



POLİTEKNİK DERGİSİ

JOURNAL of POLYTECHNIC

ISSN: 1302-0900 (PRINT), ISSN: 2147-9429 (ONLINE)

URL: <http://dergipark.org.tr/politeknik>



UHMWPE/Al₂O₃-HAp hibrit kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu

Production and characterization of UHMWPE- Al₂O₃-HAp hybride composites

Yazar(lar) (Author(s)): Gözde Celebi EFE¹, Tuba YENER²

ORCID¹: 0000-0003-3912-6105

ORCID²: 0000-0002-2908-8507

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article): Celebi Efe G., Yener T., "UHMWPE/Al₂O₃-HAp hibrit kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu", *Politeknik Dergisi*, 25(2): 887-894, (2022).

Erişim linki (To link to this article): <http://dergipark.org.tr/politeknik/archive>

DOI: 10.2339/politeknik.997061

UHMWPE/Al₂O₃-HAp Hibrit Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu

Production and Characterization of UHMWPE- Al₂O₃-HAp Hybride Composites

Önemli noktalar (Highlights)

- ❖ Kalça Protezi liner malzemesi için Al₂O₃ ve HAp takviyeli UHMWPE matrisli kompozit üretimi / Production of Al₂O₃ and HAp Reinforced UHMWPE matrix composites for hip prosthesis liner material
- ❖ Santrifüj Method ile toz karışımı ve Sıcak presleme / Powder mixing with Centrifuge method and Hot Pressing
- ❖ Sertlik ve Kırık yüzey Morfolojisi / Hardness and Fracture Surface Morphology
- ❖ DSC Termal analizi / DSC Thermal Analyses

Grafik Özet (Graphical Abstract)

Bu çalışmada kalça protezi liner malzemesi olarak kullanılabilir UHMWPE/Al₂O₃-HAp hibrit kompozitleri sıcak presleme yöntemiyle üretilmiş ve kompozitlerin mikroyapısal, mekanik ve ısı özellikleri incelenmiştir. /In this study, UHMWPE/Al₂O₃-HAp hybride composites which can be used as hip prosthesis liner material were produced by hot pressing method and microstructural, mechanical and thermal properties of composites were investigated.



Şekil. İşlem Akım Şeması /Figure. Process Flow Chart

Amaç (Aim)

Bu çalışmada Kalça protezi liner malzemesi olarak kullanılacak UHMWPE matrise biyouyumlu seramik tozları ilave ederek; UHMWPE'in mekanik özelliklerinin geliştirilmesi ve bu sayede protez kullanım ömrünün artırılması amaçlanmıştır./In this study It is aimed to improve the mechanical properties of UHMWPE, which can be used as hip joint material, by adding biocompatible ceramic powders into the UHMWPE matrix and by this was to increase usage life of prosthesis.

Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

Sıcak presleme yöntemi ile üretilen UHMWPE kompozitlerin XRD yöntemiyle faz analizleri, SEM-EDS ile mikroyapısal görüntüleme ve elementel analizleri, DSC yöntemiyle termal davranışları ve Kırık yüzeyleri incelenmiştir. / Phase analysis (XRD), microstructural properties (SEM-EDS), thermal properties (DSC), hardness (Vickers) and Fracture surface analyses of UHMWPE composites, produced by hot pressing, were characterized.

Özgünlük (Originality)

Bugüne kadar çok sayıda çalışma için UHMWPE matrise takviyeler yapılmış olsa da α -Al₂O₃ ve HAp takviyesinin aynı anda yapıldığı bir çalışma henüz mevcut değildir./Although reinforcements have been made to the UHMWPE matrix for many studies to date, there is not yet a study in which α -Al₂O₃ and HAp reinforcements are performed simultaneously.

Bulgular (Findings)

UHMWPE matrise ağırlıkça farklı yüzdelerde Al₂O₃ ve HAp ilavesi ile üretilen kompozitlerin mekanik özelliklerinde iyileşme görülmüştür./An improvement was observed in the mechanical properties of composites produced with different percentages of Al₂O₃ and HAp reinforcement by weight.

Sonuç (Conclusion)

UHMWPE/Al₂O₃-HAp kompozitinin sertliği saf UHMWPE' e kıyasla %57 oranında artış göstermiş olup; bu değer literatürdeki sonuçlardan yüksektir. Takviye miktarına bağlı olarak ergime sıcaklığı, kristalinite ve sertlik değerleri yükselmiştir./Depending on the amount of reinforcement, crystallinity increased, hardness increased from 40MPa to 66MPa and degradation at 140 degrees was determined.

Etik Standartların Beyanı (Declaration of Ethical Standards)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The author(s) of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

UHMWPE- Al₂O₃-HAp Hibrit Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu

Araştırma Makalesi / Research Article

Gozde Celebi EFE^{1*}, Tuba YENER²

¹Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Türkiye

²Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sakarya Üniversitesi, Türkiye

(Geliş/Received :17.09.21; Kabul/Accepted : 09.10.2021 ; Erken Görünüm/Early View : 28.10.2021)

ÖZ

Total Kalça Protezi, kalça eklemine fonksiyonunu görmediği durumlarda kullanılan ve kalça eklemine yerini alan, vücuda uyumlu malzemelerden yapılmış implantlardır. Kalça protezlerinde görülen en yaygın hasar, asetabular yuva ve liner parçalarında hareket sırasında zamanla meydana gelen aşınmadan kaynaklanmaktadır. Total kalça protezlerinde en yaygın kullanılan malzeme çifti metalik femur başı üzerine yüksek molekül ağırlıklı polietilen (UHMWPE) yuva ve linerdir. Mevcut çalışmada total kalça protez implantlarının yuva ve liner parçalarının sürtünme ve aşınma dayanımlarının artırılması hedeflenmiştir. Bu amaçla UHMWPE'ye ağırlıkça % 1, 2 ve 3 oranında biyouyumlu, doğal kemik ile benzer yapıda olan Hidroksiapatit (HAp) tozu ve biyouyumlu, aşınmaya karşı dayanıklı Al₂O₃ tozu ilave edilmiştir. Santrifüj metodu ile karıştırılan toz karışımları 20mm çapındaki silindirik bir kalıp içerisinde 200°C' de 1 saat sıcak preslenmiştir. Numunelerin kırık yüzey SEM incelemeleri, takviye elemanlarının UHMWPE matris içerisinde homojen olarak dağıldığını göstermiştir. Takviye elemanlarının varlığı, SEM-EDS ve XRD analizi ile ispatlanmıştır. Kompozitlerin sertlik değerlerinin takviye elemanlarının ilavesi ile 40 MPa dan 66,6 MPa değerine arttığı gözlenmiştir. Kompozit numunelerin ergime sıcaklığının yaklaşık 140 °C olduğu DSC analizi ile belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: UHMWPE (çok yüksek moleküler ağırlıklı polietilen), Al₂O₃, HAp (hidroksiapatit), hibrit kompozit, sertlik, kırık yüzey.

