



T.C.
BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJESİ SONUÇ RAPORU

PROJE ADI

Biyomalzeme olarak kullanılan UHMWPE' e alternatif
UHMWPE /Yeşil Grafen Kompozitlerin üretimi,
Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi

PROJE YÜRÜTÜCÜSÜ: Dr. Öğr. Üyesi Ferda MİNDİVAN
PROJE NOSU: 2019-02.BŞEÜ.03-02

ARAŞTIRMACILAR:

1-Dr. Öğr. Üyesi Meryem GÖKTAŞ
2-Müh. Alime ÇOLAK

BAŞLAMA TARİHİ: 27-12-2019

BİTİŞ TARİHİ:26-12-2020

BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLECİK, 2020

**Biyomalzeme olarak kullanılan UHMWPE' e alternatif
UHMWPE /Yeşil Grafen Kompozitlerin üretimi,
Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi**

ÖZET

Bu çalışmada düşük yoğunluğu, yağlayıcı özelliği ve mükemmel mekanik özellikleri ile dikkat çeken grafen dolgu maddesi olarak kullanılmıştır. Kompozitlerin mikroyapısal ve tribolojik özelliklerini araştırmak için RGO dolgusunun farklı ağırlıkça (ağ.) % değerleri (0.1, 0.3, 1.0 ve 2.0 ağ.%) ilave edilerek UHMWPE kompozitleri önce sıvı faz ultrasonik karıştırma ardından sıcak pres kalıplama ile üretilmiştir. Tüm analiz sonuçları, RGO ilavesinin kompozitlerin kristal yapısını değiştirdiğini ve matriksde homojen dağıldığını, ayrıca matriks-dolgu etkileşiminin de sağlandığını göstermiştir. Ağ. %2.0 RGO ilavesi ile elde edilen kompozitin sertlik değerinde katkısız polimere göre %22.5 artış sağlanmıştır. Kompozitlerin aşınma ve sürtünme davranışları serum ve hank sıvıları ortamlarında, ileri-geri aşınma test cihazı ile karşı malzeme olarak Al_2O_3 bilye kullanılarak incelenmiştir. Ağ.%1.0 RGO içeren kompozitin serum ve hank sıvıları ortamlarında en düşük sürtünme katsayısı ve aşınma hızına sahip olduğu belirlenmiştir. Ayrıca polimer matrikse RGO ilavesi ile yorulma aşınması izlerinin tüm ortamlarda önemli derecede azaldığı belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler Biyomalzeme, İndirgenmiş grafen oksit, UHMWPE, Kompozit

Production of UHMWPE/Green Graphene Composite as an alternative to UHMWPE that used as a biomaterial, Investigation of their Mechanical and Tribological Properties

ABSTRACT

In this study, graphene with its low density, lubricating properties and excellent mechanical properties will be used as fillers. UHMWPE composites filled with different loading (0.1, 0.3, 1.0 and 2.0 wt.%) of RGO were fabricated by firstly liquid phase ultrasonic mixing and then hot press molding to investigate microstructural and tribological properties. All analysis results showed that the addition of RGO changed the crystal structure of composites and distributed in the matrix homogeneously, as well as matrix-filler interaction is provided. The hardness value of the composite obtained with the addition of 2.0% RGO increased by 22.5% compared to the unfilled polymer. The wear and friction behavior of composites were investigated in sliding against an Al₂O₃ counterface and experiments carried out in a reciprocating friction testing machine under serum and hank's solutions lubricating conditions. Composite with 1.0 wt.% RGO had the lowest friction coefficient and wear rate under serum and hank lubricating conditions. Furthermore, fatigue wear tracks were significantly reduced when RGO was added in the polymer matrix at these lubrication conditions.

Keywords Biomaterial, Reduced Graphene Oxide, UHMWPE, Composite.

İÇİNDEKİLER

| | |
|---|-----------|
| ÖZET..... | i |
| ABSTRACT..... | ii |
| ŞEKİLLER VE ÇİZELGELER DİZİNİ..... | iv |
| 1. GİRİŞ..... | 1 |
| 2. MATERYAL ve YÖNTEM..... | 5 |
| 2.1. Kullanılan Malzemeler ve GO, RGO Sentezi ve UHMWPE/RGO kompozitlerinin üretimi..... | 5 |
| 2.2. Karakterizasyon Yöntemleri..... | 7 |
| 3. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA..... | 8 |
| 3.1. XRD Analizi..... | 8 |
| 3.2. FTIR Analizi..... | 10 |
| 3.3. SEM-EDS Analizi..... | 11 |
| 3.4. Mikrosertlik Analizi..... | 13 |
| 3.5. Serum ve Hank Sıvıları Ortamlarında Yapılan Aşınma Testleri..... | 14 |
| 4. SONUÇLAR..... | 19 |
| KAYNAKLAR..... | 21 |
| EKLER..... | 25 |

ŞEKİLLER DİZİNİ

| | |
|--|----|
| Şekil 1.1. Ticari (a) kalça (b) diz protezi | 1 |
| Şekil 1.2. Tek tabakalı grafenin yapısı. | 2 |
| Şekil 1.3. Grafitin oksidasyonu ve indirgenmesi | 4 |
| Şekil 2.1. Sentezlenen RGO..... | 6 |
| Şekil 3.1. GF, GO ve RGO tozlarına ait XRD difraktogramı..... | 8 |
| Şekil 3.2. UHMWPE ve kompozitlerin XRD difraktogramı..... | 9 |
| Şekil 3.3. UHMWPE ve kompozitlerin FTIR spektrumu..... | 10 |
| Şekil 3.4. Kompozitlere ait EDS elementel haritalama analizi..... | 11 |
| Şekil 3.5. UHMWPE ve kompozitlerin asitle muamele edildikten sonra yüzeylerden alınan OM görüntüleri..... | 12 |
| Şekil 3.6. UHMWPE ve kompozitlerin Serum ve Hank sıvıları ortamlarında aşınma testi sonrası elde edilen sürtünme katsayısı değişimi..... | 15 |
| Şekil 3.7. UHMWPE ve kompozitlerin Serum ve Hank sıvıları ortamlarında aşınma testi sonrası elde edilen aşınma hızı değişimi | 15 |
| Şekil 3.8. KatkıSIZ UHMWPE ve kompozitlerin serum sıvısı ortamında aşınma testi sonrası SEM yüzey görüntüleri..... | 16 |
| Şekil 3.9. KatkıSIZ UHMWPE ve kompozitlerin Hank sıvısı ortamında aşınma testi sonrası SEM yüzey görüntüleri..... | 18 |

ÇİZELGELER DİZİNİ

| | |
|---|----|
| Çizelge 2.1. Kompozitlerin ağırlıkça RGO yüzdeleri ve kodları..... | 6 |
| Çizelge 3.1. UHMWPE ve kompozitlere ait mikrosertlik değerleri..... | 13 |

1. GİRİŞ

İyi bir mühendislik plastiği olan UHMWPE, tıp, kimyasal işlemlerin gerçekleştirildiği endüstriyel alanlar, yiyecek ve paketlenme endüstrisi, kâğıt, tekstil ve nakliyat gibi birçok alanda farklı amaçlar için kullanılmaktadır [1]. Örneğin bir kalça protezinde UHMWPE esaslı kap metalik kap (acetabular) içerisine yerleştirildikten sonra metalik implant gövde ile metalik kafa kısmı kemiğe monte edilmektedir (Şekil 1.1a). Metalik kafa kısmı içerisinde hareket eden UHMWPE esaslı acetabular kap sürtünme ile metal protez yüzeyinde çiziklerin oluşmasına yol açmaktadır. Benzer olarak diz protezinde femur kısmı CoCr alaşımı ile sabitlenirken tibia kemiğinin üstü ise bir metal tepsi ile birlikte yatak görevi gören UHMWPE ile tutturulmuştur. Genellikle diz kapağının altında UHMWPE esastır (Şekil 1.1b).

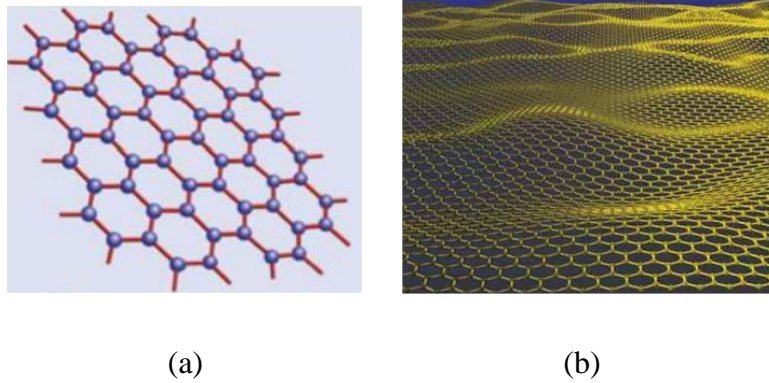


Şekil 1.1. Ticari (a) kalça

(b) diz protezi.

UHMWPE' in düşük yüzey sertliği ve zayıf aşınma direnci nedeniyle mekanik ve tribolojik özelliklerini iyileştirmek için birçok yöntem kullanılmaktadır. Gama ışınlama, peroksit veya ısı muamelesi yöntemleri ile elde edilmiş çapraz bağlı UHMWPE, çapraz bağlı olmayan UHMWPE' e göre aşınma direncinin büyük ölçüde arttığı tespit edilmiştir [2]. Buna rağmen bazı çalışmalarda çapraz bağlı UHMWPE' in süneklik ve yorulma dayanımı gibi mekanik özelliklerin olumsuz etkilendiği belirlenmiştir [3-4]. UHMWPE' in aşınma ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesinde kullanılan diğer bir

yöntem ise; kuartz [5], kaolin [6], zirkonyum partikülleri [7] ve karbon nanotüp [8-9] gibi dolgu elemanlarının kullanılmasıdır. Ancak yüksek miktarlarda inorganik partiküllerin ilavesi, karbon nanotüplerin yüksek maliyeti ve kompozitlerin tatmin edici olmayan performansları, bu yöntemle elde edilen kompozitlerin kullanımını oldukça sınırlamaktadır. Bal petegi şeklindeki altıgen örgülü ve iki boyutlu kristal yapıda olan grafen (Şekil 1.2a), düşük maliyeti, üretimindeki kolaylıklar, mükemmel mekanik [10] ve elektrik özellikleri [11-12] sayesinde kompozit uygulamalarında dolgu elemanı olarak dikkatleri üzerine toplamıştır. Grafen kimyasal olarak çok reaktif olmadığından kararlı bir malzeme olup, aynı zamanda iyi bir iletkenidir. Sıcaklıktan bağımsız olarak yüksek yük mobilitesi ($15000\text{cm}^2/\text{Vs}$) ve şeffaflığı yüksek olan grafen elmas kadar sert ve yüksek elastisite modülüne sahiptir ve tek bir tabaka grafen için hacimsel modül 34 GPa 'dır. Kendi içinde dalgalı yapıya sahip olan bu yapıya literatürde "muare" denilmektedir (Şekil 1.2b). Bu yapı, grafene esneklik sağlayarak mekanik özellikleri olumlu yönde etkilemektedir. Grafen kanser tedavileri, ilaç taşıyıcı sistemlerde, biyosensör araştırmalarında ve biyolojik görüntülemeler gibi medikal uygulamalarda oldukça iyi performans göstermektedir [13].

