



Araştırma Makalesi / Research Article

Dental implantlar için farklı yüzey modifikasyon tekniklerinin titanyumun yüzey özelliklerine etkilerinin karşılaştırılması

*Comparison of the effects of different surface modification techniques on the surface properties of titanium for dental implants*Mustafa Kırmızı^{1*}, Tuncay Dikici², Halit Doğan³¹ Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Manisa Teknik Bilimler MYO, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, mustafa.kirman@cbu.edu.tr
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0138-5606>² Dokuz Eylül Üniversitesi, Torbalı MYO, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, tuncay.dikici@deu.edu.tr
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7004-9788>³ Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, halit.dogan@cbu.edu.tr
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9263-8068>

MAKALE BİLGİLERİ

ÖZ

Makale Geçmişi:

Geliş 4 Mayıs 2023
Revizyon 25 Ağustos 2023
Kabul 1 Eylül 2023
Online 30 Eylül 2023

Anahtar Kelimeler:

Dental implant, titanyum, yüzey özellikleri, osseointegrasyon

Dental implantlarda en fazla kullanılan malzeme olan titanyumun yüzey morfolojisinin geliştirilmesi konusu birçok araştırmacının ve üretici firmaların üzerinde çalıştığı önemli konulardan biridir. Titanyumun biyouyumluluğu, üstün mekanik özellikleri, korozyon direnci ve osseointegrasyondaki başarısı biyomedikal uygulamalarda yoğun olarak kullanılmasının sebeplerindedir. Bu konuda yürütülen çalışmalar, implantın kemik ile olan etkileşiminde yüzey morfolojisinin doğrudan etkili olduğunu göstermiştir. Aynı zamanda implant malzemenin yüzey pürüzlülüğü, kimyasal bileşimi ve ıslanabilirliği de iyileşme aşamasında önemli rol oynar. Bu çalışma kapsamında saf titanyuma; kumlama, dağlama ve iki farklı çözelti ve voltajda anotlama olmak üzere toplamda dört farklı yüzey modifikasyon işlemi uygulanmıştır. Yüzeysel işleme tabi tutulan titanyum numunelerin, osseointegrasyonda önemli rol oynayan özelliklerden olan yüzey morfolojisi, faz yapısı ve yüzey pürüzlülük değerleri incelenmiştir. Dört farklı yüzey uygulamasının sonucunda yüzey morfolojileri başta olmak üzere farklı yüzey pürüzlülük sonuçları ve faz yapıları gözlemlenmiştir.

ARTICLE INFO

ABSTRACT

Article history:

Received May 4 2023
Received in revised form 25 August 2023
Accepted September 1 2023
Available online September 30 2023

Keywords:

Dental implant, titanium, surface properties, osseointegration

Improving the surface morphology of titanium, the most widely used material in dental implants, is one of the most important issues that many researchers and manufacturers are working on. Titanium's biocompatibility, superior mechanical properties, corrosion resistance and success in osseointegration are the reasons why it is used extensively in biomedical applications. Studies on this subject have shown that surface morphology is directly effective in the interaction of the implant with bone. At the same time, the surface roughness, chemical composition and wettability of the implant material also play an important role in the healing phase. In this study, four different surface modification processes were applied to pure titanium: sandblasting, etching and anodizing in two different solutions and voltages. The surface morphology, phase structure and surface roughness values of the surface treated titanium samples, which play an important role in osseointegration, were examined. As a result of four different surface treatments, different surface roughness results and phase structures, especially surface morphologies, were observed.

Doi: 10.24012/dumf.1284880

* Sorumlu Yazar

1. Giriş

Titanyum ve titanyum alaşımları sahip oldukları fiziksel, mekanik, korozif ve biyouyumluluk özelliklerinden dolayı dental ve ortopedik uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Titanyum yüzeyinin morfolojik ve kimyasal modifikasyonu osseointegrasyon sürecini hızlandıran etmenlerdendir [1]. Kemik ile implant yüzeyi arasında yapısal ve fonksiyonel bağlantıyı ifade eden osseointegrasyon, iyileşme süreci için oldukça kritik bir öneme sahiptir [2]. Bu süreçte proteinler, kalsiyum fosfat kristalleri gibi kemik bileşenlerinin hiçbir katkı maddesi kullanmadan oksitle etkileşimi, kemikle implant arasında kalıcı bir bağlanma sağlar [3].