Production and Characterization of UHMWPE- Al₂O₃-HAp Hybride Composites

ABSTRACT

Total Hip Replacement is implants made of body-compatible materials that are used in cases where the hip joint does not function and replaces the hip joint. The most common damage seen in hip prostheses is due to wear on the acetabular socket and liner parts during movement over time. The most common pair of materials used in total hip replacements is a high molecular weight polyethylene (UHMWPE) socket and liner on the metallic femoral head. In the current study, it was aimed to increase the friction and wear resistance of the socket and liner parts of total hip prosthesis implants. For this purpose, 1, 2 and 3% by weight of biocompatible Hydroxyapatite (HAp) powder, which has a similar structure to natural bone, and biocompatible, wear-resistant Al₂O₃ were added to UHMWPE. Powder mixtures mixed by centrifugation method were hot pressed at 200°C for 1 hour in a cylindrical mold with a diameter of 20mm. Fractured surface SEM investigations showed that the reinforcement elements were homogeneously dispersed in the UHMWPE matrix. The presence of reinforcement elements has been proven by SEM-EDS and XRD analysis. It was observed that the hardness values of the composites increased from 40 MPa to 66.6 MPa with the addition of reinforcement elements. It was determined by DSC analysis that the melting temperature of the composite samples was approximately 140 °C

Keywords: UHMWPE (very high molecular weight polyethylene), α -Al₂O₃, HAp (hydroxyapatite), hybride composite, hardness, fracture surface.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Biyomalzemeler insan vücudundaki işlevini yitirmiş canlı dokularının işlevlerini yerine getirmek ya da desteklemek amacıyla kullanılan doğal ya da yapay malzemelerdir. Biyomalzemelerin uygulamaları, genler ve biosensörlerden kan torbası ve cerrahi aletler gibi tıbbi malzemelere, tıbbi implantlar ve cihazlar gibi tedavi edici işlemlere, doku mühendisliği, cilt ve kırık gibi yeni rejeneratif ilaçlara ve daha pek çok alana uzanmaktadır. Biyomalzemeler, genel olarak metaller,

seramikler ve polimerler olarak üç grupta sınıflandırılırlar.

Polimerler organik yapıları olduklarından, metal ve seramiklere göre çok yönlülük sunarlar ve biyomalzeme olarak diğer malzemelerin yerini almaktadır. Polimerik biyomalzemeler, polimerlerin sağlayabileceği geniş fiziksel, mekanik ve kimyasal özellik performansları ile, araştırma, geliştirme ve uygulama çalışmalarında sıklıkla kullanılmaktadırlar [1], [2]. Bir implant malzemesi öncelikle biyouyumlu olmalı, yeterli dayanıklılığa sahip, korozyona dirençli olmalı, toksik, allerjik, mutajenik ya da karsinojenik etkisi olmamalı ve kabul edilebilir fiyat/fayda oranına sahip olmalıdır [3]–[5].

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author)
e-posta : tcerezci@sakarya.edu.tr

İnsan kalça eklemi, hareket kabiliyet çeşitliliği ve aktiviteye göre değişen yüklemelerden dolayı en önemli eklem olarak nitelendirilir. Hızlı hareket koşulları altında, kalça protezi vücut ağırlığının üç ila beş katı üzerindeki yüklere maruz kalmaktadır ve bu gerilme değerlerini taşıması [6] Kalça protezlerinin ömürleri, uygun bir protez, doğru cerrahi yöntem ve başarılı bir operasyonla yaklaşık 15-20 yıldır. Dünyada artan yaşam ömrü, yaşlı nüfus popülasyonu [5] ile birlikte kalça protezi kullanımı ve ameliyatları da artış göstermektedir [7]. Bu nedenle, total (tam) kalça eklem protezi, ortopedi biliminin son on yıldaki en başarılı gelişmesi olarak görülmektedir [8]. Bir total kalça eklem protezi, uyluk kemiğine sabitlenen sap (femural stem), femural sap ucuna takılan femur başı, femur başının içine girdiği asetabuler liner ve bu linere yataklık yapan kalça kemiğine sabitlenmiş asetabuler yuva (cup) kısmı olmak üzere toplam dört parçadan oluşmaktadır [9], [10].

İnsan vücudunda en fazla yüke maruz kalan ve yüklenme durumunda eklemler arasındaki temas yüzeylerinde oluşan sürtünmeden dolayı, kalça protezlerinin asetabular yuva ve liner kısımları aşınır; ciddi yakınmalara neden olmaktadır. Bu etkileri azaltacak, aşınmaya dayanıklı kalça protez implantları için protezin baş kısmının yuvada çok rahat hareket etmesi, yuva malzemesinin sürtünme, aşınma ve korozyona karşı yüksek dirence sahip olması istenir [5][11]. Bu nedenle, kalça protezlerinde özellikle asetabuler yuva tasarımı ve asetabuler yuva ve liner için uygun malzeme seçimi en önemli konudur [12]. Kalça eklem protezleri için yaygın olarak kullanılan malzeme kombinasyonları: (1) polietilen üzerine metal (MoP); (2) polietilen üzerine seramik (CoP); (3) seramik üzerine seramik (CoC); (4) metal üzerine seramik (CoM); (5) seramik üzerine metal (MoC); ve (6) metal üzerindeki metal (MoM) [5]. Çoğunlukla femoral sap metalik, femur başı metalik ve seramik, asetabular liner polimerik ve asetabuler yuva metalik, seramik veya polimerik malzemeden yapılmaktadır. Metalik malzeme olarak paslanmaz çelik, Co-Cr/ Co-Cr-Mo ve Ti6Al4V alaşımları, seramik malzeme olarak alümina, zirkonya, polimerik malzeme olarak ta yüksek yoğunluklu polietilen (UHMWPE) sıklıkla kullanılmaktadır [9], [13]–[19] Total kalça protez implantlarında en yaygın kullanılan malzeme kombinasyonu metalik femur başı üzerine yüksek molekül ağırlıklı polietilen (UHMWPE) yuva (MoP)' dir. [5], [12], [20] Bu organik polimerin, insan vücuduyla mükemmel biyouyumluluğu, antibakteriyel özelliği, korozyon dayanımı ve mekanik özelliklerinden dolayı, tıp sektöründe diz ve kalça eklem protezlerinde özel bir uygulaması söz konusudur [2], [11], [21]–[24] Bu uygulamalarda UHMWPE' nin uygunluğuna rağmen, özellikle biyo-medikal implant bileşenlerinde meydana gelen aşınma sorunu hala çözülememiştir.

