

İnsan Vücudunda Biyo-malzeme Olarak Kullanılan Titanyum-Zirkonyum Alaşımlarının 30° Alt Çene Hareketli Çiğneme Test Deneylelerinde Aşınma Davranışlarının İncelenmesi

Efe Çetin YILMAZ*¹

¹Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 79000, Kilis, Türkiye

(Alınış / Received: 04.02.2020, Kabul / Accepted: 09.09.2020, Online Yayınlanma / Published Online: 20.12.2020)

Anahtar Kelimeler

Biyo-malzeme,
Titanyum,
Aşınma,
Hacim Kaybı

Özet: Bu çalışmanın amacı insan vücudunda biyomalzeme olarak tercih edilen saf titanyum (cp-Ti), Ti-5Zr ve Ti-10Zr alaşımlarının laboratuvar ortamında 30° alt çene hareketli çiğneme test deneylelerinde aşınma davranışlarının incelenmesidir. Aşınma testi öncesinde test numunelerinin yüzey sertlik değerleri belirlenmiştir. Daha sonra test numuneleri bilgisayar kontrollü çiğneme test cihazı kullanılarak 120 000 aşınma döngü (70 N aşınma kuvveti, 30° açı ile 0,7 mm alt çene hareketi, 1,8 Hz aşınma frekansı 3000 termal döngü ve 6 mm çapında seramik aşındırıcı malzeme) test deneylelerine maruz bırakılmıştır. Test numunelerini mikro yapı analizleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. Ayrıca, aşınma testi prosedürü sonrasında test numunelerinin aşınma bölgesinde meydana gelene hacim kayıpları 3 boyutlu profilometre kullanılarak ölçülmüştür. Bu çalışma sonucunda elde edilen veriler ile titanyum içerisinde zirkonyum elementinin oranının artması ile alaşımın sertlik değerinin arttığı gözlemlenmiştir. Ayrıca zirkonyum elementinin alaşımın aşınma direncini artırdığı gözlemlenmiştir.

Investigation of Wear Behavior of Titanium-Zirconium Alloys Used as Biomaterials in Human Body in 30° Lower Jaw Motion Chewing Simulation Test Experiment

Keywords

Bio-materials,
Titanium,
Wear,
Volume Loss

Abstract: The aim of this study is to investigate the wear behavior of pure titanium (cp-Ti), Ti-5Zr and Ti-10Zr alloys which are preferred as biomaterials in human body in 30° lower jaw movement chewing test experiments. The surface hardness values of the test specimens were determined before the wear test. Then, the test specimens were subjected to 120 000 wear cycles (70 N wear force, 0.7 mm lower jaw movement, 1.8 Hz wear frequency 3000 thermal cycles and 6 mm diameter ceramic abrasive antagonist material) using a computer-controlled chewing simulation device. Microstructure analyzes of the test samples were performed with scanning electron microscopy (SEM). In addition, wear volume loss of test specimen abrasion area obtained using non-contact 3D profilometer. As a result of this study, it was observed that the hardness value of the alloy increased with increasing ratio of zirconium element in titanium. It has also been observed that the alloy of the element zirconium increases the wear resistance.

1. Giriş

Ağız içi tribolojik süreç çok karmaşık ve sürekli bir yapıya sahiptir. Bu yapı içerisinde yerleştirilen biyo-malzemelerin zaman içindeki mekanik ve estetik davranışlarını belirlemek önem arz etmektedir. Çünkü ağız içine yerleştirilmiş bir biyo-malzemelerin zaman periyodundaki mekanik ve estetik davranışlarını doğru tahmin edebilmek tatminkar bir tedavi sürecinin oluşmasına büyük katkı sağlayacaktır. Biyo-malzemelerin mekanik ve estetik davranışlarını tahmin edebilmek için

literatürde birçok in vivo ve in vitro test yöntemi geliştirilmiştir. [1-6]. Bununla birlikte, araştırmacılar, in vivo çalışmaların uzun zaman almasından, maliyetlerin yüksek olmasından ve etik nedenlerden dolayı in vitro test yöntemlerine doğru bir çalışma eğilimine girmişlerdir. İnsan ağız içi tribolojik sürecin karmaşık ve sürekli yapısının in vitro test parametrelerinde modellenmesi önemlidir. Örneğin çiğneme hareketi sırasında meydana gelen ısırma kuvveti sürekli değişken ve sürekli bir parametredir. Literatürde in vitro laboratuvar ortamında direkt temas (two-body) ve aşındırıcı