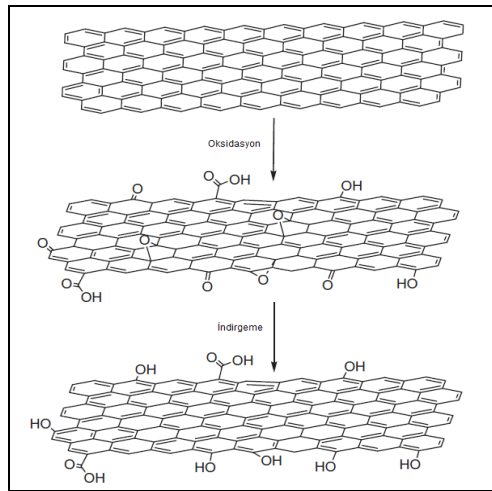


Şekil 1.2. Tek tabakalı grafenin yapısı [14-15].

Bu olumlu özelliklere rağmen grafen, hidrofobik olup polimer matrikste iyi dağılmaz, polimer kompozitlerde faz ayrımı oluşturma ve geri dönüşümsüz bir şekilde topaklanma eğilimi göstermektedir [16]. Ayrıca endüstriyel uygulamalar için dolgu elemanını oldukça fazla üretmek gerekmektedir. Bu sebeplerden dolayı grafenden seri olarak homojen kompozit üretmek güçleşmektedir [17]. Bu zorlukların üstesinden gelebilmek için birkaç grafen üretim yöntemi bulunmaktadır. Bunlar; mikro mekanik olarak yüksek

derecede yönlendirilmiş pirolitik grafit (Highly Oriented Pyrolytic Graphite-HOPG) tabakasının izolasyonu, SiC bileşiğinin yüksek sıcaklıkta bozunması, yüksek vakumda tek kristal üzerine epitaksiyel büyütme ve metal altlık üzerine kimyasal buhar çöktürme gibi fiziksel yöntemlerle üretilen grafen yüksek kalitede olmasına rağmen, bahsedilen tüm yöntemler oldukça masraflıdır. Bu yöntemlerin yanı sıra aşağıdan yukarı organik sentez yoluyla polimerik sentez ve yukarıdan aşağıya sentez yoluyla yükseltgenme-indirgenme reaksiyonu gibi grafen üretimi için çeşitli kimyasal yöntemler de sıralanabilir. Yukarıdan aşağıya sentez yoluyla yükseltgenme-indirgenme reaksiyonu, kısaca Hummers metodu olarak bilinen bu teknik, kolay prosedürü ve az maliyetli oluşu nedeniyle en çok dikkat çeken, endüstriyel üretim içinde polimer kompozitler için gereken toplu miktarlarda grafen üretimi için olası bir yol olarak da kabul gören ve en çok kullanılan yöntemdir [18]. Bu yöntemle önce grafit tozunun oksidasyonu (karbon atomlarına karboksilik asit, epoksi ve alkol grupları bağlanması) ile grafen oksit sentezleme ve ardından indirgeme adımlarıyla grafen elde edilmektedir (Şekil 3). İndirgeme işleminde çoğunlukla güçlü bir indirgeyici madde olan hidrazin hidrat kullanılmaktadır. Hidrazin hidrat oldukça toksik ve tehlikeli derecede kararsız bir maddedir, özellikle polimerlerin π - π sistemlerine oldukça zarar veren güçlü bir indirgeyicidir [19]. Hidrazin hidratın yanında dimetil hidrazin, hidrokinon ve sodyum bor hidrür gibi yine oldukça toksik kimyasallar da aynı amaçla kullanılmaktadır. Özellikle indirgeme işlemi için kullanılan bu kimyasalların son ürün üzerinde eser miktarda kalması bile, biyolojik kullanımlarını büyük riske atmaktadır. Bu yüzden gerçekleştirilmesi düşünülen bu projede GO' nun geri dönüşümsüz şekilde topaklanma eğilimini önlemek ve yukarıda bahsedilen dezavantajlardan kurtulmak için doğal bir çözüm aranmış ve literatürde bu amaçla kullanılan malzemelerden biri indirgeme elemanı olarak seçilmiştir. Son yıllarda, aromatik olmayan amino asitler [20], doğal ürünlerin yaprak özleri [21], etilen glikol [19], sodyum karbonat [18], askorbik asit (C vitamini) [22], şeker [23], yeşil çay [24] v.b. gibi toksik olmayan veya doğal ürünler GO' nun indirgenmesi için çevre dostu yaklaşımlar sunmaktadır [25]. Bu çalışmada GO' nun indirgenmesinde sıklıkla kullanılan hidrazin hidratın yerine C vitamininin kullanımını biyomalzeme alanında yaygınlaştırmak amaçlanmıştır. Çünkü C vitamininin ortamda fazla kalmış olduğu düşünüldüğünde dahi vücuda hiçbir zararı olmayacağı bilinmektedir. Bu işlem ile GO üzerinde bulunan fonksiyonel grupları

indirgemekte, sadece grafen tabakasının kenarlarında bulunan karboksilik asit ve alkol türevlerini tutmaktadır. Şekil 1.3’de görüldüğü gibi bu gruplar kolay kıvrılan ve dönen yapının düzlemde sabit kalmasını kolaylaştırmakta, ayrıca bu fonksiyonel gruplar karbon atomuna göre daha büyük gruplar olduğundan (-COOH ve -OH) grafen tabakaları arasındaki mesafeyi açıp (20-40 μm) tabakaların birbirlerinden ayrılmasını kolaylaştırmaktadır [26]. İndirgenmiş grafen oksit in bazı polar çözücüler içinde dağıtılabilmesi ve polimer matris ile güçlü bir etkileşim sağlaması gibi olumlu özelliklere sahip olmasından dolayı kompozit üretimi için uygun bir dolgu elemanı olduğu rapor edilmiştir [27]. Son zamanlarda, çeşitli polimerler içine katılan GO veya grafen nano dolguların iletkenlik ve mekanik özellikleri olağanüstü geliştirdiği rapor edilmiştir [28-30], daha yakın zamanlarda GO ve grafenin mükemmel biyo uyumluluk sergilediği de kanıtlanmıştır [31-33]. Ancak grafen türevlerinden biri olan RGO için bu anlamda literatürde eksikler mevcuttur. Grafen türevleri içerisinde dolgu maddesi olarak çeşitli polimerlerle en çok kullanılan GO olmuştur. UHMWPE ile GO kompozitleri hakkında ise yapılan taramada bir kaç yayına rastlanmıştır, [34-36] ancak biyomalzeme olarak sıklıkla kullanılan UHMWPE ile C vitamini ile sentezlenmiş RGO kullanılarak üretilen kompozit hakkında yapılan literatür taraması sonrasında herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Yalnızca C vitamini ile indirgenen RGO’ nun yapısal ve elektrik özellikleri incelenmiş, sonuç olarak indirgenmenin başarılı şekilde gerçekleştiği ve C vitamininin yalnızca C, H ve O’ den oluşmuş olmasının en avantajlı yönünün ortama yabancı bir atom ilave edilmemesi olduğu rapor edilmiştir [22].



Şekil 1.3. Grafitin oksidasyonu ve indirgenmesi [26].

2. MATERYAL ve YÖNTEM

2.1. Kullanılan Malzemeler ve GO, RGO Sentezi ve UHMWPE/RGO kompozitlerinin üretimi

Bu çalışma kompozit üretimi için kullanılan polimer matriks UHMWPE' dir. UHMWPE (429015-250G), Sigma-Aldrich firmasından temin edilmiştir. Dolgu maddesi olarak kullanılan RGO'nun sentezi için ilk aşamada GF tozundan modifiye Hummers metoduyla GO sentezlenmiştir. GO sentezi için kullanılan kimyasallar, GF (45 µm), sülfürik asit (H₂SO₄-%98), potasyum permanganat (KMnO₄), %30'luk hidrojen peroksit (H₂O₂), hidroklorik asit (HCl) Merck firmasından temin edilmiştir. RGO sentezi için kullanılan C vitamini (L(+)-Ascorbic acid, ACS) Acros Organics firmasından temin edilmiştir. İndirgenme reaksiyonunda ortamın pH ayarı için Merck firmasından satın alınan amonyak çözeltisi (NH₃-%28-30) kullanılmıştır. Kompozit tozu üretimi için kullanılan etanol (C₂H₅OH) Merck firmasından satın alınarak kullanılmıştır. Grafit tozundan GO sentezi aşağıda verilmiştir;

1 g GF 69 mL sülfürik asit (H₂SO₄) ile 30 dakika buz banyosunda karıştırıldıktan sonra 8 g potasyum permanganat (KMnO₄) yavaşça ilave edilmiştir. Karışım buz banyosunda ve ultrasonik banyoda sırayla 15'er dk. karıştırılmıştır. Daha sonra buz banyosu uzaklaştırılarak, 35°C'de yağ banyosunda başlangıçtaki siyah rengi kahverengi oluncaya kadar yaklaşık 12 saat karıştırılmaya devam edilmiştir. Karışımın rengini değişime uğratmadan yavaşça saf su ilave edilip ve 2 saat şiddetli karıştırılmıştır. 2 saat sonunda reaksiyona 12 ml %30'luk hidrojen peroksit (H₂O₂) eklendiğinde karışım GO'nun başarılı bir şekilde sentezlendiğini kanıtlayan altın sarısı renge dönüşmüştür. Karışım süzölmüş ve metal iyonlarının uzaklaştırılması için %3'lük hidroklorik asit (HCl) ve saf su ile birkaç kez yıkanmıştır [37-38]. Elde edilen GO örnekleri 65°C'de etüvde 12 saat kurutulmuştur.