UHMWPE, etilen (C₂H₄) monomerlerinden oluşan lineer zincir bir homopolimerdir. UHMWPE' in yüksek molekül ağırlığı, polimere yüksek aşınma ve darbe dayanımı ve kendi kendini yağlama özelliği sağlar. UHMWPE' in bu üstün özelliklerine rağmen, kalça

protezlerinde uzun süreli kullanım sonucu meydana gelen aşınma, osteoliz ve aseptik gevşeme beraberinde kemik kaybına, rahatsızlığa, eklem gevşemesine neden olur ve sonuçta eklemlerin ömrünü sınırlar [23], [25]–[28] UHMWPE' in mekanik ve tribolojik özelliklerinin artırılması, günümüzde güncel bir araştırma konusudur. Birçok araştırmacı UHMWPE' in aşınma dayanımlarını arttırmak amacıyla; polietilen matrisi içerisine metal (karbon fiber, karbon nanatüp, grafit), seramik (alumina, titanya, zirkonya, hidroksiapatit, kuartz, vollastonit, ve farklı polimerler (poliüretan, phenyl *p*-hydroxyzoate vb.) ilave ederek UHMWPE' in mekanik ve tribolojik özelliklerini geliştirmeye çalışmışlardır. Çalışmalar, UHMWPE matrisine optimum miktarda mikro ve nano ölçekli ikinci bir faz, inorganik parçacık, seramik ve biyo-materyal takviyesinin UHMWPE matrisli kompozitin sadece mekanik değil, aynı zamanda aşınma özelliklerini de iyileştirebileceğini göstermiştir [26], [29]–[32].

Uzun vadede aşınma sorunu hala mevcuttur ve belirli kullanım sürecinden sonra ortaya çıkar. Yük altında uzun süreli kullanımlar sonucunda UHMWPE' in düşük sertliği ve elastik modülüne bağlı olarak ortaya çıkan aşınma problemi uygulama alanını önemli ölçüde kısıtlar [33]. UHMWPE de meydana gelen hasar, total protez implant hasarlarına neden olan öncü bir faktördür [33].

Mevcut çalışmada UHMWPE' e farklı ağırlık oranlarında α -Al₂O₃ ve Hidroksiapatit (HAp) ilave edilerek; elde edilecek kompozitler mikroyapısal ve mekanik olarak karakterize edilecektir.

2. MATERYAL VE METOD (MATERIAL and METHOD)

2.1 Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Malzemeler (Materials Used in Experimental Studies)

Deneysel çalışmalarda kullandığımız UHMWPE tozu 10⁶ – 6.10⁶ g/mol moleküler ağırlığında olup; Sigma-Aldrich firması tarafından temin edilmiştir. Takviye malzemesi olarak kullanılan HAp, Sığma- Aldrich firmasından temin edilmiştir ve 200nm'den düşük partikül boyutuna sahiptir. Diğer takviye bileşeni Al₂O₃ tozları ise Alfa Aesar firmasından temin edilmiş olup; 0.3µm tane boyutuna sahiptir. Tozlar önce titreşim cihazında, sonra santrifüj yöntemi ile etil alkol içerisinde karıştırılmıştır.

2.2 UHMWPE-Al₂O₃-HAp, Hibrit Toz

Karışımlarının Hazırlanması (Preparation of UHMWPE- Al₂O₃- HAp, Hybrid Powder Mixtures)

UHMWPE ve farklı ağırlık oranlarında Al₂O₃- HAp içeren toz karışımlarının hazırlama basamakları Şekil 1' deki akım şemasında verilmiştir.



Şekil 1. UHMWPE-Al₂O₃-HAp toz karışımlarının hazırlanış akım şeması (Flow Chart of UHMWPE-Al₂O₃-HAp powder mixture preparation)

3 DENEYSEL SONUÇLAR (EXPERIMENTAL RESULTS)

3.1 Mikroyapı İncelemesi (Microscopic Observation)

3.1.1 UHMWPE/ Al₂O₃+HAp Toz Karışımlarının SEM-EDS Görüntüleri (SEM-EDS Images of UHMWPE- Al₂O₃+HAp Powder Mixtures)

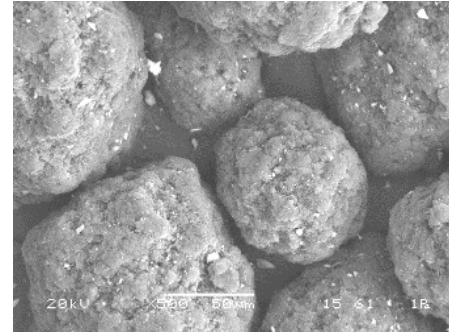
Santrifüj yöntemi ile karıştırılan UHMWPE- Al₂O₃-HAp toz karışımlarının SEM görüntüleri Şekil 2.(a-c)'de verilmiştir. SEM görüntülerinden UHMWPE tozlarının küresel şekilli olup; yaklaşık 100µm büyüklüğünde agregatlardan oluştuğu görülmektedir. Bu agregatlar yüksek büyütmede incelendiğinde beyaz renkte gözükken Al₂O₃ ve HAp tozlarının UHMWPE matris içerisinde homojen olarak dağıldığı gözlenmiştir ve UHMWPE tanelerinin mikron altı boyutta oldukları görülmüştür. Al₂O₃ taneleri küresel şekilde, daha ince boyutta ve HAp taneleri ise kompleks şekilli olup; her ikisi de polimer tanelerinin arasında homojen olarak dağılmıştır. Gri renkte gözükken kısımlar ise UHMWPE' e aittir. Ağırlıkça takviye elemanlarının miktarı arttıkça beyaz renkte gözükken bölgelerin artış gösterdiği ve homojen olarak dağıldığı mikro yapılarda ispatlanmıştır.