*İlgili yazar: efeyilmaz@kilis.edu.tr

ortam (three-body) aşınma test mekanizmalarını çeşitli biyo-malzemeler üzerinde gerçekleştiren birçok çalışma bulunmaktadır [7-10]. Ayrıca, intra-oral tribolojik süreç göz önüne alındığında, çiğneme testleri sırasında direkt temas aşınmasında termal değişim döngüsünün oluşmasının kaçınılmaz bir durum olduğu görülecektir. Ancak literatürde bazı çalışmalar intra-oral tribolojik süreç içerisinde termal döngü değişim sürecini aşınma mekanizmaları üzerindeki etkisi ihmal edilmiştir [4,11]. Bu nedenle, bu çalışmada laboratuvar ortam şartlarında gerçekleştirilen çiğneme test deneylerinde 3000 termal döngü parametresi aşınma test mekanizmasına dahil edilmiştir.

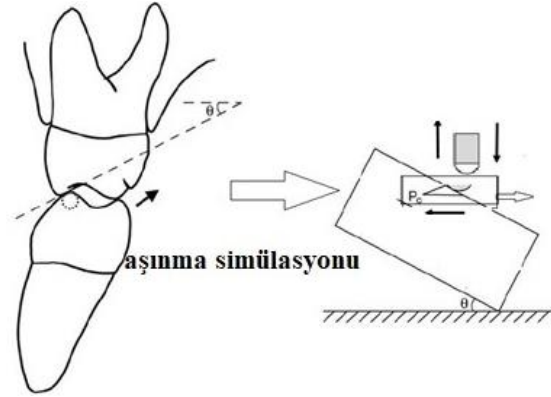
Literatürde kompozit restoratif malzemesinin aşınma direnci ile mikro sertliği arasında bir ilişki olduğu bildirilmiştir [12,13]. Bu çalışmada da test edilen saf titanyum ve titanyum alaşımlarının direkt-temas aşınma direnci ile mikro sertliği arasında lineer bir ilişki bulunmuştur. Literatürdeki farklı bir çalışmada ise titanyum ve titanyum alaşımlarının sertliği ve aşınma direnci arasında lineer bir ilişki olmadığını bildirmiştir [4]. Diğer bir literatür çalışmasında, Ti-10Zr ve Ti-40Zr aralığı alaşımları arasındaki sertlik değerleri incelenmiş, alaşımdaki Zr oranının artırılmasıyla sertlik değerinin arttırıldığı sonucuna varılmıştır [14]. Bu çalışmada, Ti-10Zr ve Ti-5Zr alaşım malzemelerinin yüzey sertliği, saf titanyum malzemesine göre önemli oranda yüksek elde edilmiştir. Bu sonucun oluşmasında martensite mikro yapı ve katı çözelti sertleşmesinin Ti-10Zr ve Ti-5Zr titanyum alaşımlarının yüzey sertliğinin artmasına katkıda bulunduğunu söylemek mümkündür.

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada test edilen saf titanyum ve titanyum alaşımlarından (cp-Ti, Ti-5Zr ve Ti-10Zr) 12 mm çapında 2 mm genişliğinde standart test numuneleri hazırlanmıştır. Test numunelerinin aşınma yüzeylerinde minimum pürüzlülük elde etmek amacıyla numuneler sırasıyla 200, 320, 500 ve 1200 silisyum-karbon (SiC) zımparalar kullanılarak parlatma (polishing) işlemi gerçekleştirilmiştir. Test numunelerinin yüzey sertlik değerleri aşınma testi öncesinde "Vicker Hardness" yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Bu yöntemde piramit geometrisinde bir kalıp kullanılarak 30 saniye boyunca yaklaşık 19,355 N yük numune yüzeyine uygulanmıştır. Bu yöntem de bilinir ki ölçümün derinliği numunenin sertliğini gösterir. İnsan çiğneme hareketini simüle edebilmek amacıyla bilgisayar kontrollü 30° alt çene hareketli aşınma test mekanizması tasarlandı ve üretildi. Şekil 1, 30° alt çene hareketli aşınma test mekanizmasının sistematik çalışmasını özetlemektedir.

