

การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ร่วม
ระหว่างพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรฟทาเลต

PREPARATION OF COMPOSITE FROM HYDROXYAPATITE AND
POLY(ETHYLENE ADIPATE)-co-(ETHYLENE TEREPHTHALATE)

สุภาณี ชนawang
SUPANEE CHANAWONG

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีพอลิเมอร์

บัณฑิตวิทยาลัย

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2547

ISBN 974-15-1259-7

การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ร่วม
ระหว่างพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

PREPARATION OF COMPOSITE FROM HYDROXYAPATITE AND
POLY(ETHYLENE ADIPATE)-co-(ETHYLENE TEREPHTHALATE)

สุภาณี ชนะวงศ์
SUPANEE CHANAWONG

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีพอลิเมอร์
บัณฑิตวิทยาลัย
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ.2547

ISBN 974-15-1259-7

PREPARATION OF COMPOSITE FROM HYDROXYAPATITE AND
POLY(ETHYLENE ADIPATE)-co-(ETHYLENE TEREPHTHALATE)

SUPANEE CHANAWONG

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE IN TECHNOLOGY POLYMER
SCHOOL OF GRADUATE STUDIES
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2004

ISBN 974-15-1259-7

COPYRIGHT 2004

SCHOOL OF GRADUATE STUDIES

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาไทต์กับ พอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีน- เทอเรพทาเลต	
นักศึกษา	นางสาวสุภาณี ชนะวงศ์	
รหัสประจำตัว	44065617	
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	
สาขาวิชา	เทคโนโลยีพอลิเมอร์	
พ.ศ.	2547	
อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร.ปยุตตมา	ศิริพันธ์โนน
อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ร่วม	ผศ.ดร.ภัทรารุช	มนต์วิเศษ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาไทต์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตเพื่อใช้เป็นวัสดุชีวภาพ เริ่มจากการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมระหว่างแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับกรดฟอสฟอริก แล้วนำไปขึ้นรูปชิ้นงานที่มีรูพรุน จากนั้นสังเคราะห์สารประกอบวงร่วมโอลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลตด้วยปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวง ต่อมาเตรียมวัสดุประกอบโดยการแช่ชิ้นงานไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ในสารประกอบวงร่วม แล้วนำไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงที่สภาวะต่างๆ พบว่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (\bar{M}_w) ของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต ในวัสดุประกอบมีค่าอยู่ในช่วง 2,188-4,547 และมีการกระจายน้ำหนักโมเลกุล (MWD) อยู่ในช่วง 1.7-2.6 จากการคำนวณผลต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการเตรียมวัสดุประกอบและผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA พบว่า อัตราส่วนระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ต่อพอลิเมอร์ร่วมในวัสดุประกอบโดยน้ำหนักมีค่าประมาณ 4:1 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของวัสดุประกอบเท่ากับ 28.6 MPa ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นจากชิ้นงานไฮดรอกซีแอปาทาไทต์บริสุทธิ์ประมาณ 3 เท่า ขั้นตอนสุดท้ายนำวัสดุประกอบไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ โดยการแช่ในสารละลายจำลองคล้ายของเหลวในร่างกาย (SBF) ภายใต้สภาวะที่มีการควบคุมอัตราการไหลของสารละลายที่ 130 มิลลิลิตรต่อวัน พบว่า วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการก่อตัวของผลึก HAp จากสารละลาย SBF บนพื้นผิววัสดุประกอบซึ่งแสดงถึงสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบที่เตรียมได้

Thesis Title	Preparation of Composite from Hydroxyapatite and Poly(ethylene adipate)-co-(ethylene terephthalate)
Student	Miss Supanee Chanawong
Student ID.	44065617
Degree	Master of Science
Programme	Polymer Technology
Year	2004
Thesis Advisor	Asst.Prof.Dr.Punnama Siriphannon
Thesis Co-advisor	Asst.Prof.Dr. Pathavuth Monvisade

ABSTRACT

This thesis was studied the preparation of hydroxyapatite poly (ethylene adipate)-co-poly(ethylene terephthalate) composites (HAp/PEA-co-PET) for biomaterial applications. Hydroxyapatite powder (HAp) was synthesized by co-precipitation method of calcium hydroxide and phosphoric acid and then shaped to the porous blocks. Cyclic oligo(ethylene adipate)-co-oligo(ethylene terephthalate) (C-PEA/PET) was synthesized by cyclodepolymerization technique. HAp/PEA-co-PET composites were prepared by soaking the porous HAp blocks in the C-PEA/PET solution, and then *in-situ* ring-opening polymerization (ROP) of C-PEA/PET within the porous HAp blocks at various reaction times. The weight-average molecular weight (\overline{M}_w) of PEA-co-PET was in the range of 2,188-4,547 and the molecular weight distribution (MWD) was in the range of 1.7-2.6. The results from the weight difference between pre-composites and composites and thermogravimetric analysis (TGA) indicated an approximate HAp:PEA-co-PET ratio of 4:1 by weight. The compressive strength of the composite was 28.6 MPa, which was three times higher than that of the porous HAp block. Bioactivity of HAp/PEA-co-PET composites was studied by soaking the composites in simulated body fluid (SBF) with the rate of flowing at 130 ml/day. It was found that the HAp/PEA-co-PET composites induced the formation of HAp crystals from the SBF solution on the composite surface. This indicated the bioactive of the as-prepared HAp/PEA-co-PET composites.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือ ความร่วมมือ ตลอดจนคำแนะนำ และคำปรึกษาต่างๆ ที่เป็นประโยชน์ต่อผู้วิจัยจากบุคคลและองค์กรต่างๆ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ปยุตธมา ศิริพันธ์โนน และ ผศ.ดร.ภัทราวุธ มนต์วิเศษ ที่กรุณาให้ความรู้ อบรมเอาใจใส่ ให้คำปรึกษาและกรุณาตรวจทาน แก่ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.ทวีชัย อมรศักดิ์ชัย ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย และ ผศ.ดร.สุภารัตน์ รักชลธิ์ อาจารย์คณะกรรมกรที่ช่วยกรุณาตรวจทานและแก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.พัชนี เจริญยิ่ง ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิค NMR

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่าน เจ้าหน้าที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) ที่เอื้อเพื่อความสะดวกในเรื่องอุปกรณ์ สารเคมี และอนุเคราะห์การใช้เครื่องมือ

ขอขอบพระคุณบิดา-มารดา เพื่อนและน้องๆ ที่แสนดี ที่คอยให้ความช่วยเหลือ คำแนะนำ และกำลังใจ

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลืออีกมากมายให้การดำเนินงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วง ซึ่งมีได้กล่าวถึง ณ ที่นี้

คุณค่าและประโยชน์อันพึงมีจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

สุภาณี ชนะวงศ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VIII
สารบัญรูป.....	X
คำอธิบายสัญลักษณ์และอักษรย่อ.....	XV
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
2.2 ไฮดรอกซีแอปาไทต์	5
2.2.1 โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	6
2.2.2 สมบัติโดยทั่วไปของไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	7
2.2.3 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	8
2.2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	10
2.2.5 การประยุกต์ใช้งานของไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	12
2.2.6 สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ.....	13
2.3 พอลิเอสเทอร์	14
2.3.1 อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์.....	16
2.3.2 อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์.....	16
2.4 การดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง	17

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.4.1 วิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูง.....	18
2.4.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์สารประกอบวงด้วย เทคนิคการดีพอลิเมอร์แบบปิดวง.....	19
2.5 ปฏิกริยาพอลิเมอร์โซลันแบบเปิดวง	21
2.6 วัสดุประกอบ	28
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	29
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	36
3.1 สารเคมี.....	36
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	37
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน.....	40
3.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต.....	40
3.3.2 การขึ้นรูปไฮดรอกซีแอปาทิต.....	42
3.3.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต.....	44
3.3.4 การดีพอลิเมอร์แบบปิดวง	46
3.3.4.1 สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต.....	46
3.3.4.2 สารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต.....	47
3.3.4.3 สารประกอบวงร่วมโพลิเอทิลีนอะดิเปตกับ โพลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต.....	48
3.3.5 การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับ พอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต.....	49
3.3.6 การทดสอบสมบัติการรับแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET	51
3.3.7 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบใน ระบบจำลองของร่างกาย.....	51
3.3.7.1 การเตรียมสารละลายที่มีองค์ประกอบความเข้มข้นของ ไฮดรอกซีแอปาทิตและค่าความเป็นกรด-เบสใกล้เคียงกับ ของเหลวในร่างกายมนุษย์.....	51

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

3.3.7.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ในระบบที่มีการไหลผ่าน (Flowing system).....	52
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผล.....	53
4.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทาइटและการขึ้นรูป.....	53
4.2 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดีเปต.....	57
4.3 การตีพอลิเมอร์แบบปิดวง.....	58
4.3.1 สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนอะดีเปต.....	58
4.3.2 สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต.....	60
4.3.3 สารประกอบวงร่วมโพลิโกลิเอทิลีนอะดีเปตกับ โพลิโกลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต.....	62
4.4 วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาइटกับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดีเปต และพอลิโกลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต.....	65
4.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์.....	65
4.4.2 ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET	67
4.4.3 การคำนวณเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ.....	69
4.5 การทดสอบสมบัติการรับแรงกด	71
4.6 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพ.....	73
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	78
5.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทาइटและการขึ้นรูป.....	78
5.2 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดีเปต.....	78
5.3 การสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนอะดีเปต สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต และสารประกอบวงร่วม โพลิโกลิเอทิลีนอะดีเปตกับโพลิโกลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต.....	78

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
5.4 การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาइटกับพอลิเมอร์รวม พอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต.....	79
5.5 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ.....	79
5.6 ข้อเสนอแนะ.....	79
เอกสารอ้างอิง	81
ภาคผนวก	84
ประวัติผู้เขียน.....	118

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพตามวัสดุที่ผลิต.....	4
2.2 เวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาขึ้นรูป HAp.....	10
2.3 สภาวะที่ใช้ในการตกตะกอนทางเคมี HAp.....	11
2.4 แคลเซียมฟอสเฟตชนิดต่างๆ ที่มีอัตราส่วน Ca/P แตกต่างกัน.....	13
2.5 ตัวอย่างพอลิเอสเทอร์เชิงเส้นทางการค้า.....	14
2.6 พอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค ROP.....	22
2.7 ส่วนประกอบของสารเคมีที่ใช้ในการเคลือบ Ti6Al4V.....	32
2.8 อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเคลือบผิว Ti6Al4V.....	32
3.1 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ HAp โดยมี $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น.....	40
3.2 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ HAp โดยมี $\text{Ca}(\text{OH})_2$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น.....	40
3.3 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ HAp โดยมี $\text{Ca}(\text{OH})_2$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น โดยควบคุมการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH ไปพร้อมกัน.....	41
3.4 อุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาขึ้นรูป.....	42
3.5 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF.....	51
3.6 ความเข้มข้นของไอออนอินทรีย์ในสารละลาย SBF และ Human blood plasma.....	52
4.1 องค์ประกอบทางเคมีของ HAp ที่สังเคราะห์ได้โดยมี $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น.....	53
4.2 องค์ประกอบทางเคมีของ HAp ที่สังเคราะห์ได้โดยมี $\text{Ca}(\text{OH})_2$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น.....	54
4.3 องค์ประกอบทางเคมีของ HAp ที่สังเคราะห์ได้โดยควบคุมอุณหภูมิในการ ทำปฏิกิริยาที่ 10°C โดยใช้อัตราการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH ที่แตกต่างกัน.....	55
4.4 องค์ประกอบทางเคมีของ HAp ก่อนการขึ้นรูปเปรียบเทียบกับ HAp ที่ผ่านการ เผาขึ้นรูปแล้ว.....	56
4.5 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยที่ได้จากเทคนิค GPC.....	65
4.6 ความหนาแน่นปรากฏ (Apparent density) ของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET เปรียบเทียบกับชิ้นงาน HAp.....	69
4.7 น้ำหนักของ HAp เริ่มต้นเทียบกับน้ำหนักของก้อนวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เตรียมได้.....	69

สารบัญตาราง(ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่ได้จากการชั่งน้ำหนักเทียบกับจากเทคนิค TGA.....	70
4.9 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) และค่ามอดุลัสแข็งแรงกด (Compressive modulus) ของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET เทียบกับ HAp	72

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 องค์ประกอบหลักของเนื้อเยื่อแข็งในร่างกายมนุษย์.....	5
2.2 โครงสร้างผลึกของไฮดรอกซีแอปาทิต.....	6
2.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET).....	17
2.4 การเกิดปฏิกิริยาภายในสายโซ่โมเลกุลพอลิเมอร์.....	18
2.5 ผล GPC โคโรมาโทแกรมของ Tetraethylene succinate oligomers ที่เวลา (a) 0 (b) 12 และ (c) 72 ชั่วโมง.....	19
2.6 ผล GPC โคโรมาโทแกรมของ (a) Poly(hexylidene isophthalate) และ (b) Cyclic oligo(hexylidene isophthalate) จากการดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวง (CDP) ของ Poly(hexylidene isophthalate).....	21
2.7 สมดุลของปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวงและพอลิเมอร์ไรซ์แบบเปิดวง.....	23
2.8 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรซ์แบบปิดวงของ Poly(1,4-cyclohexylene dimethylene terephthalate).....	24
2.9 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรซ์แบบเปิดวงของสารประกอบวงโอลิโกเมอร์ของ Poly(alkylene-2,6-naphthalenedicarboxylate).....	25
3.1 แผนงานการขึ้นรูปไฮดรอกซีแอปาทิต.....	43
3.2 แผนงานการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA).....	44
3.3 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA).....	46
3.4 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PET).....	47
3.5 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงร่วมระหว่างโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต กับโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PEA/PET).....	48
3.6 หลอดทดลองสำหรับทำปฏิกิริยา ROP.....	49
3.7 ชุดอุปกรณ์สำหรับทำปฏิกิริยา ROP.....	49
3.8 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง HAp/PEA-co-PET.....	50
3.9 ชุดอุปกรณ์สำหรับการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพในระบบ สภาวะไหลผ่านของสารละลาย.....	52

สารบัญญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HAp18 ที่ก่อนการเผาขึ้นรูป(a) และภายหลังการเผาขึ้นรูปที่ 1100°C (b).....	56
4.2 ภาพตัดขวางแสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงาน HAp ที่ผ่านการขึ้นรูปและเผาที่ 1100°C.....	57
4.3 สเปกตรัม FT-IR ของ a) พอลิเอทิลีนอะดิเปต PEA สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น และ b) สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนอะดิเปต, C-PEA.....	59
4.4 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ a) พอลิเอทิลีนอะดิเปต, PEAสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น และ b) สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนอะดิเปต, C-PEA.....	60
4.5 DSC เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต (C-PET).....	62
4.6 สเปกตรัม FT-IR ของ a) สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนอะดิเปต C-PEA b) สารประกอบวงร่วมโพลิโกลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต C-PEA/PET และ c) สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต C-PET.....	63
4.7 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ a) สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนอะดิเปต, C PEA b) สารประกอบวงร่วมโพลิโกลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต, C-PEA/PET และ c) สารประกอบวงโพลิโกลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต, C-PET.....	64
4.8 สเปกตรัม FT-IR โดย a) สารประกอบวงร่วมโพลิโกลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต, C-PEA/PET และ b) วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET จากเทคนิค ROP.....	66
4.9 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ a) สารประกอบวงร่วมโพลิโกลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกลิเอทิลีนเทอร์พทาเลต, C-PEA/PET และ b) วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET จากเทคนิค ROP.....	67
4.10 ภาพถ่ายชิ้นงาน HAp (a) และโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวภายในของชิ้นงาน HAp ก่อนการเตรียมวัสดุประกอบกำลังขยาย 5,000 เท่า (b).....	68
4.11 ภาพถ่ายวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET (a) และโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวภายในชิ้นงานของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET กำลังขยาย 5,000 เท่า (b).....	68

สารบัญญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12	กราฟแสดงการรับแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET เทียบกับ HAp71
4.13	โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิววัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF (a) 7 วัน (b) 14 วัน (c) 21 วัน และ (d) 28 วัน ในระบบสภาวะที่มี การไหลผ่านของสารละลายกำลังขยาย 5,000 เท่า.....73
4.14	โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิววัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF 28 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า.....74
4.15	ผล SEM-EDS แสดงธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวและการกระจายของธาตุนบนพื้นผิว a) ชิ้นงาน HAp บริสุทธิ์ b) วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ก่อนการแช่ สารละลาย SBF และ c) HAp/PEA-co-PET หลังการแช่สารละลาย SBF 28 วัน (กำลังขยาย 2,000 เท่า).....75
4.16	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบภายหลัง การแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 7 14 21 และ 28 วัน.....77
ค-1	ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของพอลิเอทิลีนอะดิเปต ที่สังเคราะห์ด้วย ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น.....92
ค-2	ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต.....92
ค-3	ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบวงโอลิโก- เอทิลีนเทอแรพทาเลต.....93
ค-4	ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบวงร่วมโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต กับโอลิโกเอทิลีนเทอแรพทาเลต.....93
ค-5	ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของพอลิเมอรร่วม PEA-co-PET ในวัสดุ ประกอบ HAp/PEA-co-PET.....94
ง-1	¹ H-NMR สเปกตรัมของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA).....96
ง-2	¹ H-NMR สเปกตรัมของสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA).....96
ง-3	¹ H-NMR สเปกตรัมของสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอแรพทาเลต (C-PET).....97
ง-4	¹ H-NMR สเปกตรัมของสารประกอบวงร่วมโอลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโอลิโกเอทิลีนเทอ- แรพทาเลต (C-PEA/PET).....97

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
จ-5 ¹ H-NMR สเปกตรัมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET.....	98
จ-1 โคจรมาโทแกรมของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA) ที่ได้จากการพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น.....	100
จ-2 โคจรมาโทแกรมของสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA).....	100
จ-3 โคจรมาโทแกรมของสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอแรพทาเลต (C-PET).....	101
จ-4 โคจรมาโทแกรมของสารประกอบวงร่วมโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกเอทิลีนเทอแรพทาเลต (C-PEA/PET).....	101
จ-5 โคจรมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 8 ชั่วโมง.....	102
จ-6 โคจรมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 16 ชั่วโมง.....	102
จ-7 โคจรมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง.....	103
ฉ-1 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA) ที่ได้จากการพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น.....	105
ฉ-2 DSC เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA).....	105
ฉ-3 DSC เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอแรพทาเลต (C-PET).....	106
ฉ-4 DSC เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงร่วมโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกเอทิลีนเทอแรพทาเลต (C-PEA/PET).....	106
ฉ-5 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง.....	107
ช-1 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ผ่านการขึ้นรูปที่ 1100°C.....	109
ช-2 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง ชั้นที่ 1.....	109
ช-3 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง ชั้นที่ 2.....	110
ช-4 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง ชั้นที่ 3.....	110

