

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปไทต์
กับพอลิเอทิลีนอะดิเปต



เลขหนังสือ.....
เลขทะเบียน.....49262
วัน, เดือน, ปี 18 ก.พ. 2547

.....
.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2545

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Synthesis of Hydroxyapatite-Polyethylene Adipate Composites



A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the
Requirement for the Degree of Bachelor of Science

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Academic Year 2002

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง การสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับพอลิเอทิลีนอะซิเตต

นักศึกษานางสาวชุตานันท์ ศุภมงคล รหัส 42050073
นางสาวปิยพร แซ่เจี๋ย รหัส 42050095
นางสาววรรัดดา มัตตะนาวี รหัส 42050110

ภาควิชาเคมี
สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม

ปีการศึกษา 2545

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์ โนน

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ดร. ภัทราวุธ มนต์วิเศษ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ผศ.ดร.อิทธิพล แจ่มจัด	
กรรมการ ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย	
กรรมการ ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์ โนน	
กรรมการ ดร.ภัทราวุธ มนต์วิเศษ	



(รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	การสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับพอลิเอทีลินอะซิเตต
นักศึกษา	นางสาวชุตานันท์ สุภมงคล รหัส 42050073 นางสาวปิยพร แซ่เจ็ย รหัส 42050095 นางสาวรัตดา มัตตะนาวี รหัส 42050110
ภาควิชา	เคมี
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา	2545
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์ โนน
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร. ภัทธวรุช มนต์วิเศษ

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาวิธีการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับพอลิเอทีลินอะซิเตต โดยแบ่งเป็นขั้นตอนหลัก 3 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่ 1 เป็นการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटจากแคลเซียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริกด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม และขึ้นรูปโดยมีพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารช่วยผสม ขั้นตอนที่ 2 เป็นการสังเคราะห์พอลิเอทีลินอะซิเตตจากการทำปฏิกิริยาระหว่างไคเมทิลอะซิเตตกับเอทีลินไกลคอล มีเตตระไอโซโพรพิล-อโรทาเทนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในสภาวะสารละลายเจือจางสูง และสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเอทีลินอะซิเตตจากปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของพอลิเอทีลินอะซิเตต มีไคบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และ ขั้นตอนที่ 3 เป็นการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับพอลิเอทีลินอะซิเตตด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงโอลิโกเอทีลินอะซิเตตที่สภาวะต่างๆ โดย Mw ของพอลิเอทีลินอะซิเตตในวัสดุประกอบอยู่ในช่วง 3800-4400 กรัม/โมล และมี MWD โดยเฉลี่ยเท่ากับ 2.1 ผลจากการคำนวณอัตราส่วนระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับพอลิเอทีลินอะซิเตตในวัสดุประกอบจากผลต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการสังเคราะห์วัสดุประกอบและวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA พบว่ามีอัตราส่วนโดยประมาณ 4:1 โดยน้ำหนัก และอุณหภูมิการสลายตัวของสารอินทรีย์ในวัสดุประกอบ มี 2 ช่วง คือ 320-327 °C และ 360-363 °C รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบมีความเข้มของพีคของไฮดรอกซีเอปาทาइटลดลงส่วนฐานพีคกว้างขึ้น เนื่องจากมี PEA ซึ่งเป็นพอลิเมอร์อสัณฐานแทรกอยู่ จากการทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบโดยนำไปแช่ในสารละลายจำลองของเหลวในร่างกาย (Simulated Body Fluid, SBF) เป็นเวลา 28 วัน พบว่าโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวมีการเปลี่ยนแปลง เนื่องจากการสลายตัวของพอลิเมอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Synthesis of Hydroxyapatite-Polyethylene Adipate Composites
Name	Miss Chutanunt Suppamongkol Miss Piyaporn Saejia Miss Waradda Mattanavee
Department	Chemistry
Program	Industrial Chemistry
Academic Year	2002
Special Project Advisor	Dr. Punnama Siriphannon
Special Project Co-advisor	Dr. Pathavuth Monvisade

ABSTRACT

This project was dealt with synthesis of hydroxyapatite-polyethylene adipate composites. Hydroxyapatite (HAp) was prepared using calcium hydroxide and phosphoric acid by coprecipitation method. Poly(vinyl alcohol) was used as a binder for porous HAp block preparation. Polyethylene adipate (PEA) was synthesised by polymerisation of dimethyl adipate and ethylene glycol in the presence of tetraisopropyl orthotitanate. The cyclodepolymerisation of PEA was carried out by refluxing PEA with dibutyltin oxide as a catalyst under high dilution condition. Hydroxyapatite-polyethylene adipate composites (HAp/PEA composites) were synthesized by ring-opening polymerisation of cyclic PEA into the porous HAp block at various temperatures and reaction times. The weight-average molecular weight (M_w) of PEA was in the range of 3800 to 4400 g/mol and the molecular weight distribution (MWD) was 2.1. The results from the weight difference between pre-composites and composites and thermogravimetric analysis (TGA) indicated an approximate HAp:PEA ratio of 4:1 by weight. In addition, two ranges of decomposition temperature (T_d) were observed in 320-327°C and 360-363°C. Comparison of x-ray diffraction patterns of the composites with HAp found that amorphous PEA affected on decreasing intensity and broadening peaks. Bioactivity of the HAp/PEA composite was studied by soaking the composites in simulated body fluid (SBF) for 28 days. Due to the degradation of PEA in composites, the change of microstructure was observed.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ดร.ปณตมา ศิริพันธ์ โนน และ ดร.ภัทรารุช มนต์วิเศษ ที่กรุณาให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือในการดำเนินโครงการพิเศษนี้มาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.อิทธิพล แจ่มจักษ์ และ ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย อาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่ช่วยกรุณาตรวจทานและแก้ไขโครงการฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ดร.พัชนี เจริญยิ่ง ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารด้วยเทคนิค NMR

ขอขอบพระคุณ พี่สุภาณี ชนระวงศ์ (พี่จอย) สำหรับคำแนะนำและความช่วยเหลือในทุก ๆ ด้าน

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ และให้คำปรึกษา

ขอขอบพระคุณนักวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุก ๆ ฝ่าย ที่เอื้อเฟื้อความสะดวกในเรื่องอุปกรณ์และสารเคมี ตลอดจนเครื่องมือต่าง ๆ

นอกจากนี้ยังมีบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลือให้การดำเนินโครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วง ซึ่งมีได้กล่าวถึง ณ ที่นี้ ทางคณะผู้จัดทำจึงขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้ด้วย

ชุตานันท์ ศุภมงคล

ปิยพร แซ่เจ็ย

วรรคดา มัตตะนาวี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ซ
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	3
2.1 ไฮดรอกซีเอปาทาइट (Hydroxyapatite)	3
2.1.1 โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइट	3
2.1.2 ความสามารถในการละลายของไฮดรอกซีเอปาทาइट	5
2.1.3 สารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ	6
2.1.4 การเตรียมไฮดรอกซีเอปาทาइट	7
2.1.5 การประยุกต์ใช้งานของไฮดรอกซีเอปาทาइट	9
2.2 พอลิเอสเตอร์	10
2.2.1 อะลิฟาติกพอลิเอสเตอร์ (Aliphatic Polyester)	11
2.2.2 อะโรมาติกพอลิเอสเตอร์ (Aromatic Polyester)	12
2.3 การดีพอลิเมอไรซ์แบบปิดวง (Cyclodepolymerisation; CDP)	14
2.4 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง (Ring-opening Polymerisation; ROP)	15
2.5 การประยุกต์ใช้งานวัสดุประกอบในร่างกายมนุษย์	16
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	17
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	24
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	หน้า
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	24
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน	28
3.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาไทต์ (HAp)	28
3.3.2 การขึ้นรูปไฮดรอกซีแอปาไทต์	30
3.3.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA)	32
3.3.4 การตีพอลิเมอร์แบบปิดวงของพอลิเอทิลีนอะดิเปต	35
3.3.5 การสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาไทต์ กับพอลิเอทิลีนอะดิเปต (Composite HAp/PEA)	37
3.3.6 ทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ ที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลองของร่างกาย	40
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	43
4.1 องค์ประกอบทางเคมีของไฮดรอกซีแอปาไทต์ (HAp) ที่สังเคราะห์ได้	43
4.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่สังเคราะห์ได้	44
4.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA)	45
4.4 การตีพอลิเมอร์แบบปิดวงของพอลิเอทิลีนอะดิเปต	46
4.5 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาไทต์ กับพอลิเอทิลีนอะดิเปต	47
4.5.1 ผลจากเทคนิค TGA และ GPC	47
4.5.2 วัสดุที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่ได้จากเทคนิค XRD	52
4.5.3 ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของ วัสดุประกอบ HAp/PEA	54
4.5.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity)	55
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	57
5.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาไทต์	57
5.2 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปตและสารประกอบวงโอลิโก- เอทิลีนอะดิเปต	57
5.3 การสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาไทต์กับ พอลิเอทิลีนอะดิเปตและทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ	57

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	หน้า
5.4 ข้อเสนอแนะ	58
เอกสารอ้างอิง	59
ภาคผนวก ก รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีเอปาทาइटจากฐานข้อมูล JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Standard)	61
ภาคผนวก ข อินฟราเรดสเปกตรัม	63
ภาคผนวก ค นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกตรัม	66
ภาคผนวก ง โครมาโทแกรมจากเครื่อง GPC	69
ภาคผนวก จ เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA	74
ภาคผนวก ฉ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคจากเทคนิค SEM	83



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แคลเซียมฟอสเฟตชนิดต่างๆที่มีอัตราส่วนของ Ca:P แตกต่างกัน	6
ตารางที่ 2.2 สมบัติและการประยุกต์ใช้เส้นใยพอลิเอสเทอร์ในงานทางด้านต่าง ๆ ในประเทศสหรัฐอเมริกา	10
ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย simulated body fluid	40
ตารางที่ 3.2 แสดงความเข้มข้นของอนินทรีย์ไอออน ในสารละลาย SBF และ Blood plasma	41
ตารางที่ 4.1 อัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ที่สังเคราะห์ได้	43
ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบน้ำหนัก HAp และ น้ำหนักวัสดุประกอบ HAp/ PEA ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะต่าง ๆ	47
ตารางที่ 4.3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ PEA ใน วัสดุประกอบ HAp/PEA ที่ใช้สภาวะในการสังเคราะห์ต่างๆ กัน	49
ตารางที่ 4.4 อุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ที่ได้จากเทคนิค TGA ของ PEA Cyclic PEA และ Composite HAp/PEA ที่สังเคราะห์ได้	50
ตารางที่ 4.5 น้ำหนักโมเลกุลที่ได้จากเทคนิค GPC ของ PEA Cyclic PEA และ Composite HAp/PEA ที่สังเคราะห์ได้	51
ตารางที่ 4.6 จุดหลอมเหลว (T_m) ของ PEA Cyclic PEA และ Composite HAp/PEA ที่สังเคราะห์ได้	50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของไฮดรอกซีเอปาทไตต์	4
รูปที่ 2.2 แสดงภาพฉายด้านบนของ โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีเอปาทไตต์	5
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของ พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต (PET)	12
รูปที่ 2.4 ขั้นตอนของปฏิกิริยาในการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต (PET)	13
รูปที่ 2.5 การเกิดสารประกอบประเภทวง (Cyclics) ด้วยวิธีการดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวง	14
รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงด้วยไอออนลบ	15
รูปที่ 2.7 สมดุลของปฏิกิริยาดิพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวงและพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง	15
รูปที่ 2.8 Ring-opening Polymerisation of PBN cyclic	16
รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวง โอลิโกเมอร์จาก Poly(alkylene 2,6-naphthalenedicarboxylate)	20
รูปที่ 3.1 เตาเผาสารที่ใช้ในการทดลอง	26
รูปที่ 3.2 หลอดทดลองสำหรับทำปฏิกิริยา ROP	26
รูปที่ 3.3 เครื่องหาจุดหลอมเหลว	26
รูปที่ 3.4 เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF	27
รูปที่ 3.5 เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF	27
รูปที่ 3.6 ชิ้นงานที่ผ่านการอัด สำหรับ XRF	27
รูปที่ 3.7 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)	27
รูปที่ 3.8 แผนงานแสดงการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทไตต์	29
รูปที่ 3.9 ไฮดรอกซีเอปาทไตต์ที่ผ่านการขึ้นรูป	30
รูปที่ 3.10 แผนงานแสดงการขึ้นรูปไฮดรอกซีเอปาทไตต์	31
รูปที่ 3.11 แผนงานแสดงการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะซิเตต	33
รูปที่ 3.12 แผนงานแสดงการดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวงของ PEA	36
รูปที่ 3.13 แสดงชุดอุปกรณ์สำหรับทำปฏิกิริยา ROP	37
รูปที่ 3.14 แผนงานแสดงการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาทไตต์ กับพอลิเอทิลีนอะซิเตต	38
รูปที่ 3.15 แผนงานแสดงการทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลองของร่างกาย	42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	หน้า
รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่สังเคราะห์ได้ ภายหลังจากขึ้นรูปและเผาแคลไซน์ที่ 1200°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	44
รูปที่ 4.2 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่ผ่านการขึ้นรูป	44
รูปที่ 4.3 การเปรียบเทียบเทอร์โมแกรมที่ได้จากเทคนิค TGA ของ PEA Cyclic PEA และ Composite HAp/PEA	50
รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HAp PEA และวัสดุประกอบ HAp/PEA ซึ่งสังเคราะห์ได้ที่สภาวะต่างๆ	53
รูปที่ 4.5 ลักษณะทางกายภาพของไฮดรอกซีแอปาไทต์และวัสดุประกอบ HAp/PEA	54
รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายภาคตัดขวางภายในก้อน HAp ก่อนการเตรียมวัสดุประกอบ (A) และ ภายในก้อนวัสดุประกอบ HAp/PEA (B)	54
รูปที่ 4.7 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA (A) ก่อนแช่สารละลาย SBF (B) และ (C) หลังแช่สารละลาย SBF	55
รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่สังเคราะห์ จากสภาวะ 200°C-48 ชั่วโมง ก่อนและหลังแช่ในสารละลาย SBF	56

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

U	เลขคลื่น
δ	Chemical Shift
β -TCP	β -Tricalcium Phosphate
CDP	Cyclodepolymerization
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectrophotometry
for FT-IR :	
s	strong
GPC	Gel Permeation Chromatography
HAp	Hydroxyapatite
HAPEX™	วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีน
IR	Infrared Spectrophotometry
MALDI-TOF	Matrix-assisted Laser Desorption Ionization Time of Flight
Mn	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน
MS	Mass Spectrometry
Mw	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก
MW	น้ำหนักโมเลกุล
MWD	ค่าการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล
NMR	Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy
for NMR :	
br	broad
d	doublet
m	multiplet
s	singlet
t	triplet
PBN	Poly(butylene 2,6-naphthalenedicarboxylate)
PBT	Polybutylene terephthalate
PCL	Polycaprolactone
PE	Polyethylene
PEN	Poly(ethylene 2,6-naphthalenedicarboxylate)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PET	Polyethylene terephthalate
pKs	ค่าการละลายในน้ำกลั่น
PMMA	Poly(methyl methacrylate)
ppm	ส่วนในล้านส่วน
PVC	Polyvinylchloride
ROP	Ring-Opening Polymerization
SBF	Simulated Body Fluid
SEC	Size Exclusion Chromatography
SEM	Scanning Electron Microscopy
T_d	Decomposition Temperature
T_g	Glass Transition Temperature
T_m	Melting Temperature
TGA	Thermogravimetric Analysis
TTCP	Tetracalcium phosphate
XRD	X-Ray Diffraction
XRF	X-Ray Fluorescence



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ในปัจจุบันเทคโนโลยีทางการแพทย์ได้ถูกพัฒนาให้มีความเจริญก้าวหน้าอย่างมากเมื่อเทียบกับในอดีต ไม่ว่าจะเป็นการคิดค้นวัคซีนมาใช้ป้องกันโรคร้าย การปลูกถ่ายเนื้อเยื่อต่าง ๆ ตลอดจนการนำอวัยวะเทียมและวัสดุชีวภาพเข้ามาซ่อมแซมหรือทดแทนอวัยวะที่บกพร่องหรือสูญเสียไป

วัสดุชีวภาพ หมายถึง วัสดุพิเศษไม่เป็นพิษต่อมนุษย์แม้จะฝังอยู่ภายในร่างกาย จึงมีการนำวัสดุดังกล่าวนี้มาใช้ประโยชน์ในทางการแพทย์โดยเฉพาะในส่วนของกระดูก เพื่อรักษาข้อต่อและกระดูกที่หักชำรุด ด้วยการค้ำยันกระดูกที่แตกร้าวหรือหักหรือทำเป็นชิ้นส่วนมาใช้ทดแทนวัสดุเดิมที่นำมาผลิตวัสดุชีวภาพที่ได้รับความสนใจจากนักวิจัยเป็นอย่างมากคือ ไฮดรอกซีแอปาทิต (Hydroxyapatite, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) เพราะไฮดรอกซีแอปาทิตเป็นองค์ประกอบหลักที่มีอยู่ในกระดูกและฟัน จึงมีความเป็นไปได้ที่จะนำไฮดรอกซีแอปาทิตที่สังเคราะห์ขึ้นมาใช้ในร่างกายโดยไม่ก่อให้เกิดผลกระทบที่ร้ายแรงต่อร่างกาย แต่เนื่องจากไฮดรอกซีแอปาทิตมีข้อด้อยคือ การขึ้นรูปยากและสมบัติเชิงกลต่ำ จึงได้มีการพัฒนาเพื่อแก้ไขข้อด้อยดังกล่าว โดยการนำวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี หาได้ง่าย และราคาไม่แพง มาขึ้นรูปร่วมกับไฮดรอกซีแอปาทิตเพื่อผลิตเป็นวัสดุประกอบ (Composites) ซึ่งวัสดุนั้นคือ พอลิเมอร์ เช่น พอลิเมทิลเมทาอะคริเลต (PMMA) [1] พอลิเอทิลีน (PE) [2] และ พอลิคาโพรแลคโตน (PCL) [3] เป็นต้น แต่พอลิเมอร์อีกประเภทหนึ่งที่น่าสนใจ คือ พอลิเมอร์ที่สามารถสลายตัวได้เพื่อให้เนื้อเยื่อกระดูกเจริญเติบโตเข้าไปยึดติดกับตัววัสดุประกอบ

จากแนวคิดข้างต้นทำให้เกิด โครงการงานวิจัยนี้ขึ้นมาเพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีนอะซิเตต โดยพอลิเอทิลีนอะซิเตตเป็นพอลิเอสเทอร์เชิงเส้นที่สามารถสลายตัวได้ สารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์มีราคาถูก และศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ ตลอดจนความเป็นไปได้ในการนำวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้งานทางการแพทย์

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาไทด์
2. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์วัสดุประกอบด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวง โอลิโกเอทีลินอะดิเปตในรูพรุนของไฮดรอกซีเอปาไทด์
3. เพื่อศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity) ของวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาไทด์กับพอลิเอทีลินอะดิเปต

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาไทด์กับพอลิเอทีลินอะดิเปต โดยทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาไทด์ สารประกอบวง โอลิโกเอทีลินอะดิเปต และขึ้นรูปเป็นวัสดุประกอบโดยการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวง โอลิโกเอทีลินอะดิเปตในรูพรุนของไฮดรอกซีเอปาไทด์ที่ขึ้นรูปแล้ว นอกจากนี้ได้มีการนำสารที่สังเคราะห์ได้มาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ และนำวัสดุประกอบที่ได้มาทำการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพภายใต้สภาวะจำลองของร่างกายมนุษย์ ซึ่งข้อมูลที่ได้จากการทดสอบนี้จะเป็นแนวทางในการศึกษาความเป็นไปได้ของการนำวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาไทด์กับพอลิเอทีลินอะดิเปตมาใช้ในการผลิตวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทำให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาไทด์
2. ทำให้ทราบถึงความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาไทด์กับพอลิเอทีลินอะดิเปต
3. ทำให้ทราบถึงความเป็นไปได้ที่จะนำวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้มาใช้กับร่างกายมนุษย์

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 ไฮดรอกซีเอปาทาइट (Hydroxyapatite)

กระดูกประกอบไปด้วย 2 ส่วนหลัก คือ [4]

1. ส่วนที่เป็นแร่ธาตุ ซึ่งเป็นสารอนินทรีย์มีสัดส่วนประมาณ 69 % ของน้ำหนักกระดูก ประกอบด้วยสารไฮดรอกซีเอปาทาइटเป็นหลัก
2. เนื้อเยื่อ (Tissues) ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ประกอบด้วยเซลล์ ไขมัน และ พอลิเมอร์ธรรมชาติ เช่น พอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharides) พอลิฟอสเฟต (Polyphosphates) คอลลาเจน (Collagen)

2.1.1 โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइट [5]

สารไฮดรอกซีเอปาทาइटเป็นสารประกอบจำพวก แคลเซียมฟอสเฟต (Calcium phosphate) มีสูตรทางเคมีเป็น $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ มีอัตราส่วน Ca:P เป็น 10:6 หรือ 1.67:1 คำว่าไฮดรอกซีเอปาทาइटมาจากคำว่าไฮดรอกซี (Hydroxy) ซึ่งหมายถึงไฮดรอกไซด์ไอออน (Hydroxide ion) และคำว่าเอปาทาइट (Apatite) เป็นชื่อของผลึกแร่ธาตุที่มีองค์ประกอบดังนี้ $\text{M}_{10}(\text{ZO}_4)_6\text{X}_2$

สารประกอบเอปาทาइट (Apatite compound) จะมีส่วนประกอบแตกต่างกันออกไปขึ้นอยู่กับไอออนที่เข้าแทนที่ในตำแหน่ง M Z และ X ซึ่งไอออนที่เป็นไปได้ในการแทนที่ ได้แก่

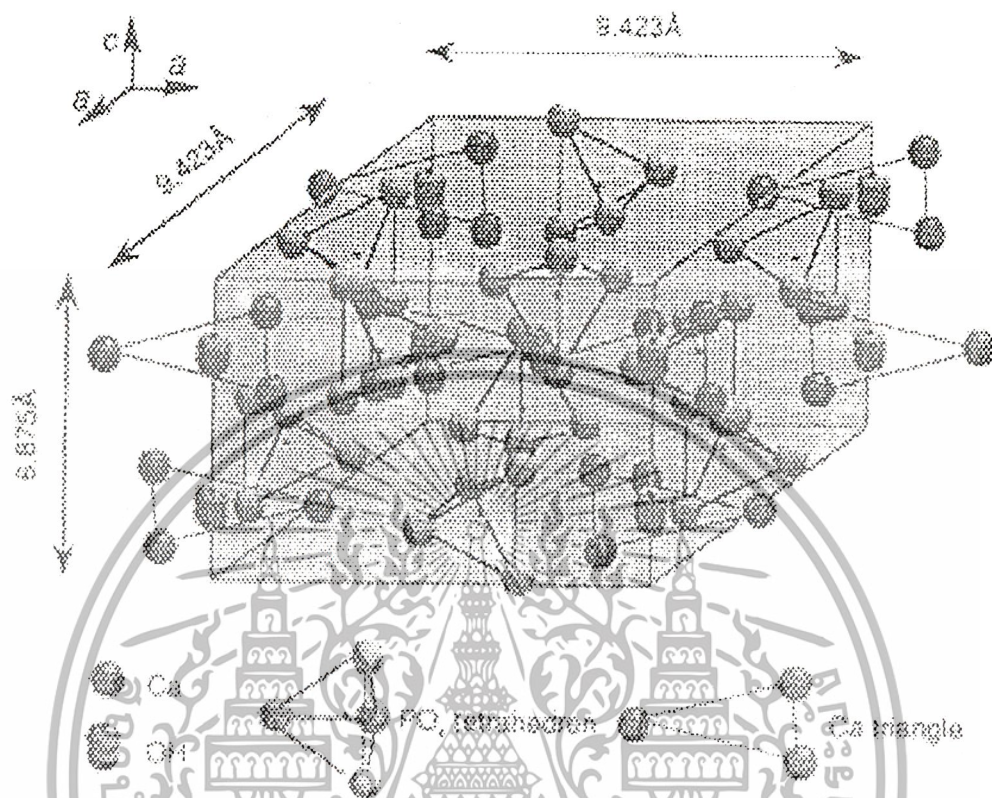
M = Ca, Sr, Ba, Cd, Pb, Mg, Na, K, H, D ฯลฯ

Z = P, V, As, S, Si, Ge, Cr, B ฯลฯ

X = OH, OD, CO_3 , O, BO_2 , F, Cl, Br, Vacancy ฯลฯ

สูตรเคมี	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$
น้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight)	M = 1004.8
ระบบผลึก (Crystal system)	Hexagonal
Lattice Constants	$a = 9.423$, $c = 6.875 \text{ \AA}$
Chemical Unit Number	Z = 1
ความหนาแน่น (Density)	D = 3.16 g/cm^3

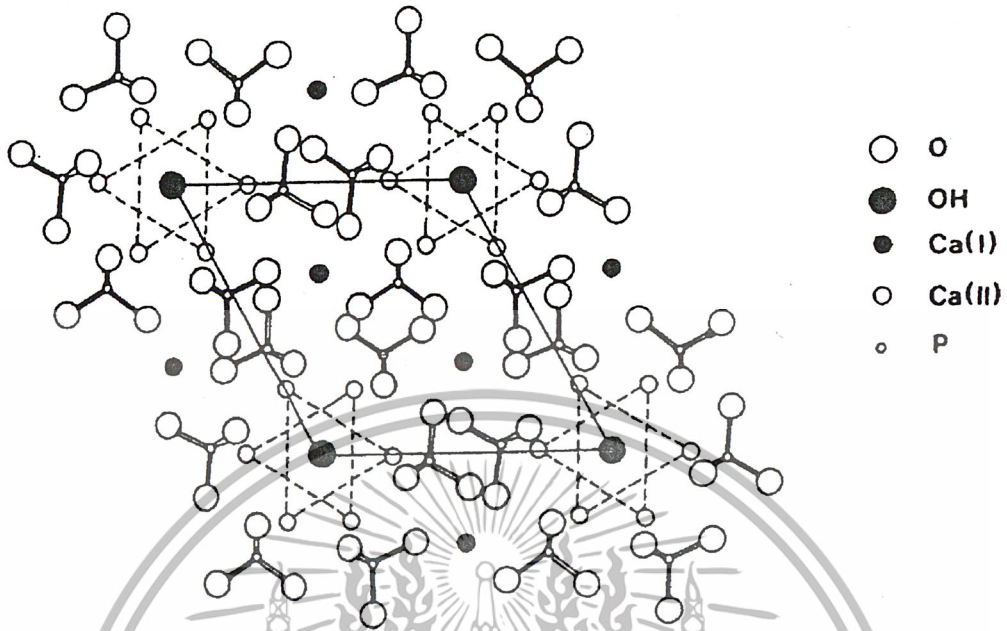
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของไฮดรอกซีแอปาทาไทต์

รูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ของไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่บริเวณมุมที่ฐานรอมบิก (Rhombic) ของหน่วยเซลล์ (Unit cell) ซึ่งมีการจัดเรียงตัวเป็นคอลัมน์ในที่ว่างซึ่งมีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงของหน่วยเซลล์ คอลัมน์ของหมู่ไฮดรอกซิลจะถูกล้อมรอบด้วยแคลเซียมไอออน 6 ไอออน ที่จัดเรียงตัวในลักษณะสามเหลี่ยมด้านเท่า 2 รูปตั้งฉากกับคอลัมน์ของไฮดรอกซิล โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นศูนย์กลาง แคลเซียมไอออนอีก 4 ไอออนที่เหลือจะเรียงต่อกันเป็นคอลัมน์ 2 คอลัมน์ระหว่างสามเหลี่ยมด้านเท่าของแคลเซียมไอออน ขนานกับคอลัมน์ของไฮดรอกซิล แคลเซียมไอออนเหล่านี้จะถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจนของออร์โทฟอสเฟตเตตระฮีดรอล (Orthophosphate tetrahedral)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2 แสดงภาพฉายด้านบนของโครงสร้างผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइट [6]

2.1.2 ความสามารถในการละลายของไฮดรอกซีเอปาทาइट [5]

ไฮดรอกซีเอปาทาइटสามารถละลายได้ในสารละลายกรด และละลายได้เล็กน้อยในน้ำกลั่น แต่ไม่สามารถละลายได้ในสารละลายอัลคาไลน์ โดยมีค่าการละลายในน้ำกลั่น (pKs) ประมาณ 120

$$pKs = -\log ([Ca]^{10} [PO_4]^{6} [OH]^{2}) \approx 120$$

ความสามารถในการละลายในน้ำกลั่นจะเพิ่มขึ้นเมื่อเติมสารอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) แต่ความสามารถในการละลายของไฮดรอกซีเอปาทาइटจะเปลี่ยนแปลงเมื่อมีกรดอะมิโน โปรตีน เอนไซม์ และสารอินทรีย์อื่นๆ สมบัติด้านการละลายนี้สัมพันธ์กับความสามารถในการเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) กับเนื้อเยื่อ และปฏิกิริยาเคมีกับสารประกอบอื่นๆ อย่างไรก็ตาม อัตราของการละลายยังขึ้นอยู่กับความแตกต่างของรูปร่าง ความมีรูพรุน ขนาดผลึก ความเป็นผลึก และการเสียรูปเนื่องจากความเครียด (Strain defects) เมื่อนำไฮดรอกซีเอปาทาइटไปเผาที่อุณหภูมิสูงจะทำให้ความสามารถในการละลายลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.3 สารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ

นอกจากไฮดรอกซีเอปาทาइट ยังมีสารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟตอีกหลายชนิดที่เข้ามามีบทบาทในงานวิจัยด้านวัสดุทางการแพทย์และอวัยวะเทียม สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตเหล่านี้ แตกต่างกันในอัตราส่วนโมลของ Ca:P ใน โครงสร้างและชนิดของไอออนองค์ประกอบอื่นๆ ตัวอย่างของแคลเซียมฟอสเฟตบางชนิดแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แคลเซียมฟอสเฟตชนิดต่างๆที่มีอัตราส่วนของ Ca:P แตกต่างกัน

สูตร	ชื่อ	อักษรย่อ	Ca:P
$\text{CaO}(\text{PO}_4)_2$	Tetracalcium phosphate (Hilgentschite)	TeCP (TTCP)	2.0
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	Hydroxyapatite	HAp	1.67
$\text{Ca}_{10-x}\text{H}_{2x}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	Amorphous calcium phosphate	ACP	
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	Tricalcium phosphate (α, β, γ)	TCP	1.50
$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Octacalcium phosphate	OCP	1.33
$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Dicalcium phosphate dihydrate (Brushite)	DCPD	1.0
CaHPO_4	Dicalcium phosphate (Monetite)	DCP	1.0
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$	Calcium pyrophosphate (α, β, γ)	CPP	1.0
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Calcium pyrophosphate dihydrate	CPPD	1.0
$\text{Ca}_7(\text{P}_5\text{O}_{16})_2$	Heptacalcium phosphate (Trömelite)	HCP	0.7
$\text{Ca}_4\text{H}_2\text{P}_6\text{O}_{24}$	Tetracalcium dihydrogen phosphate	TDHP	0.67
$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Monocalcium phosphate monohydrate	MCPM	0.5
$\text{Ca}(\text{PO}_3)_2$	Calcium metaphosphate (α, β, γ)	CMP	0.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.4 การเตรียมไฮดรอกซีเอปาทิต

สามารถเตรียมได้จากวัตถุดิบ 3 แหล่ง [4]

1. สารเคมี เช่น แคลเซียมไนเตรตและแอมโมเนียมฟอสเฟต เป็นต้น
2. ปะการังโดยนำมาผ่านกระบวนการเปลี่ยนเป็นสารไฮดรอกซีเอปาทิต แต่ปะการังมีปริมาณน้อยและเป็นปัญหาคำนึงแวดล้อม จึงไม่นิยมนำมาใช้
3. จากกระดูกสัตว์ เช่น โค กระบือ ช้าง ปลา สุนัข รวมทั้งจากมนุษย์ ส่วนใหญ่นิยมใช้กระดูกโคและกระบือ เนื่องจากมีปริมาณมากและเป็นสัตว์ที่มนุษย์เลี้ยงไว้ใช้ประโยชน์อยู่แล้ว

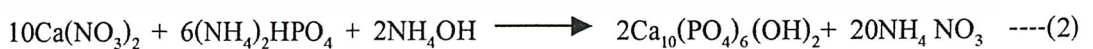
ปัจจุบันการเตรียมสาร HAp มี 5 วิธี คือ วิธีทางเคมีโดยการตกตะกอน (Precipitation method) วิธีไฮโดรลิซิส (Hydrolysis method) การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction) วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method) และวิธีอัลคอกไซด์ (Alkoxide method) แต่ละวิธีการมีรายละเอียดดังต่อไปนี้ [7]

1. การตกตะกอน (Precipitation method)

การสังเคราะห์ HAp โดยวิธีการตกตะกอนโดยทั่วไปจะเป็นไปตามวิธีของ Rathje [8] และ Hayek กับ Newesely [9] วิธีของ Rathje จะเป็นการเติมกรดฟอสฟอริกลงในสารละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ปั่นกววนอยู่ ดังสมการ (1)



ได้มีการปรับปรุงวิธีการตกตะกอนในสมการ (1) โดยการทำให้ปฏิกิริยามีความเป็นเบสสูงเพื่อให้เกิด HAp ได้ดีด้วยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ร่วมด้วย ดังวิธีของ Hayek กับ Newesely ในสมการ (2)



วิธีนี้จะมีความไวต่อค่า pH และความเข้มข้นของสารเคมีที่ใช้ สามารถใช้ CaCO_3 , CaC_2O_4 , CaCl_2 หรือ $\text{Ca}(\text{OH}_3\text{COO})_2$ แทน $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ และในทำนองเดียวกันสามารถใช้ $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$, K_2HPO_4 , KH_2PO_4 , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 แทน $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ แคลเซียมอะซิเตต ($\text{Ca}(\text{COOH})_2$) ได้ถูกเสนอให้นำมาใช้แทนแคลเซียมคลอไรด์หรือแคลเซียมไนเตรต เนื่องจากไอออนอะซิเตตจะไม่รวม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เข้าด้วยกันกับ HAp เหมือน ไอออนไนเตรตหรือ ไอออนคลอไรด์ที่อาจรวมเข้ากับ HAp ได้ อุณหภูมิที่ใช้ในการตกตะกอนจะอยู่ในช่วงอุณหภูมิห้อง (24°C) ถึงจุดเดือด ($95-100^{\circ}\text{C}$)

2. การใช้ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิส (Hydrolysis method)

HAp สามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของกรดแคลเซียมฟอสเฟต เช่น ไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), ออกตะแคลเซียมฟอสเฟต ($\text{Ca}_8\text{H}_8(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), ไดแคลเซียมฟอสเฟต (CaHPO_4) ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์, โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือ โพตัสเซียมไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้ HAp ยังเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของแคลเซียมคาร์บอเนตในสารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟตหรือโซเดียมฟอสเฟต

3. การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)

HAp สามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ได้ดังนี้

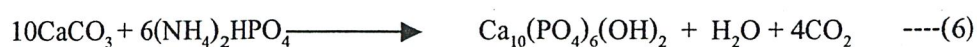
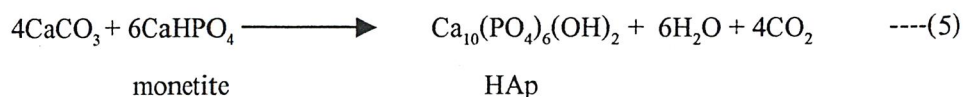


โดยนำสารประกอบแคลเซียมทั้ง 2 มาผสมกัน ทำการกวดอัดและนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 950°C

4. วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)

ปฏิกิริยาในสมการ (3) และ (4) สามารถใช้ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลได้ที่อุณหภูมิ 275°C ภายใต้ความดันไอน้ำ 12,000 psi นอกจากนี้ β -TCP, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, TTCP ยังสามารถเปลี่ยนเป็น HAp ได้ง่ายในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลภายใต้สภาวะนี้

CaCO_3 เมื่อทำปฏิกิริยากับ CaHPO_4 หรือ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ในอัตราส่วนที่เหมาะสม จะสามารถเปลี่ยนไปเป็น HAp ได้ง่าย ดังสมการ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ^{HAp} ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. วิธียัลคอกไซด์ (Alkoxide)

วิธีนี้เป็นวิธีใหม่ใช้ทำ HAp ให้เป็นฟิล์มบาง ๆ โดยใช้แคลเซียมไนเตรต 4-ไฮดรอกซ์ กับ ไตรเมทิลฟอสเฟต ละลายในเอทานอล ปล่อยให้ตัวทำละลายให้ระเหยไป นำส่วนที่เหลือไปผ่านความร้อนที่ 500-1000°C จะได้ HAp ดังสมการ



2.1.5 การประยุกต์ใช้งานของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ [4]

ลักษณะการนำวัสดุทางการแพทย์ไปใช้งานนั้น จะมี 2 ลักษณะ

1. วัสดุทางการแพทย์ที่ใส่เข้าไปในร่างกายจะทำหน้าที่ทดแทนอวัยวะนั้นๆ โดยไม่จำเป็นต้องมีส่วนเกี่ยวข้องกับระบบเนื้อเยื่อส่วนอื่นๆ ของร่างกาย
2. วัสดุทางการแพทย์ที่ใส่เข้าไปในร่างกายจะต้องมีส่วนร่วมหรือมีหน้าที่สัมพันธ์กับอวัยวะหรือส่วนต่างๆ ที่อยู่ในร่างกาย แต่ต้องไม่เป็นพิษต่อเนื้อเยื่อในร่างกาย

โดยทั่วไปการนำไฮดรอกซีแอปพาไทต์ไปใช้งานแบ่งได้ 3 ลักษณะคือ

1. สารไฮดรอกซีแอปพาไทต์แบบผง ใช้เคลือบลงบนโลหะที่เป็นส่วนประกอบหลักของข้อสะโพกเทียม หรือรากฟันเทียม หรือนำไปผสมกับวัสดุอื่นๆ เช่น พอลิเมอร์ ซึ่งจะทนทานการกัดกร่อนจากของเหลวภายในร่างกายที่โดยปกติมีสภาพเป็นกรดอ่อนๆ และจะมีความเป็นกรดมากขึ้นเมื่อเกิดการเจ็บป่วย และยังช่วยสร้างพันธะระหว่างข้อสะโพกเทียมกับกระดูกของผู้ป่วยด้วย
2. สารไฮดรอกซีแอปพาไทต์แบบชั้นเนื้อแน่น มีสมบัติเชิงกลดีกว่าแบบรูพรุน จึงสามารถรับน้ำหนักได้มากกว่า การนำไปใช้งานมักนำไปทดแทนในส่วนกระดูกสันหลังของผู้ป่วย โดยสารไฮดรอกซีแอปพาไทต์จะเป็นตัวเร่งให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อมาเกาะ และทำให้ระบบในร่างกายทำงานได้ดีขึ้น
3. สารไฮดรอกซีแอปพาไทต์แบบรูพรุน เป็นที่ต้องการมากที่สุดเพื่อใช้เป็นตัวแทนกระดูกของผู้ป่วย สำหรับบริเวณต่างๆ ของร่างกายที่มีการสูญเสียกระดูกไม่ว่าจะเนื่องมาจาก โรคมะเร็ง การติดเชื้อ หรืออุบัติเหตุก็ตาม โดยอาศัยความเป็นรูพรุนทำให้เซลล์และเลือดนำพาแร่ธาตุต่างๆ เข้าไปได้อย่างทั่วถึงช่วยทำให้เกิดการสร้างกระดูกเชื่อมต่อได้ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 พอลิเอสเทอร์

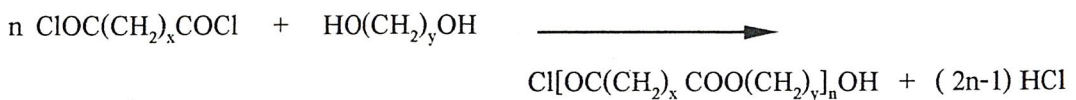
พอลิเอสเทอร์ (Polyester) เป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาควบแน่นชนิดแรกซึ่งทำการศึกษาโดย Carothers และผู้ร่วมกลุ่มวิจัย [10] ในตอนต้น ค.ศ. 1930 และเนื่องจากพอลิเอสเทอร์มีสมบัติที่มีความสามารถทนทานต่อการขูดขีดได้ดี และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานจึงถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวางในการผลิตเป็นเส้นใยและฟิล์ม ตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ที่ทำจากพอลิเอสเทอร์ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 สมบัติและการประยุกต์ใช้เส้นใยพอลิเอสเทอร์ในงานทางด้านต่าง ๆ ในประเทศสหรัฐอเมริกา [10]

ชื่อและโครงสร้าง	ความหนาแน่น	T_m	T_g	การใช้งาน
$\left[\text{CO} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{COO} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} \right]_n$ PET	1.36-1.38	265	70-80	เสื้อผ้า และขวดน้ำดื่ม
$\left[\text{CO} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{COO}(\text{CH}_2)_4\text{O} \right]_n$ PBT	1.31	224	40	สวิตช์ และ ชิ้นส่วนโทรทัศน์
$\left[\text{CO} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{COOCH}_2 - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{CH}_2\text{O} \right]_n$ PCT	1.22-1.23	290-195	60-80	แผงวงจรไฟฟ้า และ ชิ้นส่วนรถยนต์

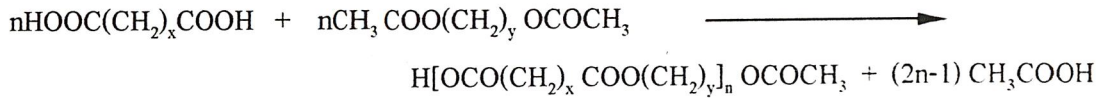
พอลิเอสเทอร์สามารถสังเคราะห์โดยแบ่งตามลักษณะของสารตั้งต้นได้หลายวิธี ได้แก่

1. Acid Chloride Synthesis [11]

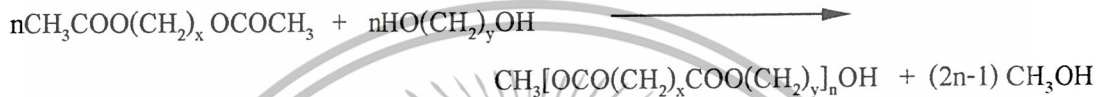


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. Acid Exchange [11]



3. Ester Exchange [11]



4. Ring - opening of Dianhydrides [10]

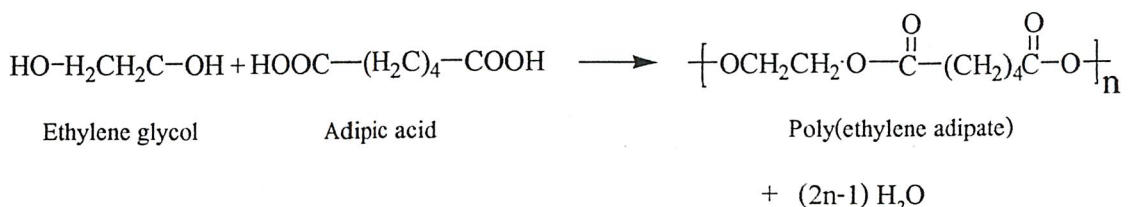


5. Ring - opening of Lactones



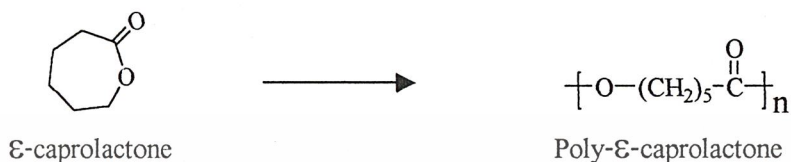
2.2.1 อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ (Aliphatic Polyester) [12]

อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ โดยทั่วไปสังเคราะห์ขึ้นจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น (Condensation polymerisation) ของไดแอซิด (Diacid) หรือไดเอสเทอร์ (Diester) กับไดออล (Diol) ตัวอย่างเช่น การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (Poly(ethylene adipate)) โดยการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันระหว่างกรดอะดิปิก (Adipic acid) กับเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol) โดยมีการขจัดโมเลกุลของน้ำออกจากปฏิกิริยา



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ Water ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้ ะลิฟาทิกพอลิเอสเทอร์ ยังสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาการเปิดวง เช่น ปฏิกิริยาการเปิดวงของ ϵ -caprolactone ได้ poly- ϵ -caprolactone เป็นผลิตภัณฑ์ ซึ่ง poly- ϵ -caprolactone นี้ มักใช้เป็นสารมัลติเมอร์ในการผลิตพอลิยูรีเทน และใช้เป็นสารพลาสติกไซเซอร์ที่ทำให้ PVC นิ่มตัว



2.2.2 อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ (Aromatic Polyester)

พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต หรือ PET เป็นพอลิเมอร์เชิงเส้นที่สำคัญ และเป็นพอลิเอสเทอร์ที่ผลิตกันมากที่สุดในเชิงการค้า ซึ่งสามารถใช้ได้ในหลายรูปแบบ เช่น ในรูปของเส้นใย ที่รู้จักกันดีในชื่อ Dacron® ในรูปของฟิล์ม ที่เรียกว่า Mylar® ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่เหนียวและแข็งแรง นอกจากนี้ ยังได้มีการพัฒนา PET ชนิดที่มีการตกผลึกเร็วสำหรับใช้เป็นขวดบรรจุเครื่องดื่มประเภทคาร์บอนเนต เนื่องจากมีความสามารถในการซึมผ่านของก๊าซต่ำ



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของ พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (PET)

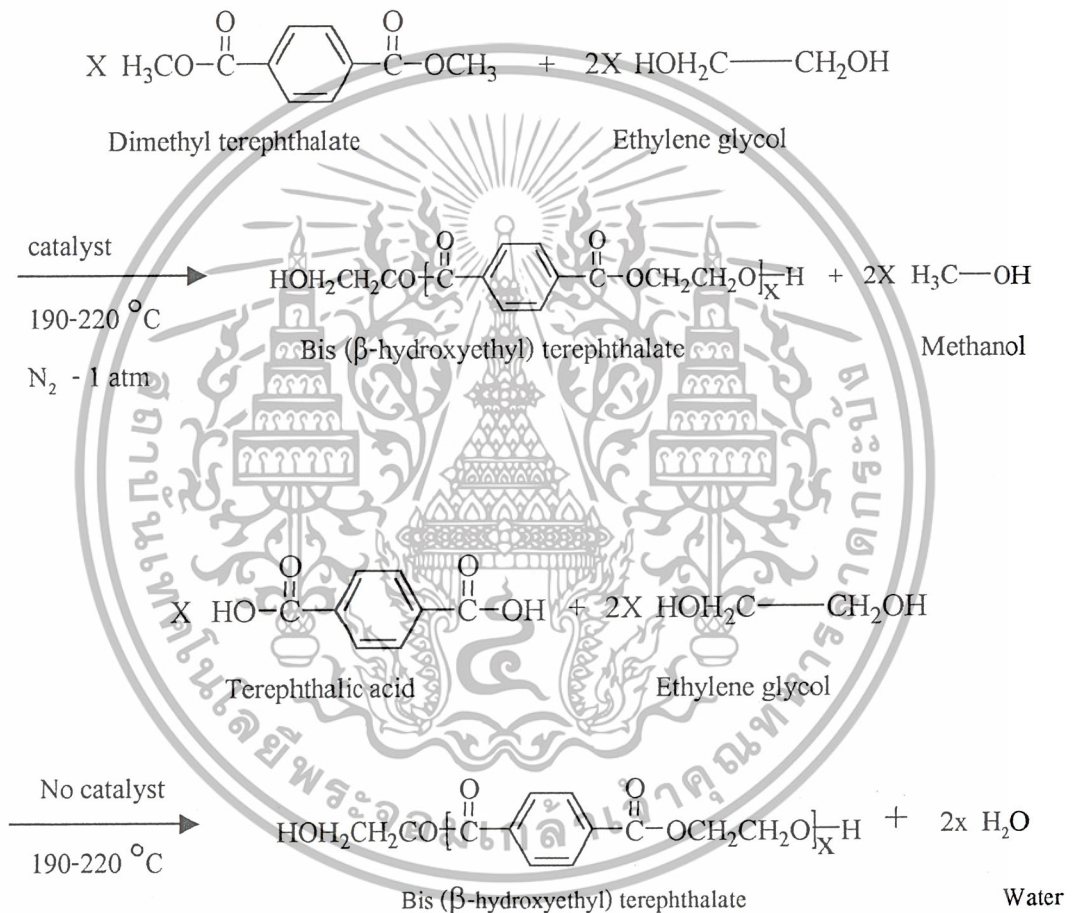
พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต สามารถเตรียมได้จากกระบวนการพอลิเมอไรส์ 2 ขั้นตอน โดยในขั้นตอนแรกของกระบวนการจะเกิดเป็นสารประกอบ โอลิโกเมอร์ ซึ่งได้จากการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน (Esterification) โดยตรงของกรดเทเรฟทาลิก (Terephthalic acid, TPA) กับ เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, EG) หรือการทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน (Transesterification) ของ ไดเมทิลเทเรฟทาเลต (Dimethyl terephthalate, DMT) กับ เอทิลีนไกลคอล โดยถ้าเริ่มจากไดเมทิลเทเรฟทาเลต ต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น Acetates ของ Li, Ca, Mg, Zn, หรือ Pb, Ti(OR)_4 , PbO ที่อุณหภูมิ 190-220 °C ความดัน 1 บรรยากาศ ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน และมีการกำจัดเมทานอลออกกระหว่างทำปฏิกิริยา และถ้าเริ่มจากกรดเทเรฟทาลิก (Terephthalic acid, TPA) ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 190-220 °C ความดัน 2 บรรยากาศ ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน และมีการกำจัดน้ำออกกระหว่างทำปฏิกิริยา ซึ่งทั้งสองปฏิกิริยานี้ต่างให้สารประกอบ โอลิโกเมอร์ตัวเดียวกัน คือ Bis (β -hydroxyethyl) terephthalate (BHET)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

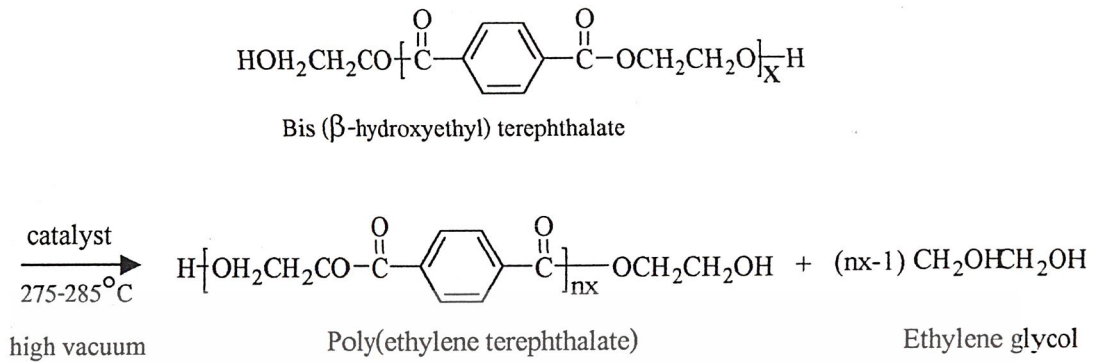
ส่วนในขั้นตอนที่สอง เกิดขึ้นจากการนำสารประกอบโพลีโอมเมอร์ที่ได้ในขั้นตอนแรกมาใช้เป็นมอนอเมอร์ในการทำปฏิกิริยาควบนแน่น (Polycondensation) ซึ่งมีตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น Sb acetate, Oxide ของ Sb, Ge, $Ti(OR)_4$ ที่อุณหภูมิ 275-285 °C โดยมีการกำจัดเอทิลีนไกลคอลออกระหว่างการเกิดปฏิกิริยา จากนั้นจะเกิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงขึ้น

ขั้นที่ 1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

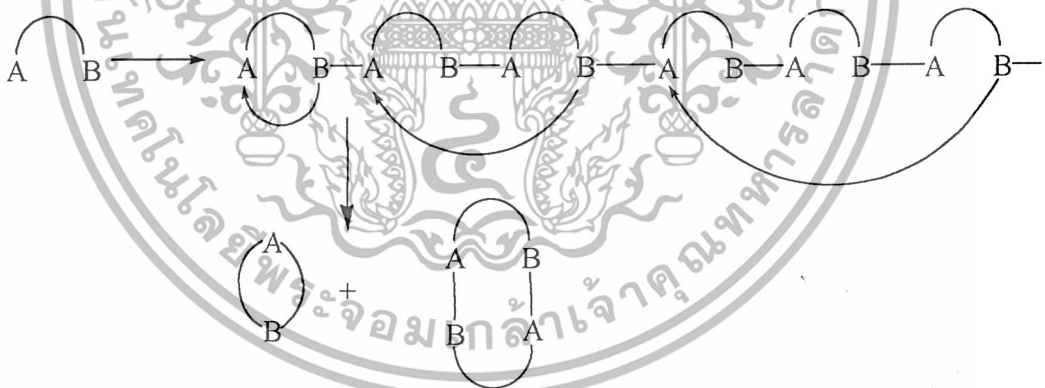
ขั้นที่ 2



รูปที่ 2.4 ขั้นตอนของปฏิกิริยาในการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต (PET)

2.3 การดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวง (Cyclodepolymerisation; CDP) [13]

ปฏิกิริยาการดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวง เป็นเทคนิคหนึ่งในหลายๆ เทคนิคที่สามารถใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบวง (Cyclics) หลักการของเทคนิคนี้คือ การทำปฏิกิริยาภายในโมเลกุล (Intramolecular reaction) ของพอลิเมอร์สายโซ่ตรงเกิดเป็นสารประกอบประเภทวง ดังแสดงในรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 การเกิดสารประกอบประเภทวง (Cyclics) ด้วยวิธีการดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวง

ดังนั้นผลิตภัณฑ์ Cyclic ที่ได้จากวิธีนี้จะ เป็น Cyclic monomer, Cyclic dimer, Cyclic trimer และ Cyclic oligomers ที่มีมวลโมเลกุลสูงขึ้น อย่างไรก็ตามอาจจะมีปฏิกิริยาระหว่างโมเลกุล (Intermolecular reaction) เกิดเป็นสารประกอบโพลิโอมเมอร์เชิงเส้นได้บ้าง ดังนั้นถ้าต้องการให้เปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบวงสูง ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นควรจะเป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นภายในโมเลกุลมากกว่าปฏิกิริยาระหว่างโมเลกุล ซึ่งทำได้โดยใช้วิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลักการของวิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูง (High Dilution Method) คือ เมื่อความเข้มข้นของสายโซ่โมเลกุลในตัวทำละลายต่ำ สายโซ่โมเลกุลแต่ละสายโซ่จะอยู่ห่างกัน ทำให้หมู่ปลายที่ว่องไวของสายโซ่มีโอกาสทำปฏิกิริยาข้ามโมเลกุลกันน้อยลง ดังนั้นโอกาสที่จะทำปฏิกิริยาภายในโมเลกุลเดียวกันเกิดเป็นสารประกอบวงจึงมีสูง