Titanyum implantlar tasarlanan boyuta getirildikten sonra, yüzey pürüzlülüğünü arttırmak için alüminyum oksit (Al_2O_3), silisyum oksit (SiO_2) ve titanyum oksit (TiO_2) gibi aşındırıcı parçacıklarla kumlama tabi tutulurlar [4]. İmplantın yüzey pürüzlülüğü, ıslanabilirliği ve kimyasal bileşimi, iyileşme sürecini etkileyen faktörlerdendir [5]. Ayrıca implant üreticileri yüzey pürüzlülüğünü arttırmak, osseointegrasyon sürecini hızlandırmak ve yüzey alanını arttırabilmek için nitrik asit (HNO_3), hidrojen florür (HF), hidroklorik asit (HCl), sülfürik asit (H_2SO_4) gibi aşındırıcı asidik çözeltiler ve bunların kombinasyonlarını kullanmaktadırlar [6], [7]. Bu işlemlerden sonra yüzeyde mikro porlar oluşmakta ve yüzeyin ortalama yüzey pürüzlülük (Ra) değeri 1-2,7 μm aralığında değişiklik göstermektedir [8]. Kum püskürtme ve asidik dağlama işlemleri ile yüzey modifikasyonuna tabi tutulan titanyum yüzeyi, kan trombositlerinin aktivasyonu ve kemik-implant arayüzüne osteojenik hücre göçü için elverişli bir duruma gelmektedir [9], [10].

Titanyum yüzeyinde mikro ölçekte yapıların oluşturulduğu yöntemleri nano ölçekli yapıların elde edildiği yeni teknikler takip etmiştir. Anotlama tekniği titanyum yüzeyinde nano yapıların oluşturulmasında hızlı kolay ve tekrarlanabilir yöntemlerden biridir. Bu yöntemle titanyum yüzeyinde nano ölçekte TiO_2 yapılar (nanotüp, nanopor vb.) oluşturulabilmektedir. Titanyum nanotüplerin boyutları uygulanan elektrokimyasal yöntemin parametreleri değiştirilerek kontrol edilebilmektedir. Bu yöntemde anotlama süresi, akım miktarı, elektrolit sıcaklığı, uygulanan voltaj ve elektrolitin kimyasal bileşimi, TiO_2 nanotüplerinin çapını ve uzunluğunu etkilemektedir. Bu işlemlerden sonra yüzeyde mikroporlar oluşmakta ve bu porların iç çapı 20-100nm arasında değişmektedir [1], [11], [12]. Dental implant yüzeyinde TiO_2 nanotüplerin oluşumu kemik ile temas yüzey alanını arttırmaktadır ve osseointegrasyon sürecini hızlandırmaktadır [13], [14]. Buna bağlı olarak proteinlerin ve iyonların adsorpsiyonunda artış meydana gelmektedir [15]-[17].

İmplantların yüzeyinde oluşan nanotüplerin içerisine antimikrobiyal maddelerin tatbik edilmesi sayesinde, implantı çevreleyen bakteri içeriğinde azalmalar gözlenmiş ve buna bağlı olarak da implantın erken kayıp riskleri azaltılmıştır [18], [19].

Anotlanmış titanyum örnekler ısı işlem uygulandığında 450 °C'de anataz 550-600°C civarında ise rutil faz gözlemlenir [20]. Anotlama işleminde, anataz fazın yüksek voltajlarda düşük voltaja göre yüzeyde oluşması daha yüksektir. Lokal spark oluşumundan kaynaklı meydana gelen ısı artışı bu

oluşumun sebebidir. Bu durum, protein adsorpsiyonunda ve yüzeyin ıslanabilirliğinde artışa neden olmaktadır [21]. Ayrıca anataz fazın biyouyumluluğu rutil fazından daha iyi olduğu çalışmalarla ortaya koyulmuştur [3], [22]. Anotlama işlemi titanyum yüzeyindeki temas açısını $3.25 \pm 1^\circ$ 'ye kadar süper hidrofilik değere düşürebilir [12]. Bu çalışmada mekanik, kimyasal ve elektrokimyasal gibi farklı yüzey modifikasyon teknikleri kullanılarak titanyum yüzeyinin modifiye edilmesi ve bu yüzeylerin birbiri ile karşılaştırılması çalışmanın özgün tarafı olarak açıklanabilir.