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
ช-1 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของ HAp ของ A) พื้นผิวด้านนอก กำลังขยาย 1,000 เท่า B) พื้นผิวด้านในกำลังขยาย 1,000 เท่า C) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 5,000 เท่า และ D) พื้นผิวด้านใน กำลังขยาย 5,000 เท่า.....	112
ช-2 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET โดย A) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 1,000 เท่า B) พื้นผิวด้านในกำลังขยาย 1,000 เท่า C) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 5,000 เท่า และD) พื้นผิวด้านในกำลัง ขยาย 5,000 เท่า.....	113
ช-3 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภายหลังการแช่สารละลาย SBF 7 วัน ในระบบที่มีสภาวะไหลเวียน โดย A) กำลังขยาย 1,000 เท่า B) กำลังขยาย 5,000 เท่า และ C) กำลังขยาย 10,000 เท่า.....	114
ช-4 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภายหลังการแช่สารละลาย SBF 14 วัน ในระบบที่มีสภาวะไหลเวียน โดย A) กำลังขยาย 1,000 เท่า B) กำลังขยาย 5,000 เท่า และC) กำลังขยาย 10,000 เท่า.....	115
ช-5 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภายหลังการแช่สารละลาย SBF 21 วัน ในระบบที่มีสภาวะไหลเวียน โดย A) กำลังขยาย 1,000 เท่า B) กำลังขยาย 5,000 เท่า และC) กำลังขยาย 10,000 เท่า.....	116
ช-6 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภายหลังการแช่สารละลาย SBF 28 วัน ในระบบที่มีสภาวะไหลเวียน โดย A) กำลังขยาย 1,000 เท่า B) กำลังขยาย 5,000 เท่า และ C) กำลังขยาย 10,000 เท่า.....	117

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

CDP	Cyclodepolymerisation
ROP	Ring-opening Polymerisation
β -TCP	β -Tricalcium phosphate
HAp	Hydroxyapatite
PEA	Poly(ethylene adipate)
PET	Poly(ethylene terephthalate)
PBN	Poly(butylene 2,6-naphthalenedicarboxylate)
PBT	Poly(butylene terephthalate)
PCL	Polycaprolactone
PE	Polyethylene
HAPEX TM	วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีน
PMMA	Poly(methyl methacrylate)
HAp/PEA-co-PET	วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต
PEA-Co-PET	พอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีน เทอเรพทาเลต
C-PEA	สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต
C-PET	สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต
C-PEA/PET	สารประกอบวงร่วมระหว่างโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตและ โพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต
SBF	Simulated Body Fluid
\bar{M}_w	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก
\bar{M}_n	น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน
MWD	การกระจายน้ำหนักโมเลกุล
DSC	Differential Scanning Calorimetry
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectrophotometry
GPC	Gel Permeation Chromatography

NMR	Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy
For NMR :	
d	doublet
m	multiplet
t	triplet
MS	Mass Spectrometry
SEM	Scanning Electron Microscopy
TGA	Thermogravimetric Analysis
XRF	X-Ray Fluorescence Spectrometer
XRD	X-Ray Diffractometer
ν	เลขคลื่น
δ	Chemical Shift
pKs	ค่าการละลายในน้ำกลั่น
ppm	ส่วนในล้านส่วน
T _g	Glass Transition Temperature
T _m	Melting Temperature

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ในอดีตเมื่ออวัยวะและเนื้อเยื่อต่างๆ ในร่างกายเกิดการติดเชื้อหรือถูกทำลาย เนื่องจากโรคภัยไข้เจ็บและอุบัติเหตุ การบำบัดรักษาที่ทำได้คือ ตัดเนื้อเยื่อส่วนนั้นทิ้งไป การรักษาวิธีนี้มีส่วนช่วยลดการติดเชื้อ และการแพร่กระจายโรคไปยังอวัยวะส่วนอื่นๆ แต่จะก่อให้เกิดความบกพร่องของร่างกาย ต่อมาเทคโนโลยีทางการแพทย์ได้ถูกพัฒนาให้มีความเจริญก้าวหน้าขึ้น จึงนำไปสู่การบำบัดรักษาแบบใหม่ คือ การปลูกถ่ายอวัยวะจากธรรมชาติ (Transplantation) โดยการผ่าตัดเอาเนื้อเยื่อหรืออวัยวะที่บกพร่องออกแล้วแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อจากแหล่งต่างๆ ได้แก่ เนื้อเยื่อจากร่างกายผู้ป่วยเอง เนื้อเยื่อผู้บริจาคหรือเนื้อเยื่อจากสิ่งมีชีวิตอื่น การรักษาวิธีนี้มีข้อจำกัดด้านปริมาณและแหล่งที่มาของเนื้อเยื่อ คุณภาพของเนื้อเยื่อ ระบบภูมิคุ้มกัน และปัญหาด้านศีลธรรม ดังนั้นเพื่อแก้ไขปัญหาดังกล่าว จึงมีการนำวัสดุสังเคราะห์ที่มีความสามารถเข้ากันได้กับระบบสรีระวิทยาภายในร่างกายมนุษย์ มาใช้ในการเปลี่ยนถ่ายแทนที่อวัยวะที่บกพร่อง (Implantation หรือ Alloplastic หรือ Allografts) เช่น กระดูกเทียม รากฟันเทียม แก้วหูเทียม ข้อต่อสะโพกเทียม เป็นต้น ข้อได้เปรียบที่สำคัญของวัสดุประเภทนี้ คือ ไม่มีข้อจำกัดในด้านปริมาณ สามารถผลิตขึ้นใหม่ได้เรื่อยๆ และควบคุมมาตรฐานได้ ไม่มีปัญหาด้านสุขภาพของเนื้อเยื่อและปัญหาด้านศีลธรรม

วัสดุทางการแพทย์ในปัจจุบันมีหลายชนิด ทั้งที่ผลิตจากโลหะ พอลิเมอร์ และเซรามิกส์ แต่เนื่องจากวัสดุแต่ละประเภทมีข้อดีและข้อด้อยที่แตกต่างกันออกไป โลหะมีข้อดีด้านความแข็งแรงและความเหนียว แต่มีข้อเสียที่สำคัญ คือ น้ำหนักมากและอาจเกิดการกัดกร่อนภายในร่างกายได้ พอลิเมอร์เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างคล้ายกับเนื้อเยื่ออ่อน มีความยืดหยุ่น ไม่เกิดการกัดกร่อนในร่างกาย มีความหนาแน่นต่ำ บางชนิดสามารถสลายตัวในร่างกายได้ แต่มีความสามารถในการรับแรงต่ำเมื่อเทียบกับวัสดุสังเคราะห์ชนิดอื่น ส่วนเซรามิกส์มีข้อดีในด้านความคล้ายคลึงทางกายภาพและทางเคมีกับเนื้อเยื่อแข็งภายในร่างกายมีทั้งที่เฉื่อยและว่องไวทางชีวภาพแต่ข้อเสียที่สำคัญ คือ เปราะ แตกหักง่าย [1]

ไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นวัสดุชนิดหนึ่งที่ได้รับการสนใจมากในการผลิตวัสดุชีวภาพ เนื่องจากไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นส่วนประกอบหลักของกระดูกและฟันดังนั้นจึงสามารถเข้ากันได้ดีกับร่างกาย แต่ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ก็มีข้อเสีย คือ เปราะและมีสมบัติเชิงกลต่ำ [2] ดังนั้นจึงมีการศึกษาวิจัยเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ โดยนำวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีมาขึ้นรูปร่วมกับไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นวัสดุประกอบ ซึ่งวัสดุนั้นคือ พอลิเมอร์

พอลิเอสเทอร์เป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่มีความสนใจ เนื่องจากมีสมบัติที่มีความทนทานต่อการขัดถูเสียดสีได้ดี และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานจึงถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี มีความแข็งและเหนียวสูง แต่ย่อยสลายได้ยาก ในขณะที่เดียวกันอะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์มีความสามารถในการย่อยสลายได้ดีกว่า แต่มีสมบัติเชิงกลที่ต่ำ [3] ดังนั้นวิธีการหนึ่งเพื่อปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ให้มีสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และมีความสามารถในการย่อยสลายของพอลิเมอร์ที่เหมาะสม คือการเตรียมพอลิเมอร์ร่วมระหว่างอะโรมาติกพอลิเอสเทอร์และอะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์

จากแนวคิดดังกล่าวทำให้เกิดโครงการวิจัยนี้ขึ้นเพื่อศึกษาวิธีการเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอพาไทต์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต และศึกษาความเป็นไปได้ในการนำวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ ไปประยุกต์ใช้งานทางการแพทย์โดยทดสอบทดสอบความแข็งแรงกดและสมบัติความว่องไวทางชีวภาพในระบบจำลองร่างกายมนุษย์

1.2 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาวิธีการเตรียมวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอพาไทต์และพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต ผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง
2. ศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity) และค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอพาไทต์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอพาไทต์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์สารตั้งต้นต่างๆ ได้แก่ ไฮดรอกซีแอพาไทต์โดยวิธีการตกตะกอนทางเคมี สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต สารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต สารประกอบวงร่วมโพลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต จากนั้นนำสารตั้งต้นที่เตรียมได้มาสังเคราะห์เป็นวัสดุประกอบโดยทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงร่วมโพลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต ภายในรูปพรุนของไฮดรอกซีแอพาไทต์ที่ขึ้นรูปแล้ว สารที่สังเคราะห์ได้นำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ จากนั้นนำวัสดุประกอบไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพและทดสอบค่าความแข็งแรงกด

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาइटกับสารประกอบวงร่วมโพลิโอะเททรีนอะดีเปตกับโพลิโอะเททรีนเทอเพทาเลตได้
2. ได้ข้อมูลสมบัติความว่องไวทางชีวภาพและความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาइटกับพอลิเมอร์ร่วมพอลิโอะเททรีนอะดีเปตกับพอลิโอะเททรีนเทอเพทาเลตเพื่อเป็นข้อมูลพื้นฐานในการประยุกต์ใช้งานต่อไป

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 วัสดุชีวภาพ

2.1.1 ความหมายของวัสดุชีวภาพ

วัสดุชีวภาพ (Biomaterials) สามารถแบ่งได้เป็น 2 พวกใหญ่ๆ [1] คือ

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

ในปี 1974 ได้มีการตั้งค่านิยามอย่างเป็นทางการ ของวัสดุชีวภาพ ดังนี้ "วัสดุชีวภาพเป็นวัสดุที่เฉื่อยถูกออกแบบมาเพื่อฝังหรือรวมเข้าไปในสิ่งมีชีวิต"

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

2.1.2 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพ

- การจำแนกตามประเภทของวัสดุที่ใช้ทำวัสดุชีวภาพ ได้แก่ โลหะ พอลิเมอร์ เซรามิกส์ และวัสดุประกอบ ดังแสดงในตารางที่ 2.1 [1]

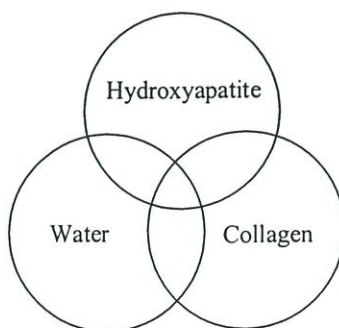
ตารางที่ 2.1 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพตามวัสดุที่ผลิต

วัสดุที่ใช้	ข้อดี	ข้อเสีย	ตัวอย่างการใช้งานทางการแพทย์
1. วัสดุพอลิเมอร์ (Polymer) ได้แก่ ยาง (Rubber) ซิลิโคน เทฟลอน (Teflon) ไนลอน (Nylon)	- มีความยืดหยุ่น - ความหนาแน่นต่ำ - สามารถผลิตได้ง่าย	- ไม่แข็งแรง - สามารถเกิดการเสียสภาพได้เมื่อมีการใช้ในระยะเวลานาน	- การเย็บตักแต่ง (Sutures) - เส้นเลือดเทียม (Arteries) - สะโพก (Hip) - หู (Ear) - จมูก (Nose) - เนื้อเยื่ออ่อนต่างๆ (Soft tissues)

วัสดุที่ใช้	ข้อดี	ข้อเสีย	ตัวอย่างการใช้งานทางการแพทย์
2. โลหะ (Metal) ได้แก่ ไททาเนียมและโลหะผสม สแตนเลส ทองคำ เงิน แพลทินัม	- มีค่าความแข็งแรงดึงและ ทนทานต่อแรงกระแทกสูง - ทนทานต่อการขีดถู - เหนียว	- เกิดการสึกกร่อนและ ปล่อยสารที่เป็นพิษต่อ ร่างกายได้ - ยากต่อการขึ้นรูป - ความหนาแน่นสูง	- ข้อต่อ (Joint replacements) - รากฟันเทียม (Dental root implacements) - กระดูกและส่วนยึดกระดูก (Bone plates and screws)
3. เซรามิกส์ (Ceramics) ได้แก่ อะลูมิเนียมออกไซด์ แคลเซียมฟอสเฟต ไฮดรอกซีแอปาทาइट	- มีความเข้ากันได้ดีกับร่าง กาย - ทนต่อการกัดกร่อน - มีทั้งเฉื่อยและว่องไวทาง ชีวภาพ - ทนทานต่อการกดอัด	- เปราะ - ไม่มีความยืดหยุ่น	- ฟันปลอม (Dental) - ข้อต่อ (Joint replacements) - เคลือบกระดูกและฟัน
4. วัสดุประกอบ (Composites) ได้แก่ Ceramic-coated metal Carbon-coated material	- แข็งแรง - มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม สำหรับการใช้งาน - ทนทานต่อการกัดกร่อน	- ยากในการผลิต	- ข้อต่อ (Joint replacements) - ลิ้นหัวใจเทียม (Artificial heart valve)

2.2 ไฮดรอกซีแอปาทาइट [2]

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



รูปที่ 2.1 องค์ประกอบหลักของเนื้อเยื่อแข็งในร่างกายมนุษย์

2.2.1 โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีแอสพาไทต์

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 คำว่า ไฮดรอกซี-แอสพาไทต์มาจาก "ไฮดรอกซี (Hydroxy)" ซึ่งหมายถึง ไฮดรอกไซด์ไอออน (Hydroxide ion) และคำว่า "แอสพาไทต์ (Apatite)" เป็นชื่อของผลึกแร่ธาตุที่มีองค์ประกอบดังนี้ $\text{M}_{10}(\text{ZO}_4)_6\text{X}_2$

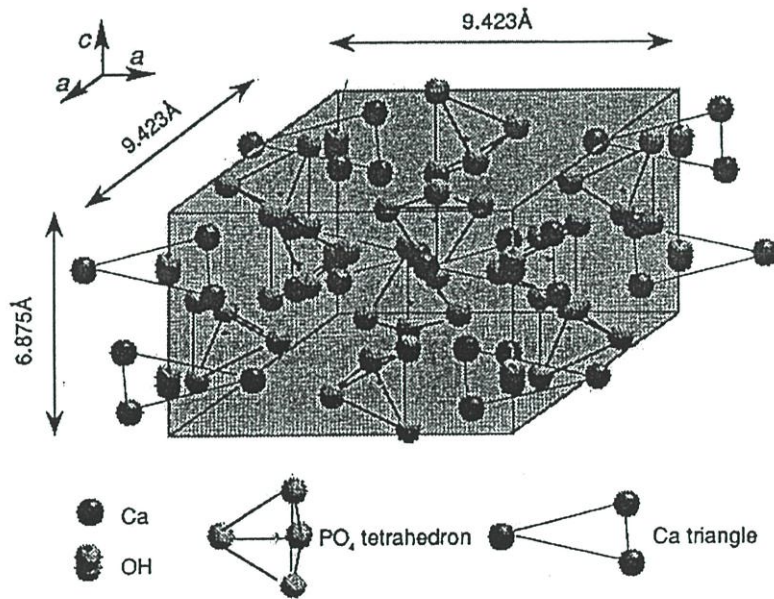
สารประกอบแอสพาไทต์ (Apatite compound) จะมีส่วนประกอบแตกต่างกันออกไปขึ้นอยู่กับไอออนที่เข้าแทนที่ในตำแหน่ง M Z และ X ซึ่งไอออนที่เป็นไปได้ในการแทนที่ ได้แก่

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

Z = P, V, As, S, Si, Ge, Cr, B ฯลฯ

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

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



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของไฮดรอกซีแอสพาไทต์

รูปที่ 2.2 แสดงโครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ของ HAp โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่บริเวณมุมที่ฐานรอมบิก (Rhombic) ของหน่วยเซลล์ ซึ่งมีการจัดเรียงตัวเป็นคอลัมน์ในที่ว่างซึ่งมีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงของหน่วยเซลล์ คอลัมน์ของหมู่ไฮดรอกซิลจะถูกล้อมรอบด้วยแคลเซียมไอออน 6 ไอออน ที่จัดเรียงตัวในลักษณะสามเหลี่ยมด้านเท่า 2 รูปตั้งฉากกับคอลัมน์ของไฮดรอกซิล โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นศูนย์กลาง แคลเซียมไอออนอีก 4 ไอออนที่เหลือ

จะเรียงต่อเป็นคอลัมน์ 2 คอลัมน์ ระหว่างสามเหลี่ยมด้านเท่าของแคลเซียมไอออนขนานกับคอลัมน์ของไฮดรอกซิล แคลเซียมไอออนเหล่านี้จะถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจนของออร์โทฟอสเฟตเตตระฮีดรอล (Orthophosphate tetrahedral)

2.2.2 สมบัติโดยทั่วไปของไฮดรอกซีแอสพาไทต์

- ความสามารถในการละลายของไฮดรอกซีแอสพาไทต์ [2]

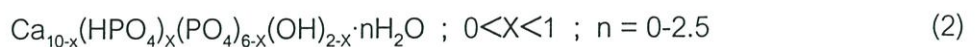
HAp สามารถละลายได้ในสารละลายกรด และละลายได้เล็กน้อยในน้ำกลั่นแต่ไม่สามารถละลายได้ในสารละลายอัลคาไลน์ โดยมีค่าการละลายในน้ำกลั่น (pKs) ประมาณ 120

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

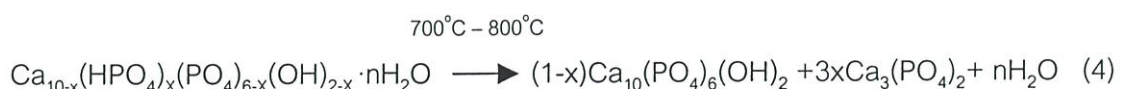
ความสามารถในการละลายในน้ำกลั่นจะเพิ่มขึ้นเมื่อเติมสารอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) ลงไปแต่ความสามารถในการละลายของ HAp จะเปลี่ยนแปลงเมื่อมีกรดอะมิโน โปรตีน เอนไซม์ และสารอินทรีย์อื่นๆ สมบัติด้านการละลายนี้สัมพันธ์กับความสามารถในการเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) กับเนื้อเยื่อ และปฏิกิริยาเคมีกับสารประกอบอื่นๆ อย่างไรก็ตาม อัตราการละลายยังขึ้นอยู่กับความแตกต่างของรูปร่าง ความมีรูพรุน ขนาดผลึก ความเป็นผลึก และการเสียรูปเนื่องจากความเครียด (Strain defects) เมื่อนำ HAp ไปเผาที่อุณหภูมิสูงจะทำให้ความสามารถในการละลายลดลง สำหรับเนื้อเยื่อได้ผิวหนังจะมีอัตราของการละลายเป็น 0.1 มิลลิกรัม/ปี

- พฤติกรรมของไฮดรอกซีแอสพาไทต์ที่อุณหภูมิสูง

HAp ที่ได้จากการสังเคราะห์จะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray diffraction pattern) ที่มีพีคกว้าง เนื่องจากยังไม่มีกรเรียงตัวของอะตอมต่างๆ ที่สมบูรณ์ สูตรทั่วไปที่ใช้แทน HAp ดังกล่าวคือ



ในระหว่างที่ HAp ได้รับความร้อนจะมีการเปลี่ยนแปลงดังนี้ [4]



สมการข้างบนสามารถใช้อธิบายในกรณีที่สาร HAp ที่สังเคราะห์มีอัตราส่วนโดยโมลของ 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 [5]

สาร HAp สูญเสียหมู่ 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 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต

วิธีการ HAp สามารถทำได้หลายวิธี วิธีที่นิยมใช้ ได้แก่ วิธีตกตะกอนทางเคมี (Precipitation method) วิธีไฮโดรไลซิส (Hydrolysis method) การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction) วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method) และวิธีอัลคอกไซด์ (Alkoxide method) ซึ่งแต่วิธีมีรายละเอียดดังต่อไปนี้ [5]

1. วิธีตกตะกอนทางเคมี (Precipitation method)

ในการเตรียม HAp จากวิธีนี้สามารถเตรียมได้จากสารตั้งต้นหลายชนิด โดยการนำกรดและเบสมาทำปฏิกิริยากันโดยตรง ดังสมการ



หรือโดยการนำเกลือแคลเซียมมาทำปฏิกิริยากับเกลือฟอสเฟตดังสมการ



วิธีนี้จะมีความไวต่อค่า pH และความเข้มข้นของสารเคมีที่ใช้ HAp ที่ได้จากวิธีตกตะกอนจะมีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด และการจับตัวเป็นโครงสร้างที่มีรูปลักษณ์ที่ไม่สมบูรณ์

2. การใช้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis method)

HAp สามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของแคลเซียมฟอสเฟต เช่น ไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, DCPD) ออกตระแคลเซียมฟอสเฟตเตตระไฮเดรต

($C_8H_2(PO_4)_6 \cdot 5H_2O$, OCP) ไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮไดรต์ ($CaHPO_4$, DCP) ในสารละลาย แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้ HAp ยังเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของแคลเซียมคาร์บอเนต ในสารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟต หรือโซเดียมฟอสเฟต

3. การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)

HAp ที่ได้จากวิธีนี้ทำได้โดยนำสารเคมีในสถานะที่เป็นของแข็ง มาทำปฏิกิริยากันที่อุณหภูมิสูงกว่า $950^\circ C$ ดังสมการ



Monetite

HAp



β -TCP

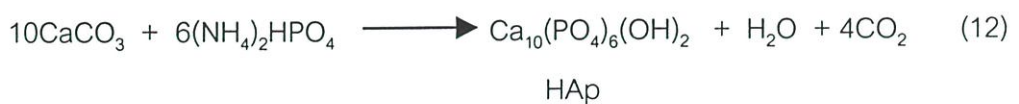
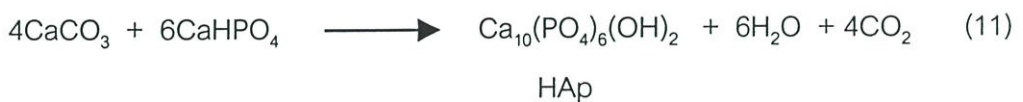
HAp

HAp ที่ได้จากวิธีนี้จะเป็นผงละเอียดและเรียงตัวเป็นโครงสร้างผลึกที่ดี

4. วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)

ทำได้โดยนำสารเคมีที่เป็นเกลือของแคลเซียมและฟอสเฟต มาทำปฏิกิริยากันภายในบรรยากาศที่มีความดันและอุณหภูมิสูง เช่น ปฏิกิริยาในสมการที่ (9) และ (10) สามารถทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลได้ภายใต้ความดันไอน้ำ 12,000 psi อุณหภูมิ $275^\circ C$ [8] นอกจากนี้ β -TCP, $Ca_3(PO_4)_2$ และ TTCP ยังสามารถเปลี่ยนเป็น HAp ได้ง่ายโดยการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลภายใต้สภาวะนี้

$CaCO_3$ เมื่อทำปฏิกิริยากับ $CaHPO_4$ หรือ $(NH_4)_2HPO_4$ 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 Engin, N.O. และ Tas, A.C. [9] ได้ทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นวัสดุที่มีพรุนจากวิธีการตกตะกอนทางเคมี โดยเริ่มต้นจากนำแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 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 โดยใช้เมทิลเซลลูโลสที่ความเข้มข้น 8-13 กรัม/ลิตร ละลายในน้ำกลั่น 400-800 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันแล้วนำไปใส่ฟองอากาศด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 45 นาที นำไปอบที่อุณหภูมิ 90°C ประมาณ 24 ชั่วโมง ตัดชิ้นงานให้เป็นรูปปลุกบาศก์นำไปเผาที่อุณหภูมิและเวลาดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 เวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาขึ้นรูป HAp

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

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

งานวิจัยของ Lazic, S. และคณะ [10] ได้ศึกษามลของอุณหภูมิที่มีต่อ อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P สัณฐานวิทยา และขนาดผลึกของ HAp ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคการตกตะกอนของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) โดยเริ่มต้นจากเผา CaCO_3 ที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้เย็นทันทีด้วยน้ำกลั่น จะได้แคลเซียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) ที่แขวนลอยอยู่ในน้ำ จากนั้นค่อยๆ หยดกรด H_3PO_4 เข้มข้น 0.5 โมล/ลิตร ที่อัตราการหยด 1 มิลลิลิตร/นาที่ลงในของผสม ให้ความร้อนที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ดังแสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 สภาวะที่ใช้ในตกตะกอนทางเคมี HAp

อุณหภูมิในการเลี้ยงตะกอน ($^\circ\text{C}$)	เวลาในการเลี้ยงตะกอน (Maturation time) (hr)
95	0
95	20
70	20
70	0
22	20, stirring
22	0
22	20, no stirring

จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ HAp ที่ได้จากการตกตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ

พบว่าจากการศึกษามลของอุณหภูมิที่มีต่อ HAp ที่สังเคราะห์ได้ ที่อุณหภูมิ 95°C จะมีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เท่ากับ 1.67 (Stoichiometry) มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี เมื่อนำไปเผาที่ 900°C จะไม่พบแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ เกิดขึ้น และเมื่ออุณหภูมิในการเลี้ยงตะกอนลดลง HAp ที่สังเคราะห์ได้จะมีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P แตกต่างจากค่า 1.67 (Non-stoichiometry) คือ ที่อุณหภูมิในการเลี้ยงตะกอน 70°C และ 20°C HAp ที่สังเคราะห์ได้จะมี

อัตราส่วนโดยโมล Ca:P มากกว่า 1.67 และน้อยกว่า 1.67 ตามลำดับ เมื่อนำไปเผาที่ 900 °C จะพบ CaO และ β -TCP เกิดร่วมกับ HAp

จากการศึกษาผลของเวลาในการเลี้ยงตะกอน (Maturation time) ที่มีต่ออัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P สันฐานวิทยา และขนาดของผลึก พบว่า ที่อุณหภูมิในการเลี้ยงตะกอนที่ 95°C เวลาในการเลี้ยงตะกอนไม่มีผลต่ออัตราส่วนของ Ca:P และเสถียรภาพทางความร้อนของ HAp แต่จะมีผลทำให้ผลึก HAp มีรูปร่างค่อนข้างกลมและมีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการตกตะกอนลดลง เวลาในการเลี้ยงตะกอนจะมีผลทำให้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เท่ากับ 1.67 (Stoichiometry) มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิในการเลี้ยงตะกอนที่ 22°C พบว่าปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เสถียรภาพทางความร้อน และขนาดผลึก คือ เวลาในการเลี้ยงตะกอน และการปั่นกววนในขณะที่เลี้ยงตะกอน HAp ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะนี้จะมีขนาดผลึกรูปร่างคล้ายเข็ม ค่อนข้างเล็ก ขนาดสม่ำเสมอ

2.2.5 การประยุกต์ใช้งานของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ [11]

โดยทั่วไปรูปแบบการนำ HAp มาใช้ในทางการแพทย์ มีหลายลักษณะแตกต่างกันไปตามวัตถุประสงค์การใช้งานและสมบัติที่ต้องการ แบ่งได้ 3 ลักษณะคือ

1. ไฮดรอกซีแอปพาไทต์แบบผง (Powder hydroxyapatite) สำหรับใช้เคลือบลงบนโลหะที่เป็นส่วนประกอบหลักของข้อสะโพกเทียม หรือ รากฟันเทียม เพื่อให้โลหะทนทานต่อการกัดกร่อนจากของเหลวภายในร่างกาย และสามารถเกิดการยึดติดระหว่างวัสดุชีวภาพและเนื้อเยื่อหรือกระดูกภายในร่างกายได้ดีขึ้น นอกจากนี้ยังนำไปผสมกับวัสดุชนิดอื่น เช่น พอลิเมอร์เพื่อใช้ทำกระดูกเทียม ซึ่งช่วยผู้ป่วยที่สูญเสียการได้ยินให้สามารถได้ยินเสียงดีขึ้น
2. ไฮดรอกซีแอปพาไทต์แบบชิ้นเนื้อแน่น (Dense hydroxyapatite) จะมีสมบัติเชิงกลดีกว่าแบบรูพรุน จึงสามารถรับน้ำหนักได้มากกว่า การนำไปใช้งานมักนำไปทดแทนในส่วนกระดูกสันหลังของผู้ป่วย โดยสารไฮดรอกซีแอปพาไทต์จะเป็นตัวเร่งให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อมาเกาะ และทำให้เกิดการยึดติดได้ดีขึ้น
3. สารไฮดรอกซีแอปพาไทต์แบบรูพรุน (Porous hydroxyapatite) นิยมใช้งานเป็นวัสดุทดแทนกระดูก เป็นตัวเติมทางด้านศัลยกรรมกระดูกและใบหน้า ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ชนิดนี้มีพื้นที่ผิวมาก เนื่องจากมีรูพรุนสูงจึงมีสมบัติเชิงกลต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับชนิดเนื้อแน่น โดยเฉพาะด้านความแข็งแรง ดังนั้นจึงต้องมีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ชนิดนี้ก่อนที่จะนำไปปลูกถ่ายอวัยวะ ซึ่งสามารถทำได้โดยการนำไฮดรอกซีแอปพาไทต์ประเภทนี้ไปผลิตเป็นวัสดุประกอบ (Composite)

2.2.6 สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ [2]

นอกจาก HAp แล้ว ยังมีสารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟตอีกหลายชนิดที่เข้ามามีบทบาทในงานวิจัยด้านวัสดุทางการแพทย์และอวัยวะเทียม สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตเหล่านี้ แตกต่างกันที่อัตราส่วนโมลของ Ca:P ในโครงสร้างและชนิดของไอออนองค์ประกอบอื่นๆ ดังตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 แคลเซียมฟอสเฟตชนิดต่างๆ ที่มีอัตราส่วนของ Ca/P แตกต่างกัน

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

2.3 พอลิเอสเทอร์ [3]

พอลิเอสเทอร์ (Polyesters) เป็นพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาควบแน่นชนิดแรกสังเคราะห์ขึ้นโดย Carother และผู้ร่วมกลุ่มวิจัย [12] ในตอนต้น ค.ศ. 1930 พอลิเอสเทอร์ส่วนใหญ่มีสมบัติที่มีความทนทานต่อการขูดถูเสียดสีได้ดี และมีอายุการใช้งานที่ยาวนานจึงมีการนำมาใช้ในการผลิตขวดน้ำดื่ม เส้นใย และฟิล์ม เป็นต้น

พอลิเอสเทอร์สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ คือ พอลิเอสเทอร์เชิงเส้นซึ่งจัดเป็นพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมพลาสติก และพอลิเอสเทอร์แบบโครงสร้างร่างแห ซึ่งจัดเป็นพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมเซต สำหรับงานวิจัยนี้จะกล่าวถึงเฉพาะพอลิเอสเทอร์เชิงเส้น

ตัวอย่างพอลิเอสเทอร์เชิงเส้นชนิดต่างๆ ในเชิงการค้าแสดงดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 ตัวอย่างพอลิเอสเทอร์เชิงเส้นทางการค้า

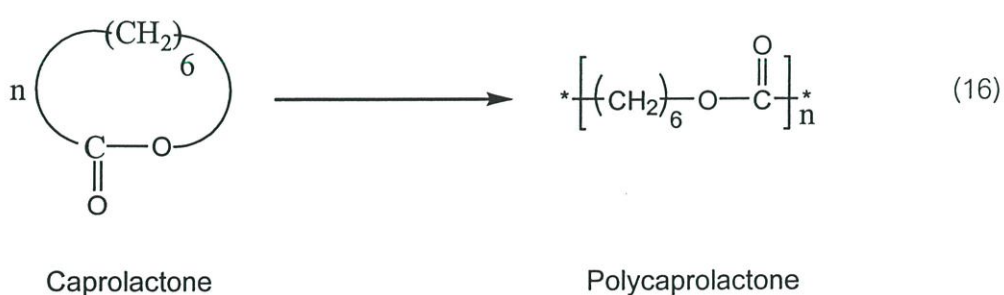
Common name	Principal structure
Poly(ethylene terephthalate) (PET)	
Poly(butylene terephthalate) (PBT)	
Poly(1,4-dihydroxymethylcyclohexyl terephthalate)	
Poly(4-hydroxybenzoate)	
Poly(bisphenol A terephthalate/isophthalate)	
Polycaprolactone	
Poly(2-hydroxybutyric acid) (PHB)	
Poly(glycolic acid)	
Poly(lactic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

โดยทั่วไปปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์เชิงเส้น มี 2 รูปแบบ ได้แก่ ปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบควบแน่น และปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบเปิดวง (ROP)

- ปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบควบแน่น จะมีการขจัดออกของสารประกอบโมเลกุลเล็กๆ เช่น น้ำ เมทานอล ในระหว่างการดำเนินปฏิกิริยา เกิดเป็นพอลิเอสเตอร์เชิงเส้นที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ตัวอย่างการสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์ด้วยปฏิกิริยาการควบแน่น ได้แก่ การสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาเอสเตอร์ฟิเคชันโดยตรง (สมการที่ 14) และปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนเอสเตอร์ระหว่างไดเอสเตอร์กับไดออล (สมการที่ 15)

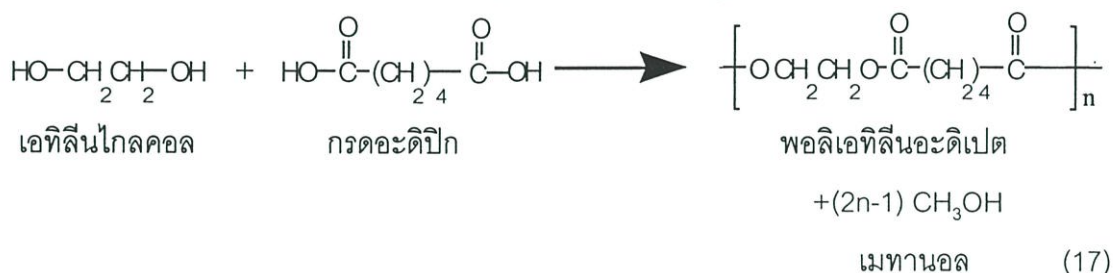


- ปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบเปิดวงจะต่างกับปฏิกิริยาพอลิเมอไรส์แบบควบแน่น คือไม่มีการขจัดออกของสารประกอบโมเลกุลเล็กๆ พอลิเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะมีน้ำหนักโมเลกุลที่สูง และมีการกระจายน้ำหนักโมเลกุลที่แคบ ตัวอย่าง การสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์เชิงเส้นด้วยวิธี ROP เช่น การสังเคราะห์พอลิคาโปแลคโตน ดังแสดงในสมการที่ (17)

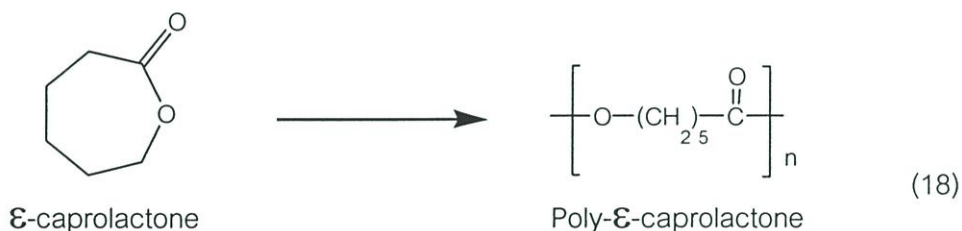


2.3.1 อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ [13]

อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ (Aliphatic polyester) จัดเป็นเทอร์โมพลาสติก ที่ภายในโครงสร้างไม่มีส่วนของหมู่อะโรมาติกอยู่ โดยทั่วไปมีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าอะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ ตัวอย่างของอะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ เช่น การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (Poly(ethylene adipate)) โดยการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันระหว่างกรดอะดิปิก (Adipic acid) กับเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol) จะมีการขจัดโมเลกุลของน้ำออกจากปฏิกิริยาดังแสดงในสมการ (19)



นอกจากนี้อะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ ยังสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาการเปิดวง เช่น ปฏิกิริยาการเปิดวงของ ϵ -caprolactone ได้ poly- ϵ -caprolactone เป็นผลิตภัณฑ์ ซึ่งใช้เป็นสารมัยันตรีในการผลิตพอลิยูรีเทน และใช้เป็นสารพลาสติกไซเซอร์ที่ทำให้ PVC นิ่มตัว

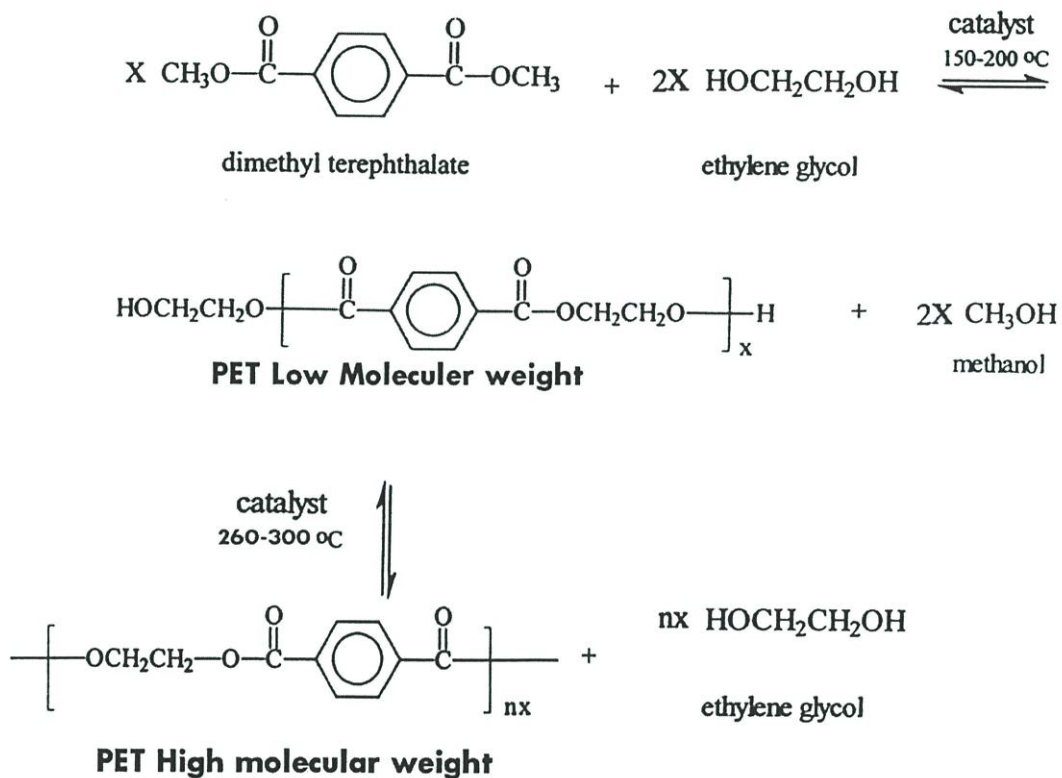


2.3.2 อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์

อะโรมาติกพอลิเอสเทอร์ (Aromatic polyester) ที่มีการนำมาใช้กันอย่างกว้างขวางมากที่สุด คือ พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET) สามารถใช้ได้หลายรูปแบบ เช่น ในรูปของเส้นใย ที่รู้จักกันดีในชื่อ Dacron ในรูปของฟิล์ม ที่เรียกว่า Mylar PET เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่ดี เช่น ค่าความแข็งแรงดึงสูง น้ำหนักเบา โปร่งใส และสมบัติการซึมผ่านก๊าซต่ำ เป็นต้น มีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึก (T_m) ประมาณ 250-260°C อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) 75°C และมีความหนาแน่น 1380 กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร

สำหรับการสังเคราะห์ PET [11] จะใช้ปฏิกิริยาควบแน่น ระหว่างกรดเทอเรพทาลิก (Terephthalic acid, TPA) และ เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, EG) โดยจะต้องใช้ EG ใน

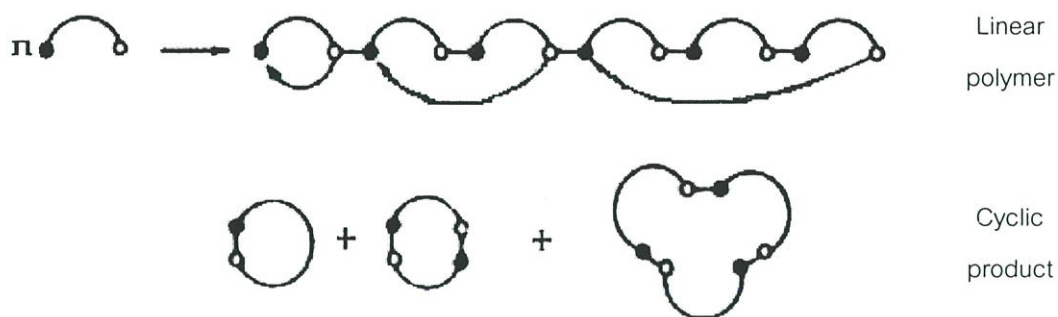
ปริมาณที่มากเกินไป เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดเอสเทอร์ฟิเคชัน มีการกลั่นเมทานอลออกมาในระหว่างที่ปฏิกิริยาดำเนินไป ซึ่งจะได้สารประกอบโพลิโกเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ จากนั้นจึงให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นภายใต้การลดความดัน เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดการแลกเปลี่ยนเอสเทอร์ เกิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงขึ้นโดยปฏิกิริยามีการจัดเอทิลีนไกลคอลออก ในปัจจุบันนี้ นำไดเมทิลเทอเรพทาเลต (Dimethyl terephthalate, DMT) มาสังเคราะห์ PET แทน กรดเทอเรพทาลิก เพราะว่า กรดเทอเรพทาลิก มีจุดหลอมเหลวสูงและมีปัญหาการละลาย ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET)

2.4 ปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวง [14]

ปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวง (Cyclodepolymerisation; CDP) เป็นการสังเคราะห์สารประกอบวง จากสารตั้งต้นประเภทพอลิเมอร์เชิงเส้น (Linear polymer) ซึ่งหลักการของเทคนิคนี้คือ การทำปฏิกิริยาภายในสายโมเลกุลของพอลิเมอร์สายโซ่ตรง (Intramolecular reaction) เกิดเป็นสารประกอบวง ดังแสดงในรูปที่ 2.4

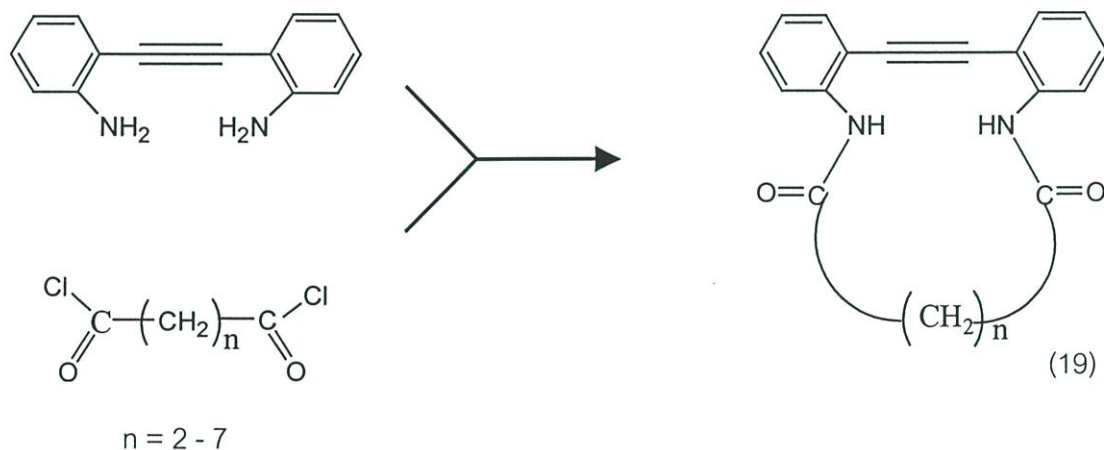


รูปที่ 2.4 การเกิดปฏิกิริยาภายในสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์

ดังนั้นสารประกอบวงที่ได้จะมีทั้งที่เป็นมอนอเมอร์ ไดเมอร์ ไตรเมอร์ และสารประกอบโพลิโกลิเมอร์ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาเทคนิคการสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิโกลิเมอร์เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวงจำนวนมาก ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นควรจะเป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นภายในโมเลกุลมากกว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นข้ามโมเลกุล ซึ่งทำได้โดยใช้เทคนิคสภาวะสารละลายเจือจางสูง (High dilution method) ดังจะกล่าวในหัวข้อต่อไป

2.4.1 วิธีสภาวะสารละลายเจือจางสูง

เทคนิคสภาวะสารละลายเจือจางสูง (High dilution method) มีการนำมาใช้ครั้งแรกในปี ค.ศ.1912 โดย Ruggli, P. เป็นการสังเคราะห์สารประกอบวงเอไมด์ ดังสมการที่ 19

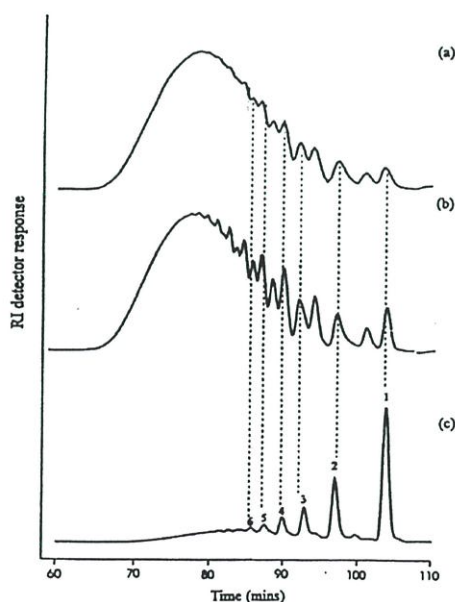


หลักการทั่วไป คือ เมื่อความเข้มข้นของสายโซ่โมเลกุลในตัวทำละลายต่ำ สายโซ่แต่ละสายของพอลิเมอร์อยู่ห่างกัน ทำให้หมู่ปลายที่ว่องไวของสายโซ่มีโอกาสทำปฏิกิริยาข้ามโมเลกุลน้อยลง ดังนั้นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นภายในโมเลกุลของสายโซ่เดียวกันจึงเกิดได้มาก ส่งผลทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวง

2.4.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์สารประกอบวงด้วยเทคนิคการดีพอลิ- เมอไรซ์แบบปิดวง

Wood, B.R และ Semlyen, J.A.[15] ทำการศึกษาสมบัติและการเตรียมสารประกอบประเภทวงขนาดใหญ่ของ Tetraethyleneglycol succinate จากปฏิกิริยาการดีพอลิเมอไรซ์แบบปิดวง โดยเริ่มต้นสังเคราะห์ Poly(tetraethyleneglycol succinate), PTGS ด้วยการพอลิเมอไรซ์แบบควบแน่นระหว่าง Dimethyl succinate กับ Tetraethylene glycol โดยมี Tetraisopropyl orthotitanate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 18 ชั่วโมง แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยการตกตะกอนในเมทานอลและอบให้แห้ง นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC ดังแสดงในรูปที่ 2.5(a) พบว่าพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก \bar{M}_w เท่ากับ 4,000 และการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (MWD) มีค่าประมาณ 2.1

สำหรับการดีพอลิเมอไรซ์แบบปิดวงทำได้โดยนำ Poly (tetraethyleneglycol succinate) มาทำการรีฟลักซ์ในตัวทำละลายคลอโรเบนซีน เป็นเวลา 96 ชั่วโมง โดยใช้อัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลายเท่ากับ 1/53 กรัม/มิลลิลิตร ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ คือ Dibutyltin bis(2-ethyl hexanoate) จากนั้นนำไประเหยตัวทำละลายและอบให้แห้ง แล้วนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC พบว่า เมื่อเวลาผ่านไป 12 ชั่วโมง จะเริ่มมีการเกิดสารประกอบวงขึ้น ดังรูปที่ 2.5(b) และเมื่อเวลาผ่านไป 72 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบวงที่มีหน่วยซ้ำตั้งแต่ 1-6



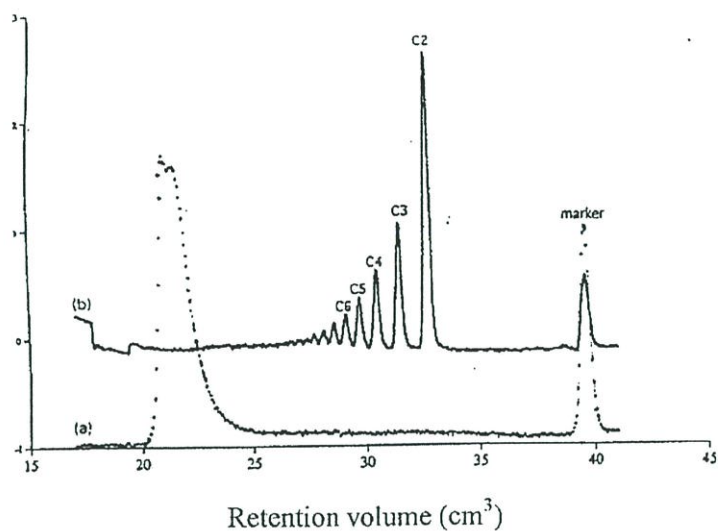
รูปที่ 2.5 ผล GPC โคโรมาโทแกรม ของ Tetraethylene succinate oligomers ที่เวลา (a) 0
(b) 12 และ (c) 72 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์ NMR ของสารประกอบที่เป็นวง ปรากฏว่าไม่พบหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ พบพีกที่น่าสนใจ 4 พีก คือ ที่ δ เท่ากับ 2.69 ppm เป็น Singlet ของโปรตอน ที่อยู่ติดกับหมู่-C=O ของ Ester linkage (-CO-CH₂-CH₂-COO-), ที่ δ เท่ากับ 4.27 ppm เป็น Triplet ของโปรตอนที่อยู่ติดกับออกซิเจนของ Ester linkage (-CH₂-O-CO-), ที่ δ เท่ากับ 3.67 ppm เป็น Singlet ของโปรตอนของ Oxyethylene backbone (-O-CH₂-CH₂-) และที่ δ 3.72 ppm เป็น triplet ของโปรตอนของ Oxyethylene ที่อยู่ติดกับ Ester linkage (-CH₂-CH₂-O-C=O) และจากผลการตรวจวิเคราะห์ด้วย FAB-MS พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วยสารประกอบวงที่มีหน่วยซ้ำตั้งแต่ 1-6

งานวิจัยของ Hall, A.J. และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย.[16] ได้ทำการสังเคราะห์ Cyclic oligo(hexylidene isophthalate) จากปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชัน โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์ Poly(hexylidene isophthalate) จากการรีฟลักซ์ กรดไอโซพาทาลิก กับ 1,6-ไดโบริโมเฮกเซน พร้อมการปั่นกวอนอย่างรุนแรงเป็นเวลา 78 ชั่วโมง แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยการตกตะกอนในเมทานอล นำตะกอนไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 50°C และความดัน 20 mmHg ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 72% เมื่อนำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ¹H-NMR พบว่ามีพีกเกิดขึ้นที่ค่า δ เท่ากับ 1.56(4H,m) 1.85(4H,m) 4.39(4H,t) 7.55(1H,t) 8.24(2H,d) และ 8.70(1H,m) ppm และจาก FTIR ได้ค่า ν_{\max} ที่ 2933 2896 2855 1721 1302 1237 และ 729 cm⁻¹ และจากการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค GPC พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (\bar{M}_n) เท่ากับ 15,500 และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (\bar{M}_w) เท่ากับ 34,000 ดังแสดงในรูปที่ 2.6 (a) ซึ่งสรุปได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็น Poly(hexylidene isophthalate)

สำหรับขั้นตอนการดีพอลิเมอร์ไรเซชันแบบปิดวงนั้น ทำได้โดยการรีฟลักซ์ Poly(hexylene isophthalate) ในตัวทำละลาย 1,2-ไดคลอโรเบนซีน เป็นเวลา 10 วัน โดยใช้ไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นนำไประเหยตัวทำละลาย และอบให้แห้งที่ความดัน 20 mmHg ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว 97% นำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ¹H-NMR และ FT-IR จะให้ผลสอดคล้องกัน คือ ไม่พบหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC จะพบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยลดลง ดังรูปที่ 2.6 (b) และจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค MS พบว่า สารประกอบวงที่เกิดขึ้นมีขนาดตั้งแต่ 2-mer ถึง 17-mer

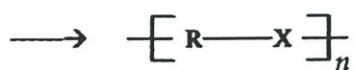
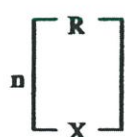
Refractive Index



รูปที่ 2.6 ผลของ GPC โครมาโทแกรม (a) Poly(hexylidene isophthalate) และ (b) Cyclic oligo(hexylidene isophthalate) จากการดีพอลิเมอร์แบบปิดวง (CDP) ของ Poly(hexylidene isophthalate)

2.5 ปฏิกริยาพอลิเมอร์เซชันแบบเปิดวง [3]

การพอลิเมอร์เซชันแบบเปิดวง (Ring-opening polymerisation; ROP) เป็นอีกวิธีหนึ่งที่ใช้ในการสังเคราะห์เชิงเส้นโดยวิธีนี้จะใช้มอนอเมอร์ที่มีลักษณะเป็นวง (Cyclic monomer) เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา




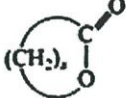
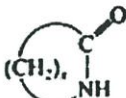

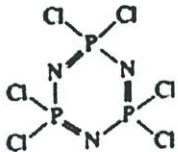


โดยที่ -X- จะเป็นหมู่เชื่อมโยง (Linking group)

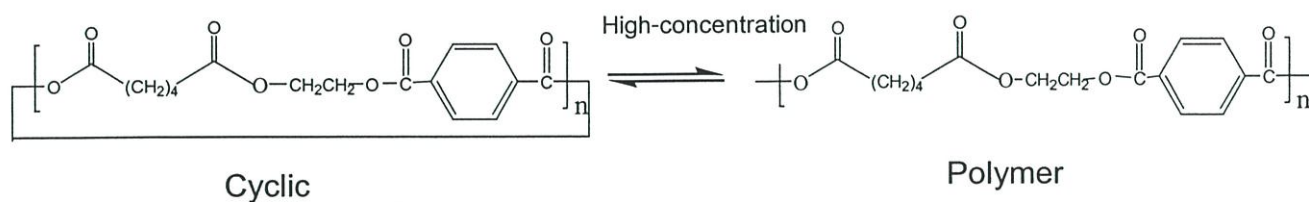
เช่น -O-, -COO-, -NH-CO-

ตัวอย่างพอลิเมอร์สังเคราะห์นี้ได้ด้วยวิธี ROP แสดงดังตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 พอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค ROP

Polymer type	Polymer repeating group	Monomer structure	Monomer type
Polyalkene	$-\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_n-$		Cycloalkene
Polyether	$-\text{CH}_2\text{O}-$		Trioxane
Polyether	$-(\text{CH}_2)_n\text{O}-$		Cyclic ether ^a
Polyester	$-(\text{CH}_2)_n\text{CO}-$		Lactone
Polyamide	$-(\text{CH}_2)_n\text{CNH}-$		Lactam
Polysiloxane	$-\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{Si-O} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]-$		Cyclic siloxane
Polyphosphazene	$-\left[\begin{array}{c} \text{Cl} \\ \\ \text{P}=\text{N} \\ \\ \text{Cl} \end{array} \right]-$		Hexachlorocyclotriphosphazene ^b

องค์ประกอบที่มีผลต่อการเปิดวงคือ แรงผลักดัน (Driving force) ของมอนอเมอร์ชนิดวง (Cyclic monomer) โดยคำนึงถึงผลจากความเครียด (Stress) หรือความเกะกะ (Steric) ขององศาพันธะระหว่างกลุ่มของอะตอมที่อยู่ภายในวง ลักษณะของมอนอเมอร์ที่เป็น 3-4 เหลี่ยมจะมีผลจากความเครียดภายในวงจึงทำให้เกิดการเปิดวงขึ้น ส่วนมอนอเมอร์ที่มีลักษณะ 8-10 เหลี่ยมจะมีผลจากความเกะกะของกลุ่มอะตอมภายในวงจึงส่งผลให้เกิดการเปิดวง สำหรับมอนอเมอร์ที่มีลักษณะมากกว่า 10 เหลี่ยมนั้นจะมีความเครียดและความเกะกะน้อยมากจึงมีโอกาสที่จะเกิดการเปิดวงยากกว่ามอนอเมอร์ 3-4 และ 8-10 เหลี่ยม ทำให้พอลิเมอร์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ดังนั้นจึงต้องทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงในสภาวะความเข้มข้นสูง โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดการพอลิเมอไรส์สูง ดังแสดงในรูปที่ 2.7



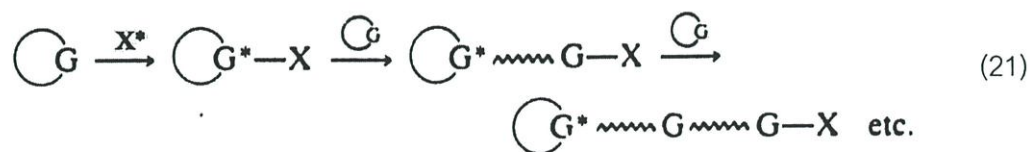
รูปที่ 2.7 สมดุลของปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวงและพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง

การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบเปิดวงนี้将有ความแตกต่างจากการสังเคราะห์แบบควบแน่นตรงที่ไม่มีการหลุดออกมาของโมเลกุลเล็ก กลไกการเปิดวงของ ROP โดยทั่วไปมี 2 รูปแบบ คือ [3]

1. สารประกอบไอออนิกหรือสารประกอบโคออดิเนชัน (X^+) จะเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ที่บริเวณหมู่ฟังก์ชันของมอนอเมอร์นั้น (G) จากนั้นจึงเกิดการเปิดวงบริเวณปลายจะเกิดหมู่ที่พร้อมจะเข้าทำปฏิกิริยาต่อไป (G^+) และเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ตัวอื่นทำให้เกิดการเปิดวงต่อไปดังสมการที่ 20