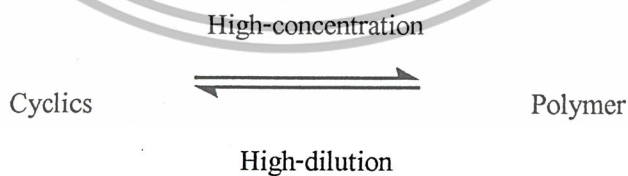
2.4 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง (Ring-opening Polymerisation; ROP)

Cyclic ester สามารถเกิดการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงผ่านไอออนบวกหรือไอออนลบเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาดังแสดงในรูปที่ 2.6 ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาเปิดวงนั้น ถ้าเป็น Cyclic monomer ที่มีวงขนาดเล็กจะขึ้นกับความเครียดภายในวงเป็นสำคัญ แต่ถ้าเป็น Cyclic monomer ที่มีวงปานกลาง การเปิดวงจะขึ้นกับความเค้นของหมู่ข้างเคียงเป็นสำคัญ



รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงด้วยไอออนลบ

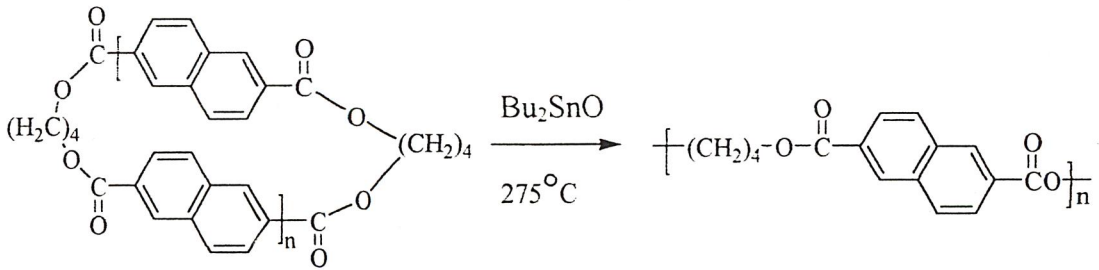
Cyclic monomer ที่มีขนาดวงใหญ่ขึ้น เช่น ϵ -caprolactone มีแนวโน้มที่จะไม่ให้ออกการพอลิเมอไรเซชันที่สูง เนื่องจากมีความเครียดภายในวงน้อยและวงขนาดใหญ่จะไม่ให้ผลของความเครียดภายในวง ดังนั้นจึงต้องทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงในสภาวะความเข้มข้นสูงโดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมเพื่อให้ระบบเกิดพอลิเมอไรเซชันสูง ดังแสดงในรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 สมดุลของปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงและพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง

รูปที่ 2.8 เป็นตัวอย่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ Poly(butylene 2,6-naphthalene dicarboxylate)cyclic (PBN) โดยใช้ Dibutyltin oxide เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้สภาวะความเข้มข้นสูง [14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.8 Ring-opening Polymerisation of PBN cyclic

2.5 การประยุกต์ใช้งานวัสดุประกอบในร่างกายมนุษย์ [15]

วัสดุทางชีวภาพ ไม่ว่าจะเป็น หลอดเลือดเทียม ข้อเทียม หรือวัสดุอุดฟัน ล้วนเป็นวัสดุที่สร้างขึ้นเพื่อซ่อมแซมหรือทดแทนส่วนต่างๆของร่างกายที่บกพร่อง ข้อสะโพกเทียมนับเป็นตัวอย่างหนึ่งที่เห็นได้ชัดเจน นับแต่ได้ถูกนำมาใช้ครั้งแรกในช่วงปี 1950 ที่ประเทศอังกฤษโดย Sir John Charnley จากนั้นมีผู้ป่วยในอังกฤษเป็นจำนวนสูงถึง 40,000 คนต่อปี และประมาณเกือบครึ่งล้านของประชากรทั่วโลกที่เข้ารับการผ่าตัดเปลี่ยนข้อสะโพกเทียม ข้อสะโพกเทียมโดยทั่วไปแล้วประกอบด้วย 2 ส่วนด้วยกันคือ ส่วนที่เป็นโลหะและพลาสติก โลหะอาจทำขึ้นจากเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316L โลหะผสมของโคบอลต์-โครเมียม หรือโลหะผสมของไททานเนียม-อลูมิเนียม-วานาเดียม ส่วนพลาสติกมักทำจาก Ultra High Molecular Weight Polyethylene จะมีลักษณะเป็นรูปครึ่งทรงกลม ทั้ง 2 ส่วนจะถูกทำให้อยู่กับที่ด้วยซีเมนต์กระดูกซึ่งเป็นพอลิเมอร์ประเภท Poly(methyl- methacrylate) (PMMA) ปัจจุบันนี้ ศัลยแพทย์พยายามหลีกเลี่ยงการใช้ PMMA และหันมาใช่วัสดุชนิดอื่น เช่น การเคลือบผิวของวัสดุด้วย Hydroxyapatite (HA) หรือด้วยโลหะที่มีรูพรุน เพื่อหวังให้เนื้อเยื่อกระดูกโตเข้าไปยึดติดกับตัววัสดุได้ จากการสำรวจจนใช้ที่เข้ารับการผ่าตัดเปลี่ยนข้อสะโพกเทียมในประเทศอังกฤษ พบว่าประมาณ 18% ของผู้ป่วยต้องเข้าทำการผ่าตัดซ้ำ สาเหตุของการผ่าตัดซ้ำ ไม่ได้เกิดเนื่องมาจากการแตกหักของตัวข้อเทียมโดยตรง แต่เกิดจากผลการตอบสนองของร่างกายที่มีต่อวัสดุ ส่วนโลหะของข้อเทียมที่ฝังอยู่ในกระดูกจะช่วยรับแรงที่กระทำต่อกระดูกไปเป็นส่วนใหญ่ และด้วยความแตกต่างระหว่างความแข็ง (Stiffness) ของโลหะและกระดูกนี้เอง จะทำให้กระดูกที่อยู่บริเวณรอบๆวัสดุเกิดการสลายตัว (Bone resorption) ทำให้เกิดการหลวมของข้อขึ้น ซึ่งอาจเกิดขึ้นภายใน 5-20 ปีภายหลังการจากการผ่าตัด การแก้ปัญหาในจุดนี้อาจทำได้โดยการหาวัสดุที่มี Stiffness ที่ใกล้เคียงกับกระดูกมาแทน และจะดียิ่งขึ้นถ้าวัสดุนั้นมีสมบัติเป็น Bioactive กล่าวคือ สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการเจริญเติบโตของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระดูกไปบนวัสดุฝังได้ จึงเป็นที่มาของ HAPEX™ ซึ่งเป็นผลงานของทีมวิจัยแห่ง Queen Mary and Westfield Collage มหาวิทยาลัยลอนดอน ผลิตขึ้นเพื่อใช้เป็นสารทดแทนกระดูก สร้างขึ้นมา จากวัสดุประกอบ (Composite) ระหว่าง ไฮดรอกซีเอปาทาไทต์ (Hydroxyapatite) กับ พอลิเอทิลีน ชนิดความหนาแน่นสูง (High density polyethylene) ไฮดรอกซีเอปาทาไทต์จะช่วยเพิ่ม Stiffness และความคงทนให้กับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง และด้วยเหตุที่ไฮดรอกซีเอปาทาไทต์ เป็น สารที่เป็นองค์ประกอบของกระดูก (กระดูกเป็นวัสดุประกอบระหว่าง HAP กับ Collagen) จะช่วย ให้เซลล์กระดูกเจริญมาบนวัสดุประกอบนี้ได้ ในการทดลองเลี้ยงเซลล์ Osteoblast ซึ่งเป็นเซลล์ที่ ทำหน้าที่ผลิตกระดูกในร่างกาย ลงบนวัสดุชนิดนี้ พบว่าเซลล์สามารถเจริญเติบโตและแพร่ขยาย ไปทั่วชิ้นงานได้ดี โดยเซลล์จะยึดติดกับ HAP ที่ผิวของชิ้นงาน และจากการศึกษาทางชีวภาพใน ร่างกาย พบว่าการยึดระหว่างตัววัสดุและกระดูกบริเวณที่ฝังวัสดุนี้ เป็นไปแบบมั่นคงและแข็งแรง ในปี 1987 HAPEX™ ได้ถูกนำมาใช้ในคนไข้ที่กระดูกเข่าแตกหัก และใช้ในผู้ป่วยที่สูญเสียตา และต้องการจะใส่ตาปลอม ซึ่งสามารถตัดแต่งเป็นรูปร่างต่างๆได้ง่ายในระหว่างการผ่าตัด โดย อาศัยเพียงเครื่องมือธรรมดาในห้องผ่าตัดเท่านั้น นอกจากนี้ HAPEX™ ยังใช้แทนกระดูกในหูชั้น กลางอีกด้วย (HAPEX™ ได้รับการยอมรับจากองค์การอาหารและยาของประเทศสหรัฐอเมริกา (FDA) ว่าเป็นวัสดุที่เหมาะสมในการใช้ทดแทนกระดูกในหูชั้นกลาง สามารถขึ้นรูปได้ง่าย คงทน และมีสมบัติในการนำเสียงที่ดี)

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยของนางสาวชาวเรศ มะลิมาศ และนายปิยวิทย์ รัตนฤทธินนท์ [16] ได้ทำการ ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้ สารตั้งต้นคือ แคลเซียมไนเตรดเตตระไฮเดรต (Calcium nitrate tetrahydrate) กับฟอสฟอรัสเพน- ท็อกไซด์ (Phosphorous pentoxide) หรือกรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid) ควบคุมค่า pH ด้วยสาร ละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide) และทิ้งให้ตกตะกอนสมบูรณ์เป็นเวลา 30 และ 60 นาที พบว่าชนิดของสารตั้งต้น ค่า pH ที่ใช้ในการตกตะกอน และเวลาในการตก ตะกอน มีผลต่อการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาไทต์คือ ถ้าใช้สารตั้งต้นชนิดเดียวกันและเวลาในการ ตกตะกอนเท่ากัน เมื่อค่า pH ในการตกตะกอนสูงขึ้น จะมีผลให้อัตราส่วนโมลของ Ca:P สูงขึ้น และถ้าใช้สารตั้งต้นชนิดเดียวกัน ค่า pH ในการตกตะกอนเท่ากัน เมื่อใช้เวลาในการตกตะกอนมาก ขึ้น อัตราส่วนโมลของ Ca:P ก็จะมากขึ้น โดยสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ คือ ใช้แคลเซียม ไนเตรดเตตระไฮเดรตและกรดฟอสฟอริกเป็นสารตั้งต้น ตกตะกอนที่ค่า pH เท่ากับ 9 เป็นเวลา 60 นาที จะได้อัตราส่วนโมลของ Ca:P เท่ากับ 1.15 ซึ่งเข้าใกล้ค่าทางทฤษฎีของไฮดรอกซีเอปาทาไทต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยามให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มากที่สุด(อัตราส่วน โมลของ Ca:P เท่ากับ 1.67) และเมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ โดยการแช่ในสารละลาย Simulated Body Fluid (SBF) พบว่ามีไฮดรอกซี-แอปพาไทต์เกิดขึ้นที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง แสดงว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีความว่องไวทางชีวภาพ

งานวิจัยของ A. J. Hall และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [17] ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาการดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวงเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็น Cyclic oligo(hexylene isophthalate)s โดยสังเคราะห์ Poly(hexylene isophthalate) จากการรีฟลักซ์ Isophthalic acid และ 1,6-Dibromohexane พร้อมป้อนกวนอย่างรุนแรงเป็นเวลา 78 ชั่วโมง แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยตกตะกอนในเมทานอล และทำให้แห้งที่ความดัน 20 mmHg อุณหภูมิ 50°C ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 72% เมื่อนำมาทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบว่ามีพีคเกิดขึ้นที่ค่า δ เท่ากับ 1.56 (4H, m) 1.85 (4H, m) 4.39 (4H, t) 7.55 (1H, t) 8.24 (2H, d) และ 8.70 (1H, m) ppm จาก FTIR ได้ค่า ν_{max} ที่ 2933 2896 2855 1721 1302 1237 729 cm^{-1} ซึ่งสรุปได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็น Poly(hexylene isophthalate) และจากการวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค GPC พบว่ามีค่า $M_n = 15500$ และ $M_w = 34000$

สำหรับขั้นตอนการดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวงนั้น ทำได้โดยการรีฟลักซ์ Poly(hexylene isophthalate) ใน 1,2-Dichlorobenzene เป็นเวลา 10 วันโดยใช้ไดบรอมิทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้แห้งที่ความดัน 20 mmHg ได้ผลิตภัณฑ์เป็น Cyclic oligo(hexylidene-isophthalate)s ที่มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวคิดเป็นร้อยละ 97 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR จะได้ ν_{max} ที่ 2936 2861 1723 1309 1237 1142 1096 1074 และ 727 cm^{-1} เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ ค่า δ เป็น 1.54-1.65(4H, m) 1.84(4H, m) 4.34-4.41(4H, m) 7.57(1H, m) 8.25(2H, m) และ 8.70-8.74(1H, m) ppm เทคนิค GPC พบว่ามีพีคของสารประกอบวงตั้งแต่วงไดเมอร์ ไตรเมอร์ จนถึงวงโอลิโกเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง และในเทคนิค MALDI-TOF MS จะพบพีคของสารประกอบวงค้ำจั่ว ปรากฏอยู่ที่ m/z เท่ากับ 519 (Cyclic dimer) 767 (Cyclic trimer) 1015 (Cyclic tetramer) 1263 (Cyclic pentamer) 1512 (Cyclic hexamer) 1760 (Cyclic heptamer) 2008 (Cyclic octamer) 2256 (Cyclic nonamer) 2504 (Cyclic decamer) 2753 (Cyclic 11-mer) 3000 (Cyclic 12-mer) 3249 (Cyclic 13-mer) 3496 (Cyclic 14-mer) 3744 (Cyclic 15-mer) 3993 (Cyclic 16-mer) 4240 (Cyclic 17-mer)

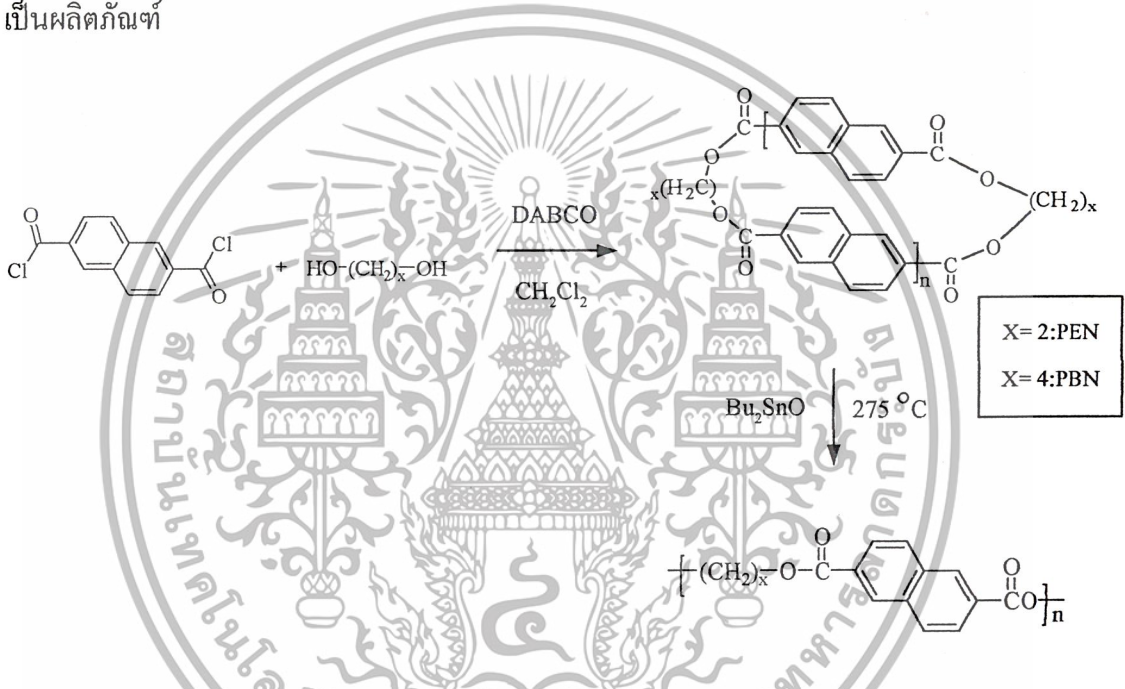
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานวิจัยของ P. Hubbard และ W. J. Brittain [14] เป็นการสังเคราะห์ poly(alkane 2,6-naphthalenedicarboxylate) โดยวิธีการพอลิเมอไรซ์แบบเปิดวงของวงโอลิโกเมอร์ (Cyclic oligomers) โดยเตรียมวงโอลิโกเมอร์จาก Alkanediol และ 2,6-Naphthalenedicarbonyl chloride โดยมี Diazobicyclo [2.2.2] Octane (DABCO) ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและตัวรับกรด (Acid acceptor)

ในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาให้เป็นวงนั้น ทำได้โดยการนำ 2,6-Naphthalenedicarbonyl chloride 0.005 โมล มาทำปฏิกิริยากับอัลเคนไดออล ในไซคลอโรมีเทน 100 มิลลิลิตร ที่ 0°C โดยเติม DABCO ลงไป 0.0125 โมล ในงานวิจัยนี้ใช้ อัลเคนไดออล 2 ตัว คือ บิวเทนไดออล และอีเทนไดออล จากปฏิกิริยาระหว่าง 2,6-Naphthalenedicarbonyl chloride กับบิวเทนไดออล ได้ผลิตภัณฑ์เป็น Poly(butylene 2,6-naphthalenedicarboxylate) (PBN) ที่เป็นวงโอลิโกเมอร์ โดยมีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 75% และเมื่อใช้ Ethanediol แทน Butanediol ได้ผลิตภัณฑ์เป็น Poly(ethylene 2,6-naphthalenedicarboxylate) (PEN) ที่เป็นวงโอลิโกเมอร์ โดยมีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 57%

เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้ง 2 ชนิด มาทดสอบด้วยเทคนิค GPC พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นโอลิโกเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ไม่พบพีกของหมู่ไฮดรอกซิล และไม่พบสัญญาณโปรตอนของหมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งเป็นหมู่ปลายสายโซ่ (End group) ของพอลิเมอร์เชิงเส้นในเทคนิค IR และ ¹H-NMR ตามลำดับ ข้อมูลจาก MS ระบุว่าพีกที่ m/z เท่ากับ 579 และ 849 ซึ่งเป็นพีกของวงไดเมอร์ และวงไตรเมอร์ของ Poly (butylene 2,6-naphthalenedicarboxylate) และมีพีกที่ m/z เท่ากับ 485 727 969 และ 1211 ซึ่งเป็นพีกของวงไดเมอร์ วงไตรเมอร์ วงเตตระเมอร์ และวงเพนตะเมอร์ของ Poly(ethylene 2,6-naphthalenedicarboxylate) ตามลำดับ จึงยืนยันได้ว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้ง 2 ชนิดนั้นเป็นสารประกอบวง และจากเทคนิค GPC พบว่า สารประกอบวง PBN จะมีปริมาณวงไตรเมอร์มากที่สุดในขณะที่สารประกอบ PEN มีปริมาณวงไดเมอร์มากที่สุด

การทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวง PBN ทำได้โดยนำสารประกอบวง PBN มาเติมไดบิวทิลทินออกไซด์ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีไดคลอโรโรมีเทนเป็นตัวทำละลาย ระเหยตัวทำละลาย และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 275°C เป็นเวลา 15 นาที ภายใต้สภาวะสุญญากาศ จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น PBN [Poly(butylene 2,6-naphthalenedicarboxylate)] ในทำนองเดียวกัน สารประกอบวง PEN จะใช้ทีทานเนียม (IV) โพรพอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีไดคลอโรโรมีเทนเป็นตัวทำละลาย ระเหยตัวทำละลาย และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 295-300°C เป็นเวลา 25 นาที ภายใต้สภาวะสุญญากาศ จะได้ PEN [Poly(ethylene 2,6-naphthalenedicarboxylate)] เป็นผลิตภัณฑ์



รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวง โอลิโกเมอร์จาก Poly(alkylene 2,6-naphthalenedicarboxylate)

งานวิจัยของนางสาวชลาธร จันทร์ทัด และนายธีระวัฒน์ เถลิงสุขศรี [18] เป็นการศึกษาเทคนิคการรีไซเคิลพอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต (PET) ด้วยการดีพอลิเมอไรส์แบบปิดวง (Cyclodepolymerisation) และการพอลิเมอไรส์แบบเปิดวง (Ring-opening Polymerisation) โดยแบ่งเป็น 2 ขั้นตอนคือ

ขั้นตอนที่ 1 เป็นการดีพอลิเมอไรส์แบบปิดวง โดยรีฟลักซ์ PET ในตัวทำละลาย มีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งจากการทดลองพบว่า ตัวทำละลายที่เหมาะสมคือ ออโรไดคลอโรโรเบนซีน โดยอัตราส่วนน้ำหนักพอลิเมอร์(กรัม) ต่อปริมาตรตัวทำละลาย (มิลลิลิตร) ที่เหมาะสมคือ 1:40 และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 วัน ได้ผลิตภัณฑ์ซึ่งเป็นวงโอลิโกเมอร์ 76%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC และ DSC พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเท่ากับ 1090 ซึ่งมีค่าต่ำกว่าเมื่อเทียบกับพอลิเมอร์เริ่มต้น และมีอุณหภูมิหลอมเหลวเท่ากับ 320°C ตามลำดับ จากเทคนิค FT-IR พบว่ามีสัญญาณของ C=O ที่ 1721 cm^{-1} และ C-O ที่ 1264 cm^{-1} กับ 1090 cm^{-1} โดยไม่พบสัญญาณของ O-H ซึ่งเป็นหมู่ปลายสายโซ่ของโพลิโกเมอร์เชิงเส้น เทคนิค NMR พบ δ ที่ 4.7 (4H,s,CH₂) 8.1(4H,s,aromatic) ppm โดยพบสัญญาณของแอลฟาและเบต้าไฮโดรเจนของหมู่เมทิลีนที่ต่อกับหมู่ไฮดรอกซี ที่ δ เท่ากับ 3.9 และ 4.5 ppm น้อยมาก และเทคนิค MALDI-TOF MS ให้ค่า m/z เท่ากับ 578 (Cyclic trimer) 770 (Cyclic tetramer) 961 (Cyclic pentamer) 1154 (Cyclic hexamer) 1345(Cyclic heptamer) 1538 (Cyclic octamer) 1729 (Cyclic nanomer) และ 1922 (Cyclic decamer)

ขั้นตอนที่ 2 เป็นการนำ Cyclic PET ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 มาทำการพอลิเมอไรซ์แบบเปิดวง ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 250°C ในสภาวะความเข้มข้นสูง พบว่า เวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาคือ 60 นาที และได้ % ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 84 จากเทคนิค DSC พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีอุณหภูมิหลอมเหลวเท่ากับ 252 และ 278°C โดยจะพบสัญญาณของ C=O ที่ 1717 cm^{-1} และ C-O ที่ 1259 กับ 1097 cm^{-1} เทคนิค NMR ให้ค่า δ ที่ 4.8 (4H,s,CH₂) 8.1(4H,s,aromatic) ppm ซึ่งจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆพบว่า PET ที่ได้จากการพอลิเมอไรซ์แบบเปิดวงมีความสอดคล้องกับ PET ก่อนการทำปฏิกิริยา

งานวิจัยของนางสาวกมลวรรณ รัตนภักดิ์ นางสาวพนอ วรรณวงศ์ และนางสาวศิริยา เขียมสกุล [19] ได้ทำการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต (PET) พอลิเอทิลีนกลูตาเรต (PEG) และพอลิเมอร์ร่วม โดยปฏิกิริยาการพอลิเมอไรซ์แบบเปิดวง ในขั้นการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนกลูตาเรต จะใช้โคเมทิลกลูตาเรตและเอทิลีนไกลคอลเป็นสารตั้งต้น โดยมีทาเนียมไอโซโพรพอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเทคนิค GPC FT-IR และ NMR พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลโดยเฉลี่ยเท่ากับ 4498 ซึ่งไม่สูงมากนัก พบสัญญาณที่ $3200\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ และ δ เท่ากับ 3.6 และ 3.8 ซึ่งบ่งชี้ถึงหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอทิลีนกลูตาเรต ส่วนในขั้นการดีพอลิเมอไรซ์แบบปิดวงของพอลิเอทิลีนเทเรพทาเลตและพอลิเอทิลีนกลูตาเรตทำได้โดยรีฟลักซ์พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลตในอโรโซไดคลอโรเบนซีน มีโคบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา 2 วัน ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว และรีฟลักซ์พอลิเอทิลีนกลูตาเรตในคลอโรเบนซีน มีโคบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา 5 วัน ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีน้ำตาล เมื่อนำผลิตภัณฑ์ทั้งสองไปตรวจสอบด้วยเทคนิค FT-IR NMR และ GPC ไม่พบหมู่ปลายสายโซ่ของโมเลกุล และมีน้ำหนักโมเลกุลต่ำลง ขั้นสุดท้ายเป็นการพอลิเมอไรซ์แบบเปิดวง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของ Cyclic PET และ Cyclic PEG รวมถึงการพอลิเมอไรซ์ร่วมระหว่างสารทั้งสอง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลไม่สูงมากเนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ยังไม่เหมาะสม

งานวิจัยของ Amr M. Moursi และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [1] ได้ทำการศึกษาผลการตอบสนองของเซลล์สร้างกระดูกบริเวณส่วนโค้งด้านบนของกะโหลกศีรษะหนูต่อวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ PMMA เปรียบเทียบกับพอลิเมอร์ PMMA ซึ่งสาร HAp ที่ใช้เตรียมได้จากการละลายแคลเซียมอะซิเตต 1 โมล ในน้ำกลั่นปราศจากไอออน 75 มิลลิลิตร ปรับ pH เป็น 4 ด้วยกรดไนตริกเข้มข้น จากนั้นเติมกรดฟอสฟอริก 0.6 โมล ตามด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจางเพื่อปรับค่า pH เป็น 11 กรองและล้างตะกอน HAp ที่ได้ด้วยน้ำกลั่น นำไปเผาที่อุณหภูมิ 1250°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ส่วนวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ PMMA เตรียมโดยนำสารละลายผสมของ PMMA/MMA ในอัตราส่วน 30/70 โดยน้ำหนัก มาเติม 1%เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ และ HAp ที่ผ่านการเผาและบดละเอียด 20 % โดยน้ำหนัก ปั่นกวนอย่างแรง เทสารละลายผสมที่ได้ในหลอดทดลอง ปิดฝาและตั้งทิ้งไว้ 1 คืน แล้วเก็บไว้ที่ 37°C จากนั้นนำไปใส่ตู้อบอุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และขึ้นรูปวัสดุประกอบเป็นรูปแท่งโดยอัดให้มีขนาดหน้า 2 มิลลิเมตร

