



Asidik dağlama prosesinde farklı HCl/H₂SO₄ oranının titanyumun yüzey morfolojisi ve pürüzlülüğüne etkisi

Tuncay DİKİCİ*

¹Dokuz Eylül Üniversitesi, Torbalı Meslek Yüksekokulu, Kaynak Teknolojisi Programı, İzmir

²Dokuz Eylül Üniversitesi, Elektronik Malzemeler Üretim ve Uygulama Merkezi, İzmir

tuncay.dikici@deu.edu.tr Orcid.org/0000-0002-7004-9788 Tel: (232) 853 18 20 (191)

Geliş: 03.08.2018, Revizyon: 02.10.2018, Kabul Tarihi: 05.11.2018

Öz

Titanyum implantların canlı kemik dokusu ile olan etkileşiminde önemli rol oynayan faktörlerden en önemlisi yüzey özellikleridir. İmplantın yüzey morfolojisi ve pürüzlülük derecesi ise bu özelliklerin başında gelmektedir. Bu çalışmanın amacı, farklı HCl/H₂SO₄ oranlarına sahip asit çözeltisi içinde gerçekleştirilen dağlama işleminin, kumlanmış ve kumlanmamış saf titanyumun (Cp-Ti, Gr2) yüzey özelliklerine olan etkilerinin incelenmesidir. Beş farklı karışım oranında yapılan dağlama prosesi 60 °C sıcaklıkta 10 dakika boyunca gerçekleştirilmiştir. İşlem gören titanyum numunelerin yüzey morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile analiz edilmiştir. Dağlama sonucu titanyum yüzeylerin pürüzlülük değerleri ise profilometre ile belirlenmiştir. HCl/H₂SO₄ oranındaki değişim titanyumda farklı yüzey morfolojilerinin oluşumuna yol açmıştır. İmplantın mekanik stabilitesinde önemli rol oynayan farklı boyut ve şekillerde mikro çukurların oluşumu gözlemlenmiştir. Kumlanmış titanyum yüzeylerde dağlama sonrası kumlanmamış morfolojilere benzer yapıların oluştuğu tespit edilmiştir. Ancak yüzey pürüzlülüğü noktasında kumlama işleminin bariz bir etkisinin olduğu da görülmüştür. Dağlama ile yüzeyde oluşan pürüzlülük değeri ortalama Ra = 0,5 µm iken, kumlama + dağlama işlemi sonucu bu değer Ra = 2 µm'ye doğru arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar kelimeler: Asidik dağlama; Yüzey morfolojisi; Pürüzlülük; İmplant; Kumlama

* Yazışmaların yapılacağı yazar

Giriş

Titanyum ve titanyum alaşımları, sahip oldukları yüksek mekanik özellikler, mükemmel korozyon direnci ve biyouyumluluklarından dolayı dental ve ortopedik uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır (McCracken, 1999). İmplant ve canlı doku arasındaki biyolojik etkileşim için yüzey morfolojisi oldukça önemlidir (Wong vd., 1995; Perrin vd., 2002). Yüzey pürüzlülüğü ise, hücre proliferasyon ve yüzey enerjisi arasındaki ilişkiyi etkileyen diğer önemli bir parametredir (Ban vd., 2006). Konsantre asit içindeki titanyumun dağlanması (etching) biyolojik uygulamalarda yeni yüzey modifikasyonları geliştirmek için oldukça ilgi çekici bir yöntemdir. Titanyum yüzeylerini modifiye etmek amacıyla çeşitli asitler kullanılır. Yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip SLA (Sandblasted Large grit Acid etched) adını verdiğimiz yüzeyler ise kumlama ve asitle dağlama işlemi ile elde edilirler (Conforto vd., 2002).