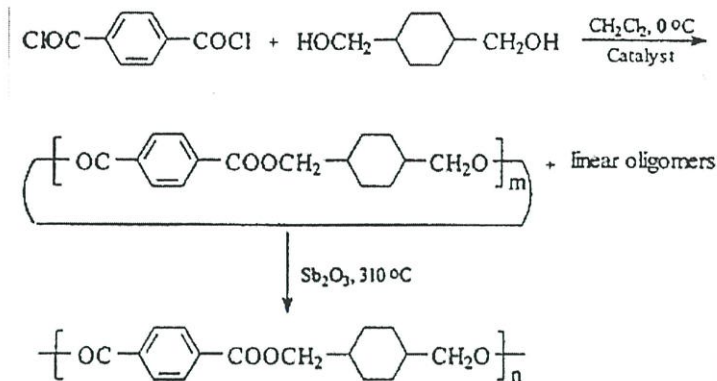


2. สารประกอบไอออนิก หรือสารประกอบโคออดิเนชัน (X^+) จะเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์เกิดเป็นสารประกอบโคออดิเนชัน (ส่วนใหญ่เป็นแคทไอออน) จากนั้นจะทำปฏิกิริยาเปิดวงกับมอนอเมอร์ตัวอื่นต่อไป ดังสมการที่ 21



ตัวอย่างของงานวิจัยที่มีการสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยเทคนิค ROP

งานวิจัยของ Xin-Hua, W. และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [17] ได้ทำการสังเคราะห์ Poly(1,4-cyclohexylenedimethylene terephthalate), PCT โดยวิธีการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง โดยวงโพลิเมอร์ดังกล่าว เตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่าง 1,4-Cyclohexanedimethanol (CHDM) กับ Terephthaloyl chloride ภายใต้สภาวะสารละลายเจือจางสูง ดังแสดงในรูปที่ 2.8

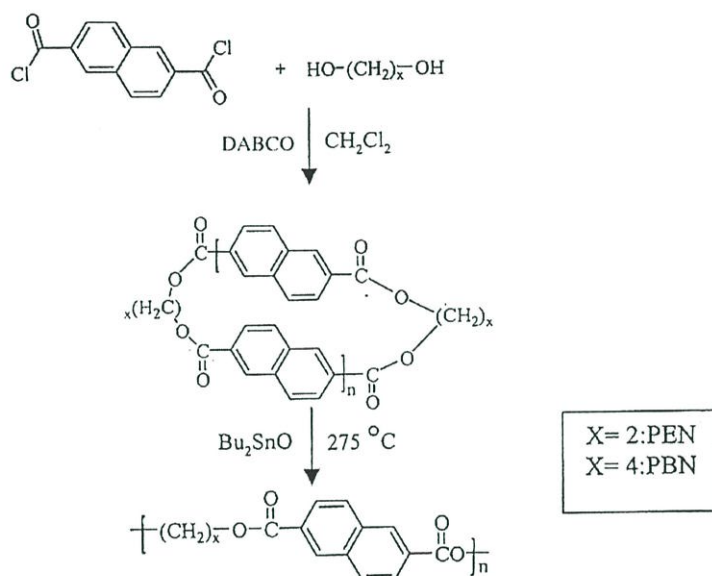


รูปที่ 2.8 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ Poly(1,4-cyclohexylene dimethylene terephthalate) (PCT)

จากนั้นจะทำการแยกวงโพลิโกเมอร์ออกจากพอลิเมอร์เชิงเส้น นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR และ $^1\text{H-NMR}$ พบว่าไม่พบพีกของหมู่ไฮดรอกซิลหรือหมู่คาร์บอนิล ซึ่งเป็นหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเมอร์ $^1\text{H-NMR}$ พบพีกที่ δ เท่ากับ 3.45-3.54 ppm ซึ่งเป็นพีก H ของ Methylene group ที่ติดอยู่กับหมู่ไฮดรอกซิล ที่ δ เท่ากับ 4.21-4.33 ppm เป็นพีก H ของ Methylene group ที่ติดอยู่กับหมู่เอสเทอร์ และที่ δ เท่ากับ 1.17-2.07 ppm เป็นพีก H ในวงไซโคลเฮกเซน และที่ δ 8.1 ppm เป็นพีก H ที่อยู่ในวงเบนซีน ผลิตภัณฑ์วงโพลิโกเมอร์ที่ได้มีทั้งที่เป็นไดเมอร์ ไตรเมอร์ เตตระเมอร์ เพนตะเมอร์ และเฮกซะเมอร์ ซึ่งส่วนใหญ่เป็นไซคลิกไตรเมอร์ 60% ของไซคลิกผสมทั้งหมด ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์สารประกอบวงสูง คือ 1,4-diazabicyclo(2,2,2) octane (DABCO) และศึกษาผลของโครงสร้างของ CHDM ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ ทำได้โดยการใช้ CHDM ที่มีอัตราส่วน cis:tran 30:70 และ cis-CHDM 100% ในการสังเคราะห์สารประกอบวง พบว่า สารตั้งต้น CHDM ที่มีอัตราส่วน cis:tran 30:70 จะให้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์สารประกอบวงสูงกว่าการใช้ cis-CHDM เพียงอย่างเดียว

สำหรับขั้นตอนการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงทำได้โดยการนำสารประกอบวง C-PCT ที่สังเคราะห์ได้และตัวเร่งปฏิกิริยา ผสมกัน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 310°C เป็นเวลา 30 นาทีภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ศึกษาในงานวิจัยนี้ได้แก่ NO , CaO , $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ และ Sb_2O_3 จากผลการวัดความหนืด (Inherent viscosity) ของผลิตภัณฑ์ PCT ที่เกิดขึ้น พบว่าเมื่อใช้ Sb_2O_3 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้ความหนืดเพิ่มสูงขึ้น แสดงถึงการเกิดการพอลิเมอไรซ์ของ PCT และผลของ FT-IR พบว่ามีพีกของหมู่ไฮดรอกซิลของปลายสายโซ่พอลิเอสเทอร์เกิดขึ้น ทำให้ช่วยพิสูจน์ได้ว่าการปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันขึ้น

งานวิจัยของ Hubbard, P. และ Brittain, W.J. [18] เป็นการสังเคราะห์ Poly(alkane 2,6-naphthalenedicarboxylate) โดยวิธีการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของวงของวงโพลิโกเมอร์ (Cyclic oligomers) โดยที่วงโพลิโกเมอร์ดังกล่าวสามารถเตรียมได้จาก Alkanediol และ 2,6-Naphthalenedicarbonyl chloride โดยใช้ Diazobicyclooctane (DABCO) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และทำหน้าที่เป็นตัวรับกรด (Acid acceptor)



รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงโพลิโกเมอร์ของ Poly(alkylene 2,6-naphthalenedicarboxylate)

ในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาปิดวงนั้น ทำได้โดยการนำ 2,6-naphthalenedicarbonyl chloride 0.005 โมล มาทำปฏิกิริยากับอัลเคนไดออลในไดคลอโรมีเทน 100 มิลลิลิตร ที่ 0°C โดยเติม DABCO ลงไป 0.0125 โมล ในงานวิจัยนี้ใช้ อัลเคนไดออล 2 ชนิด คือ บิวเทนไดออล และอีเทนไดออล จากปฏิกิริยาระหว่าง 2,6-Naphthalenedicarbonyl chloride กับ บิวเทนไดออล ได้ผลิตภัณฑ์เป็นวงโพลิโกเมอร์ของ Poly(butylenes 2,6-naphthalenedicarboxylate), PBN โดยมีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 75 และเมื่อใช้เอทิลีนไดออลแทนบิวเทนไดออล จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น Poly(ethylenes 2,6-naphthalenedicarboxylate), PEN ที่เป็นวงโพลิโกเมอร์ มีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 57

เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้ง 2 ชนิด มาทดสอบด้วยเทคนิค GPC IR $^1\text{H-NMR}$ และ MS พบว่าให้ผลทำนองเดียวกันคือ จากเทคนิค GPC พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นโพลิโกเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำไม่พบพีกของหมู่ไฮดรอกซี และไม่พบสัญญาณโปรตอนของหมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งเป็นหมู่

ปลายสายโซ่ (End group) ของพอลิเมอร์เชิงเส้นในเทคนิค IR และ $^1\text{H-NMR}$ ตามลำดับ ข้อมูลจาก MS ระบุว่ามีการแตกที่ m/z เท่ากับ 579 และ 849 ซึ่งเป็นพีคของวงไดเมอร์ และวงไตรเมอร์ของ PBN และมีพีคที่ m/z เท่ากับ 485 727 969 และ 1211 ซึ่งเป็นพีคของวงไดเมอร์ วงไตรเมอร์ วงเตตระเมอร์ และวงเพนตะเมอร์ของ PEN ตามลำดับ จึงยืนยันได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้ง 2 ชนิดนั้นเป็นสารประกอบวง และจากเทคนิค GPC พบว่า สารประกอบวง PBN จะมีปริมาณวงไตรเมอร์มากที่สุด ในขณะที่สารประกอบ PEN มีปริมาณวงไดเมอร์มากที่สุด

การทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวง PBN ทำได้โดยนำสารประกอบวง PBN มาเติมไดบิวทิลทินออกไซด์ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่ง โดยมีไดคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลาย ระเหยตัวทำละลาย และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 275°C เป็นเวลา 15 นาที ภายใต้สภาวะสุญญากาศ จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น PBN ในทำนองเดียวกัน สารประกอบวง PEN จะใช้ทิตาเนียม(IV)ไอโซพริกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีไดคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลาย ระเหยตัวทำละลาย และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $295\text{-}300^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 25 นาที ภายใต้สภาวะสุญญากาศ จะได้ PEN เป็นผลิตภัณฑ์

งานวิจัยของชาลธร จันทรทัต และธีรวัฒน์ เฉลิมสุขศรี [19] ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาการดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง และการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ Poly(ethylene terephthalate), PET โดยมีขั้นตอนดังนี้

ในขั้นตอนการดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง โดยรีฟลักซ์ PET ในตัวทำละลาย มีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งในการทดลองพบว่าตัวทำละลายที่เหมาะสม คือ ออโรไดคลอโรเบนซีน ซึ่งอัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลาย ในหน่วยกรัม/มิลลิลิตร ที่เหมาะสม คือ 1:40 ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 วัน ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นวงโพลิโกเมอร์ 76% และเมื่อวิเคราะห์จาก FT-IR พบว่ามีสัญญาณของหมู่ C=O ที่ 1721 cm^{-1} และ C-O ที่ 1264 cm^{-1} กับ 1090 cm^{-1} โดยที่ไม่พบสัญญาณของ -OH ซึ่งเป็นหมู่ปลายของสายโซ่โพลิโกเมอร์เชิงเส้น ส่วนผลที่ได้จากเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบที่ δ เท่ากับ 4.7 ppm (4H, S, CH_2) และที่ δ เท่ากับ 8.1 ppm (4H, S, Aromatic) โดยพบสัญญาณโปรตอนของหมู่เมทิลีนที่ต่อกับหมู่ -OH น้อยมาก และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค MS พบว่าสารประกอบวงที่สังเคราะห์ได้มีตั้งแต่ cyclic 3-mer ไปจนถึง 10-mer ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC เท่ากับ 1,090 และมีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกที่ตรวจวิเคราะห์ด้วย DSC ที่ 320°C

ส่วนในขั้นตอนการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงนั้น เป็นการนำ Cyclic PET ที่ได้จากปฏิกิริยา CDP มาทำการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 250°C พบว่าเวลาที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา คือ 60 นาที ซึ่งได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 84 และ

เมื่อตรวจวิเคราะห์ด้วย FT-IR จะพบพีก C-O ที่ 1256 cm^{-1} 1097 cm^{-1} และพีกของ C=O ที่ 1716 cm^{-1} และจากเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบพีกที่ δ 4.8 ppm (4H, S, CH_2) และ 8.1 ppm (4H, S, Aromatic) พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา ROP มีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกที่ตรวจวิเคราะห์ด้วย DSC ที่ 252°C และ 278°C ซึ่งผลที่ได้จากการตรวจสอบด้วยเทคนิคต่างๆพบว่า PET ที่ได้จากปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบเปิดวงมีผลที่สอดคล้องกับ PET ก่อนทำปฏิกิริยา

กมลวรรณ รัตนภักดิ์ พนอ วรรณวงศ์ และนางสาวศิริยา เจียมสกุล [20] ทำการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต พอลิเอทิลีนกลูตาเรต และพอลิเมอร์ร่วมโดยปฏิกิริยาการดีพอลิเมอไรส์แบบเปิดวง โดยเริ่มจากสังเคราะห์พอลิเอทิลีนกลูตาเรต จากการพอลิเมอไรส์แบบควบแน่นของไดเมทิลกลูตาเรตกับเอทิลีนไกลคอล โดยมีทิกทาเนียมไอโซโพรพอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC FTIR และ $^1\text{H-NMR}$ พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มี \bar{M}_w เท่ากับ 4,498 ซึ่งไม่สูงมากนัก พบสัญญาณที่ $3200\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ และที่ δ เท่ากับ 3.6 และ 3.8 ซึ่งบอถึงหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอทิลีนกลูตาเรต

ในขั้นตอนการดีพอลิเมอไรส์แบบเปิดวงของสารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต (C-PET) สารประกอบวงโพลิเอทิลีนกลูตาเรต (C-PEG) ทำได้โดยรีฟลักซ์ PET เป็นเวลา 2 วัน และ PEG เป็นเวลา 5 วัน ในตัวทำละลายออกโทไดคลอโรเบนซีนและคลอโรเบนซีน ตามลำดับ มีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อนำผลิตภัณฑ์ทั้งสองไปตรวจสอบด้วยเทคนิค GPC พบว่า การทำปฏิกิริยา CDP ของ PET โดยใช้อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์กับตัวทำละลายเท่ากับ 1: 40 ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 86 มี \bar{M}_w ต่ำกว่า 456 ผลจากการทำปฏิกิริยา CDP ของ PEG โดยใช้อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์กับตัวทำละลายเท่ากับ 1:60 ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 98 มี \bar{M}_w ต่ำกว่า 456 ส่วนผลของ FTIR และ $^1\text{H-NMR}$ จะให้ผลที่สอดคล้องกันคือ ไม่พบหมู่ปลายสายโซ่โมเลกุล

หลังจากการทำปฏิกิริยา CDP นำเอาผลิตภัณฑ์ประเภทที่สังเคราะห์ได้ไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรส์แบบเปิดวง (ROP) โดยแบ่งพอลิเมอร์ที่จะสังเคราะห์เป็น 3 ชนิด PEG PET และ Co-PEG/PET ได้ผลการทดลองดังนี้

- PET ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิค ROP ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์อยู่ในช่วง 57-78 มี T_m ประมาณ 239°C ผลการวิเคราะห์ด้วย FTIR และ $^1\text{H-NMR}$ พบว่ามีผลที่ใกล้เคียงกับขวดน้ำ PET ที่นำมาใช้ในการทดลอง และเมื่อนำมาทดสอบการละลายในตัวทำละลายต่างๆ ไป พบว่า PET ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิค ROP นี้จะไม่ละลายในคลอโรฟอร์ม และเตตระไฮโดรฟิวแรน ซึ่งตัวทำละลายเหล่านี้สามารถละลาย C-PET ได้

- PEG ที่ได้สังเคราะห์ จากเทคนิค ROP ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์อยู่ในช่วง 61-91 มี T_m ประมาณ 99°C พอลิเมอร์ที่ได้มี \overline{M}_w ตั้งแต่ 2,755-3,388
- Co-PEG/PET ที่สังเคราะห์ได้มีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์อยู่ในช่วง 97-100 พอลิเมอร์รวมที่ได้มี \overline{M}_w ตั้งแต่ 3,566-129,082

2.6 วัสดุประกอบ [21]

เนื่องจากวัสดุชีวภาพที่ผลิตมาจากโลหะ พอลิเมอร์ หรือเซรามิกส์เพียงอย่างเดียวอาจจะมีข้อด้อยในสมบัติบางประการ ดังนั้นจึงได้มีการพัฒนาโดยนำเอาวัสดุแต่ละชนิดมาประกอบรวมกันเพื่อให้ได้เป็นวัสดุที่มีสมบัติตามต้องการและสามารถนำไปใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพซึ่งวัสดุที่ว่านี้ เรียกว่า วัสดุประกอบ (Composites)

● ความหมายของวัสดุประกอบ

วัสดุประกอบ (Composites) คือ วัสดุที่ประกอบด้วยองค์ประกอบสองส่วน (หรือมากกว่า) ที่วิญภาคที่แตกต่าง ซึ่งองค์ประกอบสองส่วนหลัก ได้แก่

1. ส่วนเสริมแรง (Reinforced phase) คือ ส่วนที่เป็นโครงสร้างที่ให้ความแข็งแรงแก่วัสดุประกอบ วัสดุที่เป็นส่วนเสริมแรงนี้จะมีความแข็งแรงและมอดุลัสสูง เช่น เส้นใยคาร์บอน เส้นใยพอลิเมอร์ เซรามิกส์ เป็นต้น
2. เมตริกซ์ (Matrix) เป็นวัสดุที่ทำหน้าที่ยึดส่วนเสริมแรงเข้าด้วยกัน โดยจะล้อมรอบและปกป้องส่วนเสริมแรงจากสภาวะสิ่งแวดล้อมภายนอก เมตริกซ์จะทำหน้าที่เป็นตัวกลางถ่ายเทแรงที่ได้รับไปสู่ส่วนเสริมแรง

วัสดุประกอบที่ใช้ในงานทางการแพทย์มีด้วยกันหลายชนิด เช่น วัสดุประกอบระหว่างเซรามิกส์กับโลหะ เซรามิกส์กับพอลิเมอร์ เป็นต้น เมื่อพิจารณาในส่วนวัสดุประกอบระหว่างเซรามิกส์กับพอลิเมอร์จะเห็นได้ว่า วัสดุประกอบชนิดนี้จะมีสมบัติที่ใกล้เคียงกับกระดูกในร่างกายมาก เนื่องจากวัสดุชนิดนี้ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของเซรามิกส์จะทำหน้าที่เปรียบเสมือนเนื้อเยื่อแข็งในกระดูก และส่วนของพอลิเมอร์จะทำหน้าที่เปรียบเสมือนเนื้อเยื่ออ่อนในกระดูก

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยของ Wang, M. และผู้ร่วมวิจัย [22] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HAp) กับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) ที่เรียกว่า HAPEX™ โดยใช้ HAp ที่มีขนาดอนุภาคและลักษณะรูปร่างแตกต่างกัน 2 ขนาดคือ HAp P88 ที่มีขนาดอนุภาค 4.14 μm และ HAp P81B ที่มีขนาดอนุภาค 7.32 μm

การทดลองได้เตรียมวัสดุประกอบ HAPEX™ ให้มีอัตราส่วน HAp ในวัสดุประกอบดังนี้คือ 0 10 20 30 40 และ 45% โดยปริมาตร จากนั้นนำไปขึ้นรูปโดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้ คือ นำ HAp และเม็ดพลาสติก HDPE ผสมกันในเครื่องผสม เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นใส่ลงในเครื่องอัดรีดแบบเกลียวทวนคู่ (Twin screw extruder) เพื่อทำสารประกอบ นำสารประกอบที่ได้ไปขึ้นรูปเป็นวัสดุประกอบโดยการกดอัด (Compression moulding) นำไปทดสอบสมบัติเชิงกลต่างๆ

จากผลการทดลองพบว่า ค่ามอดุลัสแรงบิด (Torsional modulus) มอดุลัสแรงดึง (Tensile modulus) และความแข็งแรงดึง (Tensile strength) มีค่าเพิ่มขึ้นแต่ความเครียดแตกหัก (Fracture strain) ลดลง เมื่อ % HAp ในวัสดุประกอบเพิ่มขึ้น เนื่องจาก HAp ทำหน้าที่เป็นส่วนที่เสริมแรงในวัสดุประกอบ เมื่อปริมาณ HAp เพิ่มขึ้นจึงทำให้สมบัติดังกล่าวเพิ่มขึ้น และวัสดุประกอบที่มี HAp ขนาดอนุภาคเล็กกว่าจะมีค่ามอดุลัสแรงบิด มอดุลัสแรงดึง และความแข็งแรงดึงสูงกว่า HAp ที่มีขนาดใหญ่ เพราะ HAp ที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะมีพื้นผิวสัมผัสกับพอลิเมอร์มากกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ ทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวเชิงกลระหว่างส่วนเสริมแรงกับเมตริกซ์มากขึ้น ทำให้มีสมบัติที่ดีกว่า

