

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ร่วม  
พอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรฟทาเลต



T107863

นางสาวกิริติยา ลิปิวัฒนาการ  
นางสาวณัฐชา รุจิวงศ์ษา  
นางสาวเนตรทราย บุญชัย

ฉพ.  
กษ ๒๗  
๒๕๕๐

เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน 107863  
วัน,เดือน,ปี - 8 ส.ย. 2553

b. 12214152  
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
สาขาเคมีอุตสาหกรรม  
ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2550

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Preparation of Hydroxyapatite and  
Poly(ethylene adipate-co-terephthalate) Composites

Miss Geeratiya

Lipiwatanakarn

Miss Nutch

Rujiwongsa

Miss Netsai

Boonchai

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

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Academic Year 2007

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**หัวข้อโครงการพิเศษ** การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาไทต์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทีลีนอะดิเปต-เทอเรพทาเลต

**นักศึกษา** นางสาวกীরติยา ลิปิวัฒนาการ รหัส 47050052  
 นางสาวณัฐชา รุจิวงศ์ษา รหัส 47050062  
 นางสาวเนตรทราย บุญชัย รหัส 47050069

**ภาควิชา** ภาควิชาเคมี  
**สาขาวิชา** เคมีอุตสาหกรรม  
**ปีการศึกษา** 2550  
**อาจารย์ที่ปรึกษา** ผศ.ดร.ปุ่นณมา ศิริพันธ์โนน  
**อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม** ผศ.ดร.ภัทรารุ มนต์วิเศษ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ			ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ	รศ.ดร.อิทธิพล	แจ้งชัด	
กรรมการ	ผศ.ดร.ชลลดา	ฤตวิรุฬห์	
กรรมการ	ผศ.ดร.ปุ่นณมา	ศิริพันธ์โนน	

  
 (ผศ.ดร.ชลลดา จารุสุทธิรักษ์)  
 หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ	การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิต กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรพทาเลต
นักศึกษา	นางสาวกิริติยา ลิปิวัฒนาการ 47050052 นางสาวณัฐชา รุจิวงษ์ชา 47050062 นางสาวเนตรทราย บุญชัย 47050069
ภาควิชา	ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม
อาจารย์ผู้ควบคุมโครงการพิเศษ	ผศ.ดร.ปณณมา ศิริพันธ์อิน ผศ.ดร. ภัทราวุธ มนต์วิเศษ

#### บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรพทาเลต เพื่อใช้เป็นวัสดุชีวภาพ ซึ่งแบ่งเป็น 3 ขั้นตอนหลัก ขั้นตอนแรกเป็นการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิตโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีของแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับกรดฟอสฟอริก และนำไปขึ้นรูปชิ้นงานที่มีรูพรุน โดยใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารสร้างรูพรุน ขั้นตอนที่สองเป็นการสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต และสารประกอบวงร่วมโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรพทาเลต จากปฏิกิริยาดิพอลิเมอร์เซชันแบบปิดวง โดยมีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเอทิลีนอะดิเปตและเอทิลีนเทอเรพทาเลตเป็น 70:30, 50:50 และ 30:70 โดยโมล ขั้นตอนที่สามเป็นการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรพทาเลตด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันแบบเปิดวงในรูพรุนของชิ้นงานไฮดรอกซีแอปาทิต ที่อุณหภูมิ 250 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำวัสดุประกอบที่เตรียมได้ไปตรวจสอบพิสูจน์โครงสร้างด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าวัสดุประกอบทั้ง 3 สูตร มีวิวัฒนาการต่อเนื่องของเนื้อพอลิเมอร์แทรกอยู่ภายในรูพรุนของ HAp และเคลือบอยู่ที่พื้นผิวภายนอก โดยแต่ละสูตรจะมีปริมาณที่แตกต่างกัน จากเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปคโทรสโคปี (NMR) พบว่าพอลิเมอร์ร่วมที่เกิดขึ้นมีโครงสร้างเป็นแบบสุ่ม การทดสอบสมบัติเชิงกลด้านความแข็งแรงกด พบว่าวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET มีค่าสูงกว่า HAp เพียงเล็กน้อย และสูตรที่มีอัตราส่วน 50:50 โดยโมล มีค่าสูงที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

A Special Project	Preparation of composite Hydroxyapatite with Poly(ethylene adipate)-co-(Polyethylene terephthalate)
Student	Miss Geeratiya Lipiwatanakarn 47050052 Miss Nutch Rujiwongsa 47050062 Miss Netsai Boonchai 47050069
Department	Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Degree	Bachelor of Science
Program	Industrial chemistry
Project Advisor	Asst.Prof.Dr. Punnama Siriphannon Asst.Prof.Dr. Pathavuth Monvisade

### ABSTRACT

This special project aimed to study the synthesis of hydroxyapatite-poly(ethylene adipate-co-polyethylene terephthalate) composite (HAp/PEA-co-PET) for medical applications. The procedure was divided into 3 parts, first step was the synthesis of hydroxyapatite powder (HAp) and the formation of porous HAp template. HAp was prepared using calcium hydroxide and phosphoric acid by co-precipitation method. Poly(Vinyl alcohol) was used as porous-producing for the template. The second step was synthesis of cyclic oligo(ethylene terephthalate) and co-cyclic(ethylene adipate-co-polyethylene terephthalate) by cyclodepolymerization techniques. Finally, HAp/PEA-co-PET composites by varying ratios of C-OEA/OET were prepared by in-situ ring-opening polymerization of cyclic-OEA-co-OET in the porous HAp template at 250 °C for 24 hrs. Composites were also characterized by SEM. The results showed that the porous surface of HAp was covered with The copolymer. <sup>1</sup>H-MMR result indicated the random structures of copolymer (PEA-co-PET). The compressive strength of HAp/PEA-co-PET with the mole ratio of PEA:PET = 50:50 had the highest value.

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือ ความร่วมมือ ตลอดจนคำแนะนำ และคำปรึกษาต่างๆ ที่เป็นต่อผู้วิจัยจากบุคคลและองค์กรต่างๆ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ปยุตต์มา ศิริพันธ์โนน และ ผศ.ดร.ภัทรารุช มนต์วิเศษ ที่กรุณาให้ความรู้ อบรมเอาใจใส่ ให้คำปรึกษา และกรุณาตรวจทาน แก่ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด และ ผศ.ดร.ชลลดา ฤทธิวิรุฬห์ อาจารย์ คณะกรรมการที่ช่วยตรวจทาน แก่ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.พัชณี เจริญยิ่ง ที่ให้ความกรุณาช่วยเหลือในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิค NMR

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่าน เจ้าหน้าที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) ที่เชื่อเพื่อความสะดวกในเรื่องอุปกรณ์ สารเคมี และอนุเคราะห์การใช้เครื่องมือ

ขอขอบพระคุณบิดา-มารดา พี่น้อง และน้องๆ ที่แสนดี ที่คอยให้ความช่วยเหลือ คำแนะนำ และกำลังใจ

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณบุคคลที่ให้ความช่วยเหลืออีกมากมายให้การดำเนินงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วง ซึ่งมีได้กล่าวถึง ณ ที่นี้

คุณค่า และประโยชน์อันพึงมีจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

คณะผู้จัดทำ

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญรูป.....	VIII
คำอธิบายสัญลักษณ์และอักษร.....	X
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ.....	4
2.1 วัสดุชีวภาพ.....	4
2.1.1 ความหมายของวัสดุชีวภาพ.....	4
2.1.2 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพ.....	4
2.1.3 วัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม.....	6
2.2 ไฮดรอกซีแอปาทิต.....	9
2.2.1 โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีแอปาทิต.....	9
2.2.2 สมบัติโดยทั่วไปของไฮดรอกซีแอปาทิต.....	10
2.2.3 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต.....	11
2.2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต.....	13
2.2.5 การประยุกต์ใช้งานของไฮดรอกซีแอปาทิต.....	16
2.2.6 สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ.....	16
2.3 พอลิเอสเทอร์.....	18
2.3.1 อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์.....	20
2.3.2 อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์.....	20

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.4 ปฏิริยาดีพอลิเมอร์เซชันแบบปิดวง.....	21
2.4.1 วิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูง.....	22
2.4.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับงานสังเคราะห์สารประกอบวง ด้วยเทคนิคการดีพอลิเมอร์เซชันแบบปิดวง.....	22
2.5 ปฏิริยาพอลิเมอร์เซชันแบบเปิดวง.....	25
2.6 วัสดุประกอบ.....	31
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	31
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	38
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	38
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	39
3.3 ขั้นตอนและการดำเนินงาน.....	41
3.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอลกอฮอล์.....	41
3.3.2 การขึ้นรูปไฮดรอกซีแอลกอฮอล์.....	42
3.3.3 การดีพอลิเมอร์เซชันแบบปิดวง.....	44
3.3.3.1 สารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต.....	44
3.3.3.2 สารประกอบวงร่วมระหว่างโพลิโพรพิลีนอะดิเปต-เทอแรพทาเลต.....	45
3.3.4 การเตรียมวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอลกอฮอล์กับพอลิเมอร์ร่วม พอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอแรพทาเลต.....	46
3.3.5 การทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ โดยการหาความแข็งแรงกด.....	47
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	48
4.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอลกอฮอล์และการขึ้นรูป.....	48
4.2 การดีพอลิเมอร์เซชันแบบปิดวง.....	49
4.2.1 สารประกอบวงโพลิโพรพิลีนอะดิเปต.....	49
4.2.2 สารประกอบวงโพลิโพรพิลีนเทอแรพทาเลต.....	50
4.3 วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET.....	51

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET.....	51
4.3.2 เปรูเซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม HAp/PEA-co-PET.....	53
4.3.3 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET.....	54
4.4 การทดสอบความแข็งแรงกด.....	58
บทที่ 5 สรุปผลงานวิทยานิพนธ์และข้อเสนอแนะ.....	60
เอกสารอ้างอิง.....	61
ภาคผนวก ก การคำนวณ.....	64
ภาคผนวก ข รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีแอปาทาइटจากฐานข้อมูล PDF.....	76
ภาคผนวก ค ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัม.....	78
ภาคผนวก ง นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกตรัม.....	80
ภาคผนวก จ โครมาโทแกรมจากเครื่อง GPC.....	86
ภาคผนวก ฉ เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA.....	90
ภาคผนวก ช ลักษณะโครงสร้างจุลภาคจากเทคนิค SEM.....	94

# สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 การจำแนกวัสดุชีวภาพตามวัสดุที่ใช้ผลิต.....	5
2.2 วัสดุชีวภาพที่เป็นที่นิยมและเป็นที่ยอมรับในปัจจุบัน.....	6
2.3 สมบัติเชิงกลของกระดูกและวัสดุอื่น ๆ ที่ใช้เป็นวัสดุชีวภาพ เพื่อใช้ทดแทนข้อต่อ.....	7
2.4 เวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาขึ้นรูป HAp.....	14
2.5 สภาวะที่ใช้ในตกตะกอนทางเคมี HAp.....	15
2.6 แคลเซียมฟอสเฟตชนิดต่างๆ ที่มีอัตราส่วนของ Ca:P แตกต่างกัน.....	17
2.7 ส่วนประกอบของสารเคมีที่ใช้ในการเคลือบ Ti6Al <sub>4</sub> V.....	34
2.8 อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเคลือบผิว Ti6Al <sub>4</sub> V.....	35
3.1 อุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาขึ้นรูป.....	42
4.1 แสดงความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น และเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/ PEA-co-PET ที่ได้จากการชั่งน้ำหนัก เปรียบเทียบกับจากเทคนิค TGA.....	54
4.2 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยที่ได้จากเทคนิค GPC.....	55
ก-1 แสดงการคำนวณอัตราส่วนโมล Ca/P ใน HAp.....	68
ก-2 น้ำหนักของ HAp เริ่มต้นเทียบกับน้ำหนักของก้อนวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เตรียมได้.....	69
ก-3 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของก้อน HAp บริสุทธิ์.....	72
ก-4 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของก้อนวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET.....	72
ก-5 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของ HAp เปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ.....	74

# สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 องค์ประกอบหลักของเนื้อเยื่อแข็งในร่างกายนมนุษย์.....	9
2.2 โครงสร้างผลึกของไฮดรอกซีแอปาทาइट.....	10
2.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต.....	21
2.4 การเกิดปฏิกิริยาภายในสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์.....	21
2.5 ผล GPC โครมาโตแกรม ของ tetraethylene succinate oligomers ที่เวลา (a) 0 (b) 12 และ(c) 72 ชั่วโมง.....	23
2.6 ผลของโครมาโทแกรม (a) Poly(hexylidene isophthalate) (b) Cyclic oligo(hexylidene isophthalate) จากการดีพอลิเมอร์แบบเปิดวง(CDP) ของ Poly(hexylidene isophthalate).....	24
2.7 สมดุลของปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวงและพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง.....	26
2.8 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของ Poly(1,4-cyclohexylene Dimethylene tetepthalate) ,PCT.....	27
2.9 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงโอลิโกเมอร์ของ Poly(alkane2,6-naphthalenedicarboxylate).....	28
3.1 ชุดทำปฏิกิริยา ROP.....	40
3.2 แผนงานการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทาइट.....	41
3.3 แผนงานการขึ้นรูปไฮดรอกซีแอปาทาइट.....	43
3.4 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอแรพทาเลต.....	44
3.5 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงร่วมโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต-เทอแรพทาเลต.....	45
3.6 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ PEA-co-PET.....	46
4.1 ลักษณะของก้อน HAp.....	48
4.2 แผนภาพ XRD ของ HAp ที่สังเคราะห์ได้ภายหลังการขึ้นรูปและเผาที่ 1100°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง.....	48
4.3 ภาพตัดขวางแสดงโครงสร้างภายในชิ้นงาน HAp ที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วเผา ที่ 1100°C.....	49
4.4 สเปกตรัม <sup>1</sup> H-NMR ของสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต, C-OEA.....	49
4.5 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของ C-OET ที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยา ดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวง.....	50

## สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.6 แสดงสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ C-OET ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา พอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น.....	51
4.7 แผนภาพ XRD ของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET.....	52
4.8 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวภายในของชิ้นงาน HAp/PEA-co-PET.....	52
4.9 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ โดย a) PEA:PET (50:50) b) PEA:PET (70:30).....	56
4.10 แสดงโครงสร้างของพอลิเมอรร่วม PEA-co-PET.....	57
4.11 กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกดของ HAp และวัสดุประกอบ.....	58
4.12 กราฟแสดงค่ามอดุลัสของ HAp และวัสดุประกอบ.....	58



## คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

CDP	Cyclo-depolymerization
ROP	Ring-opening Polymerization
$\beta$ -TCP	$\beta$ -Tricalcium phosphate
HAp	Hydroxyapatite
PEA	Poly(ethylene adipate)
PET	Poly(ethylene terephthalate)
PBN	Poly(butylene-2,6-naphthalenedicarboxylate)
PBT	Poly(butylene terephthalate)
PE	Polyethylene
HAPEX™	วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีน
PMMA	Poly(methy methacrylate)
C-OEA	สารประกอบวงโพลิโกเอทีนอะดิเปต
C-OET	สารประกอบวงร่วมเอทิลีนเทอเรฟทาเลต
C-OEA/OET	สารประกอบวงร่วมระหว่างโพลิโกเอทีนอะดิเปตและโพลิโกเอทีนเทอเรฟทาเลต
PEA-co-PET	พอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรฟทาเลต
HAp/PEA-co-PET	วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรฟทาเลต
SBF	Simulated Body Fluid
Mn	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน
Mw	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก
MWD	การกระจายน้ำหนักโมเลกุล
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectrometry
For NMR :	
d	doublet
m	mutiplet
t	triplet

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

DSC	Differential Scanning Calorimeter
NMR	Nuclear Magnetic Resonance
GPC	Gel Permeation Chromatography
MS	Mass Spectrometry
SEM	Scanning Electron Microscopy
TGA	Thermogravimetric Analysis
XRF	X-ray Fluorescence Spectrometer
XRD	X-ray Diffractometer
$\nu$	เลขคลื่น
$\delta$	Chemical Shift
pKs	ค่าการละลายในน้ำกลั่น
ppm	ส่วนในล้านส่วน
$T_g$	Glass Transition Temperature
$T_m$	Melting Temperature



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ในอดีตเมื่ออวัยวะและเนื้อเยื่อต่างๆ ในร่างกายเกิดการติดเชื้อหรือถูกทำลาย เนื่องจากโรคภัยไข้เจ็บและอุบัติเหตุ การบำบัดที่ทำได้ คือ ตัดเนื้อเยื่อส่วนนั้นทิ้งไป การรักษาวิธีนี้มีส่วนช่วยลดการติดเชื้อ และการแพร่กระจายโรคไปยังอวัยวะอื่นๆ และก่อให้เกิดความบกพร่องทางร่างกาย ต่อมาเทคโนโลยีการแพทย์ได้ถูกพัฒนาให้มีความเจริญก้าวหน้าขึ้น จึงนำไปสู่การบำบัดรักษาแบบใหม่ คือ ปลูกถ่ายอวัยวะจากธรรมชาติ (Transplantation) โดยการผ่าตัดเอาเนื้อเยื่อหรืออวัยวะที่บกพร่องออก แล้วแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อจากแหล่งต่างๆ ได้แก่ เนื้อเยื่อจากร่างกายผู้ป่วยเอง เนื้อเยื่อจากผู้บริจาคหรือเนื้อเยื่อจากสิ่งมีชีวิตอื่น การรักษาวิธีนี้มีข้อจำกัดด้านปริมาณและแหล่งที่มาของเนื้อเยื่อ คุณภาพของเนื้อเยื่อ ระบบภูมิคุ้มกัน และปัญหาด้านศีลธรรม ดังนั้นเพื่อแก้ปัญหาดังกล่าว จึงมีการนำเอาวัสดุสังเคราะห์ที่มีความสามารถเข้ากันได้กับระบบสรีระวิทยาภายในร่างกายมนุษย์ มาใช้ในการปลูกถ่ายแทนที่อวัยวะที่บกพร่อง (Implantation หรือ Alloplastic หรือ Allografts) เช่น กระดูกเทียม รากฟันเทียม แก้วหูเทียม ข้อต่อสะโพกเทียม เป็นต้น ข้อได้เปรียบเทียบที่สำคัญวัสดุประเภทนี้ คือ ไม่มีข้อจำกัดในด้านการผลิต สามารถผลิตขึ้นใหม่ได้เรื่อยๆ เป็นวัสดุที่สามารถเชื่อถือได้ ไม่มีปัญหาด้านสุขภาพของเนื้อเยื่อ และปัญหาด้านศีลธรรม

วัสดุทางการแพทย์ในปัจจุบันมีด้วยกันหลายชนิด ทั้งที่ผลิตจากโลหะ พอลิเมอร์ และเซรามิกส์ แต่เนื่องจากวัสดุแต่ละประเภทมีข้อดีและข้อด้อยที่แตกต่างกันออกไป โลหะมีข้อดีด้านความแข็งแรงและความเหนียว แต่มีข้อเสียที่สำคัญ คือ น้ำหนักมากและอาจเกิดการกัดกร่อนภายในร่างกายได้ พอลิเมอร์เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างคล้ายเนื้อเยื่ออ่อน มีความยืดหยุ่น ไม่เกิดการกัดกร่อนในร่างกาย และมีความหนาแน่นต่ำ แต่ความสามารถในการรับแรงต่ำ และเกิดการสลายตัวในร่างกายได้ ส่วนเซรามิกส์ มีข้อดีในด้านความคล้ายคลึงทางกายภาพและทางเคมีกับเนื้อเยื่อแข็งภายในร่างกาย มีทั้งที่เฉื่อยและว่องไวทางชีวภาพ แต่ข้อด้อยที่สำคัญ คือ เปราะแตกหักง่าย

ไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นวัสดุชนิดหนึ่งที่มีความสนใจมากในการผลิตวัสดุชีวภาพ เนื่องจาก ไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นส่วนประกอบหลักของกระดูกและฟัน ดังนั้นจึงสามารถเข้ากันได้ดีกับร่างกาย แต่ไฮดรอกซีแอปพาไทต์มีข้อเสีย คือ เปราะและมีสมบัติเชิงกลต่ำ ดังนั้นจึงมีการ

ศึกษาวิจัยเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ โดยนำวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีมาขึ้นรูปร่วมกับไฮดรอกซีแอลกอฮอล์เป็นวัสดุประกอบ ซึ่งวัสดุนั้น คือ พอลิเมอร์

พอลิเอสเทอร์เป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่มีความสนใจ เนื่องจากมีสมบัติที่มีความทนทานต่อการขีดถูเสียดสีได้ดี และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานจึงถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี มีความแข็งแรง และความเหนียว แต่ย่อยสลายได้ยาก ในขณะที่เดียวกันอะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์มีความสามารถในการย่อยสลายได้ดีกว่า แต่มีสมบัติเชิงกลต่ำ ดังนั้นวิธีการหนึ่งเพื่อปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ให้มีสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และมีความสามารถในการย่อยสลายของพอลิเมอร์ที่เหมาะสม โดยการเตรียมพอลิเมอร์ร่วมระหว่างอะโรมาติกพอลิเอสเทอร์และอะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์

จากแนวความคิดดังกล่าวทำให้เกิดโครงการวิจัยนี้ขึ้นมา เพื่อสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่าง ไฮดรอกซีแอลกอฮอล์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอร์เฟทาเลต และศึกษาความเป็นไปได้ในการนำวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้งานทางการแพทย์

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อสังเคราะห์วัสดุประกอบจากไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอร์เฟทาเลต
2. ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเอทิลีนอะดิเปตกับเอทิลีนเทอร์เฟทาเลต ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอร์เฟทาเลต

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอร์เฟทาเลต โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์สารตั้งต้นต่างๆ ได้แก่ ไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ โดยการตกตะกอนทางเคมี สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอร์เฟทาเลต สารประกอบวงร่วมระหว่างโอลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโอลิโกเทอร์เฟทาเลตด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง จากนั้นนำสารตั้งต้นที่เตรียมได้มาทำการสังเคราะห์เป็นวัสดุประกอบ โดยทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงระหว่างโอลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโอลิโกเอทิลีนเทอร์เฟทาเลตภายในรูปของไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ที่ขึ้นรูปแล้วโดยมีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลระหว่างโอลิโกเอทิลีนอะดิเปตต่อโอลิโกเอทิลีนเทอร์เฟทาเลตเป็น 70:30, 50:50 และ 30:70 โดยโมล สารที่สังเคราะห์ได้นำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ เทคนิคการวัด

การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) และทดสอบสมบัติความแข็งแรงกด

#### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอพาไทต์ กับพอลิเมอร์ร่วมโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรพทาเลตและทราบถึงสมบัติความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบที่เตรียมได้
2. สามารถพัฒนาความรู้และเทคโนโลยีในการสังเคราะห์วัสดุประกอบไฮดรอกซีแอพาไทต์กับพอลิเอสเทอร์ เพื่อใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับงานทางการแพทย์และการผลิตอวัยวะเทียมให้เองใน ประเทศไทย ช่วยลดปริมาณการนำเข้าจากต่างประเทศ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

#### 2.1 วัสดุชีวภาพ (Biomaterial)

##### 2.1.1 ความหมายของวัสดุชีวภาพ

วัสดุชีวภาพ (Biomaterial) สามารถแบ่งได้เป็น 2 พวกใหญ่ๆ[1] คือ

1. Biological material ได้แก่ เนื้อเยื่อ และวัสดุธรรมชาติต่างๆ

2. Implant material ได้แก่ วัสดุสังเคราะห์ที่สามารถทำหน้าที่ทดแทนวัสดุธรรมชาติได้

ในปี 1974 ได้มีการตั้งนิยามอย่างเป็นทางการ ของวัสดุชีวภาพ ดังนี้ "วัสดุชีวภาพเป็นวัสดุที่เจือยถูกออกแบบมาเพื่อฝังหรือรวมเข้าไปในสิ่งมีชีวิต"

ต่อมาปี 1980 โดยนักวิทยาศาสตร์ Bruck ได้ให้นิยามไว้ว่า เป็นวัสดุสังเคราะห์ที่ดีเทียบเท่ากับอวัยวะธรรมชาติ เข้าไปมีส่วนเกี่ยวข้องกับเนื้อเยื่อ เลือด และของเหลวในร่างกาย ไม่ก่อให้เกิดผลเสียต่อร่างกาย ถูกกำหนดไว้ใช้ในงานทางศัลยกรรม การวินิจฉัยโรค การเย็บแผล รักษาโรค และสามารถเก็บรักษาไว้ใช้ในงานทางการแพทย์ได้

ในปัจจุบันได้มีการนำวัสดุเซรามิกส์มาพัฒนาปรับปรุงคุณสมบัติให้ดีขึ้น เพื่อการประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ โดยการนำมาทำเป็นวัตถุดิบในการผลิตวัสดุชีวภาพ (Biomaterial) และอวัยวะเทียม (Implants) เพื่อใช้ทดแทนอวัยวะในร่างกายมนุษย์ เช่น กระดูกโครงสร้าง กระดูกโคนขา กระดูกยึดติดฟันเทียม รากฟันเทียม กระดูกข้อต่อ เป็นต้น ข้อดีของเซรามิกส์ก็คือ เข้ากันได้ดีกับเนื้อเยื่อของร่างกาย แต่ข้อเสียก็คือ เปราะ มีสมบัติเชิงกลต่ำ ดังนั้นจึงมีการปรับปรุงวัสดุเซรามิกส์มาทำเป็นวัสดุประกอบ (Composite) กับพอลิเมอร์ เพื่อเพิ่มความสามารถในการรับแรงของเซรามิกส์ การนำวัสดุ เซรามิกส์ชีวภาพและพอลิเมอร์ผสมกันเป็นวัสดุประกอบ เพื่อเพิ่มความสามารถในวัสดุประกอบที่ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม

##### 2.1.2 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพ

การจำแนกตามประเภทของวัสดุที่ใช้ทำวัสดุชีวภาพ ได้แก่ โลหะ พอลิเมอร์ เซรามิกส์ และวัสดุประกอบ ดังแสดงในตารางที่ 2.1[1]

ตารางที่ 2.1 การจำแนกวัสดุชีวภาพตามวัสดุที่ใช้ผลิต

วัสดุที่ใช้	ข้อดี	ข้อเสีย	ตัวอย่างการใช้งานทางการแพทย์
1. วัสดุพอลิเมอร์ (Polymer) ได้แก่ ยาง(Rubber) ซิลิกอน เทฟลอน (Teflon) ไนลอน (Nylon)	- มีความยืดหยุ่น - ความหนาแน่นต่ำ - สามารถผลิตได้ง่าย	- ไม่แข็งแรง - สามารถเกิดการเสถียรภาพได้เมื่อมีการใช้ในระยะเวลานาน	- การเย็บตอกแต่ง (Sutures) - เส้นเลือดเทียม (Arteries) - สะโพก (Hip) - หู (Ear) - จมูก(Nose) - เนื้อเยื่ออ่อนต่างๆ (Soft tissues)
2. โลหะ (Metal) ได้แก่ ไททาเนียมและโลหะผสมสแตนเลส ทองคำ เงิน แพลงทินัม	- มีค่าความแข็งแรงสูงและทนทานต่อแรงกระแทกสูง - ทนต่อการกัดกร่อน - เหนียว	- เกิดการสึกกร่อนและปล่อยสารที่เป็นพิษต่อร่างกายได้ - ยากต่อการขึ้นรูป - ความหนาแน่นสูง	- ข้อต่อ (Joint replacements) - รากฟันเทียม (Dental root implacements) - กระดูกและส่วนยึดกระดูก (Bone plates and screws)
3. เซรามิกส์ (Ceramics) ได้แก่ อะลูมิเนียมออกไซด์ แคลเซียมฟอสเฟต ไฮดรอกซีแอปพาไทต์	- มีความเข้ากันได้ดีกับร่างกาย - ทนต่อการกัดกร่อน - มีทั้งเฉื่อยและร่องไวทางชีวภาพ - ทนทานต่อการกดอัด	- เปราะ - ไม่มีความยืดหยุ่น	- ฟันปลอม (Dental) - ข้อต่อ (Joint replacements) - เคลือบกระดูกและฟัน
4. วัสดุประกอบ (Composites) ได้แก่ Ceramic-coated metal Carbon-coated material	- แข็งแรง - มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมสำหรับการใช้งาน - ทนทานต่อการกัดกร่อน	- ยากในการผลิต	- ข้อต่อ (Joint replacements) - ลิ้นหัวใจเทียม (Artificial heart valve)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.1.3 วัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม (Biomaterial and Implants) [2]

วัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม เป็นวัสดุที่มนุษย์ผลิตขึ้นเพื่อทดแทนอวัยวะเดิมของร่างกาย ซึ่งสูญเสียไปอันเนื่องจากอุบัติเหตุ ความเจ็บป่วย หรือเนื่องมาจากการที่อวัยวะเดิมไม่สามารถทำหน้าที่ได้อย่างสมบูรณ์ โดยการนำวัสดุชีวภาพหรืออวัยวะเทียมเข้าไปในร่างกายเพื่อทดแทนอวัยวะนั้นๆ แต่ทั้งนี้ก็ยังไม่มีการผลิตให้ครอบคลุมถึงอวัยวะทุกส่วนของร่างกาย วัสดุประเภทนี้สามารถผลิตได้มากมายตามความต้องการ และไม่มีปัญหาด้านคุณภาพของวัสดุ เนื่องจากสามารถควบคุมปริมาณและความต้องการในขณะผลิตได้ และในการทดสอบความสามารถในการเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อของร่างกาย และการปลดปล่อยสารที่เป็นมลพิษในร่างกายก่อนการนำไปใช้งานจริง ถ้าพบว่าวัสดุนั้นไม่เหมาะสมก็สามารถเปลี่ยนเป็นวัสดุอย่างอื่นแทนได้ ทำให้โอกาสเกิดอาการแทรกซ้อนลดลง แต่อย่างไรก็ตาม วัสดุประเภทนี้มีอายุการใช้งานที่จำกัด ไม่สามารถเจริญเติบโตได้ ไม่สามารถซ่อมแซมตัวเองได้ อีกทั้งไม่สามารถปรับปรุงโครงสร้างและสมบัติให้เหมาะสมกับสภาวะร่างกายได้ดีเท่าอวัยวะจริงของร่างกายมนุษย์

วัสดุสังเคราะห์อื่นๆที่นิยมผลิตอวัยวะเทียม เช่น โลหะปลอดสนิม (Stainless steel), โลหะผสม Ti-Al-V และ Ni-Cr, พอลิอะซิทัล (Polyacetal), ซีเมนต์เมทิลเมทาคริลेट (PMMA-Cement),  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ -TZP เป็นต้น

ตารางที่ 2.2 วัสดุชีวภาพที่เป็นที่นิยมและเป็นที่ยอมรับในปัจจุบัน [3]

โลหะ	เซรามิกซ์	พอลิเมอร์
316L Stainless steel	Alumina	Ultra high molecule weight
Co – Cr Alloys	Zirconia	polyethylene
Titanium	Carbon	Polyurethane
Ti6A <sub>4</sub> V	Hydroxyapatite	Polyurethane

ตารางที่ 2.3 สมบัติเชิงกลของกระดูกและวัสดุอื่นๆที่ใช้เป็นวัสดุชีวภาพ เพื่อใช้ทดแทนข้อต่อ [4]

วัสดุ	Young's modulus (GPa)
Alumina	365
Hydroxyapatite	85
Cortical bone	7 – 25
Cancellous bone	0.1 – 10
PMMA bone	770
Polyurethylene	1

### กลไกการยึดติดเนื้อเยื่อและวัสดุชีวภาพ

สามารถแบ่งพิจารณาได้เป็น 4 ประเภท คือ [5]

#### 1. เซรามิกส์ค่อนข้างเฉื่อย (Nearly inert material)

เซรามิกส์ประเภทนี้จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีหรือเปลี่ยนแปลงน้อยมากเมื่ออยู่ในสภาวะร่างกายเป็นเวลานาน เนื้อเยื่อหรือร่างกายบริเวณนั้นจะสร้างเนื้อเยื่อใหม่ขึ้นมาห่อหุ้มวัสดุ เมื่อเนื้อเยื่อใหม่มีความหนาแน่นมากขึ้นอาจทำให้เกิดการเลื่อนหลุดของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพได้

#### 2. เซรามิกส์และโลหะที่มีรูพรุน (Porous material)

เซรามิกส์ประเภทนี้มีรูพรุนซึ่งช่วยลดปัญหาการเคลื่อนหลุดได้ โดยเนื้อเยื่อใหม่ที่สร้างขึ้นจะเจริญเติบโตเข้าไปในรูพรุนของวัสดุซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวช่วยยึดระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อและอวัยวะใกล้เคียง ขนาดรูพรุนของวัสดุควรมีเส้นผ่าศูนย์กลางมากกว่า 100 ไมครอน เพื่อให้เส้นเลือดฝอยเจริญเข้าไป หล่อเลี้ยงเนื้อเยื่อภายในรูพรุนได้ แต่ถ้ามีการเคลื่อนที่ตรงบริเวณรอยต่อบ่อยๆ อาจทำให้เส้นเลือดฝอยขาด ทำให้เนื้อเยื่อที่อยู่ในรูพรุนตาย เกิดอาการติดเชื้อและอักเสบได้

#### 3. เซรามิกส์ที่สามารถดูดซับหรือกัดเซาะได้ (Resorbable or Erodible materials)

วัสดุประเภทนี้จะค่อย ๆ เกิดการสลายตัวอย่างช้า ๆ และถูกแทนด้วยเนื้อเยื่อที่ร่างกายสร้างขึ้นมา การเลือกวัสดุประเภทนี้มีข้อกำหนดที่สำคัญคือ วัสดุจะต้องสามารถถูกย่อยสลายด้วยระบบร่างกายและอัตราการดูดซับของวัสดุจะต้องสอดคล้องกับการสร้างเนื้อเยื่อขึ้นมาทดแทน โดยสารที่ปล่อยออกมาจะต้องไม่เป็นพิษต่อระบบร่างกาย และสามารถถูกกำจัดออกได้ด้วยระบบร่างกาย

#### 4. เซรามิกส์ที่ว่องไวทางชีวภาพ (Bioactive materials)

ลักษณะที่สำคัญของวัสดุประเภทนี้ คือ สามารถเกิดปฏิกิริยาที่พื้นผิวของวัสดุภายใต้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สภาวะร่างกายซึ่งทำให้เกิดสร้างพันธะระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อข้างเคียง จึงสามารถลดปัญหา เลื่อนหลุดที่บริเวณรอยต่อได้

