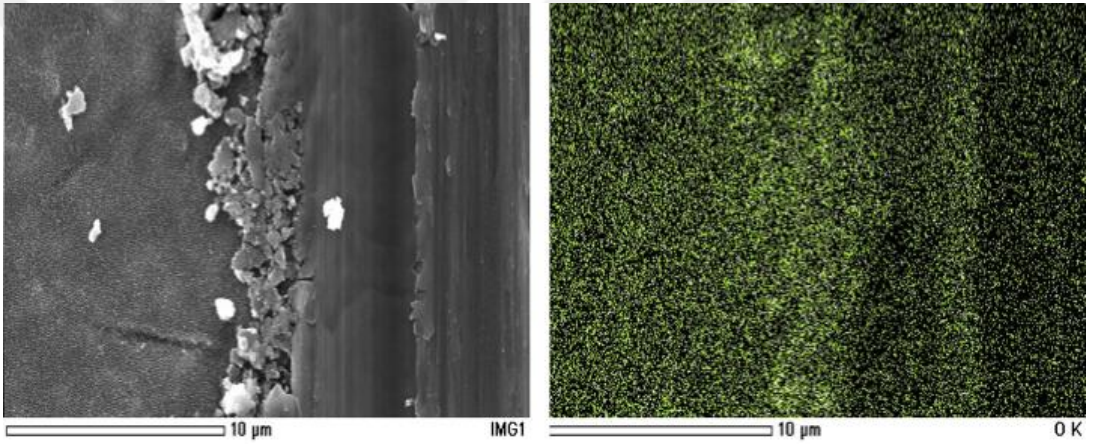
Şekil 5.193. Nano tanecikli yüzeyin aşınma deneyinden sonraki SEM görüntüleri. Ölçek; a) 100X; b) 300X; c) 1500X; d) 5000X.



Şekil 5.194. Nanotüp yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.



Şekil 5.195. Nanotüp yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

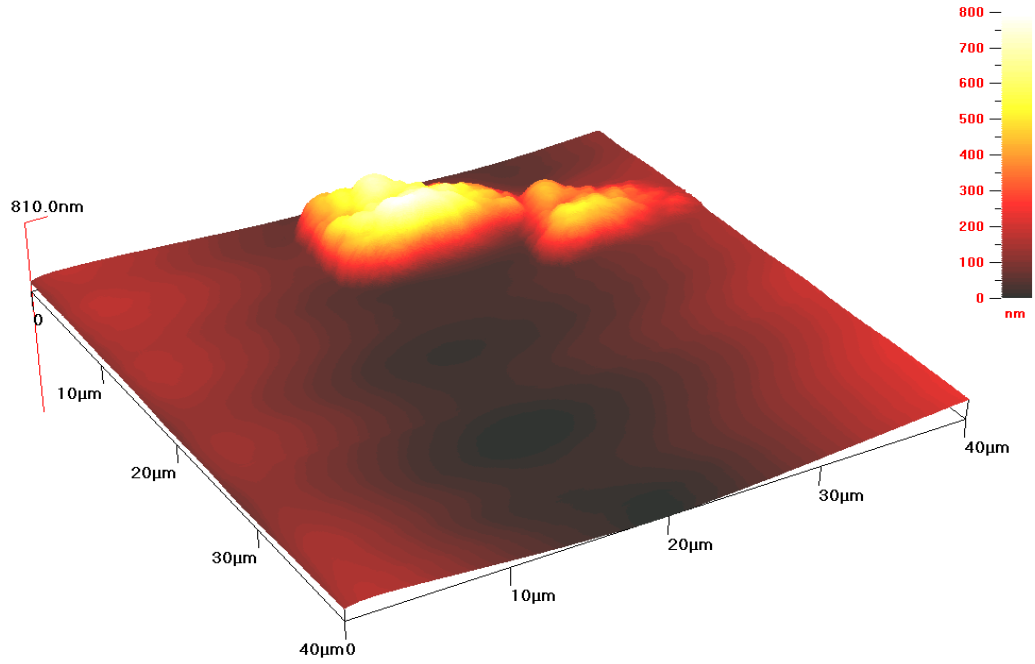


Şekil 5.196. Nanotüp yüzeyin aşınma deneyinden sonraki; a) SEM görüntüsü; b) oksijenin EDX haritalama görüntüsü.

5.5. Bakteri Tutunmasını AFM ile Görüntüleme

5.5.1. Parlatılmış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması

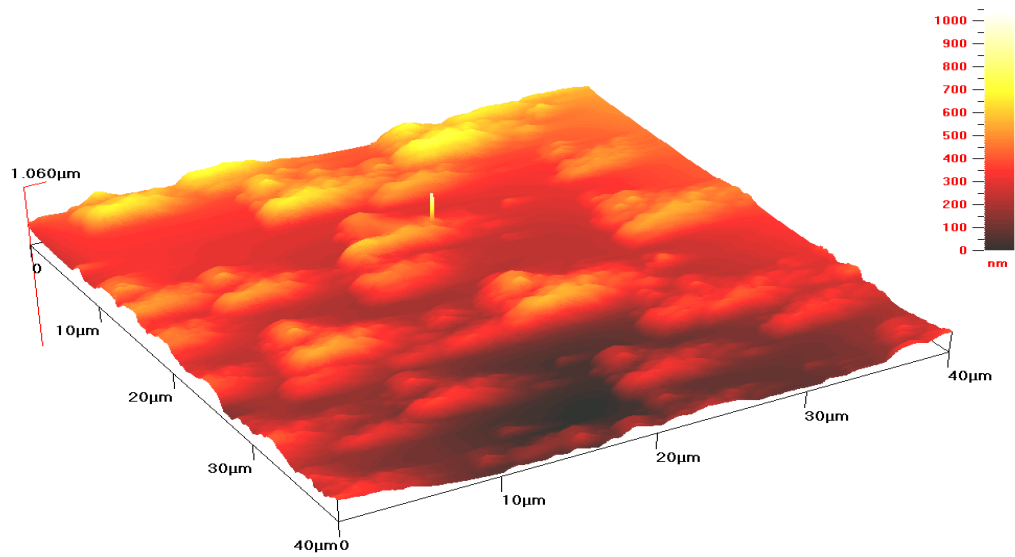
Parlatılmış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ alan taramalı AFM görüntüsü Şekil 5.197.'de gösterilmektedir. Bu ve diğer AFM görüntülerinde açık alanlar yükseklik farkından kaynaklanmaktadır ve bakteri popülasyonuna işaret ettiği düşünülse de daha net bilgi alabilmek için SEM çalışmalarına başvurulmuştur.



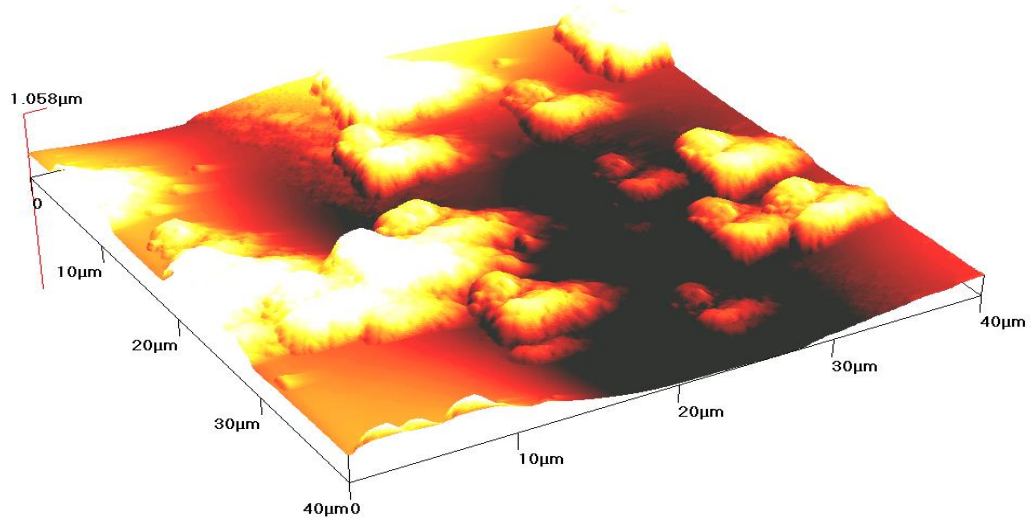
Şekil 5.197. Parlatılmış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 μm x 40 μm alan taramalı AFM görüntüsü.

5.5.2. Nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması

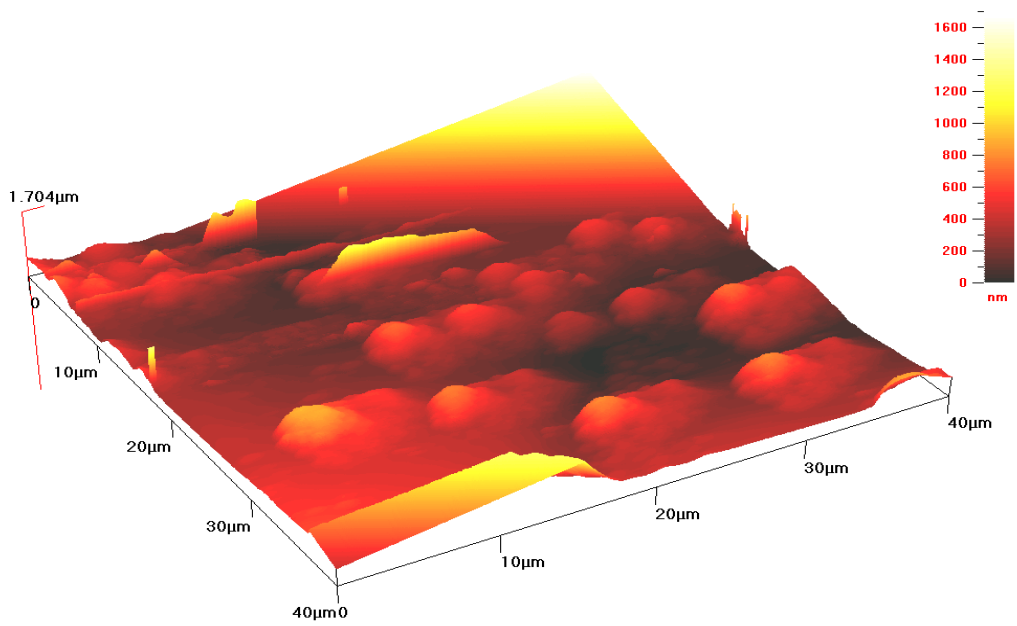
Nano pürüzlü yüzey üzerindeki bakteri tutunmasını inceleyen AFM görüntüleri Şekil 5.198.-5.201. arasında gösterilmektedir.



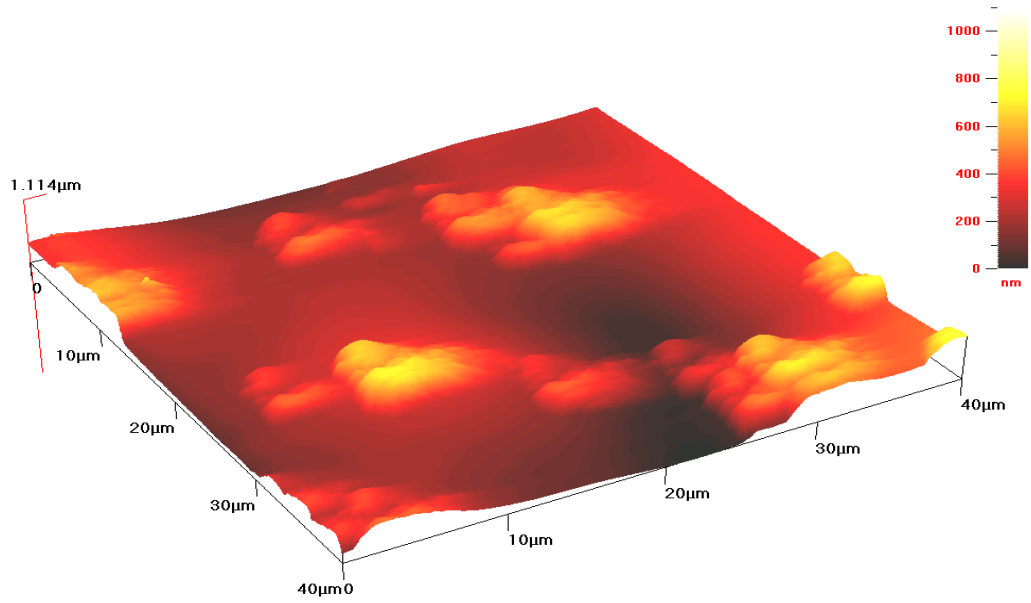
Şekil 5.198. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 μm x 40 μm alan taramalı AFM görüntüsü.