Sentezlenen GO' dan RGO sentezi aşağıda verilmiştir;

İndirgenme işlemi için Hummers metodu ile sentezlenen 0.5 g GO örnekleri 100 ml saf suda ultrasonik banyoda 30 dk. bekletilmiştir. Elde edilen süspansiyonun pH' ısı amonyak ile 10.00'a ayarlandıktan sonra 0.5 gr. C vitamini eklenerek 15 dk. ultrasonik banyoda bekletildikten sonra 95°C'de geri soğutucu altında 16 saat karıştırılmıştır.

Karışım süzülüp, elde edilen siyah renkli toz (Şekil 3.1) saf su ile birkaç kez yıkanmıştır.



Şekil 2.1. Sentezlenen RGO.

UHMWPE/RGO kompozitlerinin üretimi aşağıda verilmiştir;

C vitamini ile indirgenerek hazırlanan RGO 30 dk. etil alkol içerisinde ultrasonik banyoda grafen tabakalarının birbirinden ayrılması için bekletilmiştir. UHMWPE tozu da ayrı bir beherde yine etil alkol içerisinde 30 dk. manyetik karıştırıcıda bekletilmiştir. Her iki süspansiyon (UHMWPE ve RGO) aynı beher içerisinde karıştırılarak 1 saat ultrasonik banyoda bekletildikten sonra etil alkolün tamamen uzaklaştırılması için 60-70°C’de bir yağ banyosunda tutulmuştur. Üretilen kompozit tozları bir etüvde 60°C’de kurutulmuştur. Katkısız polimer ve kompozit tozları 180°C’de 10 MPa basınç altında 30 dk. preslenmiştir. Dolgu maddesi olarak kullanılan RGO’nun UHMWPE matriksine farklı ağırlıkça değerlerinde (0.1, 0.3, 1.0 ve 2.0) ilave edilerek hazırlanan kompozitler ve kodları aşağıda Çizelge 2.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 2.1. Kompozitlerin ağırlıkça RGO yüzdeleri ve kodları.

| Örnekler | Ağ. % RGO içeriği |
|----------------|-------------------|
| UHMWPE | ----- |
| UHMWPE/RGO-0.1 | 0.1 |
| UHMWPE/RGO-0.3 | 0.3 |
| UHMWPE/RGO-1 | 1.0 |
| UHMWPE/RGO-2 | 2.0 |

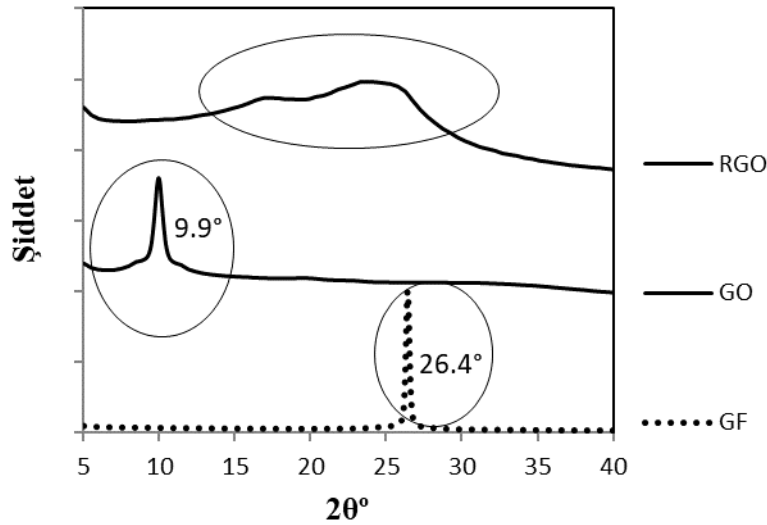
2.2. Karakterizasyon Yöntemleri

GO, RGO ve UHMWPE/RGO kompozitlerin XRD difraktogramları Cu K α (λ :1,5404) radyasyon kaynaklı PAN analytical, Empyrean marka cihaz kullanılarak alınmıştır. Difraktogramlar $2\theta^\circ=5-35^\circ$ tarama aralığında ve $2^\circ/\text{dk.}$ 'lık tarama hızında elde edilmiştir. Aynı örneklerin FTIR spektrumları $400-4000\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında katı madde ataçmanına yerleştirilerek Pelkin-Elmer Spectrum-One cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Örnekler SEM analizi için altın/paladyum karışımı ile kaplandıktan sonra Supra 40VP, Zeiss cihazı ile incelenmiştir. Ayrıca dolgunun matrikste dağılımının homojen olup olmadığını kontrol etmek için EDS analizi yapılmıştır. Mikrosertlik deneyleri, polimer matrikse ilave edilen grafen miktarının kompozitlerin sertlik değerlerine etkisini belirlemek için Shimadzu marka ölçüm cihazı kullanılarak 0.025 kg yük altında yapılmıştır. Her numune üzerinden on ölçüm alınmış ve aritmetik ortalamaları numunenin mikrosertlik değeri olarak ifade edilmiş ve standart sapmalar hesaplanmıştır. Aşınma deneyleri, ileri geri hareketli aşınma cihazında serum ve hank sıvısı ortamlarında gerçekleştirilmiştir. Deneylerde karşı malzeme olarak 10 mm çapında Al_2O_3 bilye kullanılmıştır. Deneyler, 12 mm genlik (aşınma izinin uzunluğu), 0.017 m/s kayma hızında, 500 g yük altında ve toplam kayma mesafesi 50 m olacak şekilde yapılmıştır. Örneklerin aşınma direncini belirlemek amacıyla, deney sırasında yüzeyde oluşan aşınma izinin derinliği ve genişliği profilometre (SJ400) yardımı ile ölçülmüştür.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.1. XRD Analizi

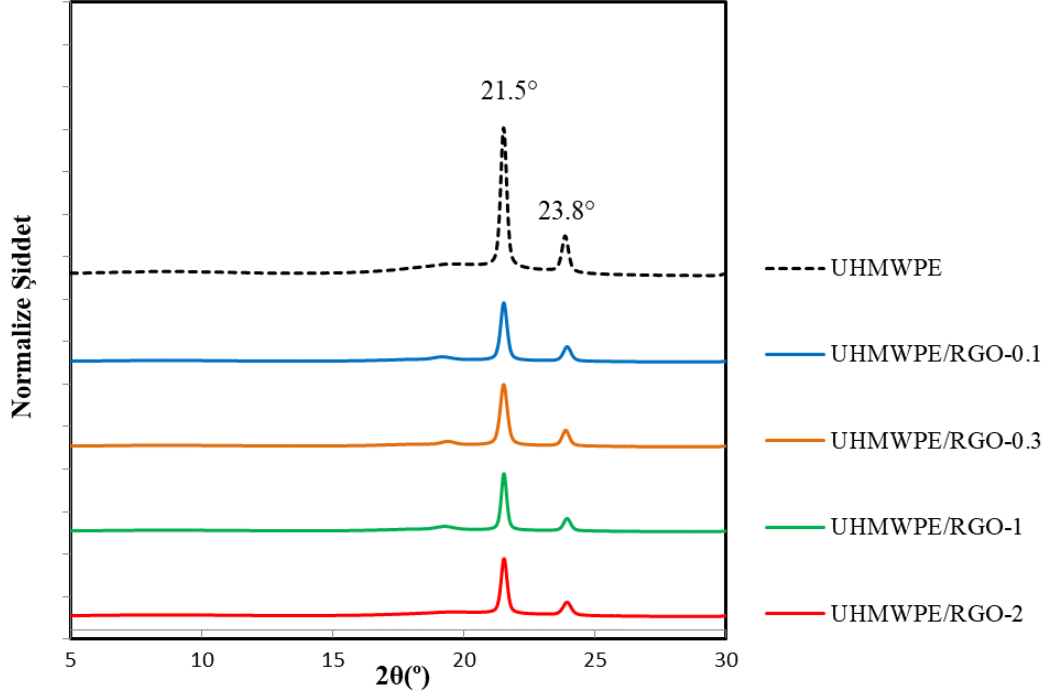
Aşağıda Şekil 3.1’de GF, GO ve RGO’ nun XRD difraktogramı verilmiştir. GF’ nin XRD difraktogramında $2\theta=26.4^\circ$ ’de görülen keskin pik GF’ nin kristal yapısını temsil eden karakteristik pik olarak bilinmektedir [19]. GF’ nin oksidasyonu ile elde edilen GO ise Şekil 3.1’de görüldüğü gibi 9.9° ’ de kuvvetli bir difraksiyon piki vermiştir. Yine aynı analiz sonuçlarından GF’ nin tabakalar arası mesafesi 0.33 nm iken GO’ nun tabakalar arası mesafesi 0.88 nm olarak görülmüştür. Oksidasyon reaksiyonundan sonra pikin sola kayması ve tabakalar arası mesafenin artması oksijen içeren fonksiyonel grupların başarılı bir şekilde bağlandığını göstermektedir [39]. RGO’ nun XRD difraktogramında ise GO’ yu tanımlayan difraksiyon piki tamamen ortadan kaybolmuştur. Bu durum açıkça indirgeme reaksiyonlarının başarı ile gerçekleştiğini göstermektedir [40].



Şekil 3.1. GF, GO ve RGO tozlarına ait XRD difraktogramı

UHMWPE ve UHMWPE/RGO kompozitlerinin XRD difraktogramları Şekil 3.2’de verilmiştir. Şekil 3.2’ de görüldüğü gibi UHMWPE’ nin orthorombik yapısını yansıtan $2\theta=21,5$ derecede (110) ve $2\theta=23,8$ derecede (200) düzlemlerine ait pikler katkısız polimer için belirlenmiştir [41]. Tüm kompozit örneklerinin ise hemen hemen aynı derece ve düzlemlerde görülen piklerin şiddetinin büyük ölçüde azaldığı görülmüştür.