### การทดสอบวัสดุชีวภาพ [6]

โดยทั่วไปกระทำใน 2 ลักษณะ คือ

1. การทดสอบนอกร่างกาย มีวัตถุประสงค์สำคัญ 3 ประการ ดังนี้

- สังเกตการทำงานและประเมินประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพ
- สามารถบอกสมรรถภาพของวัสดุชีวภาพภายใต้สภาวะแวดล้อมที่ต่างกันได้
- ประเมินความน่าเชื่อถือ และความคงทนของวัสดุชีวภาพได้

เนื่องจากการนำวัสดุชีวภาพไปใช้งานจริงจะต้องสัมผัสกับเนื้อเยื่อ ของเหลวและอวัยวะ ต่างๆ ในร่างกาย จึงควรมีการทดสอบวัสดุชีวภาพในสภาวะแวดล้อมคล้ายกับในร่างกาย เพื่อให้ ผลการทดลองที่ได้ นั้นมีความถูกต้องมากที่สุดหรือมีความผิดพลาดน้อยที่สุดเช่นการทดสอบ โดยใช้ของเหลวที่มีองค์ประกอบคล้ายเลือดหรือพลาสมา

2. การทดสอบภายในร่างกาย

วิธีนี้มีข้อได้เปรียบมากกว่าการทดลองภายนอกร่างกาย เพราะสภาวะที่ใช้ในการทดลอง เป็นสภาวะจริงในร่างกายสิ่งมีชีวิต ทำให้ผลการทดลองที่ได้มีความถูกต้องมากยิ่งขึ้น สามารถ แบ่งได้เป็น 4 ขั้นตอนหลัก ๆ ดังนี้

ก. การประเมินในสัตว์ทดลองที่มีสุขภาพดี

วิธีทดลองจะทำได้โดยการผ่าตัดใส่วัสดุชีวภาพเข้าไปในร่างกายของสัตว์ทดลองที่มีสุขภาพดี โดยต้องใส่ในตำแหน่งที่ใกล้เคียงกับที่ต้องการมากที่สุด แต่วิธีนี้มีข้อจำกัด ได้แก่ วงจรชีวิตและ อายุขัยที่ไม่เท่ากัน สรีระองค์ประกอบในร่างกายบางส่วนไม่เหมือนกัน

ข. ประเมินในสัตว์ทดลองที่เป็นโรค

ผลที่ได้แตกต่างกับการทดลองกับสัตว์สุขภาพดี เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับวัสดุทาง ชีวภาพกับอวัยวะที่เป็นโรคและไม่เป็นโรคแตกต่างกัน การทดลองในสัตว์สุขภาพดีไม่สามารถ ประเมินได้ จึงต้องทำการทดลองกับสัตว์ที่เป็นโรค

ค. การศึกษาจากกลุ่มผู้ป่วยในทางคลินิก

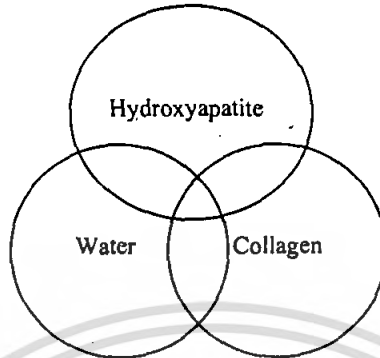
เป็นการทดลองในร่างกายมนุษย์เพื่อตรวจสอบความปลอดภัยของวัสดุทางชีวภาพ และ โรคแทรกซ้อนที่อาจเกิดขึ้นจากการใช้วัสดุทางชีวภาพ

ง. การใช้ทางคลินิกทั่วไป

วัสดุทางชีวภาพที่สามารถนำไปใช้งานได้นั้นต้องผ่านการทดสอบและรับรองจากองค์กรที่ ทำหน้าที่ควบคุมก่อนนำไปใช้งานกับผู้ป่วย

## 2.2 ไฮดรอกซีแอสปาไทต์ (Hydroxyapatite, HAp) [7]

ในร่างกายมนุษย์ประกอบด้วยองค์ประกอบหลัก 3 ส่วน ได้แก่ น้ำ คอลลาเจน (Collagen) และไฮดรอกซีแอสปาไทต์ (Hydroxyapatite, HAp) โดย HAp เป็นแร่ธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักในกระดูกและฟันซึ่งมีอยู่ประมาณ 5% ของน้ำหนักร่างกายดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 องค์ประกอบหลักของเนื้อเยื่อแข็งในร่างกายมนุษย์

### 2.2.1 โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีแอสปาไทต์

HAp เป็นสารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟต (Calcium phosphate) มีสูตรทางเคมีเป็น  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  มีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เป็น 10:6 หรือ 1.67:1 คำว่าไฮดรอกซีแอสปาไทต์มาจาก "ไฮดรอกซี (Hydroxy)" ซึ่งหมายถึงไฮดรอกไซด์ไอออน (Hydroxide ion) และคำว่า "แอสปาไทต์ (Apatite)" เป็นชื่อผลึกแร่ที่มีองค์ประกอบดังนี้  $\text{M}_{10}(\text{ZO}_4)_6\text{X}_2$

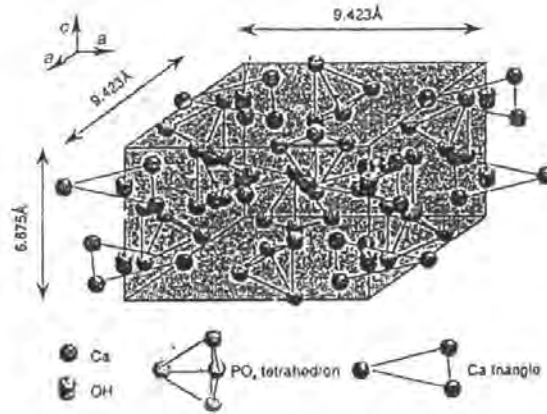
สารประกอบแอสปาไทต์ (Apatite compound) จะมีส่วนประกอบแตกต่างกันออกไป ขึ้นกับไอออนที่เข้าแทนที่ในตำแหน่ง M Z และ X ซึ่งไอออนที่เป็นไปได้ในการแทนที่ ได้แก่

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

Z = P, V, As, S, Si, Ge, Cr, B ฯลฯ

X = OH, OD,  $\text{CO}_3$ , O,  $\text{BO}_2$ , F, Cl, Br ฯลฯ

ไฮดรอกซีแอสปาไทต์มีรูปร่างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ขนาดหน่วยเซลล์  $a = 9.423 \text{ \AA}$  และ  $c = 6.875 \text{ \AA}$  ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของไฮดรอกซีแอปาทิต

รูปที่ 2.2 แสดงโครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ของ HAp โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่บริเวณมุมที่ฐานรอมบิก (Rhombic) ของหน่วยเซลล์ ซึ่งมีการจัดเรียงตัวเป็นคอลัมน์ในที่ว่างซึ่งมีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงของหน่วยเซลล์ คอลัมน์ของหมู่ไฮดรอกซิลจะถูกล้อมรอบด้วยแคลเซียมไฮดรอกไซด์ 6 ไฮดรอกไซด์ ที่จัดเรียงตัวในลักษณะสามเหลี่ยมด้านเท่า 2 รูปตั้งฉากกับคอลัมน์ของไฮดรอกซิล โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นศูนย์กลาง แคลเซียมไฮดรอกไซด์อีก 4 ไฮดรอกไซด์จะเรียงต่อเป็นคอลัมน์ 2 คอลัมน์ ระหว่างสามเหลี่ยมด้านเท่าของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ขนานกับคอลัมน์ของไฮดรอกซิล แคลเซียมเหล่านี้จะถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจนของออร์โทฟอสเฟตเตตระอีตรอล (Orthophosphate tetrahedral)

### 2.2.2 สมบัติโดยทั่วไปของไฮดรอกซีแอปาทิต

- ความสามารถในการละลายของไฮดรอกซีแอปาทิต [7]

HAp สามารถละลายได้ในสารละลายกรด และละลายได้เล็กน้อยในน้ำกลั่น แต่ไม่สามารถละลายได้ในสารละลายอัลคาไลต์ โดยมีค่าการละลายในน้ำกลั่น (pKs) ประมาณ 120

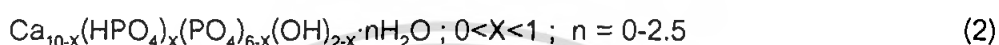
$$pKs = -\log([Ca]^{10}[PO_4]^{6}[OH]^{2}) \approx 120 \quad (1)$$

ความสามารถการละลายในน้ำกลั่นจะเพิ่มขึ้น เมื่อเติมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) ลงไปแต่ความสามารถในการละลายของ HAp จะเปลี่ยนแปลงเมื่อมีกรดอะมิโน โปรตีน เอนไซม์ และสารอินทรีย์อื่นๆ สมบัติด้านการละลายนี้สัมพันธ์กับความสามารถในการเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) กับเนื้อเยื่อ และปฏิกิริยาเคมีกับสารประกอบอื่นๆ อย่างไรก็ตาม อัตราการละลายยังขึ้นกับความแตกต่างของรูปร่าง ความมีรูพรุน ขนาดผลึก ความเป็นเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

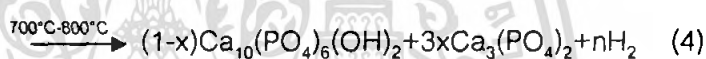
ผลึก และการเสียรูปเนื่องจากความเครียด (Strain defects) เมื่อนำ HAp ไปเผาที่อุณหภูมิสูงจะทำให้ความสามารถในการละลายลดลง สำหรับเนื้อเยื่อได้ผิวหนังจะมีอัตราการละลายเป็น 0.1 มิลลิกรัม/ปี

- พฤติกรรมของไฮดรอกซีแอสพาไทด์ที่อุณหภูมิสูง

HAp ที่ได้จากการสังเคราะห์จะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray diffraction pattern) ที่มีพีคกว้าง เนื่องจากไม่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมต่างๆ ที่สมบูรณ์ สูตรทั่วไปที่ใช้แทน HAp ดังกล่าว คือ

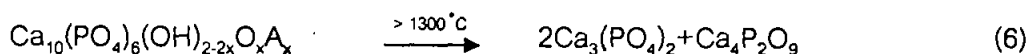


- ในระหว่างที่ HAp ได้รับความร้อนจะมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้ [8]



สมการข้างบนสามารถเขียนให้อธิบายในกรณีที่สาร HAp ที่สังเคราะห์มีอัตราส่วนโดยมวลของ Ca:P เบี่ยงเบนไปจาก 1.67 (Non-stoichiometric HAp) เท่านั้น ในกรณีที่ Ca:P มีค่าเข้าใกล้ 1.67 (Stoichiometric HAp) พบว่าการแคลไซน์ HAp ที่ 700°C หรือการเผา 900°C - 1300°C จะไม่พบเฟสอื่นๆ เกิดขึ้นเลย [9]

สาร HAp สูญเสีย OH ที่ละน้อยเมื่อเผาอุณหภูมิสูงกว่า 800°C แยกตัวให้  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  และ  $\text{Ca}_4\text{P}_2\text{O}_9$



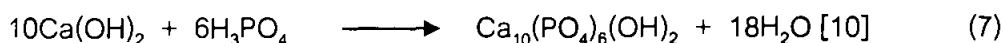
### 2.2.3 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอสพาไทด์

วิธีการการ HAp สามารถทำได้หลายวิธี วิธีที่นิยมใช้ ได้แก่ วิธีตกตะกอนทางเคมี (Precipitation method) วิธีไฮโดรลิซิส (Hydrolysis method) การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

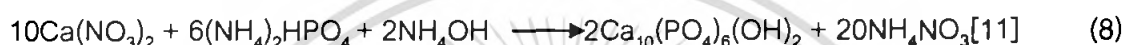
(Solid-state reaction) วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method) และวิธีอัลคอกไซด์ (Alkoxide method) ซึ่งแต่ละวิธีมีรายละเอียดดังต่อไปนี้ [9]

### 1. วิธีตกตะกอนทางเคมี (Precipitation method)

ในการเตรียม HAp จากวิธีนี้สามารถเตรียมได้จากสารตั้งต้นหลายชนิด โดยการนำกรดและเบสมาทำปฏิกิริยากันโดยตรง ดังสมการ



หรือโดยการนำเกลือแคลเซียมมาทำปฏิกิริยากับเกลือฟอสเฟตดังสมการ



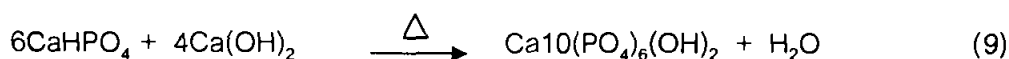
วิธีนี้จะมีความไวต่อค่า pH และความเข้มข้นของสารเคมีที่ใช้ HAp ที่ได้จากวิธีตกตะกอนจะมีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด และการจับตัวเป็นโครงสร้างที่มีรูปผลึกที่ไม่สมบูรณ์

### 2. การใช้ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิส (Hydrolysis method)

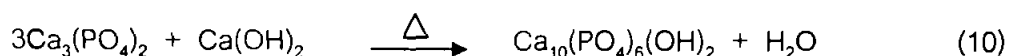
HAp สามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของแคลเซียมฟอสเฟต เช่น ไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , DCPD) ออกตระแคลเซียมฟอสเฟตเตตระไฮเดรต ( $\text{C}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , OCP) ไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส ( $\text{CaHPO}_4$ , DCP) ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้ HAp ยังเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของแคลเซียมคาร์บอเนตในสารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟตหรือโซเดียมฟอสเฟต

### 3. การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)

HAp ที่ได้จากวิธีนี้ทำได้โดยนำสารเคมีในสถานะที่เป็นของแข็งมาทำปฏิกิริยากันที่อุณหภูมิสูงกว่า  $950^\circ\text{C}$  ดังสมการ



Monetite



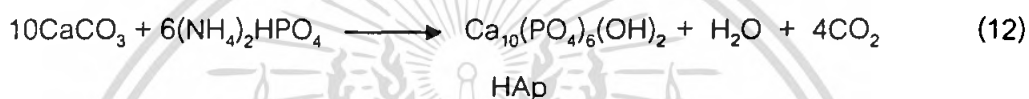
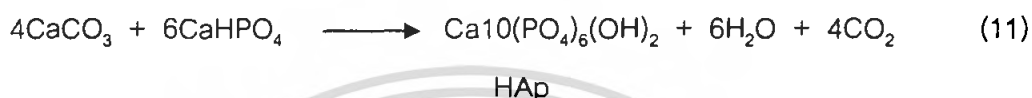
$\beta$ -TCP

HAp ที่ได้จากวิธีนี้จะเป็นผงละเอียดและเรียงตัวเป็นโครงสร้างผลึกที่ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

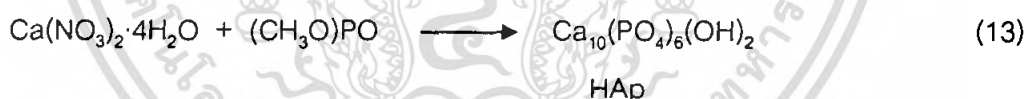
#### 4. วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)

ทำได้โดยนำสารเคมีที่เป็นเกลือของแคลเซียมและฟอสเฟต มาทำปฏิกิริยากันภายในบรรยากาศที่มีความดันและอุณหภูมิสูง เช่น ปฏิกิริยาในสมการที่ (9) และ (10) สามารถทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลได้ภายใต้ความดันไอน้ำ 12,000 psi อุณหภูมิ 275 °C [12] นอกจากนี้  $\beta$ -TCP,  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  และ TTCP ยังสามารถเปลี่ยนเป็น HAp ได้ง่ายโดยการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลภายใต้สภาวะนี้  $\text{CaCO}_3$  เมื่อทำปฏิกิริยากับ  $\text{CaHPO}_4$  หรือ  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  ในอัตราส่วนที่เหมาะสมจะสามารถเปลี่ยนเป็น HAp ได้ดังสมการที่ (11) และ (12)



#### 5. วิธีอัลคอกไซด์ (Alkoxide)

วิธีนี้เป็นวิธีหนึ่งที่ใช้เตรียมฟิล์มบางของ HAp โดยเตรียมจากแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรตกับไตรเมทิลฟอสเฟตละลายในเอทานอล ระเหยตัวทำละลาย จากนั้นนำส่วนที่เหลือไปผ่านความร้อนที่ 500-1000 °C จะได้ HAp ดังสมการ



#### 2.2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ HAp

งานวิจัยของ N.Ozgun Engin และคณะ[13] ได้ทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นวัสดุที่มีรูพรุนจากวิธีการตกตะกอนทางเคมีโดยเริ่มต้นจากนำแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) 0.152 โมล และไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ) 0.009 โมล ละลายในน้ำกลั่น เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25% โดยปริมาตร 340 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 65 °C เป็นเวลา 90 นาที พร้อมการปั่นกววน จากนั้นให้ความร้อนต่อไปจนของผสมเดือด เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปล่อยให้ของผสมเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง ทิ้งให้ตกตะกอน 1 คืน นำไปกรองและนำตะกอนที่ได้ไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงานที่มีรูพรุน โดยใช้เมทิลเซลลูโลสที่มีความเข้มข้น 8-13 กรัม/ลิตร ละลายในน้ำกลั่น 400-800 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันแล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นำไปใส่ฟองอากาศด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 45 นาที นำไปอบที่อุณหภูมิ 90°C ประมาณ 24 ชั่วโมง ตัดชิ้นงานให้เป็นรูปลูกบาศก์นำไปเผาที่อุณหภูมิและเวลาดังแสดงในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 เวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาขึ้นรูป HAp

อุณหภูมิที่ใช้เผา (°C)	เวลาในการเผา (นาที)
25-250	400
250-250	20
250-1250	300
1250-1250	300
1250-25	400

จากผลการทดลองพบว่า HAp ที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เท่ากับ 1.674 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.65  $\mu\text{m}$  พื้นที่ผิว 45-50  $\text{m}^2/\text{g}$  และเมื่อนำชิ้นงานที่ผ่านการเผาแล้วไปวิเคราะห์หา % ความเป็นรูพรุนและขนาดรูพรุนพบว่า ชิ้นงาน HAp มีขนาดรูพรุนตั้งแต่ 200-400  $\mu\text{m}$  ค่า% ความเป็นรูพรุนอยู่ในช่วง 80-92% จากนั้นนำชิ้นงาน HAp ไปทดสอบความแข็งแรงโค้งงอ (Flexure strength) พบว่า ชิ้นงาน HAp มีค่าความแข็งแรงโค้งงอเท่ากับ  $3.5 \pm 0.15$  MPa

งานวิจัยของ S. Lazic และคณะ[14] ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่ออัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P ล้วนฐานวิทยา และขนาดผลึกของ HAp ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคการตกตะกอนของแคลเซียม ไฮดรอกไซด์ ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) และกรดฟอสฟอริก ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) โดยเริ่มต้นจากเผา  $\text{CaCO}_3$  ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 24 ชม. ทำให้เย็นทันทีด้วยน้ำกลั่น จะได้แคลเซียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) ที่แขวนลอยอยู่ในน้ำ จากนั้นค่อยๆ หยดกรด  $\text{H}_3\text{PO}_4$  เข้มข้น 0.5 โมล/ลิตร ที่อัตราการหยด 1 มิลลิลิตร/นาที ลงในของผสม ให้ความร้อนที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 สภาวะที่ใช้ในตกตะกอนทางเคมี HAp

สภาวะในการตกตะกอน	
อุณหภูมิในการตกตะกอน (°C)	เวลาในการบ่มตะกอน (Maturation time) (ชม.)
95	0
95	20
70	20
70	0
22	20,Stirring
22	0

จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ HAp ที่ได้จากการตกตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ

พบว่าจากการศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อ HAp ที่สังเคราะห์ได้ ที่อุณหภูมิ 95 °C จะมีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เท่ากับ 1.67 มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี เมื่อนำไปเผาที่ 900°C จะไม่พบแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ เกิดขึ้น และเมื่ออุณหภูมิในการตกตะกอนลดลง HAp ที่สังเคราะห์ได้จะมีอัตราส่วนโมลของ Ca:P แตกต่างจากค่า 1.67 คือ ที่อุณหภูมิในการตกตะกอน 70°C และ 20°C HAp ที่สังเคราะห์ได้จะมีอัตราส่วนโดยโมล Ca:P มากกว่า 1.67 และน้อยกว่า 1.67 ตามลำดับ เมื่อนำไปเผาที่ 900°C จะพบ CaO และ  $\beta$ -TCP เกิดร่วมกับ HAp

จากการศึกษาผลของเวลาในการเลี้ยงตะกอน (Maturation time) ที่มีต่ออัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P สัญฐานวิทยา และขนาดของผลึก พบว่า ที่อุณหภูมิในการตกตะกอน 95°C เวลาในการเลี้ยงตะกอนไม่มีผลต่ออัตราส่วนของ Ca:P และเสถียรภาพทางความร้อนของ HAp แต่จะมีผลทำให้ผลึก HAp มีรูปร่างค่อนข้างกลมและมีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่ออุณหภูมิ ในการตกตะกอนลดลงเวลาในการเลี้ยงตะกอนจะมีผลทำให้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เท่ากับ 1.67 มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิในการตกตะกอนที่ 22°C พบว่าปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เสถียรภาพทางความร้อนและขนาดผลึก คือ เวลาในการเลี้ยงตะกอน และการปั่นกวนในขณะที่เลี้ยงตะกอน HAp ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะนี้จะมีขนาดผลึก รูปร่างคล้ายเข็ม ค่อนข้างเล็ก และขนาดสม่ำเสมอ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.2.5 การประยุกต์ใช้งานของไฮดรอกซีแอปาทาइट [15]

โดยทั่วไปรูปแบบการนำ HAp มาใช้ในทางการแพทย์หลายลักษณะแตกต่างกันไปตามวัตถุประสงค์การใช้งานและสมบัติที่ต้องการ แบ่งได้ 3 ลักษณะคือ

1. ไฮดรอกซีแอปาทาइटแบบผง (Power hydroxyapatite) สำหรับใช้เคลือบลงบนโลหะที่เป็นส่วนประกอบหลักของข้อสะโพกเทียม หรือ รากฟันเทียม เพื่อให้โลหะทนทานต่อการกัดกร่อนจากของเหลวภายในร่างกาย และสามารถเกิดการยึดติดระหว่างวัสดุชีวภาพและเนื้อเยื่อหรือกระดูกภายในร่างกายได้ดีขึ้น นอกจากนี้ยังนำไปผสมกับวัสดุชนิดอื่น เช่น พอลิเมอร์เพื่อใช้ทำกระดูกเทียม ซึ่งช่วยผู้ป่วยที่สูญเสียการได้ยินให้สามารถได้ยินเสียงดีขึ้น

2. ไฮดรอกซีแอปาทาइटแบบชั้นเนื้อแน่น (Dense hydroxyapatite) จะมีสมบัติเชิงกลดีกว่าแบบรูพรุน จึงสามารถรับน้ำหนักได้มากกว่า การนำไปใช้งานมักนำไปทดแทนในส่วนของกระดูกสันหลังของผู้ป่วย โดยสารไฮดรอกซีแอปาทาइटจะเป็นตัวเร่งให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อมาเกาะ และทำให้เกิดการยึดติดได้ดีขึ้น

3. สารไฮดรอกซีแอปาทาइटแบบรูพรุน (Porous hydroxyapatite) นิยมใช้งานเป็นวัสดุทดแทนกระดูก เป็นตัวเติมทางด้านศัลยกรรมกระดูกและใบหน้า ไฮดรอกซีแอปาทาइटชนิดนี้มีพื้นที่ผิวมากเนื่องจากมีรูพรุนจึงมีสมบัติเชิงกลต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับชนิดเนื้อแน่น โดยเฉพาะด้านความแข็งแรง ดังนั้นจึงต้องมีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปาทาइटชนิดนี้ก่อนที่จะนำไปปลูกถ่ายอวัยวะ ซึ่งสามารถทำได้โดยการนำไฮดรอกซีแอปาทาइटประเภทนี้ไปผลิตเป็นวัสดุประกอบ (Composite)

### 2.2.6 สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ [7]

นอกจาก HAp แล้วยังมีสารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟตอีกหลายชนิดที่เข้ามามีบทบาทในงานวิจัยด้านวัสดุทางการแพทย์และอวัยวะเทียม สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตเหล่านี้ แตกต่างกันที่อัตราส่วนโมลของ Ca:P ในโครงสร้างและชนิดของไอออนองค์ประกอบอื่นๆ ดัง ตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 แคลเซียมฟอสเฟตชนิดต่างๆ ที่มีอัตราส่วนของ Ca:P แตกต่างกัน

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

107863

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

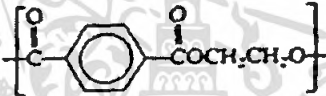


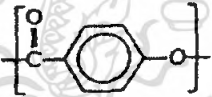
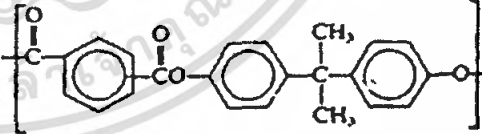
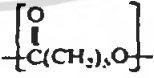
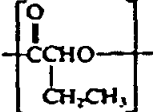
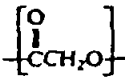
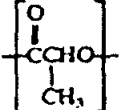
## 2.3 พอลิเอสเตอร์ ( polyester ) [16]

พอลิเอสเตอร์ ( polyester ) เป็นพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาควมนั้นชนิดแรกสังเคราะห์ขึ้นโดย Carother และผู้ร่วมกลุ่มวิจัย[17] ในตอนต้น ค.ศ.1930 พอลิเอสเตอร์ส่วนใหญ่มีสมบัติที่มีความทนทานต่อการขีดถูเสียดสีได้ดี และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานจึงถูกนำมาใช้ในการผลิตขวดน้ำดื่ม เส้นใย และฟิล์ม เป็นต้น

พอลิเอสเตอร์สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ คือ พอลิเอสเตอร์เชิงเส้นซึ่งจัดเป็นพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมพลาสติก และพอลิเอสเตอร์แบบโครงสร้างร่างแห ซึ่งจัดเป็นพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมเซต สำหรับงานวิจัยชิ้นนี้จะกล่าวถึงเฉพาะพอลิเอสเตอร์เชิงเส้น

ตัวอย่างพอลิเอสเตอร์เชิงเส้นชนิดต่างๆในเชิงการค้าแสดงดังตารางที่ 2.7

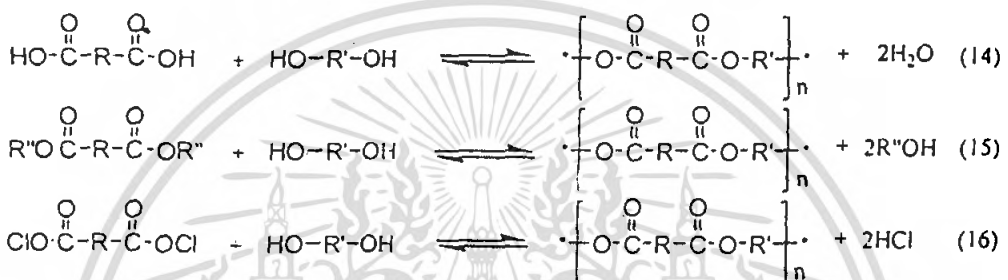
ตารางที่ 2.7 ตัวอย่างพอลิเอสเตอร์เชิงเส้นทางการค้า

Common name	Principal structure
Poly(ethylene terephthalate) (PET)	
Poly(butylene terephthalate) (PBT)	
Poly(1,4-dihydroxymethylcyclohexyl terephthalate)	
Poly(4-hydroxybenzoate)	
Poly(bisphenol A terephthalate/isophthalate)	
Polycaprolactone	
Poly(2-hydroxybutyric acid) (PHB)	
Poly(glycolic acid)	
Poly(lactic acid)	

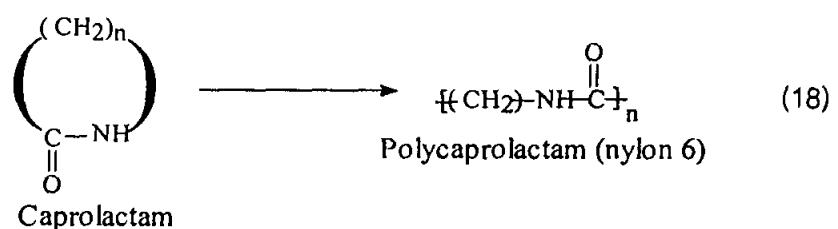
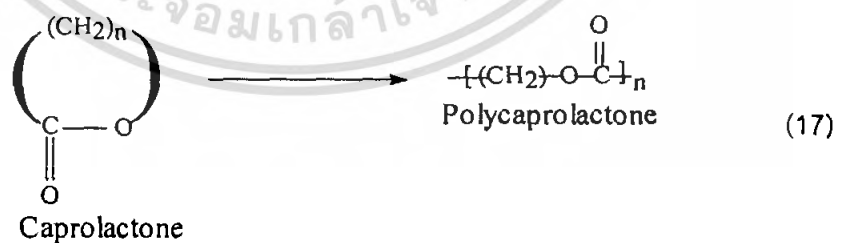
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยทั่วไปปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์เชิงเส้น มี 2 รูปแบบ ได้แก่ ปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบควบแน่น และปฏิกิริยาพอลิเมอไรส์แบบเปิดวง

- ปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบควบแน่น จะมีการขจัดออกของสารประกอบโมเลกุลเล็กๆ เช่น น้ำ เมทานอล ในระหว่างการดำเนินปฏิกิริยา เกิดเป็นพอลิเอสเตอร์เชิงเส้นที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ตัวอย่างการสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์ด้วยปฏิกิริยาการควบแน่น ได้แก่ การสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาเอสเตอร์ฟิเคชันโดยตรง ปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยน เอสเตอร์ระหว่างไดเอสเตอร์กับไดออล (สมการที่ 15) ปฏิกิริยาระหว่างไดแอซิดเฮไลด์กับไดออล (สมการที่ 16)



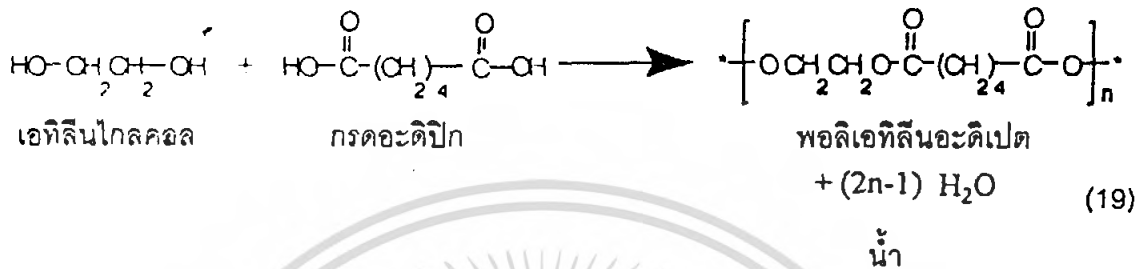
- ปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบเปิดวงจะต่างกับปฏิกิริยาพอลิเมอไรส์แบบควบแน่นคือไม่มีการขจัดออกของสารประกอบโมเลกุลเล็กๆ พอลิเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะมีน้ำหนักโมเลกุลที่สูง และมีการกระจายน้ำหนักโมเลกุลที่แคบ ตัวอย่างการสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์เชิงเส้นด้วยวิธี ROP เช่น การสังเคราะห์พอลิคาโปแลคโตน และพอลิคาโปแลคแทม ดังแสดงในสมการที่ (17) และ (18) ตามลำดับ



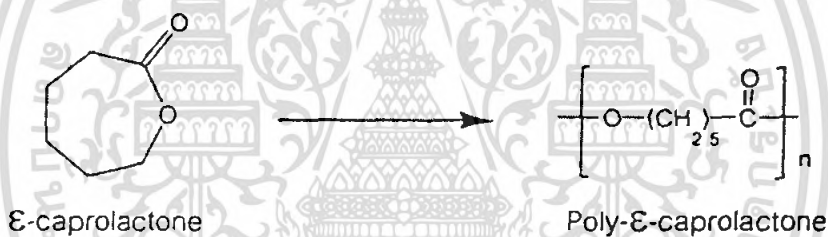
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.1 อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ (Aliphatic polyester) [18]

อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์จัดเป็นเทอร์โมพลาสติก ที่ภายในโครงสร้างไม่มีส่วนของหมู่อะโรมาติกอยู่ โดยทั่วไปมีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าอะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ ตัวอย่างของอะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ เช่น การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (Poly(ethylene adipate)) โดยการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันระหว่างกรดอะดิปิก (Adipic acid) กับเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol) จะมีการจัดโมเลกุลของน้ำออกจากปฏิกิริยาดังแสดงในสมการ (19)



นอกจากนี้อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ ยังสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาการเปิดวง เช่น ปฏิกิริยาการเปิดวงของ caprolactone ได้ poly-caprolactone เป็นผลิตภัณฑ์ซึ่งใช้เป็นสารมัยันตร์ในการผลิตพอลิยูรีเทน และใช้เป็นสารพลาสติกไซเซอร์ที่ทำให้ PVC นิ่มตัว



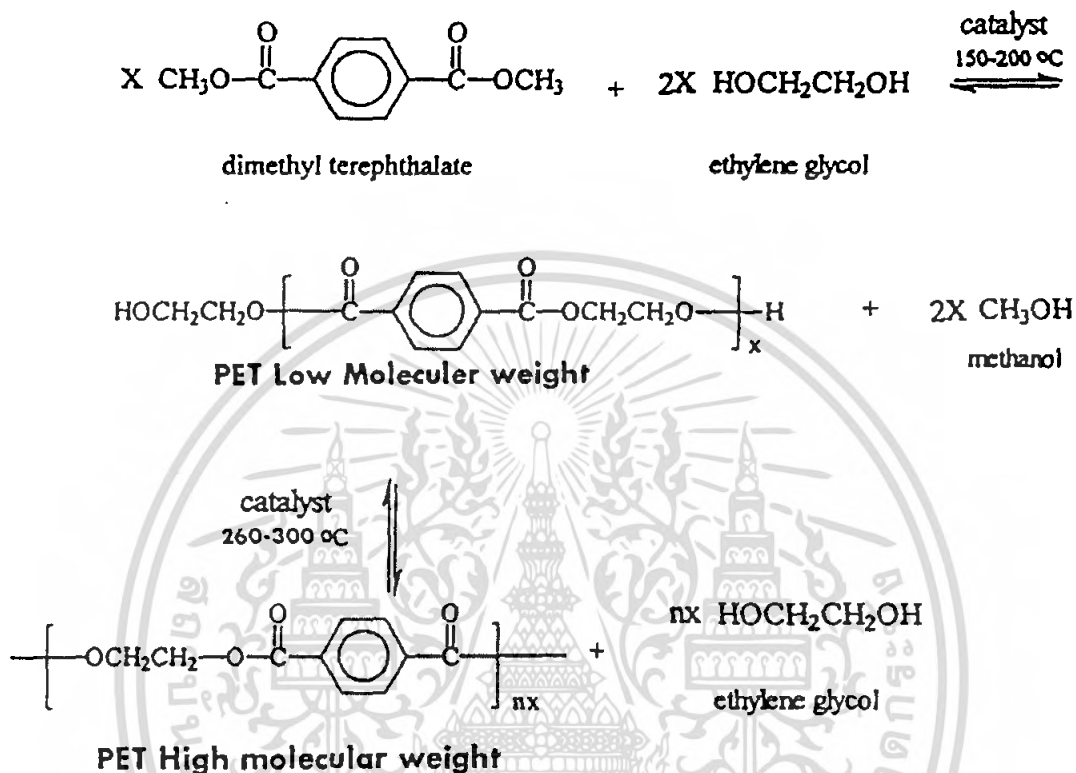
### 2.3.2 อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ (Aromatic polyester)

อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ที่มีการนำมาใช้อย่างกว้างขวางมากที่สุด คือ พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET) สามารถใช้ได้หลายรูปแบบ เช่น ในรูปของเส้นใย ที่รู้จักกันดีในชื่อ Dacron ในรูปของฟิล์มที่เรียกว่า Mylar PET เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่ดี เช่น ค่าความแข็งดึงสูง น้ำหนักเบา โปร่งใส และสมบัติการซึมผ่านก๊าซต่ำ เป็นต้น มีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึก ประมาณ 250-260 °C อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว 75 °C และมีความหนาแน่น 1380 กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร

สำหรับการสังเคราะห์ PET[16] จะใช้ปฏิกิริยาควนแน่นระหว่างกรดเทเรฟทาเลอิก (Terephthalic acid, TPA) และเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, EG) โดยจะต้องใช้ EG ในปริมาณที่มากเกินไป เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดเอสเทอร์ิฟิเคชัน มีการกลั่นเมทานอลออกมาในระหว่างที่ทำปฏิกิริยาดำเนินไป ซึ่งจะได้สารประกอบโพลิโกเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ จากนั้นจึงให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นภายใต้การลดความดัน เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดการแลกเปลี่ยน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

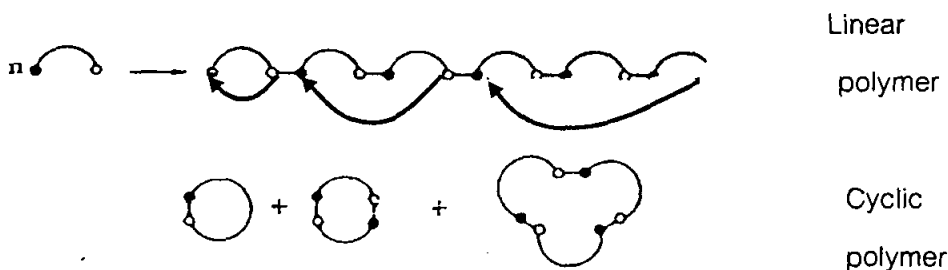
เอสเทอร์เกิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงขึ้นโดยปฏิกิริยามีการขจัดเอทิลีนไกลคอลออก ในปัจจุบันนี้จะนำไดเมทิลเทอเรฟทาเลต (Dimethyl terephthalate, DMT) มาสังเคราะห์ PET แทนกรดเทอเรฟทาลิก เพราะว่าการกรดเทอเรฟทาลิกมีจุดหลอมเหลวสูง และมีปัญหาการละลาย ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอเรฟทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET)

### 2.4 ปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง ( Cyclodepolymerisation; CDP)[19]

ปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวงนี้เป็นการสังเคราะห์สารประกอบวงจากสารตั้งต้นประเภท พอลิเมอร์เชิงเส้น ซึ่งหลักการของเทคนิคนี้คือ การทำปฏิกิริยาภายในสายโมเลกุลของพอลิเมอร์สายโซ่ตรง (Intramolecular reaction) เกิดเป็นสารประกอบวงดังแสดงในรูปที่ 2.4

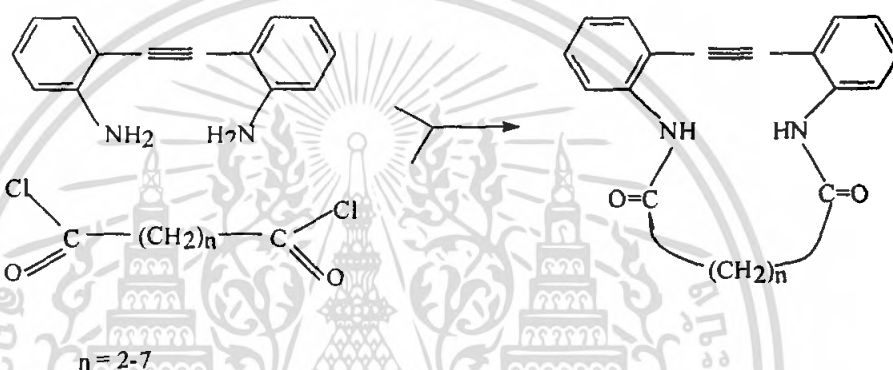


รูปที่ 2.4 การเกิดปฏิกิริยาภายในสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์

ดังนั้นสารประกอบวงที่ได้จะมีทั้งที่เป็นมอนอเมอร์ ไดเมอร์ ไตรเมอร์ และสารประกอบโพลิโกลิเมอร์ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาเทคนิคการสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิโกลิเมอร์ เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวงจำนวนมาก ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นควรจะเป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นภายในโมเลกุลมากกว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นข้ามโมเลกุล ซึ่งทำได้โดยใช้เทคนิคสถานะสารละลายเจือจางสูง (High Dilution Method) ดังจะกล่าวในหัวข้อต่อไป

#### 2.4.1 วิธีสถานะสารละลายเจือจางสูง (High Dilution Method)

เทคนิคสถานะสารละลายเจือจางสูงมีการนำมาใช้ครั้งแรกในปี ค.ศ.1912 โดย P.Ruggli เป็นการสังเคราะห์สารประกอบวงเอไมด์ ดังสมการที่ 20



หลักการทั่วไปคือ เมื่อความเข้มข้นของสายโซ่โมเลกุลในตัวทำละลายต่ำ สายโซ่แต่ละสายของพอลิเมอร์อยู่ห่างกัน ทำให้หมู่ปลายที่ว่องไวของสายโซ่มีโอกาสทำปฏิกิริยาข้ามโมเลกุลน้อยลง ดังนั้นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นภายในโมเลกุลของสายโซ่เดียวกันจึงเกิดได้มาก ส่งผลทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวง

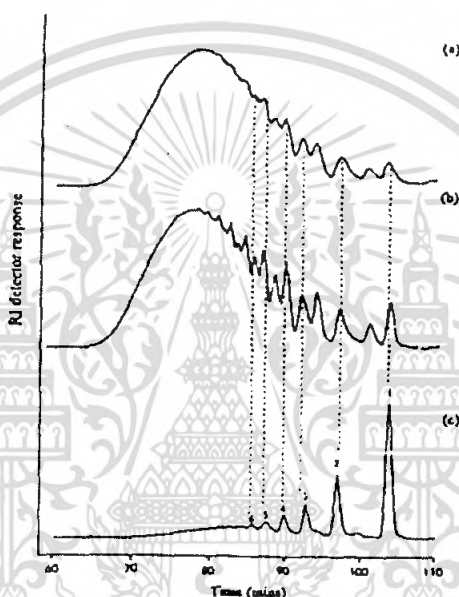
#### 2.4.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์สารประกอบวงด้วยเทคนิคการดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวง

B. R Wood และทีมงานวิจัยได้[20] ทำการศึกษาสมบัติและการเตรียมสารประกอบประเภทวงขนาดใหญ่ของ tetraethyleneglycol succinate จากปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบควบแน่นระหว่าง dimethyl succinate กับ tetraethylene glycol โดยมี tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 18 ชั่วโมง แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยการตกตะกอนในเมทานอลและอบให้แห้ง นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

GPC พบว่าพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก เท่ากับ 4000 และการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (MWD) มีค่าประมาณ 2.1

สำหรับการตีพอลิเมอร์แบบเปิดวงทำได้โดยนำ Poly(tetraethyleneglycol succinate) มาทำการรีฟลักซ์ในตัวทำละลายคลอโรเบนซีน เป็นเวลา 96 ชั่วโมง โดยใช้อัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลายเท่ากับ 1:53 กรัม:มิลลิลิตร ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ dibutyltin bis(2-ethyl hexanoate) จากนั้นนำไปประเหยตัวทำละลายและอบให้แห้งแล้วนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC พบว่า เมื่อเวลาผ่านไป 12 ชั่วโมงจะเริ่มมีการเกิดสารประกอบวงขึ้นดังรูป และเมื่อเวลาผ่านไป 72 ชั่วโมงจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบวงที่มีหน่วยซ้ำตั้งแต่ 1-6

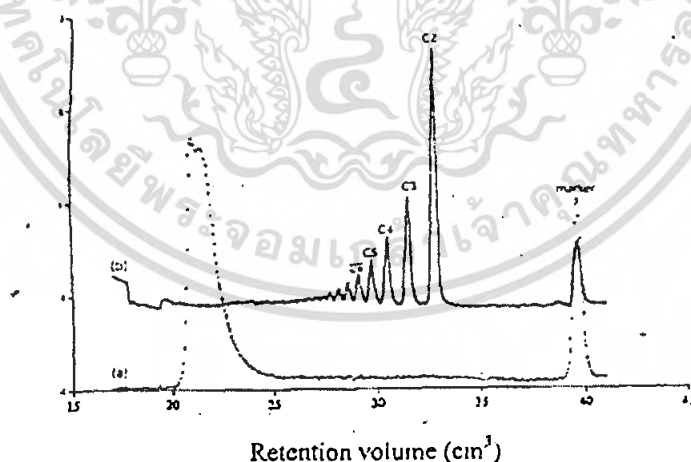


รูปที่ 2.5 ผล GPC โครมาโตแกรม ของ tetraethylene succinate oligomers ที่เวลา (a) 0 (b) 12 และ(c) 72 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์ NMR ของสารประกอบที่เป็นวง ปรากฏว่าไม่พบหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ พบพิกที่ที่น่าสนใจ 4 พิก คือ ที่  $\delta$  เท่ากับ 2.69 ppm เป็น singlet ของโปรตอนที่อยู่ติดกับหมู่ C=O ของ ester linkage ( $-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{COO}-$ ) ที่  $\delta$  เท่ากับ 4.27 ppm เป็น triplet ของโปรตอนที่ติดกับออกซิเจนของ ester linkage ( $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}-$ ) ที่  $\delta$  เท่ากับ 3.67 ppm เป็น singlet ของโปรตอนของ oxyethylene backbone ( $-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ ) และที่  $\delta$  เท่ากับ 3.72 ppm เป็น triplet ของโปรตอนของ oxyethylene ที่ติดกับ ester linkage ( $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}=\text{O}$ ) และจากผลการตรวจวิเคราะห์ด้วย FAB-MS พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วยสารประกอบที่มีหน่วยซ้ำตั้งแต่ 1-6

งานวิจัยของ A.J.Hall และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย[21] ได้ทำการสังเคราะห์ Cyclic oligo(hexylidene isophthalate) จากปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชัน โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์ Poly(hexylidene isophthalate) จาการรีฟลักซ์ กรดไอโซฟลาทาติก กับ 1,6 ไดโบริโมเฮกเซน พร้อมการปั่นกวอนอย่างรุนแรงเป็นเวลา 78 ชั่วโมง แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยการตกตะกอนในเมทานอล นำตะกอนไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 50°C และความดัน 20 mmHg ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 72% เมื่อนำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  พบว่ามีพิกเกิดขึ้นที่ค่า  $\delta$  เท่ากับ 1.56 (4H,m) 1.85 (4H,m) 4.39 (4H,t) 7.55 (1H,t) 8.24 (2H,d) และ 8.70 (1H,m) ppm และจาก FTIR ได้ค่า  $\nu_{\text{max}}$  ที่ 2933, 2896, 2855, 1721, 1302, 1237 และ 729  $\text{cm}^{-1}$  และจากการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค GPC พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน ( $\bar{M}_n$ ) เท่ากับ 15500 และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก ( $\bar{M}_w$ ) เท่ากับ 34000 ดังแสดงในรูป 2.6 (a) ซึ่งสรุปได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็น Poly(hexylidene isophthalate)

สำหรับขั้นตอนการดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวงนั้น ทำได้โดยการรีฟลักซ์ Poly(hexylidene isophthalate) ในตัวทำละลาย 1,2-dichlorobenzene เป็นเวลา 10 วันโดยใช้ไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นนำไประเหยตัวทำละลายและอบให้แห้งที่ความดัน 20 mmHg ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว 97% นำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  และ FTIR จะให้ผลสอดคล้องกันคือ ไม่พบหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC จะพบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยลดลง ดังรูป 2.6 (b) และจากผลการทดลองวิเคราะห์ด้วยเทคนิค MS พบว่า สารประกอบวงที่เกิดขึ้นมีขนาดตั้งแต่ 2-mer ถึง 17-mer



รูปที่ 2.6 ผลของโครมาโทแกรม

(a) Poly(hexylidene isophthalate)

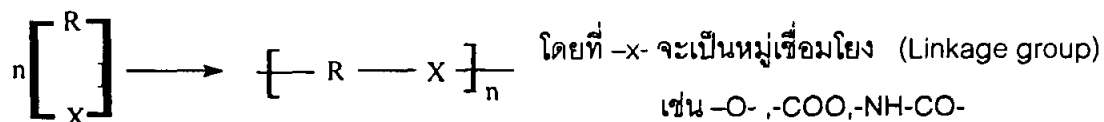
(b) Cyclic oligo(hexylidene isophthalate) จากการดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง

(CDP) ของ Poly(hexylidene isophthalate)

## 2.5 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง (Ring-opening Polymerisation; ROP)

[16]

ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงเป็นอีกวิธีหนึ่งที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ โดยวิธีนี้จะใช้มอนอเมอร์ที่มีลักษณะเป็นวง (Cyclic monomer) เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา



ตัวอย่างพอลิเมอร์สังเคราะห์นี้ได้ด้วยวิธี ROP แสดงดังตารางที่ 2.4

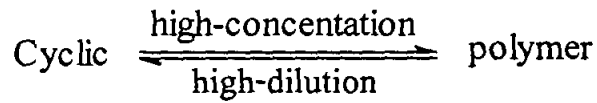
ตารางที่ 2.4 พอลิเมอร์ชนิดต่างๆที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค ROP

Polymer type	Polymer repeating group	Monomer structure	Monomer type
Polyalkene	$-\text{CH}-\text{CH}(\text{CH}_2)_n-$	$(\text{CH}_2)_n$ with two CH groups	Cycloalkene
Polyether	$-\text{CH}_2\text{O}-$	Ring with two oxygen atoms	Trioxane
Polyether	$-(\text{CH}_2)_n\text{O}-$	Ring with one oxygen atom	Cyclic ether
Polyester	$-\left[ \text{CH}_2 \right]_n \text{CO}-$	Ring with one oxygen and one carbonyl group	Lactone
Polyamide	$-\left[ \text{CH}_2 \right]_n \text{CONH}-$	Ring with one oxygen and one NH group	Lactam
Poly siloxane	$-\left[ \text{Si}(\text{CH}_3)_2 \text{O} \right]_n-$	Ring with one silicon and one oxygen atom	Cyclic siloxane
Polyphosphazene	$-\left[ \text{P}(\text{Cl})_2 \text{N}(\text{Cl}) \right]_n-$	Ring with two phosphorus and two nitrogen atoms	Hexachlorocyclotriphosphazene <sup>a</sup>

องค์ประกอบที่มีผลต่อการเปิดวง คือ แรงผลักดัน (Driving force) ของมอนอเมอร์ชนิดวง (Cyclic monomer) โดยคำนึงถึงผลจากความเครียด (Stress) หรือความเกะกะ (Steric) ขององศาพันธะระหว่างกลุ่มของอะตอมที่อยู่ภายในวง ลักษณะของมอนอเมอร์ที่เป็น 3-4 เหลี่ยมจะมีผลจากความเครียดภายในวงจึงทำให้เกิดการเปิดวงขึ้น ส่วนมอนอเมอร์ที่มีลักษณะ 8-10 เหลี่ยมจะมีผลจากความเกะกะของกลุ่มอะตอมภายในวงจึงส่งผลให้เกิดการเปิดวง สำหรับมอนอเมอร์ที่มีลักษณะมากกว่า 10 เหลี่ยมขึ้นไปนั้นจะมีความเครียด และความเกะกะน้อยมากจึงมีโอกาสที่จะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดการเปิดวงยากกว่ามอนอเมอร์ 3-4 และ 8-10 เหลี่ยม ทำให้พอลิเมอร์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ดังนั้นจึงต้องทำปฏิกิริยา พอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงในสภาวะความเข้มข้นสูงโดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม เพื่อให้เกิดการ พอลิเมอไรส์สูง ดังแสดงในรูปที่ 2.7



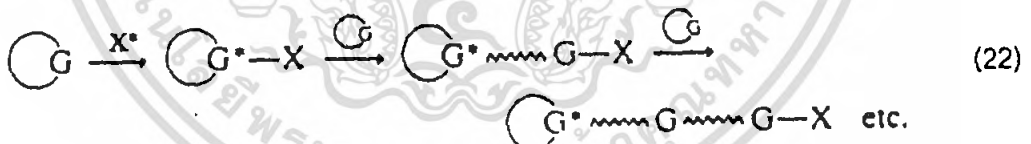
รูปที่ 2.7 สมดุลของปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวงและพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง

การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบเปิดวงนี้จะมีแตกต่างจากการสังเคราะห์แบบควบแน่นตรงที่ จะไม่มีการหลุดออกมาของโมเลกุลเล็ก กลไกการเปิดวงของ ROP โดยทั่วไปมี 2 รูปแบบคือ [16]

1. สารประกอบไอออนิก หรือสารประกอบโคออดิเนชัน ( $X$ ) จะเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ที่บริเวณหมู่ฟังก์ชันของมอนอเมอร์นั้น ( $G$ ) จากนั้นจึงเกิดเป็นวง บริเวณปลายหมู่ที่พร้อมจะเข้าทำปฏิกิริยาต่อไป ( $G^*$ ) และจะเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ตัวอื่น ทำให้เกิดการปิดวงต่อไป ดังสมการที่ 21

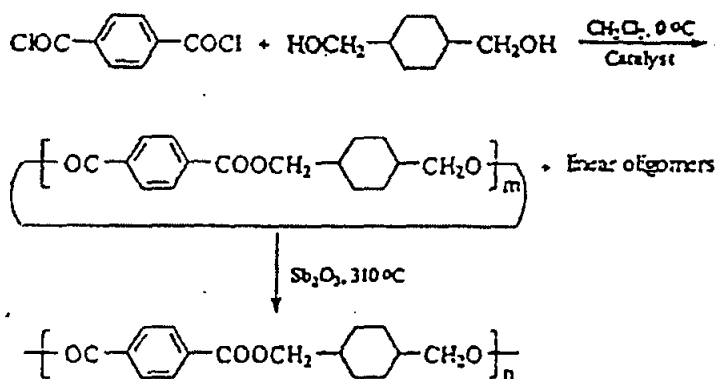


2. สารประกอบไอออนิก หรือสารประกอบโคออดิเนชัน ( $X^*$ ) จะเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ เกิดเป็นสารประกอบโคออดิเนชัน (ส่วนใหญ่จะเป็นแคทไอออน) จากนั้นจะทำปฏิกิริยาเปิดวงกับมอนอเมอร์ต่อไป ดังสมการที่ 22



ตัวอย่างของงานวิจัยที่มีการสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยเทคนิค ROP

งานวิจัยของ W.Xin-Hua และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [22] ได้ทำการสังเคราะห์ Poly(1,4-cyclohexylenedimethylene terephthalate), PCT โดยวิธีการพอลิเมอไรส์แบบเปิดวง โดยวงโพลิโกเมอร์ดังกล่าว เตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่าง 1,4-cyclohexanedimethanol (CHMD) กับ Terephthaloyl chloride ภายใต้สภาวะสารละลายเจือจางสูงดังแสดงในรูปที่ 2.8

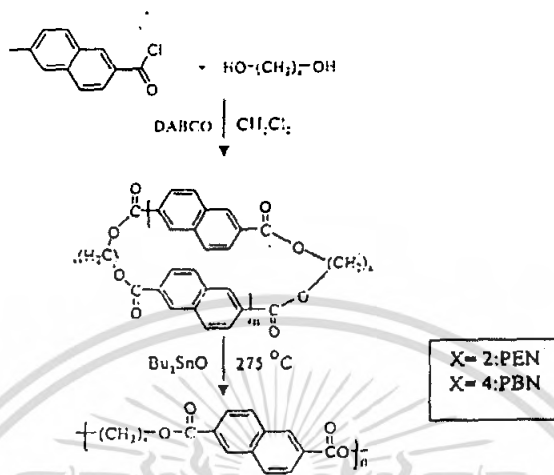


รูปที่ 2.8 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ Poly(1,4-cyclohexylene Dimethylenetetraphthalate), PCT

จากนั้นจะทำการแยกวงโพลิโอมเมอร์ออกจากพอลิเมอร์เชิงเส้น นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ  $^1\text{H-NMR}$  พบว่าพบพีกของหมู่ไฮดรอกซิลหรือหมู่คาร์บอนิล ซึ่งเป็นหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเมอร์  $^1\text{H-NMR}$  และพบพีกที่  $\delta$  เท่ากับ 3.45-3.54 ppm ซึ่งเป็นพีกของ H ของ methylene group ที่ติดอยู่กับหมู่ไฮดรอกซิล ที่  $\delta$  เท่ากับ 4.21-4.33 ppm เป็นพีกของ H ของ methylene group ที่ติดอยู่กับเอสเทอร์ และที่  $\delta$  เท่ากับ 1.17-2.07 ppm เป็นพีก H ในวงไซโคลเฮกเซน และที่  $\delta$  8.1ppm เป็นพีก H ที่อยู่ในวงเบนซีน ผลิตภัณฑ์วงโพลิโอมเมอร์ที่ได้มีทั้งที่เป็นไดเมอร์ ไตรเมอร์ เตตระเมอร์ เพนตะเมอร์ และเฮกซะเมอร์ ซึ่งส่วนใหญ่เป็นไซคลิกไตรเมอร์ 60% ของไซคลิกผสมทั้งหมด ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต่อเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์สารประกอบวงสูงคือ 1,4-diazabicyclo(2,2,2)octane (DABCO) และศึกษาผลของโครงสร้างของ CHDM ที่มีผลต่อ % ผลิตภัณฑ์ ทำได้โดยการใช้ CHDM ที่มีอัตราส่วน cis:tran 30:70 และ cis-CHDM 100% ในการสังเคราะห์สารประกอบวง พบว่าสารตั้งต้น CHDM ที่มีอัตราส่วน cis:tran 30:70 จะให้ % ผลิตภัณฑ์สารประกอบวงสูงกว่าการใช้ cis-CHDM เพียงอย่างเดียว

สำหรับขั้นตอนการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงทำได้โดยการนำสารประกอบวง C-PCT ที่สังเคราะห์ได้และตัวเร่งปฏิกิริยา ผสมกันให้ความร้อนที่อุณหภูมิ  $310^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 30 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ศึกษาในงานวิจัยได้แก่ NO, CaO,  $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$  และ  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  จากผลการวัดความหนืด (Inherent viscosity) ของผลิตภัณฑ์ PCT ที่เกิดขึ้น พบว่าเมื่อใช้  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้ความหนืดเพิ่มสูงขึ้น แสดงถึงการเกิดพอลิเมอไรเซชันของ PCT และผลของ FTIR พบว่ามีพีกของหมู่ไฮดรอกซิลของปลายสายโซ่พอลิเอสเทอร์เกิดขึ้น ทำให้ช่วยพิสูจน์ได้ว่าการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันขึ้น

งานวิจัยของ P.Hubbard และ W.J.Bottain [23] เป็นการสังเคราะห์ Poly(alkane2,6-naphthalenedicarboxylate) โดยวิธีการพอลิเมอไรซ์แบบเปิดวง ของวงของวงโพลิโกเมอร์ (Cyclic oligomers) โดยที่วงโพลิโกเมอร์เตรียมได้จาก alkanediol และ 2,6-naphthalenedicarbonyl chloride โดยใช้ diazobicyclo octane (DABCO) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและทำหน้าที่เป็นตัวรับกรด



รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงโพลิโกเมอร์ของ Poly(alkane2,6-naphthalenedicarboxylate)

ในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาปิดวงนั้น ทำได้โดยการนำ 2,6-naphthalenedicarbonyl chloride 0.005 โมล มาทำปฏิกิริยากับอัลเคนไดออลในไดคลอโรมีเทน 100 มิลลิตร ที่ 0°C โดยเติม DABCO ลงไป 0.0125 โมล ในงานวิจัยนี้ใช้ อัลเคนไดออล 2 ชนิด คือ บิวเทนไดออล และ อีเทนไดออล จากปฏิกิริยาระหว่าง 2,6-naphthalenedicarbonyl chloride กับบิวเทนไดออล ได้ผลิตภัณฑ์เป็นวงโพลิโกเมอร์ของ Poly(butylenes 2,6-naphthalenedicarboxylate), PNB โดยมีเปอร์เซ็นต์ผลิตเท่ากับ 75% และเมื่อใช้เอทิลีนไดออลแทนบิวเทนไดออล จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น Poly(ethylenes 2,6-naphthalenedicarboxylate), PEN ที่เป็นวงโพลิโกเมอร์ มีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 57%

เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้ง 2 ชนิดมาทดสอบด้วยเทคนิค GPC IR <sup>1</sup>H-NMR และ MS พบว่าให้ผลทำนองเดียวกันคือ จากเทคนิค GPC พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นโพลิโกเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ไม่พบพีกของหมู่ไฮดรอกซี และไม่พบสัญญาณโปรตอนของหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งเป็นหมู่ปลายโซ่ (end group) ของพอลิเมอไรเซชันในเทคนิค IR และ <sup>1</sup>H-NMR ตามลำดับ ข้อมูลจาก MS ระบุว่า มีพีกที่ m/z เท่ากับ 579 และ 849 ซึ่งเป็นพีกของวงไดเมอร์และวงไตรเมอร์ของ PBN และมีพีกที่ m/z เท่ากับ 485, 727, 969 และ 1211 ซึ่งเป็นพีกของวงไดเมอร์ วงไตรเมอร์ วงเตตระเมอร์ และวงเพนตะเมอร์ของ PEN ตามลำดับ จึงยืนยันได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้ง 2 ชนิดนั้นเป็นสารประกอบวง

และจากเทคนิค GPC พบว่าสารประกอบวง PBN จะมีปริมาณวงไตรเมอร์มากที่สุดในขณะที่สารประกอบ PEN มีปริมาณวงไดเมอร์มากที่สุด

การทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวง PBN ทำได้โดยนำสารประกอบวง PBN มาเติมไดบิวทิลทินออกไซด์ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่ง โดยมีไดคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลาย ระเหยตัวทำละลาย และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 275°C เป็นเวลา 15 นาที ภายใต้สภาวะสูญญากาศ จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น PBN ในทำนองเดียวกัน สารประกอบวง PEN จะใช้ทิทาเนียม (IV) ไพรอพอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีไดคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลาย ระเหยตัวทำละลาย และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 295-300°C เป็นเวลา 25 นาที ภายใต้สภาวะสูญญากาศ จะได้ PEN เป็นผลิตภัณฑ์

งานวิจัยของนางสาวชลลธร จันทร์ทัต และนายธีรวัฒน์ เฉลิมสุขศรี [19] ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาการดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง และการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ Poly(ethylene terephthalate), PET โดยมีขั้นตอนดังนี้

ในขั้นตอนการดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง โดยรีฟลักซ์ PET ในตัวทำละลาย มีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งในการทดลองพบว่าตัวทำละลายที่เหมาะสมคือ ออโซไดคลอโรเบนซีน ซึ่งอัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลาย ในหน่วย กรัม/มิลลิลิตร ที่เหมาะสมคือ 1:40 ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 วัน ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวงโพลิโกเมอร์ 76% และเมื่อวิเคราะห์จาก FTIR พบว่ามีสัญญาณของหมู่ C=O ที่ 1721  $\text{cm}^{-1}$  และ C-O ที่ 1264  $\text{cm}^{-1}$  กับ 1090  $\text{cm}^{-1}$  โดยที่ไม่พบสัญญาณของ -OH ซึ่งเป็นหมู่ปลายของสายโซ่โพลิโกเมอร์ ส่วนผลที่ได้จากเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  พบที่  $\delta$  เท่ากับ 4.7 ppm (4H, s,  $\text{CH}_2$ ) และที่  $\delta$  เท่ากับ 8.1 ppm (4H, s, aromatic) โดยพบสัญญาณโปรตอนของหมู่เมทิลินที่ต่อกับหมู่ -OH น้อยมาก และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค MS พบว่าสารประกอบวงที่สังเคราะห์ได้มีตั้งแต่ Cyclic 3-mer ไปจนถึง 10-mer ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC เท่ากับ 1090 และมีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกที่ตรวจวิเคราะห์ด้วย DSC ที่ 320°C

ส่วนในขั้นตอนการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงนั้น เป็นการนำ Cyclic PET ที่ได้จากปฏิกิริยา CDP มาทำการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 250 °C พบว่าเวลาที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา คือ 60 นาที ซึ่งได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ 84% และเมื่อตรวจวิเคราะห์ด้วย FTIR จะพบพีก C-O ที่ 1256, 1097 และพีกของ C=O ที่ 1761  $\text{cm}^{-1}$  และจากเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  พบพีกที่  $\delta$  4.8 ppm (4H, s,  $\text{CH}_2$ ) และ 8.1 ppm (4H, s, aromatic) พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา ROP มีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกที่ตรวจวิเคราะห์ด้วย DSC ที่ 252 °C และ 278 °C ซึ่งผลที่ได้จากการตรวจสอบด้วยเทคนิคต่างๆ พบว่า PET ที่ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงมีผลที่สอดคล้องกับ PET ก่อนทำปฏิกิริยา

นางสาวกมลวรรณ รัตภักดิ์ นางสาวพนอ วรรณวงศ์ และนางสาวศิริยา เจียมสกุล [25] ทำการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต พอลิเอทิลีนกลูตาเรต และพอลิเมอร์ร่วมโดยปฏิกิริยาการ ดีพอลิเมอร์แบบเปิดวง โดยเริ่มจากการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนกลูตาเรต จากการพอลิเมอร์แบบควบแน่นของไดเมทิลกลูตาเรตกับเอทิลีนไกลคอล โดยมีททานิยมไอโซโพรพอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC, FTIR และ  $^1\text{H-NMR}$  พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเท่ากับ 4498 ซึ่งไม่สูงมากนัก พบสัญญาณที่  $3200\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$  และที่  $\delta$  เท่ากับ 3.6 และ 3.8 ซึ่งบ่งชี้ถึงหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอทิลีนกลูตาเรต

ในขั้นตอนการดีพอลิเมอร์แบบเปิดวงของสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PET) สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนกลูตาเรต (C-PEG) ทำได้โดยรีฟลักซ์ PET เป็นเวลา 2 วัน และ PEG เป็นเวลา 5 วัน ในตัวทำละลายออร์โธไดคลอโรเบนซีนและคลอโรเบนซีนตามลำดับ มีไดบิวทิลออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อนำผลิตภัณฑ์ทั้งสองไปตรวจสอบด้วยเทคนิค GPC พบว่าการทำปฏิกิริยา CDP ของ PET โดยใช้อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์กับตัวทำละลายเท่ากับ 1:40 ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 86 มี Mw ต่ำกว่า 456 ผลจากการทำปฏิกิริยา CDP ของ PEG โดยใช้อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์กับตัวทำละลายเท่ากับ 1:60 ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 98 มี Mw ต่ำกว่า 456 ส่วนผลของ FTIR และ  $^1\text{H-NMR}$  จะให้ผลที่สอดคล้องกันคือ ไม่พบหมู่ปลายสายโซ่โมเลกุล

หลังจากการทำปฏิกิริยา CDP นำเอาผลิตภัณฑ์ประเภทวงที่สังเคราะห์ได้ไปทำปฏิกิริยายาก พอลิเมอร์แบบเปิดวง ROP โดยแบ่งพอลิเมอร์ที่จะสังเคราะห์เป็น 3 ชนิด PEG PET และ Co-PEG/PET ได้ผลการทดลองเป็นดังนี้

- PET ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิค ROP ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์อยู่ในช่วง 57-78 มี  $T_m$  ประมาณ  $239^\circ\text{C}$  ผลการวิเคราะห์ด้วย FTIR และ  $^1\text{H-NMR}$  พบว่ามีผลที่ใกล้เคียงกับขบวนการ PET ที่นำมาใช้ในการทดลอง และเมื่อนำมาทดสอบการละลายในตัวทำละลายต่างๆไปพบว่า PET ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิค ROP นี้จะไปละลายในคลอโรฟอร์ม และเตตระไฮโดรฟิวแรน ซึ่งตัวทำละลายเหล่านี้สามารถละลาย C-PET ได้

- PEG ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิค ROP ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์อยู่ในช่วง 61-91 มี  $T_m$  ประมาณ  $99^\circ\text{C}$  พอลิเมอร์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักตั้งแต่ 2755-3388

- Co-PEG/PET ที่สังเคราะห์ได้มีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์อยู่ในช่วง 97-100% พอลิเมอร์ร่วมที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักตั้งแต่ 3566-129082

## 2.6 วัสดุประกอบ (Composite) [26]

เนื่องจากวัสดุชีวภาพที่ผลิตมาจากโลหะ พอลิเมอร์ หรือเซรามิกส์เพียงอย่างเดียว อาจจะมีข้อด้อยในสมบัติบางประการ ดังนั้นจึงได้มีการพัฒนาโดยนำเอาวัสดุแต่ละชนิดมาประกอบร่วมกันเพื่อให้ได้เป็นวัสดุที่มีสมบัติตามต้องการและสามารถนำไปใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพซึ่งวัสดุนี้ เรียกว่า วัสดุประกอบ (Composite)

### • ความหมายของวัสดุประกอบ

วัสดุประกอบ คือ วัสดุที่ประกอบไปด้วยองค์ประกอบสองส่วน (หรือมากกว่า) ที่วัฏภาคที่แตกต่าง ซึ่งองค์ประกอบสองส่วนหลัก ได้แก่

1. ส่วนเสริมแรง (Reinforced phase) คือ ส่วนที่เป็นโครงสร้างที่ให้ความแข็งแรงแก่วัสดุประกอบ วัสดุที่เป็นส่วนเสริมแรงนี้จะมีความแข็งแรงและมอดุลัสสูง เช่น เส้นใยคาร์บอน เส้นใยพอลิเมอร์ เซรามิกส์ เป็นต้น

