

วัสดุประกอบร่วมไฮดรอกซีแอปไทต์/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (HAp/PET)

และแคลเซียมซัลเฟต/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (CS/PET) :

การเตรียม, ความแข็งแรงกด และความว่องไวทางชีวภาพ



นางดาวรรรัตน์

สุวิธัฐสถาพร

นางสาวอภิขญา

เจียนประเสริฐ

นางสาวอรอนงค์

เชาวกุล

โครงการพิเศษเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2546

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

เลขที่เอกสาร 55557

วันที่ 19 พ.ค. 2548

b.....
i.....

**Hydroxyapatite/poly(ethylene terephthlate) (HAp/PET) and
Calciumsilicate/poly(ethylene terephthlate) composites (CS/PET) :
Preparation, Compressive Strength and Bioactivity**



**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 2003

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง วัสดุประกอบร่วมไฮดรอกซีแอปาทาइट/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (HAp/PET) และแคลเซียมซลิเกต/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (CS/PET) :
การเตรียม, ความแข็งแรงกด และความว่องไวทางชีวภาพ

นักศึกษา นางสาววรรรัตน์ สุธีสุขสถาพร
นางสาวอภิญา เจียนประเสริฐ
นางสาวอรอนงค์ เซาวกุล

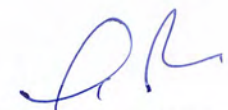
ภาควิชา เคมี
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ดร. ภัทรารุ มนต์วิเศษ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ผศ.ดร.ตะวัน สุนน้อย	
กรรมการ ดร.สุภรัตน์ รัชชดิ	
กรรมการ ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์	


.....
(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)
หัวหน้าภาควิชา

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	วัสดุประกอบไฮดรอกซีเอปาทาइट/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (HAp/PET) และแคลเซียมซิติเลต/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (CS/PET) : การเตรียมสมบัติเชิงกล ความว่องไวทางชีวภาพ
นักศึกษา	นางสาววรรณ สุธีสุขสถาพร นางสาวอภิษฎา เจียนประเสริฐ นางสาวอรอนงค์ เชาวกุล
ภาควิชา	ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา	2546
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ปุลลณมา ศิริพันธ์ โนน
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร.ภัทรวรุท มนต์วิเศษ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ทำการเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (HAp/PET) และแคลเซียมซิติเลตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (CS/PET) เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลด้านความแข็งแรงกด สมบัติความว่องไวทางชีวภาพ โดยเริ่มจากการเตรียมวัตถุดิบเซรามิกส์ ได้แก่ HAp และ CS ด้วยวิธีตกตะกอนทางเคมี และสังเคราะห์สารประกอบบวงไฮโดรอกซีเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PET) จากปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวงของ PET จากนั้นเตรียมวัสดุประกอบโดยนำวัตถุดิบเซรามิกส์ C-PET และมี Dibutyltin oxide (DBTO) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำการอัดเป็นก้อนทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม. สูง 0.5 ซม. จากนั้นนำก้อนวัสดุประกอบไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของ C-PET ที่อุณหภูมิ 250 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำวัสดุประกอบที่ได้ไปทดสอบสมบัติด้านความแข็งแรงกด พบว่าค่าความแข็งแรงกดของก้อนวัสดุประกอบทั้งสองชนิดมีค่าสูงกว่าก้อนเซรามิกส์บริสุทธิ์ และค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ CS/PET มีค่ามากกว่าวัสดุประกอบ HAp/PET นอกจากนี้ยังพบว่าวัสดุประกอบที่มีอัตราส่วนของ PET มากขึ้นจะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงกดมากขึ้น เมื่อนำวัสดุประกอบทั้งสองไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพโดยนำไปแช่ในสารละลายจำลองของเหลวในร่างกายมนุษย์ (Simulate Body Fluid, SBF) ที่อุณหภูมิ 36.5 °C เป็นเวลา 7, 14, 21, และ 28 วัน ภายหลังการแช่พบการตกผลึกของ HAp จากสารละลาย SBF บนพื้นผิวของวัสดุประกอบทั้งสองชนิด ซึ่งผลึก HAp ที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นผลึกทรงแท่งขนาดเล็กรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนคล้ายดอกกะหล่ำ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของ HAp จากสารละลาย SBF ที่ปกคลุมบนพื้นผิวของวัสดุประกอบ นอกจากนี้ยังพบว่าชั้นฟิล์ม HAp ที่เกิดขึ้นบนวัสดุประกอบ CS/PET เกิดขึ้นเร็วกว่าชั้นฟิล์มบนวัสดุประกอบ HAp/PET

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Hydroxyapatite/poly(ethylene terephthlate) (HAp/PET) and Calciumsilicate/poly(ethylene terephthlate) composites (CS/PET) : Preparation, Compressive Strength and Bioactivity.
Name	Vorarat Suteesuksataporn Apichaya Jianprasert Onanong chaowakul
Department	Chemistry, Faculty of Science
Program	Industrial Chemistry
Academic	2003
Special Project Advisor	Dr. Punnama Siriphannon
Special Project co-Advisor	Dr. Pathavuth Monvisade

Abstract

This project was dealt with the preparation of hydroxyapatite/poly(ethylene terephthlate) composite (HAp/PET) and calciumsilicate/poly(ethylene terephthlate) composite (CS/PET). The scope of studies was focused on their bioactivity and compressive strength. Firstly, HAp and CS were prepared by co-precipitation and oligo(ethylene terephthlate) (C-PET) was synthesized by cyclodepolymerization of PET. The second step was to prepare the composites by mixing of HAp or CS with C-PET in the present of dibutyltin oxide (DBPO) as a catalyst and then packing in cylindrical shape with diameter of 1 cm. and height of 0.5 cm. The C-PET in the pre-composites were then ring-opening polymerized at 250 °C for 24 hours. After that the compressive strength of the composites and virgin ceramics were tested. It was found that the values of compressive strength of both composites were higher than those of virgin ceramics and CS/PET composite was higher than that of HAp/PET composite. In addition, the higher the PET ratio in the composites, the higher the compressive strength. Finally, bioactivity of composites was studied by soaking in simulated body fluid (SBF) at 36.5 °C for 7, 14, 21 and 28 days. It was found that there are some crystals indicated generating and covering on the composite surface. These crystals had small pin and aggregated in cauliflower-like. In addition, HAp crystal film covered on CS/PET composite was faster than that on HAp/PET composite.

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์ โนน และ ดร.ภัทธาวิฑูรย์ มนต์วิเศษ อาจารย์ที่ปรึกษา ที่กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำเกี่ยวกับความรู้ อบรมให้ทำงานอย่างมีระเบียบรอบคอบ คอยให้ความช่วยเหลือและตรวจทานการดำเนิน โครงการพิเศษนี้มาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์ ดร.สุภารัตน์ รักชลธิ์ อาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษ ดร.พัชนี เจริญยิ่ง ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้ เครื่อง NMR และอาจารย์ที่เข้ารับฟังการนำเสนอ โครงการพิเศษทุกท่านที่ให้ความอนุเคราะห์ในการตรวจทานและเสนอแนะความคิดเห็นต่างๆ เพื่อแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ในโครงการพิเศษฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์

ขอขอบคุณ พี่ปราณี บุญวัฒน์ ที่อำนวยความสะดวกในการขอใช้สารเคมี ที่สุภาณี ชนวงส์ ที่คอยอำนวยความสะดวกเรื่องอุปกรณ์และให้คำปรึกษา พี่สุภัทร บานเย็น พี่กัญญา มงคลโกชน์ เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมี และเจ้าหน้าที่ของศูนย์เครื่องมือฯ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่คอยสอนใช้และอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือในการ วิเคราะห์งานต่างๆ จนโครงการพิเศษนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และเพื่อนๆ ที่ให้คำแนะนำ เป็นกำลังใจ และช่วยเหลือให้ คำปรึกษาด้านความคิดในการดำเนินโครงการพิเศษฉบับนี้

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ให้การ ศึกษาตลอดระยะเวลา 4 ปี จนสำเร็จการศึกษา

นางสาววรรรัตน์ สุทธิสุขสถาพร

นางสาวอภิขญา เจียนประเสริฐ

นางสาวอรอนงค์ เชาวกุล

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูปภาพ	ญ
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ	ฎ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 วัสดุชีวภาพ	4
2.1.1 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม	4
2.2 ไฮดรอกซีแอปาทิต	5
2.2.1 สูตรทางเคมี	5
2.2.2 โครงสร้างผลึกของไฮดรอกซีแอปาทิต	5
2.2.3 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต	5
2.2.4 สมบัติของไฮดรอกซีแอปาทิต	7
2.2.5 การประยุกต์ใช้งานของไฮดรอกซีแอปาทิต	8
2.2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต	9



	จ
2.3 แคลเซียมซิติเกต	9
2.3.1 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิติเกต	10
2.3.2 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติเกต	10
2.3.3 สมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพของแคลเซียมซิติเกต	11
2.3.4 การประยุกต์ใช้งานของแคลเซียมซิติเกต	11
2.3.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์แคลเซียมซิติเกต	11
2.4 พอลิเอสเทอร์	12
2.4.1 ปฏิกริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง	14
2.4.2 ปฏิกริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง	16
2.4.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	16
2.4.3.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์สารประกอบวง ด้วยเทคนิคดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง	16
2.4.3.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับปฏิกริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง และการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง	17
2.5 วัสดุประกอบ	18
2.5.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุประกอบ	18
2.6 การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ	20
2.6.1 การทดสอบภายนอกร่างกาย	20
2.6.2 การทดสอบในร่างกาย	21
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	22
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	23
3.3 วิธีการทดลอง	25



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1 การเตรียมไฮดรอกซีเอปาทิต์	25
3.3.2 การเตรียมแคลเซียมซิลิเกต	26
3.3.3 การเตรียมสารประกอบวง โอลิโกเอทิลีนเทอร์พทาเลต	29
3.3.4 การเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET	31
3.3.4.1 การขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง	31
3.3.4.2 การขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนึ่ง	32
3.3.5 ปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ C-PET ในวัสดุประกอบ	33
3.3.6 การทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ โดยการหาความแข็งแรงกด	33
3.3.7 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ ที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลองของร่างกาย	36
3.3.7.1 การเตรียมสารละลาย SBF	36
3.3.7.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ	37
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผล	
4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ HAp ที่สังเคราะห์ได้	38
4.1.1 เทคนิคการฉายรังสีเอ็กซ์	38
4.1.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	39
4.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ CS ที่สังเคราะห์ได้	39
4.2.1 เทคนิคการฉายรังสีเอ็กซ์	39
4.2.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	40
4.3 การดีพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต	41

4.4 การเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET	41
4.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุประกอบ	43
4.4.1.1 เทคนิค FTIR DSC และ TGA	43
4.4.1.2 ภูมิภาคที่เป็นผลึกที่ได้จากเทคนิค XRD	45
4.4.1.2.1 ภูมิภาคที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบ HAp/PET	45
4.4.1.2.2 ภูมิภาคที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบ CS/PET	46
4.4.2 ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET	47
4.4.3 ความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET	49
4.4.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET	50
4.4.4.1 ผลจากการแช่วัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ในสารละลาย SBF	50
4.4.4.2 ภูมิภาคที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET หลังแช่สารละลาย SBF จากเทคนิค XRD	51
4.4.4.3 ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET หลังแช่สารละลาย SBF	54
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	59
เอกสารอ้างอิง	61
ภาคผนวก ก การคำนวณ	63
ภาคผนวก ข รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์จากฐานข้อมูล JCPDS	72
ภาคผนวก ค อินฟราเรดสเปกตรัม	78
ภาคผนวก ง นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกตรัม	81
ภาคผนวก จ เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC	83

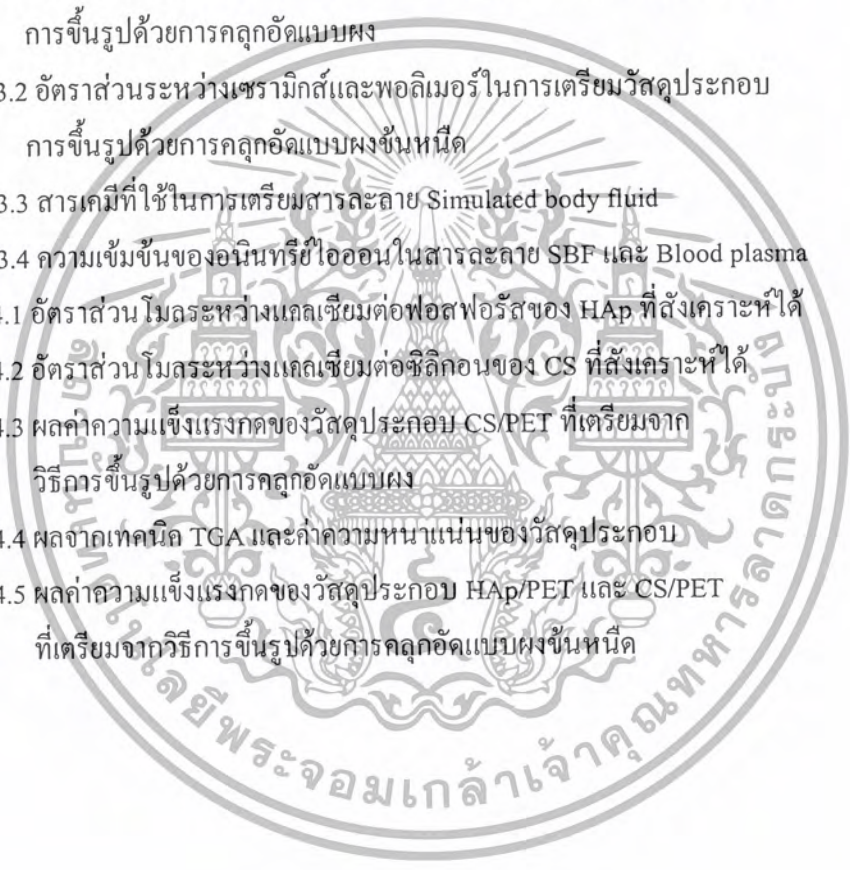
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ฉ เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA	89
ภาคผนวก ช รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD	94
ภาคผนวก ซ ตารางแสดงค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ	97
ภาคผนวก ฅ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคจากเทคนิค SEM	99



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีเอปาทาइट	8
ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนระหว่างเซรามิกส์และพอลิเมอร์ในการเตรียมวัสดุประกอบ การขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง	31
ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนระหว่างเซรามิกส์และพอลิเมอร์ในการเตรียมวัสดุประกอบ การขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนึ่ง	32
ตารางที่ 3.3 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย Simulated body fluid	36
ตารางที่ 3.4 ความเข้มข้นของนินทรีนไฮออนในสารละลาย SBF และ Blood plasma	37
ตารางที่ 4.1 อัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสของ HAp ที่สังเคราะห์ได้	38
ตารางที่ 4.2 อัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อซิลิกอนของ CS ที่สังเคราะห์ได้	40
ตารางที่ 4.3 ผลค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ CS/PET ที่เตรียมจาก วิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง	42
ตารางที่ 4.4 ผลจากเทคนิค TGA และค่าความหนาแน่นของวัสดุประกอบ	44
ตารางที่ 4.5 ผลค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ที่เตรียมจากวิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนึ่ง	49



สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต	14
รูปที่ 2.2 การเกิดปฏิกิริยาภายในสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์	14
รูปที่ 3.1 แผนงานการสังเคราะห์ HAp	27
รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์ CS	28
รูปที่ 3.3 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบ C-PET	30
รูปที่ 3.4 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ C-PET และ CS กับ C-PET โดยการขึ้นรูปด้วยการกดแบบผง	34
รูปที่ 3.5 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ C-PET และ CS กับ C-PET โดยการขึ้นรูปด้วยการกดแบบผงขึ้นเหน็ด	35
รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้ หลังจากการเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	39
รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมซัลเฟตที่สังเคราะห์ได้ หลังจากการเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	40
รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HAp และวัสดุประกอบ HAp/PET ซึ่งสังเคราะห์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน	45
รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ CS และวัสดุประกอบ CS/PET ซึ่งสังเคราะห์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน	46
รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET	47
รูปที่ 4.6 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ที่อัตราส่วนต่างกัน กำลังขยาย 5000 เท่า	48
รูปที่ 4.7 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET	51

รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ HAp/PET หลังแช่ ในสารละลาย SBF	52
รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS/PET หลังแช่ ในสารละลาย SBF	53
รูปที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PET 50 : 50 หลังแช่ ในสารละลาย SBF กำลังขยาย 5000 เท่า	55
รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS/PET 50 : 50 หลังแช่ ในสารละลาย SBF กำลังขยาย 5000 เท่า	56
รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาครอยแยกบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่ ในสารละลาย SBF กำลังขยาย 1000 เท่า	57
รูปที่ 4.13 ภาพตัดขวางของชิ้นวัสดุประกอบภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF กำลังขยาย 5000 เท่า	57



คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

Ca : P	Calcium : Phosphorous
Ca : Si	Calcium : Silicon
CDP	Cyclodepolymerisation
C-PET	Cyclic Poly(ethylene terephalate)
CS	Calciumsilicate
CS/PET	Calciumsilicate- Poly(ethylene terephalate) Composites
DBTO	Dibutyltinoxide
DSC	Differential scanning calorimetry
FTIR	Fourier Transform infrared Spectrophotometry
HAp	Hydroxyapatite
HAp/PET	Hydroxyapatite- Poly(ethylene terephalate) Composites
NMR	Nuclear magnetic resonance spectrometry
PET	Poly(ethylene terephalate)
ROP	Ring-Opening Polymerisation
SBF	Simulated body fluid
SEM	Scanning electron microscopy
TEOS	Tetraethylorthosilicate
TGA	Thermogravimetric Analysis
T_d	อุณหภูมิการสลายตัว
T_m	อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก
XRD	X-ray diffraction
XRF	X-ray fluorescence
δ	Chemical shift
ν_{max}	เลขคลื่น

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

การรักษาด้วยวิธีการดั้งเดิมเมื่ออวัยวะและเนื้อเยื่อต่างๆ ในร่างกายเกิดการติดเชื้อหรือถูกทำลายเนื่องจากโรคภัยไข้เจ็บและอุบัติเหตุก็คือ การตัดเนื้อเยื่อส่วนนั้นทิ้งไป ซึ่งการรักษาด้วยวิธีดังกล่าวจะก่อให้เกิดความบกพร่องของร่างกาย ต่อมามีการพัฒนาทางด้านเทคโนโลยีทางการแพทย์ ทำให้มีวิธีการรักษาใหม่ขึ้นมาอีกคือ การปลูกถ่ายอวัยวะที่มาจากธรรมชาติ (Transplantation) โดยการผ่าตัดเอาเนื้อเยื่อหรืออวัยวะที่บกพร่องนั้นออกแล้วแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อธรรมชาติจากแหล่งต่างๆ ได้แก่ เนื้อเยื่อจากร่างกายผู้ป่วยเอง เนื้อเยื่อผู้บริจาคหรือเนื้อเยื่อจากสิ่งมีชีวิตอื่น การรักษาวิธีนี้มีข้อจำกัดกล่าวคือ ปริมาณเนื้อเยื่อ แหล่งที่มาของเนื้อเยื่อ คุณภาพของเนื้อเยื่อ ระบบภูมิคุ้มกันและการตอบสนองของร่างกายต่อสิ่งแปลกปลอม และปัญหาด้านศีลธรรม ดังนั้นเพื่อการแก้ปัญหาดังกล่าวจึงนำวัสดุสังเคราะห์ที่มีความสามารถเข้ากันได้กับระบบสรีระวิทยาภายในร่างกายมนุษย์มาใช้ทดแทนอวัยวะที่บกพร่อง (Implantation หรือ Alloplastic หรือ Allografts) เช่น กระจกเทียม รากฟันเทียม แก้วหูเทียม ข้อต่อสะโพกเทียม เป็นต้น ข้อเด่นของการรักษาวิธีนี้ก็คือ สามารถผลิตวัสดุประกอบได้อย่างไม่จำกัด เป็นวัสดุที่สามารถเชื่อถือได้ ไม่มีปัญหาด้านสุขภาพที่เกี่ยวกับเนื้อเยื่อและปัญหาทางด้านศีลธรรม

วัสดุสังเคราะห์ทางการแพทย์ในปัจจุบันมีมากมายหลายชนิด ทั้งที่ผลิตจากโลหะ พอลิเมอร์ และเซรามิกส์ แต่เนื่องจากวัสดุสังเคราะห์แต่ละชนิดมีข้อเด่นข้อด้อยแตกต่างกันไป เช่น โลหะมีข้อดี ในด้านความแข็งแรงและความเหนียวดีกว่าวัสดุอื่นๆ แต่ก็มีข้อเสียในด้านการจำกัดด้านการรับน้ำหนัก ทำให้เคลื่อนไหวผิดปกติ มีผลข้างเคียงเมื่อสภาวะอากาศเปลี่ยนแปลง และอาจเกิดการกัดกร่อนภายในร่างกายได้ พอลิเมอร์เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างคล้ายกับเนื้อเยื่ออ่อน มีความยืดหยุ่น ไม่เกิดการกัดกร่อนในร่างกาย มีความหนาแน่นต่ำและน้ำหนักเบา แต่มีความสามารถในการรับแรงต่ำ และสามารถเกิดการสลายตัวภายในร่างกายได้ ส่วนเซรามิกส์มีข้อดีในด้านการรับแรงต่ำ และสามารถเกิดการสลายตัวภายในร่างกายได้ ส่วนเซรามิกส์มีข้อดีในด้านการรับแรงต่ำ และสามารถเกิดการสลายตัวภายในร่างกายได้ ส่วนเซรามิกส์มีข้อดีในด้านการรับแรงต่ำ และสามารถเกิดการสลายตัวภายในร่างกายได้ ส่วนเซรามิกส์มีข้อดีในด้านการรับแรงต่ำ และสามารถเกิดการสลายตัวภายในร่างกายได้

ไฮดรอกซีอะปาทิตเป็นเซรามิกส์ชนิดหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจมากในการผลิตวัสดุชีวภาพ เนื่องจากไฮดรอกซีอะปาทิตเป็นส่วนประกอบหลักของกระดูกและฟัน ดังนั้นจึงสามารถเข้ากันได้

ได้ดีกับร่างกาย แต่ก็มีข้อเสียในด้านการรับแรงต่ำ ดังนั้นจึงมีการศึกษาวิจัยเพื่อ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปาไทต์ โดยนำพอลิเมอร์ซึ่งเป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีมาขึ้นรูปร่วมกับไฮดรอกซีแอปาไทต์เป็นวัสดุประกอบ

แคลเซียมซลิเกตเป็นเซรามิกส์อีกชนิดหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจมากเช่นเดียวกัน เนื่องจากมีการศึกษาพบว่าแคลเซียมซลิเกตทำให้เกิดการเชื่อมต่อกับกระดูกได้เร็วกว่าไฮดรอกซีแอปาไทต์ สามารถเข้ากันได้ดีกับร่างกาย แต่ก็มีข้อเสียในด้านความเปราะและมีสมบัติเชิงกลต่ำ ดังนั้นจึงมีการศึกษาวิจัยเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของแคลเซียมซลิเกต โดยนำพอลิเมอร์ซึ่งเป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีมาขึ้นรูปร่วมกับแคลเซียมซลิเกตเป็นวัสดุประกอบ

พอลิเอสเทอร์เป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจเนื่องจากมีสมบัติที่มีความทนทานต่อการขัดถูเสียดสีได้ดี และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานและอะโรมาติกพอลิเอสเทอร์เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี แต่ย่อยสลายได้ยาก จึงได้นำพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตมาใช้เป็นพอลิเมอร์ในวัสดุคอมโพสิตเพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลให้กับไฮดรอกซีแอปาไทต์และแคลเซียมซลิเกต

จากแนวคิดดังกล่าวทำให้เกิดโครงการวิจัยนี้ขึ้นมาเพื่อศึกษาการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาไทต์กับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตและวัสดุประกอบระหว่างแคลเซียมซลิเกตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต จากนั้นศึกษาความเป็นไปได้ในการนำวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้งานทางการแพทย์โดยทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติความว่องไวทางชีวภาพในระบบจำลองร่างกายมนุษย์และนำมาเปรียบเทียบกัน

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อเตรียมวัสดุประกอบจากไฮดรอกซีแอปาไทต์กับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตและแคลเซียมซลิเกตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต
2. ศึกษาสมบัติเชิงกล (Mechanical property) และความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity) ของวัสดุประกอบจากไฮดรอกซีแอปาไทต์กับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตและแคลเซียมซลิเกตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาถึงสมบัติเชิงกลและความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ 2 ชนิดคือ ไฮดรอกซีแอปาไทต์กับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตและแคลเซียมซลิเกตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต งานวิจัยนี้เริ่มต้นจากการสังเคราะห์สารตั้งต้นซึ่งได้แก่ ไฮดรอกซีแอปาไทต์และแคลเซียมซลิเกต ซึ่งสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนทางเคมี และสารประกอบ

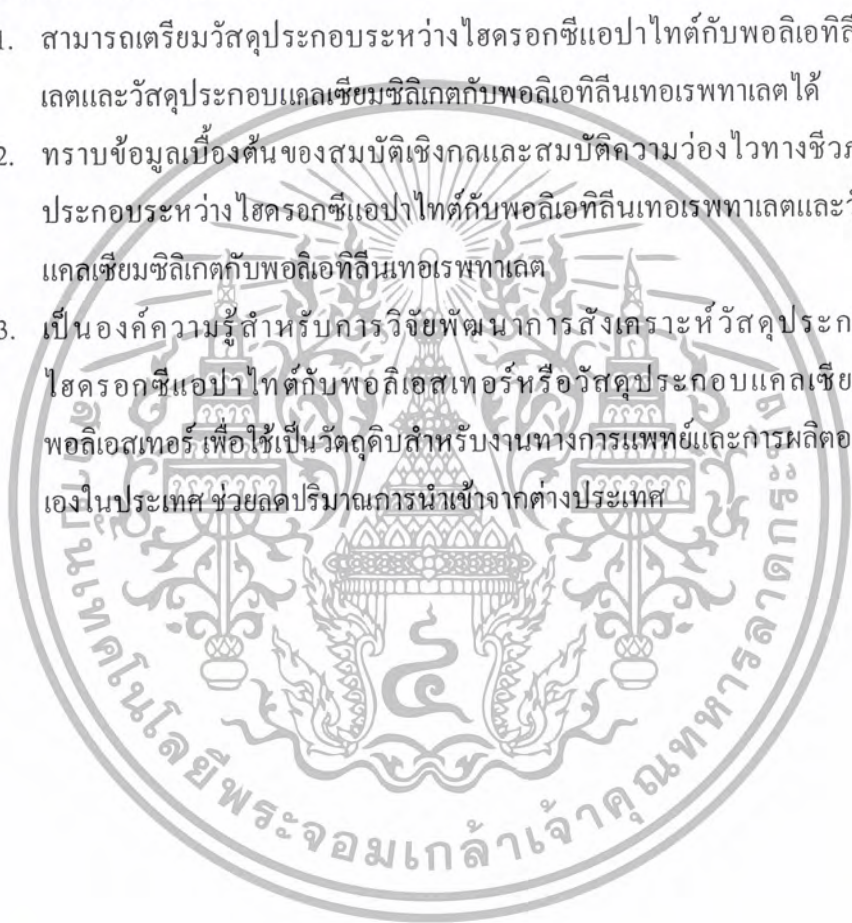
พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตด้วยปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวงของพอลิเอทิลีน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เทอร์พทาเลด จากนั้นนำสารตั้งต้นที่สังเคราะห์ได้มาเตรียมวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลตและแคลเซียมซิติเกิดกับพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต วัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้จะนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ ด้วยเทคนิคต่างๆพร้อมทั้งทดสอบสมบัติเชิงกลและความว่องไวทางชีวภาพ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลตและวัสดุประกอบแคลเซียมซิติเกิดกับพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลตได้
2. ทราบข้อมูลเบื้องต้นของสมบัติเชิงกลและสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลตและวัสดุประกอบแคลเซียมซิติเกิดกับพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต
3. เป็นองค์ความรู้สำหรับการวิจัยพัฒนาการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอสเทอร์หรือวัสดุประกอบแคลเซียมซิติเกิดกับพอลิเอสเทอร์ เพื่อใช้เป็นวัสดุคิบสำหรับงานทางการแพทย์และการผลิตอวัยวะเทียมใช้เองในประเทศ ช่วยลดปริมาณการนำเข้าจากต่างประเทศ



บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 วัสดุชีวภาพ (Biomaterials) [1-6]

วัสดุชีวภาพ หมายถึง วัสดุที่ไม่เป็นพิษเมื่ออยู่ในสภาวะภายในร่างกาย จึงมีการนำวัสดุดังกล่าวมาใช้ประโยชน์ทางการแพทย์โดยเฉพาะในส่วนที่เป็นกระดูก เพื่อรักษาซ่อมแซมกระดูกที่หักชำรุดด้วยการตามท่อนกระดูกที่แตกร้าวหรือหักหรือทำเป็นชิ้นส่วนใหม่ขึ้นมาทดแทน

วัสดุชีวภาพสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือ

1. Biological materials ได้แก่ เนื้อเยื่อ และวัสดุธรรมชาติต่างๆ
2. Implant materials ได้แก่ วัสดุสังเคราะห์ที่สามารถทดแทนวัสดุจากธรรมชาติได้

2.1.1 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม

วัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมสามารถจำแนกประเภทตามวัสดุที่ใช้ผลิต ได้แก่ โลหะ พอลิเมอร์ เซรามิกส์ และวัสดุประกอบ

1. โลหะ (Metal) ได้แก่ ไททานเนียมและโลหะผสม สแตนเลส ทองคำและเงิน เป็นต้น ข้อดีของโลหะคือมีค่าความแข็งแรงดึงและทนแรงกระแทกสูง ทนต่อการกัดกร่อนและมีความเหนียว แต่อาจเกิดการสึกกร่อนและปล่อยสารที่เป็นพิษต่อร่างกายได้ นอกจากนี้โลหะยังขึ้นรูปได้ยาก ตัวอย่างการนำไปใช้ประโยชน์ทางการแพทย์ เช่น ข้อต่อ รากฟันเทียม กระดูกและส่วนที่ยึดติดกระดูก
2. พอลิเมอร์ (Polymer) เช่น ยาง ซิลิโคน เทฟลอน ไนลอน เป็นต้น โดยพอลิเมอร์มีความยืดหยุ่น ความหนาแน่นต่ำและสามารถผลิตได้ง่าย แต่พอลิเมอร์ไม่แข็งแรง เกิดการเสียดสีสภาพเมื่อใช้งานเป็นเวลานาน ตัวอย่างการนำไปใช้งาน เช่น การเย็บตักแต่ง ทำเส้นเลือดเทียม สะโพก จมูกและเนื้อเยื่ออ่อนต่างๆ
3. เซรามิกส์ (Ceramics) เช่น แคลเซียมฟอสเฟต ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ เป็นต้น ซึ่งวัสดุประเภทนี้มีความเข้ากันได้ดีกับร่างกาย ทนต่อการกัดกร่อน และมีความว่องไวทางชีวภาพแต่เซรามิกส์มีความเปราะและไม่ยืดหยุ่น การนำไปใช้งานทางการแพทย์จะนำไปทำฟันปลอม ข้อต่อ เคลือบกระดูกและฟัน

4. วัสดุประกอบ (Composites) มีความแข็งแรงและมีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมสำหรับการนำไปใช้งาน แต่มีขั้นตอนในการผลิตยากกว่าวัสดุประเภทอื่น ตัวอย่างการใช้งาน ได้แก่ ข้อต่อซึ่งเป็นส่วนที่รับแรงมาก ลิ้นหัวใจเทียม เป็นต้น

2.2 ไฮดรอกซีเอปาทาइट (Hydroxyapatite, HAp)

ในร่างกายมนุษย์ประกอบด้วยส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน ได้แก่ น้ำ คอลลาเจน (Collagen) และไฮดรอกซีเอปาทาइट (Hydroxyapatite) โดยไฮดรอกซีเอปาทาइटเป็นแร่ธาตุที่ประกอบอยู่ในกระดูกประมาณ 5% ของน้ำหนักของร่างกายเพื่อควบคุมการดูดซึมแคลเซียมและการลดปริมาณแคลเซียมในกระดูก

2.2.1 สูตรทางเคมี

“ไฮดรอกซีเอปาทาइट” เป็นแร่ธาตุหลักของกระดูกและฟัน สูตรเคมีแสดงดังนี้



จากสูตรเป็นการรวมกันของฟอสเฟตกับไฮดรอกไซด์ และอัตราส่วนของ Ca/P เท่ากับ

1.67

2.2.2 โครงสร้างผลึกของไฮดรอกซีเอปาทาइट

ไฮดรอกซีเอปาทาइटมีลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล (Hexagonal) โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่บริเวณมุมที่ฐานรอมบิก (Rhombic) ของหน่วยเซลล์ มีการจัดเรียงตัวเป็นคอลัมน์ในที่ว่างมีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงของหน่วยเซลล์ คอลัมน์ของหมู่ไฮดรอกซิลจะถูกล้อมรอบด้วยแคลเซียมไอออน 6 ไอออน ที่จัดเรียงตัวในลักษณะสามเหลี่ยมด้านเท่า 2 รูปตั้งฉากกับคอลัมน์ ไฮดรอกซีเอปาทาइटมีน้ำหนักโมเลกุล $M = 1004.8$ ขนาดหน่วยเซลล์ $a = 9.423$ $c = 6.875$ ความหนาแน่น $D = 3.16$ กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

2.2.3 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट

วิธีการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटสามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่

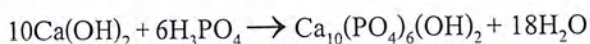
- วิธีตกตะกอนทางเคมี (Precipitation method)
- การใช้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis method)
- การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)
- วิธีอัลคอกไซด์ (Alkoxide)

วิธีตกตะกอนทางเคมี (Precipitation method)

การเตรียมไฮดรอกซีแอปาทาइटวิธีนี้เกิดจากกรดทำปฏิกิริยากับเบสโดยตรง ดังสมการ



วิธีนี้จะมีความไวต่อค่า pH และความไวของสารเคมีที่ใช้ ไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ได้จากวิธีนี้จะมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว

การใช้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis method)

ไฮดรอกซีแอปาทาइटสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของแคลเซียมฟอสเฟต เช่น ไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, DCPD) ออกตระแคลเซียมฟอสเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, OCP) ไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮไดรต์ (CaHPO_4 , DCP) ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้ไฮดรอกซีแอปาทาइटยังเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของแคลเซียมคาร์บอเนตในสารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟต หรือโซเดียมฟอสเฟต

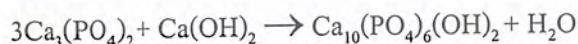
การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)

ไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ได้จากวิธีนี้ทำได้โดยนำสารเคมีในสถานะที่เป็นของแข็ง มาทำปฏิกิริยากันที่อุณหภูมิสูงกว่า 950°C ดังสมการ



Monetite

HAp



β -TCP

HAp

ไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ได้จากวิธีนี้จะเป็นผงละเอียดและเรียงตัวเป็น โครงสร้างผลึกที่ดี

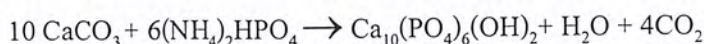
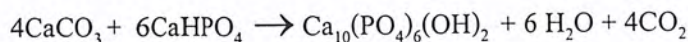
วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)

ทำได้โดยนำสารเคมีที่เป็นเกลือของแคลเซียมและฟอสเฟต มาทำปฏิกิริยากันภายในบรรยากาศที่มีความดันและอุณหภูมิสูง นอกจากนี้ β -TCP, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ และ TTCP ยังสามารถ