Kumlama işlemi, düşük maliyet ve kolay uygulanabilir olmasından dolayı yüzey modifikasyon prosesleri içinde en yaygın kullanılan yöntemlerden biridir. Farklı boyutlara sahip kumlar bir kompresör aracılığıyla sağlanan basınçlı hava yardımıyla yüzeye püskürtülerek uygulanır. En yaygın kullanılan kumlar; alümina (Al_2O_3) (Schweikl vd., 2007), silisyum karbür (SiC) (Yang vd., 2008), titanyum oksit (TiO_2) (Kim vd., 2008), hidroksiapatit (HA) (Park vd., 2008), zirkonya (ZrO_2) (Bacchelli vd., 2009) ve silika (SiO_2) (Guo vd., 2015) tozlarıdır. Kumlamanın temel hedefi yüzey morfolojisini değiştirerek pürüzlü bir yüzey eldesi sağlamaktır. Pürüzlülük değeri; kullanılan kumun boyutuna, kum püskürtme basıncına, yüzey ile nozul arası mesafeye ve işlem süresine bağlıdır. İmplantlar için yüzey pürüzlülüğü (Ra) genel olarak 0,3-3 μm arasında farklılık gösterir. Kumlama işleminin yan etkisi olarak ifade edebileceğimiz bir dezavantajı malzeme yüzeyinde kum taneciklerinin kalma riskidir. Kumlama sonrası yapılan temizleme, asidik işlem ve sterilizasyona rağmen bazen bu partiküllerin

malzeme yüzeyine gömülü olarak kalması söz konusu olabilir. Tabii bu yabancı kalıntılar fizyolojik çevrede titanyumun korozyon direncini düşürebilir, dokuların etrafına yerleşerek osseointegrasyonu olumsuz etkileyebilir (Aparicio vd., 2003). Wennerberg ve diğerleri (1996) tarafından Al_2O_3 , TiO_2 ile kumlanarak üretilen implantların in vivo çalışmalarında, kemik - implant temasında benzer değerler vermesine rağmen, düz yüzeyli dental implantlara göre tork kuvvetinin ve biyomekanik bağlanmanın önemli ölçüde arttığı görülmüştür (Abron vd., 2001).

Kuvvetli asitler (H_2SO_4 , HCl, HF) ile yapılan dağlama işlemi, titanyum dental implant yüzeylerinin pürüzlendirilmesinde ve kumlama sonrası yüzeydeki kalıntıların giderilmesinde kullanılan bir yöntemdir. Osseointegrasyonu büyük ölçüde artıran asidik işlem ile yüzeyde farklı boyutlarda mikro çukurlar oluşur (Massaro vd., 2002). H_2SO_4 ve HCl asitlerinin karışımı ile titanyum yüzeyine yapılan ikili asitleme (dual acid-etching) işlemi neticesinde osteojen hücreler ve fibrinin bağlanması yoluyla osteokondüktif süreç hızlanır. Bu da implant yüzeyinde doğrudan kemik oluşumuna sebep olur (Park ve Davies, 2000). Son yıllarda asidik işlem ile üretilen yüzeylerin kemik neoformasyonu ve hücre adhezyonunu artırması geliştirilmiştir (Le Guéhennec vd., 2007). Diğer taraftan, implantın yorulma dayanımını azaltan, yüzeyde mikro çatlakların oluşumuna yol açan asidik işlem titanyumun hidrojen gevrekliğine yol açabilir. Titanyum tarafından hidrojenin adsorpsiyonu biyolojik çevre içinde de meydana gelebilir. Titanyumun hidrojen gevrekliği gevrek hibrid fazın oluşumu ile alakalı olup, bu durum dental implantın kırılmasını doğuran titanyumun düktilitesinin azalmasına yol açar.

Asidik dağlama, günümüzde araştırılan ve uygulaması olan bir önceki paragrafta da bahsettiğimiz üzere önemli implant yüzey işlemlerinden biridir. Dağlama için kullanılan farklı asit tipleri arasında hidroflorik asit (HF) etkili yüzey pürüzlülüğü oluşturması ve biyouyumluluğu artırması gibi birçok avantaja sahiptir. Ayrıca bu işlem kaplama olmayan bir yöntem olduğu için, aşınma parçacıklarının

oluşma riski düşüktür. Ticari implantlar yüzey işlemler uygulanarak çeşitli pürüzlülük karakteristiklerine sahip olarak üretilirler, Mikro ve nanometre ölçeğinde yüzey pürüzlülüğünün etkisi yoğun çalışılan konulardan biridir (Gittens vd., 2011; Liu vd., 2004).

Bu çalışmada, kumlanmış ve kumlanmamış saf titanyum numuneler farklı oranlarda hazırlanan HCl/H₂SO₄ asit karışımında dağlama işlemine tabi tutulmuştur. Kumlama işleminde Al₂O₃ kum kullanılmıştır. İşlem gören örneklerin yüzey özellikleri incelenmiş ve farklılıklar tartışılmıştır.