Toz karışımlarındaki farklı renkte gözükken bölgelerin hangi bileşenlere ait olduğunu belirlemek amacı ile SEM-EDS analizleri gerçekleştirilmiştir. UHMWPE-ağ.% 1,2 ve 3 oranlarda Al₂O₃+HAp toz karışımlarına ait SEM-EDS analizleri Şekil 3'de verilmiştir. EDS

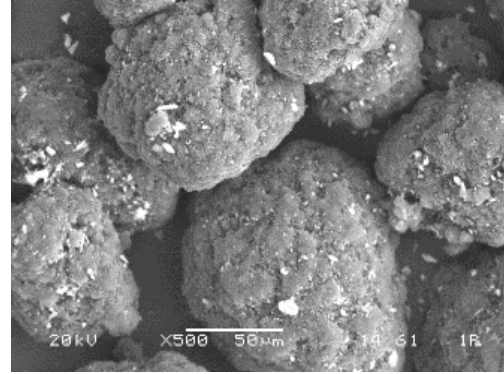
analizlerinde beyaz renkte gözükken partiküllerin Al₂O₃ ve HAp tozlarına, gri renkte gözükken bölgenin UHMWPE matrise ait olduğu tespit edilmiştir.

3.1.2 UHMWPE- Al₂O₃+HAp Kompozitlerinin Kırık Yüzey SEM İncelemesi (SEM Fracture Surface Analyses of UHMWPE- Al₂O₃+HAp Composites)

Sıcak preslenmiş UHMWPE- Al₂O₃-HAp kompozitleri içerisindeki Al₂O₃ ve HAp partiküllerinin dağılımını ve matris ile ara yüzeyini görebilmek için kompozitler sıvı azot içerisinde bekletilerek kırılmıştır ve numunelerin kırık yüzeyleri SEM ile incelenmiştir. Kompozitlerin kırık yüzey mikroyapı görüntüleri Şekil 'de verilmiştir.



a) UHMWPE-ağ.%1Al₂O₃+HAp



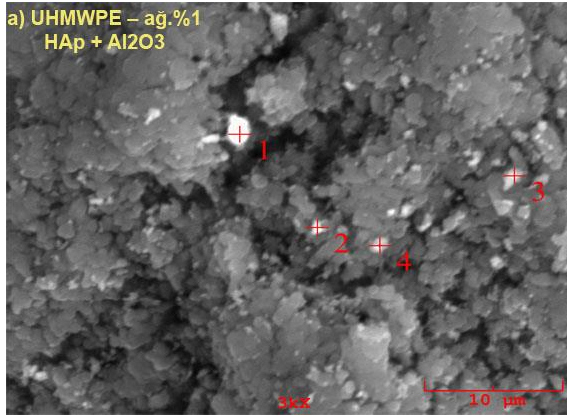
b) UHMWPE-ağ.%2 Al₂O₃+HAp



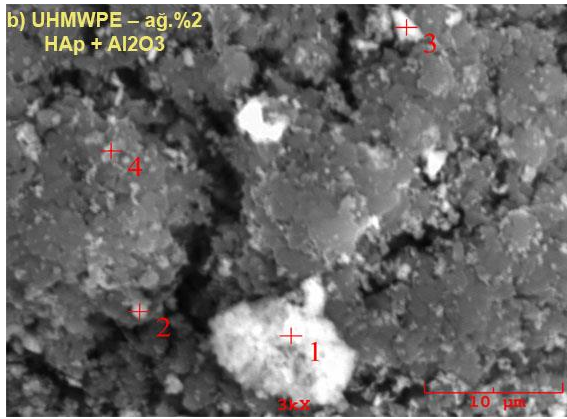
c) UHMWPE-ağ.%3 Al₂O₃+HAp

Şekil 2. UHMWPE-ağ.%1,2 ve 3 Al₂O₃+HAp toz karışımlarının SEM görüntüleri (SEM images of UHMWPE – 1.2 wt% and 3 wt% Al₂O₃+HAp powder)

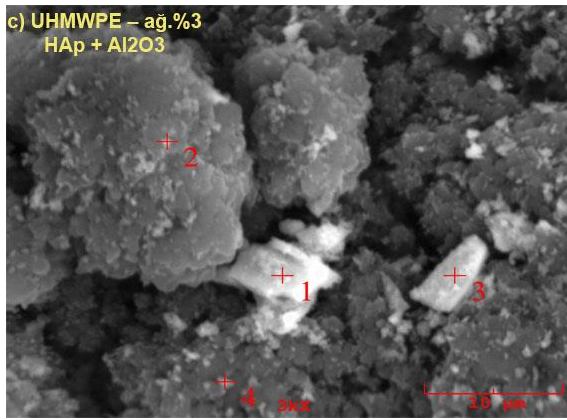
Numunelerin kırık yüzey mikroyapı incelemeleri sonucunda kırılmaların agregat tane sınırları boyunca gerçekleştiği ve gevrek karakterde olduğu gözlemlenmiştir. Beyaz renkte gözükken takviye elemanlarının UHMWPE tanelerinin içerisinde homojen olarak dağıldığı görülmektedir. Takviye bileşenleri ile matris arasında bağlanmanın çok iyi olduğu gözükmetedir. Takviye elemanları UHMWPE matris tarafından sarılmıştır. Buda UHMWPE'in mekanik özelliklerinde iyileşme sağlayacağını bir göstergesidir [34].