Bu sonuç matriksin kristal yapısının modifiye olmasına atfedilmektedir [42]. Ayrıca kompozitlerin kristal pikleri dışında başka bir pikin difraktogramda görülmemesi RGO'nun matriksde homojen şekilde dağıldığını göstermiştir [43]. Sonuç olarak bu çalışmada RGO ilavesinin polimerin kristal yapısını değiştirdiği ve difraktogramda ilave bir pikin gözlenmemiş olması da dolgunun matriksde homojen dağıldığını göstermiştir.

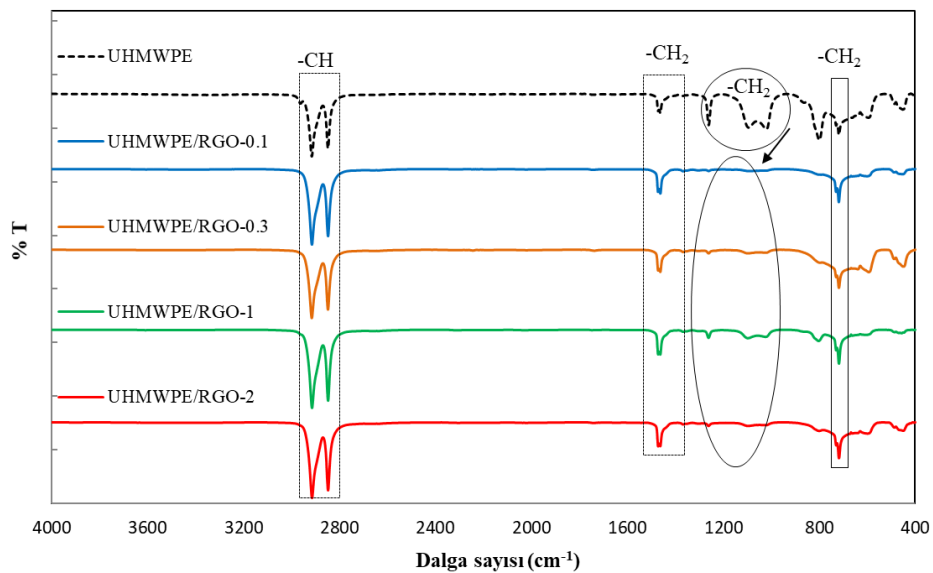


Şekil 3.2. UHMWPE ve kompozitlerin XRD difraktogramı.

3.2. FTIR Analizi

UHMWPE ve UHMWPE/RGO kompozit örneklerinin FTIR spektrumu Şekil 4.3'de verilmiştir. UHMWPE' nin FTIR spektrumunda 2915-2848 cm^{-1} dalga sayısında gözlenen iki keskin pik CH gerilim titreşimine aittir [44]. 1463 cm^{-1} ve 718 cm^{-1} dalga sayılarında görülen CH_2 eğilme ve sallanma titreşimlerine atfedilmektedir [45-46].

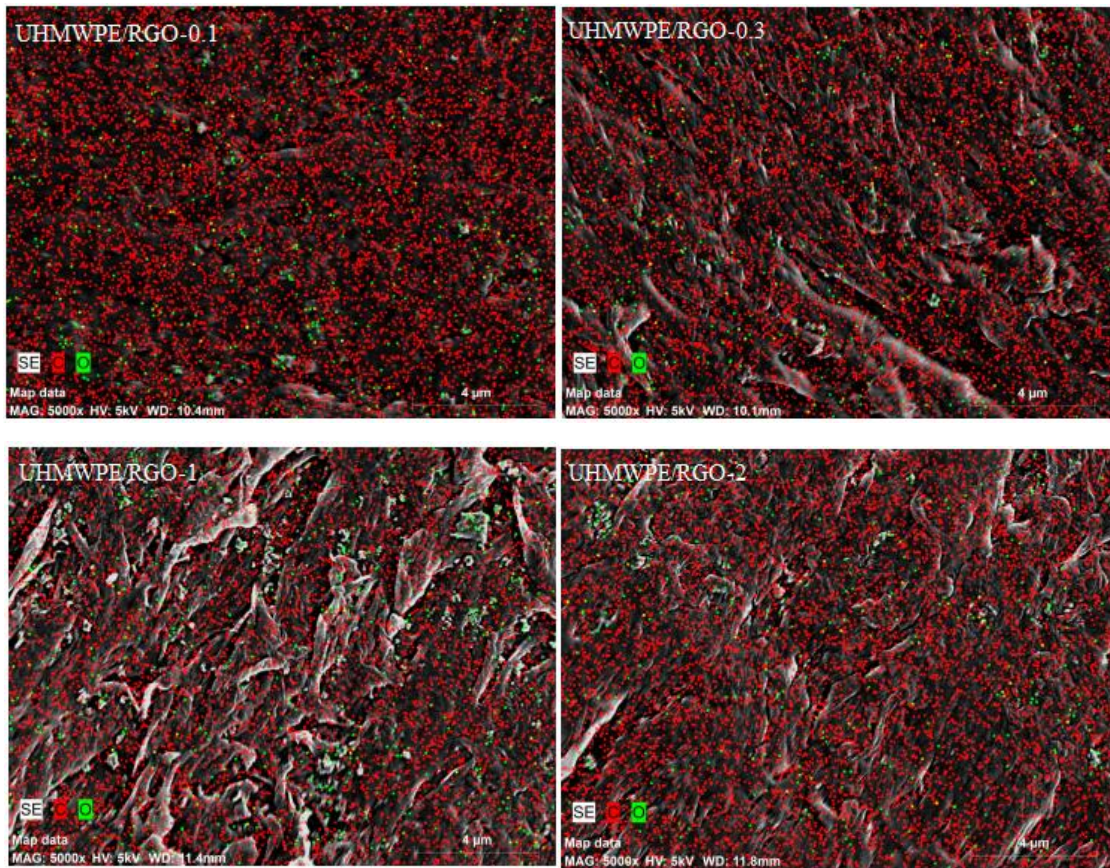
Şekil 4.3'de görüldüğü gibi ağırlıkça %0.3 RGO ilavesi ile elde edilen kompozitin tüm titreşim pikleri hem katkısız polimer hem de diğer kompozitlerle karşılaştırıldığında şiddetlerinin azaldığı görülmüştür. Titreşim piklerinin şiddetindeki azalma mevcut yapıdaki bağların bozulup yeni bağların oluşmasına ve matriks-dolgu arasındaki etkileşimlere bağlı olarak polimer zincirlerinin hareketliliğini etkilemesine atfedilmektedir [47]. Ağırlıkça %0.1 RGO içeriğinde, katkısız polimerde 1261.25 cm^{-1} dalga sayısında CH_2 bükülme titreşimine ait pikin tamamen kaybolması, %0.3, %1.0 ve %2.0 RGO ilavesinde ise pik şiddetlerinin ciddi şekilde azalması RGO' nun CH_2 grubunun bükülme titreşimini önemli ölçüde etkilediğini göstermiştir. Ağırlıkça % 0.1, % 1.0 ve % 2.0 RGO ilavesi ile üretilen kompozitlerde 2962.84-2848.69 cm^{-1} , 1463.04 cm^{-1} ve 718.47 cm^{-1} dalga sayılarına ait fonksiyonel gruplara denk gelen piklerin şiddetlerinde artış gözlenmiştir. Bu durum yapıya farklı miktarlarda RGO ilavesinin UHMWPE' nin moleküler yapısı ile dolgu arasındaki etkileşime atfedilmiştir [48].



Şekil 3.3. UHMWPE ve kompozitlerin FTIR spektrumu

3.3. SEM-EDS Analizi

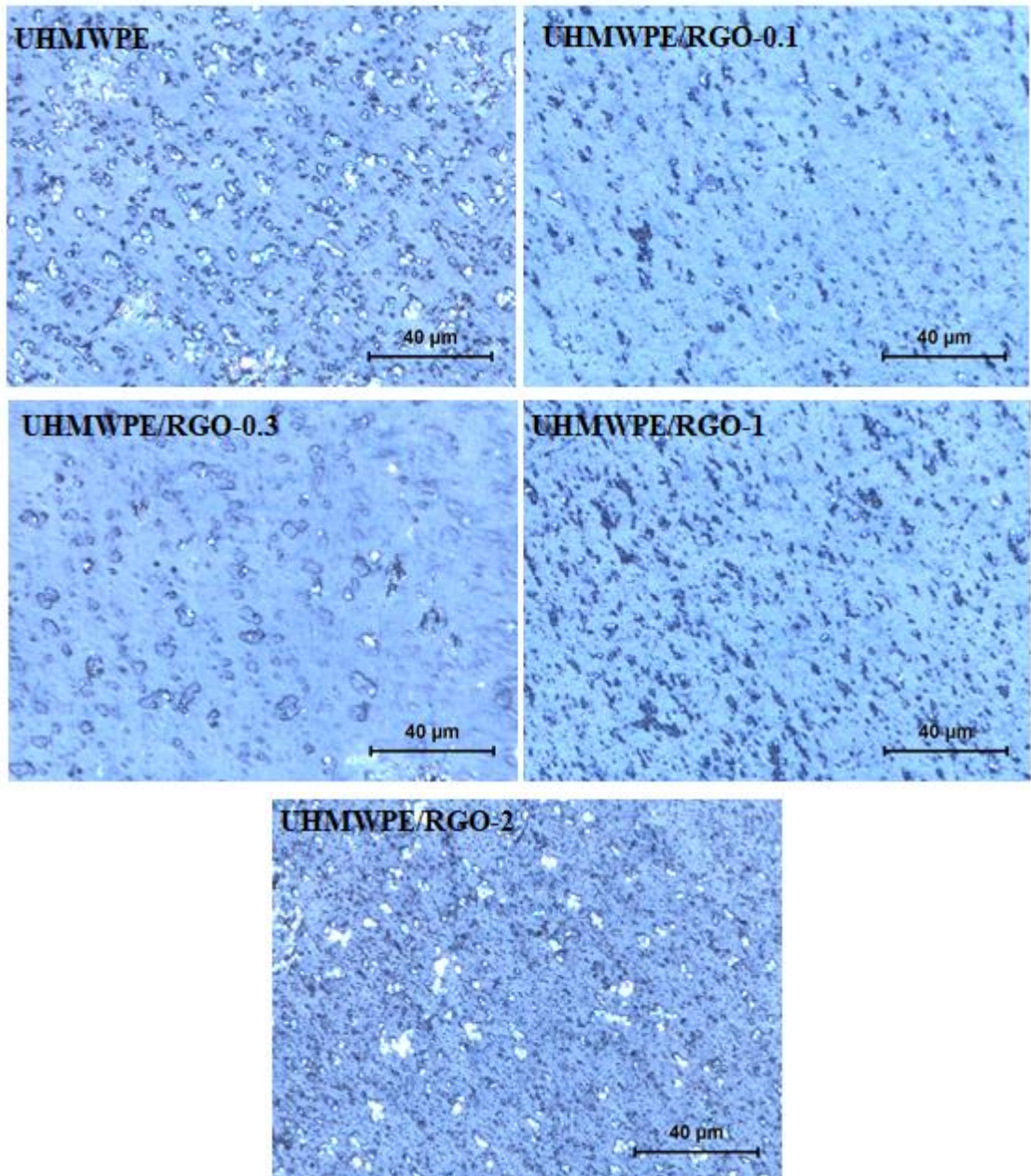
Oksijen içeren RGO' nun polimer matrikste dağılımının ayırt edilmesi için EDS haritalama analizi sonucunu Şekil 3.4'de gösterilmiştir. Şekil 3.4'de yeşil renk ile gösterilen görüntü oksijen elementinin tüm RGO içeriklerinde matrikste homojen dağıldığını göstermiştir. Bu sonuçlar XRD analizinde grafene ait bir pikin görülmemesinin, grafenin matrikste homojen dağılımını gösteren sonuçlar ile de uyumludur.