Deneysel çalışmalar

Altlık malzeme olarak saf titanyum (Cp-Ti, Gr2) malzeme kullanılmıştır. 25 mm çapında yuvarlak kesitli titanyum çubuktan 5 mm

kalınlığındaki numuneler şerit testere yardımıyla kesilerek hazırlanmıştır. Deneysel çalışmaların öncesinde her bir numune 80 - 1200 grit arasındaki SiC zımpara kağıtları ile zımparalanmıştır. Dağlama işleminden önce numuneler etanol, aseton ve saf su karışımında ultrasonik banyoda temizlenmiştir. Dağlama işlemi farklı konsantrasyonlarda hidroklorik asit (HCl) ve sülfürik asit (H₂SO₄) karışımı içinde gerçekleştirilmiştir. Dağlama prosesine ilişkin bilgiler Tablo 1’de verilmiştir. Dağlama işlemi 50 ml beher içinde, 60 °C’de 10 dakika boyunca yürütülmüştür. Kumlama işlemi ise 50 µm boyutundaki Al₂O₃ kum püskürtme işlemi ile yapılmıştır (Şekil 1). Bu işlem, Reitel marka Sanduret 63 2K model kumlama cihazında, bir kompresör yardımıyla 3-3,2 bar çalışma basıncında gerçekleştirilmiştir.

Tablo 1. Dağlama işlemine dair bilgiler

İşlem	Dağlama					Kumlama + Dağlama				
	D13	D12	D11	D21	D31	KD13	KD12	KD11	KD21	KD31
HCl	1	1	1	2	3	1	1	1	2	3
H ₂ SO ₄	3	2	1	1	1	3	2	1	1	1



Şekil 1. Kumlama işlemi

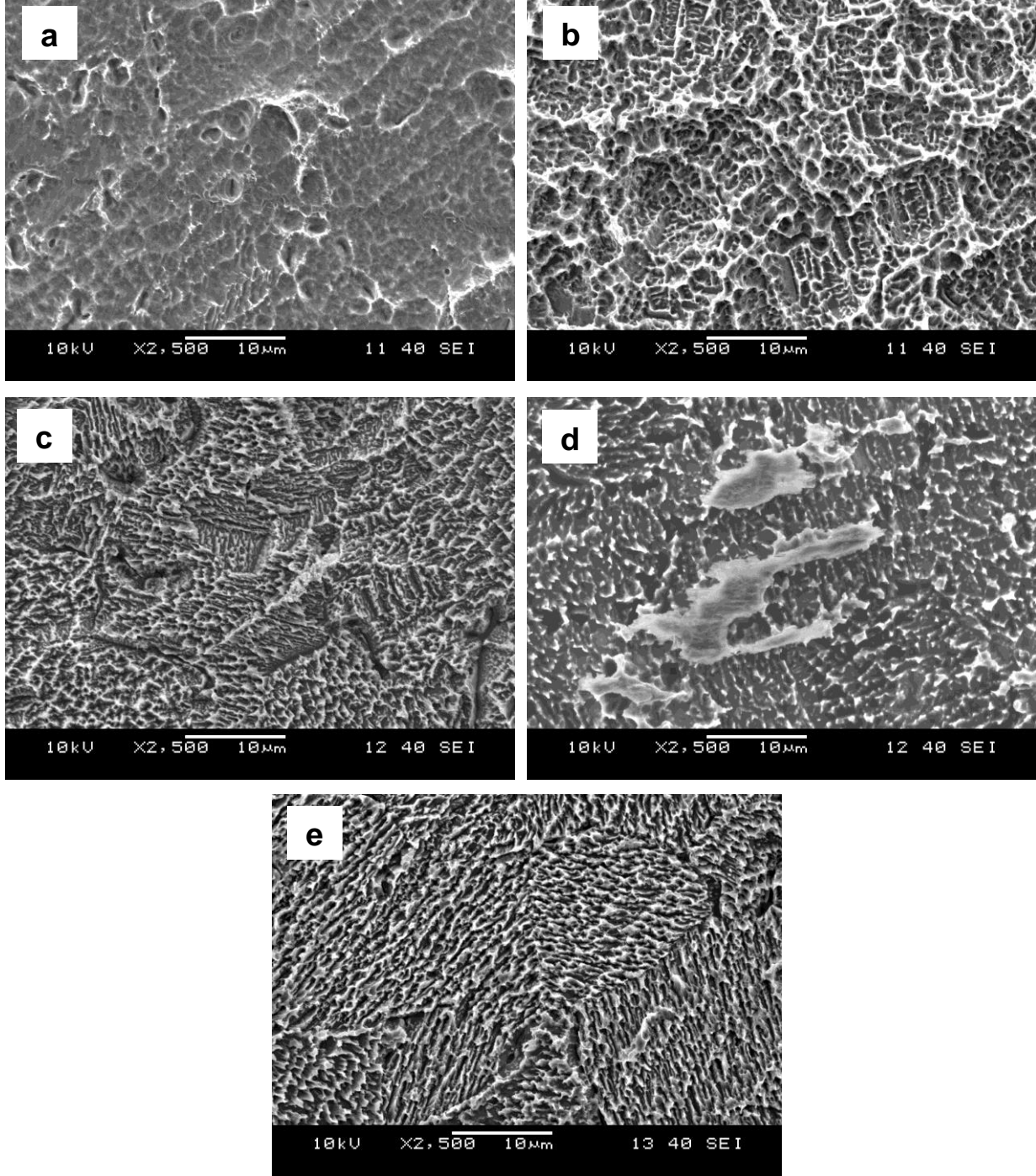
Yüzey modifikasyon işlemleri sonrasında titanyum örneklerin yüzey morfolojileri JEOL marka JSM- 6060 model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Pürüzlülük ölçümleri Ambios marka, XP-2 yüksek çözünürlüklü yüzey profilometresi modeli cihazında yapılmıştır.