2. เมตริกซ์ (Matrix) เป็นวัสดุที่ทำหน้าที่ยึดส่วนเสริมแรงเข้าด้วยกัน โดยจะล้อมรอบและป้องกันส่วนเสริมแรงจากสิ่งแวดล้อมและสภาวะภายนอก เมตริกซ์จะทำหน้าที่เป็นตัวกลางถ่ายเทแรงที่ได้รับไปสู่ส่วนเสริมแรง

วัสดุประกอบที่ใช้ในงานทางการแพทย์มีด้วยกันหลายชนิด เช่น วัสดุประกอบระหว่างเซรามิกส์กับโลหะ เซรามิกส์กับพอลิเมอร์ เป็นต้น เมื่อพิจารณาในวัสดุประกอบระหว่างเซรามิกส์กับพอลิเมอร์จะเห็นได้ว่า วัสดุประกอบชนิดนี้มีสมบัติใกล้เคียงกับกระดูกในร่างกายมาก เนื่องจากวัสดุชนิดนี้ประกอบด้วยสองส่วน คือ ส่วนของเซรามิกส์จะทำหน้าที่เปรียบเสมือนเนื้อเยื่อแข็งในกระดูก และส่วนของพอลิเมอร์จะทำหน้าที่เปรียบเสมือนเนื้อเยื่ออ่อนในกระดูก

## 2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยของ M.Wang และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [27] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์ (HAp) กับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) ที่เรียกว่า HAPEX โดยใช้ HAp ที่มีขนาดอนุภาคและสัณฐานวิทยาแตกต่างกัน 2 ขนาด คือ HAp P88 ที่มีขนาดอนุภาค 4.14  $\mu\text{m}$  และ HAp P818B ที่มีขนาดอนุภาค 7.32  $\mu\text{m}$

การทดลองได้เตรียมวัสดุประกอบ HAPEX ให้มีอัตราส่วน HAp ในวัสดุประกอบดังนี้ คือ 0 10 20 30 40 และ 45% โดยปริมาตร จากนั้นนำไปขึ้นรูปโดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้ คือ นำ HAp และเม็ดพลาสติก HDPE ผสมกันในเครื่องผสม เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นใส่ลงในเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหอนคู่ (twin screw extruder) เพื่อทำสารประกอบ นำสารประกอบที่ได้ไปขึ้นรูปเป็นวัสดุประกอบโดยการกดอัด (Compression moulding) นำสารประกอบสมบัติเชิงกลต่างๆ

จากผลการทดลองว่า ค่ามอดุลัสแรงบิด (Torsional modulus) มอดุลัสแรงดึง (Tensile modulus) และความแข็งแรงดึง (Tensile strength) มีค่าเพิ่มขึ้น แต่ความเครียดแตกหัก (Fracture strain) ลดลง เมื่อ % HAp ในวัสดุประกอบเพิ่มขึ้น และวัสดุประกอบที่มี HAp ขนาดอนุภาคเล็กกว่าจะมี ค่ามอดุลัสแรงบิด (Tensile strength) สูงกว่า HAp ที่มีขนาดใหญ่ แต่จะมีค่าต่ำกว่า เนื่องจาก HAp ทำหน้าที่เป็นส่วนที่เสริมแรงในวัสดุประกอบ เมื่อปริมาณ HAp เพิ่มขึ้นจึงทำให้สมบัติดังกล่าวเพิ่มขึ้น แต่ความสามารถในการดึงยืดจะลดลง และ HAp ที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะมีพื้นผิวสัมผัสกับ HDPE ที่มากกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ ทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวเชิงกลระหว่างส่วนเสริมแรงกับเมทริกซ์มากขึ้นทำให้มีสมบัติที่ดีกว่า

งานวิจัยของ D.Walash และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย[28] ได้ทำการสังเคราะห์หรือวิจัยเกี่ยวกับวัสดุประกอบ โดยการนำเอาปาทิตที่มีรูพรุนมาทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน เพื่อให้  $\epsilon$ -คาโปรแลคโตนเข้าไปแทรกอยู่ในรูพรุน ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์วัสดุประกอบที่ 2 อุณหภูมิคือ  $120^{\circ}\text{C}$  และ  $80^{\circ}\text{C}$

ในการเตรียมซีเมนต์แอปาไทต์ที่มีรูพรุน จะเตรียมโดยนำเตตระแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮดรอกไซด์ ( $\text{Ca}_4(\text{H}_2\text{PO}_4)_2\text{O}$ , TCPM) แคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) และโมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ( $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , MCPM) มาผสมกัน โดยมีสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์ทรงกระบอกจะได้เป็นบล็อกของซีเมนต์ที่มีรูพรุน เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปแช่ใน simulated body fluid (SBF) ที่ pH 7.4 อุณหภูมิ  $37^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 3 วัน และปล่อยให้แห้ง จากการตรวจวิเคราะห์บล็อกของซีเมนต์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าก่อนนำไปแช่ใน SBF บล็อกซีเมนต์จะมีรูพรุนภายในเชื่อมต่อกันขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 mm แต่หลังจากแช่ใน SBF จะมีที่ว่างภายในเชื่อมต่อกันขนาด 200 nm

สำหรับการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างพอลิคาโปรแลคโตนกับแอปาไทต์ จะนำบล็อกซีเมนต์ (หรือบล็อกของแอปาไทต์) มาทำการหยดด้วยสารละลายเจือจางของพอลิคาโปรแลคโตน ( $M_w = 80,000$ ) ในคลอโรฟอร์ม จากนั้นนำไปอบให้มีย่าน้ำหนักคงที่ ที่อุณหภูมิ  $50^{\circ}\text{C}$  ก่อนวางลงในขวดสามคอ ทำการไล่อากาศภายในบล็อกแอปาไทต์ภายใต้สภาวะไนโตรเจน เติมนอนอเมอร์  $\epsilon$ -คาโปรแลคโตน ที่ทำให้บริสุทธิ์แล้ว 50 กรัม และเติมน้ำกลั่นเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา โดยในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ คือ  $120^{\circ}\text{C}$  และ  $80^{\circ}\text{C}$  จะใช้น้ำกลั่น 0.03 และ 0.06 กรัม ตามลำดับ จากนั้นทำให้ขวดสามคออยู่ในสภาวะสุญญากาศ เพื่อให้มอนอเมอร์เข้าไปอยู่ในบล็อกของแอปาไทต์ ได้เป็นบล็อกวัสดุประกอบ จากนั้นนำไปใส่ในหลอดแก้ว ทำการไล่อากาศ และเก็บที่อุณหภูมิ  $120^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 10 หรือ  $80^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 60 วันในตู้อบ ปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พอลิเมอร์โรเซชันจะยุติโดยการนำปลอกของวัสดุประกอบออกจากตู้อบและทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะได้วัสดุประกอบที่มีพอลิเมอร์แทรกอยู่ในรูพรุนของแอปาไทต์

เมื่อนำวัสดุประกอบที่ได้มาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Size exclusion chromatography (SEC) น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (Mn) ของพอลิคาโพรแลคโตนหลังจาก 10 วันที่ 120 °C มีค่าเท่ากับ  $7.1 \times 10^3$  กรัมต่อโมล และหลังจาก 30 วันที่ 80 °C มีค่าเท่ากับ  $1.68 \times 10^3$  กรัมต่อโมล จากผลการทดสอบความแข็งแรงกดอัดของวัสดุประกอบพอลิคาโพรแลคโตนที่ทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 7 วันและ 60 วัน พบว่า มีค่าความแข็งแรงกดอัดเพิ่มขึ้นจาก 9 MPa เป็น 26 MPa และ 37 MPa ตามลำดับและจากผลการทดสอบความสามารถในการเปียกน้ำ (Wettability) ของพื้นผิว พบว่าวัสดุประกอบมีมุมสัมผัสน้ำ (Contact angle) โดยเฉลี่ย เท่ากับ  $64^\circ$  ซึ่งเป็นมุมที่เหมาะสมต่อการยึดพื้นผิวและการเจริญเติบโตของเซลล์

งานวิจัยของ N. Ignjatovic และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [29] ได้ทำการสังเคราะห์ และศึกษาสมบัติของวัสดุประกอบระหว่าง ไฮดรอกซีอะปาทิต (HAp) กับ Poly-L-Lactide (PLLA) เพื่อใช้เป็นวัสดุชีวภาพ โดยการทดลองเริ่มจากการสังเคราะห์ HAp ด้วยเทคนิคการตกตะกอนระหว่างแคลเซียมไนเตรต ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ) กับไตรแอมโมเนียมฟอสเฟต  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$  และมีแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) เป็นตัวปรับค่า pH ไม่ให้ต่ำกว่า 10 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ



นำตะกอนที่ได้ไปกรองและทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้องภายใต้สุญญากาศ HAp ที่ได้จากการตกตะกอนมีขนาดอนุภาค 0.3-1.3 mm และพื้นผิวจำเพาะ  $41.5 \times 10^3 \text{ m}^2/\text{kg}$  จากนั้นนำ HAp ที่ได้ไปทำให้เกิดผลึกโดยการเผาที่อุณหภูมิ 1100 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ภายหลังจากการเผา HAp มีพื้นผิวจำเพาะ  $5 \times 10^3 \text{ m}^2/\text{kg}$  และมีขนาดอนุภาคลดลง 30% โดยปริมาตร

ส่วนพอลิเมอร์ PLLA ได้จากการพอลิเมอร์โรเซชันของมอนอเมอร์ L-Lactide โดยมีทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีอัตราส่วน มอนอเมอร์ต่อตัวริเริ่ม  $[\text{M}]/[\text{I}]$  เท่ากับ 1000-20000 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 103 °C ใช้เวลาในการพอลิเมอร์ไรส์ 12-88 ชั่วโมง ซึ่ง PLLA ที่สังเคราะห์จะมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง  $2 \times 10^3$ -  $400 \times 10^3$  กรัม/โมล มีเปอร์เซ็นต์ผลึกภัณฑ์เท่ากับ 73.8% และผลของสเปกตรัม  $^1\text{H-NMR}$  ค่า  $\delta$  เท่ากับ 5.0-5.3 ppm เป็นพีคโปรตอนของ methine (quartet) ที่  $\delta$  เท่ากับ 1.6 ppm เป็นพีคโปรตอนของ methyl (doublet) และที่ค่า  $\delta$  เท่ากับ 0.5 และ 1.03 ppm เป็นพีคของหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ หรือตัวริเริ่มที่ติดอยู่ในพอลิเมอร์

สำหรับการขึ้นรูปวัสดุประกอบ งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาปริมาณ PLLA ในวัสดุประกอบ ตั้งแต่ช่วง 10-30% โดยน้ำหนัก โดยทำการละลาย PLLA ในคลอโรฟอร์มที่อุณหภูมิ 20 °C จากนั้นค่อยๆเติม HAp ลงไปปั่นจนต่อเป็นเวลา 15 นาที นำของผสมที่ได้เทลงในแม่พิมพ์ทรงกระบอกที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มม. สูง 150 มม. นำไปอบภายใต้ภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40°C ความดัน 1 Pa จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ความดัน 98.1-490.5 MPa จากนั้นนำชิ้นงานมาอัดโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80-184°C ความดัน 49-392.4 MPa เป็นเวลา 15-60 นาที ทำให้ชิ้นงานเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง

จากผลการทดลองพบว่า เมื่อปริมาณ PLLA ในวัสดุประกอบเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งแรงกดอัด (Compression Strength) จะมีค่าลดลง และที่อัตราส่วน PLLA ในวัสดุประกอบ 15% โดยน้ำหนักจะมีค่าความแข็งแรงกดอัดสูงสุดเท่ากับ 25 MPa แต่ในงานวิจัยนี้เลือกศึกษาผลของอุณหภูมิ ความดัน และเวลาในการขึ้นรูปวัสดุประกอบ ในวัสดุประกอบที่มีอัตราส่วน PLLA 20% โดยน้ำหนัก เนื่องจากมีสมบัติใกล้เคียงกับกระดูกในร่างกายมากที่สุด ซึ่งจะให้ผลดังนี้ เมื่ออุณหภูมิและความดันในการขึ้นรูปเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งแรงกดอัดและความแข็งแรงกดอัดจะมีค่าเพิ่มขึ้น ที่อุณหภูมิ 184°C วัสดุประกอบจะมีความแข็งแรงกดอัดสูงสุด เนื่องจาก PLLA จะเกิดการหลอมเหลว และสามารถแทรกตัวเข้าไปในช่องว่างระหว่าง HAp ทำให้เกิดการยึดติดระหว่าง 2 เฟสได้ดีขึ้น และเมื่อเวลาในการขึ้นรูปเพิ่มขึ้นทำให้ความแข็งแรงกดอัดเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

งานวิจัยของ Z. Metodija และคณะ[30] ได้ศึกษาวิธีการเคลือบผิวโลหะผสม  $Ti6Al_4V$  ด้วยไฮดรอกซีแอปพาไทต์ (HAp) ด้วยกระบวนการทางเคมีพื้นฐาน งานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วน คือ ขั้นตอนเตรียมพื้นผิวของวัสดุ  $Ti6Al_4V$  ขั้นที่ 2 การเคลือบผิววัสดุด้วย HAp และขั้นที่ 3 การตรวจวิเคราะห์ ซึ่งในขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวทำได้โดยขูดผิววัสดุ  $Ti6Al_4V$  ด้วยกระดาษทราย แล้วนำไปแช่ในสารละลาย KOH เข้มข้น 2 โมล/ลิตร ที่อุณหภูมิ 95 °C เป็นเวลา 1 ชม. จากนั้นนำชิ้นงานมาเคลือบผิวด้วย HAp โดยแช่ชิ้นงานในอ่างที่มีสารเคมีที่ใช้ในการเคลือบวัสดุ 2 อ่าง ซึ่งทั้งสองอ่างประกอบด้วยสารเคมีต่างๆ ดังตารางที่ 2.7

ตารางที่ 2.8 ส่วนประกอบของสารเคมีที่ใช้ในการเคลือบ  $Ti6Al_4V$

อ่างที่ 1	อ่างที่ 2
EDTA	EDTA
NaOH	KOH
$Na_2HPO_4$	$KH_2PO_4$
$CaCl_2$	$Ca(NO_3)_2$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นำสารละลายจากอ่างที่ 1 และอ่างที่ 2 มาอย่างละ 50 cm<sup>2</sup> ใส่บีกเกอร์ แชนวขึ้นงาน Ti6Al<sub>4</sub>V ในแนวตั้งจากจุ่มลงในสารละลาย ให้ความร้อนที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.8

ตารางที่ 2.9 อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเคลือบผิว Ti6Al<sub>4</sub>V

อุณหภูมิในการเคลือบผิว (°C)	เวลาที่ใช้ในการเคลือบ (ชม.)
65	1
80	3
95	3

จากผลการทดลองพบว่า การเตรียมพื้นผิวขึ้นงานโดยการแช่ในสารละลาย KOH ก่อนการแช่ขึ้นงานในอ่างสารเคมีที่ 1 และที่ 2 จะช่วยลดการแตกของชั้นเคลือบ HAp ผลการเคลือบ HAp ด้วยสารเคมีในอ่างที่ 1 และอ่างที่ 2 จะให้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P มีค่า 1.515 และ 1.67 ตามลำดับ เนื่องจากในอ่างที่ 1 จะมี Na และ Cl เจือปนอยู่ ทำให้เกิดการรบกวนการตกตะกอนของ Ca และ P อัตราส่วนของ Ca:P จึงมีค่าน้อยกว่าอ่างที่ 2 ซึ่งไม่มี Na และ Cl เจือปนอยู่ การตกตะกอนของ Ca และ P จึงเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ ทำให้อัตราส่วน Ca:P เท่ากับค่ามวลสารสัมพันธ์ทางทฤษฎีของไฮดรอกซีแอปพาไทต์

นอกจากนี้ Z. Metodija ยังได้ศึกษาถึงสัดส่วนของสารเคมี อุณหภูมิ และเวลาที่เหมาะสมในการเคลือบผิว พบว่าอัตราส่วน EDTA ต่อ Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O ที่เหมาะสมคือ 1:1 โดยโมล และปริมาณของ KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> และ KOH ที่ทำให้เกิดการตกตะกอนของ HAp มากที่สุดคือ 1.5 และ 7 กรัม ตามลำดับ อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการเคลือบผิวคือ 65°C เป็นเวลา 1 ชม. 85°C เป็นเวลา 3 ชม. และ 95°C เป็นเวลา 3 ชม. ซึ่งที่อุณหภูมิ 85°C และ 95°C จะให้อัตราการเคลือบผิวเร็วและความหนาของชั้นเคลือบสูง

งานวิจัยของ I. B. Leonor และคณะ [31] ได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงกล พฤติกรรมการย่อยสลาย และความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบระหว่างแป้งกับพอลิเมอร์ระหว่างพอลิเอทิลีนกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่เสริมแรงด้วย 45S5 Bioglass (SEVA-C/Bioglass) โดยแป้งและพอลิเมอร์ระหว่างพอลิเอทิลีนกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นส่วน matrix และ 45S5 Bioglass เป็นส่วนเสริมแรงซึ่งผสมกันในอัตราส่วน 10% โดยน้ำหนัก (10\_SEVA-C/Bioglass) และ 40% โดยน้ำหนัก (40-SEVA-C/Bioglass) ในขั้นตอนการผสมสารเสริมแรงกับพอลิเมอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมตริกซ์จะใช้เครื่อง Co-rotating twin screw extruder (TSE) ผสมด้วยความเร็วรอบ 40-60 rpm อุณหภูมิ 150-175°C จากนั้นนำไปฉีดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานรูปดัมเบลล์เพื่อนำไปทดสอบสมบัติต่างๆ

จากผลของสมบัติเชิงกล พบว่า วัสดุประกอบ SEVA-C ที่มี Bioglass เป็นส่วนเสริมแรง จะมีค่าความแข็งแรง และความเหนียว สูงกว่า SEVA-C ที่เสริมแรงด้วย HAp เพียงเล็กน้อย และถ้าเพิ่มปริมาณสารเสริมแรงในวัสดุประกอบจะทำให้ค่ามอดุลัสสูงขึ้น แต่ค่าความแข็งแรงดึง จะลดลง ผลของสมบัติความว่องไวทางชีวภาพโดยนำชิ้นงานวัสดุประกอบ 10-SEVA-C/Bioglass และ 40-SEVA-C/Bioglass แช่ในสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 30 วัน พบว่า SEVA-C ที่มี Bioglass เสริมแรงเพียง 10% สามารถเหนียวนำให้ HAp มาเกาะที่ผิวของชิ้นงานได้ เมื่อเปรียบเทียบกับ SEVA-C ที่เสริมแรงด้วย HAp จะต้องมี HAp อย่างน้อยในวัสดุประกอบ 30% โดยน้ำหนัก จึงจะก่อให้เกิดการเหนียวนำให้ HAp มาเกาะผิวชิ้นงานในลักษณะเดียวกัน และเมื่อแช่วัสดุในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลาเพิ่มขึ้นจะทำให้ความหนาของชั้นเคลือบ HAp เพิ่มขึ้น ผลการย่อยสลายแสดงได้จาก % น้ำหนักที่หายไปของวัสดุประกอบ และ % การดูดซับน้ำของ ชิ้นงาน พบว่าวัสดุประกอบ SEVA-C ที่เสริมแรงด้วย Bioglass จะมี % น้ำหนักที่หายไปต่ำกว่า และมี % การดูดซับน้ำมากกว่าวัสดุประกอบที่ไม่มีการเติม Bioglass และ SEVA-C ที่เสริมแรงด้วย Bioglass จะมี % การดูดซับน้ำมากกว่าวัสดุประกอบที่ไม่ได้เสริมแรงด้วยการเติม Bioglass จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบสมบัติการย่อยสลายแล้วมาทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่า ชิ้นงานจะมีค่าความแข็งแรงดึง และความเครียด ณ จุดขาดลดลง เมื่อเวลาในการย่อยสลาย เพิ่มขึ้น

งานวิจัยของ นิธิวดี บุญญัตติพิทย์ และรุ่งทิพย์ สุวรรณจิตต์[32] ได้ทำการศึกษาสมบัติ ความแข็งแรงกด และความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาइटกับ พอลิเอทิลีนอะดิเปต (HAp/PEA) สำหรับประยุกต์ใช้งานทางการแพทย์โดยการเตรียมวัสดุ ประกอบ HAp/PEA นั้นเตรียมผ่านการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง และมีไดโพลทิลทินออกไซด์เป็น ตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าฟิล์มของ PEA ปกคลุมพื้นผิวทั้งภายนอกและภายในชิ้นงาน HAp และ PEA ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก เท่ากับ 4,450 g/mol และ MWD เท่ากับ 1.76 เมื่อนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์พอลิเมอริ์ในวัสดุเชิงประกอบ พบว่ามีปริมาณ พอลิเมอริ์ในวัสดุประกอบประมาณ ๑% ซึ่งมีผลทำให้วัสดุมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 1.70 g/cm<sup>3</sup> และค่าความแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นเป็น 140 MPa และผลการทดสอบความว่องไวทางชีวภาพ พบว่าวัสดุประกอบ HAp/PEA นั้นมีความว่องไวทางชีวภาพ

งานวิจัยของ สุภาณี ชนระวงศ์ [33] นั้นเป็นการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบระหว่าง ไฮดรอกซีแอปาทาइटกับพอลิเมอริ์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทรฟทาเรต (PEA-co-PET) โดยผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงร่วม การพิสูจน์

เอกลักษณ์และทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวมในวัสดุเชิงประกอบอยู่ในช่วง 2,188-4,540 g/mol และ MWD อยู่ในช่วง 1.73-2.61 เมื่อนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของพอลิเมอร์รวมในวัสดุเชิงประกอบ พบว่ามีปริมาณพอลิเมอร์ในวัสดุเชิงประกอบประมาณ 19-21 % โดยน้ำหนัก และเมื่อเทียบเป็นอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง HAp กับพอลิเมอร์โดย ประมาณเท่ากับ 4:1 ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 1.29 g/cm<sup>3</sup> ผลการทดสอบความแข็งแรงกดของวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์ได้เพิ่มขึ้น เท่ากับ 2.86 MPa และการทดสอบความว่องไวทางชีวภาพโดยการแช่ในสารละลายจำลองคล้ายของเหลวในร่างกาย โดยสภาวะดังกล่าวได้ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายที่ 130 มิลลิลิตรต่อวัน อุณหภูมิ 36.5°C pH 7.4 พบว่าวัสดุเชิงประกอบที่สังเคราะห์ได้นั้นมีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

งานวิจัยของ วไลลักษณ์ ทัทเจริญ [34] เป็นการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอพาไทต์กับพอลิเอทิลีนกลูตาเรต โดยการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอพาไทต์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วมระหว่างแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับกรดฟอสฟอริกในสภาวะที่เป็นเบสสูง จากนั้นนำมาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานที่มีรูพรุน สารประกอบวงโพลิเอทิลีนกลูตาเรตสังเคราะห์ขึ้นด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง วัสดุเชิงประกอบเตรียมโดยการแช่ชิ้นงานไฮดรอกซีแอพาไทต์ในสารละลายของสารประกอบวงโพลิเอทิลีนกลูตาเรต และนำมาทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงที่สภาวะอุณหภูมิและระยะเวลาต่างๆ ในช่วง 180-220°C และ 24-72 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักโดยน้ำหนักของพอลิเอทิลีนกลูตาเรตในวัสดุเชิงประกอบอยู่ในช่วง 2,700-8,200 ซึ่งมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาและมีค่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 1.3-3.0 ปริมาณของพอลิเอทิลีนกลูตาเรตในวัสดุเชิงประกอบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA อยู่ในช่วง 11-18 % โดยน้ำหนัก ค่าความแข็งแรงกดของวัสดุเชิงประกอบ อยู่ในช่วง 8.3-19.5 MPa ซึ่งมีค่าแปรผันโดยตรงกับปริมาณพอลิเอทิลีนกลูตาเรตในวัสดุเชิงประกอบ การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพโดยการแช่วัสดุเชิงประกอบในสารละลายจำลองคล้ายของเหลวในร่างกาย (Simulated Body Fluid, SBF) ภายใต้การควบคุมอัตราการไหลของสารละลายที่ 130 มิลลิลิตรต่อวัน เป็นเวลา 7-28 วัน จากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค SEM-EDS พบว่าปริมาณธาตุบนพื้นผิววัสดุเชิงประกอบเกิดจากการเปลี่ยนแปลง โดยอัตราส่วน C:Ca มีค่าลดลง เนื่องจากมีการสลายตัวของพอลิเอทิลีนกลูตาเรตในขณะที่อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P มีค่าเพิ่มขึ้น และมีค่าใกล้เคียงกับอัตราส่วนโดยโมล Ca:P ของ HAp บริสุทธิ์ ซึ่งแสดงถึงการก่อตัวของผลึก HAp จากสารละลาย SBF บนพื้นผิวของวัสดุเชิงประกอบ

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Calcium hydroxide,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
2. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
3. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
4. ขวดพลาสติกโพลีเอทิลีนเทอแรพทาเลต (PET) ยี่ห้อสิงห์ ของบริษัทบุญรอดเอเชีย เบเวอเรจ จำกัด
5. ไดมิลทิลทินออกไซด์ (Dimethyltin oxide,  $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{OSn}$ ) บริษัท Fluka เกรดวิเคราะห์
6. คลอโรเบนซีน (Chlorobenzene,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
7. ออโร-ไดคลอโรเบนซีน (O-dichlorobenzene,  $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
8. คลอโรฟอร์ม (Chloroform,  $\text{CHCl}_3$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
9. เมทานอล (Methanol,  $\text{CH}_3\text{OH}$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
10. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride,  $\text{NaCl}$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
11. โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (Sodium hydrogen carbonate,  $\text{NaHCO}_3$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
12. โพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride,  $\text{KCl}$ ) บริษัท Univar เกรดวิเคราะห์
13. ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตแอนไฮไดรต (Disodium hydrogen phosphate dehydrate anhydrous,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
14. แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (Magnesium chloride hexahydrate,  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
15. แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (Calcium chloride dehydrate,  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
16. โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulphate,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
17. ทริสไฮดรอกซีเมทิลอะมิโนมีเทน (Tris(hydroxymethyl)aminomethane,  $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$ ) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์

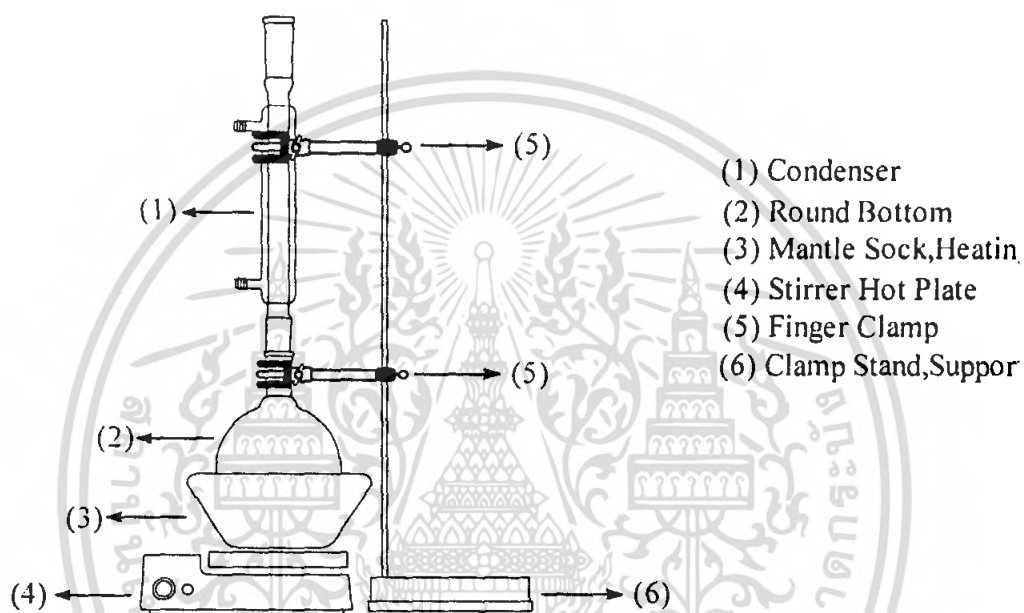
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องวัดการคายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectrometer, XRF) บริษัท Bruker AG รุ่น SRS 3400
2. เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF บริษัท Rock Lab รุ่น Benchmill Model 1A
3. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF บริษัท Herzog รุ่น TP 60/2D
4. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD) บริษัท Bruker AG รุ่น D8 Advance
5. เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (Nuclear magnetic resonance spectrometer, NMR) บริษัท Bruker AG รุ่น NMR 300 Ultra Shield
6. เครื่องเจลเพอเมชันโครมาโทกราฟี (Gel permeation chromatography, GPC) บริษัท Millipore รุ่น Water 150-C
7. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform infrared Spectroscopy, FTIR) บริษัท Perkin Elmer รุ่น FTIR Spectrum GX
8. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ IR บริษัท Shimadzu Coporation รุ่น SSP-10A
9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) บริษัท JEOL รุ่น JSM-5410
10. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter, DSC) บริษัท Perkin elmer รุ่น Pyris Diamond DSC
11. เครื่อง Thermogravimetric Analyser (TGA) บริษัท Perkin elmer รุ่น Pyris 1 TGA
12. อ่างควบคุมอุณหภูมิ และ Immersion circulator (FT01/5) รุ่น Isotemp
13. เครื่องกรองลดความดัน บริษัท Buchi รุ่น B-169
14. เครื่องอัลตราโซนิก บริษัท Ney Dental รุ่น 14H
15. เครื่องควบคุมอัตราการหยดสาร บริษัท Barnant รุ่น 77120-52
16. เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น TC-254
17. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot Plate) บริษัท Fisher Scientific
18. เครื่องให้ความร้อนแบบหุ้ม (Heating Mantle)
19. ตู้อบลดความดัน (Vacuum Oven) บริษัท Hotpack รุ่น Model 273800
20. ตู้อบ บริษัท Fisher Scientific รุ่น Isotemp
21. เตาเผาสาร บริษัท Thermolyne รุ่น Furnance 6000
22. ปัมระบบสุญญากาศ บริษัท Edwards รุ่น RV12
23. เครื่อง Universal testing machine

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

24. คอนเดนเซอร์
25. ขวดก้นกลม
26. ขวดรูปลูกโป่ง
27. โกร่งบดสาร
28. ครุฑิเบิลชนิดพอร์ซเลนและอลูมินา
29. มอเตอร์พร้อมใบพัดปั่นกวน
30. ชุดทำปฏิกิริยา ROP ดังรูป 3.1



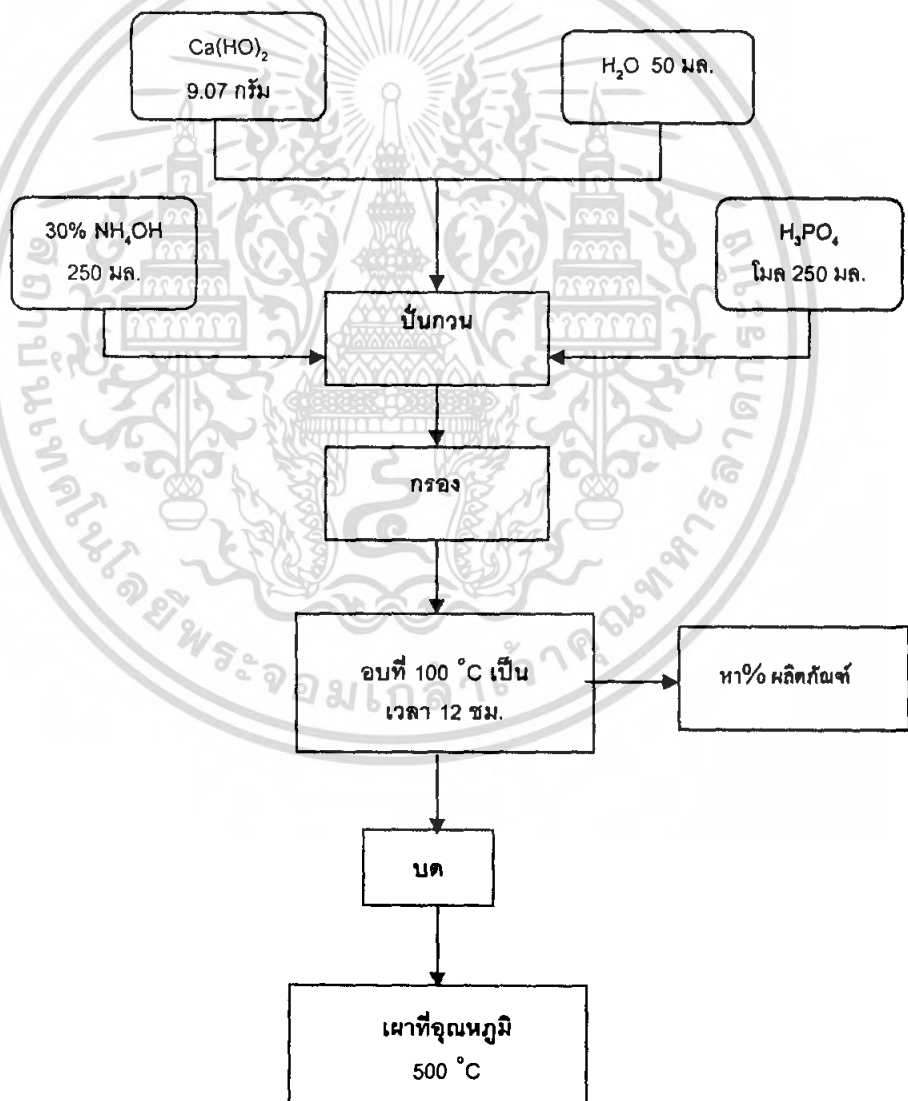
รูปที่ 3.1 ชุดทำปฏิกิริยา ROP

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน

#### 3.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ (HAp)

นำแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) มา 9.07 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ละลายในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร ปั่นจนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน นำไปวางในอ่างควบคุมอุณหภูมิ  $10^\circ\text{C}$  หยดสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ความเข้มข้น 30% โดยน้ำหนักและ  $\text{H}_3\text{PO}_4$  0.3 โมล/ลิตร สารละ 250 มิลลิลิตร ด้วยเครื่องควบคุมอัตราการหยดสาร โดยมีอัตราการหยด 1.08 มิลลิลิตร/นาที พร้อมการปั่นกวน จากนั้นนำตะกอนที่ได้ไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ  $100^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักและหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของสารที่สังเคราะห์นี้ได้ นำสารที่ได้มาบดและนำไปเผาที่อุณหภูมิ  $500^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ได้ด้วยเทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (XRF) เพื่อหาองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