Saf titanyum ve titanyum alaşımları laboratuvar (in vitro) şartlar altında yapay tükürük çözeltisi içerisinde 120 000 aşınma döngü (70 N aşınma

kuvveti, 30° açılı ile 0,7 mm alt çene hareketi, 1,8 Hz aşınma frekansı 3000 termal döngü) test deneylerine maruz bırakılmıştır. Her aşınma test prosedüründe 6 mm çapında seramik aşındırıcı bilye kullanılmıştır. Yapay tükürük çözeltisinin kimyasal bileşenleri tablo 1 de gösterilmiştir [15].



Şekil 1. 30° alt çene hareketli aşınma test mekanizmasının sistematik gösterimi.

Tablo 1. Yapay tükürük çözeltisinin kimyasal bileşenlerinin gösterimi

Bileşen	Miktar (g/l)
NaCl	0,4
KCl	0,4
CaCl ₂ .2H ₂ O	0,795
Na ₂ S.9H ₂ O	0,005
NaH ₂ PO ₄ .2H ₂ O	0,69
Urea	1

Test numunelerinin mikro yapı analizleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. Test numunelerinin aşınma hacmi derinliği, temassız profilometre Bruker-Contour GT 3D Vision64 simülasyon yazılımı kullanılarak, x ekseninde 8 µm, y ekseninde 12 µm ve aşınma yüzeyinde 1000 µm s-1 ölçüm hızı taraması ile belirlenmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

Bu çalışmada test edilen saf titanyum ve titanyum alaşımlarının yüzey sertlik değerleri ve aşınma testi sonrasında meydana gelen ortalama hacim kaybı Tablo 2'de gösterilmiştir. Titanyum alaşımına zirkonyum elementinin eklenmesi ile sertlik değerinin arttığı gözlemlenmiştir. Literatürde de Ti-5Zr alaşımının saf titanyuma göre daha sert bir mikro-yapı gösterdiği rapor edilmiştir [4]. Test numunelerinin aşınma test prosedürü sonrasındaki hacim kaybı değerlerine bakıldığında titanyum alaşımına zirkonyum elementinin eklenmesi ile daha iyi aşınma direncine sahip alaşım malzemesinin olduğu görülmüştür. Ayrıca zirkonyum elementinin oranının artması ile alaşımın aşınma direncinde daha iyi sonuçlar elde edilmiştir. Tablo 2, bu çalışma kapsamında test edilen malzemelerin yüzey sertlik ve ortalama aşınma hacim kaybını göstermektedir.