เมื่อทดสอบความสามารถในการรับแรงของวัสดุทั้งสอง พบว่าค่าความเค้นสูงสุดเพิ่มขึ้นจาก 40-48 MPa ของ PMMA เป็น 72-94 MPa ของวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ PMMA เนื่องจาก HAp ทำหน้าที่เสริมแรงให้กับวัสดุประกอบ และเมื่อนำเซลล์สร้างกระดูกที่ได้จากบริเวณส่วนโค้งด้านบนของกะโหลกศีรษะหนูมาหุบบนวัสดุประกอบและ PMMA แล้วตรวจสอบการเพิ่มขึ้นของเซลล์สร้างกระดูกภายหลังการหุบ 2 วัน และ 8 วัน พบว่าที่ 2 วัน จะไม่มีความแตกต่างกัน แต่ที่ 8 วัน ปริมาณเซลล์สร้างกระดูกบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบจะมีมากกว่า PMMA จึงอาจกล่าวได้ว่า HAp ในวัสดุประกอบมีส่วนช่วยให้เกิดการตอบสนองของเซลล์สร้างกระดูกที่ดีขึ้นเมื่อเทียบกับการใช้ PMMA เพียงอย่างเดียว

งานวิจัยของ D. Walsh และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [3] ได้ทำการสังเคราะห์ห่อหุ้มกระดูกประกอบระหว่างแอปตาไทต์ กับ พอลิคาโพรแลคโตน ที่ 2 อุณหภูมิ คือ 120°C และ 80°C

ในการเตรียมซีเมนต์แอปตาไทต์ที่มีรูพรุน จะเตรียมโดยนำเตตระแคลเซียมฟอสเฟต โมโนออกไซด์ ($\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$, TCPM) แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) และ โมโนแคลเซียมฟอสเฟต โมโนไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, MCPM) มาผสมกัน ใช้สารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์ทรงกระบอกจะได้เป็นบล็อกซีเมนต์แอปตาไทต์ เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนจะนำไปแช่ใน Simulated body fluid (SBF) ที่ pH 7.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 3 วัน จากการตรวจวิเคราะห์หีบถ็อกซีเมนต์แอสปาไทต์ ด้วยเทคนิค SEM พบว่าก่อนนำไปใช้ใน SBF บล็อกซีเมนต์จะมีรูพรุนภายในเชื่อมต่อกันขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 mm แต่หลังจากใช้ใน SBF จะมีที่ว่างภายในเชื่อมต่อกันขนาด 200 nm

สำหรับการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างพอลิคาโพรแลคโตนกับแอสปาไทต์ จะนำบล็อกซีเมนต์ (หรือบล็อกรวมของแอสปาไทต์) มาหยดด้วยสารละลายเจือจางของพอลิคาโพรแลคโตน (MW = 80,000) แล้วอบที่อุณหภูมิ 50°C ก่อนวางลงในขวดสามคอ ไล่อากาศภายในบล็อกแอสปาไทต์ภายใต้สภาวะไนโตรเจน เติมมอนอเมอร์ ϵ -คาโพรแลคโตน 50 กรัม และน้ำกลั่นซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา (น้ำกลั่น 0.06 และ 0.03 กรัม สำหรับการสังเคราะห์ที่ 80 และ 120°C ตามลำดับ) จากนั้นทำให้ขวดสามคออยู่ในสภาวะสุญญากาศ เพื่อให้มอนอเมอร์เข้าไปอยู่ในบล็อกของแอสปาไทต์ ได้เป็นบล็อกของวัสดุประกอบ นำบล็อกของวัสดุประกอบใส่ในหลอดแก้ว ทำการไล่อากาศ ปิดให้แน่น และใส่ในตู้อบอุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 10 วัน หรือ 80°C เป็นเวลา 60 วัน ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันจะยุติโดยการนำบล็อกของวัสดุประกอบออกจากตู้อบและทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ได้วัสดุประกอบที่มีพอลิเมอร์แทรกอยู่ในรูพรุนของแอสปาไทต์ เมื่อนำวัสดุประกอบที่ได้มาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Size exclusion chromatography (SEC) น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (Mn) ของพอลิคาโพรแลคโตนหลังจาก 10 วัน ที่ 120°C มีค่าเท่ากับ 7.1×10^3 กรัมต่อโมล และหลังจาก 60 วัน ที่ 80°C มีค่าเท่ากับ 16.8×10^3 กรัมต่อโมล จากผลการทดสอบความแข็งแรงกดอัดของวัสดุประกอบพอลิคาโพรแลคโตนที่ทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 7 วัน และ 60 วัน พบว่า มีค่าความแข็งแรงกดอัดเพิ่มขึ้นจาก 9 MPa เป็น 26 MPa และ 37 MPa ตามลำดับ และจากผลการทดสอบ Wettability ของพื้นผิว พบว่าวัสดุประกอบพอลิคาโพรแลคโตนมี Contact angle โดยเฉลี่ย เท่ากับ 64° ซึ่งเป็นมุมที่เหมาะสมต่อการยึดติดพื้นผิวและการเจริญเติบโตของเซลล์

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Calcium Hydroxide , $\text{Ca}(\text{OH})_2$) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
2. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium Hydroxide, NH_4OH) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
3. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid, H_3PO_4) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
4. ไดเมทิลอะดิเปต (Dimethyl adipate, $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_4$) บริษัท Fluka เกรควิเคราะห์
5. เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
6. เตตระไอโซโพรพิล ออร์โทไททาเนต (Tetraisopropyl orthotitanate, $\text{Ti}(\text{iPrO})_4$) บริษัท Fluka เกรควิเคราะห์
7. กรดบอริก (Boric acid, H_3BO_3) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
8. คลอโรฟอร์ม (Chloroform, CHCl_3) เกรดการค้า
9. เมทานอล (Methanol, CH_3OH)
10. คลอโรเบนซีน (Chlorobenzene, $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
11. ไดบิวทิลทินออกไซด์ (Dibutyltin oxide, $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{OSn}$) บริษัท Fluka เกรควิเคราะห์
12. พอลิไวไนลแอลกอฮอล์ (MW = 70,000-100,000)
13. ไนโตรเจนเหลว (Liquid Nitrogen)
14. สารละลาย SBF (ตารางที่ 3.1)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) บริษัท Bruker AG รุ่น SRS 3400
2. เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF (Rock Lab) รุ่น Benchmill Model 1A
3. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF (Herzog) รุ่น TP60/2D
4. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) บริษัท Bruker AG รุ่น D8 Advance
5. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) บริษัท JEOL รุ่น JSM-5410
6. เครื่องเคลือบตัวอย่าง (Sputter Coater) บริษัท Polaron Range รุ่น SC7620

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

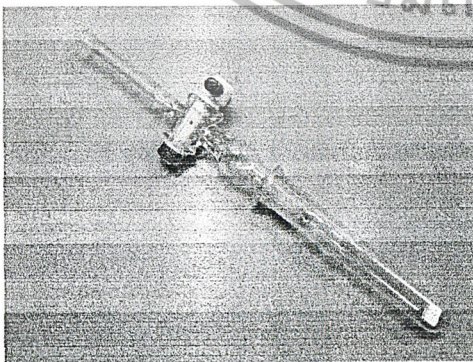
7. เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (NMR)
บริษัท Bruker AG รุ่น NMR 300 Ultra Shield ความถี่ 300 MHz ใช้เตตระ-
เมทิลไซเลน (TMS) เป็นสารมาตรฐาน
8. เครื่องเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC)
บริษัท MILLIPORE รุ่น Water 150-c
คอลัมน์ : Water Styragel™ (HT3) ขนาด 7.8 x 300 nm
วิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลในช่วง 500-30,000
ใช้พอลิสไตรีนเป็นสารมาตรฐาน
สารละลาย : เตตระไฮโดรฟูแรน (THF)
อุณหภูมิคอลัมน์ : 45°C
อุณหภูมิ injector : 45°C
อุณหภูมิ solvent/pump : 35°C
อัตราการไหล : 0.3 ml/min
ปริมาณในการฉีด : 250 µL
เวลาในการวิเคราะห์ : 1 ชั่วโมง
Detector : Reflective index
9. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) บริษัท Bruker
AG รุ่น IFS28
10. อ่างควบคุมอุณหภูมิและ Immersion circulator (FT01/5) รุ่น Isotemp
11. เครื่องหาจุดหลอมเหลว (Gallenkamp) บริษัท Sunyo รุ่น SG97/12/314
12. เครื่องระเหยตัวทำละลาย (Rotary evaporator) บริษัท BUCHI รุ่น Rotavapor R-114
13. เครื่องกรองลดความดัน บริษัท BUCHI รุ่น B-169
14. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter) บริษัท Denver Instrument รุ่น 225
15. เครื่องอัลตราโซนิก บริษัท Ney Dental รุ่น 14H
16. เครื่องชั่งอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น TC-254
17. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot plate) บริษัท Fisher Scientific
18. เครื่องควบคุมอัตราการหยดสาร บริษัท Barnant รุ่น 77120-52
19. บั้มสุญญากาศ บริษัท EDWARDS รุ่น RV12
20. เตาเผาสาร Furnace 6000
21. Heating mental

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

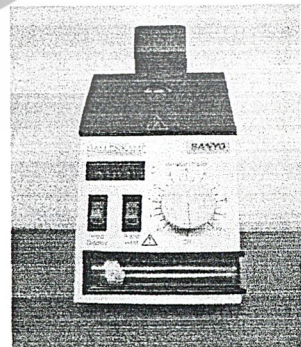
22. มอเตอร์พร้อมใบพัดปั่นกวน
23. คอนเดนเซอร์
24. เทอร์โมสแตท (Thermostat)
25. ขวดสามคอ
26. ขวดก้นกลม
27. ขวดรูปลูกโป่ง
28. หลอดทดลองสำหรับทำปฏิกิริยา ROP
29. ครุชิวเบิลชนิดพอร์ซเลน



รูปที่ 3.1 เตาเผาสารที่ใช้ในการทดลอง

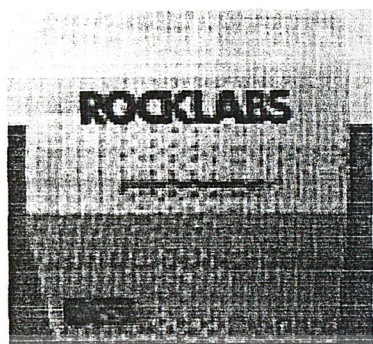


รูปที่ 3.2 หลอดทดลองสำหรับทำปฏิกิริยา ROP

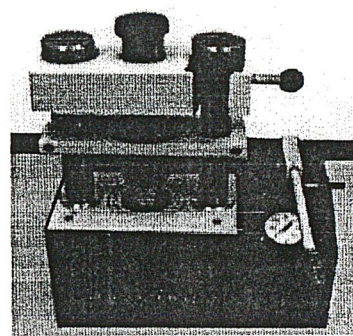


รูปที่ 3.3 เครื่องหาจุดหลอมเหลว

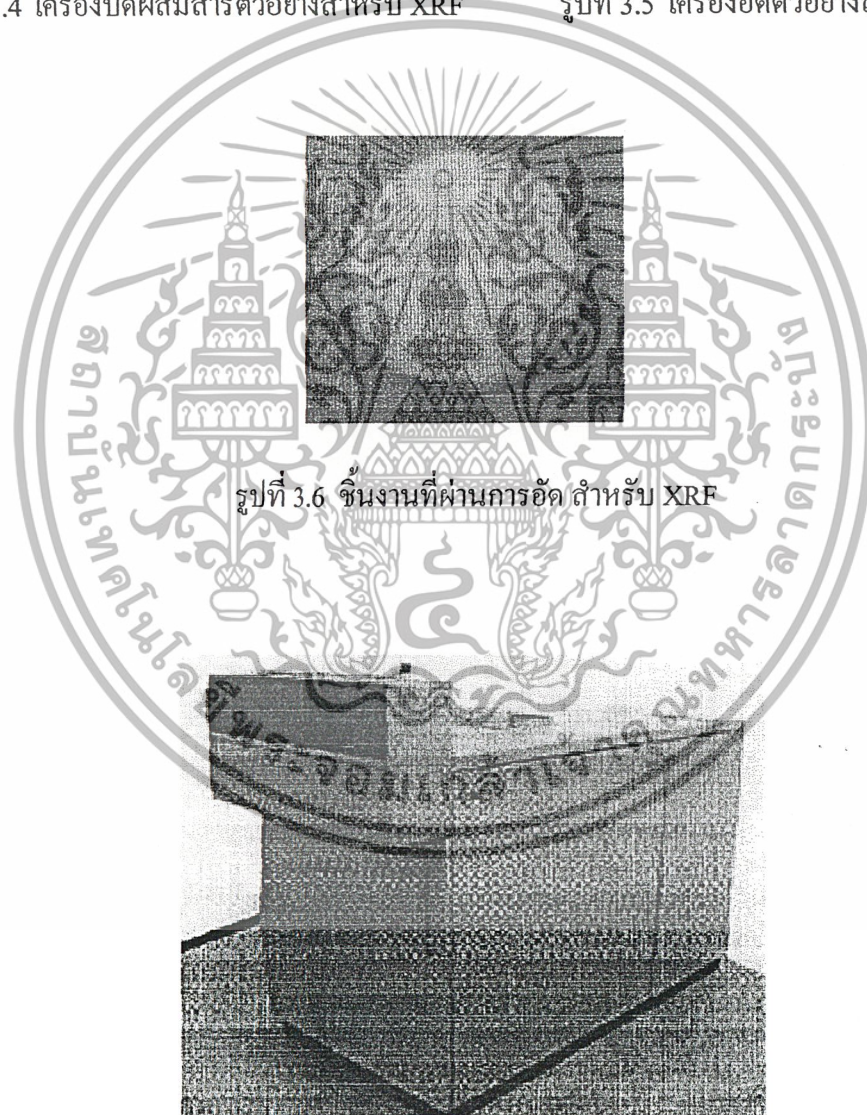
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF



รูปที่ 3.5 เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF



รูปที่ 3.6 ชิ้นงานที่ผ่านการอัดสำหรับ XRF

รูปที่ 3.7 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน

3.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ (HAp)

1) การเตรียมสารละลาย

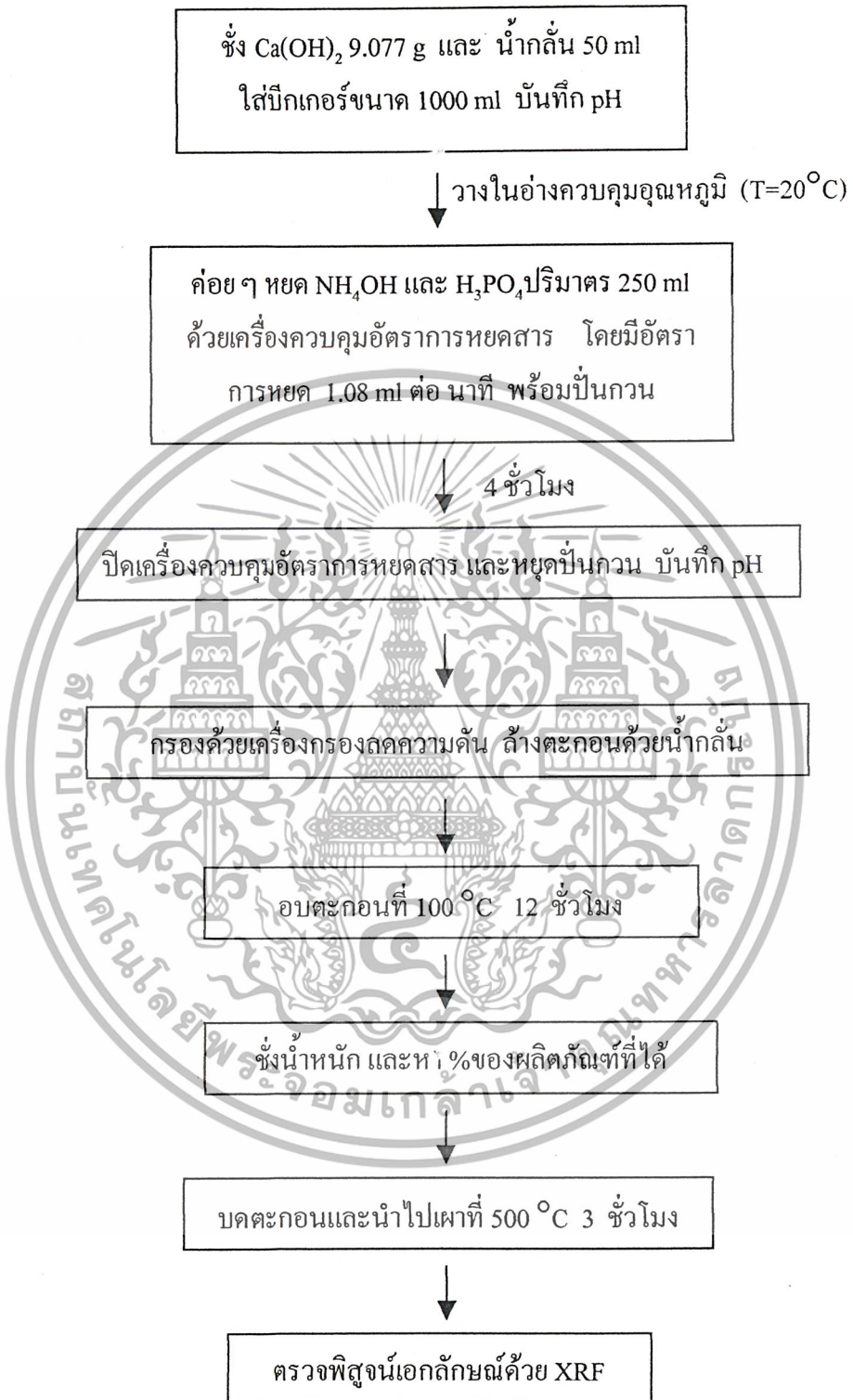
- กรดฟอสฟอริก 0.3 โมลต่อลิตร

ปีเปตกรดฟอสฟอริกที่มีความเข้มข้น 85% โดยปริมาตร มา 20 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรเป็น 1000 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น

2) การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์

1. ชั่งแคลเซียมไฮดรอกไซด์ 9.077 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร ใส่ลงบีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร และบันทึกค่า pH
2. นำบีกเกอร์ดังกล่าวไปวางในอ่างควบคุมอุณหภูมิซึ่งตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 20°C
3. ค่อยๆ หยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริก ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ด้วยเครื่องควบคุมอัตราการหยดสาร โดยมีอัตราการหยด 1.08 มิลลิลิตรต่อ นาที พร้อมบันทึกเวลา
4. เมื่อครบกำหนด 4 ชั่วโมง ปิดเครื่องควบคุมอัตราการหยดสาร และหยุดบันทึกเวลา บันทึกค่า pH (ไม่ควรต่ำกว่า 12)
5. ทำการกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน ล้างด้วยน้ำกลั่น
6. นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
7. ชั่งน้ำหนักและหาเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้
8. นำมาบดและนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
9. ตรวจสอบคุณสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence, XRF) เพื่อหาอัตราส่วน โมลระหว่าง แคลเซียมต่อฟอสฟอรัส (Ca:P)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.8 แผนงานแสดงการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การขึ้นรูปไฮดรอกซีแอปาทาइट

1. ชั่งไฮดรอกซีแอปาทาइटที่สังเคราะห์ได้จากข้อ 3.3.1 มา 20 กรัม
2. ชั่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มา 4 กรัม (20% โดยน้ำหนักของไฮดรอกซีแอปาทาइट)
3. ละลายสารทั้งสองในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร และปั่นกวน 20 นาที
4. กรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน ได้ชั้นตะกอนหนาประมาณ 1 เซนติเมตร
5. ตัดแบ่งตะกอนด้วยมีดผ่าตัดให้ได้ขนาดประมาณ 1x1 เซนติเมตร
6. นำไปอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 1 คืน
7. นำไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ขึ้นรูปแล้ว ไปเผาที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
8. ตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) และเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)



รูปที่ 3.9 ไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ผ่านการขึ้นรูป



รูปที่ 3.10 แผนงานแสดงการขึ้นรูปไฮดรอกซีเอปาทาइट

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

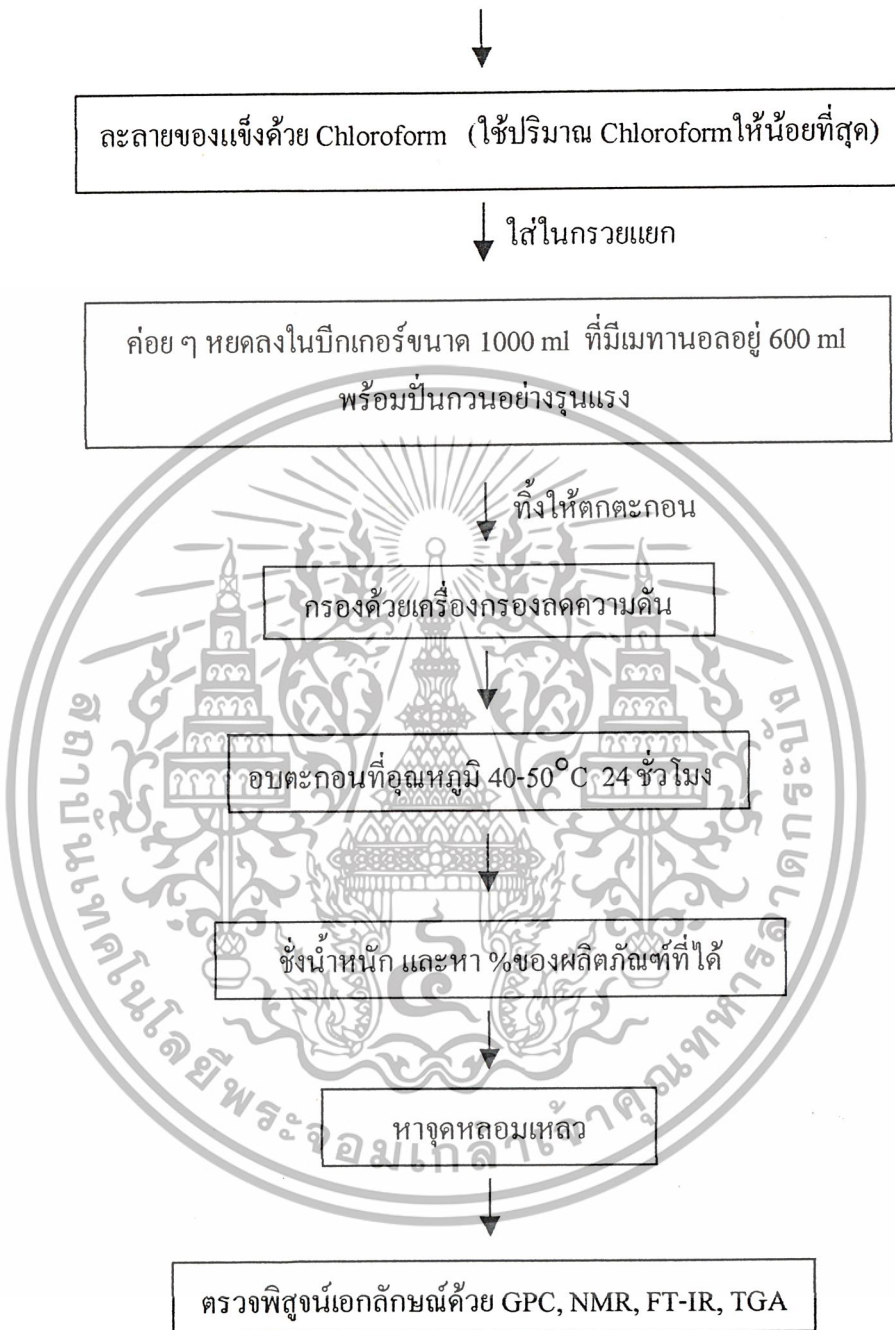
3.3.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA)

1. ชั่งไคเมทิลอะดิเปต 174 กรัม และเอทิลีนไกลคอล 62 กรัม ใส่ในขวดสามคอขนาด 250 มิลลิลิตร
2. ต่อใบพัด ชุดเทอร์โมสแตท และชุดกลั่นเข้ากับขวดสามคอ
3. ให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิเท่ากับ 100°C เติมเตตระไฮโซโพรพิลออกซิไททานต 0.5% โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ (ไคเมทิลอะดิเปต)
4. เพิ่มอุณหภูมิเป็น 170°C ปั่นกวนปฏิกิริยา
5. พ่นก๊าซไนโตรเจนเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน
6. ลดอุณหภูมิเป็น 100°C และต่อปั๊มเพื่อลดความดัน
7. เพิ่มอุณหภูมิเป็น 180°C
8. วัดปริมาณเมทานอลที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยา เพื่อการดำเนินไปของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น
9. ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไป โดยปฏิกิริยาจะสิ้นสุดเมื่อปริมาณเมทานอลไม่เพิ่มขึ้นอีก
10. หยุดปฏิกิริยา และทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะได้ของแข็งสีเหลืองอมน้ำตาล
11. ละลายของแข็งด้วยคลอโรฟอร์ม โดยใช้ปริมาณคลอโรฟอร์มให้น้อยที่สุด
12. นำมาใส่ในกรวยแยก และทำให้ตกตะกอนโดยค่อย ๆ หยดสารละลายลงในบีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร ที่บรรจุเมทานอลอยู่ 600 มิลลิลิตร พร้อมปั่นกวนอย่างรุนแรง
13. ทิ้งให้ตกตะกอนสมบูรณ์ และกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน
14. อบตะกอนที่ได้ที่อุณหภูมิ $40-50^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
15. ชั่งน้ำหนักและหาเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้
16. หาจุดหลอมเหลวของผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเครื่องหาจุดหลอมเหลว
17. ตรวจสอบคุณสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) เทคนิคแมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี (NMR) และเทคนิคฟูเรียร์-ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (FT-IR) และเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.11 แผนงานแสดงการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดีเปต

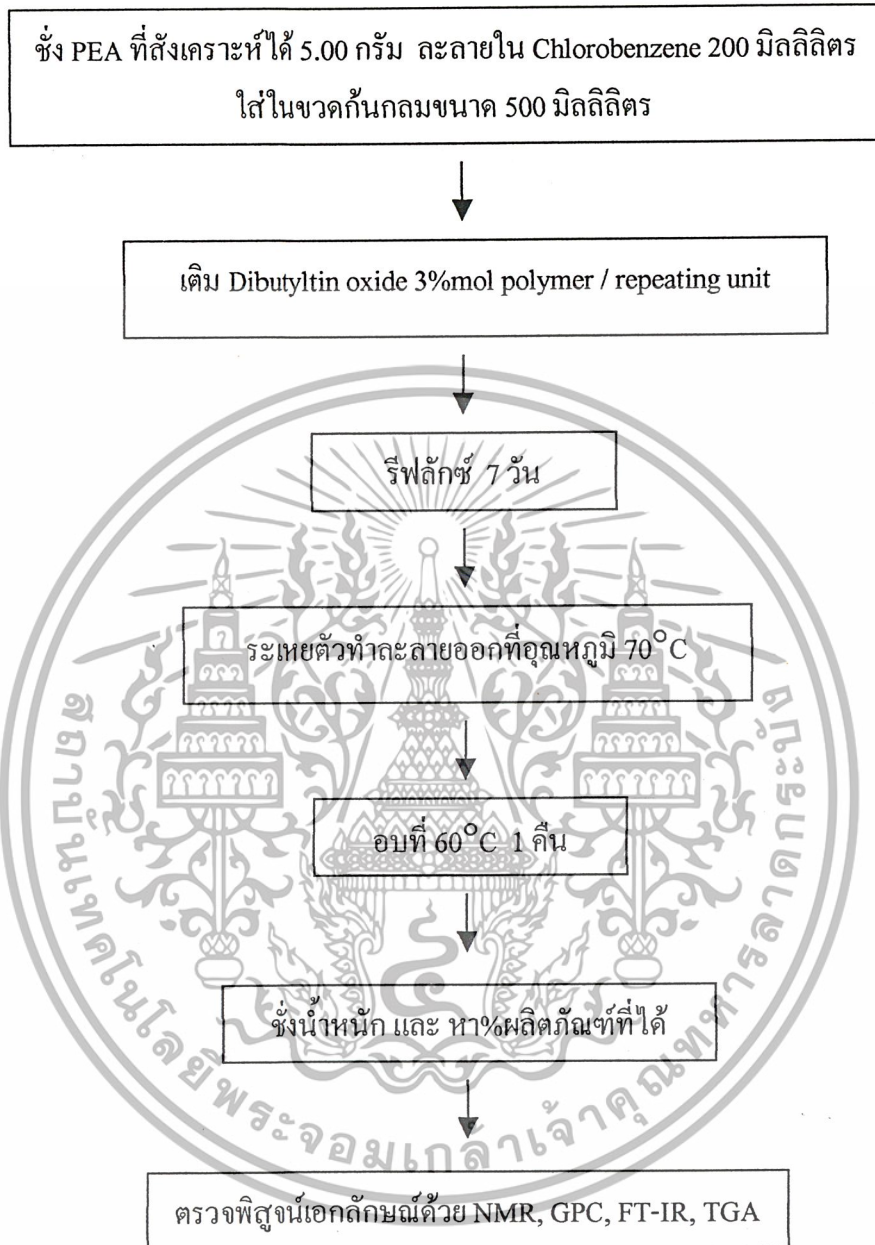
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การตีพอลิเมอร์แบบปิดวงของพอลิเอทิลีนอะดิเปต

1. ชั่งพอลิเอทิลีนอะดิเปต ที่สังเคราะห์ได้จากข้อ 3.3.3 มา 5.00 กรัม ละลายในคลอโรเบนซีน 200 มิลลิลิตร ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร
2. เติมไดบิวทิลทินออกไซด์ 3% โมลของพอลิเมอร์คิดเทียบต่อ Repeating unit
3. นำขวดก้นกลมดังกล่าวไปทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 7 วัน
4. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3. ไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน
5. นำสารละลายที่ผ่านการกรองไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 70°C
6. อบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 1 คืน
7. ชั่งน้ำหนักและหาเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้
8. ตรวจสอบเอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิคแมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี (NMR) เทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) เทคนิคฟูเรียร์-ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (FT-IR) และเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

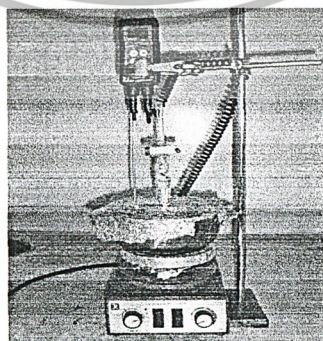


รูปที่ 3.12 แผนงานแสดงการตีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวงของ PEA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

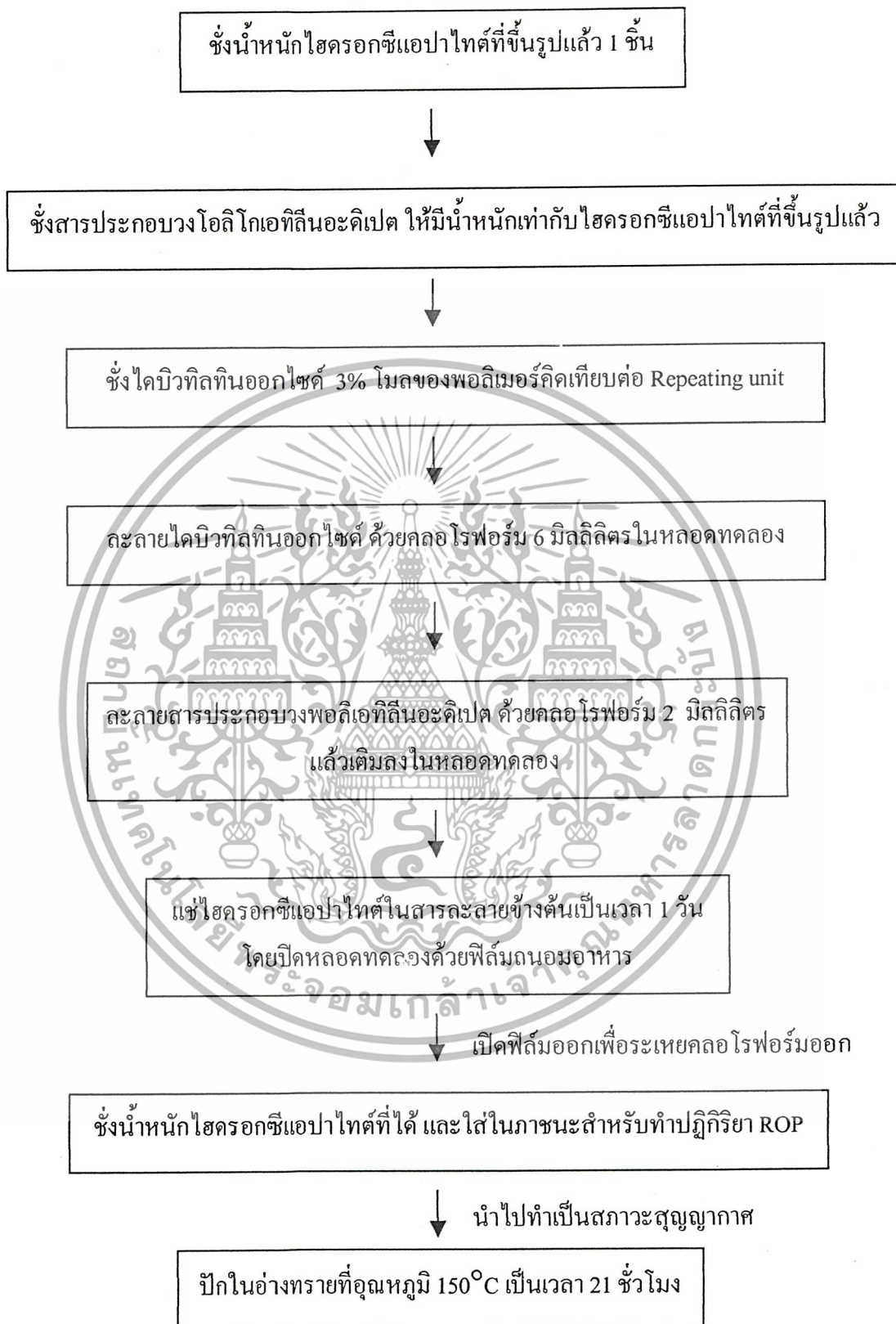
3.3.5 การสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์กับพอลิเอทิลีน อะดิเปต (Composites HAp/PEA)

1. ชั่งน้ำหนักไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่ขึ้นรูปแล้ว 1 ชั่ง
2. ชั่งสารประกอบวง โอลิโกเอทิลีนอะดิเปต ให้มีน้ำหนักเท่ากับไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่ขึ้นรูปแล้วในข้อ 1.
3. ชั่งไดบิวทิลทินออกไซด์ 3% โมลของพอลิเมอร์คิดเทียบต่อ Repeating unit
4. ละลายไดบิวทิลทินออกไซด์ ด้วยคลอโรฟอร์ม 6 มิลลิลิตรในหลอดทดลอง
5. ละลายสารประกอบวงพอลิเอทิลีนอะดิเปต ด้วยคลอโรฟอร์ม 2 มิลลิลิตร แล้วเติมลงในหลอดทดลองในข้อ 4.
6. แช่ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ในสารละลายข้างต้นเป็นเวลา 1 วัน โดยปิดหลอดทดลองด้วยฟิล์มถนอมอาหาร
7. เปิดฟิล์มออกเพื่อระเหยคลอโรฟอร์มออก
8. ชั่งน้ำหนักไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่ได้ และใส่ในหลอดทดลองสำหรับทำปฏิกิริยา ROP (ดังรูปที่ 3.2) เพื่อนำไปทำเป็นสถานะสูญญากาศ
9. ให้ความร้อนโดยใช้อ่างทรายที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 21 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.13
10. ชั่งน้ำหนักวัสดุประกอบที่ได้ และหาจุดหลอมเหลว
11. นำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชัน โครมาโทกราฟี (GPC) เทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) และเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)
12. ทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนอุณหภูมิและเวลาที่ใช้เป็น 180°C 24 ชั่วโมง 200°C 24 ชั่วโมง 200°C 48 ชั่วโมง 200°C 72 ชั่วโมง และ 220°C 24 ชั่วโมง

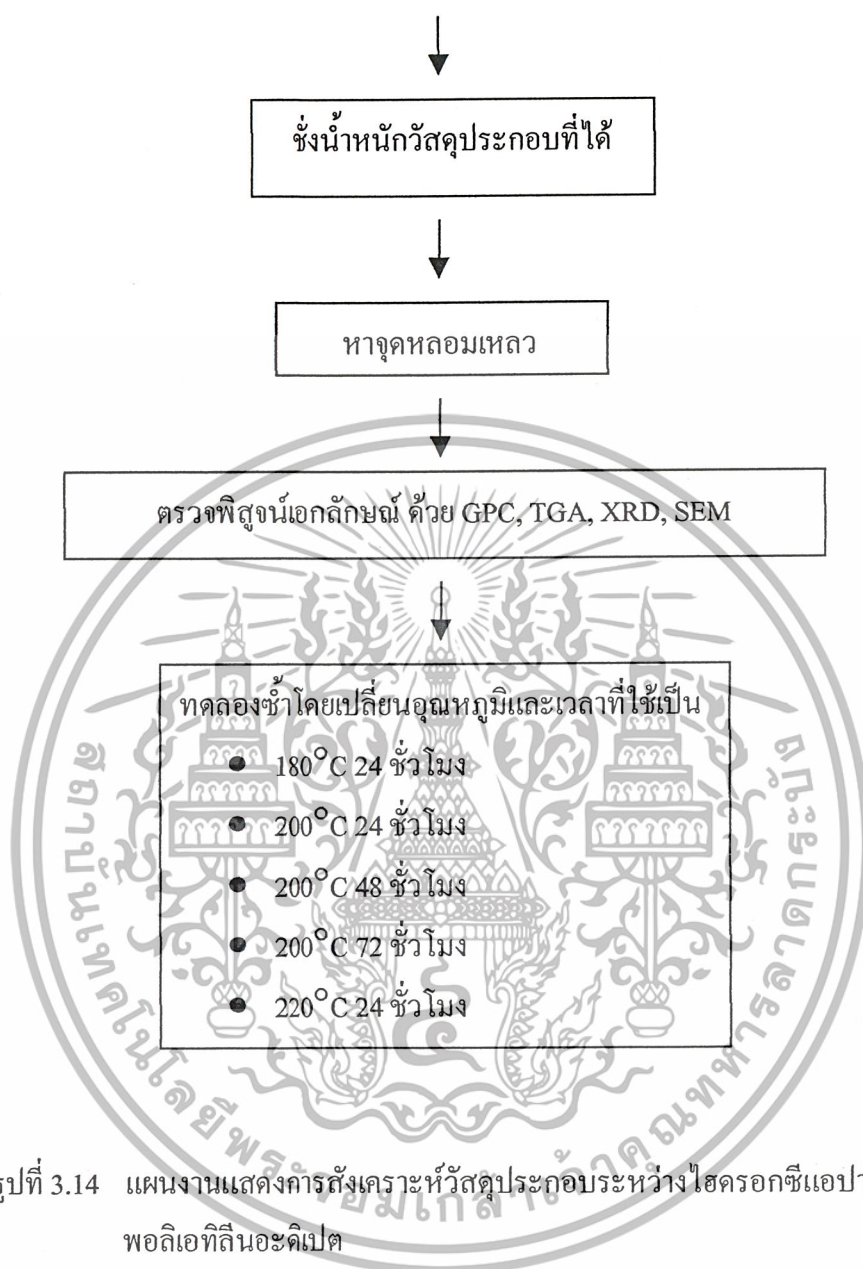


รูปที่ 3.13 แสดงชุดอุปกรณ์สำหรับทำปฏิกิริยา ROP

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.6 ทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลองของร่างกาย

- 1) การเตรียมสารละลายที่มีองค์ประกอบ ความเข้มข้นของอินทรีย์ไอออน และค่าความเป็นกรด-เบสใกล้เคียงกับของเหลวในร่างกายมนุษย์ (Simulated Body Fluid, SBF)

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย Simulated body fluid [20,21,22]

สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย	
1. NaCl	3.998 กรัม
2. NaHCO ₃	0.175 กรัม
3. KCl	0.112 กรัม
4. K ₂ HPO ₄ ·3H ₂ O	0.114 กรัม
5. MgCl ₂ ·6H ₂ O	0.153 กรัม
6. 1M HCl	20 มิลลิลิตร
7. CaCl ₂	0.139 กรัม
8. Na ₂ SO ₄	0.036 กรัม
9. Trishydroxymethyl-aminomethane [(CH ₂ OH) ₃ CNH ₂]	3.029 กรัม

โดยมีขั้นตอนการเตรียมสารละลาย ดังนี้

1. ชั่งบีกเกอร์พลาสติกขนาด 500 มิลลิลิตร ที่บรรจุน้ำกลั่น 350 มิลลิลิตร ลงในอ่างควบคุมอุณหภูมิ 36.5°C ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) และปิดบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา
2. ค่อยๆ ละลายสารเคมีทีละตัวในน้ำกลั่นที่เตรียมไว้ ตั้งแต่สารตัวที่ 1 จนถึงตัวที่ 8 แต่ใส่สารตัวที่ 6 เพียงครั้งเดียวพร้อมวัดค่า pH ของสารละลายในระหว่างการผสม (ค่า pH ควรอยู่ประมาณ 1-2)
3. เติมสารตัวที่ 9 ลงไปที่ละน้อย จนกระทั่งสารละลายมีค่า pH ประมาณ 7.3-7.4 จากนั้นจึงเติม 1M HCl (สารตัวที่ 6) ที่เหลือ เพื่อปรับค่า pH เป็น 7.25 (ค่า pH ไม่ควรเกิน 7.5 เพราะจะทำให้เกิดการตกตะกอน) ทำเช่นนี้สลับกันจนกระทั่งสารตัวที่ 9 หหมด ค่า pH ควรสูงกว่า 7.25
4. ปรับ pH ให้เป็น 7.25 ด้วย 1M HCl

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

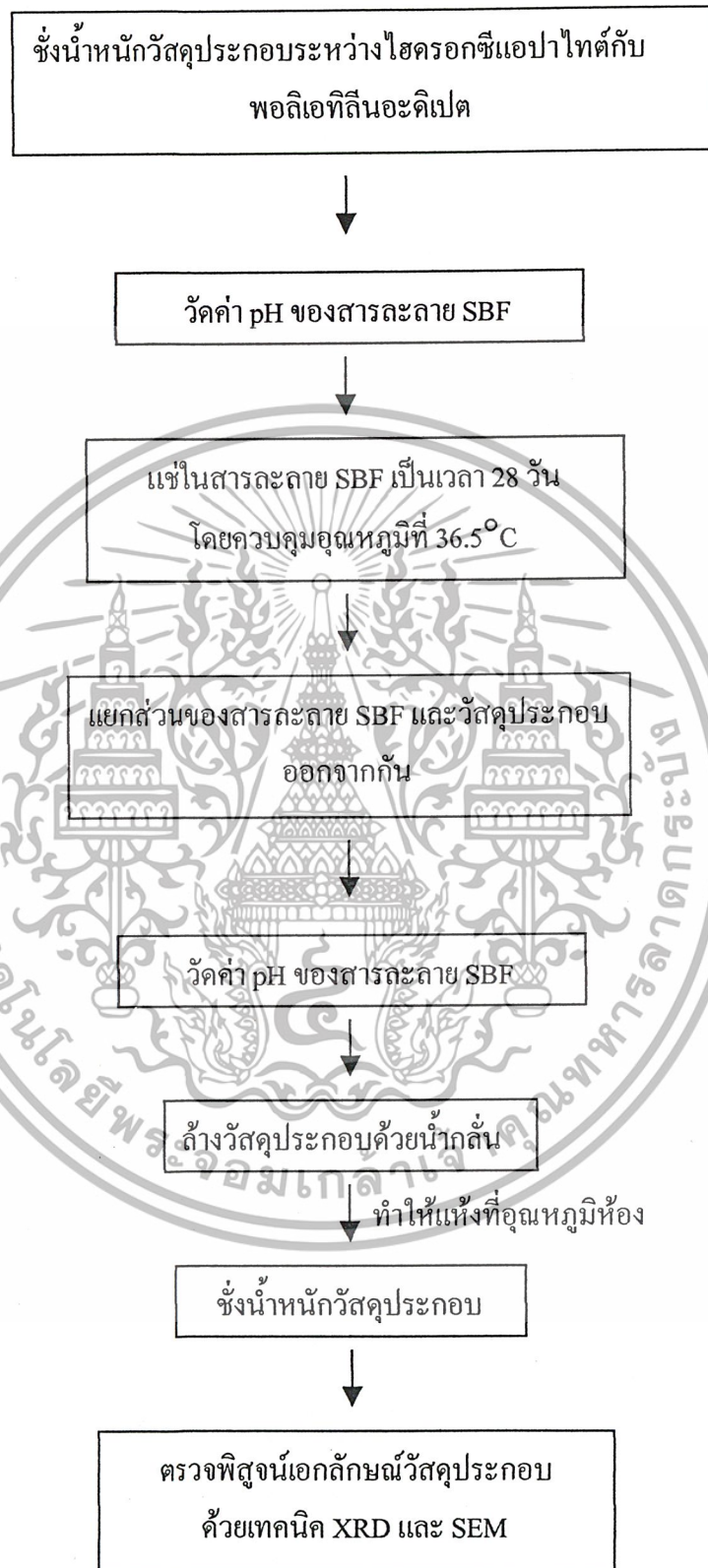
5. ล้าง pH electrode ด้วยน้ำกลั่น โดยให้น้ำล้างไหลลงไปในบีกเกอร์ข้างต้น
6. นำสารละลายที่เตรียมได้ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร ล้างบีกเกอร์ และปรับปริมาตรสารละลายในขวดวัดปริมาตรให้เป็น 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น
7. เก็บสารละลาย SBF ที่ได้ไว้ในตู้เย็น

ตารางที่ 3.2 แสดงความเข้มข้นของอนินทรีย์ไอออน ในสารละลาย SBF และ Blood plasma

	Ion concentration (mM)						
	Na ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Cl ⁻	HCO ³⁻	HPO ₄ ²⁻
Simulated body fluid	142.0	5.0	1.5	2.5	148.8	4.2	1.0
Blood plasma	142.0	5.0	1.5	2.5	103.0	27.0	1.0

- 2) การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์กับพอลิเอทิลีนอะดิเปต
 1. ชั่งน้ำหนักวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์กับพอลิเอทิลีนอะดิเปตที่สังเคราะห์ได้
 2. วัดค่า pH ของสารละลาย SBF
 3. แช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 28 วัน โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 36.5°C (อุณหภูมิร่างกาย)
 4. แยกส่วนของสารละลาย SBF และวัสดุประกอบออกจากกัน
 5. วัดค่า pH ของสารละลาย SBF
 6. ล้างวัสดุประกอบด้วยน้ำกลั่น ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง
 7. ชั่งน้ำหนักวัสดุประกอบในข้อ 4. และนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) และเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.15 แผนงานแสดงการทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้เฉพาะเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลองของร่างกาย

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 องค์ประกอบทางเคมีของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ (HAp) ที่สังเคราะห์ได้

ไฮดรอกซีแอปพาไทต์มีองค์ประกอบหลักคือแคลเซียมและฟอสเฟต โดยมีอัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัส (Ca:P) ทางทฤษฎีเท่ากับ 1.67 จากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence, XRF) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนโมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้

สารตัวอย่างที่	Ca %wt	P %wt	อัตราส่วนโมล Ca:P
1	37.52	9.97	1.45
2	38.90	9.88	1.52
3	39.47	9.71	1.55
4	38.85	9.82	1.54
5	38.50	10.01	1.48
6	39.09	9.77	1.56
ไฮดรอกซีแอปพาไทต์	39.89*	18.49*	1.67*

* เป็นค่าทางทฤษฎี

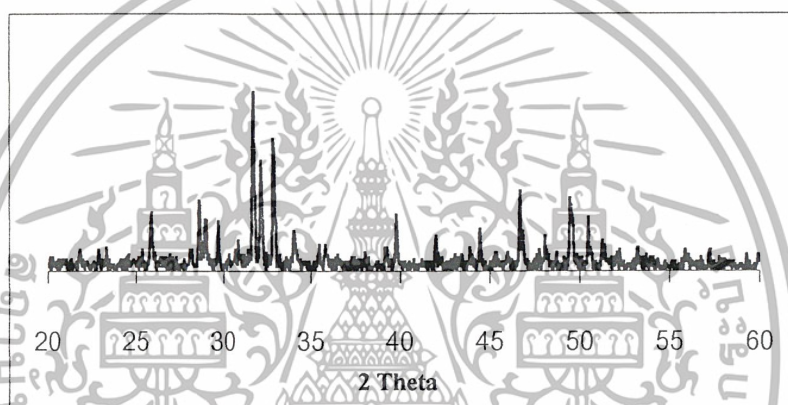
ตารางที่ 4.1 พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสต่ำกว่าค่าทางทฤษฎี ซึ่งอาจเป็นผลมาจากอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ยังไม่เหมาะสมทำให้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการควบคุม pH ระเหยออกไปส่งผลให้ pH ของสารละลายไม่สูงพอที่จะทำให้แคลเซียมตกผลึกได้สมบูรณ์ นอกจากนี้ อาจมีการรบกวนจากสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นที่เกิดการตกผลึกได้ง่ายที่ pH ต่ำกว่าไฮดรอกซีแอปพาไทต์จึงเป็นผลให้ประสิทธิภาพในการตกผลึกของแคลเซียมไปเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ลดลง ถึงแม้ว่าสารที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สังเคราะห์ได้จะมีอัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสต่ำกว่า 1.67 แต่จากเทคนิค XRD สามารถยืนยันได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีวิฤภาคองค์ประกอบหลักเป็น ไฮดรอกซีเอปาทาइट

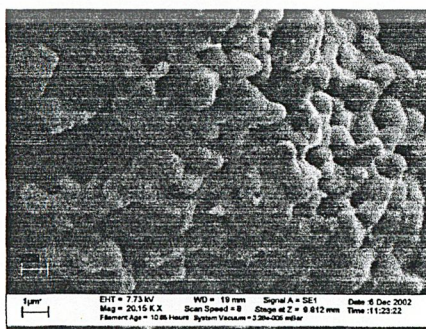
4.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สังเคราะห์ได้

สารที่สังเคราะห์ได้ เมื่อนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) พบว่า วิฤภาคที่เป็นผลึกประกอบด้วยฟีกของไฮดรอกซีเอปาทาइट ซึ่งมีฟีกสำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.9 31.8 32.2 32.9 34.1 39.8 46.7 49.5 และ 50.5 องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สังเคราะห์ได้ ภายหลังการขึ้นรูปและเผาแคลไซน์ที่ 1200°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการนำไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ขึ้นรูปโดยใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์มาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) พบว่าไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ขึ้นรูปแล้วจะมีช่องว่างที่เกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ดังรูปที่ 4.2

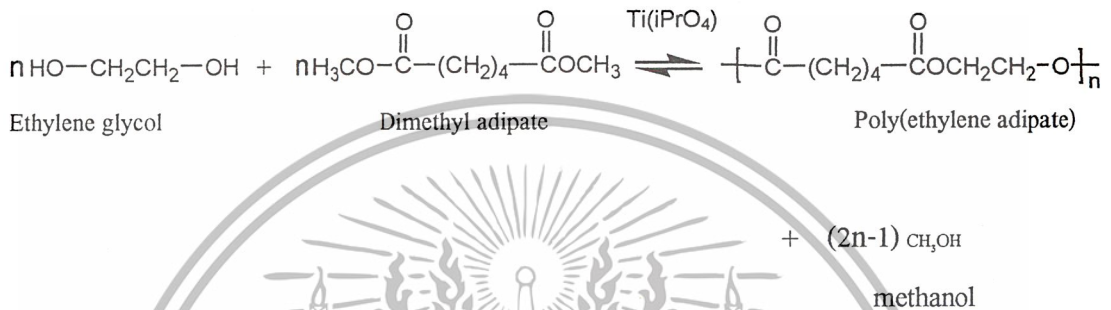


รูปที่ 4.2 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ผ่านการขึ้นรูป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA)

จากการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปตด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น (Condensation polymerization) ระหว่างเอทิลีนไกลคอลกับไดเมทิลอะดิเปต โดยใช้เตตระไอโซโพรพิลออกซิไททานเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 170 °C ดังสมการที่ 4.1 ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองอมน้ำตาล 83 เปอร์เซ็นต์



สมการที่ 4.1 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น ระหว่างเอทิลีนไกลคอลกับไดเมทิลอะดิเปต

นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด-สเปกโทรโฟโตเมทรี (FT-IR) เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี (NMR) และ เทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) ได้ผลดังนี้

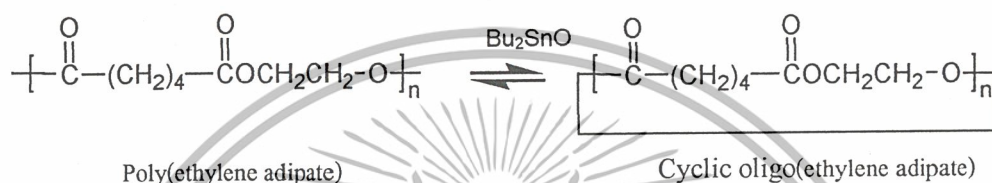
- FT-IR : ν_{max} 2956 (C-H,s) 1735 (C=O,s) 1082 (C-O,s) cm^{-1} (ภาคผนวก ข รูปที่ 1)
- NMR : δ 1.67 (4H,br,CH₂) 2.36 (4H,br,CH₂) 4.27 (4H,s,CH₂) ppm (ภาคผนวก ค รูปที่ 1)
- GPC : Mn = 1500 Mw = 3200 MWD = 2.13 (ภาคผนวก ง รูปที่ 1)

จากผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย FT-IR และ NMR พบพิกที่แสดงถึงโครงสร้างของพอลิเอทิลีนอะดิเปต และจากการตรวจวิเคราะห์ด้วย GPC และเครื่องหาจุดหลอมเหลว พบว่ามีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนเท่ากับ 1500 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 3200 ค่าการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 2.13 และมีจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 45-48 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 การดีพอลิเมอไรซ์แบบปิดวงของพอลิเอทิลีนอะดิเปต

จากการสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตด้วยปฏิกิริยาการดีพอลิเมอไรซ์แบบปิดวง โดยการรีฟลักซ์พอลิเอทิลีนอะดิเปตในคลอโรเบนซีนเป็นเวลา 7 วัน ใช้ไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคังสมการที่ 4.2 ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของเหลวหนืดน้ำตาลอมเหลือง 98 เปอร์เซ็นต์ และมีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง



สมการที่ 4.2 ปฏิกิริยาการดีพอลิเมอไรซ์แบบปิดวงของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA)

นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด-สเปกโทรโฟโตเมทรี (FT-IR) เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี (NMR) และตรวจวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) ได้ผลดังนี้

- FT-IR : ν_{max} 2956 (C-H,s) 1738 (C=O,s) 1082 (C-O,s) cm^{-1} (ภาคผนวก ข รูปที่ 2)
- NMR : δ 1.69 (4H,br,CH₂) 2.36 (4H,br,CH₂) 4.28,4.29,4.32 (4H,m,CH₂) ppm (ภาคผนวก ค รูปที่ 2)
- GPC : Mn = 610 Mw = 2200 MWD = 3.61 (ภาคผนวก ง รูปที่ 2)

จากผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR และ NMR ไม่พบสัญญาณที่แสดงถึงหมู่ปลายสายโซ่โมเลกุลอย่างมีนัยสำคัญ จากเทคนิค GPC พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนเท่ากับ 610 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 2200 ค่าการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 3.61 ซึ่งสันนิษฐานได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่ประกอบด้วย Cyclic oligomers ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ

4.5 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับพอลิเอทิลีนอะดิเปต

4.5.1 ผลจากเทคนิค TGA และ GPC

ตารางที่ 4.2 แสดงผลจากการชั่งน้ำหนักไฮดรอกซีเอปาทาइटเริ่มต้นเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ พบว่าวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น เนื่องจากทั้งภายในและภายนอกวัสดุประกอบมีพอลิเอทิลีนอะดิเปตซึ่งเป็นสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยา ROP เคลือบอยู่ ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบน้ำหนัก HAp และ น้ำหนักวัสดุประกอบ HAp/ PEA ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะต่างๆ

ลำดับที่	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก HAp (กรัม)	น้ำหนักวัสดุประกอบ HAp/ PEA (กรัม)
1	150	21	0.7048	-
2	180	24	0.7473	-
3	200	24	(ก้อนที่ 1) 0.6519	0.8795
			(ก้อนที่ 2) 0.6706	0.9030
4	200	48	(ก้อนที่ 1) 0.6015	0.8148
			(ก้อนที่ 2) 0.7262	0.9700
5	200	72	(ก้อนที่ 1) 0.5929	0.8166
			(ก้อนที่ 2) 0.6946	0.9336
6	220	4	0.7477	0.9620

สามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเอทิลีนอะดิเปตในวัสดุประกอบได้จาก

$$\% \text{ โดยน้ำหนักของ PEA ในวัสดุประกอบ HAp/PEA} = \frac{B-A}{B} \times 100$$

เมื่อ A คือ น้ำหนัก HAp (กรัม)

B คือ น้ำหนักวัสดุประกอบ HAp/ PEA (กรัม)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่างการคำนวณ

ที่สภาวะ 220°C-24 ชั่วโมง : น้ำหนัก HAp = 0.7477 กรัม

น้ำหนักวัสดุประกอบ HAp/ PEA = 0.9620 กรัม

$$\begin{aligned} \% \text{ โดยน้ำหนักของ PEA ในวัสดุประกอบ HAp/PEA} &= \frac{0.9620 - 0.7477}{0.9620} \times 100 \\ &= 22.3 \% \end{aligned}$$

**** ที่สภาวะอื่น ๆ จะคำนวณในทำนองเดียวกัน ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.3 ****

หมายเหตุ : ในกรณีที่วัสดุประกอบ 2 ก้อน จะนำค่า % โดยน้ำหนักของ PEA ในวัสดุประกอบ HAp/PEA ของทั้ง 2 ก้อนมาหาค่าเฉลี่ย เช่น % โดยน้ำหนักของ PEA ในวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่สังเคราะห์จากสภาวะ 200°C-24 ชั่วโมง ก้อนที่ 1 และ 2 มีค่าเท่ากับ 25.9% และ 25.7% ตามลำดับ ดังนั้น % โดยน้ำหนักของ PEA ในวัสดุประกอบ HAp/PEA จึงมีค่าเท่ากับ $(25.9+25.7)/2 = 25.8\%$

ตารางที่ 4.3 แสดงเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ PEA ในวัสดุประกอบ HAp/PEA ซึ่งได้จากการคำนวณจากการชั่งน้ำหนักดังตัวอย่างการคำนวณข้างต้น เปรียบเทียบกับผลที่ได้จากการคำนวณเปอร์เซ็นต์การหายไปของน้ำหนักจากเทคนิค TGA (ภาคผนวก จ) พบว่าปริมาณ PEA ในวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่ได้จากการคำนวณและจากเทคนิค TGA มีค่าใกล้เคียงกัน โดยมีค่าอยู่ในช่วง 20-27 % โดยน้ำหนักของ PEA เทียบกับวัสดุประกอบ ทั้งนี้อัตราส่วนระหว่างไฮดรอกซีแอปาไทต์กับพอลิเมอร์ในการสังเคราะห์วัสดุประกอบตอนเริ่มต้นคือ 1:1 โดยน้ำหนัก แต่จากผลการคำนวณที่ได้จากการชั่งน้ำหนักและเทคนิค TGA พบว่า วัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนระหว่างไฮดรอกซีแอปาไทต์กับพอลิเอทิลีนอะซิเตตโดยประมาณเท่ากับ 4:1 โดยน้ำหนัก

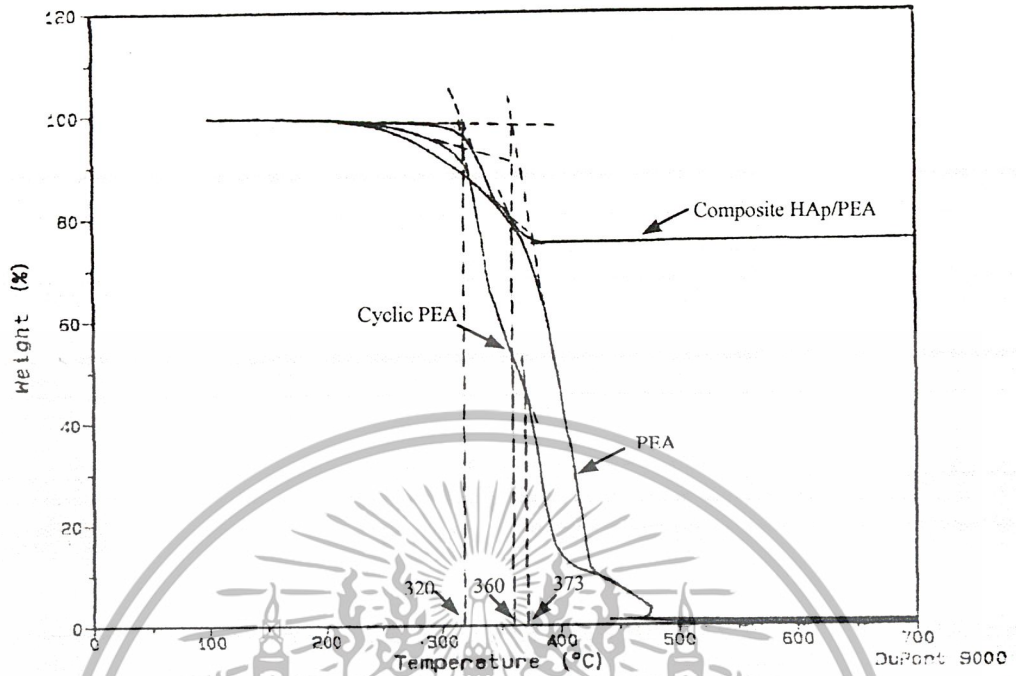
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ PEA ใน วัสดุประกอบ HAp/PEA ที่ใช้สภาวะในการสังเคราะห์ต่างๆ กัน

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)	% โดยน้ำหนักของ PEA ใน วัสดุประกอบ HAp/PEA	
		จากการคำนวณ โดยการชั่งน้ำหนัก	จากการคำนวณเปอร์เซ็นต์การ หายไปของน้ำหนัก จากเทคนิค TGA
150	21	-	25.1
180	24	-	25.7
200	24	25.8	24.3
	48	25.7	23.6
	72	26.5	24.3
220	24	22.3	20.0

นอกจากนี้จากเทคนิค TGA ยังพบว่า อุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ของ PEA มีค่าเท่ากับ 360°C และอุณหภูมิการสลายตัวของ Cyclic PEA มีค่าเท่ากับ 320°C และ 373°C ซึ่งจะเห็นได้ว่า อุณหภูมิการสลายตัวของ Cyclic PEA มี 2 ค่า ทั้งนี้เนื่องจากผลิตภัณฑ์ Cyclic PEA ที่สังเคราะห์ได้ ยังมีสารประกอบโอลิโกเมอร์สายโซ่ตรง (Linear Oligomers) ผสมอยู่ ซึ่งคาดว่า การสลายตัวที่ อุณหภูมิ 320°C เป็นของ Linear Oligomers และที่อุณหภูมิ 373°C เป็นของ Cyclic PEA ตามลำดับ ส่วนอุณหภูมิการสลายตัวของสารอินทรีย์ในวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่สังเคราะห์ได้ มี 2 ช่วง คือ ที่อุณหภูมิ $320\text{-}327^{\circ}\text{C}$ และ $360\text{-}363^{\circ}\text{C}$ ซึ่งเป็นอุณหภูมิการสลายตัวของ Linear Oligomers ($\sim 320^{\circ}\text{C}$) และ PEA ($\sim 360^{\circ}\text{C}$) ตามลำดับ โดยไม่พบอุณหภูมิการสลายตัวของ Cyclic PEA ($\sim 373^{\circ}\text{C}$) ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง (ROP) เกิดขึ้น ดังตัวอย่าง การเปรียบเทียบเทอร์โมแกรมที่ได้จากเทคนิค TGA ของวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่สังเคราะห์ที่ สภาวะ $200^{\circ}\text{C}\text{-}48$ ชั่วโมง กับ PEA และ Cyclic PEA ในรูปที่ 4.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 การเปรียบเทียบเทอร์โมแกรมที่ได้จากเทคนิค TGA ของ PE, Cyclic PE และ Composites HAp/PE

อุณหภูมิการสลายตัวของ PE, Cyclic PE และวัสดุประกอบ HAp/PE ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 อุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ที่ได้จากเทคนิค TGA ของ PE, Cyclic PE และ Composites HAp/PE ที่สังเคราะห์ได้

สาร	T_{d1} (°C)	T_{d2} (°C)
PE	360	-
Cyclic PE	320	373
Composites HAp/PE : 150°C-21 hr	327	360
180°C-24 hr	323	360
200°C-24 hr	320	363
200°C-48 hr	320	360
200°C-72 hr	323	360
220°C-24 hr	320	363

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC (ภาคผนวก ง) และการหาจุดหลอมเหลวด้วยเครื่องหาจุดหลอมเหลว ยังสามารถยืนยันการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไซคลิกแบบเป็ควงของ Cyclic PEA ไปเป็น PEA ได้ พบว่าสารที่อยู่ในวัสดุประกอบมีน้ำหนักโมเลกุลสูงกว่าน้ำหนักโมเลกุลของ Cyclic เริ่มต้น โดยมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักอยู่ในช่วง 3800-4400 และค่าการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลมีค่าเท่ากับ 2.1 ดังแสดงในตารางที่ 4.5 และพบว่าจุดหลอมเหลวของสารที่อยู่ในวัสดุประกอบมีค่าอยู่ในช่วงเดียวกับ PEA ดังแสดงในตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.5 น้ำหนักโมเลกุลที่ได้จากเทคนิค GPC ของ PEA Cyclic PEA และ Composites HAp/PEA ที่สังเคราะห์ได้

สาร	Mn	Mw	MWD
PEA	1500	3200	2.13
Cyclic PEA	610	2200	3.61
Composites HAp/PEA : 180°C-24 hr	1800	3800	2.11
	200°C-24 hr	2100	4400

ตารางที่ 4.6 จุดหลอมเหลว (T_m) ของ PEA และ Composites HAp/PEA ที่สังเคราะห์ได้

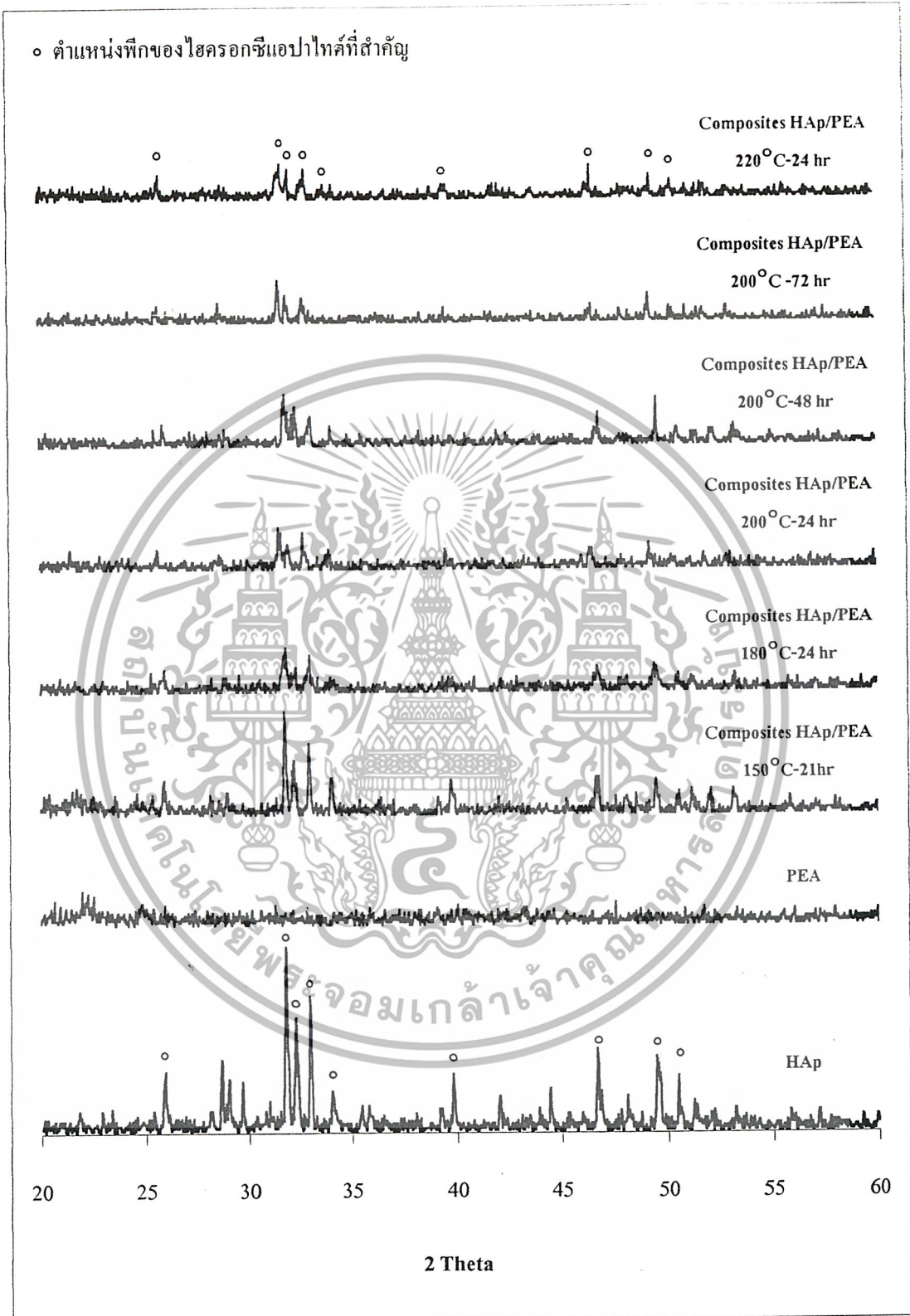
สาร	T_m (°C)	
PEA	45-48	
Composites HAp/PEA : 200°C-24 hr	43-45	
	200°C-48 hr	43-45
	200°C-72 hr	46-48
	220°C-24 hr	43-47

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5.2 ภูมิภาคที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่ได้จากเทคนิค XRD

รูปที่ 4.4 แสดงถึงภูมิภาคที่เป็นผลึกของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ พอลิเอทิลีนอะซิเตต และวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะต่างๆ พบว่า แพทเทิร์นของพอลิเอทิลีนอะซิเตตจะไม่พบพีกที่แสดงถึงความเป็นผลึกเนื่องจากเป็นพอลิเมอร์อสัณฐาน ในขณะที่แพทเทิร์นของไฮดรอกซีแอปพาไทต์และวัสดุประกอบมีพีกที่แสดงความเป็นผลึกอย่างชัดเจน และเมื่อเปรียบเทียบแพทเทิร์นของไฮดรอกซีแอปพาไทต์และวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 220°C - 24 ชั่วโมงในรูปที่ 4.4 จะพบว่า แพทเทิร์นของวัสดุประกอบมีความเข้มของพีกของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.8 31.8 32.2 32.9 34.1 39.8 46.7 49.5 และ 50.5 องศาลดส่วนฐานพีกมีลักษณะกว้างขึ้น ซึ่งสันนิษฐานว่า ผลดังกล่าวเนื่องจากมี PEA ซึ่งเป็นพอลิเมอร์อสัณฐานแทรกอยู่ทั้งภายในและภายนอกรูพรุน จึงเป็นผลให้ความเป็นผลึกของวัสดุประกอบต่ำกว่าสารไฮดรอกซีแอปพาไทต์บริสุทธิ์ โดยวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะ 150°C-21 ชั่วโมง 180°C-24 ชั่วโมง 200°C-24 ชั่วโมง 200°C-48 ชั่วโมง และ 200°C-72 ชั่วโมง จะให้ผลในการทำงานเดียวกัน





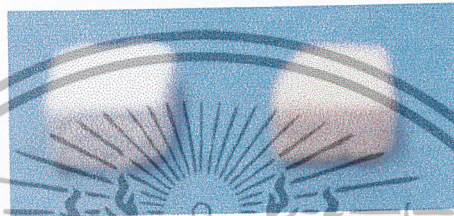
รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HAp PEA และวัสดุประกอบ HAp/PEA ซึ่ง

สังเคราะห์ได้ที่สภาวะต่างๆ

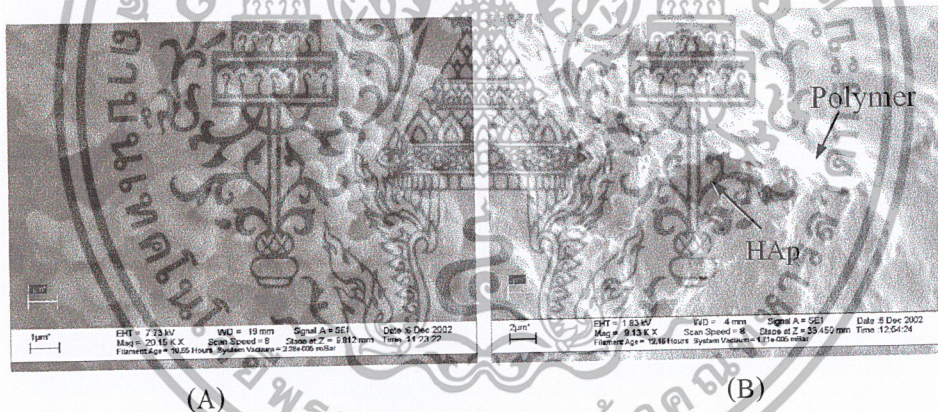
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5.3 ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PEA

จากการสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่า ไฮดรอกซีแอปาไทต์เริ่มต้นและวัสดุประกอบที่ได้มีสีแตกต่างกันอย่างชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 4.5 โดยก่อนไฮดรอกซีแอปาไทต์ก่อนนำไปสังเคราะห์วัสดุประกอบจะมีสีขาว ส่วนก่อนวัสดุประกอบที่ได้ พบว่าพื้นผิวทั้งภายในและภายนอกของก้อนไฮดรอกซีแอปาไทต์จะถูกปกคลุมด้วยฟิล์มบางสีเหลืองอมน้ำตาลซึ่งเป็นฟิล์มของพอลิเอทิลีนอะซิเตตที่เกิดจากปฏิกิริยา ROP



รูปที่ 4.5 ลักษณะทางกายภาพของไฮดรอกซีแอปาไทต์และวัสดุประกอบ HAp/PEA



รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายภาคตัดขวางภายในก่อน HAp ก่อนการเตรียมวัสดุประกอบ (A) และภายในก่อนวัสดุประกอบ HAp/PEA (B)

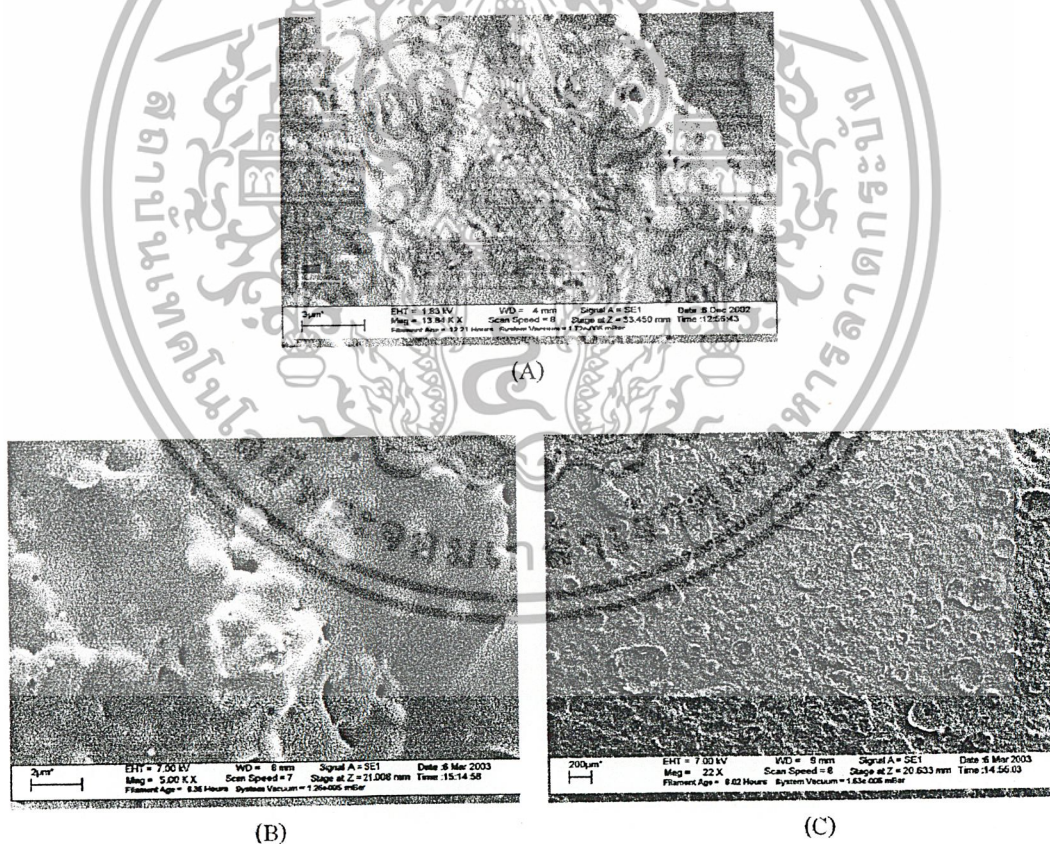
จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบด้วยเทคนิค SEM พบว่าผลึกของไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่เป็นวัสดุเริ่มต้นมีลักษณะเป็นเกรนเหลี่ยมค่อนข้างกลมเกาะรวมตัวกันอยู่ (รูปที่ 4.6 (A)) แต่เมื่อสังเคราะห์เป็นวัสดุประกอบแล้วพบว่ามีฟิล์มพอลิเมอร์บาง ๆ ปกคลุมพื้นผิวภายนอกและพื้นผิวภายในช่องว่างที่เกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ทำให้ความคมชัดของเกรนของไฮดรอกซีแอปาไทต์ลดลง ดังแสดงในรูปที่ 4.6 (B) ซึ่งลักษณะฟิล์มบางปกคลุมบนผิวเกรนไฮดรอกซีแอปาไทต์ ดังกล่าวจะพบทั้งพื้นผิวภายใน (ภาคตัดขวาง) และภายนอก

ของก้อนวัสดุประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ส่งงานไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity)

เมื่อนำวัสดุประกอบไปแช่ในสารละลาย SBF (Simulated Body Fluid) เป็นเวลา 28 วัน พบว่าสารละลาย SBF มีค่า pH ลดลงจาก 7.25 เป็น 6.95 ซึ่งคาดว่าเนื่องมาจากชั้นฟิล์ม PEA บางส่วน อาจจะสลายตัวให้กรดอะซิติกซึ่งมีฤทธิ์เป็นกรดละลายออกมาปนกับสารละลาย SBF ทำให้ค่า pH ของสารละลายลดลง และจากการสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบจะเปลี่ยนจากผิวเรียบไปเป็นขรุขระโดยมีลักษณะโครงสร้างจุลภาคดังรูป 4.7(C) เมื่อเพิ่มกำลังขยาย (รูป 4.7(B)) จะพบว่าโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวไม่เปลี่ยนแปลงจากโครงสร้างจุลภาคก่อนแช่ในสารละลาย SBF (รูป 4.7(A)) แต่ยังไม่พบผลึกของไฮดรอกซีเอปาทาइटส์ที่เกิดจากสารละลาย SBF ทั้งนี้จะมีสาเหตุเนื่องจาก pH ของสารละลายภายหลังการแช่วัสดุประกอบมีค่าลดลงจึงมีสภาพไม่เหมาะสมแก่การตกผลึกของไฮดรอกซีเอปาทาइटส์ซึ่งจะเกิดได้ดีที่ pH มากกว่า 8

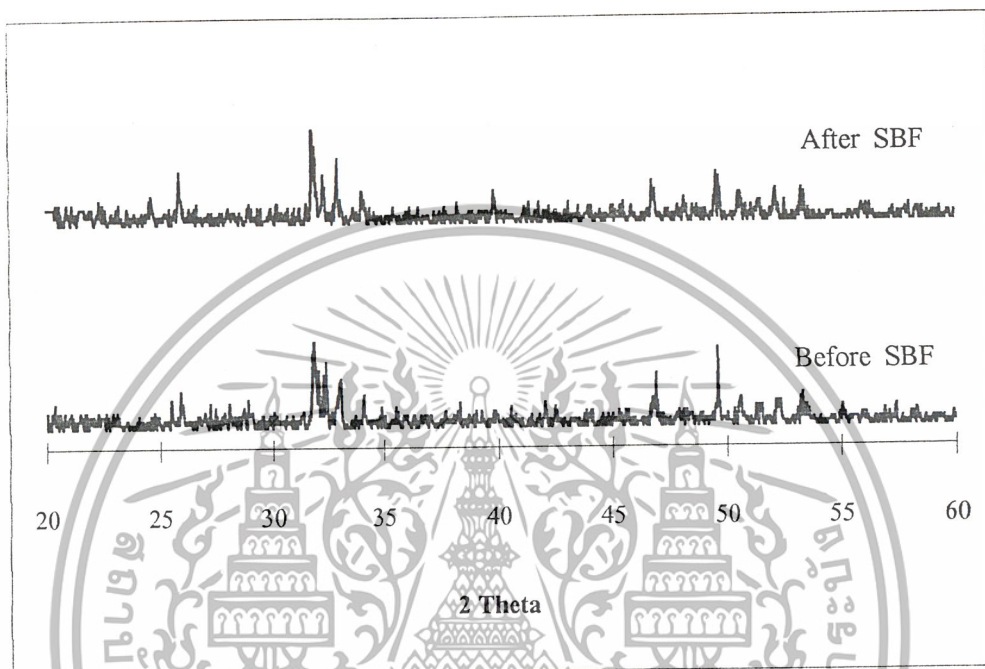


รูปที่ 4.7 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA

(A) ก่อนแช่สารละลาย SBF (B)และ(C) หลังแช่สารละลาย SBF

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของวัสดุประกอบด้วยเทคนิค XRD ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์หลังแช่สารละลาย SBF มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการสลายตัวของ PEA บางส่วน



