

**T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ALAGEYİK BOYNUZLARININ KOMPAKT BÖLGESİNİN
STATİK VE DİNAMİK YÜKLEMELER ALTINDA MEKANİK
KARAKTERİZASYONU**

DOKTORA TEZİ

CAN TUNCER

DENİZLİ, OCAK - 2023

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI



ALAGEYİK BOYNUZLARININ KOMPAKT BÖLGESİNİN
STATİK VE DİNAMİK YÜKLEMELER ALTINDA MEKANİK
KARAKTERİZASYONU

DOKTORA TEZİ

CAN TUNCER

DENİZLİ, OCAK - 2023

**Bu tez alıřması PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ BİLİMSEL
ARAŐTIRMA PROJELERİ tarafından 2020FEBE035 numaralı proje ile
desteklenmiŐtir.**

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın doğrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđine beyan ederim.

CAN TUNCER

ÖZET

**ALAGEYİK BOYNUZLARININ KOMPAKT BÖLGESİNİN STATİK VE
DİNAMİK YÜKLEMELER ALTINDA MEKANİK
KARAKTERİZASYONU
DOKTORA TEZİ
CAN TUNCER
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. MEHMET ORHAN)
DENİZLİ, OCAK - 2023**

Bu çalışmada, üstün mekanik özelliklere sahip Cervus Elaphus kızıl geyik boynuzlarının kompakt bölgesinin statik üç noktalı eğme, çekme, basma (Brazilian) deneyleri ve Split Hopkinson Basınç Çubuğu test düzeneğinde dinamik basma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Statik üç noktalı eğme deneylerinde geyik boynuzlarının yaşa bağlı olarak mekanik dayanımlarının değişimi belirlenmiş ve test sonrasında hasar gören numunelerin Taramalı Elektron Mikroskobu altında kırılma yüzeyleri ve çatlak ilerlemeleri kapsamlı olarak araştırılmıştır. Araştırma neticesinde osteonları birbirlerine bağlayan çapraz bağlı liflerin boyutlarının mekanik dayanıma olan etkileri incelenmiştir. Ayrıca hasar görmüş bu çapraz bağlı liflerin beş farklı bölgeden EDS analizi yapılmış ve liflerin hasar gördüğü bölgelerde yüksek oranda kırılma eğilimine sebep olan kurşun, civa ve kadmiyum gibi toksik elementlerin varlığı tespit edilmiştir. Statik çekme deneylerinde ise boynuzun büyüme eksenine boyunca çekme kuvveti uygulanmış olup çekme dayanımının ve elastik modülün sırasıyla 178 - 221 MPa ve 13 - 22 GPa arasında değiştiği gözlemlenmiştir. Statik çekme testleri aynı zamanda analitik bir model ile doğrulanmış olup yapı içerisindeki mineral ve kolajenin mekanik dayanıma olan etkileri incelenmiştir. Yarı-statik Brazilian testlerinde ise kompakt dokunun yükleme yönüne göre uzunlaşmasına yönde ortalama 43.8 MPa, enine yönde 44.5 MPa ve radyal yönde 31.5 MPa dolaylı çekme dayanımına sahip olduğu belirlenmiştir. Ayrıca dinamik yüklemelerde statik yüklemelere kıyasla mekanik dayanımın yaklaşık iki kat daha yüksek olduğu (uzunlaşmasına yönde ortalama 83.2 MPa) yani malzemenin deformasyon hızına bağlı olarak mekanik dayanımın arttığı tespit edilmiştir. Bu yöntemle test edilen numunelerin kırılma mukavemeti Weibull olasılığı ile belirlenmiş olup enine yöndeki numuneler uzunlaşmasına yöne göre daha gevrek bir kırılma davranışı sergilemiştir. Son olarak dinamik testlerde, uzunlaşmasına yönde Brazilian metoduna uygun bir kırılma gözlenirken enine yöndeki numunelerde global bir ezilme meydana gelmiştir. Bu ezilmenin nedeninin, yüksek test hızlarında kolajen fibrillerinin denatüre olması ve kolajen partikülleri arasındaki yapışmanın zayıflaması olduğu düşünülmektedir.

ANAHTAR KELİMELELER: Biyolojik malzemeler, Geyik boynuzu, Split Hopkinson Basınç Çubuğu, Eğme dayanımı, Çekme dayanımı

ABSTRACT

MECHANICAL CHARACTERIZATION OF COMPACT REGION OF RED DEER ANTLER UNDER STATIC AND DYNAMIC LOADINGS

Ph.D. THESIS

CAN TUNCER

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

MECHANICAL ENGINEERING

(SUPERVISOR: PROF. DR. MEHMET ORHAN)

DENİZLİ, JANUARY 2023

In this study, static three-point bending, tensile, compression (Brazilian) and dynamic (Split Hopkinson Pressure Bar test device) compression tests were performed on compact regions of Cervus Elaphus Red Deer antler having superior mechanical properties. In static three-point bending experiments, change in mechanical strength of deer antlers with age was observed. The fracture surfaces and crack propagation of the damaged samples were captured by Scanning Electron Microscopy. Furthermore, the effects of the dimensions of the cross-linking fibers connecting the osteons on the mechanical strength were investigated. EDS analyses were performed on five different locations of these damaged cross-linked fibers. Some toxic elements, such as lead, mercury, and cadmium, leading to high brittleness were detected on the cracked regions of the fibers. In the static tensile tests, the tensile strength and elastic modulus were found to be 178 - 221 MPa and 13 - 22 GPa, respectively. Static tensile tests were also verified with an analytical model considering effects of mineral and collagen content in the structure on mechanical strength. From quasi-static Brazilian tests, it was observed that the compact region of the deer antlers has an anisotropic structure and has an average indirect tensile strength i.e., 43.8 MPa in the longitudinal direction, 44.5 MPa in the transverse direction, and 31.5 MPa in the radial direction. Furthermore, the mechanical strength is approximately two times higher in dynamic loading compared to static loading (average 83.2 MPa in the longitudinal direction), that is, the mechanical strength depends on the loading rate of the material. The fracture strength of the samples tested by this method was also investigated by the Weibull survival probability, and the samples in the transverse direction exhibited more brittle fracture behavior than in the longitudinal direction. Finally, in the dynamic tests, a global crushing occurred in loadings transverse to osteon directions while a longitudinal fracture conforming to the Brazilian method was observed. This global crushing is thought to be due to the denaturation of collagen fibrils and the weakening of adhesion between collagen particles at high strain rate tests.

KEYWORDS: Biological materials, Deer antler, Split Hopkinson Pressure Bar, Bending strength, Tensile Strength

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	iv
TABLO LİSTESİ	viii
SEMBOL LİSTESİ	ix
KISALTMA LİSTESİ	xi
ÖNSÖZ.....	xii
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Biyolojik Malzemelerin Hiyerarşik Yapısı ve Mekanik Özellikleri	3
1.2 Kemiklerin Mikro & Makro Ölçekte Hiyerarşik Yapısı ve Mekanik Dayanımları	9
1.2.1 Kemiklerin Gözenekliliği ve Mineralizasyonu.....	12
1.2.2 Kemiklerin Mekanik Dayanımları	14
1.3 Geyik Boynuzlarının Oluşumu ve Hiyerarşik Yapısı.....	16
1.3.1 Geyik Boynuzlarının Kimyasal Bileşimleri.....	19
1.3.2 Geyik Boynuzları ile Kemiklerin Gözenekliliğinin Karşılaştırılması	21
1.3.3 Geyik Boynuzlarının Mekanik Dayanımları.....	23
1.4 Tez Çalışmasının Amacı ve Kapsamı	25
2. GEYİK BOYNUZLARININ ÜÇ NOKTALI EĞİLME DENEYİ VE KIRILMA TOKLUĞUNUN BELİRLENMESİ	27
2.1 Üç Noktalı Eğilme Test Numunelerinin Hazırlığı ve Test Prosedürü.....	29
2.2 Geyik Boynuzunun Eğilme Davranışı.....	31
2.3 Mikroskopik Gözlemler	35
2.4 Geyik Boynuzunun Mineralizasyonunun Belirlenmesi	43
3. GEYİK BOYNUZUNUN STATİK ÇEKME DENEYİ	48
3.1 Geyik Boynuzunun Çekme Davranışı	49
4. DOKUNUN ANALİTİK YÖNDEN MODELLENMESİ	52
4.1 Elastik Bölgenin Modellenmesi	55
4.2 Elastik/ İnelastik Dönüşümü	57
4.3 İnterfibriler Deformasyon.....	60
4.4 Makroskobik Gerilme ve Gerinim.....	61
4.5 Modelin Geliştirilmesi.....	63
5. YARI STATİK VE DİNAMİK KOŞULLAR ALTINDA ANİZOTROPİK GEYİK BOYNUZUNUN MEKANİK DAYANIMI	69
5.1 Mekanik Test Sonuçları.....	72
5.2 Kompakt Bölge Yoğunluğunun ve Yükleme Hızının Mekanik Dayanıma Etkisi	78
5.3 Mikroskopik Gözlemler	82
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	93
7. KAYNAKLAR.....	97
8. ÖZGEÇMİŞ.....	118

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Farklı gözenek desenlerine sahip malzemeler, a) seramik oksit, b) kare petekli TiC seramik c) bal peteği şeklinde Ni köpük (Liu ve Chen 2014).	1
Şekil 1.2: Gözenekli katı bir parçacığın şematik gösterimi, (a) kapalı gözenek, (b) ve (c) açık kör gözenekli (Sadece girişi açık sonu kapalı), (d) birbirine bağlanan gözenekler (Loucks ve diğ. 2012; Rouquerol ve diğ. 1994).	2
Şekil 1.3: Loxorhynchus Grandis yengeci dış iskeletinin hiyerarşik yapısı (Chen ve diğ. 2008 ^b).	4
Şekil 1.4: Biyolojik malzemelerde fibrillerin yükleme yönlerine göre şematik gösterimi lif yönüne göre a) dik b) paralel çekme kuvvetine maruz kalan numune (Chen ve diğ. 2018 ^b)	5
Şekil 1.5: Sedef kabuğunun hiyerarşik yapısının şematik olarak gösterimi (Kakisawa ve Sumitomo 2012).	6
Şekil 1.6: Fildişinin hiyerarşik yapısının şematik olarak gösterimi (Su ve Cui 1999).	7
Şekil 1.7: Ovis Canadesis türüne ait bir Amerika yaban koyunu boynuzu şematik gösterimi (Huang ve diğ. 2017)	8
Şekil 1.8: Kemiğin şematik hiyerarşik yapısı ve organizasyonu (Rho ve diğ. 1998)	10
Şekil 1.9: Kemiklerin nano yapısı içerisinde bulunan ve kolajen fibrilleri birbirlerine bağlayan kemik mineral kristallerinin şematik gösterimi (Ferdous ve diğ. 2011)	11
Şekil 1.10: Geyik boynuzunun oluşum süreci, a) yumuşak kadifemsi doku b) kadifemsi dokunun dökülmesi c) sert boynuz yapısı	16
Şekil 1.11: Geyik boynuzunun enine kesitinde tanımlı dört farklı histolojik bölge	17
Şekil 1.12: Geyik boynuzunun hiyerarşik yapısının şematik olarak gösterimi (Wegst ve diğ. 2015)	18
Şekil 1.13: Geyik boynuzunun farklı bölgelerinden alınan numuneler (Cappelli ve diğ. 2017)	19
Şekil 1.14: Geyik boynuzu ve sığır femur kemiğinin gözenekliliğinin karşılaştırılması; a) geyik boynuzunun enine kesiti b) geyik boynuzunun uzunlamasına kesiti c) sığır femur kemiğinin enine kesiti d) sığır femur kemiğinin uzunlamasına kesiti (Chen ve diğ. 2009)	22
Şekil 1.15: Geyik boynuzu (a,c) ve insan humerus kemiği (b,d) SEM görüntüleme tekniği ile 200 µm ölçekte gözenekliliği (Launey ve diğ. 2010)	23
Şekil 2.1: Üç noktalı eğilme testi için temin edilen kızıl geyik boynuzları a) altı b) beş c) iki çatalı geyik boynuzu.	28
Şekil 2.2: ASTM E399-90 Standardına göre test numunesinin boyutları	28
Şekil 2.3: Büyüme eksenini boyunca belirlenen mesafelerde altı, beş ve iki çatalı boynuzların kompakt kalınlık değişimi	29

Şekil 2.4:	Boynuzlardan numune hazırlama işlemi a) metal testere ile kesilmiş boynuzların enine kesiti b) boynuzun uzunlamasına kesiti c) nihai formda test için hazırlanan çentikli numune	30
Şekil 2.5:	Geyik boynuzunun üç noktalı eğme testinin yapılması a) Instron 8801 Servo-hidrolik Yorulma Test Cihazı b) Test numunesinin aparat üzerine yerleştirilmesi c) Hasara uğramış test numunesi	30
Şekil 2.6:	A grubundaki test numunelerinin deneysel Yük-Deplasman ve Gerilme Gerinim eğrileri	33
Şekil 2.7:	B grubundaki test numunelerinin deneysel Yük-Deplasman ve Gerilme Gerinim eğrileri	33
Şekil 2.8:	Osteonlar boyunca mikroskobik CLF'lere daha yakından bir bakış a) SB-A için CLF'lerin ortalama kalınlıkları 2.05 - 2.33 μ m'dir. b) FB-A için CLF'lerin ortalama kalınlıkları 1.04 - 1.36 μ m'dir. c) TB-A için CLF'lerin ortalama kalınlıkları 0.69 - 1.37 μ m'dir.	34
Şekil 2.9:	SEM analizlerinde lif yapılarının ve yönelimlerinin şematik gösterimi a) Çapraz bağlanan liflerle bağlanan osteonlar b) Mikro fibrillerle çapraz bağlanan liflerin ayrıntıları c) Mikro fibrillerin düzenli yapısı d) Mikro fibrillerin üzerindeki tüy biçimindeki fibriller (nano-fibriller).....	35
Şekil 2.10:	Hasara uğramış geyik boynuzunun kompakt SB-A bölgesinin 200 μ m ölçeğinde SEM görüntüsü.....	36
Şekil 2.11:	Şekil 2.10'da belirtilen A bölgesinin 100 μ m ölçeklerde SEM görüntüsü. Yeşil ve kırmızı kesikli çizgiler osteon delaminasyonunu göstermektedir. Sarı oklar hem bir osteonun yönünü hem de iki komşu osteonu birbirine bağlayan CLF'leri göstermektedir.....	37
Şekil 2.12:	Şekil 2.10'daki A bölgesinin 20 μ m ölçeklerde SEM görüntüsü. Sarı daire ile gösterildiği gibi lif demetleri tek bir CLF oluşturur	38
Şekil 2.13:	CLF'nin köklerinin a) 2 μ m ve b) 1 μ m ölçeğinde büyütülmüş görünümü	39
Şekil 2.14:	Hasara uğramış FB-A numunesinin 200 μ m ölçekte SEM görüntüsü. Osteon i ve j iki komşu lifi temsil eder	40
Şekil 2.15:	Şekil 2.14'te SEM görüntüsü gösterilen boynuz numunesinin bağ köprüleme bölgesi a) 2 μ m, 5000x yakınlaştırmada b) 2 μ m, 16 000x yakınlaştırmada c) 1 μ m, 25 000x yakınlaştırmada görünümü	41
Şekil 2.16:	Şekil 2.14'te B ile gösterilen bölgesinin a) 100 μ m b) 10 μ m ölçeğinde SEM görüntüsü	42
Şekil 2.17:	Hasara uğramış TB-A numunesinin 200 μ m ölçekte SEM görüntüsü.....	42
Şekil 2.18:	Şekil 2.17'de B ile gösterilen bölgenin a) 20 μ m b) 2 μ m ölçekte SEM görüntüsü.....	43
Şekil 2.19:	FB-A örneğinin kırılma bölgesindeki çapraz bağlanan liflerin EDS analizleri için örnek alınan bölgeleri	44
Şekil 3.1:	Geyik boynuzunun kompakt bölgesinden alınan çekme testi numuneleri ve boyutları	48
Şekil 3.2:	Shimadzu AG-X geleneksel test cihazı.....	49

Şekil 3.3:	Statik çekme test neticesinde her bir numunenin gerilme – gerinim eğrileri.....	50
Şekil 4.1:	Geyik boynuz dokusunun farklı ölçeklerde model şeması a) kompakt bölgeden hazırlanan çekme test numunesi ve bu bölgenin uzunlamasına yönde yaklaşık 200 µm genişliğinde kesitinin b) yaklaşık 1 µm ölçeğinde fibril dizisinin c) yaklaşık 100 nm ölçeğinde kolajen ve mineralden oluşan fibrilin şematik gösterimi ve model içerisinde kullanılan denklemler. (Gupta ve diğ. 2013).	54
Şekil 4.2:	Çekme testi sonucunda elde edilen verilerin ortalaması ve akma noktasının belirlenmesi	59
Şekil 4.3:	Çekme testinin ortalama deneysel verileri ve model tahmini için makroskobik gerilme gerinim eğrisi	62
Şekil 4.4:	Çekme testinin ortalama deneysel verileri, geliştirilen model ($\Phi_1 = 0.71$) ve Gupta modelinin ($\Phi_1 = 1$) makroskobik gerilme gerinim eğrisi	67
Şekil 5.1:	Yarı statik ve dinamik testler için temin edilen geyik boynuzu ve yönlerinin tayini (P1 uzunlamasına yön, P2 enine yön ve P3 radyal yön).....	70
Şekil 5.2:	a) Dinamik Brazilian SHPB test düzeneğinin şematik gösterimi ve b) SHPB test sonuçlarının voltaj okuması.....	72
Şekil 5.3:	Brazilian test numunelerinin test öncesi ve sonrası resimleri a) enine, b) uzunlamasına ve c) radyal yönde	73
Şekil 5.4:	a) Enine, radyal ve uzunlamasına yönlerde gerilim-deplasman eğrileri ve b) yükleme yönü ile çekme mukavemeti değişimi	74
Şekil 5.5:	a) Boynuz uzunlamasına yönünde SHPB gerilme-deplasman ve deformasyon hızı-deplasman eğrileri (dört test) ve b) bir SHPB numunesinin farklı zamanlarda deformasyon resimleri.	76
Şekil 5.6:	Enine ve uzunlamasına yön için Weibull olasılığı P(V) – dayanım eğrileri.....	77
Şekil 5.7:	Yarı statik testler neticesinde maksimum gerilmenin numunenin normalize kompakt bölge yoğunluğuna göre değişimi	78
Şekil 5.8:	Yarı statik testler neticesinde elastik modülün numunenin normalize kompakt bölge yoğunluğuna göre değişimi	79
Şekil 5.9:	Dinamik testler neticesinde maksimum gerilmenin numunenin normalize kompakt bölge yoğunluğuna göre değişimi	80
Şekil 5.10:	Dinamik testler neticesinde maksimum gerilmenin gerinim hızına göre değişimi	81
Şekil 5.11:	SEM mikrografları, osteon büyüme yönüne göre, a) normal ve b) osteon büyüme yönü boyunca bir yönde yarı statik olarak sıkıştırılmış uzunlamasına numunelerin enine kesitlerini göstermiştir.....	83
Şekil 5.12:	Yarı-statik Brazilian test numunelerinin a) enine ve b) uzunlamasına yönde kırılma yüzeylerini gösteren SEM mikrografları.....	84
Şekil 5.13:	Yarı-statik enine yönde bir numunenin kırılma yüzeylerini gösteren SEM mikrografları a) eşmerkezli ve interstisyel lamellerin daha küçük, b) daha yüksek yakınlaştırmada, c) eşmerkezli lameller ve Haversian kanalı, d) c'de eşmerkezli lameller ve lifler e) osteositleri gösteren delamine eşmerkezli	

lameller ve f) e'de gösterilen eşmerkezli lamellerin yakınlaştırılmış görüntüsü.....	85
Şekil 5.14: Yarı-statik uzunlamasına bir numunenin kırılma yüzeylerini gösteren SEM mikrografları a) eş merkezli ve interstisyel lamelleri (a) daha küçük ve (b) orta ve (c) daha büyük yakınlaştırmada, (d) (c)'de kolajen liflerini gösteren yakınlaştırılmış eşmerkezli lamelleri ve fibriller, (e) (c)'de hasara uğramış lif ve fibrilleri gösteren yakınlaştırılmış interstisyel lamel, (f) eşmerkezli ve interstisyel lamel bölgeleri arasındaki hasar mekanizmasının değişimini gösteren eşmerkezli ve interstisyel lameller arasındaki bir kırılma bölgesi	86
Şekil 5.15: Dinamik bir uzunlamasına yöndeki numunenin eşmerkezli ve interstisyel lamellerin kırılma yüzeylerini gösteren SEM mikrografları (a) daha düşük ve (b) orta ve (c) daha yüksek yakınlaştırmada, (d) ve (e) yakınlaştırılmış interstisyel lamel bölgesi ve (f) delamine eşmerkezli osteositleri gösteren lameller	87
Şekil 5.16: (a-b) Osteon büyüme yönüne normal bir yönde (kırık değil) bir dolaylı basma testi uzunlamasına numunesinin parlatılmış enine kesitinin SEM mikrografları.....	89
Şekil 5.17: (a-b) Osteon büyüme yönüne normal bir yönde (kırık değil) bir dolaylı basma testi uzunlamasına numunesinin parlatılmış enine kesitinin SEM mikrografları (a) LCB: lakuna çatlak köprüleme, LCBD: lakuna çatlak köprüleme ve sapma ve ICD: arayüz çatlak sapması ve ICB: arayüz çatlak köprüleme ve (b) ICT: arayüz çatlak burulması.....	89
Şekil 5.18: (a-d) Osteon büyüme yönüne normal bir doğrultuda (kırık değil) bir dolaylı basma testi uzunlamasına numunesinin parlatılmış enine kesitinin SEM mikrografları, lakunalar (osteositler) boyunca eşmerkezli lamellerin delaminasyonunu gösterir	90
Şekil 5.19: Enine yönde dinamik yüklemeye tabi tutulan global olarak ezilmiş bir numunenin görünümü (a) tüm numune (b) 1 mikrometrede bir denatüre kolajen lifler (c) bir denatüre yüzey (d) Bir ana osteonun yüzeyinde uzanan denatüre kolajen lifleri (e) laminasyonun meydana geldiği bölgeler.	91

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1.1: Geyik boynuzlar için Cappelli ve diğ (2017) ve Landete ve diğ. (2010) mineral analiz sonuçları.....	20
Tablo 2.1: Deneysel çalışma için temin edilen boynuzların özellikleri.....	27
Tablo 2.2: Üç noktalı eğilme testi sonuçları (σ_f Eğilme dayanımı, ε_f eğilme gerinimi, E_f Eğilme modülü, K_{Ic} kırılma tokluğu ve ρ görünür yoğunluk)	32
Tablo 2.3: CLF'lerin uzunluğu ile birlikte EDS tarafından yapılan element analizleri, bir elementin ağırlıkça yüzdesini gösterir. Bu değerler, üç CLF'deki ölçümlerin ortalamasıdır.....	44
Tablo 2.4: Tablo 2.3'te gösterilen ağırlık yüzdesine göre konsantrasyonların ortalama değerlerinin, diğer çalışmaları ile karşılaştırılması.	46
Tablo 3.1: Statik çekme testi sonuçları (σ_e gerilme, ε gerinim, σ_Y akma gerilmesi, E elastik modülü, WOF absorbe edilen enerji).....	50
Tablo 4.1: Analitik modelde kullanılan terimler ve indisler.....	54
Tablo 4.2: Analitik modelde kullanılan parametreler.....	61
Tablo 4.3: Geliştirilen analitik modelde kullanılan parametreler	66
Tablo 5.1: Eğri uydurma yönteminden elde edilen parametreler	80

SEMBOL LİSTESİ

K_c	:	Kırılma tokluğu (MPa•m ^{1/2})
Q	:	Kırılma geometrik faktörü
a	:	Çentik uzunluğu (mm)
E	:	Elastik modül (GPa)
μ	:	Kayma modülü (N/mm ²)
ρ	:	Görünür yoğunluk (g/cm ³)
U	:	Darbe işi (kJ/m ²)
σ_{ut}	:	Nihai çekme dayanımı (MPa)
σ_f	:	Eğilme dayanımı (MPa)
P	:	Uygulanan yük (N)
L	:	Test cihazı aparatları arasındaki açıklık (mm)
w	:	Numune genişliği (mm)
b	:	Numune kalınlığı (mm)
ε_f	:	Eğilme gerinimi (mm/mm)
m_e	:	Yük-yer değiştirme eğrisinin eğimi
σ_e	:	Çekme gerilmesi (MPa)
L₀	:	Test numunesinin ilk uzunluğu (mm)
D	:	Test numunesinin çapı (mm)
d_s	:	Deplasman (mm)
σ_s	:	Maksimum gerilme (MPa)
d_s	:	Deformasyon hızı (m/s)
A_b	:	Çubuk kesit alanı (mm ²)
A_s	:	Numune kesit alanı (mm ²)
E_b	:	Çubuk elastik modülü (GPa)
c_b	:	Çubuk elastik dalga hızı
t	:	Zaman (μs)
ε_R	:	Yansıtılan gerinim (mm/mm)
ε_{Tr}	:	İletilen gerinim (mm/mm)
σ₀	:	Karakteristik gerilme (MPa)
m	:	Weibull modülü ()
ε_F	:	Fibril çekme gerinimi (mm/mm)
σ_F	:	Fibril çekme gerilmesi (MPa)
ε_{IF}	:	İnterfibriller matrix çekme gerinimi (mm/mm)
σ_{IF}	:	İnterfibriller matrix çekme gerilmesi (MPa)
ε_T	:	Geyik boynuz dokusunun çekme gerinimi (mm/mm)
σ_T	:	Geyik boynuz dokusunun çekme gerilmesi (MPa)
ε_M	:	Mineral trombosit çekme gerinimi (mm/mm)
σ_M	:	Mineral trombosit çekme gerilmesi (MPa)
η_{IF}	:	İnterfibriller matrix kayma gerinimi (%)
τ_{IF}	:	İnterfibriller matrix kayma gerilmesi (MPa)
η_C	:	Kolajen matrix kayma gerinimi (%)
τ_C	:	Kolajen matrix kayma gerilmesi (MPa)
ρ₁	:	Fibril en boy oranı
ρ₂	:	Mineral trombosit en boy oranı
Φ₁	:	Doku içerisindeki fibrilin hacimsel oranı
Φ₂	:	Fibril içerisindeki mineralin hacimsel oranı
E_F	:	Fibril elastik modülü (GPa)

- E_{IF}** : İnterfibriller matrix elastik modülü (GPa)
 E_T : Geyik boynuz dokusunun elastik modülü (GPa)
 E_M : Mineral trombosit elastik modülü (GPa)
 E_C : Kolajen matrix elastik modülü (GPa)
 G_{IF} : İnterfibriller matrix kayma modülü (GPa)
 G_C : Kolajen matrix kayma modülü (GPa)
 σ_c : Yarı statik Brazilian test sonucu elde edilen gerilme (MPa)
 σ_c^d : Dinamik Brazilian test sonucu elde edilen gerilme (MPa)

KISALTMA LİSTESİ

SEM	:	Taramalı elektron mikroskobu
EDS	:	Enerji dağılım spektrometrisi
WOF	:	Absorbe edilen enerji
BS	:	Eğilme dayanımı
Os	:	Osteon
Vo	:	Volkman kanal
Va	:	Vasküler kanal
La	:	Lakuna
I	:	İnsterstisyel Kemik
SB-A	:	Altı çatallı geyik boynuzu
FB-A	:	Beş çatallı geyik boynuzu
TB-A	:	İki çatallı geyik boynuzu
CLF	:	Çapraz bağlı lif
SHPB	:	Split Hopkinson Basınç Çubuğu
SHTB	:	Split Hopkinson Tension Bar
LCB	:	Lakuna çatlak köprülemesi
LCBD	:	Lakuna boşluk çatlak köprülemesi ve burulması
ICD	:	Arayüzey çatlak sapması
ICT	:	Arayüzey çatlak burulması
LD	:	Yükleme yönü
SAXD	:	Küçük açılı X-ışını kırınımı deneyi

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın her aşamasında yakından ilgi ve desteğini gördüğüm; çalışmalarımın yönlendirilmesi ve sonuçlandırılmasında büyük emeği geçen tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Mehmet ORHAN hocama, çalışma sürecinde manevi anlamda her zaman desteğini gördüğüm Sayın Dr. Mehmet Doğan ELBİ hocama teşekkürlerimi sunarım.

Mekanik deney sürecinde laboratuvar çalışmalarında desteklerini esirgemeyen Prof. Dr. Mustafa Güden hocama ve Mustafa Kemal Sarıkaya başta olmak üzere tüm İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsüne ve doktora dönemimin başından beri beni cesaretlendiren, destekleyen ve verdikleri bilgileri, tecrübeleri ve fikirleriyle bu noktaya gelmemi sağlayan tez komitesi üyesi hocalarım, Prof. Dr. Ahmet Hanifi ERTAŞ, Doç. Dr. Veysel ALKAN, Doç. Dr. Yasin YILMAZ, hocalarıma minnetimi sunarım.

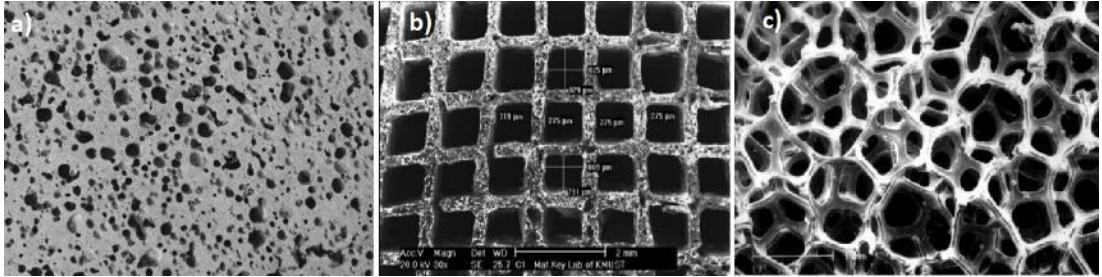
Projeyi maddi açıdan destekleyen Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimine ve doktora çalışmalarım süresince burs desteği sağlayan TÜBİTAK 2211/A doktora burs programı ve YÖK 100/2000 Öncelikli Alan doktora burs programına teşekkürlerimi borç bilirim.

1. GİRİŞ

Gözenekli malzemeler; temel çerçeveyi oluşturan sürekli bir katı fazı ve gözenek içerisinde sıvı ve/veya gaz bulunan bir madde ortamıdır. Bu nedendir ki fonksiyonel malzeme olarak dikkate alınırlar (Voort ve diğ. 2019). Yapay ve doğal birçok örneği mevcut olan bu malzemeler; biyolojik uygulamalar, zırh uygulamaları, hafif konstrüksiyon uygulamaları, otomotiv, uçak ve uzay endüstrisi gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Günümüzde, seramiklerde ve metallerde işlevsel olarak kullanımının yanında (Gibson ve Ashby 1997; Banhart ve diğ. 1997) gözenekli malzemeler, çoğunlukla ahşap ve kemik yapıları da dahil olmak üzere birçok yapısal uygulamada ikame edilmektedir (Liu ve Lang 2001; Liu ve diğ. 2001). Gözenekli katı malzemeler,

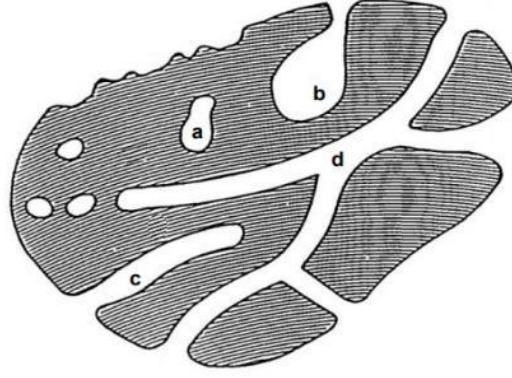
- Gözenek sayılarına,
- Mikro-gözenekli, mezo-gözenekli ve makro-gözenekli olmak üzere boyutlarına, ve
- Şekline (bal peteği, üçgen, kare vb.)

göre sınıflandırılmaktadır (Şekil 1.1) (Yang ve diğ. 2017).



Şekil 1.1: Farklı gözenek desenlerine sahip malzemeler, a) seramik oksit, b) kare petekli TiC seramik c) bal peteği şeklinde Ni köpük (Liu ve Chen 2014).

Gözenekler Şekil 1.2’de görüldüğü gibi; açık gözenekler (giriş ve çıkış noktaları olan gözenekler), kapalı gözenekler, kör gözenekler ve birbirine bağlanan gözenekler şeklinde ayrılırlar (Loucks ve diğ. 2012; Rouquerol ve diğ. 1994).



Şekil 1.2: Gözenekli katı bir parçacığın şematik gösterimi, (a) kapalı gözenek, (b) ve (c) açık kör gözenekli (Sadece girişi açık sonu kapalı), (d) birbirine bağlanan gözenekler (Loucks ve diğ. 2012; Rouquerol ve diğ. 1994).

Şekil 1.2’de gösterilen açık gözenekler malzeme yüzeyi ile bağlantılı olup adsorpsiyon, ayrıştırma, membran, filtrasyon özellikleri sebebiyle tercih edilmektedirler. Kapalı gözenekler ise dış ortamdan tamamen izole olup ses, ısı yalıtımı ve hafif yapısal uygulamalarda kullanılırlar. Biyolojik malzemelerde ise bu gözeneklerin temel görevi besleyici akışkanların geçişine olanak sağlayarak yapının oluşumuna ve gelişimine katkı sağlamaktır. Aynı zamanda bu gözenekler, biyolojik malzemelerin birçoğuna yüksek darbe sönümleme kabiliyeti kazandırmaktadır. Gözeneklerin boyutları ve şekilleri bu bakımdan çok önemlidir. Biyolojik malzemelerde artan gözeneklilik sebebiyle kırılabilirliğin arttığı ve mekanik dayanımın önemli ölçüde düştüğü göz ardı edilmemelidir. Gözenekli biyolojik malzemelerden biri olan geyik boynuzunun oldukça iyi mekanik özellikleri bilimsel olarak uzunca bir süredir dikkat çekmektedir. Bu nedenle bu tez çalışması gözenekli biyolojik malzemelerden biri olan Cervus Elaphus Alageyik boynuzunun mekanik özelliklerinin belirlenmesine odaklanmaktadır. Çalışma kapsamında öncelikli olarak, literatürde farklı hiyerarşik yapılara sahip biyolojik malzemelerin mekanik özelliklerine değinilmiş, devamında ise geyik boynuzlarına benzerliği ile bilinen kemiklerin yapısı ve mekanik özellikleri anlatılmıştır. Takip eden bölümlerde ise geyik boynuzlarının kompakt dokusundan temin edilen çeşitli geometrilere sahip numunelerin mekanik testleri gerçekleştirilmiş ve dokunun mekanik davranışı tartışılmıştır.

1.1 Biyolojik Malzemelerin Hiyerarşik Yapısı ve Mekanik Özellikleri

Biyolojik malzemeler olağanüstü hiyerarşik yapıları ve yüksek mekanik dayanımları sebebiyle ilgi görmektedir (Chen ve diğ. 2008^a). Yapısal biyolojik malzemeler çok sayıda işlevi yerine getirirler. Örneğin;

- Boynuzlar, kırılmadan esner ve darbeye dayanırlar,
- Denizde yaşayan kabuklu canlılar, korunma amaçlı dayanıklı ve serttirler,
- Kemikler ve dişler, burkulmadan veya çatlamadan basma kuvvetlerine karşı dayanıklıdırlar,
- Bitkiler, yırtılmaya karşı dayanıklıdırlar.

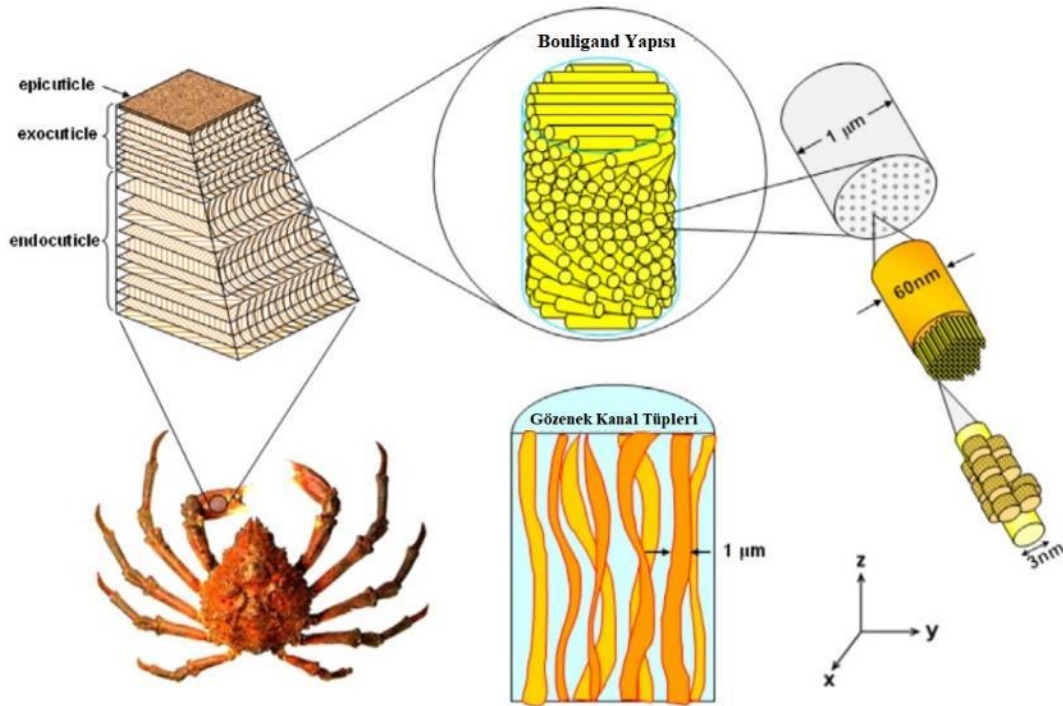
Biyolojik sistemler içerisinde bulunan temel polimerler ve proteinler oldukça zayıf mekanik dayanımlara sahiptir. Fakat bu proteinler ve polimerler yapı içerisinde lifler ve matriks malzemesi olan hidroksiapatit ile birleşerek dayanıklı bir yapı oluştururlar. Biyo-mineralize yapılarda; örneğin, kemikler, dişler ve boynuzlarda hidroksiapatit bileşimi ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$) ve kolajen; deniz kabukları, kuş yumurtaları, kabuklular ve mercanlarda kalsit formu (CaCO_3) ana bileşendir. Burada kolajen, tendon, bağ, deri, kan damarları, kas ve kıkırdak gibi oluşumlarda ve hayvanların yumuşak ve sert dokularında bulunan temel yapısal elemandır. Hidroksiapatit bileşimi ise tek başına oldukça düşük bir kırılma tokluğuna ($0.5 - 1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) ve yüksek elastik modüle ($80 - 110 \text{ GPa}$) sahiptir (Khanal ve diğ. 2016; Bonfield ve Li 1967). Fakat hidroksiapatit kristalleri kolajen matris arasında birikerek lifleri birbirlerine bağlar ve böylece kolajenin ve hidroksiapatitin yüksek elastik özellikleri, yapının kırılma tokluğunu artırmaya yardımcı olur (Wahl ve Czernuszka 2006; Fıcaı ve diğ. 2009).

Bunun yanında biyolojik malzemelerde hiyerarşik düzen birçok işlevi bir araya getirmekle yükümlüdür (Meyers ve diğ. 2008). Örneğin;

- Kemikler: vücut için yapısal destek ve kan hücresi oluşumu gibi işlevleri yerine getirmelidir.
- Eklem bacaklıların yapısında bulunan kitin bazlı dış iskeletler: kaslar için bağlantı, çevreden gelebilecek dış tehditlere karşı koruma ve su geçirmeye engel olmalıdır.

- Ağaç gövdeleri ve kökleri: yapısal destek ve besin aktarımına olanak sağlamalıdır.
- Böceklerin antenleri: mekanik dayanımı sağlamakla birlikte çevrede oluşan termal ve kimyasal değişimleri tespit edebilmelidir.

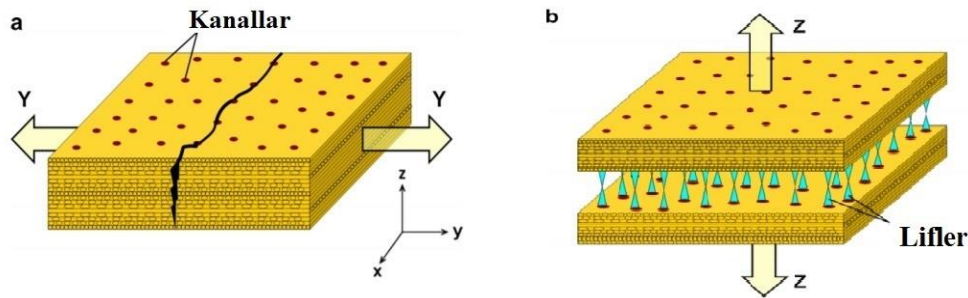
Bu işlevleri bir araya getirme hususunda hiyerarşik yapı önemli rol oynar. Örneğin eklembacaklılar sınıfının bir üyesi olan yengecin dış iskelet yapısı, yüksek oranda kalsiyum karbonat içermektedir. Bu yapı incelendiğinde (Şekil 1.3) en dış bölge, mumsu bir katman olan epikütikül adı verilen ince bir su geçirmez film tabakasıdır. Epikütikül tabakasının altında mekanik etkilere karşı dayanıklı olan prokütikül tabakası bulunmaktadır. Bu tabaka da kendi içerisinde benzer bileşime sahip olan dış kütikül ve iç kütikül olmak üzere iki bölgeye ayrılır. İç kütikül, dış iskelet yapısının yaklaşık %90'ını oluşturmaktadır (Chen ve diğ. 2008^b).



Şekil 1.3: Loxorhynchus Grandis yengeci dış iskeletinin hiyerarşik yapısı (Chen ve diğ. 2008^b)

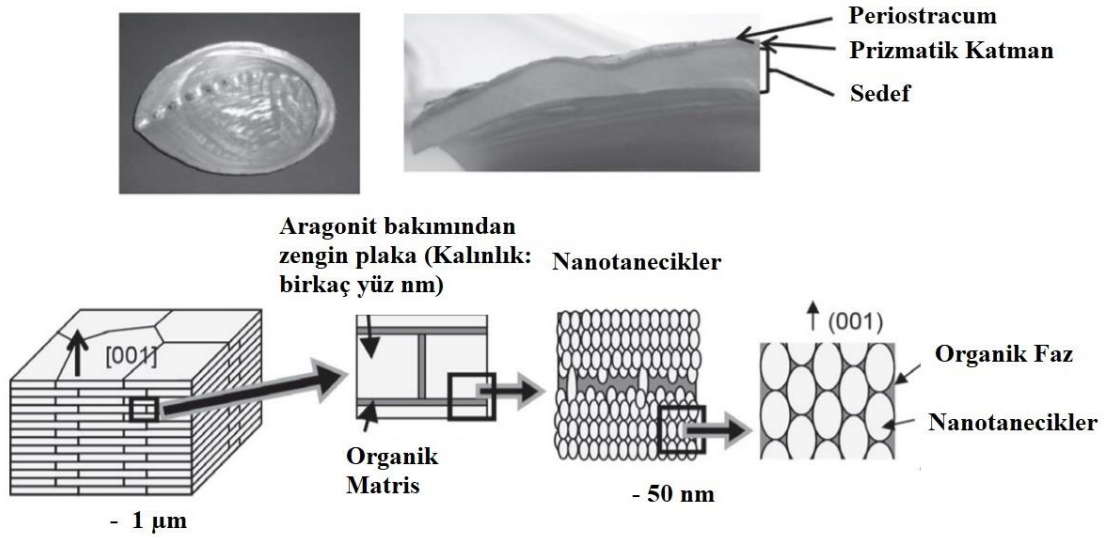
Şekil 1.3' te hiyerarşik yapısı gösterilen yengeç dış iskeleti incelendiğinde, gözenek kanal tüpleri içerisinde 3 nm çapında ve 300 nm uzunluğunda fibrillerden oluşan, uzun zincirli polisakkarit kitinler bulunmaktadır. Proteinlerle kaplı bu fibriller, çapı 60 nm olan lif demetleri şeklinde birleşirler ve birbirlerine paralel yönlenerken düzlemleri, bu düzlemler de 180° dönerek Bouligand yapısı adı verilen katman yığını oluşturur

(Giraud-Guille 1998). Chen ve diğ. (2008^b) ıslak ve kuru bu yapının mekanik dayanımları incelemişler ve lif yönünde kesit alınması durumunda, ıslak numunelerde elastik modülün, kırılma dayanımının ve tokluğunun sırasıyla 518 ± 72 MPa, 31.5 ± 5.4 MPa ve 1.02 ± 0.25 MPa olduğunu gözlemlemişlerdir. Fakat kuru numunelerde elastik modülün % 44'lük bir artışla 764 ± 83 MPa olduğunu ancak kırılma dayanımının 12.9 ± 1.7 MPa ve tokluğun 0.11 ± 0.03 MPa'a kadar düştüğünü rapor etmişlerdir. Chen ve diğ. (2008^b) bu çalışmalarında yengeç dış iskeletinde ıslak numunelerin daha dayanıklı olmasının sebebi olarak bazı lif demetlerinin düzensiz yönelmesi olduğunu belirtmişlerdir. Fakat kuru test numunelerde ise liflerin ıslak numunelere göre daha düzenli ve kırılma yüzeylerinin daha düz bir görünüme sahip olduğunu vurgulamışlardır. Bu bağlamda lif demetlerinin yönelimleri ve uygulanan kuvvete göre kırılma mekanizması şematik olarak Şekil 1.4'te gösterilmiştir. Şekilde belirtilen koordinat sistemine göre y ekseninde bir çekme gerilmesine maruz kalan numuneler, z eksenine göre daha düşük bir dayanıma sahiptir. Ayrıca Şekil 1.4b'de z eksen yönünde bir çekme kuvveti uygulandığında iç ve dış kütikül tabakaları ara yüzünde kırılma eğilimi gösterilmektedir. (Chen ve diğ. 2008^b).



Şekil 1.4: Biyolojik malzemelerde fibrillerin yüklemeye göre şematik gösterimi lif yönüne göre a) dik b) paralel çekme kuvvetine maruz kalan numune (Chen ve diğ. 2018^b)

Bir başka biyolojik malzeme olan sedef kabuğunun görevi dışarıdan gelen saldırılara karşı kırılma enerjisini absorbe ederek kabuğun kırılmasına engel olmaktır. Sedef kabuğunun yapısı, hacimsel olarak yaklaşık %95 oranında CaCO_3 içermekle birlikte, bu yapının kırılma işi saf CaCO_3 'e göre üç kat yüksektir. (Jackson ve diğ. 1988). Bu dayanıma etki eden etmenlerden en önemlisi Şekil 1.5'te görüldüğü üzere kabuğun hiyerarşik yapısıdır (Kakisawa ve Sumitomo 2012).