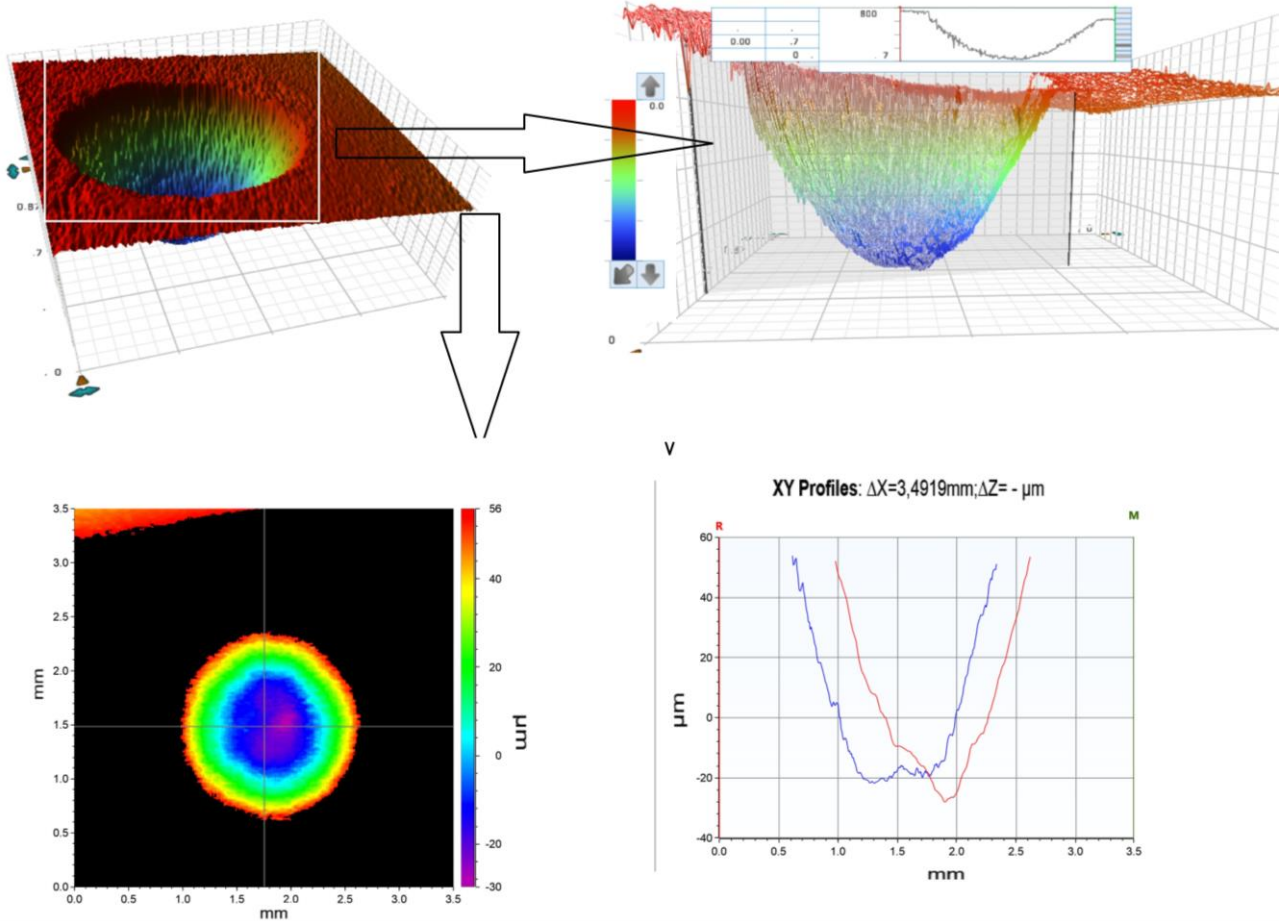
İnsan vücudunda kullanılan biyo-malzemelerin in vitro şartlar altındaki aşınma analizi, temaslı veya

temassız profilometre cihazı, dijital mikroskop, optik sensör ve lazer taraması gibi birçok farklı yöntemle değerlendirilebilir. Bu yöntemlerin birbirleri üzerinde avantajları ve dezavantajları olabilmektedir. Literatürdeki bir çalışmada profilometre, optik sensör ve lazer tarama gibi farklı yöntemler kullanarak biyo-malzemenin hacim kaybı ve aşınma derinlik değişkenleri değerlendirmiştir [16]. Sonuç olarak, hem aşınma derinliği hem de yanal eksenlerdeki yüzey aşınma alanının hacim kaybının birbirleriyle önemli ölçüde ilişkili olduğu bulunmuştur. Bu çalışmada, 3D temassız profilometre cihazı kullanılarak aşınma analizleri yapılmış, aşınma derinliği ve yanal eksenlerdeki aşınma alanı birbiriyle ilişkilendirilmiştir. Deney numunelerinin aşınma test prosedürlerinden sonra yüzeyinden elde edilen 3 boyutlu ve 2 boyutlu derinlik ve yüzey analiz örneği Şekil 2'de gösterilmiştir. Aşınma hacim kaybı her iki ekseninde test numunelerinin, (x ekseninde 8 μm , y ekseninde 12 μm ve aşınma yüzeyinde 1000 $\mu\text{m s}^{-1}$) ölçüm hızı taraması ile belirlenmiştir. Bu hesaplama yöntemi kullanılarak elde edilen verilen hassasiyeti artırılmıştır.