เปลี่ยนเป็นไฮดรอกซีแอปาทาइटได้ง่ายโดยการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลภายใต้สถานะนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่อนุญาตให้นำไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาตเห็นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CaCO_3 เมื่อทำปฏิกิริยากับ CaHPO_4 หรือ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ในอัตราส่วนที่เหมาะสมจะสามารถเปลี่ยนเป็นไฮดรอกซีเอปาทิตได้ดังสมการ



วิธีอัลคอกไซด์ (Alkoxide)

วิธีนี้เป็นวิธีหนึ่งที่ใช้เตรียมฟิล์มบางของไฮดรอกซีเอปาทิตโดยเตรียมจากแคลเซียมไนเตรดและไตรเอทิลฟอสเฟตละลายในเอทานอล ระเหยตัวทำละลาย จากนั้นนำส่วนที่เหลือไปผ่านความร้อนที่ $500-1000^\circ\text{C}$ จะได้ไฮดรอกซีเอปาทิตดังสมการ



2.2.4 สมบัติของไฮดรอกซีเอปาทิต [8]

ความสามารถในการละลาย

ไฮดรอกซีเอปาทิตละลายได้ในสารละลายกรดแต่ไม่ละลายในสารละลายอัลคาไลน์ และละลายได้เพียงเล็กน้อยในน้ำ ค่าความสามารถในการละลายในน้ำ (pKs) ของไฮดรอกซีเอปาทิตประมาณ 120

$$\text{pKs} = -\log([\text{Ca}]^{10}[\text{PO}_4]^{-6}[\text{OH}]^2) \approx 120$$

ความสามารถในการละลายในน้ำของไฮดรอกซีเอปาทิตเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นอิเล็กโทรไลต์ ความสามารถในการละลายของไฮดรอกซีเอปาทิตเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่ออยู่ในกรดอะมิโน โปรตีน เอนไซม์ และสารประกอบอินทรีย์ สมบัติการละลายเหล่านี้มีความสัมพันธ์กับความสามารถในการเข้ากันได้ทางชีวภาพกับเนื้อเยื่อและปฏิกิริยาเคมีที่เกิดกับสารประกอบอื่นๆ อย่างไรก็ตาม อัตราในการละลายขึ้นกับความแตกต่างในด้านรูปร่าง ความมีรูพรุน ขนาดผลึก และความเป็นผลึกรวมทั้งการเกิดจุดบกพร่อง ไฮดรอกซีเอปาทิตจะทำปฏิกิริยากับโปรตีน ไขมัน และวัสดุที่เป็นอนินทรีย์และอินทรีย์

สมบัติทางกายภาพ

ค่าความแข็งของไฮดรอกซีเอปาทาइटในระบบของ Mohs เท่ากับ 5 และความหนาแน่นเท่ากับ 3.16 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร สมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีเอปาทาइटแสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีเอปาทาइट

Temperature (°C)	Compressive strength σ_c (MPa)	Flexural strength σ_F (MPa)	Torsional strength τ_{St} (MPa)	Dynamic torsional strength τ_{Dy} (MPa)	Modulus of elasticity in compression E_C (MPa)	Modulus of elasticity in bending E_B (GPa)
1150	308±46	61±8	50±7	57±6	42.2±3.8	44.3±3.5
1200	415±46	104±11	62±5	92±6	74.6±4.1	80.0±6.4
1250	465±58	106±10	75±4	76±5	79.0±4.8	85.1±6.1
1300	509±57	113±12	76±5	68±5	81.4±4.6	87.8±6.0

2.2.5 การประยุกต์ใช้งานของไฮดรอกซีเอปาทาइट [5]

รูปแบบการนำไปใช้งานทางการแพทย์มีหลายลักษณะซึ่งขึ้นกับวัตถุประสงค์และสมบัติที่ต้องการ โดยสามารถแบ่งเป็น 3 ลักษณะ คือ

1. ไฮดรอกซีเอปาทาइटแบบผง (Powder hydroxyapatite) สำหรับใช้เคลือบลงบน โลหะซึ่งเป็นส่วนประกอบหลักของข้อสะโพกเทียม หรือรากฟันเทียม เพื่อให้โลหะทนทานต่อการกัดกร่อนของของเหลวภายในร่างกาย และสามารถเกิดการยึดติดระหว่างวัสดุชีวภาพและเนื้อเยื่อหรือกระดูกภายในร่างกายได้ดีขึ้น นอกจากนี้ยังนำไปผสมกับวัสดุอื่นอีก เช่น พอลิเมอร์เพื่อใช้ทำกระดูกเทียม
2. ไฮดรอกซีเอปาทาइटแบบขึ้นเนื้อแน่น (Dense hydroxyapatite) จะมีสมบัติเชิงกลดีกว่าแบบมีรูพรุน การนำไปใช้งานมักนำไปทดแทนในส่วนของกระดูกสันหลังของผู้ป่วย โดยสารไฮดรอกซีเอปาทาइटจะเป็นตัวเร่งให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อมาเกาะ และทำให้เกิดการยึดติดได้ดีขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

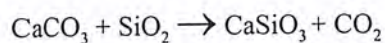
3. สารไฮดรอกซีเอปาทาइटแบบรูพรุน (Porous hydroxyapatite) นิยมใช้งานเป็นวัสดุทดแทนกระดูกเป็นตัวเติมทางด้านศัลยกรรมกระดูกและไขว้ ไฮดรอกซีเอปาทาइटชนิดนี้มีพื้นที่ผิวมากเนื่องจากมีรูพรุนจึงมีสมบัติเชิงกลต่ำ โดยเฉพาะด้านความแข็งแรง ดังนั้นจึงต้องมีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีเอปาทาइटชนิดนี้ก่อนนำไปปลูกถ่ายอวัยวะ ซึ่งสามารถทำได้โดยนำไฮดรอกซีเอปาทาइटนี้มาผลิตเป็นวัสดุประกอบ (Composite)

2.2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट

งานวิจัยของชาวเรศ มะลิมาศ และปิยวิทย์ รัตนฤทธินนท์ [7] ได้ทำการศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटด้วยวิธีตกตะกอนร่วม โดยใช้สารตั้งต้นคือแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต (Calcium nitrate tetrahydrate) กับฟอสฟอรัสเพนทอกไซด์ (Phosphorous pentoxide) หรือกรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid) ควบคุม pH ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide) และทิ้งให้ตกตะกอนสมบูรณ์เป็นเวลา 30 และ 60 นาที พบว่าชนิดของสารตั้งต้น ค่า pH ที่ใช้ในการตกตะกอน และเวลาในการตกตะกอนมีผลต่อการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटคือ ถ้าใช้สารตั้งต้นชนิดเดียวกันและเวลาในการตกตะกอนเท่ากันเมื่อค่า pH ในการตกตะกอนสูงขึ้น จะมีผลให้อัตราส่วน โมลของ Ca:P สูงขึ้น และถ้าใช้สารตั้งต้นชนิดเดียวกัน ค่า pH ในการตกตะกอนเท่ากัน เมื่อใช้เวลาในการตกตะกอนมากขึ้น อัตราส่วน โมลของ Ca:P ก็จะมีมากขึ้น โดยสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คือ ใช้แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรตและกรดฟอสฟอริกเป็นสารตั้งต้น ตกตะกอนที่ค่า pH เท่ากับ 9 เป็นเวลา 60 นาที จะได้อัตราส่วนโมลของ Ca:P เท่ากับ 1.15 ซึ่งเข้าใกล้ค่าทางทฤษฎีของไฮดรอกซีเอปาทาइटมากที่สุด (อัตราส่วน โมลของCa:P เท่ากับ 1.67) และเมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ โดยการแช่ในสารละลายจำลองของเหลวในร่างกายมนุษย์ พบว่ามีไฮดรอกซีเอปาทาइटเกิดขึ้นที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง แสดงว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีความว่องไวทางชีวภาพ

2.3 แคลเซียมซิลิเกต (Calciumsilicate, CaSiO_3) [2,4]

สูตรทางเคมี คือ CaSiO_3 โดยทั่วไปเกิดจากการเกิดอันตรกิริยาของหินปูนและซิลิกา (SiO_2) โดยมีความร้อนและความดันเข้ามาเกี่ยวข้อง ปฏิกิริยาเกิดดังสมการ



CaSiO_3 หรืออาจเรียกว่า Wollastonite สามารถประยุกต์มาใช้ในงานเคลือบผิว หรือส่วน

ประกอบในเซรามิกส์ เนื่องจาก CaSiO_3 มีความแข็งแรงสูงและทนความร้อนได้ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.1 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกต [2,6]

แคลเซียมซิลิเกตจัดอยู่ในกลุ่ม Pyroxenoid และอยู่ในกลุ่มย่อย Inosilicates โดยสารประกอบประเภทนี้จะมีการจัดเรียงผลึกได้หลายแบบ เช่น ไตรคลินิก (Triclinic) โมโนคลินิก (Monoclinic) และเฮกซะโกนอล (Hexagonal) โดยที่พบส่วนมากจะเป็นผลึกแบบ ไตรคลินิก (Triclinic) ซึ่งมี $a = 7.94 \text{ \AA}$ $b = 7.32 \text{ \AA}$ $c = 7.07 \text{ \AA}$ และมีน้ำหนักโมเลกุล 116.1625

2.3.2 การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต [9-12]

เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์ ได้แก่

- การทำปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)
- การตกตะกอนร่วม (Coprecipitation)
- เทคนิค โซล-เจล (Sol-gel synthesis)

การทำปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

ปฏิกิริยาสถานะของแข็งเป็นวิธีที่ง่ายที่สุด แต่สารที่ได้ส่วนมากเป็นพวกออกไซด์ ซึ่งตัวกำหนดโครงสร้างและสมบัติของสารประกอบ ได้แก่ ขนาดอะตอม สถานะออกซิเดชัน และการมีพันธะกันของแคตไอออน

วิธีตกตะกอนร่วม

เตรียมได้โดยการนำสารละลายที่มีแคตไอออนของสารที่ต้องการตกตะกอนร่วมกันไปผสมกับสารตกตะกอน (Precipitation agent) เช่น แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ได้ตะกอนร่วมของสารประกอบออกไซด์เกิดขึ้น จากนั้นนำสารที่ผ่านการตกตะกอนไปกรองเพื่อแยกตะกอนและนำตะกอนที่ได้ไปอบให้แห้ง

วิธีการสังเคราะห์ด้วยเทคนิค โซล-เจล

เตรียมโดยนำสารโลหะอัลคาไลด์ เช่น Tetramethoxy silane (TMOS) Tetraethylorthosilicate (TEOS) ละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสม จะทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation) ซึ่งสารที่ได้จะเป็นเจลจากนั้นจึงนำไปอบแห้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.3 สมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพของแคลเซียมซิลิเกต

สมบัติทางกายภาพ [2,4,5]

- ความหนาแน่น อยู่ในช่วง 2.87-3.09 g/cm³
- สี โดยส่วนมากแคลเซียมซิลิเกตบริสุทธิ์มักมีสีขาว แต่ถ้าเห็นว่ามีสีอื่นมักเนื่องจากสารปนเปื้อนที่มีอยู่ในพื้นผิวของผลึกหรืออยู่ในโครงสร้างของผลึก
- การขยายตัวทางความร้อน ค่อนข้างสูง ทำให้ทนทานต่อการเกิด Thermal shock สูงจึงเหมาะกับการนำไปใช้ในงานที่ต้องทนอุณหภูมิสูง
- จุดหลอมเหลว 1540 °C ซึ่งเป็นจุดหลอมเหลวของแคลเซียมซิลิเกตที่พบในธรรมชาติ

สมบัติทางเคมี [4,8]

- ความสามารถในการละลายต่ำ
- เมื่อนำแคลเซียมซิลิเกตไปละลายน้ำให้อยู่ในรูปแขวนลอยจะได้ pH ในช่วง 8-10
- องค์ประกอบของแคลเซียมซิลิเกตจะเปลี่ยนตามอุณหภูมิ

2.3.4 การประยุกต์ใช้งานแคลเซียมซิลิเกต [13]

ในสมัยแรกแคลเซียมซิลิเกตใช้เป็นหินตกแต่งเพื่อความสวยงาม ต่อมานำมาใช้แทนที่แร่หิน (Asbestos) ในการทำผลิตภัณฑ์ต่างๆ ได้แก่ กระเบื้องมุงหลังคา เป็นต้น ในอุตสาหกรรมสีจะใช้เป็นตัวทำให้แข็ง ตัวลดการดูดซึมน้ำมัน เป็นต้น นอกจากนี้ ยังมีใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติก เช่น ไนลอน พอลิเอสเตอร์ พอลิยูเรีย และ พอลิยูรีเทน ในอุตสาหกรรมเซรามิกส์ แคลเซียมซิลิเกต จะช่วยลดการโค้งงอ ลดการแตกหักในระหว่างการเผา และช่วยเพิ่มความแข็งแรง นอกจากนี้ ยังใช้ในผลิตภัณฑ์การเคลือบผิวหรืออาจใช้เป็นซับสเตรท (Substrate) สำหรับสารตัวนำยิ่งยวด (Superconductive substance)

2.3.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับแคลเซียมซิลิเกต

P.Siriphannon และคณะ [14] ได้ทำการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยใช้สารละลายเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) และแคลเซียมไนเตรดเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นสารตกตะกอน แต่พบว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์สามารถตกตะกอนร่วมกับแคลเซียมออกไซด์และซิลิกาได้ ดังนั้นจึงล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่น ทำให้สามารถกำจัดไอออนของโซเดียมออกไซด์ได้ โดยการล้างตะกอน 2 ครั้ง เพื่อให้ไอออนโซเดียมเหลือน้อยที่สุด สารที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สังเคราะห์ได้จะนำไปแคลไซน์ (Calcine) ที่อุณหภูมิ 500 °C และ 900 °C เพื่อให้เกิดผลึกของแคลเซียมซลิเกต แคลเซียมซลิเกตที่ได้เมื่อนำไปทดสอบในสภาวะทดลองของร่างกายโดยใช้สารละลายจำลองของเหลวในร่างกายมนุษย์ (SBF) พบว่าเกิดขึ้นของ HAp บนพื้นผิวของแคลเซียมซลิเกต ซึ่งชี้ให้เห็นว่าแคลเซียมซลิเกตมีความสามารถในการเข้ากันได้กับระบบชีวภาพของร่างกายได้ดี

2.4 พอลิเอสเทอร์ (Polyesters)

พอลิเอสเทอร์ เป็นพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาควบแน่นชนิดแรกสังเคราะห์ขึ้นโดย Carother และผู้ร่วมวิจัย [9] พอลิเอสเทอร์ส่วนใหญ่มีสมบัติทนทานต่อการขูดเสียดสีได้ดี และมีอายุการใช้งานที่ยาวนาน จึงนำมาใช้ในการผลิตขวดน้ำดื่ม เส้นใย และฟิล์ม เป็นต้น

พอลิเอสเทอร์แบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ คือ พอลิเอสเทอร์เชิงเส้นซึ่งจัดเป็นเทอร์โมพลาสติก และพอลิเอสเทอร์แบบ โครงสร้างร่างแหซึ่งจัดเป็นเทอร์โมเซต สำหรับงานวิจัยนี้จะกล่าวถึงเฉพาะพอลิเอสเทอร์เชิงเส้น

โดยทั่วไปปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์เชิงเส้นมี 2 รูปแบบ [10] ดังนี้

- ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น จะมีการขจัดออกของสารโมเลกุลเล็กๆ เช่น น้ำ เมทานอล ในระหว่างการดำเนินปฏิกิริยา เกิดเป็นพอลิเอสเทอร์เชิงเส้นที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ตัวอย่างการสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์ด้วยปฏิกิริยาควบแน่น ได้แก่ การสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาเอสเตอร์ฟิเคชันโดยตรง (สมการที่ 1) ปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนเอสเทอร์ระหว่างไดเอสเทอร์กับไดออล (สมการที่ 2) ปฏิกิริยาระหว่างไดแอซิดเฮไลด์กับไดออล (สมการที่ 3)



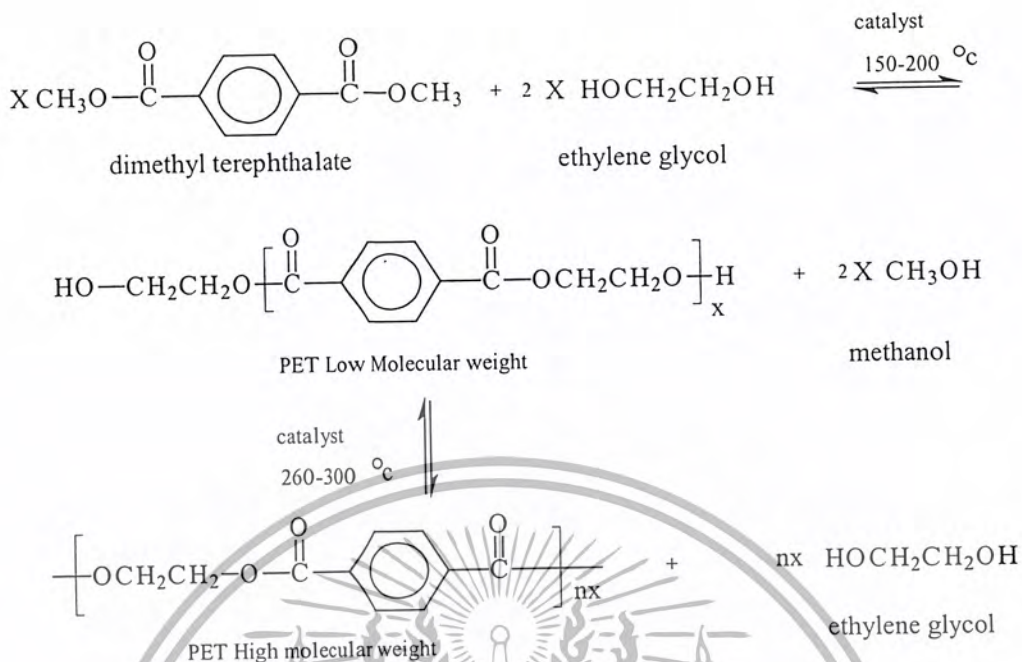
- ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงจะต่างจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น คือ ไม่มีการขจัดออกของสารโมเลกุลเล็กๆ พอลิเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะมีน้ำหนักโมเลกุลที่สูง และมีลารกระจายน้ำหนักโมเลกุลที่แคบ ตัวอย่าง การสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์เชิงเส้นด้วยวิธี ROP เช่นการสังเคราะห์พอลิคาโปแลคโตน

อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ (Aromatic polyester)

อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ที่นำมาใช้มากที่สุด คือ พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET) สามารถนำมาใช้ได้หลายรูปแบบ เช่น ในรูปของเส้นใย ในรูปของฟิล์ม เป็นต้น PET เป็นพอลิเมอร์ที่มีค่าความแข็งแรงดึงสูง น้ำหนักเบา โปร่งใส และสมบัติการซึมผ่านของก๊าซต่ำ มีอุณหภูมิหลอมเหลวเฉลี่ยประมาณ (T_m) 250-260 °C อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) 75 °C และมีความหนาแน่น 1380 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร

สำหรับการสังเคราะห์ PET [15] จะใช้ปฏิกิริยาควบแน่นระหว่างกรดเทอเรพทาติก (Terephthalic acid, TPA) และเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, EG) โดยจะต้องใช้ EG ในปริมาณที่มากเกินไป เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดเอสเทอร์ฟิเคชัน มีการกลั่นเมทานอลออกมาในระหว่างที่ปฏิกิริยาดำเนินไป ซึ่งจะได้สารประกอบโพลิโกเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ จากนั้นจึงให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นภายใต้การลดความดัน เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดการแลกเปลี่ยนเอสเทอร์ เกิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงขึ้น โดยปฏิกิริยาจะมีการขจัดเอทิลีนไกลคอลออก ในปัจจุบันนี้จะนำไดเมทิลเทอเรพทาเลตมาสังเคราะห์ PET แทนกรดเทอเรพทาเลต เพราะกรดเทอเรพทาเลตมีจุดหลอมเหลวสูงและมีปัญหาในการละลาย ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 2.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.1 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

2.4.1 ปฏิกิริยาดิพอลิเมอร์เชนแบบปิดวง [11]

ปฏิกิริยาดิพอลิเมอร์เชนแบบปิดวงนี้เป็นการสังเคราะห์สารประกอบวง จากสารตั้งต้นประเภทพอลิเมอร์เชนเส้น ซึ่งหลักการของเทคนิคนี้คือ การทำปฏิกิริยาภายในสายโมเลกุลของพอลิเมอร์สายโซ่ตรงเกิดเป็นสารประกอบวง ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 การเกิดปฏิกิริยาภายในสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์

ดังนั้นสารประกอบวงที่ได้จะมีทั้งเป็นมอนอเมอร์ ไคเมอร์ ไตรเมอร์ และสารประกอบโอลิโกเมอร์ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาเทคนิคการสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเมอร์เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวงจำนวนมาก ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นควรเป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

ภายในโมเลกุลมากกว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นข้ามโมเลกุล ซึ่งทำได้โดยเทคนิคสภาวะละลายเจือจางสูง (High dilution method) ดังจะกล่าวในหัวข้อต่อไป

1. วิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูง (High dilution method)

เทคนิคสภาวะสารละลายเจือจางสูง (High dilution method) มีการนำมาใช้ครั้งแรกในปี ค.ศ. 1912 โดย P.Ruggli [12] เป็นการสังเคราะห์สารประกอบวงเอไมด์ ดังสมการที่ 4



หลักการทั่วไปคือ เมื่อความเข้มข้นของสายโซ่โมเลกุลในตัวทำละลายต่ำ สายโซ่แต่ละสายโซ่ของพอลิเมอร์อยู่ห่างกัน ทำให้หมู่ปลายหัวของสายโซ่มีโอกาสทำปฏิกิริยาข้ามโมเลกุลน้อยลง ดังนั้นปฏิกิริยาที่เกิดภายในโมเลกุลของสายโซ่โมเลกุลเดียวกันจึงเกิดได้มาก ส่งผลทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวง

2. วิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูงเทียม (Pseudo-high Dilution) [12]

การสังเคราะห์สารประกอบประเภทวงด้วยวิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูงจะให้ปริมาณของผลิตภัณฑ์น้อย ถ้าสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมีความเสถียรภาพภายใต้สภาวะการทำปฏิกิริยาโดยวิธีการรีฟลักซ์ วิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูงเทียมสามารถนำมาประยุกต์ใช้เพื่อให้ได้ปริมาณของสารผลิตภัณฑ์มากขึ้น โดยทั่วไปสารตั้งต้นจะถูกเติมลงไปในปฏิกิริยาที่ละน้อยเป็นเวลานานระหว่างการดำเนินไปของปฏิกิริยา ทั้งนี้เพื่อป้องกันการรวมตัวกันของสารที่มีหมู่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา

2.4.2 ปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง [12]

ปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงเป็นอีกวิธีหนึ่งที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์เชิงเส้น โดยวิธีนี้จะใช้มอนอเมอร์ที่มีลักษณะเป็นวงเป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกริยา

สารประกอบวงเอสเทอร์สามารถเกิดการพอลิเมอไรซ์แบบเปิดวงผ่านไอออนบวกหรือไอออนลบโดยมีตัวริเริ่มปฏิกริยา ความสามารถในการเกิดปฏิกริยาเปิดวงขึ้นกับผลจากความเครียด (Stress) หรือความเคาะ (Steric) ขององศาพันธะระหว่างกลุ่มของอะตอมที่อยู่ภายในวง ลักษณะของมอนอเมอร์ที่เป็น 3-4 เหลี่ยมจะมีผลจากความเครียดภายในวงจึงทำให้เกิดการเปิดวงขึ้น ส่วนมอนอเมอร์ที่มีลักษณะ 8-10 เหลี่ยม จะมีผลจากการเคาะของกลุ่มอะตอมภายในวงจึงส่งผลให้เกิด การเปิดวง ซึ่งวิธีการนี้จะได้พอลิเมอร์ที่มีองศาการเกิดพอลิเมอไรซ์ที่สูง แต่เป็นปฏิกริยาการคายความร้อน ทำให้เกิดปัญหาในการควบคุมเมื่อขยายขนาดของระบบ

สำหรับมอนอเมอร์ที่มีลักษณะมากกว่า 10 เหลี่ยม เช่น ϵ -caprolactone จะมีความเครียดและความเคาะน้อยมากจึงมี โอกาสที่จะเกิดการเปิดวงยากกว่ามอนอเมอร์ 3-4 และ 8-10 เหลี่ยม ทำให้พอลิเมอร์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ดังนั้นจึงต้องทำปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงในสภาวะความเข้มข้นสูง โดยมีตัวริเริ่มปฏิกริยาที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดการพอลิเมอไรซ์สูง

2.4.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.4.3.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์สารประกอบวงด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง

งานวิจัยของ A.J. Hall และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [16] ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเฮกซิลลิซีนไอโซพทาเลต (Cyclic oligo(hexylidene isophthalate) จากปฏิกริยาดีพอลิเมอไรเซชัน โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์ Poly(hexylidene isophthalate) จากการรีฟลักซ์กรดไอโซพทาติก กับ 1,6-ไดโพรโอมเฮกเซน พร้อมการปั่นกวอนอย่างรุนแรงเป็นเวลา 78 ชั่วโมง แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยการตกตะกอนในเมทานอล นำตะกอนไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 50 °C และความดัน 20 mmHg ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 72 % เมื่อนำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบว่ามีพีคเกิดขึ้นที่ค่า δ เท่ากับ 1.56(4H,m) 1.85(4H,m) 4.39(4H,t) 7.55(1H,d) และ 8.24(1H,m) ppm จาก FTIR ได้ค่า ν_{\max} ที่ 2933 2896 2855 1721 1302 1237 และ 729 cm^{-1} และจากการวิเคราะห์หาหน้าหนักโมเลกุลพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค GPC พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักเฉลี่ยโดยจำนวนเท่ากับ 15500 และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 34000

สำหรับขั้นตอนการดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวงนั้น ทำได้โดยการรีฟลักซ์

Poly(hexylidene isophthalate) 2.5 กรัม ในตัวทำละลาย 1,2-ไดคลอโรเบนซีน 125 ลูกบาศก์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เซนติเมตร เป็นเวลา 10 วัน โดยใช้ไดบิวทิลทินออกไซด์ 75 มิลลิกรัม (3%mol) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นนำไประเหยตัว ทำละลาย และอบให้แห้งที่ความดัน 20 mmHg ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งสีขาว 97% นำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ FTIR จะให้ผลสอดคล้องกันคือ ไม่พบหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC จะพบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยลดลง และจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค MS พบว่าสารประกอบวงที่เกิดขึ้นมีขนาดตั้งแต่ 2-mer ถึง 17-mer

2.4.3.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงและการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง

งานวิจัยของชาลลาร์ จันทรทัต และธีรวัฒน์ เกลิมสุขศรี [17] ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง และพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของ PET และสารประกอบวงจาก PET ตามลำดับ โดยมีขั้นตอนดังนี้

ขั้นตอนดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง โดยทำการรีฟลักซ์ PET ในตัวทำละลายออกซิโดคลอโรเบนซีน ซึ่งใช้อัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลายในหน่วย กรัม/มิลลิลิตร คือ 1 : 40 และใช้ ไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 วัน จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวงโอลิโกเมอร์ 76% เมื่อนำสารที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR พบว่ามีสัญญาณของหมู่ C=O ที่ 1721 cm^{-1} และ C-O ที่ 1264 cm^{-1} กับ 1090 cm^{-1} และไม่พบสัญญาณของหมู่ $-\text{OH}$ ซึ่งเป็นหมู่ปลายของโอลิโกเมอร์เชิงเส้น และเมื่อนำไปทดสอบด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณ δ เท่ากับ 4.7 ppm (4H, s, CH_2) และที่ δ เท่ากับ 8.1 ppm (4H, s, aromatic) โดยพบสัญญาณโปรตอนของหมู่เมทิลีนที่ติดกับหมู่ $-\text{OH}$ น้อยมาก และผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค MS พบว่าสารประกอบวงที่ได้มีตั้งแต่ Cyclic 3-mer จนถึง 10-mer และมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยเทคนิค GPC เท่ากับ 1090 และมีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC เท่ากับ 320°C

ส่วนพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงนั้น เป็นการนำสารประกอบวง PET ที่ได้จากปฏิกิริยาข้างต้นมาทำปฏิกิริยาในสภาวะสูญญากาศที่อุณหภูมิ 250°C พบว่าเวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา คือ 60 นาที และได้ผลิตภัณฑ์ 84% เมื่อนำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR พบพีก C-O ที่ 1256 1097 และพีกของ C=O ที่ 1716 cm^{-1} และจากเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบพีกที่ δ เท่ากับ 4.8 ppm (4H, s, CH_2) และ 8.1 ppm (4H, s, aromatic) พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคนี้มีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกเท่ากับ 252°C และ 278°C จะเห็นได้ว่าผลที่ได้จากการตรวจสอบด้วยเทคนิคต่างๆ พบว่า PET ที่ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงมีผลสอดคล้องกับ PET ก่อนทำปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 วัสดุประกอบ (Composites) [18]

วัสดุประกอบหรือคอมโพสิต (Composites) จัดเป็นวัสดุที่สำคัญมากในปัจจุบันเป็นที่นิยมและมีปริมาณการใช้เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เนื่องจากวัสดุประกอบมีข้อดีหลายประการ เช่น น้ำหนักเบา ความแข็งแรงและมอดุลัสต่อน้ำหนักสูง (High specific strength and specific modulus) ขึ้นรูปง่าย และต้นทุนการผลิตต่ำ สามารถใช้งานแทนวัสดุอื่น

วัสดุประกอบ คือ ของผสมของวัสดุสองชนิดหรือมากกว่าผสมกันอยู่ เมื่อผสมเป็นคอมโพสิตแล้วจะมีความแข็งแรงมากกว่าแต่ละองค์ประกอบย่อย วัสดุประกอบมีองค์ประกอบหลักที่สำคัญคือ

1. เมทริกซ์ (Matrices) เป็นวัสดุที่เป็นองค์ประกอบหลักใน โครงสร้างของวัสดุประกอบจัดเป็นส่วนที่มีความต่อเนื่อง (Continuous phase) ทำหน้าที่ยึดเหนี่ยวอีกองค์ประกอบหนึ่งคือ วัสดุเสริมแรงเข้าด้วยกัน และทำหน้าที่ปกป้องผิวนอกของวัสดุประกอบ มักเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงน้อยกว่าวัสดุเสริมแรง แต่ทำหน้าที่ถ่ายเทแรงที่ได้รับไปยังวัสดุเสริมแรง
2. ส่วนเสริมแรง (Reinforcement) เป็นวัสดุที่ทำให้วัสดุประกอบมีความแข็งแรง มักเป็นส่วนที่ไม่ต่อเนื่อง (Discontinuous phase) สามารถใช้ในหลายรูปแบบ

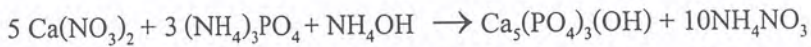
สมบัติของวัสดุประกอบเกิดจากการรวมกันของสมบัติของวัสดุที่นำมาประกอบกัน การกระจายตัว และการเกิดอันตรกิริยาของวัสดุที่ประกอบกัน วัสดุประกอบนี้ได้รับการปรับปรุงสมบัติเชิงกลแล้วทำให้มีสมบัติเชิงกลที่ดี เช่น ความแข็ง ความเหนียวและความแข็งแรงดึง ดังนั้นจึงนิยมศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ

วัสดุประกอบที่ใช้ในงานทางการแพทย์มีด้วยกันหลายชนิด [1] เช่น วัสดุประกอบระหว่างเซรามิกส์กับ โลหะ เซรามิกส์กับพอลิเมอร์ เป็นต้น เมื่อพิจารณาในส่วนวัสดุประกอบระหว่างเซรามิกส์กับพอลิเมอร์จะเห็นได้ว่า วัสดุประกอบชนิดนี้มีสมบัติใกล้เคียงกับกระดูกในร่างกายมาก เนื่องจากวัสดุประกอบชนิดนี้ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของเซรามิกส์ทำหน้าที่เสมือนเนื้อเยื่อแข็งในกระดูก และส่วนของพอลิเมอร์ทำหน้าที่เปรียบเสมือนเนื้อเยื่ออ่อนในกระดูก

2.5.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุประกอบ

งานวิจัยของ N. Ignjatovic และคณะผู้วิจัย [19] ได้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุประกอบที่ใช้ทางด้านชีวภาพจากไฮดรอกซีเอปาทาइटและ Poly-L-lactide โดยนำวัสดุประกอบที่เตรียมได้ไปทดสอบความเป็นผลึกของไฮดรอกซีเอปาทาइटด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) จากนั้นทดสอบความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของวัสดุประกอบ

จากการเตรียมไฮดรอกซีเอปาทไตต์โดยการนำ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ มาทำปฏิกิริยากับ $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ ในสารละลาย โดยทำการปั่นกวนสารละลาย $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ที่อัตราเร็ว 100 rpm แล้วค่อยๆ เติมสารละลาย $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ เป็นเวลา 180 ชั่วโมง จากนั้นสารละลายจะเกิดการแขวนลอยแล้วนำไปให้ความร้อนจนสารละลายเดือด สารละลายจะเกิดการตกตะกอน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิคงที่เป็นเวลา 18 ชั่วโมง จากนั้นกรองตะกอน ได้ตะกอนในลักษณะเป็นเค้ก ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นอุ่นๆ จนกระทั่งกลิ่นของแอมโมเนียหายไปปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการ



ค่า pH ของสารละลายควรสูงกว่า 10 โดยการเติมแอมโมเนียเพื่อทำให้ HAp มีความเสถียร

การเตรียมพอลิเมอร์ PLLA เตรียมจาก L-lactide และใช้ Stannous octoate เป็นตัวริเริ่ม ในระบบสูญญากาศและอบในตู้อบอุณหภูมิ $103 \pm 1^\circ\text{C}$ โดยเปลี่ยนแปลงเวลาในช่วง 12 ถึง 88 ชั่วโมง จากนั้นนำพอลิเมอร์ไปละลายในคลอโรฟอร์ม และตกตะกอนในเมทานอลและทำให้แห้งในสูญญากาศ

นำ HAp มาใส่ในสารละลาย PLLA และปั่นผสมที่อุณหภูมิ 293 K เป็นเวลา 15 นาที แล้วเทลงในแม่พิมพ์ จากนั้นระเหยคลอโรฟอร์มออกนำวัสดุประกอบที่ได้ไปอัดขึ้นทั้งแบบที่มีการเติมคลอโรฟอร์มและไม่เติมคลอโรฟอร์ม จากนั้นทำการอัดร้อนที่อุณหภูมิ $184 \pm 3^\circ\text{C}$ หลังจากนั้นลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิ 20°C

จากการทดสอบด้วยเทคนิค XRD เปรียบเทียบระหว่าง HAp ที่กรองได้ที่มีลักษณะเป็นเค้ก กับที่ผ่านการแคลไซน์แล้วพบว่า HAp ที่กรองได้ที่มีลักษณะเป็นเค้กมีความเป็นผลึกน้อยกว่าโดย HAp ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วที่อุณหภูมิ 1100°C จะมีความเป็นผลึกที่ดี และจากการศึกษาแรงเค้นกดพบว่าวัสดุประกอบนี้มีแรงเค้นกดสูงสุดที่ 93.2 MPa และมีความอดคลัดเท่ากับ 2.43 MPa

งานวิจัยของ A. Sinha และคณะ [20] ได้ศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการนำวัสดุประกอบเซรามิกส์มาประยุกต์ใช้แทนวัสดุสังเคราะห์ชนิดเดียว คือ ไฮดรอกซีเอปาทไตต์ซึ่งมีสมบัติเชิงกลต่ำ และความสามารถในการรับแรงไม่ดี โดยการทดลองนี้จะศึกษาเปรียบเทียบวัสดุประกอบเซรามิกส์ 2 ชนิด คือ Ca-P-O glass และ A-W glass ceramic