Şekil 3.4. Kompozitlere ait EDS elementel haritalama analizi

Ayrıca kristal yapı hakkında bilgi edinmek için UHMWPE ve kompozitlerin yüzeyleri %7' lik potasyum permanganat/konsantre sülfürik asit çözeltisi ile 60 dk. süre ile muamele edildikten sonra OM ile yüzey görüntüleri incelenmiş ve Şekil 3.5' de verilmiştir. Kristal bölgeler Şekil 3.5'de katkısız UHMWPE' nin asit ile muamele edilmiş yüzey görüntüsünde koyu izler şeklinde görünmektedir. Park vd. [49], OM kullanarak bir polimer matris içinde dolgu malzemesinin dispersiyonu için benzer bir

görüntü rapor etmiştir. UHMWPE/RGO-1 kompozitinin yüzey morfolojisi (Şekil 3.4) ve asit ile muamele edilmiş yüzey görüntüsü (Şekil 3.5), heterojen çekirdeklenme bölgeleri ile düzensiz bir yapı sergilemiştir. Ayrıca, UHMWPE/RGO-1 kompozitinin asit ile muamele edilmiş yüzey görüntüsü, Şekil 3.5'de görüldüğü gibi diğer kompozitlere göre çok daha fazla karanlık izler içermektedir. Bu yüzey görüntüsü, ağırlıkça %1.0 RGO içeren kompozitin yoğun kristal yapısına atfedilmiştir. UHMWPE/RGO-0.1 ve UHMWPE/RGO-0.3 kompozitlerin OM görüntülerinde az ve çok daha küçük izler göze çarpmaktadır. UHMWPE / RGO-2 kompozitinin asit ile muamele edilmiş yüzey görüntüsü, diğer kompozitlere ve katkısız UHMWPE'ye göre çok daha sık, ancak küçük karanlık izler sunmuştur. Bu sonuçlar, XRD analizinde RGO ilavesinin polimerin kristal yapısını değiştirdiği sonucunu desteklemektedir.



Şekil 3.5. UHMWPE ve kompozitlerin asitle muamele edildikten sonra yüzeylerden alınan OM görüntüleri

3.4. Mikrosertlik Analizi

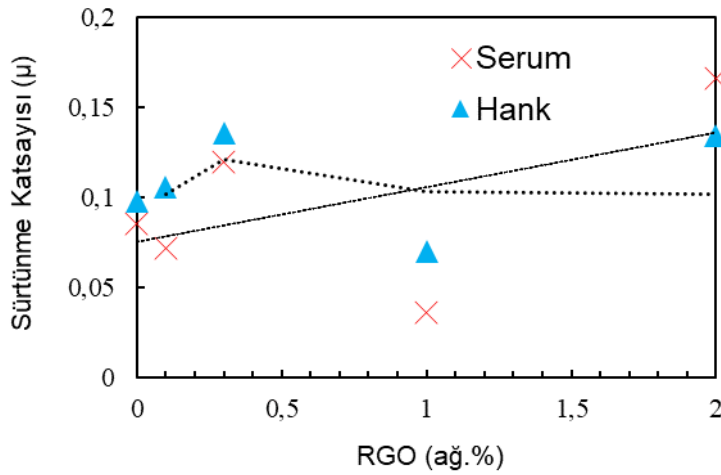
UHMWPE ve kompozitlerin mikrosertlik değerleri Çizelge 3.1’de gösterilmiştir. RGO ilavesi arttıkça kompozitlerin sertlik değerleri de Çizelge 3.1’den görüldüğü gibi artmıştır. Ağ.% 2.0 RGO ilavesinde katkısız polimere göre sertlik değerinde %22.5 artış sağlanmıştır. Grafenin matrikste homojen dağılımı sayesinde, matriksin yük taşıma ve yükü transfer etme kapasitesini artırması batıcı uca karşı gösterilen direnci yani sertlik değerlerini artırmıştır [35].

Çizelge 3.1. UHMWPE ve kompozitlere ait mikrosertlik değerleri

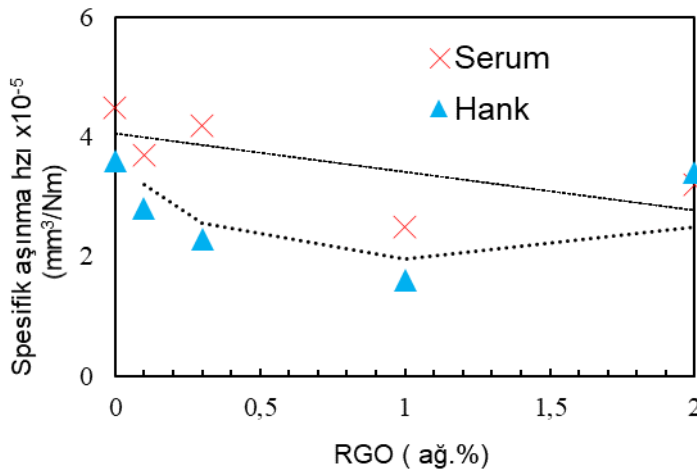
| Numune | Sertlik (HV0,025) |
|----------------|-------------------|
| UHMWPE | 5,86 |
| UHMWPE/RGO-0,1 | 5,98 |
| UHMWPE/RGO-0,3 | 6,31 |
| UHMWPE/RGO-1 | 6,52 |
| UHMWPE/RGO-2 | 7,18 |

3.5. Serum ve Hank Sıvıları Ortamlarında Yapılan Aşınma Testleri

Şekil 3.6 ve Şekil 3.7’ de UHMWPE ve kompozitlerin Serum ve Hank sıvıları ortamlarında aşınma testi sonrası elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değişimleri sırasıyla verilmiştir. Şekil 3.6’da görüldüğü gibi ağ.%1.0 RGO ilave edilen kompozit her iki ortamda da en düşük sürtünme katsayısı değeri göstermiştir. Sürtünme katsayısındaki ciddi azalma hem serum ve hank sıvıları ortamlarının, hem de RGO’ nun matrikste homojen dağılımından dolayı yağlayıcı özellik göstermesine atfedilmiştir [50]. Şekil 3.7’de serum ortamında katkısız polimerin ve kompozitlerin aşınma hızı grafiğine bakıldığında katkısız polimere göre en düşük sürtünme katsayısı ve aşınma hızına sahip olan ağ.%1.0 RGO ilave edilerek üretilen kompozitin aşınma hızı %80 azalmıştır. Ciddi oranda gözlenen bu azalmanın kompozitteki yüksek RGO içeriği nedeniyle yüzeyi tamamen kaplayan karbonca zengin bir tribofilm oluşumundan kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer sonuçlar Gutierrez-Mora vd. [51]’ nin alümina bazlı grafen ve karbon nanofiber kompozitlerin sürtünme ve aşınma davranışlarını inceledikleri çalışmalarında da elde edilmiştir. Ayrıca Şekil 3.7’de görüldüğü gibi ağ.%1.0 RGO ilave edilerek üretilen kompozit dışında diğer kompozitlerin spesifik aşınma hızları serum sıvısı ortamında birbirine yakın değerler vermiştir. Şekil 3.6’da verilen serum ortamında ağ.%0.3 RGO ve ağ.%2.0 RGO içeren kompozitlerin sürtünme katsayısındaki artış ile aşınma hızlarındaki artış birbirini destekleyen sonuçlar ortaya çıkarmıştır. Şekil 3.7’de hank sıvısı ortamında aşınma hızı değerlerine bakıldığında ağ.%1.0 RGO ilave edilen kompozite kadar aşınma hızı değerlerinin azaldığı, ağ.%2.0 RGO içeren kompozitin aşınma hızında ise bir artış gözlenmiştir. Ancak hank sıvısı ortamında tüm kompozitlerin aşınma hızı değerleri katkısız polimere göre düşük olduğu belirlenmiştir. Grafenin iki boyutlu yapısı ve polimer matrikste iyi dağılımı sayesinde dolgu ve polimer matriks arasındaki gerilimi transfer edebilme kabiliyeti sayesinde aşınma hızı azalmıştır [52].