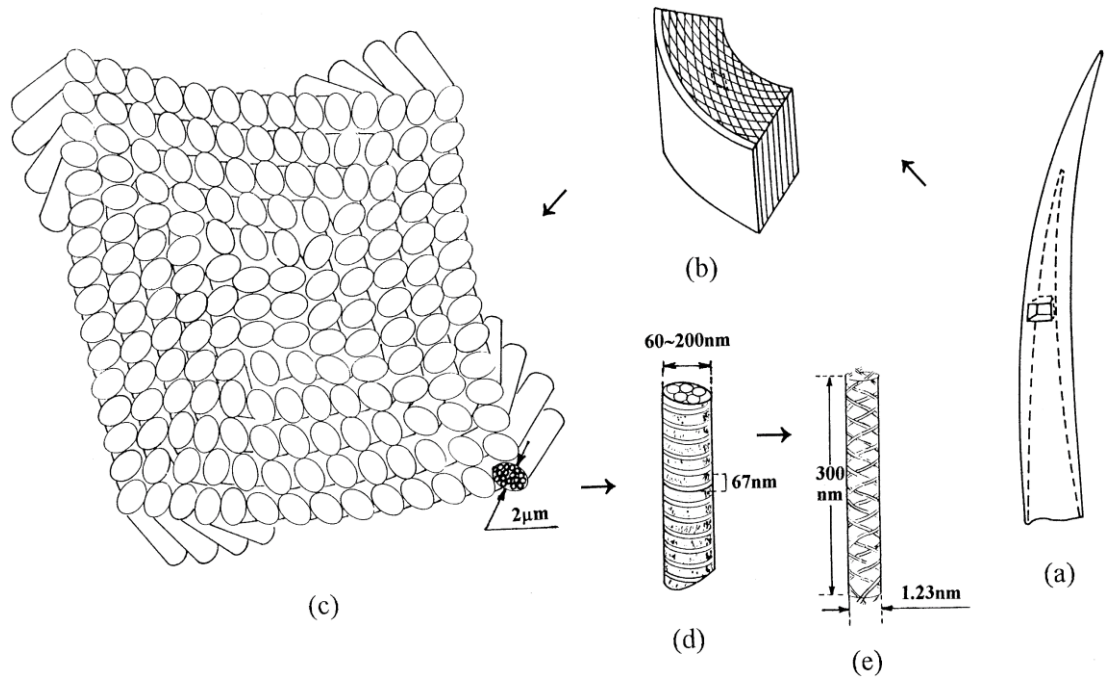


Şekil 1.5: Sedef kabuğunun hiyerarşik yapısının şematik olarak gösterimi (Kakisawa ve Sumitomo 2012).

Sedef kabuğunun en dış katmanı periostrakum adı verilen koruyucu zar ile kaplıdır. Sedef kabuğunun iç katmanı organik polimer matrisle ayrılmış, son derece düzenli yönetime sahip, CaCO_3 bakımından zengin bir yapıdır. Tekli trombositler yaklaşık 5 μm genişliğe ve 200 - 900 nm kalınlığa sahip olup, düşey eksen boyunca düzgün bir şekilde hizalanmıştır. Trombositler arasındaki organik tabakalar, çözünebilir proteinler ile sıkıştırılmış, bir kitin tabakasından oluşmaktadır (Weiner ve Traub 1984; Nakahara ve diğ. 1982). Gelişimi tamamlanmış bir sedef kabuğunun ıslak ve kuru numuneleri üzerinde gerçekleştirilen mekanik testler göstermiştir ki kabuk eksenine dik ve enine yönde alınan ıslak numunelerin elastik modülü, kırılma tokluğu, eğilme dayanımı ve çekme dayanımının sırasıyla 58 - 70 GPa, 3.7 - 4.5 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$, 223 - 309 MPa ve 78 - 130 MPa arasında iken kuru numunelerde 68- 90 GPa, 3.3 - 4.6 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$, 280 - 289 MPa ve 90 - 167 MPa civarındadır (Kakisawa ve Sumitomo 2012). Yengeç dış iskeletinin aksine, sedef kabuğu kuru test numuneleri ıslak test numunelerine göre daha yüksek dayanım göstermiştir. Sedef kabuğunun kuru numunelerde, yengeç dış iskeletinin ise ıslak numunelerde daha yüksek mekanik dayanım göstermesinin nedeni yapının bileşenleri ve hidrasyon ile güdülenen bu bileşenlerin etkileşimleridir. Bu durum biyolojik malzemelerin her birinin kendi içerisinde değerlendirilmesi gerektiğini göstermektedir.

Bir diğer doğal malzeme olarak karşımıza çıkan fildişi de yapı ve mekanik özellik araştırmaları için önemli adaylardan biridir. Fillerin savunma amaçlı kullandığı dişler Tip I kolajen fibrilleri, hidroksiapatit ve magnezyum temelli bir kompozisyona

sahiptir. Fildişinin yapısı, diğer memeli dişlerinin dentin yapısı bakımından ayrılmaktadır.

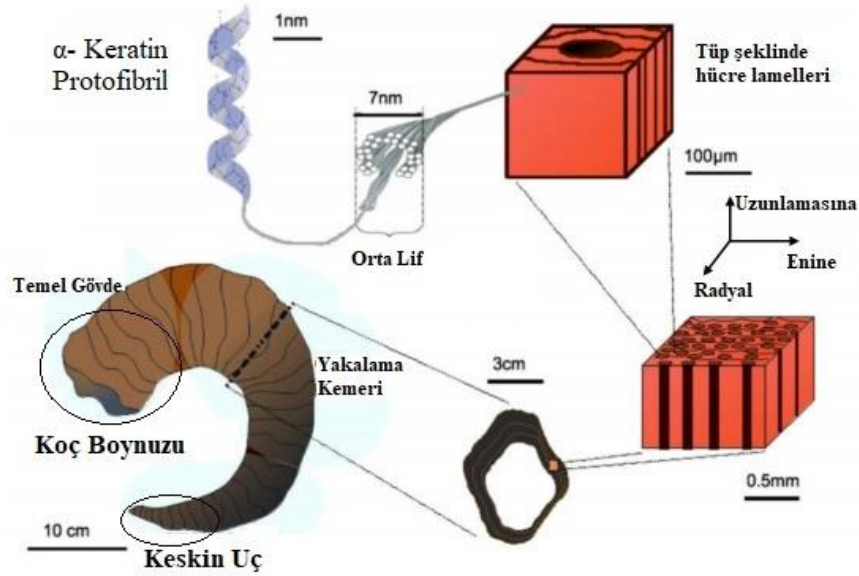


Şekil 1.6: Fildişinin hiyerarşik yapısının şematik olarak gösterimi (Su ve Cui 1999)

Şekil 1.6' da gösterildiği gibi fildişinden bir kesit alındığında, düzenli bir ağ yapısı içerisinde iç içe geçmiş lif demeti katmanlarından oluştuğu görülmektedir. Çevresindeki en dış katman ise sementum adı verilen koruyucu katmandır. Bu katmanların kalınlığı ortalama 0.3 - 0.4 mm'dir. Fildişinin kimyasal yapısında yaklaşık %63 - 70 oranında mineral ve yaklaşık %30 oranında Tip I kolajen bulunmaktadır (Serizawa ve diğ. 1980; Cui ve diğ. 1994). Yapı içerisindeki kolajen lif demetleri birbirlerine paraleldir ve diş eksenine göre eğik bir düzlemde sıralanmıştır. Yönler bir katmandan diğer bir katmana yaklaşık 90° bir açı ile hizalanır. Apatit kristalleri ise ağırlıklı olarak yoğunlaşmış kolajen liflerinin arasındaki boşluklarda birikir. Bu kristallerin ortalama boyutları; 31 nm x 20 nm x 3 nm'dir. (Su ve Cui 1999). Dişin kuru yoğunluğu 1.7 g/cm³ olup, elastik modülü ve nihai çekme dayanımları sırasıyla kuru test numuneleri için 12.5 ± 0.8 GPa ve 110.0 ± 8.0 MPa iken ıslak test numuneleri için 3.5 ± 0.4 GPa ve 36.0 ± 4.0 MPa civarındadır (Rajaram 1986).

Yüksek dayanıma sahip doğal malzemelere bir örnek olarak koç boynuzları da verilebilir. Örneğin Ovis Canadesis türüne ait bir Amerika yaban koyunu, çarpışma esnasında 3400 N'a kadar büyük bir darbe kuvvetine dayanabilecek bir boynuz

yapısına sahiptir (Kitchener 1988). Koç boynuzları, rakipleriyle mücadele sırasında yüksek darbe yüklerine maruz kalırlar (Geist 1966) ve çatışma sırasında iki erkek tür arasında çarpışma hızları 9 m/s'ye ulaşabilir (Courtney 2007).



Şekil 1.7: Ovis Canadensis türüne ait bir Amerika yaban koyunu boynuzu şematik gösterimi (Huang ve diğ. 2017)

Şekil 1.7’de hiyerarşik yapısı gösterilen koç boynuzu yüksek oranda keratin içerikli bir malzemedir. Koç boynuzları içerisindeki uzunlamasına yönlendirilmiş mikro tüpler (40-100 µm çapında), intratübular matris içerisinde gömülüdür. Keratin oluşumundan sorumlu hücreler, tüplerin çevresinde ve aralarında bulunurlar (Huang ve diğ. 2017). Yaklaşık 1 nm çapında keratin protofibrilleri sarmal biçimde birbirlerine kenetlenerek mikro tüplerin ortasında bulunan lif demetlerini oluşturmaktadır. Bu keratinize yapıların mekanik dayanımları, tıpkı diğer biyolojik yapılarda olduğu gibi hidrasyon (ıslak veya kuru) ve anizotropiden etkilenmektedir. Anizotropik etkilerin yapının mekanik dayanımına olan etkisinin incelendiği bir çalışmada (Zhu ve diğ. 2016), boynuzun taban bölgesinde ve büyüme yönüne paralel (uzunlamasına) yönde elastik modül ve nihai dayanımının sırasıyla 1.68 ± 0.09 GPa, 96.08 ± 7.46 MPa iken büyüme eksenine dik (enine) yönde 1.49 ± 0.15 GPa ve 44.38 ± 1.7 MPa olduğu belirlenmiştir. Aynı boynuzun merkez bölgesinden (yani boynuzun orta bölgesi) alınan numunelerde elastik modül ve nihai dayanım 2.23 ± 0.12 GPa 97.63 ± 8.75 MPa iken boynuzun uç kısmından alınan numunelerin değerleri sırasıyla 1.85 ± 0.17 GPa ve 102.15 ± 9.93 MPa’dır. Anlaşılmaktadır ki biyolojik malzemelerde yükleme yönünün mekanik

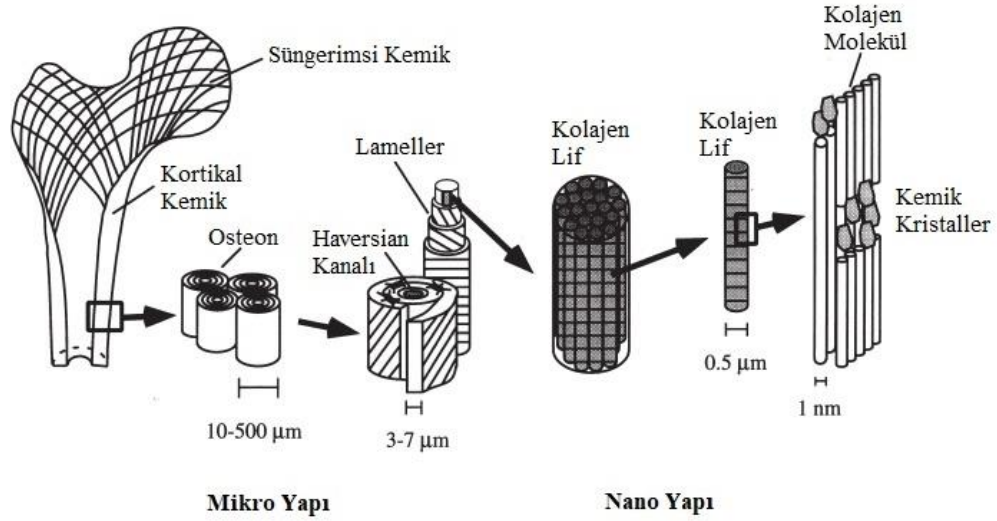
dayanıma etkisinin yanı sıra numune alınan bölgelerin konumu da dayanımı etkilemektedir.

Bölüm 1.2’de kemiklerin hiyerarşik yapıları ve mekanik dayanımlarını içeren çalışmalar incelenmiştir.

1.2 Kemiklerin Mikro & Makro Ölçekte Hiyerarşik Yapısı ve Mekanik Dayanımları

Kemikler, çeşitli mekanik, biyolojik ve kimyasal işlevleri yerine getirmek için iskelet içinde uyumla çalışan, farklı uzunluklarda ve karmaşık bir yapıya sahip destek elemanlarıdır. Kemik malzemesinin mekanik özelliklerini anlamak için, yapı içerisinde bulunan bileşenlerin hiyerarşik yapı çerçevesinde incelenmesi ve yapısal ilişkinin belirlenmesi gerekmektedir (Mehta 1995; Weiner ve Traub 1992; Landis 1995). Makro yapı diğer sözlerle kemik dokusu uzamsal boyutlar açısından birçok alt yapıyı içermektedir. Boyutları ile her bir alt bileşen aşağıda maddeler halinde sıralanmış ve şematik olarak Şekil 1.8’de gösterilmiştir (Rho ve diğ. 1998);

1. Makro yapı: Süngerimsi ve kompakt kemik
2. Mikro yapı (10 - 500 μm arası): Haversian sistemleri, osteonlar, trabeküller
3. Alt mikro yapı (1 - 10 μm): Lameller
4. Nano yapı (Birkaç yüz nanometreden 1 μm 'ye kadar): Fibriler kolajen ve gömülü mineraller
5. Alt nano yapı (Birkaç yüz nanometrenin altı): Mineral, kolajen ve kolajen olmayan organik proteinler gibi yapıyı oluşturan elementlerin moleküler yapısı

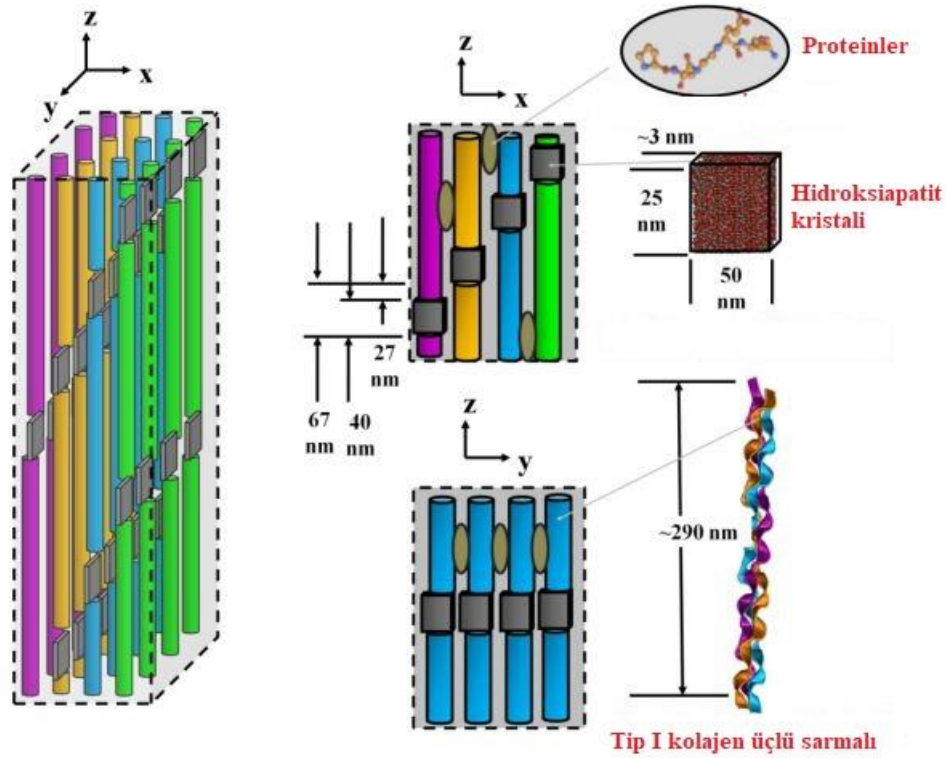


Şekil 1.8: Kemik hiyerarşik yapısı ve organizasyonu (Rho ve diğ. 1998)

Şekil 1.8’de gösterilen kemiğin hiyerarşik yapısı makro düzeyde incelendiğinde, temel olarak iki ana bölgeden oluşmaktadır. Bu bölgeler kortikal (kompakt kemik adı verilen sert, yüksek dayanımlı doku) ve trabeküler (süngerimsi kemik adı verilen dış kısmına göre daha gözenekli ve yumuşak) bölgelerdir. Literatürde bazı çalışmalar süngerimsi kemiğin ve kortikal kemiğin farklı iki malzemeden oluştuğunu ve süngerimsi kemiğin kompakt kemiğe göre metabolik olarak daha aktif ve rejenerasyon yeteneğinin olması sebebiyle daha genç olduğu savunmuştur (Choi ve diğ. 1990; Rho ve Ashman 1993). Bu nedenle; kompakt ve süngerimsi dokuların oluşum süreci benzer olsa da kompakt dokunun süngerimsi dokuya göre mineral birikiminin fazla oluşu ve gözenekliliğinin düşük oluşu nedeniyle yüksek mekanik dayanımın başlıca iki sebebi olarak gösterilebilir. Kompakt bölgede gözenekliliğin ve mineral birikiminin kemik türüne ve numune alınan bölgeye göre değişiklik göstermesi de mekanik dayanımı etkileyen bir başka unsurdur (Lin ve Kang, 2021; Rho ve diğ. 1995; Goldstein 1987).

Kemiğin mikro yapısı, mineralleşmiş kolajen lifleri, lameller adı verilen ve yaklaşık 3 - 7 µm genişliğinde olan düzlemlerden oluşmuştur. Bu lameller, Haversian sistemi ve osteonu oluşturmak üzere bir kanal etrafında eş merkezli olarak sarılmıştır. Osteonlar kemiğin uzun eksenine paralel bir şekilde yerleşirler ve yaklaşık 200 - 250 µm çapında ve silindir biçimindedirler. Osteon lamellerindeki kolajen lifleri birbirlerine helisel olarak bağlanarak kemik büyüme eksenine paralel doğrultuda yönlendirilir (Giraud-Guille 1988).

Nano ölçekte (birkaç yüz nanometreden 1 μm 'ye kadar olan ölçekte) kolajen lifleri belirgin olarak görülmektedir (Şekil 1.8). Bu yapı, sarmal şekilde minerallerle birleşmiş liflerdir (Glimcher 1989). Birkaç yüz nanometre altındaki ölçekte ise kristaller, kolajenler ve kolajen olmayan proteinler gözlenir. Kristaller bu bölgede iğne şeklinde değil plaka şeklindedir (Weiner ve Traub 1992). Bu plaka şeklindeki kristaller apatit kristalleridir ve ortalama uzunlukları, genişlikleri ve kalınlıkları sırasıyla 50 x 25 x 2 - 3 nm'dir (Landis 1995). Bu nano-kristaller, apatit, CO_3 , HPO_4 , Na, K, Mg içermektedir. Kemiğe sertliğini veren mineral, yani sert faz hidroksiapatit bileşiğidir ve ağırlıkça doku içinde yaklaşık %60 - 70 oranında bulunur. Protein diğer bir deyişle yumuşak faz ise esas olarak ağırlıkça %30 - 40 oranında Tip I kolajenden oluşmaktadır (Kälebo ve Strid 1988; Field 1999; Bruno 2002).



Şekil 1.9: Kemiklerin nano yapısı içerisinde bulunan ve kolajen fibrilleri birbirlerine bağlayan kemik mineral kristallerinin şematik gösterimi (Ferdous ve diğ. 2011)

Alt nano ölçekte hidroksiapatit nanoparçacıklarından oluşur. Mineral trombositler, kolajen molekülleri ile yaklaşık 100 nm ölçekte gözlenen mineralize kolajen fibrilleri oluşturur. Bu mineralize kolajen fibriller daha sonra mikrometre boyutlarında fibril demetlerini oluştururlar ve böylece değişmeyen mineral içeriğine sahip lameller oluşur (Dunlop ve Fratzl 2010; Meyers ve diğ. 2008; Chen ve diğ. 2012) (Şekil 1.9).

Kemiklerin hiyerarşik yapısı özetlendikten sonra dokunun mekanik dayanımlarını etkileyen gözeneklilik ve mineralizasyon gibi etmenler hakkında bilgiler bir sonraki paragrafta sunulmuştur.

1.2.1 Kemiklerin Gözenekliliği ve Mineralizasyonu

Kemik yapılarında mekanik özelliklerin büyük bir kısmı morfolojik özellikler ile belirlenir (Currey 1979; Evans ve Bang 1967; Evans ve Vincentelli 1974). Mikroskobik düzeyde bu özellikler; gözeneklilik, osteon morfolojisi, osteon alan yüzdesi, osteon sayısı, osteon ve Haversian kanallarının boyutudur (Yeni ve diğ. 1997; Khan ve diğ. 2014). Kompakt Sığır kemiklerinin (tibia ve femur) gözenekliliğinin elastik özellikleri üzerindeki önemli etkileri birçok araştırmacı tarafından incelenmiş ve artan gözeneklilik oranıyla elastik modülün düştüğünü rapor etmişlerdir (Schaffler ve Burr 1988; Martínez-Reina ve diğ. 2011; Martin ve Boardman 1993).

Kemiklerde gözenekliliğin belirlenmesi iki yöntemle yapılmaktadır. Bunlardan ilki histolojik kesitler alınarak geleneksel nokta sayımıdır. Diğeri ise X ışınları üzerinde ölçülen boşluk hacminin toplam hacme oranı olarak tanımlanır. Bu boşluklar;

- Trabeküler, kemik iliği gözenekleri (0.5 - 1 mm çapında),
- Volkmann kanalları (25 - 50 µm çapında),
- Haversian kanalları (50 - 120 µm çapında),
- Lakuna gözenekleri (10 - 13 µm çapında) ve
- Nano gözenekler (500 - 600 nm çapında)

şeklinde beş grupta incelenirler (Currey ve Shara 2013; Tami ve diğ. 2003, Fantner ve diğ. 2004). Özellikle Volkmann ve Haversian kanalları, içerisinden geçen yüksek mineral içerikli besleyici akışkanların taşınmasına ve mineral birikimine olanak sağladığı için yapının gelişimine önemli katkılar sağlar.

Kemik yapılarının, ana bileşenlerinin organik matrisler ve mineral olduğu daha önceden belirtilmişti. Burada hidroksiapatit mineralleri inorganik matrisi oluştururken geri kalan kısmı organik bileşenler ve sudan oluşur (Feng 2009; Reznikov ve diğ. 2018; Grandfeld ve diğ. 2018). Kemiklerin organik bileşenleri içerisinde otuzdan fazla

protein çeşidi ve Tip I kolajen lifleri bulunmaktadır. Osteoblastlar, osteoklastlar, osteositler, küresel proteinler (osteonektin ve osteokalsin) protein içeriğini oluştururlar. Organik bileşenler dokuya esneklik ve dayanıklılık kazandırır (Dermience ve diğ. 2015). Proteinlerin dışında, dokunun mineral depolama görevi üstlenmesi nedeniyle kalsiyum (Ca), fosfor (P), magnezyum (Mg) ve kükürt (S) gibi temel elementlerin yanında eser miktarda demir (Fe), çinko (Zn), mangan (Mn) gibi elementler de vardır. Kemik gelişiminde önemli role sahip olan bu elementlere ek olarak düşük miktarlarda kadmiyum (Cd), kurşun (Pb) ve civa (Hg) gibi toksik elementler de yapı içerisinde bulunabilmektedir (Buddhachat ve diğ. 2016; Sharma ve Shupe 1977; Kubota ve diğ. 2002). Fakat güncel araştırmalar kemik yapısındaki önemli etkileri sebebiyle kritik rollerinden dolayı Ca, P ve Mg gibi temel elementler üzerine yoğunlaşmıştır (Dermience ve diğ. 2015). Çünkü bu elementler kemiklerin ana bileşimi olan hidroksiapatit bileşimini oluşturmaktadır (Mkukuma ve diğ. 2004). Bunun yanında kemik sağlığı ve gelişimi için güncel araştırmalar Ca/P oranına odaklanmıştır (Buddhachat ve diğ. 2016; Sotiropoulou ve diğ. 2015). Özellikle kemiklerin kırılabilirliğinde önemli rolü olan bu oran, osteoporoz gibi kemik hastalıklarının belirlenmesinde önem arz eder. Bu oran yetişkin insan kemiklerinde 2.1 ila 2.3 arasında cinsiyete ve yaşa bağlı olarak değişiklik göstermektedir (Tzaphlidou ve Zaichick 2004). Bunun yanı sıra, daha önceden belirtildiği gibi kemikler içerisinde toksik elementlerin varlığı da kemik kırılabilirliğini önemli ölçüde artırmaktadır. Bu toksik elementlerden biri olan kadmiyum gıdalarda, esas olarak tahıl ve sebzelerde bulunması sebebiyle beslenme yolu ile yapı içerisine geçen nispeten düşük miktarlarda bulunan bir elementtir (Alfven ve diğ. 2004; Staessen ve diğ. 1999). Ayrıca klinik araştırmalar bu elementin kemik gelişiminde önemli bir rolü olan D vitamininin sentezini azaltarak kalsiyum emilimini düşürdüğü belirtilmiştir (Bernard 2008; Chen ve diğ. 2011; Johri ve diğ. 2010). Bir diğer zararlı element olan kurşun ise oldukça sitotoksik bir element olup osteoklast ve osteoblastları oluşumunu engelleyerek kemik gelişimini olumsuz yönde etkiler. Yapılan çalışmalar göstermiştir ki kurşun elementinin kemik mineral yoğunluğunu ve kortikal kemik kalınlığını doğrudan azaltır kırık kemiklerin iyileşme sürecini olumsuz etkiler (Monir ve diğ. 2010; Jamieson ve diğ. 2006; Palaniappan ve diğ. 2010; Gangoso ve diğ. 2009). Tüm bunların yanı sıra böbrekteki D3 vitamininin sentezini engelleyerek dolaylı yoldan osteoporozu sebep olmakla birlikte yapı için son derece önemli olan Ca ve P mineral dengesinin bozulmasına sebep olur (Rodríguez ve Mandalunis 2018).

1.2.2 Kemiklerin Mekanik Dayanımları

Canlı kemiklerin mekanik özelliklerinin tam olarak bilinmesi zordur. Bu nedenle güncel çalışmalar genellikle kadavra üzerinden alınan numuneler veya temin edilebilecek ölmüş hayvan kemikleri üzerine yoğunlaşmaktadır. Heterojen gözenekliliğe sahip bu hücreli yapılar, gözenekliliğe ve trabeküllerin mimarisine bağlı olarak anizotropik mekanik özelliklere sahiptir. Ayrıca trabeküller kemiklerin elastik özellikleri doğrudan donör yaşına, kemik sağlığına, anatomik bölgeye, yükleme yönüne ve hızına göre değişmektedir. İnsan femur kemiklerinin hem elastik modülü hem de dayanımı artan yaşa bağlı olarak azalır ve her on yılda yaklaşık %10 düşüş gösterir (McCalden ve diğ. 1997; Mosekilde ve diğ. 1987). Tüm bunların yanı sıra osteoporoz (artan yaş ile kemiğin içerisindeki mineral yoğunluğunun azalması sonucunda kemiğin kırılma eğilimine geçmesi) ve kemik kanseri gibi etmenler de mekanik dayanımı olumsuz yönde etkilemektedir (Hipp ve diğ. 1992; Pugh ve diğ. 1974). Tüm bu etmenler göz önüne alınarak insan femur kemiğinin kompakt ve süngerimsi bölgesinin mekanik dayanımlarının belirlenmesi için yapılan bir çalışmada (Bayraktar ve diğ. 2004) kadavralardan trabeküler kemik için 8 mm çapında ve 32 mm uzunluğunda, kompakt kemik için ise 2.5 mm x 3.0 mm x 11 mm boyutlarında alınan numuneler üzerinde yapılan testler göstermiştir ki trabeküler kemikte elastik modül ve çekme dayanımı sırasıyla 18.0 ± 2.8 GPa ve 84.9 ± 11.2 MPa iken kompakt kemikte ise 19.9 ± 1.8 GPa ve 107.9 ± 12.3 MPa'dır.

Ayrıca kemiklerin dayanımının yaşa bağlı olarak değişiminin incelendiği bir başka çalışmada (Zioupos ve Currey 1998) 35 ila 92 yaşlarındaki insan erkek kadavra femur kemiklerinin elastik modülü, dayanımı, kırılma tokluğu ve hasar işi belirlenmiştir. Onlar her bir kemiğin orta bölgesinden uzunlamasına yönde, 50 mm x 6 mm x 2 mm boyutlarında hazırladıkları numuneleri 1.0 mm/min doformasyon hızında test etmişlerdir. Mekanik testler sonucunda 35 yaşındaki test numunelerinin elastik modülün, eğme dayanımının ve kırılma tokluğunun sırasıyla 15.2 GPa, 170 MPa ve $6.4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ olduğunu ve her on yaş artışında dayanımın yaklaşık %2.3 oranında düştüğünü gözlenmiştir.

Kemiklerin dayanımlarını önemli ölçüde etkileyen etmenlerden biri de anizotropidir. Yapının anizotropik mekanik özelliklerinin belirlenebilmesi için ise

geleneksel metotlardan ziyade daha küçük boyutlarda numune kullanımına izin veren standartlar veya dolaylı test, Brazilian test yöntemi, kullanılabilir. Brazilian metodu genel olarak tek eksenli çekme testi yaparak değerlendirmesi zor olan beton, kaya ve seramik gibi gevrek malzemelerin çekme dayanımlarının belirlenmesinde kullanılır (Carneiro 1943; Akazawa 1943). Biyomekanik alanında ise ilk olarak arkeolojik kemik kalıntılarının kompakt kısımlarında (Turner-Walker ve Parry 1995) ve yapay olarak yaşlandırılmış kemiklerin (Turner-Walker 2011) gerilme mukavemetlerini belirlemek için kullanılmıştır. Brazilian testi, silindirik bir numunenin düşey çapının her iki ucundan basma kuvvetine maruz bırakılması ile uygulanır. Gevrek malzemeler için basma yönünde silindirik numunenin ortadan ikiye ayrılması ile sonuçlanır. Bu test yönteminin biyolojik malzemelerde en önemli avantajı istenilen doğrultuda mekanik yüklemeye imkân vermesidir. Açıktır ki; Brazilian testi kemik yapılarında anizotropik maksimum gerilmelerin doğru tayini için uygundur.

Brazilian test metoduna dayalı güncel çalışmaların çoğu kemik dokusunun yarı statik ve dinamik davranışındaki anizotropiye odaklanmıştır (Dendorfer ve diğ. 2008; Wolfram ve diğ. 2010; Goda ve Ganghoffer 2015; Aiyangar ve diğ. 2014). Bu bağlamda Adharapurapu ve diğ. (2006), kuru ve ıslak sığır kompakt kemiklerini 10^{-3} s⁻¹ ila 10^3 s⁻¹ gerinim hızlarında kemiğin uzun eksenine paralel (uzunlamasına) ve dik doğrultuda (enine) test etmiştir. Yüksek gerinim hızı testleri, bir sıkıştırma Split Hopkinson Basınç Çubuğu (SHPB) düzeneğinde gerçekleştirilmiş olup, uzunlamasına yönde enine yöne göre daha yüksek bir mukavemet göstermiştir. Aynı zamanda her iki yönde de kuru numuneler ıslak numunelere göre daha yüksek bir dayanım göstermiştir. Bekker ve diğ. (2015) sığır kortikal kemiğini 10^{-4} ve 10^{-1} s⁻¹ arasındaki yarı statik gerinim hızlarında ve 2.5×10^2 - 10^3 s⁻¹ arasındaki yüksek gerinim hızlarında hem uzunlamasına hem de enine yönlerde test etmiştir. Yarı statik testlerde basma dayanımı 149.6 MPa ile 234.8 MPa arasında değişmiştir; ancak dinamik koşullar altında artan gerinim hızıyla mekanik dayanımın da artış gösterdiği (2.5×10^2 s⁻¹'de 383.9 MPa ve 10^3 s⁻¹'de 413.9 MPa) rapor edilmiştir. Ferreira ve diğ. (2006) göre; bir sığır kortikal kemiğinin yüksek gerinim hızlarında enine yönde basma dayanımı ve elastik modülü sırasıyla 240 ± 66.4 MPa ve 9.9 ± 2.7 GPa iken uzunlamasına yönde 281 ± 42.4 MPa ve 6.8 ± 2.1 GPa'dır. Kulin ve diğ. (2011) 6 aydan 28 yaşına kadar olan at kortikal kemiklerini 10^{-3} , 10^0 ve 10^3 s⁻¹ gerinim hızlarında test etmişler ve basma dayanımlarının uzunlamasına yönde sırasıyla 180, 350 ve 500 MPa iken enine

yönde 120, 200 ve 320 MPa olduğunu belirlemişlerdir. Shunmugasamy ve diğ. (2010), tavşan femur kemiğinin epifiz ve diafiz bölgelerini yarı statik ve yüksek gerinim hızlarında test etmişlerdir. Diafiz test numuneleri, yarı statik gerinim hızında 42.0 - 56.3 MPa dayanıma sahip iken epifiz numuneleri 92.4 - 103.9 MPa ile daha yüksek bir dayanıma sahiptir. Yüksek gerinim oranlarında ise (274 ile 722 s⁻¹) diafiz numuneleri 187.0 - 242.8 MPa, epifiz numuneleri 82.4 - 100.6 MPa dayanım göstermiştir.

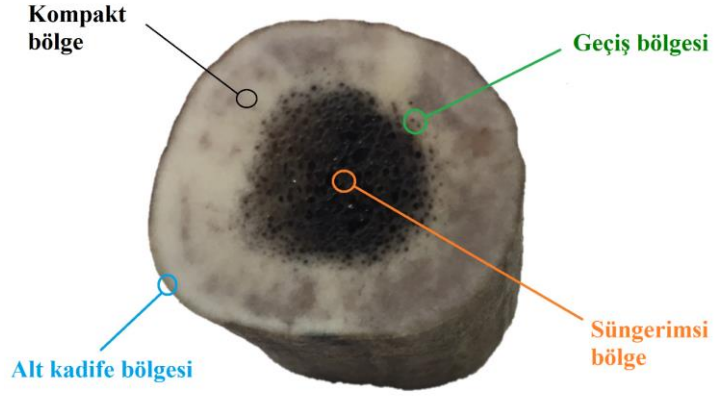
1.3 Geyik Boynuzlarının Oluşumu ve Hiyerarşik Yapısı

Bu bölüm tez çalışmasının asıl amacı olan geyik boynuzlarının yapısı ve mekanik dayanımları ile ilgili literatür araştırmasını kapsamaktadır. Boynuzlar, 25 milyon yıldan uzun süredir var olan ve erkek geyiklerin başlarında iki adet simetrik biçimde bulunan, yüksek rejenerasyon yeteneğine sahip kemiksi çıkıntılardır (Chapman 1975; Whitehead 1993; Goss 1983; Modell 1969). Geyik boynuzları her yıl ilkbahar döneminde (Mart-Nisan) büyümeye başlar ve sonbahar mevsimine (Eylül-Kasım) kadar (rut dönemi) tam olgunluğa ulaşırlar ve bu dönemin sonunda dökülürler (Chapman 1975). Boynuzlar, büyümenin başladığı ilkbahar döneminde kadifemsi yumuşak doku olarak büyür (Şekil 1.10a) ve içerisinde sertleşen kemiğimsi yapı tam olgunluğa ulaştığı zaman yumuşak doku dökülerek (Şekil 1.10b) nihai şeklini alır. (Şekil 1.10c).



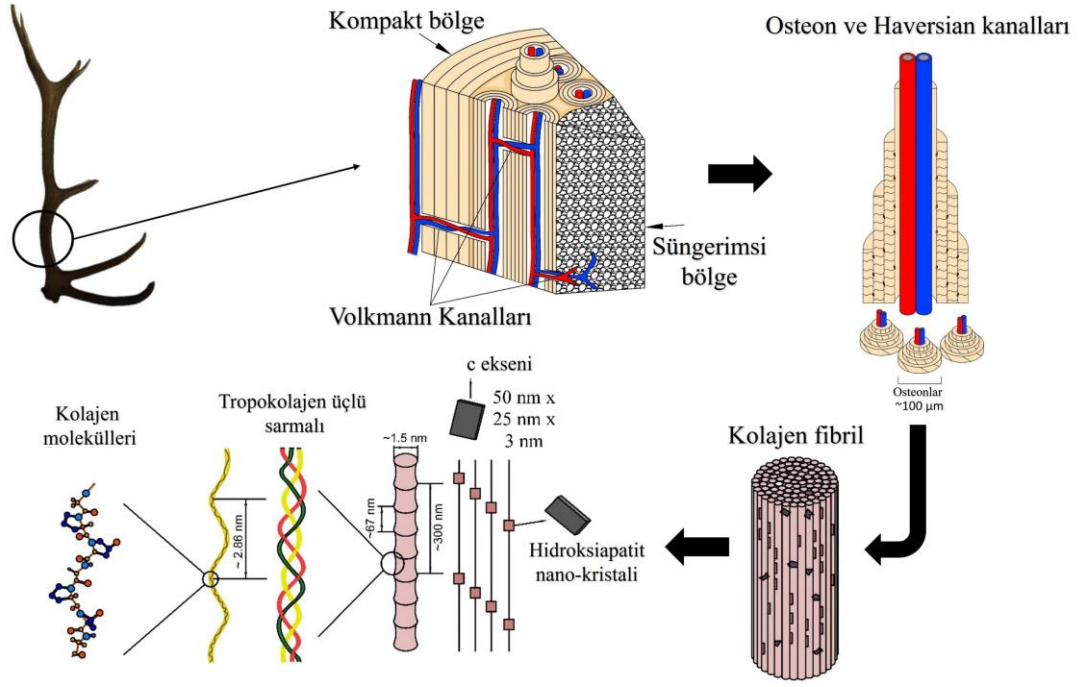
Şekil 1.10: Geyik boynuzunun oluşum süreci, a) yumuşak kadifemsi doku b) kadifemsi dokunun dökülmesi c) sert boynuz yapısı

Şekil 1.10c'de gösterilen oluşumunu tamamlamış bir geyik boynuzunun enine kesiti incelenmiş ve dört farklı histolojik bölgeden oluştuğu rapor edilmiştir (Crigel ve diğ. 2001).



Şekil 1.11: Geyik boynuzunun enine kesitinde tanımlı dört farklı histolojik bölge

Şekil 1.11’de görüldüğü üzere geyik boynuzu, dıştan merkeze doğru, alt tabaka zarı veya alt kadife bölgesi olarak adlandırılan sert kabuk yapısı, bu tabakanın altında merkeze göre daha düşük gözenekliliğe sahip fakat oldukça sert kompakt kemik yapısı, süngerimsi bölge ile kompakt kemiği birbirinden ayıran geçiş bölgesi ve yüksek gözenekliliğe sahip trabeküler veya merkezi süngerimsi bölgeden oluşmaktadır. Bu yapıda kompakt bölge çok yoğun ve sert (Chen ve diğ. 2008^a; Kulin ve diğ. 2010; Launey ve diğ. 2010) olmasına karşın merkezi bölge bal peteği benzeri bir gözenekliliğe sahip olmakla birlikte kompakt bölgeye göre daha yumuşak süngerimsi bir yapı sunar (Rolf ve Enderle 1999). Geyik boynuzu yapısı daha önce belirtilen biyolojik malzemeler gibi özel bir hiyerarşik yapıya sahiptir (Mkukuma ve diğ. 2004). Bu hiyerarşik yapı şematik olarak Şekil 1.12’de gösterilmiştir.



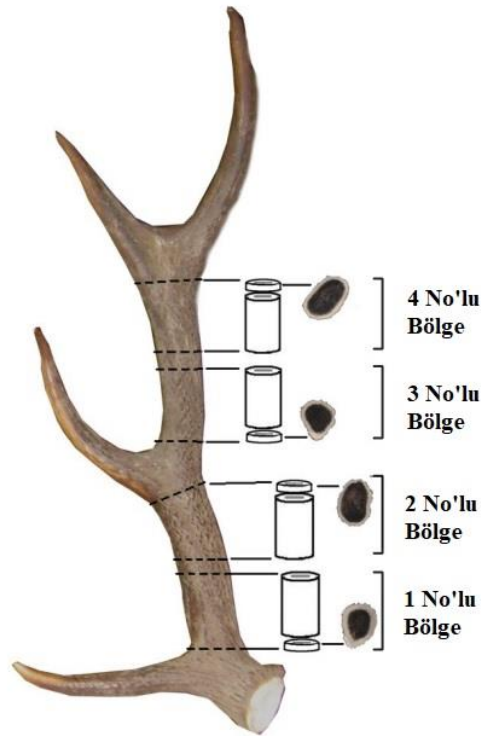
Şekil 1.12: Geyik boynuzunun hiyerarşik yapısının şematik olarak gösterimi (Wegst ve diğ. 2015)

Geyik boynuzunun yapısı Şekil 1.12'de gösterildiği gibi bir iç süngerimsi kemik ve bir dış kompakt (veya kortikal) kemikten oluşmaktadır. Kompakt bölgenin içerisinde, ~100 µm boyutunda osteonlar bulunmaktadır (Chen ve diğ. 2009). Osteonlar içerisinde, boynuzun kan dolaşımı ve beslenmesini sağlayan Haversian (büyüme eksenine paralel) ve volkmann (büyüme eksenine dik) kanalları mevcuttur. Her osteon, birkaç mikron kalınlığında eş-merkezli lamellerden oluşmuştur. Eş-merkezli lameller, 200-300 nm'lik kolajen liflerinden ve hidroksiapatit kristallerinden oluşan kolajen demetlerinden meydana gelmiştir. Osteonlar arasındaki lamellere interstisyel lamina denir. Lamellerin içindeki mineralize kolajen lifler, osteonları sarmal olarak çevreler ve silindirik boynuzun yapısını oluşturur (Olszta ve diğ. 2007; Rolf ve Enderle 1999; Weiner ve Wagner 1998).

Geyik boynuzunun mikro yapısı ve nano yapısında mevcut kolajen lifleri, mineralizasyon, gözenekler ve boyutları, gözenekler arasındaki bağlantılar mekanik dayanımı etkileyen faktörlerden bazılarıdır (Gibson ve Ashby 1997; Currey 1984; Currey 1975, 1988; Bonfield 1973; Reilly 1974, 1975). Bu nedenle geyik boynuzu yapılarının mikro yapılarının araştırılması ve mekanik dayanımı üzerindeki etkilerin belirlenmesi için bahsi geçen etmenlerin de açıklanmasında lüzum vardır.

1.3.1 Geyik Boynuzlarının Kimyasal Bileşimleri

Kemikler, boynuzlar ve diğer biyolojik malzemelerin kimyasal bileşiminin ve mineral oranlarının belirlenebilmesi için XRD (X-Işınları Difraktometres), XRF (X-Işını Floresans) ve EDS (Enerji Dağılım Spektrometresi) gibi yöntemler kullanılmaktadır. Bu sayede yapı içerisindeki gelişime katkı sağlayan yararlı elementler ve gelişimi engelleyerek kırılabilirliği arttıran toksik elementler kolaylıkla belirlenebilmektedir (Dobrowolska 2002). Geyik boynuzlarının kimyasal bileşimleri kemiklerle benzerlik göstermektedir (Mkukuma ve diğ. 2004). Geyik boynuzlarında ve kemiklerde mineral birikimi kanallar içerisinde geçen besleyici akışkanlar sayesinde olup, mineraller homojen bir dağılım sergileyebilir. Bu nedenle Cappelli ve diğ. (2017) Şekil 1.13'te gösterilen Cervus Elaphus cinsi bir geyik boynuzunun dört farklı bölgesinden numuneler alarak yapının mineral oranlarını incelemişler ve mineral bakımından en zengin bölgenin 1 numaralı bölge olduğunu belirtmişlerdir.



Şekil 1.13: Geyik boynuzunun farklı bölgelerinden alınan numuneler (Cappelli ve diğ. 2017)

İklimin kimyasal kompozisyona etkisini incelemek üzere Landete-Castillejos ve diğ. (2010) ise aynı cins geyiklerden alınan numuneleri standart bir kış döneminde ve kış bitimi soğuk dönemde tetkik etmişlerdir (Tablo 1.1). Belirtilen iki çalışmada da

Şekil 1.13'te gösterilen boynuzun 1 No'lu kuru bölgesinden elde edilen numunelerin kimyasal kompozisyonu belirlenmiş ve Tablo 1.1'de özetlenmiştir.

Tablo 1.1: Geyik boynuzlar için Cappelli ve diğ. (2017) ve Landete ve diğ. (2010) mineral analiz sonuçları.

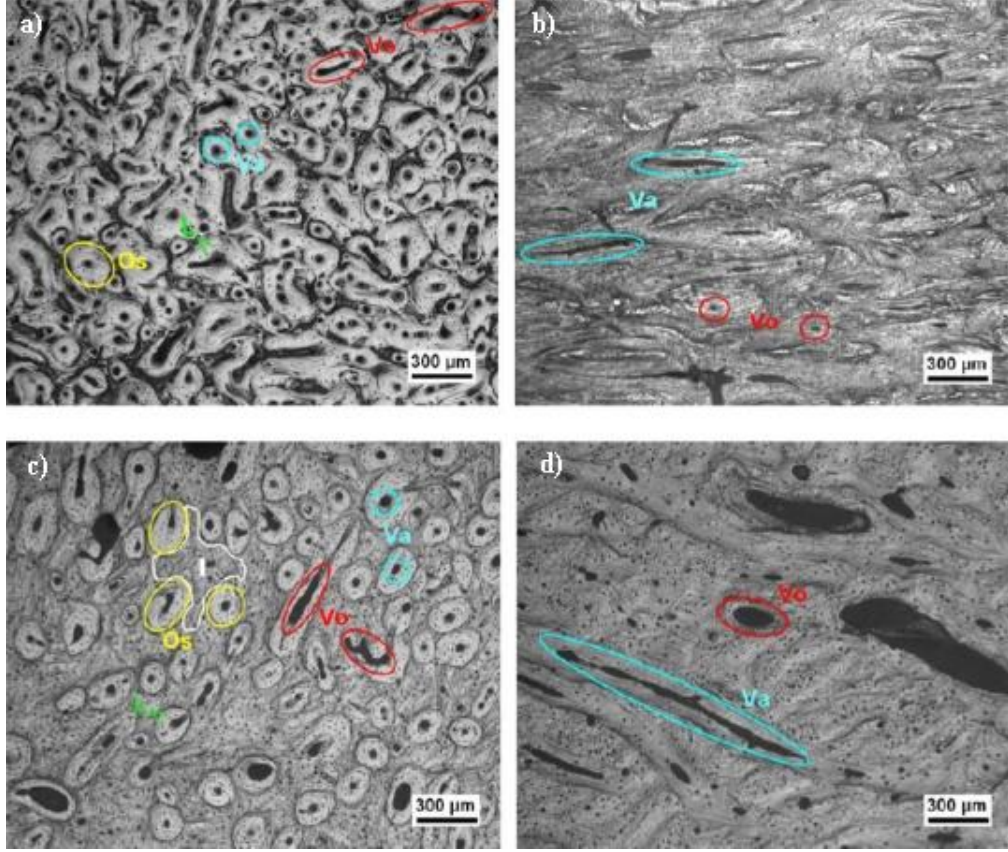
Değişkenler	Cappelli ve diğ. (2017)	T.Landete ve diğ. (2010) (Kış Dönemi)	T.Landete ve diğ. (2010) (Kış Bitimi Soğuk Dönem)
Ortalama Kompakt Kalınlık (mm)	4.48 ± 0.16	5.65 ± 0.28	4.65 ± 0.2
Yoğunluk (g/cm³)	1.81 ± 0.02	1.75 ± 0.006	1.72 ± 0.01
Elastik Modül (GPa)	14.72 ± 0.41	15.69 ± 0.32	15.22 ± 0.39
Eğilme Dayanımı (MPa)	275.74 ± 16.38	306.6 ± 6.4	299.0 ± 7.6
Darbe İşisi (U) (kJm⁻²)	22.63 ± 1.16	54.9 ± 2.7	40.1 ± 1.8
Ca (wt%)	21.17 ± 0.36	21.0 ± 0.2	20.3 ± 0.2
Mg (wt%)	0.446 ± 0.007	0.464 ± 0.007	0.462 ± 0.005
Na (wt%)	0.555 ± 0.009	0.591 ± 0.007	0.567 ± 0.004
P (wt%)	9.90 ± 0.18	10.1 ± 0.1	9.8 ± 0.1
B (ppm)	4.04 ± 0.12	2.94 ± 0.21	2.68 ± 0.09
Co (ppm)	0.036 ± 0.01	0.224 ± 0.014	0.169 ± 0.018
Cu (ppm)	0.76 ± 0.05	0.258 ± 0.014	0.290 ± 0.012
Fe (ppm)	5.12 ± 1.95	23.1 ± 1.2	29.3 ± 2.2
K (ppm)	360.48 ± 7.72	578 ± 32	549 ± 17
Mn (ppm)	0.47 ± 0.05	4.48 ± 0.25	3.52 ± 0.42
Si (ppm)	28.73 ± 3.84	54 ± 4	100 ± 11
Sr (ppm)	240.28 ± 7.22	213 ± 8	212 ± 6
Zn (ppm)	68.73 ± 2.78	57.9 ± 1.7	55.8 ± 1.6

Tablo 1.1'de gösterildiği gibi Ca, Na, P ve Mg gibi elementler gelişimi önemli ölçüde etkileyen temel elementlerdir. Bu temel elementlerin eksikliği ile boynuzlar gelişemez ve kırılabilirliği önemli ölçüde artar. Çevre ve iklim koşullarına bağlı beslenme faktörleri de boynuzların mineral içeriğini etkilemektedir. Örneğin havaların ısınması ile bitkilerin büyümesi, geyiklerin doğrudan beslenme ve diyet alışkanlıklarını etkilemekte ve bünyeye alınan yararlı minerallerin artışına sebep olmaktadır. Boynuzlar, kış döneminde maksimum olgunluğa ulaştığı için en dayanıklı olduğu ve mineral içeriği bakımından en zengin olduğu dönemdir. Kış sonrası dönemde Si içeren bitkilerin yoğun tüketimi toksik minerallerin ve Mn oranının azalmasına sebep olmaktadır (Ma ve Yamaji 2006). Ayrıca boynuz içerisinde bulunan Ca, Fe ve Mg içeriğinin Tablo 1.1'de belirtilen oranların üzerinde olması literatürde aşırı mineralleşme olarak tanımlanır ve mekanik dayanımı düşürür (Landete-Castillejos ve diğ. 2016; Skedros ve diğ. 1995). Yapı içerisinde bulunan Ca ve P gibi elementlerin bir kısmı aynı zamanda hayvanın kendi bünyesinden gelerek boynuzlarda depolanabilmektedir. Bu nedenle Tablo 1.1'de gösterilen Ca miktarları birbirlerine yakındır. Ayrıca yapı içerisindeki Cu elementi iskelet yapıları için önemli bir koruyucu

olmakla birlikte kolajen çapraz bağlarının oluşumunu destekleyen enzimleri aktive eder (Harris ve diğ. 1980; Rucker ve diğ. 1998).