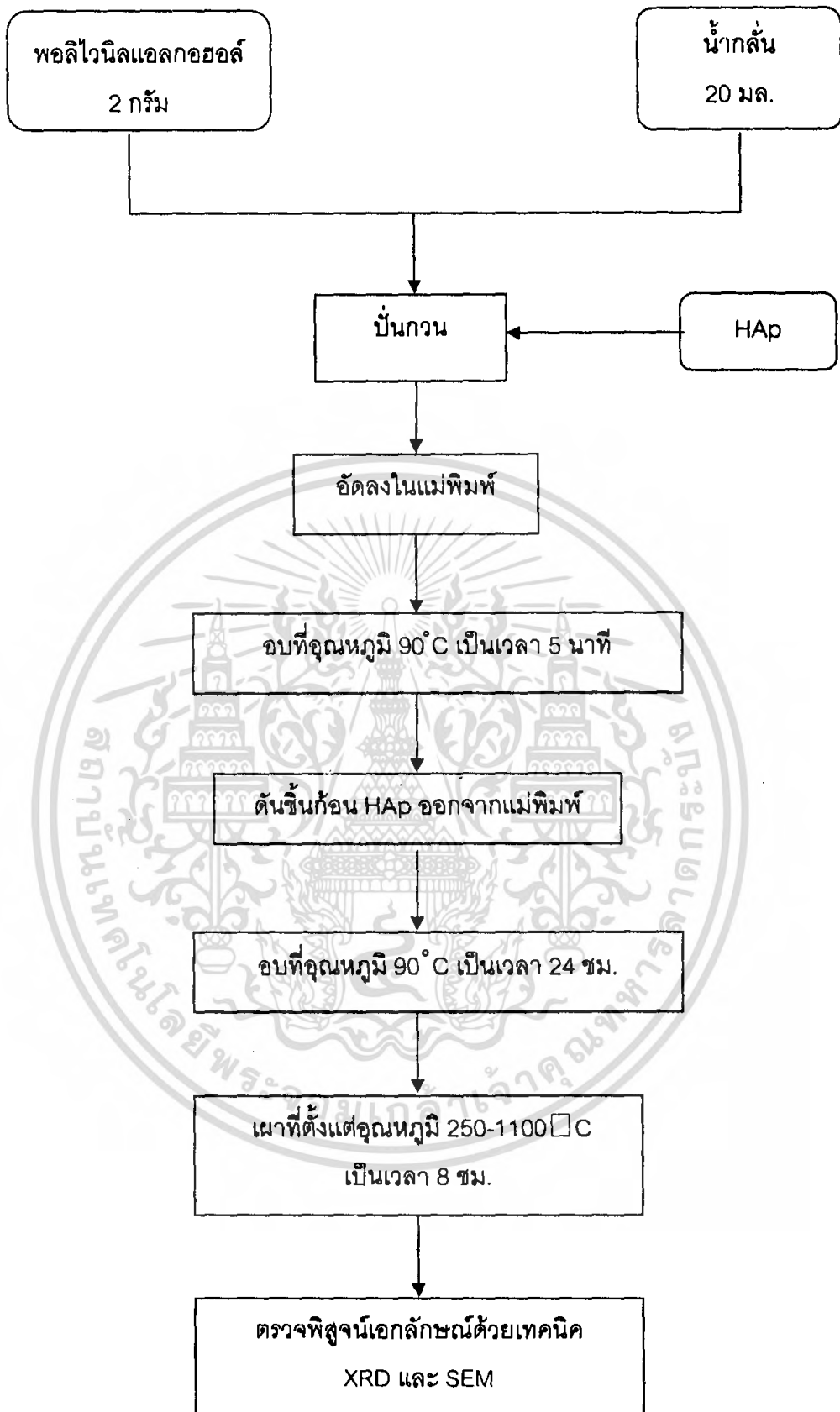
### 3.3.2 การขึ้นรูปไฮดรอกซีแอปาทาइट

1. ละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinylalcohol, PVA) 0.2 กรัม ในน้ำ 10 มิลลิลิตร โดยใช้เครื่องให้ความร้อนช่วยในการละลายเป็นเวลา 10 นาที จนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ละลายหมดจะได้สารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีลักษณะเป็นของเหลวเหนียว
2. ผสมไฮดรอกซีแอปาทาइट (Hydroxyapatite, HAp) 1 กรัม ลงในสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ แล้วทำการผสมให้เข้ากัน
3. นำของผสมที่ได้ไปอัดลงในแม่พิมพ์เทฟลอน (Teflon) รูปลิ่มเหลี่ยมจัตุรัสขนาด 1 ซม. x 1 ซม.
4. นำไปอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 5 นาที จนกระทั่งที่ผิวหน้าชิ้นงานเริ่มแห้ง
5. ดันก้อน HAp ออกจากแม่พิมพ์ และนำก้อน HAp อบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
6. นำก้อนไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ และระยะเวลาในการเผา ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาขึ้นรูป

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)
250	45
450	45
650	45
850	45
1100	300

7. นำชิ้นงานที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) และเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)



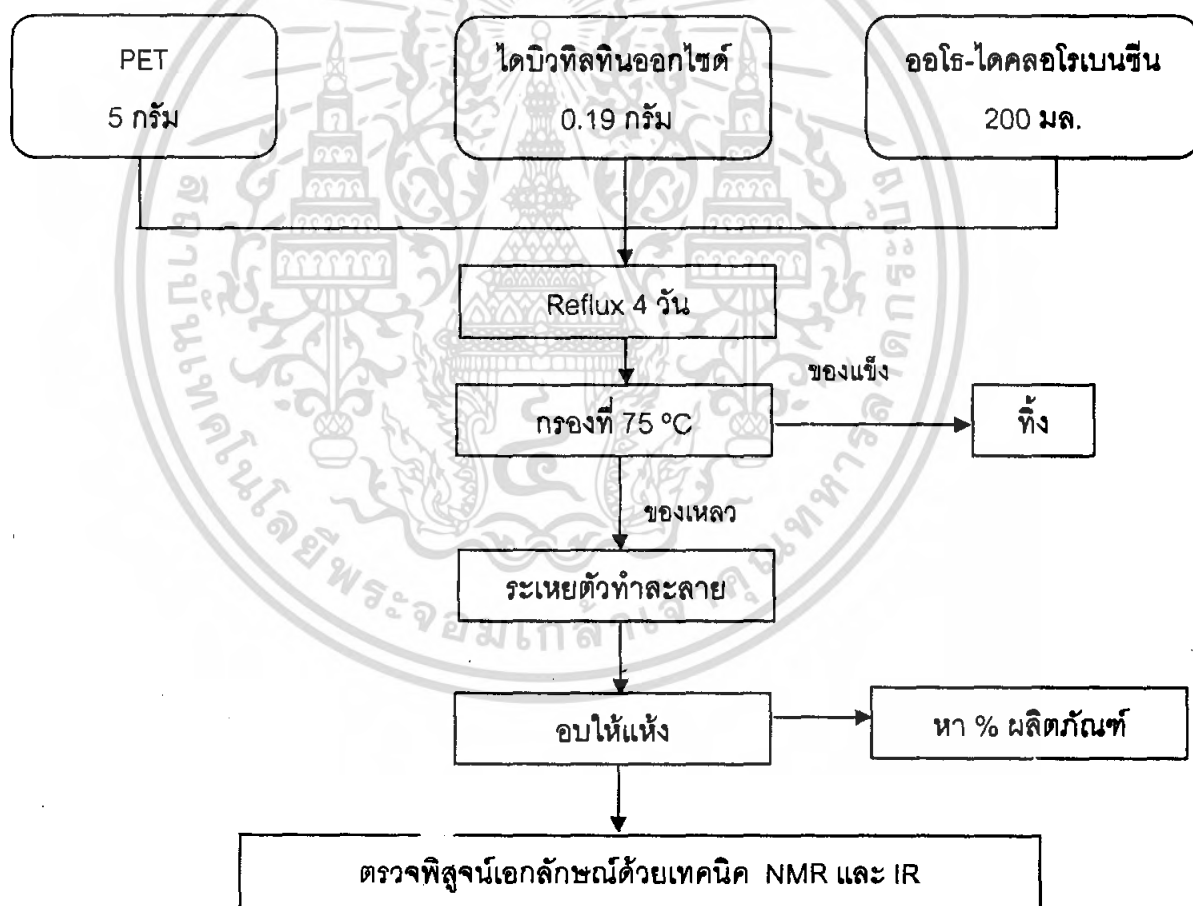
รูปที่ 3.3 แผนงานการขึ้นรูปไฮดรอกซีเอปาทาไทต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.3 การดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวง (Cyclo-depolymerization, CDP)

#### 3.3.3.1 สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอร์พทาเลต (C-OET)

ตัดขวดพลาสติกใสเป็นชิ้นเล็กๆ นำ PET ที่ตัดแล้วมา 5 กรัม เติมตัวเร่งปฏิกิริยาไดบิวทิลทินออกไซด์ 0.19 กรัม (3% โมลของหน่วยซ้ำพอลิเมอร์) และตัวทำละลายออโร-ไดคลอโรเบนซีน 200 มิลลิลิตร (อัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลาย 1:40 กรัม/มิลลิลิตร) ใส่ในขวดก้นกลม ทำการรีฟลักซ์ด้วยเครื่องให้ความร้อนแบบหลุมพร้อมการปั่นกวนเป็นเวลา 4 วัน หลังจากนั้นลดอุณหภูมิถึง  $75^{\circ}\text{C}$  แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน นำสารละลายที่ผ่านการกรองไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลาย นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบเป็นเวลา 24 ชั่วโมงจนแห้ง ซึ่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ นำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปคโตรสโคปี (NMR) และเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (IR)

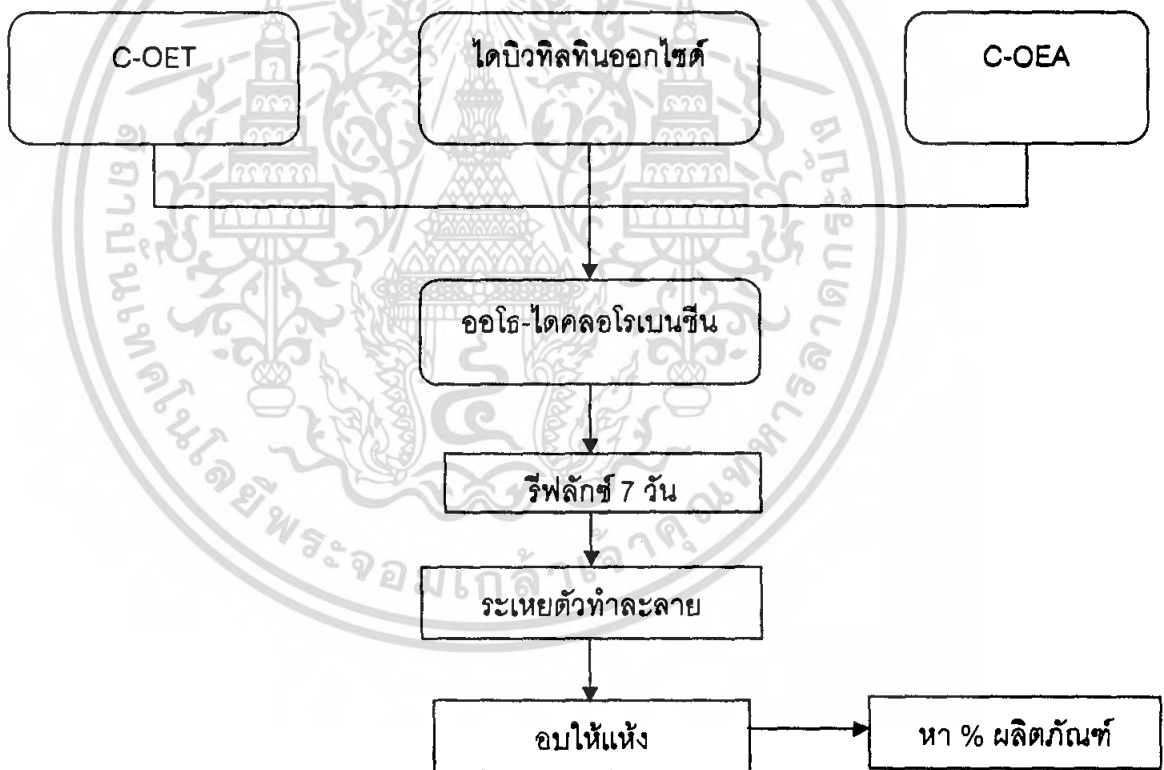


รูปที่ 3.4 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอร์พทาเลต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.3.2 สารประกอบวงร่วมระหว่างโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรพทาเลต (C-OEA/OET)

นำสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต (C-OEA) และสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-OET) ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง C-OEA:C-OET ที่แตกต่างกัน (70:30, 50:50 และ 30:70) ละลายในออร์โธ-ไดคลอโรเบนซีนให้มีอัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลาย 1:40 กรัม/มิลลิลิตร ใส่ในขวดก้นกลมเติมตัวเร่งปฏิกิริยาไดบิวทิลทินออกไซด์ในอัตราส่วน 3% โมลของหน่วยซ้ำพอลิเมอร์ ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 7 วัน โดยใช้เครื่องให้ความร้อนแบบหลุม จากนั้นทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ทำการกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน นำสารละลายที่ผ่านการกรองไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลาย นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบจนแห้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักและหาเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้



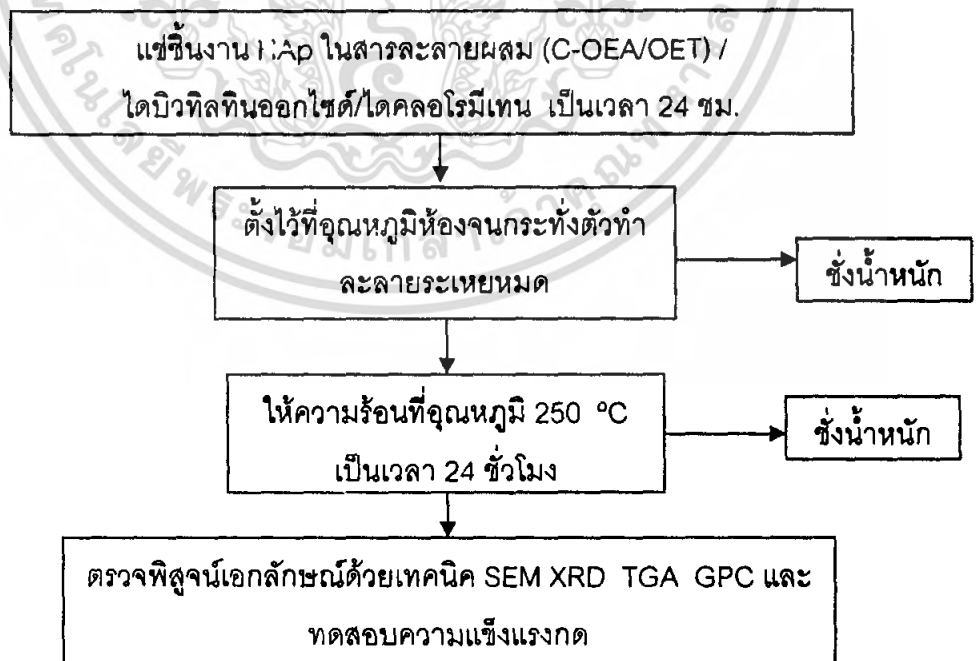
รูปที่ 3.5 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงร่วมโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรพทาเลต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.4 การเตรียมวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอปาทาइटกับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรฟทาเลต (Composite HAp/PEA-co-PET)

เตรียมสารประกอบวงร่วมโพลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรฟทาเลต (C-OEA/OET) กับชิ้นงาน HAp ที่ขึ้นรูปแล้ว ให้มีอัตราส่วนของ HAp : (C-OEA/OET) เป็น 1 ก้อน/0.5 กรัม ละลายไดบิวทิลทินออกไซด์ในปริมาณ 3% โมลเทียบกับหน่วยซ้ำของพอลิเมอร์ด้วยไดคลอโรมีเทน แล้วเติมสารประกอบวงร่วม (C-OEA/OET) ลงไป จากนั้นแช่ชิ้นงาน HAp ลงในสารละลายดังกล่าว และตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้องจนตัวทำละลายระเหยหมด นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 250 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้

- ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ การกระจายตัวของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรฟทาเลตบนไฮดรอกซีแอปาทาइटด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
- ศึกษาวิภาคที่เป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)
- หาปริมาณพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)
- หาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน ( $M_n$ ) น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก ( $M_w$ ) และการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (MWD) ของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปต-เทอเรฟทาเลต ด้วยเทคนิค GPC



รูปที่ 3.6 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ PEA-co-PET

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.5 การทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้โดยการหาความแข็งแรงกด (Compressive Strength)

1. ชัดผิวหน้าของวัสดุประกอบที่เตรียมได้ แล้ววัดขนาดที่แน่นอน
2. ตั้งสภาวะที่ใช้ในการทดสอบดังนี้

Load cell 30 kN

Test speed 2.5 mm/min



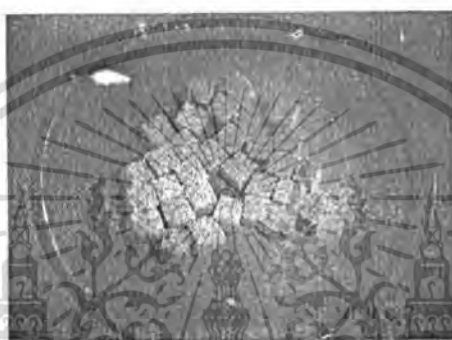
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการอภิปรายผล

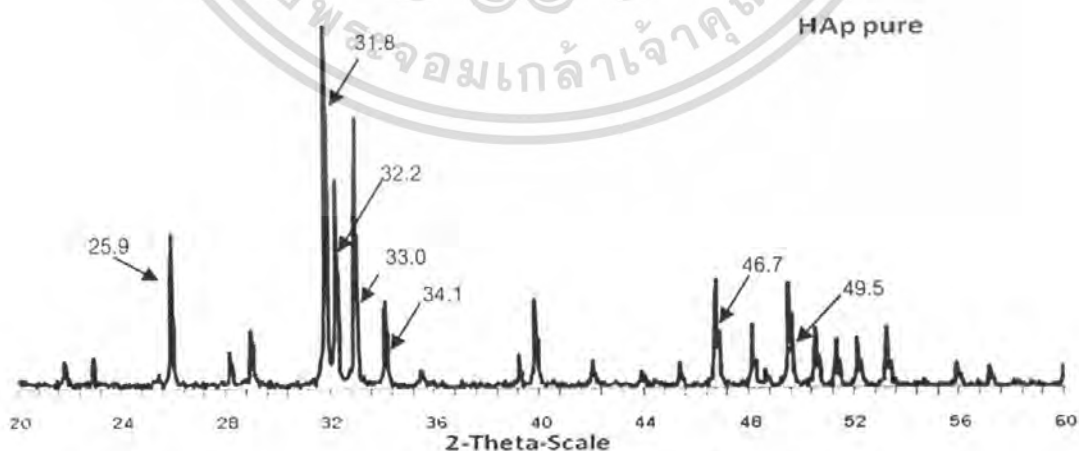
#### 4.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์และการขึ้นรูป

นำผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) มาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ลักษณะของก้อนวัสดุประกอบ HAp ที่ขึ้นรูปเป็นก้อนแบบกดอัดขึ้นรูปแล้วนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 1100°C มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ลักษณะของก้อน HAp

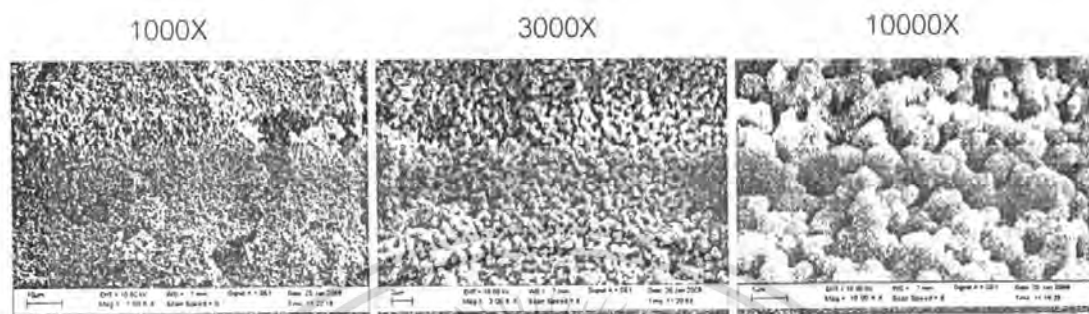
เมื่อนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD) พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้มีวิฤภาคองค์ประกอบหลักเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ซึ่งมีพิกัดมุมที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.9 31.8 32.2 33.0 34.1 39.8 46.7 49.5 และ 50.5 องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 แผนภาพ XRD ของ HAp ที่สังเคราะห์ได้ภายหลังการขึ้นรูปและเผาที่ 1100°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ HAp ที่ขึ้นรูปโดยใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารเชื่อม ซึ่งเมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1100°C พบว่า ผลึก HAp มีลักษณะเป็นเกรนสี่เหลี่ยมค่อนข้างกลม เชื่อมต่อกัน และจะมีช่องว่างที่เกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เพื่อให้ขึ้นงาน HAp ที่ได้มีความเป็นรูพรุนดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 ภาพตัดขวางแสดงโครงสร้างภายในชิ้นงาน HAp ที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วเผาที่ 1100°C

## 4.2 การดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวง (Cyclo-depolymerization, CDP)

### 4.2.1 สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต (Cyclic oligo(ethylene adipate), C-OEA)

C-OEA ได้มาจากการวิจัยก่อนหน้านี้ของนางสาวสุภาณี ชนะวงศ์ ผลิตรภัณฑ์ที่ได้เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลเข้ม เมื่อนำผลิตรภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (NMR) ได้ผลดังนี้

- $^1\text{H-NMR}$  :  $\delta$  1.7 (4H, s,  $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2$ ) 2.4 (4H, s,  $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-C=O}$ ) 4.3 (4H, s,  $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-C=O}$ ) ppm ดังรูปที่ 4.4



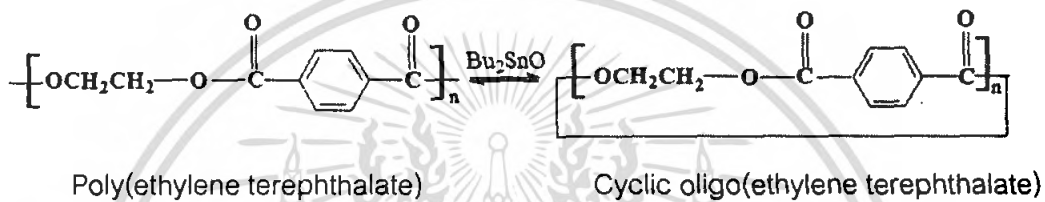
รูปที่ 4.4 สเปกตรัม  $^1\text{H-NMR}$  ของสารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต, C-OEA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค<sup>1</sup>H-NMR พบสัญญาณของหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ (end group) ที่ตำแหน่ง  $\delta$  3.7 ppm เพียงเล็กน้อย จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค<sup>1</sup>H-NMR จึงสันนิษฐานได้ว่า ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่ประกอบด้วยสารประกอบวง C-OEA

#### 4.2.2 สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (Cyclic oligo(ethyleneterephthalate), C-OET)

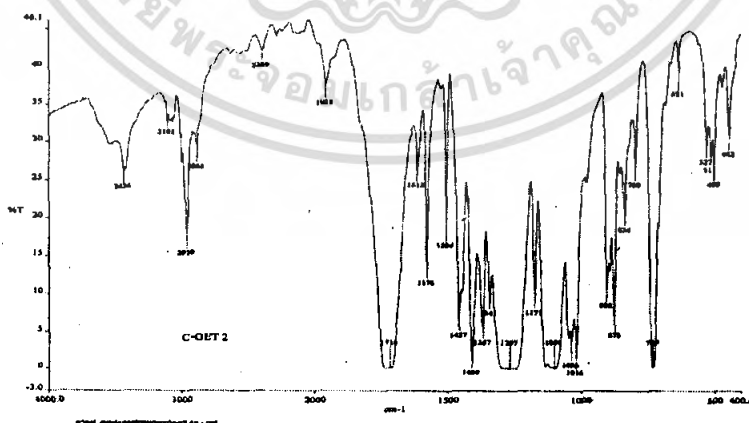
สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลตสามารถสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาตีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวง โดยการรีฟลักซ์ PET ในตัวทำละลายออกไซด์คลอโรเบนซีน เป็นเวลา 4 วัน มีไดบิวทิลทินออกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังสมการที่ 4.1 ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นผงสีขาว



สมการที่ 4.1 ปฏิกิริยาตีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวงของพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (PET)

นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด (FT-IR) เทคนิค (NMR) ได้ผลดังนี้

FT-IR :  $V_{max}$  2959  $cm^{-1}$  (C-H, s) 1716  $cm^{-1}$  (C=O, s) 1613, 1457  $cm^{-1}$  (C=C, aromatic) 1267, 1098  $cm^{-1}$  (C-O, s) และ 902, 729  $cm^{-1}$  (C-H, Aromatic)

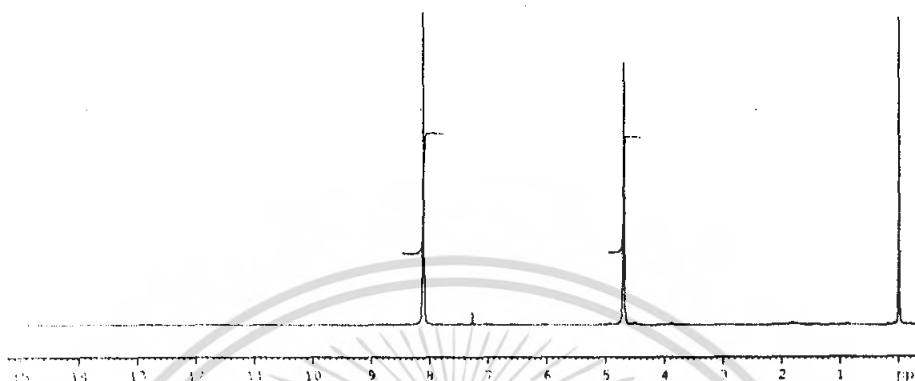


รูปที่ 4.5 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของ C-OET ที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาตีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

-  $^1\text{H-NMR}$  :  $\delta$  4.7 (4H, s,  $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O}$ ) 8.1 (4H, s, Aromatic ) ppm

Cyclic oligo(ethylene terephthalate)



รูปที่ 4.6 แสดงสเปกตรัม  $^1\text{H-NMR}$  ของ C-OET ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น

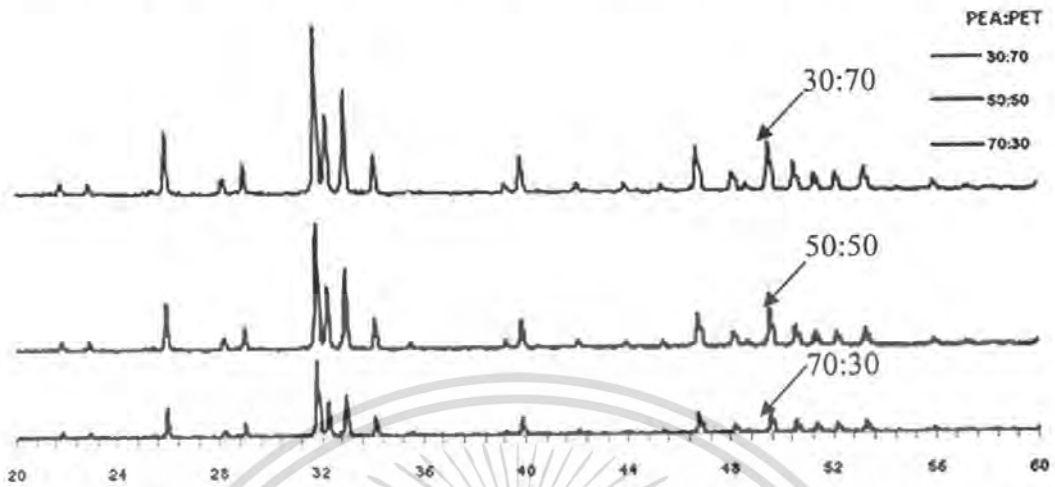
จากการตรวจวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิค FT-IR ไม่พบที่กสัญญาณของหมู่ไฮดรอกซี (O-H) ซึ่งเป็นหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ และจากเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  ไม่พบสัญญาณของหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ที่  $\delta$  4.1 และ 4.2 ppm จากผลดังกล่าวจึงสรุปได้ว่า ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่ประกอบด้วยสารประกอบวงโพลิเอทีลีนเทอเรฟทาเลต

### 4.3 วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอลฟาไทด์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทีลีนอะดิเปตกับพอลิเอทีลีนเทอเรฟทาเลต (HAp/PEA-co-PET)

#### 4.3.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET

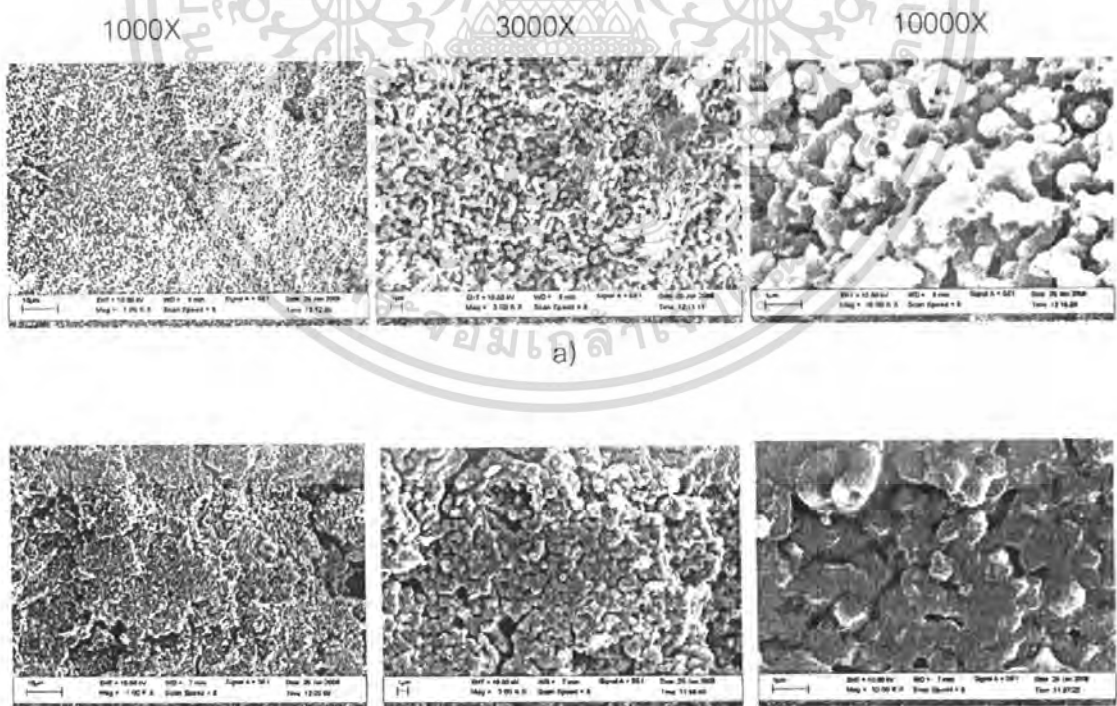
จากการสังเคราะห์วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET โดยการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงร่วม C-OEA/OET ภายในรูปทูนของชิ้นงาน HAp ที่อุณหภูมิ 250 °C พบว่า ทั้ง 3 อัตราส่วน (30:70, 50:50, 70:30 โดยโมล) ชิ้นงานจะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นน้ำตาลอมเหลือง ทั้งภายในรูปทูนและเคลือบที่ผิวภายนอกชิ้นงานซึ่งเป็นสีของพอลิเมอร์ร่วม โดยพบว่าวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่มีอัตราส่วนของ C-OEA เพิ่มขึ้น จะเห็นว่ามีสีน้ำตาลเข้มขึ้น โดยวัสดุ

ประกอบ HAP/PEA-co-PET ที่มี C-OEA/OET เป็น 70:30 จะมีสีน้ำตาลเข้มที่สุด เมื่อนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.7



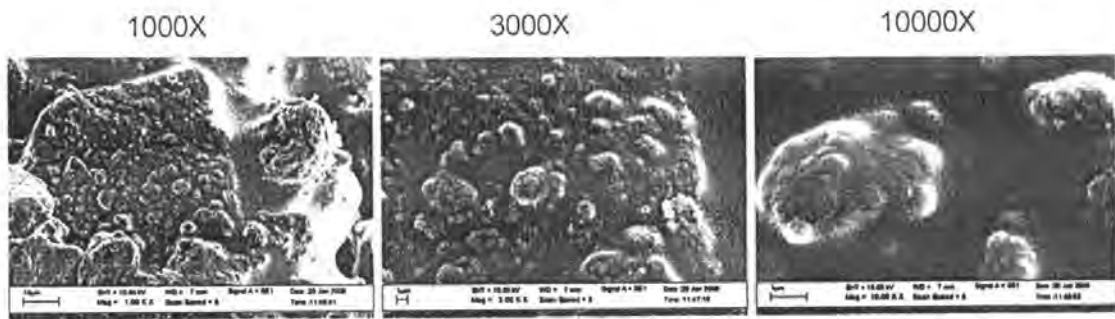
รูปที่ 4.7 แผนภาพ XRD ของวัสดุประกอบ HAP/PEA-co-PET

จากแผนภาพ XRD พบว่าวัสดุประกอบทั้ง 3 อัตราส่วนมีสัญญาณที่หลักของ HAP และไม่มีพบสัญญาณที่ของพอลิเมอร์ เนื่องจากพอลิเมอร์รวมที่เกิดขึ้นมีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน



b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



c)

รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวภายในของชิ้นงาน HAp/PEA-co-PET

- มีอัตราส่วน C-OEA/OET= 30:70 โดยโมล
- มีอัตราส่วน C-OEA/OET= 50:50 โดยโมล
- มีอัตราส่วน C-OEA/OET= 70:30 โดยโมล

ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบทั้ง 3 อัตราส่วนโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่าวัสดุประกอบทั้ง 3 สูตร มีวิภาคต่อเนื่องของเนื้อพอลิเมอร์แทรกอยู่ในรูพรุนของ HAp และเคลือบอยู่ที่พื้นผิวภายนอก โดยแต่ละสูตรจะมีปริมาณที่แตกต่างกัน คือ

วัสดุประกอบที่มีอัตราส่วนของ C-OEA/OET เป็น 30:70 โดยโมล พบว่าวิภาคต่อเนื่องของเนื้อพอลิเมอร์มีอยู่น้อย ยังคงมีรูพรุนของวัสดุประกอบอยู่มาก และมีขนาดใหญ่