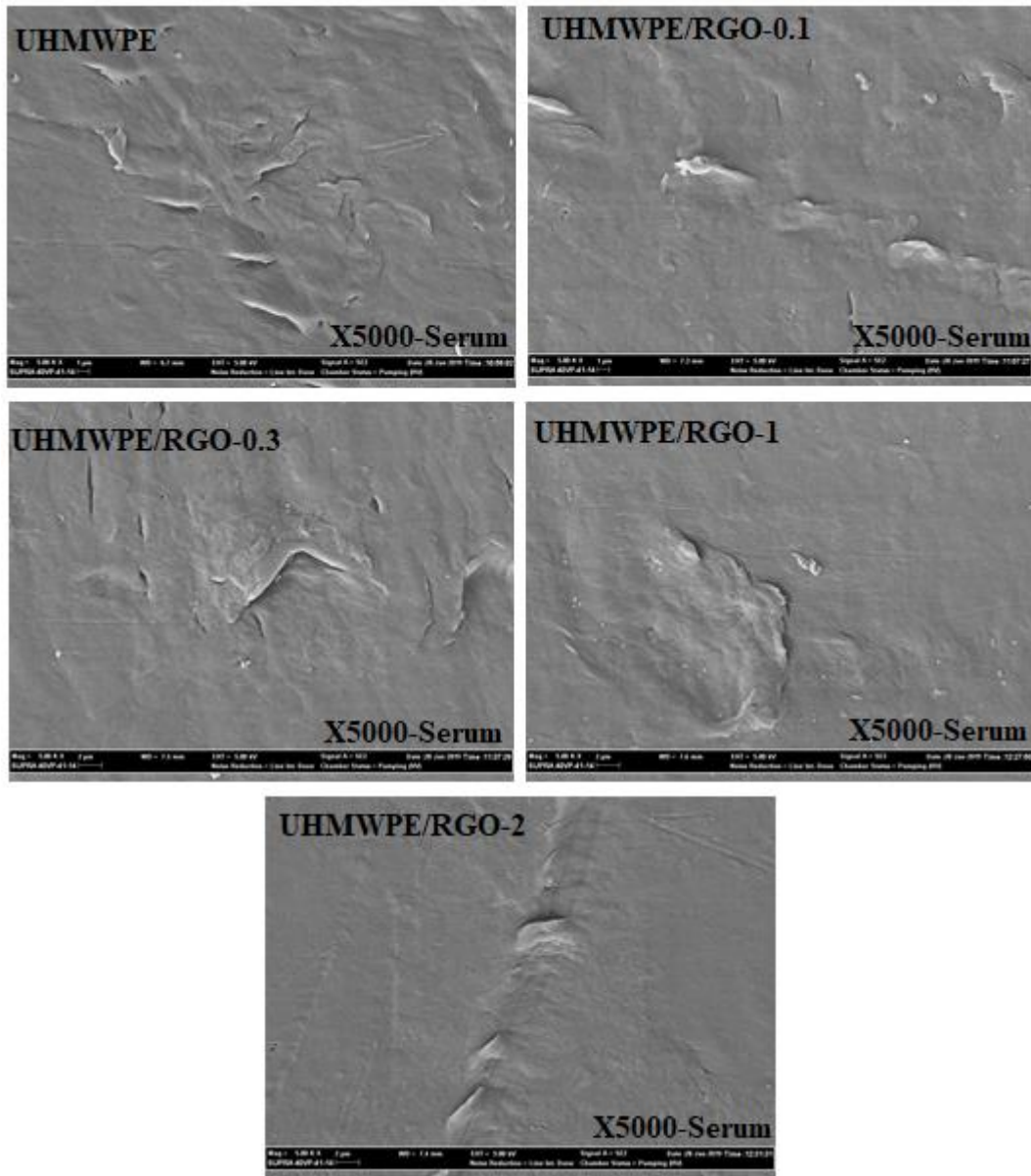
Şekil 3.6. UHMWPE ve kompozitlerin Serum ve Hank sıvıları ortamlarında aşınma testi sonrası elde edilen sürtünme katsayısı değişimi



Şekil 3.7. UHMWPE ve kompozitlerin Serum ve Hank sıvıları ortamlarında aşınma testi sonrası elde edilen aşınma hızı değişimi

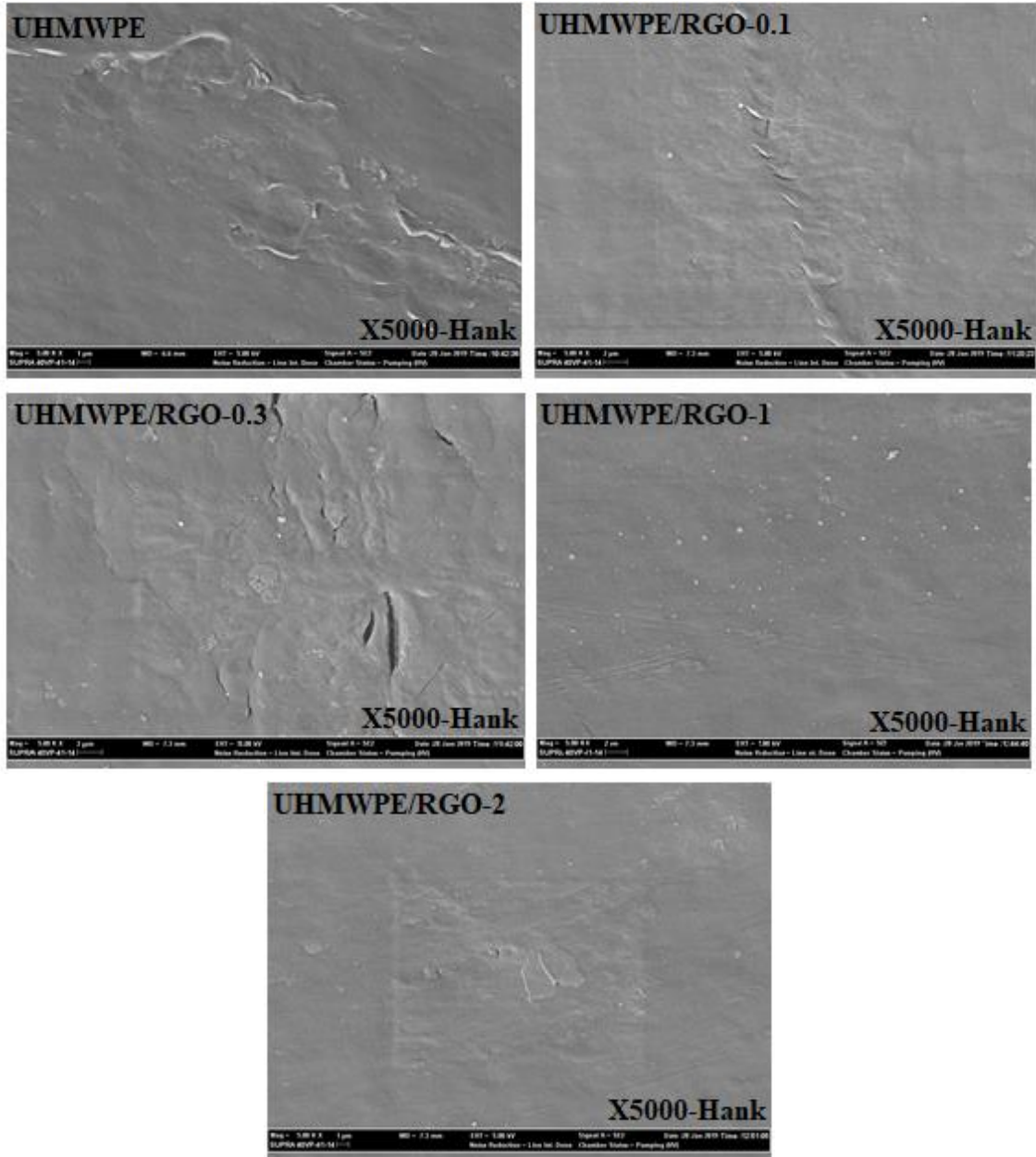
Katkısız UHMWPE ve kompozitlerin serum ortamında gerçekleştirilen aşınma testi sonrası yüzey görüntüleri Şekil 3.8' de verilmiştir. Katkısız UHMWPE' nin serum ortamında yapılan aşınma testi sonucunda yüzey görüntüsü büyük miktarda adhezif ve bazı bölgelerde görülen çatlaklar yorulma aşınmasının baskın mekanizmalar olduğunu göstermiştir. Ağ.%0.1 ve %0.3 RGO içeren kompozitlerin SEM görüntülerinde adhezif aşınma ve yorulma aşınmasını gösteren izler her iki kompozit örneğinin yüzeyinde görünmesine rağmen %0.3 RGO içeren kompozitte ise her iki aşınma türünün de daha şiddetli olduğu açıkça görünmektedir. Ağ.%1.0 RGO içeren kompozitin yüzey

görüntüsü genel olarak düz ancak adhezif aşınma izleri mevcuttur. Ağ.%2.0 RGO içeren kompozitin SEM görüntüsü adhezif aşınmanın baskın olduğu göstermektedir. Sonuç olarak polimer matrisine RGO ilave edildikçe, özellikle ağ.%2.0 RGO içeren kompozitte yorulma aşınmasının önlendiği yalnızca adhezif aşınmanın görüldüğü belirlenmiştir. Sonuç olarak, grafenin kompozitlerin tribolojik performanslarında pozitif bir rol oynadığı anlaşılmıştır.