Şekil 5.199. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 μm x 40 μm alan taramalı AFM görüntüsü.



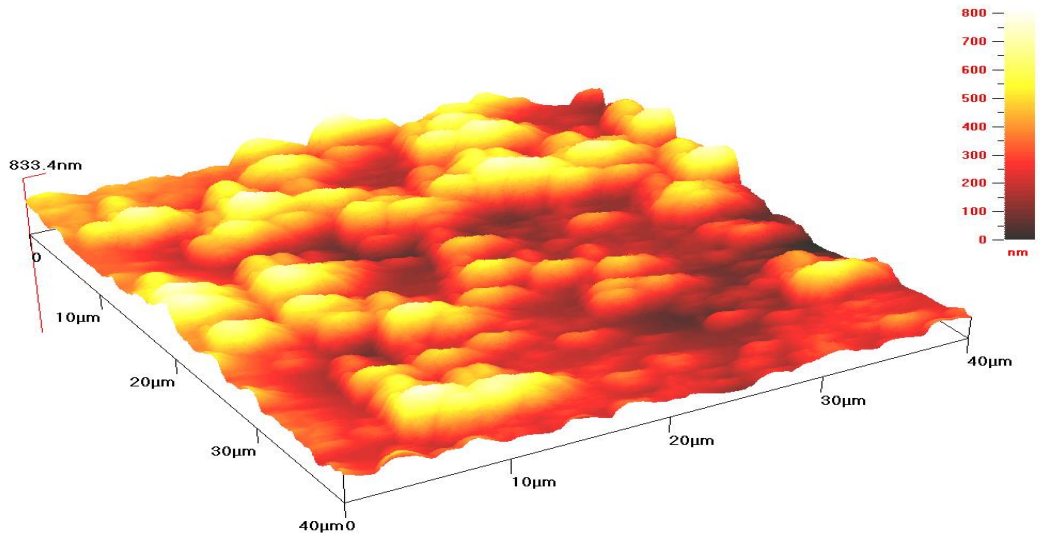
Şekil 5.200. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 μm x 40 μm alan taramalı AFM görüntüsü.



Şekil 5.201. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 μm x 40 μm alan taramalı AFM görüntüsü.

5.5.3. Nano tanecikli yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması

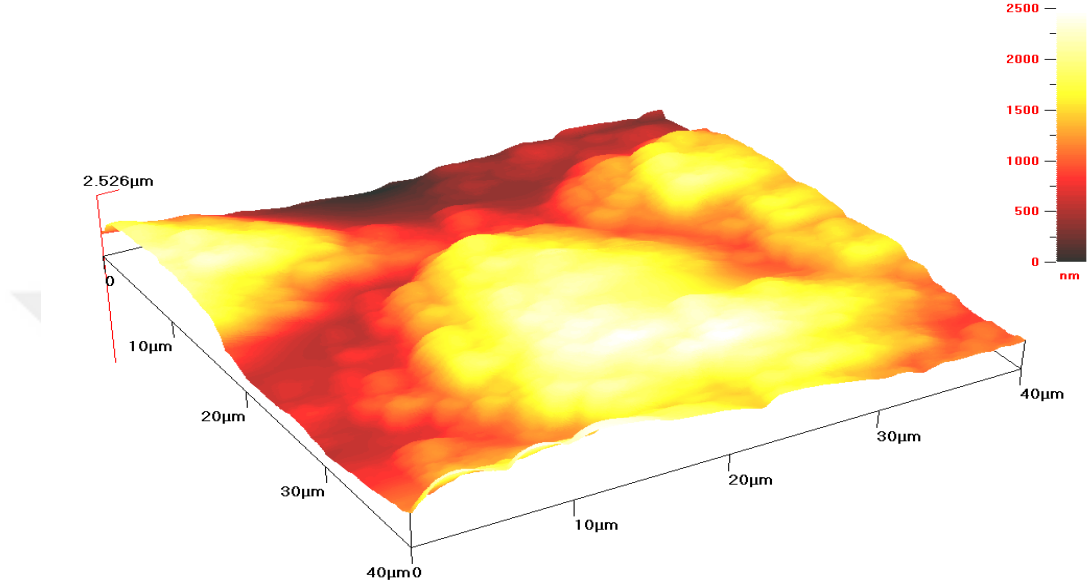
Şekil 5.202.'de nano tanecikli yüzey üzerindeki bakteri tutunmasını inceleyen AFM görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 5.202. Nano tanecikli yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen 40 μm x 40 μm alan taramalı AFM görüntüsü.

5.5.4. Nanotüp yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması

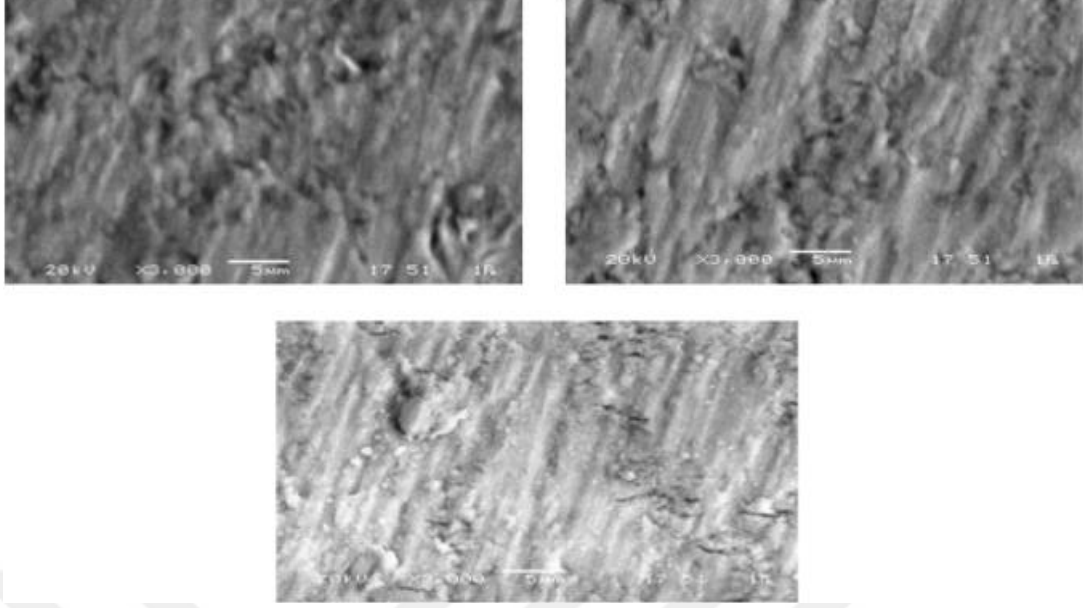
Nanotüp yüzey üzerindeki bakteri tutunmasını inceleyen $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ alan taramalı AFM görüntüsü Şekil 5.203.'de gösterilmektedir.



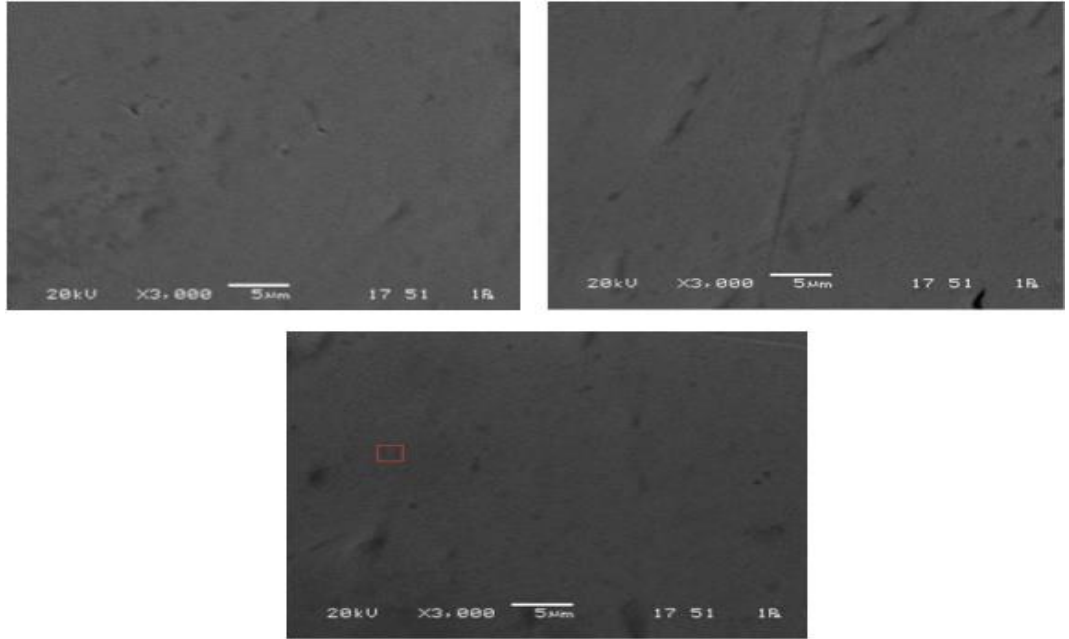
Şekil 5.203. Nanotüp yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ alan taramalı AFM görüntüsü.

5.6. Bakteri Tutunmasını SEM ile Görüntüleme

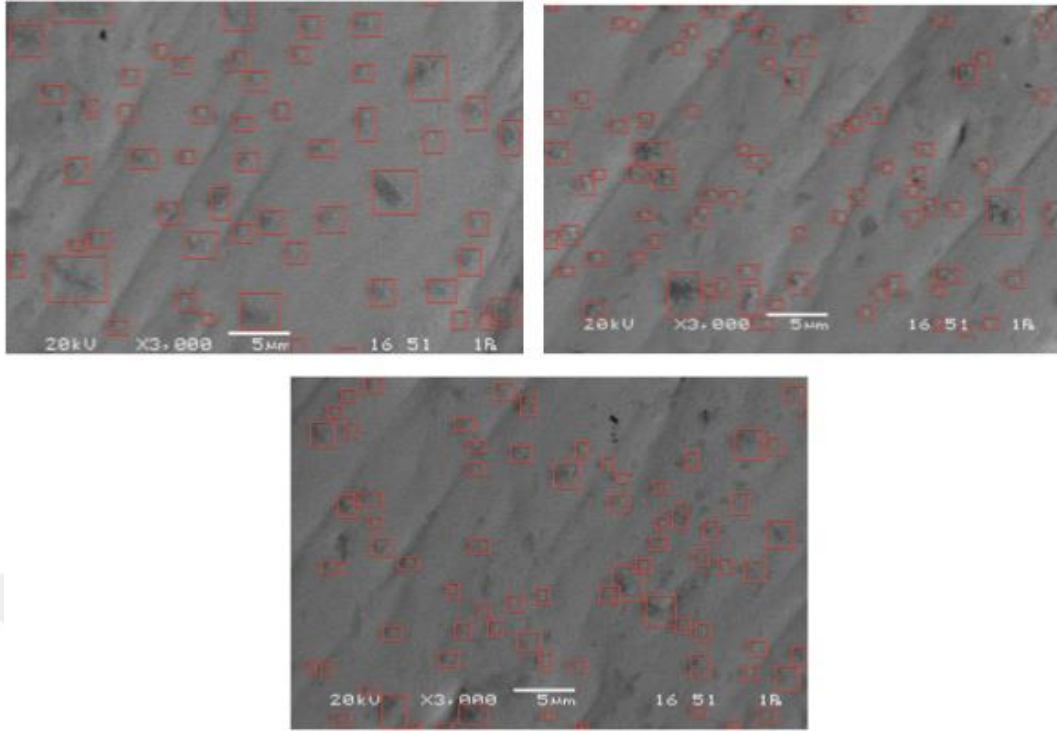
Kaplanmış ve kaplanmamış titanyum yüzeylerinin üzerindeki bakteri tutunmasını inceleyen SEM görüntüleri Şekil 5.204.-5.211. arasında gösterilmektedir. Nanotüp üzerindeki bakteri tutunması diğer yüzeylerden daha fazladır. Diğer taraftan, parlatılmış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunması en azdır (Şekil 5.205.).