ขั้นตอนแรกเป็นการสังเคราะห์วัสดุประกอบทั้ง 2 ชนิด โดย Ca-P-O glass ได้จากการนำแคลเซียมคาร์บอเนตผสมกับกรดฟอสฟอริกและน้ำกลั่นเล็กน้อย ปั่นกวนจนได้สารเนื้อเดียว ทำให้แห้งโดยใช้หลอดอินฟราเรดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วหลอมที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงและทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็วโดยใช้แม่พิมพ์แกรไฟต์ อัดขึ้นรูปที่ความดัน 70 MPa และให้ความร้อนในการทำให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 680°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงและ 800°C เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เวลา 3 ชั่วโมง ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีอัตราส่วนของ $\text{CaO}/(\text{CaO} + \text{P}_2\text{O}_5)$ เท่ากับ 0.33 ส่วน A-W glass จะเตรียมได้จากแมกนีเซียมออกไซด์ แคลเซียมคาร์บอเนต ไคโอเครต แคลเซียมไฮโปฟอสเฟต ไคโอเครตและแคลเซียมฟลูออไรด์ โดยนำส่วนผสมต่างๆ ผสมกันในหม้อบดผสม แล้วนำไปเผาขึ้นรูปที่ 1000°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และหลอมที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วโดยใช้แม่พิมพ์แกรไฟต์ อัดขึ้นรูปที่ความดัน 70 MPa แล้วให้ความร้อนในการทำให้เกิดผลึกที่อุณหภูมิ 1050°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ขั้นตอนต่อมาเป็นการศึกษาสมบัติเชิงกลและความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบเซรามิกส์ทั้ง 2 ชนิด โดยการทดสอบจะใช้วิธีการวัดการโค้งงอ 3 จุด พบว่า A-W glass ceramic มีความสามารถในการรับแรงได้มากกว่า Ca-P-O glass ceramic โดย A-W glass ceramic สามารถรับแรงได้มากถึง 12 MPa ส่วน Ca-P-O glass ceramic สามารถรับแรงได้เพียง 8 MPa และเมื่อนำวัสดุประกอบดังกล่าวมาผ่าตัดใส่แทนในส่วนของหน้าแข้งของหนูที่มีอายุ 7-8 เดือน น้ำหนักประมาณ 250 กรัม โดยนำ A-W glass ceramic และ Ca-P-O glass ceramic ใส่แทนบางส่วนของกระดูกหน้าแข้งด้านซ้ายและขวาตามลำดับเป็นเวลา 6 เดือน พบว่าไม่มีความผิดปกติในร่างกายส่วนที่ทำการผ่าตัดนำวัสดุประกอบทั้ง 2 ชนิดเข้าไปแทนที่กระดูก และผลที่ได้จากภาพในกล้องจุลทรรศน์ พบว่า A-W glass ceramic ยังคงอยู่ในร่างกายในสภาพเดิม สามารถรับแรงกระทำได้ดี และมีกระดูกใหม่งอกเพิ่มขึ้นมาแต่ไม่มีการเชื่อมต่อกันของเนื้อเยื่อระหว่างวัสดุประกอบกับกระดูก ส่วน Ca-P-O glass ceramic เกิดการเชื่อมต่อกันของเนื้อเยื่อกับกระดูกได้ดี และมีกระดูกใหม่งอกเพิ่มขึ้น แต่ความสามารถในการรับแรงของกระดูกน้อยกว่า A-W glass ceramic

2.6 การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ [21]

โดยทั่วไปกระทำใน 2 วิธี คือ

2.6.1 การทดสอบภายนอกร่างกาย

มีวัตถุประสงค์สำคัญ 3 ประการดังนี้

- สังเกตการทำงานและประเมินผลประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพ
- สามารถบอกสมรรถภาพของวัสดุชีวภาพภายใต้สภาพแวดล้อมที่แตกต่างกันได้
- ประเมินความเชื่อถือได้และความคงทนของวัสดุชีวภาพ

เนื่องจากการนำไปใช้งานจริงจะต้องสัมผัสกับเนื้อเยื่อ ของเหลวและอวัยวะต่างๆ ในร่างกาย ซึ่งสภาพแวดล้อมต่างๆ นี้ อาจทำให้สมบัติบางประการของวัสดุทางชีวภาพเปลี่ยนไป ดังนั้นการทดสอบภายนอกร่างกาย จึงมีข้อจำกัดมาก ในการศึกษาเพื่อนำไปใช้งานจริงนั้นจะต้อง

ออกแบบการทดลองให้มีสภาวะแวดล้อมคล้ายกับในร่างกาย เพื่อให้ผลการทดลองที่ได้นั้นมีผลถูก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต้องมากที่สุดหรือมีความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุด เช่น การทดสอบโดยใช้ของเหลวที่มีองค์ประกอบคล้ายของเหลวในร่างกายมนุษย์

2.6.2 การทดสอบในร่างกาย

วิธีนี้จะมีข้อได้เปรียบมากกว่าการทดสอบภายนอกในร่างกายเพราะสภาวะที่ใช้ในการทดลองเป็นสภาวะจริงในร่างกายของสิ่งมีชีวิต ทำให้ผลการทดลองที่ได้มีความถูกต้องมากกว่า สามารถแบ่งได้เป็น 4 ขั้นตอนหลักๆ ดังนี้

1) การประเมินในสัตว์ทดลองที่สุขภาพดี

วิธีการทดลองนี้จะทำโดยการผ่าตัดเพื่อใส่วัสดุทางชีวภาพเข้าไปในร่างกายของสัตว์ทดลองที่มีสุขภาพดี โดยต้องใส่ในตำแหน่งที่ใกล้เคียงกับที่ความต้องการมากที่สุด แต่วิธีนี้มีข้อจำกัด ได้แก่ วงจรชีวิตและอายุขัยที่ไม่เท่ากัน สรีระและองค์ประกอบในร่างกายบางส่วนที่ไม่เหมือนกัน

2) การประเมินในสัตว์ทดลองที่เป็นโรค

จะได้ผลที่แตกต่างกับการทดสอบกับสัตว์ที่สุขภาพดีเนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างวัสดุทางชีวภาพกับอวัยวะที่เป็นโรคและไม่เป็นโรคต่างกัน การทดลองในสัตว์ที่มีสุขภาพดีไม่สามารถประเมินผลได้จึงต้องทำการทดลองในสัตว์ที่เป็นโรค

3) การศึกษาจากกลุ่มผู้ป่วยในทางคลินิก

เป็นการทดลองในร่างกายมนุษย์เพื่อตรวจสอบความปลอดภัยของวัสดุทางชีวภาพและโรคแทรกซ้อนที่อาจเกิดจากการใช้วัสดุทางชีวภาพ

4) การใช้ทางคลินิกทั่วไป

วัสดุทางชีวภาพที่สามารถนำไปใช้งานได้นั้นต้องผ่านการทดสอบและรับรองโดยองค์กรที่ทำหน้าที่ควบคุมก่อนนำไปใช้งานกับผู้ป่วยในการทดสอบภายในร่างกาย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Calcium hydroxide, $\text{Ca}(\text{OH})_2$) บริษัท CARLO ERBA เกรด วิเคราะห์
- สารละลายกรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid, H_3PO_4) 0.3 โมล/ลิตร เตรียมได้จากนำ สารละลายกรดฟอสฟอริก 85% บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์ 20 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 1 ลิตร
- สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide, NH_4OH) 30% บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
- เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethylorthosilicate, TEOS) บริษัท Fluka Chemika เกรด วิเคราะห์
- แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต (Calcium Nitrate Tetrahydrate, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
- สารละลายเอทานอล (Ethanol, CH_3OH) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
- ขวดพลาสติกใส Polyethyleneterephthalate (PET) ยี่ห้อสิงห์ของบริษัทบุญรอดเอเซียเบเวอเรจ จำกัด
- ออโร-ไดคลอโรเบนซีน (*o*-Dichlorobenzene, $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$) บริษัท CARLO ERBA เกรด วิเคราะห์
- ไดบิวทิลทินออกไซด์ (Dibutyltinoxide, $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{OSn}$) บริษัท Fluka Chemika เกรดวิเคราะห์
- ไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane, CH_2Cl_2) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
- กรดบอริก (Boric acid, H_3BO_3) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
- โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
- โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (Sodium hydrogen carbonate, NaHCO_3) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
- โพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride, KCl) บริษัท Univar เกรดวิเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตแอนไฮดรัส (Disodium hydrogen phosphate anhydrous, Na_2HPO_4) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
- แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (Magnesium chloride hexahydrate, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
- กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl)
- แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (Calcium chloride dihydrate, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
- โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulphate, Na_2SO_4) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์
- ทริสไฮดรอกซีเมทิลอะมิโนมีเทน (Tris(hydroxymethyl)aminomethane, $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$) บริษัท CARLO ERBA เกรควิเคราะห์

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องวัดการคายรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence spectrometer, XRF) บริษัท Bruker AG รุ่น SRS 3400
- เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF บริษัท Rock Lab รุ่น Benchmill Model 1A
- เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF บริษัท Herzog รุ่น TP 60/2D
- เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) บริษัท Bruker AG รุ่น D 8 Advance
- เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (Nuclear magnetic resonance spectrometer, NMR) บริษัท Bruker AG รุ่น NMR 300 Ultra Shield
- เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR) บริษัท Perkin Elmer รุ่น FTIR Spectrum GX
 - ความยาวคลื่น : $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$
 - การเตรียมตัวอย่าง : ละลายด้วยคลอโรฟอร์มแล้วทาบน KBr plate
 - : ผสมด้วย KBr แล้วอัดเป็น plalet
- เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ IR บริษัท Shimadzu Coporation รุ่น SSP-10A
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) บริษัท JEOL รุ่น JSM-5410

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter, DSC)

บริษัท Perkin Elmer รุ่น Pyris Diamond DSC

- สภาพที่ใช้ในการวิเคราะห์
- ช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์ 50 – 500 °C
- อัตราการให้ความร้อน 10 °C / min
- อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน 20 ml/min
- ปริมาณสารตัวอย่าง 3 - 5 mg

- เครื่อง Thermogravimetric analyser (TGA) บริษัท Perkin Elmer รุ่น Pyris 1 TGA

- สภาพที่ใช้ในการวิเคราะห์
- ช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์ 55 – 1100 °C
- อัตราการให้ความร้อน 10 °C / min
- อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน 20 ml/min
- ปริมาณสารตัวอย่าง 20 - 30 mg

- เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator) บริษัท BUCHI รุ่น Rotavapor R-114
- อ่างควบคุมอุณหภูมิ และ Immersion circulator (FT01/5) รุ่น Isotemp
- เครื่องกรองลดความดัน บริษัท Buchi รุ่น B-169
- เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter) บริษัท Denver Instrument รุ่น 225
- เครื่องอัลตราโซนิค บริษัท Ney Dental รุ่น 14H
- เครื่องควบคุมอัตราการหยดสาร บริษัท Barnant รุ่น 77120-52
- เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น TC-254
- เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot plate) บริษัท Fisher Scientific
- เครื่องให้ความร้อนชนิดหุ้ม (Heating mantle)
- เครื่องอัดเม็ดสาร
- เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (Universal testing machine)
- บีมสุญญากาศ
- เทอร์โมสแตท
- ตู้อบสาร
- เตาเผาสาร
- มอเตอร์พร้อมใบพัดปั่นกวน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- โกร่งบดสาร
- ครุฑนิเบลชนิดพอร์ซเลนและอลูมินา
- ชุดทำปฏิกิริยา ROP

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมไฮดรอกไซด์แอปาทิต์

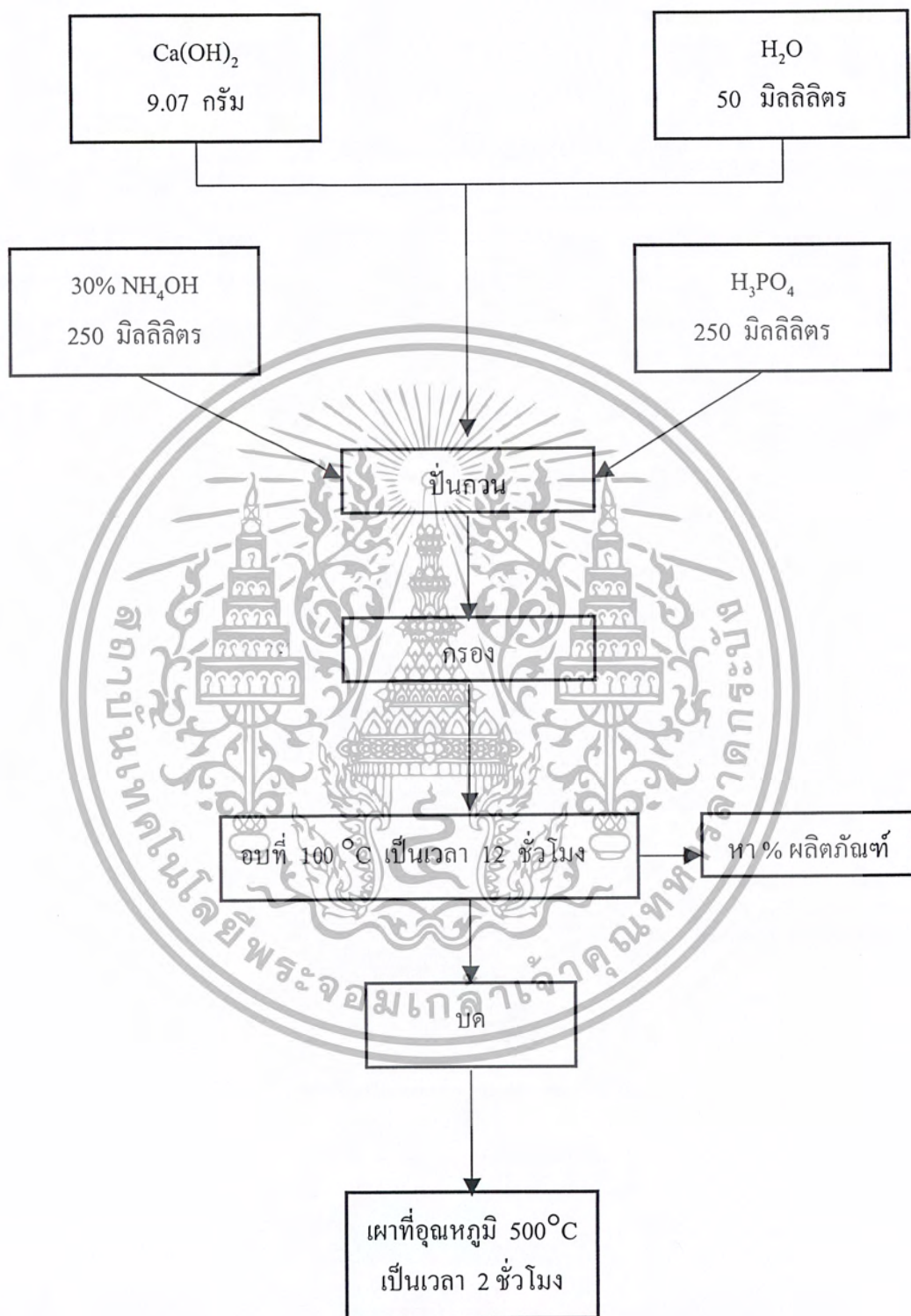
1. นำแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)_2) มา 9.07 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 50 มิลลิลิตร ทำการวัดค่า pH ของสารละลาย
2. เตรียมสารละลายกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 0.3 M ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตรแล้วใช้พลาสติกปิดที่ปากบีกเกอร์เพื่อไม่ให้สารละลายระเหย และเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 30% ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร พร้อมทั้งใช้พลาสติกปิดที่ปากบีกเกอร์เช่นกัน
3. นำบีกเกอร์ที่มีสารละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์ และบีกเกอร์ที่มีสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์วางไว้ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ โดยตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 10°C
4. นำสายยางขนาดเล็ก (tube) 2 เส้นต่อเข้าเครื่องปั๊มที่ใช้ควบคุมอัตราการไหลในการหยดสารละลาย เส้นที่ 1 ปลายด้านหนึ่งจุ่มลงในบีกเกอร์ของสารละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์ โดยไม่ให้สายยางจุ่มลงในสารละลายปลายอีกด้านจุ่มลงในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เส้นที่ 2 ปลายด้านหนึ่งจุ่มลงในบีกเกอร์ของสารละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์เช่นกันส่วนปลายอีกด้านจุ่มในสารละลายกรดฟอสฟอริก
5. ติดตั้งใบพัดปั่นกวน ไว้กับบีกเกอร์ที่มีสารละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์ พร้อมทั้งจุ่มหัวอิเล็กทรอนิกส์ไว้ในบีกเกอร์เพื่อทำการวัดค่า pH ขณะเกิดปฏิกิริยา ใช้ฟอยล์ปิดบีกเกอร์เพื่อไม่ให้สารระเหยไปขณะเกิดปฏิกิริยา
6. เปิดเครื่องปั่นกวนที่ความเร็วปานกลาง เปิดสวิตช์ปั๊มหยดสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และสารละลายกรดฟอสฟอริกโดยใช้อัตราการหยด 1.08 มิลลิลิตร/นาที
7. เมื่อทำการหยดสารละลายกรดฟอสฟอริกลงในสารละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์จนมีปริมาตร 250 มิลลิลิตรแล้วปิดเครื่องปั๊ม ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นปิดสวิตช์เครื่องปั่นกวน วัดค่า pH ของสารละลาย (ไม่ควรต่ำกว่า 12) บันทึกปริมาตรสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. นำสารละลายไปกรองด้วยชุดกรองลดความดัน ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
9. นำตะกอน ไปชั่งน้ำหนักเพื่อหาร้อยละของผลผลิตของสารที่สังเคราะห์ได้ จากนั้นนำไปบดให้ละเอียด
10. นำสารที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
11. นำสารที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRF เพื่อหาองค์ประกอบของสารเคมีที่สังเคราะห์ได้

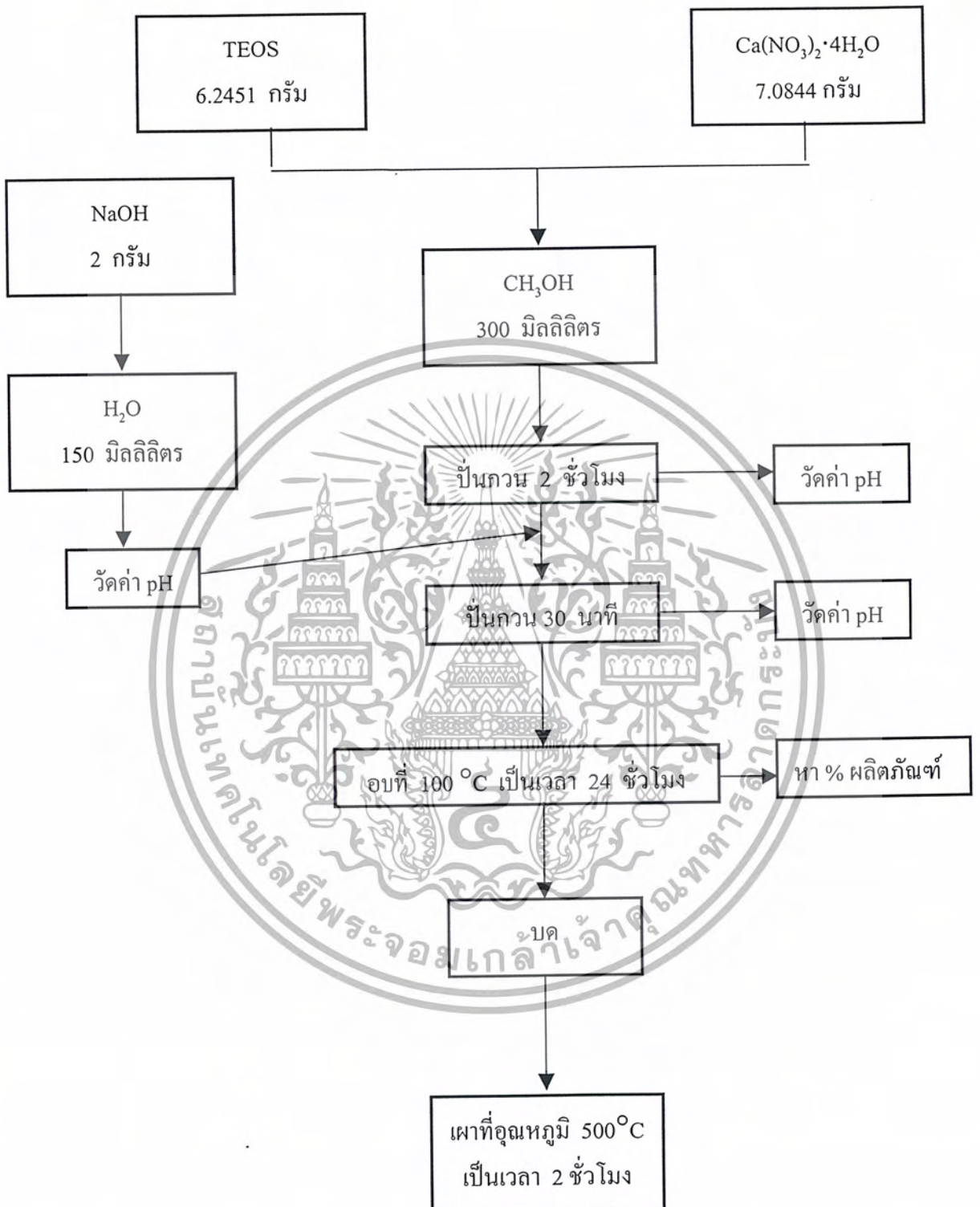
3.3.2 การเตรียมแคลเซียมซิลิเกต

1. ชั่ง Tetraethylorthosilicate (TEOS) 6.2451 กรัมและแคลเซียมไนเตรดเตรไฮเดรต 7.0844 กรัม ละลายในเอทานอล 300 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นวัดค่า pH ของสารละลาย
2. เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.3 M โดยนำโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 กรัม ละลายในน้ำ 150 มิลลิลิตร วัดค่า pH ของสารละลาย
3. เทสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 1 จากนั้นทำการปั่นกวนสารละลายต่อเป็นเวลา 30 นาที วัดค่า pH ของสารละลาย
4. กรองสารละลายด้วยชุดกรองลดความดัน ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นเพียงเล็กน้อย นำตะกอนที่เตรียมได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100°C อย่างน้อย 1 วัน
5. นำตะกอน ไปชั่งน้ำหนักเพื่อหาร้อยละของผลผลิตของสารที่สังเคราะห์ได้ จากนั้นนำไปบดให้ละเอียด
6. นำสารที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อน นำสารที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRF เพื่อหาองค์ประกอบของสารเคมีที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 3.1 แผนงานการสังเคราะห์ HAp

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



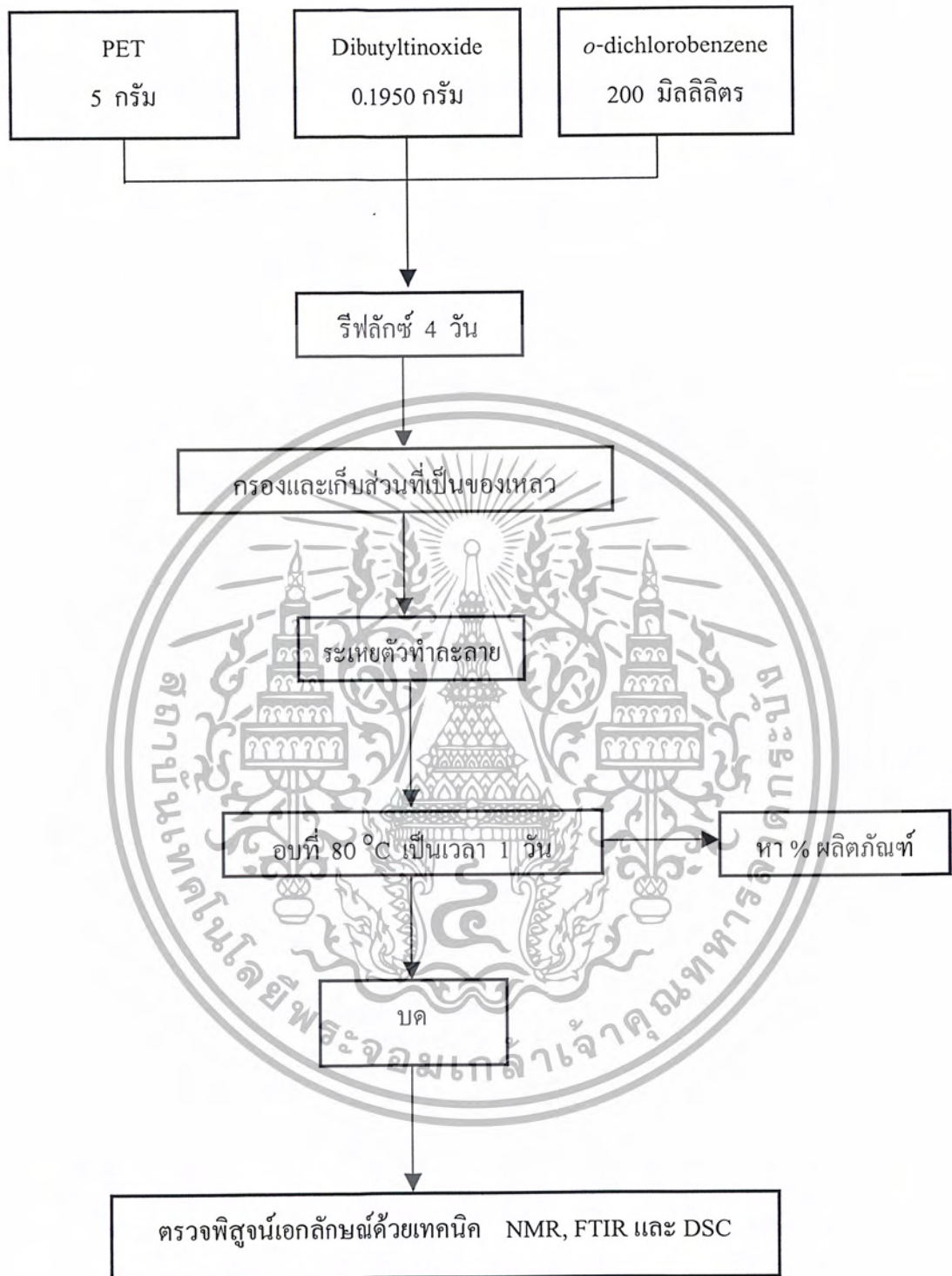
รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์ CS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3 การเตรียมสารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

1. นำขวดพลาสติก PET มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ปริมาณ 5 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) Dibutyltin oxide 0.1950 กรัม (3% โมลของหน่วยซ้ำพอลิเมอร์) และ *o*-dichlorobenzene 200 มิลลิลิตร (อัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลาย 1: 40 กรัม/มิลลิลิตร) ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็กลงในขวดก้นกลม
2. นำขวดก้นกลมต่อกับคอนเดนเซอร์เพื่อทำการรีฟลักซ์ โดยใช้ Heating mantle เป็นส่วนให้ความร้อนโดยวาง Heating mantle ไว้บนเครื่องปั่นกวน จากนั้นทำการรีฟลักซ์ พร้อมทั้งปั่นกวนเป็นเวลา 4 วัน
3. นำสารผสมที่ได้ไปกรองที่อุณหภูมิ 75 °C ด้วยชุดกรองลดความดัน และนำสารละลายที่ผ่านการกรองแล้วไปทำการระเหยตัวทำละลาย (Evaporation) ออก ตะกอนที่ติดอยู่ข้างขวดคือสารประกอบวงของ PET ใช้ไซคลอโรมีเทนในการล้างตะกอนออกมาจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 วัน
4. นำตะกอนไปชั่งน้ำหนักเพื่อหาค่าร้อยละของผลผลิตของสารที่สังเคราะห์ได้
5. นำสารที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR, FTIR และ DSC





รูปที่ 3.3 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบ C-PET

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET

3.3.4.1 การขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง

1. ทำการเผาแคลไซน์ HAp ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วบดสารที่เผาได้ให้ละเอียดอีกครั้งหนึ่ง
2. ทำการเผาแคลไซน์ CS ขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วบดสารที่เผาได้ให้ละเอียดอีกครั้งหนึ่ง
3. ตรวจสอบพิกัดของ HAp และ CS ด้วยเทคนิค XRD
4. ชั่งไดบิวทิลทินออกไซด์ 3% โมลของพอลิเมอร์ (Repeating unit)
5. นำ HAp หรือ CS ที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วมาบดผสมกับ C-PET และ ไดบิวทิลทินออกไซด์ในอัตราส่วนดังตารางที่ 3.1
6. นำวัสดุประกอบที่ได้มาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดเม็ด

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนระหว่างเซรามิกส์และพอลิเมอร์ในการเตรียมวัสดุประกอบการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง

อัตราส่วนของ เซรามิกส์ : พอลิเมอร์	น้ำหนักของ HAp หรือ CS ที่หลังการเผาขึ้นรูป (กรัม)	น้ำหนักของ C-PET (กรัม)	น้ำหนักของ DBTO (กรัม)	น้ำหนัก รวม (กรัม)
50:50	0.5	0.5	0.0195	1
60:40	0.6	0.4	0.0156	1
70:30	0.7	0.3	0.0117	1
80:20	0.8	0.2	0.0078	1
100:0	1	0	0.0000	1

3.3.4.2 การขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนึ่ง

1. ทำการเผาแคลไซน์ HAp ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วบดสารที่เผาได้ให้ละเอียดอีกครั้งหนึ่ง
2. ทำการเผาแคลไซน์ CS ขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วบดสารที่เผาได้ให้ละเอียดอีกครั้งหนึ่ง
3. ตรวจสอบคุณสมบัติของ HAp และ CS ด้วยเทคนิค XRD
4. ชั่งโคบิวทิลทินออกไซด์ 3% โมลของพอลิเมอร์ (Repeating unit)
5. นำ C-PET และโคบิวทิลทินออกไซด์ในอัตราส่วนดังตารางมาผสมกับโคคลอโรมีเทน
6. นำ HAp หรือ CS ที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วมาบดผสมสารละลายในข้อ 5 สารผสมที่ได้มีลักษณะขุ่นเหนียว
7. นำวัสดุประกอบที่ได้มาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดเม็ด

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนระหว่างเซรามิกส์และพอลิเมอร์ในการเตรียมวัสดุประกอบ
การขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนึ่ง

อัตราส่วนของ เซรามิกส์ : พอลิเมอร์	น้ำหนักของ HAp หรือ CS หลังการเผาขึ้นรูป (กรัม)	น้ำหนักของ C-PET (กรัม)	น้ำหนักของ DBTO (กรัม)	น้ำหนักรวม (กรัม)
60 : 40	0.6	0.4	0.0156	1
50 : 50	0.5	0.5	0.0195	1
100 : 0	1	0	0.0000	1

3.3.5 ปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ C-PET ในวัสดุประกอบ

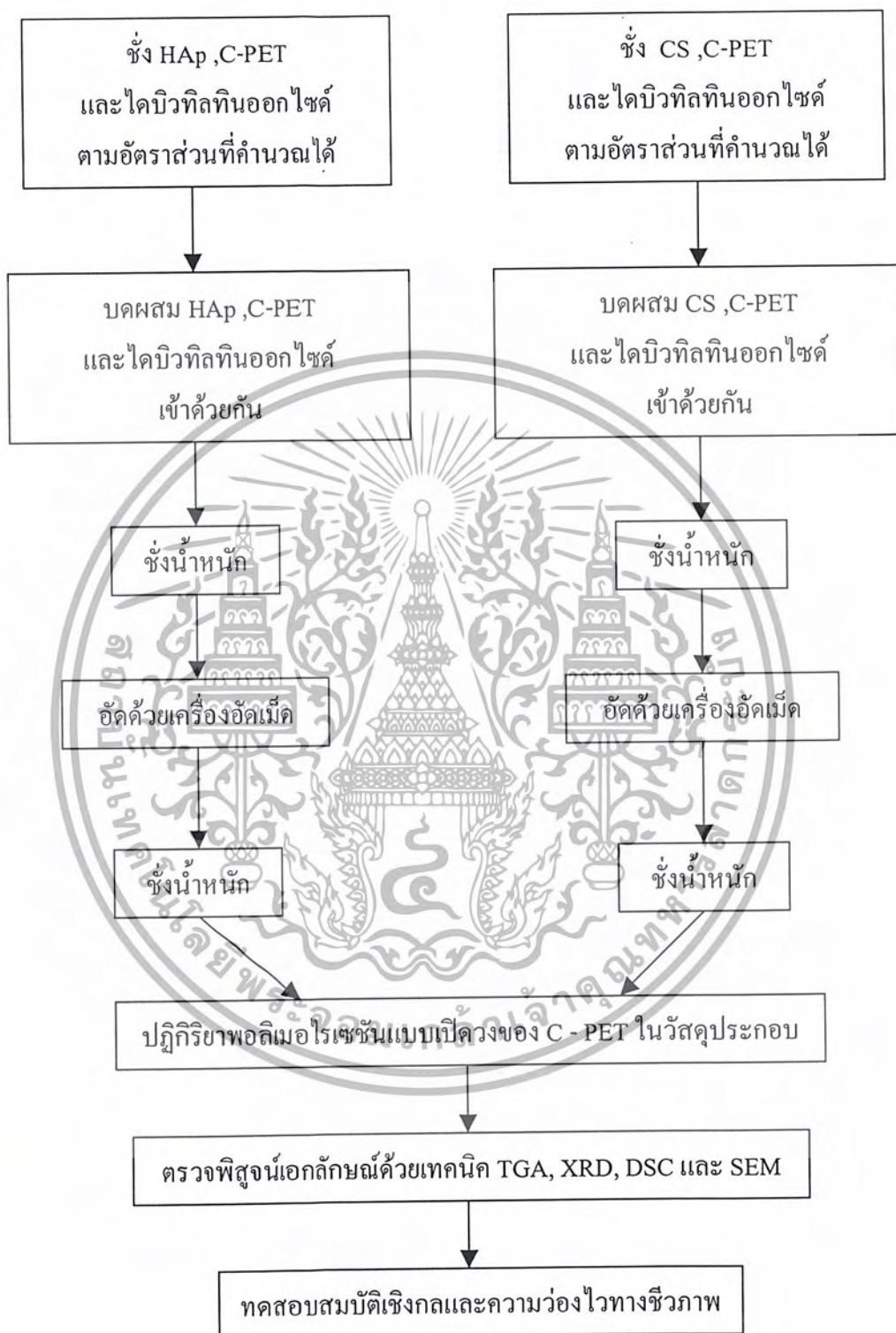
- นำวัสดุประกอบที่อัดขึ้นรูปแล้วมาใส่ในชุดทำปฏิกิริยา ROP แล้วทำให้อยู่ในสถานะสุญญากาศโดยเปิดท่อเติมก๊าซไนโตรเจน (ปิด Vacuum pump) แล้วค่อยปั๊มไนโตรเจนออกให้อยู่ในภาวะสุญญากาศ ทำซ้ำกัน 3 รอบๆ ละ 30 นาที ขั้นตอนสุดท้ายระบบจะเป็นสุญญากาศ
- นำมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 250 °C โดยใช้กระบะทราย เป็นเวลา 12 และ 24 ชั่วโมง
- ชั่งน้ำหนักและหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผลิตภัณฑ์ที่ได้

แล้วนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้

- หาหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของ PET ด้วยเทคนิค FTIR
- หาปริมาณพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบด้วยเทคนิค TGA
- หาอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบด้วยเทคนิค DSC
- ศึกษาวัฏภาคที่เป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD
- ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ การกระจายตัวของ PET บนไฮดรอกซีแอปาทาइटหรือแคลเซียมซิลิเกตด้วยเทคนิค SEM

3.3.6 การทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้โดยการหาความแข็งแรงกด