Şekil 3.8. Katkısız UHMWPE ve kompozitlerin serum sıvısı ortamında aşınma testi sonrası SEM yüzey görüntüleri

Katkısız UHMWPE ve kompozitlerin hank sıvısı ortamında gerçekleştirilen aşınma testi sonrası yüzey görüntüleri Şekil 3.9'da verilmiştir. Katkısız UHMWPE' nin hank sıvısı ortamında yapılan aşınma testi sonucunda yüzey görüntüsü büyük miktarda yorulma aşınması izleri sunmuştur. Ağ.%0.1 RGO içeren kompozitin SEM görüntülerinde yorulma aşınmasını gösteren çatlaklar mevcuttur. Ağ.%0.3 RGO içeren kompozitin SEM görüntüsünde ise kayma yönüne dik, ağ.%0.1 RGO içeren kompozitin görüntülerine göre daha büyük çatlaklar açıkça görülmüştür. Bu görüntü ağ.%0.3 RGO içeren kompozitin sürtünme katsayısındaki artışla uyumlu sonuç vermiştir. Ağ.%1.0 RGO içeren kompozitin yüzey görüntüsünde yorulma aşınmasının ciddi oranda azaldığını gösteren çok küçük izler mevcutken, çatlaklara rastlanılmamıştır. Bu görüntüler aynı kompozitin diğer kompozitlere nazaran en düşük sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerleri ile tutarlı sonuçlar ortaya çıkarmıştır. Ağ.%2.0 RGO içeren kompozitin SEM görüntüsünde aynı kompozitin sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerlerindeki artışla (Şekil 3.6 ve Şekil 3.7) paralel olarak büyük bir parçanın yüzeyden koparak uzaklaştığını gösteren görüntü mikro delaminasyon ile yorulma aşınmanın baskın olduğu göstermektedir (Şekil 3.9). Kapps vd. [53] UHMWPE' nin tribolojik özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, yorulma aşınması mekanizmasından kaynaklanan delaminasyon aşınması izinin kayma yönüne dik yönelmesi, yarı kristal yapıya sahip olan polietilenin polimer zincirleri arasındaki zayıflamış bölgede oluşan yüzey çatlaklarının yayılmasına atfedilmiştir. Sonuç olarak ağ.%1.0 RGO içeren kompozitin aşınmış yüzey görüntüsünde ciddi oranda yorulma aşınmasının azaldığı belirlenmiştir. Bu sonuçlar aynı kompozitlerin serum sıvısı ortamında ki aşınma sonucundan elde edilen yüzey görüntüleriyle karşılaştırıldığında aşınma yüzeylerindeki büyük adhezif aşınma izlerinin gözlemlenmediği, yorulma aşınmasının baskın olduğu belirlenmiştir.



Şekil 3.9. Katkısız UHMWPE ve kompozitlerin Hank sıvısı ortamında aşınma testi sonrası SEM yüzey görüntüleri

4. SONUÇLAR

Farklı ağırlık % RGO içeriğinde üretilen UHMWPE kompozitlerin üretilmesi, mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelendiği çalışmada aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- XRD analiz sonucuna göre, RGO ilavesinin polimerin kristal yapısını değiştirdiği ve difraktogramda grafene ait ilave bir pikin gözlenmemiş olması da dolgunun matriksde homojen dağıldığını göstermiştir.
- FTIR analizi sonuçlarına göre, farklı miktarlarda RGO ilavesi ile farklı titreşim piklerinin şiddetinde azalmalar görülmüştür. Bu durum mevcut yapıdaki bağların bozulup yeni bağların oluşmasına ve matriks-dolgu arasındaki etkileşimlere atfedilmiştir.
- Tüm kompozitlerin EDS analizine göre oksijenli fonksiyonel gruplar içeren RGO' nun polimer matrikste homojen dağıldığı belirlenmiştir. Kompozitlerin kristal yapılarını incelemek için asitle muamele edilen yüzeylerinin görüntüleri incelendiğinde kristal yapının yüksek grafen içeriğinde (ağırlık %1.0 ve 2.0) daha yoğun olduğu belirlenmiştir.
- RGO ilavesi arttıkça kompozitlerin mikrosertlik değerlerinde artış gözlenmiştir. Ağırlık %2.0 RGO ilavesinde katkısız polimere göre sertlik değerinde %22.5 artış sağlanmıştır. Bu artış RGO' nun polimer matrikste homojen dağılımı ve iki boyutlu yapısı sayesinde yük taşıma ve yükü transfer etme kapasitesinin artarak, baticı uca karşı gösterilen direncin artmasına sebep olduğu belirlenmiştir.
- Serum ortamında yapılan aşınma testi sonucunda, katkısız polimere göre en düşük sürtünme katsayısı ve aşınma oranına sahip olan ağırlık %1.0 RGO ilave edilerek üretilen kompozitin aşınma hızının %80 azaldığı belirlenmiştir. Ciddi oranda gözlenen bu azalmanın kompozitteki yüksek RGO içeriği nedeniyle yüzeyi tamamen kaplayan karbonca zengin bir tribofilm oluşumundan kaynaklanmasına atfedilmiştir. Katkısız UHMWPE, ağırlık %0.1, 0.3, 1.0 RGO içeren kompozitlerin serum sıvısı ortamında yapılan aşınma testi sonucunda baskın mekanizmaların adhezif ve yorulma aşınması olduğu belirlenmiştir. Ağırlık %2.0 RGO içeren kompozitte ise yorulma aşınmasının önlendiği yalnızca adhezif aşınmanın görüldüğü belirlenmiştir.
- Hank sıvısı ortamında yapılan aşınma testi sonucunda ağırlık %1.0 RGO ilave edilen kompozitin en düşük sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerlerine sahip olduğu

belirlenmiştir. Grafenin iki boyutlu yapısı ve polimer matrikste iyi dağılımı ve dolgu- polimer matriks arasındaki gerilimi transfer edebilme kabiliyeti sayesinde aşınma hızı azalmıştır. Katkısız UHMWPE, ağ.%0.1 ve 0.3 RGO içeren kompozitler yorulma aşınmasının ve çatlakların mevcut olduğu bir yüzey görüntüsü, ağ.% 1.0 RGO içeren kompozitin çatlaksız, yorulma aşınması izlerinin büyük oranda azaldığı, ağ.% 2.0 RGO içeren kompozitin yüzey görüntüsünde ise büyük bir parçanın koptuğu yani mikro delaminasyona bağlı yorulma aşınmasının mevcut olduğu açıkça görülmüştür.

KAYNAKLAR

- [1] Kurteri, R. 2008. "Medikal UHMWPE'nin kuru ve sulu ortamlardaki sürtünme ve aşınma davranışı", Yüksek lisans tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, SAKARYA.
- [2] Kurtz, S.M., Muratoglu, O.K., Evans, M., Edidin, A.A. 1999. "Advances in the processing, sterilization and crosslinking of ultra-high molecular weight polyethylene for total joint arthroplasty", *Biomaterials*, 20,1659–88.
- [3] Lewis, G. 2001. "Properties of crosslinked ultra high molecular weight polyethylene", *Biomaterials*, 22, 371–401.
- [4] Khonakdar, H.A., Morshedjan, J., Wagenknect, U., Jafari, S.H. 2003. "An investigation of chemical crosslinking effect on properties of highdensity polyethylene", *Polymer*, 44, 4301–4309.
- [5] Xie, X.L., Tang C.Y., Chan K.Y.Y., Wu, X.C., Tsui, C.P., Cheung, C.Y. 2003. "Wear performance of ultrahigh molecular weight polyethylene/quartz composites", *Biomaterials*, 24,1889–1896.
- [6] Gong, G.F., Yang, H.Y., Fu, X. 2004. "Tribological properties of kaolin filled UHMWPE composites in unlubricated sliding", *Wear*, 256, 88–94.
- [7] Plumlee, K., Schwartz, C.J. 2009. "Improved wear resistance of orthopaedic UHMWPE by reinforcement with zirconium particles", *Wear*, 267, 710–717.
- [8] Ruan, S., Gao, P., Yu, T.X. 2006. "Ultra-strong gel-spun UHMWPE fibers reinforced using multiwalled carbon nanotubes", *Polymer*, 47, 1604–1611.
- [9] Xue, Y., Wu, W., Jacobs, O., Schadel, B. 2006. "Tribological behaviour of UHMWPE/HDPE blends reinforced with multi-wall carbon nanotubes", *Polymer Testing*, 25, 221–229.
- [10] Lee, C., Wei, X.D., Kysar, J.W., Hone, J. 2008. "Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene", *Science*, 321, 385–388.
- [11] Stankovich, S., Dikin, D.A., Dommett, G.H.B., Kohlhaas, K.M., Zimney, E.J., Stach, E.A. 2006. "Graphene-based composite materials", *Nature*, 442, 282–286.
- [12] Wei, T., Luo, G., Fan, Z., Zheng, C., Yan, J., Yao, C. 2009. "Preparation of graphene nanosheet/polymer composites using in situ reduction extractive dispersion", *Carbon*, 47, 2290–2299.
- [13] Kewen Li, Jinhong Yan, Chunhui Wang, Long Bi, Qi Zhang Yisheng Han. 2007. "Graphene modified titanium alloy promote the adhesion, proliferation and osteogenic differentiation of bone marrow stromal cells". *Biochemical and Biophysical Research Communications* 489 (187-192).
- [14] Kuilla, T., Bhadrab, S., Yaoa, D., Kimc, N. H., Bosed, S., Lee, J.H. 2010. "Recent advances in graphene based polymer composites", *Progress in Polymer Science*, 35, 1350–1375.
- [15] Manchester Üniversitesi. "Yoğun madde fiziği grubu". <http://www.condmat.physics.manchester.ac.uk/images/pictures/chicken%20wire.jpg>
Son erişim tarihi: 21 Aralık 2018.
- [16] Li, J., Miao, D., Yang, R., Qu, L., Harrington, P., de, B. 2014. "Synthesis of poly(sodium 4-styrenesulfonate) functionalized graphene/cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) nanocomposite and its application in electrochemical oxidation of 2,4-dichlorophenol", *Electrochimica Acta*, 125, 1–8.