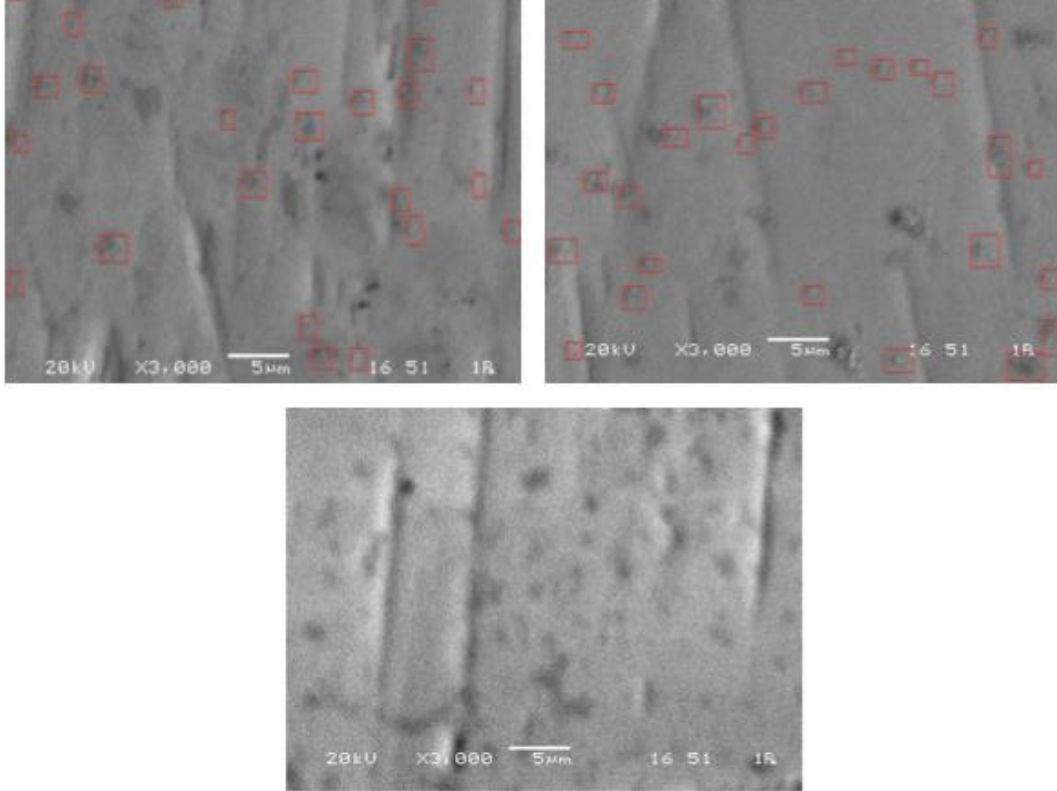
Şekil 5.204. Kaplanmamış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasının görüntüleyen SEM görüntüleri.



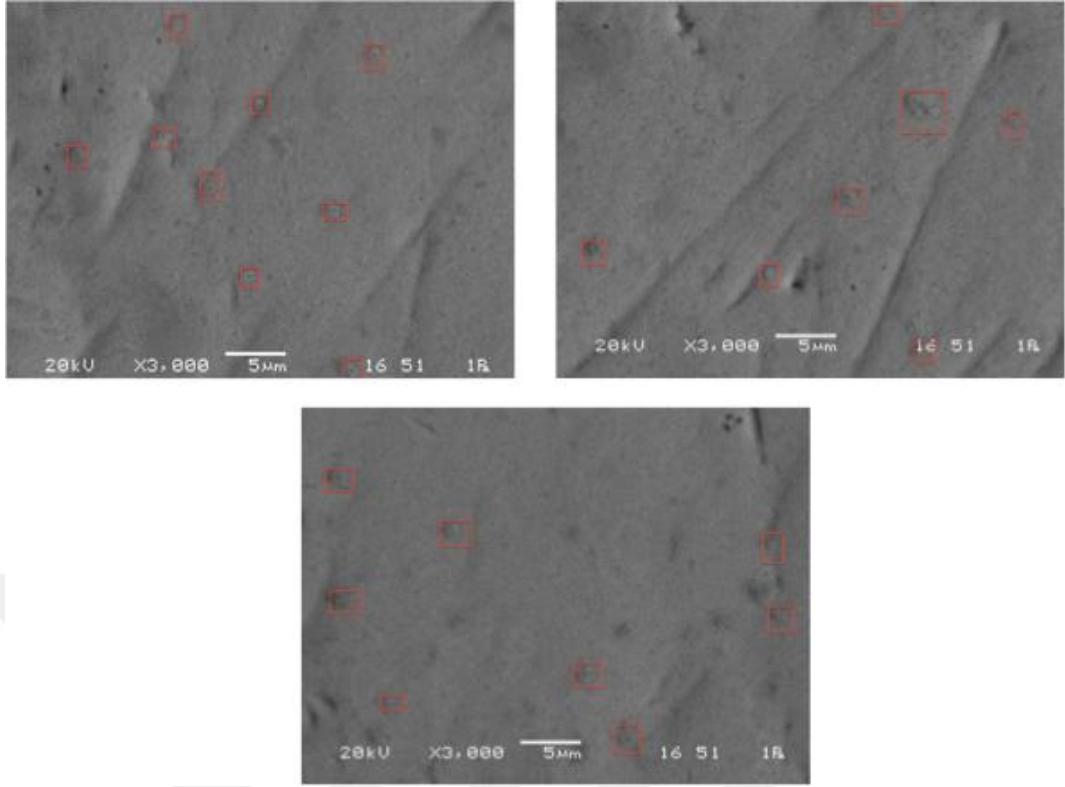
Şekil 5.205. Parlatılmış yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasının görüntüleyen SEM görüntüleri.



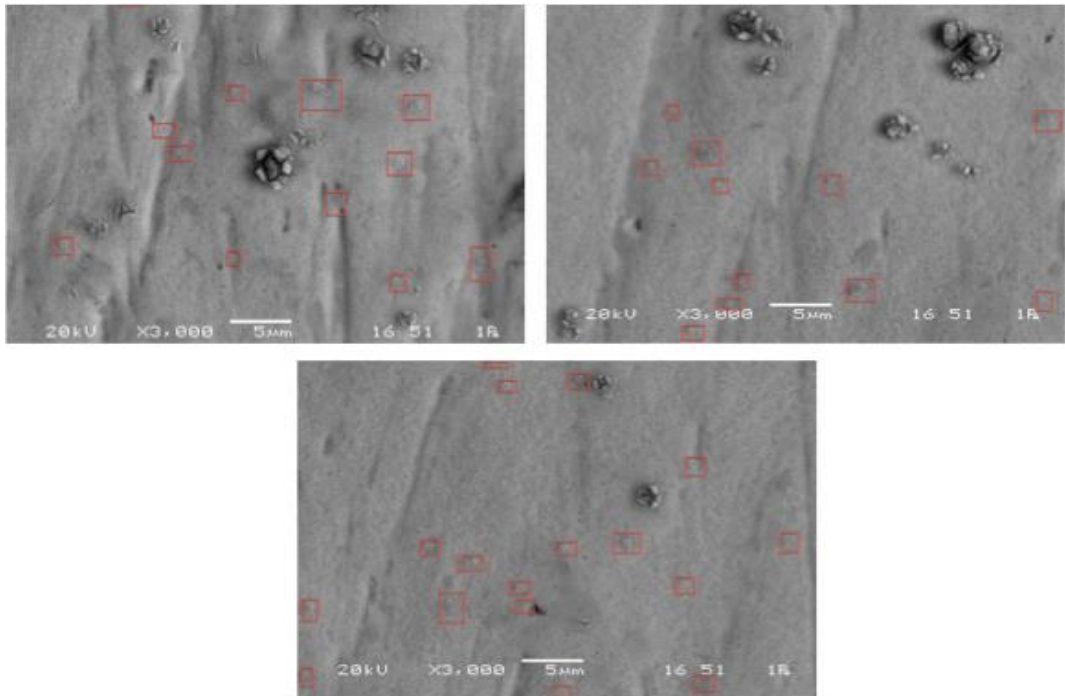
Şekil 5.206. 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.



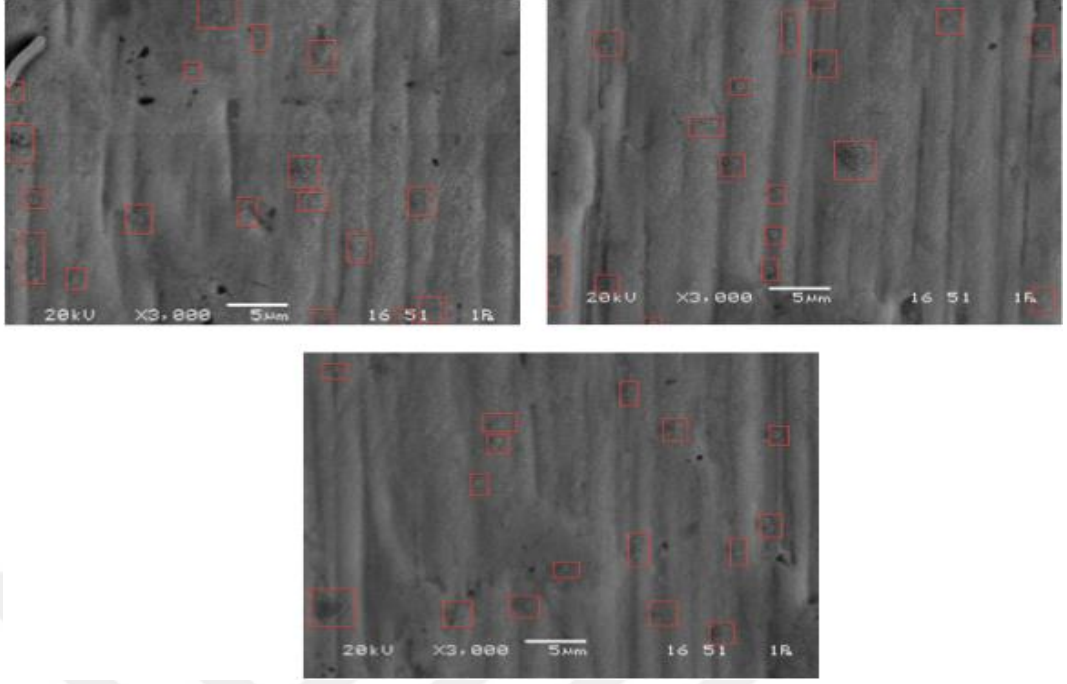
Şekil 5.207. 10V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.



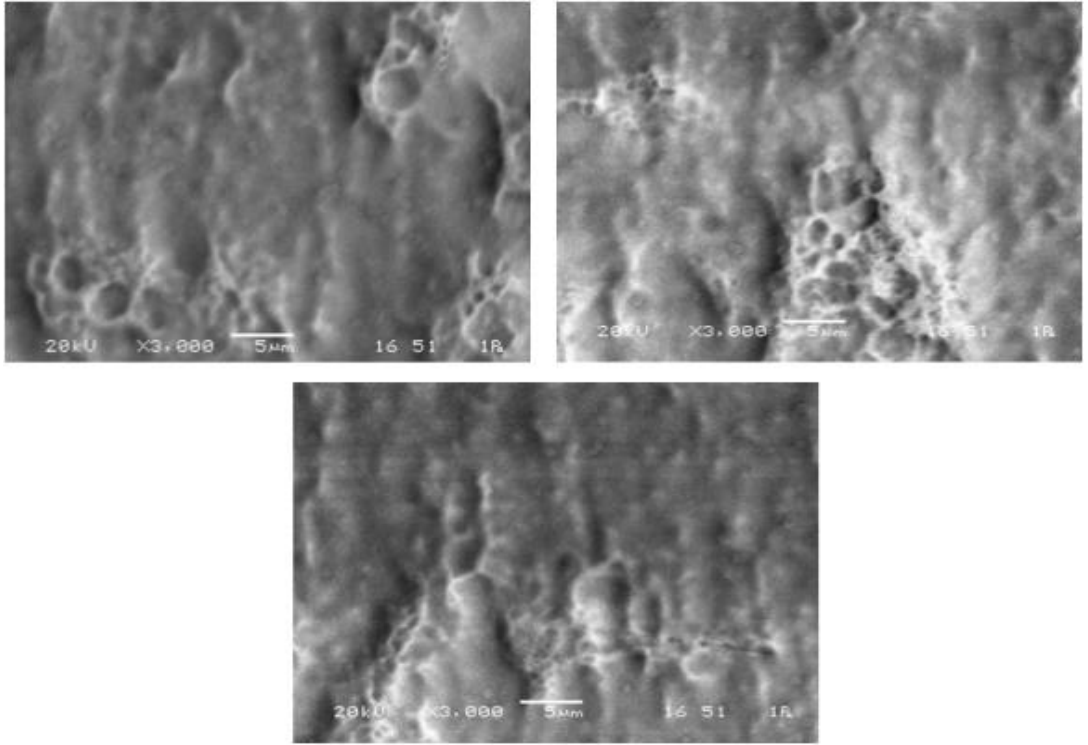
Şekil 5.208. 50V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.