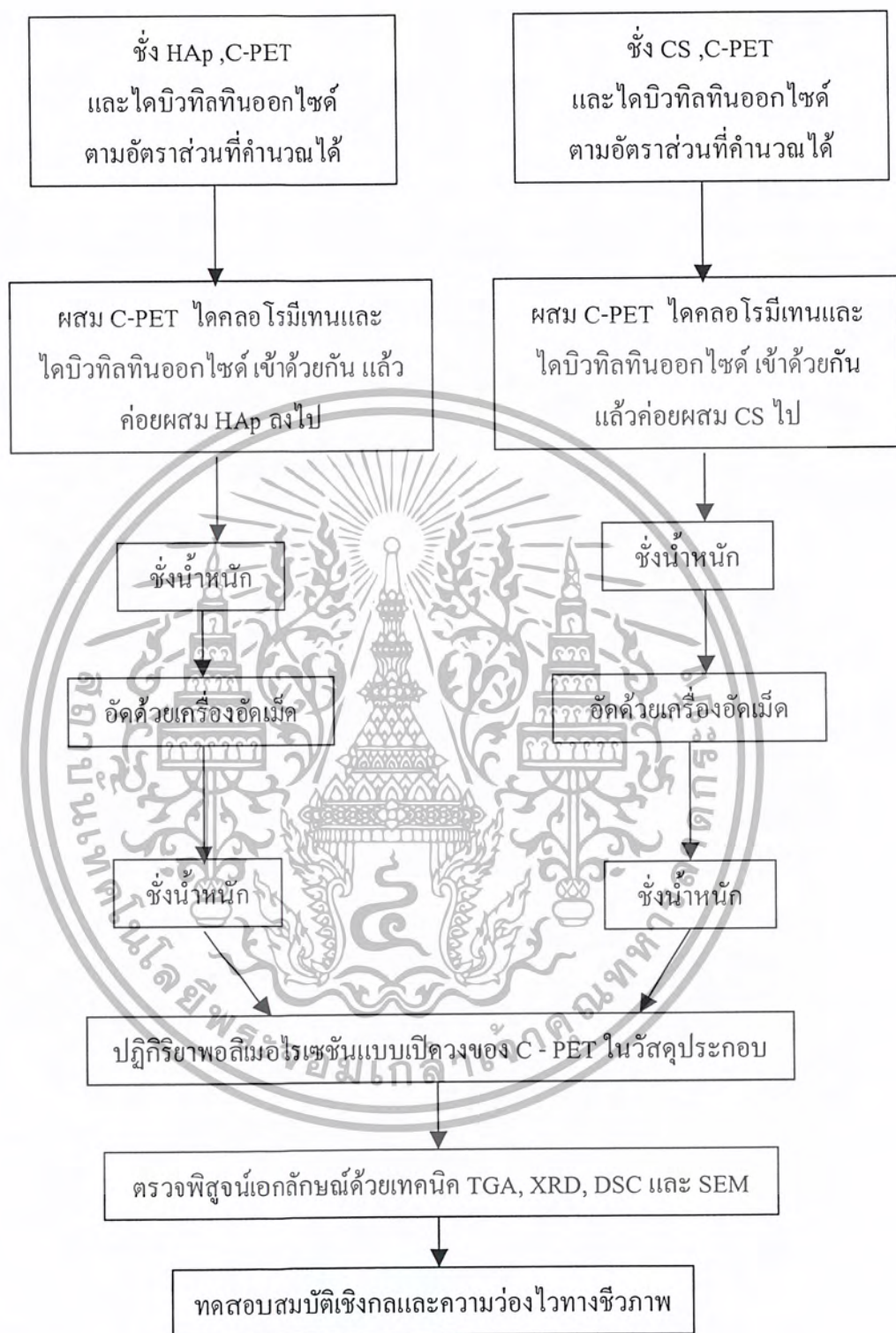
- ขัดผิวหน้าของวัสดุประกอบที่เตรียม ได้แล้ววัดขนาดที่แน่นอน
- ตั้งสภาวะของการทดสอบวัสดุประกอบที่เตรียมได้ดังนี้
อัตราเร็วหัวกด 2.5 ± 0.25 mm/min
ความดันที่ใช้ 0.17 ± 0.03 kPa
- นำชิ้นงานไปวางไว้ในตำแหน่งที่จะกด และกดชิ้นงานจนเสียสภาพ



รูปที่ 3.4 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ C-PET และ CS กับ C-PET

โดยการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.5 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ C-PET และ CS กับ C-PET โดยการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนึ่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.7 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลองของร่างกาย

3.3.7.1 การเตรียมสารละลาย SBF

ตารางที่ 3.3 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย Simulated body fluid

ชื่อสารเคมี	จำนวนที่ใช้
1. NaCl	6.547 กรัม
2. NaHCO ₃	2.268 กรัม
3. KCl	0.373 กรัม
4. Na ₂ HPO ₄	0.178 กรัม
5. MgCl ₂ ·6 H ₂ O	0.305 กรัม
6. HCl	40 มิลลิลิตร
7. CaCl ₂ ·2 H ₂ O	0.368 กรัม
8. Na ₂ SO ₄	0.071 กรัม
9. (CH ₂ OH) ₃ CNH ₂	6.057 กรัม

โดยมีขั้นตอนการเตรียมสารละลาย ดังนี้

1. จุ่มบีกเกอร์พลาสติกที่บรรจุน้ำกลั่น 700 มิลลิลิตร ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ 36.5 °C ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
2. ค่อยๆ ละลายสารเคมีทีละตัวในน้ำกลั่นที่เตรียมไว้ตั้งแต่สารตัวที่ 1 จนถึงตัวที่ 8 ยกเว้นสารเคมีตัวที่ 6 แบ่งใส่ลงไปเพียง 15 มิลลิลิตรก่อน แล้ววัดค่า pH ของสารละลายในระหว่างการผสม (ค่า pH ควรอยู่ประมาณ 1-2)
3. เติมสารเคมีตัวที่ 9 ลงไปที่ละน้อย จนกระทั่งสารละลายมีค่า pH ประมาณ 7.4
4. เติมสารเคมีตัวที่ 6 ที่เหลือลงไปเพื่อปรับให้ค่า pH เป็น 7.25 ทำเช่นนี้สลับกันไปจนกระทั่งสารเคมีตัวที่ 9 หมด จะได้สารละลายมีค่า pH เท่ากับ 7.4
5. ปรับปริมาตรสารละลายที่เตรียมได้ให้เป็น 1000 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่น
6. เก็บสารละลาย SBF ไว้ในตู้เย็นที่อุณหภูมิ 5 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.4 ความเข้มข้นของอนินทรีย์ไอออนในสารละลาย SBF และ Blood plasma

Ion	Simulated body fluid (mM)	Human plasma (mM)
Na	142.0	142.0
Cl ⁻	147.8	103.0
HCO ₃ ⁻	4.2	27.0
K ⁺	5.0	5.0
Mg ²⁺	1.5	1.5
Ca ²⁺	2.5	2.5
HPO ₄ ²⁻	1.0	1.0
SO ₄ ²⁻	0.5	0.5

3.3.7.2 การทดสอบความส่องสว่างทางชีวภาพของวัสดุประกอบ

1. นำวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้แต่ละกลุ่มมาแช่ในสารละลาย SBF ควบคุมอุณหภูมิที่ 36.5 °C (อุณหภูมิร่างกายมนุษย์) โดยใช้สภาวะให้สารละลายไม่มีการไหลเวียน ทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทุก 7, 14, 21 และ 28 วัน
2. เมื่อครบตามกำหนดเวลาที่ต้องการตรวจวิเคราะห์แล้ว แยกส่วนของสารละลาย SBF และวัสดุประกอบออกจากกัน
3. ล้างวัสดุประกอบด้วยน้ำกลั่น ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง
4. นำวัสดุประกอบไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และ XRD ส่วนสารละลาย SBF นำไปวัดค่า pH เพื่อดูการเปลี่ยนแปลง

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปรายผล

4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ HAp ที่สังเคราะห์ได้

4.1.1 เทคนิคการกายรังสีเอ็กซ์

HAp มีองค์ประกอบหลักคือแคลเซียมและฟอสฟอรัส โดยมีอัตราส่วน โมลทางทฤษฎีของ แคลเซียมต่อฟอสฟอรัส (Ca:P) เท่ากับ 1.67 จากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRF พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วน โมล Ca:P อยู่ในช่วง 1.20 – 2.02 ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และมีผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาวประมาณ 91 %

ตารางที่ 4.1 อัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสของ HAp ที่สังเคราะห์ได้

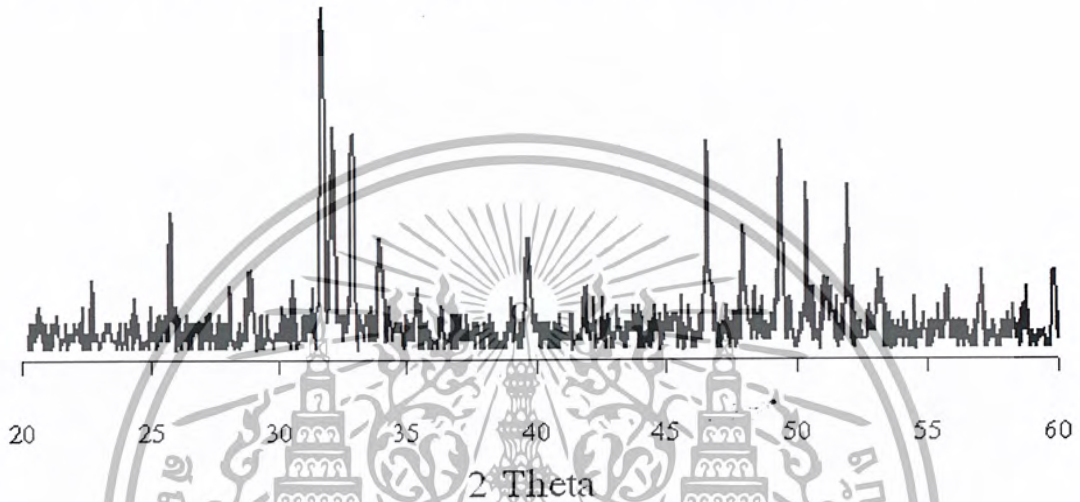
สารตัวอย่างที่	CaO (% โดยน้ำหนัก)	P ₂ O ₅ (% โดยน้ำหนัก)	อัตราส่วนโมล Ca:P
1	48.9	51.0	1.21
2	49.8	50.1	2.02
3	49.3	50.5	1.22
4	48.7	51.3	1.21
ค่าที่ได้จากทฤษฎี	56.8	43.2	1.67

จากตารางที่ 4.1 พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วน โมลระหว่าง Ca:P ที่เบี่ยงเบนจากค่าทางทฤษฎี เนื่องจากอุณหภูมิในการสังเคราะห์สารสูงเกินไปทำให้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ควบคุมค่า pH ระเหย นอกจากนี้อัตราการหยดของกรดฟอสฟอริกและสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ไม่เท่ากัน ส่งผลให้ค่า pH ของสารละลายไม่เหมาะสมที่จะทำให้แคลเซียมตกตะกอนได้สมบูรณ์ นอกจากนี้อาจมีการรบกวนจากสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นที่เกิดการตกตะกอนที่ค่า pH ต่างจาก HAp ส่งผลให้ประสิทธิภาพการตกผลึกของ HAp ลดลง ถึงแม้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้จะมีอัตราส่วน โมลระหว่าง Ca:P ไม่เท่ากับ 1.67 แต่จากเทคนิค XRD สามารถยืนยันได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีวิฤภาคองค์ประกอบหลักเป็น HAp

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบวิฎภาคที่เป็นผลึกประกอบด้วยพิกของ HAp ซึ่งมีพิกที่สำคัญที่ตำแหน่งของ 2θ เท่ากับ 25.883, 28.819, 31.683, 31.988, 32.829, 33.892 และ 39.661 องศา (ภาคผนวก ข รูปที่ 1) ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีวิฎภาคองค์ประกอบหลักเป็น HAp



รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HAp สังเคราะห์ได้ หลังจากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ CS ที่สังเคราะห์ได้

4.2.1 เทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์

CS มีองค์ประกอบหลัก คือ แคลเซียมและซิลิกอน โดยมีอัตราส่วนโมลทางทฤษฎีของแคลเซียมต่อซิลิกอน (Ca : Si) เท่ากับ 1.00 จากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRF พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโมลระหว่าง Ca:Si อยู่ในช่วง 0.97-1.12 ดังแสดงในตารางที่ 4.2 และมีผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีขาว 31 %

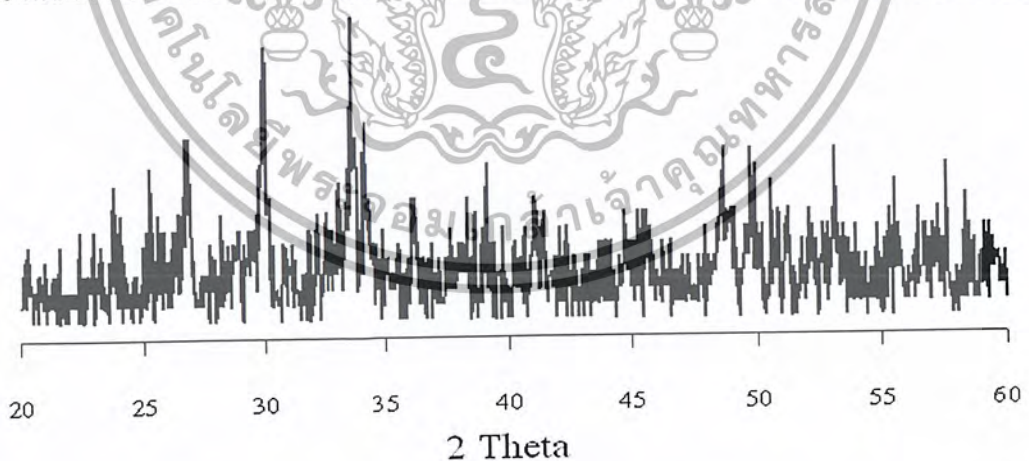
ตารางที่ 4.2 อัตราส่วนโมลระหว่างแคลเซียมต่อซิลิกอนของ CS ที่สังเคราะห์ได้

สารตัวอย่างที่	CaO (% โดยน้ำหนัก)	SiO ₂ (% โดยน้ำหนัก)	อัตราส่วนโมล Ca:Si
1	51.0	48.8	1.12
2	47.2	52.4	0.97
3	47.5	51.9	0.98
ค่าที่ได้จากทฤษฎี	47.3	52.7	1.00

จากตารางที่ 4.2 พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโมลระหว่าง Ca:Si ใกล้เคียงกับค่าที่ได้ทางทฤษฎี และจากเทคนิค XRD สามารถยืนยันได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีวัฏภาคองค์ประกอบหลักเป็น CS

4.2.2 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบวัฏภาคที่เป็นผลึกประกอบด้วยฟลักของ CS ซึ่งมีพีคที่สำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.317, 26.911, 29.998, 36.127 และ 39.112 องศาของผลึกแบบโมโนคลินิก และ 33.586 กับ 34.135 องศาของผลึกแบบไตรคลินิก (ภาคผนวก ข รูปที่ 2) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีวัฏภาคองค์ประกอบหลักเป็น CS ที่มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิกผสมกับผลึกแบบไตรคลินิก



รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ CS ที่สังเคราะห์ได้หลังจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การตีพอลิเมโรไลเซชันแบบปิดวงของพอลิโอทิลีนเทอร์พทาเลต

จากการสังเคราะห์ C-PET ด้วยปฏิกิริยาการตีพอลิเมโรไลเซชันแบบปิดวง โดยการรีฟลักซ์ PET ที่ได้จากขบวนการพลาสติก PET เป็นเวลา 4 วัน ใช้ไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองอมน้ำตาล 70 % มีจุดหลอมเหลวประมาณ 240-260 °C นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR และ NMR ได้ผลดังนี้

- FTIR : ν_{\max} 2959 (C-H, s), 1724 (C=O, s), 1578 (aromatic, s) และ 1098 (C-O, s) cm^{-1} (ภาคผนวก กรูฟที่ 1)

- NMR : δ 4.7 (4H, s, CH₂), 8.1 (4H, s, aromatic) (ภาคผนวก กรูฟที่ 1)

จากผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทั้งสองพบพีกที่แสดงถึง C-PET และไม่พบสัญญาณที่แสดงถึงหมู่ปลายของสาย โโซโมเลกุลอย่างมีนัยสำคัญ จากเทคนิค DSC พบว่ามีพีกในช่วง 240-270 °C ซึ่งคาดว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นประกอบด้วย C-PET ที่มีน้ำหนักโมเลกุลที่แตกต่างกัน

4.4 การเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET

การเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PET และวัสดุประกอบ CS/PET ในงานวิจัยนี้ใช้วิธีการขึ้นรูป 2 วิธี คือ วิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง และวิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงขึ้นเหน็ด

1. วิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง

การเตรียมวัสดุประกอบ CS/PET ด้วยวิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงทำได้โดยการบดผสม CS ที่ผ่านการเคลือบไซท์แล้ว C-PET ที่อยู่ในรูปของแข็ง และไดบิวทิลทินออกไซด์ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าด้วยกัน ในอัตราส่วนเซรามิกต่อพอลิเมอร์เป็น 80 : 20, 70 : 30, 60 : 40 และ 50 : 50 ตามลำดับ และทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดตัวอย่าง จะได้ชิ้นงานทรงกระบอกผิวเรียบสีเหลืองอ่อน แล้วนำชิ้นงานที่ได้มาทำปฏิกิริยา ROP ที่อุณหภูมิ 250 °C พบว่าก่อนวัสดุประกอบที่ได้มีสีเข้มขึ้น

ค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ CS/PET โดยใช้วิธีขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผง ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลค่าความแข็งแรงกกดของวัสดุประกอบ CS/PET ที่เตรียมจากวิธีการขึ้นรูปด้วยการ
คลุกอัดแบบผง

ชนิดของสาร	เส้นผ่านศูนย์กลาง (มิลลิเมตร)	แรงเฉลี่ยที่ใช้กด (นิวตัน)	ค่าความแข็งแรงกกด (Compressive Strength) (MPa)
CS pure	13.13	2224	16
CS/PET อัตราส่วน 80:20	12.60	2719	13
CS/PET อัตราส่วน 70:30	12.57	1286	10
CS/PET อัตราส่วน 60:40	12.57	2456	20
CS/PET อัตราส่วน 50:50	12.60	3255	26

จากตารางที่ 4.3 พบว่าค่าความแข็งแรงกกดของวัสดุประกอบ CS/PET จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของ PET ใน โครงสร้างมากขึ้น เนื่องจากพอลิเมอร์ที่อยู่ใน โครงสร้างจะเพิ่มสมบัติความยืดหยุ่นของวัสดุประกอบและช่วยกระจายแรง ทำให้วัสดุประกอบมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น แต่เมื่อสังเกตลักษณะของชิ้นงานวิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงจะพบว่ามี การยึดเกาะของผง CS ได้ไม่ดี จึงเปลี่ยนวิธีการเตรียมวัสดุประกอบใหม่โดยการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนืด (Paste) นอกจากนี้อัตราส่วนวัสดุประกอบ CS/PET ที่มี 80:20 และ 70:30 มีค่าความแข็งแรงกกดน้อยกว่า CS pure เนื่องจากมีปริมาณ C-PET น้อยเกินไป เมื่อเกิดปฏิกิริยา ROP แล้ว C-PET ในแต่ละ ส่วนของวัสดุประกอบเกิดการพอลิเมอไรเซชันเชื่อม โยงกันได้ไม่ดีไม่ทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อมประสานผง CS จึงเป็นผลให้ค่าความแข็งแรงกกดมีค่าต่ำกว่าค่าของ CS pure

2. วิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนืด

การเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PET และวัสดุประกอบ CS/PET ด้วยวิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนืด ทำได้โดยการนำ C - PET ที่อยู่ในรูปของแข็ง และไดบิวทิลทินออกไซด์ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามาละลายด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนแล้วค่อยผสมผง HAp หรือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CS ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วเข้าด้วยกันในอัตราส่วนผงเซรามิกส์ต่อ C-PET เป็น 60 : 40 และ 50 : 50 ตามลำดับ และทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดตัวอย่างจะได้ชิ้นงานเป็นทรงกระบอกผิวเรียบ สีเหลืองอ่อน แล้วนำชิ้นงานที่ได้มาทำปฏิกิริยา ROP ที่อุณหภูมิ 250 °C พบว่าก่อนวัสดุประกอบที่ได้มีสีเข้มขึ้น

4.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุประกอบ

4.4.1.1 เทคนิค FTIR DSC และ TGA

นำวัสดุประกอบ HAp/PET และวัสดุประกอบ CS/PET หลังทำปฏิกิริยาเปิดวง (ROP) ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ ได้ผลดังนี้

FTIR

HAp/PET อัตราส่วน 60:40 : ν_{\max} 2964 (C-H, s), 1716 (C=O, s), 1600 (aromatic, s) และ 1043 (C-O, s) cm^{-1} (ภาคผนวก ก รูปที่ 1)

HAp/PET อัตราส่วน 50:50 : ν_{\max} 2961 (C-H, s), 1719 (C=O, s), 1505 (aromatic) และ 1091 (C-O, s) cm^{-1} (ภาคผนวก ก รูปที่ 1)

CS/PET อัตราส่วน 60:40 : ν_{\max} 2960 (C-H, s), 1717 (C=O, s), 1578 (aromatic, s) และ 1095 (C-O, s) cm^{-1} (ภาคผนวก ก รูปที่ 2)

CS/PET อัตราส่วน 50:50 : ν_{\max} 1719 (C=O, s) และ 1095 (C-O, s) cm^{-1} (ภาคผนวก ก รูปที่ 2)

DSC

PET ในวัสดุประกอบมีค่าอุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) ในช่วง 233 –244 °C ซึ่งมีค่าแตกต่างจาก T_m ของ C-PET ซึ่งอยู่ในช่วง 240 –270 °C (ภาคผนวก จ รูปที่ 1 ถึง 5)

จากเทคนิค FTIR และ DSC จะได้ว่าวัสดุประกอบที่เตรียมได้ทั้งสองชนิดมี PET เป็นองค์ประกอบ

TGA

นำวัสดุประกอบ HAp/PET และวัสดุประกอบ CS/PET หลังทำปฏิกิริยาเปิดวง (ROP) ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค TGA (ภาคผนวก ฉ รูปที่ 1 ถึง 4) ได้ผลดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลจากเทคนิค TGA และค่าความหนาแน่นของวัสดุประกอบ

ชนิดของสาร	%PET ที่ใช้ในการเตรียม	%PET คำนวณจาก TGA	ความหนาแน่นของวัสดุประกอบ (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)
HAp pure	-	-	1.9024
HAp/PET อัตราส่วน 60:40	40	36	2.0192
HAp/PET อัตราส่วน 50:50	50	48	1.9500
CS pure	-	-	1.7942
CS/PET อัตราส่วน 60:40	40	35	1.8294
CS/PET อัตราส่วน 50:50	50	48	1.8562

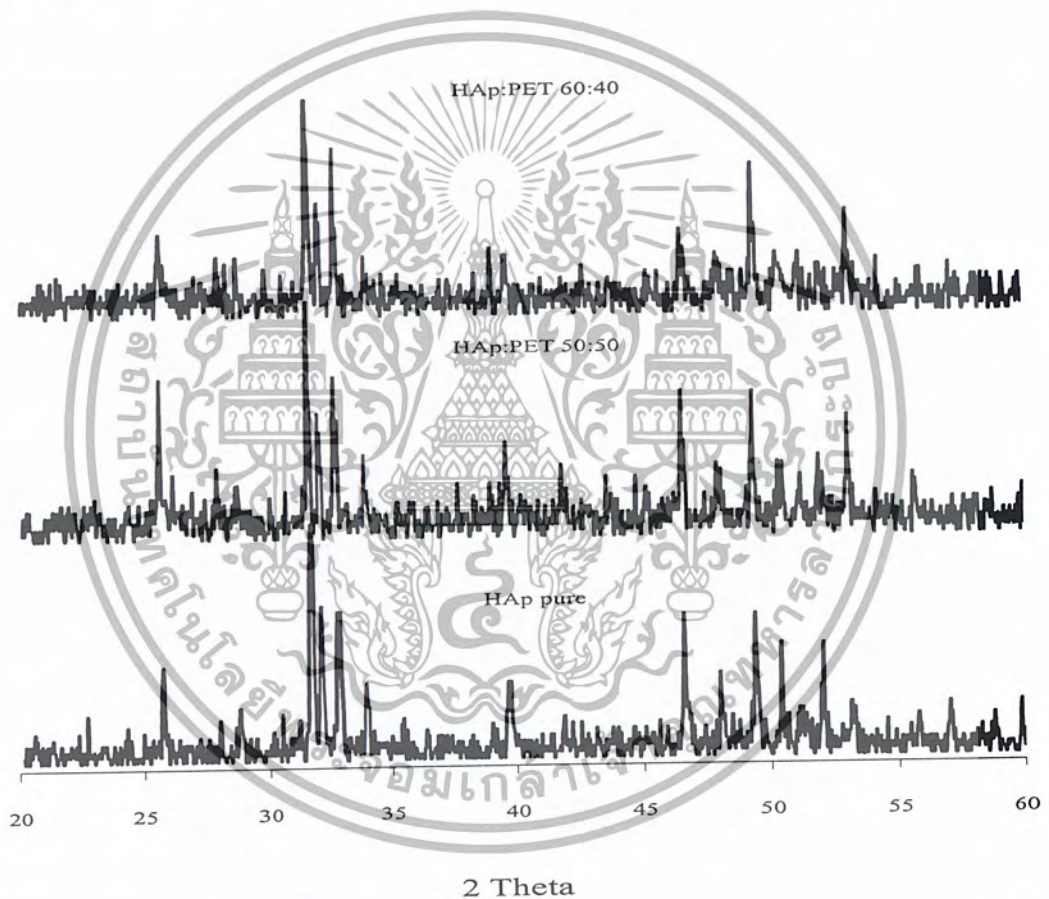
จากตารางที่ 4.4 ค่า % ของ PET ในวัสดุประกอบที่ได้จากการคำนวณผลจากเทคนิค TGA พบว่ามีค่าใกล้เคียงกับ % ของ PET ที่ต้องการเตรียม โดยมีอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ของ PET 2 ช่วงคือ ช่วง 400 - 420 °C เป็นการสลายตัวของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนและช่วง 500 - 510 °C เป็นการสลายตัวของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่เกิดการสันดาปไม่สมบูรณ์จากการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของเซรามิกส์และวัสดุประกอบ พบว่าความหนาแน่นของ HAp มีค่ามากกว่า CS ซึ่งคาดว่าอนุภาคของ CS มีขนาดใหญ่กว่า HAp ทำให้เมื่ออัดขึ้นรูปแล้วมีช่องว่างระหว่างอนุภาคมากกว่า HAp จึงมีความหนาแน่นน้อยกว่า HAp และเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบจะทำให้ความหนาแน่นของวัสดุประกอบเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากพอลิเมอร์อาจแทรกอยู่ระหว่างช่องว่างของอนุภาคเซรามิกส์จึงทำให้ความหนาแน่นของวัสดุประกอบเพิ่มขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.1.2 วัฏภาคที่เป็นผลึกที่ได้จากเทคนิค XRD

4.4.1.2.1 วัฏภาคที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบ HAp/PET

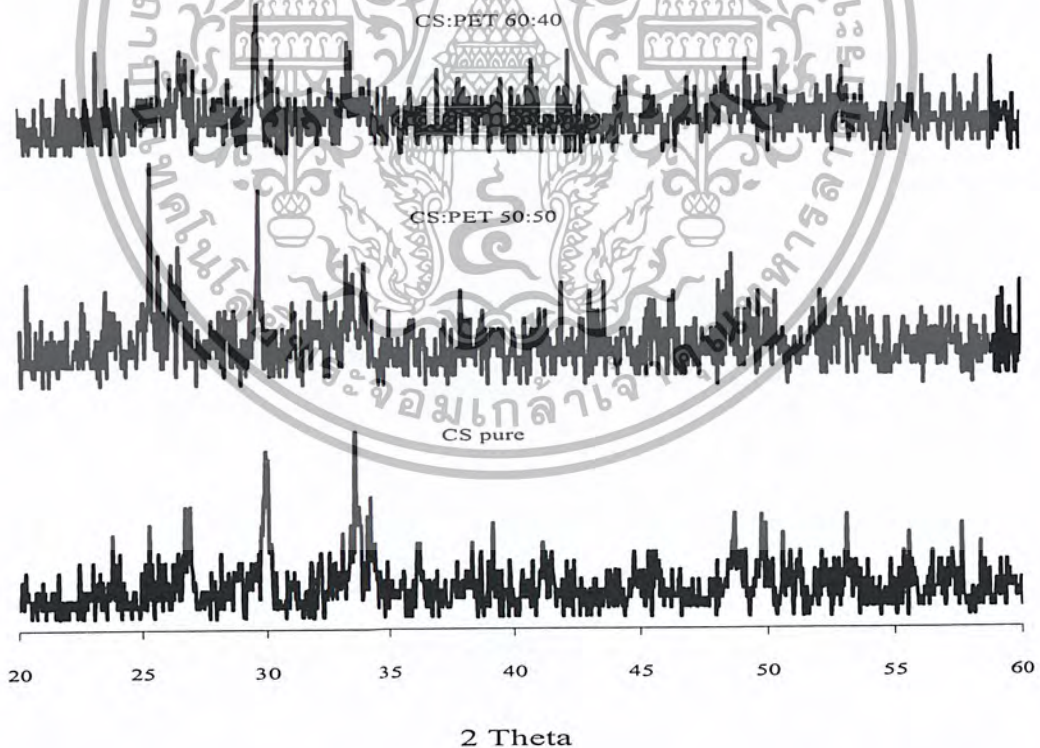
รูปที่ 4.3 แสดงถึงวัฏภาคที่เป็นผลึกของ HAp และวัสดุประกอบ HAp/PET ที่สังเคราะห์ในอัตราส่วนต่างๆ พบว่าแพทเทิร์นของ PET จะไม่พบพีกที่แสดงถึงความเป็นผลึกเนื่องจาก PET เป็นพอลิเมอร์กึ่งผลึกซึ่งมีส่วนของอสัณฐานอยู่ แพทเทิร์นของวัสดุประกอบทั้ง 2 สูตรมีพีกที่แสดงความเป็นผลึกอย่างชัดเจน ซึ่งพีกที่เกิดขึ้นเป็นพีกหลักของ HAp ซึ่งมีพีกที่สำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.883, 28.819, 31.683, 31.988, 32.829, 33.892 และ 39.661 องศา



รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HAp และวัสดุประกอบ HAp/PET ซึ่งสังเคราะห์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน

4.4.1.2.2 ภูมิภาคที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบ CS/PET

รูปที่ 4.4 แสดงถึงภูมิภาคที่เป็นผลึกของสารตั้งต้น CS และวัสดุประกอบ CS/PET ที่สังเคราะห์ในอัตราส่วนต่างๆ เมื่อเปรียบเทียบแพทเทิร์นของสารตั้งต้น CS และวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ในอัตราส่วน 60:40 พบว่าแพทเทิร์นของวัสดุประกอบยังคงมีองค์ประกอบหลักเป็นพีกของ CS ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.317, 26.911, 29.998, 36.127 และ 39.112 องศาซึ่งเป็นพีกหลักของ CS ที่มีผลึกแบบ โมโนคลินิกและพบพีกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 33.586 กับ 34.135 องศา ซึ่งเป็นพีกหลักของ CS ที่มีผลึกแบบ ไตรคลินิก แต่ลักษณะพีกของวัสดุประกอบจะมีส่วนฐานพีกกว้างขึ้นทำให้ไม่เห็นการแยกกันของพีก อย่างชัดเจน สันนิษฐานว่าเนื่องจากมี PET ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่มีส่วนของออสติฐานแทรกอยู่ทั้งภายในและภายนอกรูพรุนส่งผลให้ความเป็นผลึกของวัสดุประกอบต่ำกว่า CS บริสุทธิ์ โดยวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วน 50:50 จะให้ผลในทำนองเดียวกัน เมื่อพิจารณาแพทเทิร์นของวัสดุประกอบ CS/PET ที่สังเคราะห์ในอัตราส่วน 50:50 พบว่ามีพีกที่ตำแหน่ง 25.36 องศา ซึ่งไม่สามารถระบุได้ว่าเป็นพีกของสารใด

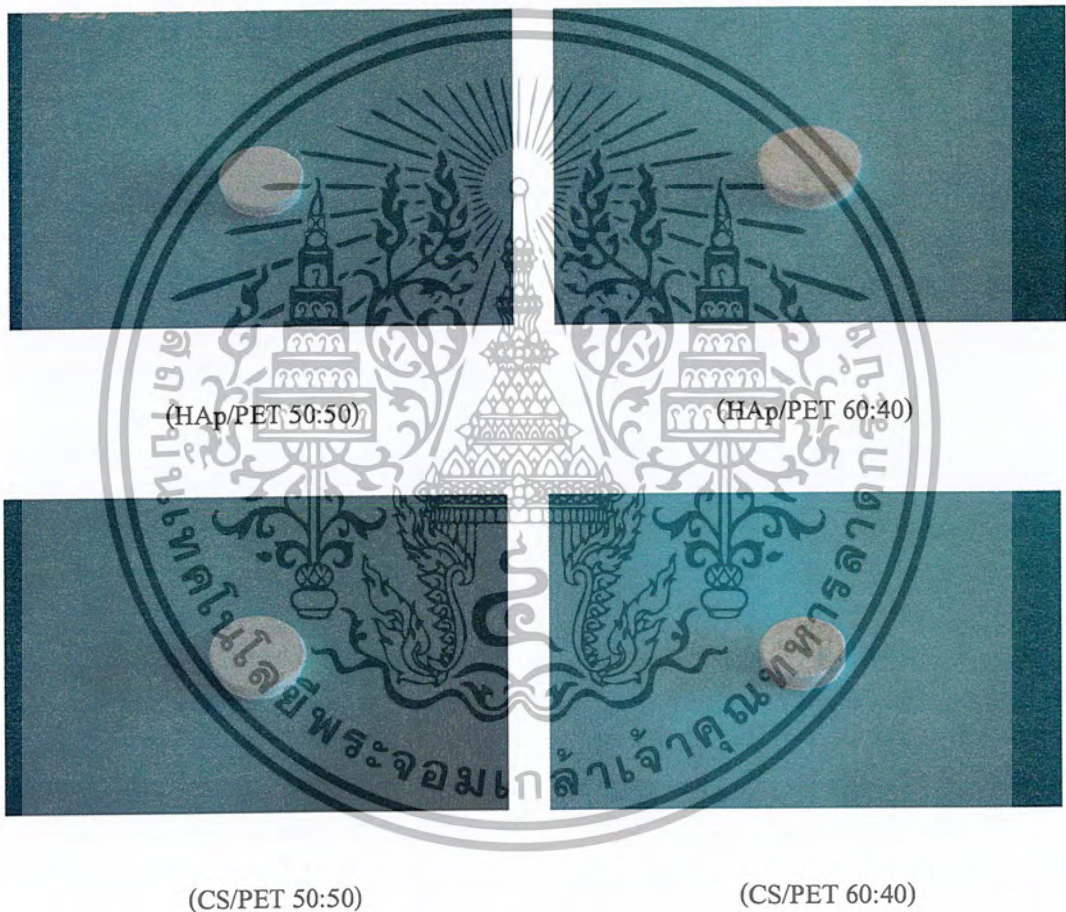


รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ CS และวัสดุประกอบ CS/PET สังเคราะห์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