- [17] Kuila, T., Khanra, P., Mishra, A., K., Kim, N. H., Lee J., H. 2012. "Functionalized-graphene/ethylene vinyl acetate co-polymer composites for improved mechanical and thermal properties", *Polymer Testing*, 31, 282–289.
- [18] Jin, Y., Huang, S., Zhang, M., Jia, M., Hu, D. 2013. "A green and efficient method to produce graphene for electrochemical capacitors from graphene oxide using sodium carbonate as a reducing agent", *Applied Surface Science*, 268, 541– 546.
- [19] Liu, Y., Zhang, Y., Maa, G. Wang, Z., Liu, K., Liu H. 2013. "Ethylene glycol reduced graphene oxide/polypyrrole composite for supercapacitor", *Electrochimica Acta*, 88, 519-525.
- [20] Tran, D. N. H., Kabiri, S., & Losic, D. (2014). A green approach for the reduction of graphene oxide nanosheets using non-aromatic amino acids. *Carbon*, 76, 193-202.
- [21] Thakur, S., & Karak, N. (2012) Green reduction of graphene oxide by aqueous phytoextracts. *Carbon*, 50, 5331-5339.
- [22] Fernandez-Merino, M. J., Guardia, L., Paredes, J. I., Villar-Rodil, S., Solis-Fernandez, P., Martinez-Alonso, A., & Tascon, J. M. D. (2010) Vitamin C is an ideal substitute for hydrazine in the reduction of graphene oxide suspensions. *The Journal of Physical Chemistry C*, 114, 6426–6432.
- [23] Kamisan, A. I., Kamisan, A. S., Ali, R. M., Tunku Kudin, T. I., Hassan, O. H., Halim, N. A., & Yahya, M. Z. A. (2015) Synthesis of graphene via green reduction of graphene oxide with simple sugars. *Advanced Materials Research*, 1107, 542-546.
- [24] Wang, Y., Shi, Z., & Yin, J. (2011). Facile Synthesis of soluble graphene via a green reduction of graphene oxide in tea solution and its biocomposites. *ACS Applied Materials & Interfaces* 3, 1127–1133.
- [25] Guo, Y., Sun, X., Liu, Y., Wang, W., Qiu, H., & Gao, J. (2012). One pot preparation of reduced graphene oxide (RGO) or Au (Ag) nanoparticle-RGO hybrids using chitosan as a reducing and stabilizing agent and their use in methanol electrooxidation. *Carbon*, 50, 2513–2523.
- [26] Singh, V., Joung, D., Lei, Z., Das, S., Khondaker, S. I., Seal, S. 2011. "Graphene based materials: past, present and future", *Progress in Materials Science*, 56, 1178-1271.
- [27] Zhou, X.Z., Huang, X., Qi, X.Y., Wu, S.X., Xue, C., Boey, F.Y.C. 2009. "In situ synthesis of metal nanoparticles on single-layer graphene oxide and reduced graphene oxide surfaces", *Journal of Physical Chemistry C*, 113, 10842–10846.
- [28] Compton, O.C., Nguyen, S.T. 2010. "Graphene oxide, highly reduced graphene oxide, and graphene: versatile building blocks for carbon-based materials", *Small*, 6, 711–723.
- [29] Wang, H.L., Hao, Q.L., Yang, X.J., Lu, L.D., Wang, X. 2010. "Effect of graphene oxide on the properties of its composite with polyaniline", *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2, 821–828.
- [30] Pang, H., Zhang, Y.C., Chen, T., Zeng, B.Q., Li, M.Z. 2010. "Tunable positive temperature coefficient of resistivity in an electrically conducting polymer/graphene composite", *Applied Physics Letters*, 96, 251907.
- [31] Xu, Y.X., Bai, H., Lu, G.W., Li, C., Shi, G.Q. 2008. "Flexible graphene films via the filtration of water-soluble noncovalent functionalized graphene sheets", *Journal of the American Chemical Society*, 130, 5856–5867.
- [32] Yan, X.B., Chen, J.T., Yang, J., Xue, Q.J., Miele, P. 2010. "Fabrication of free-standing, electrochemically active, and biocompatible graphene oxide polyaniline and graphene-polyaniline hybrid papers", *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2, 2521–2529.

- [33] Yang, K., Zhang, S., Zhang, G.X., Sun, X.M., Lee, S.T., Liu, Z. 2010. "Graphene in mice. Ultrahigh in vivo tumor uptake and efficient photo thermal therapy", *Nano Letters*, 10, 3318–3323.
- [34] Chen, Y., Qi Y., Tai, Z., Yan X., Zhu, F., Xue, Q. 2012. "Preparation, mechanical properties and biocompatibility of graphene oxide/ultrahigh molecular weight polyethylene composites", *European Polymer Journal*, 48, 1026–1033.
- [35] Tai, Z., Chen, Y., An, Y., Yan, X., Xue, Q. 2012. "Tribological Behavior of UHMWPE Reinforced with Graphene Oxide Nanosheets", *Tribol. Lett.*, 46, 55–63.
- [37] Pang, W., Ni, Z., Wu, J., Zhao, Y. 2018. "Investigation of tribological properties of graphene oxide reinforced ultrahigh molecular weight polyethylene under artificial seawater lubricating condition", *Applied Surface Science* 434, 273–282.
- [38] Hummers, W. S. & Offeman, R. E. (1958). Preparation of graphitic oxide. *Journal of American Chemical Society*, 80, 1339.
- [39] Mindivan, F. & Göktaş, M. (2018). Green synthesis of reduced graphene oxide (RGNO)/polyvinylchloride (PVC) composites and their structural characterization. *Materials Research Forum LLC*, 8, 143-151.
- [39] Deshmukh, K., & Joshi, G. M. (2014). Thermo-mechanical properties of poly (vinyl chloride)/ graphene oxide as high performance nanocomposites. *Polymer Testing*, 34, 211-219.
- [40] Hu, J., Jia, X., Li, C., Ma, Z., Zhang, G., Sheng, W., Zhang, X., & Wei, Z. (2014). Effect of interfacial interaction between graphene oxide derivatives and poly(vinyl chloride) upon the mechanical properties of their nanocomposites. *Journal of Materials Science*, 49, 2943–2951.
- [41] Mohammed, A. S., Ali, A., Nesar, M., "Evaluation of Tribological Properties of Organoclay Reinforced UHMWPE Nanocomposites", *Journal of Tribology*, 139, 1-6, 2017.
- [42] Ahmad, M., Uzir Wahit, M., Rafiq Abdul Kadir, M., Zaman Mohd Dahlan, K., "Mechanical, Rheological, and Bioactivity Properties of Ultra High-Molecular-Weight Polyethylene Bioactive Composites Containing Polyethylene Glycol and Hydroxyapatite", *The Scientific World Journal*, 2012, 1-13, 2012.
- [43] Bahrami, H., Ramazani S. A., A., Kheradmand, A., Shafiee, M., Baniasadi, H., "Investigation of Thermomechanical Properties of UHMWPE/Graphene Oxide Nanocomposites Prepared by In Situ Ziegler–Natta Polymerization", *Advances in Polymer Technology*, 0, 1-7, 2015.
- [44] Peng Chang, B., Akil, H. Md., Nasir, R. Bt., Khan, A., "Optimization on Wear Performance of UHMWPE Composites Using Response Surface Methodology", *Tribology International*, 88, 252–262, 2015.
- [45] Lusitâneo Pier Macuvele, D., Collaa, G., Cescaa, K., Ribeiroa, L.F.B., Costad, C.E., Nonesa, J., Breitenbachd, E.R., Portoa, L.M., Soaresa, C., Antônio Fioric, M., Gracher Riellaa, H., "UHMWPE/HA Biocomposite Compatibilized by Organophilic Montmorillonite: An evaluation of The Mechanical-Tribological Properties and Its Hemocompatibility and Performance in Simulated Blood Fluid", *Materials Science & Engineering C*, 100, 411–423, 2019.
- [46] Meng, L., Li, W., Ma, R., Huang, M., Wang, J., Luo, Y., Wang, J., Xia, K., "Long UHMWPE Fibers Reinforced Rigid Polyurethane Composites: An Investigation in Mechanical Properties", *European Polymer Journal*, 105, 55–60, 2018.

- [47] Kandhol, G., Wadhwa, H., Chand, S., Mahendia, S., & Kumar, S. (2019). Study of dielectric relaxation behavior of composites of Poly (vinyl alcohol) (PVA) and Reduced graphene oxide (RGO). *Vacuum*, 160, 384-393.
- [48] Wu, H., Tong, Li, Liu, B., Chen, C., Wang, S., & Crittenden, J. C. (2018). Blended PVC/PVC-g-PEGMA ultrafiltration membranes with enhanced performance and antifouling properties. *Applied Surface Science*, 455, 987-996.
- [49] Park, W. K., Kim, J. H. (2005). Effect of Carbon Nanotube Pre-treatment on Dispersion and Electrical Properties of Melt Mixed Multi-Walled Carbon Nanotubes / Poly(methyl methacrylate) Composites. *Macromolecular Research*, 13(3), 206-211.
- [50] Zai, W., Wong, M. H., Man, H. C. (2019). Improving the wear and corrosion resistance of CoCrMo-UHMWPE articulating surfaces in the presence of an electrolyte. *Applied Surface Science*, 464, 404-411.
- [51] Gutiérrez-Mora, F., Cano-Crespo, R., Rincón, A., Moreno, R., Domínguez-Rodríguez A. (2017). Friction and wear behavior of alumina-based graphene and CNFs composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 37, 3805–3812.
- [52] Vadivel, H.S., Golchin, A., & Emami, N. (2018). Tribological behaviour of carbon filled hybrid UHMWPE composites in water. *Tribology International*, 124, 169-177.
- [53] Kapps, V., Almeida, C. M., Trommer, R. M., Senna, C. A., Maru, M. M. (2019). Scatter in delamination wear tests of tribopair materials used in articulated implants. *Tribology International*, 133, 172-181.

EKLER

Projenin ilk ve ikinci altı aylık kısmı hiçbir aksilik olmadan, planlanan şekilde tamamlanmıştır. Projenin verilen tüm bütçesi kullanılarak, gerekli tüm sarf malzemelerin temini sağlanmıştır.

Bu projeden gerçekleştirilen “**Tribo-material based on a UHMWPE/RGOC biocomposite for using in artificial joints**” başlıklı çalışma Journal of Applied Polymer Science dergisinde revizyon aşamasındadır.

Editorial Manager® x +

editorialmanager.com/app/default.aspx

JOURNAL OF Applied Polymer SCIENCE

em Editorial Manager

Role: Author Username: FMindivan-476

HOME • LOGOUT • HELP • REGISTER • UPDATE MY INFORMATION • JOURNAL OVERVIEW
MAIN MENU • CONTACT US • SUBMIT A MANUSCRIPT • INSTRUCTIONS FOR AUTHORS • PRIVACY

Revisions Being Processed for Author Ferda Mindivan, Dr.

Page: 1 of 1 (1 total revisions being processed) Display 10 results per page.

| Action | Manuscript Number | Title | Date Submission Began | Current Status |
|------------------------------|-------------------|---|-----------------------|---------------------|
| Action Links | app.20202896R1 | Tribo-material based on a UHMWPE/RGOC biocomposite for using in artificial joints | 11 Dec 2020 | Under consideration |

Page: 1 of 1 (1 total revisions being processed) Display 10 results per page.

<< Author Main Menu