Sonuçlar ve tartışma

Farklı karışım oranlarında hazırlanan HCl/H₂SO₄ asidik çözeltisi içinde titanyumun dağlanması sonucu oluşan yüzey morfolojilerine ait sonuçlar Şekil 2’de verilmiştir. Yüksek H₂SO₄ oranında gerçekleştirilen dağlama işleminde D13 numunesinde diğer yüzeylere göre mikro çukurların (micro pit) oluşmadığı gözlemlenmiştir (Şekil 2a). H₂SO₄ oranının düşürüldüğü HCl oranının artırıldığı çözelti içinde gerçekleştirilen dağlama sonucunda ise D12 numunesinin tüm yüzeyinde yoğun bir mikro çukur yapının oluştuğu gözlemlenmiştir (Şekil 2b). Yüzeydeki bu mikro çukurların çapı ~ 0,5-3 µm arasında değişmektedir. HCl/H₂SO₄ oranının 1:1 olduğu çözelti içinde yapılan dağlama işleminde mikro porların çapının düştüğü ve köşeli por formunun oluştuğu gözlemlenmiştir (Şekil 2c). HCl oranının H₂SO₄’e göre iki kat kullanıldığı çözeltide yapılan dağlama işleminde ise mikro çukur derinliğinin düştüğü ve por yapısının tam olarak oluşmadığı görülmektedir (Şekil 2d).

HCl/H₂SO₄ oranının 2:1 olduğu asit çözeltisinde gerçekleştirilen dağlama işleminde çok yoğun

farklı yönlenmeler gösteren mikro çukurların varlığı tespit edilmiştir (Şekil 2e).



Şekil 2. Dağlanmış numunelere ait yüzey morfolojileri (a) D13 (b) D12 (c) D11 (d) D21 ve (e) D31

Asidik dağlama işlemine tabi tutulan titanyum numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri Tablo 2’de verilmiştir. Zımparalama sonrası işlem görmeyen yüzeyin pürüzlülük değeri Ra = 0,13 µm olduğu düşünülürse dağlama işleminin

yüzey pürüzlülüğünü artırdığını söyleyebiliriz. En yüksek yüzey pürüzlülük değeri Ra = 0,51 µm ile D21 numunesinde, yani HCl/H₂SO₄ =2/1 çözeltisinde dağlanan örnekte ölçülmüştür. Buna karşın en düşük pürüzlülük değeri ise

HCl/H₂ = SO₄/3 asit çözeltisi içinde yapılan dağlama neticesinde D13 numunesinde tespit edilmiştir. Genel olarak 0,50 µm' nun altında

ölçülen yüzey pürüzlülük değerinin implantlar için belirtilen 0,5 - 2 µm aralığının altında olduğu fark edilmektedir.