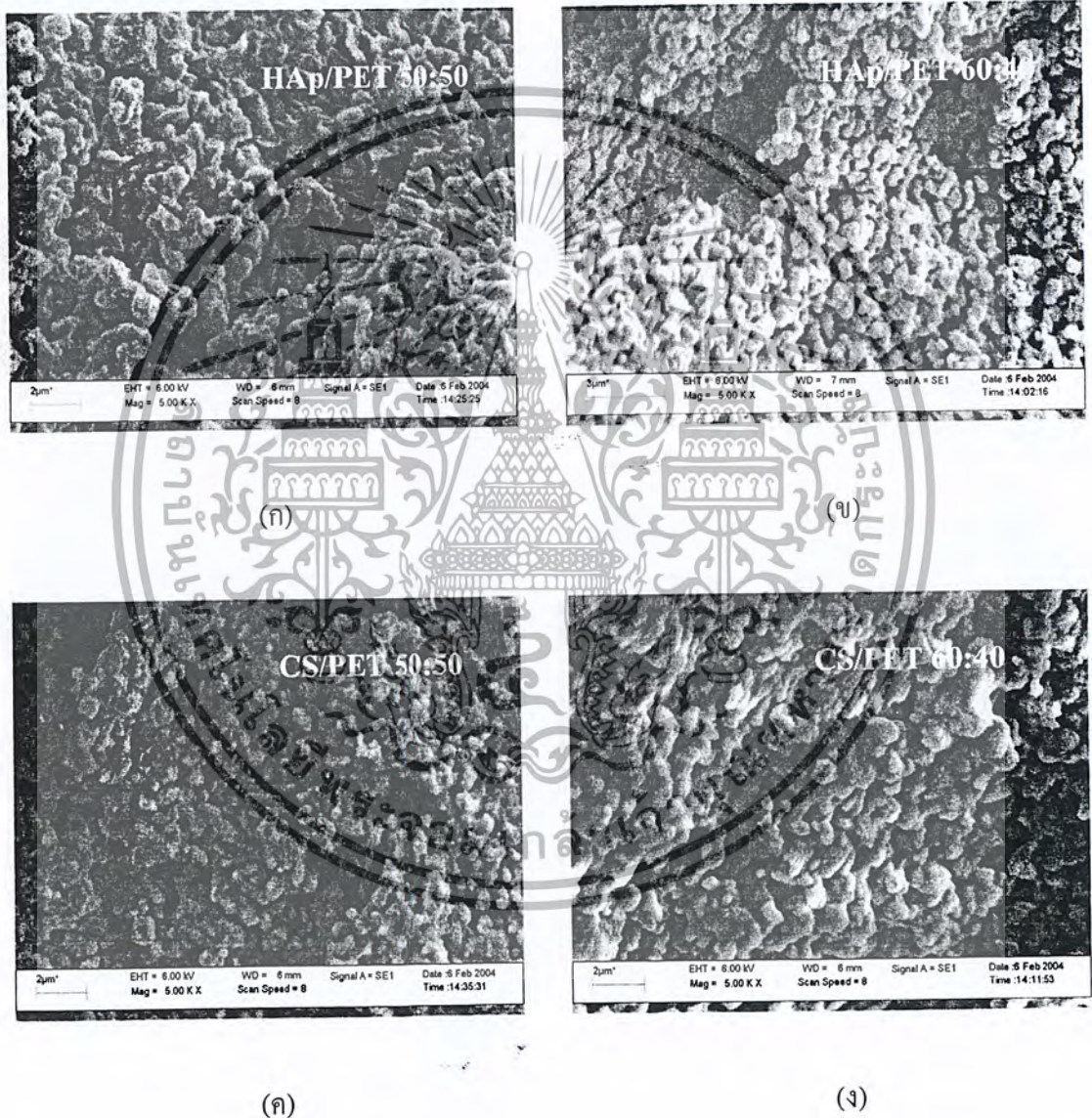
4.4.2 ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET

จากการสังเกตลักษณะทางกายภาพโดยทั่วไปพบว่าสารตั้งต้น HAp และ CS มีสีแตกต่างจากวัสดุประกอบที่ได้มีสีแตกต่างกันอย่างชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 4.5 โดยก้อน HAp และ CS ที่ไม่ได้เตรียมเป็นวัสดุประกอบจะมีสีขาว ส่วนก้อนวัสดุประกอบพบว่าพื้นผิวทั้งภายในและภายนอกของวัสดุประกอบจะมีฟิล์มบางสีน้ำตาลอมเหลืองเคลือบอยู่ซึ่งเป็นฟิล์มของ PET ที่เกิดจากปฏิกิริยา ROP



รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายของวัสดุประกอบ HAp/PET และวัสดุประกอบ CS/PET ที่อัตราส่วนต่างกัน

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PET ด้วยเทคนิค SEM จะพบอนุภาค HAp ถูกเชื่อมติดกันด้วยพอลิเมอร์และมีฟิล์มพอลิเมอร์บางๆ ปกคลุมพื้นผิวภายนอกของอนุภาคนาขนาดเล็กลงของ HAp ดังแสดงในรูป ก และ ข (ภาคผนวก ฉ รูปที่ 1 ถึง 2) และจากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ CS/PET ด้วยเทคนิค SEM จะพบอนุภาค CS ถูกเชื่อมติดกันด้วยพอลิเมอร์คล้ายกับ HAp/PET ดังรูป ค และ ง (ภาคผนวก ฉ รูปที่ 3 ถึง 4)



รูปที่ 4.6 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิววัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ที่อัตราส่วนต่างกัน กำลังขยาย 5000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.3 ความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET

ค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ดังแสดงในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ผลค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ที่เตรียมจากวิธีการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนืด

ชนิดของสาร	เส้นผ่านศูนย์กลาง (มิลลิเมตร)	แรงเฉลี่ยที่ใช้กด (นิวตัน)	ค่าความแข็งแรงกด (Compressive Strength) (MPa)
HAp pure	13.00	1029	8
HAp/PET อัตราร้อย ส่วน 60:40	13.13	2240	17
HAp/PET อัตราร้อย ส่วน 50:50	13.08	3879	29
CS pure	13.13	2224	16
CS/PET อัตราร้อยส่วน 60:40	13.03	3671	28
CS/PET อัตราร้อยส่วน 50:50	13.00	3796	31

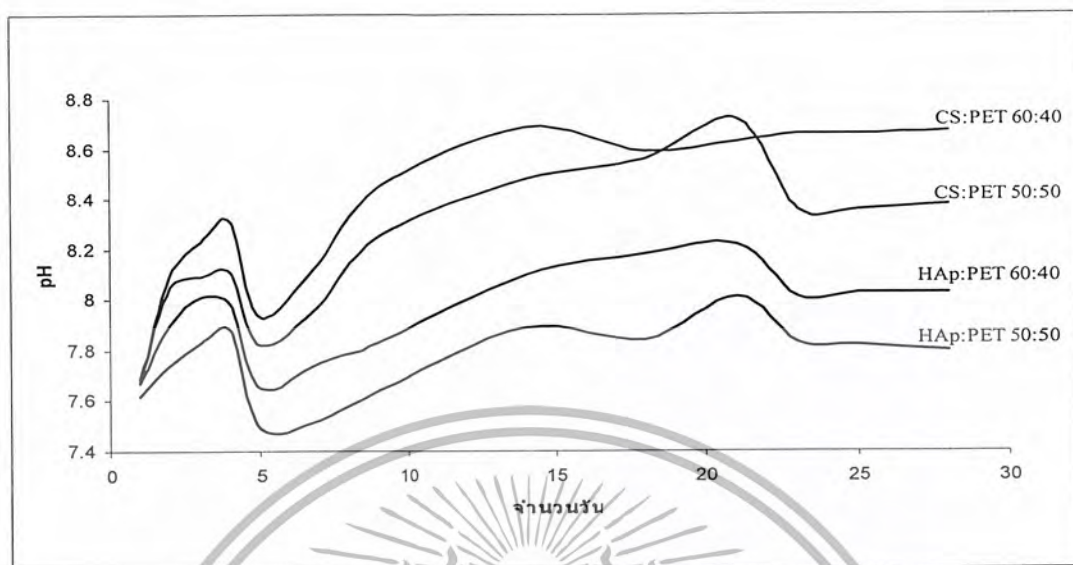
จากตารางที่ 4.5 พบว่าค่าความแข็งแรงกดของ CS มากกว่า HAp แสดงให้เห็นว่า CS มีความแข็งแรงกดมากกว่า HAp และค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ CS/PET และวัสดุประกอบ HAp/PET จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของ PET ในโครงสร้างมากขึ้น เนื่องจากพอลิเมอร์ที่อยู่ในโครงสร้างจะเพิ่มสมบัติความยืดหยุ่นของวัสดุประกอบและช่วยกระจายแรง ทำให้วัสดุประกอบมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น

4.4.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ ของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET

4.4.4.1 ผลจากการแช่วัสดุประกอบระหว่าง HAp/PET และ CS/PET ในสารละลาย SBF

เมื่อนำวัสดุประกอบ HAp/PET และวัสดุประกอบ CS/PET ภายหลังแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 7, 14, 21 และ 28 วัน พบว่าค่า pH ของสารละลาย SBF มีการเปลี่ยนแปลง (ภาคผนวก ซ รูปที่ 1) ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ช่วงแรกค่า pH จะเพิ่มขึ้นทั้งนี้เนื่องจากการละลายของ HAp และ CS ทำให้ความเป็นเบสของสารละลายเพิ่มขึ้น และเมื่อ pH เพิ่มขึ้นจนถึงระดับหนึ่งจะทำให้เกิดสภาวะที่เหมาะสมในการตกผลึกของ HAp จึงเกิดการตกผลึกของ HAp บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ การตกผลึกจะทำให้ปริมาณ Ca และ OH⁻ ในสารละลายลดลงส่งผลให้ค่า pH ของสารละลายลดลง เมื่อแช่เป็นเวลานานขึ้นระบบจะเข้าสู่สภาวะสมดุลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลง pH ในช่วงแคบๆ และในช่วงสุดท้ายของการแช่ค่า pH ค่อนข้างคงที่เนื่องมาจากฟอสเฟตไอออนในสารละลายถูกใช้ในการก่อผลึก HAp หมด

จากรูปที่ 4.7 ยังพบว่าวัสดุประกอบของ CS/PET มีค่าการเปลี่ยนแปลง pH ที่สูงกว่า HAp/PET โดยเฉพาะในช่วงแรกทำให้เข้าสู่สภาวะที่เหมาะสมแก่การก่อผลึกของ HAp เร็วกว่า ซึ่งสอดคล้องกับเทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.10 และ 4.11 ที่พบผลึกของ HAp บนพื้นผิววัสดุประกอบของ CS/PET มากกว่าบนพื้นผิววัสดุประกอบของ HAp/PET อีกทั้งยังพบว่าเมื่อปริมาณของเซรามิกส์เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่า pH สูงขึ้นทั้งนี้เพราะว่าเมื่อปริมาณเซรามิกส์เพิ่มขึ้น ย่อมเป็นการเพิ่มปริมาณของ HAp และ CS ในสารละลายจึงเป็นการเพิ่มโอกาสในการละลายของแคลเซียมไอออนทำให้ค่า pH ของสารละลาย SBF เข้าสู่สภาวะที่เหมาะสมแก่การตกผลึกของ HAp ได้ดีขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าวัสดุประกอบ CS/PET มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบซึ่งในงานวิจัยที่ผ่านมา [14] ระบุว่าซิลิกาสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการ ก่อผลึกของ HAp ได้ดีขึ้น



รูปที่ 4.7 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ HAp/PET และวัสดุประกอบ CS/PET

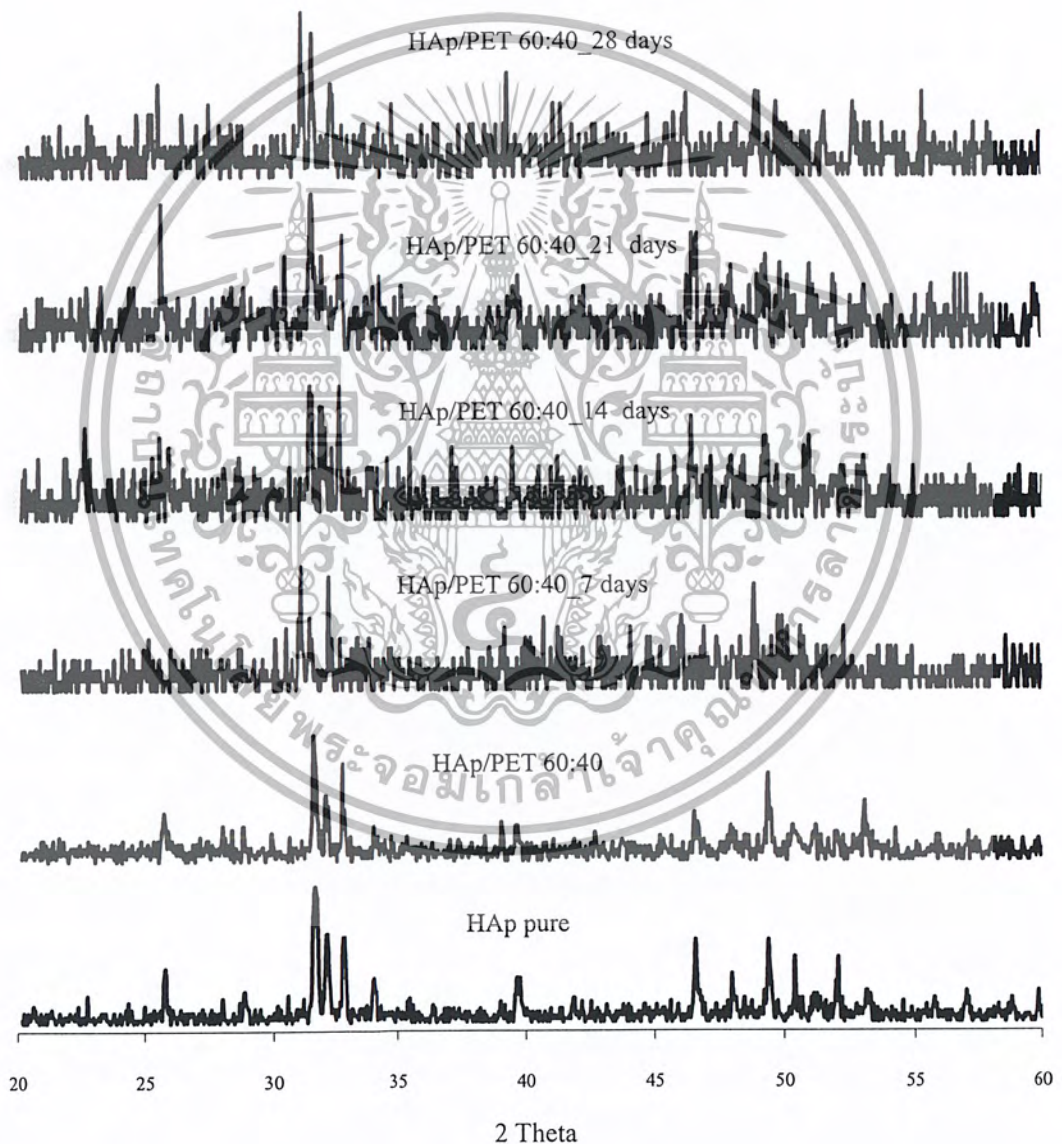
เมื่อนำสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET มา สกัดด้วยไดคลอโรมีเทนแล้วนำมาระเหยให้แห้งและนำสารที่เหลือในบีกเกอร์ไปตรวจวัดด้วยเทคนิค FTIR (ภาคผนวก ค รูปที่ 3 และ 4) พบว่าไม่พบพีกของหมู่เอสเทอร์ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นหมู่ฟังก์ชันที่พบในสารละลาย SBF หาก PET มีการสลายตัวเมื่อแช่ในสารละลาย SBF แสดงให้เห็นว่า PET ไม่สามารถสลายตัวได้ในสารละลาย SBF

4.4.4.2 วัฏภาคที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบ HAp/PET และวัสดุประกอบ CS/PET หลังแช่สารละลาย SBF จากเทคนิค XRD

จากการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของวัสดุประกอบด้วยเทคนิค XRD ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF (ภาคผนวก ข รูปที่ 1) พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์หลังแช่สารละลาย SBF มีการเปลี่ยนแปลงของพีก HAp เล็กน้อยในวัสดุประกอบ HAp/PET ดังรูปที่ 4.8 พบว่าแพทเทิร์นของวัสดุประกอบภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF พบพีกที่สำคัญของ HAp ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 31.683, 31.988 และ 32.829 องศาแต่พบว่าพีกทั้งสามมีลักษณะฐานกว้างและการแยกของพีก (Peak resolution) มีความชัดเจนน้อยลงเนื่องจากผลึก HAp ที่ได้จากการก่อผลึกใหม่มีขนาดเล็กทำให้เกิดการเหลื่อมซ้อนของพีก ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะแตกต่างจากผลึกของ HAp ที่เกิดจากการแคลไซน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้สันนิษฐานว่าความหนาของชั้นฟิล์ม HAp ที่เกิดจากการก่อผลึกมีค่าไม่มากพอ ดังนั้นพีกที่ปรากฏในแพทเทิร์นจึงมีการซ้อนทับระหว่างพีกของพีก HAp จากวัสดุประกอบและพีกของ HAp จากการก่อผลึกใหม่



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ HAp/PET หลังแช่สารละลาย SBF

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS/PET หลังแช่สารละลาย SBF (ภาคผนวก ข รูปที่ 2) พบการเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมในวัสดุประกอบดังรูปที่ 4.9 โดยแพทเทิร์นของวัสดุประกอบภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลานานขึ้นพบพิกที่สำคัญของ CS ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.317, 26.911, 29.998, 36.127, 39.112, 33.586 และ 34.135 องศา มีความเข้มน้อยลง แต่กลับพบพิกที่สำคัญของ HAp ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.883, 31.683, และ 31.988 องศา มีความเข้มเพิ่มขึ้น เนื่องจาก CS บางส่วนสามารถละลายในสารละลาย SBF เหนียวนำไปให้เกิดการก่อผลึก HAp บนพื้นผิววัสดุประกอบ ซึ่งคาดว่าความหนาของฟิล์ม HAp ที่เกิดขึ้นมากพอที่จะบดบังการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่เนื่องมาจาก CS/PET และเมื่อแช่วัสดุประกอบในสารละลาย SBF เป็นเวลา 28 วันพบว่า มีแพทเทิร์นของแคลเซียมคาร์บอเนตที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 29.410 และ 43.167 ทั้งนี้เนื่องจากในสารละลาย SBF มีองค์ประกอบ CO_3^{2-} ซึ่งสามารถจับกับแคลเซียมไอออนที่มีอยู่ในสารละลายเกิดผลึกของแคลเซียมคาร์บอเนต



รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS/PET หลังแช่สารละลาย SBF

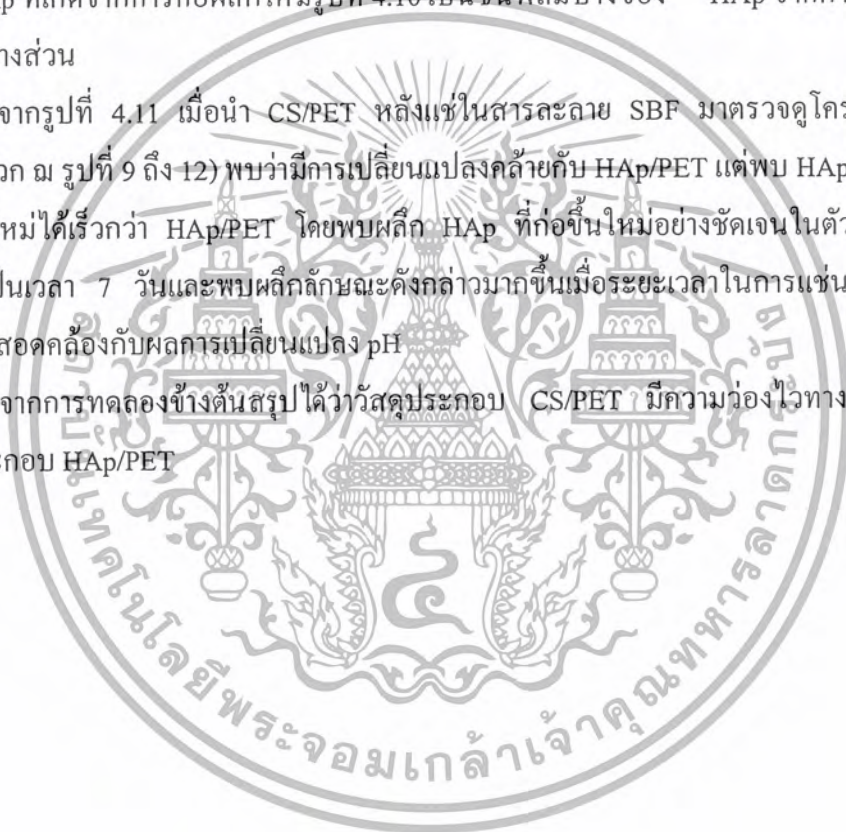
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

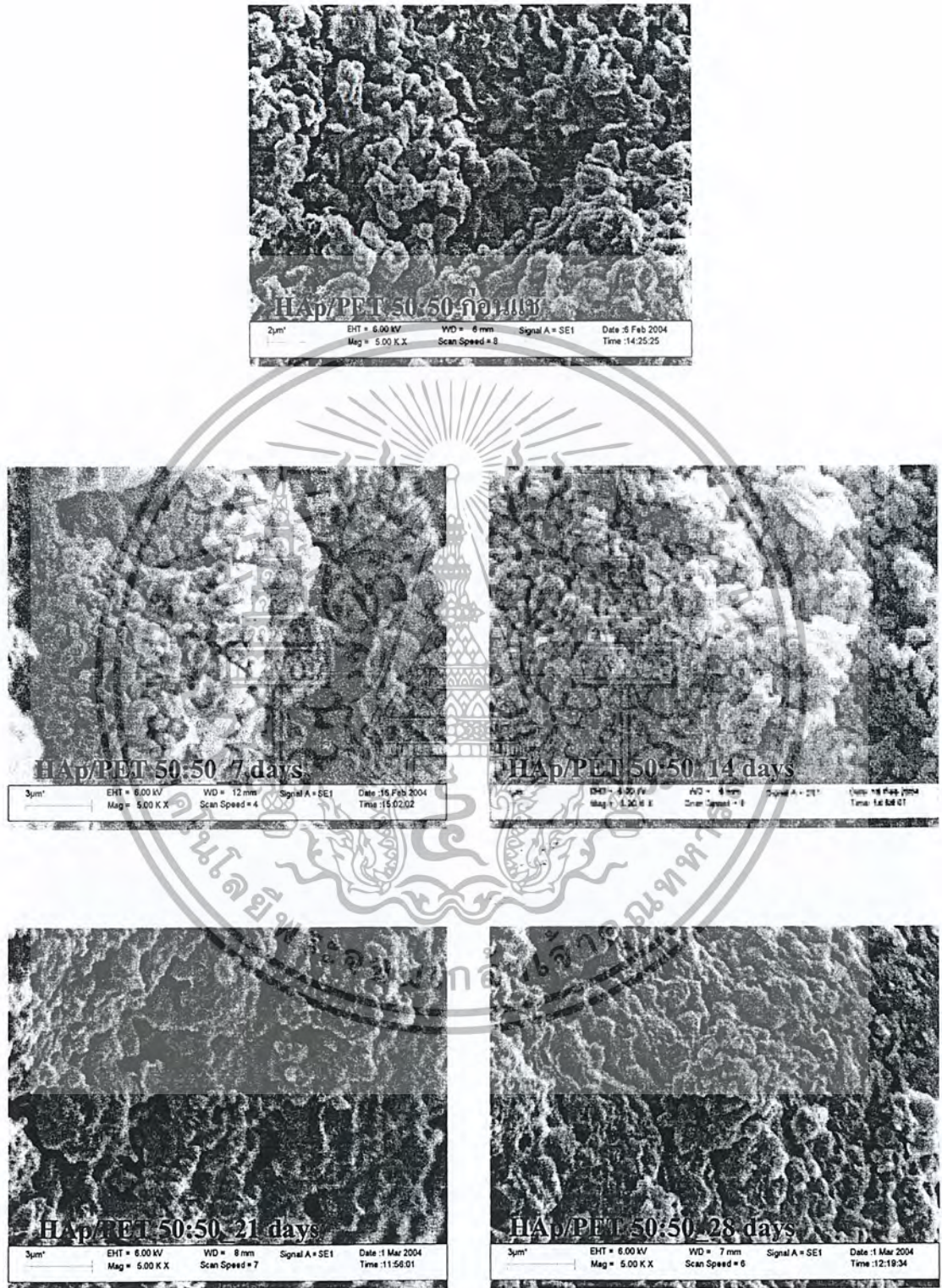
4.4.4.3 ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET หลังแช่สารละลาย SBF

เมื่อนำ HAp/PET หลังแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 7, 14, 21, และ 28 วัน มาตรวจดูโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM เปรียบเทียบกับก่อนแช่ (ภาคผนวก ฉ รูปที่ 5 ถึง 8) พบว่าโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของ HAp/PET ก่อนแช่ในสารละลาย SBF จะเป็นอนุภาคขนาดเล็กของ HAp เชื่อมติดกันด้วยพอลิเมอร์ แต่เมื่อนำ HAp/PET ไปแช่ในสารละลาย SBF แล้วพบว่า มีผลึกรูปเข็มขนาดเล็กรวมตัวกันเป็นอนุภาคทรงกลมคล้ายดอกกระหล่ำ ซึ่งผลึกลักษณะเฉพาะของผลึก HAp ที่เกิดจากการก่อผลึกใหม่รูปที่ 4.10 เป็นชั้นฟิล์มบางของ HAp จากการก่อผลึกใหม่เกิดขึ้นบางส่วน

จากรูปที่ 4.11 เมื่อนำ CS/PET หลังแช่ในสารละลาย SBF มาตรวจดูโครงสร้างจุลภาค (ภาคผนวก ฉ รูปที่ 9 ถึง 12) พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงคล้ายกับ HAp/PET แต่พบ HAp ที่เกิดจากการก่อผลึกใหม่ได้เร็วกว่า HAp/PET โดยพบผลึก HAp ที่ก่อขึ้นใหม่อย่างชัดเจนในตัวอย่างภายหลังการแช่เป็นเวลา 7 วัน และพบผลึกลักษณะดังกล่าวมากขึ้นเมื่อระยะเวลาในการแช่นานขึ้น ซึ่งผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลการเปลี่ยนแปลง pH

จากการทดลองข้างต้นสรุปได้ว่าวัสดุประกอบ CS/PET มีความอ่อนไหวทางชีวภาพสูงกว่าวัสดุประกอบ HAp/PET

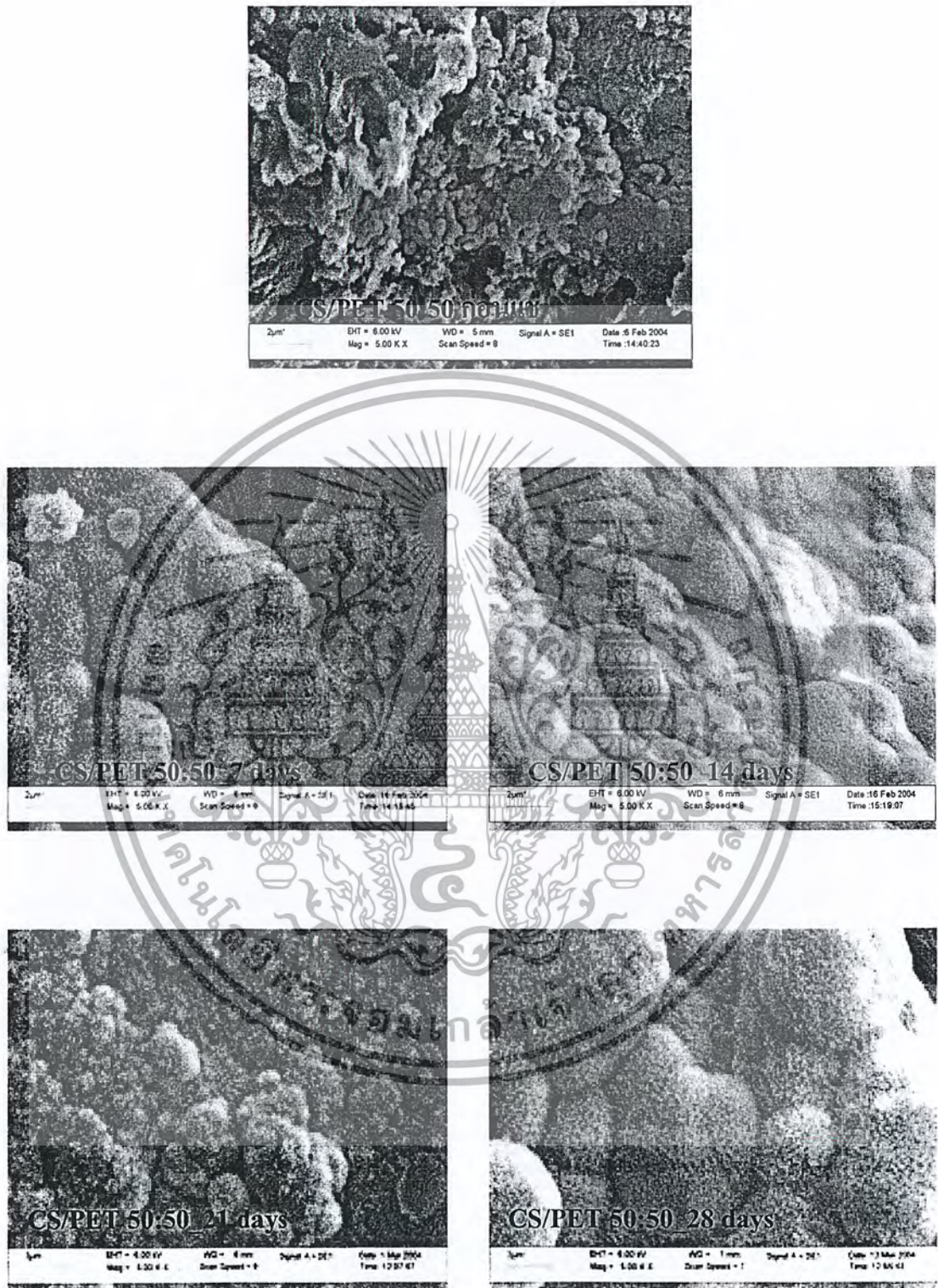




รูปที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PET 50:50 หลังแช่ในสารละลาย

SBF กัวลิ่งขยาย 5000 เท่า

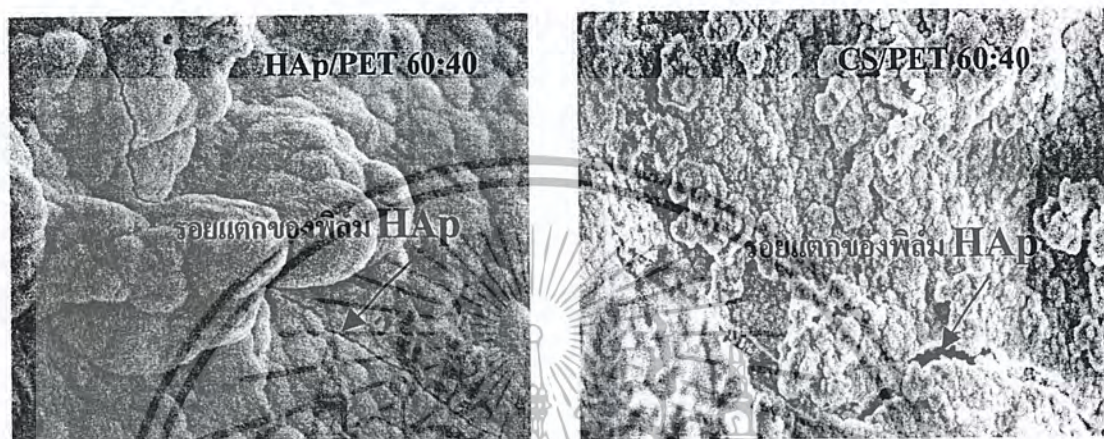
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



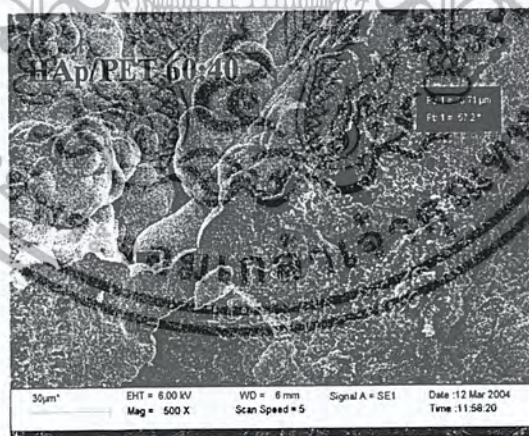
รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS/PET 50:50 หลังแช่ในสารละลาย SBF กำลังขยาย 5000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้จากการสังเกตพบรอยแตกอันเนื่องมาจากชั้นฟิล์มของ HAp ที่เกิดจากการก่อผลึกบนพื้นผิววัสดุประกอบเกิดการหดตัวเมื่อน้ำระเหยออกไปรูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความเป็นรูพรุนสูง และฟิล์มของ HAp ที่เกิดขึ้นมีลักษณะแตกต่างจากวัสดุประกอบ ดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาครอยแตกบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ หลังแช่ในสารละลาย SBF กำลังขยาย 1000 เท่า



รูปที่ 4.13 ภาพตัดขวางของวัสดุประกอบภายหลังแช่ในสารละลาย SBF กำลังขยาย 500 เท่า

จากการพิจารณาผลการทดลองข้างต้นอาจกล่าวได้ว่าวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นไปได้ที่จะนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุชีวภาพ เนื่องจากเมื่อนำวัสดุประกอบมาแช่สารละลาย SBF แล้วเกิดการตกผลึกของ HAp บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จึงมีความเป็นไปได้ที่จะเกิดการเหนี่ยวนำให้เกิดการตกผลึกของ HAp จากระบบของเหลวในร่าง
 กายลงบนวัสดุประกอบก่อให้เกิดการเชื่อมต่อกันระหว่างกระดูกกับวัสดุประกอบ และจากผลการ
 ทดลองพบว่า CS สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการตกผลึกของ HAp ได้เร็วกว่า HAp และวัสดุประกอบ
 CS/PET มีความแข็งแรงมากกว่าวัสดุประกอบ HAp/PET



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

วัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ที่ขึ้นรูปทั้ง 2 วิธี คือ วิธีคลุกอัดแบบผงและวิธีคลุกอัดแบบผงชั้นหนืด แล้วทำปฏิกิริยา ROP ของ C-PET ในวัสดุประกอบได้ชิ้นงานทรงกระบอก ผิวเรียบ สีน้ำตาลอมเหลือง จากเทคนิค FTIR จะมีหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของ PET แสดงให้เห็นว่ามี PET ในวัสดุประกอบจริง จากเทคนิค TGA จะพบ % ของ PET ในการเตรียมวัสดุประกอบได้ตามอัตราส่วนที่ต้องการ มีอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ของพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบอยู่ในช่วง 400 - 420 °C และ 500 - 510 °C จากเทคนิค DSC จะเห็นว่าอุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) ของพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบอยู่ในช่วง 233 - 244 °C ซึ่งต่ำกว่า T_m ของ C-PET แสดงให้เห็นว่า C-PET มีการเปลี่ยนไปเป็น PET แล้ว จากเทคนิค XRD จะพบพีกที่สำคัญของ CS และ HAp ในวัสดุประกอบแต่ละชนิดมีลักษณะฐานพีกกว้างขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากมีพอลิเมอร์ปกคลุมเซรามิกส์อยู่

จากเทคนิค SEM จะพบอนุภาคขนาดเล็กของเซรามิกส์ถูกเชื่อมติดกันด้วยพอลิเมอร์และมีฟิล์มพอลิเมอร์บางๆ เคลือบอยู่ภายนอกของอนุภาคเซรามิกส์ซึ่งสอดคล้องกับสมบัติด้านความแข็งแรงกคของวัสดุประกอบที่มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ C-PET ในการเตรียมวัสดุประกอบ แสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์ที่เชื่อมระหว่างอนุภาคขนาดเล็กของเซรามิกส์ ทำหน้าที่ให้ความยืดหยุ่นและช่วยกระจายแรงในวัสดุประกอบ และเมื่อเปรียบเทียบความแข็งแรงกคของวัสดุประกอบทั้ง 2 ชนิด พบว่า วัสดุประกอบ CS/PET มีค่าความแข็งแรงกคมากกว่าวัสดุประกอบ HAp/PET