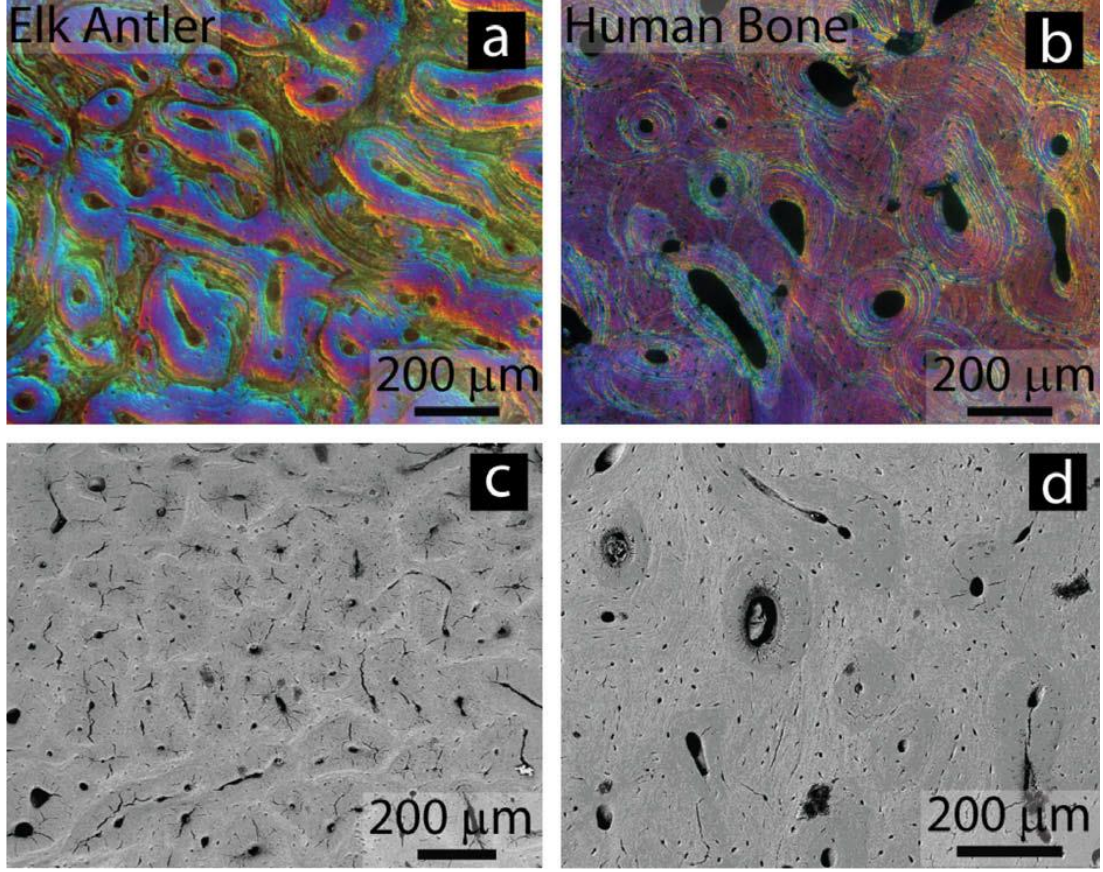
1.3.2 Geyik Boynuzları ile Kemiklerin Gözenekliliğinin Karşılaştırılması

Bir önceki paragrafta, belirtilen minerallerin boynuz içerisinde birikiminin, gözenekler içerisinde geçen besleyici akışkanlar aracılığıyla gerçekleştiği belirtilmişti. Bu gözeneklerin oluşumu kemik yapılarından farklıdır. Sürekli büyüyen ve gelişen geyik boynuzlarında, olgunlaşma döneminde kemik rezorpsiyonu (yıkımı) ile kemik oluşumu arasındaki ilişkinin bozulmasından kaynaklı gözenekler meydana gelir (Mundy ve diğ. 2003). Bu süreçte osteoporoz belirgin bir şekilde gelişerek Haversian kanallarında boşluklar oluşturur. Bu boşluklar sayesinde Haversian ve Volkmann kanalları birbirlerine bağlanırlar (Meister 1956). Bu gelişimde en önemli faktörlerden biri boynuzun beslenerek mineralizasyon dengesini sağlamasıdır. Yapılan bazı çalışmalarda, boynuz kemiklerinin mineral yoğunluğunda önemli değişiklik olmasa bile, artan gözeneklilik sebebiyle, mekanik dayanımlarında düşüşler gözlemlendiği belirtilmiştir (McCalden 1993; Launey ve diğ. 2010). Chen ve diğ. (2009) geyik boynuzunun ve sığır femur kemiğinin gözeneklilik oranını ve mekanik dayanımını karşılaştırmış (Şekil 1.14), ve geyik boynuzunun gözenekliliğinin yaklaşık %9.1 iken sığır femur kemiğinin ise yaklaşık %5.1 olduğunu rapor etmişlerdir. Ayrıca geyik boynuzlarında görünür yoğunluk, elastik modül, eğme dayanımı, basma ve çekme dayanımı sırasıyla 1.72 g/cm³, 7.60 GPa, 197.3 MPa, 125.6 MPa ve 115.4 MPa iken sığır femur kemiğinde 2.06 g/cm³, 26.1 GPa, 238 MPa, 272 MPa ve 144 MPa olarak rapor edilmiştir. Şekil 1.14'te 300 µm ölçekte çekilen SEM görüntüsü dikkate alındığında, sığır femur kemiğinin osteon dağılımı daha seyrek iken vasküler kanalların geyik boynuzuna kıyasla daha uzun olduğu fakat yapısal olarak kanal şekilleri ve osteonların geometrisinin birbirlerine benzediği sonucu çıkarılmıştır.



Şekil 1.14: Geyik boynuzu ve sığır femur kemiğinin gözenekliliğinin karşılaştırılması; a) geyik boynuzunun enine kesiti b) geyik boynuzunun uzunlamasına kesiti c) sığır femur kemiğinin enine kesiti d) sığır femur kemiğinin uzunlamasına kesiti (Chen ve diğ. 2009)

Gözenek yapısının incelendiği bir başka çalışmada ise (Launey ve diğ. 2010), Cervus Elaphus (kızıl) geyik boynuzunun kompakt bölgesi ile insan humerus kemiği kıyaslanmıştır (Şekil 1.15). Geyik boynuzu konsantrik kemik lamelleri ile çevrili, yaklaşık 15 - 25 µm arasında değişen çapa sahip, vasküler kanalları içeren ve primer osteonların çoğunlukta bulunduğu bir kemik yapısıdır. Geyik boynuzunda primer osteonların çapı yaklaşık 100 - 200 µm arasındadır (Şekil 1.15a ve c). Fakat, insan humerus kemiği Haversian kanalları olarak bilinen yaklaşık 50 - 90 µm arasında çapa sahip olan merkezi vasküler kanallar içeren, çoğunlukla sekonder osteonların oluşumu ile sonuçlanmış bir kemik yapısıdır (Şekil 1.15b ve d). Burada sekonder osteonların çapı 200 - 300 µm arasındadır. Geyik boynuzunda primer osteonların çevresinde hipermineralize bir bölge mevcut iken insan humerus kemiğinde sekonder osteonlar ince bir mineralize dolgu çizgisi ile birbirlerinden ayrılmaktadır ki bu da boynuz ile kemik yapısı arasındaki en belirgin farklardan birisidir.



Şekil 1.15: Geyik boynuzu (a,c) ve insan humerus kemiği (b,d) SEM görüntüleme tekniği ile 200 μm ölçekte gözenekliliği (Launey ve diğ. 2010)

1.3.3 Geyik Boynuzlarının Mekanik Dayanımları

Çatışmalarında, kavgalar boynuzların çarpışması (darbe kuvvetleri) ile başlar, ardından itme kuvveti uygulanarak devam eder. Çatışma sırasında birbirine kenetlenmiş geyik boynuzları yüksek eğme kuvvetlerine maruz kalmaktadır (CluttonBrock 1982; Clutton-Brock ve diğ. 1979; Clutton-Brock ve diğ. 1985; Johnson ve diğ. 2007). Bu sebeple geyik boynuzlarının eğilme dayanımlarının belirlenebilmesi önem arz etmektedir. Blob ve Snelgrove (2006), Alces alces Linnaeus türüne ait geyik boynuzunun eğilme dayanımını incelemiştir. Sonbahar döneminde 20 farklı geyikten temin edilen boynuzlar test öncesinde 6 ay süre ile oda sıcaklığında kurutulmuş olup üç noktalı eğilme testine tabi tutulmuşlardır. Test edilen numuneler 60 mm x 3.5 mm x 2.0 mm ölçülerinde olup mekanik eğme testlerini 1.6 mm/min test hızında gerçekleştirmişlerdir. Test neticesinde ortalama elastik modül, eğilme dayanımı ve gerinim sırasıyla 11.6 ± 0.45 GPa 300 MPa ve 0.13 olarak rapor edilmiştir. Ayrıca bu çalışmada diğer türlere ait geyik boynuzlarının elastik modül

değerleri ile karşılaştırma yapılmış olup, Alces Alces Linnaeus türünün diğer geyik boynuzlarına göre daha dayanıklı olduğu belirtilmiştir. Landete-Castillejos ve diğ. (2007) Cervus Elaphus Hispānicus (Iberian geyik) türüne ait geyik boynuzunun kompakt bölgesinden temin edilen 50 mm x 4 mm x 2.5 mm boyutlarında numunelere 2 mm/min deformasyon hızında üç noktalı eğme testi uygulamışlardır. Test neticesinde Cervus Elaphus Hispānicus türüne ait geyik boynuzunun elastik modül, eğilme dayanımı ve kırılma için gerekli olan iş sırasıyla 5.27 ± 0.33 GPa, 81.9 ± 4.7 MPa ve 18.22 ± 0.91 kJ/m² olarak belirlemişlerdir. Bu çalışmaya ek olarak Chen ve diğ. (2009), Cervus Elaphus Canadensis türüne ait geyik boynuzunun eğilme davranışlarını ıslak ve kuru test numuneleri üzerinde büyüme eksenine paralel (uzunlamasına) ve dik (enine) yönde incelemişlerdir. Üç noktalı eğme testi için 30 mm x 3 mm x 2 mm geometrik boyutlara sahip numuneleri 0.03 mm/min deformasyon hızında test etmişlerdir. Mekanik test sonucunda kuru numunelerin uzunlamasına yönünde elastik modül ve eğilme dayanımı sırasıyla 7.60 ± 0.25 GPa ve 197.3 ± 24.0 MPa iken, enine yönde ise 3.76 ± 0.68 GPa ve 66.7 ± 10.7 MPa olarak belirlenmiştir. Islak numunelerde ise uzunlamasına yönde elastik modül ve eğilme dayanımları sırasıyla 6.98 ± 0.26 GPa, 145.1 ± 9.0 MPa iken, enine yönde 3.26 ± 0.35 GPa, 64.9 ± 6.8 MPa olduğunu rapor edilmiştir. Ayrıca kuru numunelerde kırılma tokluğunun 7.9 ± 2.2 MPa•m^{1/2}, ıslak numunelerde ise 10.3 ± 3.3 MPa•m^{1/2} olduğu vurgulanmıştır. Fang ve diğ. (2018), geyik boynuzunun kompakt bölgesine uzunlamasına, enine ve radyal yönlerde ve yarı statik bir gerinim hızında üç noktalı eğilme testleri uygulamıştır. Enine yön için (268.6 MPa) nispeten yüksek bir eğilme mukavemeti rapor edilirken, dayanımlar uzunlamasına (47.73 MPa) ve radyal (42.71 MPa) yönlerde benzer sonuçlar vermiştir. Rajaram ve Ramanathan (1982) ise ıslak ve kuru geyik boynuzunun çekme dayanımlarını 3.3×10^{-4} s⁻¹ gerinim hızında incelemiştir. Kuru numunelerin nihai çekme dayanımı, elastik modülü ve gerinimi sırasıyla 188 ± 12 MPa, 17.1 ± 0.8 GPa ve $\%1.46 \pm 0.09$ iken, ıslak numunelerde 108 ± 5.1 MPa, 7.5 ± 0.9 GPa ve $\%2.2 \pm 0.2$ olduğu belirlenmiştir.

1.4 Tez Çalışmasının Amacı ve Kapsamı

Kemiksi yapılar, literatür araştırmalarında belirtildiği üzere geçmişten günümüze ilgi odağı olmuştur. Kimyasal bileşimlerinin doğal sonucu olarak ortaya çıkan yapısal organizasyonları ve buna bağlı mekanik dayanım özellikleri açısından geyik boynuzları halen popülerliğini korumaktadır. Geyik boynuzları gerek yapısı gerekse mekanik dayanımları açısından bu doktora tez çalışmasının temelini oluşturmaktadır. Boynuzların yüksek dayanım gösteren bölgesi kompakt bölgesi olup, bu bölgenin nispeten ince oluşu, geleneksel mekanik test metotlarının gerektirdiği numunelerin hazırlanmasında karşılaşılan en büyük problemdir. Dolayısıyla bu tez çalışması; küçük numune boyutlarında, boynuz yapısındaki süngerimsi ve geçiş bölgelerinden tamamen arındırılmış kompakt numunelerin mekanik testleri ile karakterizasyonuna odaklanmıştır. Böylece yöne bağlı (uzunlamasına, enine ve radyal) mekanik dayanımın değişimi de küçük numune boyutlarında incelenebilmiştir.

Tez çalışmasının ilk aşamasında boynuzların tabiatta sıklıkla maruz kaldığı eğilme davranışını test etmek üzere; altı, beş ve iki çatalı boynuzların kompakt bölgelerinden elde edilen numuneler üzerinde üç noktalı eğme testleri gerçekleştirilerek eğme dayanımı, elastik modül, kırılma tokluğu gibi mekanik dayanım özellikleri belirlenmiştir (Bölüm 2). Üç noktalı eğme testleri ile nihai zorlama kuvvetlerine maruz kalarak hasara uğrayan numunelerin kırılma ve çatlak ilerleme mekanizmaları ve farklı ölçeklerde kırılma yüzeylerindeki ultrasütrüktürel ince yapıları SEM (taramalı elektron mikroskobu) görüntülemesi ile gözlenmiş olup, kırılmış bölgelerin EDS (enerji dağılım spektrometresi) analizi ile mineral içeriğinin mekanik dayanımla ilişkisi tartışılmıştır.

Çalışmanın devamında; büyüme eksenine yönünde çekme dayanımlarının ve elastik modülünün belirlenmesi için sıkça kullanılan geleneksel test metotlarından biri olan statik çekme testi uygulanmıştır. Burada düz plaka şeklinde hazırlanan numuneler düşük deformasyon hızlarında test edilmiş ve sonuçları Bölüm 3'te tartışılmıştır.

Bölüm 4'te statik çekme testi neticesinde elde edilen mekanik dayanım verilerine dayalı bir analitik model geliştirilmiştir. Bu analitik model kompakt bölgeyi iki farklı uzamsal ölçekte incelemektedir. Bu ölçeklerden ilki kompakt dokuyu

oluşturan mineralize fibril/interfibriler matris yapıları olup, diğeri mineralize fibril yapıları içerisindeki kolajen sarmalı ve sarmallar arasındaki bağlayıcı minerallerdir.

Herhangi bir boyut kısıtı getirmeyen ve küçük numune boyutlarında (bu çalışmanın numune boyutları yaklaşık 8 - 10 mm çapında ve 3 - 4 mm kalınlığında olduğundan) mekanik teste imkân veren ve dolaylı bir test metodu olan Brazilian metodu anizotropik mekanik özelliklerin sınılanması için tercih edilmiş ve sonuçları Bölüm 5'te sunulmuştur. Bu test metoduyla disk şeklindeki numunelerin yarı statik ve dinamik (Split Hopkinson basınç çubuğu test düzeneği ile) yüklemeler altında mekanik dayanımları belirlenmiş olup Weibull kümülatif dağılım fonksiyonu kullanılarak istatistiksel hasar tahmini de yapılmıştır. Mekanik dayanımın kompakt doku yoğunluğu ve deformasyon hızına bağımlılığı grafiklerle tartışılmıştır. Numunelerin farklı yönlerinde uygulanan basma kuvvetleri neticesinde oluşan genel hasar ve çatlak hasarları ultrasütrüktürel düzeyde gözlemlenerek aydınlatılmıştır.

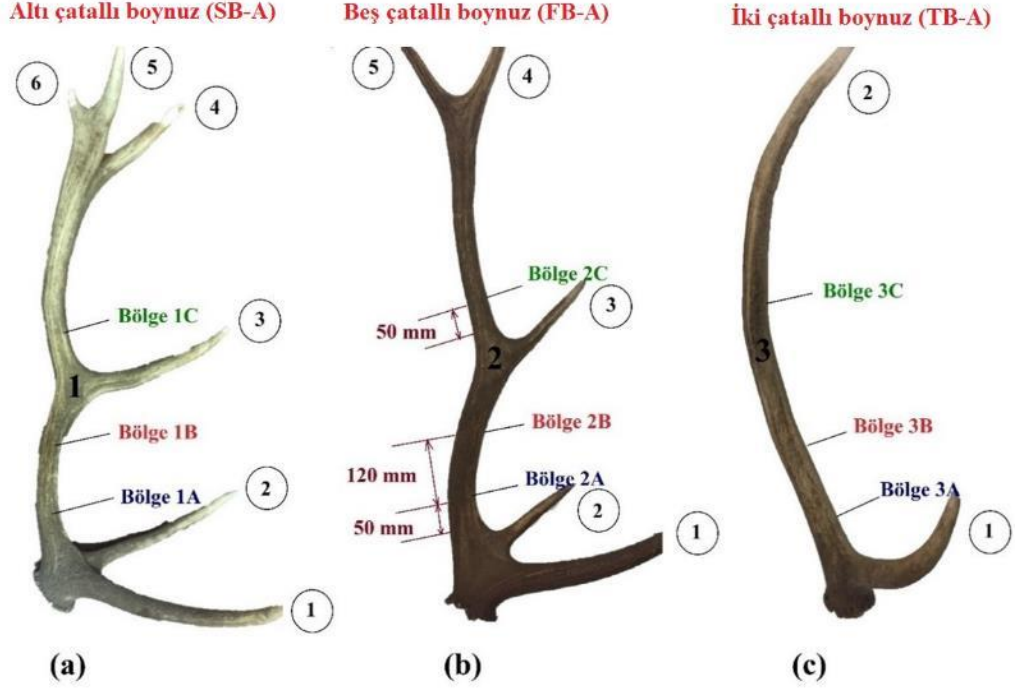
2. GEYİK BOYNUZLARININ ÜÇ NOKTALI EĞİLME DENEYİ VE KIRILMA TOKLUĞUNUN BELİRLENMESİ

Deneysel çalışmanın ilk basamağı olan üç noktalı eğilme testleri için geyik boynuzları Denizli/ TÜRKİYE, Çivril-Akdağ mevkiinden temin edilmiştir. Test edilecek boynuzlar altı, beş ve iki çatalı, testten yaklaşık iki yıl önce düşen Cervus Elaphus (kızıl geyik) türüne aittir. Temin edilen boynuzlar serbest dolaşan yabani hayvanlara ait olup, yaşadıkları bölge, deniz seviyesinden yaklaşık 900 m yüksekliktedir ve bölgenin yıllık ortalama sıcaklığı 12.9°C'dir. Bölgenin bitki örtüsü, maki, yüksek dağ çayırları ve ardıç ormanları ile kaplıdır. Test edilen boynuzların çatal sayısı, kütlesi, ortalama çapı ve uzunlukları Tablo 2.1'de gösterilmiştir.

Tablo 2.1: Deneysel çalışma için temin edilen boynuzların özellikleri

Boynuz	Boynuzun Çatal Sayısı	Uzunluğu (mm)	Ortalama Çap (mm)	Boynuzun Kütlesi (kg)
SB-A	6	788	Ø 28	0.816
FB-A	5	726	Ø 25	0.712
TB-A	2	652	Ø 24	0.586

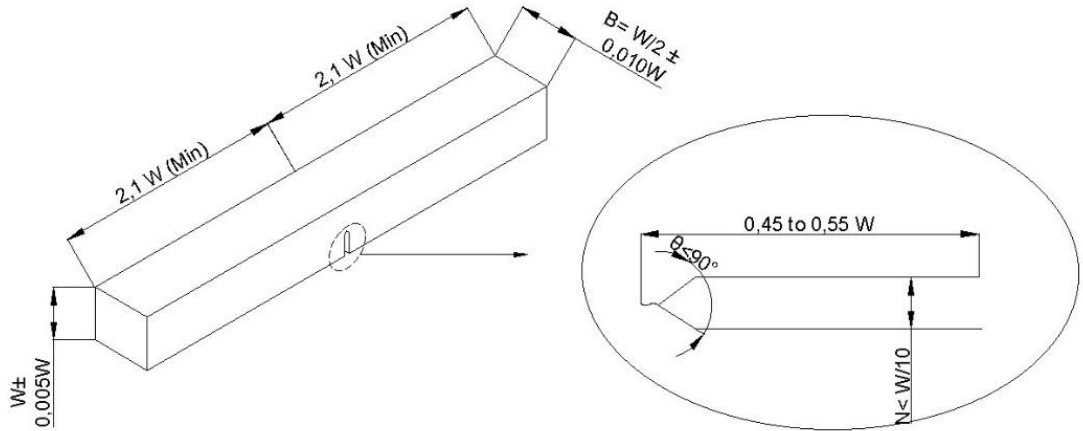
Tablo 2.1'de gösterilen özelliklere sahip boynuzlar farklı bölgeleri incelenmek üzere Şekil 2.1'de C ile gösterilen bölge hariç A ve B bölgelerinden numuneler hazırlanmıştır. Burada SB-A: Altı çatalı geyik boynuzunu, FB-A: Beş çatalı geyik boynuzunu ve TB-A: İki çatalı geyik boynuzunu temsil etmekle birlikte çalışmanın devamında bu kısaltmalar kullanılacaktır.



Şekil 2.1: Üç noktalı eğilme testi için temin edilen kızıl geyik boynuzları a) altı b) beş c) iki çatalı geyik boynuzu.

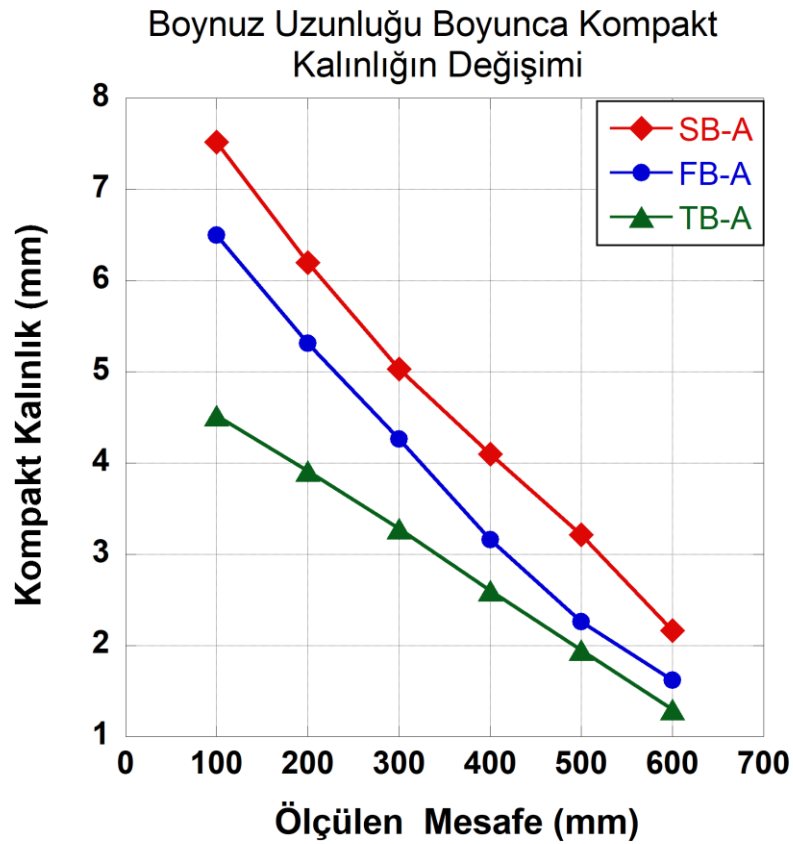
Kemiklerin ve kemik benzeri yapıların eğilme davranışını test etmek için özel bir standart yoktur. Bu nedenle, boynuzları ve kemikleri test etmede yaygın kullanıma sahip ASTM E399-90 standardı tercih edilmiştir.

Şekil 2.1’de gösterildiği gibi boynuzun büyüme eksenine paralel yönde, A ve B bölgelerinden ASTM E399-90 standardınca (Şekil 2.2) 32 test numunesi hazırlanmıştır.



Şekil 2.2: ASTM E399-90 Standardına göre test numunesinin boyutları

Boynuz uzunluğu boyunca her 100 mm de bir kompakt kalınlık ölçümü yapılmıştır. Bu ölçüm sonuçları her üç boynuz tipi için Şekil 2.3' te gösterilmiştir.



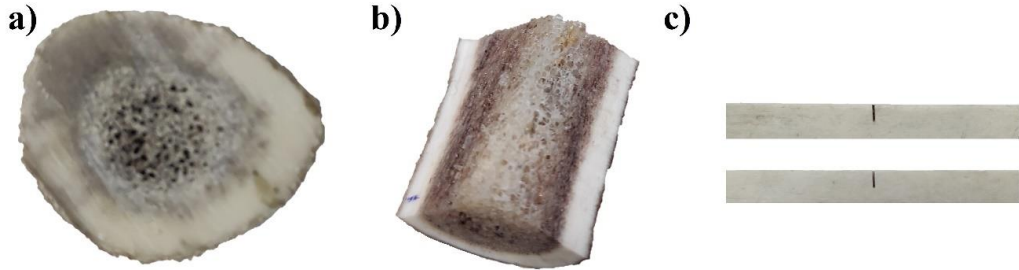
Şekil 2.3: Büyüme eksenini boyunca belirlenen mesafelerde altı, beş ve iki çatalı boynuzların kompakt kalınlık değişimi

Şekil 2.3'te görüldüğü gibi her ne kadar C bölgesinden numune hazırlanabilse de Şekil 1.11'de gösterildiği gibi numune hazırlanırken geçiş bölgesi kalıntıları mevcut olabilmektedir. Bu kalıntılar ise çentik etkisi sebebiyle malzemenin mekanik mukavemetini olumsuz yönde etkileyebilmektedir. Bu nedenle deneysel çalışma için geyik boynuzunun A ve B bölgesinden numuneler hazırlanmıştır. Bu bağlamda Bölüm 2.1'de numune hazırlık aşamaları ve test prosedürleri kapsamlı olarak anlatılmıştır.

2.1 Üç Noktalı Eğilme Test Numunelerinin Hazırlığı ve Test Prosedürü

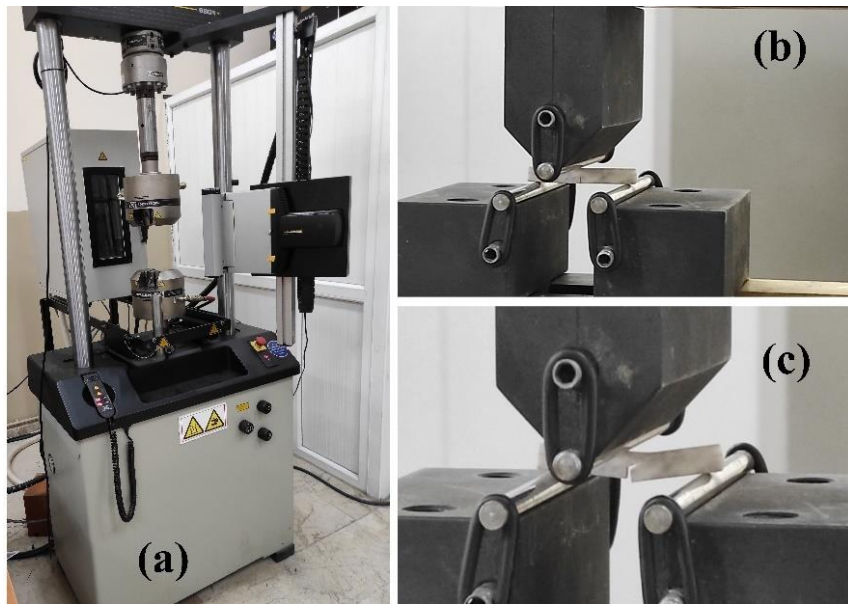
Üç nokta eğilme testine tabi tutulacak numuneler, Şekil 2.4'a da gösterildiği gibi metal testere ile dairesel olarak kesilmiştir. Bu işlemi takiben Şekil 2.4'b'deki gibi diş kesmede kullanılan spiral şeklinde tel testere ile uzunlamasına kesit alınarak kortikal

kalınlık belirlenmiştir. Kaba kesimleri tamamlanan numuneler, 0.3 mm düz tel testere ile kesilmiş ve ardından P120 grid zımpara kâğıdı ile hafif işlenerek 35 mm x 5 mm x 2.5 mm nihai boyutlarına getirilmiş olup 0.3 mm genişliğinde ve 2.25 mm derinliğinde çentik açılmıştır. (Şekil 2.4c).



Şekil 2.4: Boynuzlardan numune hazırlama işlemi a) metal testere ile kesilmiş boynuzların enine kesiti b) boynuzun uzunlamasına kesiti c) nihai formda test için hazırlanan çentikli numune

Tüm numunelerin üç noktalı eğilme testleri Pamukkale Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü Mekanik Test Laboratuvarında Instron 8801 servo-hidrolik yorulma test cihazında yapılmıştır (Şekil 2.5). Test ortamının sıcaklığı yaklaşık 21°C ve bağıl nem %78 idi. Numuneler, 0.3 mm/min. hızında test edilmiştir. Aparat üzerindeki pin çapları 5 mm'den küçük olup, açıklık mesafesi standarda göre 30 mm olarak belirlenmiştir. Bu izahatı takiben, aşağıdaki bölümlerde boynuzların eğilme davranışı ile ilgili bazı sonuçlar verilecektir.



Şekil 2.5: Geyik boynuzunun üç noktalı eğme testinin yapılması a) Instron 8801 Servo-hidrolik Yorulma Test Cihazı b) Test numunesinin aparat üzerine yerleştirilmesi c) Hasara uğramış test numunesi

2.2 Geyik Boynuzunun Eğilme Davranışı

Farklı çatal sayılarına sahip geyik boynuzlarının eğilme dayanımları, büyüme eksenine dik yönde uygulanan kuvvet ile (enine yön) incelenmiştir.

Eğilme dayanımları Denklem 2.1 ile hesaplanmakta olup (Zweben ve diğ. 1979),

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2wb^2}, \quad (2.1)$$

burada P , L , w ve b sırasıyla uygulanan yükü, test cihazı aparatları arasındaki açıklık mesafesini, numunelerin genişliğini ve kalınlığını temsil eder. Eğilme gerinimi ise Denklem 2.2 kullanılarak hesaplanır,

$$\varepsilon_f = \frac{6\delta b}{L^2} \quad (2.2)$$

ki burada δ , kiriş merkezinin maksimum sapsması (mm) olup, üç noktalı eğilmede elastik modül Denklem 2.3 ile hesaplanır (Zweben ve diğ. 1979);

$$E_f = \frac{m_e L^3}{4wb^3} \quad (2.3)$$

burada m_e , yük-yer değiştirme eğrisinin lineer bölümünün gradyanını (yani eğimi) temsil eder. Kırılma tokluğu ise Denklem 2.4 ve 2.5 ile hesaplanır (ASTM, 2006).

$$K_{IC} = \frac{PL}{bw^{3/2}} f(a/w) \quad (2.4)$$

$$f(a/W) = \frac{3(a/w)^{1/2}[1.99-(a/w)(1-(a/w)(2.15-3.93a/w)+2.7a^2/w^2)]}{2(1+2a/w)(1-a/w)^{3/2}} \quad (2.5)$$

burada $f(a/w)$ ve a , sırasıyla numunenin geometrik fonksiyonu ve çentik uzunluğunu ifade etmektedir. Numunelerin görünür yoğunluğu ise kuru numunenin ölçülen kütlelerinin hacmine bölümü ile hesaplanmıştır.

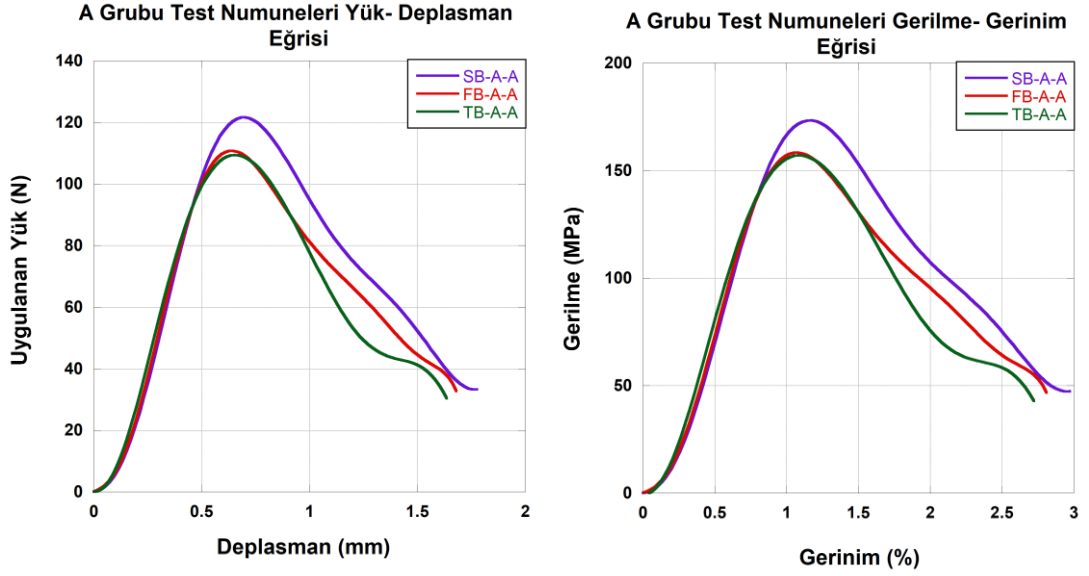
Hesaplanan eğilme dayanımları, gerinimler, elastik modüller, kırılma tokluğu ve görünür yoğunluk değerleri Tablo 2.2'de verilmiştir.

Tablo 2.2: Üç noktalı eğilme testi sonuçları (σ_f Eğilme dayanımı, ε_f eğilme gerinimi, E_f Eğilme modülü, K_{Ic} kırılma tokluğu ve ρ görünür yoğunluk)

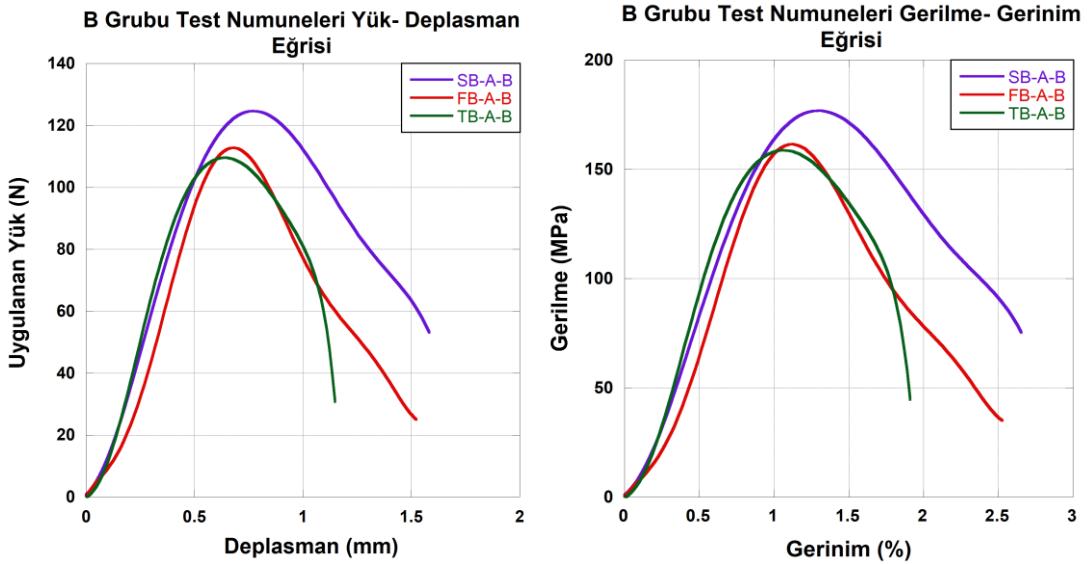
<i>Numune Bölgesi</i>	σ_f (MPa)	ε_f (%)	E_f (GPa)	K_{Ic} (MPa·m ^{1/2})	ρ (g/cm ³)
<i>SB-A'nın A Bölgesi</i>	173.30± 10.1	1.167± 0.04	6.37± 0.02	9.34± 0.58	1.87± 0.05
<i>FB-A'nın A bölgesi</i>	158.76± 5.4	1.054± 0.04	6.05± 0.20	8.61± 0.29	1.84± 0.02
<i>TB-A'nın A bölgesi</i>	155.24± 2.1	1.007± 0.03	5.91± 0.16	8.35± 0.03	1.87± 0.01
<i>SB-A'nın B bölgesi</i>	177.52± 11.5	1.240± 0.02	5.37 ±0.09	9.62± 0.46	1.87± 0.04
<i>FB-A'nın B bölgesi</i>	161.90± 4.9	1.075± 0.06	5.52± 0.20	8.70± 0.14	1.83± 0.01
<i>TB-A'nın B bölgesi</i>	159.05± 0.3	1.045± 0.01	6.12 ± 0.25	8.56± 0.10	1.87± 0.01

Tablo 2.2'ye bakıldığında, altı çatalı boynuzların, beş ve iki çatalı boynuzlardan daha yüksek mukavemete ve kırılma tokluğuna sahip olduğu sonucu çıkarılabilir. Ayrıca, eğilme dayanımları yaklaşık 150 MPa ile 190 MPa arasında değişmektedir ve bu farklılıklar, numunelerin yaş ve numune hazırlanan bölgelerindeki farklılıklardan kaynaklanmaktadır. Maksimum eğilme mukavemeti altı çatalı geyik boynuzunun B bölgesinde iken minimum eğilme mukavemeti iki çatalı geyik boynuzunun A bölgesinde olduğu tespit edilmiştir. Tüm numunelerin görünür yoğunlukları hemen hemen aynı olmasına rağmen, A bölgesinde altı çatalı boynuzlardan alınan numuneler, beş ve iki çatalı boynuzlara göre sırasıyla yaklaşık %9.5 ve %11.5 daha yüksek eğilme mukavemetine sahiptir. Aynı şekilde B bölgesi için benzer oranlar söz konusudur. Hem A hem de B bölgesi için beş ve iki çatalı geyik boynuzlarının eğilme mukavemetleri arasında %2 fark gözlenmiştir.

Ek olarak, A grubu test numuneleri için Şekil 2.6'da ve B grubu için Şekil 2.7'de uygulanan yük-yer değiştirme ve gerilme-gerinim eğrileri gösterilmektedir.



Şekil 2.6: A grubundaki test numunelerinin deneysel Yük-Deplasman ve Gerilme Gerinim eğrileri



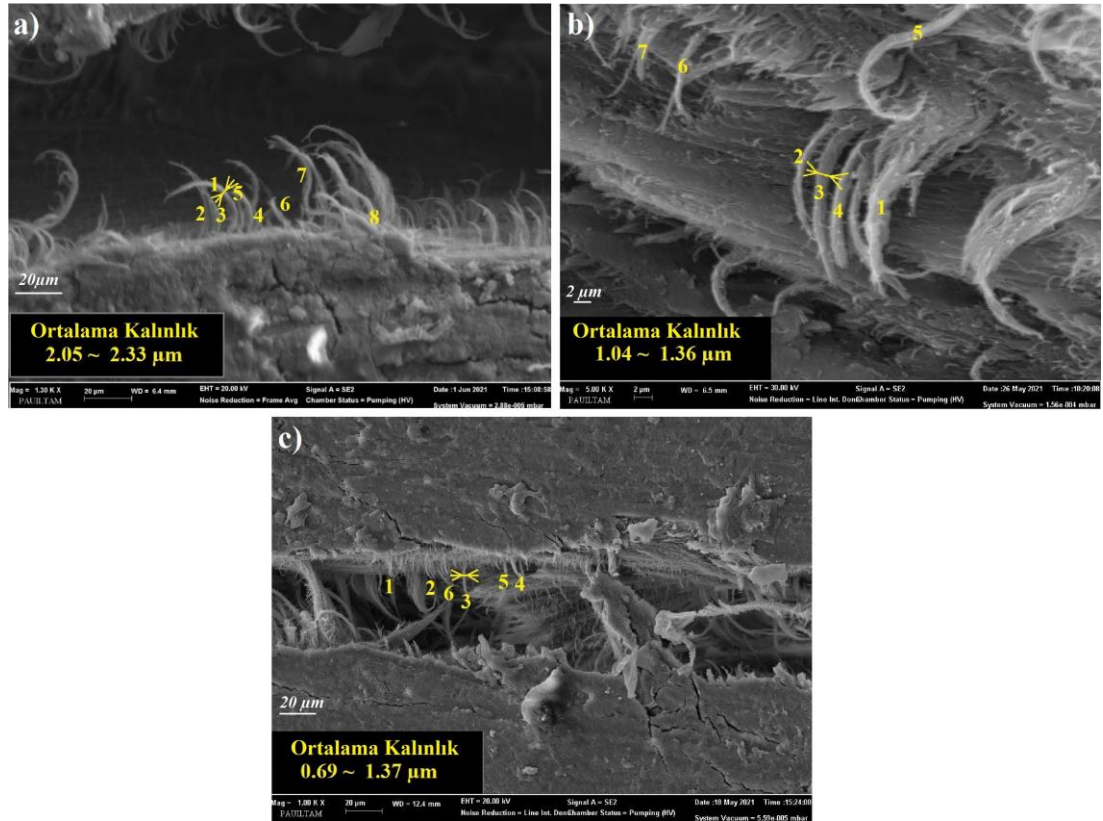
Şekil 2.7: B grubundaki test numunelerinin deneysel Yük-Deplasman ve Gerilme Gerinim eğrileri

Şekil 2.6'da görüleceği üzere, tüm boynuzların A grubundaki altı çatalı boynuzların akma gerilmesi yaklaşık 155 MPa iken, beş ve iki çatalı boynuzlar için sırasıyla yaklaşık 130 MPa ve 125 MPa'dır. Şekil 2.7'de incelenen B grubundaki tüm boynuzların akma gerilmesinde ise hafif bir artış gözlemlendi ve altı çatalı boynuzlar için akma gerilmesi 160 MPa iken, beş ve iki çatalı boynuzlarda sırasıyla yaklaşık 135 MPa ve 128 MPa olarak belirlendi.

Boynuzlar bölgesel olarak dikkate alındığında, B ve A bölgeleri arasında mekanik dayanım açısından küçük farklılıklar olduğu görülmektedir. B bölgesi, A bölgesi ile

karşılaştırıldığında yaklaşık %2 - 2.5 oranında daha yüksek mekanik dayanıma sahiptir. Ayrıca A ve B bölgelerinde geyik boynuzunun kırılma tokluğu yaklaşık 8.5 - 9.5 MPa·m^{1/2}, eğilme modülü ise 5 - 6 GPa arasında olup, önemli bir fark gözlenmemiştir.

Özetle, bu çalışmada, SB-A'dan alınan bir grup numunenin diğerlerinden daha yüksek mekanik özelliklere sahip olduğu dikkat çekmektedir. SB-A numunelerinde mekanik özelliklerdeki bu tür artışın kaynağını aydınlatmak üzere osteonlar etrafındaki mikroskobik organizasyona daha yakından bakmak gerekir. Çatlak bölgesindeki mikroskobik gözlemlerimiz, Çapraz Bağlanan Liflerin (CLF'ler), gözeneklilik, yapı malzemesi vb. gibi diğer fiziksel parametrelere ek olarak mekanik mukavemeti büyük ölçüde etkilediğini göstermektedir.



Şekil 2.8: Osteonlar boyunca mikroskobik CLF'lere daha yakından bir bakış a) SB-A için CLF'lerin ortalama kalınlıkları 2.05 - 2.33 µm'dir. b) FB-A için CLF'lerin ortalama kalınlıkları 1.04 - 1.36 µm'dir. c) TB-A için CLF'lerin ortalama kalınlıkları 0.69 - 1.37 µm'dir.