Tablo 2. Dağlanmış numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri

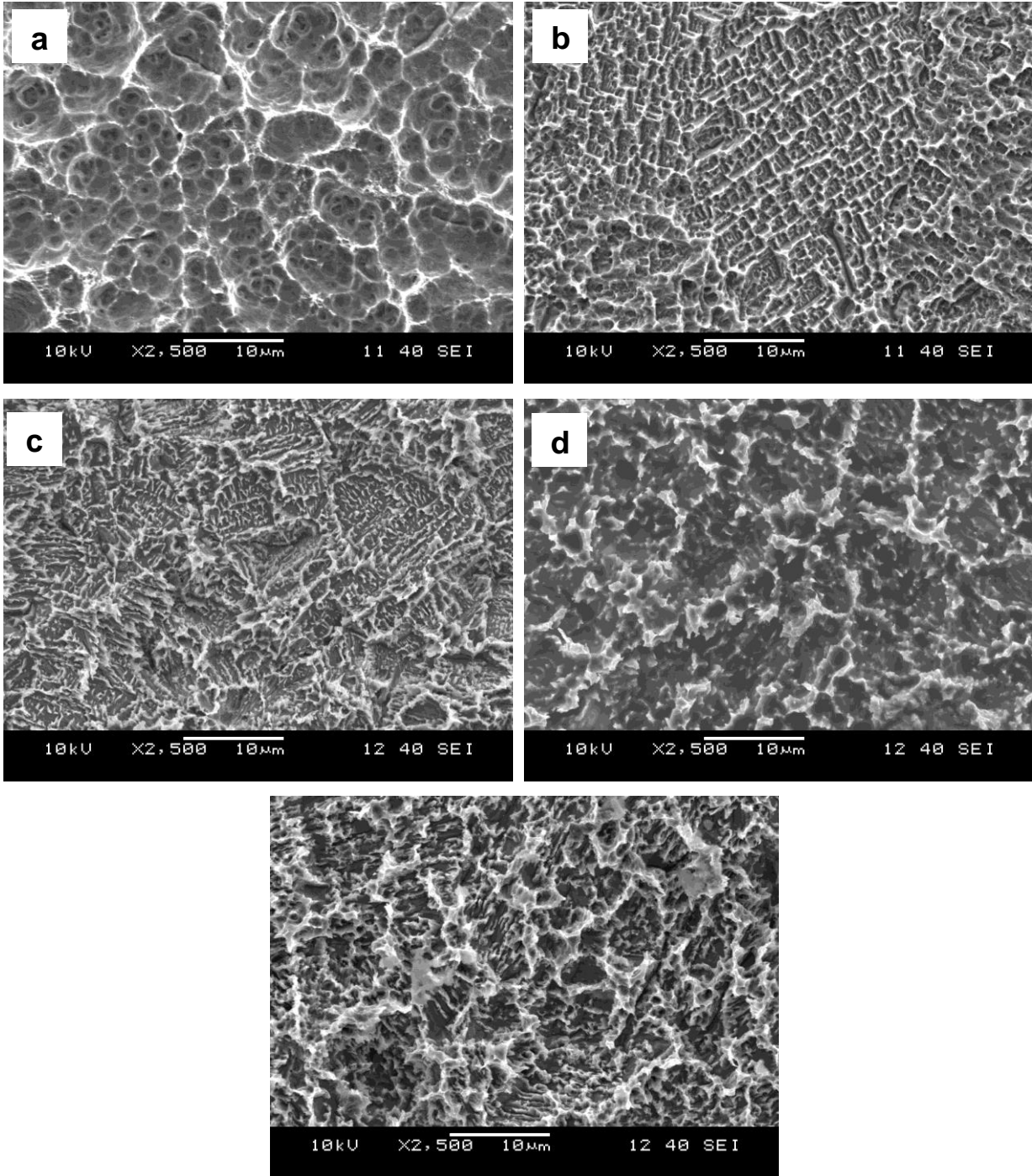
	D13	D12	D11	D21	D31
Ra (µm)	0.29 ± 0.01	0.38 ± 0.01	0.46 ± 0.07	0.51 ± 0.06	0.50 ± 0.13
Rq (µm)	0.44 ± 0.02	0.50 ± 0.01	0.68 ± 0.14	0.78 ± 0.08	0.73 ± 0.17
Rt (µm)	5.04 ± 1.59	4.84 ± 0.73	7.34 ± 2.06	6.13 ± 0.33	5.34 ± 1.13