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ HAp/PEA ที่สังเคราะห์จากสภาวะ 200°C-48 ชั่วโมง ก่อนและหลังแช่ในสารละลาย SBF

จากการพิจารณาผลการทดลองข้างต้นอาจกล่าวได้ว่า วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์กับพอลิเอทิลีนอะซิเตตที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นไปได้ที่จะนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุชีวภาพ เนื่องจากระบบของเหลวในร่างกายจะมีการหมุนเวียน ซึ่งจะไม่คงที่เช่นในระบบการทดลอง ดังนั้นสารที่สลายตัวจากวัสดุประกอบน่าจะถูกกำจัดได้โดยระบบเมตาบอลิซึมในร่างกาย ทำให้ค่า pH ของของเหลวในร่างกายไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงในลักษณะเดียวกับในระบบการทดลอง จึงมีความเป็นไปได้ที่จะเกิดการเหนียวทำให้เกิดการตกผลึกของไฮดรอกซีแอปพาไทต์จากระบบของเหลวในร่างกายลงบนวัสดุประกอบก่อให้เกิดการเชื่อมต่อกันระหว่างกระดูกกับวัสดุประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट

ไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสอยู่ในช่วง 1.45-1.56 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับอัตราส่วนโมลทางทฤษฎีของไฮดรอกซีเอปาทาइट

5.2 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปตและสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต

พอลิเอทิลีนอะดิเปตที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอมน้ำตาล น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (M_n) เท่ากับ 1500 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) เท่ากับ 3200 ค่าการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (MWD) เท่ากับ 2.13 และมีจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 45-48 °C

สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปตที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลอมเหลือง น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนเท่ากับ 610 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 2200 ค่าการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 3.61 และมีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง

5.3 การสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับพอลิเอทิลีนอะดิเปต และทดสอบ

สมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

จากการสังเคราะห์วัสดุประกอบด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวงของสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปตภายในรูพรุนไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สภาวะต่าง ๆ อุณหภูมิการสลายตัว (T_d)ของสารอินทรีย์ในวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ มี 2 ช่วง คือ 320-327 °C และ 360-363 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิการสลายตัวของโอลิโกเมอร์เชิงเส้นและพอลิเอทิลีนอะดิเปต ตามลำดับ น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิเอทิลีนอะดิเปตในวัสดุประกอบมีค่าสูงกว่า Cyclic เริ่มต้น โดยมีค่าอยู่ในช่วง 3800-4400 และค่าการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลมีค่าเท่ากับ 2.1 ปริมาณพอลิเอทิลีนอะดิเปตในวัสดุประกอบที่ได้จากการคำนวณและจากเทคนิค TGA มีค่าใกล้เคียงกัน โดยมีค่าอยู่ในช่วง 20-27 % โดยน้ำหนักของพอลิเอทิลีนอะดิเปตเทียบกับวัสดุประกอบ ซึ่งคิดเป็นอัตราส่วนไฮดรอกซีเอปาทาइटต่อพอลิเอทิลีนอะดิเปตโดยประมาณเท่ากับ 4:1 โดยน้ำหนัก การมีพอลิเอทิลีนอะดิเปตซึ่งเป็นพอลิเมอร์อสัณฐานปกคลุมอยู่ทั้งภายในและภายนอกรูพรุนนี้เอง เป็นผลทำให้สีของวัสดุประกอบเปลี่ยนจากสีขาวของไฮดรอกซีเอปาทาइटเป็นสีเหลืองอมน้ำตาลของพอลิเอทิลีน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อะซิเตต และรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบมีความเข้มของพีกของไฮดรอกซี-แอปาทาไทต์ลดลง ส่วนฐานพีกมีลักษณะกว้างขึ้น โดยผลึกของไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ที่เป็นวัสดุเริ่มต้นซึ่งมีลักษณะเป็นเกรนเหลี่ยมค่อนข้างกลมเกาะรวมตัวกันอยู่ จะถูกฟิล์มบาง ๆ ของพอลิเมอร์ปกคลุมไว้

ภายหลังการแช่วัสดุประกอบในสารละลายจำลองของเหลวในร่างกาย (Simulated Body Fluid, SBF) เป็นเวลา 28 วัน พบว่า การเปลี่ยนแปลงบริเวณพื้นผิวและการเปลี่ยนแปลงค่า pH ของสารละลาย SBF จาก 7.25 เป็น 6.95 เนื่องจาก PEA อาจจะสลายตัวให้มออนอเมอร์ที่มีฤทธิ์เป็นกรด แสดงถึงการสลายตัวของพอลิเมอร์ภายในระบบจำลองของร่างกาย

ข้อเสนอแนะ

1. สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะซิเตตที่สังเคราะห์ได้คาดว่ามีความแข็งแรงเชิงเส้นป็นอยู่ ดังนั้นเพื่อให้การทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันแบบเปิดวงมีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น ควรจะเพิ่มขั้นตอนการทำให้ได้สารประกอบที่บริสุทธิ์ก่อน
2. การสังเคราะห์วัสดุประกอบ อาจปรับเปลี่ยนอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันแบบเปิดวง เพื่อให้ได้สถานะที่ทำให้ได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลที่เหมาะสมกับการใช้งาน
3. เพิ่มเวลาในการแช่วัสดุประกอบในสารละลาย SBF ให้นานขึ้น และควรมีการเปลี่ยนถ่ายสารละลาย SBF บ่อยๆ เพื่อให้คล้ายกับระบบหมุนเวียนเลือดของมนุษย์ และมีสถานะที่เหมาะสมในการตกผลึกของไฮดรอกซีแอปาทาไทต์
4. นำวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกลต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

1. Moursi, A.M., Winnard, A.V., Winnard, P.L., Lannutti, J.J. and Seghi, R.R. 2002. Enhanced osteoblast response to a polymethylmethacrylate-hydroxyapatite composite. **Biomaterials**. (23): 133-144.
2. Silvio, L.D., Dalby, M.J. and Bonfield, W. 2002. Osteoblast behavior on HA/PE composite surfaces with different HA volume. **Biomaterials**. (23): 101-107.
3. Walsh, D., Furuzono, T. and Tanaka, J. 2001. Preparation of porous composite implant materials by in situ polymerization of porous apatite containing ϵ -caprolactone or methyl methacrylate. **Biomaterials**. (22): 1205-1212.
4. http://magnet.mtec.or.th/Internet/news/cool_stuff/cool2.html
5. Aoki, H. 1994. **Medical Application of Hydroxyapatite**. Tokyo: Ishiyaky EuroAmerica, Inc.
6. Raemdonck, W.V., Ducheyne, P. and Meester, P.D. 1984. Calcium phosphate ceramics. In: **Metal and Ceramic Biomaterials Volume II : Strength and Surface**, pp. 145. Ducheyne, P. and Hastings, G.W., eds. Boca Raton, FL: CRC Press.
7. Hench, L.L. and Wilson, J. 1993. **An introduction to Bioceramics**. Singapore: World Scientific Publishing Co.Pte.Ltd.
8. Rathje, W. 1963. Zur Kenntnis de Phosphate I. Uber Hydroxyapatite. In: **Inorganic Synthesis Vol.7**, pp. 63-65. Kleinberg, J., eds. USA: McGraw-Hill Book Company, Inc.
9. Hayek, E. and Newesely, H. 1963. Pentacalcium Monohydroxyorthophosphate. In: **Inorganic Syntheses Vol.7**, pp. 63-65. Kleinberg, J., eds. USA: McGraw-Hill Book Company, Inc.
10. Ulrich, A. 1993. **Introduction to Industrial Polymers**. 2nd edition. Germany: Hanser Publisher.
11. Billmeyer, F.W., Jr., Eckard, A.D. 1969. **Macromolecule**. (2): 103-105.
12. Parker, S.P. 1993. **Encyclopedia of Chemistry Vol.3**. USA: McGraw-Hill, Inc.
13. Dietrich, B., Viout, P. and Lehn, J.-M. 1993. **Macrocyclic Chemistry Part I (chapter 3)**. Weinheim : VCH.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

14. Hubbard, P. and Brittain, W.J. 1996. Synthesis and Ring-Opening Polymerization of Poly(alkylene 2,6-naphthalenedicarboxylate) Cyclic Oligomers. **Macromolecule.** (29): 8304-8307.
15. <http://magnet.mtec.or.th/Internet/services/publications/newletters/Biomat/content4.html>
16. เชาวเรศ มะลิมาศ และปิยวิทย์ รัตนฤทธิ์นนท์. 2544. การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิตเพื่อประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์. โครงการงานพิเศษปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี อุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
17. Hall, A.J., Hodge, P., McGrail, C.H. and Rickerby, J. 2000. Synthesis of a series of cyclic oligo(alkylidene isophthalate)s by cyclo-depolymerisation. **Polymer.** (41): 1239-1249.
18. ชลาธร จันทร์ทัต และธีระวัฒน์ เฉลิมสุขศรี. 2543. การรีไซเคิลของพอลิเอทิลีนเทเรพทาเลตโดยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง และเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง. โครงการงานพิเศษปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
19. กมลวรรณ รัตนภักดิ์ พนอ วรรณวงศ์ และศิริยา เขียมสกุล. 2544. การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต พอลิเอทิลีนกลูตาเรต และพอลิเมอร์ร่วมโดยปฏิกิริยาการพอลิเมอไรซ์แบบเปิดวง. โครงการงานพิเศษปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
20. Kokubo, T. 1990. **J. Non-Cryst. Solids.** (120): 138.
21. Kokubo, T. 1993. **An Introduction to Bioceramics.** Singapore: World Scientific Publishing Co.Pte.Ltd.
22. Cho, S.B., Nakanishi, K., Kokubo, T., Soca, N., Ohtsuki, C., Nakamura, T., Kitsuki, T. and Yamamura, T. 1995. **J. Am. Ceram. Soc.** (78): 1769.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

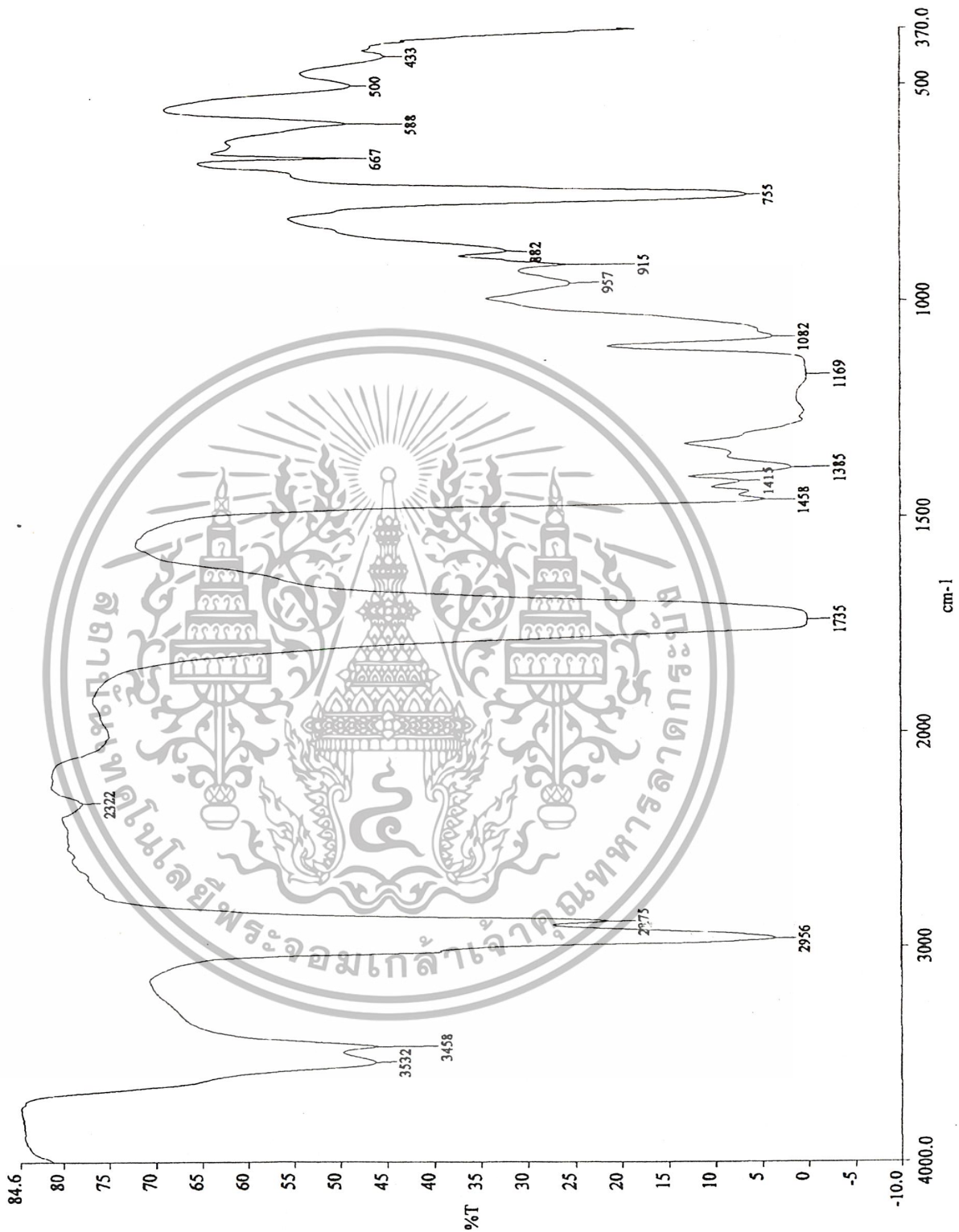
Pattern : 74-565		Radiation = 1.540600					Quality : Calculated				
Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂		2th	l	h	k	l	2th	l	h	k	l
Hydroxylapatite / Calcium Hydroxide Phosphate		10.832	17	1	0	0	82.323	1	1	6	2
Lattice : Hexagonal		16.842	5	1	0	1	*82.323	1	5	0	3
Mol. weight = 1004.64		18.817	2	1	1	0	82.703	1	7	0	0
S.G. : P63/m (176)		21.762	6	2	0	0	83.123	1	4	4	1
Volume [CD] = 529.09		22.858	6	1	1	1	83.240	1	3	3	1
Dx = 3.153		25.357	2	2	0	1	83.391	4	4	3	3
a = 9.42400		25.883	35	0	0	2	84.268	3	2	4	4
c = 6.87900		28.131	9	1	0	2	84.423	2	0	0	6
Z = 1	l/cor = 1.06	28.921	16	2	1	0	84.953	<1	4	0	5
ICSD COLLECTION CODE : 026204		31.766	100	2	1	1	85.443	2	5	2	3
TEMPERATURE FACTOR : ATF		32.195	52	1	1	2	*85.443	2	1	0	6
SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Holly Springs, GA, USA.		32.897	61	3	0	0	85.782	1	2	6	0
ADDITIONAL PATTERN : See PDF 9-432.		34.063	21	2	0	2	87.338	2	5	1	4
		35.455	4	3	0	1	87.494	4	4	4	2
		38.168	<1	2	2	0	*87.494	4	1	1	6
		39.197	5	2	1	2	88.021	3	2	3	5
		39.791	20	1	3	0	88.471	6	3	5	2
		40.436	2	2	2	1	89.530	<1	1	6	3
		40.845	<1	1	0	3					
		41.986	6	1	3	1					
		42.325	1	3	0	2					
		43.876	5	1	1	3					
		44.362	1	4	0	0					
		45.330	3	2	0	3					
		46.381	1	4	0	1					
		46.694	28	2	2	2					
		48.081	12	1	3	2					
		48.586	4	2	3	0					
		49.490	31	2	1	3					
		50.475	16	3	2	1					
		51.255	12	1	4	0					
		52.075	12	4	0	2					
		*52.075	12	3	0	3					
		53.220	14	0	0	4					
		54.484	1	1	0	4					
		55.863	6	3	2	2					
		56.318	<1	5	0	0					
		57.134	4	3	1	3					
		58.027	2	5	0	1					
		58.164	1	2	0	4					
		58.295	1	4	1	2					
		58.737	1	3	3	0					
		59.925	4	2	4	0					
		60.404	3	3	3	1					
		61.571	3	2	4	1					
		61.704	5	1	2	4					
		62.982	8	5	0	2					
		63.404	2	6	1	0					
		63.998	8	3	0	4					
		64.165	9	3	2	3					
		65.000	7	5	1	1					
		66.412	2	1	4	3					
		67.359	<1	2	2	4					
		68.461	<1	3	1	4					
		68.985	<1	6	0	0					
		69.193	<1	1	0	5					
		69.673	2	5	1	2					
		70.075	<1	4	3	0					
		70.517	<1	6	0	1					
		70.799	<1	5	0	3					
		71.362	<1	1	1	5					
		71.596	4	4	3	1					
		72.232	3	5	2	0					
		72.436	2	2	0	5					
		72.947	<1	3	3	3					
		73.735	2	5	2	1					
		74.012	4	2	4	3					
		74.916	1	2	3	4					
		75.031	1	6	0	2					
		75.622	5	2	1	5					
		76.085	2	3	4	2					
		76.473	2	6	1	0					
		77.021	5	1	4	4					
		77.174	5	5	1	3					
		77.720	<1	3	0	5					
		77.947	1	1	6	1					
		78.179	6	2	5	2					
		80.836	<1	2	2	5					
		81.180	1	5	0	4					
		81.673	2	4	4	0					
		81.870	1	1	3	5					
Radiation : CuKα1											
Filter : Not specified											
Lambda : 1.54060											
d-sp : Calculated spacings											

รูปที่ ก-1 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีเอปาทิตจากฐานข้อมูล JCPDS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

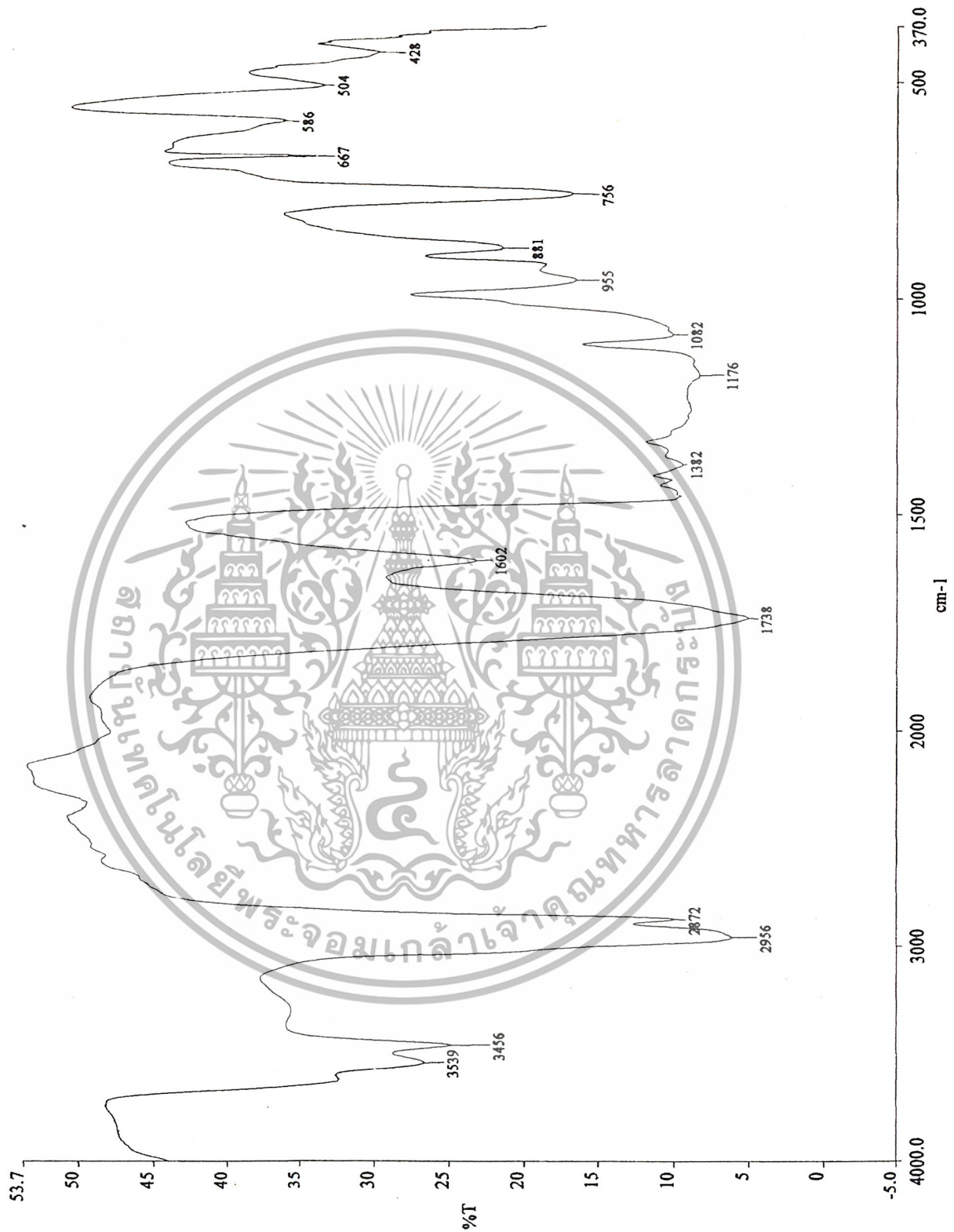


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข-1 อินฟราเรดสเปกตรัมของพอลิเอทิลีนอะดีเปต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

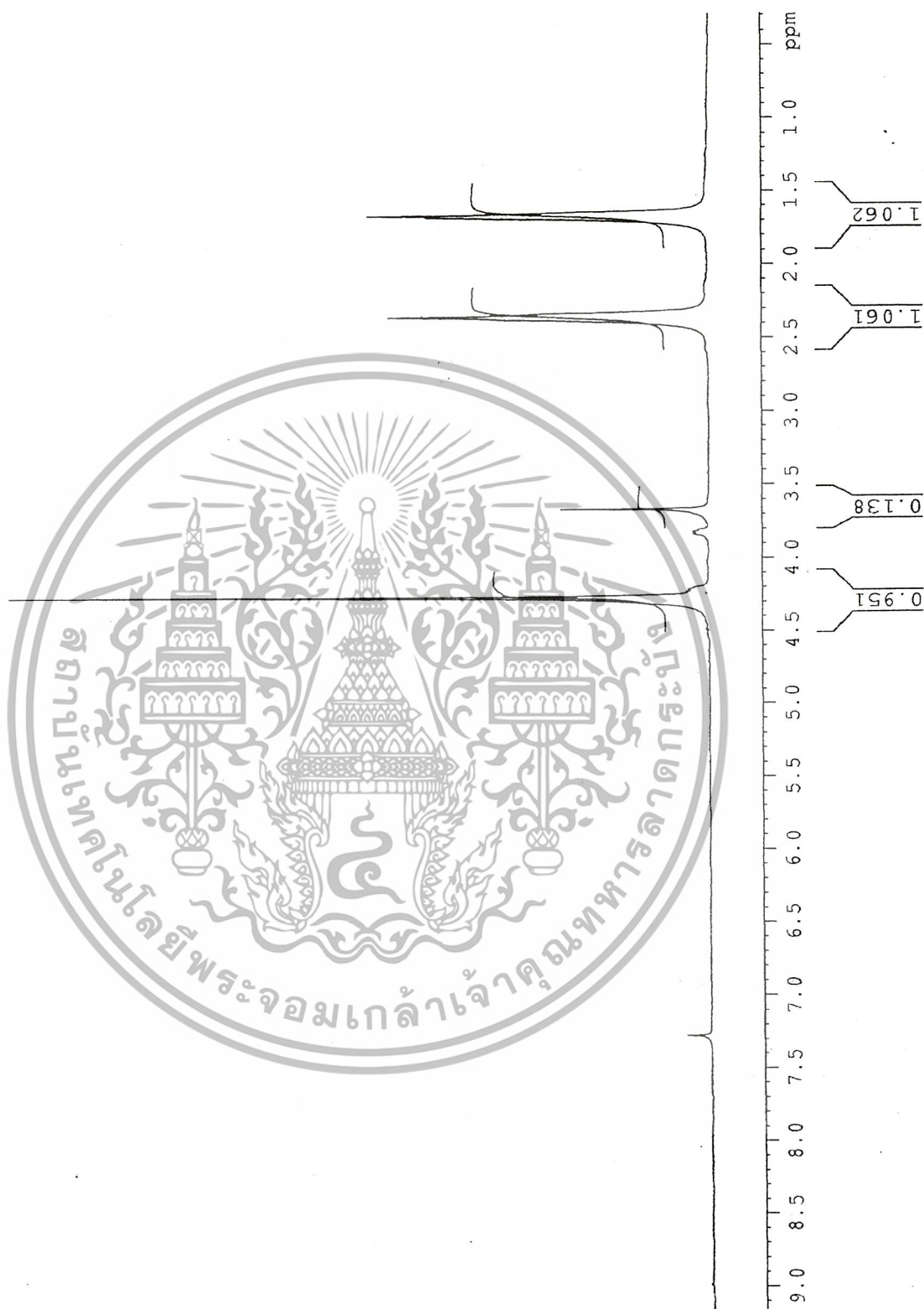


รูปที่ ข-2 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบวง โอลิโกเอทิลีนอะคิเปต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