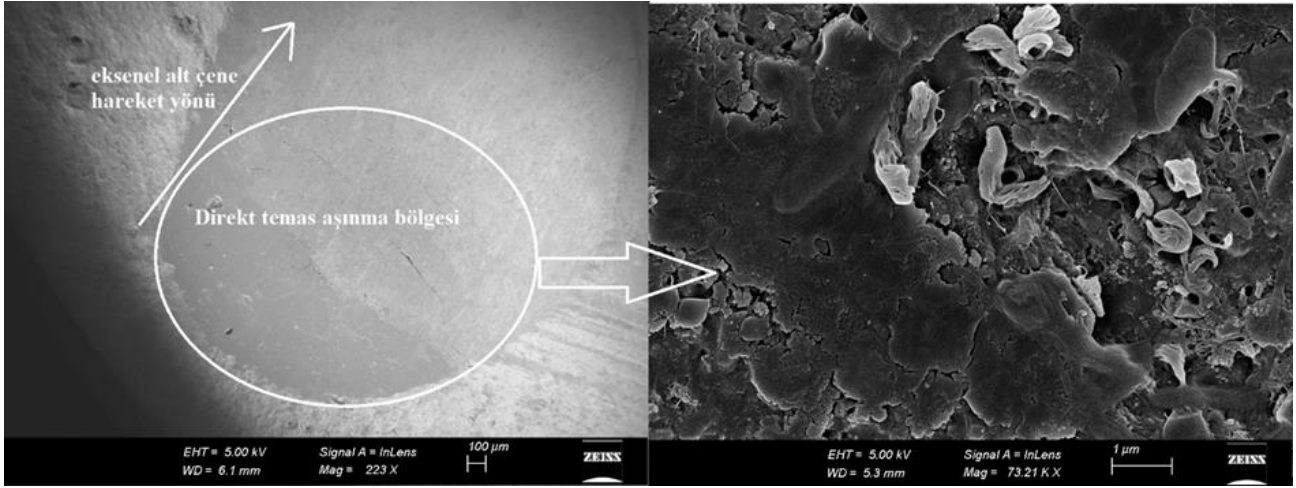
Tablo 2. Test edilen malzemelerin yüzey sertlik ve ortalama aşınma hacim kaybının gösterimi

Malzeme	Sertlik (HV)	Ortalama Hacim Kaybı (mm^3)
Cp-Ti	230	0,24 (0,07)
Ti-5Zr	302	0,18 (0,05)
Ti-10Zr	365	0,15 (0,06)

İnsan ağız içerisine yerleştirile saf titanyum ve titanyum alaşımların meydana gelen aşınma mekanizmalarının laboratuvar şartları çiğneme testleri altında esas olarak iki aşamada gerçekleştiğini söylemek mümkündür. Birinci aşamada, biyo-malzeme üzerinde ısırma kuvveti meydana geldiğinde elastik ve plastik davranışlar sergileyecektir. İkinci aşamada, aşınma yüzeyinde çiğneme hareketi ile aşınma izleri oluşacaktır. Bu nedenle, biyo-malzemenin aşınma alanını hem aşınma derinliği hem de yanal eksenler için analiz etmek önemlidir. Şekil 3, saf titanyum biyo-malzemesinin üzerinde etki eden dikey ve yatay eksenel yüklemenin oluşturduğu mikro-yapı örneğini göstermektedir.



Şekil 2. Deney numunelerinin aşınma test prosedürlerinden sonra yüzeyinden elde edilen 3 boyutlu ve 2 boyutlu derinlik ve yüzey analiz örneğinin gösterimi.



Şekil 3. Saf titanyum biyo-malzemesinin üzerinde etki eden dikey ve yatay eksenel yüklemenin oluşturduğu mikro-yapı örneğinin gösterimi.