| ağı. % | | | | |
|--------|--------|--------|--------|--------|
| Elt | 1 | 2 | 3 | 4 |
| C | 48.210 | 54.960 | 68.685 | 52.885 |
| O | 26.489 | 28.187 | 25.441 | 32.184 |
| Al | 2.185 | 16.421 | 1.674 | 14.475 |
| P | 8.67 | 0.319 | 1.441 | 0.222 |
| Ca | 14.485 | 0.113 | 2.758 | 0.235 |



| ağı. % | | | | |
|--------|--------|--------|--------|--------|
| Elt | 1 | 2 | 3 | 4 |
| C | 12.601 | 36.856 | 29.513 | 59.301 |
| O | 46.011 | 36.834 | 29.413 | 31.816 |
| Al | 1.730 | 25.272 | 5.326 | 8.170 |
| P | 12.046 | 0.403 | 12.383 | 0.267 |
| Ca | 27.612 | 0.636 | 23.365 | 0.447 |



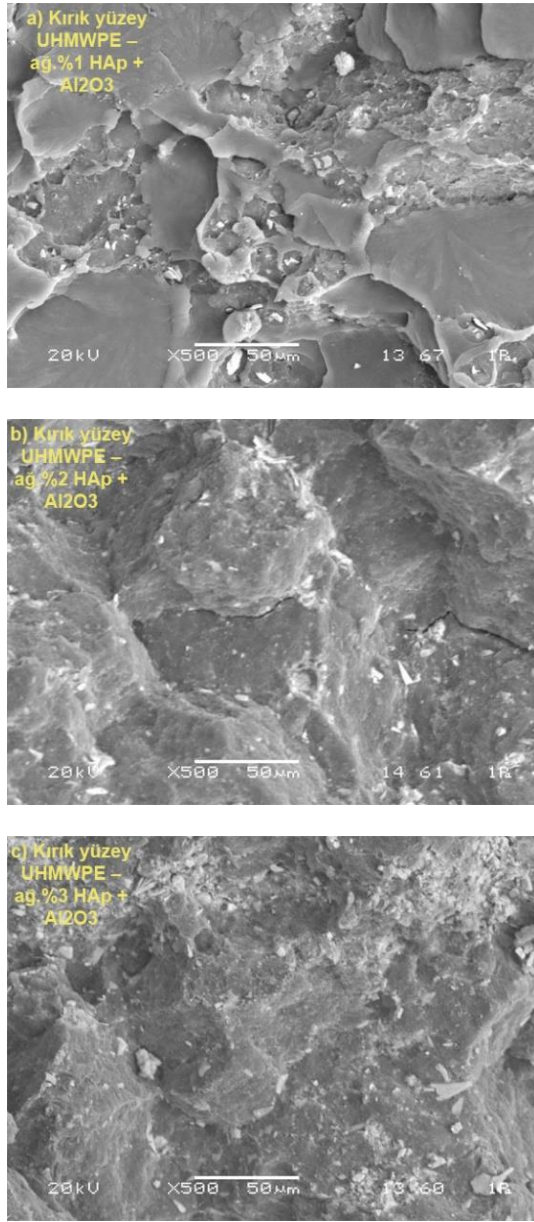
| ağı. % | | | | |
|--------|--------|--------|--------|--------|
| Elt | 1 | 2 | 3 | 4 |
| C | 24.153 | 63.240 | 68.685 | 58.902 |
| O | 34.240 | 30.063 | 25.441 | 30.393 |
| Al | 7.140 | 6.223 | 1.674 | 9.729 |
| P | 12.352 | 0.257 | 1.441 | 0.456 |
| Ca | 22.115 | 0.216 | 2.758 | 0.520 |

Şekil 3. UHMWPE – ağı.%1,2 ve 3 HAp + Al₂O₃ toz karışımlarının farklı büyütmelelerdeki SEM-EDS görüntüleri (SEM-EDS Analyses of UHMWPE – 1,2 wt% and 3 wt% HAp + Al₂O₃ powder mixtures)

Kırık yüzey incelemesi sonrası kompozit numunelerdeki amorf yapıyı kaldırıp kristalin yapıyı görmek için dağlama işlemi uygulanmıştır. Dağlama çözeltisi olarak ise H₂SO₄ ve H₃PO₄+ KMnO₄ kullanılmıştır. UHMWPE-ağı.%2Al₂O₃+HAp kompozitinin dağlama işlemi sonrası kırık yüzey SEM görüntüsü Şekil 5’ de verilmiştir. Dağlama sonrası amorf kısımlar ve zayıf bağlı Al₂O₃ ve HAp tanelerinde kısmen dökülmeler olmuştur ve geriye kristalin kısımlar kalmıştır. Şekil 5’ deki beyaz renkli buz kristallerine benzer bölgelerden gerçekleştirilen EDS analizlerinde Al₂O₃ ve HAp varlığına rastlanmıştır. Bu bölgeler, muhtemelen Al₂O₃ ve HAp tanelerinin

bulunduğu yerlerden kopmaya çalışırken, kopamayıp uzayan plastik deformasyona uğramış yerlerdir. Dağlanmış kırık yüzeylerinin yüksek büyütmedeki incelemesinde polimer matrikse ait lifli-kristalin yapı ortaya çıkmıştır (Şekil 5). Artan takviye bileşenlerinin UHMWPE zincirleri arasında bağlanmayı sağlamakta ve bu da kompozitin kristalinite değerinin artmasını sağlar. Artan kristalinite de UHMWPE kompozitinin mekanik özelliklerini artırma yönünde rol oynar. UHMWPE, tek zincirli bir moleküler yapıdır, eklenen takviye bileşenleri kompozit malzemede üç boyutlu bir ağ yapısı oluşturabilir ve

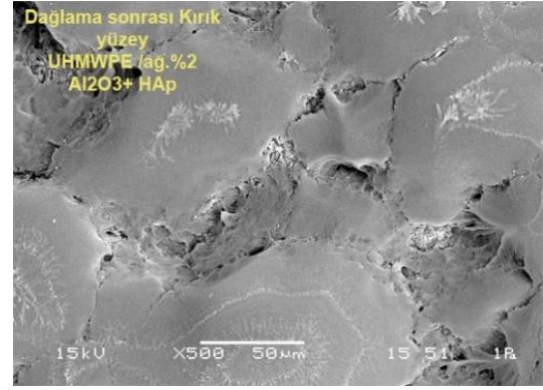
kompozit malzemenin sertliğini büyük ölçüde arttırır [35].