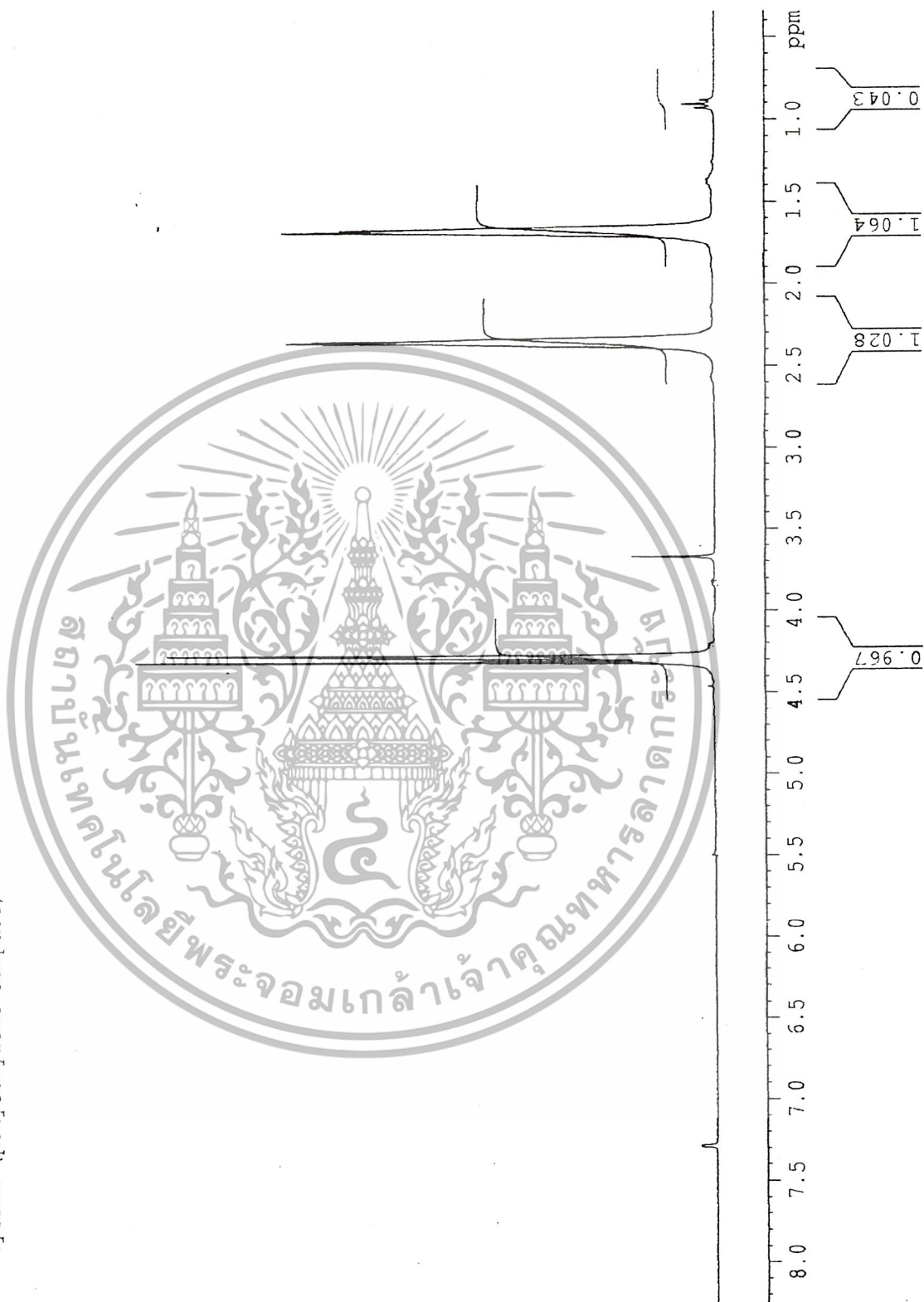
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค-1 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกตรากของพอลิเอทิลีนอะดิเปต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Cyclic (polyethylene adipate)



รูปที่ ค-2 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปคตรัมของสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

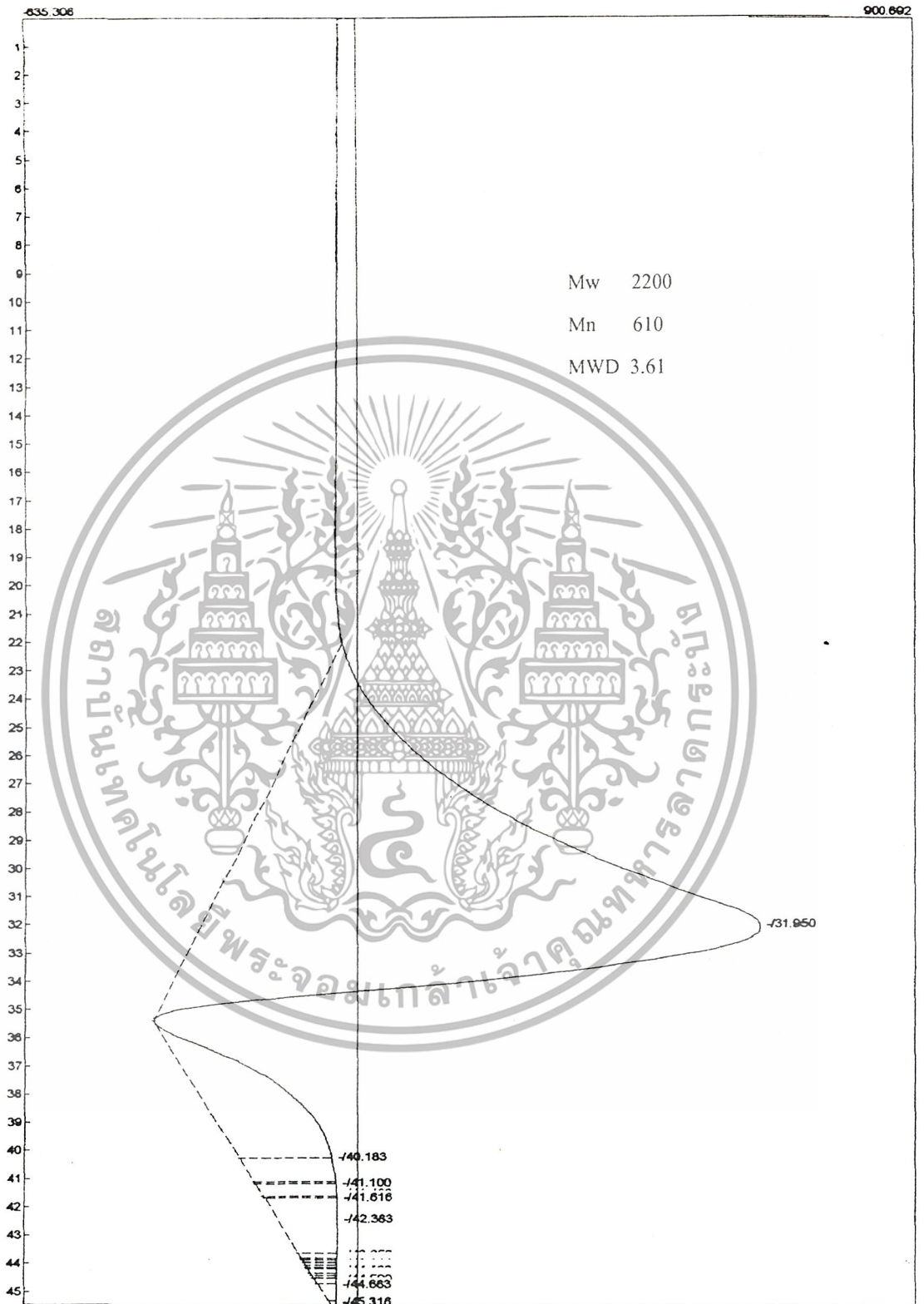


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง-1 โครมาโทแกรมของพอลิเอทิลีนอะซิเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

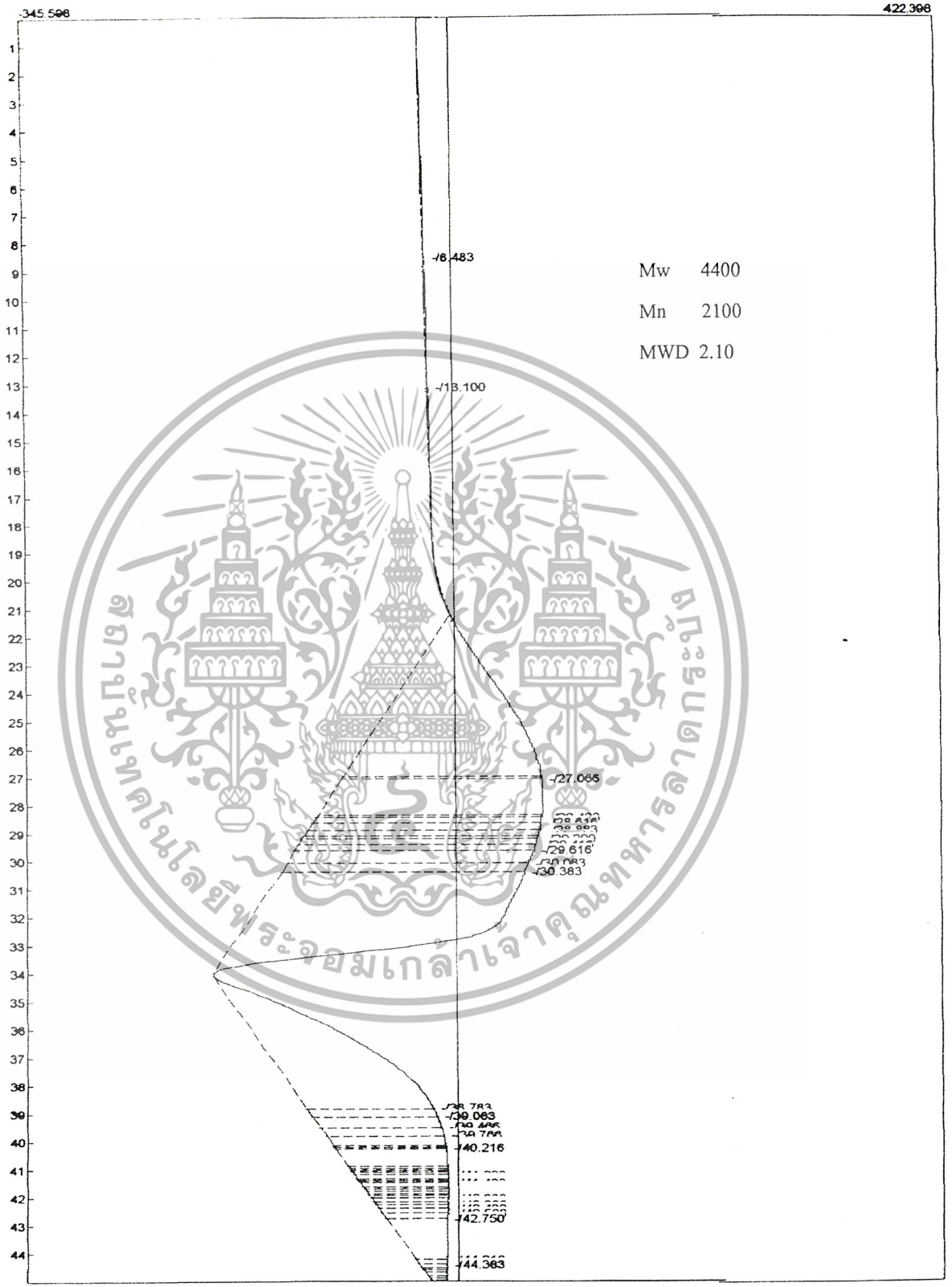


รูปที่ ง-2 โครมาโทแกรมของสารประกอบวง โอลิโกเอทิลีนอะดิเปต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



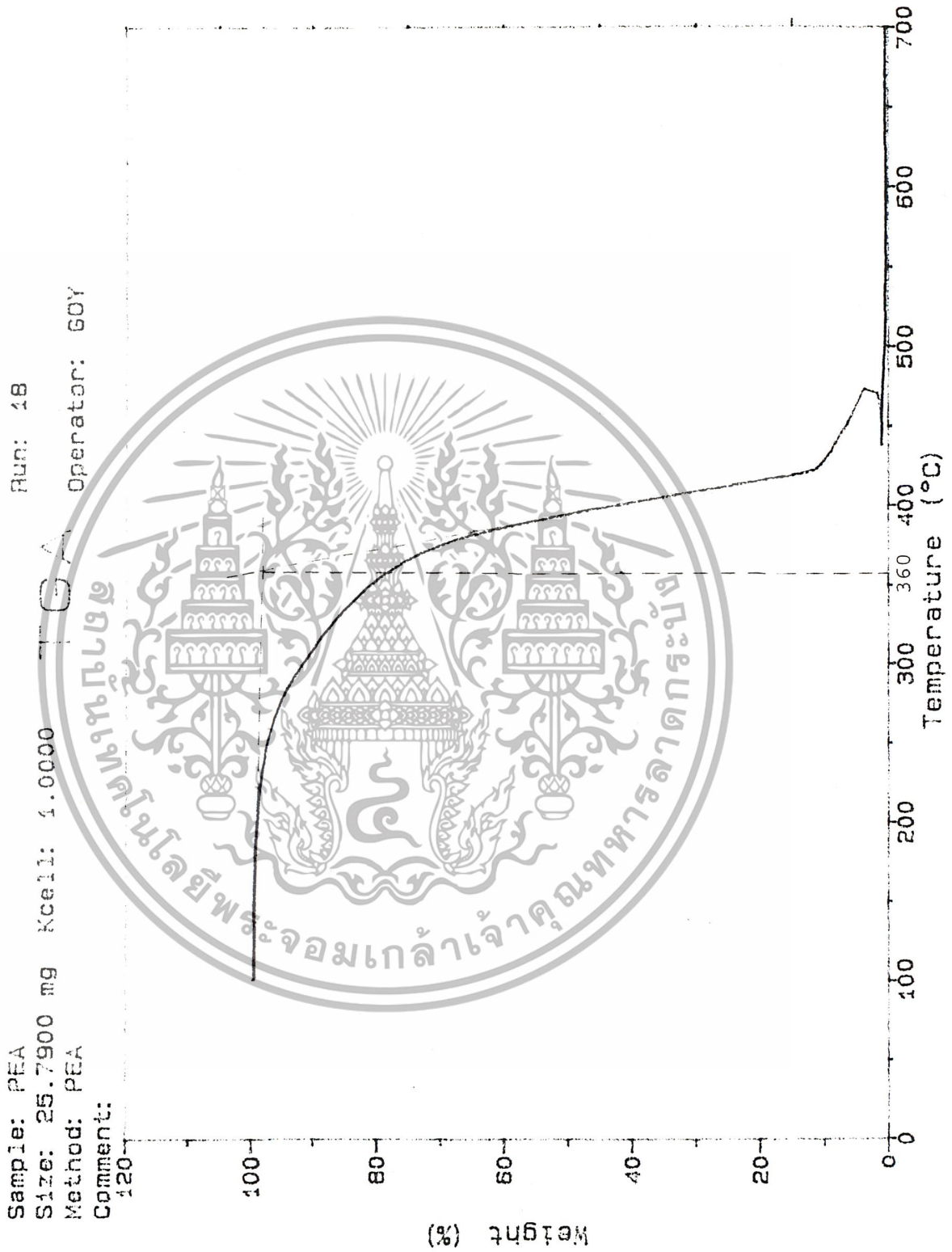
รูปที่ ง-3 โครมาโทแกรมของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 180°C – 24 ชั่วโมง
 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง-4 โครมาโทแกรมของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200°C - 24 ชั่วโมง
 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ-1 เทอร์โมแกรมของพอลิเอทิลีนอะซิเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ-2 เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงโพลิโกเอทีลินอะคิเปต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ-3 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150°C - 21 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ-4 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 180°C - 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๑-5 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200°C - 24 ชั่วโมง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

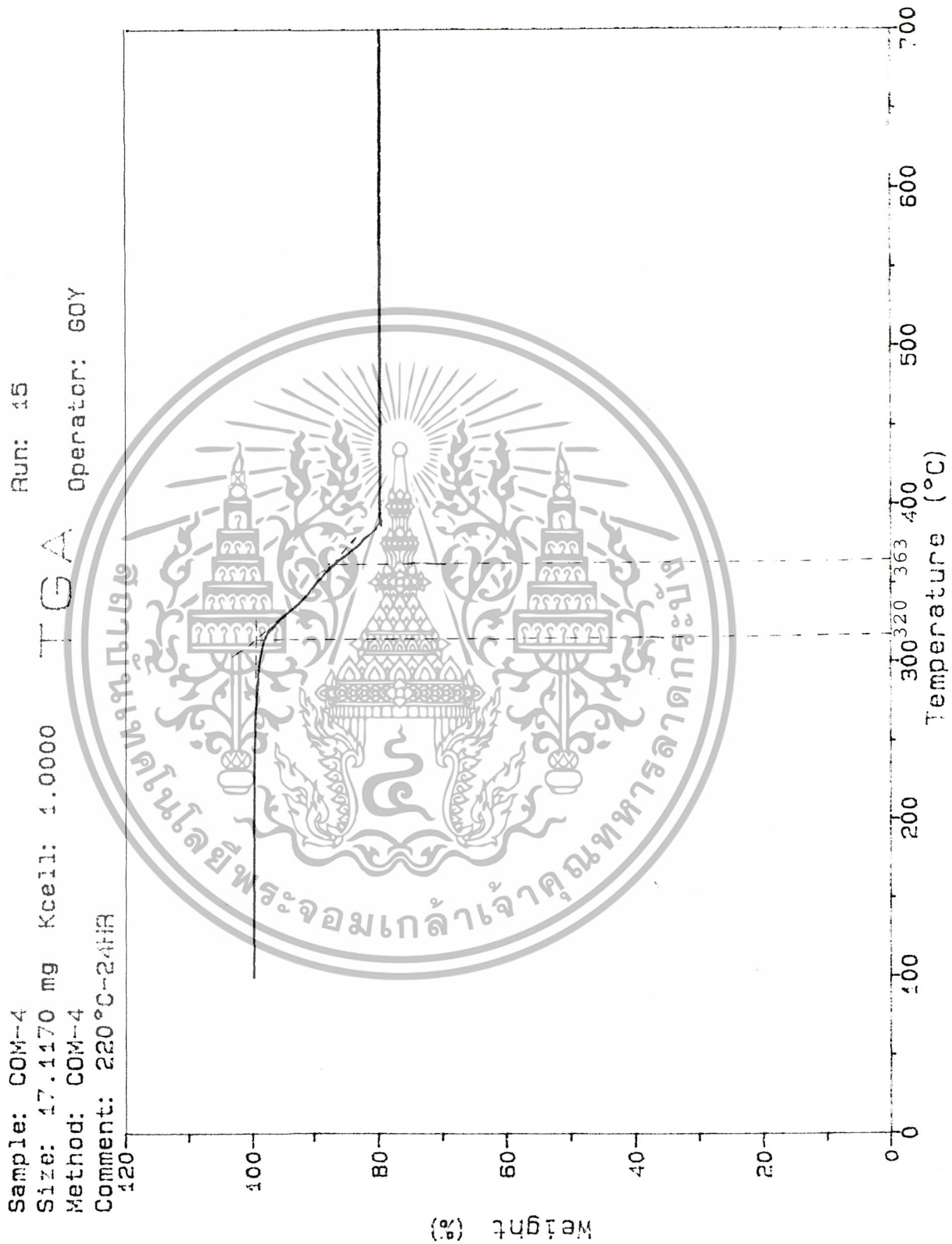


รูปที่ จ-6 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200°C - 48 ชั่วโมง
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ-7 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200°C - 72 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



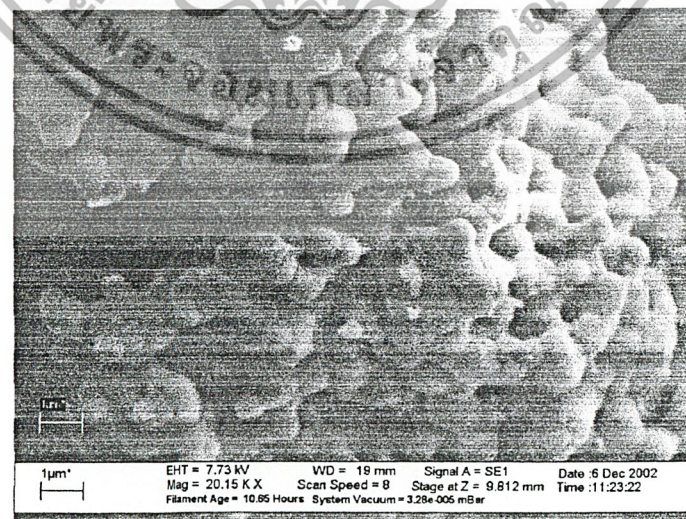
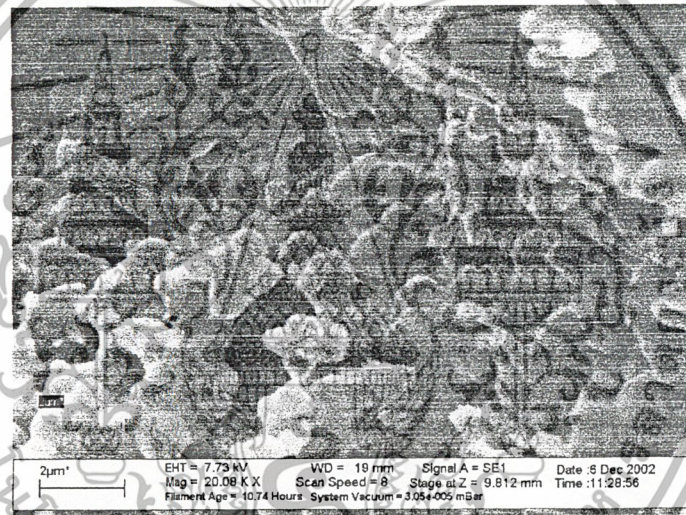
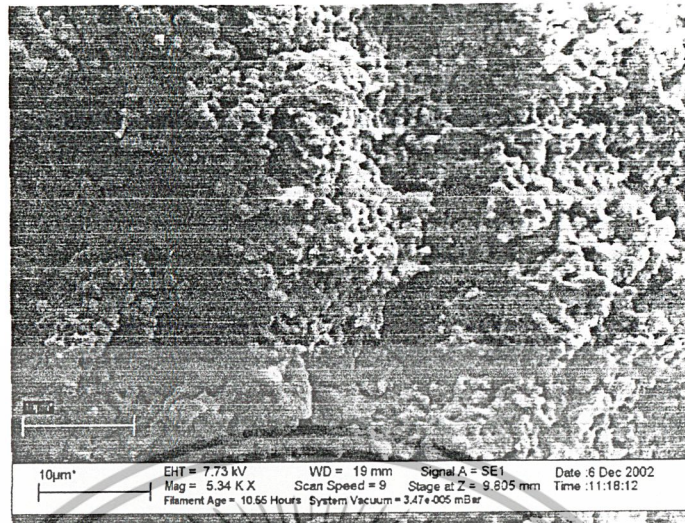
รูปที่ ๑-8 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 220°C - 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

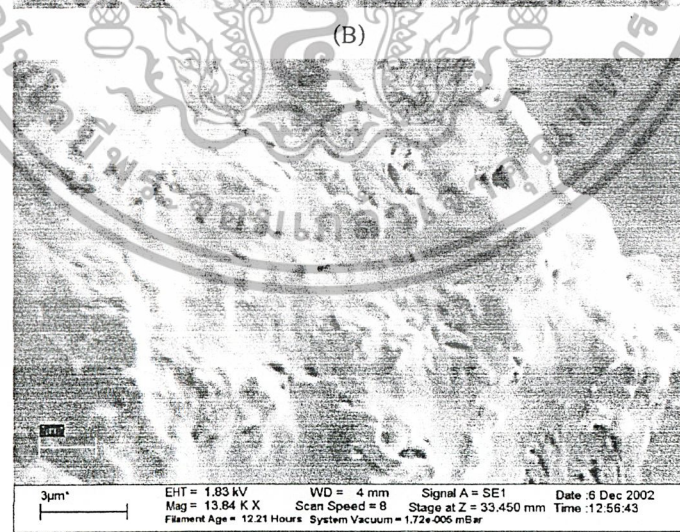
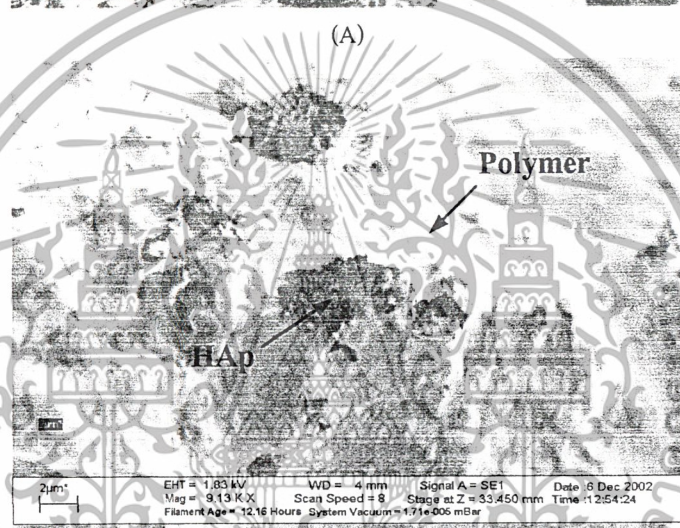
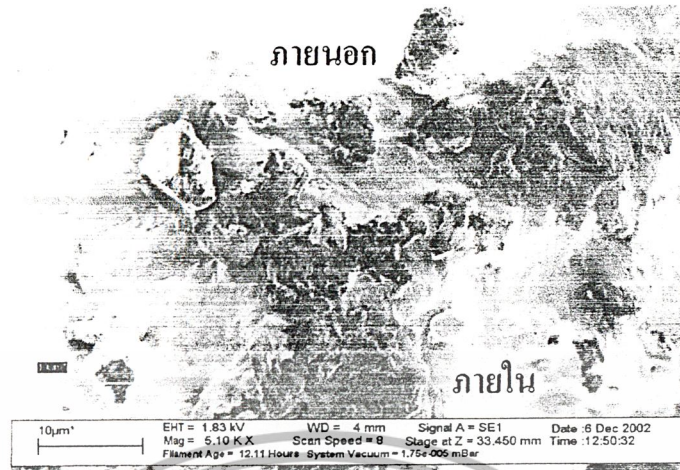


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๑-1 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ HAP

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

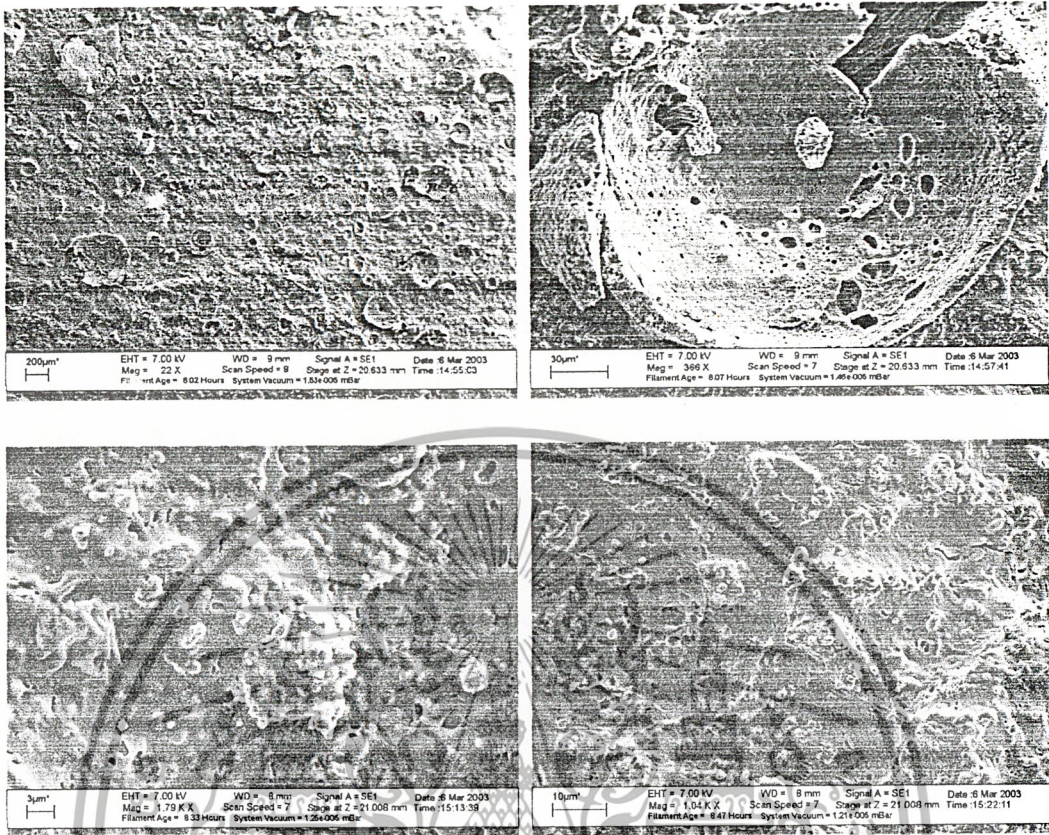


(C)

รูปที่ ๑-๒ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA

(A) พื้นผิวภายนอกและภายใน (B) พื้นผิวภายใน (C) พื้นผิวภายนอก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ฉ-3 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PEA ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 28 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้