Bu çalışmada implant malzemesi olarak yoğun bir şekilde kullanılan titanyumun, implantasyon sonrası biyouyumluluğunu arttırmak ve biyolojik etkileşimini hızlandırmak için farklı yüzey modifikasyon teknikleri ile yüzeyde mikro ve nano yapıların oluşturulması hedeflenmiştir. Elde edilen yüzeylerin SEM görüntüleri incelenmiş, XRD grafiklerinde oluşan faz yapıları rapor edilmiş ve yüzey pürüzlülüğü ölçülmüştür.

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada 25mm çapında, 5mm et kalınlığında saf ticari titanyum kullanılmıştır. Numuneler SiC ile #250-1200 kum aralığındaki zımpara kağıtları ile zımparalanmıştır. Zımparalanan numuneler etanol, aseton, saf su karışımında ultrasonik banyoda 10 dakika boyunca temizlenmiştir.

2.1. Kumlama

Temizlenen örnekler kumlama cihazında 3,2 bar basınç altında, 100 μm boyutunda Al_2O_3 ile kumlanmıştır (Reitel marka Sanduret 2K (Şekil 1.)). Kumun türü, boyutu, şekli, yoğunluğu ve kum püskürtme hızı yüzey pürüzlülüğünü etkilemektedir. Yüzey pürüzlülüğü osseointegrasyon sürecinin başarısını etkileyen önemli faktörlerden biridir [6].



Şekil 1. Reitel marka Sanduret 2K kumlama cihazı

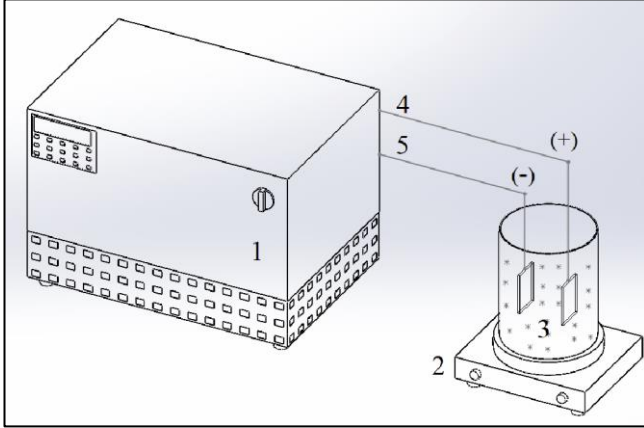
2.2. Asidik Dağlama

Dağlama işlemi için HCl ve H_2SO_4 asitlerinden oluşan bir çözelti (1:1 oranında) kullanılmıştır. Titanyum örnekler hazırlanan bu çözelti içerisinde 15 dk boyunca bekletilmiş ve işlem bittikten sonra saf suyla yıkanmıştır.

2.3. Anotlama

Anotlama ile metal yüzeyinde farklı formlarda daha kalın oksit tabakası oluşturulabilmektedir. Bu oksit yapının özellikleri; voltaj değeri, anotlama süresi, elektrot tipi ve

sıcaklığı gibi parametrelere bağlıdır. Bu çalışmada saf ticari titanyum (Cp-Gr2) kullanılmıştır. Literatür taraması sonucu başarılı sonuçlar elde edilen 20V-30V [23], [24] değerlerinin rapor edildiği görülmüştür. Bu aralıktan başarılı sonuçlar elde edilen 20V değeri farklı derişimde bir çözelti kullanılarak ve uygulama süresi daha kısa tutularak oluşacak nano yapılar üzerine etkisi incelenmiştir. Nano yapılı TiO₂ filminin anotlama işlemi; ağırlıkça % 0.5 HF çözeltisi içinde, 20 V gerilimde 30dk süresince oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2. Anotlama işlemi deney düzeneği (1) güç kaynağı (2) manyetik karıştırıcı (3) elektrolit (4) anot (5) katot