Yüzey pürüzlülüğünün artışı ile titanyum implantın biyomekanik bağlanma ve osseointegrasyon hızında bir artış gözlemlenmektedir (Patil ve Bhongade, 2016). Dolayısıyla pürüzlülük değerinin artırılması amacıyla deneysel çalışmaların ikinci aşamasında dağlama öncesi kuşlama (sand-blasting) işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda dağlamanın doğrudan yüzey morfolojisi ve pürüzlülüğüne etkisi tespit edilmiştir. Titanyum numuneler, 50 µm Al₂O₃ ile gerçekleştirilen kuşlama işleminin sonrasında farklı konsantrasyonda asit çözeltilerinin (HCl/H₂SO₄) içinde dağlama işlemine tabi tutulmuştur. Bu iki adımlı işlemin sonrasında oluşan yüzey morfolojileri Şekil 3'de verilmiştir. Kuşlama işleminin yüzey topografyasında önemli bir değişikliğe yol açtığını söyleyebiliriz. Diğer taraftan asidik işlem kuşlama morfolojisine daha homojen bir form kazandırmıştır. HCl/H₂SO₄ = 1/3 çözeltisi içinde gerçekleştirilen dağlama sonucunda yüzey morfolojisi diğerlerine nazaran farklılık sergilemektedir (Şekil 3a). Yüzeyde farklı boyutlarda dağılım gösteren çukurlar ve porlar oluşmuştur. HCl/H₂SO₄ = 1/2 çözeltisinde dağlanan KD12 numunesinde ise daha yoğun, homojen ve küçük çapta mikro çukurların olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 3b). HCl/H₂SO₄ = 1/1 olduğu KD11 numune yüzeyinde ise sadece dağlama yapılan D11 yüzey morfolojisine benzer bir yapı oluşmuştur. (Şekil 3c). HCl oranının H₂SO₄'e göre iki kat fazla kullanıldığı çözeltide gerçekleştirilen dağlama işlemi ise yoğun mikro çukur yapının oluşmadığı daha kaba bir forma sahip pürüzlülükte bir morfolojinin oluştuğunu söyle-

yebiliriz (Şekil 3d). HCl/H₂SO₄ = 3/1 olduğu asidik çözelti içinde gerçekleştirilen dağlama sonucu köşeli, girinti ve çıkıntının hakim olduğu bir morfoloji gözlemlenmiştir (Şekil 3e).

Kuşlama ve sonrasında asidik dağlama yapılan numunelerin yüzey pürüzlülük sonuçları Tablo 3'te verilmiştir. Yüzey pürüzlendirme yöntemlerinden biri olan kuşlama işleminin yüzey pürüzlülüğünün artırılmasında etkili bir yöntem olduğu sonuçlardan görülmektedir. En yüksek pürüzlülük değeri KD11 numunesinde R_a = 2,13 µm olarak ölçülürken, en düşük pürüzlülük değeri ise R_a = 0,9 µm olarak KD12 numunesinde tespit edilmiştir. Kuşlama işlemi sadece asidik işlem gören yüzeylere göre pürüzlülük değerini ortalama üç kat artırmıştır. Kuşlama + dağlama sonucu elde edilen değerler, ideal yüzey pürüzlülüğü (0,5 - 2 µm) değerleri ile karşılaştırıldığında oldukça tutarlı sonuçların elde edildiği gözlemlenmiştir.

Sonuç olarak; implantın yüzey pürüzlülüğü ve yüzeyindeki por yapısı, implantın kemik-temas yüzey alanının artmasına ve implant uygulamasında iyileşme zamanına (healing time) yardımcı olmaktadır (Hung vd., 2017). Yüzey modifikasyon teknikleri titanyum implantların performansını artırmak için halen büyük potansiyele sahiptir. Çünkü implant-kemik arasındaki etkileşimi hızlandırmak, iyileşme zamanını erkene almak, kararlı bir integrasyon sürecinin sağlanması, vücut sıvısına karşı korozyon direncinin artırılması ve uzun süreli implantın kullanılmasını sağlayacak yeni çalışmalar halen popülerliğini koruyan konular arasındadır.



Şekil 3. Dağlanmış numunelere ait yüzey morfolojileri (a) KD13 (b) KD12 (c) KD11 (d) KD21 ve (e) KD31

Tablo 3. Kumlama+dağlama yapılmış numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri

	KD13	KD12	KD11	KD21	KD31
Ra (µm)	1.01 ± 0.03	0.90 ± 0.02	2.13 ± 0.12	1.29 ± 0.05	0.98 ± 0.02
Rq (µm)	1.28 ± 0.02	1.13 ± 0.03	2.59 ± 0.12	1.64 ± 0.08	1.24 ± 0.03
Rt (µm)	10.51 ± 0.3	7.69 ± 1.16	14.32 ± 0.48	11.41 ± 1.09	8.35 ± 0.30