งานวิจัยของ Walsh, D. และผู้ร่วมวิจัย [23] ได้ทำการสังเคราะห์อวัยวะเทียมจากวัสดุประกอบ โดยการนำ HAp ที่มีรูพรุนมาทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน เพื่อให้ ϵ -คาโปรแลคโตนเข้าไปแทรกอยู่ในรูพรุน ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์วัสดุประกอบที่ 2 อุณหภูมิ คือ 120°C และ 80°C

ในการเตรียมซีเมนต์ HAp ที่มีรูพรุน จะเตรียมโดยนำเตตระแคลเซียมฟอสเฟตโมโนออกไซด์ ($\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$, TCPM) แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) และโมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮดรต ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, MCPM) มาผสมกัน โดยมีสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์ทรงกระบอกจะได้เป็นบล็อกของซีเมนต์ที่มีรูพรุน เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนจะนำไปแช่ใน Simulated body fluid (SBF) ที่ pH 7.4 อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 3 วัน และปล่อยให้แห้ง จากการตรวจวิเคราะห์บล็อกของซีเมนต์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าก่อนนำไปแช่ในสารละลาย SBF บล็อกซีเมนต์จะมีรูพรุนภายในเชื่อมต่อกัน

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 mm แต่หลังจากแช่ในสารละลาย SBF จะมีที่ว่างภายในเชื่อมต่อกัน ขนาด 200 nm

สำหรับการสังเคราะห์วัสดุประกอบระหว่างพอลิคาโปรแลคโตนกับ HAp จะนำบล็อกซีเมนต์ (หรือบล็อกของ HAp) มาทำการหยดด้วยสารละลายเจือจางของพอลิคาโปรแลคโตน (\bar{M}_w เท่ากับ 80,000) ในคลอโรฟอร์ม จากนั้นนำไปอบให้มีน้ำหนักคงที่ที่อุณหภูมิ 50°C ก่อนวางลงในขวดสามคอ ทำการไล่อากาศภายในบล็อก HAp ภายใต้สภาวะไนโตรเจน เติมนอนอเมอร์ ϵ -คาโปรแลคโตน ที่ทำให้บริสุทธิ์แล้ว 50 กรัม และเติมน้ำกลั่นเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา โดยในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ คือ 120°C และ 80°C จะใช้น้ำกลั่น 0.03 และ 0.06 กรัม ตามลำดับ จากนั้นทำให้ขวดสามคออยู่ในสภาวะสุญญากาศ เพื่อให้มอนอเมอร์เข้าไปอยู่ในบล็อกของ HAp ได้เป็นบล็อกวัสดุประกอบ จากนั้นนำไปใส่ในหลอดแก้ว ทำการไล่อากาศ และเก็บที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 10 วันและที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 60 วันในตู้อบ ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันจะยุติโดยการนำบล็อกของวัสดุประกอบออกจากตู้อบและทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะได้วัสดุประกอบที่มีพอลิเมอร์แทรกอยู่ในรูพรุนของ HAp

เมื่อนำวัสดุประกอบที่ได้มาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Size Exclusion Chromatography (SEC) ของ พอลิคาโปรแลคโตนหลังจาก 10 วัน ที่ 120°C มี \bar{M}_w ค่าเท่ากับ 7.1×10^3 กรัมต่อโมล และหลังจาก 60 วัน ที่ 80°C มีค่า \bar{M}_w เท่ากับ 16.8×10^3 กรัมต่อโมล จากผลการทดสอบความแข็งแรงกด (Compressive strength) ของวัสดุประกอบพอลิคาโปรแลคโตนที่ทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 7 วัน และ 60 วัน พบว่า มีค่าความแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นจาก 9 MPa เป็น 26 MPa และ 37 MPa ตามลำดับและจากผลการทดสอบความสามารถในการเปียกน้ำ (Wettability) ของพื้นผิว พบว่าวัสดุประกอบมีมุมสัมผัสน้ำ (Contact angle) โดยเฉลี่ยเท่ากับ 64° ซึ่งเป็นมุมที่เหมาะสมต่อการยึดพื้นผิวและการเจริญเติบโตของเซลล์

งานวิจัยของ Ignjatovic, N. และกลุ่มผู้ร่วมวิจัย [24] ได้ทำการสังเคราะห์ และศึกษาสมบัติของวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ Poly-L-Lactide (PLLA) เพื่อใช้เป็นวัสดุชีวภาพ โดยการทดลองเริ่มจากการสังเคราะห์ HAp ด้วยเทคนิคการตกตะกอนระหว่างแคลเซียมไนเตรด ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$) กับไตรแอมโมเนียมฟอสเฟต $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ และมีแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เป็นตัวปรับค่า pH ไม่ให้ต่ำกว่า 10 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ



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

ส่วนพอลิเมอร์ PLLA ได้จากการพอลิเมอไรเซชันของมอนอเมอร์ L-Lactide โดยมี Sn-octanoate เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีอัตราส่วน มอนอเมอร์ต่อตัวริเริ่ม ($[M] / [I]$) เท่ากับ 1000-20000 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 103°C ใช้เวลาในการพอลิเมอไรซ์ 12-88 ชั่วโมง ซึ่ง PLLA ที่สังเคราะห์ได้จะมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยประมาณ 400,000 มีเปอร์เซ็นต์ผลึกเท่ากับ 73.8 และผลของสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ค่า δ เท่ากับ 5.0-5.3 ppm เป็นพีกโปรตอนของ Methine (Quartet) ที่ δ เท่ากับ 1.6 ppm เป็นพีกโปรตอนของ Methyl(Doublet) และที่ค่า δ เท่ากับ 0.5 และ 1.03 ppm เป็นพีกของหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ หรือตัวริเริ่มที่ติดอยู่ในพอลิเมอร์

สำหรับการขึ้นรูปวัสดุประกอบทำได้โดยละลาย PLLA ในคลอโรฟอร์มนำไปผสมกับ HAp แล้วนำไปขึ้นรูปโดยการกดอัดในแม่พิมพ์ทรงกระบอกที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 mm. ที่ความดัน 49-490.5 MPa อุณหภูมิ $20-184^\circ\text{C}$ เป็นเวลาดังแต่ 15-60 นาที จะได้ชิ้นงานที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 mm. สูง 10 mm.

จากผลการทดลองพบว่า เมื่อปริมาณ PLLA ในวัสดุประกอบเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งแรงกดมีค่าลดลง และที่อัตราส่วน PLLA ในวัสดุประกอบ 15% โดยน้ำหนัก จะมีค่าความแข็งแรงกดสูงสุดเท่ากับ 25 MPa แต่ในงานวิจัยนี้เลือกศึกษาผลของอุณหภูมิ ความดัน และเวลาในการขึ้นรูปวัสดุประกอบ ในวัสดุประกอบที่มีอัตราส่วน PLLA 20% โดยน้ำหนักเนื่องจากมีสมบัติที่ใกล้เคียงกับกระดูกในร่างกายมากที่สุด ซึ่งจะให้ผลดังนี้ เมื่ออุณหภูมิและความดันในการขึ้นรูปเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งแรงกดอัดและความหนาแน่นจะมีค่าเพิ่มขึ้น ที่อุณหภูมิ 184°C วัสดุประกอบจะมีค่าความแข็งแรงกดสูงสุด เนื่องจาก PLLA จะเกิดการหลอมเหลวและสามารถแทรกตัวเข้าไปในช่องว่างระหว่าง HAp ทำให้เกิดการยึดติดระหว่างวัฏภาค 2 วัฏภาคได้ดีขึ้น

งานวิจัยของ Metodija, Z. และคณะ [25] ได้ศึกษาวิธีการเคลือบผิวโลหะผสม Ti6Al4V ด้วย HAp ด้วยกระบวนการทางเคมีพื้นฐาน งานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วน คือ ขั้นตอนเตรียมพื้นผิวของวัสดุ Ti6Al4V ขั้นที่ 2 การเคลือบผิวด้วยวัสดุ HAp และขั้นที่ 3 การตรวจวิเคราะห์ ซึ่งในขั้นตอนเตรียมพื้นผิวทำได้โดยขัดผิววัสดุ Ti6Al4V ด้วยกระดาษทราย แล้วนำไปแช่ในสารละลาย KOH เข้มข้น 2 โมล/ลิตร ที่อุณหภูมิ 95°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานมาเคลือบผิวด้วย HAp โดยแช่ชิ้นงานในอ่างที่มีสารเคมีที่ใช้ในการเคลือบวัสดุ 2 อ่าง ซึ่งทั้งสองอ่างประกอบด้วยสารเคมีต่างๆ ดังตารางที่ 2.7

ตารางที่ 2.7 ส่วนประกอบของสารเคมีที่ใช้ในการเคลือบ Ti6Al4V

อ่างที่ 1	อ่างที่ 2
EDTA	EDTA
NaOH	KOH
Na ₂ HPO ₄	KH ₂ PO ₄
CaCl ₂	Ca(NO ₃) ₂

นำสารละลายจากอ่างที่ 1 และ อ่างที่ 2 มาอย่างละ 50 cm³ ใส่บีกเกอร์ แขนงขึ้นงาน Ti6Al4V ในแนวตั้งจากจุ่มลงในสารละลาย ให้ความร้อนที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.8

ตารางที่ 2.8 อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเคลือบผิว Ti6Al4V

อุณหภูมิในการเคลือบผิว (°C)	เวลาที่ใช้ในการเคลือบ (ชั่วโมง)
65	1
80	3
95	3

จากผลการทดลองพบว่าการเตรียมพื้นผิวขึ้นงานโดยการแช่ในสารละลาย KOH ก่อนการแช่ขึ้นงานในอ่างสารเคมีที่ 1 และ 2 จะช่วยลดการแตกของชั้นเคลือบ HAp ผลการเคลือบ HAp ด้วยสารเคมีในอ่างที่ 1 และ อ่างที่ 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 จึงเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ทำให้อัตราส่วน Ca:P เท่ากับค่ามวลสารสัมพันธ์ทางทฤษฎีของไฮดรอกซีแอปาทิต

นอกจากนี้ Metodija, Z. ยังได้ศึกษาถึงสัดส่วนของสารเคมี อุณหภูมิ และเวลาที่เหมาะสมในการเคลือบผิว พบว่าอัตราส่วน EDTA ต่อ Ca(NO₃)₂·4H₂O ที่เหมาะสมคือ 1:1 โดยโมล และปริมาณของ KH₂PO₄ และ KOH ที่ทำให้เกิดการตกตะกอนของ HAp มากที่สุดคือ 1.5 และ 7 กรัม ตามลำดับ อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการเคลือบผิวคือ 65°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง. 85°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และ 95°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งที่อุณหภูมิ 85°C และ 95°C จะให้อัตราการเคลือบผิวเร็ว และความหนาของชั้นเคลือบสูง

งานวิจัยของ Leonor, I.B. และคณะ [26] ได้ทำศึกษาสมบัติเชิงกล พฤติกรรมการย่อยสลาย และความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบระหว่างแบ่งกับพอลิเมอร์ระหว่างพอลิเอทิลีนกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่เสริมแรงด้วย 45S5 Bioglass[®] (SEVA-C/Bioglass[®]) โดยแบ่งกับพอลิเมอร์ระหว่างพอลิเอทิลีนกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นส่วนเมตริกซ์ และ 45S5 Bioglass[®] เป็นส่วนเสริมแรงซึ่งผสมกันในอัตราส่วน 10% โดยน้ำหนัก (10-SEVA-C/Bioglass[®]) และ 40% โดยน้ำหนัก (40-SEVA-C/Bioglass[®]) ในขั้นตอนการผสมสารเสริมแรงกับพอลิเมอร์เมตริกซ์จะใช้เครื่อง 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 ถ้าเพิ่มปริมาณสารเสริมแรงในวัสดุประกอบจะทำให้ค่ามอดุลัสสูงขึ้น แต่ค่าความแข็งแรงดึงจะลดลง 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% สามารถเหนี่ยวนำให้ HAp มาเกาะที่ผิวของชิ้นงานได้ เมื่อเปรียบเทียบกับ SEVA-C ที่เสริมแรงด้วย HAp จะต้องมี HAp อย่างน้อยในวัสดุประกอบ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จึงจะก่อให้เกิดการเหนี่ยวนำให้ HAp มาเกาะผิวชิ้นงานในลักษณะเดียวกัน และเมื่อแช่วัสดุในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลาสั้นขึ้นจะทำให้ความหนาของชั้นเคลือบ HAp เพิ่มขึ้น ผลการย่อยสลายแสดงได้จากเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของวัสดุประกอบ และเปอร์เซ็นต์การดูดซับน้ำของชิ้นงาน พบว่าวัสดุประกอบ SEVA-C ที่เสริมแรงด้วย Bioglass[®] จะมีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปต่ำกว่า และมีเปอร์เซ็นต์การดูดซับน้ำมากกว่าวัสดุประกอบที่ไม่มีการเติม Bioglass[®] และ SEVA-C ที่เสริมแรงด้วย Bioglass[®] จะมี เปอร์เซ็นต์การดูดซับน้ำมากกว่าวัสดุประกอบที่ไม่ได้เสริมแรงด้วยเติม Bioglass[®] จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบสมบัติการย่อยสลายแล้วมาทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่า ชิ้นงานจะมีค่าความแข็งแรงดึง และความเครียด ณ จุดขาดลดลงเมื่อเวลาในการย่อยสลายเพิ่มขึ้น

งานวิจัยของนิริวดี บุญธัญทิพย์ และรุ่งทิพย์ สุวรรณจิตต์ [27] ได้ทำการศึกษาสมบัติความแข็งแรงกดและความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิอะดิเปต (HAp/PEA) สำหรับประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์ โดยเริ่มจากขั้นตอนการสังเคราะห์ HAp จากแคลเซียมไฮดรอกไซด์ และกรดฟอสฟอริกด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 10°C เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เพื่อควบคุมค่า pH ไม่ให้ต่ำกว่า 10 แล้วทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์

ด้วยเทคนิคการฉายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence, XRF) จะได้ผลอัตราส่วนแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี จากนั้นขึ้นรูป HAp ให้เป็นชิ้นงานที่มีรูพรุน โดยมีพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารยึดติด และทำการเผาที่อุณหภูมิ 1100°C เพื่อให้เกิดรูพรุนภายในชิ้นงานจะได้ชิ้นงานเป็นรูปลูกบาศก์ซึ่งมีความหนาแน่นเท่ากับ 1.47 g/cm³ และมีค่าความแข็งแรงกดเท่ากับ 25.4 MPa

ขั้นตอนที่ 2 ทำการสังเคราะห์ PEA จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นระหว่างไดเมทิลอะดิเปตกับเอทิลีนไกลคอล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเตตระไฮโซโพรพิลออกซิเทนแทนต์ ได้ PEA ที่มี \bar{M}_w เท่ากับ 4,280 และมีค่า MWD เท่ากับ 1.58 จากนั้นนำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาทำปฏิกิริยาดิพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวงโดยมีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดเป็นสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต (PEA)

ขั้นตอนที่ 3 ทำการสังเคราะห์วัสดุประกอบ HAp/PEA ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ C-PEA พบว่า มีฟิล์ม PEA ปกคลุมพื้นผิวทั้งภายนอกและภายในชิ้นงาน HAp ซึ่งพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จะมี \bar{M}_w เท่ากับ 4,450 MWD เท่ากับ 1.76 เมื่อนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบจะพบว่า มีพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบประมาณ 19 % ซึ่งจะทำให้วัสดุประกอบมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเป็น 1.7 g/cm³ และมีค่าความแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นเป็น 140 MPa ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นจากชิ้นงาน HAp บริสุทธิ์ประมาณ 5 เท่า

ขั้นตอนสุดท้ายนำวัสดุประกอบไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพโดยนำไปแช่ในสารละลายจำลองของเหลวภายในร่างกายมนุษย์ (SBF) ทั้งในระบบสภาวะคงที่และระบบที่มีการไหลผ่าน พบว่า มีการละลายของ HAp จากพื้นผิวของวัสดุประกอบทำให้ pH ของสารละลาย SBF สูงขึ้น จึงเกิดการก่อตัวของชั้น HAp ซึ่งประกอบด้วยผลึกรูปเข็มรวมตัวกันเป็นกลุ่มขึ้นที่พื้นผิวของวัสดุประกอบ ผลดังกล่าวชี้ให้เห็นว่าวัสดุประกอบที่เตรียมได้นี้มีความว่องไวทางชีวภาพ

งานวิจัยของวรรัตน์ สุทธิสุขสถาพร และคณะ [28] ได้ทำการศึกษาการเตรียมวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอปาทาไทต์กับพอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต (HAp/PET) เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลด้านความแข็งแรงกดและสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์ HAp จากการตกตะกอนร่วมระหว่างแคลเซียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริกด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมและมีการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไปเพื่อช่วยควบคุมค่า pH นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRF จะได้ผลอัตราส่วนแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี จากนั้นสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทเรพทาเลต (C-PET) จากปฏิกิริยาดิพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวงของเศษขวด PET โดยมีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ขั้นต่อมาทำการเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PET จากการขึ้นรูปด้วยการคลุกอัดแบบผงชั้นหนืด แล้วนำไปทำปฏิกิริยา แล้วนำไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงที่อุณหภูมิ 250°C โดยทำการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน HAp:PET ที่ 60:40 และ 50:50 พบว่า ชิ้นงาน HAp ที่เตรียมได้จากการอัดเม็ดมีความหนาแน่นเท่ากับ 1.9 g/cm^3 และมีค่าความแข็งแรงกดเท่ากับ 8 MPa แต่เมื่อขึ้นรูปเป็นวัสดุประกอบแล้ว มีความหนาแน่นเท่ากับ 20 g/cm^3 และเมื่อเพิ่มปริมาณ PET ในวัสดุประกอบทำให้ค่าความแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง 17-29 MPa

ขั้นตอนสุดท้ายเป็นการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ โดยการนำไปแช่ในสารละลายจำลองค้ำของเหลวภายในร่างกาย (Simulated Body Fluid, SBF) บนพื้นผิววัสดุประกอบ ซึ่งผลึก HAp ที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะเป็นผลึกทรงแท่งขนาดเล็กรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนคล้ายดอกกะหล่ำ จากผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่า วัสดุประกอบมีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

1. แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Calcium hydroxide, $\text{Ca}(\text{OH})_2$) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
2. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide, NH_4OH) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
3. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid, H_3PO_4) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
4. ไดเมทิลอะดิเปต (Dimethyl adipate, $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_4$) บริษัท Fluka เกรดวิเคราะห์
5. เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) บริษัท Fluka เกรดวิเคราะห์
6. ขวดพลาสติกโพลีเอทิลีนเทอแรพทาเลต (PET) ยี่ห้อสิงห์ ของบริษัทบุญรอดเอเชียเบเวอเรจ จำกัด
7. เตตระไอโซโพรพิลออร์โทไททาเนต (Tetraisopropyl orthotitanate, $\text{Ti}(\text{iPrO})_4$) บริษัท Fluka เกรดวิเคราะห์
8. ไดบิวทิลทินออกไซด์ (Dibutyltin oxide, $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{OSn}$) บริษัท Fluka เกรดวิเคราะห์
9. คลอโรเบนซีน (Chlorobenzene, $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
10. ออโร-ไดคลอโรเบนซีน (o-Dichlorobenzene, $\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
11. คลอโรฟอร์ม (Chloroform, CHCl_3) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
12. เมทานอล (Methanol, CH_3OH) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
13. กรดบอริก (Boric acid, H_3BO_3) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
14. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly(vinyl alcohol)) $\bar{M}_w = 70,000 - 100,000$
15. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
16. โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (Sodium hydrogen carbonate, NaHCO_3) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
17. โพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride, KCl) บริษัท Univar เกรดวิเคราะห์
18. ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตแอนไฮไดรต (Disodium hydrogen phosphate dehydrate anhydrous, Na_2HPO_4) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
19. แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (Magnesium chloride hexahydrate, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์

20. แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (Calcium chloride dihydrate, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
21. โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulphate, Na_2SO_4) บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์
22. ทริสไฮดรอกซีเมทิลอะมิโนมีเทน Tris(hydroxymethyl) aminomethane, $((\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2)$ บริษัท CARLO ERBA เกรดวิเคราะห์

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องวัดการคายรังสีเอกซ์ (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. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) บริษัท Bruker AG รุ่น D8 Advance
5. เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (Nuclear magnetic resonance spectrometer, NMR) บริษัท Bruker AG รุ่น NMR 300 AMX Advance 300 MHz
6. เครื่องเจลเพอเมชันโครมาโทกราฟี (Gel permeation chromatograph, GPC) บริษัท Millipore รุ่น Water 150-cv

คอลัมน์	: PLgel 10 μm Mixed B 2 columns ขนาด 7.8 x 300 nm วิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลในช่วง 500-10,000,000 ใช้พอลิสไตรีนเป็นสารมาตรฐาน
สารละลาย	: เตตระไฮโดรฟูแรน (THF) เกรด HPLC
อุณหภูมิคอลัมน์	: 30°C
อุณหภูมิส่วนฉีด	: 30°C
อุณหภูมิ solvent/pump	: 30°C
อัตราการไหล	: 1 ml/min
ปริมาณการฉีด	: 100 μL
เวลาในการฉีด	: 22 นาที
Detector	: Reflective index

- การเตรียมตัวอย่าง : พอลิเมอร์รวมในวัสดุประกอบทำได้โดยการสกัดออกมาจากวัสดุประกอบด้วยคลอโรฟอร์มจนหมดนำไปกรองและระเหยตัวทำละลายออกนำไปละลายใน THF ให้มีความเข้มข้น 0.5% w/v
: สารประกอบวงละลายใน THF ให้มีความเข้มข้น 0.5% w/v
7. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourrier Infrared Spectrophotometer, FT-IR) บริษัท Buker AG รุ่น IFS28
ความยาวคลื่น : 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1}
การเตรียมตัวอย่าง : ของแข็งอัดผสมกับ KBr ของเหลวหนืดละลายด้วยคลอโรฟอร์มแล้วทาบน KBr Plate ทิ้งให้คลอโรฟอร์มระเหยจนหมด
 8. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ FT-IR บริษัท Shimadzu Coporation รุ่น SSP-10A
 9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM-EDS) 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
อุณหภูมิที่ใช้ : $50\text{-}900\text{ }^{\circ}\text{C}$
อัตราการให้ความร้อน : $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$
 12. เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (Universal testing machine) บริษัท Lloyd instrument รุ่น LR30K
 13. อ่างควบคุมอุณหภูมิ รุ่น CBN28-30 และ Immersion circulator (FT01/5) รุ่น Isotemp
 14. เครื่องกรองลดความดัน บริษัท Buchi รุ่น B-169
 15. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter) บริษัท Denver Instrument รุ่น 225
 16. เครื่องอัลตราโซนิก บริษัท Ney Dental รุ่น 14H
 17. เครื่องควบคุมอัตราการหยุดสาร บริษัท Barnant รุ่น 77120-52
 18. เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น TC-254
 19. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot Plate) บริษัท Fisher Scientific รุ่น Fisherbrand
 20. เครื่องให้ความร้อนแบบหุ้ม (Heating Mantle)
 21. ชุดอุปกรณ์สำหรับทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง

22. ชุดอุปกรณ์สำหรับทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพในระบบสถานะที่มีการไหลเวียน
บริษัท Cole-Parmer รุ่น Masterflex 7553-85
อัตราการไหล : 130 ml/day
อุณหภูมิในการทดสอบ : 36.5 °C
23. ตู้อบลดความดัน (Vacuum Oven) บริษัท Hotpack รุ่น Model 273800
24. ตู้อบ บริษัท Fisher Scientific รุ่น Isotemp
25. เตาเผาสาร บริษัท Thermolyne รุ่น Furnace 6000
26. ปัมระบบสุญญากาศ บริษัท Edwards รุ่น RV12
27. มอเตอร์พร้อมใบพัดปั่นกวน
28. เทอร์โมสแตท
29. โกร่งบดสาร
30. ครูซิเบิลชนิดพอร์ซเลนและอลูมินา
31. บริภัณฑ์เครื่องแก้ว

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน

3.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทาइट

ทำการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) โดยการนำแคลเซียม 0.5 โมล ทำปฏิกิริยากับฟอสฟอรัส 0.3 โมล และเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เป็นตัวช่วยให้แคลเซียมตกผลึกได้สมบูรณ์ สามารถแบ่งการสังเคราะห์ HAp เป็น 3 วิธี คือ ตารางที่ 3.1-3.3

ตารางที่ 3.1 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ HAp โดยมี $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น

สารตัวอย่าง	ค่า pH สารละลาย ก่อนกรอง	ปริมาตร NH_4OH (ml)	เวลาในการเลี้ยง ตะกอน (hr)	อุณหภูมิในการ ทำปฏิกิริยา ($^{\circ}\text{C}$)
HAp1	10.43	350	3	34
HAp2	10.32	350	6	34
HAp3	10.23	350	12	34
HAp4	10.15	350	24	34
HAp5	11.05	350	3	20
HAp6	10.88	350	6	20
HAp7	10.72	350	12	20
HAp8	10.48	350	24	20

ตารางที่ 3.2 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ HAp โดยมี $\text{Ca}(\text{OH})_2$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น

สารตัวอย่าง	ค่า pH สารละลาย ก่อนกรอง	ปริมาตร NH_4OH (ml)	เวลาในการเลี้ยง ตะกอน (hr)	อุณหภูมิในการ ทำปฏิกิริยา ($^{\circ}\text{C}$)
HAp9	12.17	350	3	34
HAp10	11.88	350	6	34
HAp11	11.51	350	12	34
HAp12	11.20	350	24	34

ตารางที่ 3.3 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ HAp โดยมี $\text{Ca}(\text{OH})_2$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้นโดยควบคุมอัตราการหยดกรด H_3PO_4 และ NH_4OH

สารตัวอย่าง	ค่า pH สารละลายก่อนกรอง	อัตราการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH (ml/min)	เวลาในการเลี้ยงตะกอน (hr)	อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ($^{\circ}\text{C}$)
HAp13	10.45	0.24	6	10
HAp14	11.18	0.24	3	10
HAp15	11.90	0.24	0	10
HAp16	11.90	1.08	6	10
HAp17	12.15	1.08	3	10
HAp18	12.84	1.08	0	10
HAp19	12.93	1.50	0	10

นำสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ด้วยเทคนิคการฉายรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence spectrometer, XRF) เพื่อหาค่าองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้

* หมายเหตุ เส้นผ่านศูนย์กลางท่อ 0.035 นิ้ว ให้อัตราการหยด 0.24 ml/min
 เส้นผ่านศูนย์กลางท่อ 0.081 นิ้ว ให้อัตราการหยด 1.08 ml/min
 เส้นผ่านศูนย์กลางท่อ 0.110 นิ้ว ให้อัตราการหยด 1.50 ml/min

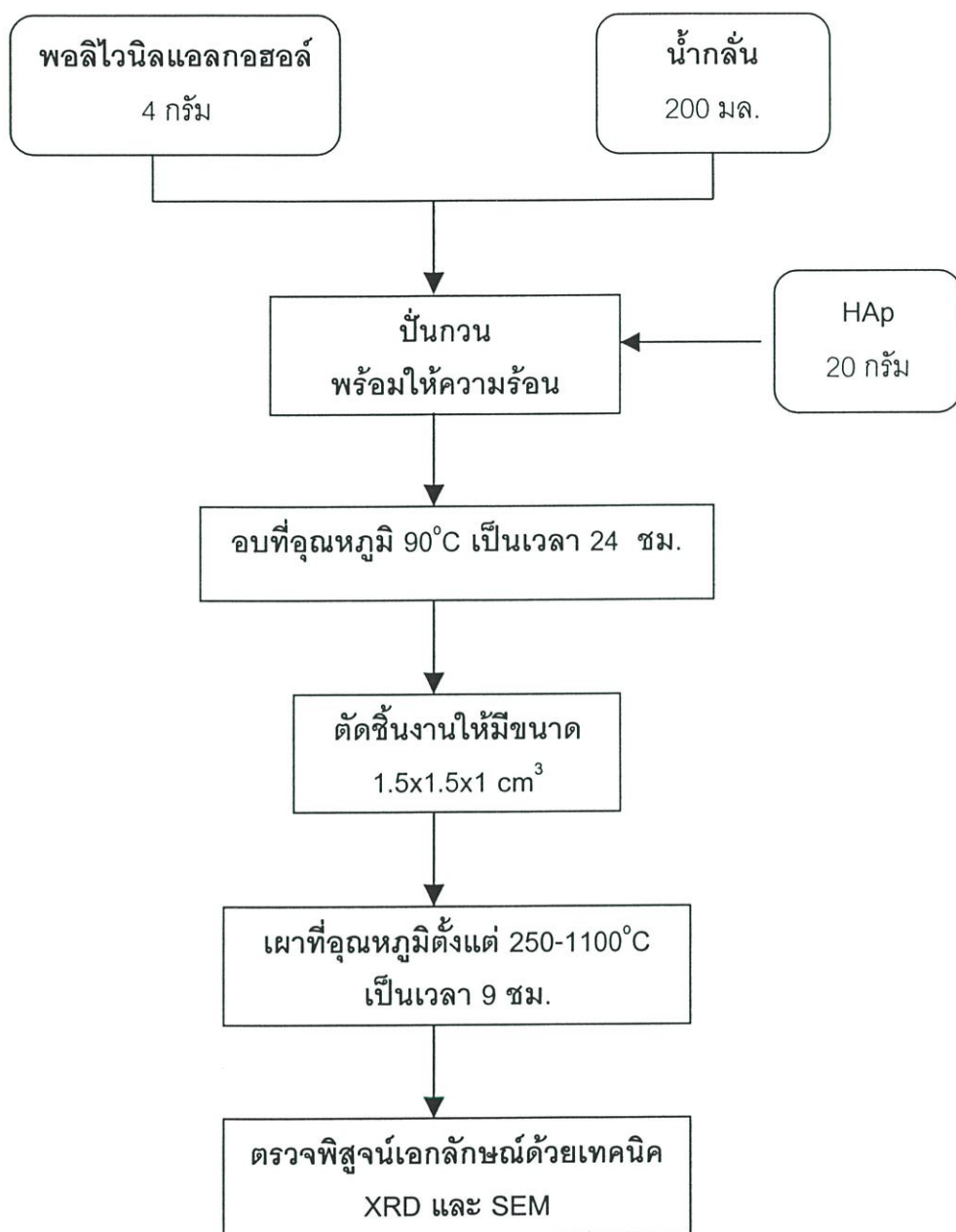
3.3.2 การขึ้นรูปไฮดรอกซีแอพาไทต์

นำพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ซึ่งใช้เป็นสารสร้างรูพรุนมา 4 กรัม (20% โดยน้ำหนักของ HAp) ปั่นกวนในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตรพร้อมให้ความร้อน เป็นเวลา 45 นาที ค่อยๆ เติม HAp ที่สังเคราะห์ได้ ปริมาณ 20 กรัมลงในของเหลว ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 20 นาที นำไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดันแล้วทำการตัดชิ้นงานให้มีขนาด $1.5 \times 1.5 \times 1 \text{ cm}^3$ นำชิ้นงาน HAp ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำก้อนชิ้นงาน HAp ไปเผาโดยใช้อุณหภูมิ และระยะเวลาในการเผา ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 อุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาขึ้นรูป

ขั้นที่	อุณหภูมิ ($^\circ\text{C}$)	เวลา (นาที)
1	250	45
2	450	45
3	650	45
4	850	45
5	1000	60
6	1100	300

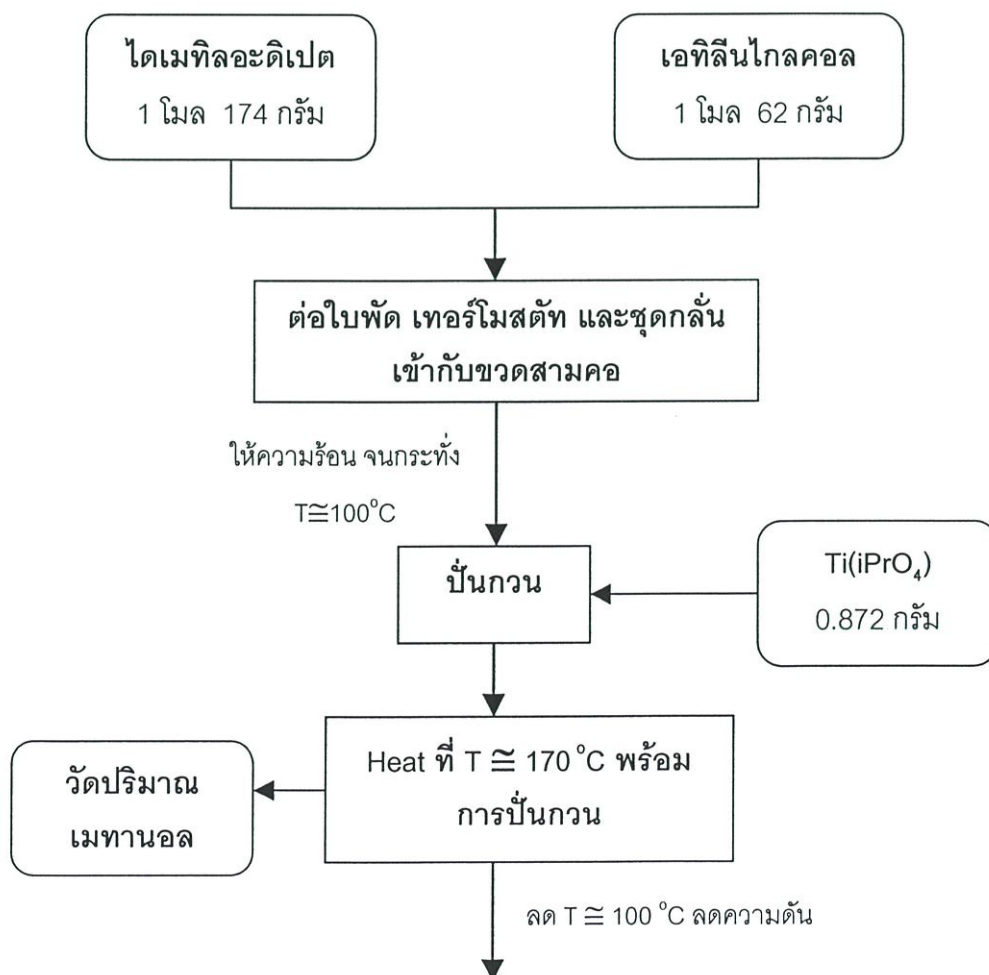
นำชิ้นงานที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

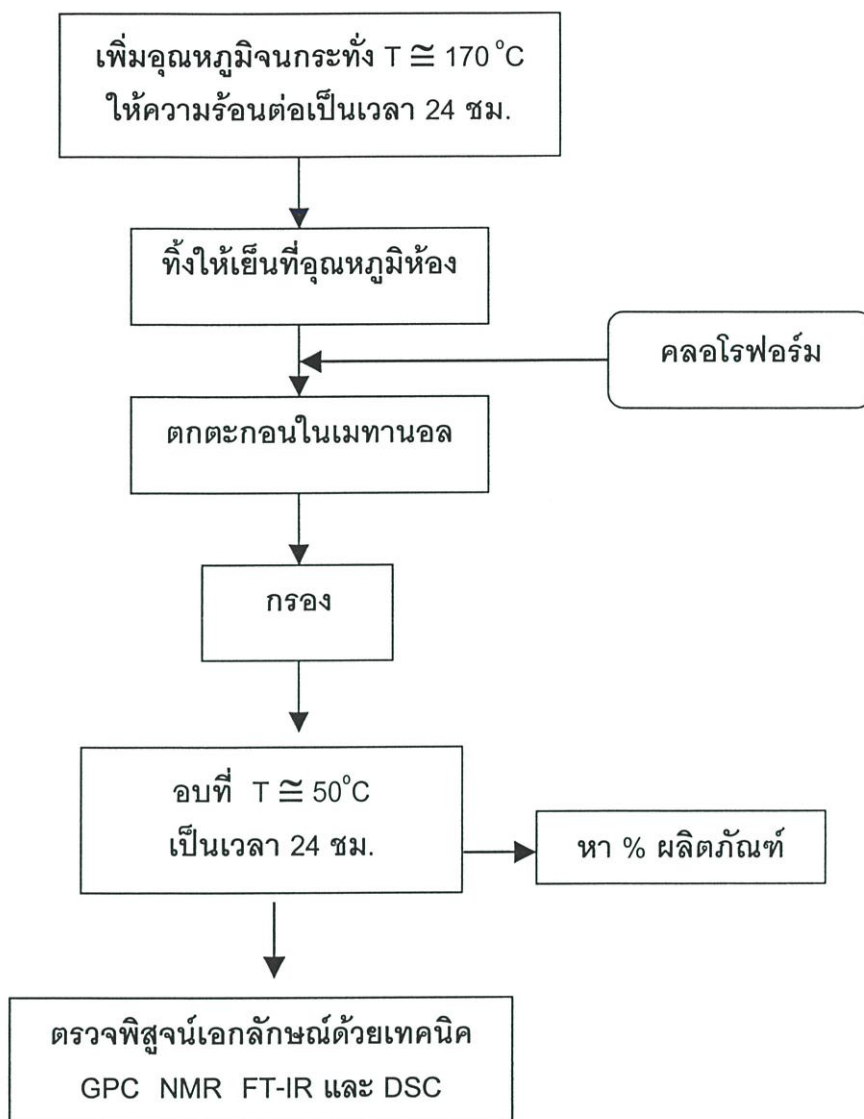


รูปที่ 3.1 แผนงานการขึ้นรูปไฮดรอกซีเอปาทิต

3.3.3 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต

นำไดเมทิลอะดิเปต 174 กรัม และเอทิลีนไกลคอล 62 กรัม (1:1 โดยโมล) ใส่ในขวดสามคอ ต่อใบพัดกวน เทอร์โมสแตทและชุดกลั่นเข้ากับขวดสามคอให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิเท่ากับ 100°C จากนั้นเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเตตระไอโซโพรพิลออกโรทิทาเนต 0.872 กรัม (0.5% โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ไดเมทิลอะดิเปต) ลงไป เพิ่มอุณหภูมิเป็น 170°C ปั่นกวนปฏิกิริยา วัดปริมาณเมทานอลที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยา เพื่อดูการดำเนินไปของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น เมื่อทำปฏิกิริยาไป 48 ชั่วโมงแล้ววัดปริมาณเมทานอลได้ 53.1 กรัม (ปริมาณเมทานอลที่คำนวณได้จากปฏิกิริยาประมาณ 64.1 กรัม) หลังจากนั้นลดอุณหภูมิลงมาที่ประมาณ 110°C ลดความดันของระบบโดยใช้ปั๊ม แล้วให้ความร้อนต่อไปจนถึงอุณหภูมิ 170°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการหยุดปฏิกิริยาและทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ละลายผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยคลอโรฟอร์ม (ปริมาณน้อยที่สุด) จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาใส่กรวยแยกและตกตะกอนในเมทานอลพร้อมการปั่นกวนอย่างรุนแรง ทิ้งให้ตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ และกรองด้วยเครื่องกรองลดความดันจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองอมน้ำตาล นำไปอบที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักและหาเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ นำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ ด้วยเทคนิค GPC NMR FT-IR และ DSC