ภายหลังการแช่วัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET ในสารละลายจำลองของเหลวในร่างกายมนุษย์ (Simulated Body Fluid, SBF) เซรามิกส์ในวัสดุประกอบจะละลายออกไปและเหนียวน้ำให้เกิดการตกผลึกของ HAp ขึ้นใหม่บนพื้นผิววัสดุประกอบซึ่งมีลักษณะเป็นผลึกทรงแท่งขนาดเล็กรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนคล้ายดอกกะหล่ำ และเมื่ออัตราส่วนของเซรามิกส์ในวัสดุประกอบเพิ่มมากขึ้นจะพบผลึกใหม่ของ HAp บนพื้นผิวของวัสดุประกอบเพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ การก่อผลึกของ HAp บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS/PET จึงเกิดได้เร็วกว่าวัสดุประกอบ HAp/PET เพราะ CS เมื่อละลายให้แคลเซียมไอออนละลายไปแล้วมีหมู่ซิติลาบนพื้นผิวซึ่งจะเหนียวน้ำให้เกิดการตกผลึกของ HAp ได้เร็วกว่า HAp

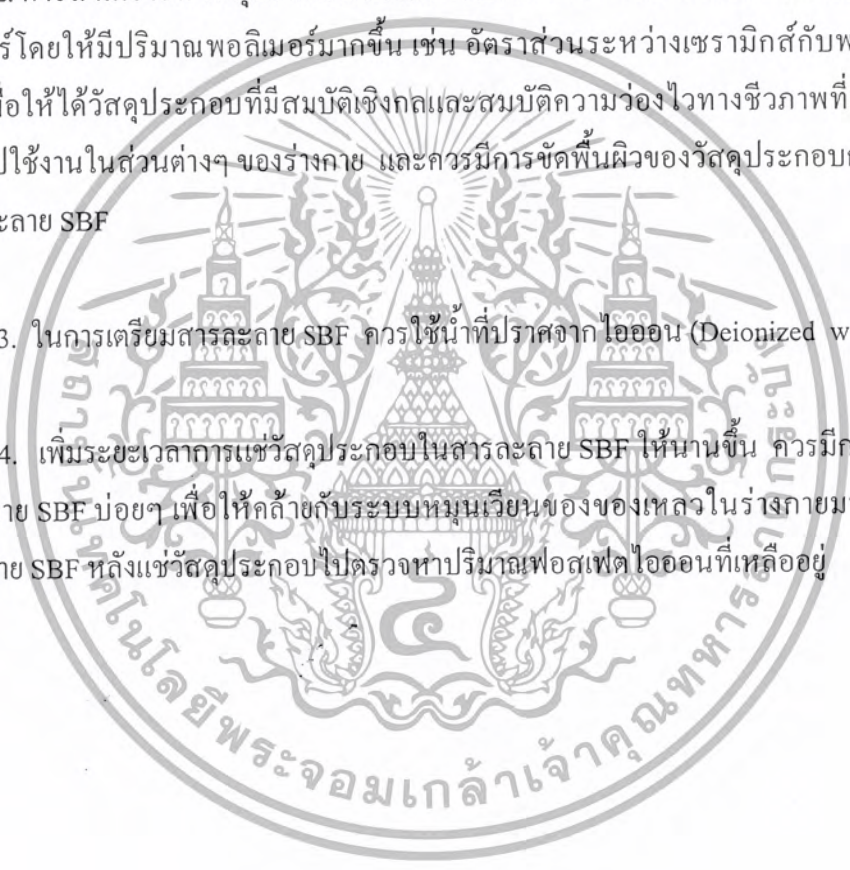
ข้อเสนอแนะ

1. C-PET ที่สังเคราะห์ได้อาจยังไม่บริสุทธิ์ ดังนั้นเพื่อให้การทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงมีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น ควรจะเพิ่มขึ้นขั้นตอนการทำให้ได้สารประกอบวงที่บริสุทธิ์ก่อน

2. การสังเคราะห์วัสดุประกอบอาจมีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างเซรามิกส์กับพอลิเมอร์โดยให้มีปริมาณพอลิเมอร์มากขึ้น เช่น อัตราส่วนระหว่างเซรามิกส์กับพอลิเมอร์เป็น 40:60 เพื่อให้ได้วัสดุประกอบที่มีสมบัติเชิงกลและสมบัติความว่องไวทางชีวภาพที่เหมาะสมกับการนำไปใช้งานในส่วนต่างๆ ของร่างกาย และควรมีการขัดพื้นผิวของวัสดุประกอบก่อนนำไปแช่ในสารละลาย SBF

3. ในการเตรียมสารละลาย SBF ควรใช้น้ำที่ปราศจากไอออน (Deionized water)

4. เพิ่มระยะเวลาการแช่วัสดุประกอบในสารละลาย SBF ให้นานขึ้น ควรมีการเปลี่ยนถ่ายสารละลาย SBF บ่อยๆ เพื่อให้คล้ายกับระบบหมุนเวียนของของเหลวในร่างกายมนุษย์ และนำสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบไปตรวจหาปริมาณฟอสเฟต ไอออนที่เหลืออยู่



เอกสารอ้างอิง

1. B.D. Ratner, A.S. Hoffman, F.J. Schoen and J.E. Lemons. 1996. **Biomaterials science : an introduction to material in medicine**. Sandiego California. USA.
2. P.B. John. 1979. **Biomaterials An Introduction**. New York : Plenum Press.
3. ปุณณมา ศิริพันธ์ โนน. 2545. เอกสารประกอบการสอนวิชาวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
4. R.Z. LeGeros and J.P. LeGeros. 1993. **An introduction to bioceramics**. Singapore : World Scientific Publishing Co.
5. ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ. 2002. ไฮดรอกซีแอปาทิต์วัสดุทดแทนกระดูก. [Online]. Available : <http://www.mtec.or.th/Internet/news/cool.stuff/cool2.html>.
6. L.L. Hench and J. Wilson. 1993. **An introduction to bioceramics**. Singapore : World Scientific Publishing Co. Ltd.
7. เขาวเรศ มะลิมาศ และ ปิยะวิทย์ รัตนถรณ์นนท์. 2544. การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต์เพื่อประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์. โครงการงานพิเศษภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์. สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
8. A. Ulrich. 1993. **Introduction to Industrial Polymer**. 2nded. Germany : Hanser Publisher.
9. S.P. Parker. 1993. **Encyclopedia of Chemistry**. Vol. 3. USA : McGraw-Hill Inc.
10. B. Dietoich, P. Viout and J.M. Lehn. 1993. **In Macrocyclic Chemistry**. VCM. Weinim.
11. M.B. Smith. 1994. **Organic Synthesis**. International edition. Germany : McGraw-Hill.
12. R.Z. LeGeros. 1991. "Calcium Phosphate in Oral Biology and Medicine." **Monographs in Oral science**. 15.
13. P. Silipannon, S. Hayshi, A. Yasumor and K. Okada. 1999. "Preparation and sintering of CaSiO_3 from coprecipitated powder using NaOH as precipitant and its apatite formation in simulated body fluid solution." **Journal of Materials Research**. 14 : 529-540.
14. P. Stevens. 1990. **In Polymer Chemistry**. New York : Oxford University.
15. A.J. Hall, P. Hodge, C.H. Mcgrail and J. Rickerby. 2000. "Synthesis of a series of Cyclic cligo(Alkylidene isophthalate) by Cyclo-Depolymerisation." **Polymer**. 41 : 1239-1249.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

16. ชลาธร จันทร์ทัต และ ชีรวัฒน์ เฉลิมสุขศรี. 2543. การรีไซเคิลของพอลิเอทิลีนเทอร์พทาเลตโดยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง และเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง. โครงการพิเศษภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์. สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
17. D. Hull and T.W. Clyne. 1996. **An Introduction to Composite Materials**. 2nd ed. Cambridge : Cambridge University press.
18. N. Ignjatovic, S. Tomic, M. Dakic, M. Miljkovic, M. Plasic and D. Uskokovic. 1999. "Synthesis and properties of hydroxyapatite/poly-L-lactide composite biomaterials." **Biomaterials**. 20 : 809-816.
19. A. Sinha, A. Ingle, K.R. Munim, S.N. Vaidya, B.P. Sharma and A.N. Bhisey. 2001. "Development of calcium phosphate based bioceramics". **Bullets of Material Science**. 24 : 653-657.
20. ชูศักดิ์ เวชแพศย์ และสมศรี คาวฉาย. ม.ป.ป. โครงการวิจัยและพัฒนาอุปกรณ์ทางชีวภาพทางการแพทย์ สถาบันวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยมหิดล.





ภาคผนวก ก- การคำนวณ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารเคมีสำหรับการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ (HAP)

1. เตรียมกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ความเข้มข้น 85 % โดยปริมาตร

ในสารละลาย 100 มิลลิลิตร มีกรดฟอสฟอริก $85 \times D$ กรัม

ในสารละลาย 1000 มิลลิลิตร มีกรดฟอสฟอริก $85 \times D \times 1000$

$100 \times \text{MW}$ ของ H_3PO_4

$$\text{ความเข้มข้นของกรดฟอสฟอริกเริ่มต้น (M}_1\text{)} = \frac{85 \times 1.695 \times 1000}{100 \times 97.995} = 14.70 \text{ M}$$

และจากสูตร $M_1 V_1 = M_2 V_2$

แต่ V_1 ที่คำนวณได้จะเป็นตัวเลขที่ไม่สามารถปัดได้ จึงต้องเปลี่ยน M_2 จะไม่ใช่ 0.3 M จะมีค่าเบี่ยงเบนไปเล็กน้อย และจากตรงนี้ก็นำไปเทียบหาปริมาณแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ต้องการใช้

2. แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)_2) จะใช้ในอัตราส่วน

แคลเซียมไฮดรอกไซด์ : กรดฟอสฟอริก

5 : 3

เนื่องจากไฮดรอกซีแอปพาไทต์มีสูตรทางเคมีเป็น $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ มีอัตราส่วน Ca : P เป็น 5 : 3 หรือ 1.67 : 1

ดังนั้นแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการใช้เท่ากับ $M_2 \times \frac{5}{3} \times \text{MW}$ ของ Ca(OH)_2 กรัม/ลิตร

แต่เนื่องจากการทดลองใช้กรดฟอสฟอริกปริมาตร 250 มิลลิลิตร

$$\begin{aligned} \text{จำนวนกรัมแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการใช้} &= M_2 \times \frac{5}{3} \times \text{MW} \text{ ของ } \text{Ca(OH)}_2 \times \frac{1000}{250} \\ &= 9.0766 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

หมายเหตุ	D	= ความหนาแน่นของกรดฟอสฟอริก (1.695 กรัม/มิลลิลิตร)
	MW ของ H_3PO_4	= น้ำหนักโมเลกุลของกรดฟอสฟอริก (97.995)
	MW ของ Ca(OH)_2	= น้ำหนักโมเลกุลของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (74.092)
	M_1 และ V_1	= ความเข้มข้นและปริมาตรของกรดฟอสฟอริกเริ่มต้น
	M_2 และ V_2	= ความเข้มข้นและปริมาตรของกรดฟอสฟอริกสุดท้าย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารเคมีสำหรับการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต (CS)

1. เตรียมเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ความเข้มข้น 0.03 โมล ต่อ สารละลายเอทานอล 300 มิลลิลิตร
 ในสารละลาย 300 มิลลิลิตร จะมีเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต 0.03 โมล
 น้ำหนักโมเลกุลของเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต เท่ากับ 208.33
 ดังนั้น จำนวนเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ที่ต้องการใช้ = 0.03×208.328 กรัม
 = 6.2451 กรัม

2. เตรียมแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.03 โมล ต่อ สารละลายเอทานอล 300 มิลลิลิตร
 เนื่องจากแคลเซียมซิลิเกตมีสูตรทางเคมีเป็น CaSiO_3 มีอัตราส่วน Ca : Si เป็น 1 : 1
 ดังนั้น เมื่อใช้เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต 0.03 โมล จึงต้องใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์ 0.03 โมล เพื่อให้สารเกิดปฏิกิริยาพอดี
 ในสารละลาย 300 มิลลิลิตร จะมีแคลเซียมไฮดรอกไซด์ 0.03 โมล
 น้ำหนักโมเลกุลของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับ 236.145
 ดังนั้น จำนวนแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการใช้ = 0.03×236.145 กรัม
 = 7.0844 กรัม

3. เตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.03 M จำนวน 150 มิลลิลิตร
 น้ำหนักโมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับ 40

$$\text{และจากสูตร} \quad g = \frac{M_1 \cdot V_1}{\text{MW ของ NaOH}} = \frac{1000}{1000}$$

เมื่อ M_1 และ V_1 = ความเข้มข้นและปริมาตรของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการ
 ใช้ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.03 M และ 150 มิลลิลิตร ตามลำดับ และ MW ของ NaOH คือ
 น้ำหนักโมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งเท่ากับ 40 จากตรงนี้ก็นำไปเทียบหา
 โซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการใช้
 ดังนั้น จำนวนโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการใช้ = $0.03 \times 150 \times 40 = 2$ กรัม

การเตรียมสารเคมีสำหรับการสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทเรพทาเลต (C-PET)

1. ไดบิวทิลทินออกไซด์ (Dibutyltinoxide) ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้อัตราส่วน 3 % โมลของพอลิเมอร์ต่อ Repeating unit

$$C = 120$$

$$O = 64$$

$$H = 8$$

Repeating unit ของ พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต Total = 192

ในการทดลองใช้ PET จำนวน 5 กรัม

ดังนั้น จำนวนโมลของ PET ที่ใช้คือ $\frac{5 \text{ กรัม}}{192 \text{ โมลโมเลกุล}} = 0.0260 \text{ mol}$

จำนวนกรัมของไดบิวทิลทินออกไซด์ ที่ต้องการใช้ $= \frac{3}{100} \times \text{mol ของ PET} \times M_{w_{cat}}$

2. ออโร-ไดคลอโรเบนซีน ใช้เป็นตัวทำละลาย โดยใช้ในอัตราส่วน

PET : ออโร-ไดคลอโรเบนซีน
1 กรัม : 40 มิลลิลิตร

สำหรับการทดลองนี้ใช้ PET จำนวน 5 กรัม ดังนั้นจึงใช้ออโร-ไดคลอโรเบนซีน ปริมาตร 200 มิลลิลิตร

หมายเหตุ $M_{w_{cat}} =$ น้ำหนักโมเลกุลของไดบิวทิลทินออกไซด์ (248.92)

การคำนวณอัตราส่วนโมล Ca/P

- Ca จะอยู่ในรูปของสารประกอบ CaO ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ

$$40.078 + 15.9990 = 56.0770$$

- P จะอยู่ในรูปของสารประกอบ P₂O₅ ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ

$$(30.974 \times 2) + (15.999 \times 5) = 141.94$$

นำค่า%โดยน้ำหนักของ CaO และ P₂O₅ ที่ได้จากเครื่อง XRF มาคำนวณ

โดย CaO 56.077 กรัม มี Ca 1 โมล

ถ้า CaO a กรัม มี Ca $\frac{1}{56.077} \times a = A$ โมล

โดย P₂O₅ 141.94 กรัม มี P 2 โมล

ถ้า P₂O₅ b กรัม มี P $\frac{2}{141.94} \times b = B$ โมล

เพราะฉะนั้น $\text{Ca/P} = \frac{A}{B}$ โมล

ตัวอย่างการคำนวณ

สำหรับไฮดรอกซีแอปาทิตที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีที่ 1

โดย CaO 56.077 กรัม มี Ca 1 โมล

ถ้า CaO 48.9 กรัม มี Ca $\frac{1}{56.077} \times 48.9 = 0.872$ โมล

โดย P₂O₅ 141.94 กรัม มี P 2 โมล

ถ้า P₂O₅ 51.0 กรัม มี P $\frac{2}{141.94} \times 51.0 = 0.718$ โมล

เพราะฉะนั้น $\text{Ca/P} = \frac{0.872}{0.718}$

$= 1.21$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณอัตราส่วนโมล Ca/Si

- Ca จะอยู่ในรูปของสารประกอบ CaO ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ

$$40.078 + 15.9990 = 56.0770$$

- P จะอยู่ในรูปของสารประกอบ SiO_2 ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ

$$28.086 + (15.999 \times 2) = 60.084$$

นำค่า%โดยน้ำหนักของ CaO และ SiO_2 ที่ได้จากเครื่อง XRF มาคำนวณ

โดย CaO 56.077 กรัม มี Ca 1 โมล

ถ้า CaO a กรัม มี Ca $\frac{1}{56.077} \times a = A$ โมล

โดย SiO_2 60.084 กรัม มี Si 1 โมล

ถ้า SiO_2 b กรัม มี Si $\frac{1}{60.084} \times b = B$ โมล

$$\text{เพราะฉะนั้น } \text{Ca/Si} = A/B \text{ โมล}$$

ตัวอย่างการคำนวณ

สำหรับไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้ตัวอย่างที่ 1

โดย CaO 56.077 กรัม มี Ca 1 โมล

ถ้า CaO 51.0 กรัม มี Ca $\frac{1}{56.077} \times 51.0 = 0.909$ โมล

โดย SiO_2 60.084 กรัม มี Si 1 โมล

ถ้า SiO_2 48.8 กรัม มี Si $\frac{1}{60.084} \times 48.8 = 0.812$ โมล

$$\text{เพราะฉะนั้น } \text{Ca/Si} = 0.909/0.812$$

$$= 1.12$$

การเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PET และ CS/PET

1. การเตรียมอัตราส่วนเซรามิกส์

กำหนดให้ น้ำหนักวัสดุประกอบรวมโดยประมาณเท่ากับ 1 กรัม

อัตราส่วนของเซรามิกส์ เท่ากับ X

ดังนั้น น้ำหนักเซรามิกส์ที่ต้องการใช้ เท่ากับ $X \times 1 = Y$ กรัม
100

2. การเตรียมอัตราส่วนพอลิเมอร์

กำหนดให้ น้ำหนักวัสดุประกอบรวมโดยประมาณเท่ากับ 1 กรัม

อัตราส่วนของเซรามิกส์ เท่ากับ X

ดังนั้น อัตราส่วนของพอลิเมอร์ เท่ากับ $100 - X$

เพราะฉะนั้น น้ำหนักพอลิเมอร์ที่ต้องการใช้ เท่ากับ $(100 - X) \times 1 = Z$ กรัม
100

3. การเตรียมไดบิวทิลทินออกไซด์ (Dibutyltinoxide) ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้อัตราส่วน 3 % โมล ของพอลิเมอร์ ต่อ Repeating unit

- น้ำหนักต่อ Repeating unit ของ พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต เท่ากับ 192

ในการทดลองใช้ PET จำนวน Z กรัม

$$\text{ดังนั้น จำนวนโมลของ PET ที่ใช้คือ} \frac{\text{กรัม}}{\text{มวลโมเลกุล}} = \frac{Z}{192} = A \text{ mol}$$

$$\text{จำนวนกรัมของไดบิวทิลทินออกไซด์ ที่ต้องการใช้} = \frac{3}{100} \times \text{mol ของ PET} \times M_{w_{\text{cat}}} = B \text{ กรัม}$$

หมายเหตุ $M_{w_{\text{cat}}} = \text{น้ำหนักโมเลกุลของไดบิวทิลทินออกไซด์} (248.92)$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่างการคำนวณ

สำหรับวัสดุประกอบ HAp/PET อัตราส่วน 60 : 40

กำหนดให้ น้ำหนักวัสดุประกอบรวมโดยประมาณเท่ากับ 1 กรัม

1. การเตรียมอัตราส่วนเซรามิกส์

$$\begin{array}{l} \text{อัตราส่วนของเซรามิกส์ เท่ากับ } 60 \\ \text{ดังนั้น} \quad \text{น้ำหนักเซรามิกส์ที่ต้องการใช้ เท่ากับ } \frac{60}{100} \times 1 = 0.6 \text{ กรัม} \end{array}$$

2. การเตรียมอัตราส่วนพอลิเมอร์

$$\begin{array}{l} \text{อัตราส่วนของพอลิเมอร์ เท่ากับ } 100 - 60 \\ \text{ดังนั้น} \quad \text{น้ำหนักพอลิเมอร์ที่ต้องการใช้ เท่ากับ } \frac{(100 - 60)}{100} \times 1 = 0.4 \text{ กรัม} \end{array}$$

3. การเตรียมไดบิวทิลทินออกไซด์ (Dibutyltinoxide) ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้อัตราส่วน 3 % โมล ของพอลิเมอร์ ต่อ Repeating unit

- น้ำหนักต่อ Repeating unit ของ พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต เท่ากับ 192

ในการทดลองใช้ PET จำนวน Z กรัม

$$\begin{array}{l} \text{ดังนั้น} \quad \text{จำนวนโมลของ PET ที่ใช้คือ } \frac{\text{กรัม}}{\text{มวลโมเลกุล}} = \frac{0.4}{192} = 0.0021 \text{ mol} \end{array}$$

$$\begin{array}{l} \text{จำนวนกรัมของไดบิวทิลทินออกไซด์ ที่ต้องการใช้} = \frac{3}{100} \times 0.0021 \times 248.92 \\ = 0.0156 \text{ กรัม} \end{array}$$

การคำนวณค่าความแข็งแรงกด (Compressive Strength)

ค่าความแข็งแรงกด (Compressive Strength) เป็นการวัดสมบัติเชิงกลอย่างหนึ่ง โดยใช้แรงกดลงบนชิ้นงานที่มีพื้นที่หน้าตัดที่มีผิวเรียบและสามารถคำนวณพื้นที่หน้าตัดได้ จนชิ้นงานเสียหาย นำค่าแรงกดสูงสุดมาคำนวณค่าความแข็งแรงกด (Compressive Strength) ได้ดังนี้

กำหนดให้ ค่าแรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานเสียหาย เท่ากับ F (N)
พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน เท่ากับ A (mm^2)

โดยชิ้นงานที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีพื้นที่หน้าตัดเป็นรูปวงกลม

$$\text{ดังนั้น } A = \frac{22}{7} \times \frac{D^2}{4} \text{ mm}^2$$

เมื่อ D = เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานที่ต้องการทดสอบ (mm)
ค่าความแข็งแรงกดที่คำนวณได้ เท่ากับ F/A (N/mm^2) หรือ (MPa)

ตัวอย่างการคำนวณ

สำหรับชิ้นงานไฮดรอกซ์เอปอไทด์ที่เตรียมได้

ค่าแรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานเสียหาย เท่ากับ 1029.5

โดยชิ้นงานที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีพื้นที่หน้าตัดเป็นรูปวงกลม

$$A = \frac{22}{7} \times \frac{13.0^2}{4} = 132.79 \text{ mm}^2$$

เมื่อ D = เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานที่ต้องการทดสอบ เท่ากับ 13.0 mm
ดังนั้น พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน เท่ากับ 132.79 mm^2

$$\begin{aligned} \text{เพราะฉะนั้น ค่าความแข็งแรงกดที่คำนวณได้} & \text{ เท่ากับ } 1029.5/132.79 \\ & = 7.75 \text{ N/mm}^2 \\ & = 7.75 \text{ MPa} \end{aligned}$$



ภาคผนวก ข รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์จากฐานข้อมูล JCPDS
(Joint Committee Powder Diffraction Standard)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 74-565		Radiation = 1.540598		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	6	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	4
a = 9.42400		25.357	2	2	0	1	83.391	4	4	3	3
Dx = 3.153		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		28.921	16	2	1	0	84.953	<1	4	0	5
l/cor = 1.06		31.766	100	2	1	1	85.443	2	5	2	3
ICSD COLLECTION CODE : 025204		32.195	52	1	1	2	*85.443	2	1	0	6
TEMPERATURE FACTOR : ATF		32.897	61	3	0	0	85.781	1	2	6	0
SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Holy Springs, GA, USA.		34.063	21	2	0	2	87.338	2	5	1	4
ADDITIONAL PATTERN : See PDF 9-432.		35.455	4	3	0	1	87.493	4	4	4	2
		38.168	<1	2	2	0	*87.493	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					
		45.329	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					
		56.317	<1	5	0	0					
		57.133	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					
		59.924	4	2	4	0					
		60.404	3	3	3	1					
		61.571	3	2	4	1					
		61.703	5	1	2	4					
		62.991	8	5	0	2					
		63.404	2	5	1	0					
		63.998	6	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					
*Calculated from ICSD using POWD-12** (1997) primary reference.		68.985	<1	6	0	0					
		69.193	<1	1	0	5					
*Acta Crystallogr., Sec. B, volume 25, page 1534, (1969) : Sudarsanan, K., Young, R.A.		69.673	2	5	1	2					
		70.074	<1	4	3	0					
		70.516	<1	6	0	1					
		70.799	<1	5	0	3					
		71.361	<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					
		74.011	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 ข - 1 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีแอปาทิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 27-88		Radiation = 1.540598		Quality : Calculated		
Ca Si O ₃		2th	l	h	k	l
Wollastonite-2M / Calcium Silicate		11.514	10	2	0	0
		16.254	2	-2	0	1
		18.777	2	1	1	1
		20.300	6	-2	1	1
		21.162	3	3	1	0
		23.150	18	4	0	0
		23.823	8	-3	1	1
		25.303	23	0	0	2
		26.189	5	4	1	0
		26.848	29	-2	0	2
		27.473	2	4	0	1
		27.814	3	-1	2	1
		28.236	11	-1	1	2
		28.871	22	2	0	2
		29.535	9	-2	1	2
		29.992	100	3	2	0
		31.566	3	-5	1	0
		31.972	6	-3	2	1
		32.853	5	-4	0	2
		35.023	5	6	0	0
		35.136	5	5	1	1
		35.452	3	-1	2	2
		36.267	15	1	2	2
		38.218	9	-5	2	0
		38.354	8	0	0	3
		39.507	7	6	0	1
		39.064	11	-2	0	3
		40.721	3	3	2	2
		41.305	16	5	2	1
		41.604	3	-6	0	2
		44.740	5	-5	2	2
		45.724	4	6	0	2
		47.314	2	8	0	0
		48.009	2	5	2	2
		48.330	4	7	2	0
		49.054	4	-7	2	1
		49.786	15	0	4	0
		50.149	3	-4	3	2
		50.399	2	8	0	1
		50.825	4	3	2	3
		51.952	6	0	0	4
		52.214	4	-2	0	4
		53.072	10	-5	2	3
		53.282	10	-7	2	2
		56.653	3	0	4	2
		57.318	6	7	2	2
		57.460	8	-2	4	2
		58.591	2	2	4	2
		59.519	2	-3	2	4
		60.099	2	-9	2	1
		60.211	3	10	0	0
		60.498	2	-7	2	3
		60.939	2	4	4	2
		62.320	-2	6	4	0
		62.766	5	3	2	4
		63.064	3	4	4	2
		63.566	2	-9	2	2
		63.751	4	-10	0	2
		65.033	2	-2	4	3
		68.928	4	10	0	2
Lattice : Monoclinic		Mol. weight = 116.16				
S.G. : P21/a (14)		Volume [CD] = 794.34				
a = 15.42600		Dx = 2.914				
b = 7.32000		Beta = 95.40		Dm = 2.922		
c = 7.06600						
a/b = 2.10738		Z = 12				
c/b = 0.96530						
SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Sky Blue Hill, Crestmore, CA, USA.						
GENERAL COMMENTS : Same as parawollastonite.						
OPTICAL DATA : A=1.618, B=1.628, Q=1.631, Sign=-, 2V=57 deg.(calc.)						
COLOR : White						
*ICDD Grant-in-Aid, (1974) primary reference: Smith et al., Penn State Univ. University Park, PA, USA						
*Z. Kristallogr., volume 127, page 291, (1968) unit cell data: Trojer, F						
*Rock Forming Minerals, volume 2, page 170, (1963) optical data: Deer, W., Howie, R., Zussman, J						
Radiation : CuKα1		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54056		d-sp : Calculated spacings				
SS/FOM : F30=129(0.0027.85)						

รูปที่ ข - 2 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมซิลิเกต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

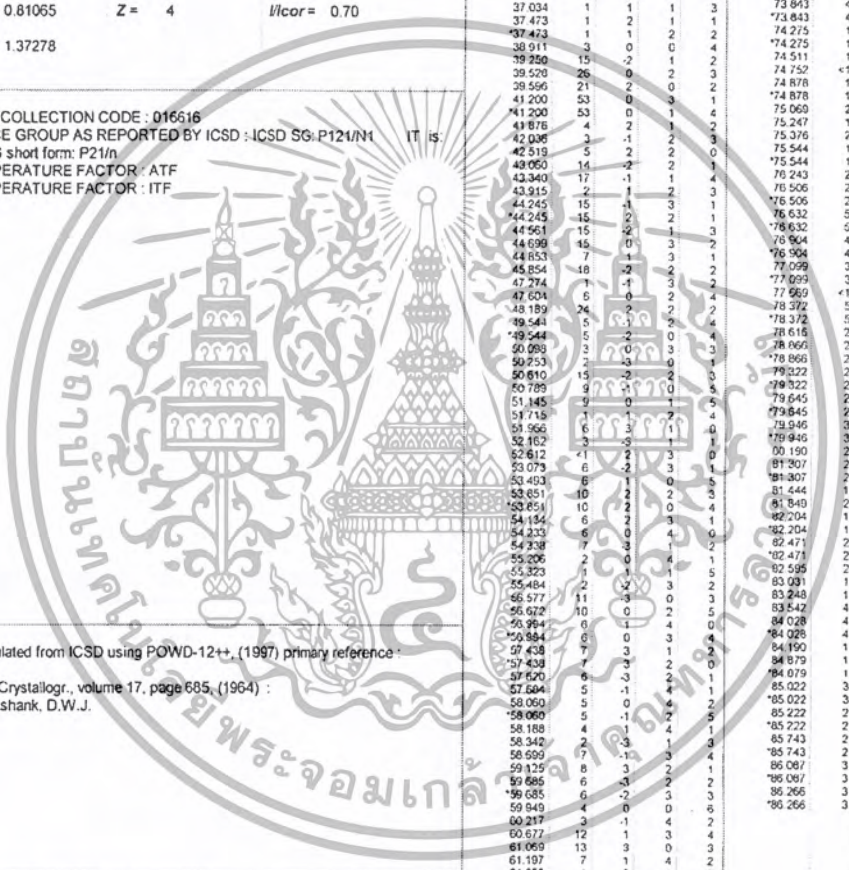
Pattern : 72-1130

Radiation = 1.540598

Quality : Calculated

Ca ₂ SiO ₄		2th					l					h					k					l																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
Calcium Silicate		16.227	<1	0	1	1	66.615	3	0	2	6	67.269	4	-2	0	1	67.460	4	3	3	3	67.698	3	3	2	3	67.698	3	-1	2	6	68.671	6	4	0	0	68.827	5	1	3	5	68.827	5	-3	2	4	69.175	4	2	3	4	69.175	4	2	4	2	69.434	6	-3	0	5	70.311	1	4	1	0	70.311	1	0	5	1	70.441	1	1	2	6	70.698	1	3	3	2	71.157	4	-2	4	3	72.003	1	4	1	4	72.003	1	1	4	4	72.490	4	-1	5	1	72.723	5	-2	3	5	72.723	5	2	0	6	72.824	3	0	5	2	72.824	3	0	1	7	72.938	3	1	5	1	73.588	4	-2	2	6	73.843	4	4	0	2	73.843	4	2	4	3	74.275	1	3	2	4	74.275	1	2	1	6	74.511	1	0	3	6	74.511	1	-1	5	2	74.752	1	-4	2	1	74.878	1	4	2	0	74.878	1	4	2	0	75.060	2	-4	1	3	75.247	1	1	0	7	75.376	2	4	1	2	75.544	1	-1	3	6	75.544	1	1	5	2	76.243	2	0	4	6	76.506	2	-4	2	2	76.506	2	-2	4	4	76.506	2	-2	3	4	76.632	5	4	2	1	76.632	5	4	2	1	76.804	4	0	4	0	76.804	4	0	5	3	77.099	3	3	4	1	77.099	3	2	3	5	77.569	4	3	1	5	77.569	4	3	1	5	78.372	5	-4	0	4	78.616	2	-1	5	3	78.616	2	-3	4	2	78.660	2	-3	4	2	78.660	2	2	2	6	79.022	2	-2	5	1	79.022	2	-3	1	6	79.322	2	-3	1	6	79.645	2	-4	2	3	79.645	2	-1	4	5	79.946	3	4	2	2	79.946	3	4	2	2	80.150	2	2	5	1	81.307	2	-2	5	2	81.307	2	1	2	7	81.444	1	3	4	2	81.840	2	3	3	4	82.204	1	3	2	5	82.204	1	-3	4	3	82.471	2	-4	3	1	82.471	2	4	3	0	82.595	2	2	4	5	82.595	2	2	5	4	83.091	1	2	5	2	83.248	1	-3	3	5	83.542	4	0	0	8	84.028	4	-4	3	2	84.028	4	-1	5	4	84.190	1	4	3	1	84.879	1	4	3	3	84.879	1	-2	5	3	85.022	3	0	3	7	85.022	3	0	1	8	85.222	2	2	1	7	85.222	2	4	0	4	85.743	2	1	5	4	85.743	2	-1	3	7	86.087	3	3	4	3	86.087	3	-1	4	6	86.266	3	0	6	0	86.266	3	-4	1	5

<p>Lattice : Monoclinic</p> <p>S.G. : P21/n (14)</p> <p>a = 5.48000</p> <p>b = 6.76000</p> <p>c = 9.28000</p> <p>a/b = 0.81065</p> <p>c/b = 1.37278</p>	<p>Mol. weight = 172.24</p> <p>Volume [CD] = 342.69</p> <p>Dx = 3.338</p> <p>Beta = 94.55</p> <p>Z = 4</p> <p>l/orc = 0.70</p>
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p>ICSD COLLECTION CODE : 016616</p> <p>SPACE GROUP AS REPORTED BY ICSD : ICSD SG: P21/N1</p> <p>14 SG short form: P21/n</p> <p>TEMPERATURE FACTOR : ATF</p> <p>TEMPERATURE FACTOR : ITF</p>	<p>IT is:</p> 
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------------

<p>*Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997) primary reference</p> <p>*Acta Crystallogr., volume 17, page 685, (1964) : Cruickshank, D.W.J.</p>	<p>Radiation : CuKα1</p> <p>Lambda : 1.54060</p>	<p>Filter : Not specified</p> <p>d-sp : Calculated spacings</p>
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------

รูปที่ ข-3 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมซิลิเกต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 'ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้'