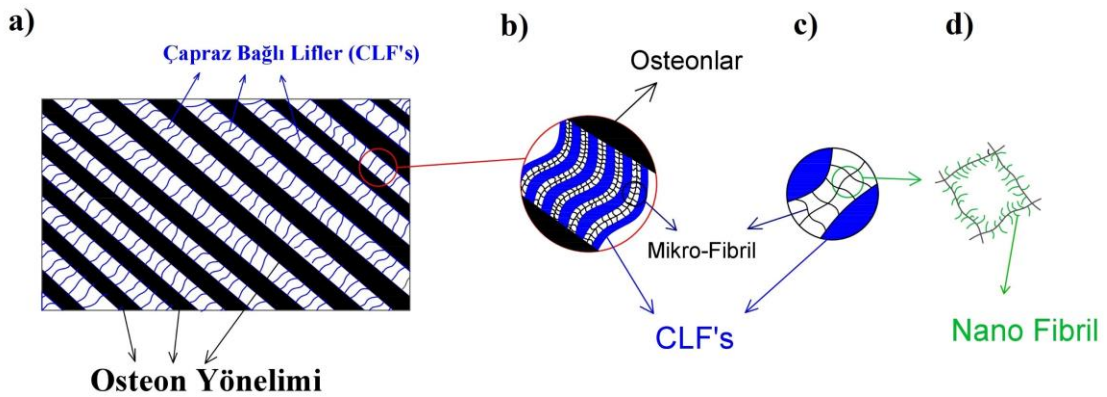
Üç nokta eğilme testine tabi tutulan test numunesinin kırılma davranışını gözlemlemek için SEM görüntüleme tekniği kullanılmıştır. SEM görüntülemesinden önce numuneler iki saat boyunca Quorum Q150R ES model cihaz ile Altın - Paladyum (ağırlıkça %80 - %20) ile kaplanmıştır. Daha sonra numuneler ZEISS-SUPRA 40VP

FESEM görüntüleme cihazı ile vakum koşullarında farklı ölçek ve büyütmelerde görüntülenmiştir.

Şekil 2.8'de gösterildiği gibi, köklerini osteonlardan alan CLF'ler, matrisin belirli bölgelerine gömülü ve osteonlara dik bir biçimde yerleşmişlerdir. Bu bağlantı lifleri, eğme testleri sırasında çekme ve basma gerilmelerine maruz kalmaktadırlar. Bu nedenle CLF'lerin osteon yüzeyindeki birim alanı başına sayı yoğunluğu ve osteonların mekanik deformasyonuna karşı koyan çekme kuvveti nedeniyle uzamaya karşı direnç gösteren bağlantı lifleri Şekil 2.8'de gösterilmiştir. SB-A numuneleri için osteon çevresindeki ortalama CLF kalınlığı 2.05 – 2.33 μm civarında iken FB-A ve TB-A için sırasıyla 1.04 – 1.36 μm ve 0.69 – 1.37 μm olarak ölçülmüştür. Bu nedenle daha küçük kalınlıklardaki CLF'lere sahip test numuneleri daha düşük dayanım göstermektedir.

2.3 Mikroskopik Gözlemler

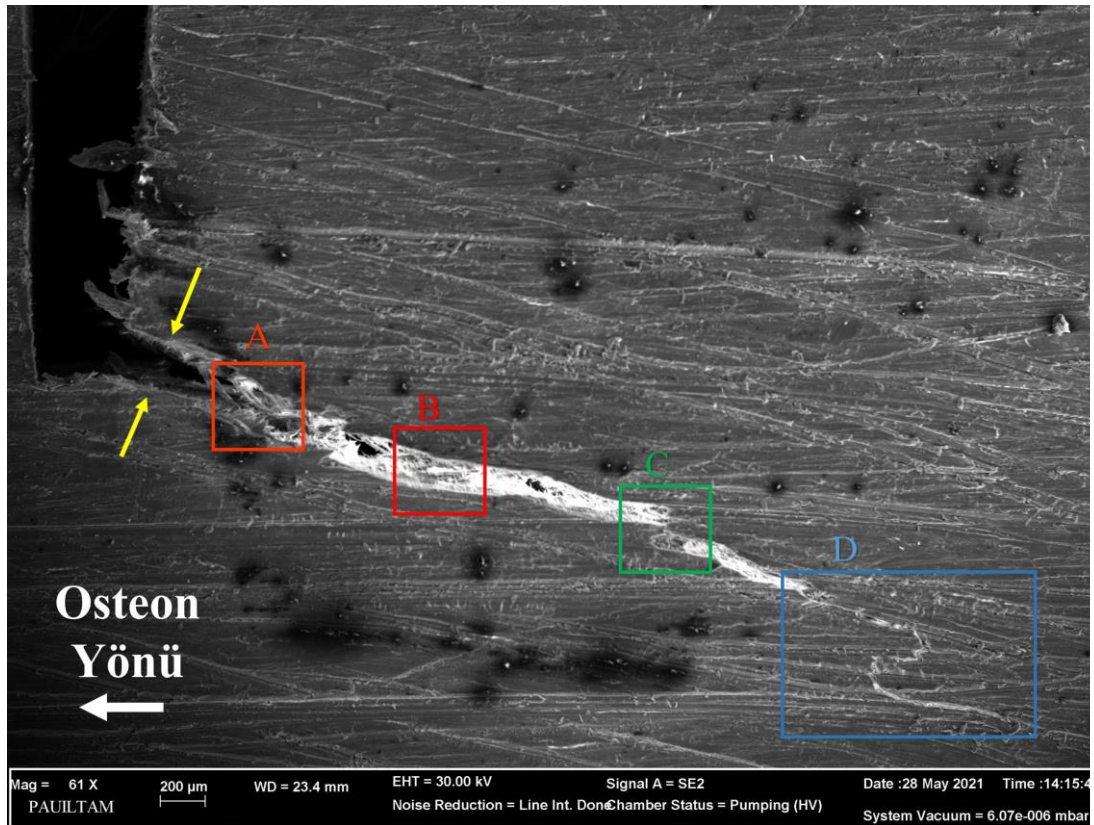
Bir önceki bölümde belirlenen mekanik dayanımları etkileyen en önemli unsurlardan bir tanesi de şüphesiz hem osteonlar arası mikroskopik organizasyonu hem de osteonların boynuzun büyüme yönüne göre dizilimleridir.



Şekil 2.9: SEM analizlerinde lif yapılarının ve yönelimlerinin şematik gösterimi a) Çapraz bağlanan liflerle bağlanan osteonlar b) Mikro fibrillerle çapraz bağlanan liflerin ayrıntıları c) Mikro fibrillerin düzenli yapısı d) Mikro fibrillerin üzerindeki tüy biçimindeki fibriller (nano-fibriller)

Genel bir bakış olarak, mikroskopik ölçeklerde, hasara uğrayan boynuzlardaki osteonlar arasında bir çapraz fibrilasyon ağı belirlenmiştir. Osteonlar arasında böyle bir fibrilasyon, çatlağın osteon eksenini boyunca yayılmasının önündeki ana engeldir.

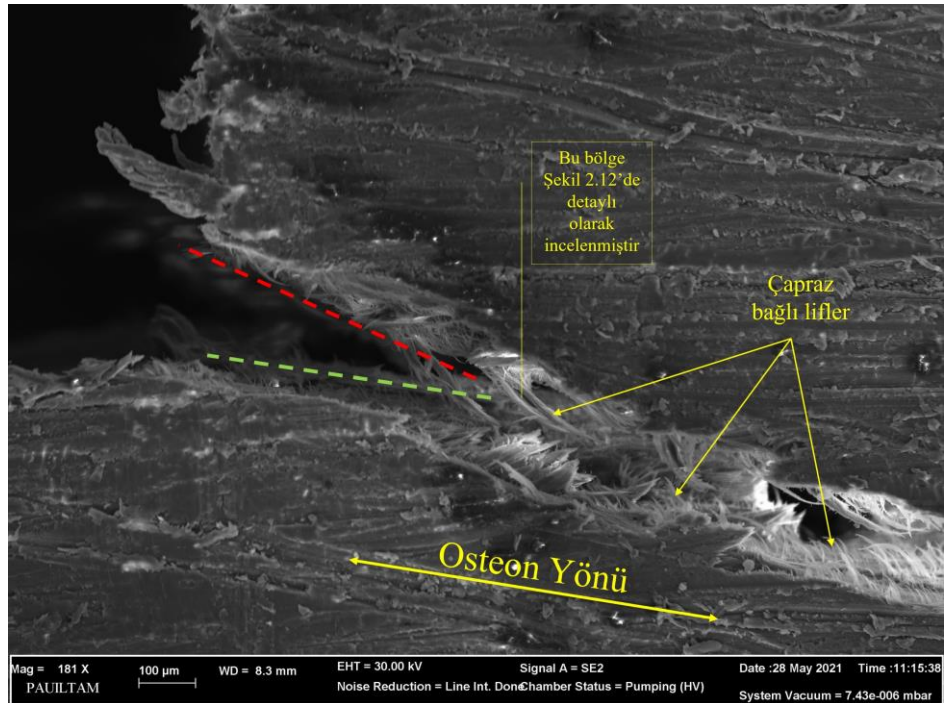
Bu bölümde osteonlar ve CLF'ler tarafından oluşturulan ağın şeması kısaca sunulduktan sonra, bu ağın bazı kanıtları sistematik olarak SEM görüntüleri üzerinde tartışılacaktır. Söz konusu lif yapıları, bağlantılar ve yönler, Şekil 2.9'da şematik olarak gösterilmektedir. Şekil 2.9a'da gösterildiği gibi, osteonlar boynuzun kompakt bölgesinde olup Volkmann ve Haversian kanallarını içerir. Ayrıca osteonlar boynuzun büyüme eksenine paralel olarak yönlenmiştir. Bu osteonlara dik olarak çapraz bağ adı verilen bazı bağlayıcı lifler gözlenmiştir. Bu lifler ayrıca Şekil 2.9b'de şematik olarak gösterildiği gibi birbirine benzer mikro-fibril bağlantılarıyla ortogonal bir şekilde bağlanır. Bu mikro-fibrillerin yüzeyinde birkaç nanometre boyutlarında tüy fibrillerinin de bulunduğu tespit edilmiştir (Şekil 2.9c ve d). Bu bağlamda, bu şematik çizimi destekleyen SEM görüntüleri aşağıda detaylı olarak verilmiştir.



Şekil 2.10: Hasara uğramış geyik boynuzunun kompakt SB-A bölgesinin 200 µm ölçeğinde SEM görüntüsü

Şekil 2.10'da geyik boynuzunun kompakt bölgesi 200 µm ölçekte gösterilmiştir. Uygulanan yük nedeniyle, çatlak çentiğin köşesinden başlar ve osteonların doğrultusunda ilerler. Sarı oklarla gösterilen bölgede hem osteonlarda delaminasyona yol açan geniş bir çatlak oluşumu hem de organik matris-lif ara

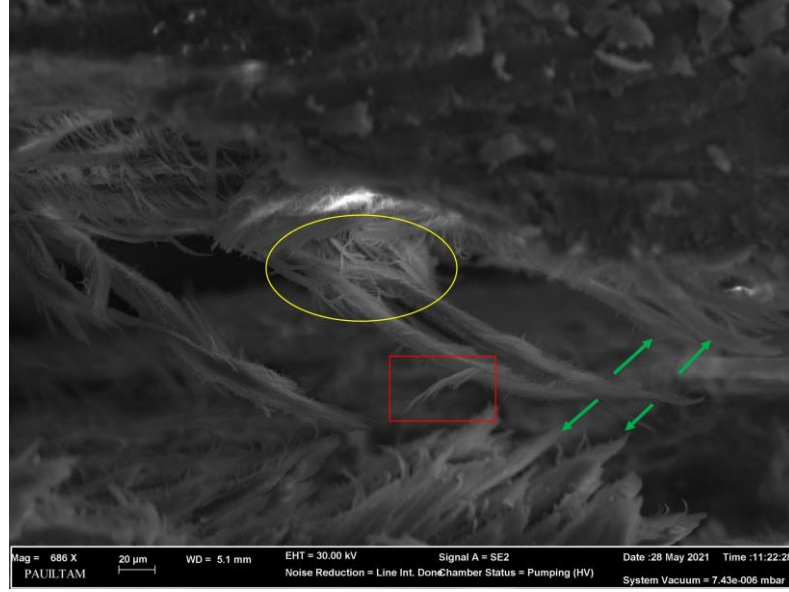
yüzünün hasara uğradığı gözlenmiştir. Bununla birlikte; çatlak, B bölgesindeki osteonlar boyunca ilerler. B ve C bölgelerinde birkaç kopmamış ancak deforme olmuş CLF'nin bulunduğunu not etmek de çok önemlidir. Bu nedenle, kopmamış ancak deforme olmuş CLF, çatlak genişlemesini engeller ve mekanik dayanıma katkıda bulunur. Ayrıca C bölgesinde çatlaksız bağ köprülemesi meydana gelmiştir. Bu durum çatlakların osteon yönünde sapması ile sonuçlanan ve kemiklerin mekanik dayanımını arttıran bir etkidir. Çatlak bağ köprülemesi ile yön değiştirerek bitişiğindeki başka bir osteon yönünde ilerler. Çatlak devam eden rotada (yani D bölgesinde) mikro çatlak olarak devam eder ve sonlanır. Şekil 2.10'daki A bölgesi, Şekil 2.11'de gösterildiği gibi daha ayrıntılı olarak incelenmiştir.



Şekil 2.11: Şekil 2.10'da belirtilen A bölgesinin 100 µm ölçeklerde SEM görüntüsü. Yeşil ve kırmızı kesikli çizgiler osteon delaminasyonunu göstermektedir. Sarı oklar hem bir osteonun yönünü hem de iki komşu osteonu birbirine bağlayan CLF'leri göstermektedir.

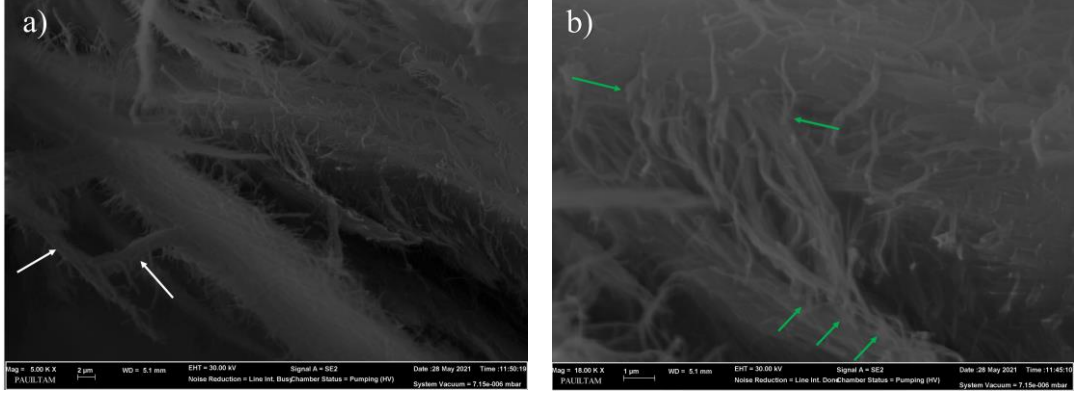
Şekil 2.11, ana çatlak başlangıcındaki osteon delaminasyonunu ve uzunlamasına yönde dizilmiş osteonları açıkça göstermektedir. Burada çatlak genişliği yaklaşık 250 µm olarak ölçülmüştür. Mineralize dolgu katmanının altında kalan bu osteon lifi kesikli kırmızı çizgi ile gösterilen yönde olmalıdır, ancak delaminasyon nedeniyle yeşil çizgi ile gösterilen yönde ilerler. Belirtilen osteonlardan kök alan CLF'lerin çoğu birçok lif demetinden meydana gelir. Bu yapılar Şekil 2.12 ve 2.13'te daha detaylı incelenmiştir. Şekil 2.12, osteon yönüne neredeyse dik olan ve komşu osteonları

birbirine bağlayan 100 μm uzunluğunda ve 10 μm kalınlığında CLF'leri göstermektedir. Bir bağlayıcı yapı olarak görev üstlenen bu yardımcı lifler, iki komşu osteona bağlanır ve çatlakın genişlemesine engel olur, hatta çatlakın yönünü saptırır. Numunelerin hasara uğraması neticesinde, Şekil 2.12'de kırmızı dikdörtgen ile gösterilen bölgede CLF'lerin delaminasyonu da görülmektedir. Ayrıca, bu CLF'ler 5 μm uzunluğunda ve 0.8 μm kalınlığında mikro liflerle bağlanmaktadır.



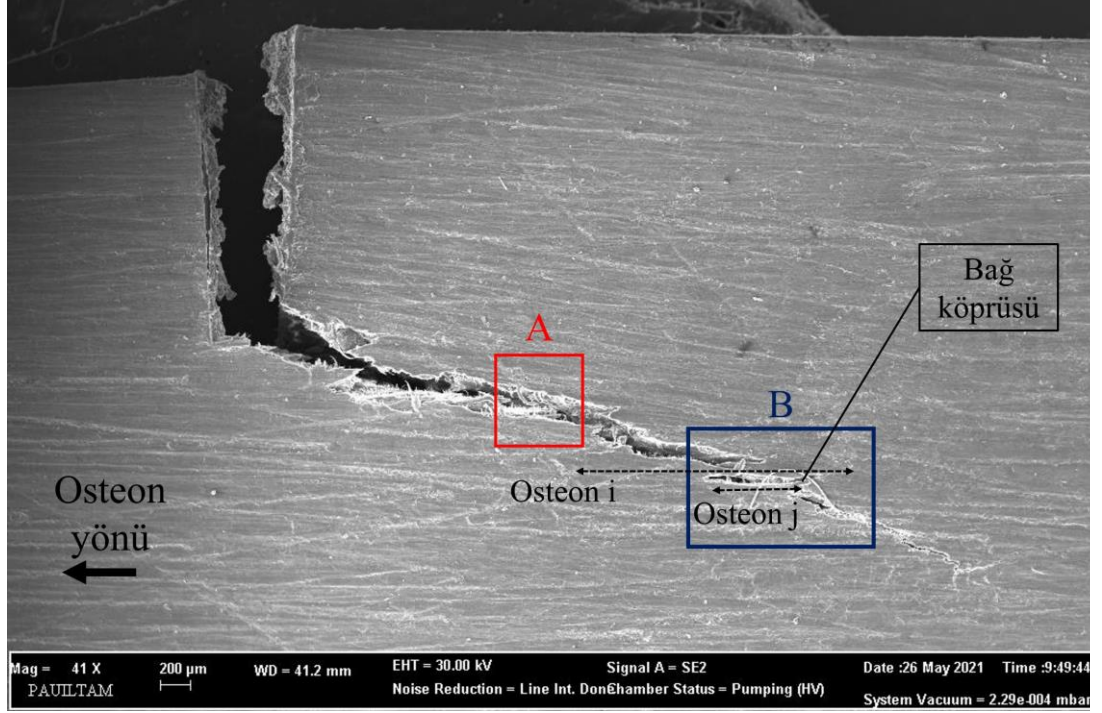
Şekil 2.12: Şekil 2.10'daki A bölgesinin 20 μm ölçeklerde SEM görüntüsü. Sarı daire ile gösterildiği gibi lif demetleri tek bir CLF oluşturur

Bu tür fibrillerin sayı yoğunluğu, CLF'lerin tabanına yakın bölgelerde oldukça fazladır. Bu nedenle, bu fibrillerin CLF'lerin kökü olduğu söylenebilir. Çatlakın iki tarafındaki deforme olmuş liflerin bire bir eşleşmesi yapılırsa, bu tür CLF'lerin plastik deformasyondan sonra koptuğu söylenebilir (karşılıklı lifler Şekil 2.12'de yeşil oklarla gösterilmiştir). Şekil 2.13, Şekil 2.12'de sarı daire ile tanımlanan bölgenin daha detaylı görüntüsü gösterilmektedir.



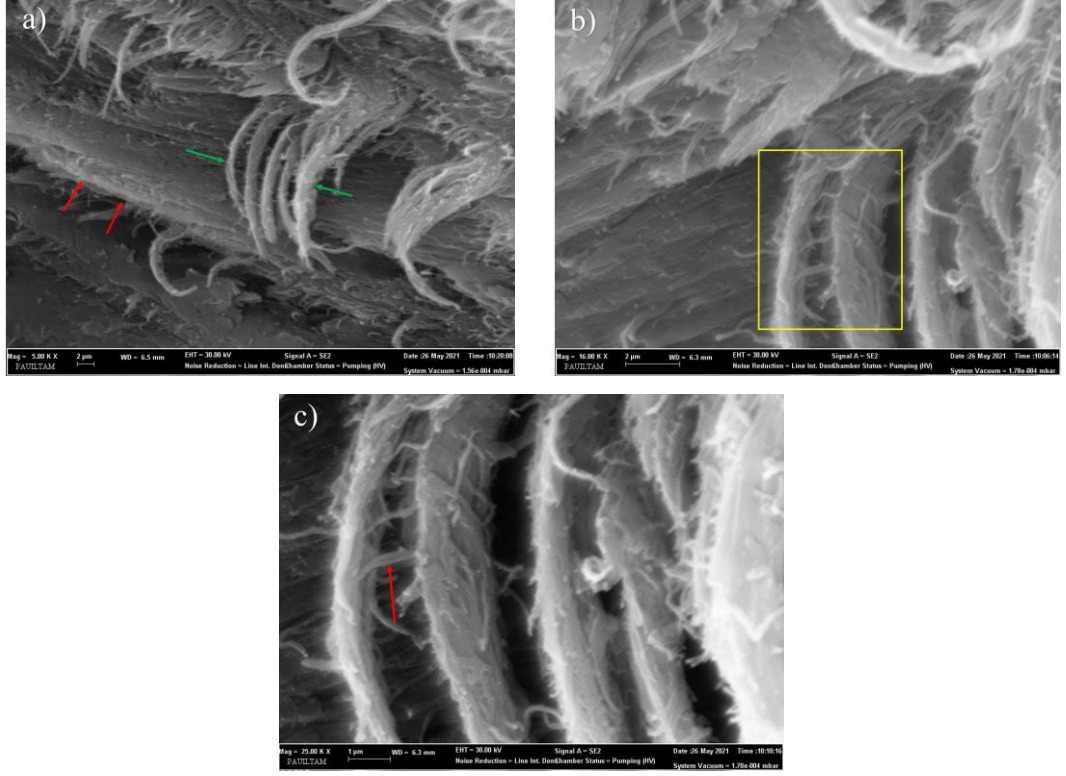
Şekil 2.13: CLF'nin köklerinin a) 2 µm ve b) 1 µm ölçeğinde büyütülmüş görünümü

Şekil 2.13'a'da, CLF'lerin tabanında birbirine bağlanan fibrillerin düzeni, bölgede beyaz oklarla gösterilmektedir. Bu düzen, Şekil 2.9'd'de gösterilen şematik çizimi desteklemektedir. Burada ortogonal bir ağı andıran bu fibrillerin (~ 10 µm uzunluk ve ~ 1 µm kalınlık) mekanik dayanımı arttırmada katkısı olduğu düşünülmektedir. Ayrıca, bu fibrillerin her birinin yüzeyinin tüy biçimindeki fibrillerinden (~ 700 nm uzunluğunda ve ~ 300 nm kalınlığında) oluştuğu gözlemlenmiştir. Şekil 2.13b'de yeşil oklarla gösterilen fibrillerin bağlantıları rastgele bir dağılım göstermektedir. Daha önceki çalışmalarda kemikler için bu fibrillerin ana liflere Proteoglikan adı verilen ve karmaşık bir yapıya sahip olan protein bazlı bir yapıştırıcı ile bağlandığı belirtilmiştir (Bidanset ve diğ. 1992; Fisher ve diğ. 1983; Franzen ve Heinegård 1984). Özetle, çoklu osteonların oluşturduğu ana lifin birbirine çapraz bağlarla bağlandığı ve tüy benzeri yapılara sahip bu CLF'leri birbirine bağlayan daha küçük fibrillerin olduğu sonucuna varılmıştır. Bir FB-A örneğinin SEM görüntüsü Şekil 2.14'te gösterilmektedir.



Şekil 2.14: Hasara uğramış FB-A numunesinin 200 µm ölçekte SEM görüntüsü. Osteon i ve j iki komşu lifi temsil eder

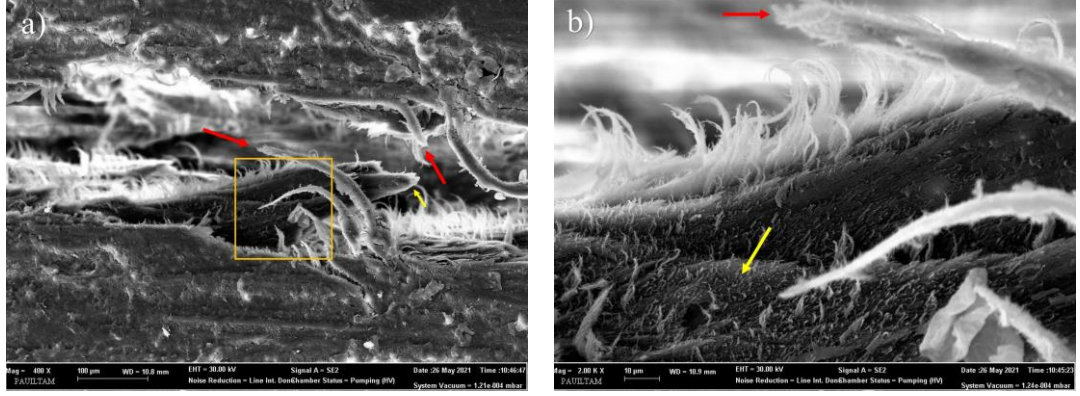
Geyik boynuzlarının mevcut yapısındaki osteonların yönelimleri aynı doğrultuda değildir. Çatlak ilerlemesinin osteonlar arası bölgelerden olması beklenirken bazı bölgelerde açılı ilerleyen osteonlar çatlağın yön değiştirmesine neden olmuştur. (Şekil 2.14). Çatlak, eğik osteonlar boyunca ilerlese de bir mineral matrisine gömülü CLF'ler arasında B ile gösterilen bölgeye kadar tamamen açılır. Bu bölgede, i olarak gösterilen bir osteonun, CLF'lerin sayı yoğunluğu nedeniyle tamamen hasara uğraması gerekiyordu. Bu tür yoğun CLF'ler osteon i'nin alt tarafında da gözlenmiştir. Bu lifler, osteon i ve j arasındaki CLF'ler nedeniyle tamamen kopmamış ve bağ köprüsü meydana gelmiştir. Böylece, çatlak osteon j boyunca sapmıştır. Ayrıca, kopmamış lifler, çatlak yayılmasını ve genişlemesini önemli ölçüde engellemektedir. Osteon j sonunda yine lifli bölgelere göre gevrek bir yapı olan mineralize dolgu katmanları varlığı nedeniyle çatlak yön değiştirmiştir. B bölgesinin sağ üst tarafında bulunan bazı CLF'ler Şekil 2.15'te 2 µm ve 1 µm ölçeğinde gösterilmiştir.



Şekil 2.15: Şekil 2.14'te SEM görüntüsü gösterilen boynuz numunesinin bağ köprüleme bölgesi a) 2 μm , 5000x yakınlaştırmada b) 2 μm , 16 000x yakınlaştırmada c) 1 μm , 25 000x yakınlaştırmada görünümü

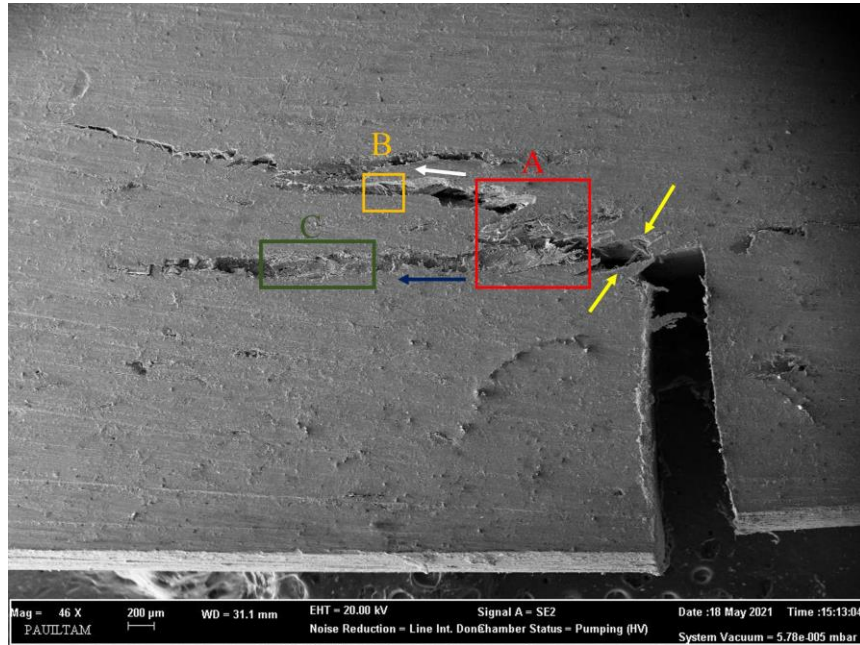
Hasara uğramış osteonun üst kısmında (Şekil 2.15a kırmızı oklar ile gösterilen bölge), CLF'lerin bir kısmı Şekil 2.15a'da gösterilmiştir. Bu bölge, bu tür çapraz bağlantıların yapısal organizasyonu hakkında önemli bilgiler vermektedir. Bu nedenle, Şekil 2.15a'nın yakınlaştırılmış görüntüleri Şekil 2.15b ve c'de gösterilmiştir. Bütün bu SEM görüntülerinden aşağıdaki senaryolar çizilebilir.

- 15 μm x 2 μm boyutunda (yeşil oklarla gösterilen) hasara uğramış çapraz bağlanan lifler, komşu liflere kırılmamış daha küçük kalınlığa sahip lifler ile bağlanmıştır (Şekil 2.15c'deki kırmızı ok). Bu küçük lifler, demet biçiminde olmasından ziyade bir kolajen fibrillerine benzemektedir. Bu küçük liflerin ortalama uzunluğu ve kalınlığı sırasıyla 1.69 μm ve 0.21 μm 'dir. Bu lifler CLF'leri bir arada tutar. Aynı zamanda bu yapılar, Şekil 2.9'da gösterilen şematik hiyerarşik organizasyonu destekler.
- Şekil 2.15c'nin yüksek yakınlaştırmada görünümü, aslında, tüm çapraz bağlanan liflerin gevşek bir şekilde bağlandığını göstermektedir.



Şekil 2.16: Şekil 2.14'te B ile gösterilen bölgesinin a) 100 µm b) 10 µm ölçeğinde SEM görüntüsü

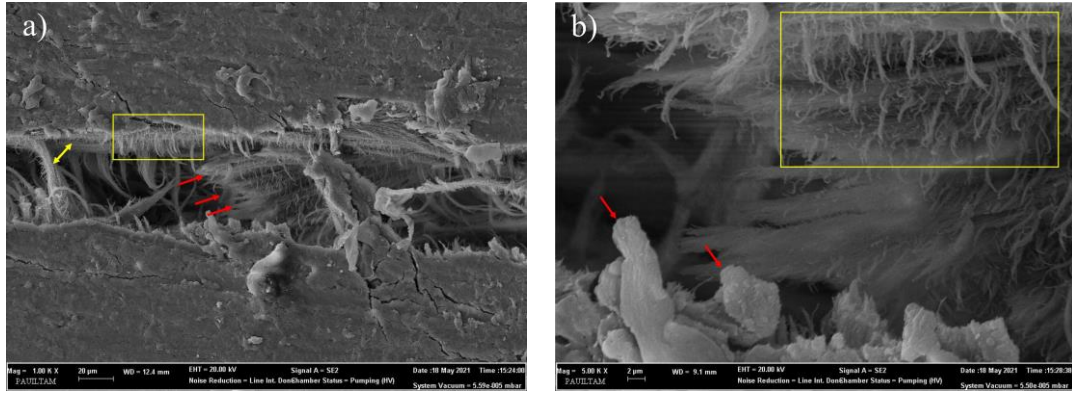
Şekil 2.16'da ise Şekil 2.14'te belirtilen boynuzunun A bölgesi incelenmiştir. Kırmızı oklarla gösterilen lifler, osteon delaminasyonundan kaynaklanan bir lif kopmasını gösterir (Şekil 2.16a). Şekil 16b'deki sarı oklar, nano boyutlu tüy benzeri fibrilleri göstermektedir. Oldukça uzun ve nano boyutlu fibrillerin bazıları kıvrımlı olduğundan, çatlağın bulunduğu ortama gömülü oldukları düşünülmektedir. Ayrıca, Şekil 2.16b'de gösterilen bazı kısa lifler, büyümekte olan çapraz-bağ liflerine benzemektedir. Bu liflerin sayı yoğunluğu sebebiyle, osteonları sıkı bir şekilde bağlayarak mekanik dayanımı etkileyeceği söylenebilir. Son olarak Şekil 2.17'de TB-A test numunesinin SEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.17: Hasara uğramış TB-A numunesinin 200 µm ölçekte SEM görüntüsü

Şekil 2.17'de SB-A ve TB-A numunelerinden farklı olarak iki yönlü çatlak ilerlemesi söz konusudur. Çatlak sarı oklar ile gösterilen bölgeden yani çentik dibinden başlamış

ve A ile gösterilen bölgede yön değiştirmiştir. Mavi ok yönünde ilerleyen çatlak incelendiğinde, mineralize dolgu katmanının önemli ölçüde hasar gördüğü kanaati hakimdir (C ile gösterilen bölge). Fakat beyaz ok ile gösterilen çatlak ilerlemesinde uygulanan yük neticesinde osteon hasarları mevcut olup çatlak dallanma eğilimindedir. Mekanik dayanım açısından bakıldığında bu numunenin daha düşük bir dayanım sergilemesinin sebebi çapraz bağlı liflerin yüksek oranda deformasyonudur. Bu bağlamda CLF'lerin yoğun olarak görüldüğü Şekil 2.17'de B ile gösterilen bölge Şekil 2.18'de 20 µm ve 2 µm ölçekte incelenmiştir.

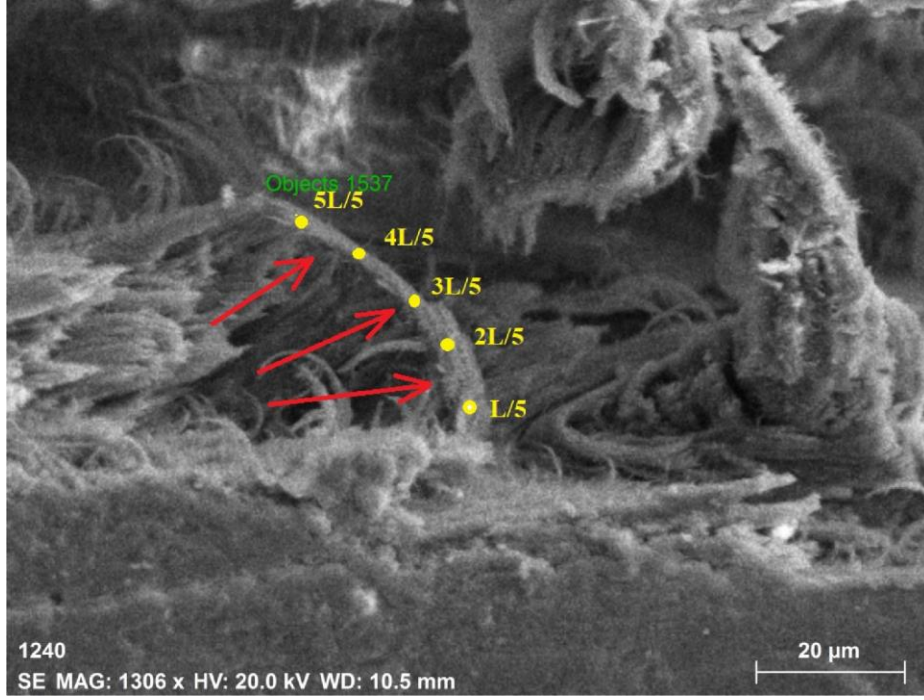


Şekil 2.18: Şekil 2.17'de B ile gösterilen bölgenin a) 20 µm b) 2 µm ölçekte SEM görüntüsü

Şekil 2.18a'da çapraz bağlı lif ve osteon hasarıyla sonuçlanmış bir çatlak mevcuttur. Burada sarı ok ile gösterilen bölgede osteon delaminasyonu mevcut olmakla birlikte kırmızı oklar ile gösterilen bölgede ise başka bir katman içerisinde bulunan osteonlar yüksek oranda deforme olmuştur. Ayrıca burada sarı dikdörtgen ile gösterilen bölgede CLF'ler yoğun olarak görülmektedir. Şekil 2.18b'de ise 2 µm ölçekte incelendiğinde bu çapraz bağlı liflerin tamamının deforme olduğu gözlenmiştir.

2.4 Geyik Boynuzunun Mineralizasyonunun Belirlenmesi

Bu çalışmada, mineral içeriğinin mekanik dayanım üzerindeki etkisini gözlemlemek için Enerji Dağılım Spektrometrisi (EDS) analizi yapılmıştır. Burada, üç farklı çapraz bağlı lifler üzerinde EDS analizleri yapılmıştır. Bu bölgelerdeki çapraz bağlı lif örneği Şekil 2.17'de gösterilmektedir.



Şekil 2.19: FB-A örneğinin kırılma bölgesindeki çapraz bağlanan liflerin EDS analizleri için örnek alınan bölgeleri

Şekil 2.17’de gösterildiği gibi sayısal bir değeri olmayan karakteristik L uzunluğu belirlenmiş ve beş parçaya bölünerek mineral analizleri yapılmıştır. Üç farklı CLF'nin uzunluğu boyunca mineral içeriğinin değişimi Tablo 2.3'te gösterilmiş olup ortalama değerleri Tablo 2.4'te diğer çalışmalar ile kıyaslanmıştır.

Tablo 2.3: CLF'lerin uzunluğu ile birlikte EDS tarafından yapılan element analizleri, bir elementin ağırlıkça yüzdesini gösterir. Bu değerler, üç CLF'deki ölçümlerin ortalamasıdır.

	L/5	2L/5	3L/5	4L/5	5L/5
Ca (%)	24.52	22.06	22.08	23.21	22.38
Mg (%)	0.58	0.62	0.70	0.45	0.36
P (%)	10.34	9.64	9.49	9.30	8.69
Na (%)	0.99	1.11	1.12	0.96	0.63
Pb (%)	4.42	4.54	5.56	7.09	10.85
Cd (%)	0.11	0.14	0.11	0.15	0.18
Hg (%)	4.42	5.30	6.20	8.30	11.91
Ca (%) (PCa) / P (%) (PP)	2.37	2.29	2.33	2.50	2.58
Ca (%) (PCa) / Mg (%) (PMg)	42.28	35.87	31.54	51.58	63.04
Ca (%) (PCa) / Pb (%) (PPb)	5.55	4.86	3.97	3.27	2.06

Tablo 2.3'te CLF uzunluđu boyunca Ca ve Cd ieriklerinde nemli bir deđiřiklik gzlenmemiřtir. Ca oranının CLF uzunluđu boyunca ađırlık yzdesi, bildirilen verilerle tutarlı olduđu gzlenmiřtir (Cappelli ve diđ. 2017; Landete-Castillejos ve diđ. 2010). Mg minerali ise orta blgeye kadar artıř gstermiř, ardından lifin kopma blgesinde nemli lde dřuř gstermiřtir. Pb ve Hg'nin ađırlık yzdesi, CLF'lerin uzunluđu boyunca ilgin bir Őekilde deđiřmektedir. CLF'lerin kk blgesinden kırılıđın meydana geldiđi uca dođru artıř gstermektedir. Pb'nin bu kadar yksek olması, Pb'nin kırılđan yapısından dolayı yaklaşık 40 - 50 μm uzunluđuunda apraz bađlı fiberlerin kırılmasına katkıda bulunduđu dřnlmektedir. Tablo 2.3'te ayrıca, PCa/PP oranı gsterilmekle birlikte bu oran kemik sađlıđı ve geliřiminde nemli rol oynamaktadır ve lif genelinde 2.41 olarak belirlenmiřtir. Ayrıca lifin u blgelerindeki dřk PCa/PMg oranı ise yapıyı kırılđan hale getirir ve artan Ca miktarı ile azalan Mg miktarına bađlı olarak osteoporozu yol aar (Wallach 1990). Bu temel unsurların yanı sıra, alıřmanın en etkileyici yanı, CLF'ler boyunca deđiřen toksik element (Pb, Cd ve Hg) miktarıdır. Boynuzları tařıyan hayvanın beslenmesi veya yařam kořulları nedeniyle olduka toksik elementlere maruz kalması, bu kadar yksek toksik element ieriđinin ana nedenlerinden biridir. Ayrıca, CLF'lerin kırılma blgesinde bu toksik elementlerin oranının yksek olması, bu blgenin dřk mekanik dayanıma sahip olduđuna iřaret etmektedir. Bu nedenle nceki blmlerde bahsedilen toksik elementlerin apraz bađların kırılđanlıđını arttırdıđı dřnlmektedir. Plastik deformasyona uđrayan apraz bađlar boyunca mineral analizlerine ek olarak, test numunelerinin hasarsız bir blmnde de EDS analizleri yapılmıřtır. Bu blmlerde bazı elementlerin ortalama ađırlık yzdesi %23.36 Ca, %9.74 P, %0.53 Mg, %4.65 Pb ve %6.13 Hg olarak llmřtr. Geyik boynuz dokusu ierisinde 2.39 olan PCa/PP oranı, kırılıđın meydana gelip gelmediđine bakılmaksızın sabit kalır. Diđer blgelere kıyasla, rneđin CLF'lerin kklerinde, CLF'lerin ularındaki nispeten yksek Pb miktarı (yaklařık %5), liflerin kırılmasını tetiklemektedir. Tablo 2.4'te ise her ne kadar Cappelli ve diđ. (2017) ile Landete-Castillejos ve diđ. (2010) tarafından bazı toksik elementlerin elementel analizleri yapılmamıř olsa da Na ve Mg ađırlık yzdesi dıřında bazı temel elementlerle ilgili bulguları alıřmamızla hemen hemen aynıdır.

Tablo 2.4: Tablo 2.3'te gösterilen ağırlık yüzdesine göre konsantrasyonların ortalama değerlerinin, diğer çalışmaları ile karşılaştırılması.

	Mevcut çalışma	Cappelli ve diğ. 2017	Landete-Castillejos ve diğ. 2010
Ca (%)	22.85	21.17	21.00
Mg (%)	0.54	0.44	0.46
P (%)	9.49	9.90	10.10
Na (%)	0.96	1.55	0.59
Pb (%)	6.49	-	-
Cd (%)	0.13	-	-
Hg (%)	7.22	-	-

Bölüm 2’de yapılan çalışma kısaca özetlenecek olur ise bu bölüm, hem üç nokta eğilme testleri ile eğilme mukavemeti hem de geyik boynuzlarının hiyerarşik yapısının araştırılmasına odaklanmıştır. Eğilme testleri, eğilme modülünün ve kırılma tokluğunun önemli ölçüde boynuzun mikroskobik doğasına bağlı olduğu belirtilmiştir. Boynuzların içindeki mikroskobik dünyanın birkaç ilginç özelliği, ancak hepsi değil, aşağıdaki gibi belirtilmiştir:

İlk olarak, boynuzların iskeletinin ana elemanı olan osteonlar, yaklaşık 15.0 µm ve 2.0 µm boyutlarındaki liflerin çapraz bağlanmasıyla birbirine bağlanmaktadır. CLF’ler, çatlak oluşumunda ve ilerlemesinde önemli bir rol oynamakla birlikte rolleri aşağıdaki gibi üç olası senaryo ile tartışılabilir;

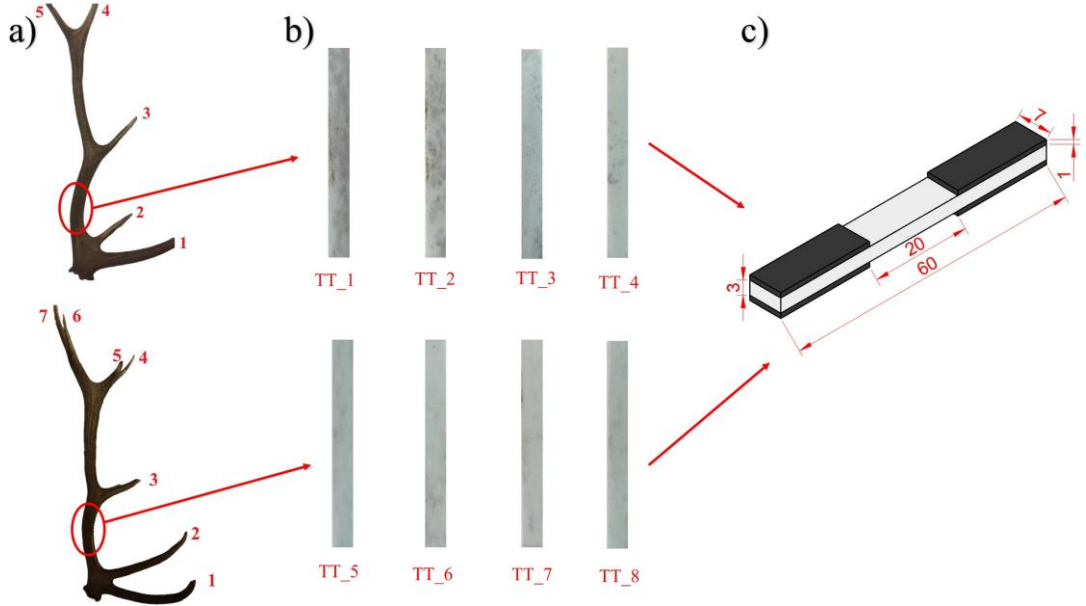
- Bazı CLF’ler, osteon üzerindeki köklerinden uzak bir bölgede yüksek Pb ve Cd içeriği nedeniyle kırılansa ve bu osteonlar yapısal bütünlüklerini koruyabiliyorsa, bu tür kırılğan çapraz bağlayıcı lifler tarafından oluşturulan bölgede çatlak oluşumu ve ilerlemesi meydana gelir.
- Bazı CLF’ler yeterince sünek ise ve bu lifler ile bağlanan osteonlar bütünlüklerini koruyorsa, bu durumda, çatlak genişliğine bağlı olarak bu bağlayıcı liflerde büyük plastik deformasyon (bağ köprüleme) veya kırılma meydana gelir.
- Bazı CLF’ler yeterince sünek ise ve bu liflerle bağlanan osteonlar bütünlüklerini koruyamıyorsa osteon delaminasyonu meydana gelir.

İkinci olarak, CLF'ler osteonlarda kök alır ve bu osteonlara göre yönleri neredeyse diktir. Kök, CLF ana yapısını çevreleyen birçok küçük liflerden oluşur. Bu tür küçük lifler ayrıca CLF'leri birbirine bağlar ve çapraz bağların yapısal bütünlüğüne katkıda bulunur. Bu bağlantılar, dolaylı olarak boynuzların mekanik mukavemetine katkıda bulunur. Gözlemlerimiz, bu küçük fibriller üzerinde çok sayıda tüy olduğunu göstermektedir.

Son olarak, EDS analizleri, mineral içeriğinin çapraz bağlanan liflerin uzunlamasına yönü boyunca değiştiğini göstermektedir. Ca ve Pb, Cd ve Hg gibi bazı kırılğan elementler, bu çapraz bağların mekanik davranışını etkileyebilir. Çapraz bağların kökünde, Ca içeriği, kırılğan elementlere kıyasla oldukça baskındır veya kökten uzak bazı yerlerde bunun tersi de geçerlidir. Sonuç olarak, geyik boynuzunun birkaç ilginç yapısal özelliği, çalışmanın ilk aşamasında fark edilmiştir. İnter-osteon yapısı, birbirine daha küçük ve tüylü fibrillerle bağlanan bazı liflerden oluşur. Hem çapraz bağlanan lifler hem de tüylü fibriller, sadece mekanik özellikleri değil, aynı zamanda çatlağın yayılmasını da belirleyen faktörlerden ikisidir.

3. GEYİK BOYNUZUNUN STATİK ÇEKME DENEYİ

Statik çekme testine tabi tutulacak geyik boynuzları Bölüm 2’de belirtilen bölgeden temin edilen kızıl geyik türüne olup testler için beş ve yedi çatalı, boynuzlar kullanılmıştır. Test numuneleri Bölüm 2’de belirtilen üç noktalı eğme test numuneleri ile benzer şekilde hazırlanmış olup geyik boynuzlarının kompakt bölgesinden kabaca 70 mm x 10 mm x 4 mm boyutlarında kesilmiştir. Bu işlemi takiben 120 grid zımpara kâğıdı kullanılarak test numuneleri nihai boyutlarına getirilmiştir. Statik test numuneleri Şekil 3.1b’de gösterildiği gibi 60 mm x 7 mm x 3 mm ölçülerinde yassı plaka şeklinde hazırlanmıştır.