2.4. Spark Anotlama

Anodik oksidasyon işleminde voltaj dielektrik kırılma (dielectric breakdown) limitini geçerse spark (kıvılcım) miktarında artış olur. Kullanılan çözeltiye göre değişmekle birlikte bu değerler titanyum ve alaşımlarında, 150-200V ve üstündeki gerilim değerleridir. Oksit film kalınlığı bu

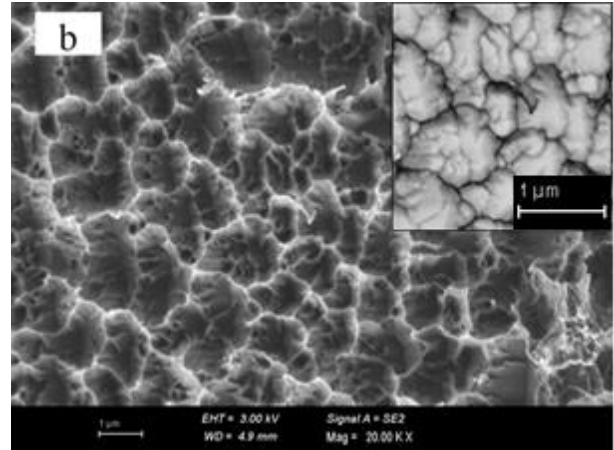
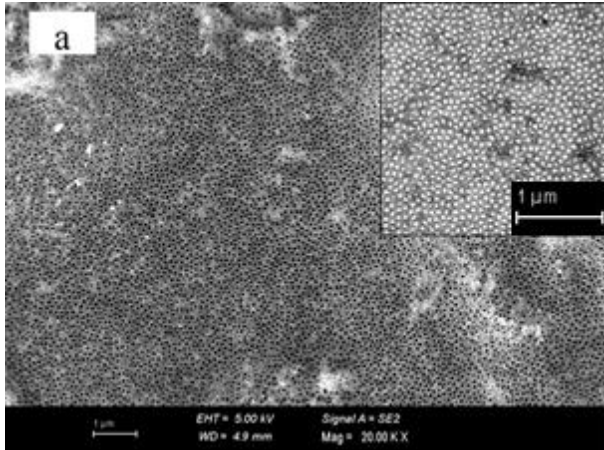
yöntemle 20 µm değere kadar ulaşabilmektedir [25]. Spark anotlama işlemi, H₂SO₄ ile hazırlanan çözelti içinde 250-300 V gerilim altında 5 dk sürede gerçekleştirilmiştir. Buradaki amaç sürenin ve uygulanan yüksek voltajın por çapına etkisinin incelenmesidir.