วัสดุประกอบที่มีอัตราส่วนของ C-OEA/OET เป็น 50:50 โดยโมล พบว่ามีวิภาคต่อเนื่องของเนื้อพอลิเมอร์เพิ่มมากขึ้น ทำให้ความพรุนตัววัสดุประกอบน้อยลง

วัสดุประกอบที่มีอัตราส่วนของ C-OEA/OET เป็น 70:30 โดยโมล พบว่ามีวิภาคต่อเนื่องของเนื้อพอลิเมอร์อยู่มาก ปกคลุมรูพรุนของวัสดุประกอบ ทำให้ไม่เห็นรูพรุนของวัสดุประกอบ

เมื่อมีอัตราส่วนของ C-OEA มากขึ้น พอลิเมอร์จะแทรกตัวอยู่ในรูพรุนและปกคลุมที่ผิวนอกเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากความสามารถในการละลายของสารประกอบวงร่วม ที่มีอัตราส่วนของ C-OEA เพิ่มมากขึ้นจะสามารถละลายในตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนได้ดีขึ้น เมื่อสารประกอบวงร่วมสามารถแทรกเข้าไปในรูพรุนได้มากก็จะเกิดพอลิเมอร์ในรูพรุนมากกว่าภายนอกก้อน HAp

#### 4.3.2 เฟอร์เรินต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET

ตารางที่ 4.1 แสดงเฟอร์เรินต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบซึ่งได้จากการคำนวณโดยการชั่งน้ำหนัก เปรียบเทียบกับผลที่ได้จากการคำนวณ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เปอร์เซ็นต์การหายไปของน้ำหนักจากเทคนิค TGA (ภาคผนวก ข) พบว่า ปริมาณพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบที่ได้จากการชั่งน้ำหนัก มีค่ามากกว่าจากเทคนิค TGA เนื่องวิธีชั่งน้ำหนักนั้นเป็นการหาปริมาณพอลิเมอร์รวมที่อยู่ทั้งภายในรูพรุนและเคลือบที่ผิวภายนอกของวัสดุประกอบ ส่วนวิธีการใช้เทคนิค TGA เป็นการตรวจหาปริมาณพอลิเมอร์ที่อยู่ภายในรูพรุนของวัสดุประกอบเท่านั้นจึงมีค่าน้อยกว่า โดยวัสดุประกอบที่มี PEA/PET เป็น 70:30 โดยโมล มีเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET เพิ่มขึ้นมากที่สุด จากก้อน HAp บริสุทธิ์ เนื่องจากสารประกอบวงร่วม ที่มีอัตราส่วนของ C-OEA สูงจะสามารถละลายในตัวทำละลาย ไคคลอโรมีเทนได้ดีดังที่ได้กล่าวแล้วข้างต้น

ตารางที่ 4.1 แสดงความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น และเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่ได้จากการชั่งน้ำหนักเปรียบเทียบกับจากเทคนิค TGA

อัตราส่วนของ PEA/PET โดยโมล	% โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET		% ความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น*
	จากการชั่งน้ำหนัก	จากเทคนิค TGA	
30 : 70	14.57 ±9.97	4.76	4.89
50 : 50	26.04 ±4.69	17.06	22.65
70 : 30	31.74 ±2.87	20.42	26.46

เปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น ซึ่งคำนวณจากการชั่งน้ำหนัก พบว่า วัสดุประกอบที่มี PEA/PET เป็น 70:30 โดยโมล มีค่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นเพิ่มขึ้นมากที่สุด และเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET เพิ่มขึ้นมากที่สุด ซึ่งจะเห็นว่าเปอร์เซ็นต์ความหนาแน่นแปรผันตรงกับค่าเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวมภายในวัสดุประกอบ

#### 4.3.3 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET

เมื่อนำวัสดุประกอบทั้ง 3 สูตร มาสกัดแยกพอลิเมอร์รวมแล้วนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) เพื่อหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.2

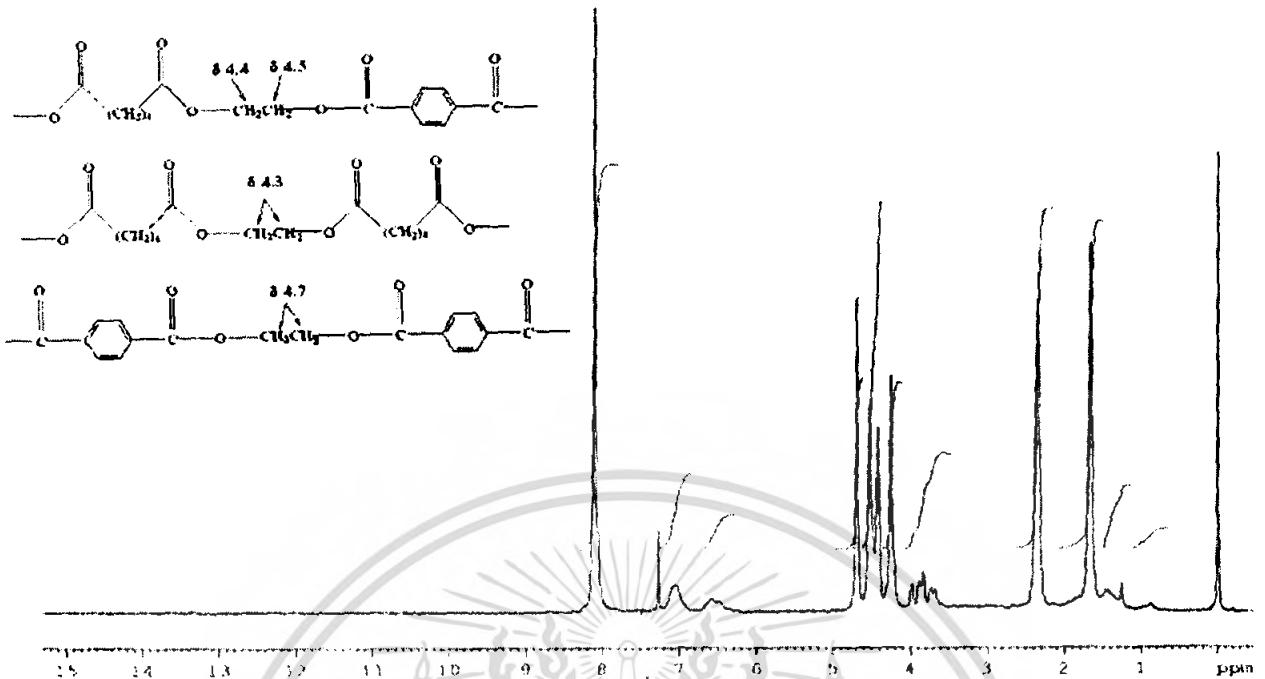
ตารางที่ 4.2 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยที่ได้จากเทคนิค GPC

สาร	Mn	Mw	MWD
PEA-co-PET = 30:70 โดยโมล	19,218	151,019	7.85
PEA-co-PET = 50:50 โดยโมล	3,385	7,157	2.11
PEA-co-PET = 70:30 โดยโมล	2,486	3,881	1.56

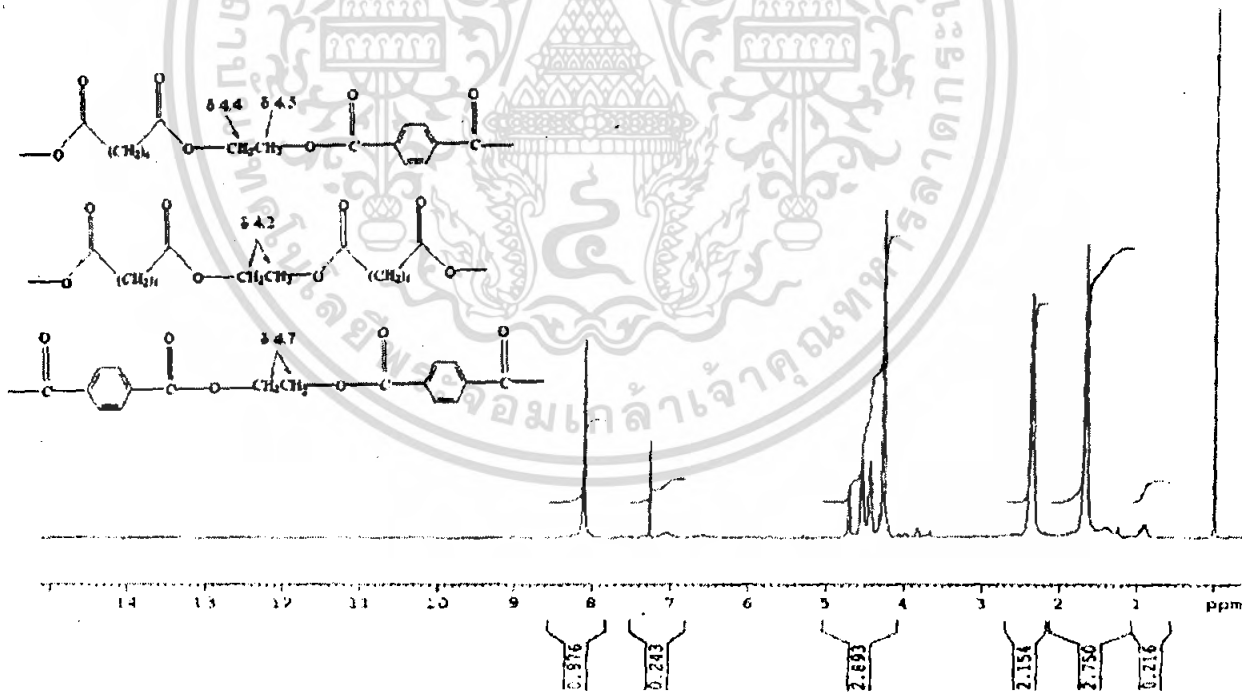
พบว่า PEA-co-PET เป็น 30:70 โดยโมล มีน้ำหนักโมเลกุลสูงมากแตกต่างจากสูตรอื่น และมีการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลสูง เนื่องจากในสูตรนี้พอลิเมอร์ร่วมที่สกัดได้ส่วนมากได้มาจากพอลิเมอร์ร่วมที่เคลือบภายนอกมากกว่าภายในรูพรุนของวัสดุประกอบ ซึ่งพอลิเมอร์ร่วมภายนอกจะเกิดการพอลิเมอไรเซชันได้ดีกว่า จึงมีน้ำหนักโมเลกุลสูงมาก ส่วนพอลิเมอร์ที่อยู่ในรูพรุนของวัสดุประกอบพื้นผิวของ HAp ซึ่งจะมีหมู่ไฮดรอกซี และความชื้น จึงไปขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน อีกทั้งพอลิเมอร์ที่อยู่ในรูพรุนของวัสดุประกอบจะได้รับความร้อนยาก เนื่องจากวัสดุที่ใช้มีค่าการนำความร้อนต่ำ และภายในรูพรุนของไฮดรอกซี แอปปาไทต์เป็นช่องว่างขนาดเล็ก ที่มีพื้นที่จำกัด ทำให้สารประกอบวงร่วม C-OEA/OET ไม่สามารถขยับเขยื้อนสายโซ่เพื่อเปลี่ยนแปลงโครงสร้างได้ดี จึงทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ไม่ดี ทำให้มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ดังนั้นจึงทำให้วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET (30:70) ซึ่งมีพอลิเมอร์ร่วมที่เคลือบภายนอกและภายในรูพรุนของวัสดุประกอบ จึงได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงร่วมกับพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ดังนั้นการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลกว้าง

ส่วน PEA-co-PET ในสูตร 50:50 และ 70:30 โดยโมล มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ และมีการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลแคบ เนื่องจากสารประกอบวงร่วมส่วนมากแทรกเข้าไปอยู่ในรูพรุนของ HAp จึงทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ยาก จากเหตุผลที่กล่าวแล้วข้างต้น จึงเป็นผลให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ร่วมมีค่าต่ำ แต่มีการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลแคบ

จากนั้นนำพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (NMR) ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 5.2



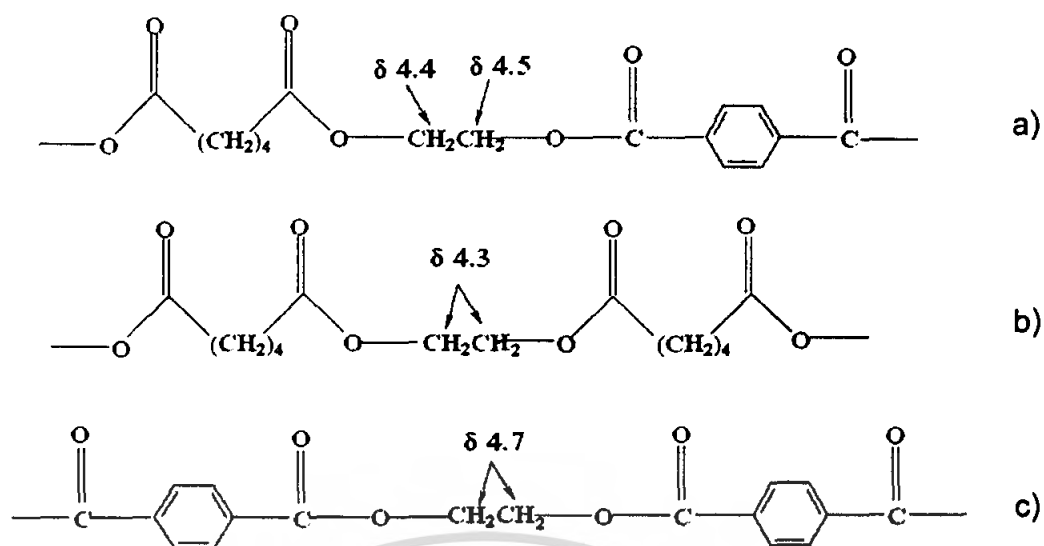
(a)



(b)

รูปที่ 4.9 สเปกตรัม  $^1\text{H-NMR}$  โดย a) PEA:PET (50:50) b) PEA:PET (70:30)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



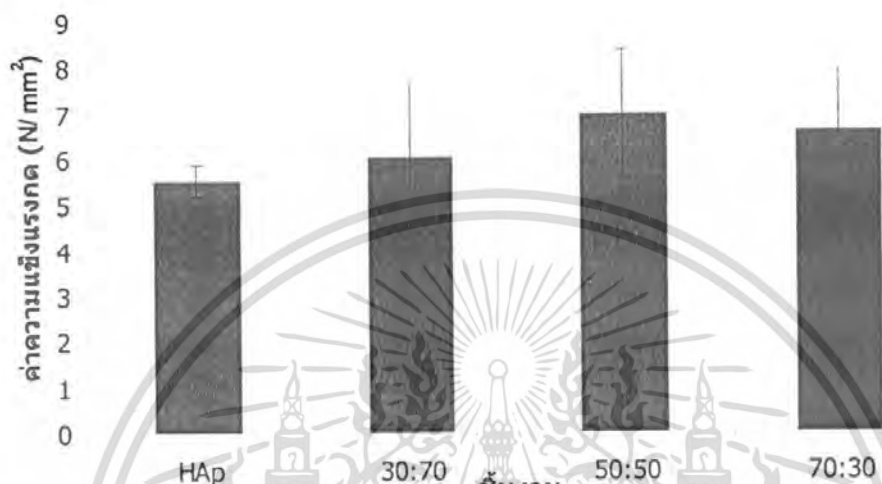
รูปที่ 4.10 แสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET

ผลจากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค NMR กับ 50:50 โดยโมล มีสัญญาณของหมู่  $-OCH_2CH_2O-$  ทั้งหมด 4 สัญญาณ คือ  $\delta$  4.3, 4.4, 4.5 และ 4.7 ppm ตามลำดับ (รูป 4.10a) ซึ่ง  $\delta$  4.4 และ 4.5 ppm เป็นสัญญาณ H-ethylene glycol ที่ติดกับหมู่ adipate และหมู่ terephthalate (aromatic) อย่างละข้าง (โดย 4.4 ppm ติดกับหมู่ adipate ส่วน 4.5 ppm ติดกับหมู่ terephthalate)  $\delta$  4.3 ppm เป็นสัญญาณ H-ethylene glycol ที่ติดกับหมู่ adipate ทั้งสองข้าง  $\delta$  4.7 ppm เป็นสัญญาณ H-ethylene glycol ที่ติดกับหมู่ terephthalate (aromatic) ทั้งสองข้าง จากผล  $^1H-NMR$  สรุปได้ว่าพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET มีโครงสร้างเป็นแบบสุ่ม โดยมีอัตราส่วนระหว่าง PEA/PET เท่ากับ 47:53 มีโครงสร้าง a:b:c รูปที่ 4.10 เท่ากับ 1:2:1 ส่วนในสูตร PEA:PET เท่ากับ 70:30 โดยโมล (รูป 4.10 b) ค่าที่ได้จะเหมือนกับ สูตรข้างต้นแต่แตกต่างกันตรงสัดส่วนความเข้มของสัญญาณ H-ethylene glycol โดยมีอัตราส่วนระหว่าง PEA/PET เท่ากับ 71:29 ซึ่งมีโครงสร้าง a:b:c รูปที่ 5.2 เท่ากับ 1:4:7 แต่ในสูตร PEA:PET เท่ากับ 30:70 โดยโมล เนื่องจากมีวัฏภาคที่เป็นพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลตมาก จึงไม่สามารถละลายได้ดีและไม่สามารถตรวจวิเคราะห์ด้วย  $^1H-NMR$  ได้

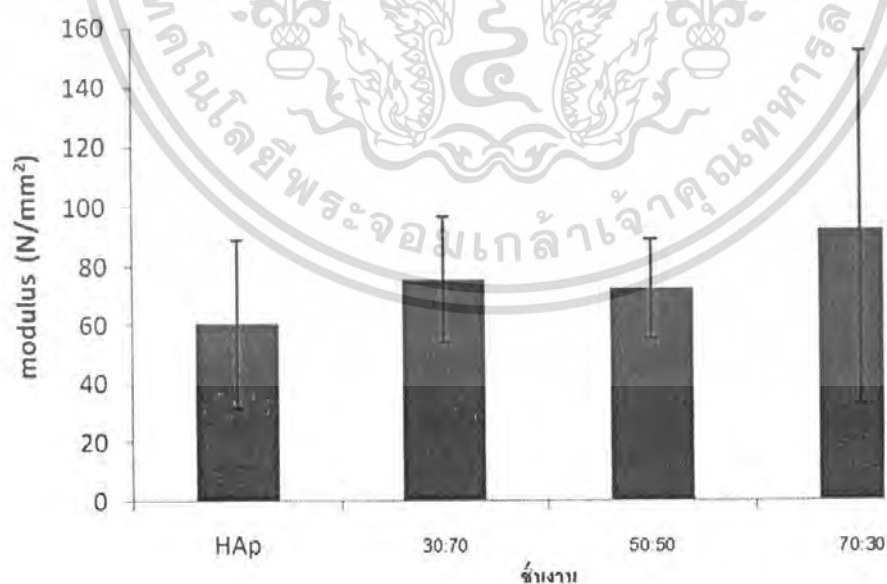
จากการที่พอลิเมอร์ร่วมมีโครงสร้างเป็นแบบสุ่มนั้น ทำให้พอลิเมอร์ร่วมที่ได้มีความเป็นเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ จึงสามารถรับแรงกดอัดได้ดี

#### 4.4 การทดสอบความแข็งแรงกด (Compressive strength)

HAp เป็นวัสดุที่มีสมบัติแข็งกลดต่ำ เปราะและแตกง่าย โดยค่าความแข็งแรงกดของชิ้นงาน HAp ที่ขึ้นรูปแบบมีรูพรุนเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET มีค่าแสดงดังในรูปที่ 4.11 และค่ามอดุลัสแสดงในรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.11 กราฟ แสดงค่าความแข็งแรงกดของ HAp และวัสดุประกอบ



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงค่ามอดุลัสของ HAp และวัสดุประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.11 และ 4.12 พบว่า ค่าความแข็งแรงกดของชิ้นงานเซรามิกส์ HAp ก่อนการเตรียมเป็นวัสดุประกอบ จะมีค่าความแข็งแรงกดและมอดูลัสต่ำกว่าค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ทั้งสามอัตราส่วน (30:70, 50:50, 70:30 โดยโมล) เนื่องจาก เมื่อมีพอลิเมอร์รวมแทรกตัวเข้าไปอยู่ในรูพรุนของชิ้นงานวัสดุประกอบ ซึ่งพอลิเมอร์เป็นวัสดุที่ยืดหยุ่น จึงทำหน้าที่ในการดูดซับแรงกระทำจากภายนอกและกระจายแรงภายในชิ้นงานได้ดี ส่งผลให้ความสามารถในการรับแรงกดของวัสดุประกอบเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามค่าความแข็งแรงกดที่เพิ่มขึ้นเมื่อทำเป็นวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET มีค่าสูงกว่า HAp เพียงเล็กน้อย มีสาเหตุอันเนื่องมาจาก ก้อน HAp ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการกดอัด จากเทคนิค SEM พบว่า ก้อน HAp นั้นมีขนาดรูพรุนที่ไม่สม่ำเสมอ มีทั้งที่เป็นขนาดเล็กและขนาดใหญ่ และปริมาณพอลิเมอร์ที่แทรกเข้าไปนั้นก็ไม่เท่ากัน และมีปริมาณน้อยจึงส่งผลให้ค่าความแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นไม่ชัดเจน

วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่มีอัตราส่วนของ C-OEA:C-OET เป็น 50:50 โดยโมล มีค่าความแข็งแรงกดมากกว่าอัตราส่วน 70:30 โดยโมล เนื่องจากสัดส่วนของ PET ที่เป็นวัฏภาคอะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ซึ่งเป็นส่วนที่ช่วยเพิ่มความแข็งแรงนั้นมีมากกว่า และถึงแม้ว่าในสูตร 30:70 โดยโมล ควรที่จะมีค่าความแข็งแรงกดมากกว่าสูตร 50:50 ตามเหตุผลข้างต้นแต่พอลิเมอร์รวมที่เข้าไปแทรกตัวอยู่ในรูพรุนนั้นมีปริมาณน้อยกว่าจึงทำให้ค่าความแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นได้ไม่มาก

## บทที่ 5

### สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรฟทาเลต (HAp/PEA-co-PET)

วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET สังเคราะห์ได้ด้วยปฏิกิริยาเปิดวงของ C-OEA/OET ภายในรูปทรงของก้อนพอลิเมอร์ ที่สภาวะอุณหภูมิ 250°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

- สารประกอบวงร่วม C-OEA/OET ที่มีอัตราส่วนของ C-OEA มากขึ้น จะทำให้ความสามารถในการละลายในตัวทำละลายเพิ่มสูงขึ้น ดังนั้นสารประกอบวงร่วมสามารถแทรกเข้าไปในรูพรุนและเคลือบที่ผิวของก้อน HAp ได้มากขึ้น จึงทำให้มีเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ที่เพิ่มขึ้นในวัสดุประกอบมีค่าสูงขึ้นด้วย
- พอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ที่อยู่ภายในรูพรุนและเคลือบที่ผิวของวัสดุประกอบนั้นพบว่ามีโครงสร้างเป็นแบบสุม ทำให้พอลิเมอร์ร่วมที่ได้มีความเป็นเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ จึงสามารถรับแรงกดอัดได้ดี
- ค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบมีค่ามากกว่า HAp บริสุทธิ์เล็กน้อย มีสาเหตุอันเนื่องมาจากก้อน HAp ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีการกดอัด จากเทคนิค SEM พบว่า ก้อน HAp นั้นมีขนาดรูพรุนที่ไม่สม่ำเสมอ มีทั้งที่เป็นขนาดเล็กและขนาดใหญ่ ปริมาณพอลิเมอร์ที่แทรกเข้าไบนั้นก็ไม่เท่ากันและมีปริมาณน้อยจึงส่งผลให้ความแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นไม่ชัดเจน

#### ข้อเสนอแนะ

1. ทำการปรับสภาวะในปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์เซชันแบบปิดวง และปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์เซชันแบบเปิดวง เช่น ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในปฏิกิริยา ROP เพื่อให้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเหมาะสมแก่การใช้งาน
2. ศึกษาการขึ้นรูป HAp แบบต่างๆ เพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีขนาดแน่นอน พื้นผิวที่เรียบ และมีขนาดรูพรุนที่สม่ำเสมอ เช่น วิธี suction
3. ควรทำการศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ทั้ง 3 สูตร (C-OEA/OET เป็น 30:70, 50:50, 70:30 โดยโมล ) นำมาเปรียบเทียบกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

1. P.B. Joon, Biomaterials An Introduction, Plenum Press, New York, 1979
2. ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ. 2002. ไฮดรอกซีแอปาทิต(Hydroxyapatite) วัสดุทดแทนกระดูก.[Online]. Available: [http://www.mtec.or.th/th/news/cool\\_stuff/cool2.html](http://www.mtec.or.th/th/news/cool_stuff/cool2.html)
3. Azom.com 2003. Biomaterials-An Overview. [Online]. Available: <http://www.azom.com/detail.asp?ArticleID=108>
4. Azom.com. 2003. Hydroxyapatite Composite Biomaterials-Evolution and Applications. [Online]. Available: <http://www.azom.com/detail.asp?ArticleID=108>
5. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2545. เอกสารประกอบการสอนวิชาวัสดุศาสตร์. กรุงเทพฯ. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
6. ชูศักดิ์ เวชแพศย์ และสมศรี ดาวฉาย ม.ป.ป.2525. วิชาอุปกรณ์ใช้ห้องปฏิบัติการทางการแพทย์ เรื่องอุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการทางแพทย์. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ. สถาบันวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมหาวิทยาลัยมหิดล
7. H. Aoki, Medical Application of Hydroxyapatite, Ishiyaky Euro America, Tokyo, 1994.
8. K. Yamashita and T. Kanazawa, In Inorganic Phosphate, Elsevier., Tokyo, 1989.
9. L.L.Hench and J. Wilson, An Introduction to Bioceramics, World Scientific Pubish Co.Pte.Ltd.,Singapore, 1993.
10. W. Rathje, "Zur Kenntnis de Phosphate I. Uber Hydroxyapatite", Bodenk Pflernah, 12(1939) 121-128.
11. E. Hayek and H. Newesely, "Pentacalcium Monohydroxyorthophosphate", Inorg. Syn., 7(1963) 63-65.
12. R.Z. Legeros, "Calacium Phosphates in Oral Biology and Medicine", Monographsin Oral Science., 15 (1991)
13. N. Ozagur Engin and A.Cuneyt Tas, "Preparation of Porous  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH}_2)$  and  $\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  Bioceramics", J.Am.Ceram.Soc., 83 (2000) 1581-1584.
14. S. Lazic, S. Zec, N. Miljevic, "The effect of temperature on the properties of Hydroxyapatite precipitated from Calcium Hydroxide and Phosphoric acid", Thermochemica Acta., 374 (2001) 13-22.
15. [http://magnet.mtec.or.th/Internet/news/cool\\_stuff/cool2.html](http://magnet.mtec.or.th/Internet/news/cool_stuff/cool2.html)
16. P. Stevens, In Polymer Chemistry, Oxford University, New York, 1990.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

17. A. Ulrich, Introduction to Industrial Polymer. 2<sup>nd</sup>, Hanser Publisher, Germany, 1993.
18. S.P. Parker, Encyclopedia of Chemistry Vol.3, McGraw-Hill Inc., USA., 1993.
19. B. Dietrich, P. Viout and J.M. Lehn, In Macrocyclic Chemistry, VCH, Weinheim, 1993.
20. B.R. Wood and J.A. Semlyen, "Preparation and Characterization of large ether-ester ring", 96 (1997) 2287-2290.
21. A.J. Hall, P. Hodge, C.H. Mcgrail and J. Rickerby, "Synthesis of a series of Cyclic oligo(Alkylidene isophthalate) by Cyclo-depolymerisation", Polymer., 41 (2000) 1239-1249.
22. W. Xin-Hua, Y. Yi, T. Hui-Lin, H.Lan, T. Samuel and Z. Qi-Feng, "Synthesis, Characterization and Ring opening Polymerization of Poly(1,4-Cyclohexylene-dimethylene terephthalate) Cyclic oligomers", J.Polym. Sci.PartA.,38 (2000) 1828-1833.
23. P. Hubbard and W.J. Brittain, "Synthesis and Ring-Opening Polymerization of Poly(Alkylene 2,6-naphthalenedicarboxylate) Cyclic oligomers", Macromolecule., 29 (1996) 8304-8307.
24. ชลลธร จันทร์ทัต และธริวัฒน์ เฉลิมสุขศรี "การรีไซเคิลของพอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต โดยเทคนิคดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวง และเทคนิคพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง" วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
25. กมลวรรณ รัตนภักดิ์, พะนอ วรรณวงศ์ และศรียา เจียมสกุล "การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต พอลิเอทิลีนกลูตาเมต และพอลิเมอร์ร่วมโดยปฏิกิริยาการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง" วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
26. <http://www.bg.ic.ac.uk/Lectures/Hench/BioComp/Chap3.shtml>
27. M. Wang, R. Joseph and W. Bonfield, "Hydroxyapatite-polyethylene Composite for bone substitution: effect of ceramic particle size and morphology", Biomaterials., 19 (1998) 2357-2366.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

28. D. Walsh, T. Furuzono and J. Tanaka, "Preparation of porous composites implant materials by in situ polymerization of porous apatite containing  $\epsilon$ -Caprolactone or Methyl methacrylate", *Biomaterial.*, 22 (2001) 1205-1212.
29. N. Ignjatovic, S. Tomic, M. Dakic, M. Milijkovic, M. Plavsic and D. Uskokovic, "Synthesis and properties of Hydroxyapatite/poly-L-lactide Composite biomaterials", *Biomaterial.*, 22 (1999) 809-816.
30. Z. Metodila and M. Prashant, "A simple chemical method for preparation of hydroxyapatite coating on Ti6Al4V Substrate", *J.Mater.Sci.Mater.Med.*, 12 (2001) 479-483.
31. I.B. Leonor, R.A. Sousa, A.M. Cunha and R.L. Reis, "Novel starch thermoplastic/Bioglass Composite: Mechanical properties, degradation behavior and in-vitro bioactivity", *J. Mater.Sci.Mater.Med.*, 13 (2002) 939-945.
32. นิธิวดี บุญธัญทิพย์ และ รุ่งทิพย์ สุวรรณจิตต์. 2546. "การศึกษาสมบัติความแข็งแรงกดและความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีนอะดีเปต" โครงการพิเศษปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
33. สุภาณี ชนะวงศ์. 2547. "การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดีเปตกับพอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต"วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การเตรียมสารเคมีสำหรับการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอสปาท

1. เตรียมกรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) ความเข้มข้น 85% โดยปริมาตร

ในสารละลาย 100 มิลลิลิตร มีกรดฟอสฟอริก	85×D	กรัม
ในสารละลาย 1000 มิลลิลิตร มีกรดฟอสฟอริก	$\frac{85 \times D \times 1000}{100 \times M_w \text{ ของ } H_3PO_4}$	
ความเข้มข้นของกรดฟอสฟอริกเริ่มต้น ( $M_1$ )	= $\frac{85 \times 1.695 \times 1000}{100 \times 97.995}$	= 14.70

และจากสูตร  $M_1V_1 = M_2V_2$

แต่  $V_1$  ที่คำนวณได้จะเป็นตัวเลขที่ไม่สามารถเปิดได้ จึงต้องเปลี่ยน  $M_2$  จะไม่ใช่ 0.3 M จะมีค่าเบี่ยงเบนไปเล็กน้อย และจากตรงนี้ก็นำไปเทียบหาปริมาณแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ต้องการใช้

2. แคลเซียมไฮดรอกไซด์ ( $Ca(OH)_2$ ) จะใช้ในอัตราส่วน

แคลเซียมไฮดรอกไซด์ : กรดฟอสฟอริก

5 : 3

เนื่องจากไฮดรอกซีแอสปาทมีสูตรทางเคมีเป็น  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  มีอัตราส่วน Ca : P เป็น 5 : 3 หรือ 1.67 : 1

ดังนั้นแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการใช้เท่ากับ  $M_2 \times 5 \times MW$  ของ  $Ca(OH)_2$  กรัม/ลิตร

แต่เนื่องจากการทดลองใช้กรดฟอสฟอริกปริมาตร 250 มิลลิลิตร

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

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การเตรียมสารเคมีสำหรับการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต (CS)

1. เตรียมเตตระเอทิลออโรซิลิเกต ความเข้มข้น 0.03 โมล ต่อ สารละลายเอทานอล 300 มิลลิลิตร

ในสารละลาย 300 มิลลิลิตร จะมีเตตระเอทิลออโรซิลิเกต		0.03	โมล
น้ำหนักโมเลกุลของเตตระเอทิลออโรซิลิเกต	เท่ากับ	208.33	
ดังนั้น จำนวนเตตระเอทิลออโรซิลิเกต ที่ต้องการใช้	=	$0.03 \times 208.328$	กรัม
	=	6.2451	กรัม

2. เตรียมแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ความเข้มข้น 0.03 โมล ต่อ สารละลายเอทานอล 30 มิลลิลิตร

เนื่องจากแคลเซียมซิลิเกตมีสูตรทางเคมีเป็น  $\text{CaSiO}_3$  มีอัตราส่วน Ca : Si เป็น 1 : 1

ดังนั้น เมื่อใช้เตตระเอทิลออโรซิลิเกต 0.03 โมล จึงต้องใช้แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต 0.03 โมล เพื่อให้สารเกิดปฏิกิริยาพอดี

ในสารละลาย 300 มิลลิลิตร จะมีแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต		0.03	โมล
น้ำหนักโมเลกุลของแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต	เท่ากับ	236.145	
ดังนั้น จำนวนแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ที่ต้องการใช้	=	$0.03 \times 236.145$	กรัม
	=	7.0844	กรัม

3. เตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.03 M จำนวน 150 มิลลิลิตร

น้ำหนักโมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับ 40

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

เมื่อ  $M_1$  และ  $V_1$  = ความเข้มข้นและปริมาตรของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการใช้ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.03 M และ 150 มิลลิลิตร ตามลำดับ และ Mw ของ NaOH คือน้ำหนักโมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งเท่ากับ 40 จากตรงนี้ก็นำไปเทียบหาโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ต้องการใช้ =  $\frac{0.03 \times 150 \times 40}{1000} = 2$  กรัม

## การเตรียมสารเคมีสำหรับการสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PET)

1. ไดบิวทิลทินออกไซด์ (Dibutyltinoxide) ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้อัตราส่วน 3 % โมลของพอลิเมอร์ ต่อ Repeating unit