Şekil 3.1: Geyik boynuzunun kompakt bölgesinden alınan çekme testi numuneleri ve boyutları

Aynı zamanda hazırlanan test numuneleri Şekil 3.1c’de gösterildiği gibi test sırasında kavrama bölgelerinde ezilme meydana gelmemesi için 20 mm x 7 mm x 1 mm boyutlarında kompozit plakalar yapıştırılarak çekme testine hazır hale getirilmiştir.

Geyik boynuzlarının statik çekme dayanımlarının belirlenebilmesi için 8 adet yassı plaka şeklinde test numunesi 1.25 mm/min deformasyon hızında Shimadzu AG-X geleneksel test cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.2).



Şekil 3.2: Shimadzu AG-X geleneksel test cihazı

Çekme testi öncesinde test numuneleri etüv içerisinde 60°C sıcaklıkta 60 dakika süre ile kurutma işlemine tabi tutulmuştur.

3.1 Geyik Boynuzunun Çekme Davranışı

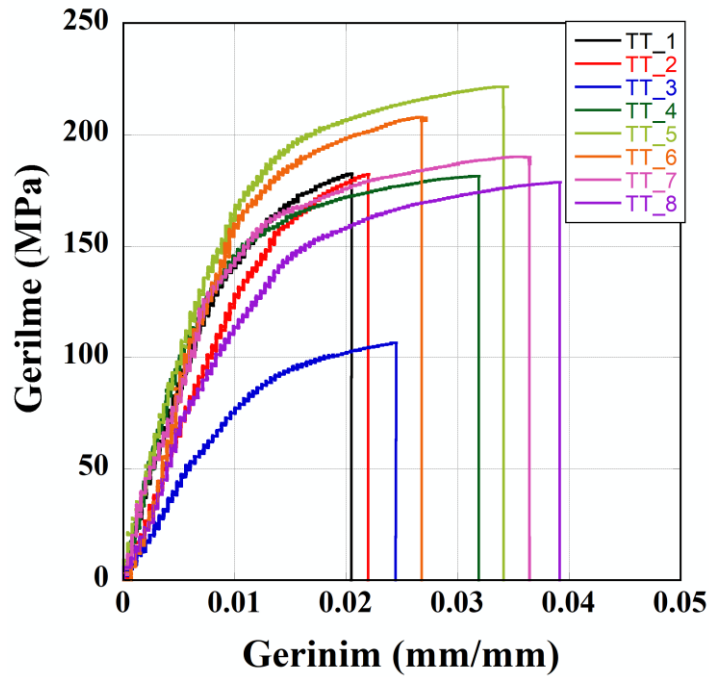
Geyik boynuzlarının çekme dayanımının belirlenmesi için uygulanan test neticesinde kuvvet ve deplasman değerleri belirlenmiş olup gerilme ve gerinim değerleri hesaplanmıştır. Bu bağlamda yapılan hesaplamalarda mühendislik gerilmesi ve gerinimi, elastik modül ve kırılma için gerekli iş değerleri belirlenmiş olup gerilme ve gerinim değerlerinin hesaplanması için Denklem 3.1 ve 3.2 kullanılmıştır.

$$\sigma_e = \frac{P}{A_0} \quad (3.1)$$

$$\varepsilon = \frac{L-L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.2)$$

burada σ_e gerilme, P uygulanan kuvvet ve A_0 numunenin ilk kesit alanı, L_0 test numunesinin ilk uzunluğu ve L ise test numunesinin son uzunluğunu temsil etmektedir.

Test neticesinde gerilme ve gerinim eğrileri her bir test numunesi için Şekil 3.3'te gösterilmiştir ve kırılma için numune içerisinde absorbe edilen enerji (WOF), gerilme-gerinim eğrisi altında kalan alan hesaplanarak belirlenmiştir.



Şekil 3.3: Statik çekme test neticesinde her bir numunenin gerilme – gerinim eğrileri

Tablo 3.1: Statik çekme testi sonuçları (σ_e gerilme, ε gerinim, σ_Y akma gerilmesi, E elastik modülü, WOF absorbe edilen enerji)

Numune Kodu	σ_e (MPa)	ε (mm/mm)	σ_Y (MPa)	E (GPa)	WOF (kJ/m^3)
TT_1	182.43	0.020	148.88	16.95	2570
TT_2	182.23	0.022	160.24	13.02	2576
TT_3	106.58	0.024	95.83	7.61	1795
TT_4	181.35	0.031	133.33	22.24	4598
TT_5	221.44	0.034	162.22	21.58	5893
TT_6	207.71	0.027	142.86	20.35	3991
TT_7	190.03	0.036	144.40	18.25	5503
TT_8	178.58	0.039	94.22	16.75	5294

Tablo 3.1’de gösterildiği gibi TT_1 - TT_4 test numuneleri beş çatallı geyik boynuzlarına ait olup TT_3 numunesi geçersiz kabul edilmiştir. Burada test numunelerinin ortalama mühendislik gerilmesi, gerinimi, akma gerilmesi, elastik modülü ve absorbe edilen enerji sırasıyla 182.17 MPa, 0.024 mm/mm, 147.48 MPa, 17.40 GPa ve 3248 kJ/m³ olarak, yedi çatallı geyik boynuzları için ise bu değerler 199.50 MPa, 0.034 mm/mm, 135.92 MPa, 19.23 GPa ve 5127 kJ/m³ olarak belirlenmiştir. Bu iki farklı geyik boynuzu yaşa bağlı olarak mekanik dayanımları kıyaslanacak olur ise yedi çatallı boynuz, beş çatallı boynuzla göre mühendislik gerilmesi açısından %9.5 oranında daha yüksek dayanım göstermiştir. Aynı zamanda elastik modüller kıyaslandığında ise yine yedi çatallı boynuz %10.5 oranında daha yüksek bir elastik modüle sahiptir. Son olarak absorbe edilen enerjiler ise %57.85 oranında önemli bir fark gözlenmiştir.

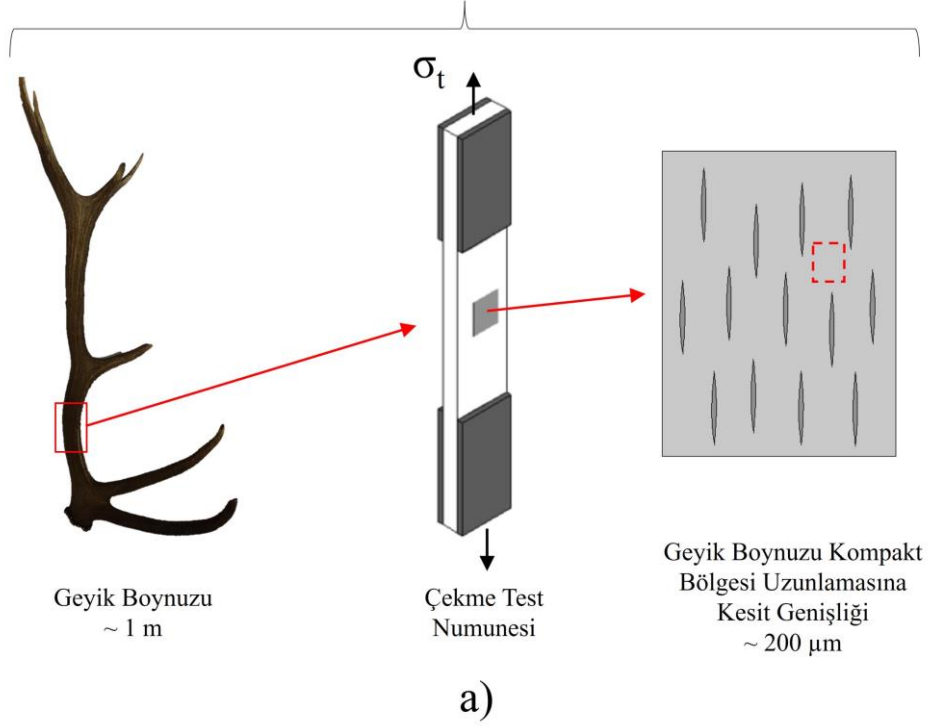
Bir sonraki bölümde ise statik çekme testleri analitik bir model ile doğrulanmış olup bu model geyik boynuz dokusunu iki ölçekte ele almıştır. Birinci ölçek dokunun fibril ve interfibriler matriksten oluştuğu, ikinci ölçek ise fibrilin kolajen ve bağlayıcı minerallerden oluştuğu varsayımı ile kurulmuştur.

4. DOKUNUN ANALİTİK YÖNDEN MODELLENMESİ

Biyolojik malzemelerde yapısal malzeme modelleri, matematiksel bir çerçevede, temel fiziksel ilkelere dayanarak ve bazı kabuller yapılarak deneysel sonuçların desteklenmesine olanak sağlamaktadır. Bu nedenle model parametreleri belirlenirken deneysel verilere uygun bir şekilde tasarlanmalıdır. Bu parametreler arasında; dokunun elastik modülü, akma gerilmesi, maksimum gerilme ve gerinim gibi parametrelerinin yanı sıra matriks ve kolajen liflerin de parametreleri de bulunmaktadır. Dokunun analitik modeli her bir alt sistemin bünye denklemleri ve geometrik ilişkileri kullanılarak oluşturulur (Pahr ve Reisinger 2020; Ertas ve diğ. 2011; Ertas ve diğ. 2012; Ertas 2013). Modelleme çalışmasının ilk aşaması, dokunun çekme dayanımının Gupta ve diğerlerinin (2013) oluşturduğu model ile incelenmesi olup modelin öngördüğü akma gerilmesi ve elastik modülü bu çalışmanın deneysel verileri ile uyum göstermemiştir. Bahse konu olan model aslen ekstrasfibriler matriksin mekanik davranışa olan katkısını ihmal etmiştir. Ancak mikroyapısal çalışmalar, doku içinde ekstrasfibriler matriksin hacimsel oranının ortalama %29 (Fritsch ve Hellmich 2007; Spiesz ve diğ. 2013; Hamed ve diğ. 2012; Alizadeh ve diğ. 2020) olduğu için mekanik dayanıma katkısının ihmal edilemeyeceğini göstermektedir. Bu nedendir ki bahse konu ekstrasfibriler matriksin dayanıma katkısını incelenmek üzere Gupta modeli geliştirilmiştir. Geliştirilmiş model boynuz dokusunun fibril ve fibriller arası mineralden oluştuğu kabulü ile ekstrasfibriler matriksin mekanik dayanıma olan etkilerinin de belirlenmesine olanak sağlamaktadır.

Önceki paragrafta anlatıldığı üzere birinci aşamada; boynuz dokusu, Gupta modeline göre iki farklı ölçekte incelenmiştir. Birinci ölçekte yapının yaklaşık 1 μm kalınlığında interfibriler matriks ve fibrillerden oluştuğu kabulü ile model oluşturulurken, ikinci ölçek yaklaşık 100 nm kalınlığında kolajen lifler ile aralarındaki bağlayıcı minerallerin boynuz dokusuna olan yapısal ve mekanik etkilerini içermektedir. Şekil 4.1, boynuz dokusunun her bir ölçekte şematik gösterimleri ile bünye denklemleri (CE) ve geometrik ilişkileri (GE) kapsamaktadır.

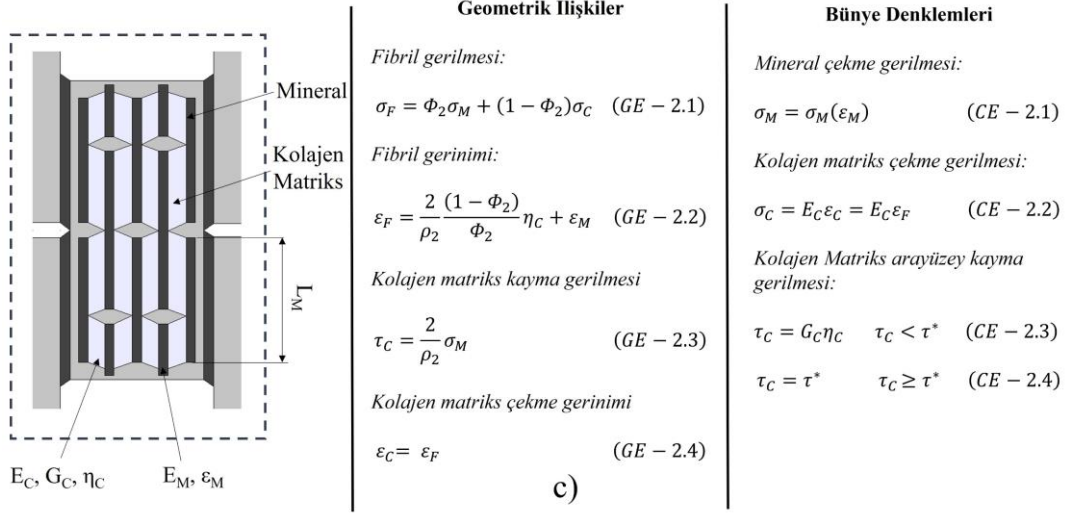
Boynuz Dokusu



I. Ölçek Fibril Dizisi (~ 1 µm)

	Geometrik İlişkiler	Bünye Denklemleri
İnterfibriler Matriks	<i>Doku gerilmesi:</i>	<i>Fibril çekme gerilmesi:</i>
	$\sigma_T = \Phi_1 \sigma_F + (1 - \Phi_1) \sigma_{IF}$ (GE - 1.1)	$\sigma_F = \sigma_F(\epsilon_F)$ (CE - 1.1)
	<i>Doku gerinimi:</i>	<i>İnterfibriler matriks çekme gerilmesi:</i>
	$\epsilon_T = \frac{2(1 - \Phi_1)}{\rho_1 \Phi_1} \eta_{IF} + \epsilon_F$ (GE - 1.2)	$\sigma_{IF} = E_{IF} \epsilon_{IF} = E_{IF} \epsilon_T$ (CE - 1.2)
	<i>İnterfibriler matriks kayma gerilmesi</i>	<i>İnterfibriler Matriks arayüzey kayma gerilmesi:</i>
	$\tau_{IF} = \frac{2}{\rho_1} \sigma_F$ (GE - 1.3)	$\tau_{IF} = G_{IF} \eta_{IF}$ (CE - 1.3)
	<i>İnterfibriler matriks çekme gerinimi</i>	
	$\epsilon_{IF} = \epsilon_T$ (GE - 1.4)	

II. Ölçek Mineralize Fibril (~ 100 nm)



Şekil 4.1: Geyik boynuz dokusunun farklı ölçeklerde model şeması a) kompakt bölgeden hazırlanan çekme test numunesi ve bu bölgenin uzunlamasına yönde yaklaşık 200 µm genişliğinde kesitinin b) yaklaşık 1 µm ölçeğinde fibril dizisinin c) yaklaşık 100 nm ölçeğinde kolajen ve mineralden oluşan fibrilin şematik gösterimi ve model içerisinde kullanılan denklemler. (Gupta ve diğ. 2013).

Geyik boynuzunun kompakt dokusunu hidroksiapatit, kolajen lif, kolajen olmayan proteinler ve su oluşturmaktadır (Fritsch ve Hellmich 2007). Analitik model yapının kuru olduğu ve birinci ölçekte fibril ve interfibriler matristen oluştuğu (gözeneklerin ihmal edildiği), ikinci ölçekte ise fibrilin mineral ve kolajen liflerinden oluştuğu kabulü üzerine kurulmuştur. Modelde kullanılan terimler ve indisler Tablo 4.1’de açıklanmıştır.

Tablo 4.1: Analitik modelde kullanılan terimler ve indisler

F	Fibril	M	Mineral
IF	İnterfibriler Matris	C	Kolajen Matris
ε_F	Fibril Çekme gerinimi	ε_M	Mineral Çekme gerinimi
σ_F	Fibril Çekme gerilmesi	σ_M	Mineral Çekme gerilmesi
ε_{IF}	İnterfibriler Matris Çekme gerinimi	ε_C	Kolajen Matris Çekme gerinimi
σ_{IF}	İnterfibriler Matris Çekme gerilmesi	σ_C	Kolajen Matris Çekme gerilmesi
ε_T	Doku Çekme gerinimi	η_C	Kolajen Matris Kayma gerinimi
σ_T	Doku Çekme gerilmesi	τ_C	Kolajen Matris Kayma gerilmesi
η_{IF}	İnterfibriler Matris Kayma gerinimi	ρ₂	Mineral en boy oranı
τ_{IF}	İnterfibriler Matris Kayma gerilmesi	Φ₂	Mineral hacminin fibril hacmine oranı
ρ₁	Fibril en boy oranı	E_M	Mineral Elastik Modülü
Φ₁	Fibril hacminin doku hacmine oranı	E_C	Kolajen Matris Elastik Modülü

E_F	<i>Fibril Elastik Modülü</i>	G_C	<i>Kolajen Matris Kayma Modülü</i>
E_{IF}	<i>İnterfibriler Matris Elastik Modülü</i>		
E_T	<i>Doku Elastik Modülü</i>		
G_{IF}	<i>İnterfibriler Matris Kayma Modülü</i>		

Tablo 4.1’de gösterilen Φ_1 ’in birinci ölçekte fibril hacminin doku hacmine oranı (V_F/V_T) , Φ_2 ’nin ise ikinci ölçekte mineral hacminin fibril hacmine oranı (V_M/V_F) olduğu not edilmelidir.

Model kapsamında; elastik bölge için geometrik ilişkiler ve bünye denklemleri kullanılarak gerilme – gerinim arasındaki ilişki belirlenmiş olup, akmanın meydana geldiği kritik bir gerinim sonrası mineral/kolajen arayüzünde oluşan kayma gerilmelerinin de hesaplandığı inelastik bölge için analitik bağıntı sunulmuştur.

4.1 Elastik Bölgenin Modellenmesi

Elastik rejim göz önüne alındığında hem kolajen hem de mineral için elastik tepki olduğu düşünülmüştür. Burada fibril geriniminin mineral gerinimine oranı $k_2(\Phi_2)$ ve doku geriniminin fibril gerinimine oranı $k_1(\Phi_1)$ tanımlanmış olup Denklem 4.1’de gösterildiği gibi (Fratzl ve Weinkamer, 2007; Gupta ve diğ. 2006);

$$k_2(\Phi_2) = \frac{\varepsilon_F}{\varepsilon_M} \quad ; \quad k_1(\Phi_1) = \frac{\varepsilon_T}{\varepsilon_F} \quad (4.1)$$

denklemleriyle hesaplanır. Burada $k_2(\Phi_2)$, Şekil 4.1c’de geometrik ilişkiler (GE - 2.2 ve GE - 2.3), bünye denklemi (CE – 2.3) ve $G_C = \gamma_C E_C$ denklemlerinin kombinasyonu ile Denklem 4.2’de gösterildiği gibi yazılır.

$$k_2(\Phi_2) = 1 + \frac{4}{\rho_2^2} \frac{(1 - \Phi_2)}{\Phi_2} \frac{E_M}{\gamma_C E_C} \quad (4.2)$$

Benzer şekilde $k_1(\Phi_1)$ ise Şekil 4.1b’de geometrik ilişkiler (GE - 1.2 ve GE - 1.3), bünye denklemi (CE – 1.3) ve $G_{IF} = \gamma_{IF} E_{IF}$ denklemleri ile Denklem 4.3 çıkarılır,

$$k_1(\Phi_1) = 1 + \frac{4(1-\Phi_1)}{\rho_1^2} \frac{E_F}{\Phi_1 \gamma_{IF} E_{IF}} \quad (4.3)$$

Denklem 4.3'te gösterilen $k_1(\Phi_1)$, Krauss ve diğ. (2009) tarafından yerinde çekme testi ve SAXD (küçük açılı X-ışını kırınımı) deneyleri neticesinde belirlenerek Tablo 4.2'de gösterilmiştir. Denklem 4.2'de $k_2(\Phi_2)$ 'nin belirlenebilmesi için tüm parametrelerin literatürde bilinmesine karşın tek bilinmeyen mineralin en boy oranı (ρ_2) olup Denklem 4.4'te gösterildi gibi hesaplanır.

$$\rho_2 = \left(\frac{4(1-\Phi_2)E_M}{\Phi_2 \gamma_C E_C} \right)^{1/2} \left(\frac{\Phi_2 E_M}{k_1 E_T - (1-\Phi_2) E_C} - 1 \right)^{-1/2} \quad (4.4)$$

Burada E_T , dokunun deneysel gerilme – gerinim grafiğinin lineer bölgesinden belirlenen elastik modülü olduğu not edilmelidir.

Doku gerilmesi, doku içerisindeki fibrilim hacimsel oranına (Φ_1) bağlı olarak interfibriler matriksin ve fibrilin gerilmesini dikkate alarak (Şekil 4.1b, GE - 1.1 ile gösterilen geometrik ilişki) Denklem 4.5 kurulur,

$$\sigma_T = \Phi_1 \sigma_F + (1 - \Phi_1) \sigma_{IF}. \quad (4.5)$$

Burada, $\Phi_1 \cong 1$ kabulü ile $\sigma_T \sim \sigma_F$ olur ve fibril gerilmesi (σ_F) ise, Şekil 4.1c, GE – 2.1 geometrik ilişkisinden fibril içerisindeki mineralin hacimsel oranına (Φ_2) bağlı olarak mineral ve kolajen gerilmesi cinsinden Denklem 4.6 elde edilir,

$$\sigma_F = \Phi_2 \sigma_M + (1 - \Phi_2) \sigma_C. \quad (4.6)$$

Denklem 4.6'da elastik bölgede $\sigma_M = E_M \varepsilon_M$ ve $\sigma_C = E_C \varepsilon_C$ ilişkisi kullanılır. Denklem 4.1'den yararlanılarak $\varepsilon_M = \varepsilon_T / k_1 k_2$ ve $\varepsilon_C = \varepsilon_F$ kabulü ile (Şekil 4.1c'de GE – 2.4 geometrik ilişkisi) dokunun gerilme – gerinim ilişkisi k_1 ve k_2 'ye bağlı olarak Denklem 4.7 elde edilir,

$$\sigma_T \approx \sigma_F = E_M \Phi_2 \frac{\varepsilon_T}{k_1 k_2} + (1 - \Phi_2) E_C \frac{\varepsilon_T}{k_1} \equiv E_T \varepsilon_T. \quad (4.7)$$

Dokunun elastik modülü de Denklem 4.8'den hesaplanır,

$$E_T = E_M \frac{\Phi_2}{k_1 k_2} + (1 - \Phi_2) \frac{E_C}{k_1}. \quad (4.8)$$

Denklem 4.7 kullanılarak elastik koşullar altında mineral gerinimi ise doku gerinimi cinsinden Denklem 4.9'da ifade edilir,

$$\varepsilon_M = \frac{\varepsilon_F}{k_1} = \frac{\varepsilon_T}{k_1 k_2} = \frac{\sigma_T}{(k_2(1 - \Phi_2)E_C + \Phi_2 E_M)}. \quad (4.9)$$

4.2 Elastik/ İnelastik Dönüşümü

Elastik bölgede mineral/kolajen arayüzeyinde kayma gerilmesi (τ) kritik bir değer olan τ^* 'dan küçük olmalıdır (Şekil 4.1c bünye denklemleri CE – 2.3 ve CE – 2.4). Bu kritik gerilmeye ulaşıldığında mineral ve kolajen arasındaki bağlar kopar ve plastik deformasyon meydana gelir. Bu nedenle model çerçevesinde, akma meydana gelmeden önceki mineral gerinimi, gerilme ile doğru orantılı olur ve akmadan sonra gerinim için kritik ε_M^* tayin edilir:

$$\varepsilon_M = \begin{cases} \frac{\sigma_T}{E_T k_1 (\Phi_1) k_2 (\Phi_2)}; & \varepsilon_M < \varepsilon_M^* \\ \varepsilon_M^* & \varepsilon_M \geq \varepsilon_M^* \end{cases} \quad (4.10)$$

Denklem 4.10'da görüldüğü üzere kritik mineral gerinimi ε_M^* Şekil 4.1c' de geometrik ilişki GE - 2.3 kullanılarak kritik arayüzey kayma gerilmesi τ^* cinsinden ifade edilir.

$$\tau_C = \frac{2}{\rho_2} \sigma_M = \frac{2}{\rho_2} E_M \varepsilon_M \quad (4.11)$$

Denklem 4.11'de akma noktasında τ_C yerine τ^* , ε_M yerine ε_M^* yazıldığında;

$$\varepsilon_M^* = \frac{\rho_2 \tau^*}{2E_M} \quad (4.12)$$

kritik mineral gerinimi kritik kayma gerilmesi cinsinden belirlenir (Denklem 4.12). Aynı zamanda mineral gerinimine bağılı olarak akma noktasında fibril gerinimi de Denklem 4.13 ile hesaplanabilir.

$$\varepsilon_F^Y = \frac{\rho_2 \tau^*}{2E_M} k_2 = \frac{\tau^*}{2E_M} \left(\rho_2 + \frac{4(1-\Phi_2)E_M}{\rho_2 \Phi_2 \gamma E_C} \right) \quad (4.13)$$

Dokunun akma gerinimi ise fibril gerinimine bağılı olarak $\varepsilon_T^Y = k_1 \varepsilon_F^Y$ yazılabilir. Fibril için akma gerilmesi – gerinimi ilişkisi ise;

$$\sigma_F^Y = \left(E_M \Phi_2 \frac{1}{k_2(\Phi_2)} + (1-\Phi_2)E_C \right) \varepsilon_F^Y \quad (4.14)$$

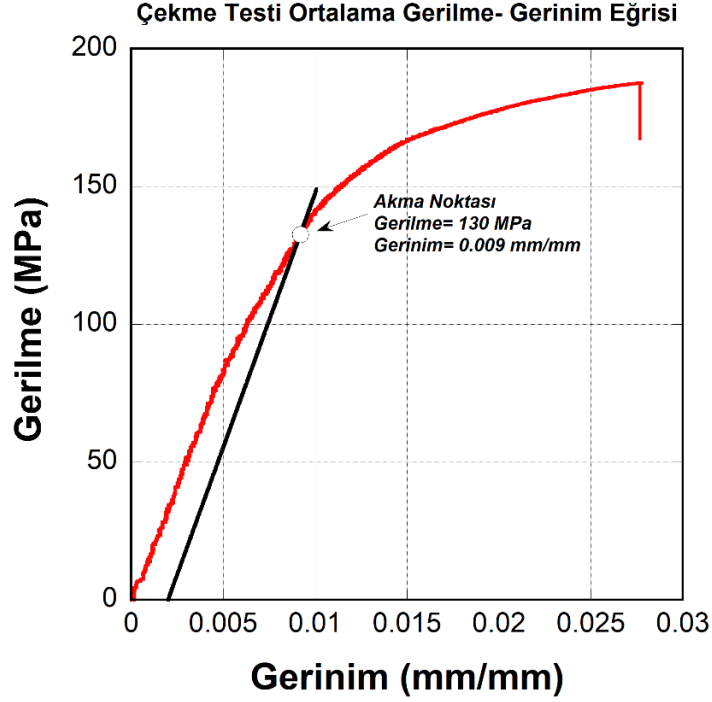
ile hesaplanır. Burada $k_2(\Phi_2)$ ile ε_F^Y 'nin sırasıyla Denklem 4.2 ve Denklem 4.13'ten hesaplandığı not edilmelidir.

Elastik ve inelastik bölgelerde mineral gerinimi ile fibril gerinimi arasındaki ilişki de aşağıdaki gibi yazılır:

$$\varepsilon_M = \begin{cases} \frac{\varepsilon_F}{k_2}; & \varepsilon_F < \varepsilon_F^Y \\ \frac{\rho_2 \tau^*}{2E_M}; & \varepsilon_F \geq \varepsilon_F^Y \end{cases} \quad (4.15)$$

Denklem 4.15'ten anlaşılacağı üzere inelastik bölgelerde ($\varepsilon_F \geq \varepsilon_F^Y$ için) mineral gerinimi, kritik kayma gerilmesinden önemli ölçüde etkilenmektedir. Bu sebeple kritik mineral gerinimin belirlenebilmesi için deneysel verilerden elde edilen doku gerinimine bağılı olarak Denklem 4.2 ve 4.3'te gösterilen bağıntılar kullanılmış ve Denklem 4.16 elde edilmiştir. Doku gerinimi için ise yedi test numunesinin ortalaması alınarak %0.2 öteleme yöntemi ile akma noktası belirlenmiştir (Şekil 4.2).

$$\varepsilon_M^* = \frac{\varepsilon_T^*}{k_2(\Phi_2)k_1(\Phi_1)} \quad (4.16)$$



Şekil 4.2: Çekme testi sonucunda elde edilen verilerin ortalaması ve akma noktasının belirlenmesi

Böylece model tarafından tahmin edilen elastik ve inelastik rejimde mineralize kolajen fibril için gerilme – gerinim ilişkisi Denklem 4.17’de gösterildiği gibi ifade edilebilir.

$$\sigma_F = \begin{cases} \left((1 - \Phi_2)E_C + \frac{\Phi_2 E_M}{k_2} \right) \varepsilon_F & ; & \varepsilon_F \leq \frac{k_2 \rho_2}{2E_M} \tau^* \\ (1 - \Phi_2)E_C \varepsilon_F + \frac{\Phi_2 \rho_2 \tau^*}{2} & ; & \varepsilon_F > \frac{k_2 \rho_2}{2E_M} \tau^* \end{cases} \quad (4.17)$$

Burada alt denklemdeki ikinci terim mineralize bölgedeki kayma gerilmesinden gelen terim olup, birincisi ise kolajenin uzamasından kaynaklı gerilmedir. Bu nedendir ki Denklem 4.17’de gösterilen fibrilin gerilme – gerinim ilişkisi doku modelinin ilk aşaması olup bir sonraki bölümde interfibriler deformasyon bağıntıları ile birleştirilerek makroskobik gerilme – gerinim bağıntılarının türetilmesine olanak sağlamaktadır.

4.3 İnterfibriler Deformasyon

Tez çalışmasının bu bölümünde dokunun fibril ve interfibriler matriksten oluştuğu kabulü ile interfibriler matriksin kayma gerinimi ile doku gerinimi arasındaki ilişkinin açıklanması gerekmektedir. Şekil 4.1b'de GE – 1.2 geometrik ilişkisi kullanılarak fibril ve interfibriler matriks geriniminin doku gerinimi ile ilişkisi Denklem 4.18 ile hesaplanır;

$$\varepsilon_T = \frac{2(1 - \Phi_1)}{\rho_1 \Phi_1} \eta_{IF} + \varepsilon_F , \quad (4.18)$$

burada gerinim terimleri, elastik ve elastik olmayan bölgelerdeki interfibriler matriks ve fibril için bünye denklemlerine bağlı olacaktır (Şekil 4.1b – CE ile gösterilen denklemler). Fibril gerilmesi ve gerinimi arasındaki ilişki Denklem 4.17'de türetilmiş olup, doku içindeki interfibriller matriksin mekanik özellikleri hakkında elimizde ve yazarın bildiği kadarıyla literatürde deneysel veri olmaması nedeniyle elastik deformasyona tabi olduğu kabul edilmiştir. Fibriller arası matriks kayma gerilmesi τ_{IF} ve fibril gerilmesi σ_F arasındaki kuvvet denge ilişkisi, interfibriller matriksin elastik yapısal davranışı ile birleştirilerek ($\tau_{IF} = G_{IF}\eta_{IF}$ ve $\tau_{IF} = 2\sigma_F/\rho_1$) Denklem 4.18 yeniden şu şekilde yazılabilir;

$$\varepsilon_T = \frac{4(1 - \Phi_1)}{\rho_1^2 \Phi_1} \frac{\sigma_F}{G_{IF}} + \varepsilon_F \quad (4.19)$$

Böylelikle Denklem 4.17'de türetilen σ_F , Denklem 4.19'da yazıldığında dokunun gerinimi elastik ve elastik olmayan bölge için;

$$\varepsilon_T = \begin{cases} \left(\frac{4(1 - \Phi_1)}{\rho_1^2 G_{IF} \Phi_1} \left((1 - \Phi_2)E_C + \frac{\Phi_2 E_M}{k_2} \right) + 1 \right) \varepsilon_F & \varepsilon_F \leq \frac{k_2 \rho_2}{2E_M} \tau^* \\ \left(\frac{4(1 - \Phi_1)(1 - \Phi_2)E_C}{\rho_1^2 G_{IF} \Phi_1} + 1 \right) \varepsilon_F + \frac{2(1 - \Phi_1)\Phi_2 \rho_2 \tau^*}{\rho_1^2 G_{IF} \Phi_1} & \varepsilon_F > \frac{k_2 \rho_2}{2E_M} \tau^* \end{cases} \quad (4.20)$$

yeniden düzenlenir.

4.4 Makroskobik Gerilme ve Gerinim

Son olarak dokunun makroskobik gerilme – gerinim ilişkisi, elastik ve inelastik bölge için yukarıdaki bağıntılar kullanılarak, Denklem 4.21’de türetilmiştir. Gupta ve diğ. (2013), geyik boynuzu için fibril/ interfibriler matriks ölçeğinde, fibril hacminin doku hacmine oranını yaklaşık % 100 kabul etmesi sebebiyle ($\Phi_1 \sim 1$) dokunun gerilme – gerinim ilişkisi Denklem 4.21 ile ifade edilir.

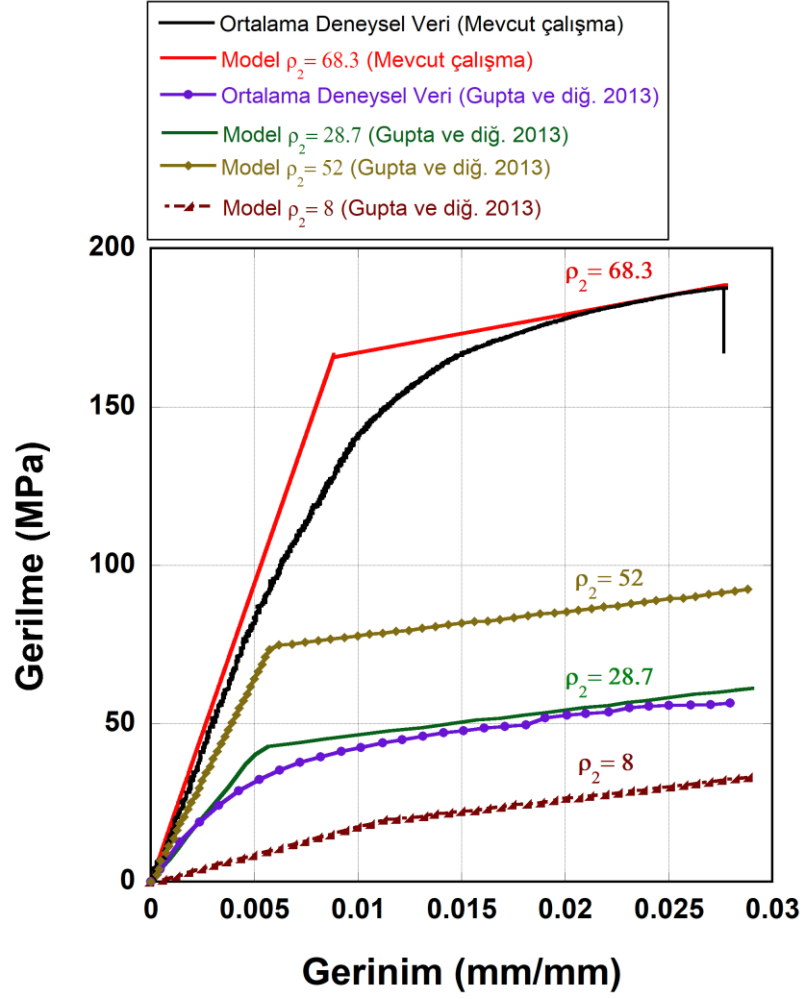
$$\sigma_T = \begin{cases} \left((1 - \Phi_2)E_C + \frac{\Phi_2 E_M}{k_2} \right) \frac{1}{k_1} \varepsilon_T & ; \quad \varepsilon_T \leq \frac{k_1 k_2 \rho_2}{2E_M} \tau^* \\ (1 - \Phi_2)E_C \frac{1}{k_1} \varepsilon_T + \frac{\Phi_2 \rho_2 \tau^*}{2} & ; \quad \varepsilon_T > \frac{k_1 k_2 \rho_2}{2E_M} \tau^* \end{cases} \quad (4.21)$$

Böylece farklı ölçeklerde incelenen geyik boynuz dokusunun analitik modeli için bünye denklemleri kurulmuş olup Gupta ve diğ. (2013) çalışmasında kullandığı ve tez çalışması kapsamında hesaplanan parametreler Tablo 4.2’de gösterilmiş olup Denklem 4.21’de yerlerine konulursa, Şekil 4.3’te gösterilen gerilme – gerinim grafiği elde edilir.

Tablo 4.2: Analitik modelde kullanılan parametreler

Parametreler	Gupta ve diğ. (2013) çalışması	Mevcut çalışma
Φ_1	1.0 ^(*1)	1.0 ^(*1)
Φ_2	0.3 ^(*2)	0.3 ^(*2)
$\gamma_{IF} = \gamma_C = \gamma$	0.4 ^(*3)	0.4 ^(*3)
E_C (GPa)	2.5 ^(*4)	2.5 ^(*4)
E_M (GPa)	100 ^(*5)	100 ^(*5)
k_1	2.0 ^(*6)	1.45 ^(*6)
k_2	2.1	1.2 ^(†)
ρ_2	28.7	68.3 ^(†)
ε_M^* (%)	0.130	0.517 ^(†)
τ^* (MPa)	9.10	15.13 ^(†)
E_T (GPa)	7.90	18.44 ^(†)

^{*1}Gupta ve diğ. (2013), ^{*2}Currey (2002), ^{*3}Jager ve Fratzi (2000), ^{*4}Wainwright ve diğ. (1982), ^{*5}Gupta ve diğ. (2005); Weiner ve Wagner (1998), ^{*6}Krauss ve diğ. (2009), ^(†) çalışma kapsamında hesaplanan değerler



Şekil 4.3: Çekme testinin ortalama deneysel verileri ve model tahmini için makroskobik gerilme gerinim eğrisi

Şekil 4.3'te çekme testi deneysel verileri ortalaması ve modelin gerilme - gerinim eğrileri gösterilmiş, Gupta ve diğ. (2013) çalışması ile karşılaştırılmıştır. Burada geyik boynuzunun kompakt bölgesinde gerçekleştirilen deneysel veriler, nihai dayanım ve gerinim açısından model ile uyum içerisindedir. Ancak, bu çalışmada elde edilen elastik modül, Gupta ve diğ. (2013) çalışmasında rapor edilen değerden yüksek olması nedeniyle deneysel mekanik dayanım yaklaşık üç kat daha yüksektir. Aynı zamanda; deneysel gözlemler göstermiştir ki, elastik modül dolaylı olarak mineral en boy oranını arttırmakta olup bu oran $10 < \rho_2 < 50$ aralığında kalmalıdır (Nair ve diğ. 2013; Gupta ve diğ. 2013). Her ne kadar modelin öngördüğü nihai dayanım ile deneysel veriler uyum içerisinde gözükseler de akma noktası incelendiğinde ciddi bir fark söz konusu olup (deneysel verilerde akma gerilmesi 130 MPa iken modelde akma gerilmesi 166 MPa'dır) modelin geliştirilerek, deney verilerini doğru bir şekilde açıklar olması lüzumludur.

4.5 Modelin Geliştirilmesi

Bir önceki alt başlıkta yer alan model, fibril/interfibriler matriks ölçeğinde dokunun yoğun olarak fibrillerden oluştuğu kabulü ile ($\Phi_1 \cong 1$) kurulduğu için, interfibriller matriksin mukavemete katkısı modelde ihmal edilmişti. Ancak literatürde birinci ölçekte yapının kolajen, kolajen olmayan proteinler, mineral ve gözeneklerden oluştuğu belirtilmiş olup, fibrilin hacimsel oranı $\Phi_1 \cong 0.71$ olarak verilmiştir (Fritsch ve Hellmich 2007; Spiesz ve diğ. 2013; Hamed ve diğ. 2012; Alizadeh ve diğ. 2020). Tez çalışmasının bu bölümünde interfibriler matriksin, dokunun mekanik dayanımına etkisinin de belirlenebilmesi için model geliştirilmiştir. Model için, ilk olarak doku geriniminin fibril gerinime oranı olan k_1 ve fibril geriniminin mineral gerinimine olan oranı k_2 'nin belirlenmesi gerekmektedir. Fibril gerinimi ve doku gerinimi arasındaki ilişkinin belirlenebilmesi için deneysel verilere sahip olmamız sebebiyle Krauss ve diğ. 2005 çalışmasında belirtilen $k_1 = 1.45$ değeri kabul edilmiştir. Burada k_1 , Denklem 4.4'te belirtilen mineral en boy oranının (ρ_2) hesaplanması için kullanılmıştır. Aynı zamanda Gupta ve diğerlerinin (2013) modelinde mineralin elastik modülü 100 GPa ve kolajenin elastik modülü ise 2.5 GPa olarak kabul edilmişti. Fakat mineral ve kolajenin elastik modülü kuru ve ıslak olması durumunda değişiklik göstermektedir. Literatürde mineralin elastik modülü kuru durumda 100 – 114 GPa (Yao ve diğ. 2007; Katz ve Ukraincik, 1971; Snyders ve diğ. 2007) iken ıslak durumda 82.6 GPa (Fritsch ve Hellmich 2007), kolajenin ise ıslak durumda elastik modülü 1.0 – 5.0 GPa (Grant ve diğ. 2008; Cusack ve Miller 1979) iken kuru durumda 9.0 – 11.9 GPa (Hamed ve diğ. 2010; Cusack ve Miller 1979) olarak bildirilmiştir. Bu nedenle geliştirilen model için çalışmalarda belirlenen elastik modüllerin ortalaması alınmış ve kuru durumda, mineral için elastik modül 100 GPa, kolajen için ise 9.5 GPa olarak kabul edilmiştir. Böylelikle geliştirilen modelde $\rho_2 \cong 22.30$ ve $k_2 = 1.493$ olarak hesaplanmıştır. Daha sonra Şekil 4.1c'de GE – 2.1 ile gösterilen geometrik ilişkiden yararlanarak fibrilin elastik modülü k_2 'ye bağlı olarak elastik koşullar için Denklem 4.22 ve 4.23 ile hesaplanmıştır;

$$\sigma_F = \Phi_2 \sigma_M + (1 - \Phi_2) \sigma_C \quad (4.22a)$$

$$E_F \varepsilon_F = \Phi_2 E_M \varepsilon_M + (1 - \Phi_2) E_C \varepsilon_C \quad (4.22b)$$

$$E_F = \Phi_2 E_M \frac{\varepsilon_M}{\varepsilon_F} + (1 - \Phi_2) E_C \frac{\varepsilon_C}{\varepsilon_F} \quad (4.22c)$$

olup burada $\varepsilon_F/\varepsilon_M = k_2$ ve $\varepsilon_C = \varepsilon_F$ kabulü ile;

$$E_F = \Phi_2 E_M \frac{1}{k_2} + (1 - \Phi_2) E_C \quad (4.23)$$

elde edilir. İnterfibriler matriksin elastik modülü ise deneysel verilerden elde edilen dokunun elastik modülüne bağlı olarak Denklem 4.24'te Halpin Tsai modeli kullanılarak hesaplanır (Halpin, 1984; Akiva ve diğ. 1998);

$$E_T = E_{IF} \frac{1+AB\Phi_2}{1-B\Phi_2} \quad (4.24a)$$

$$A = 2\rho_2 \quad (4.24b)$$

$$B = \frac{E_M/E_{IF} - 1}{E_M/E_{IF} + A} \quad (4.24c)$$

Böylelikle elastik bölgede doku gerilmesi, fibril ve interfibriler matriksin elastik modülüne bağlı olarak Şekil 4.1b'de GE – 1.1 ile gösterilen geometrik ilişkidenden yararlanılarak Denklem 4.25 ve 4.26 elde edilir;

$$\sigma_T = \Phi_1 \sigma_F + (1 - \Phi_1) \sigma_{IF} \quad (4.25a)$$

$$\sigma_T = \Phi_1 E_F \varepsilon_F + (1 - \Phi_1) E_{IF} \varepsilon_{IF} \quad (4.25b)$$

ki $\varepsilon_F = \varepsilon_T/k_1$ olup $\varepsilon_{IF} = \varepsilon_T$ kabulü ile;

$$\sigma_{T,elastik} = \Phi_1 E_F \frac{\varepsilon_T}{k_1} + (1 - \Phi_1) E_{IF} \varepsilon_T \quad (4.26)$$

modelin elastik bölgesi için gerilme ve gerinim ilişkisi Denklem 4.26'da gösterildiği gibi nihai halini alır. İnelastik bölgenin modellenmesi için Denklem 4.25a'da σ_F yerine Denklem 4.17'de gösterilen fibrilin inelastik bölgedeki gerilmesi yazılması durumunda;

$$\sigma_T = \Phi_1 \left[(1 - \Phi_2) E_C \varepsilon_F + \frac{\Phi_2 \rho_2 \varepsilon^*}{2} \right] + (1 - \Phi_1) \sigma_{IF} \quad (4.27)$$

Denklem 4.27 elde edilir. İnelastik bölgede bir önceki modele göre ρ_2 'nin değişmesi sebebiyle kritik kayma gerilmesinin tekrar hesaplanması (Denklem 4.12) gerektiği not edilmelidir. Böylelikle Denklem 4.27'de tek bilinmeyen σ_{IF} olup elastik koşullarda $\sigma_{IF} = E_{IF}\varepsilon_{IF} = E_{IF}\varepsilon_T$ iken interfibriler deformasyon için doku gerinimi inelastik bölgede;

$$\varepsilon_T = \frac{2(1 - \Phi_1)}{\rho_1 \Phi_1} \eta_{IF} + \varepsilon_F \quad (4.28)$$

şeklinde yazılabilir. Denklem 4.28'de η_{IF} 'nin hesaplanabilmesi için Şekil 4.1b' de gösterilen GE – 1.3 geometrik ilişkisi ve CE – 1.3 bünye denkleminde yararlanılarak;

$$\eta_{IF} = \frac{2\sigma_F}{\rho_1 G_{IF}} \quad (4.29)$$

Denklem 4.29 elde edilir. Burada ρ_1 , fibrilin en boy oranı olup kolajen içerikli fibrillerin en boy oranının 4 – 8 arasında olduğu literatürde belirtilmiştir (Hang ve diğ. 2014). İnterfibriler matriksin kayma modülü ise $G_{IF} = \gamma_{IF} E_{IF}$ bağıntısından hesaplanır. Böylelikle Denklem 4.17'de belirtilen σ_F , Denklem 4.29'da yerine yazıldığında;

$$\eta_{IF} = \frac{2 \left[\Phi_2 E_M \frac{1}{k_2} + (1 - \Phi_2) E_C \right]}{\rho_1 G_{IF}} \varepsilon_F \quad (4.30)$$

olur ve Denklem 4.28'de belirtilen doku gerinimi;

$$\varepsilon_T = \left[\frac{4(1 - \Phi_1) \left[\Phi_2 E_M \frac{1}{k_2} + (1 - \Phi_2) E_C \right]}{\rho_1^2 \Phi_1 G_{IF}} + 1 \right] \varepsilon_F \quad (4.31)$$

ile ifade edilir ve de Denklem 4.31'de belirlenen doku gerinimi, Denklem 4.27'de yerine yazıldığında inelastik bölge için gerilme gerinim ilişkisi en genel haliyle;

$$\begin{aligned} \sigma_{T,inelastik} = & \frac{(1 - \Phi_2)\Phi_1 E_C}{k_1} \varepsilon_T + \frac{\Phi_1 \Phi_2 \rho_2 \tau^*}{2} \\ & + (1 - \Phi_1) E_{IF} \left[\frac{4(1 - \Phi_1) \left[\Phi_2 E_M \frac{1}{k_2} + (1 - \Phi_2) E_C \right]}{\rho_1^2 \Phi_1 G_{IF} k_1} + \frac{1}{k_1} \right] \varepsilon_T \quad (4.32) \end{aligned}$$

ifade edilir. Böylelikle elastik ve inelastik bölge için doku gerilmesinin gerinim ile olan ilişkisi aşağıdaki gibi yazılır;

$$\sigma_T = \begin{cases} \Phi_1 E_F \frac{\varepsilon_T}{k_1} + (1 - \Phi_1) E_{IF} \varepsilon_T \\ ; \quad \varepsilon_T \leq \frac{k_1 k_2 \rho_2}{2 E_M} \tau^* \\ \\ (1 - \Phi_1) E_{IF} \left[\frac{(1 - \Phi_2) \Phi_1 E_C}{k_1} \varepsilon_T + \frac{\Phi_1 \Phi_2 \rho_2 \tau^*}{2} + \frac{4(1 - \Phi_1) \left[\Phi_2 E_M \frac{1}{k_2} + (1 - \Phi_2) E_C \right]}{\rho_1^2 \Phi_1 G_{IF} k_1} + \frac{1}{k_1} \right] \varepsilon_T \\ ; \quad \varepsilon_T > \frac{k_1 k_2 \rho_2}{2 E_M} \tau^* \end{cases} \quad (4.33)$$

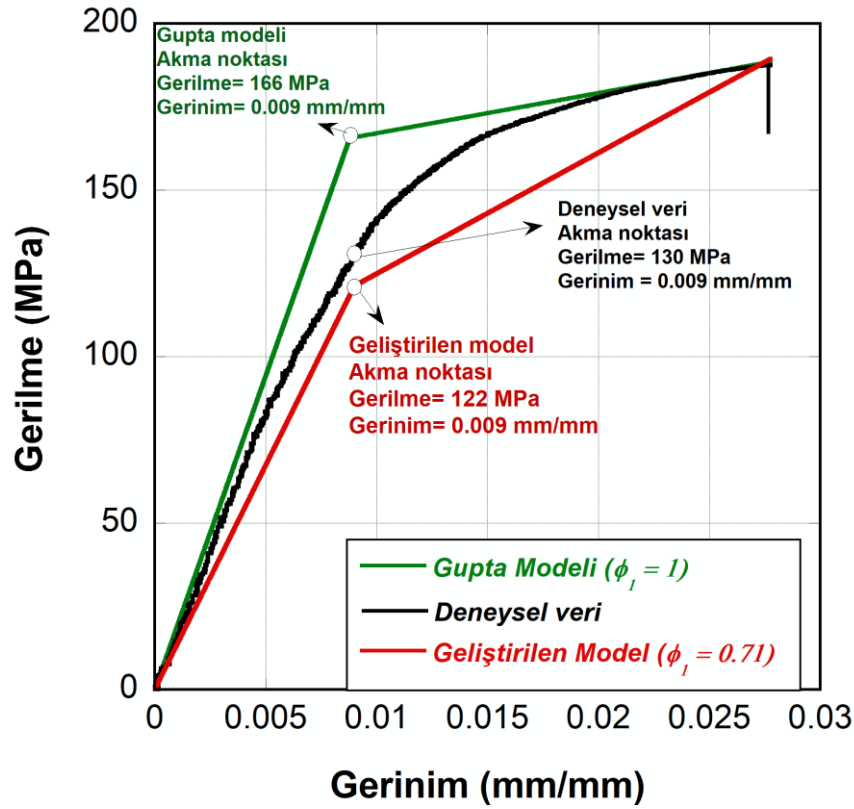
Denklem 4.33 geyik boynuz dokusunun çekme dayanımı için elastik ve inelastik davranışın belirlenmesi için analitik bir çözüm sunmakta olup kullanılan parametreler Tablo 4.3'te verilmiştir.