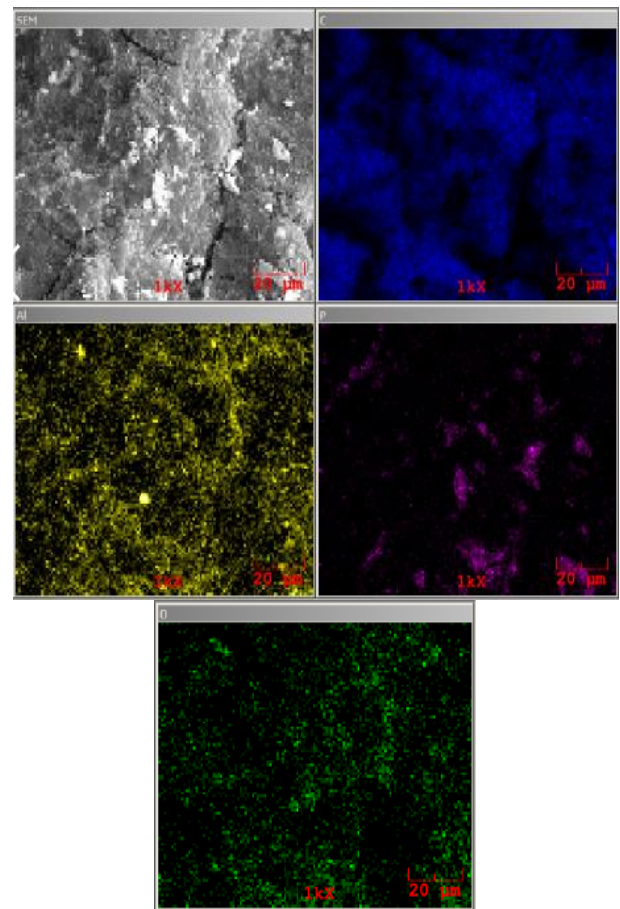
Şekil 4. UHMWPE- ağ.%1,2,3 Al₂O₃+HAp kompozitlerinin kırık yüzey SEM görüntüleri (SEM Fracture Surface Analyses of wt% 1,2,3 UHMWPE- Al₂O₃+HAp Composites)

Al₂O₃ ve HAp toz dağılımını görebilmek için SEM-EDS Map analizi yapılmıştır (Şekil 6). Analiz sonuçlarından Al₂O₃ ve HAp toz partiküllerinin matris içerisinde homojen dağıldığı görülmektedir.

EDS analizlerinde beyaz renkte gözükten partiküllerde kalsiyum(Ca), fosfor(P) ve Alüminyum (Al) tespit edilmiştir. Bu elementlerin (Ca, P, Al, O) varlığı beyaz noktaların Al₂O₃ ve HAp toz olduğunu göstermektedir.



Şekil 5. UHMWPE /ağ.%2 Al₂O₃+HAp kompozitinin dağlama sonrası kırık yüzey morfolojisi (Morphology of fracture surface UHMWPE /2wt. % Al₂O₃+HAp Composites after etching process)

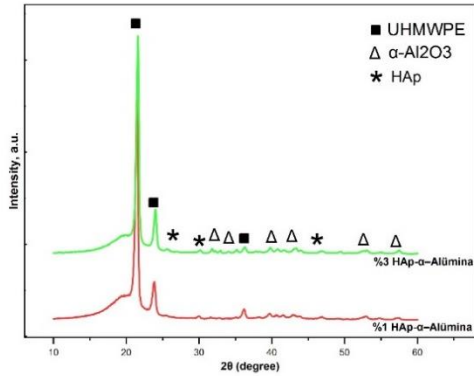


Şekil 6. UHMWPE - ağ.%3 Al₂O₃+HAp kompozit numunenin SEM-MAP analizi (SEM-Map Analysis of 3wt% Al₂O₃+HAp composites)

3.1 XRD Sonuçları (XRD Analyses)

UHMWPE/Al₂O₃-HAp kompozitlerindeki kristalin ve hakim fazları görebilmek için XRD analizi yapılmıştır. UHMWPE/Al₂O₃-HAp kompozitlerinin XRD analiz sonuçları Şekil 'de verilmiştir. Analiz sonucunda elde edilen kristalin piklerin matris fazı UHMWPE ve takviye fazı Al₂O₃ ve HAp' e ait olduğu görülmektedir. UHMWPE ait litaretürdeki mevcut kristalin piklerin

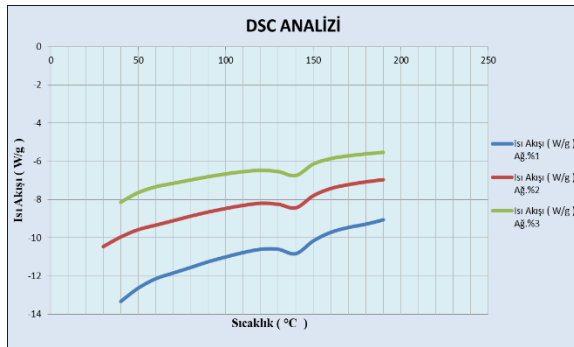
hepsi tespit edilmiştir. Takviye bileşenlerinin miktarı arttıkça bileşenlere ait pik şiddetleri artmıştır.



Şekil 7. UHMWPE/ağ.%1-3 Al₂O₃+HAp kompozit numunelerin XRD analizleri (XRD Analysis of 1-3 wt.% Al₂O₃+HAp)

3.2 DSC Analizi (DSC Analyses)

UHMWPE/Al₂O₃-HAp kompozitlerin 10°C/dk ısıtma oranında, oda sıcaklığından 200 °C'ye kadar olan DSC eğrileri Şekil 8'de verilmiştir. DSC eğrilerindeki endotermik pikler, numunenin ergime sıcaklığını (T_{erg}) vermektedir. Piklerin alanı da ergime entalpisini (ΔH) vermektedir. DSC eğrilerinden kompozitlerin ergime sıcaklığının yaklaşık 140°C olduğu görülmüştür. Artan takviye bileşenleri ile kompozit numunelerin ergime sıcaklıklarında 1-2°C'lik bir artış olmuştur. Bu artış takviye bileşenlerinin matris içerisinde çekirdekleyici görev görmesinden ve artan bağ sayısı ile birlikte kristalinitedeki artıştan kaynaklanmaktadır [27].