C	=	120
O	=	64
H	=	8
Total	=	192

Repeating unit ของ พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

ในการทดลองใช้ PET จำนวน 5 กรัม

ดังนั้น จำนวนโมลของ PET ที่ใช้คือ  $\frac{\text{กรัม}}{\text{มวลโมเลกุล}} = \frac{5}{192} = 0.0260$  โมล

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

2. ออโร-ไดคลอโรเบนซีน ใช้เป็นตัวทำละลาย โดยใช้ในอัตราส่วน

PET : ออโร-ไดคลอโรเบนซีน  
1 กรัม : 40 มิลลิลิตร

สำหรับในการทดลองนี้ใช้ PET จำนวน 5 กรัม ดังนั้นจึงใช้ออโร-ไดคลอโรเบนซีนปริมาตร 200 มิลลิลิตร

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

## การคำนวณอัตราส่วนโมล Ca/P

- Ca จะอยู่ในรูปของสารประกอบ CaO ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ

$$40.078 + 15.9990 = 56.0770$$

- P จะอยู่ในรูปของสารประกอบ  $P_2O_5$  ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ

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

นำค่า % โดยน้ำหนักของ CaO และ  $P_2O_5$  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 $P_2O_5$	141.94 กรัม มี P	2		โมล
ถ้า $P_2O_5$	b กรัม มี P	$\frac{2}{142.94} \times b$	= B	โมล
			เพราะฉะนั้น Ca/P = A/B	โมล

### ตัวอย่างการคำนวณ

สำหรับไฮดรอกซีแอปาทิตที่สังเคราะห์ได้ตัวอย่างที่ 1

$$CaO = 35.5\%, P_2O_5 = 60.2\%$$

ถ้า CaO	35.5 กรัม มี Ca	$\frac{1}{56.077} \times 35.5$	= 0.63	โมล
ถ้า $P_2O_5$	60.2 กรัม มี P	$\frac{2}{141.94} \times 60.2$	= 0.85	โมล
			เพราะฉะนั้น Ca/P = 0.63/0.85 = 0.75	โมล

ตารางที่ ก-1 แสดงการคำนวณอัตราส่วนโมล Ca/P ใน HAp

HAp	Ca:P
ครั้งที่ 1	0.75
ครั้งที่ 2	0.70
ครั้งที่ 3	0.69
ครั้งที่ 4	1.19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การคำนวณเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ

ตารางที่ ก-2 แสดงผลจากการชั่งน้ำหนัก HAp เริ่มต้นเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET พบว่า วัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้มีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากทั้งภายในและภายนอกวัสดุประกอบมีพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยา ROP เคลือบอยู่

ตารางที่ ก-2 น้ำหนักของ HAp เริ่มต้นเทียบกับน้ำหนักของก้อนวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เตรียมได้

a) เมื่ออัตราส่วน PEA-co-PET เป็น 30:70 โดยโมล

ตัวอย่างที่	น้ำหนัก HAp (กรัม)	น้ำหนักวัสดุ ประกอบ (กรัม)	น้ำหนักที่ เพิ่มขึ้น (กรัม)	% น้ำหนักที่ เพิ่มขึ้น
1	0.5892	0.6559	0.0667	11.32
2	0.5811	0.6279	0.0468	8.05
3	0.5908	0.6468	0.0560	9.48
4	0.5911	0.6466	0.0555	9.39
5	0.5819	0.6682	0.0863	14.83
6	0.5916	0.6532	0.0616	10.41
7	0.5867	0.8125	0.2258	38.49
เฉลี่ย	0.5875	0.6730	0.0855	14.57

b) เมื่ออัตราส่วน PEA-co-PET เป็น 50:50 โดยโมล

ตัวอย่างที่	น้ำหนัก HAp (กรัม)	น้ำหนักวัสดุ ประกอบ (กรัม)	น้ำหนักที่ เพิ่มขึ้น (กรัม)	% น้ำหนักที่ เพิ่มขึ้น
1	0.5367	0.6745	0.1378	25.68
2	0.5369	0.6923	0.1554	28.94
3	0.5371	0.6931	0.1560	29.04
4	0.5587	0.7057	0.1470	26.31
5	0.5534	0.7373	0.1839	33.23
6	0.5435	0.6486	0.1051	19.34
7	0.5582	0.6684	0.1102	19.74
เฉลี่ย	0.5464	0.6886	0.1422	26.04

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

c) เมื่ออัตราส่วน PEA-co-PET เป็น 70:30 โดยโมล

ตัวอย่างที่	น้ำหนัก HAp (กรัม)	น้ำหนักวัสดุ ประกอบ (กรัม)	น้ำหนักที่ เพิ่มขึ้น (กรัม)	% น้ำหนักที่ เพิ่มขึ้น
1	0.5892	0.6559	0.0667	11.32
2	0.5811	0.6279	0.0468	8.05
3	0.5908	0.6468	0.0560	9.48
4	0.5911	0.6466	0.0555	9.39
5	0.5819	0.6682	0.0863	14.83
6	0.5916	0.6532	0.0616	10.41
7	0.5867	0.8125	0.2258	38.49
เฉลี่ย	0.5875	0.6730	0.0855	14.57

สามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ PEA-co-PET ในวัสดุประกอบได้จาก

$$\% \text{ โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ} = \frac{B - A}{A} \times 100$$

เมื่อ A คือ น้ำหนัก HAp (กรัม)

B คือ น้ำหนักวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET (กรัม)

#### ตัวอย่างการคำนวณ

เมื่ออัตราส่วน PEA-co-PET เป็น 70:30 โดยโมล

$$\text{ตัวอย่างที่ 1 : น้ำหนัก HAp} = 0.6055 \text{ กรัม}$$

$$\text{น้ำหนักของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET} = 0.7951 \text{ กรัม}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ} &= \frac{0.7951 - 0.6055}{0.6055} \times 100 \\ &= 31.31 \% \end{aligned}$$

สำหรับค่าอื่นๆ ในตารางที่ ก-1 สามารถคำนวณ%โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบได้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การคำนวณค่าความแข็งแรงกดและค่ามอดุลัสของชิ้นงาน HAp และวัสดุเชิงประกอบ HAp/PEA-co-PET

ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength)

$$= \frac{F_{\max}}{A} \quad (\text{N/mm}^2 \text{ or MPa})$$

ค่ามอดุลัส (Compressive modulus)

$$= \frac{[(F_2 - F_1)/A]}{[(S_2 - S_1)/L_0]} \quad (\text{N/mm}^2 \text{ or MPa})$$

โดย

- A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน ( $\text{mm}^2$ )  
 $L_0$  คือ ความสูงของชิ้นงานก่อนการทดสอบ (mm)  
 $S_1$  คือ การเปลี่ยนแปลงความสูงของชิ้นงาน (mm) ที่ถูกแรง  $F_1$  กดทับ (N)  
 $S_2$  คือ การเปลี่ยนแปลงความสูงของชิ้นงาน (mm) ที่ถูกแรง  $F_2$  กดทับ (N)

### ตัวอย่างการคำนวณ

ชิ้นงาน HAp ตัวอย่างที่ 1

$F_{\max}$	=	334.5	N	Area (A)	=	58.52	$\text{mm}^2$
Height ( $L_0$ )	=	7.2	mm	$F_1$	=	115	N
$F_2$	=	325	N	$S_1$	=	1.0	mm
$S_2$	=	1.5	mm				

$$\text{Compressive strength} = \frac{334.5}{58.52} \text{ N/mm}^2 \text{ (MPa)}$$

$$= 5.72 \text{ N/mm}^2 \text{ (MPa)}$$

$$\text{Compressive modulus} = \frac{[(325 - 115)/58.52]}{[(1.5 - 1.0)/7.2]} \text{ (N/mm}^2 \text{ or MPa)}$$

$$= 51.67 \text{ N/mm}^2 \text{ (MPa)}$$

สำหรับค่าอื่นๆ สามารถคำนวณได้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

HAp เป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลต่ำ เปราะและแตกง่าย โดยค่าความแข็งแรงกดของชิ้นงาน HAp ที่ขึ้นรูปดังแสดงในตารางที่ ก-3 และค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ดังแสดงในตารางที่ ก-4

ตารางที่ ก-3 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของก้อน HAp บริสุทธิ์

ก้อนที่	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	maximum load (N)	ค่าความแข็งแรงกด (N/mm <sup>2</sup> )	modulus (N/mm <sup>2</sup> )	กว้าง×ยาว
1	1.61	334.5	5.72	51.67	7.7×7.6
2	1.34	345.0	5.75	40.28	7.8×7.7
3	1.32	277.4	5.14	47.44	7.6×7.1
4	1.50	293.0	5.15	69.25	7.8×7.3
5	1.50	352.6	5.87	92.16	7.8×7.7
average	1.45	320.5	5.52	60.16	-
SD	0.12	33.3	0.35	20.83	-

ตารางที่ ก-4 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของก้อนวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET

a) เมื่ออัตราส่วน PEA-co-PET เป็น 30:70 โดยโมล

ก้อนที่	$\rho$ ก่อน (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho$ หลัง (g/cm <sup>3</sup> )	% Add	maximum load (N)	ค่าความแข็งแรงกด (N/mm <sup>2</sup> )	modulus (N/mm <sup>2</sup> )	กว้าง×ยาว
1	1.47	1.53	3.94	359.8	6.40	83.54	7.7×7.3
2	1.45	1.55	6.45	292.0	5.27	84.70	7.7×7.2
3	1.48	1.58	7.16	248.1	4.47	97.49	7.5×7.4
4	1.49	1.57	5.46	307.9	5.55	34.18	7.7×7.2
5	1.45	1.56	7.06	486.3	8.77	60.88	7.7×7.2
6	1.48	1.51	1.08	276.1	4.48	79.67	7.9×7.8
7	1.53	1.51	3.10	408.8	7.37	86.58	7.7×7.2
average	1.48	1.54	4.89	339.9	6.05	75.29	-
SD	0.02	0.03	2.28	84.1	1.59	21.19	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## b) เมื่ออัตราส่วน PEA-co-PET เป็น 50:50 โดยโมล

ก๊อนที่	$\rho$ ก่อน (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho$ หลัง (g/cm <sup>3</sup> )	% Add	maximum load (N)	ค่าความ แข็งแรงกด (N/mm <sup>2</sup> )	modulus (N/mm <sup>2</sup> )	กว้าง× ยาว
1	1.34	1.66	23.93	451.3	8.59	87.38	7.4×7.1
2	1.34	1.70	26.34	292.4	5.49	49.65	7.3×7.3
3	1.40	1.70	22.02	369.9	6.44	61.29	8.2×7.0
4	1.38	1.80	30.10	454.8	8.65	69.85	7.7×6.8
5	1.36	1.60	17.59	417.5	7.33	67.65	7.8×7.3
6	1.40	1.62	15.85	318.9	5.53	96.09	7.9×7.3
average	1.37	1.68	22.64	384.1	7.00	71.99	-
SD	0.03	0.07	5.35	68.5	1.42	17.06	-

## c) เมื่ออัตราส่วน PEA-co-PET เป็น 70:30 โดยโมล

ก๊อนที่	$\rho$ ก่อน (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho$ หลัง (g/cm <sup>3</sup> )	% Add	maximum load (N)	ค่าความแข็งแรง กด (N/mm <sup>2</sup> )	modulus (N/mm <sup>2</sup> )	กว้าง× ยาว
1	1.51	1.94	28.34	306.7	5.39	92.15	7.9×7.2
2	1.51	1.94	28.75	335.7	5.59	69.71	7.8×7.7
3	1.52	1.95	27.93	334.3	5.50	52.88	7.9×7.7
4	1.53	1.97	28.82	343.3	5.87	79.30	7.8×7.5
5	1.53	1.99	29.56	447.2	7.65	77.06	7.9×7.4
6	1.51	1.91	25.95	415.1	7.79	50.67	7.4×7.2
7	1.50	1.74	15.70	501.7	8.58	223.12	7.8×7.5
average	1.52	1.92	26.44	383.4	6.62	92.13	-
SD	0.01	0.08	4.87	72.2	1.33	59.60	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก-5 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของ HAp เปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ

สาร	ค่าความแข็งแรงกด (N/mm <sup>2</sup> )	มอดุลัส (N/mm <sup>2</sup> )
HAp	5.52 ±0.35	60.16 ±20.83
Composite HAp/PEA-co-PET(30:70)	6.05 ±1.59	75.29 ±21.19
Composite HAp/PEA-co-PET(50:50)	6.79 ±1.42	71.99 ±17.06
Composite HAp/PEA-co-PET(70:30)	6.62 ±1.33	92.13 ±59.60

การคำนวณหาอัตราส่วนที่แท้จริงของ PEA:PET (จากกราฟ NMR ภาคผนวก ง)

### ตัวอย่างการคำนวณ

#### การคำนวณ PEA:PET

Integration ของ PEA ที่ 2.4 เป็น A

Integration ของ PEA ที่ 8.1 เป็น B

Integration ของ PEA + PET มีค่า A+B คิดเป็น 100

Integration ของ PEA มีค่า A คิดเป็น  $\frac{A}{A+B} \times 100$

Integration ของ PET มีค่า B คิดเป็น  $\frac{B}{A+B} \times 100$

#### PEA:PET ในอัตราส่วน 50:50 (รูปที่ ง-4)

Integration ของ PEA ที่ 2.4 เป็น 0.940

Integration ของ PET ที่ 8.1 เป็น 0.836

#### อัตราส่วนของ PEA

Integration ของ PEA มีค่า 0.940 คิดเป็น  $\frac{0.940}{0.940+0.836} \times 100 = 52.93$

#### อัตราส่วนของ PET

Integration ของ PET มีค่า 0.836 คิดเป็น  $\frac{0.836}{0.940+0.836} \times 100 = 47.07$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PEA:PET ในอัตราส่วน 70:30 (รูปที่ ง-5)

Integration ของ PEA ที่ 2.4 เป็น 2.154

Integration ของ PET ที่ 8.1 เป็น 0.876

อัตราส่วนของ PEA

Integration ของ PEA มีค่า 2.154 คิดเป็น  $\frac{2.154}{2.154+0.876} \times 100 = 71.09$

อัตราส่วนของ PET

Integration ของ PET มีค่า 0.876 คิดเป็น  $\frac{0.876}{2.154+0.876} \times 100 = 28.91$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีแอพาไทต์  
จากฐานข้อมูล PDF  
(Powder Diffraction Files)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 74-565

Radiation = 1.540600

Quality : Calculated

Ca <sub>10</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> (OH) <sub>2</sub>		2θ	I	h	k	l	2θ	I	h	k	l
Hydroxylapatite / Calcium Hydroxide Phosphate		10.832	17	1	0	0	69.673	2	5	1	2
		18.842	5	1	0	1	70.075	<1	4	3	0
		18.817	2	1	1	0	70.517	<1	8	0	1
		21.762	6	2	0	0	70.789	<1	5	0	3
		22.858	6	1	1	1	71.362	<1	1	1	5
		25.357	2	2	0	1	71.595	4	4	3	1
		25.883	35	0	0	2	72.232	3	5	2	0
		28.131	9	1	0	2	72.436	2	2	0	5
		28.921	16	2	1	0	72.947	<1	3	3	3
		31.766	100	2	1	1	73.735	2	5	2	1
		32.196	52	1	1	2	74.012	4	2	4	3
		32.897	61	3	0	0	74.916	1	2	3	4
		34.053	21	2	0	2	75.031	1	6	0	2
		35.456	4	3	0	1	75.622	5	2	1	5
		38.168	<1	2	2	0	76.085	2	3	4	2
		39.197	5	2	1	2	76.473	2	6	1	0
		39.791	20	1	3	0	77.021	5	1	4	4
		40.436	2	2	2	1	77.174	5	5	1	3
		40.845	<1	1	0	3	77.720	<1	3	0	5
		41.986	6	1	3	1	77.947	1	1	6	1
		42.325	1	3	0	2	78.179	6	2	5	2
		43.676	5	1	1	3	80.838	<1	2	2	5
		44.352	1	4	0	0	81.180	1	5	0	4
		45.330	3	2	0	3	81.673	2	4	4	0
		45.381	1	4	0	1	81.670	1	1	3	5
		46.694	26	2	2	2	82.323	1	1	8	2
		48.081	12	1	3	2	82.323	1	6	0	3
		48.566	4	2	3	0	82.703	1	7	0	0
		49.490	31	2	1	3	83.123	1	4	4	1
		50.475	16	3	2	1	83.240	1	3	3	4
		51.256	12	1	4	0	83.391	4	4	3	3
		52.075	12	4	0	2	84.268	3	2	4	4
		52.075	12	3	0	3	84.423	2	0	0	6
		53.220	14	0	0	4	84.953	<1	4	0	5
		54.484	1	1	0	4	85.443	2	5	2	3
		55.863	6	3	2	2	85.443	2	1	0	8
		56.318	<1	5	0	0	85.782	1	2	6	0
		57.134	4	3	1	3	87.338	2	5	1	4
		58.027	2	5	0	1	87.494	4	4	4	2
		58.164	1	2	0	4	87.494	4	1	1	5
		58.295	1	4	1	2	88.021	3	2	3	5
		58.737	1	3	3	0	88.471	6	3	5	2
		59.925	4	2	4	0	89.530	<1	1	6	3
		60.404	3	3	3	1					
		61.571	3	2	4	1					
		61.704	5	1	2	4					
		62.982	6	5	0	2					
		63.404	2	5	1	0					
		63.958	8	3	0	4					
		64.165	9	3	2	3					
		65.000	7	5	1	1					
		66.412	2	1	4	3					
		67.359	<1	2	2	4					
		68.461	<1	3	1	4					
		68.985	<1	6	0	0					
		69.193	<1	1	0	5					

ICSD COLLECTION CODE : 026204	Mol. weight = 1004.64
TEMPERATURE FACTOR : ATF	Volume [CO] = 529.09
SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Holy Springs, GA, USA	Ox = 3.153
ADDITIONAL PATTERN : See PDF 9-432	

Z = 1      hcor = 1.06

\*Calculated from ICSD using POWD-12++. (1997) primary reference :

\*Acta Crystallog., Sec. B, volume 25, page 1534, (1969) :

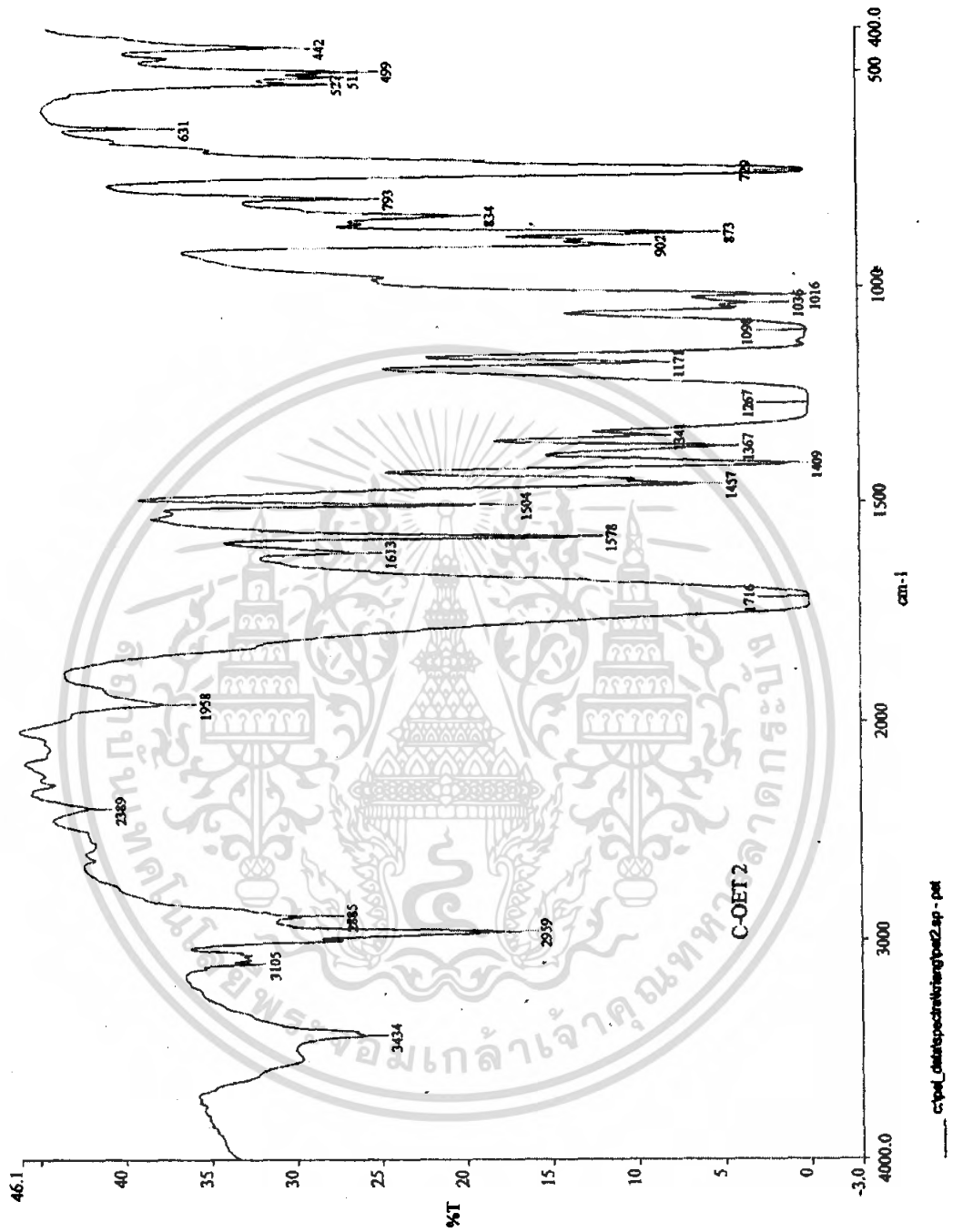
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ค.

ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

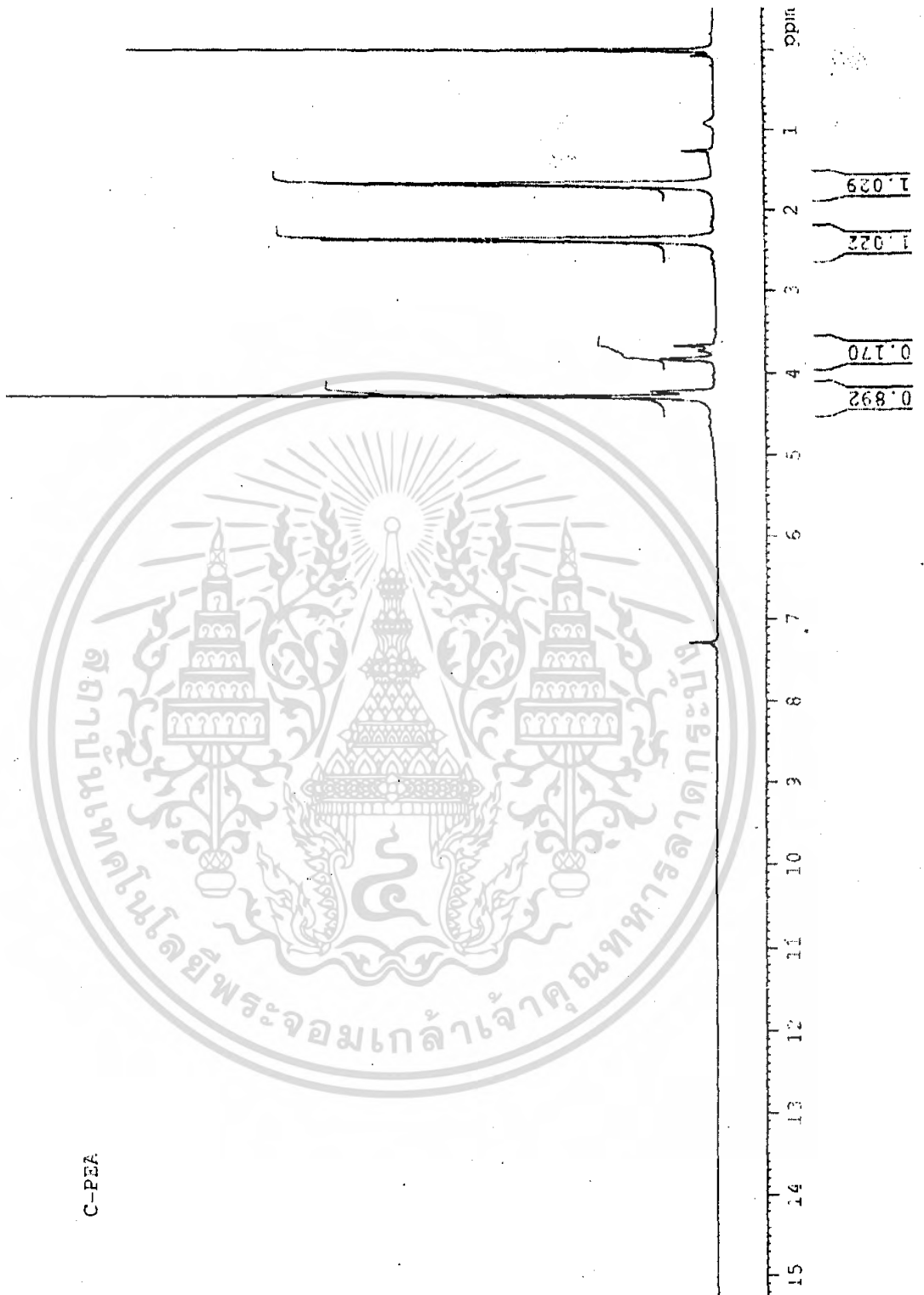


รูปที่ ค-1 พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอร์พลาเอสเทอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

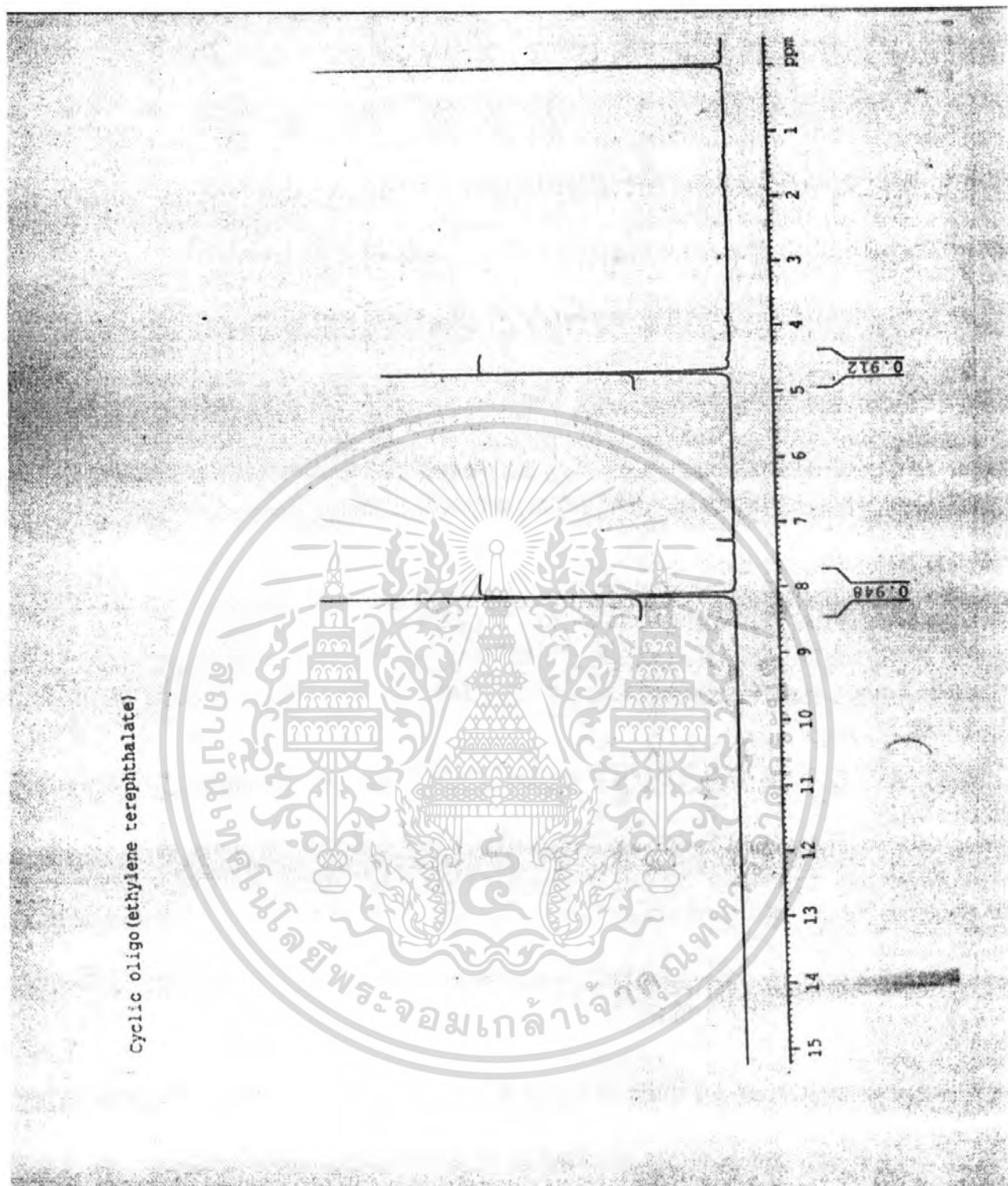


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



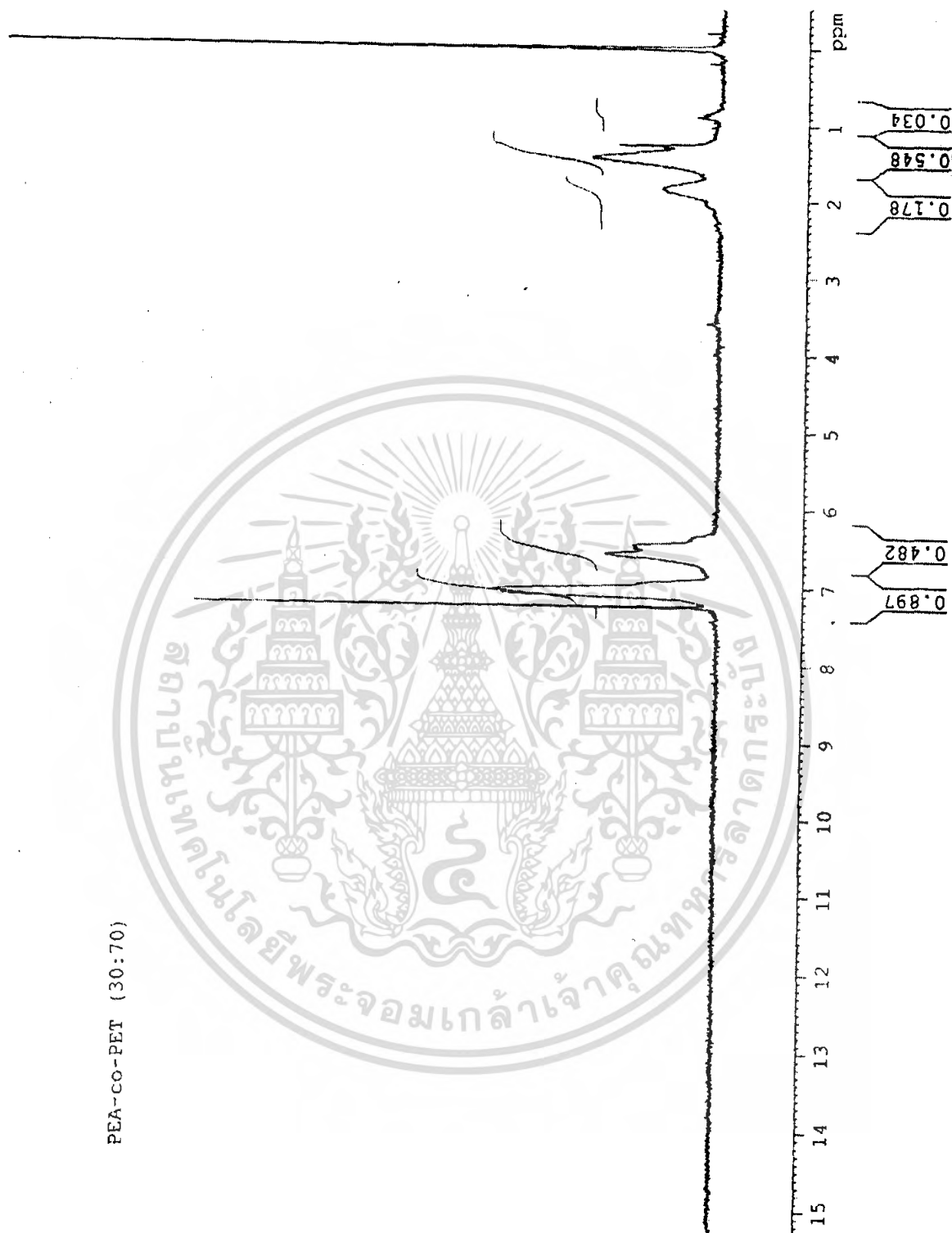
รูปที่ ง-1  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตร้าของสารประกอบวงเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