Tablo 4.3: Geliştirilen analitik modelde kullanılan parametreler

Parametreler	Mevcut çalışma (Geliştirilen model)
Φ_2	0.3 ^(*)
Φ_1	0.71 ^(*)
E_C (GPa)	9.5 ^(*)
E_M (GPa)	100 ^(*)
E_F (GPa)	26.74 ^(t)
E_{IF} (GPa)	1.30 ^(t)
k_1	1.45 ^(*)
k_2	1.493 ^(t)
ρ_2	22.30 ^(t)
ρ_1	13.66 ^(t)
τ^* (MPa)	37.28 ^(t)
E_T (GPa)	18.44 ^(t)
G_{IF} (MPa)	520 ^(t)

^(*) Gupta ve diğ. (2013); Fritsch ve Hellmich (2007), ^(*) Fritsch ve Hellmich (2007); Spiesz ve diğ. (2013); Hamed ve diğ. (2012); Alizadeh ve diğ. (2020), ^(*) Hamed ve diğ. (2010); Cusack ve Miller (1979), ^(*) Yao ve diğ. (2007); Katz ve Ukraincic, (1971); Snyders ve diğ. (2007), ^(*) Krauss ve diğ. 2009, ^(t) Mevcut çalışmada hesaplanan değerler

Tablo 4.3'te belirtilen parametrelerin Denklem 4.33'te yerine yazılması neticesinde ortaya çıkan gerilme - gerinim eğrisi Şekil 4.4'te gösterilmiştir.



Şekil 4.4: Çekme testinin ortalama deneysel verileri, geliştirilen model ($\Phi_1 = 0.71$) ve Gupta modelinin ($\Phi_1 = 1$) makroskobik gerilme gerinim eğrisi

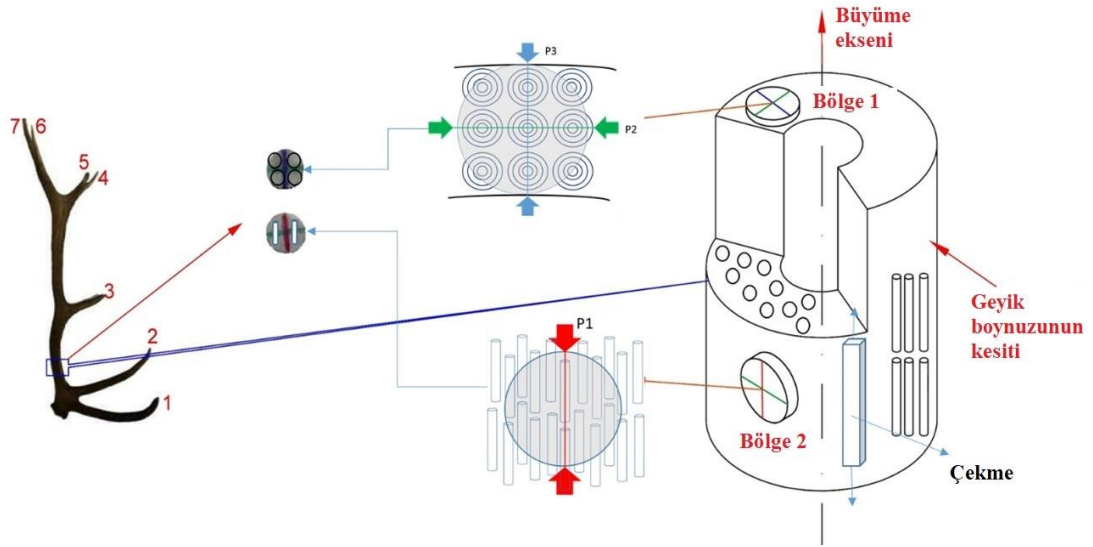
Geyik boynuz dokusunun çekme testi için analitik modeller ve deneysel verilerin ortalama gerilme - gerinim eğrisi Şekil 4.4'te gösterilmiş olup ilk kurulan modelde, fibril/interfibriler matriks ölçeğinde, fibrilin doku içerisindeki hacimsel oranı $\Phi_1 \cong 1$ olduğu durumda deneysel veriler ile elastik modül ve maksimum gerilme açısından uyum içerisindeymiş gibi görünse de akma noktasındaki gerilme deneysel veriye kıyasla çok yüksektir. Çünkü, Gupta modeli, boynuz dokusu içerisindeki interfibriler matriksin etkisini ihmal etmektedir. Bu çalışmada geliştirilen model ile, deneysel verilere uygun $\Phi_1 \cong 0.71$ alınarak, yapı içerisinde interfibriler matriksin mekanik dayanıma olan katkısı dahil edilmiş ve akma noktasında deneysel verilere daha yakın bir yaklaşım sunulmuştur. Bu iki model arasındaki en önemli farklardan biri de mineral en boy oranı olup Gupta modelinde bu oran 68.3 hesaplanırken, geliştirilen modelde bu oran 22.30'a düşmüştür. Gupta ve diğ. (2013) ve Nair ve diğ. (2013) çalışmalarında bu oranın $10 < \rho_2 < 50$ arasında olduğu işaret etmişlerdir. Böylece, mineral plakalarının boyutlarına bağlı olarak çekme dayanımının artışı

analitik model ile doğrulamıştır. Fakat Gupta modelinde bu oranın belirtilen aralığın dışında olması her ne kadar mekanik dayanımı arttırsa da bu artışın temel sebebinin dokunun ve kolajen liflerinin elastik modülü ile ilgili olduğu düşünülebilir. Geliştirilmiş model, doku içerisindeki interfibriler matriksin yalnızca fibrillerden oluşmadığını vurgulamasının yanı sıra mikroyapısal parametrelerin de literatürdeki çalışmalar ile arasındaki uyumu destekler niteliktedir.

Geyik boynuzlarının mekanik dayanımlarının tespit edilebilmesi için üç noktalı eğme ve çekme dayanımlarının yanında basma dayanımlarının da belirlenmesi önem arz etmektedir. Özellikle çekme deney sonuçları göstermektedir ki uzunlamasına yönde çekme gerilmesine maruz kalan dokunun, enine yönde basma gerilmesinin osteonları çekmeye maruz bırakacağı için benzer sonuçlar vermesi beklenmektedir. Bu sebeple bir sonraki bölümde geyik boynuzlarının yarı statik ve dinamik yüklemelere karşı davranışının belirlenebilmesi için Brazilian test metodu önerilmiş olup statik testler geleneksel bir çekme- basma test cihazında yapılmış ve dinamik testler Split Hopkinson Basınç Çubuğu (SHPB) test düzeneğinde gerçekleştirilmiştir.

5. YARI STATİK VE DİNAMİK KOŞULLAR ALTINDA ANİZOTROPİK GEYİK BOYNUZUNUN MEKANİK DAYANIMI

Bu çalışmada test numunelerini hazırlamak için doğal olarak düşen beş çatalı Cervus Elaphus kızıl geyik boynuzu kullanılmış olup, Şekil 5.1'de şematik olarak gösterildiği gibi, boynuzun baş kısmına yakın bölgesinden kesit alınmıştır. Alınan kesitte, kompakt kalınlığın 1.5 - 4 mm arasında değişkenlik gösterdiği belirlenmiştir. Disk numuneler, deney sırasında yönlerinin belirlenmesi için ilk olarak Şekil 5.1'de gösterildiği üzere, numune yüzeyine kırmızı, mavi ve yeşil renkler ile doğrultular işaretlenmiştir. Kırmızı çizgi büyüme eksenine paralel (uzunlamasına), yeşil çizgi büyüme eksenine dik (enine) ve mavi çizgi büyüme eksenine radyal doğrultudadır. ASTM D3967-95a standardına (2001) uygun olarak hazırlanacak numuneler, öncelikle elmas uçlu boru şeklinde bir matkap ucu ile kesilmiş olup P120 grid zımpara kağıtları kullanılarak nihai boyutlarına ulaştırılmıştır. Şekil 5.1, P1, uzunlamasına yöndeki, P2 enine yöndeki ve P3 ise radyal yöndeki yükleme yönlerini de göstermektedir. Test numunelerinin süngerimsi kemik içermediğinden emin olmak için numune hazırlama sürecinde özel bir özen gösterilmiştir. Yarı statik testler için toplam 40 test numunesi ve yüksek gerinim hızlı testler için 12 adet test numunesi hazırlanmıştır. ASTM D3967-95a (2001) standardı kalınlık/çap oranını 0.2 ile 0.75 arasında öngörmektedir. Bu nedenle, yarı statik test numuneleri için kalınlık/çap oranı 0.4'te sabit tutulurken çap 7.75 - 8 mm ve kalınlık 3 - 3.15 mm arasında değişkenlik göstermiştir. SHPB testleri için numuneler, yaklaşık 9.75 mm çapında ve 3 mm kalınlığında olup kalınlık/çap oranı ise yaklaşık 0.3 olarak belirlenmiştir.



Şekil 5.1: Yarı statik ve dinamik testler için temin edilen geyik boynuzu ve yönlerinin tayini (P1 uzunlamasına yön, P2 enine yön ve P3 radyal yön)

Brazilian testinde bir disk numunesinin çekme gerilimi, σ_t (Jianhong ve diğ. 2009);

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi tD} \quad (5.1)$$

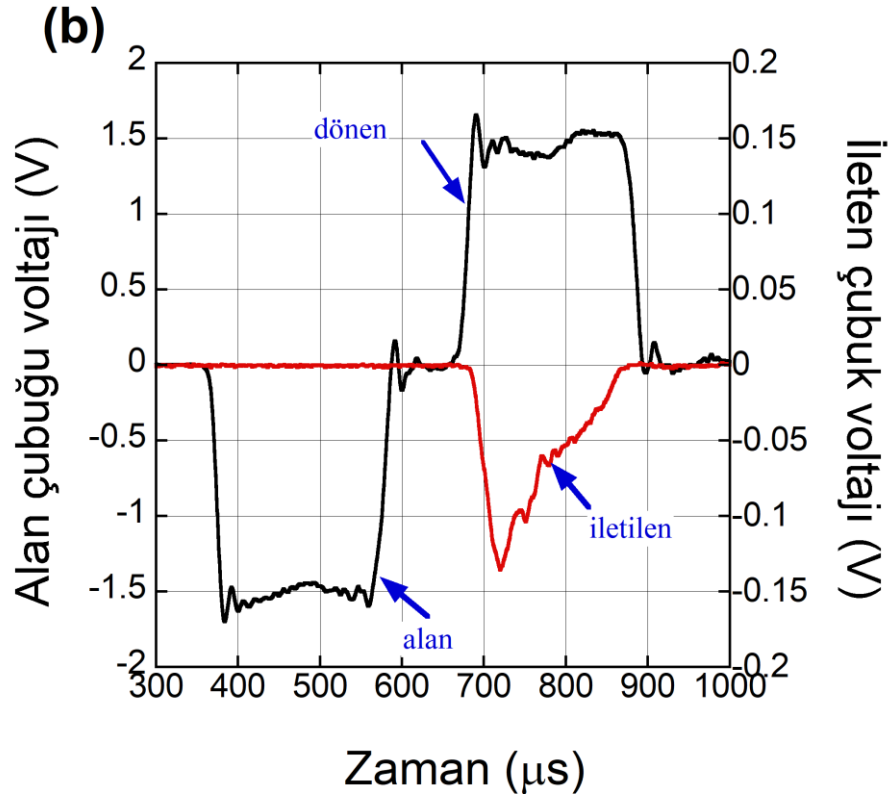
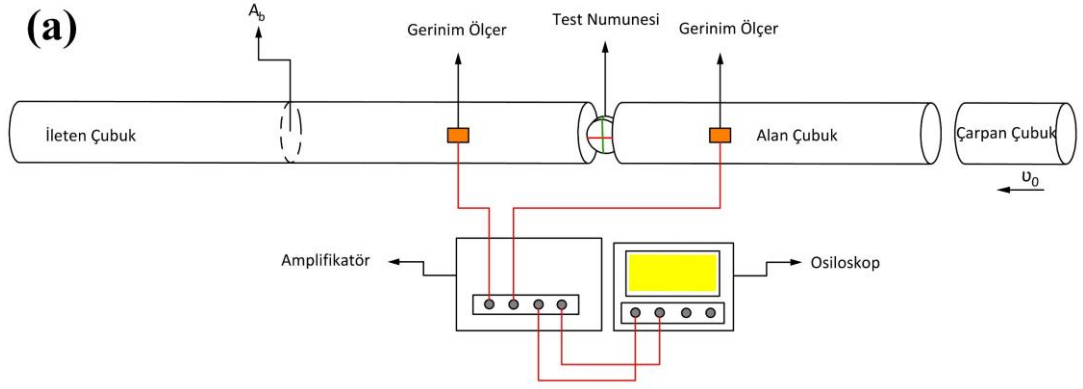
denklemleri ile hesaplanır. Burada P uygulanan yük ve t ve D sırasıyla test numunesinin kalınlığı ve çapıdır. Yarı statik Brazilian testleri 0.05 mm/s deformasyon hızında bir Shimadzu AG-X geleneksel test cihazında ve dinamik Brazilian testleri, Inconel 718 bar sıkıştırımlı Split Hopkinson Basınç Çubuğu (SHPB) düzeneğinde gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.2'a'da şematik olarak gösterildiği gibi, dinamik test numuneleri sırasıyla hem 19.40 mm çapa hem de 2000 ve 1800 mm uzunluğa sahip olan alan ve ileten çubukları arasına yerleştirilmiştir. Gelen bir dalga, alan çubuğu ile aynı çapa sahip 50 mm uzunluğunda bir Inconel vurucu çubuğunun çarpmasıyla alan çubuğu üzerine tesir eder. 350 Ω gerinim ölçerlerden oluşan tam bir Wheatstone köprüsü olayı yakalar, çubuklara gerilmeleri yansıtır ve iletir; daha sonra gerilmeler bir osiloskop ve amplifikatör vasıtasıyla kaydedilir. Temel olarak bu metod uzun çubuklarda tek boyutlu elastik gerilme dalgası yayılımına dayanmaktadır (Kolsky 1949; Davies ve Hunter 1963) ve numunenin yer değiştirme hızı (\dot{d}_s), gerilmesi (σ_s) ve şekil değiştirme hızı (\dot{d}_s), sırasıyla aşağıdaki bağıntılar kullanılarak belirlenmiştir.

$$d_s(t) = -2C_b \int_0^t \varepsilon_R(t) dt \quad (5.2)$$

$$\sigma_s(t) = \frac{A_b}{A_s} E_b \varepsilon_{Tr}(t) \quad (5.3)$$

$$\dot{d}_s(t) = -2C_b \varepsilon_R(t) \quad (5.4)$$

Burada, A_b , A_s , E_b , C_b ve t sırasıyla çubuk kesit alanı, numune kesit alanı, çubuk elastik modülü, çubuk elastik dalga hızı ve zamanı temsil etmekle birlikte ε_R ve ε_{Tr} sırasıyla yansıtılan ve iletilen gerinimlerdir. Ayrıca çalışma kapsamında Photron Fastcam SA1.1 yüksek hızlı bir kamera ile 100,000 fps'te testler sırasında numunelerin deformasyonu görüntülenmiştir. SHPB Brazilian testinin örnek bir voltaj okuması Şekil 5.2b' de gösterilmektedir. İleten bar voltajındaki (negatif) maksimum, numunedeki maksimum gerilmeye karşılık gelirken, maksimumdan önce doğrusal bir yükleme davranışı dikkate değerdir. SHPB'deki gerilme dengesi, test sonuçlarının geçerliliği için önemlidir (Ravichandran ve diğ. 1994) ve bu alan ve ileten çubukları üzerindeki kuvvetlerin karşılaştırılmasıyla kontrol edilerek kanıtlanmıştır. Büyüme eksenine paralel olarak (uzunlamasına yönde) hazırlanan numuneler, yükleme ekseninde tek bir çekme çatlağı oluşturarak hasara uğrarken, enine yönlerde yüklenen numunelerde dinamik testler global bir deformasyon/ezilme ile sonuçlanmıştır. Bu nedenle, büyüme eksenine paralel yöndeki numunelerin dinamik gerilme-şekil değiştirme eğrileri rapor edilirken, dinamik olarak ezilmiş enine eksen numuneler, global ezilmeye yol açan mikro mekanizmaları ortaya çıkarmak için SEM'de mikro yapısal olarak incelenmiştir. Son olarak, deforme olmuş ve kırılmış numunelerin mikroskopik analizleri bir ZEISS-SUPRA 40 VP FESEM SEM cihazında gerçekleştirilmiştir. Görüntüleme öncesi numuneler Quorum Q150R ES marka cihaz kullanılarak Altın/ Paladyum (%80 / %20) ile kaplanmıştır.

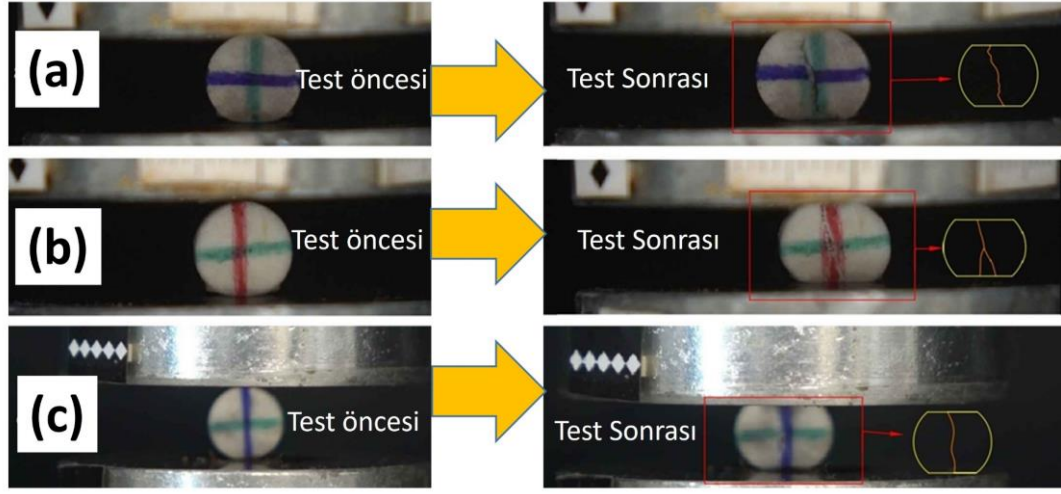


Şekil 5.2: a) Dinamik Brazilian SHPB test düzeneğinin şematik gösterimi ve b) SHPB test sonuçlarının voltaj okuması

5.1 Mekanik Test Sonuçları

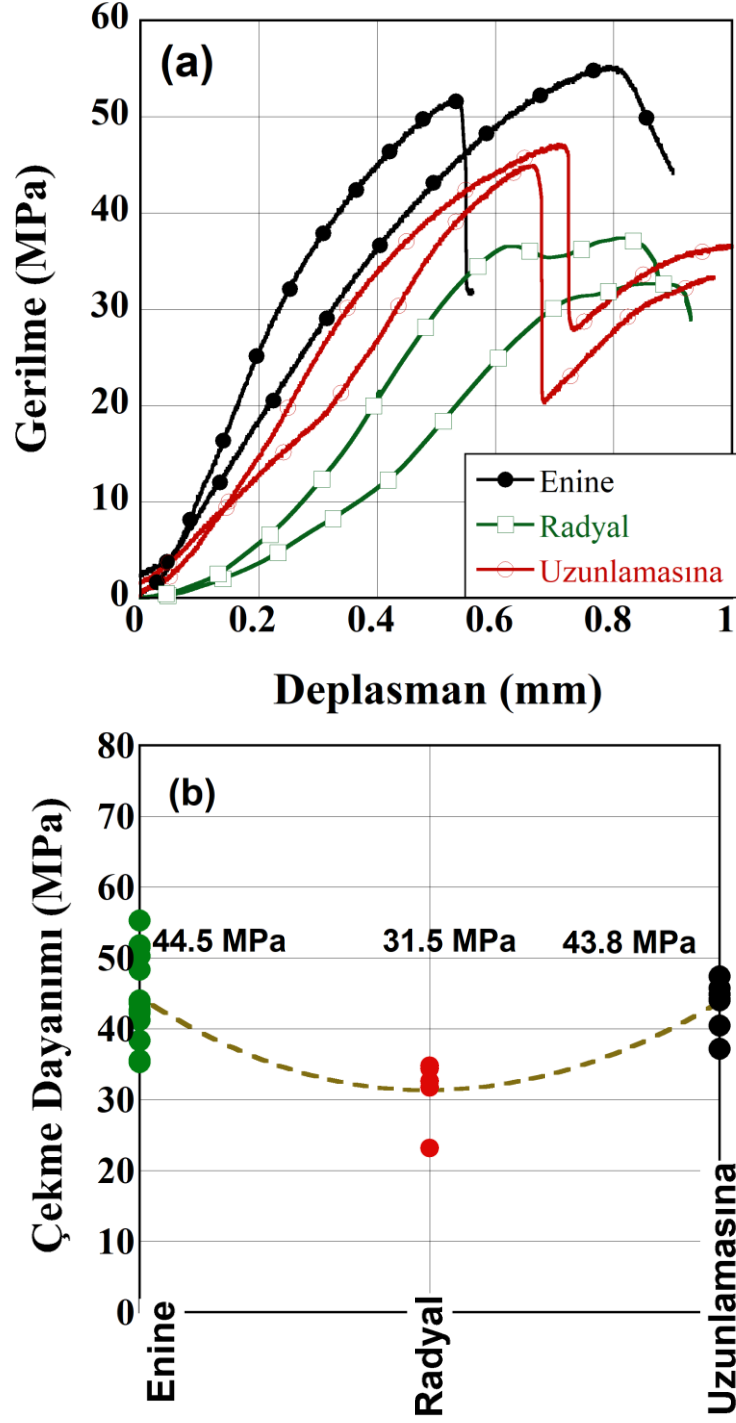
Brazilian testinde, Denklem 5.1’de belirtilen formülizasyonun kullanımı, numunenin merkezinde çatlak oluşumu ile mümkündür. Eğer bu şekilde bir kırılma çatlakı mevcut değilse test başarısız kabul edilir. Şekil 5.3a - c, enine, uzunlamasına ve radyal yönler için testten önce ve sonra geçerli Brazilian test numunelerinin resimlerini göstermektedir. Her yön için görüldüğü gibi, işaretli yön boyunca bir merkez çizgi

çatlağı oluşur ve bu uygulanan kuvvet yönüne dik yönde bir çekme gerilmesinin hâkim olduğu bir çatlak ilerlemesini göstermektedir.



Şekil 5.3: Brazilian test numunelerinin test öncesi ve sonrası resimleri a) enine, b) uzunlamasına ve c) radyal yönde

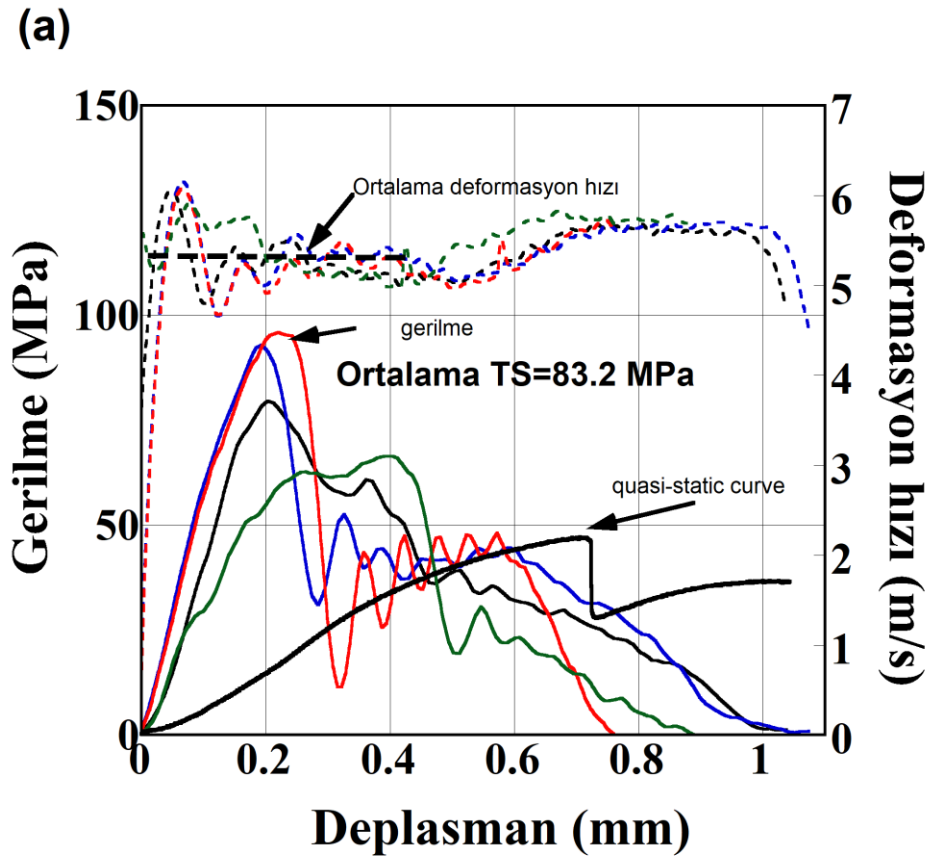
Enine, radyal ve uzunlamasına yönlerdeki testlerden elde edilen bazı yarı statik gerilme-şekil değiştirme eğrileri Şekil 5.4a'da gösterilmektedir. Şekil 5.4b ayrıca yükleme eksenine göre çekme mukavemetinin değişimini gösterir. Yine aynı şekilde gösterilen çekme mukavemeti, enine ve uzunlamasına yönler için hemen hemen aynı olup sırasıyla ortalama 44.5 ve 43.8 MPa'dır. Bununla birlikte, çekme mukavemeti radyal yönde nispeten daha düşüktür (31.5 MPa).

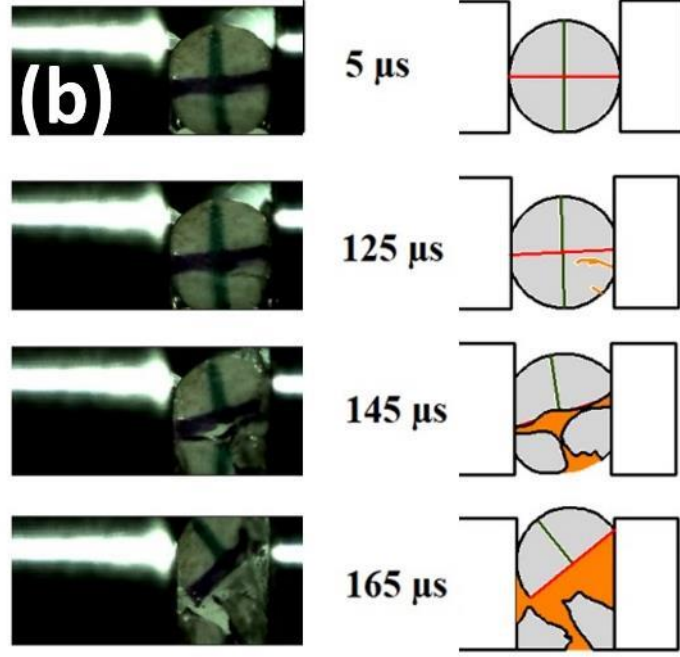


Şekil 5.4: a) Enine, radyal ve uzunlamasına yönlerde gerilim-deplasman eğrileri ve b) yükleme yönü ile çekme mukavemeti değişimi

Dört adet SHPB testinin uzunlamasına yönde gerilme-deplasman ve deformasyon hızı eğrileri Şekil 5.5a'da gösterilmiştir. Karşılaştırma için tipik bir yarı statik eğrisi de gösterilmektedir ki SHPB testlerinin aynı gaz tabancası basıncı kullanılarak yapıldığı da not edilmelidir. Bu nedenle, gelen dalgalar her test için hemen hemen aynıdır. Gerilmelerde görünen değişimler ise test edilen numuneler arasındaki mikro

yapılardaki farklılıklardan kaynaklanmaktadır. Her halükârda, gerilmeler ve deformasyon hızlarının karşılaştırılabilir olduğu görülmektedir. Deformasyon hızının ortalama 5.2 m/s tutulduğu dinamik testlerde maksimum gerilme 66 - 96 MPa arasında değişmekte olup ortalama 83.2 MPa'dır. Ayrıca, çekme mukavemetinin dinamik yükleme hızlarında yarı statik yükleme hızına kıyasla ortalama olarak yaklaşık 40 MPa arttığına dikkat edilmelidir. Öte yandan, çekme mukavemetine karşılık gelen deplasmanlar, Şekil 5.5a'da görüldüğü gibi neredeyse yarı statik deplasmanın yarısı kadardır. Bir SHPB numunesinin farklı deformasyon zamanlarındaki resimleri Şekil 5.5b'de gösterilmektedir. Bu testteki eksenel çatlama yaklaşık 40 μ s'de başlamıştır; bu nedenle, numunenin aparatlar arasındaki dönüşü, çatlak başlangıcından sonra meydana gelmiştir. Benzer bir numune dönüşü de yarı statik hızlarda not edilir.





Şekil 5.5: a) Boynuz uzunlamasına yönünde SHPB gerilme-deplasman ve deformasyon hızı-deplasman eğrileri (dört test) ve b) bir SHPB numunesinin farklı zamanlarda deformasyon resimleri.

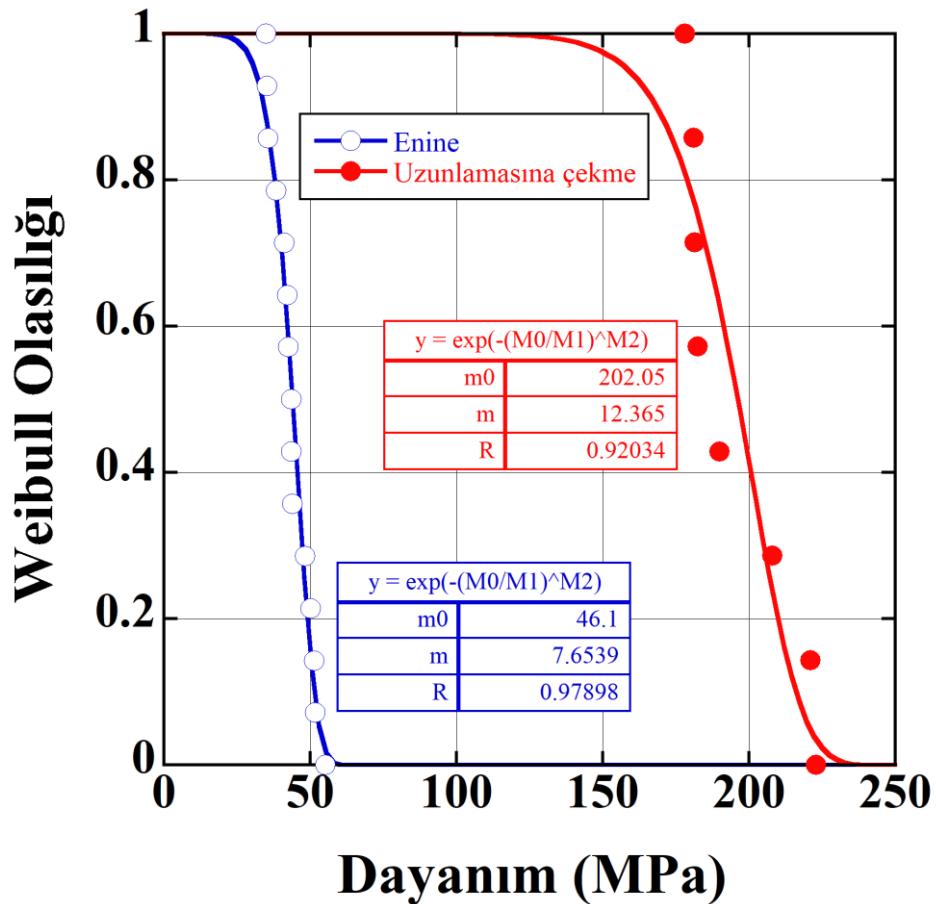
Daha önce, statik çekme numunelerinin uzunlamasına yöndeki gerilme-gerinim eğrileri Şekil 3.3'te gösterilmişti. Gerilme-gerinim eğrileri, elastik bölgeden sonra önemli bir deformasyon göstererek, test edilen boynuz numunelerinin uzunlamasına yönde elasto-plastik davranışını doğrulamaktadır. Ortalama çekme dayanımı, hasar gerinimi ve elastik modül sırasıyla yaklaşık 192 MPa, 0.03 ve 18.45 GPa olarak belirlenmişti. Ortalama mekanik özelliklerin farklı türler ve geyik yaşları arasındaki mekanik özelliklerin varyasyonları göz önüne alındığında önceki çalışmalarla karşılaştırılabilir olduğu söylenebilir. Örneğin, kuru numunelerde çekme dayanımı, gerinim ve elastik modül, kızıl geyik için 158 MPa, 0.11 ve 7.2 GPa (Currey ve diğ. 1998) ve benekli geyik için 188 MPa, 0.0146 ve 17.11 GPa (Rajaram ve Ramanathan, 1982) olarak rapor edilmiştir. Başka bir çalışmada, geyik boynuzunun çekme ve enine mukavemeti sırasıyla 115 ve 20.3 MPa olarak bildirilmiştir (Chen ve diğ. 2008^a).

Ayrıca test edilen numunelerin kırılma mukavemeti, Weibull dağılımı ile belirlenmiştir. Weibull olasılığı $P(V)_s$,

$$P(V)_s = \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (5.5)$$

ile hesaplanır. Burada m , Weibull modülü, σ gerilme ve σ_0 karakteristik gerilmedir. Weibull modülü, gerilme σ_0 'a yaklaştıkça mukavemetin ne kadar hızlı düştüğünü

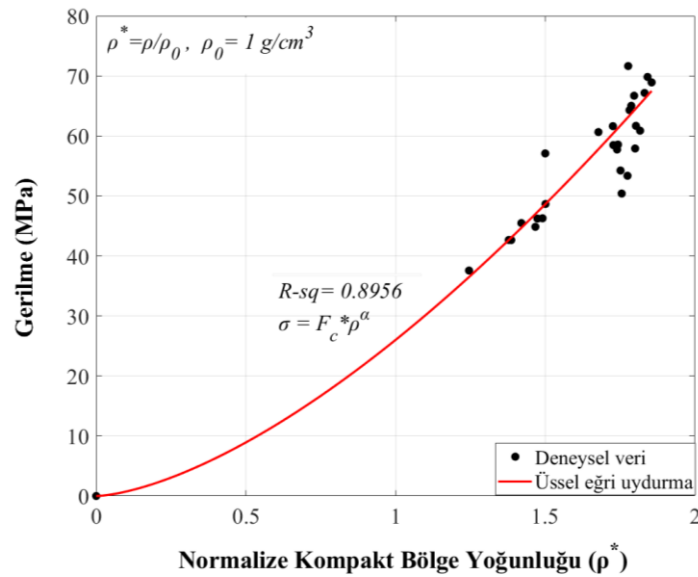
temsil eder. Yöntem, $\sigma=0$ olduğunda $P(V)_s=1$ ve $\sigma=\sigma_o$ olduğunda $P(V)_s=0.37$ olacak şekilde bir dağılım gösterir. Genel olarak gevrek malzemeler için m parametresi 1 ila 15 arasında değişmektedir. Enine ve uzunlamasına yöndeki mukavemetlerin Weibull modülü (m) ve karakteristik gerilme değerleri ($m0$) Şekil 5.6'da gösterilmektedir. Uzunlamasına ve enine yön için m değeri sırasıyla 12.3 ve 7.6'dır, bu nedenle enine yön, hesaplanan m değerlerine dayalı olarak uzunlamasına yönden daha gevrektrir. Uzunlamasına ve enine yönler için m değerleri daha önceki çalışmalarda bir geyik boynuzu için, uzunlamasına yönde (6.4), enine yönden (3.1) daha yüksek rapor edilmiştir (Chen ve diğ. 2008). Bu çalışmada daha yüksek m değerleri bulunmasına rağmen, uzunlamasına yönün m değeri, referansta verilen m değerlerine benzer şekilde, enine yönün neredeyse iki katıdır (Chen ve diğ. 2008^a). Uzunlamasına ve enine yönler arasındaki m değerlerindeki fark, her iki yönde de çalışan kırılma mekanizması ile ilgilidir ve daha sonraki bölümlerde detaylandırılacaktır.



Şekil 5.6: Enine ve uzunlamasına yön için Weibull olasılığı P(V) – dayanım eğrileri

5.2 Kompakt Bölge Yoğunluğunun ve Yükleme Hızının Mekanik Dayanıma Etkisi

Çalışmanın bu bölümünde geyik boynuzunun kompakt bölgesinin uzunlamasına yönde yarı statik ve dinamik yükleme durumunda yoğunluğun ve deformasyon hızının mekanik dayanıma olan etkileri incelenmiştir. Bu doğrultuda bir önceki bölümlerde belirtilen testlere ek olarak, uzunlamasına yönde yarı statik testler için 27 adet (0.05 mm/s deformasyon hızında), dinamik testler için 20 adet (6.8 m/s, 7.7 m/s ve 8.5 m/s deformasyon hızında) disk numuneler hazırlanmıştır. Test numunelerinin görünür yoğunluğu hassas terazi ile kütlelerin ölçümü ve hacimlerinin dikkatle belirlenmesini takiben hesaplanmıştır. Daha sonra numuneler 60 °C sıcaklıkta 60 min süre ile etüv içerisinde bekletilmiş ve etüv sonrası yapılan ölçümlerde numunelerin kütlelerinde yaklaşık %5 oranında düşüş gözlenmiştir. Bu oran her ne kadar düşük görünse de kemiklerin yük taşıma kapasitesini etkileyebilmektedir. Bu nedenle kemik yoğunluğunun, kemiklerin özelliklerini betimlemek için uygun bir parametre olduğu düşünülmektedir (Shim ve diğ. 2005). Her bir test numunesinin görünür yoğunluğunun belirlenmesini takiben mekanik testler gerçekleştirilmiştir. Bu testler neticesinde, uzunlamasına yönde yüklemeye maruz kalan yarı statik test numunelerinin maksimum gerilme – normalize kompakt bölge yoğunluğu Şekil 5.7’de gösterilmiştir.

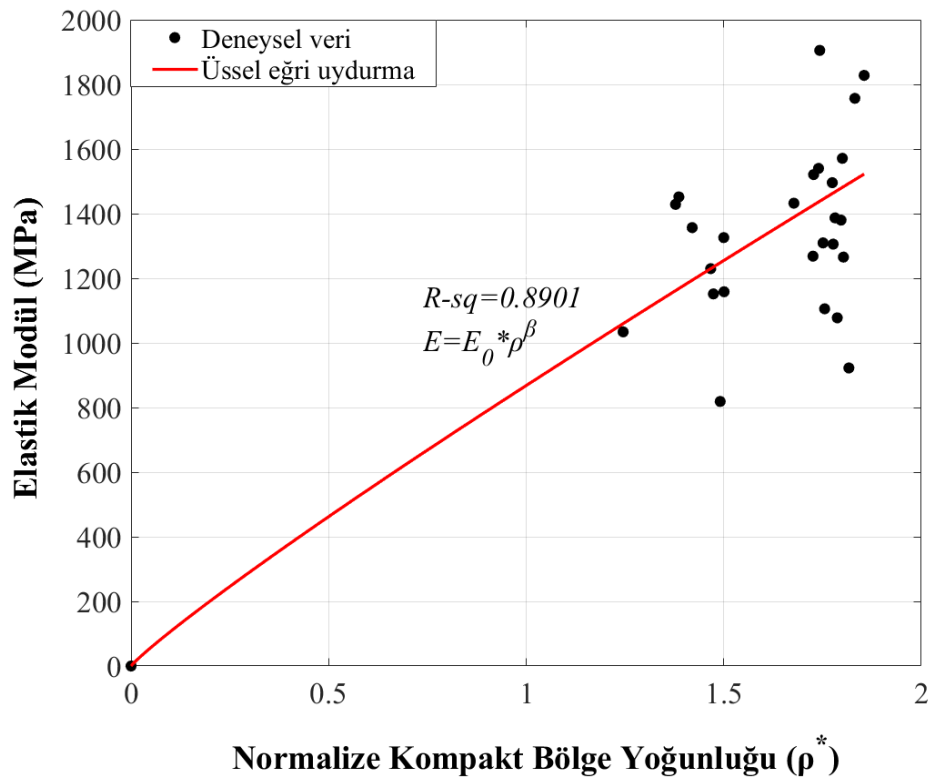


Şekil 5.7: Yarı statik testler neticesinde maksimum gerilmenin numunenin normalize kompakt bölge yoğunluğuna göre değişimi

Şekil 5.7’de anlaşılacağı üzere basma dayanımı kompakt doku yoğunluğuyla artış göstermektedir. Burada en küçük kareler yöntemi kullanılarak bir üssel fonksiyon tanımlanarak Denklem 5.6’da gösterilmiştir;

$$\sigma_c = F_c \rho^{*\alpha} \quad (5.6)$$

burada F_c ve α deneysel verilerden eğri uydurma yöntemi ile elde edilen katsayılar olup, ρ^* test numunesinin normalize kompakt bölge yoğunluğudur. Benzer şekilde geyik boynuzunun kompakt bölgesinin elastik modülü de yoğunluğa bağlı olarak değişimi göstermektedir (Şekil 5.8). Brazilian metodunda gerilmeler karakteristik uzunluk olarak seçilen numune çapları (gerilme neredeyse çap boyunca üniformdur) dikkate alınarak hesaplanmıştır. Böylece test numunelerinin elastik modülleri gerilme – gerinim eğrilerinin lineer bölgesinden belirlenmiştir.



Şekil 5.8: Yarı statik testler neticesinde elastik modülün numunenin normalize kompakt bölge yoğunluğuna göre değişimi

Elastik modülün normalize kompakt yoğunluğa göre deęiřimi en küçük kareler yöntemi ile üssel fonksiyonu kullanılarak eęri uydurma uygulandıęında;

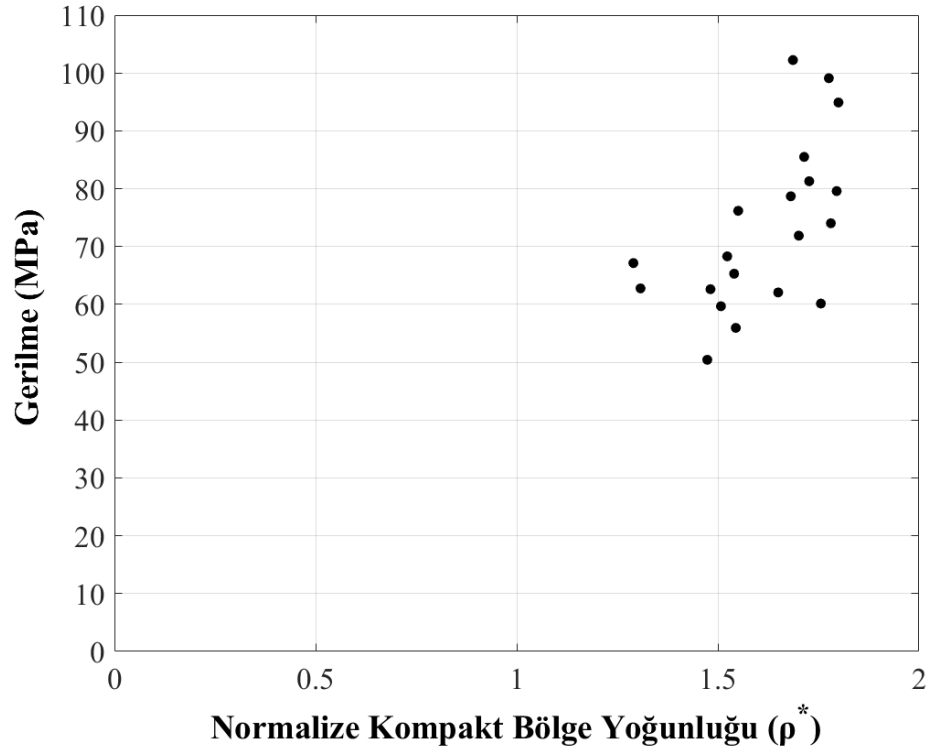
$$E = E_0 \rho^{*\beta} \quad (5.7)$$

denklemini elde edilir. Burada E_0 ve β eęri uydurma yöntemi ile belirlenen katsayılar olup bir önceki denklemdaki deęerler ile Tablo 5.1’de gösterilmektedir.