Sonuç

Sonuç olarak, farklı karışım oranlarında hazırlanan HCl/H₂SO₄ asit çözeltisinin dağlama işleminde titanyumun yüzey özelliklerine olan etkileri incelenmiştir. Ayrıca bu asidik işlem, kumlanarak yüzeyi pürüzlendirilmiş titanyum numunelere de uygulanmıştır. HCl/H₂SO₄ oranındaki değişimin titanyumun yüzey morfolojisi ve pürüzlülüğüne doğrudan etki ettiği gözlemlenmiştir. Dağlama prosesine bağlı olarak yüzey morfolojisinde farklı boyut ve şekillerde mikro çukurların oluştuğu tespit edilmiştir. Asidik dağlama işlemine nazaran kumlanmanın yüzey pürüzlülüğünde önemli bir rol oynadığı net bir şekilde görülmüştür. Kumlanan yüzeyler dağlama sonrasında daha üniform bir morfolojiye sahip olmuştur. İmplant yüzeyler için istenen optimum yüzey pürüzlülüğü değerlerine kumlama ile ulaşılmıştır.

Kaynaklar

Abron, A., Hopfensperger, M., Thompson, J. ve Cooper, L.F., (2001). Evaluation of a predictive model for implant surface topography effects on early osseointegration in the rat tibia model, *Journal of Prosthetic Dentistry*, **85**,1, 40-46.

Aparicio, C., Gil, F.J., Fonseca, C., Barbosa, M. ve Planell, J.A., (2003). Corrosion behaviour of commercially pure titanium shot blasted with different materials and sizes of shot particles for dental implant applications, *Biomaterials*, **24**, 2, 263-273.

Bacchelli, B., Giavaresi, G., Franchi, M., Martini, D., De Pasquale, V., Trirè, A. ve Ruggeri, A., (2009). Influence of a zirconia sandblasting treated surface on peri-implant bone healing: an experimental study in sheep, *Acta biomaterialia*, **5**, 6, 2246-2257.

Ban, S., Iwaya, Y., Kono, H. ve Sato, H., (2006). Surface modification of titanium by etching in concentrated sulfuric acid, *Dental Materials*, **22**, 12, 1115-1120.

Conforto, E., Caillard, D., Aronsson, B. O. ve Descouts, P., (2002). Electron microscopy on titanium implants for bone replacement after

“SLA” surface treatment, *European Cells and Materials*, 3 (Supplement 1), 9-10.

Gittens, R.A., McLachlan, T., Olivares-Navarrete, R., Cai, Y., Berner, S., Tannenbaum, R. ve Boyan, B.D., (2011). The effects of combined micron-/submicron-scale surface roughness and nanoscale features on cell proliferation and differentiation. *Biomaterials*, **32**, 13, 3395-3403.

Guo, C. Y., Matinlinna, J.P., Tsoi, J.K.H. ve Tang, A.T.H., (2015). Residual Contaminations of Silicon-Based Glass, Alumina and Aluminum Grits on a Titanium Surface After Sandblasting. *Silicon*, 1-8.

Hung, K.Y., Lin, Y.C. ve Feng, H.P., (2017). The Effects of Acid Etching on the Nanomorphological Surface Characteristics and Activation Energy of Titanium Medical Materials. *Materials*, **10**, 10, 1164.

Kim, H., Choi, S.H., Ryu, J.J., Koh, S.Y., Park, J.H. ve Lee, I.S., (2008). The biocompatibility of SLA-treated titanium implants. *Biomedical Materials*, **3**, 2, 025011.

Le Guéhennec, L., Soueidan, A., Layrolle, P. ve Amouriq, Y., (2007). Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dental materials*, **23**, 7, 844-854.

Liu, X., Chu, P.K. ve Ding, C., (2004). Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, **47**, 3-4, 49-121.

Massaro, C., Rotolo, P., De Riccardis, F., Milella, E., Napoli, A., Wieland, M. ve Brunette, D.M., (2002). Comparative investigation of the surface properties of commercial titanium dental implants. Part I: chemical composition. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **13**, 6, 535-548.

McCracken, M., (1999). Dental implant materials: commercially pure titanium and titanium alloys, *Journal of prosthodontics*, **8**, 1, 40-43.