Pattern : 72-1396

Radiation = 1.540598

Quality : Calculated


Ca ₃ (Si ₃ O ₉)		2th	l	h	k	i	2th	l	h	k	i
		10.138	15	0	1	0	50.477	1	-1	3	2
		13.676	4	0	0	1	50.003	3	2	5	0
		14.637	3	1	1	0	51.037	6	0	-1	2
		16.857	11	0	-1	1	51.296	6	2	5	1
		17.246	2	0	1	1	51.296	6	2	5	1
		17.430	6	1	0	1	52.096	6	-1	-5	1
		17.787	40	1	1	1	52.163	6	-1	-4	1
		20.356	2	0	2	0	52.163	6	0	-3	3
		20.702	19	1	2	0	52.651	6	3	2	3
		22.150	1	-1	-1	1	52.742	4	3	4	2
		22.150	1	-1	0	1	53.461	6	0	3	3
		22.370	8	1	-1	1	54.529	4	2	-3	2
		23.208	2	0	2	1	54.072	7	3	0	3
		24.330	11	0	-2	1	54.072	7	0	-5	1
		24.878	8	0	2	1	54.156	8	-2	3	1
		25.482	3	-1	-2	1	54.156	8	-3	1	1
		26.482	3	-1	1	1	54.529	13	3	-2	1
		27.596	3	0	0	2	54.529	13	2	-4	1
		27.596	3	0	0	2	54.616	13	-2	-5	1
		27.090	29	1	0	2	54.616	13	-2	2	2
		28.340	41	1	1	2	54.807	7	-3	-4	1
		29.101	75	2	0	0	54.807	7	0	-5	1
		29.101	75	2	0	1	55.010	1	-1	2	3
		29.194	88	0	-1	2	55.266	7	3	3	3
		29.519	15	2	2	0	55.585	2	-3	2	0
		29.658	24	0	1	2	55.585	2	4	1	1
		29.791	57	2	2	1	55.718	4	2	5	2
		30.211	9	1	-2	1	56.042	4	3	4	3
		30.742	100	0	3	0	56.233	2	4	3	1
		31.268	8	1	3	0	56.233	2	3	5	1
		31.259	8	1	-1	2	56.468	2	1	4	3
		32.217	10	1	-2	2	56.693	2	-3	-1	2
		33.674	21	-2	1	1	56.740	2	-3	-2	2
		33.674	21	-1	-2	1	56.877	6	3	5	0
		34.058	58	2	1	2	56.877	9	0	0	4
		34.088	58	0	-2	2	56.980	8	4	2	2
		34.203	35	-1	0	2	56.980	8	1	-1	4
		34.758	22	2	3	0	57.183	6	2	1	4
		34.899	21	0	2	2	57.335	3	-2	3	2
		35.143	15	-2	0	1	57.431	2	4	1	0
		35.329	14	2	-2	1	57.673	2	0	-1	4
		35.329	14	2	-2	1	57.673	2	0	0	3
		36.022	1	2	2	2	57.852	3	2	0	4
		37.069	7	1	-2	2	57.986	10	3	-1	3
		37.371	15	1	-2	2	58.096	10	1	2	4
		37.371	15	1	-2	2	58.211	5	0	1	4
		38.675	4	1	3	2	58.488	2	4	0	1
		38.967	5	1	4	0	58.850	3	2	2	4
		39.351	14	2	-1	2	58.850	3	-1	-5	2
		39.431	11	1	-2	1	58.752	2	-3	0	2
		39.606	5	-2	3	1	58.900	1	-3	-3	2
		40.000	5	1	4	1	58.900	1	3	-4	2
		40.796	7	1	1	1	59.350	3	2	0	4
		40.951	11	1	0	3	59.588	10	0	-5	2
		41.057	16	2	-2	1	59.588	10	-2	4	0
		41.209	7	1	7	3	59.702	5	4	0	0
		41.393	4	0	4	0	59.890	2	3	4	3
		41.883	12	0	0	3	60.922	1	1	-5	1
		41.883	12	3	1	0	60.922	1	1	-5	1
		42.112	11	0	3	0	61.222	5	4	0	0
		42.112	11	0	3	0	61.535	2	-1	-4	3
		42.260	8	0	3	2	61.535	2	0	-2	4
		42.403	4	-1	-4	1	60.799	2	2	6	0
		42.403	4	-1	-4	1	60.902	2	-2	1	3
		42.552	3	1	3	1	60.902	2	0	5	2
		42.552	3	1	3	1	61.265	2	-3	-5	1
		42.928	11	0	-1	3	61.265	2	4	4	0
		43.015	10	-1	2	2	61.467	1	-1	3	3
		43.427	1	0	1	3	61.597	2	0	2	4
		43.529	23	-2	-1	2	61.683	1	1	6	1
		44.053	13	1	2	3	61.897	1	4	4	2
		44.278	2	1	2	3	61.897	1	-2	-5	2
		44.278	2	3	0	0	62.094	1	-4	-2	1
		44.513	3	2	1	3	62.094	1	2	3	4
		44.513	3	3	1	2	62.451	5	1	3	4
		44.853	2	3	2	2	62.451	5	-1	-1	4
		44.933	2	3	3	0	62.687	5	-1	0	4
		45.226	15	-2	0	2	62.687	5	-1	-6	1
		45.226	15	1	-3	2	62.824	5	-3	1	2
		45.366	9	0	0	3	62.824	5	2	-4	2
		45.555	6	-2	2	2	63.267	3	-4	-3	1
		45.045	1	-2	2	1	63.267	3	4	-1	1
		46.129	1	2	2	3	63.377	3	3	2	4
		46.421	4	-2	-4	1	63.377	3	4	1	3
		46.499	5	0	-2	3	63.522	2	-2	4	1
		46.644	8	3	0	2	63.522	2	-3	3	0
		46.832	9	1	4	2	63.708	1			
		47.436	8	0	2	3					
		47.436	8	2	4	2					
		47.533	7	-3	-1	1					
		47.553	10	-3	-1	1					
		47.653	10	-1	-1	3					
		47.833	6	-1	0	3					
		47.983	3	1	-2	3					
		48.662	2	2	-1	3					
		48.662	2	-1	4	0					
		48.903	4	-2	-3	2					
		48.903	4	-2	1	2					
		49.991	3	-3	1	0					
		49.273	1	3	4	1					
		49.273	1	1	5	0					
		48.462	2	1	3	3					
		48.462	2	1	-4	1					
		49.644	6	2	-3	1					
		49.841	29	2	3	0					
		49.841	29	0	4	2					
		49.999	18	3	4	0					
		50.102	7	2	3	3					
		50.359	2	-1	1	3					

Lattice : Anorthic (triclinic)	Mol. weight = 348.49
S.G. : P-1 (2)	Volume [CD] = 377.74
a = 6.69500	Alpha = 86.63
b = 9.25700	Beta = 75.13
c = 6.66600	Gamma = 70.40
a/b = 0.72324	Z = 2
c/b = 0.72010	l/cor = 0.72

Radiation : CuKa1	Filter : Not specified
Lambda : 1.54060	d-sp : Calculated spacings

รูปที่ ข -4 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอกซ์ของแคลเซียมซิลิเกต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

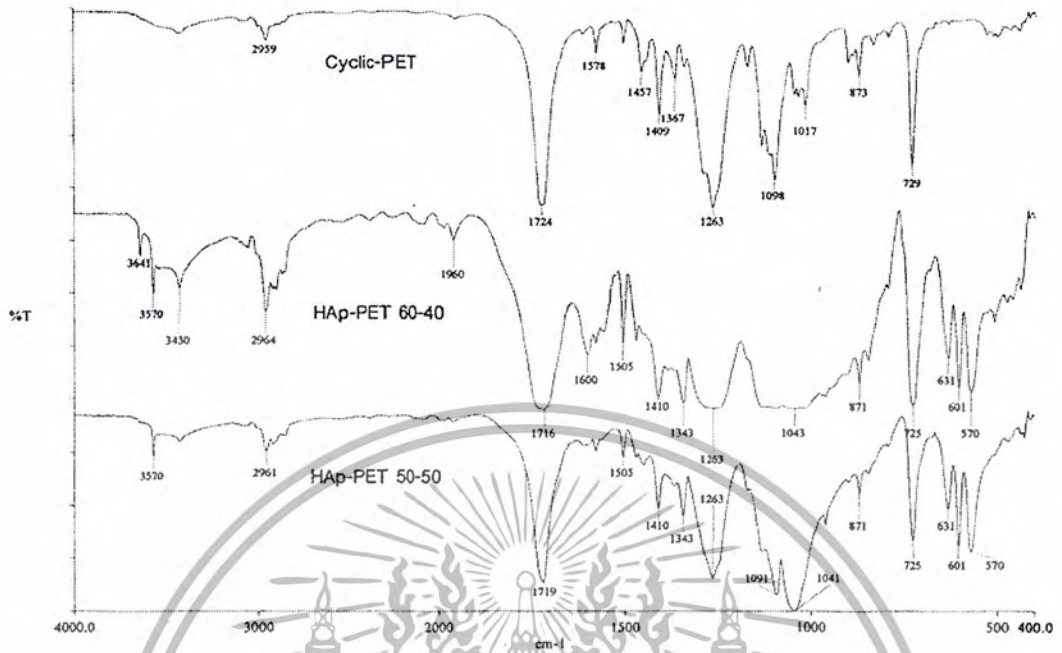
Pattern : 83-578		Radiation = 1.540598		Quality : Calculated		
Ca (CO ₃)		2th	l	h	k	l
Calcite / Calcium Carbonate		23.060	10	0	1	2
		29.410	100	1	0	4
		31.451	2	0	0	6
		35.976	14	1	1	0
		39.418	18	1	1	3
		43.167	15	2	0	2
		47.126	6	0	2	4
		47.527	19	0	1	8
		48.520	19	1	1	6
		56.573	3	2	1	1
		57.410	9	1	2	2
		58.107	1	1	0	10
		60.682	5	2	1	4
		61.020	2	2	0	8
		61.398	2	1	1	9
		63.068	2	1	2	5
		64.673	6	3	0	0
		65.647	3	0	0	12
		69.207	1	2	1	7
		70.269	2	0	2	10
		72.916	3	1	2	8
		73.687	1	3	0	6
		76.287	1	2	2	0
		77.196	2	1	1	12
		78.444	<1	2	2	3
		80.247	<1	1	3	1
		80.958	1	3	1	2
		81.555	2	2	1	10
		82.151	<1	0	1	14
		83.789	4	1	3	4
		84.828	2	2	2	6
		85.902	<1	3	1	5
		86.494	<1	1	2	11
Lattice : Rhombohedral S.G. : R-3c (167) a = 4.98870 c = 17.05290 Z = 6 Mol. weight = 100.09 Volume [CD] = 367.54 Dx = 2.713 Vcor = 3.21		ICSD COLLECTION CODE : 079674 TEMPERATURE FACTOR : ATF REMARKS FROM ICSD : REM K Refinement by the 'Background Peak Background' method.				
*Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997) primary reference : *Z. Kristallogr., volume 185, page 300, (1989) : Wartchow, R.						
Radiation : CuKα1 Lambda : 1.54060		Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings				

รูปที่ ข-5 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคาร์บอเนต

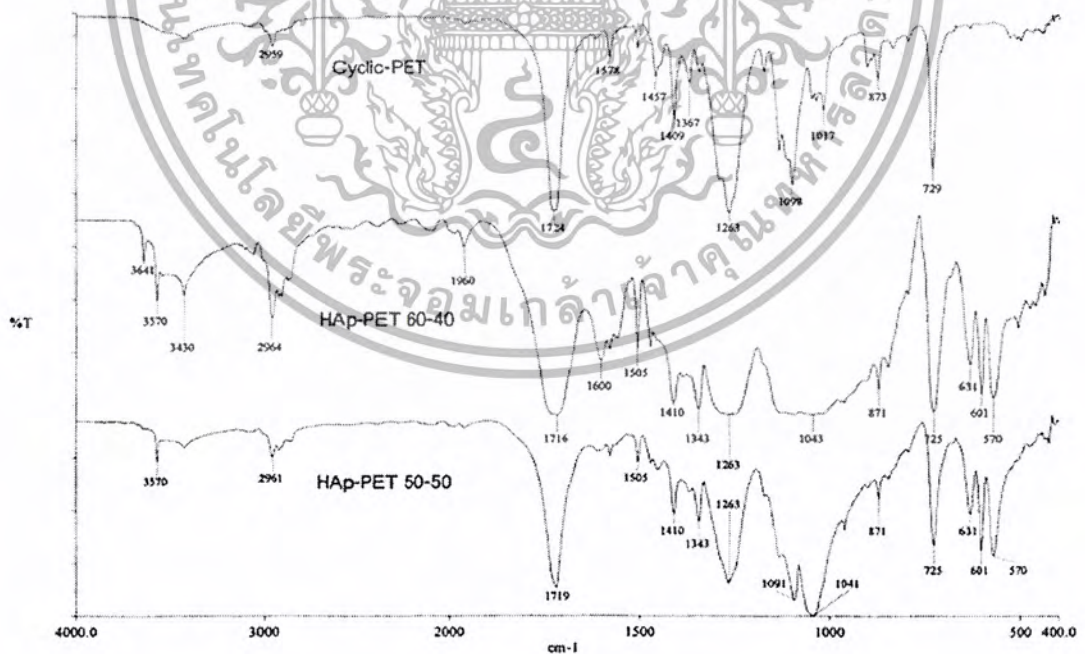
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

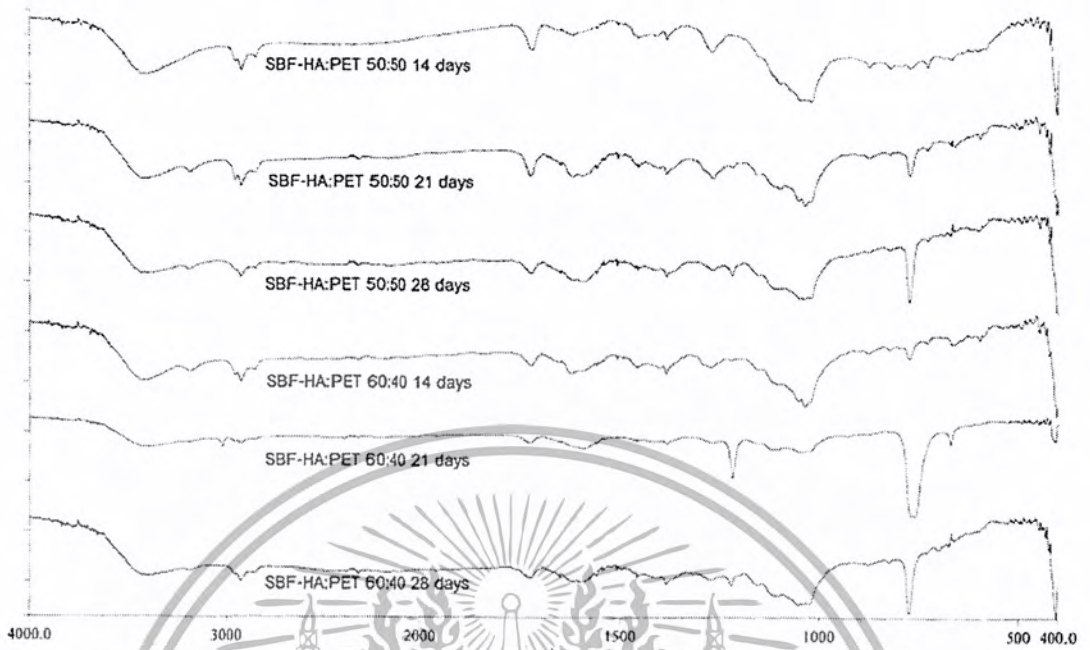


รูปที่ ค - 1 อินฟราเรดสเปกตรัมของ C-PET, HAp/PET 60:40 และ HAp/PET 50:50

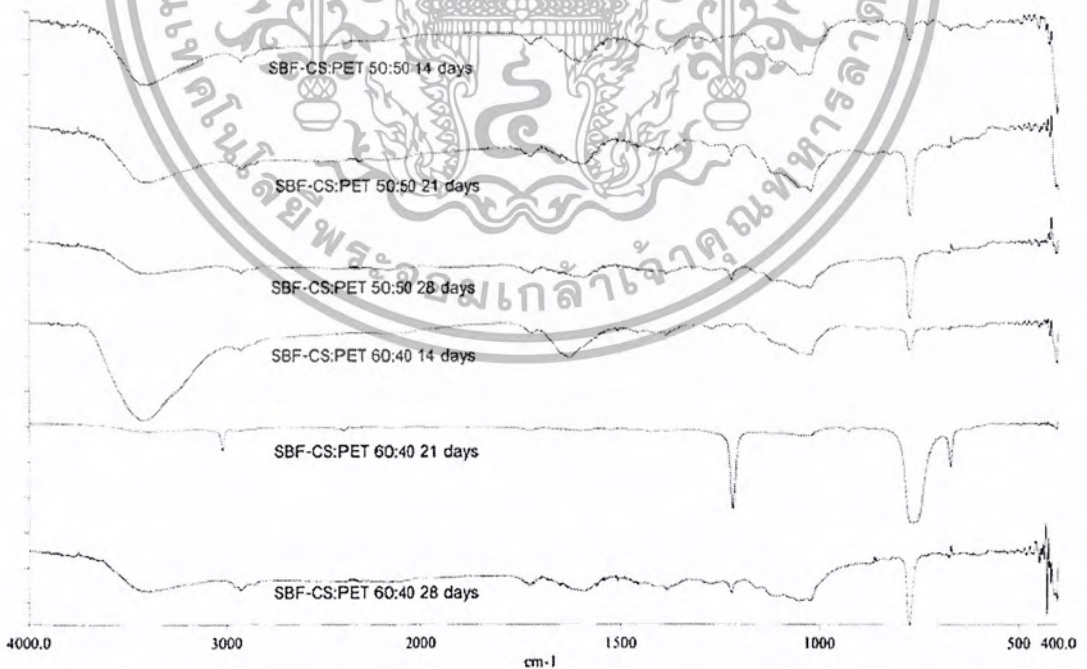


รูปที่ ค - 2 อินฟราเรดสเปกตรัมของ C-PET, CS/PET 60:40 และ CS/PET 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค - 3 อินฟราเรดสเปกตรัมของ สารที่สกัดได้จากสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ HAp/PET 60:40 และ HAp/PET 50:50 เป็นเวลา 7, 14, 21 และ 28 วัน



รูปที่ ค - 4 อินฟราเรดสเปกตรัมของ สารที่สกัดได้จากสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ CS/PET 60:40 และ CS/PET 50:50 เป็นเวลา 7, 14, 21 และ 28 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

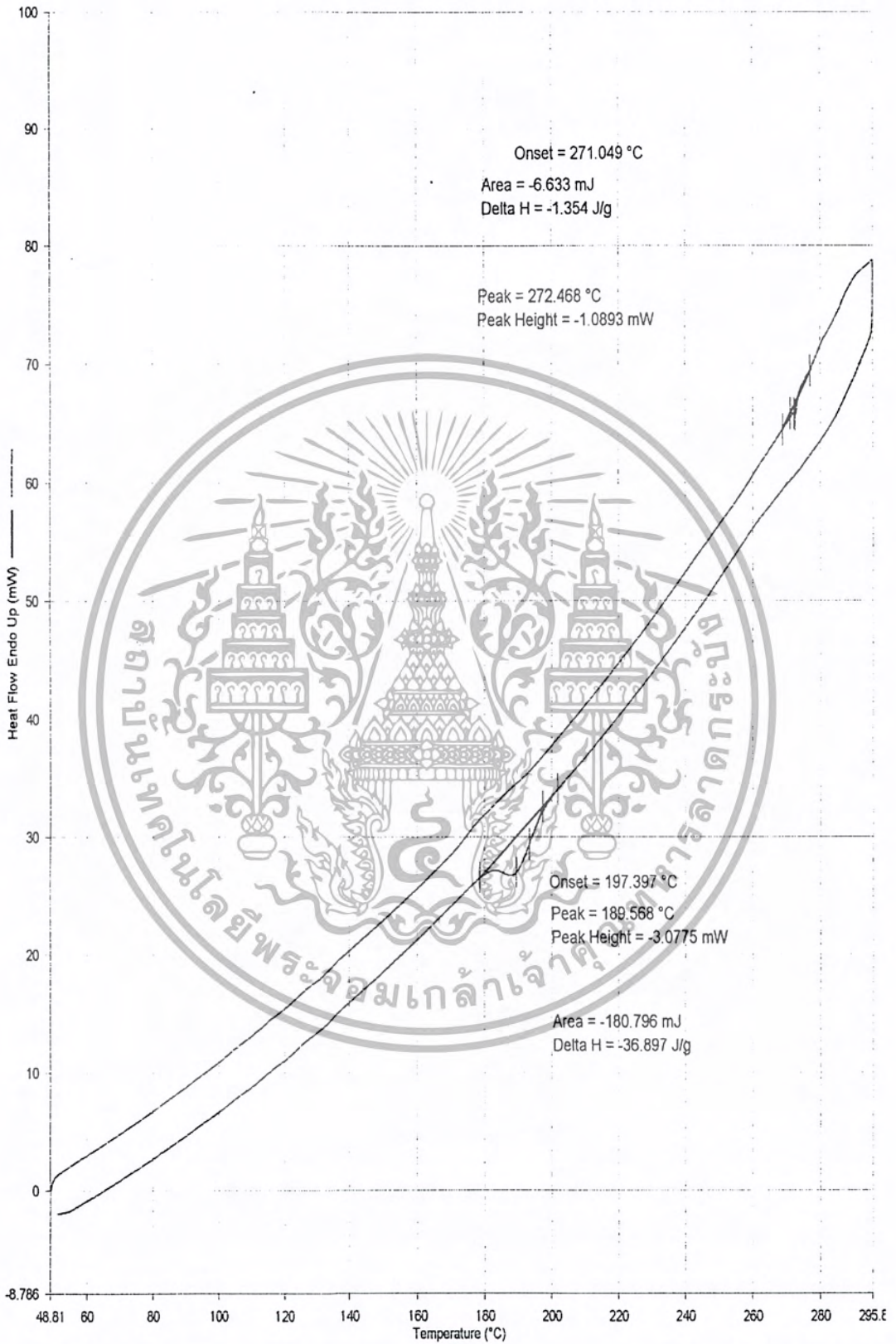


รูปที่ ง - 1 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกตรัมของ Cyclic PET

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

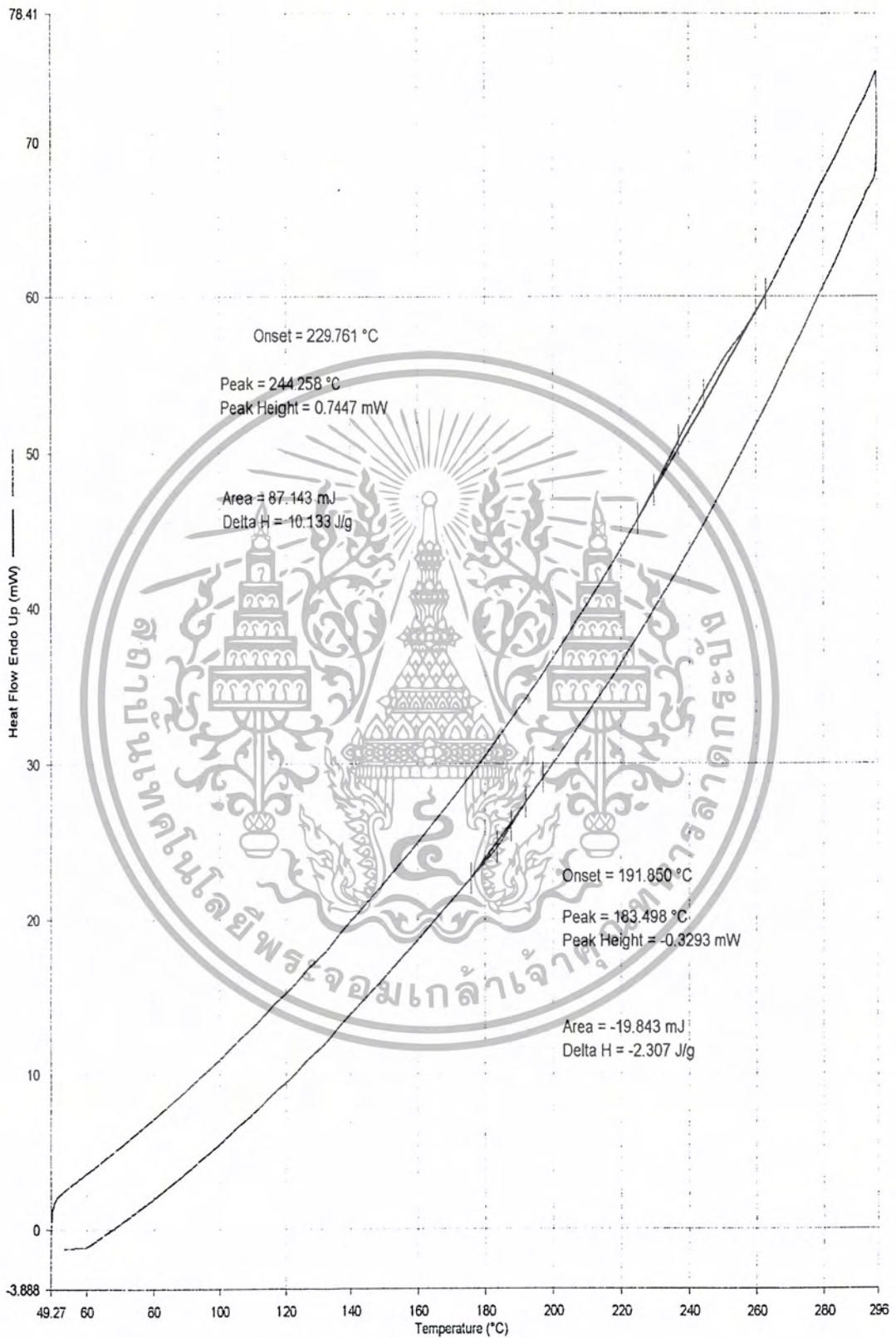


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



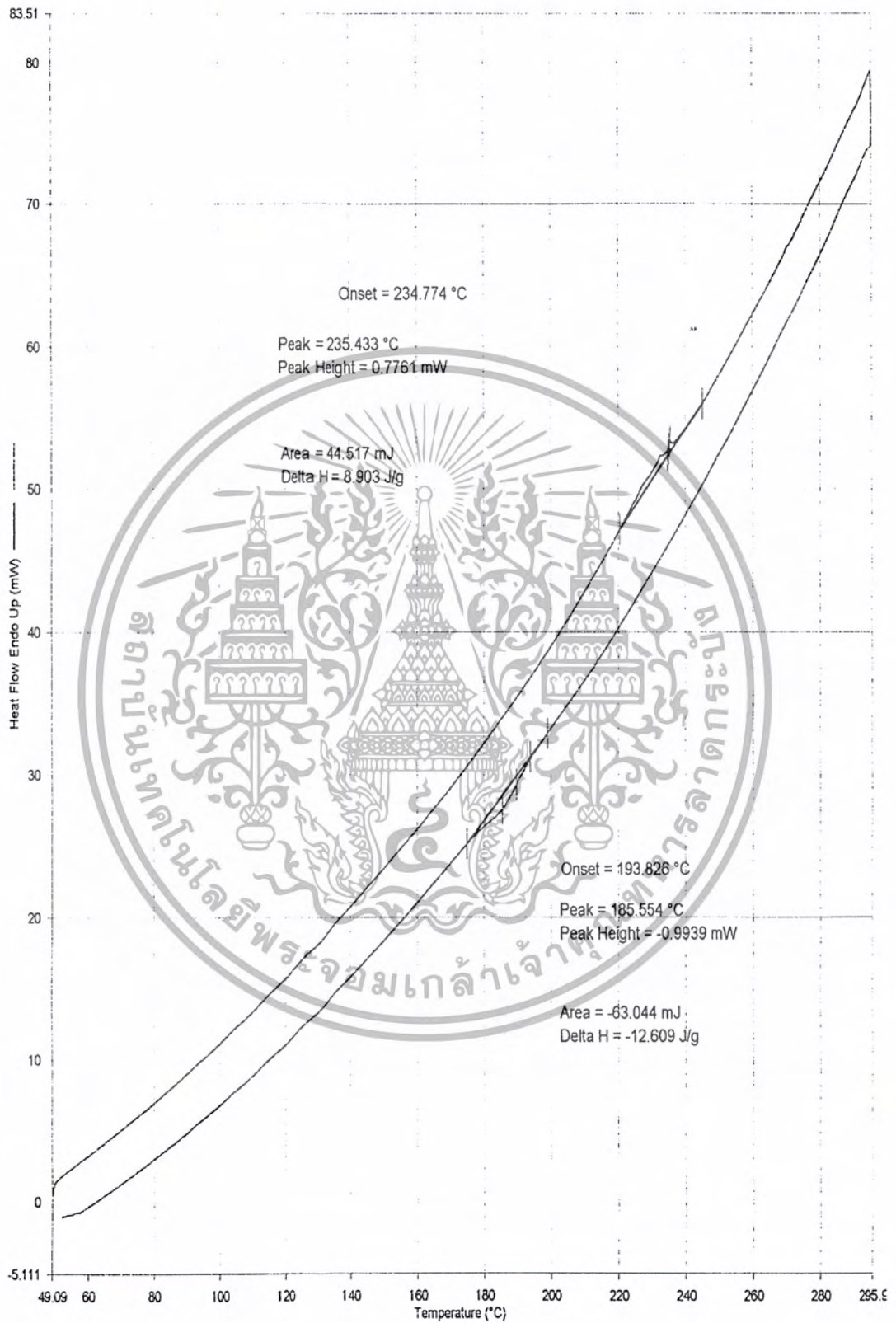
รูปที่ จ - 1 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC ของ Cyclic PET

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



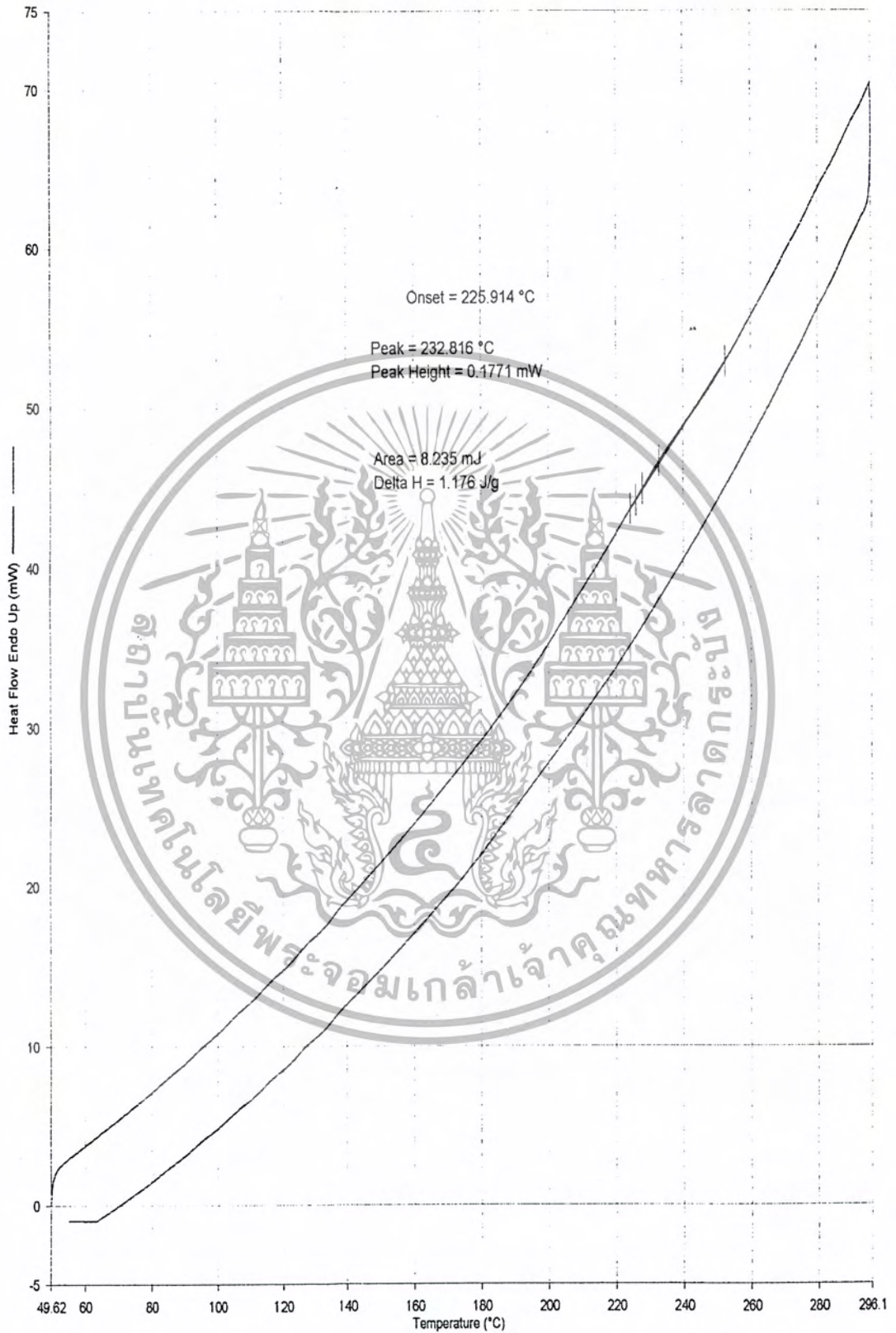
รูปที่ จ - 2 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC ของ HAp/PET 60:40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



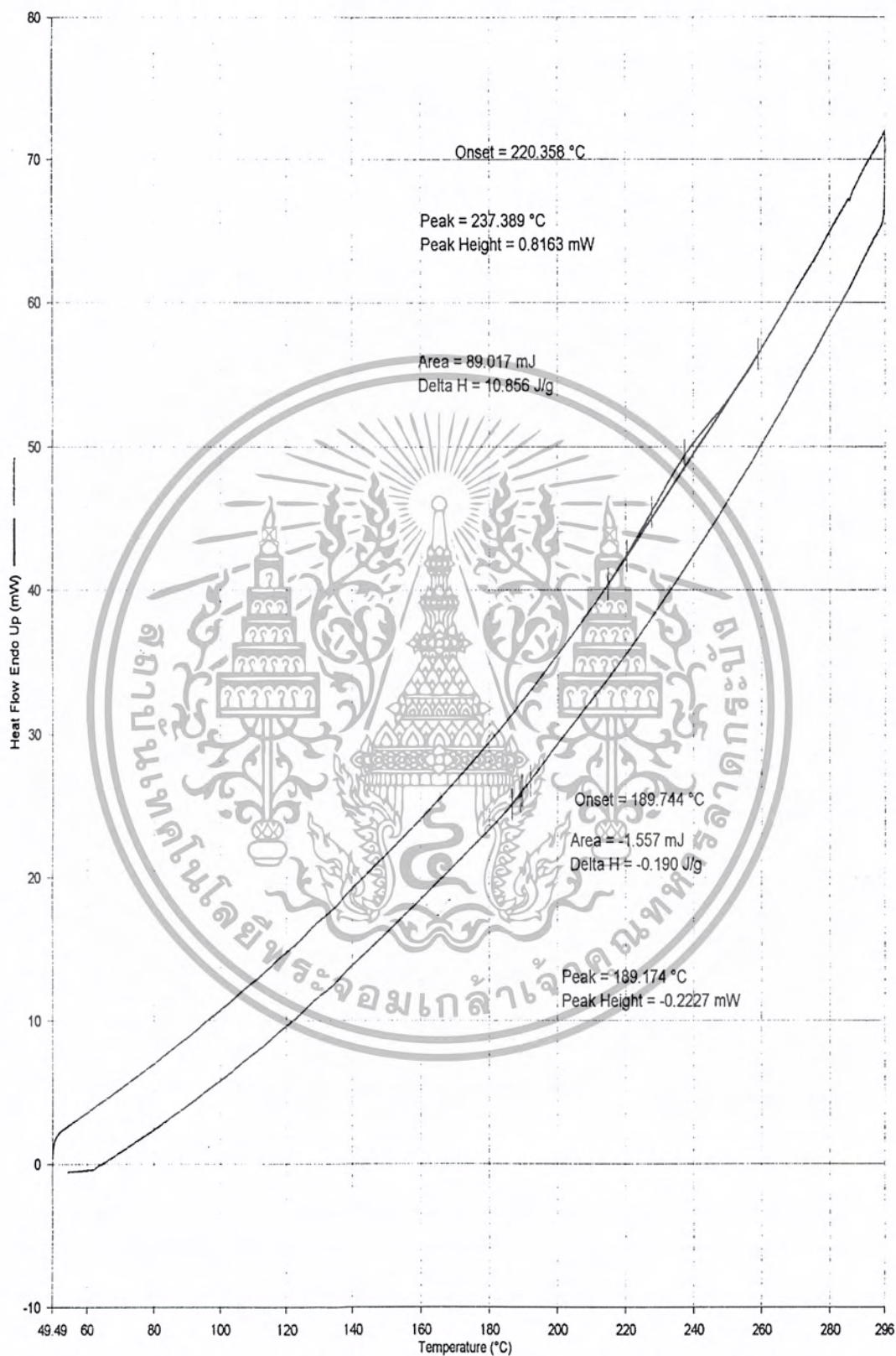
รูปที่ จ - 3 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC ของ HAp/PET 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ - 4 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC ของ CS/PET 60:40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