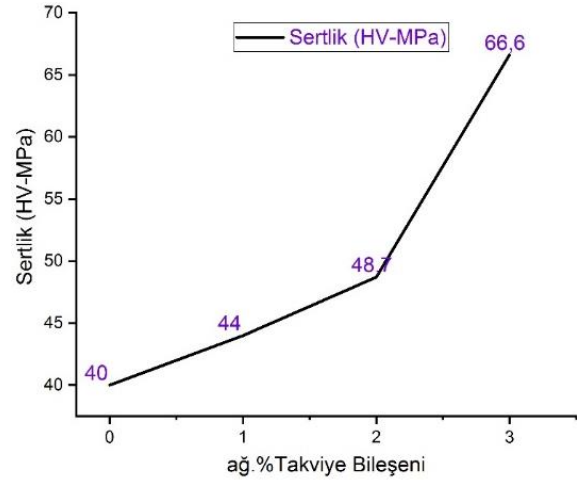


Şekil 8. UHMWPE- Al₂O₃-HAp kompozit numunelerinin DSC eğrileri (DSC curves of UHMWPE- Al₂O₃-HAp composite samples)

3.3 Sertlik Sonuçları (Hardness Results)

UHMWPE- Al₂O₃-HAp kompozit numunelerinin farklı bölgelerinden alınan Vickers sertlik ölçüm sonuçları Şekil 99 'da verilmiştir. Grafikten UHMWPE matrikse ilave edilen HAp ve Al₂O₃ miktarı ağırlıkça yüzde miktarı arttıkça sertlikte artış gözlemlenmiştir. HAp ve Al₂O₃ tanelerinin uzun Polietilen zincirleri arasında çapraz bağlanmayı sağlayarak; kompozitin kristalinitesini ve buna bağlı

olarakta sertliğini arttırmaktadır [36]–[39]. Tüm bu sonuçlar DSC analizleri ile desteklenmiştir.



Şekil 9. UHMWPE- Al₂O₃-HAp kompozit numunelerinin vickers sertlik değerleri (Hardness Values of UHMWPE- Al₂O₃-HAp)

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

UHMWPE-Al₂O₃-HAp kompozitleri sıcak presleme yöntemi ile başarılı bir şekilde üretilmiştir. Kompozit numunelerin kırık yüzey SEM incelemeleri sonucunda takviye elemanlarının UHMWPE matris içerisinde homojen olarak dağıldığı ve matris ile arayüzeylerinde iyi bir bağlanmanın olduğu görülmüştür. XRD ve SEM-EDS incelemelerinde kompozit numunelerdeki kristalin fazların ve takviye bileşenleri Al₂O₃ ve HAp' in varlığını ispatlamıştır. DSC analizlerinde 140-141°C'de elde edilen endotermik pikler kompozit numunelerin ergime sıcaklıklarına karşılık gelmektedir. Takviye bileşenleri UHMWPE matriste çekirdekleyici görevi görerek; kompozit numunelerin sertliklerinde saf UHMWPE'e kıyasla % 67 artış sağlamıştır.

ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

Gözde CELEBI EFE: Çalışmayı planlamış, deneysel çalışmaları yürütmüş, sonuçlarını analiz etmiş ve makalenin yazım işlemini gerçekleştirmiştir.