- Park, J.Y. ve Davies, J.E., (2000). Red blood cell and platelet interactions with titanium implant surfaces. *Clinical oral implants research*, **11**, 6, 530-539.
- Park, J.W., Jang, I.S. ve Suh, J.Y., (2008). Bone response to endosseous titanium implants surface-modified by blasting and chemical treatment: A histomorphometric study in the rabbit femur, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, **84**, 2, 400-407.
- Patil, P.S., ve Bhongade, M.L., (2016). Dental Implant Surface Modifications: A Review. *IOSR Journal of Dental and Medical Sciences* **15**, 10, 132-14.
- Perrin, D., Szmukler-Moncler, S., Echikou, C., Pointaire, P. ve Bernard, J.P., (2002). Bone response to alteration of surface topography and surface composition of sandblasted and acid etched (SLA) implants. *Clinical oral implants research*, **13**, 5, 465-469.
- Schweickl, H., Müller, R., Englert, C., Hiller, K.A., Kujat, R., Nerlich, M. ve Schmalz, G., (2007). Proliferation of osteoblasts and fibroblasts on model surfaces of varying roughness and surface chemistry, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **18**, 10, 1895-1905.
- Wennerberg A, Albrektsson T, Albrektsson B, Krol J.J., (1996). Histomorphometric and removal torque study of screw-shaped titanium implants with three different surface topographies. *Clin Oral Implant Res.* **6**, 24-30.
- Wong, M., Eulenberger, J., Schenk, R. ve Hunziker, E., (1995). Effect of surface topology on the osseointegration of implant materials in trabecular bone, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, **29**, 12, 1567-1575.
- Yang, G.L., He, F.M., Yang, X.F., Wang, X.X. ve Zhao, S.F. (2008). Bone responses to titanium implants surface-roughened by sandblasted and double etched treatments in a rabbit model, *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology and Oral Radiology*, **106**, 4, 516-524.

The effect of different HCl/H₂SO₄ ratio of the acid etching process on the surface morphology and roughness of titanium

Extended abstract

Titanium and its alloys have been widely used as biomedical materials in orthopedic and dental applications because of their high corrosion resistance, low density, high mechanical properties, and excellent biocompatibility. The most important factors that play an important role in the interaction of titanium implants with live bone tissue are surface properties. The surface morphology and roughness of the implant are the important factors of these properties. The aim of this work was to examine the effects of the etching process carried out in the acid solution with different HCl/H₂SO₄ ratios to the surface properties of the sandblasted and un-sandblasted pure titanium.

Samples with a 25 mm diameter and a 5 mm thickness were cut from commercially pure titanium (ASTM grade 2) cylindrical bar, and then mechanically polished with 80-grit to 1200-grit emery paper. After polishing process, the titanium samples were washed with acetone, ethanol and distilled water in an ultrasonic cleaner at room temperature for 15 minutes. Alumina particles (Al₂O₃) with 50 µm particle size was used for sandblasting. Etching process was performed in a mixture of H₂SO₄/HCl acids at different ratio. The surface morphology and microstructure of the samples were characterized by a scanning electron microscope (SEM). Surface roughnesses of the specimens were analyzed using a surface roughness tester.

Different surface morphologies were formed by etching of titanium in HCl/H₂SO₄ acidic solution prepared at different mixing ratios. It was observed that no micropores formed on the titanium surface, as a result of the etching process carried out in high concentration H₂SO₄ containing acid solution. It has been determined that a dense micro-pit structure on the surface of the sample treated with etching process in the acid solution where the ratio of HCl was increased. These micro pits on the surface are between 0.5-3 µm. The highest surface roughness value ($R_a=0.51$) was measured in a sample that was etched in a solution of HCl/H₂SO₄ = 2/1. On the

other hand, the lowest roughness value was determined on the sample etched in the HCl/H₂SO₄: 1/3 acid solution.

Titanium samples were subjected to sandblasting treatment with 50 µm particles of Al₂O₃ followed by acid etching process in different concentrations of acid solutions (HCl/H₂SO₄). The surface morphology generated by this two step process is examined. We can say that the sandblasting process leads to a significant change in surface topography. The acidic process gives a more homogeneous form to the sandblasted morphology. There are pits and pores scattered on the surface in different sizes. The surface roughness results obtained from the sandblasting+etching process were found to be quite consistent when compared with the ideal surface roughness values.

As a result, the effects of the etching process performed in the HCl/H₂SO₄ solution prepared at different mixing ratios on the titanium surface properties were investigated. In addition, this acidic process was applied to roughened titanium samples by sandblasting.

Keywords: Acid-etching, surface morphology, roughness, implant, sand-blasting