Şekil 5.209. 50V 45 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.



Şekil 5.210. Nano tanecikli yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.



Şekil 5.211. Nanotüp yüzeylerin üzerindeki bakteri tutunmasını görüntüleyen SEM görüntüleri.

BÖLÜM 6. TARTIŞMA

Her ne kadar son on seneler içerisinde "nano", "nano teknoloji", "nano boyut" vb terimler çok popüler olsa da, Eski Yunan, Hint, Çin, Orta Asya medeniyetlerinde, Bağdat ve Endülüs'de, Rönesans sonrası Avrupa'da felsefe, inanış sistemleri, fizik, matematik ve kimya sahalarında pek çok küçük boyutların büyük ölçeklerdeki malzeme özelliklerinin habercisi olduğunu belirten çok sayıda kitaplar ve makaleler yazılmıştır. Bölünmez manasına gelen atom altı boyutlar, hipotez ve teoriler ortaya atılmıştır. Enrico Cantore, "Atomic Order: An Introduction to the Philosophy of Microphysics" adlı kitabında (Cantore, 1969) a) "...the philosophy of atomic physics..." (atom fiziğinin felsefesi), b) "...discussions with scientists and philosophers...(bilim insanları ve filozoflarla tartışmalar)" vb cümleler ile başlar. Bu çalışmada bugün anlaşılan felsefik yaklaşımın olmamasına rağmen küçülen ebatların bir araya gelmesinin ortaya çıkardığı imkanların üstün özellikli titanyumun "Anodik Oksidasyon" metodu ile daha üst seviyeye çıkarılabilme hipoteziyle hareket edilmiştir. Üstün karakterizasyon metodlarının yardımı ile bu hipotezin geçirililiği araştırılmaya çalışılmıştır.

Katı çözelti ve ara fazlar halinde olsalar dahi, titanyum ve alaşımlarının üstün özellikleri uzun süredir bilinmektedir. Dolayısıyla; titanyum oksitin aranan ve/veya cazib hale gelmesi imal ve kullanım tarzına bağlı olarak endüstri ve sağlık sektörünün ilgisini çekmektedir.

Titanyum oksit, uçak ve uzay sanayii yanında medikal sahada da korozyon, mukavemet, bakteri tutunması, vücudun kabulü bakımından ilginç hale gelmektedir. Yüzey şartlarının bilhassa adhezyon ve hatta kohezyon bakımından uygun duruma getirilmesi ilgiyi artıracaktır. Konu, kohezyon-adhezyon yüzeyin hidrofob veya hidrofil olması deformasyon hasar fiziği açısından üzerinde çalışılmasını

gerektirmektedir.

İnce bir film halinde titanyum oksitinin üstün özelliklerinden yararlanılırken, matriksteki titanyumun yoğunluğuna oranla yüksek mekanik mukavemeti, özellikle yorulma, tokluk ve relaksasyon bakımından avantajı bu çalışmanın temelini oluşturmuştur. Pürüzlü yüzey, yumuşak malzemelerde dokuda adhezyon artırıcı rol oynarken, nano tanecik özellikle mukavemet artırıcı (Hall-Petch effect), titanyum oksit nanotüp ise nano-akışkanlar bakımından önemlidir.

Oksidasyon esnasında çekirdeklenme ve büyüme mekanizmaları klasik bir tarzda meydana gelmektedir (Xing ve ark., 2013). Büyüme esnasında partiküller birleşebildiği gibi birleşmenin farklı yönlerden gelmesi ve iç gerilmelerin bulunması çatlama görünümündeki partikülleri ortaya çıkarmaktadır. Büyümenin aynı tip oksitler halinde olmaması dolayısıyla latis düzlemlerinin birbirleriyle uyumsuz olması muhtemelen iç gerilmelere sebep olmaktadır. Ayrıca, oksidasyonun sadece TiO_x partikülleri halinde değil oksijen-titanyum katı eriyiği halinde de olması ve muhtemelen aynı cins katı eriyiğin latis parametrelerinin farklılığı iç gerilmelerin meydana gelmesine sebep olabilir. Mevcut iç gerilmeler, lokal olarak nano mertebede mukavemet artışı yapabileceği gibi (Argon, 2008) belirli bir seviyeyi geçmesi halinde Schmid Kanunu gereği (Schmid, 1924; Schmid ve Boas, 1935) deformasyona uğrayacaktır. Her ne kadar TiO_x kristal yapısı yeterli miktarda plastik deformasyona sebep olacak kayma düzlemlerine (Kocks ve ark, 1975) sahip değilse de Orowan teorisi gereği çok az da olsa plastik deformasyon sonrası çatlama sebep olacaktır (Orowan, 1954). Kristal yapısının büyük miktarda kayma hareketine imkan vermemesi klivaj düzlemlerinin muhtemelen aktive olmasını mümkün kılmaktadır. Nitekim, TiO_x tetragonal sisteminde bulunan partiküller ve yine tetragonal veya titanyum dolayısıyla hekzagonal sıkı paket titanyum oksijen katı çözeltisinde benzer mekanizma muhtemeldir (Argon, 2008). Diğer taraftan farklı kompozisyon ve morfolojik değişimler dislokasyon hareketlerinin farklı olmasına sebep olacaktır. Dolayısıyla az da olsa deformasyon ve çatlak oluşumunun malzemenin her tarafında aynı şekilde olmasına engel olacaktır. Aynı bir numune üzerindeki farklılıklar deney

şartları voltaj ve zaman değişiminde de kendini kantitatif farkla göstermektedir (Xing ve ark., 2013; Shabani ve Zamiri, 2014).

Çalışmada elde edilen üç farklı titanyum oksit, pürüzlü yüzey, nano tanecik ve nanotüp, yüzeylerinin plastik deformasyona karşı mukavemetlerinin sebebi tanelerin nano boyuta küçülmesi ve ara yüzeyler ile açıklanabilir (Argon, 2008). Argon (Argon, 2008) tane sınırlarının dislokasyon hareketlerine karşı "opak" oluşu ile de açıklamada bulunmaktadır. Gerek nano boyutlu tanelerin sınırları, Ti-O bileşiklerinin boyutları dislokasyon hareketlerini sınırlandırıcı rol oynayacaklarından mukavemet artışının meydana geleceği (Friedel, 1964; Kittel, 1967) hipotezi çalışma başlangıç fikirleri arasındadır. Dolayısıyla elde edilen yaklaşık 100 nm civarındaki kaplama tabakasının tokluğunun (toughness) yüksek olması beklenecektir.

Alaşımız saf titanyum sıcaklığa bağlı olarak iki farklı kristallografik şekilde bulunur. 882 °C'ye kadar α hekzagonal sıkı paket, bu sıcaklığın üstünde erime sıcaklığına kadar, hacim merkezli kübik β şeklinde bulunur (Hansen, 1958; Goosey, 1970; Okamoto, 2011). Alaşımlama ile α ve β titanyum alanlarını genişletmek mümkündür (Duering ve Williams, 1983).

Bu çalışmada, "Anodik Oksidasyon" ile saf titanyum yüzeyine kaplanan TiO_x , saf titanyuma nazaran tamamen farklı bir kristal sisteminde olup, "x" değerine bağlı olarak aynı bir numunede homojen olmayan bir yapı sergilemektedir. Muhtemelen bu durum, tanelerin birbirine nazaran kristallografik yönelme farklılığının yol açtığı farklı oksidasyon kinetiği ve farklı nitelik ile izah açıklanabilir. Akım-zaman diyagramında ani düşüş sonrası voltaja bağlı olarak akımın az da olsa yükselmesi (Şekil 5.71.) oksidasyonun devamını sağlayacak iletken alanın mevcudiyetine delalet eder. Bu alanın küçülmesinin akım yoğunluğunu artıracak dikkate alındığında oksidasyonun belirli bir süre dahi olsa hızlı düşüş yapan akıma rağmen devam ettiği anlamına gelmektedir (Mazzarolo ve ark., 2012; Xing ve ark., 2013).

Birçok ikili ve/veya daha fazla bileşenli sistemlerde katı ve/veya sıvı çözünürlük limitleri aşılmca bileşenlerin meydana getirdiği ara fazların ortaya çıktığı bir çok

malzeme, termodinamik ve fiziko-kimya literatüründe görülmektedir (Darken ve Gurry, 1953; Daniels ve Alberty, 1966; McMahan, 2004; Argon, 2008). Saf titanyumun oksijen ile ara fazlar yapabileceği (Hansen, 1958; Elliot, 1965; Shunk, 1969; Okamoto, 2011) literatürde açıkça belirtilmiştir. Oksijen miktarı arttıkça ara fazlar Ti_3O (rhombohedral), Ti_2O , Gama TiO (cubic), beta Ti_2O_3 (rhombohedral), alfa Ti_2O_3 (rhombohedral), TiO_2 (tetragonal) (Hansen, 1958; Elliot, 1965; Shunk, 1969; Okamoto, 2011), Ti_3O_5 (Elliot; 1965), TiO (Hansen; 1958) ortaya çıkmaktadır. EDX deneyleri bu durumu teyid ettiği gibi, Hansen (Hansen, 1958), Elliot (Elliot; 1965) ve Shunk'da (Shunk, 1969) belirtilmeyen yeni "Ti-O" ara fazlarının olabileceğini de göstermiştir. Oksijen miktarı bir hayli yüksek ara fazlar EDX deney sonuçlarında görülmektedir. EDX'de kullanılan ışınların, matrikse nüfuz ettiği göz önüne alındığında yüzeyde oksijen miktarı daha yüksek ara fazlar ve katı çözeltilerin meydana geldiği sonucu çıkarılabilir. Bu ise oksidasyon işleminin başarılı olduğunu göstermektedir.

Anodik oksidasyon ile hekzagonal sistemdeki polikristalin saf titanyumdan farklı kristalografik yapıları tetragonal sisteme geçiş kalitatif olarak matriks yapısına oranla farklı mekanik davranışlara sebep olmaktadır; klasik malzeme bilgileri bu konunun açık delilidir. (McClintock ve Argon, 1966; Tetelman ve McEvily, 1967; Backofen, 1973; McMahan, 2004; Argon, 2008). Kaplanan titanyum oksit partikülleri ve katı çözeltilerle kendi içlerinde dahi farklı davranacaklardır. Ancak matriks ile aralarında mevcut büyük fark kendini nano-indentasyon deneylerinde ve nano-triboloji deneylerinde açıkça göstermektedir. Mekanik deneyler şüphesiz mikro-nano yapı değişimlerinin teyidi olmalıdır. Alınan sonuçlar da bunun göstergesidir. Şöyle ki, her bir numune üzerinde bir hat boyunca yapılan nano-indentasyon deneylerine ait diyagramlar farklı eğimlere sahiptir, bu fark tamamen morfolojik değişimin ve/veya nano boyut mesafe aralığındaki yansımalarının sonucudur. Oksit ve matriks arasındaki büyük yapı farkı ise her bir grafikte kolaylıkla görülebilecek ölçüdedir ve her bir grafiğin kendi içinde eğimlerinin değişmesi ile kendini göstermektedir.