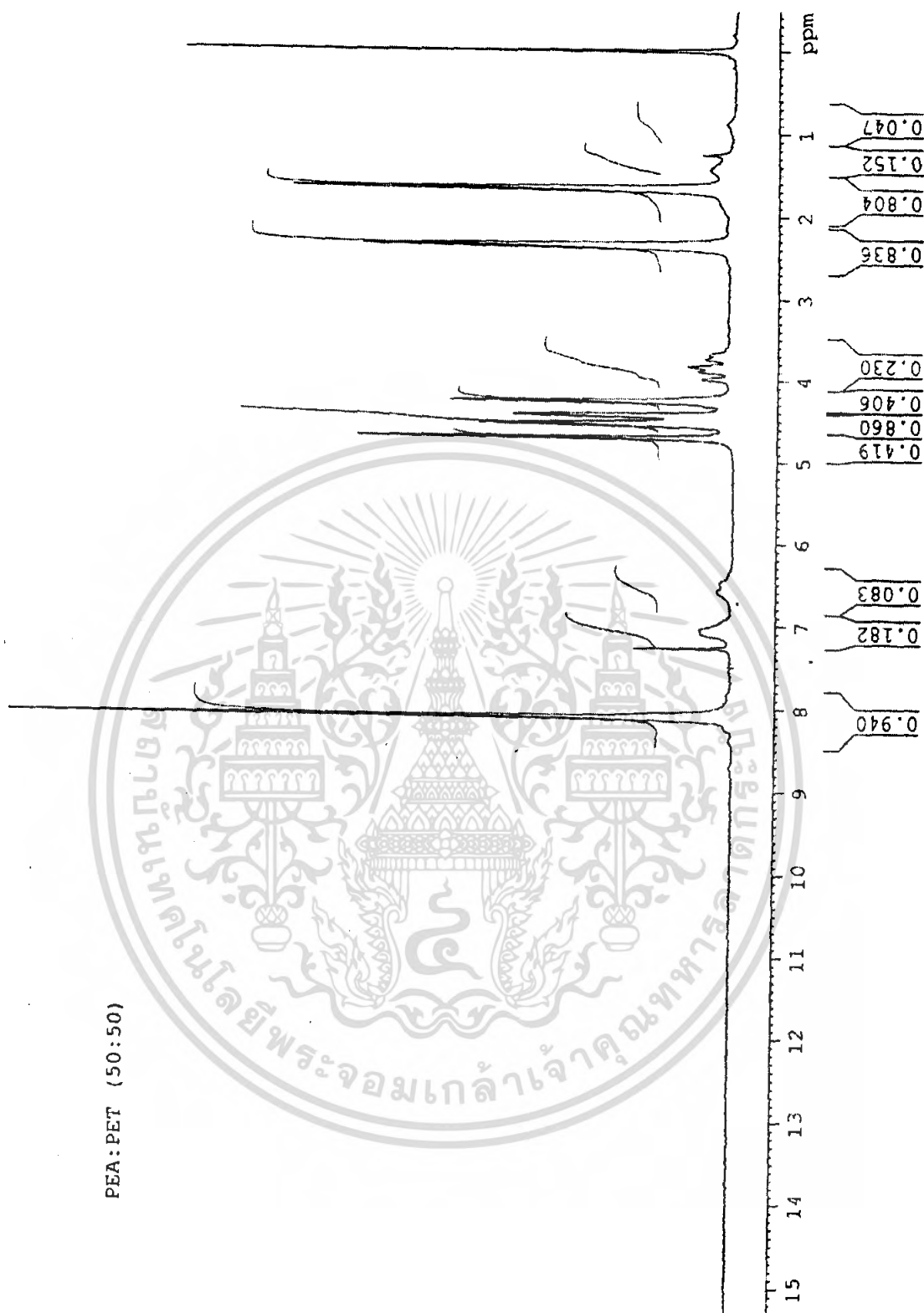
รูปที่ ง-2  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตร้าของสารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต, C-OET ที่สังเคราะห์  
ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



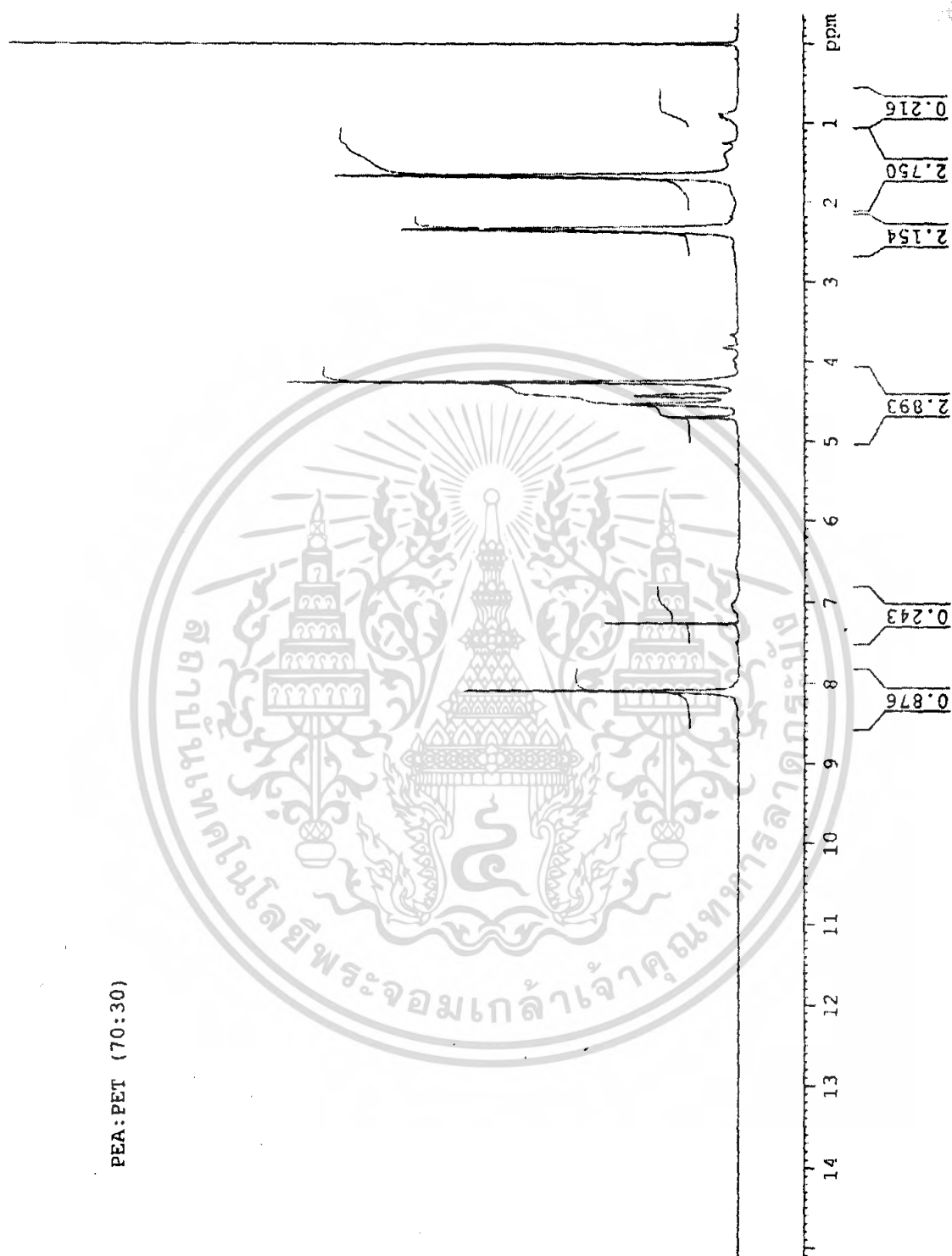
รูปที่ ง-3  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต (PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 30:70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง-4  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเฟทาเลต (PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง-5  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตราของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรฟทาเลต (PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 70:30

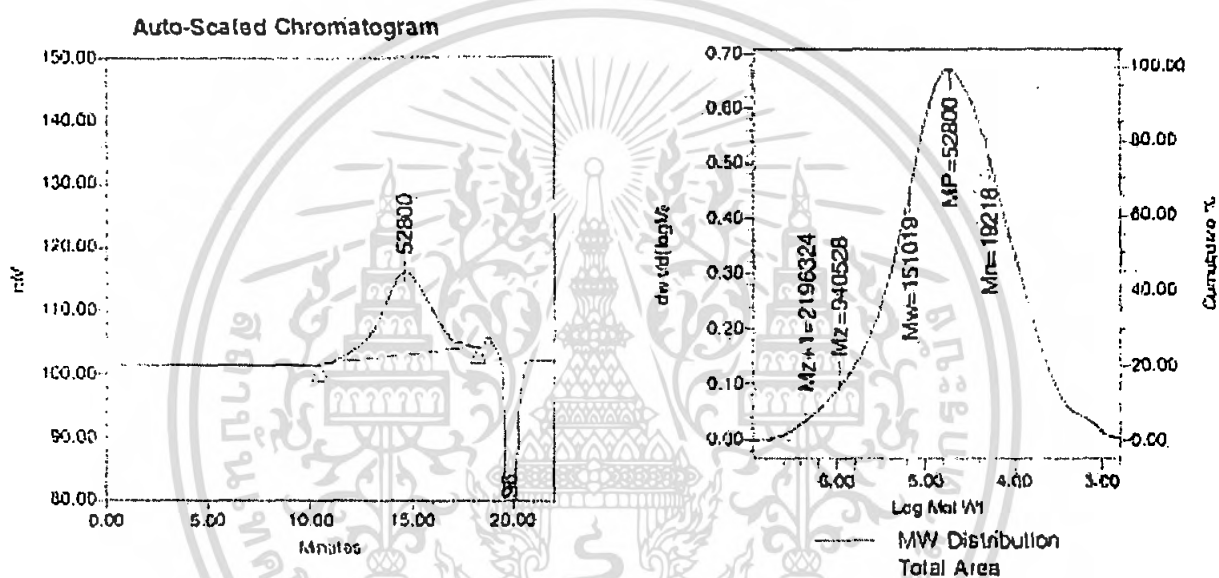
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### Sample Information

SampleName	PEA/PET 30:70	Sample Type	Broad Unknown
Vial	1	Date Acquired	2/18/08 9:34:48 AM
Injection	1	Acq Method Set	Y2008_MethR_THF_30C_4
Injection Volume	100.00 ul	Processing Method	Y2008_ProcR_THF_30C_4
Channel	SATIN	Date Processed	2/18/08 10:53:22 AM
Run Time	22.0 Minutes		



**Peak Results**

	Name	Mn	Mw	MP	Mz	Mz+1	Polydispersity
1	Peak1	19218	151019	52800	940528	2196324	7.659050
2	Reference			98			

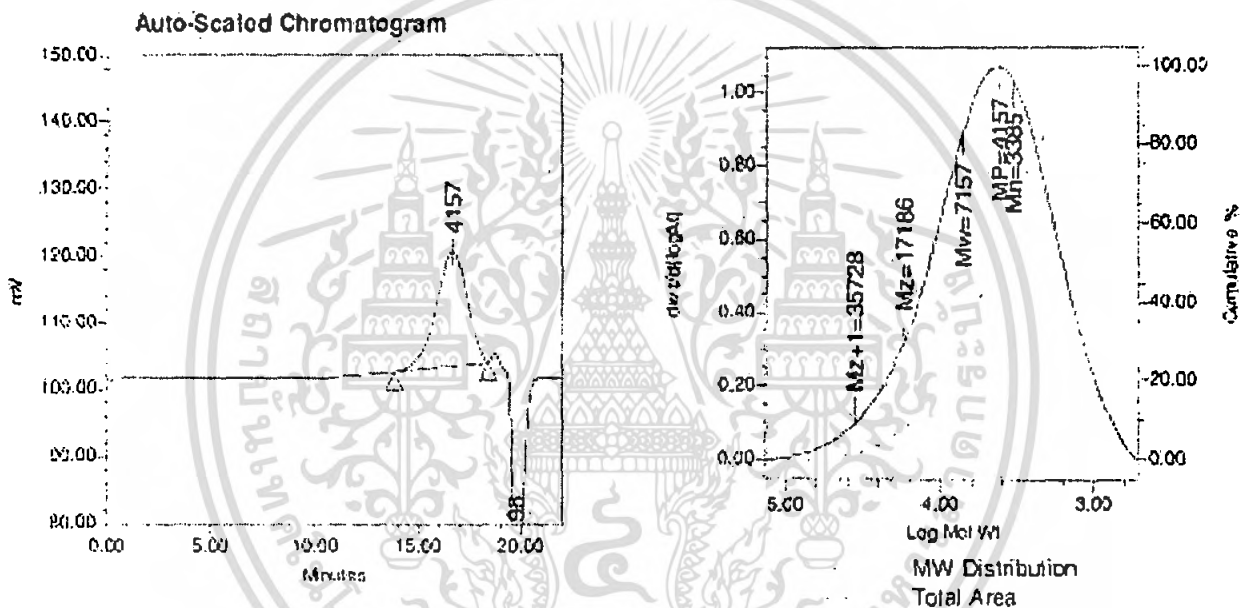
รูปที่ ๑-1 โครมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต (PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 30:70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### Sample Information

SampleName    PEA/PET 50:50  
 Vial            2  
 Injection       1  
 Injection Volume    100.00  $\mu$   
 Channel        SATIN  
 Run Time       22.0 Minutes

Sample Type    Bread Unknown  
 Date Acquired   2/18/08 10:00:32 AM  
 Acq Method Set   Y2008\_MothR\_THF\_30C\_4  
 Processing Method Y2008\_ProcR\_THF\_30C\_4  
 Date Processed   2/18/08 10:25:27 AM



**Peak Results**

Sl. No.	Name	Mn	Mv	MP	Mz	Mz+1	Polydispersity
1	Peak1	3385	7157	4157	17186	35728	2.114543
2	Reference			36			

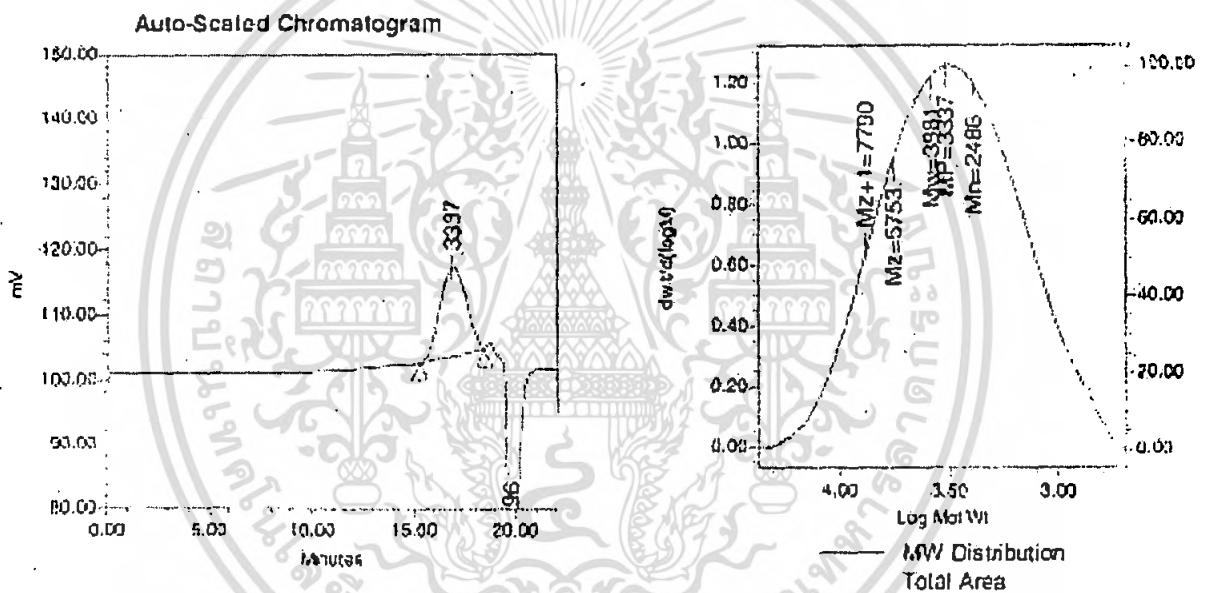
รูปที่ ๑-2 โคโรมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต

(PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### Sample Information

SampleName	PEA/PET 70:30	Sample Type	Broad Unknown
Vial	3	Date Acquired	2/18/08 10:28:14 AM
Injection	1	Acq Method Set	Y2008_MethR_THF_30C
Injection Volume	100.00 $\mu$	Processing Method	Y2008_ProcR_THF_30C
Channel	SATIN	Date Processed	2/18/08 10:51:57 AM
Run Time	22.0 Minutes		



**Peak Results**

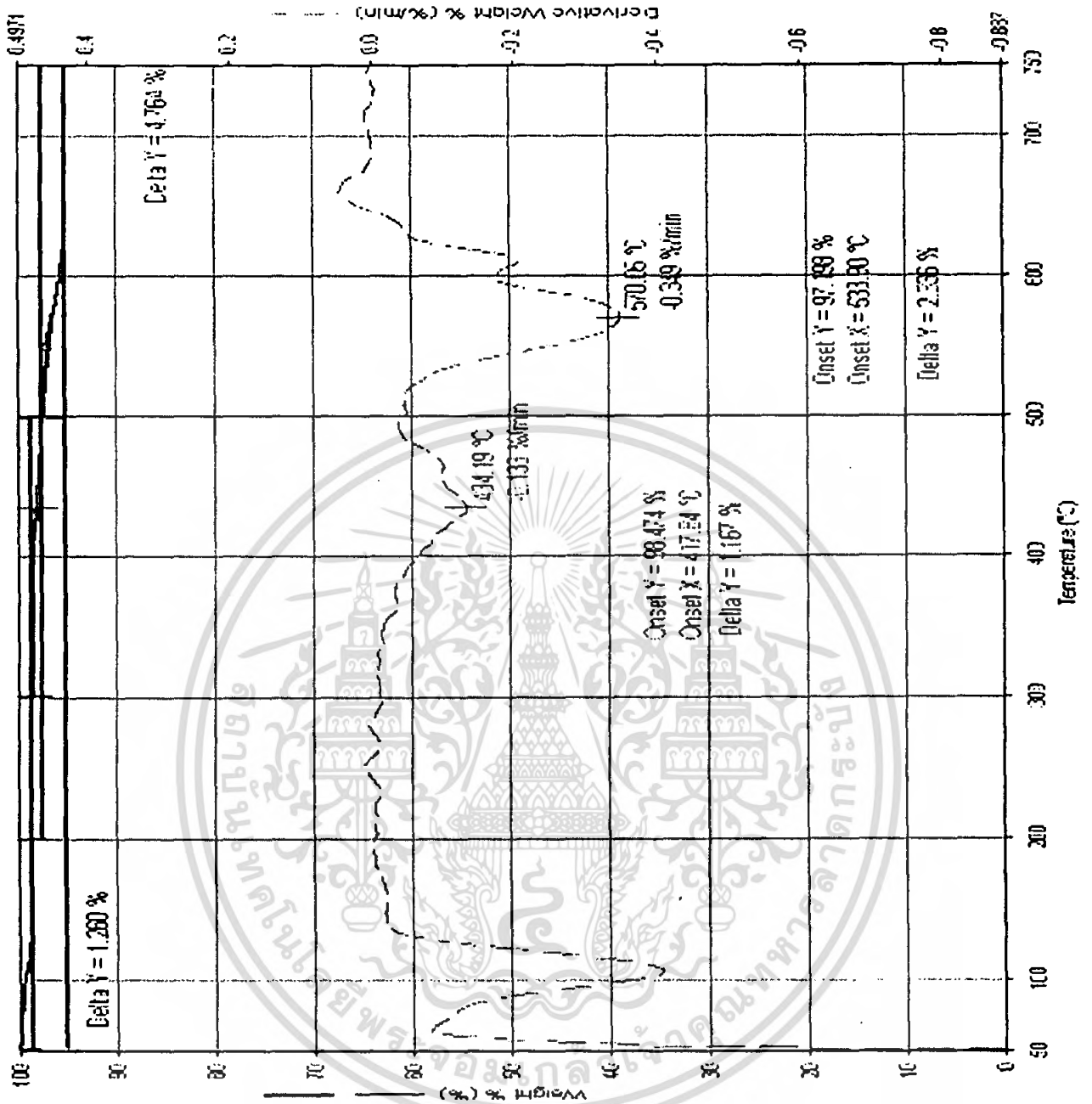
#	Name	Mn	Mw	M.P	Iz	Mz+1	Polydispersity
1	Peak1	2486	3621	3337	5753	7790	1.561407
2	Reference			96			

รูปที่ ๑-3 โครมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต (PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 70:30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

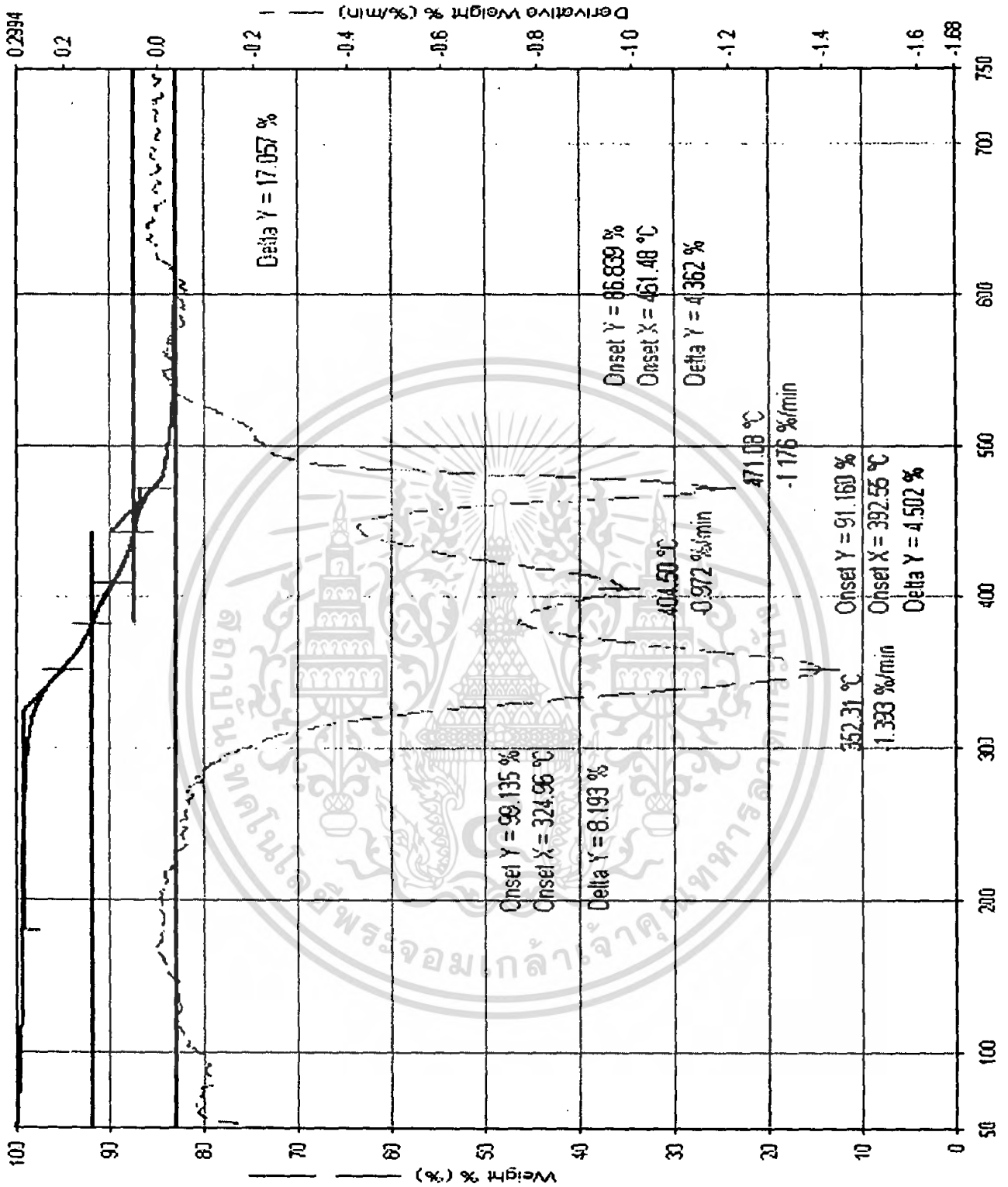


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



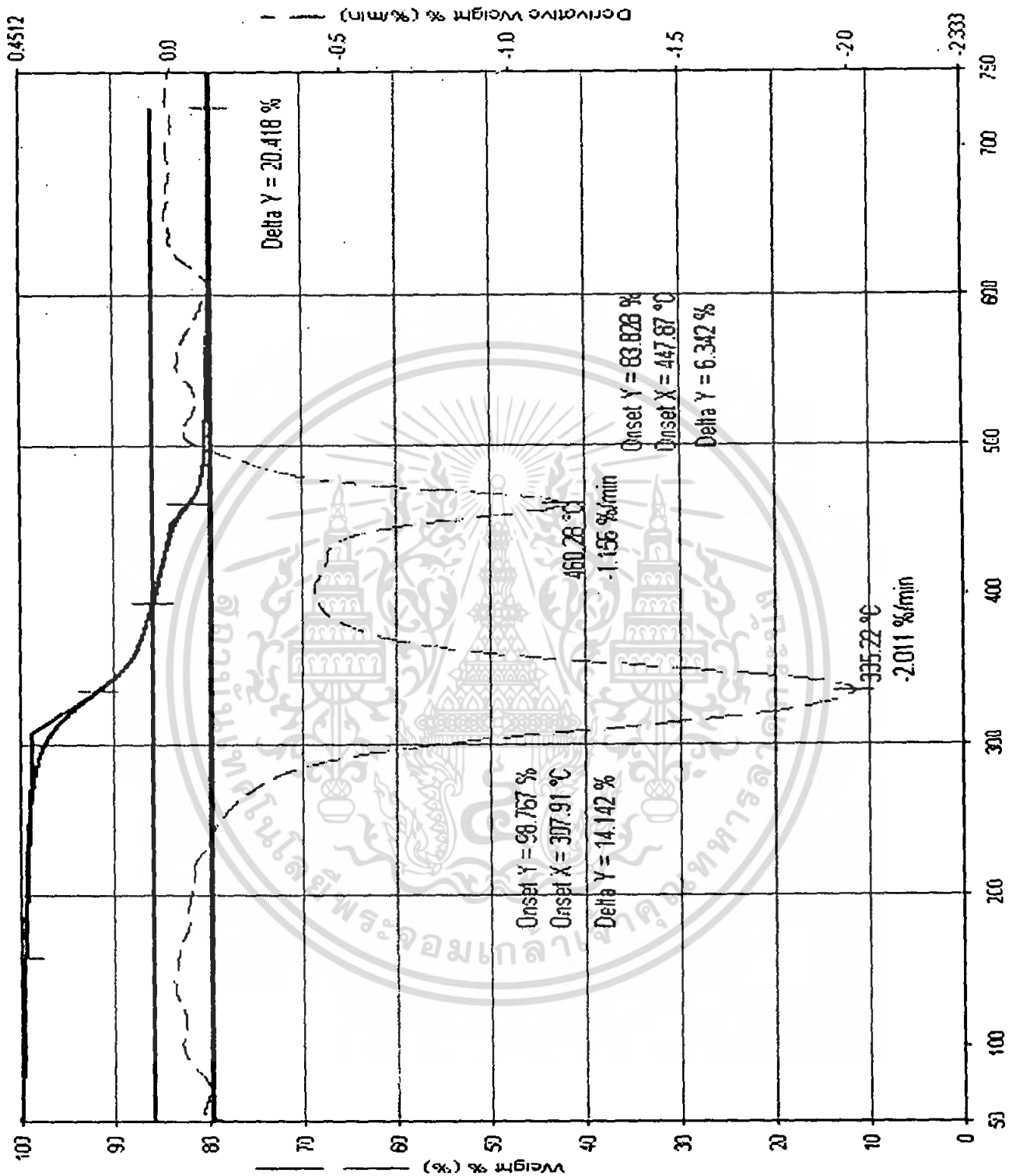
รูปที่ ๑-1 TGA ของพอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนทาเรฟทาเลต (PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 30:70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๑-2 TGA ของพอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนทาเรฟทาเลต (PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

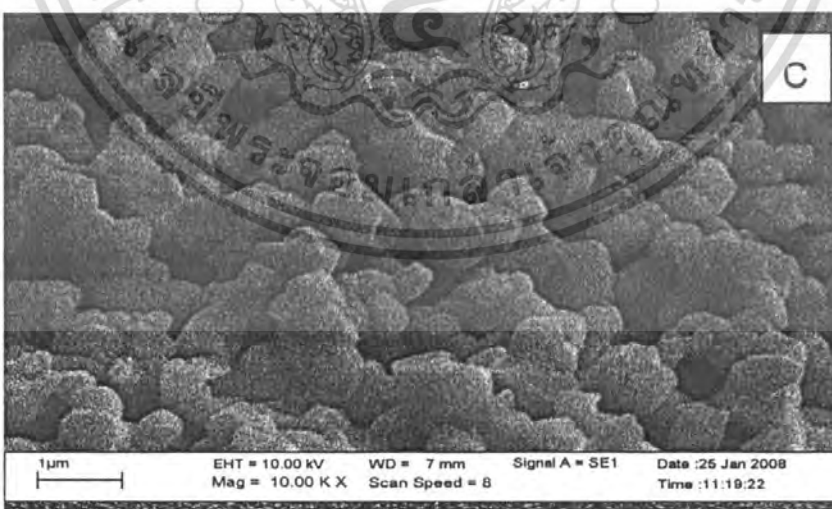
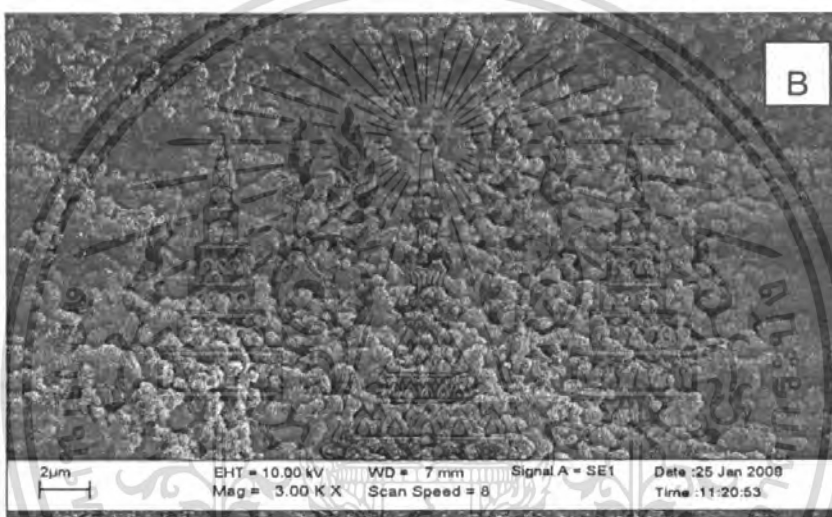
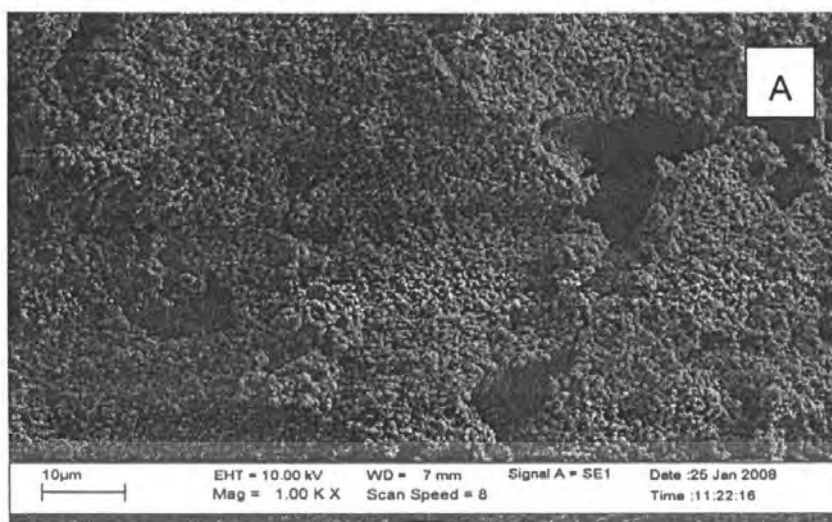


รูปที่ ๓-3 TGA ของพอลิเมอร์ระหว่างพอลิเอทีลีนอะดิเปตกับพอลิเอทีลีนทาเรฟทาเลต (PEA-co-PET) ในอัตราส่วน 70:30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

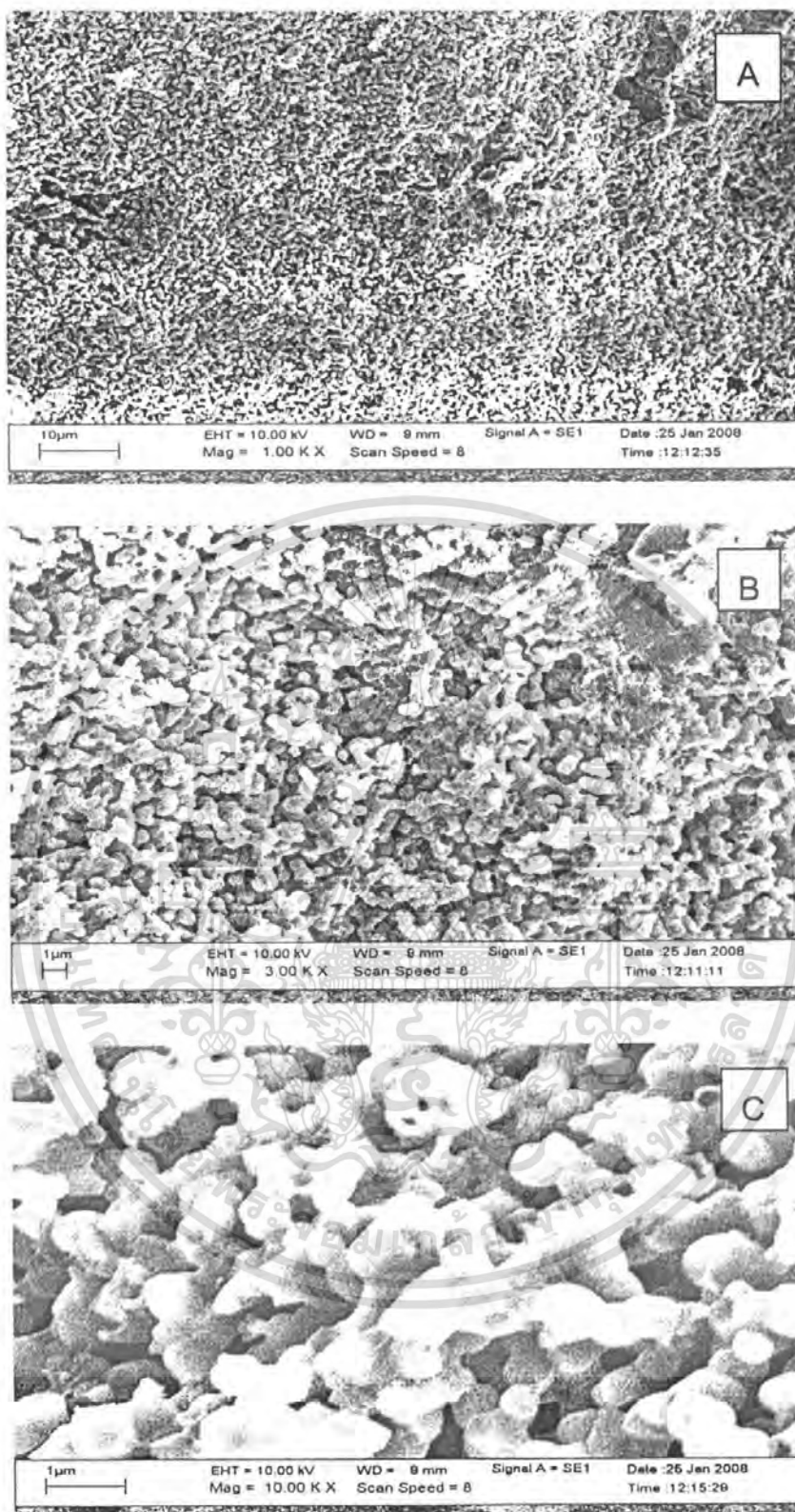


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข-1 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของ HAp ของ A) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 1000 เท่า, B) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 3000 เท่า C) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 10000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๒-๒ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ในอัตราส่วน C-PEA/PET = 30:70 โดย A) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 1000 เท่า B) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 3000 เท่า C) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 10000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้