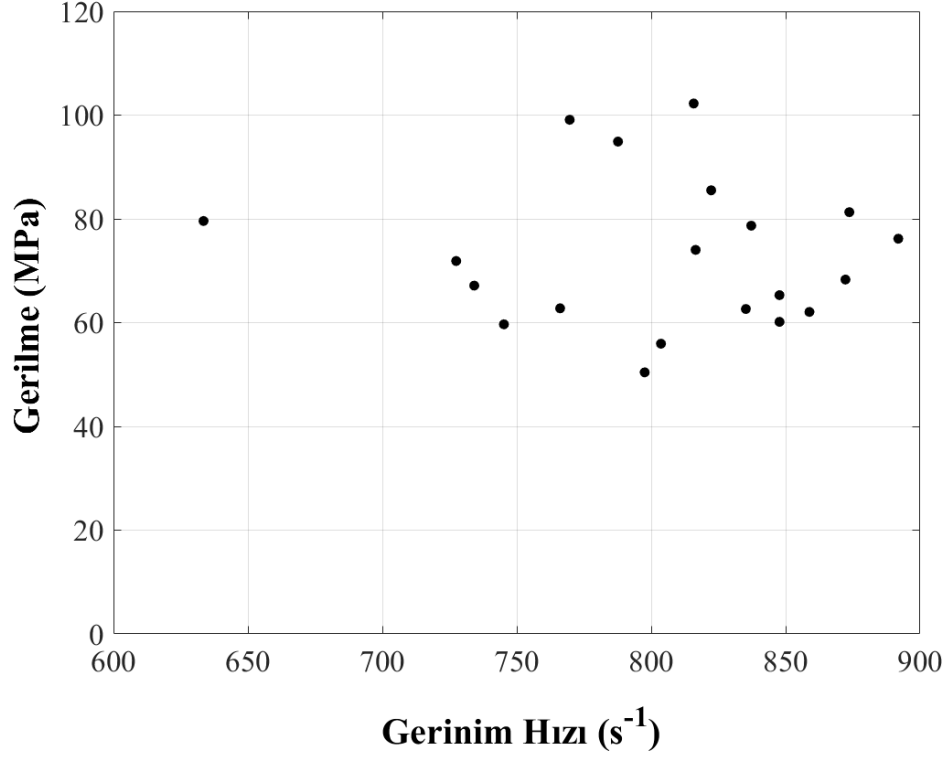
Tablo 5.1: Eęri uydurma yönteminden elde edilen parametreler

F_c (MPa)	α	E_0 (MPa)	β
26.1	1.544	846.3	0.975

Yoęunluęun bir fonksiyonu olarak belirlenen dinamik gerilme deęerleri ise Őekil 5.9’da gösterilirken, Őekil 5.10 maksimum gerilmenin gerinim hızına göre deęiřimi göstermektedir.



Őekil 5.9: Dinamik testler neticesinde maksimum gerilmenin numunenin normalize kompakt bölge yoęunluęuna göre deęiřimi

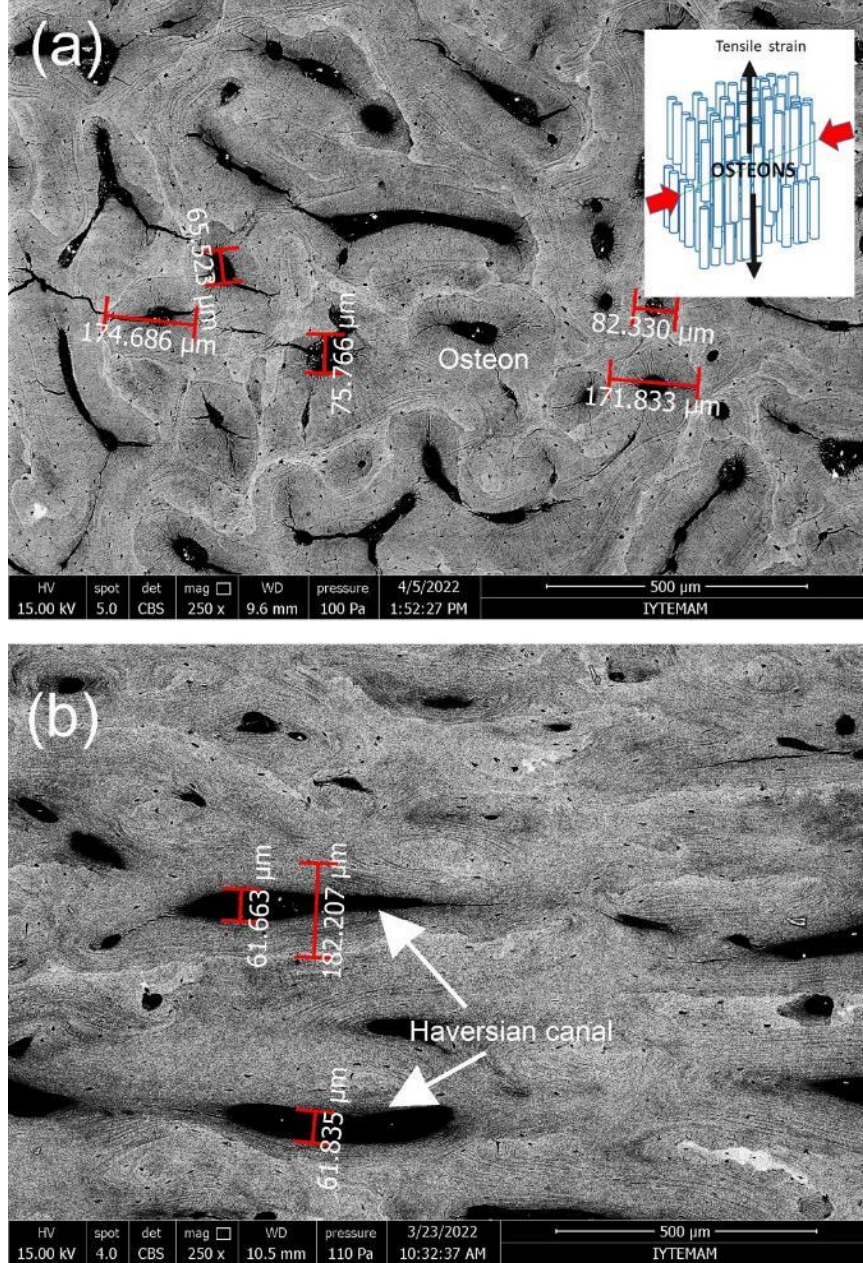


Şekil 5.10: Dinamik testler neticesinde maksimum gerilmenin gerinim hızına göre değişimi

Şekil 5.9, dinamik Brazilian testleri neticesinde elde edilen maksimum gerilmenin normalize kompakt yoğunluğa göre grafiği göstermektedir. Burada statik testlerde olduğu gibi artan yoğunluğa bağlı olarak dayanımın artışı söz konusudur. Şekil 5.10'da ise gerinim hızının değişimine göre her bir numunenin nihai dayanımı gösterilmektedir. Doku, 750 - 800 s⁻¹ gerinim hızlarında maksimum dayanım göstermiştir. Özetle bu bölümde, geyik boynuz dokusunun mekanik dayanımını etkileyen faktörlerden kompakt bölge yoğunluğunun ve yükleme hızının mekanik dayanıma etkisi incelenmiş; artan yoğunluk ve yükleme hızına bağlı olarak mekanik dayanımın arttığı gözlenmiştir. Aynı zamanda dinamik ve statik testleri gerçekleştirilen numunelerin mikro yapısındaki kırılmalar ve deformasyonu SEM ile incelenmiş olup, Bölüm 5.3'te kapsamlı olarak anlatılmıştır.

5.3 Mikroskopik Gözlemler

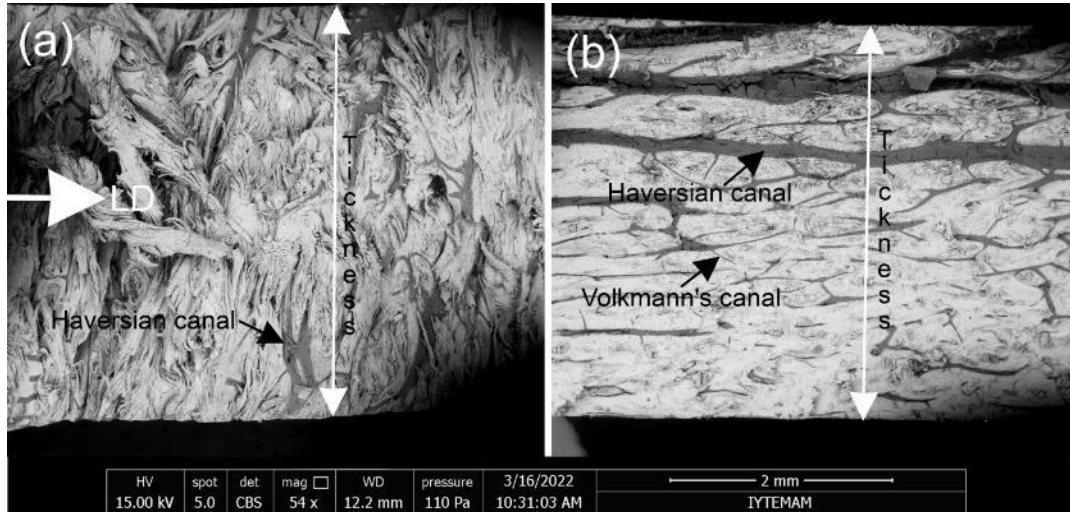
Osteonlar ve interstisyel kemik içindeki mikro çatlakların gelişimini görmek için, uzunlamasına numuneler üzerinde osteon yönüne normal yönde dolaylı basma testleri yapılmıştır. Şekil 5.11a ve b, bu numunelerden bir tanesinin sırasıyla normal ve osteon yönü boyunca SEM mikrograflarını göstermektedir. Tesir eden enine çekme gerilmesi (dolaylı test) osteon yönüne paraleldir. Şekil 5.11a'da, osteon yönü ve yükleme yönü (kırmızı oklar) da gösterilmektedir. Enine yönlerde osteonlar ve Haversian kanalları açıkça görülmektedir. Osteonların içindeki Haversian kanallarının etrafındaki mikro çatlaklar, osteon yönünde uygulanan dolaylı çekme gerinimi nedeniyle oluşmuştur. Haversian ve Volkmann kanalları, kompakt yapı içinde mikro çatlakları tetikler. Bazı büyük mikro çatlaklar Haversian kanalının normal yüzeyine yönelmiş olsa da Haversian kanalının iç çeperinde başlar. Bu tür mikro çatlakların yayılması, osteon lamelleri tarafından oluşturulan hat boyunca gelişir. Bu nedenle, mikro çatlakların yolu, Tip I kolajen fibrilleri arasındaki boşluğu kaplayan inorganik matris tarafından belirlenir. Ayrıca, daha küçük Haversian kanallarının tüm yüzeyleri boyunca önemli sayıda mikro çatlak yoğunluğuna yol açan gerilmelere karşı savunmasız olduğu belirlenmiştir. Şekil 5.11a'da görüldüğü gibi, aralarındaki mesafeye bakılmaksızın, genişlemiş Haversian kanalları boyunca çatlak köprüleme de gözlenmiştir. Osteonların aksine Haversian kanalı olmayan interstisyel lamellerde mikro çatlaklar yoktur. Birkaç osteon ve Haversian kanalının çapı aynı mikrografta gösterildiği gibi ölçülmüştür. Küçük osteonlar 82 μm , en büyükleri 175 μm boyutlarında olup Haversian kanallarının boyutları da 65 ila 75 μm 'dir. Bu boyutlar, Şekil 5.11b'de görüldüğü gibi uzunlamasına yönde yapılan ölçümle de doğrulanmıştır. Aynı şekilde görüldüğü gibi Haversian kanallarının ölçülen çapı yaklaşık 61 μm ve bir osteonun boyutu 182 μm 'dir. Osteonlar, Şekil 5.11a'da daha beyaz görülen ve onlarca mikron kalınlığında bir dolgu hattı (interstisyel lamel veya interstisyel kemik) ile çevrilidir. Benzer gözlemler literatürde mevcuttur (Launey ve diğ. 2010; Pazzaglia ve diğ. 2012; Dhari ve diğ. 2021). Osteonların ve Haversian kanallarının boyutlarının yaş ve türe göre değişmesi beklenmektedir.



Şekil 5.11: SEM mikrografları, osteon büyüme yönüne göre, a) normal ve b) osteon büyüme yönü boyunca bir yönde yarı statik olarak sıkıştırılmış uzunlamasına numunelerin enine kesitlerini göstermiştir

Enine (1 nolu bölgeden alınan numune) ve uzunlamasına (2 nolu bölgeden alınan numune) yönde yüklemeye maruz kalan Brazilian test numunelerinin kırılma yüzeylerinin SEM mikrografları Şekil 5.12a ve b'de gösterilmektedir. Her iki numunedeki yüklenme yönleri (LD) Şekil 5.12a'da okla gösterilmiş ve numune kalınlıkları da aynı şekillerde işaretlenmiştir. Dolaylı çekme gerilmesinin her iki numunedeki kırılma yüzeyine normal olduğuna dikkat edilmelidir. Haversian kanalları her iki numunenin kırılma yüzeylerinde (enine numunedeki kalınlık boyunca (Şekil 5.12a) ve uzunlamasına numunedeki yüklenme yönü boyunca (Şekil 5.12b)) açıkça

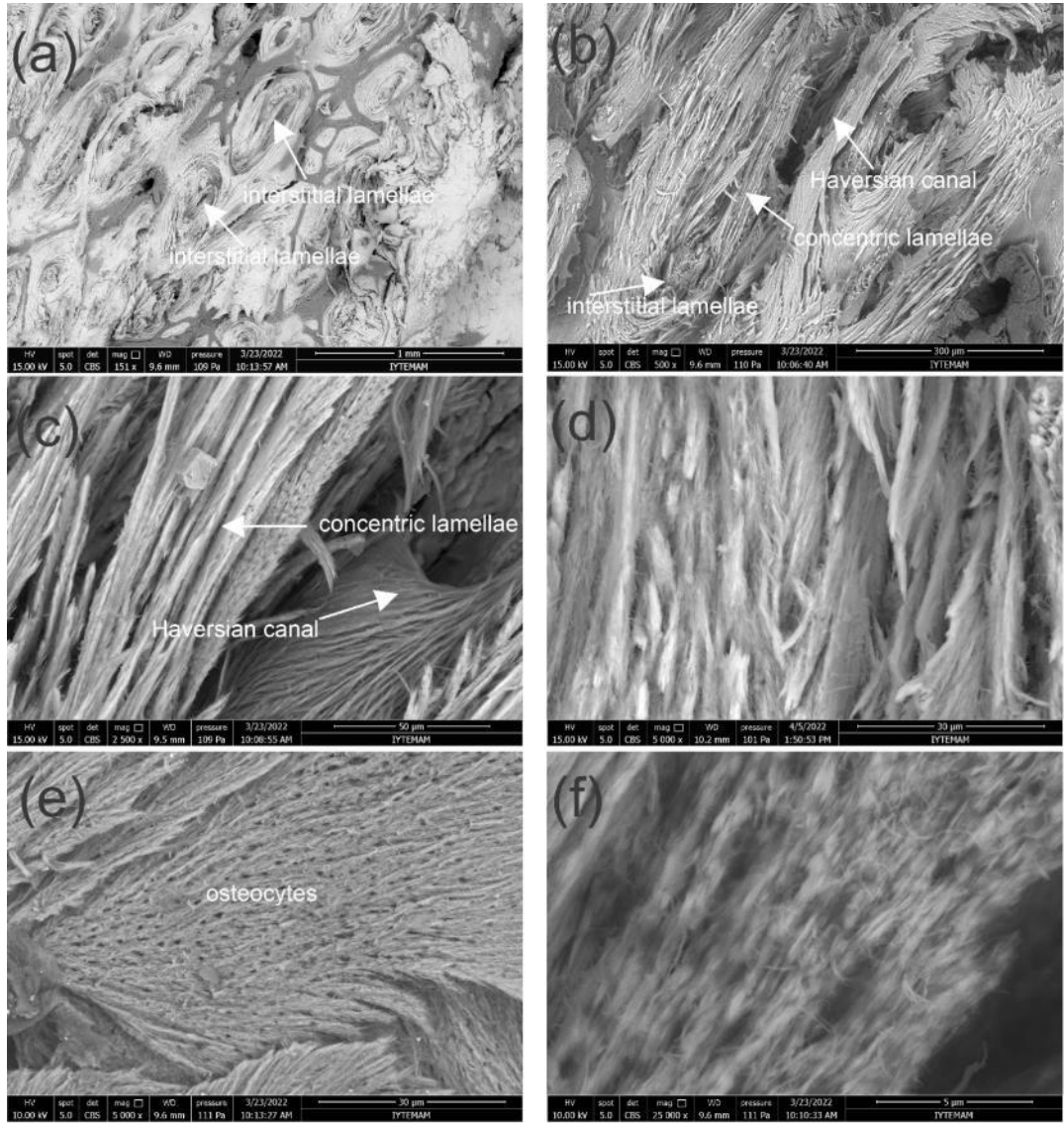
görülmektedir. Her iki yüklemde de Haversian kanalları global hasarda büyük rol oynamaktadır (Şekil 5.12a'da aynı Haversian kanalının iki yarısını, yani bir osteonun iki yarısını temsil eden siyah ok'a bakınız). Daha önce tartışıldığı gibi, osteon lamelleri inorganik matriste katmanlara ayrılır (çoğunlukla boyutları birkaç nanometre olan hidroksiapatit kristalleridir). Hem Haversian hem de Volkmann kanallarının kırılma yüzeyleri üzerindeki görünümü, bu kanalların kuru durumda boşluklar gibi davrandığı ve enine çekme mukavemetini düşürdüğü sonucu hakimdir.



Şekil 5.12: Yarı-statik Brazilian test numunelerinin a) enine ve b) uzunlamasına yönde kırılma yüzeylerini gösteren SEM mikrografları.

Bir yarı-statik enine yönde Brazilian test numunesinin (1 nolu bölgeden alınan numune) kırılma yüzeyinin SEM mikrografları, Şekil 5.13a - f'de gösterilmektedir. Haversian kanallarının etrafındaki delamine/ayrılmış eşmerkezli lameller ve eşmerkezli lameller arasındaki ayrılmış/kırılmış interstisyel lameller Şekil 5.13a ve b'de açıkça görülmektedir. Ayrılma bir lamel içinde gerçekleşirken lameller arasında delaminasyon meydana gelmiştir. Eşmerkezli lamel bölgesinin yakından incelenmesi, Şekil 5.13c hem delamine hem de ayrılmış eş-merkezli katmanları açıkça gösterir. Ayrılmış eş-merkezli lamel, Şekil 5.13d'de gösterildiği gibi kolajen liflerinden (birkaç mikrometre) ve fibrillerden (birkaç nanometre) oluşur. Şekil 5.13e'de gösterilen delamine bir lamel yüzeyinde osteositler açıkça görülmektedir. Osteositler eş-merkezli lameller arasında bulunur. Daha yüksek bir yakınlaştırmada, kolajen fibrillerinin oryantasyonu Şekil 5.13f'de görülmektedir. Enine yönde, eş-merkezli lamel bölgesindeki hasar modu, her lamelde kolajen liflerinin ayrılması ve lamellerin

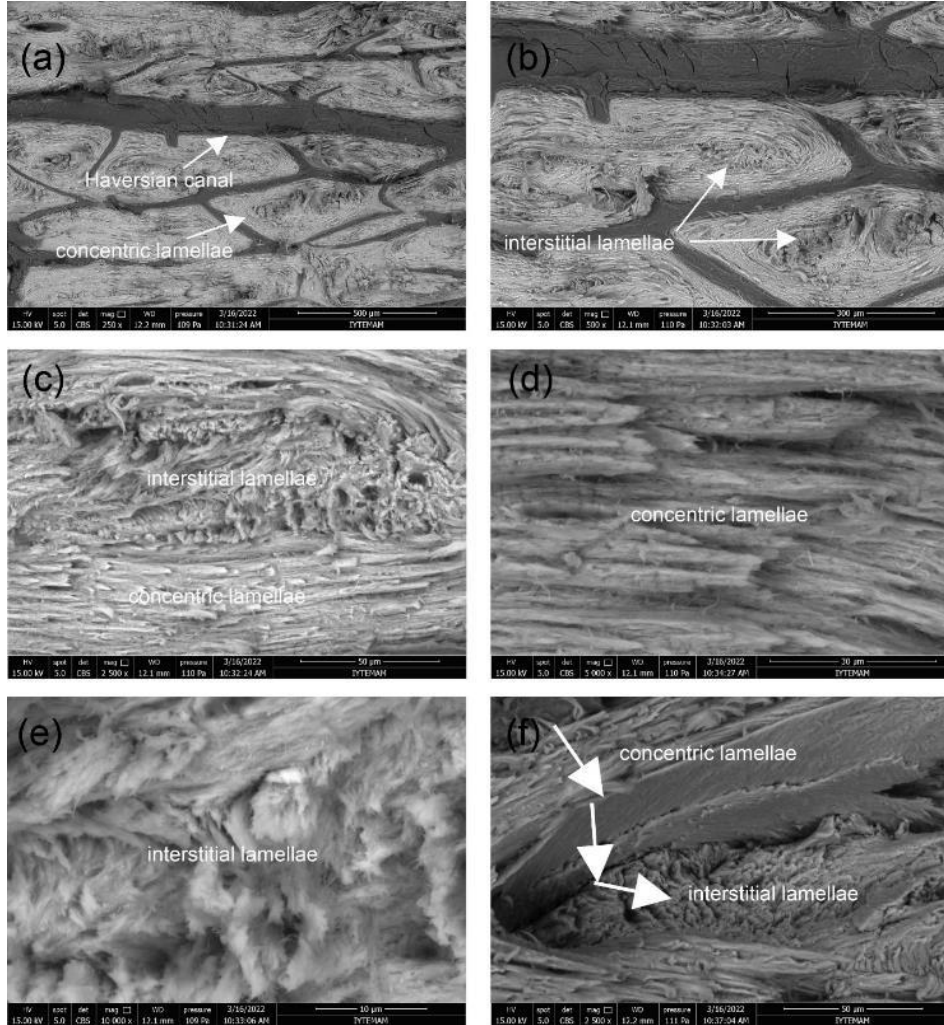
delaminasyonudur. İnterstisyel lamel bölgesindeki hasar modu, aşağıda detaylandırıldığı gibi kolajen liflerinin çekilmesi ve ayrılması (kırılması) ile açıklanır.



Şekil 5.13: Yarı-statik enine yönde bir numunenin kırılma yüzeylerini gösteren SEM mikrografları a) eşmerkezli ve interstisyel lamellerin daha küçük, b) daha yüksek yakınlaştırmada, c) eşmerkezli lameller ve Haversian kanalı, d) c'de eşmerkezli lameller ve lifler e) osteositleri gösteren delamine eşmerkezli lameller ve f) e'de gösterilen eşmerkezli lamellerin yakınlaştırmış görüntüsü

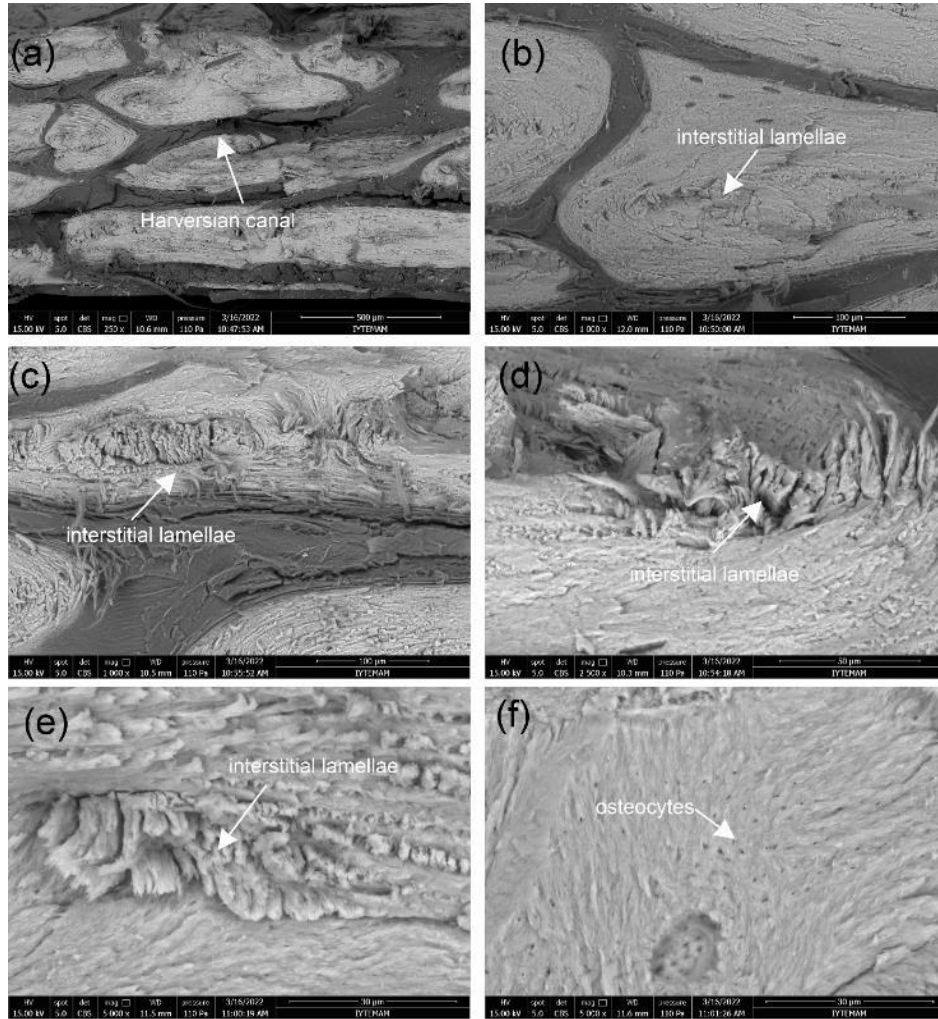
Yarı-statik bir uzunlamasına yöndeki Brazilian test numunesinin (2 nolu bölgeden alınan numune) kırılma yüzeyinin SEM mikrografları Şekil 5.14a - f'de gösterilmiştir. Haversian kanallarının etrafındaki delamine/ayrılmış eş-merkezli lameller ve eş-merkezli lameller arasındaki ayrılmış/kırılmış interstisyel lameller Şekil 5.14a ve b'de görülmektedir. Eş-merkezli ve interstisyel lamel bölgeleri arasındaki bölge, eş-merkezli lamel bölgesindeki kolajen liflerinin dolaylı çekme gerilimine normal

görüldüğü (Şekil 5.14d), Şekil 5.14c'de daha belirgindir. İnterstisyel lamel bölgesi dolaylı çekme gerilmesine paralel olarak görülmektedir (Şekil 5.14e). İnterstisyel lamel bölgesindeki kolajen lifleri, dolaylı çekme gerilimi yönünde çekilir. Bu iki farklı kolajen lifinin yönelimi, iki bölge arasında kırılma yüzeyinde çatlak ilerlemesinin yön değiştirmesine yol açar. Şekil 5.14f, eş-merkezli ve interstisyel lamel bölgeleri arasındaki kırılma yüzeyinden bir bölgeyi göstermektedir. Aynı şekildeki oklar bu iki bölge arasındaki çatlak ilerlemesinin değişimini göstermektedir.



Şekil 5.14: Yarı-statik uzunlamasına bir numunenin kırılma yüzeylerini gösteren SEM mikrografları a) eş merkezli ve interstisyel lamelleri (a) daha küçük ve (b) orta ve (c) daha büyük yakınlaştırmada, (d) (c)'de kolajen liflerini gösteren yakınlaştırmış eş-merkezli lamelleri ve fibriller, (e) (c)'de hasara uğramış lif ve fibrilleri gösteren yakınlaştırmış interstisyel lamel, (f) eş-merkezli ve interstisyel lamel bölgeleri arasındaki hasar mekanizmasının değişimini gösteren eş-merkezli ve interstisyel lameller arasındaki bir kırılma bölgesi

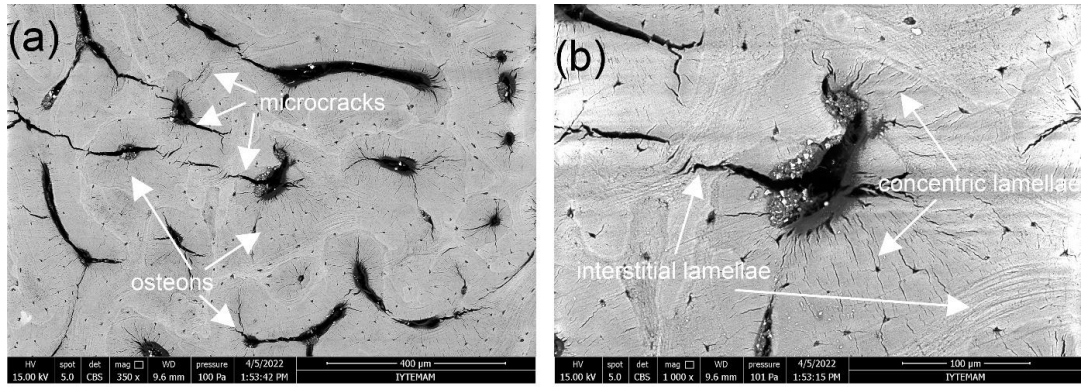
Şekil 5.15(a - f), uzunlamasına yönde dinamik olarak yüklenmiş bir numunenin kırılma yüzeyini göstermektedir (2 nolu bölgeden alınan numune). Şekil 5.15(a - e)'de görüldüğü gibi, osteonların uzunlamasına yönü boyunca uzanan Haversian kanalları boşluklar oluştururken, mineralize bölge kırılma yüzeyine dik yönde çekmeye maruz kalır. Bu delaminasyon, bütün bir osteonu oluşturan iki eş-merkezli lamelin ara yüzeyinde açıkça görülmektedir (Şekil 5.15a). Öte yandan Şekil 5.15b'de eş-merkezli osteonların birbirine tutunduğu mineralize bölgede, çekme gerilmeleri nedeniyle osteon tamamen ayrılmış görünmektedir. Şekil 5.15(c - e)'de osteonlara dik gelişen CLF'lerin ve birbirinden ayrılan eş-merkezli lamelli liflerin parçalandığı görülmektedir. CLF'lerin mekanik dayanıma katkısının yapıdaki sayı yoğunluklarına bağlı olduğu aşikardır. Şekil 5.15(f), osteositlerin konumlandığı boşlukları göstermektedir.



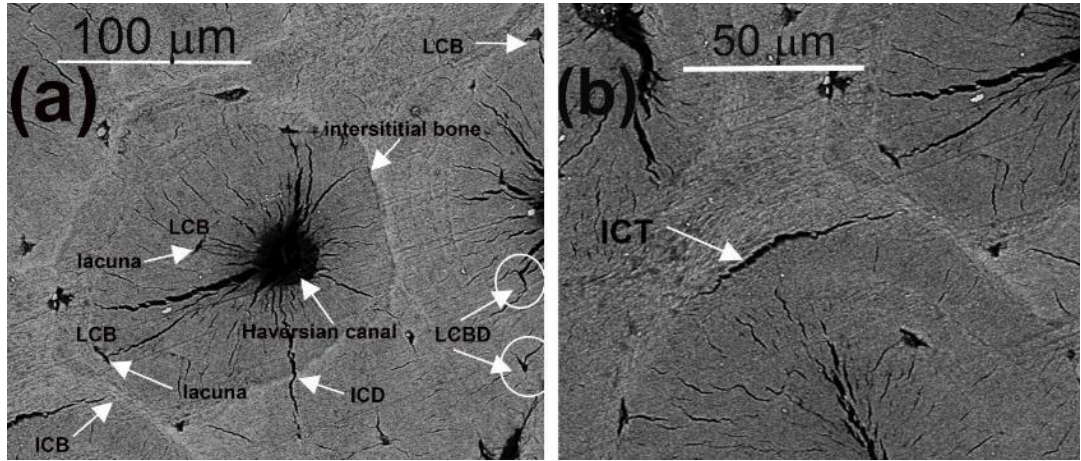
Şekil 5.15: Dinamik bir uzunlamasına yöndeki numunenin eş-merkezli ve interstisyel lamellerin kırılma yüzeylerini gösteren SEM mikrografları (a) daha düşük ve (b) orta ve (c) daha yüksek yakınlaştırmada, (d) ve (e) yakınlaştırmış interstisyel lamel bölgesi ve (f) delamine eş-merkezli osteositleri gösteren lameller

Şekil 5.16a - b, osteon büyüme eksenine normal bir yönde dolaylı çekme test numunesinin (2 nolu bölgeden alınan numune) parlatılmış enine kesitinin SEM mikrograflarını göstermektedir. Çekme gerilmesi, Brazilian test ile osteon büyüme eksenini boyunca dolaylı olarak oluşturulmuş olup, SEM görüntüleri osteonlara normal yönde çekilmiştir. Şekil 5.16a'da, her bir osteondaki oklarla işaretlendiği gibi, mikro çatlaklar görülmektedir ki bu çatlakların başlangıçta mikro çatlama yoluyla eş-merkezli lamel bölgesinde başlatıldığı sonucuna varılabilir. Her bir osteonun yakından incelenmesi, çoklu radyal küçük ve büyük boyutlu çatlakların oluşumunu ortaya çıkarır (Şekil 5.17a ve b). Bu çatlakların çoğu, Şekil 5.17a - b'de gösterildiği gibi farklı mekanizmalar tarafından engellenir veya yönleri değiştirilir. Bu mekanizmalar; çatlak köprülenmesi, (a) lakuna çatlak köprülenmesi (LCB) ve (b) lakuna (eş-merkezli ve interstisyel lamel arasında) çatlak köprülenmesi ve sapması (LCBD), arayüz çatlak sapması (ICD) ve arayüz çatlak burulmasıdır (ICT). Çatlak ilerlemesi, interstisyel lamel bölgesinde köprülenmiştir ve ayrıca burulma meydana gelmiştir (arayüzde 90°). Eş-merkezli lamel bölgesinde oluşan mikro çatlaklar aslında Şekil 5.18a - d'de görüldüğü gibi kolajen liflerinin/lamel katmanlarının ayrılmasıdır. Bu nedenle, uzunlamasına yönde çekme yüklemesi altındaki ana deformasyon mekanizmaları, Şekil 5.16a ve b'de gösterildiği gibi, eş-merkezli lamellerin mikro kırılmasıdır ve bu, interstisyel lamel bölgesinde geniş bir çatlığa yol açmaktadır. Çatlakların yayılması, interstisyel lamel bölgesinde daha da artmaktadır ve hatta Şekil 5.16b'de gösterildiği gibi bu bölgede mikro-çatlaklar meydana gelmektedir. Geyik boynuzunun uzunlamasına yönünde tespit edilen en yüksek tokluk, düzlem içi çatlak sapması ve düzlem dışı çatlak burulması gibi mikro ölçekli toklaştırma mekanizmaları nedeniyle bazı çalışmalarda rapor edilmiştir (Koester ve diğ. 2008; Krauss ve diğ. 2009; Gupta ve diğ. 2013). Burada, kanaliküllerin, lakunalar arasındaki mikroskobik kanalların, osteon büyüme ekseninde boynuzun gözlenen visko-plastik davranışı etkilediği ve mikro-çatlaklara sebep olduğu öne sürülmüştür. Aktif osteoblastlar, kemik matrisinin çevresinde bulunur ve Tip I kolajen proteoglikanları ve matriselüler glikoproteinleri salgılar. Osteoblast aktivitesi tamamlandığında, her osteoblast matris tarafından tutulur ve lakuna tarafından barındırılan osteositler olarak salgılanır ve farklılaşır. Osteoblasttan osteosite dönüşümü sırasında lakuna içindeki hücre, mineralize matris ile çevrili kanaliküli adı verilen uzun bir dendritik form alır. Kanaliküli içindeki sıvı kaynaklı kayma gerilmeleri ve perilakunar matris yoluyla mekanik gerilme, osteosit süreçlerini ortaya çıkaran iki teoridir (Prendergast ve Huiskes 1996; Walker ve diğ.

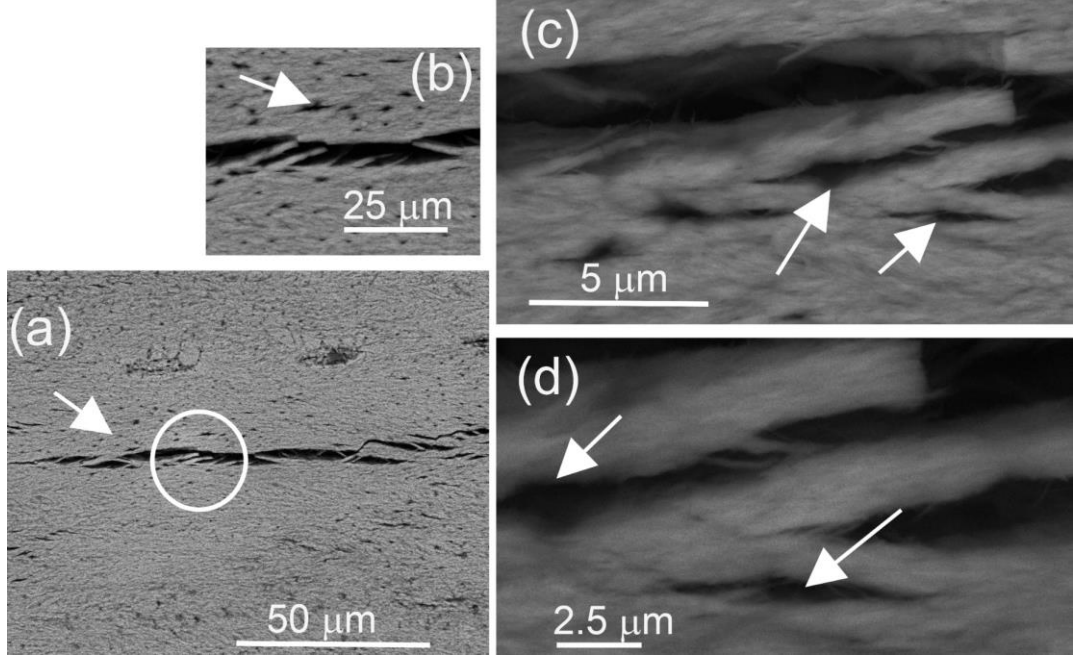
2000; Nicolella ve diğ. 2006; Robling ve Bonewald 2020). Ayrıca, aktin ağının geometrisi ve mekanik davranışı, osteositlerin etrafındaki perisellüler boşluk tarafından oluşturulan gerilmelere direnmekten sorumlu gibi görünmektedir (You ve diğ. 2004). Mevcut çalışma kapsamında, mikro-çatlakların lakunalar ve eşlik eden dendritik kanallar tarafından burulması ve sınırlandırılmasının arkasında yatan potansiyel mekanizmanın, büyük olasılıkla yüksek gerinim oranlarına yanıt olarak perilakunar kemik matrisi ve aktin filamentleri olduğu kanaatine varılabilir (Norstrom ve Gardel 2011).



Şekil 5.16: (a-b) Osteon büyüme yönüne normal bir yönde (kırık değil) bir dolaylı basma testi uzunlamasına numunesinin parlatılmış enine kesitinin SEM mikrografları

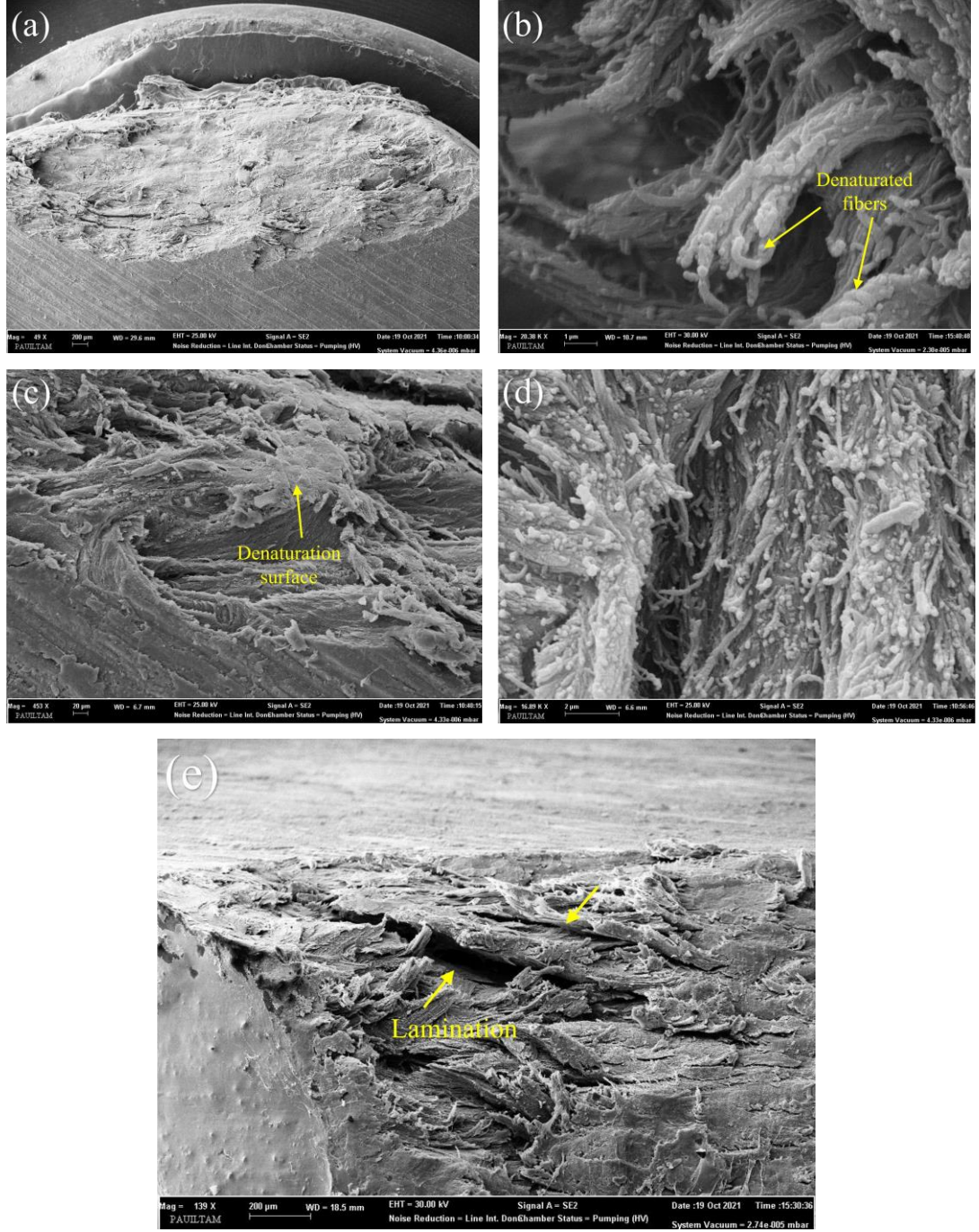


Şekil 5.17: (a-b) Osteon büyüme yönüne normal bir yönde (kırık değil) bir dolaylı basma testi uzunlamasına numunesinin parlatılmış enine kesitinin SEM mikrografları (a) LCB: lakuna çatlak köprüleme, LCB: lakuna çatlak köprüleme ve sapma ve ICD: arayüz çatlak sapması ve ICB: arayüz çatlak köprüleme ve (b) ICT: arayüz çatlak burulması



Şekil 5.18: (a-d) Osteon büyüme yönüne normal bir doğrultuda (kırık değil) bir dolaylı basma testi uzunlamasına numunesinin parlatılmış enine kesitinin SEM mikrografları, lakunalar (osteositler) boyunca eşmerkezli lamellerin delaminasyonunu gösterir

Şekil 5.19a, dinamik olarak ezilmiş bir numunenin kısmi laminasyonunu gösterir. Yükleme yönüne dik birkaç laminasyon ara yüzünün oluşumu (Şekil 5.19a - e) hasarlı yüzeyde kolaylıkla gözlenebilir. Gözenekli numunenin yüksek basınçlara yol açan mekanik yükler nedeniyle homojen olmayan bir şekilde ısıtıldığı açıktır. Bu nedenle, çok küçük zaman artışlarında büyük basınç değişimlerinin çıktığı mikroskobik bölgelerde şiddetle sıcaklık artışı olacaktır. Kolajen fibrillerinin ısıtılması/ basınçlanmasının bir sonucu olarak denatürasyon, yapının mekanik dayanımını önemli ölçüde azaltan ve yapısal bütünlüğünü bozan bir olaydır (Wang ve diğ. 2002; Marques ve diğ. 2003; Potekhin ve diğ. 2009; Suwa ve diğ. 2016; Lambri ve diğ. 2018). 80° - 190°C sıcaklık aralığında ve 320 MPa civarında bir basınçta, kısmi veya tam denatürasyon, kolajen partikülleri arasındaki yapışmayı zayıflatır ve dokunun kolajen yapısını destabilize eder.



Şekil 5.19: Enine yönde dinamik yüklemeye tabi tutulan global olarak ezilmiş bir numunenin görünümü (a) tüm numune (b) 1 mikrometrede bir denatüre kolajen lifler (c) bir denatüre yüzey (d) Bir ana osteonun yüzeyinde uzanan denatüre kolajen lifleri (e) laminasyonun meydana geldiği bölgeler.

Sonuç olarak bu bölümde, doğal olarak düşmüş bir kızıl geyik boynuzunun enine çekme mukavemeti osteon büyüme eksenine göre üç farklı yönde disk şeklinde kuru numuneler kullanılarak dolaylı Brazilian testleri ile belirlenmiş ve enine çekme mukavemeti üzerindeki gerinim hızı etkisinin analizi için sıkıştırma SHPB'de yüksek gerinim hızlarında testler yapılmıştır. Ortalama enine ve uzunlamasına mukavemet

değerleri arasında bir karşılaştırma için osteon büyüme yönü boyunca yarı statik çekme testleri de yapılmıştır. Her yönde yarı statik enine çekme mukavemeti 31.5 – 44.5 MPa arasında değişmiştir. Enine çekme kuvveti, dinamik Brazilian testlerinde ortalama 83 MPa'a yükselmiş ve test edilen boynuzun deformasyon hızına duyarlı bir enine çekme mukavemetinin olduğunu kanıtlamıştır. Osteon büyüme eksenindeki gerilme mukavemeti daha yüksek (192 MPa) bulunmuştur. Weibull analizi enine eksene kıyasla osteon büyüme ekseninde daha yüksek bir çekme sünekliğine işaret etmiştir. Osteon büyüme eksenini boyunca oluşan bir çekme gerilmesinin olduğu Brazilian test numuneleri üzerinde mikroskobik bir analiz, eş-merkezli lameller bölgesindeki boşluklarda ve eş-merkezli lameller ile interstisyel lameller arasındaki ara yüzde çatlak sapması/burulması ile çalışan bir mikro-çatlama mekanizmasını ortaya çıkarmıştır. Öte yandan, numuneler, eş-merkezli lamellerin ayrılması/delaminasyonu ve interstisyel lamellerin çekilmesi ile enine doğrultuda daha gevrek bir şekilde kırılmıştır. Yüksek gerinim hızı testlerinde tespit edilmiş, artan enine mukavemet, interstisyel lamellerde visko-plastik kolajen lifinin çekilmesine ve kırılmasına bağlanmıştır. Bu, dinamik olarak test edilen numunenin kırılma yüzeyinin mikroskop altında daha kırılğan görünümünün gözlemlenmesiyle de doğrulanmıştır.