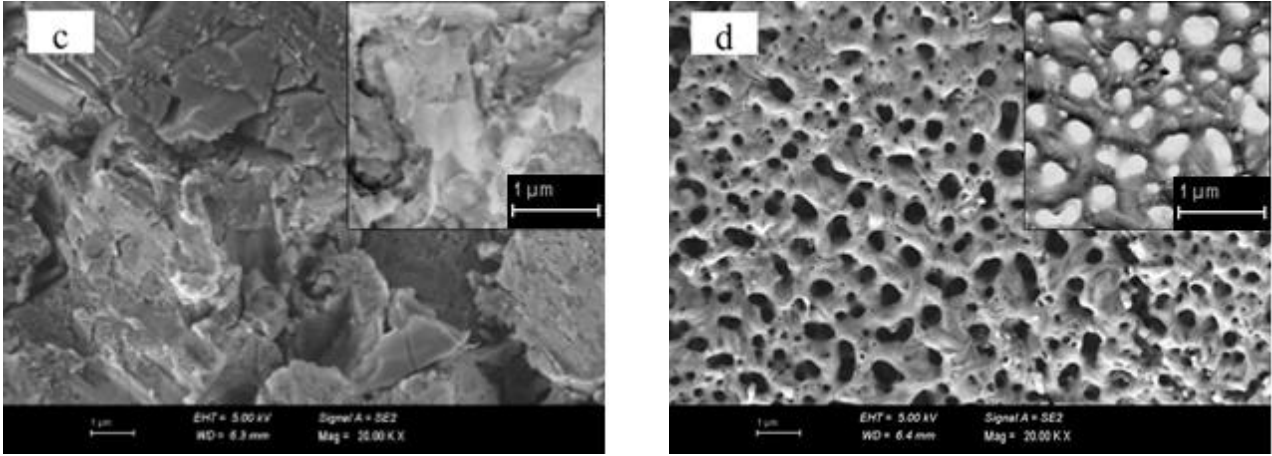
3. Karakterizasyon çalışmaları

Yüzey pürüzlülüğü ölçümleri SurfTest SJ-301 marka cihazda 3'er ölçüm alınarak gerçekleştirilmiştir. Numunelerin yüzey morfolojisi Araştırma Laboratuvarında bulunan Carl Zeiss 300VP SEM cihazıyla yüksek vakum koşulları altında analiz edilmiştir. Numunelerin XRD analizi Elektronik Malzemeler Üretim ve Uygulama Merkezi'nde Thermo Scientific ARL X'TRA marka cihazla gerçekleştirilmiştir.

3.1. Yüzey Morfolojisi

Şekil 3'de kumlama, asidik dağlama ve anotlama yapılmış numunelere ait yüzey morfolojileri gösterilmiştir. HF çözeltisi içinde düşük voltajda gerçekleştirilen anotlama sonucu titanyum yüzeyinde nanotüp yapılarının oluştuğu tespit edilmiştir (Şekil 3a). Titanyumun yüzeyinde uniform bir dağılım gösteren nanoporların çapları ~60 nm'dir. Asidik çözelti içinde dağlamaya tabi tutulan yüzeyde ise (Şekil 3b), mikro ölçekte gözenekler (micropits) oluşmuştur. Bu yapı kemiğin süngerimsi morfolojisi ile de adeta bir benzerlik sergilemektedir. Kumlama yapılan yüzeyde pürüzlü bir yapının hakim olduğu ve girinti-çıkıntılardan oluşan rastgele bir yüzey formunun oluştuğu gözlemlenmektedir (Şekil 3c). H₂SO₄ çözeltisi içinde anotlanan titanyum yüzeyinde mikro ölçekli porların varlığı söz konudur (Şekil 3d). Bu porlar, anotlama esnasında yüksek voltajın oksitte dielektrik kırılımı sonucu meydana gelmektedir. Yüzeyde oluşan mikro ölçekteki porların ortalama çapı ~500 nm olup, genel anlamda homojen bir dağılım göstermektedir.





Şekil 3. (a) Anotlama (b) dağlama (c) kumlama ve (d) spark anotlama

3.2. YüzeY Pürüzlülüğü

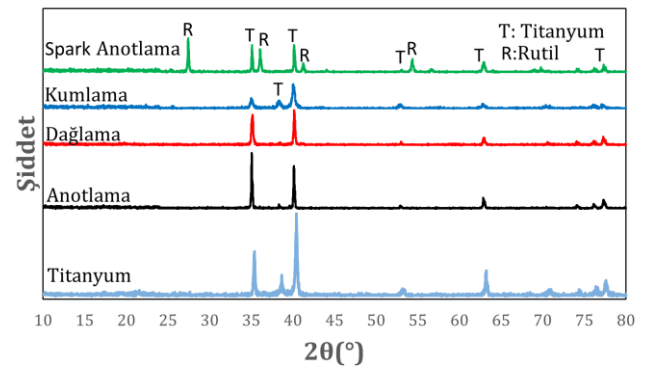
Dental implantlarda ideal yüzeY pürüzlülük deęerleri $Ra=0,5-2 \mu m$ olarak kabul edilmektedir [26]. Deneysel alıřmada farklı yüzeY modifikasyonları ile elde edilen yüzeYlerin pürüzlülük deęerlerine bakıldıęında (Tablo 1.) genel olarak tüm yüzeYlerin bu aralıktta olduęunu belirtebiliriz. En yüksek pürüzlülük deęeri kumlama yapılan yüzeYde tespit edilirken, en düşük pürüzlülük deęeri nano yapılı TiO_2 filmine aittir.