SEM ve AFM analizleri saf titanyum ve kaplanmış numuneler arasındaki farkı açık bir şekilde göstermektedir. Konvansiyonel XRD, kaplama tabakasının çok ince, 100

nm civarı, olması sebebiyle oksit tabakası hakkında fikir verememekte, daha çok matriksi, titanyumu göstermektedir. SEM ve AFM görüntüleri başarılı oksidasyon deneylerinin başarısının sadece delili değil, zamana ve voltaja bağlı olarak gelişimini de göstermektedir. Hatta aynı numune üzerindeki farklılıkları ortaya çıkarmış, bir açıdan muhtemelen saf titanyum matriksin polikristalin olmasından dolayı yüzeydeki oksitlerin büyüme mekanizmalarının farklı olduğunu da göstermektedir. En düşük voltaj ve en kısa süre içerisinde dahi oksit oluşumunun farklılığının gözlemlenmesi matriks yapısının morfolojisinden ileri gelen bir bakıma anizotropik kinetik ile alakalı olup, zaman içerisinde büyümenin de benzerlik gösterdiği tespit edilmiştir. Her ne kadar büyüme mekanizması farklı ise de, oksit oluşum hızı ile birlikte partiküllerin büyümesi de farklılık belirtmektedir. Büyüme içinde de yeni tabakaların uygun istikametlerde ve kristallografik yüzeylerde olması beklenir. İstikamet ve kristallografik yüzeylerde farklılık iç gerilmeler ve dolayısıyla müsait kristallografik düzlemlerde bir klivaj kırılmasına sebebiyet vermektedir. EDX çalışmaları Hansen (Hansen, 1958), Elliott (Elliott, 1965), Shunk (Shunk, 1969), Okamoto'u (Okamoto, 2011), teyid ettiği gibi daha değişik ve çok sayıda TiO_x fazının olduğunu göstermektedir. Bu yeni bileşikler bu literatürlerde yoktur. Kaplanmamış yüzeydeki, oda atmosferi dolayısıyla mevcut % O'nin düşük seviyeleri (Şekil 5.50.-5.52.), parlatılıp, temizlenerek (oda atmosferinde oksidasyona izin verilmeksizin) derhal oksidasyon banyosuna alınan numunelerde “pürüzlü yüzeylerdeki” oksit partiküllerinde bu oran % 80'i bulmaktadır (Şekil 5.53.-5.63.). Levha-levha ve yaprak-yaprak şeklindeki büyüyen partiküllerin tamamını içine alan EDX değerleri ortalamadır, zira ışın demeti birçok yaprak hatta matrikse kadar iner ki bu durumda partiküllerde oksijen miktarlarının verilenlerden daha yüksek olmasını gerektirir.

Nano tanecikli ve nanotüpteki EDX analizlerinin (Şekil 5.64.-5.67. ve 5.68.-5.70.), büyük ölçüde sinyal matriks içinde gittiğinden oksit yüzeylerini tam olarak göstermemektedir. Buna rağmen, nano taneciklerin ve nanotüplerin elde edilmesi, oksitlenmenin ve istenilen yapıların elde edildiği görülmektedir. EDX analizi sadece 100 nm derinliğini içine alan neticeyi verememektedir. Konvansiyonel XRD (Şekil 5.72.-5.74.) çalışmalarının verdiği neticeler de benzer şekilde düşünülmelidir.

Karakterizasyon teknikleri arasında son 30 senede "Tunneling Microscopy" çalışmalarının öncülüğü ile ortaya çıkan "Atomic Force Microscopy" (AFM) tekniği yüzey topografyası hakkında detaylı bilgi vermektedir. AFM, SEM, SEM-EDX, Nano-İndentasyon teknikleri ve hatta Auger Elektron Spektroskopisi yüzey topografyasının yanı sıra, yüzeydeki elementel farklılığı ortaya çıkarmakta büyük faydalar sağlamaktadır. Bunların tamamı bir asra yaklaşan birikimin sonucudur. Son 20 sene içerisinde ilerleyen büyük bir hızla AFM kullanımı yaygınlaşmıştır. Bu çalışmada kullanılan yukarıda belirtilen mikroskopi teknikleri yanında AFM her üç yüzey, "pürüzlü" "nano tanecikli" ve "nanotüp" yüzeyleri hakkında bilgi vermenin yanı sıra uygulama için tavsiye edilebilecek durumları ortaya çıkararak kullanıcılara fikir ve görüş yürütebilecekleri verileri sağlamaktadır.

Şekil 5.75. -5.79. en düşük voltaj, 10V ve en kısa süre 10 dak titanyum yüzeyinde büyüyen partikülleri gösterdiği gibi, SEM'de gözlemlenmeyen oksit büyümesi hakkında bilgi vermektedir. Büyümenin paralel bloklara ve fakat yüzey üzerinde farklı yükseklikler halinde olması bu farklılığın yaklaşık 100 nm aralıklar ile görülmesi ayrı bir çekirdeklenme mekanizmasına işaret etmektedir. Oksit tabakanın yüksekliğinin farklı olması, matriksteki kristallografik oryantasyon farkı, nokta hataları (point defects) dislokasyonlar diğer bir ifade ile kristal yapıdaki hatalar (imperfections in crystals), ideal hücre (lattice) yapısından sapmalar (deviations from ideal lattice) (Hume-Rothery ve Raynor, 1956) ve tane sınırları sebebiyle büyümenin başlangıcı ve büyüme hızının farklılığından olabilir. Diğer bir ifade ile kısa mesafe aralıkları ile gözlemlenen kinetik fark ana matriksin yapısından ileri gelmektedir. Tek kristal (single crystal) üzerinde çalışılıyorsa sadece tane sınırları ortadan kaldırılırdı ki, diğer hatalar mevcut olacağı için oksit oluşumundaki bu farklılıklar gözlemlenecektir

Oksit oluşumundaki farklılıklar (Şekil 5.77.) toplam yüzey alanını artırmaktadır. Çok kısa sürede dahi toplam yüzey alanının artması adhezif bağ için bir avantaj sağlayacağı gibi, partiküller arasında ve bloklar arasında doku büyümesi (tissue growth) imkanını sağlayacaktır. Ancak bu ölçekte ıslatma (wettability) mümkün

değildir. Lakin meydana gelen oksit katı çözeltisi ve çok sayıdaki ara fazların özelliklerin tespiti bu hususta hipotezlerin yapılabilmesine yarar sağlayacaktır.

Aynı voltajda, 10 V, oksidasyon süresinin, 45 dak, artması (Şekil 5.80.-5.84.) oksit yüzeyinin görüntü bakımından kalitatif yapısında daha kısa süreli oksidasyon bakımından fazla fark göstermemektedir. Ancak EDX analizleri de göz önüne alındığında gerek katı çözelti miktarı ve gerekse ara faz miktar ve ebadı bakımından fark olduğu görülmektedir. Diğer özelliklerin ve kantitatif değerlerin irdelenmesi teknolojiye uygulanmasında faydalı olacaktır.

AFM analizlerinde voltajın 10 V'dan 50 V'a çıkması (Şekil 5.85.-5.89.) yaklaşık 30-40 nm ebadındaki alanlarda oksitlerin oluşumunu çok açık bir şekilde göstermektedir. Bu ölçekteki alanlarda ayrı ayrı oksit oluşumları matriks yapısındaki kristallagrofik oryantasyon farkı ve kristal hatalarının (Hume-Rothery ve Raynor, 1956; Argon, 2008) meydana getirdiği süreksizliğin muhtemel etkisi ile alakalı olabilir. Pürüzlerin yüksekliği (Şekil 5.87.) de benzer şekilde ele alınabilir. Her iki halde de, 10 V ve 50 V uygulanarak hazırlanan bloklar arasındaki kohezyonun incelenmesine mekanik stabilite bakımından ihtiyaç vardır.

AFM analizlerinde; 50 V ve 45 dak sürelerindeki oksidasyon ile elde edilen pürüzlü yüzeylerdeki oksit yapısı (Şekil 5.90.- 5.94.) zaman ve voltaj etkisi ile daha fazla yeni oksitlerin üst üste yığılmasını sağlamıştır. Nitekim, "Akım-Zaman" diyagramında hızlı düşüşün ardından zamanla yaptığı yükselme 50 V için 45 dakikada yükselme göstermekte, az da olsa mevcut iletken alan "Akım Yoğunluğu" yükseltici rol oynamaktadır. Bu ise hem oksit oluşumunun sayısının hem de yüksekliğin artmasında rol oynamaktadır.

Nano tanecikli yüzeylerde AFM analizleri (Şekil 5.95.-5.99.), bilinen Hall "Petch Effect" (Üçışık ve ark., 1978; Argon, 2008) avantajı yanında oksit büyüme mekanizmasının sadece yatayda değil, düşeyde (Şekil 5.97.) de olması mukavemet ve adhesif bağ bakımından da uygulamalarda faydalanabilme imkanı sunmaktadır. Tane sınırları mukavemeti ve tane içindeki kohezyon incelemeye değerdir.

Nanotüp yüzeylerdeki AFM incelemeleri (Şekil 5.100.- 5.104.) oksit oluşumun tabaka tabaka olduğunu göstermektedir. Her bir tabakanın 100 nm'den fazla olmaması, bütün hat boyunca mekanik stabilite bakımından tabakalar arasındaki kohezyonun önemini vurgulamaktadır. Bununla birlikte kohezyona zarar vermeyecek "mikro-akışkan" için, bu tarz nanotüp iyi bir ortam olarak kabul edilebilir.

Pürüzlü yüzeylere ait topografik analizler ve faz dağılımının verildiği (Şekil 5.105.- 5.114.) SPM görüntülerinde büyük ölçüde pürüzlerin mevcudiyeti yüzeyden yukarı çıkıldıkça faz yapısının bariz bir şekilde değiştiği göstermektedir ki, bu toplam yüzey alanının artışı ve yeni eklenen oksitlerin farklı fazlarda veya yapılarda olduğunu belirlemektedir. Kristal yapısı yönlenmesi, kristal hatalar çok sayıda ve farklı yükseklikte oksit oluşumunu sağlandığının ve büyümenin gerek katı çözeltide ve gerekse ara fazlarda morfolojik farklılıklarla meydana geldiğinin göstergesidir.

Oksidasyon sonrası elde edilen nano boyuttaki taneciklere ait topografik yüzey ve faz analizleri (Şekil 5.115.-5.122.) topografyanın pürüzlü yapı gösterdiğini, ara faz ve katı çözelti oluşumunu, oksit oluşumunun artışı ile morfolojik fark sergilediğini göstermektedir.

Yukarıdaki veriler ve son SPM görüntüleri titanyum oksit nano taneciklerinin rekabet edebilir mekanik özellikler yanında adhesif bağ yapabilme özelliğinin olabileceğini göstermektedir.

Temas açısı çalışmaları hidrofob veya hidrofil olma halinin tespitinde çok mühim rol oynar. Henüz nano metre alana uygulanacak "temas açısı" ölçümü mümkün olmamaktadır. Elde edilen sonuçlar bir bakıma bütünü, yani büyük ölçeği temsil etmektedir. Nano ölçekteki topografik, morfolojik, faz yapısı bakımından süreksizlik dolayısıyla bütün için elde edilen değerlere temkinle yaklaşılmasını gerektiğini belirterek temas açısı ölçümlerini bu şekilde değerlendirmek gerekir. Yüzey temas açısı ölçüm sonuçlarına bakıldığı zaman anodizasyon yönteminden sonra kaplanmış numunelerin yüzey temas açısının düştüğü gözlemlenmektedir. Bu düşüş güçlü O-Ti-O polar bağlarından kaynaklanmaktadır (Si ve ark, 2009). Daha önce yapılan

anodizasyon (Si ve ark, 2009; Yu ve ark., 2015) deneylerinde de görüldüğü üzere anodizasyon voltajı arttıkça yüzey daha hidrofilik hale gelmektedir. Genel olarak, voltaj artışına bağlı olarak yüzey temas açısındaki değişiklik yüzey pürüzlülüğünün artmasına bağlansa da (Si ve ark., 2009) bizim deney sonuçlarımızda en pürüzlü ve porozlu yapıya sahip yüzey nanotüp olmasına rağmen en yüksek yüzey temas açısına sahiptir. Bu durum, yüzeyde oluşan oksit bağlarının güçlü polar yapısı ile izah edilebilir. Bir diğer numunede, yüksek voltajda anodizasyon süresini uzattıkça yüzey pürüzlülüğünün arttığını görmüştük. Buna rağmen, bu numunenin temas açısının aynı voltajda daha kısa sürede oksitlenen numuneye göre daha yüksek olmasının nedeni ise yüzeydeki oksit tabakanın zamanla çözülmesinden kaynaklanmaktadır.

Tezde mekanik deneyler arasında önemli bir yer tutan nano-indentasyon deneylerinin; bir numunenin tamamını, bir uçtan diğer bir uca kadar kapsaması, bir hat boyunca mikro-nano yapı değişikliklerini ortaya çıkarmıştır. Yükleme-boşalma arasında bir süre beklenilmiş olması yükleme sonrası az da olsa "sürünme" deneyinin gerçekleştiğini göstermektedir.