Ağız içi tribolojik süreç çok karmaşık ve sürekli bir yapıya sahiptir. Bu yapı içerisine yerleştirilen biyo-malzemelerin zaman içindeki mekanik ve estetik davranışlarını belirlemek önem arz etmektedir. Çünkü ağız içerisine yerleştirilmiş bir biyo-malzemelerin zaman periyodundaki mekanik ve estetik davranışlarını doğru tahmin edebilmek tatminkar bir tedavi sürecinin oluşmasına büyük katkı sağlayacaktır. Biyo-malzemelerin mekanik ve estetik davranışlarını tahmin edebilmek için literatürde birçok in vivo ve in vitro test yöntemi geliştirilmiştir. [1-6]. Bununla birlikte, araştırmacılar, in vivo çalışmaların uzun zaman almasından, maliyetlerin yüksek olmasından ve etik nedenlerden dolayı in vitro test yöntemlerine doğru bir çalışma eğilimine girmişlerdir. İnsan ağız içi tribolojik sürecin karmaşık ve sürekli yapısının in vitro test parametrelerinde modellenmesi önemlidir. Örneğin çiğneme hareketi sırasında meydana gelen ısırma kuvveti sürekli değişken ve sürekli bir parametredir. Literatürde in vitro laboratuvar ortamında direkt temas (two-body) ve aşındırıcı ortam (three-body) aşınma test mekanizmalarını çeşitli biyo-malzemeler üzerinde gerçekleştiren birçok çalışma bulunmaktadır [7-10]. Ayrıca, intra-oral tribolojik süreç göz önüne alındığında, çiğneme testleri sırasında direkt temas aşınmasında termal değişim döngüsünün oluşmasının kaçınılmaz bir durum olduğu görülecektir. Ancak literatürde bazı çalışmalar intra-oral tribolojik süreç içerisinde termal döngü değişim sürecini aşınma mekanizmaları üzerindeki etkisi ihmal edilmiştir [4,11]. Bu nedenle, bu çalışmada laboratuvar ortam şartlarında gerçekleştirilen çiğneme test deneylerinde 3000 termal döngü parametresi aşınma test mekanizmasına dahil edilmiştir.

Literatürde kompozit restoratif malzemesinin aşınma direnci ile mikro sertliği arasında bir ilişki olduğu bildirilmiştir [12,13]. Bu çalışmada da test edilen saf titanyum ve titanyum alaşımlarının direkt-temas aşınma direnci ile mikro sertliği arasında lineer bir ilişki bulunmuştur. Literatürdeki farklı bir çalışmada

ise titanyum ve titanyum alaşımlarının sertliği ve aşınma direnci arasında lineer bir ilişki olmadığını bildirmiştir [4]. Diğer bir literatür çalışmasında, Ti-10Zr ve Ti-40Zr aralığı alaşımları arasındaki sertlik değerleri incelenmiş, alaşımdaki Zr oranının artırılmasıyla sertlik değerinin artırıldığı sonucuna varılmıştır [14]. Bu çalışmada, Ti-10Zr ve Ti-5Zr alaşım malzemelerinin yüzey sertliği, saf titanyum malzemesine göre önemli oranda yüksek elde edilmiştir. Bu sonucun oluşmasında martensite mikro yapı ve katı çözültü sertleşmesinin Ti-10Zr ve Ti-5Zr titanyum alaşımlarının yüzey sertliğinin artmasına katkıda bulunduğunu söylemek mümkündür.

4. Sonuç

Bu çalışmada in vitro(laboratuvar) ortamda elde edilen test sonuçlarına göre, titanyum alaşımları, aşınma test prosedürü sonrasında saf titanyuma göre daha iyi direkt-temas (two-body) aşınma direnci göstermiştir. Ayrıca saf titanyum içerisine eklenen zirkonyum elementi alaşımların yüzey sertliğini artırıcı bir etki oluşturmuştur. Ti-5Zr ve Ti-10Zr alaşımlarının saf titanyuma göre ağız içerisine biyo-malzeme olarak yerleştirildiğinde daha iyi mekanik davranışlar gösterebileceği laboratuvar test deney verileri ile tahmin edilmiştir. Daha sonraki çalışmalarda titanyum alaşımlarının aşındırıcı ortam (three-body) aşınma ve korozif ortam (corrosive wear) test deneylerinin de gerçekleştirilmesi canlı doku üzerindeki biyo-malzemelerin mekanik davranışı üzerindeki etkilerinin belirlenmesine katkı sağlayacaktır. Sonuç olarak, bu çalışma kapsamında elde edilen laboratuvar (in vitro) test verileri ile canlı doku üzerinde daha tatminkar bir tedavi sürecinin oluşturulmasında katkı sağlayacağı düşünülmüştür.