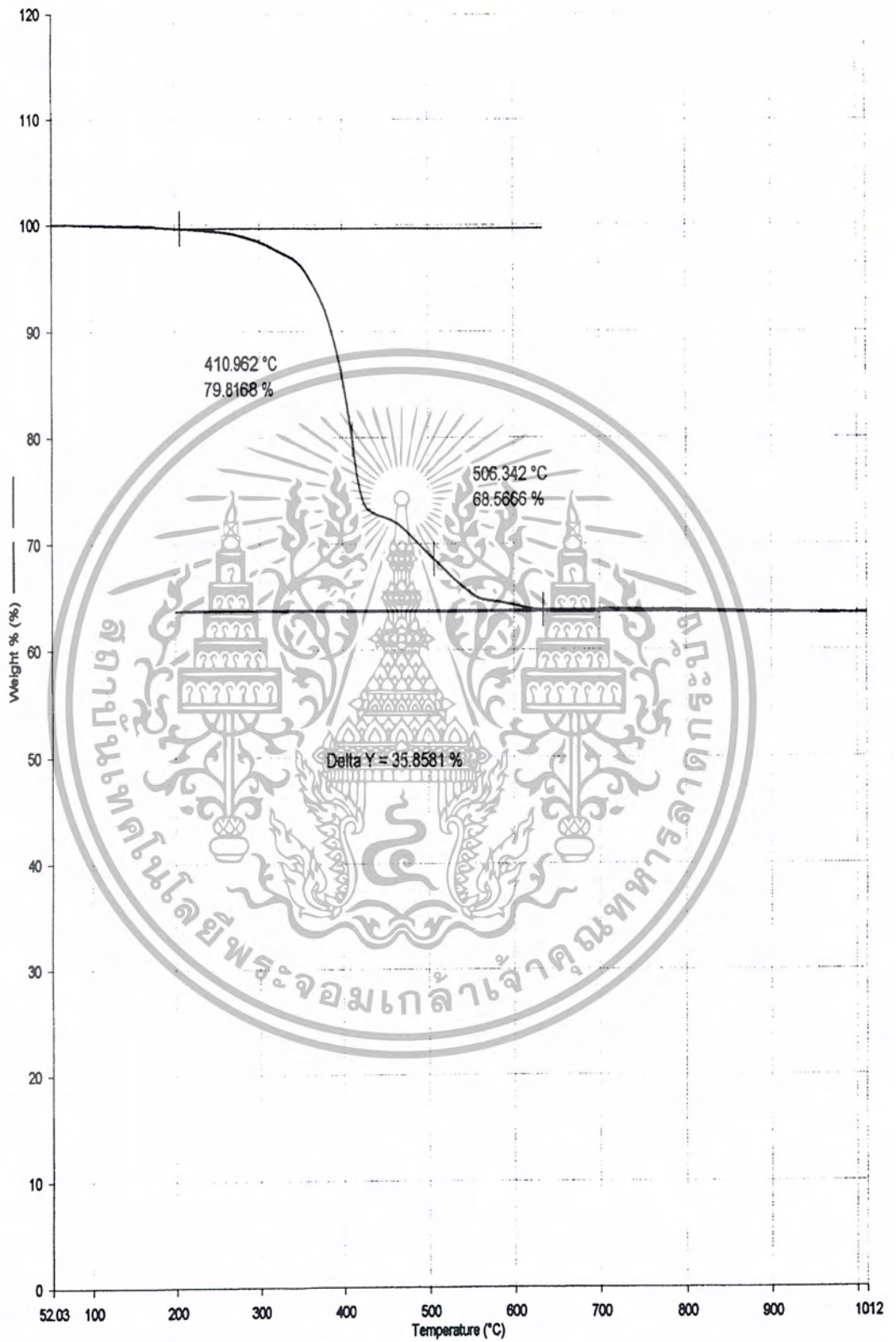
รูปที่ จ - 5 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC ของ CS/PET 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



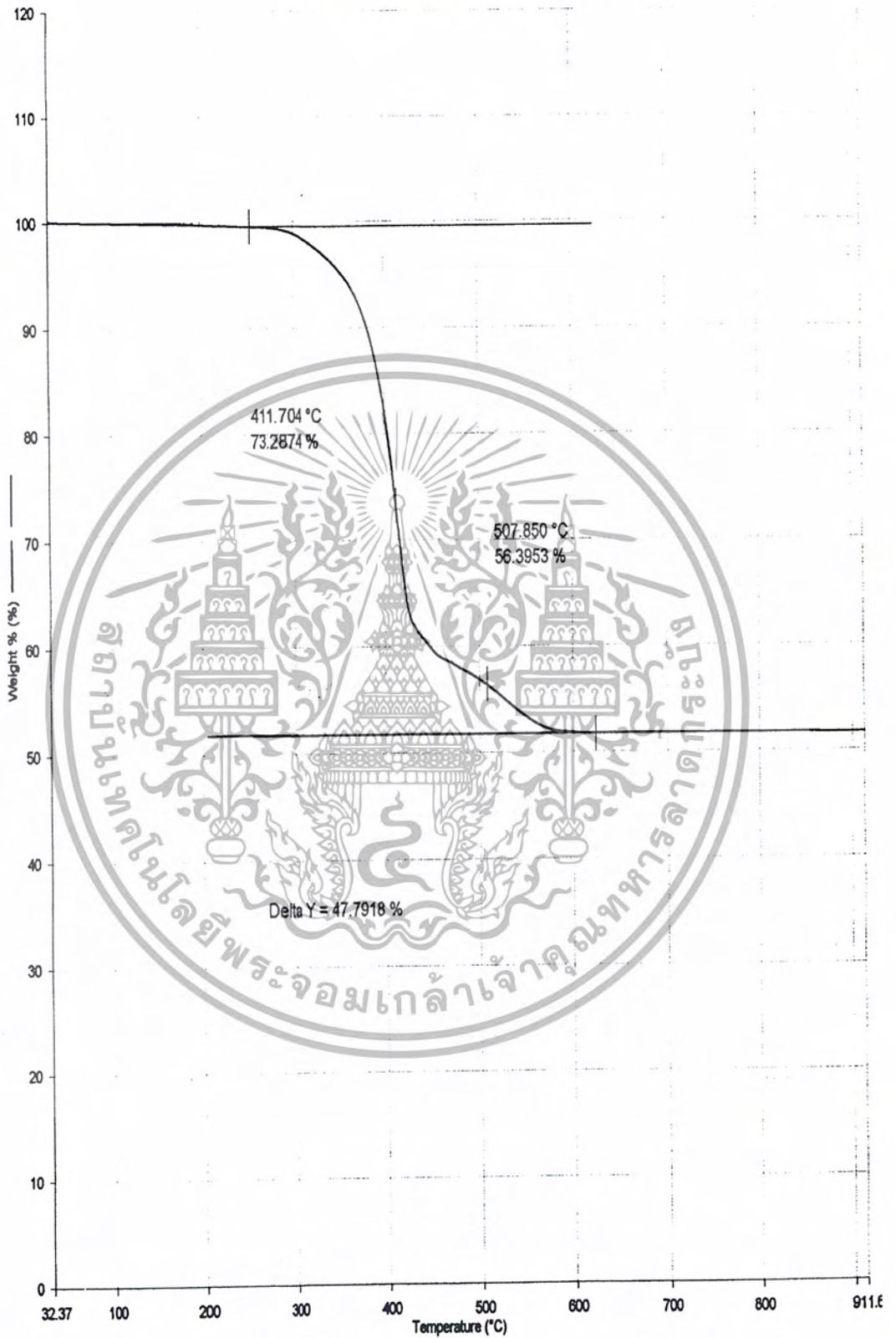
ภาคผนวก ฉ เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



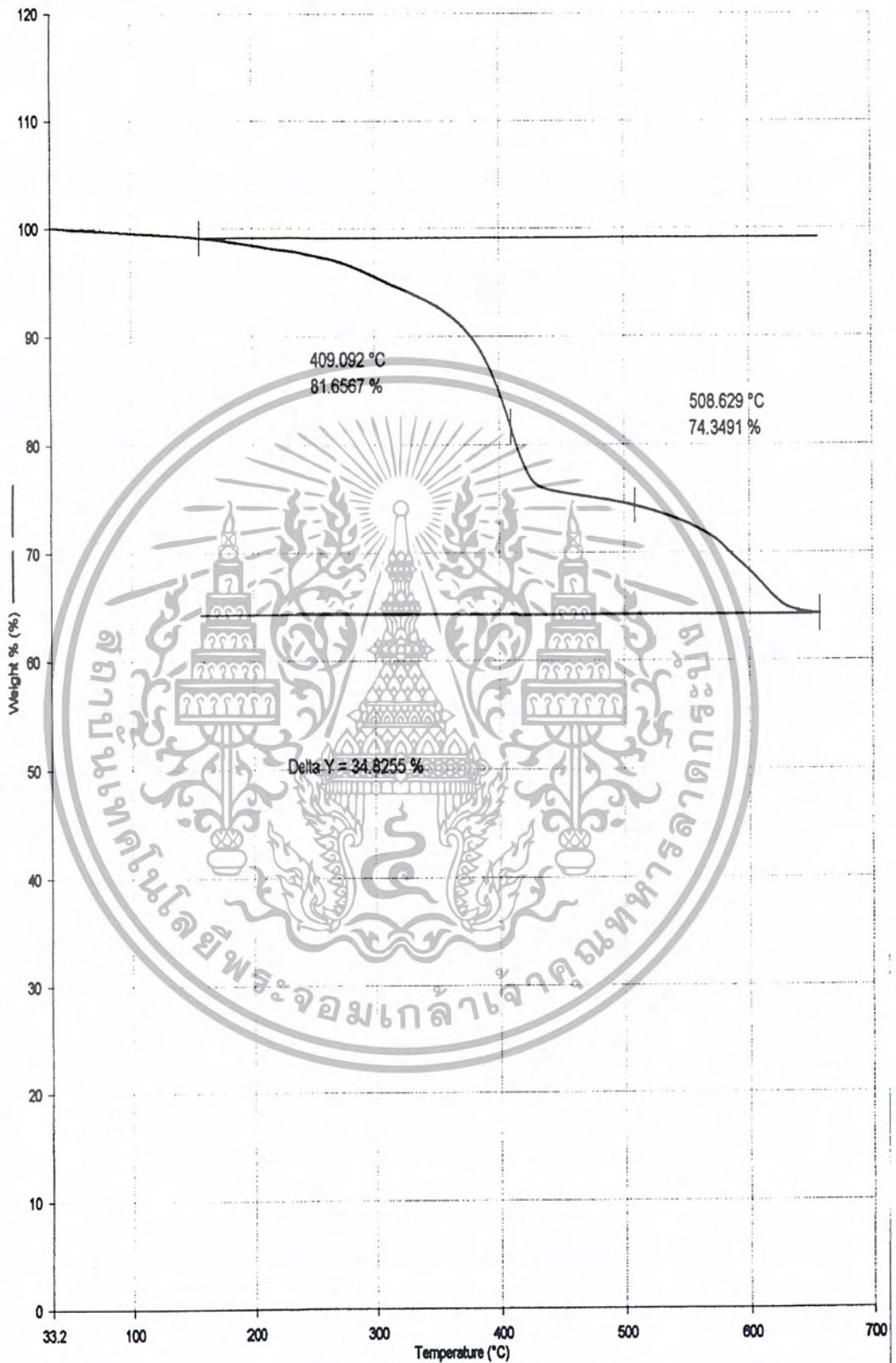
รูปที่ ๑ - 1 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA ของ HAp/PET 60:40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



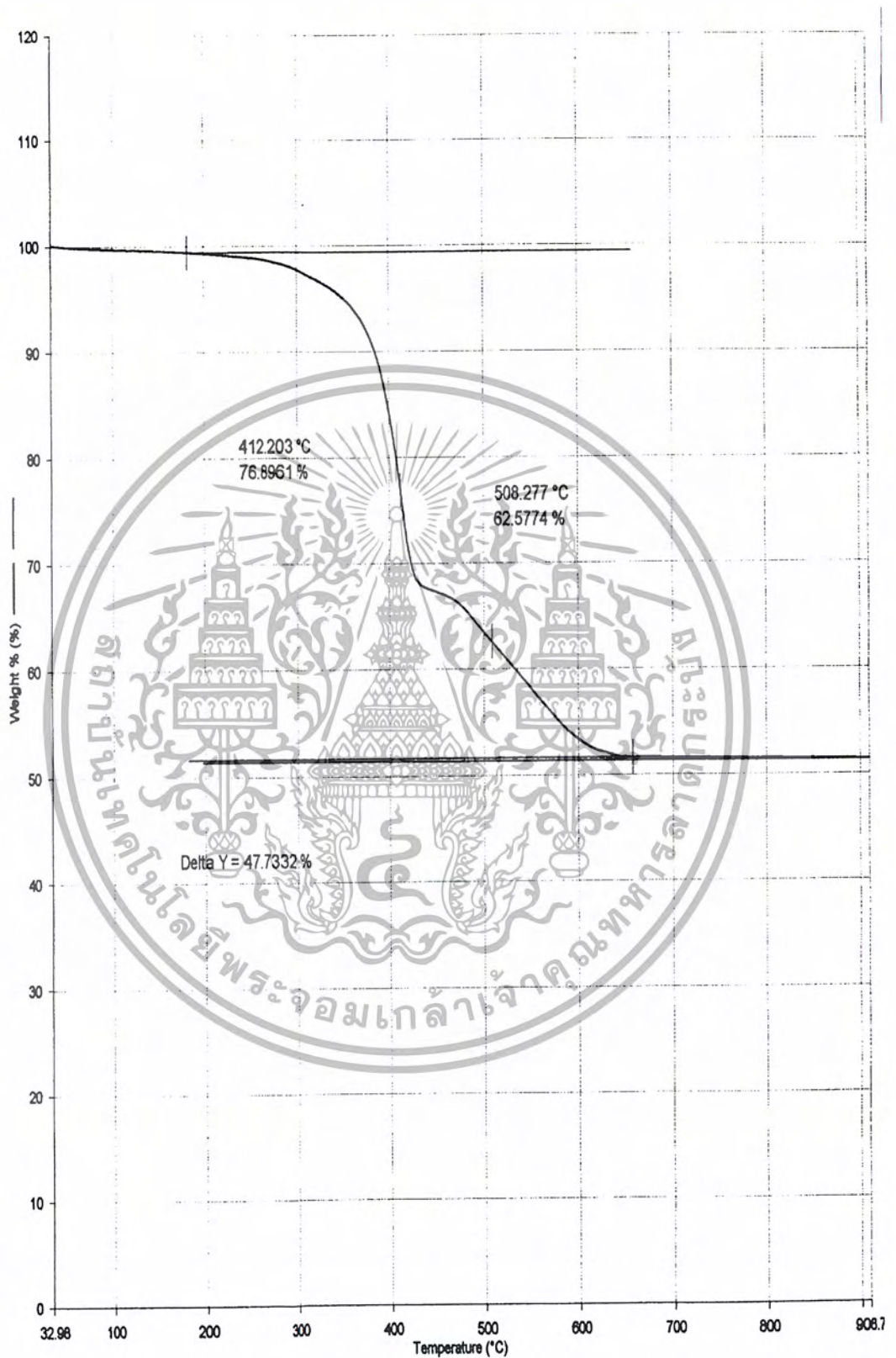
รูปที่ ๓- 2 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA ของ HAp/PET 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๓ - 3 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA ของ CS/PET 60:40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



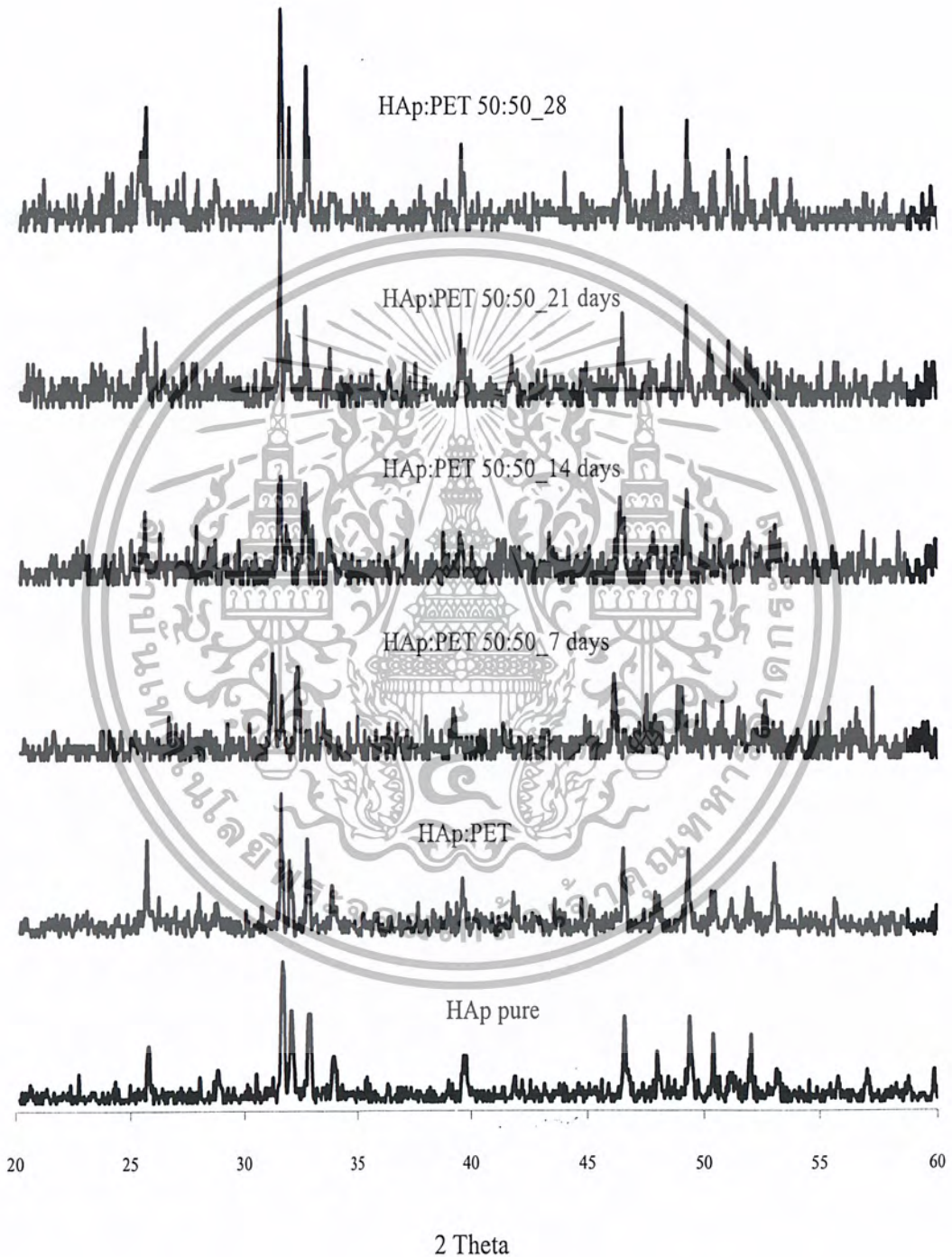
รูปที่ ๓ - 4 เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA ของ CS/PET 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ข. รูปแบบการเขียนบนรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ช - 1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD ของวัสดุประกอบ HAp/PET 50:50

หลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 7, 14, 21 และ 28 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ช - 2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD ของวัสดุประกอบ CS/PET 50:50

หลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 7, 14, 21 และ 28 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ข - ตารางแสดงค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จำนวนวันที่แช่	ค่า pH			
	HAp:PET	HAp:PET	CaSiO ₃ :PET	CaSiO ₃ :PET
	50:50	60:40	50:50	60:40
1	7.62	7.67	7.69	7.67
2	7.74	7.90	8.05	8.10
3	7.83	8.01	8.09	8.23
4	7.88	7.98	8.11	8.31
5	7.49	7.65	7.82	7.93
7	7.52	7.75	7.98	8.15
9	7.64	7.83	8.25	8.45
14	7.89	8.10	8.48	8.69
18	7.84	8.18	8.56	8.59
21	8.01	8.22	8.72	8.63
23	7.83	8.01	8.36	8.66
25	7.82	8.03	8.36	8.66
28	7.80	8.03	8.38	8.76

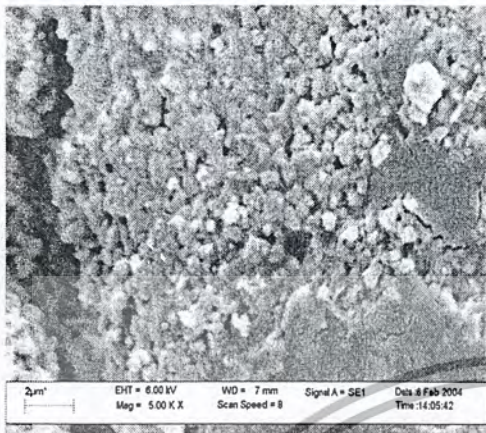
รูปที่ ซ-1 ตารางแสดงค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

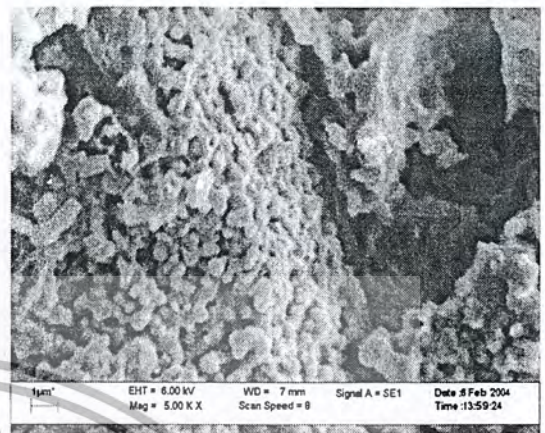


ภาพผนวก ๗ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคจากเทคนิค SEM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



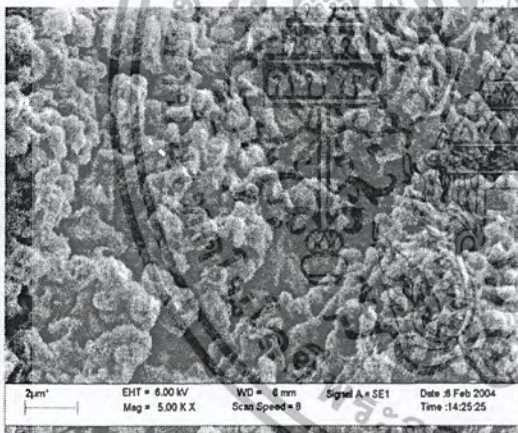
(ก)



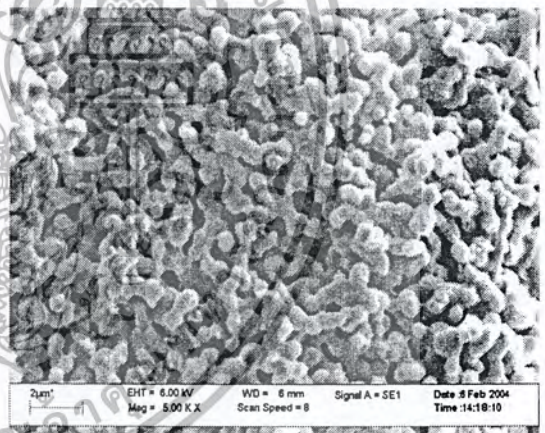
(ข)

รูปที่ ฅ - 1 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PET 60:40

(ก – ภายนอก) (ข – ภายใน) กำลังขยาย 5000 เท่า



(ก)

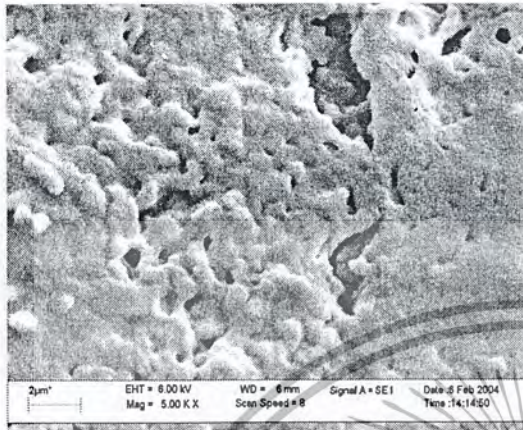


(ข)

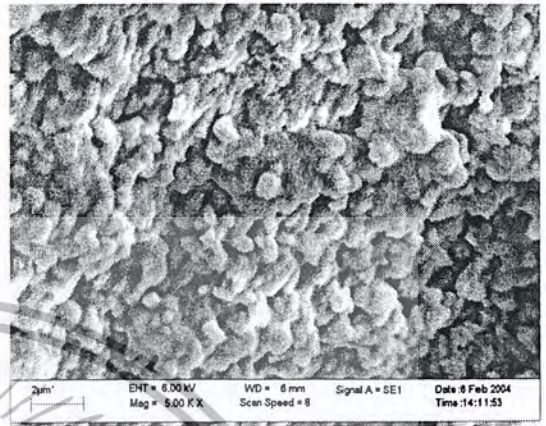
รูปที่ ฅ - 2 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PET 50:50

(ก – ภายนอก) (ข – ภายใน) กำลังขยาย 5000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

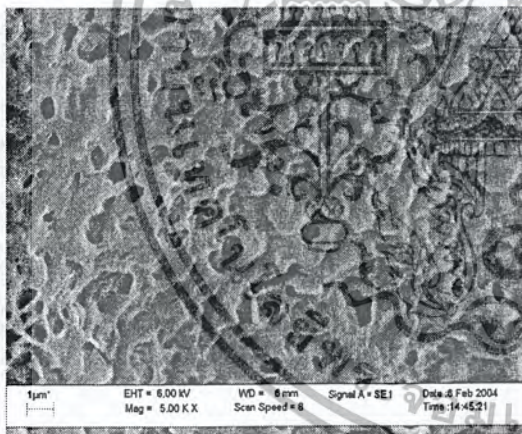


(ก)

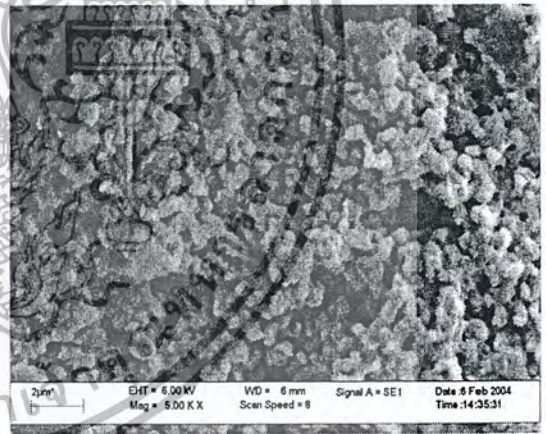


(ข)

รูปที่ ๓ - 3 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS/PET 60:40
(ก - ภายนอก) (ข - ภายใน) กำลังขยาย 5000 เท่า



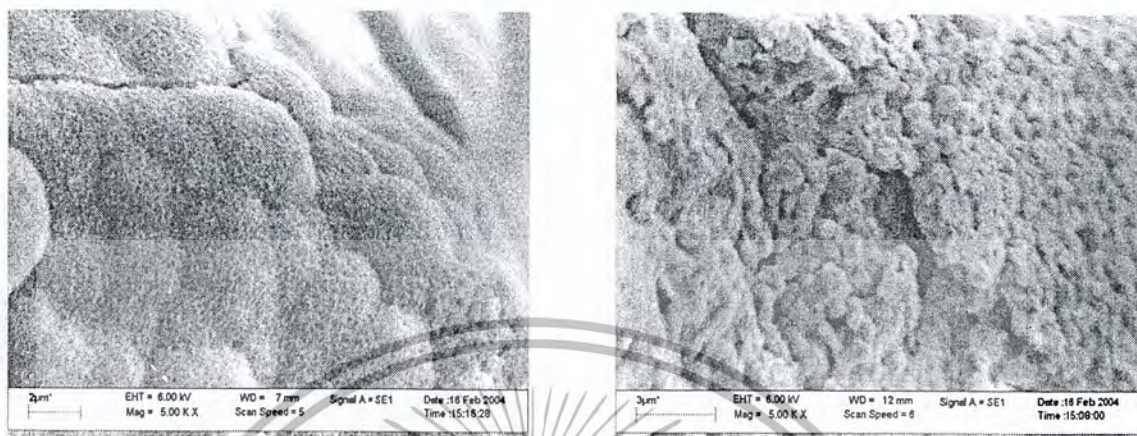
(ก)



(ข)

รูปที่ ๓ - 4 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS/PET 50:50
(ก - ภายนอก) (ข - ภายใน) กำลังขยาย 5000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ก)

(ข)

รูปที่ ๕ - 5 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 7 วัน (ก) HAp/PET 60:40 (ข) HAp/PET 50:50 กำลังขยาย 5000 เท่า

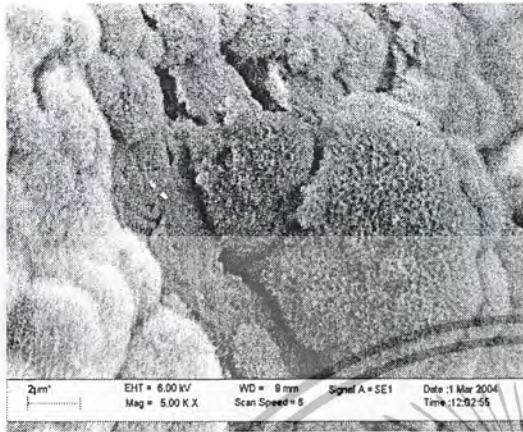


(ก)

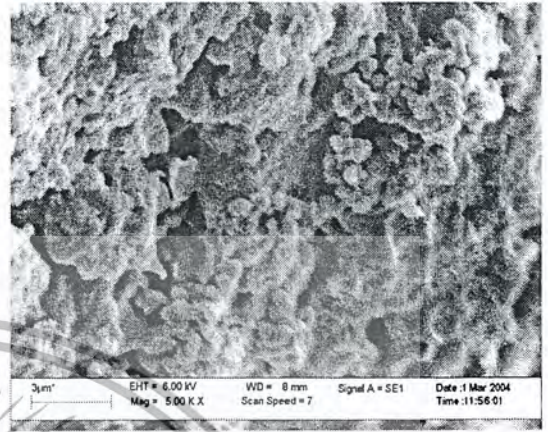
(ข)

รูปที่ ๖ - 6 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 14 วัน (ก) HAp/PET 60:40 (ข) HAp/PET 50:50 กำลังขยาย 5000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ก)



(ข)

รูปที่ ๗ - 7 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 21 วัน (ก) HAp/PET 60:40 (ข) HAp/PET 50:50 กำลังขยาย 5000 เท่า

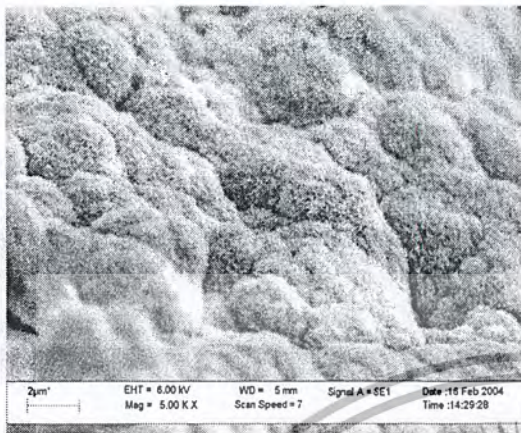


(ก)

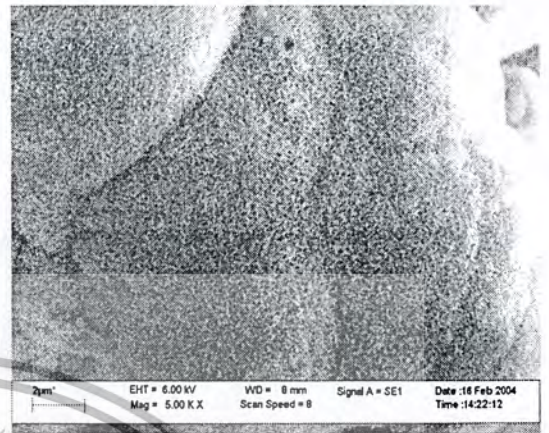


(ข)

รูปที่ ๘ - 8 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 28 วัน (ก) HAp/PET 60:40 (ข) HAp/PET 50:50 กำลังขยาย 5000 เท่า

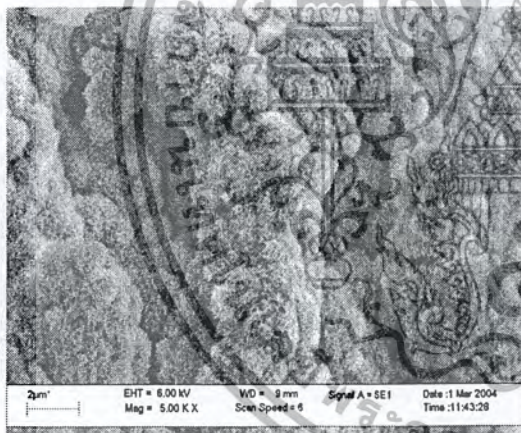


(ก)

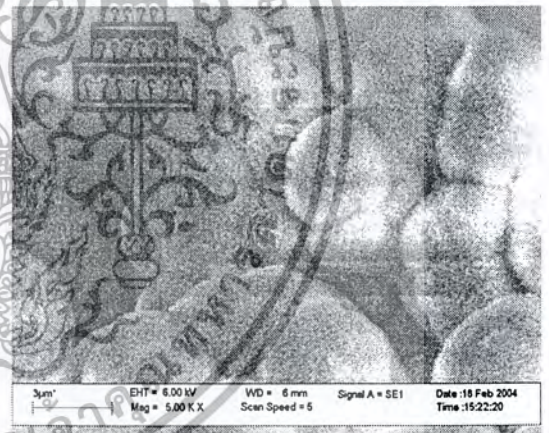


(ข)

รูปที่ ๙ - 9 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 7 วัน (ก) CS/PET 60:40 (ข) CS/PET 50:50 กำลังขยาย 5000 เท่า

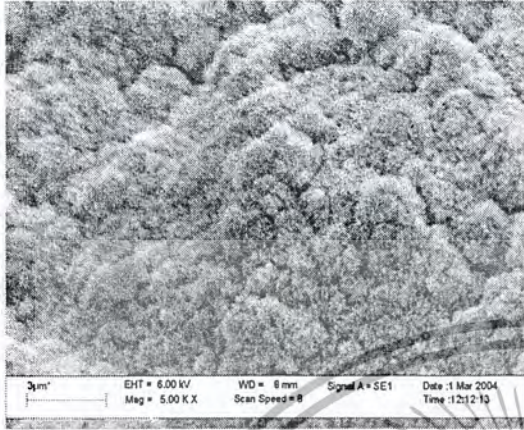


(ก)

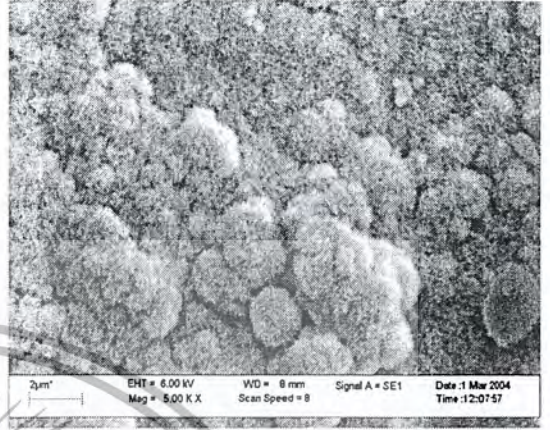


(ข)

รูปที่ ๑๐ - 10 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 14 วัน (ก) CS/PET 60:40 (ข) CS/PET 50:50 กำลังขยาย 5000 เท่า

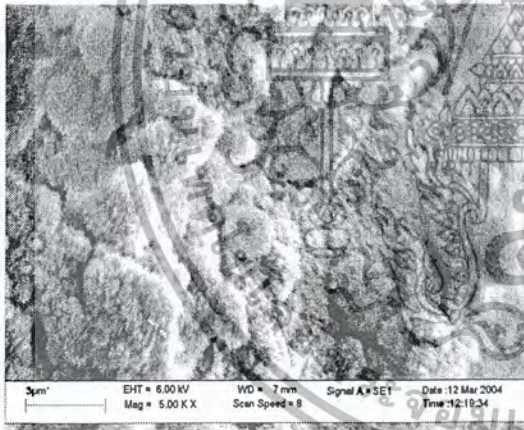


(ก)



(ข)

รูปที่ ๑๑ - 11 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 21 วัน (ก) CS/PET 60:40 (ข) CS/PET 50:50 กำลังขยาย 5000 เท่า



(ก)



(ข)

รูปที่ ๑๑ - 12 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 28 วัน (ก) CS/PET 60:40 (ข) CS/PET 50:50 กำลังขยาย 5000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้