Aynı bir numune üzerinde kaplama tabakası içinde kalacak şekilde "Pürüzlü Yüzeylerde" yapılan (yük kontrollü-load controlled) Berkovitz indenter'i ile yapılan nano-indentasyon deneyleri (Şekil 5.142.-5.145.) mekanik bakımdan homojen şartlarda anodik oksidasyona uğrayan malzemenin homojen olmayan mekanik özelliklere sahip olduğunu göstermiştir. Aynı bir numune üzerinde bir hat üzerinde farklı bölgelerde yapılan çok sayıda indentasyonda "yükleme" devresine ait grafik-eğri eğimi bir hayli farklıdır ki meydana gelen elastik ve (var ise) plastik parametrelerin katsayıların farklılığının göstergesidir. Keza boşaltma öncesi bekleme esnasında kripi kabul edilebilecek devrelerde de farklılık vardır. Mikro-nano yapı farklılığı elastik ve inelastik deformasyon farklılığını meydana getirmektedir. Zira, özellikle plastik bölgede yapı farklılığı üniform dislokasyon hareketini engellemektedir (Argon, 2008). Aynı deneylerin "Penetrasyon Derinliği" kontrolü altında (Şekil 5.131.-5.134.) tekrarı benzer sonuçları vermiştir. Alınan sonuçlar EDX sonuçlarını da teyid etmektedir. Nano tanecikli oksit yüzeyinde alınan nano-indentasyon sonuçlarının yukarıdaki sonuçlarla benzer olması, yapı itibarı ile pürüzlü

yüzeyle nano tanenin kalitatif olarak fark göstermediğine işaret etmektedir. Bu bakımdan ileride yapılacak çalışmalarda, oksidasyon şartlarının nano tane veya pürüzlü yüzey elde edilmesi bakımından dizaynında dikkate alınmasında faydalı olacaktır. Nanotüp yüzey içinde kalacak şekildeki indentasyon deneylerinde (Şekil 5.136.) burkulma (buckling) olayının ihmal edilmesi halinde sonuçlar ve görüşler benzer olacaktır.

Nano indentasyon deneylerinin (Şekil 5.137.-5.140.) indenter'in matrikse nüfuz edecek miktarda içeri girmesi halinde (200 nm) yukarıdaki sonuçlara göre tek bir fark yükleme esnasında, yaklaşık 100 nm derinliğe gelince "Yük-Derinlik" eğrisinde eğim değişimine rastlanmasıdır. Bu durum yüzeyden çok farklı yapıdaki matriksin mekanik parametreleri ve yapısının farkından ileri gelmektedir. Bu deneyler ölçülmesi bir hayli güç kaplama kalınlığının tespitine de yardımcı olmaktadır. Aynı deneylerin nanotüp için tekrarı (Şekil 5.141.) burkulma-buckling olayı dikkate alındığı zaman aynı şekilde açıklanabilir.

Nano indentasyon deneylerin bi başka tarzı "Yük Kontrolü" (3mN) altında pürüzlü yüzeylerde yapılan deneylerde (Şekil 5.142.-5.145.) indenterin penetrasyonunun matrikse inmesidir. Bu sebeple yükleme esnasında eğim değişikliği görülmektedir. Bu deneylerde maksimum yük değerine ulaşıldığında krip miktarının yaklaşık sabit kalması da matriksin homojen bir yapıda olduğunun açık göstergesidir. Aynı görüş nano tanecikli yüzeyler üzerinde uygulanan (3 mN) yük kontrollü deneyler (Şekil 5.146.) için de geçerlidir.

Nano indentasyon deneyleri sertlik analizleri için de kullanılabilir. Yukarıda nano indentasyon deneylerine ait grafiklerin verdiği neticeler, çıkarılan sonuçlar verilerin sertlik değerlerine dönüştürülmüş halinde de görülmektedir (Şekil 5.148.- 5.158.).

Sürtünme ve aşınma mühendislik uygulamalarında son derece önemli bir rol oynamakta, ekonomik kaybın yanı sıra birçok hallerde kazalara da sebebiyet vermektedir. Bu çalışmada ana faktör nano seviyede meydana gelen veya gelebilecek olayların irdelenmesidir. Bu gaye ile nano seviyedeki yüklerle yapılan nano-triboloji

deneylerinde yüke ilk maruz kalan bölge kaplama tabakasıdır. Bütün deneylere ait "Sürtünme Kuvveti-Zaman" diyagramları (Şekil 5.159., 5.161., 5.167., 5.173., 5.179., 5.185., 5.191.), a) belirli bir süre devam eden yüzey tabakasının, b) sonradan yüzeyden ayrılan partiküllerin (dağınıklılığını içine alan) tribolojik özellikleri olmak üzere iki kısma ayrılmaktadır. Kaplanmamış yüzeylerde "a)" kısmı nispeten uzun sürerken, kaplanmış numunelerde ise bu süre kısalmaktadır. Yüzeyin pürüzlülüğü ve oksit tabakanın sadece gevrek özelliğinden değil topografyanın verdiği bir özellik olarak parçaların koparılabilmesinden kaynaklanmaktadır. Nano tanecikli numunelerde ilk "a)" bölgesinin önemsiz derecede küçük görülmesi (Şekil 5.185.) çok ince olan tabakanın kısa sürede aşınmasına bağlı olması ile açıklanabilir. Nanotüp numunelerde ise (Şekil 5.191.) sadece kaplama tabakası değil burkulma (buckling) ile yüzeyin bir süre korunması etkili olmuş olabilir. Bütün tribolojik deney sonunda SEM ve EDX-haritalama görüntüleri yüzey yapısının süreksizliğinin göstergesidir.

Yüzeyler üzerinde bakteri tutunmasına baktığımız zaman kaplanmış yüzeyler kaplanmamış yüzere nazaran daha az hidrofobiktir ve bu yüzeyler üzerinde daha fazla bakteri tutunduğu gözlemlenmiştir. Truong ve arkadaşları yaptıkları çalışmada nano tanecikli titanyum yüzeylerin daha az hidrofob olmasına rağmen bu yüzeyler üzerindeki bakteri tutunmasının daha fazla olduğunu bildirmişlerdir (Truong ve ark., 2009). Dolayısıyla, titanyum yüzey üzerindeki nano ve makro seviyede topografik değişimler bakteri tutunmasında önemli rol oynamaktadır (Truong ve ark., 2009; Truong ve ark., 2010; Lorenzetti ve ark., 2015). Bu durumu gözönünde bulundurduğumuz zaman yüzey pürüzlülüğü ve porlu yapı ön plana çıkmaktadır. Buna göre, yüzey pürüzlülüğü ve porlu yapı bakterileri dış etkilerden korurken tutunmak için daha fazla alan imkanı sunmaktadır (Hsu ve ark., 2013). Whitehead ve arkadaşlarının mikron ve mikron altı yapıları yüzeyler üzerinde yaptığı *S. aureus* bakteri tutunması çalışmasında, pürüzlülük arttıkça tutunma da artmaktadır (Whitehead ve ark., 2005). Nitekim, diğer numunelere oranla parlatılmış yüzeyler üzerindeki bakteri tutunması azken nanotüp üzerindeki bakteri tutunmasının fazla olması yüzey pürüzlülüğüyle açıklanabilir. Diğer taraftan, Puckett ve ark., kaplanmamış titanyuma göre nanotüp üzerindeki fazla bakteri tutunmasını

elektrolitte kullandıkları HF çözeltilisindeki floridan kaynaklanabileceğini bildirmişlerdir (Puckett ve ark., 2010). Bu durumda, nanotanecek ve nanotüp üzerindeki bakteri tutunması yüzey pürüzlülüğünün yanı sıra flor iyonlarından da kaynaklanabilir. Xu ve ark., (Xu ve ark., 2015) yaptığı çalışmada, anodizasyon yöntemiyle üretilen titanyum oksit nanotüpler ısıtılma tabii tutulmuş ve *S. aureus* tutunmasının bu yüzeylerde kaplanmamış titanyuma kıyasla daha az olduğu gözlemlenmiştir. Bu farklılık, nanotüpün boyutları ile ilgili olabileceği gibi (Ercan ve ark., 2011a), kristal yapının farklılığı ile izah edilebilir (Kummer ve ark., 2013). Nitekim, Del Curto ve ark. (Del Curto ve ark., 2005) yaptıkları çalışma neticesinde, amorf titanyum oksitten anataz bakımdan zengin kristal yapıya geçildiği zaman bakteri tutunmasının azaldığını bildirmişlerdir. Bu çalışmada, anodizasyon voltajı arttığı zaman yüzeyde daha fazla oksit partikülleri oluşmaktadır ve buna bağlı olarak pürüzlülük de artmaktadır. Ancak bakteri tutunmasına baktığımız zaman düşük voltaja oranla yüksek voltaj ve sürede pürüzlülük daha fazla olmasına rağmen bakteri tutunması daha azdır. Bu da voltaja ve süreye bağlı olarak amorf yapıdan titanyum oksit ara fazlarının oluşmasıyla izah edilebilir. Dolayısıyla, bakteri tutunmasında kristal yapı yüzey pürüzlülüğünün önüne geçerek önemli bir rol oynamaktadır

BÖLÜM 7. SONUÇ

Anodik oksidasyon vasıtasıyla saf titanyum başarıyla oksitlenmiştir. Titanyum oksite muhtelif titanyum oksitlere dönüştürülmüştür. Elde edilen titanyum oksitler, yüzeyde a) pürüzlü bir yapıda, b) nano tanecikler halinde, c) nanotüp halinde elde edilmiştir. Titanyum ve oksijen aralarında anodik oksidasyon vasıtasıyla katı çözeltili ve titanyum- oksijen ara fazları şeklinde elde edilmiştir. Aynı bir numune üzerinde farklı bileşim ve morfolojide katı çözeltili ve gene farklı bileşim ve morfolojide titanyum oksit ara fazları elde edilmiştir. Titanyum oksit ara fazları oksijen içeriğine bağlı olarak çok sayıda meydana gelmiş, literatürde verilen titanyum oksit ara fazları dışında da titanyum oksitlerin meydana gelebileceği gözlemlenmiştir. Saf titanyum üzerinde elde edilen titanyum oksit tabakasının kalınlığı yaklaşık 100 nm civarındadır. Voltaj ve zamanın etkisiyle titanyum oksit partiküllerinin miktarı ve boyutları farklılık göstermiştir. 45 dakika boyunca 10V uygulanarak yapılan anodizasyonda, oksitin tabaka tabaka halinde büyüdüğü tespit edilmiştir. 45 dakika boyunca 50V uygulanarak yapılan anodizasyon işleminde ise, oksit partiküllerinin gül şeklinde büyüdüğü görülmektedir. Nanotüp üzerinde pürüzlü oksit tabakaları tespit edilmiştir. Nano indentasyon deneyleri çok kısa mesafe aralıklarıyla aynı bir numune üzerinde mekanik parametrelerin oksit tabakasında farklı olabileceğini ortaya çıkarmıştır. Bu deneyler esnasında, kaplamaların kalınlıkları arasında da farklılıkların olduğu gözlemlenmiştir. Grafiklerin yükleme ve boşaltma eğrilerinde de aynı sebeplerden dolayı farklılıklar vardır. EDX çalışmaları, elde edilen oksit tabakanın mikro ve nano seviyede kimyasal ve yapısal olarak homojen olmadığını göstermektedir. Aynı koşullar altında çekirdeklenmenin ve büyümenin hacim ve büyüklük bakımından aynı olmaması yüzeyin pürüzlü olmasına temin etmiştir.

Bu çalışmada, parlatılmış yüzeyler anodizasyon tekniğiyle kaplanarak nano pürüzlü, nano tanecikli ve nanotüp olmak üzere farklı titanyum oksit yüzeyler elde edilmiştir.