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışması kapsamında Denizli/ Çivril Akdağ mevkiinden temin edilen doğal yollarla düşmüş kızıl geyik cinsine ait geyik boynuzlarının mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla statik üç noktalı eğme, çekme ve basma (Brazilian) testleri, dinamik basma testleri gerçekleştirilmiştir. Bu bağlamda yapılan deneyler neticesinde elde edilen bulgular aşağıda belirtilmiştir;

- Üç noktalı eğme testleri için altı, beş ve iki çatalı geyik boynuzları kullanılmış olup çeşitli bölgelerinden çentikli test numuneleri hazırlanmıştır. Altı çatalı boynuzların, beş ve iki çatalı boynuzlardan daha yüksek mukavemet ve kırılma tokluğuna sahip olduğu belirlenmiş olup eğilme dayanımları 150 – 190 MPa arasında değişmektedir. Altı çatalı boynuzlar, sırasıyla beş ve iki çatalı boynuzlara göre %9.5 ve %11.5 daha yüksek eğilme mukavemetine sahiptir. Aynı zamanda boynuzların B bölgesi A bölgesine kıyasla %2 oranında daha yüksek bir mukavemete sahiptir. Bunun temel sebebi boynuzların yaşı ve numune alınan bölgelerin boynuz üzerindeki konumlarıdır. Ayrıca geyik boynuzunun kırılma tokluğunun $8.5 - 9.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ve eğilme modülünün ise 5 - 6 GPa arasında değiştiği gözlenmiştir.
- Çalışma kapsamında osteonları birbirlerine bağlayan CLF bağlantıları gözlenmiş ve en yüksek mekanik dayanıma sahip altı çatalı geyik boynuz numunelerinde ortalama CLF kalınlığı 2.05 - 2.33 μm civarında iken beş ve iki çatalı boynuz numunelerinde sırasıyla 1.04 - 1.36 μm ve 0.69 - 1.37 μm olarak ölçülmüştür. Bu nedenle daha küçük kalınlıklara sahip numuneler daha düşük mekanik dayanım göstermiştir.
- EDS analizleri neticesinde hasara uğrayan bir CLF üzerinde beş farklı bölgeden (lif kökünden kopma bölgesine kadar) mineral analizi yapıldığında, CLF kökünde ağırlıkça %4.42 Pb, %0.11 Cd ve %4.42 Hg gibi toksik elementler bulunmasının yanında, CLF kopma bölgesinde bu oranlar artış göstererek %10.85 Pb, %0.18 Cd ve %11.91 Hg olarak ölçülmüştür. Dolayısıyla bu elementlerin dış ortamdan beslenme yoluyla yapı içerisine girdiği ve kırılma tokluğunu arttırdığı düşünüldüğünde hasar bölgelerinde bu denli yüksek oranlarda bulunmasının kırılmayı tetiklediği düşünülmektedir.

- Statik çekme testlerinde ise beş ve yedi çatalı geyik boynuzları kullanılmış olup yassı plaka şeklinde test numuneleri hazırlanmıştır. Statik çekme testi neticesinde, beş çatalı geyik boynuzlarında ortalama çekme gerilmesi, gerinim, akma gerilmesi, elastik modül ve absorbe edilen enerji sırasıyla 182.17 MPa, 0.024 mm/mm, 147.48 MPa, 17.40 GPa ve 3248 kJ/m³ iken yedi çatalı boynuzlarda 199.50 MPa, 0.034 mm/mm, 135.92 MPa, 19.23 GPa ve 5127 kJ/m³ olarak belirlenmiştir. Yedi çatalı geyik boynuzu, beş çatalı boynuzlara göre %9.5 oranında daha yüksek çekme dayanımı göstermiştir. Aynı zamanda elastik modül ise %10.5 oranında daha yüksektir. Belirtilen farkların boynuzun mineral ve fibril hacimsel oranlarından doğrudan etkilendiğinin bir kanıtı olarak düşünülebilir.
- Bu çalışmada statik çekme testleri bulgularına dayanarak aynı zamanda analitik bir model ile doğrulama yapılmıştır. Bu analitik model, geyik boynuzunun kompakt bölgesini iki farklı ölçekte ele almaktadır. Birinci ölçek doku içerisindeki fibril/interfibriler matriks yapısını, ikinci ölçek ise fibril içerisindeki kolajen/mineral yapısını ve mikroskobik parametreleri içermektedir. Bu parametreler kullanılarak analitik yöntem, deneysel veriler ile doğrulanmıştır. Bu bağlamda, mevcut bir model geliştirilerek yapı içerisindeki bileşenlerin mekanik dayanıma olan etkileri kapsamlı bir şekilde incelenmiştir.
- Kemik ve boynuz yapılarında bir diğer önemli husus ise anizotropidir. Bu nedenle, bu tez çalışmasında yöne bağımlı olarak mekanik özelliklerin tayin edilmesi için Brazilian testi uygulanmıştır. Yarı statik deformasyon hızlarında (0.05 mm/s yükleme hızında) disk şeklindeki test numuneleri boynuzun büyüme eksenine göre uzunlamasına, enine ve radyal yönlerde test edilmiştir. Test neticesinde çekme mukavemeti, enine ve uzunlamasına yönler için hemen hemen aynı olup sırasıyla ortalama 44.5 MPa ve 43.8 MPa'dır, ancak çekme mukavemeti radyal yönde nispeten daha düşüktür (31.5 MPa).
- Dinamik koşullar altında ise Brazilian metodu Split Hopkinson Basınç Çubuğu test düzeneğinde 5.1 m/s hızında test edilmiş olup uzunlamasına ve enine yönlerde yüksek hız testleri gerçekleştirilmiştir. Enine yönde global ezilme meydana gelmiş fakat Brazilian metoduna uygun bir kırılma gerçekleşmemiştir. Uzunlamasına yönde yapılan testlerde ise yükleme eksenine paralel bir çatlak oluşumu gözlenmiş ve ortalama maksimum gerilme

83.2 MPa olarak belirlenmiştir. Başka bir ifadeyle yarı statik duruma göre (43.8 MPa) yaklaşık iki katı kadar yüksek dayanım gözlenmiştir.

- Brazilian test sonuçlarına dayanarak Weibull dağılımı için bir olasılık fonksiyonu kullanılmıştır. Burada uzunlamasına ve enine yönler için Weibull modülü (m değeri) sırasıyla 12.3 ve 7.6 olarak belirlenmiştir. Böylece enine yöndeki numunelerin uzunlamasına yöndeki numunelere oranla daha gevrek olduğu tespit edilmiştir.
- Çalışma devamında ise hasar gören disk numunelerin SEM görüntüleri incelenmiş olup yapı içerisindeki osteon çaplarının 82 µm ile 175 µm arasında Haversian kanallarının boyutlarının ise 65 - 75 µm arasında değişkenlik gösterdiği belirlenmiştir. Osteon çevresinin ise onlarca mikron kalınlığında bir dolgu hattı ile çevrili olduğu (lamel veya interstisyel kemik) ve osteonlar ile Haversian kanal boyutlarının yaş ve türe göre değiştiği belirtilmiştir. Aynı zamanda uygulanan yük neticesinde Haversian kanallarının çevresinde birçok mikro çatlak oluşmuş ve bu çatlakların lakuna bölgesinde yön değiştirerek çatlak köprülemesine neden olduğu gözlenmiştir.
- Dinamik testlerde, global olarak ezilmiş bir numune (enine yön) incelenmiş olup çok küçük zaman aralığında yüksek basınç değişiminden kaynaklı olarak sıcaklık artışı olmuştur. Böylece kolajen fibrillerin ısınması/ basınçlanmasının sonucunda denatürasyon meydana gelmiştir. Kolajen partikülleri arasındaki yapışmanın zayıflaması dokunun stabilitesini kaybetmesine yol açmaktadır.

Bu tez çalışmasının sonucunda elde edilen bulgular ve deneyimlere dayanarak üstün mekanik özelliklere sahip geyik boynuzları için gelecek çalışmalara yönelik öneriler aşağıda sunulmuştur;

1. Geyik boynuzunun kompakt bölgesinin kemikler ile benzer bir yapıya sahip olmasından dolayı, implant ve tedavi edici olarak kullanılabilirliği üzerine çalışmalar yapılabilir.
2. Geyiklerin çatışma sırasında boynuzlarının uygulanan darbe kuvvetlerine karşı yüksek dayanım göstermesi sebebiyle taklit yapılar oluşturularak, giyilebilir zırh malzemelerinde uygulanabilirliği düşünülebilir.
3. Yapı içerisindeki mineralize dolgu katmanları ve lifler dekalsifikasyon yöntemi ile çeşitli kimyasal ve çözücüler kullanılarak ayrıştırılabilir.

Ayrıştırılan lifler farklı bir matris yapısının içerisine yerleştirilerek yeni nesil doğal kompozit malzeme olarak kullanılabilir.

4. Geyik boynuzunun kompakt bölgesinin mekanik dayanımlarının belirlenmesi hususunda deneysel çalışmaları destekler nitelikte bünye denklemleri kullanılarak visko-elastik model oluşturulabilir. Bu sayede yapı içerisindeki bileşenlerin her birinin yapının mekanik dayanımına olan etkisinin yanında çatlak başlangıcı ve mikro çatlakların oluşumu ve ilerlemesi hakkında daha detaylı araştırmalar yapılabilir.

7. KAYNAKLAR

Adharapurapu, R. R., Jiang, F., Vecchio, K. S., “Dynamic fracture of bovine bone”, *Materials Science and Engineering: C*, 26 (8), 1325-1332, (2006).

Aiyangar, A. K., Vivanco, J., Au, A. G., Anderson, P. A., Smith, E. L., Ploeg, H. L., “Dependence of anisotropy of human lumbar vertebral trabecular bone on quantitative computed tomography-based apparent density”, *J. Biomech. Eng.*, 136 (9), 091003, (2014).

Akazawa, T., “ New test method for evaluating internal stress due to compression of concrete: the splitting tension test”, *J. Jpn. Soc. Civil Eng.*, 29, 777–787, (1943).

Akiva, U., Wagner, H. D., & Weiner, S. “Modelling the three-dimensional elastic constants of parallel-fibred and lamellar bone”, *Journal of Materials Science*, 33 (6), 1497-1509, (1998).

Alfven, T., Elinder, C. G., Hellstrom, L., Lagarde, F., Jarup, L., “Cadmium exposure and distal forearm fractures”, *J. Bone Miner Res.*, 19 (6), 900-905, (2004).

Alizadeh, E., Dehestani, M., & Zysset, P. “An efficient two-scale 3D FE model of the bone fibril array: comparison of anisotropic elastic properties with analytical methods and micro-sample testing”, *Biomechanics and Modeling in Mechanobiology*, 19 (6), 2127-2147, (2020).

ASTM Standard E-399, “Standard test method for linear-elastic plane-strain fracture toughness K_{Ic} of metallic materials”. West Conshohocken. PA: American Society for Testing and Materials, (2006).

ASTM D 3967-95a, Standard test method for splitting tensile strength of intact rock core specimens, American Society for Testing and Materials, (2001).

Banhart, J., Baumeister, J., Weber, M., “Metal foams near commercialization”, *Met. Powder Rep.*, 4, 38–41, (1997).

Bayraktar, H. H., Morgan, E. F., Niebur, G. L., Morris, G. E., Wong, E. K., Keaveny, T. M., “Comparison of the elastic and yield properties of human femoral trabecular and cortical bone tissue”, *Journal of Biomechanics*, 37 (1), 27–35, (2004).

Bekker, A., Cloete, T.J., Chinsamy-Turan, A., Nurick, G.N., Kok, S., “Constant strain rate compression of bovine cortical bone on the Split-Hopkinson Pressure Bar”, *Mater. Sci. Eng. C Mater. Biol. Appl.*, 46, 443-449, (2015).

Bernard, A., “Cadmium & its adverse effects on human health”, *Indian Journal of Medicine Research*.128 (4), 557–564, (2008).

Bidanset, D. J., Guidry, C., Rosenberg, L. C., Choi, H. U., Timpl, R., Hook, M., “Binding of the proteoglycan decorin to collagen type VI”, *Journal of Biological Chemistry*, 267 (8), 5250-5256, (1992).

Blob, R. W., Snelgrove, J. M., “Antler stiffness in moose (*Alces alces*): correlated evolution of bone function and material properties?”, *Journal of Morphology*, 267 (9), 1075-1086, (2006).

Bonfield, W., Clark, E. A., “Elastic deformation of compact bone”, *J. Mater. Sci.*, 8, 1590–1594, (1973).

Bonfield, W., & Li, C. H. “Anisotropy of nonelastic flow in bone”, *Journal of Applied Physics*, 38 (6), 2450-2455, (1967).

Bruno, L. D. G., “Desenvolvimento ósseo em frangos de corte: Influência da restrição alimentar e da temperatura ambiente”, Tese de Doutorado Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, (2002).

Buddhachat, K., Klinhom, S., Siengdee, P., Brown, J. L., Nomsiri, R., Kaewmong, P., Nganvongpanit, K., “Elemental Analysis of Bone, Teeth, Horn and Antler in Different Animal Species Using Non-Invasive Handheld X-Ray Fluorescence”, *PLOS ONE*, 11 (5), e0155458, (2016).

Cappelli, J., Atzori, A. S., Ceacero, F., Landete-Castillejos, T., Cannas, A., Gallego, L., García, A. J., “Morphology, chemical composition, mechanical properties and structure in antler of Sardinian red deer (*Cervus elaphus corsicanus*)”, *Hystrix. It. J. Mamm.*, 28 (1), 110–112, (2017).

Carneiro, F. L. L. B., “A new method to determine the tensile strength of concrete”, *Proceedings of the 5th meeting of the Brazilian Association for Technical Rules 1943*, 126-129, (1943).

Chapman, D. I., “Antlers - bones of contention”, *Mammal Rev.*, 5, 121-172, (1975).

Chen, P. Y., Lin, A. Y. M., Lin, Y. S., Seki, Y., Stokes, A. G., Peyras, J., McKittrick, J., “Structure and mechanical properties of selected biological materials”, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 1 (3), 208-226, (2008^a).

Chen, P. Y., Lin, A. Y. M., McKittrick, J., Meyers, M. A., “Structure and mechanical properties of crab exoskeletons”, *Acta Biomaterialia*, 4 (3), 587–596, (2008^b).

Chen, P. Y., Stokes, A. G., McKittrick, J., “Comparison of the structure and mechanical properties of bovine femur bone and antler of the North American elk (*Cervus elaphus canadensis*)”, *Acta Biomaterialia*, 5 (2), 693–706, (2009).

Chen, P. Y., McKittrick, J., Meyers, M. A., “Biological materials: Functional adaptations and bioinspired designs”, *Progress in Materials Science*, 57, 1492 – 1704, (2012).

Chen, X., Zhu, G., Jin, T., Lei, L., Liang, Y., “Bone mineral density is related with previous renal dysfunction caused by cadmium exposure”, *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 32 (1), 46–53, (2011).

Choi, K., Kuhn, J. L., Ciarelli, M. J., Goldstein, S. A., “The elastic moduli of human subchondral trabecular, and cortical bone tissue and the size-dependency of cortical bone modulus”, *J Biomech.*, 23, 1103–1113, (1990).

Clutton-Brock, T. H., Albon, S. D., Gibson, R. M., Guinness, F. E., “The logical stag: adaptive aspects of fighting in red deer (*Cervus elaphus* L.)”, *Anim. Behav.*, 27, 211-215, (1979).

Clutton-Brock, T. H., “The functions of antlers”, *Behaviour*, 79, 108-125, (1982).

Clutton-Brock, T. H., “Reproductive Success in Red Deer”, *Scientific American*, 252 (2), 86–93, (1985).

Courtney, M., Courtney, A., “Sheep Collisions: The Good, the Bad, and the TBI”, (eds. D. Halliday, R. Resnick and J. Walker), *Fundamentals of physics*, 201-210. (2007).

Crigel, M. H., Balligand, M., Heinen, E., “Deer antler: scientific review”, *Ann. Med. Vet.*, 145, 25–38, (2001).

Cui, F. Z., Wen, H. B., Zhang, H. B., Ma, C. L., Li, H. D., “Nanophase hydroxyapatite-like crystallites in natural ivory”, *J. Mater. Sci. Lett.*, 13, 1042-1044, (1994).

Currey, J. D., “The effect of strain rate. reconstruction and mineral content on some mechanical properties of bovine bone”, *J. Biomechanics*, 8, 81-86, (1975).

Currey, J. D., “Mechanical properties of bone tissues with greatly differing functions”, *J. Biomech.*, 12, 313–319, (1979).

Currey, J. D., “Comparative mechanical properties and histology of bone”, *Am. Zool.*, 24, 5–12, (1984).

Currey, J. D., “Strain rate and mineral content in fracture models of bone”, *Journal of Orthopaedic Research*, 6 (1), 32-38, (1988).

Currey, J. D., Foremen, J., Laketic, I., “Effects of Ionizing Radiation on the Mechanical Properties of Human Bone”, *Journal of Orthop. Res.*, 15, 11-21, (1997).

Currey, J. D. (Eds.), *Bones: structure and mechanics*, Princeton. NJ: Princeton University Press, (2002).

Currey, J. D., Landete-Castillejos, T., Estevez, J., Ceacero, F., Olguin, A., Garcia, A., Gallego, L., “The mechanical properties of red deer antler bone when used in fighting”, *Journal of Experimental Biology*, 212 (24), 3985–3993, (2009).

Currey, J. D., & Shahar, R., “Cavities in the compact bone in tetrapods and fish and their effect on mechanical properties”, *Journal of Structural Biology*, 183 (2), 107-122, (2013).

Cusack, S., & Miller, A. “Determination of the elastic constants of collagen by Brillouin light scattering”, *Journal of molecular biology*, 135 (1), 39-51, (1979).

Davies, E. D. H., Hunter, S. C., “The dynamic compression testing of solids by the method of the split Hopkinson pressure bar”, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11 (3), 155-179, (1963).

Dendorfer, S., Maier, H. J., Taylor, D., Hammer, J., “Anisotropy of the fatigue behaviour of cancellous bone”, *J. Biomech.*, 41 (3), 636–641, (2008).

Dermience, M., Lognay, G., Mathieu, F., Goyens, P., “Effects of thirty elements on bone metabolism”, *J. Trace Elem. Med. Biol.*, 32, 86–106, (2015).

Dhari, R. S., Patel, N. P., Wang, H., Hazell, P. J., “Numerical investigation of Fibonacci series based bio-inspired laminates under impact loading”, *Composite Structures*, 255, 112985, (2021).

Dobrowolska, A., “Chemical composition of the red deer (*Cervus elaphus*) antlers, with a particular reference to the toxic metal contents”, *Zeitschrift Für Jagdwissenschaft*, 48 (1), 148–155, (2002).

Dunlop, J. W., Fratzl, P., “Biological composites”, *Annual Review of Materials Research*, 40, 1–24, (2010).

Ertas, A. H., Sindelar, B. J., & Cotton, J. R., “Creep simulation of a micro-CT based finite element model of porcine cancellous bone”, In Summer Bioengineering Conference, American Society of Mechanical Engineers Vol. 54587, 285-286, (2011).

Ertas, A. H., Winwood, K., Zioupos, P., & Cotton, J. R., “Simulation of creep in non-homogenous samples of human cortical bone”, *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, 15 (10), 1121-1128, (2012),.

Ertas, A. H., “Creep simulation and comparison of micro-CT-based FE model of porcine and human cancellous bone”, *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, 16 (S1), 340-341, (2013).

Evans, F. G., Bang, S., “Differences and the relationships between the physical properties and the microscopic structure of human femoral. tibial and fibular cortical bone”, *Am. J. Anat.*, 120, 79-88, (1967).

Evans, F. G., Vincentelli, R., “Relations of the compressive properties of human cortical bone to histological structure and calcification”, *J. Biomech.*, 7, 1-10, (1974).

Fang, Z., Chen, B., Lin, S., Ye, W., Xiao, H., Chen, X., “Investigation of inner mechanism of anisotropic mechanical property of antler bone”, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 88, 1-10, (2018).

Fantner, G. E., Birkedal, H., Kindt, J. H., Hassenkam, T., Weaver, J. C., Cutroni, J. A., & Hansma, P. K. “Influence of the degradation of the organic matrix on the microscopic fracture behavior of trabecular bone”, *Bone*, 35 (5), 1013-1022, (2004).

Feng, X., “Chemical and biochemical basis of cell-bone matrix interaction in health and disease”, *Current chemical biology*, 3 (2), 189-196, (2009).

Ferdous, S. F., Sakib, A. R. N., & Adnan, A. pH Dependent Interfacial Adhesion between Collagen and Hydroxyapatite in the Mineralized Collagen Fibril. (2011 October) Conference: Society for the Advancement of Material and Process Engineering (SAMPE Tech), (2011).

Ferreira, F., Vaz, M. A., Simoes, J. A., “Mechanical properties of bovine cortical bone at high strain rate”, *Materials characterization*, 57 (2), 71-79, (2006).

Ficai, A., Andronescu, E., Ghitulica, C., Voicu, G., Trandafir, V., Manzu, D., Pall, S., “Colagen/hydroxyapatite interactions in composite biomaterials”, *Materiale Plastice*, 46 (1), 11-15, (2009).

Field, R.A., “Ash and calcium as measures of bone in meat and bone mistures”, *Meat Science*, 55, 255-264, (1999).

Fisher, L. W., Termine, J. D., Dejter, S. W., Whitson, S. W., Yanagishita, M., Kimura, J. H., Hascall, V. C., Kleinman, H. K., Hassell, J. R., Nilsson, B., “Proteoglycans of developing bone”, *Journal of Biological Chemistry*, 258 (10), 6588-6594, (1983).

Franzen, A., Heinegård, D., “Characterization of proteoglycans from the calcified matrix of bovine bone”, *Biochemical journal*, 224 (1), 59-66, (1984).

Fratzl, P., & Weinkamer, R. “Nature’s hierarchical materials”, *Progress in materials Science*, 52 (8), 1263-1334, (2007).

Fritsch, A., & Hellmich, C. “Universal microstructural patterns in cortical and trabecular, extracellular and extravascular bone materials: micromechanics-based prediction of anisotropic elasticity”, *Journal of Theoretical Biology*, 244 (4), 597-620, (2007).

Gangoso, L., Álvarez-Lloret, P., Rodríguez-Navarro, A., Mateo, R., Hiraldo, F., Donázar, J. A., “Long-term effects of lead poisoning on bone mineralization in vultures exposed to ammunition sources”, *Environmental Pollution*, 157, 569-574, (2009).

Geist, V., “The Evolution of Horn-Like Organs”, *Behaviour*, 27 (1), 175–214, (1966).

Gibson, L. J., Ashby, M. F., *Cellular solids: structure and properties*, Cambridge, UK: Cambridge University Press, (1997).

Giraud-Guille M. M., “Plywood structure in nature”, *Current Opinion in Solid State Materials Science*, 3, 221–228, (1998).

Giraud-Guille, M. M., “Twisted plywood architecture of collagen fibrils in human compact bone osteons”, *Calcif. Tissue Int.*, 42, 167–180, (1988).

Glimcher, M., “Mechanisms of calcification: role of collagen fibrils and collagen–phosphoprotein complexes in vitro and in vivo”, *Anat. Rec.*, 224, 139–153, (1989).

Goda, I., Ganghoffer, J. F., “Identification of couple-stress moduli of vertebral trabecular bone based on the 3D internal architectures”, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 51, 99–118, (2015).

Goldstein, S., “The mechanical properties of trabecular bone: dependence on anatomic location and function”, *J. Biomech.*, 20, 1055–1061, (1987).

Goss, R. J., *Deer antlers: regeneration. function and evolution*, New York: Academic Press., (1983).

Grandfeld, K., Vuong, V., Schwarcz, H. P., “Ultrastructure of Bone: Hierarchical Features from Nanometer to Micrometer Scale Revealed in Focused Ion Beam Sections in the TEM”, *Calcif. Tissue Int.*, 103, 606–616, (2018).

Grant, C. A., Brockwell, D. J., Radford, S. E., & Thomson, N. H. “Effects of hydration on the mechanical response of individual collagen fibrils”, *Applied Physics Letters*, 92 (23), 233902, (2008).

Gupta, H. S., Seto, J., Wagermaier, W., Zaslansky, P., Boesecke, P., & Fratzl, P. “Cooperative deformation of mineral and collagen in bone at the nanoscale”, *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 103 (47), 17741-17746, (2006).

Gupta, H. S., Krauss, S., Kerschnitzki, M., Karunaratne, A., Dunlop, J. W. C., Barber, A. H., Fratzl, P., “Intrafibrillar plasticity through mineral/collagen sliding is the dominant mechanism for the extreme toughness of antler bone”, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 28, 366-382, (2013).

Halpin J. C., *Primer on Composite Materials: Analysis*, Revised Edition, Boca Raton, Florida, Routledge, 125 – 137, (1984).

Hamed, E., Lee, Y., & Jasiuk, I. “Multiscale modeling of elastic properties of cortical bone,” *Acta mechanica*, 213 (1), 131-154, (2010).

Hamed, E., Novitskaya, E., Li, J., Chen, P. Y., Jasiuk, I., & McKittrick, J. “Elastic moduli of untreated, demineralized and deproteinized cortical bone: validation of a theoretical model of bone as an interpenetrating composite material”, *Acta biomaterialia*, 8 (3), 1080-1092, (2012).

Hang, F., Gupta, H. S., & Barber, A. H. “Nanointerfacial strength between non-collagenous protein and collagen fibrils in antler bone”, *Journal of The Royal Society Interface*, 11 (92), 20130993, (2014).

Harris, E. D., Rayton, J. K., Balthrop, J. E., DiSilvestro, R. A., & Garcia-de-Quevedo, M. (1980, January). Copper and the synthesis of elastin and collagen. In *Ciba Foundation Symposium* (Vol. 79, pp. 163-182).

Harvey, K. B., Drummer, T. D., Donahue, S. W., “The tensile strength of black bear (*Ursus americanus*) cortical bone is not compromised with aging despite annual periods of hibernation”, *Journal of biomechanics*, 38 (11), 2143-2150, (2005).

Hipp, J. A., Rosenberg, A. E., and Hayes, W. C., “Mechanical properties of trabecular bone within and adjacent to osseous metastases”, *J. Bone Miner. Res.*, 7 (10), 1165–1171, (1992).

Huang, W., Zaheri, A., Jung, J. Y., Espinosa, H. D., Mckittrick, J., “Hierarchical structure and compressive deformation mechanisms of bighorn sheep (*Ovis canadensis*) horn”, *Acta biomaterialia*, 64, 1-14, (2017).

Jackson, A. P., Vincent, J. F., Turner, R. M., “The mechanical design of nacre”, *Proceedings of the Royal society of London Series B Biological sciences*, 234 (1277), 415-440, (1988).

Jäger, I., & Fratzl, P. “Mineralized collagen fibrils: a mechanical model with a staggered arrangement of mineral particles”, *Biophysical journal*, 79 (4), 1737-1746, (2000).

Jamieson, J. A., Taylor, C. G., Weiler, H. A., “Marginal zinc deficiency exacerbates bone lead accumulation and high dietary zinc attenuates lead accumulation at the expense of bone density in growing rats”, *Toxicological Sciences*, 92, 286-294, (2006).

Jianhong, Y., Wu, F. Q., Sun, J. Z., “Estimation of the Tensile Elastic Modulus Using Brazilian Disc by Applying Diametrically Opposed Concentrated Loads”, *Int. J. Rock Mech. Min.*, 46, 568–576, (2009).

Johnson, H. E., Bleich, V. C., Krausman, P. R. and Koprowski, J. L., “Effects of antler breakage on mating behavior in male tule elk (*Cervus elaphus nannoides*)”, *Eur. J. Wildlife Res.*, 53, 9-15, (2007).

Johri, N., Jacquillet, G., Unwin, R., “Heavy metal poisoning: the effects of cadmium on the kidney”, *BioMetals*, 23 (5), 783–792, (2010).

Kakisawa, H., Sumitomo, T., “The toughening mechanism of nacre and structural materials inspired by nacre”, *Science and technology of advanced materials*, 12, 1-14, (2012).

Katz, J. L., & Ukraincik, K., “On the anisotropic elastic properties of hydroxyapatite”, *Journal of biomechanics*, 4 (3), 221-227, (1971).

Kälebo, P., Strid, K. G., “Bone mass determination from microradiographs by computer-assisted videodensitometry”, *Acta Radiologica*, 29 (4), 465-472, (1988).

Khan, S. N., Warkhedkar, R. M., Shyam, A. K., “Human bone strength evaluation through different mechanical tests”, *International Journal of Current Engineering and Technology*, 2, 539-543, (2014).

Khanal, S. P., Mahfuz, H., Rondinone, A. J., & Leventouri, T., “Improvement of the fracture toughness of hydroxyapatite (HAp) by incorporation of carboxyl functionalized single walled carbon nanotubes (CfSWCNTs) and nylon”, *Materials Science and Engineering: C*, 60, 204-210, (2016).

Kitchener, A., “An analysis of the forces of fighting of the blackbuck (*antilope cervicapra*) and the bighorn sheep (*Ovis-Canadensis*) and the mechanical design of the horns of bovids”, *J. Zool.*, 214, 1–20, (1988).

Koester, K. J., Ager, J. W., Ritchie, R. O., “The true toughness of human cortical bone measured with realistically short cracks”, *Nature materials*, 7 (8), 672-677, (2008).

Kolsky, H., “An investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading”, *Proc. Phys. Soc. Sect. B*, 62 (11), 676–700, (1949).

Krauss, S., Fratzl, P., Seto, J., Currey, J. D., Estevez, J. A., Funari, S. S., Gupta, H. S., “Inhomogeneous fibril stretching in antler starts after macroscopic yielding: indication for a nanoscale toughening mechanism”, *Bone*, 44 (6), 1105-1110, (2009).

Kubota, R., Kunito, T., Tanabe, S., “Chemical speciation of arsenic in the livers of higher trophic marine animals”, *Mar. Pollut. Bull.*, 45, 218–223, (2002).

Kulin, R. M., Chen, P. Y., Jiang, F., McKittrick, J., Vecchio, K. S., “Dynamic fracture resilience of elk antler: Biomimetic inspiration for improved

crashworthiness”, *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, 62 (1), 41–46, (2010).

Kulin, R. M., Jiang, F., Vecchio, K. S., “Effects of age and loading rate on equine cortical bone failure”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 4 (1), 57-75, (2011).

Lambri, M. L., Bozzano, P. B., Giordano, E. D. V., Bonifacich, F. G., Gargicevich, D., Zelada, G. I., Lambri, O. A., “Denaturation processes of collagen from cow bones as a function of temperature”, *Matéria (Rio de Janeiro)*, 23 (2), 1-11, (2018).

Landis, W. J., “The strength of a calcified tissue depends in part on the molecular structure and organization of its constituent mineral crystals in their organic matrix”, *Bone*, 16, 533–544, (1995).

Landete-Castillejos, T., Currey, J. D., Estevez, J. A., Gaspar-López, E., Garcia, A., Gallego, L., “Influence of physiological effort of growth and chemical composition on antler bone mechanical properties”, *Bone*, 41 (5), 794-803, (2007).

Landete-Castillejos, T., Currey, J. D., Estevez, J. A., Fierro, Y., Calatayud, A., Ceacero, F., Gallego, L., “Do drastic weather effects on diet influence changes in chemical composition, mechanical properties and structure in deer antlers?”, *Bone*, 47 (4), 815–825, (2010).

Landete-Castillejos, T., García, A. J., Serrano, M. P., Ceacero, F., Cappelli, J., Gambin, P., & Gallego, L. Analysis of antler composition and mechanical properties reveal key micro-minerals for deer. (2016).

Launey, M. E., Chen, P.Y., McKittrick, J., Ritchie, R. O., “Mechanistic aspects of the fracture toughness of elk antler bone”, *Acta Biomaterialia*, 6 (4), 1505–1514, (2010).

- Lin, C. Y., Kang, J. H., “Mechanical properties of compact bone defined by the stress-strain curve measured using uniaxial tensile test: a concise review and practical guide”, *Materials*, 14 (15), 4224, (2021).
- Liu, P. S., Lang, K. M., “Functional materials of porous metals made by P/M. electroplating. and some other techniques”, *J. Mater. Sci.*, 36 (21), 5059–5072, (2001).
- Liu, P. S., Yu, B., Hu, A. M., Lang, K. M., Gu, S. R., “Development in applications of porous metals”, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 11, 629–38, (2001).
- Liu, P., Chen, G. F., *Porous materials: processing and applications*, Elsevier, (2014).
- Loucks, R. G., Reed, R. M., Ruppel, S. C., Hammes, U., “Spectrum of pore types and networks in mudrocks and a descriptive classification for matrix-related mudrock pores”, *AAPG Bull.*, 96 (6), 1071–1098, (2012).
- Ma, J. F., Yamaji, N., “Silicon uptake and accumulation in higher plants”, *Trends Plant Sci.*, 11, 392-397, (2006).
- Marqués, M. I., Borreguero, J. M., Stanley, H. E., Dokholyan, N. V., “Possible mechanism for cold denaturation of proteins at high pressure”, *Physical review letters*, 91 (13), 138103, (2003).
- Martin, R. B., Boardman, D. L., “The effects of collagen fiber orientation, porosity, density and mineralization on bovine cortical bone bending properties”, *J. Biomech.*, 26, 1047–1054, (1993).
- Martin, R. B., Burr, D. B., Sharkey, N. A., Fyhrie, D. P., “Skeletal tissue mechanics”, New York: Springer, (1998).
- Martínez-Reina, J., Domínguez, J., García-Aznar, J. M., “Effect of porosity and mineral content on the elastic constants of cortical bone: a multiscale approach”, *Biomechanics and modeling in mechanobiology*, 10 (3), 309-322, (2011).

McCalden, R. W., McGeough, J. A., Barker, M. B., Court-Brown, C. M., “Age-related changes in the tensile properties of cortical bone”, *J. Bone Joint Surg.*, 75, 1193–1205, (1993).

McCalden, R. W., McGeough, J. A., and Court-Brown, C. M., “Age-related changes in the compressive strength of cancellous bone: The relative importance of changes in density and trabecular architecture”, *J. Bone Joint Surg.*, 79 (3), 421–427, (1997).

Mehta. S.S., “Analysis of the mechanical properties of bone material using nondestructive ultrasound reflectometry”, Ph.D Thesis, The University of Texas Southwestern Medical Center at Dallas, (1995).

Meister, W. W., “Changes in histological structure of the long bones of white-tailed deer (*Odocoileus virginianus*) during the growth of the antlers”, *The Anatomical Record*, 124 (4), 709–721, (1956).

Meyers, M. A., Chen, P.-Y., Lin, A. Y.-M., Seki, Y., “Biological materials: Structure and mechanical properties”, *Progress in Materials Science*, 53 (1), 1–206, (2008).

Mkukuma, L. D., Skakle, J. M. S., Gibson, I. R., Imrie, C. T., Aspden, R. M., Hukins, D. W. L., “Effect of the proportion of organic material in bone on thermal decomposition of bone mineral: an investigation of a variety of bones from different species using thermogravimetric analysis coupled to mass spectrometry, hightemperature X-ray diffraction. and Fourier transform infrared spectroscopy”, *Calcif. Tissue Int.*, 75, 321–328, (2004).

Modell, W., “Horns and antlers”, *Sci. Amer.*, 220, 114-123, (1969).

Monir, A. U., Gundberg, C. M., Yagerman, S. E., Van Der Meulen, M. C. H., Budell, W. C., Boskey, A. L., Dowd, T. L., “The effect of lead on bone mineral properties from female adult C57/BL6 mice”, *Bone*, 47, 888–894, (2010).

Mosekilde, L., Mosekilde, L., and Danielsen, C. C., “Biomechanical competence of vertebral trabecular bone in relation to ash density and age in normal individuals”, *Bone*, 8 (2), 79–85, (1987).

Mundy, G. R., Chen, D., Oyajobi, B. O., “Bone remodelling. In: Favus MJ. editor. *Primer on the metabolic bone diseases and disorders of mineral metabolism*”, Washington DC: American Society for Bone and Mineral Research, 46–58, (2003).

Nair, A. K., Gautieri, A., Chang, S. W., & Buehler, M. J. “Molecular mechanics of mineralized collagen fibrils in bone”, *Nature communications*, 4 (1), 1-9, (2013).

Nakahara, H., Bevelander, G., Kakei, M., “Electron microscopic and amino acid studies on the outer and inner shell layers of *Haliotis rufescens*”, *Venus (Japanese Journal of Malacology) Japan. J. Malacol.*, 41, 33–46, (1982).

Nicolella, D. P., Moravits, D. E., Gale, A. M., Bonewald, L. F., Lankford, J., “Osteocyte lacunae tissue strain in cortical bone”, *Journal of biomechanics*, 39 (9), 1735-1743, (2006).

Norstrom, M., Gardel, M. L. “Shear thickening of F-actin networks crosslinked with non-muscle myosin IIB”, *Soft Matter*, 7 (7), 3228-3233, (2011).

Olszta, M. J., Cheng, X., Jee, S. S., Kumar, R., Kim, Y. Y., Kaufman, M. J., Gower, L. B., “Bone structure and formation: A new perspective”, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 58 (3-5), 77-116, (2007).

Pahr, D. H., & Reisinger, A. G. “A review on recent advances in the constitutive modeling of bone tissue”, *Current osteoporosis reports*, 18 (6), 696-704, (2020).

Palaniappan, P. L., Krishnakumar, N., Vadivelu, M., Vijayasundaram, V., “The study of the changes in the biochemical and mineral contents of bones of *Catla catla* due to lead intoxication”, *Environmental Toxicology*, 25, 61-67, (2010).

Pazzaglia, U. E., Congiu, T., Marchese, M., Spagnuolo, F., Quacci, D. “Morphometry and patterns of lamellar bone in human Haversian systems”, *The Anatomical Record: Advances in Integrative Anatomy and Evolutionary Biology*, 295 (9), 1421-1429, (2012).

Potekhin, S. A., Senin, A. A., Abdurakhmanov, N. N., Tiktopulo, E. I., “High pressure stabilization of collagen structure”, *Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Proteins and Proteomics*, 1794 (8), 1151-1158, (2009).

Prendergast, P. J., Huiskes, R., “Microdamage and osteocyte-lacuna strain in bone: a microstructural finite element analysis”, *Journal of biomechanical engineering*, 118 (2), 240-246, (1996).

Pugh, J. W., Radin, E. L., and Rose, R. M., “Quantitative studies of human subchondral cancellous bone: Its relationship to the state of its overlying cartilage”, *J. Bone Joint Surg.*, 56 (2), 313–321, (1974).

Rajaram, A., Ramanathan, N., “Tensile properties of antler bone”, *Calcified Tissue International*, 34 (1), 301–305, (1982).

Rajaram, A., “Tensile properties and fracture of ivory”, *Journal of Materials Science Letters*, 5 (10), 1077–1080, (1986).

Ravichandran, G. and Subhash, G., “Critical-appraisal of limiting strain rates for compression testing of ceramics in a split hopkinson pressure bar”, *Journal of the American Ceramic Society*, 77 (1), 263-267, (1994).

Reilly, D. T., Burstein, A. H., Frankel, V. H., “The elastic modulus for bone”, *Journal of biomechanics*, 7 (3), 271-275, (1974).

Reilly, D. T., Burstein, A. H., “The elastic and ultimate properties of compact bone and tissue”, *J. Biomech.*, 8, 393–405, (1975).

Reznikov, N., Bilton, M., Lari, L., Stevens, M. M., Kröger, R., “Fractal-like hierarchical organization of bone begins at the nanoscale”, *Science*, 360 (6388), 1-29, (2018).

Rho, J. Y., Ashman, R. B., “Turner CH. Young’s modulus of trabecular and cortical bone material: ultrasonic and microtensile measurements”, *J. Biomech.*, 26, 111–119, (1993).

Rho, J. Y., Hobatho, M. C., Ashman, R. B., “Relations of density and CT numbers to mechanical properties for human cortical and cancellous bone”, *Med. Eng. Phys.*, 17, 347–355, (1995).

Rho, J. Y., Kuhn-Spearing, L., Zioupos, P., “Mechanical properties and the hierarchical structure of bone”, *Medical Engineering & Physics*, 20 (2), 92–102, (1998).

Robling, A. G., Bonewald, L. F., “The osteocyte: new insights”, *Annual review of physiology*, 82, 485-506, (2020).

Rodríguez, J., Mandalunis, P. M., “A Review of Metal Exposure and Its Effects on Bone Health”, *J. Toxicol.*, 4854152, 1-11, (2018).

Rolf, H. J., Enderle, A., “Hard fallow deer antler: a living bone till antler casting?”, *Anatl. Rec.*, 255, 69–77, (1999).

Rouquerol, J., Avnir, D., Fairbridge, C. W., Everett, D. H., Haynes, J. M., Pernicone, N., Ramsay, J. D. F., Sing, K. S. W., Unger, K. K., “Recommendations for the characterization of porous solids (Technical Report)”, *Pure and Applied Chemistry*, 66, 1739-1758, (1994).

Rucker, R. B., Kosonen, T., Clegg, M. S., Mitchell, A. E., Rucker, B. R., Uriu-Hare, J. Y., & Keen, C. L., “Copper, lysyl oxidase, and extracellular matrix protein cross-linking”, *The American journal of clinical nutrition*, 67 (5), 996S-1002S, (1998).

Schaffler, M. B., Burr, D. B., “Stiffness of compact bone: effects of porosity and density”, *Journal of biomechanics*, 21 (1), 13-16, (1988).

Serizawa, M., Takemura, Y., Wakano, H., Takahashi, T., “Microstructure of ivory”, *Gypsum & Lime*, 1980 (165), 23, 67-74, (1980).

Sharma, R. P., Shupe, J. L., “Lead, cadmium, and arsenic residues in animal tissues in relation to those in their surrounding habitat”, *Sci. Total Environ.*, 7, 53–62, (1977).

Shunmugasamy, V. C., Gupta, N., Coelho, P. G., “High strain rate response of rabbit femur bones”, *Journal of biomechanics*, 43 (15), 3044-3050, (2010).

Skedros, J. G., Durand, P., Bloebaum, R. D., “Hypermineralized peripheral lamellae in primary osteons of deer antler: potential analogues of cement lines in mammalian secondary bone”, *J. Bone Miner. Res.*, 10 (1), 441, (1995).

Snyders, R., Music, D., Sigumonrong, D., Schelnberger, B., Jensen, J., & Schneider, J. M. “Experimental and ab initio study of the mechanical properties of hydroxyapatite”, *Applied physics letters*, 90 (19), 193902, (2007).

Sotiropoulou, P., Fountos, G., Martini, N., Koukou, V., Michail, C., Kandarakis, I., & Nikiforidis, G., “Bone calcium/phosphorus ratio determination using dual energy X-ray method”, *Physica Medica*, 31(3), 307-313, (2015).

Spiesz, E. M., Reisinger, A. G., Kaminsky, W., Roschger, P., Pahr, D. H., & Zysset, P. K. “Computational and experimental methodology for site-matched investigations of the influence of mineral mass fraction and collagen orientation on the axial indentation modulus of lamellar bone”, *journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 28, 195-205, (2013).

Staessen, J. A., Roels, H. A., Emelianov, D., Kuznetsova, T., Thijs, L., Vangronsveld, J., “Environmental exposure to cadmium, forearm bone density, and risk of fractures: prospective population study”, *Public Health and Environmental Exposure to Cadmium (PheeCad) Study Group, Lancet.*, 353 (9159), 1140-1144, (1999).

Su, X., Cui, F., “Hierarchical structure of ivory: from nanometer to centimeter”, *Materials Science and Engineering: C*, 7 (1), 19–29, (1999).

Suwa, Y., Nam, K., Ozeki, K., Kimura, T., Kishida, A., Masuzawa, T., “Thermal denaturation behavior of collagen fibrils in wet and dry environment”, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, 104 (3), 538-545, (2016).

Tami, A. E., Schaffler, M. B., & Knothe Tate, M. L. “Probing the tissue to subcellular level structure underlying bone's molecular sieving function”, *Biorheology*, 40 (6), 577-590, (2003).

Turner-Walker, G., Parry, T. V., “The tensile strength of archaeological bone”, *Journal of Archaeological Science*, 22 (2), 185-191, (1995).

Turner-Walker, G., “The mechanical properties of artificially aged bone: Probing the nature of the collagen–mineral bond”, *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 310 (1-2), 17-22, (2011).

Tzaphlidou, M., Zaichick, V., “Sex and age related Ca/P ratio in cortical bone of iliac crest of healthy humans. *Journal of radioanalytical and nuclear chemistry*”, 259 (2), 347-349, (2004).

Wainwright, S. A., Gosline, J. M., Biggs, W. D., & Currey, J. D. “Mechanical design in organisms”, Princeton University Press, (1982).

Walker, L. M., Publicover, S. J., Preston, M. R., Said Ahmed, M. A. A., El Haj, A. J., “Calcium-channel activation and matrix protein upregulation in bone cells in response to mechanical strain”, *Journal of cellular biochemistry*, 79 (4), 648-661, (2000).

Wallach, S., “Effects of magnesium on skeletal metabolism”, *Magnesium and trace elements*, 9 (1), 1-14, (1990).

Voort, P. V., Leus, K., Canck, E. D., *Introduction to porous materials*, Cambridge: Wiley, (2019).

Wahl, D. A., Czernuszka, J. T., “Collagen-hydroxyapatite composites for hard tissue repair”, *Eur Cell Mater*, 11 (1), 43-56, (2006).

Wang, X., Li, X., Bank, R. A., Agrawal, C. M., “Effects of Collagen Unwinding and Cleavage on the Mechanical Integrity of the Collagen Network in Bone”, *Bone*, 71 (2), 186-192 (2002).

Wegst U.G., Bai H., Saiz E., Tomsia A.P., Ritchie R.O., "Bioinspired structural materials", *Nature Materials*, 14 (1), 23-36, (2015).

Weiner, S., Traub, W., “Macromolecules in mollusc shells and their functions in biomineralization”, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London, B, Biological Sciences*, 304 (1121), 425-434, (1984).

Weiner, S., Traub, W., “Bone structure: from angstroms to microns”, *FASEB*, 6, 879–885, (1992).

Weiner, S., Wagner, H. D., “The material bone: structure-mechanical function relations”, *Annual review of materials science*, 28 (1), 271-298, (1998).

Whitehead, G. K., *The Whitehead Encyclopedia Of Deer*, Shrewsbury: Swan Hill Press & Airline Publishing, (1993).

Wolfram, U., Wilke, H. J., Zysset, P.K., “Rehydration of vertebral trabecular bone: influences on its anisotropy, its stiffness and the indentation work with a view to age, gender and vertebral level”, *Bone*, 46 (2), 348–354, (2010).

Yang, X. Y., Chen, L. H., Li, Y., Rooke, J. C., Sanchez, C., Su, B. L., “Hierarchically porous materials: synthesis strategies and structure design”, *Chemical Society Reviews*, 46 (2), 481-558, (2017).

Yao, H., Ouyang, L., & Ching, W. Y. “Ab initio calculation of elastic constants of ceramic crystals”, *Journal of the American Ceramic Society*, 90 (10), 3194-3204, (2007).

Yeni, Y. N., Brown, C. U., Wang, Z., Norman, T. L., “The influence of bone morphology on fracture toughness of the human femur and tibia”, *Bone*, 21 (5), 453–459, (1997).

You, L. D., Weinbaum, S., Cowin, S. C., & Schaffler, M. B., “Ultrastructure of the osteocyte process and its pericellular matrix”, *The Anatomical Record Part A: Discoveries in Molecular, Cellular, and Evolutionary Biology: An Official Publication of the American Association of Anatomists*, 278 (2), 505-513, (2004).

Zhu, B., Zhang, M., Zhao, J., “Microstructure and mechanical properties of sheep horn”, *Microscopy Research and Technique*, 79 (7), 664–674, (2016).

Zioupos, P., Currey, J. D., “Changes in the stiffness, strength, and toughness of human cortical bone with age”, *Bone*, 22, 57–66, (1998).

Zweben, C., Smith, W. S., Wardle, M. W., "Test methods for fiber tensile strength, composite flexural modulus, and properties of fabric-reinforced laminates", *Composite Materials: Testing and Design (Fifth Conference)*, ASTM International, (1979).