Tablo 1. YüzeY modifikasyon işlemleri sonrası yüzeY pürüzlülük deęerlerindeki deęişim.

Uygulanan yüzeY modifikasyon işlemleri	Ortalama yüzeY pürüzlülük deęeri ($Ra \mu m$)
Anotlama	0.43 ± 0.01
Spark-anotlama	0.58 ± 0.03
Dağlama	0.68 ± 0.02
Kumlama	0.90 ± 0.03

3.3. XRD analizi

Saf titanyum oda sıcaklıęında hekzagonal sıkı paket (HSP) yapıda ve α (alpha) fazındadır [27]. TiO_2 ; rutil, anataz ve brokit olmak üzere üç farklı kristal faza sahiptir. En çok görülen fazlar anataz ve rutildir [28]. Farklı yüzeY işlem modifikasyonlarının uygulandıęı numunelere ait XRD sonuçları Şekil 4.'de verilmiştir. Genel olarak tüm örneklerde Ti fazı bulunmaktadır ve bu faz titanyum altlıktan kaynaklanmaktadır. Anotlanan ve nano ölçekli TiO_2 yapının oluşturulduęu tabakada anataz ve rutil fazının gözlemlenmemesinin nedeni amorf yapıda olmasındandır [29]. En belirgin fark H_2SO_4 içinde anotlanarak mikroporoz yapının oluşturulduęu örnekte rutil fazına ait piklerin varlıęıdır. Rutil fazının oluşumu, yüksek voltajda oluşan kıvılcımın (spark) neden olduęu yüksek sıcaklık nedeniyle faz dönüşümüne sebep olması olarak açıklanabilir.



Şekil 4. XRD analiz sonucu

4. Tartışma ve Sonuç

Bu alıřmada; biyomedikal uygulamalarda yaygın olarak kullanılan saf titanyum yüzeYine kumlama, asidik daęlama ve farklı çözeltilerde iki farklı anotlama işlemi olmak üzere toplamda 4 farklı modifikasyon uygulanmıştır. XRD analiz sonucunda genel olarak elde edilen pikler metalik Ti fazıdır ve sadece yüksek voltajda anotlanan örnekte rutil fazı gözlemlenmiştir. YüzeY morfolojileri farklı modifikasyon işlemlerine baęlı olarak birbirinden ayrı morfolojilere sahiptir. Kumlanan titanyumun yüzeYi en yüksek pürüzlülük deęerine sahip iken en düşük pürüzlülük deęeri nanoporların bulunduęu titanyum yüzeYinde ölçülmüştür. Dađlanan yüzeYde ise mikro gözeneklerin hakim olduęu ve kemięin süngerimsi yapısına benzer bir yapı tespit edilmiştir. 20V deęerinde anotlanan yüzeYde ise nanoporlar mevcut olup, yüksek voltajda ise mikro ölçekli porlar oluşmuştur. Bu sonuçlar, saf ticari titanyum üzerine uygulanabilecek kompozit kaplamalar için farklı yüzeY modifikasyonlarının yüzeY morfolojisine etkisi adına literatüre katkı niteliğindedir. Bu alıřmanın bir sonraki aşaması, biyomedikal alanda nano kompozit kaplamaların bu yüzeYlere uygulanması olacaktır.