Nano pürüzlü yüzeylerde, düşük voltajda anodizasyon süresi uzatıldığı zaman, tabaka tabaka büyüyen titanyum oksit partiküllerinin oluştuğu gözlemlenmektedir. Büyüme sırasında, klivaj kırılmaların ya da her bir parçanın bağımsız olarak fakat harmonik bir şekilde büyüdüğü gözlemlenmektedir. Kristallografik yönelimlerdeki farklılıklara bağlı olarak genleşme katsayısındaki farklılıklardan dolayı ilk hipotez daha ön plana çıkmaktadır. Klivaj düzleminde çatlaklar oluşuyorsa; kristal plastisitesinin az da olsa büyüme esnasında yer aldığına göstergesidir (Orowan, 1954). Buna rağmen, burada önerilenler daha dikkatli bir çalışma gerektirmektedir. Yüksek voltaj ve kısa sürede, yüzeyde gül şeklinde titanyum oksit partikülleri oluşmaktadır. Anodizasyon süresi uzatıldığı zaman, titanyum oksit partiküllerin gül şeklinde tabaka tabaka büyüdüğü gözlemlenmektedir. Bu yüzeyler üzerindeki EDX çalışmaları, yüzeyin farklı bölgelerindeki çekirdeklenmenin ve büyümenin hacim ve büyüklük olarak farklı olduğunu göstermiştir. Buna ek olarak, oksit partiküllerin kimyasal ve kristallografik olarak birbirlerinden farklı olduğu görülmüştür. AFM çalışmaları, anodizasyon voltaj ve süresi arttıkça yüzey pürüzlülüğünün arttığını göstermektedir. Nano tanecikli ve nanotüp yüzeyler üzerinde yapılan EDX çalışmaları, elde edilen oksitin en düşük oksijen miktarına sahip olduğu bilinen α titanyum (Okamoto, 2011) olduğunu göstermektedir. AFM çalışmaları, diğer kaplanmış yüzeylerinin arasında nanotüplerin en yüksek pürüzlülüğe sahip olduğunu göstermektedir. En yüksek voltaj ve anodizasyon süresi uygulanarak hazırlanan yüzey en yüksek pürüzlülüğe sahipken, 10V 10 dakika uygulanarak hazırlanan nano pürüzlü yüzey en az pürüzlülüğe sahiptir. Nanotüpler üzerinde yapılan nanoindentasyon çalışmaları sonucu, kırılmalar oluşur. Yükleme ve boşaltma esnasındaki özellikler, sertlik değerleri ve yükleme sırasında absorbe edilen enerji hakkında bilgi veren nanoindentasyon deneyleri üzerinde, analiz yapmak ve tartışmak için, aynı zamanda SEM görüntülerini de incelemek gerekir.

SEM görüntülerinin ve EDX çalışmalarının hepsi nano pürüzlüdür. Çiçek şeklindeki oksit partikülleri, pürüzlülük, farklı kristallografik yapıya sahip oksit çeşitleri ve/veya katı çözeltiler ve her taneciğin yönelimindeki değişimler, sertlik değerlerinde ve yük penetrasyon eğrisindeki farklılıklara neden olmaktadır.

Anodik kaplama sonucu numunelerin hidrofob özelliđi azalmaktadır. Kısa anodizasyon süresi için voltaj yükseltildiğinde, yüzey ıslanabilirlik özelliđi artmakta ve yüzey temas açısı yaklaşık olarak %32 olarak düşmektedir. Nanotüpte ise, yüzey temas açısı kaplanmamış yüzeyden düşük olmasına rağmen kaplanmış yüzeylerin temas açısından daha yüksektir. Diğer taraftan, nano tanecikli yüzeyin temas açısı kaplanmış yüzeylerin çoğundan daha düşüktür

Bütün numuneler karşılaştırıldıđı zaman, nano tanecikli ve nanotüpler üzerindeki bakteri tutunması diğer numunelerden daha fazladır. Bu olay, elektrolitlerde kullanılan flor konsantrasyonundan (Puckett ve ark. 2010) kaynaklanabileceđi gibi pürüzlü ve porlu yapısından dolayı da olabilir. Diğer taraftan, zımparalanmış ve parlatılmış yüzeyde bakteri tutunması en azdır. Bu duruma da pürüzlülüğün az olması ve/veya kristal yapının farklılıđı sebep olmaktadır.

KAYNAKLAR

- Adya, N., Alam, M., Ravindranath, T., Mubeen, A., Saluja, B. 2005. Corrosion in titanium dental implants: literature review. *J Indian Prosthodont Soc*, 5: 126-131.
- Agrawal, CM., 1998. Reconstructing the human body using biomaterials. *JOM*, 50: 31-35.
- An, Y.H., Friedman, R.J. 1998. Concise review of mechanisms of bacterial adhesion to biomaterial surfaces. *J Biomed Mater Res*, 43: 338-348.
- Anselme, K. 2000. Osteoblast adhesion on biomaterials. *Biomaterials*, 21: 667-681.
- Argon, A.S., 2008. *Strengthening Mechanisms in Crystal Plasticity*, Oxford University Press.
- Backofen, W.A. 1973. Deformation Processing. *Metall Trans A*, 4: 2679-2699.
- Bauer, T.W., Schils, J., 1999. The pathology of total joint arthroplasty. I. Mechanisms of implant fixation. *Skeletal Radiol*, 28: 483-489.
- Bijursten, L.M. 1991. The bone-implant interface in osseointegration, International workshop on osseointegration in skeletal reconstruction and joint replacement. (Goteborg, Sweden: The Institute for Applied Biotechnology), 25-31.
- Califano, S. 2012. *Pathways to modern chemical physics*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Cantore, E. 1969. *Atomic Order: An Introduction to the Philosophy of Microphysics*, MIT Press.
- Caruso, R.A., Schattka, J.H., Greiner, A. 2001. Titanium dioxide tubes from sol –gel coating of electrospun polymer fibers. *Adv Mater*, 13:1577-1579.
- Capek, D., Gigandet, M.-P., Masmoudi, M., Wery, M., Banakh, O. 2008. Long-time anodisation of titanium in sulphuric acid. *Surf Coat Tech*, 202:1379–1384.
- Case, C.P., Langkamer, VG., James, C., Palmer, M.R., Kemp, A.J., Heap, P.F., Solomon, L. 1994. Widespread dissemination of metal debris from implants. *J Bone Joint Surg*, 76-B: 701-712.
- Champoux, J.J., Drew, W.L., Neidhardt, F.C., Plorde, J.J. 2004. *Sherris Medical Microbiology An Introduction to Infectious Diseases*, Ryan K.J., Ray, C.G., (eds): McGraw-Hill, New York: 261-265.
- Chang, B.Y., Huang, N.M., An'amt, M.N., Marlinda, A.R., Norazriena, Y., Muhamad, M.R., Harrison, I., Lim, H.N., Chia, C.H. 2012. Facile hydrothermal preparation of titanium dioxide decorated reduced graphene oxide nanocomposite. *Int J Nanomedicine* 7:3379-3387.

- Chiesa, R., Sandrini, E., Santin, M., Rondelli, G., Cigada, A. 2003. Osteointegration of titanium and its alloys by anodic spark deposition and other electrochemical techniques: A review. *J App Biomater Biom*, 1: 91-107.
- Choi, J., Wehrspohn R.B., Lee, J., Gosele, U. 2004. Anodization of nanoimprinted titanium: a comparison with formation of porous alumina. *Electrochim Acta*, 49:2645–2652.
- Cristofolini, L., Affatato, S., Erani, P., Leardini, W., Tigani, D., Viceconti, M. 2008. Long-term implant–bone fixation of the femoral component in total knee replacement. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers. Part H, Journal of Engineering in Medicine*, 222: 319-331.
- Daniels, F., Alberty, R.A. 1966. *Physical Chemistry*, John Wiley & Sons.
- Darken, L.S., Gurry, R.W. 1953. *Physical Chemistry of Metals*, McGraw Hill.
- Gueneau De Mussy, J.-P. 2002. Production and study of a Ti/ TiO₂ /nobel metal anode, Université Libre de Bruxelles, Malzeme Bilimi ve Elektrokimya Bölümü, Doktora Tezi.
- Del Curto, B., Brunella, M.F., Giordano, C., Pedferri, M.P., Valtulina, V., Visai, L., Cigada, A. 2005. Decreased bacterial adhesion to surface-treated titanium. *Int J Artif Organs*, 28(7):718-730.
- Diebold, U. 2003. The surface science of titanium dioxide. *Surf Sci Rep*, 48: 53-229.
- Duering, T.W., Williams, J.C. 1983. Overview: Microstructure and Properties of beta Titanium Alloys", in *Proc. of "Beta Titanium Alloys in the 80's"*, Ed by R.R. Boyer, H.W. Rosenberg, The Metallurgical Society of AIME, 19-67.
- Elliott, R.P. 1965. *Constitution of Binary Alloys, First Supplement*, McGraw Hill.
- Ercan, B., Taylor, E., Alpaslan, E., Webster, T.J. 2011a. Diameter of titanium nanotubes influences anti-bacterial efficacy. *Nanotechnology*, 22, 295102.
- Ercan, B., Kummer, K.M., Tarquinio, K.M., Webster, T.J. 2011b. Decreased *Staphylococcus aureus* biofilm growth on anodized nanotubular titanium and the effect of electrical stimulation. *Acta Biomater*, 7:3003–3010.
- Fadl-allah, S.A., Mohsen, Q. 2010. Characterization of native and anodic oxide films formed on commercial pure titanium using electrochemical properties and morphology techniques. *Appl Surf Sci*, 256: 5849-5855.
- Fehring, T.K., Odum S., Griffin W.L., Mason J.B., Nabaud M., 2001. Early failures in total knee arthroplasty. *Clin Orthop Relat R*, 392: 315-318.
- Friedel, J. 1964. *Dislocations*, Pergamon Press.
- Fu, C., Liang, H., Yu, M., Liu, J., Li, S. 2015. Effect of tartaric acid concentration on the anodic behaviour of titanium alloy. *Int J Electrochem Sci*, 10: 4241 – 4251.
- Geetha, M., Singh, A.K., Asokamani, R., Gogia, A.K., 2009. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review. *Prog Mater Sci*, 54(3): 397-425.
- Goosey, R.E. 1970. Heat Treatment of Titanium Alloys, in *Heat Treatment of Engineering Components*, ISI Publication, 124: 75-82.

- Gristina, A.G. 1987. Biomaterial-centered infection: microbial adhesion versus tissue integration. *Science*, 237: 1588-1595.
- Habazaki, H., Uozumi, M., Konno, H., Shimizu, K., Skeldon, P., Thompson, G.E. 2003. Crystallization of anodic titania on titanium and its alloys. *Corros Sci*, 45:2063-2073.
- Hanawa, T. 2004. Metal ion release from metal implants. *Mat Sci Eng C*, 24: 745-752.
- Hansen, M. 1958. Constitution of binary alloys. McGraw-Hill Book Company, Inc: New York, Toronto, London, 1069.
- Hench, L.L. 2013. An Introduction to Bioceramics. Hench, LL. (ed): Imperial College Press: London.
- Hsu, L.C., Fang, J., Borca-Tasciuc, D.A., Worobo, R.W., Moraru, C.I. 2013. Effect of micro and nanoscale topography on the adhesion of bacterial cells to solid surfaces. *Appl Environ Microbiol*, 79(8): 2703-2712.
- Hu, M.Z., Lai, P., Bhujyan, Me., Tsouris, C., Gu, B., Paranthaman, M.E., Gabitto, J., Harrison, L. 2009. Synthesis and characterization of anodized titanium-oxide nanotube arrays. *J Mater Sci*, 44: 2820–2827.
- Hukkanen, M., Corbett, S.A., Batten, J., Kottinen, Y.T., Mccarthy, I.D., Maclouf, J., Santavirta, S., Hughes, S.P., Polak, J.M. 1997. Aseptic loosening of total hip replacement. Macrophage expression of inducible nitric oxide synthase and cyclo-oxygenase-2, together with peroxynitrite formation, as a possible mechanism for early prosthesis failure. *J Bone Joint Surg*, 79: 467-474.
- Hume-Rothery, W., Raynor, G.V. 1956. The Structure of Metals and Alloys, The Institute of Metals.
- Jochen, W. 2003. Titanium dioxide. Hannover: Vincent Network, 11-40.
- Jacobs, J.J., Shanbhag, A., Glant, T.T., Black, J., Galante, J.O. 1994. Wear debris in total joint replacements. *J Am Acad Orthop Surg*, 2: 212-220.
- Kasemo, B., Lausmaa, J. 1985. Aspects of surface physics on titanium implants. *Swed Dent J Suppl*, 28:19-36.
- Katsikogianni, M., Missirlis, Y.F. 2004. Concise review of mechanisms of bacterial adhesion to biomaterials and of techniques used in estimating bacteria- material interactions, *Eur Cell Mater*, 8:37-57.
- Kehl, G.L., 1949. The Principles of Metallographic Laboratory Practice, McGraw-Hill.
- Kılınç, N., Şennik, E., Işık, M., Ahsen, A.Ş., Öztürk, O., Öztürk, Z.Z. 2014. Fabrication and gas sensing properties of C-doped and un-doped TiO₂ nanotubes. *Ceram Int*, 40:109-115.
- Kim, W.-R., Park, H., Choi, W.-Y. 2014. TiO₂ micro-flowers composed of nanotubes and their application to dye-sensitized solar cells. *Nanoscale Res Lett*, 9:93.
- Kittel, C. 1967. Introduction to Solid State Physics, John Wiley&Sons.