Kaynakça

- [1] Santos, R.L.P., Buciumeanu, M., Silva, F.S., Souza, J.C.M., Nascimento, R.M., Motta, F.V., Henriques, B. 2016. Tribological behavior of zirconia-

- reinforced glass-ceramic composites in artificial saliva. *Tribology International*, 103, 379-387.
- [2] Yılmaz, E.C., Sadeler, R. 2018. Investigation of Two- and Three-Body Wear Resistance on Flowable Bulk-Fill and Resin-Based Composites. *Mechanics of Composite Materials*, 54, 395-402.
- [3] Lawson, N.C., Cakir, D., Beck, P., Litaker, M.S., Burgess, JO. 2012. Characterization of third-body media particles and their effect on in vitro composite wear. *Dental Materials*, 28, 118-126.
- [4] Faria, A.C.L., Rodrigues, R.C.S., Claro, A.P.R.A., Mattos de, M.D.C., Ribeiro, RF. 2011. Wear resistance of experimental titanium alloys for dental applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 4, 1873-1879.
- [5] Yılmaz, E.Ç. 2019. Effect of Sliding Movement Mechanism on Contact Wear Behavior of Composite Materials in Simulation of Oral Environment. *Journal of Bio- and Tribo-Corrosion*, 5, 63-72.
- [6] Injeti, V.S.Y., Nune, K.C., Reyes, E., Yue, G., Li, SJ., Misra, RDK. 2019. A comparative study on the tribological behavior of Ti-6Al-4V and Ti-24Nb-4Zr-8Sn alloys in simulated body fluid. *Materials Technology*, 34, 1-15.
- [7] Yılmaz, E.C., Sadeler, R. 2018. Investigation of three-body wear of dental materials under different chewing cycles. *Science and Engineering of Composite Materials*, 25, 781-787.
- [8] Ghazal, M., Yang, B., Ludwig, K., Kern, M. 2008. Two-body wear of resin and ceramic denture teeth in comparison to human enamel. *Dental Materials*, 24, 502-507.
- [9] Hahnel, S., Schultz, S., Trempler, C., Ach, B., Handel, G., Rosentritt, M. 2011. Two-body wear of dental restorative materials. *J. Mech. Behav. Biomed Mater*, 4, 237-244.
- [10] Souza, J.C.M., Bentes, A.C., Reis, K., Gavinha, S., Buciumeanu, M., Henriques, B., Silva, FS., Comes, JR. 2016. Abrasive and sliding wear of resin composites for dental restorations. *Tribology International*, 102, 154-160.
- [11] Tkachenko, S., Datskevich, O., Kulak, L., Jacobson, S., Engqvist, H., Persson, C. 2014. Wear and friction properties of experimental Ti-Si-Zr alloys for biomedical applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 39, 61-72.
- [12] Abe, Y., Sato, Y., Taji, T., Akagawa, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G. 2001. An in vitro wear study of posterior denture tooth materials on human enamel. *Journal of Oral Rehabilitation*, 28, 407-412.
- [13] Zeng, J.Y., Sato, Y., Ohkubo, C., Hosoi, T. 2005. In vitro wear resistance of three types of composite resin denture teeth. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 94, 453-457.
- [14] Ho, W.F., Chen, W.K., Wu, S.C., Hsu, H.C. 2008. Structure, mechanical properties, and grindability of dental Ti-Zr alloys. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*, 19, 3179-3186.
- [15] Sutiman, D.M., Mareci, D., Nechita, TM., Iordache, I., Rosca, JCM. 2007. The electrochemical behaviour of some un-noble alloys in fusayama artificial saliva. *Macedonian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, 26, 57-63.
- [16] Heintze, S.D. 2006. How to qualify and validate wear simulation devices and methods. *Dental Materials*, 22, 712-734.