Kaynaklar

- [1] J. C. M. Souza *et al.*, “Nano-scale modification of titanium implant surfaces to enhance osseointegration,” *Acta Biomater*, vol. 94, pp. 112–131, Aug. 2019, doi: 10.1016/J.ACTBIO.2019.05.045.
- [2] M. Gajiwala *et al.*, “Influence of surface modification of titanium implants on improving osseointegration: An in vitro study,” *J Prosthet Dent*, vol. 126, no. 3, pp. 405.e1–405.e7, Sep. 2021, doi: 10.1016/J.PROSDENT.2021.06.034.
- [3] E. Ünal *et al.*, “Saf Titanyum İmplantın Asit ve Alkali İşlemler ile Yüzey Modifikasyonu,” *AKU J. Sci. Eng*, vol. 15, pp. 37102–37108, 2015, doi: 10.5578/fmbd.10294.
- [4] A. E. Medvedev, H. P. Ng, R. Lapovok, Y. Estrin, T. C. Lowe, and V. N. Anumalasetty, “Effect of bulk microstructure of commercially pure titanium on surface characteristics and fatigue properties after surface modification by sand blasting and acid-etching,” *J Mech Behav Biomed Mater*, vol. 57, pp. 55–68, Apr. 2016, doi: 10.1016/J.JMBBM.2015.11.035.
- [5] C. Vasak *et al.*, “Early bone apposition to hydrophilic and hydrophobic titanium implant surfaces: a histologic and histomorphometric study in minipigs,” *Wiley Online Library*, vol. 25, no. 12, pp. 1378–1385, Dec. 2013, doi: 10.1111/clr.12277.
- [6] B. Chrcanovic *et al.*, “Factors influencing early dental implant failures,” *journals.sagepub.com*, vol. 95, no. 9, pp. 995–1002, Aug. 2016, doi: 10.1177/0022034516646098.
- [7] B. Klein, MO; Al-Nawas, “For which clinical indications in dental implantology is the use of bone substitute materials scientifically substantiated?,” Mar. 2011.
- [8] K. Y. Hung, Y. C. Lin, and H. P. Feng, “The effects of acid etching on the nanomorphological surface characteristics and activation energy of titanium medical materials,” *Materials*, vol. 10, no. 10, Oct. 2017, doi: 10.3390/MA10101164.
- [9] E. M. Lotz, M. B. Berger, Z. Schwartz, and B. D. Boyan, “Regulation of osteoclasts by osteoblast lineage cells depends on titanium implant surface properties,” *Acta Biomater*, vol. 68, pp. 296–307, Mar. 2018, doi: 10.1016/J.ACTBIO.2017.12.039.
- [10] M. Mallaiah, M. Manjaiah, and R. F. Laubscher, “A review of the surface modifications of titanium alloys for biomedical applications,” *researchgate.net*, vol. 51, no. 2, pp. 181–193, 2017, doi: 10.17222/mit.2015.348.
- [11] A. Butt *et al.*, “A Novel Investigation of the Formation of Titanium Oxide Nanotubes on Thermally Formed Oxide of Ti-6Al-4V,” *Journal of Oral Implantology*, vol. 41, no. 5, pp. 523–531, Oct. 2015, doi: 10.1563/AAID-JOI-D-13-00340.
- [12] Q. Wang *et al.*, “Recent advances on smart TiO₂ nanotube platforms for sustainable drug delivery applications,” *Int J Nanomedicine*, vol. 12, pp. 151–165, 2017, doi: 10.2147/IJN.S117498.
- [13] C. Ferreira, J. Babu, A. Hamlekhan, S. Patel, and T. Shokuhfar, “Efficiency of Nanotube Surface-Treated Dental Implants Loaded with Doxycycline on Growth Reduction of *Porphyromonas gingivalis*,” *Int J Oral Maxillofac Implants*, vol. 32, no. 2, pp. 322–328, Mar. 2017, doi: 10.11607/JOMI.4975.
- [14] S. A. Alves *et al.*, “Synthesis of calcium-phosphorous doped TiO₂ nanotubes by anodization and reverse polarization: A promising strategy for an efficient biofunctional implant surface,” *Appl Surf Sci*, vol. 399, pp. 682–701, Mar. 2017, doi: 10.1016/J.APSUSC.2016.12.105.
- [15] E. Beltrán-Partida *et al.*, “Disinfection of titanium dioxide nanotubes using super-oxidized water decrease bacterial viability without disrupting osteoblast behavior,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 60, pp. 239–245, Mar. 2016, doi: 10.1016/J.MSEC.2015.11.042.
- [16] J. Grotberg *et al.*, “Thermally oxidized titania nanotubes enhance the corrosion resistance of Ti6Al4V,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 59, pp. 677–689, Feb. 2016, doi: 10.1016/J.MSEC.2015.10.056.
- [17] S. A. Alves *et al.*, “Synthesis of calcium-phosphorous doped TiO₂ nanotubes by anodization and reverse polarization: A promising strategy for an efficient biofunctional implant surface,” *Appl Surf Sci*, vol. 399, pp. 682–701, Mar. 2017, doi: 10.1016/J.APSUSC.2016.12.105.
- [18] M. K. Ji *et al.*, “Effects on antibacterial activity and osteoblast viability of non-thermal atmospheric pressure plasma and heat treatments of tio₂ nanotubes. Journal of Nanoscience and Nanotechnology,” *ingentaconnect.com*, vol. 17, no. 4, pp. 2312–2315, 2017, doi: https://doi.org/10.1166/jnn.2017.13328.
- [19] W. Liu *et al.*, “Optimizing stem cell functions and antibacterial properties of TiO₂ nanotubes incorporated with ZnO nanoparticles: Experiments and modeling,” *Int J Nanomedicine*, vol. 10, pp. 1997–2019, Mar. 2015, doi: 10.2147/IJN.S74418.