- Kocks, U.F., Argon, A.S., Ashby, M.F. 1975. *Thermodynamics and Kinetics of Slip* Oxford, Pergoman Press.
- Kummer, K.M., Taylor, E.N., Durmas, N.G., Tarquinio, K.K., Ercan, B., Webster, T.J. 2013. Effects of different sterilization techniques and varying anodized TiO₂ nanotube dimensions on bacteria growth. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 101B:677–688.
- Kuromoto, N.K., Simao, R.A, Soares, G.A. 2007. Titanium oxide films produced on commercially pure titanium by anodic oxidation with different voltages. *Mater Charact* 58:114–121.
- Larsson, J., Persson, C., Tengvall, P., Lundqvist-Gustafsson, H. 2004. Anti-inflammatory effects of a titanium-peroxy gel: role of oxygen metabolites and apoptosis. *J Biomed Mater Res A*, 68: 448-457.
- Li, S., Zhang, G., Guo, D., Yu, L., Zhang, W. 2009. Anodization fabrication of highly ordered TiO₂ nanotubes. *J Phys Chem C*, 113: 12759–12765.
- Liu, X., Chu, P.K., Ding C. 2004. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Mat Sci Eng R*, 47: 49–121.
- Liu, Z., Liu, X., Donatus, U., Thompson, G.E., Skeldon, P. 2014. Corrosion behaviour of the anodic oxide film on commercially pure titanium in NaCl environment. *Int J Electrochem Sci*, 9:3558-3573.
- Long, PH. 2008. Medical devices in orthopedic applications. *Toxicol Pathol.*, 36:85-91.
- Lorenzetti, M., Dogsa, I., Stosicki, T., Stopar, D., Klin, M., Kobe, S., Novak, S. 2015. The influence of surface modification on bacterial adhesion to titanium-based substrates. *Appl. Mater. Interfaces*, 7 (3): 1644–1651.
- Macak, J.M., Tsuchiya, H., Ghicov, A., Yasuda, K., Hahn, R., Bauer, S., Schmuki, P. 2007. TiO₂ nanotubes: Self-organized electrochemical formation, properties and applications. *Curr Opin in Solid St M*, 11: 3–18.
- McClintock, F.A., Argon, A.S. 1966. *Mechanical Behavior of Materials*, Addison Wesley, 1966.
- McMahon, C.J. 2004. *Structural Materials*, Merion Books.
- Mazzarolo, A., Curioni, M., Vincenzo, A., Sheldon, P., Thompson, G.E. 2012. Anodic growth of titanium oxide: Electrochemical behaviour and morphological evolution. *Electrochim Acta*, 75: 288-295.
- Murray, J.L., Wriedt, HA. 1987. The o-ti (oxygen-titanium) system. *Bull Alloy Phase Diagr*, 8: 148-165.
- Okamoto, H. 2011. O-ti (oxygen-titanium). 2011. *J Phase Equib Diff*, 32: 473-474.
- Orowan, E. 1954. 'Dislocations in Metals,' edited by M. Cohen, New York, AIME-Institute of Metals.

- Paulose, M., Shankar, K., Yoriya, S., Prakasam, H.E., Varghese, O.K., Mor, G.K., Latempa, T.A., Fitzgerald, A., Grimes, C.A. 2006. Anodic Growth of Highly Ordered TiO₂ Nanotube Arrays to 134 µm in Length. *J Phys Chem Lett B*, 110: 16179-16184.
- Pavithra, D., Doble, M. 2008. Biofilm formation, bacterial adhesion and host response on polymeric implants—issues and prevention. *Biomed Mater*, 3 :1-13.
- Piveteau, L.D., Girona, M.I., Schlapbach, L., Barboux, P., Boilot, J.P., Gasser, B. 1999. Thin films of calcium phosphate and titanium dioxide by a sol-gel route: a new method for coating medical implants. *J Mater Sci Mater Med* 10 :161-167.
- Puckett, S.D., Taylor, E., Raimondo, T., Webster, T.J. 2010. The relationship between the nanostructure of titanium surfaces and bacterial attachment. *Biomaterials*, 31: 706-713.
- Sawase, T., Wennerberg, A., Baba, K., Tsuboi, Y., Sennerby, L., Johansson, C.B., Albrektsson, T. 2001. Application of oxygen ion implantation to titanium. *Clin Implant Dent Relat Res*, 3: 221-229.
- Schmid, E., 1924. Yield point of crystals. Critical shear stress law. In *Proceedings of the first International Congress on applied Mechanics*, Delft, 342.
- Schmid, E., Boas, W. 1935. *Kristallplastizität*, Berlin, Springer.
- Shabani, M., Zamiri, R. 2014. Effect of applied voltage and substrate preparation on surface modification of anodically oxidized titanium. *J Ovonic Res*, 10:43-53.
- Shunk, F.A., 1969. *Constitution of Binary Alloys, Second Supplement*, McGraw-Hill Book Company.
- Si, H.-Y., Sun, Z.-H., Kang, X., Zi, W.-W., Zhang, H.-L. 2009. Voltage-dependent morphology, wettability and photocurrent response of anodic porous titanium dioxide films. *Microporous Mesoporous Mater*, 119: 75-81.
- Souza, M.E.P., Ballester, M., Freire, C.M.A. (2007). EIS characterisation of Ti anodic oxide porous films formed using modulated potential. *Surf Coat Tech*, 201: 7775-7780.
- Sul, Y.-T., Johansson, C.B., Jeong, Y., Albrektsson, T. 2001. The electrochemical oxide growth behaviour on titanium in acid and alkaline electrolytes. *Med Eng & Phys*, 23:329–346.
- Tang, H., Prasad, R., Sanjines, R., Schmid, P.E., Levy, F. 1994. Electrical and optical properties of TiO₂ anatase thin films. *J Appl Phys*, 75: 2042-2047.
- Tetelman, A.S., McEvily, A.J. 1967. *Fracture of Structural Materials*, John Wiley & Sons.
- Truong, V.K., Rundell, S., Lapovok, R., Estrin, Y., Wang, J.Y., Berndt, C.C., Barnes, D.G., Fluke, C.J., Crawford, R.J. 2009. Effect of ultrafine-grained titanium surfaces on adhesion of bacteria. *Appl Microbiol Biotechnol*, 83: 925-937.

- Truong, V.K., Lapovok, R., Estrin, Y.S., Rundell, S., Wang, J.Y., Fluke, C.J., Crawford, R.J., Ivanova, E.P. 2010. The influence of nano-scale surface roughness on bacterial adhesion to ultrafine-grained titanium. *Biomaterials*, 31: 3674-3683.
- Urban, R.M., Jacobs, J.J., Tomlinson, M.J., Gavrilovic, J., Black, J., Peoc'h, M. 2000. Dissemination of wear particles to the liver, spleen, and abdominal lymph nodes of patients with hip or knee replacement. *J Bone Joint Surg*, 82: 457-476.
- Üçışık, A.H., McMahon, C.J., Feng, H.C. 1978. The influence of intercritical heat treatment on the temper embrittlement susceptibility of aP-Doped Ni-Cr steel. *Metall Trans A*, 9(3): 321-329.
- Vanhumbecq, J.-F., Tian, H., Schryvers, D., Proost, J. 2011. Stress-assisted crystallisation in anodic titania. *Corros Sci* 53: 1269–1277.
- Virtanen, S., Milosev, I., Gomez-Barrena, E., Trebse, R., Salo, J., Kottinen, Y.T. 2008. Special modes of corrosion under physiological and simulated physiological conditions. *Acta Biomater*, 3: 468-476.
- Walsh, F.C., Wills, R.G.A. 2010. The continuing development of Magnéli phase titanium sub-oxides and Ebonex® electrodes. *Electrochim Acta*, 55: 6342-6351.
- Wang, Y., Yu, D.-L., Chong, B., Li, D.-D., Song, Y., Zhang, S.-Y., Ma, W.-H., Zhu, X.-F. 2014. Simulation and separation of anodizing current-time curves, morphology evolution of TiO₂ nanotubes anodized at various temperatures. *J Electrochem Soc*, 161 (14): H891-H895.
- Williams, D.F., Black, J., Doherty, P.J., 1992. Second consensus conference on definitions in biomaterials, Chester England. In: Doherty PJ, Williams RF, Williams DF, Lee AJC, (eds): Elsevier: Amsterdam, Vol.10.
- Williams, R.S., Homerberg, V.O. 1948. *Principles of Metallography*, McGraw-Hill.
- Wiskott, H.W., Belser, U.C. 1999. Lack of integration of smooth titanium surfaces: a working hypothesis based on strains generated in the surrounding bone. *Clin Oral Implant Res*, 10: 429-444.
- Whitehead, K.A., Colligen, J., Verran, J. 2005. Retention of microbial cells in substratum surface features of micrometer and sub-micrometer dimensions. *Colloids Surf B Biointerfaces*, 41: 129-138.
- Wu, L., Liu, J., Yu, M., Li, S., Liang, H., Zhu, M. 2014. Effect of anodization time on morphology and electrochemical impedance of anodic oxide films on titanium alloy in tartrate solution. *Int J Electrochem Sci*, 9:5012 – 5024.
- Xing, J., Xia, Z., Hu, J., Zhang, Y., Zhong, L. 2013. Time dependence of growth and crystallization of anodic titanium oxide films in potentiostatic mode. *Corros Sci*, 75:212-219.
- Xing, J.-H., Xia, Z.-B., Li, H., Wang, Y.-Y., Zhong, L. 2013a. Growth and crystallization behaviors of anodic oxide films on sputter-deposited titanium at very low potentials. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 23:3286-3292.

- Xing, J.-H., Li, H., Xia, Z.-B., Hu, J.-F., Zhang, Y.-H., Zhong, L. 2013b. Formation and crystallization of anodic oxide films on sputter-deposited titanium in potentiostatic^[17] and potential-sweep modes. *J Electrochem Soc*, 160 (10): C503-C510.
- Xu, Z., Lai, Y., Wu, D., Huang, W., Huang, S., Zhou, L., Chen, J. 2015. Increased mesenchymal stem cell response and decreased staphylococcus aureus adhesion on titania nanotubes without pharmaceuticals. *Biomed Res Int*, <http://dx.doi.org/10.1155/2015/172898>.
- Yao, C., Webster, T.J. 2007. Anodization: A promising nano-modification technique for titanium for orthopedic applications. In: Webster TJ, editor. *Nanotechnology for the regeneration of hard and soft tissues*. New Jersey: World Scientific, 79-110.
- Yoriya, S., Paulose, M., Varghese, O.K., Mor, G.K., Grimes, C.A. 2007. Fabrication of vertically oriented TiO₂ nanotube arrays using dimethyl sulfoxide electrolytes. *The Journal of Physical Chemistry C*, 111:13770-13776.
- Yu, M., Liang, H., Liu, J., Wu, L., Li, X., Zhu, M. 2014. Effect of tartaric acid on anodic behaviour of titanium alloy. *Surf Eng*, DOI 10.1179/1743294414Y.0000000402.
- Yu, Y.-S., Xie, L.-S., Chen, M.-H., Wang, N., Wang, H. 2015. Surface characteristics and adhesive strength to epoxy of three different types of titanium alloys anodized in NaTESi electrolyte, 280: 122-128.
- Zhang, Y., Yu, D., Gao, M., Li, D., Song, Y., Jin, R., Ma, W., Zhu, X. 2015. Growth of anodic TiO₂ nanotubes in mixed electrolytes and novel method to extend nanotube diameter. *Electrochim Acta*, 160:33-42.

ÖZGEÇMİŞ

Neslihan Sarıca, 10.06.1981 tarihinde Konya Ereğli’de doğdu. 1999 yılında Ereğli Atatürk Lisesi’ni birincilikle bitirdi. 2006 yılında Boğaziçi Üniversitesi Fizik bölümünden mezun oldu. 2008 yılında ise Boğaziçi Üniversitesi Biyomedikal Mühendisliği’nde yüksek lisansını tamamladı. Doktora programına Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliğinde devam etti. 2009-2016 yılları arasında ise Boğaziçi Üniversitesi Biyomedikal Mühendisliği Enstitüsü’nde Araştırma Görevlisi olarak çalıştı.