Tuba YENER: Deney sonuçlarının yorumlanması, grafik çizimi ve makale yazımı işlemlerini gerçekleştirmiştir.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] L. S. Nair and C. T. Laurencin, "Biodegradable polymers as biomaterials," *Progress in Polymer Science*, 32: 762–798, (2007).
- [2] S. Ramakrishna, J. Mayer, E. Wintermantel, and K. W. Leong, "Biomedical applications of polymer-composite materials : a review," 61, (2001).
- [3] T. Dergisi *et al.*, "Türk Ortopedi ve Travmatoloji Birliği Derneği İmplant dayanımı İmplant permanence," *TOTBİD Dergisi*, 10: 122–128, (2011).
- [4] A. Of and T. H. E. Hip, "Artificial Total Hip Replacement," 4:253–254, (1976).
- [5] S. Ghosh and S. Abanteriba, "Status of surface modification techniques for artificial hip implants," *Science and Technology of Advanced Materials*, 17: 715–735, (2016).
- [6] M. Haneef, J. F. Rahman, M. Yunus, S. Zameer, and P. T. Yezdani, "Hybrid Polymer Matrix Composites for Biomedical Applications," 3(2):970–979, (2013).
- [7] N. Analysis, M. Coating, W. Properties, H. Prosthesis, and F. E. Method, "Kalça Protezinin A şınma Özellikleri Ü zerinde Çoklu Tabakalı Kaplanması Etkilerinin Sonlu Elemanlar Metoduyla N ümerik Analizi," *Ordu University Journal of Science and Technology*, 7(2):201–214, (2017).
- [8] M. Salari, S. Mohseni Taromsari, R. Bagheri, and M. A. Faghihi Sani, "Improved wear, mechanical, and biological behavior of UHMWPE-HAp-zirconia hybrid nanocomposites with a prospective application in total hip joint replacement," *Journal of Materials Science*, 54(5): 4259–4276, (2019).
- [9] R. Khanna *et al.*, "Novel artificial hip joint: A layer of alumina on Ti-6Al-4V alloy formed by micro-arc oxidation," *Materials Science and Engineering C*, 55:393–400, (2015).
- [10] R. Simona, H. Frantisek, C. Michal, S. Lukas, and H. Branislav, "Analysis of Piezoelectric Materials for Implantable Devices," *Instrumentation of an icing wind tunnel based pn sae standarts Reinhard*, 21(1):2–7, (2013).
- [11] S. M. Kurtz and D. Ph, "The Required Mechanical Properties of Hip and Knee Components."
- [12] D. Klaffke, M. Griepentrog, U. Gross, I. Kranz, and C. Knabe, "Potential of Wear Resistant Coatings on Ti – 6Al – 4V for Artificial Hip Joint Bearing Surfaces," 264:505–517, (2008).
- [13] M. D. Ries, "Oxidized Zirconium in Total Joint Arthroplasty," 6–9, (2006).
- [14] J. L. Tipper *et al.*, "Characterisation of wear debris from UHMWPE on zirconia ceramic , metal-on-metal and alumina ceramic-on-ceramic hip prostheses generated in a physiological anatomical hip joint simulator," 250:120–128, (2001).
- [15] Q. Wang, J. Liu, and S. Ge, "Study on Biotribological Behavior of the Combined Joint of CoCrMo and UHMWPE / BHA Composite in a Hip Joint Simulator," *Journal of Bionic Engineering*, 6(4):378–386, (2009).
- [16] K. Gong *et al.*, "The mechanical and tribological properties of UHMWPE loaded ALN after mechanical activation for joint replacements," *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 61:334–344, (2016).
- [17] K. Chen, D. Zhang, X. Cui, and Q. Wang, "Preparation of ultrahigh-molecular-weight polyethylene grafted with polyvinyl alcohol hydrogel as an artificial joint," *RSC Advances*, 31(5):24215–24223, (2015).
- [18] S. Ge, X. Kang, and Y. Zhao, "One-year biodegradation study of UHMWPE as artificial joint materials : Variation of chemical structure and effect on friction and wear behavior," *Wear*, 271(9): 2354–2363, (2011).
- [19] D. T. E. T. I. K. Robert, J. Galante, and R. Presby-, "A Wear Resistant Material for Total Joint Replacement-Tissue Biocompatibility of an Ultra-High Molecular Weight (UHMW), *Polyethylene-Graphite Composite*," 8: 231–250, (1974).
- [20] S. M. Kurtz, *The UHMWPE Handbook*. Elsevier, (2004).
- [21] W. He and R. Benson, "10 Polymeric Biomaterials". Elsevier, (2011).
- [22] M. Minn and S. K. Sinha, "DLC and UHMWPE as hard / soft composite film on Si for improved tribological performance," 202:3698–3708, (2008).
- [23] A. Valenza, A. M. Visco, L. Torrisi, and N. Campo, "Characterization of ultra-high-molecular-weight polyethylene (UHMWPE) modified by ion implantation," *Polymer*, 45:1707–1715, (2004).
- [24] B.-P. Chang, H. Md. Akil, and R. Bt. Md. Nasir, "Comparative study of micro- and nano-ZnO reinforced UHMWPE composites under dry sliding wear," *Wear*, 297(1–2):1120–1127, (2013).
- [25] M. Rein, L. Vaykhansky, Q. Elsevier, and S. Limited, "A novel composite based on Ultra high-," *Composites Part B: Engineering*, 538(96): 1149–1154, (1997).
- [26] J. LIU, Y. ZHU, Q. WANG, and S. GE, "Biotribological behavior of ultra high molecular weight polyethylene composites containing bovine bone hydroxyapatite," *Journal of China University of Mining and Technology*, 18(4):606–612, (2008).
- [27] W. Pang, Z. Ni, G. Chen, G. Huang, H. Huang, and Y. Zhao, "Mechanical and thermal properties of graphene oxide/ultrahigh molecular weight polyethylene nanocomposites," *RSC Advances*, vol. 77(5):63063–63072, (2015).
- [28] T. Aoiike, D. Yokoyama, H. Uehara, T. Yamanobe, and T. Komoto, "Tribology of ultra-high molecular weight polyethylene disks molded at different temperatures," 262:742–748, (2007).
- [29] G. Guofang, Y. Huayong, and F. Xin, "Tribological Properties Of Kaolin Filled UHMWPE Composites in Unlubricated Sliding ," 256:88–94, (2004).
- [30] L. Fang, Y. Leng, and P. Gao, "Processing of Hydroxyapatite Reinforced Ultrahigh Molecular Weight Polyethylene for Biomedical Applications," 26: 3471–3478, (2005).
- [31] J. Tong, Y. Ma, and M. Jiang, "Effects of the Wollastonite Fiber Modification On The Sliding Wear Behavior of the UHMWPE Composites," 255: 734–741, (2003).
- [32] D. L. P. Macuvelle *et al.*, "Advances in ultra high molecular weight polyethylene/hydroxyapatite composites for biomedical applications: A brief review," *Materials Science and Engineering C*, 76:1248–1262,

- (2017).
- [33] G. Weedon, C. Weber Jr., and K. Harding, “NIH Public Access Author Manuscript J Mech Behav Biomed Mater. *Ultra High Molec*, 2(5): 433–443,(2008).
- [34] A. J. Nathanael, J. Hee, D. Mangalaraj, S. I. Hong, and Y. H. Rhee, “Multifunctional properties of hydroxyapatite / titania bio-nano-composites : bioactivity and antimicrobial studies,” *Powder Technology*, 228:410–415, (2012).
- [35] L. Xu *et al.*, “Preparation, tribological properties and biocompatibility of fluorinated graphene/ultrahigh molecular weight polyethylene composite materials,” *Applied Surface Science*, 370:201–208, (2016).
- [36] G. Sui, W. H. Zhong, X. Ren, X. Q. Wang, and X. P. Yang, “*Structure , Mechanical Properties and Friction Behavior of UHMWPE / HDPE / Carbon Nanofibers*,” 115:404–412, (2009).
- [37] K. Balani, V. Verma, A. Agarwal, and R. Narayan, *Biosurfaces: A materials Science and Engineering Perspective*, 1st ed. Wiley, (2014).
- [38] B. Peng Chang, H. Md Akil, R. Bt Nasir, and A. Khan, “Optimization on wear performance of UHMWPE composites using response surface methodology,” *Tribology International*. 88:252–262, (2015).
- [39] X. L. Xie, C. Y. Tang, K. Y. Y. Chan, X. C. Wu, C. P. Tsui, and C. Y. Cheung, “*Wear performance of Ultrahigh Molecular Weight Polyethylene / Quartz Composites*,” 24:1889–1896, (2003).