- [20] J. Grotberg *et al.*, “Thermally oxidized titania nanotubes enhance the corrosion resistance of Ti6Al4V,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 59, pp. 677–689, Feb. 2016, doi: 10.1016/J.MSEC.2015.10.056.
- [21] A. Butt *et al.*, “A novel investigation of the formation of titanium oxide nanotubes on thermally formed oxide of Ti-6Al-4V,” *Journal of Oral Implantology*, vol. 41, no. 5, pp. 523–531, Oct. 2015, doi: 10.1563/AAID-JOI-D-13-00340.
- [22] J. Pan, D. Thierry, and C. Leygraf, “Hydrogen peroxide toward enhanced oxide growth on titanium in PBS solution: Blue coloration and clinical relevance,” *J Biomed Mater Res*, vol. 30, pp. 393–402, 1996, doi: 10.1002/(SICI)1097-4636(199603)30:3.
- [23] S. R. Fardi, H. Khorsand, R. Askarnia, R. Pardehkorram, and E. Adabifiroozjaei, “Improvement of biomedical functionality of titanium by ultrasound-assisted electrophoretic deposition of hydroxyapatite-graphene oxide nanocomposites,” *Ceram Int*, vol. 46, no. 11, pp. 18297–18307, Aug. 2020, doi: 10.1016/J.CERAMINT.2020.05.049.
- [24] N. Karimi, M. Kharaziha, and K. Raeissi, “Electrophoretic deposition of chitosan reinforced graphene oxide-hydroxyapatite on the anodized titanium to improve biological and electrochemical characteristics,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 98, no. May 2018, pp. 140–152, 2019, doi: 10.1016/j.msec.2018.12.136.
- [25] Ö. Sıcakyüz, “Titanyum ve Titanyum Alaşımlarının Anodik Oksidasyon Davranışı Ve Karakterizasyonu,” Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 2007. Accessed: Aug. 14, 2022. [Online]. Available: <http://hdl.handle.net/11527/9303>
- [26] C. Elias, Y. Oshida, and J. Lima, “Relationship between surface properties (roughness, wettability and morphology) of titanium and dental implant removal torque,” *J Mech Behav Biomed Mater*, vol. 1, no. 3, pp. 234–242, 2008, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2007.12.002>.
- [27] John Martin, *Materials for Engineering Third Edition*. Woodhead Publishing, 2006. Accessed: Aug. 30, 2023. [Online]. Available: https://www.google.com.tr/books/edition/Materials_for_Engineering/ALxQAwwAAQBAJ?hl=tr&gbpv=1&dq=materials+in+engineering+martin&printsec=frontcover
- [28] B. Coşkun, F.-E. Fakültesi, and K. Üniversitesi, “İki Bileşenli Metal Oksit Yarı iletkenlerin Üretilmesi ve Optik Özelliklerinin Belirlenmesi,” 2020. Accessed: Mar. 23, 2023. [Online]. Available: <https://dergipark.org.tr/en/pub/fumbd/article/686474>
- [29] J. Liu, Z. Y. Liu, T. R. Zhang, J. Zhai, and L. Jiang, “Low-temperature crystallization of anodized TiO₂ nanotubes at the solid-gas interface and their photoelectrochemical properties,” *Nanoscale*, vol. 5, no. 13, pp. 6139–6144, 2013, doi: 10.1039/c3nr01286g.