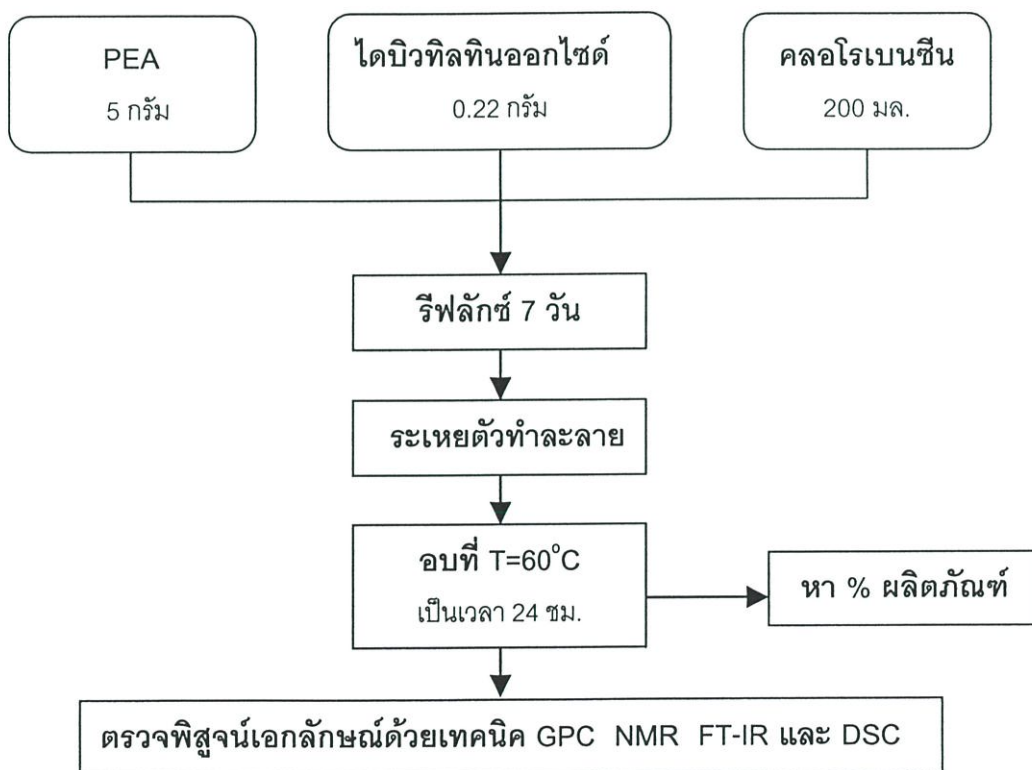


รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA)

3.3.4 การดีพอลิเมอร์แบบปิดวง

3.3.4.1 สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต

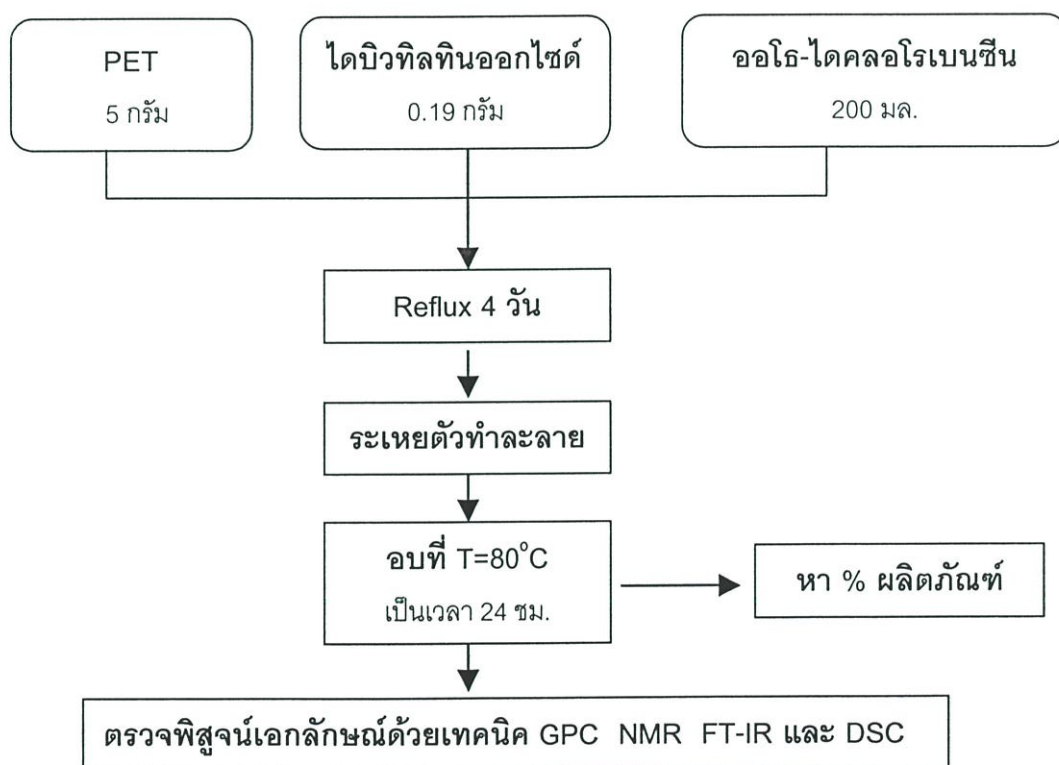
นำพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA) ที่สังเคราะห์ได้ มา 5 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยาไดบิวทิลทินออกไซด์ 0.22 กรัม (3% โมลของหน่วยซ้ำพอลิเมอร์) และตัวทำละลายคลอโรเบนซีน 200 มิลลิลิตร (อัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลาย 1:40 กรัม/มิลลิลิตร) ใส่ลงในขวดก้นกลมทำการรีฟลักซ์ด้วยเครื่องให้ความร้อนแบบหลุม เป็นเวลา 7 วัน จากนั้นทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วทำการกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน นำสารละลายที่ผ่านการกรองไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลาย นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ จากนั้นนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ ด้วยเทคนิค NMR GPC FT-IR และเทคนิค DSC



รูปที่ 3.3 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA)

3.3.4.2 สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอร์พทาเลต

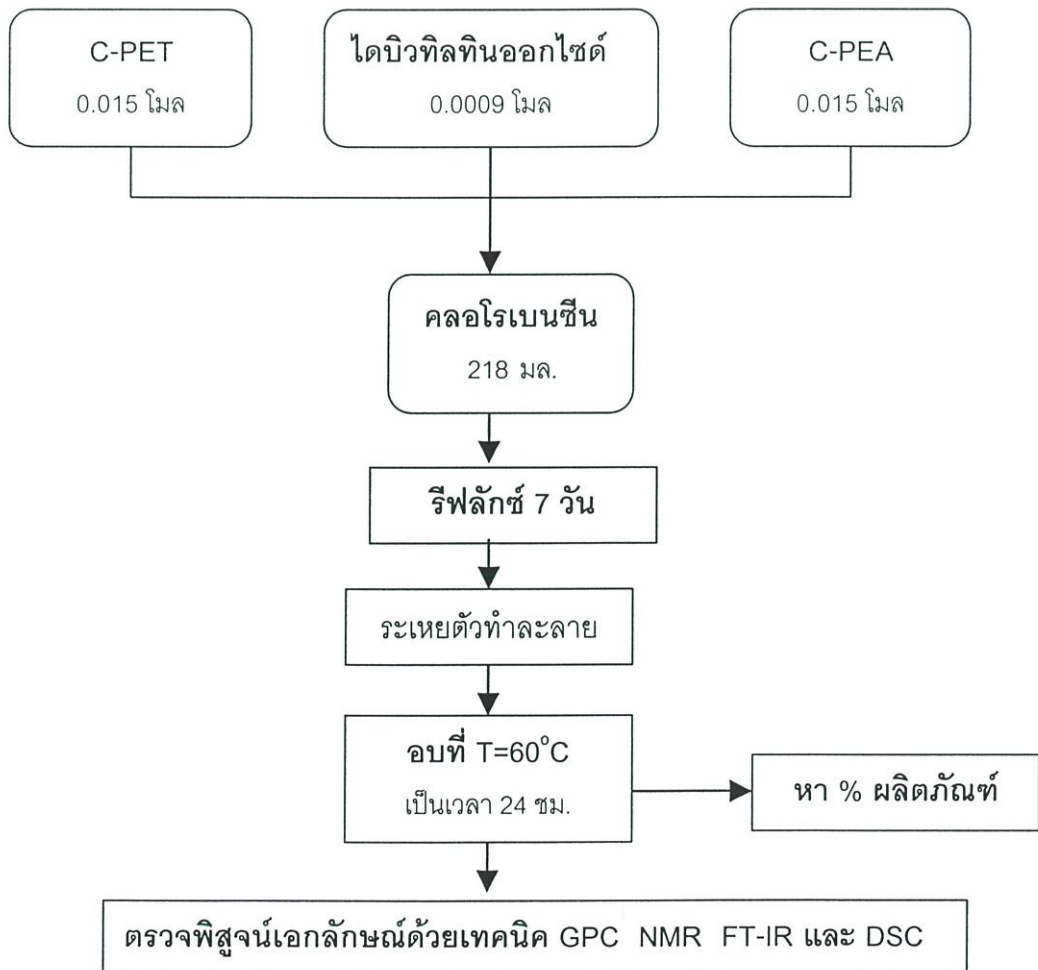
ตัดขวดพลาสติก PET เป็นชิ้นเล็กๆ นำ PET ที่ตัดแล้วมา 5 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยาไดบิวทิลทินออกไซด์ 0.19 กรัม (3% โมลของหน่วยซ้ำพอลิเมอร์) และตัวทำละลาย ออโร-ไดคลอโรเบนซีน 200 มิลลิลิตร (อัตราส่วน พอลิเมอร์ต่อตัวทำละลาย 1:40 กรัม/มิลลิลิตร) ใส่ในขวดก้นกลม ทำการรีฟลักซ์ด้วยเครื่องให้ความร้อนแบบหลุมพร้อมการปั่นกวน เป็นเวลา 4 วัน หลังจากนั้นทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิ 75°C แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน นำสารละลายที่ผ่านการกรองไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลาย นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ และตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ ด้วยเทคนิค NMR GPC FT-IR และ DSC



รูปที่ 3.4 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอร์พทาเลต (C-PET)

3.3.4.3 สารประกอบวงร่วมโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต

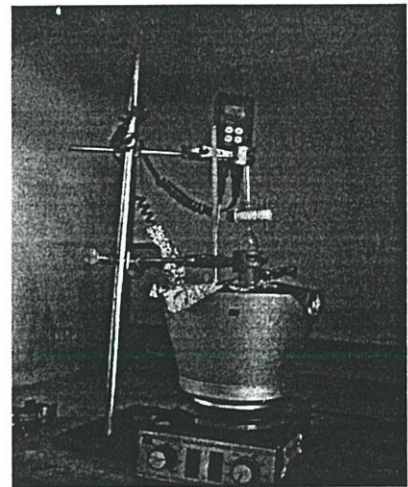
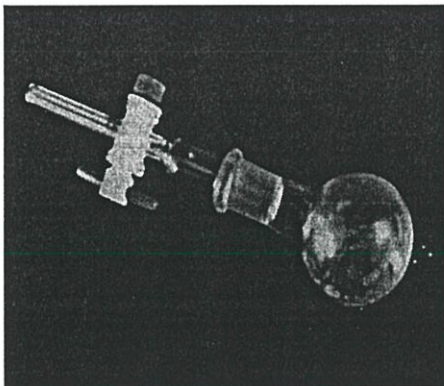
นำสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA) และสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PET) ที่สังเคราะห์ได้ มาอัตราส่วน 1:1 โดยโมล ละลายในคลอโรเบนซีน โดยให้มีอัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อตัวทำละลาย 1:40 กรัม/มิลลิลิตรใส่ในขวดก้นกลม เติมตัวเร่งปฏิกิริยาไดบิวทิลทินออกไซด์ในอัตราส่วน 3% โมลของหน่วยซ้ำพอลิเมอร์ ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 7 วัน โดยใช้เครื่องให้ความร้อนแบบหลุม จากนั้นนำไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดันและนำสารละลายที่ผ่านการกรองไประเหยตัวทำละลายด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลาย นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักและหาเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ นำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค NMR GPC FT-IR และ DSC



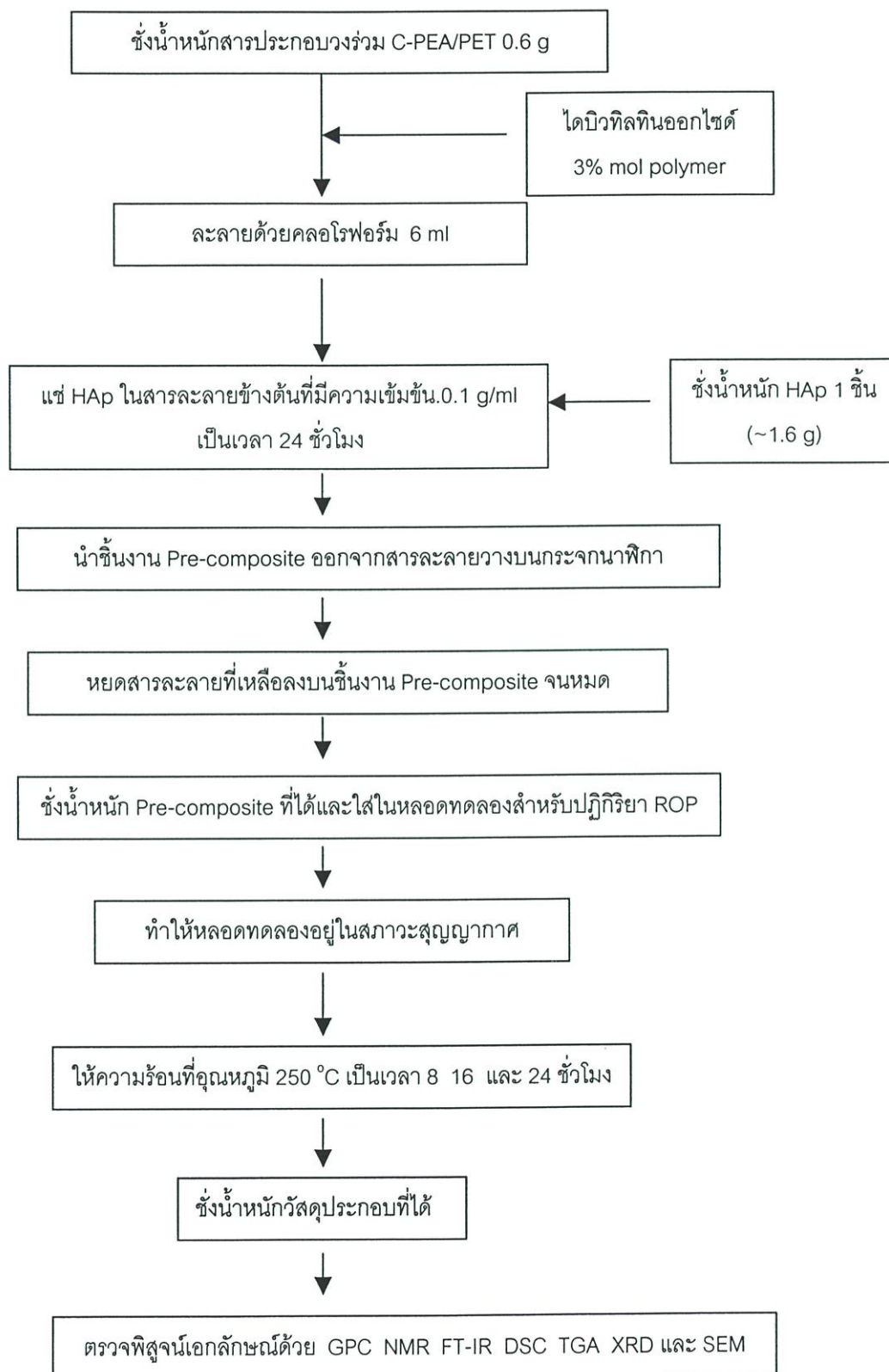
รูปที่ 3.5 แผนงานการสังเคราะห์สารประกอบวงร่วมระหว่างโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PEA/PET)

3.3.5 การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาइटกับพอลิเมอร์ร่วมพอลิ-เอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

ซึ่งนำหนักชิ้นงาน HAp ที่ขึ้นรูปแล้ว 1 ชิ้น (ประมาณ 1.6 กรัม) สารประกอบวงร่วม C-PEA/PET 0.6 กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยาไดบิวทิลทินออกไซด์ปริมาณ 3% โมลของหน่วยซ้ำพอลิเมอร์ละลายในคลอโรฟอร์ม 6 มิลลิลิตร ให้มีความเข้มข้น 0.1 กรัม/มิลลิลิตร ใส่ในหลอดทดลอง จากนั้นแช่ชิ้นงาน HAp ลงในหลอดทดลองดังกล่าวเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดนำชิ้นงาน Pre-composite ออกจากสารละลาย วางบนกระดาษฟิวส์ ค่อยหยดสารละลายที่เหลือลงบนชิ้นงานทิ้งให้แห้ง จากนั้นหยดสารละลายลงไปอีกทำสลับกันเช่นนี้จนชิ้นงานไม่สามารถดูดซับสารละลายได้อีก นำ Pre-composite ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงหลังจากนั้นแช่ชิ้นงาน Pre-composite ที่ได้ใส่ในหลอดทดลองสำหรับทำปฏิกิริยา ROP (ดังรูปที่ 3.6) เพื่อนำไปทำให้อยู่ในสภาวะสุญญากาศ ให้ความร้อนโดยใช้อ่างทรายที่อุณหภูมิประมาณ 250°C เป็นเวลา 8 16 และ 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง ล้างผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเอทานอล อบให้แห้งแล้วนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค GPC NMR FT-IR DSC TGA XRD และ SEM-EDS



รูปที่ 3.6 หลอดทดลองสำหรับทำปฏิกิริยา ROP รูปที่ 3.7 ชุดอุปกรณ์สำหรับทำปฏิกิริยา ROP



รูปที่ 3.8 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง HAp /PEA-co-PET

3.3.6 การทดสอบสมบัติการรับแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET

นำวัสดุประกอบระหว่าง HAp/PEA-co-PET และชิ้นงาน HAp อย่างละ 3 ตัวอย่างมาทดสอบสมบัติการรับแรงกด (Compressive properties) โดยใช้เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (Universal testing machine) โดยมีสภาวะที่ใช้ในการทดสอบดังนี้

Load cell	30 kN
Test speed	2.5 mm/min

3.3.7 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบในระบบจำลองของร่างกาย

3.3.7.1 การเตรียมสารละลายที่มีองค์ประกอบความเข้มข้นของไอออนอนินทรีย์และค่าความเป็นกรด-เบสใกล้เคียงกับของเหลวในร่างกายมนุษย์

ตารางที่ 3.5 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF

สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย	
1. NaCl	15.992 กรัม
2. NaHCO ₃	0.7 กรัม
3. KCl	0.448 กรัม
4. K ₂ HPO ₄ ·3H ₂ O	0.348 กรัม
5. MgCl ₂ ·6H ₂ O	0.612 กรัม
6. 1M HCl	80 มิลลิลิตร
7. CaCl ₂	0.556 กรัม
8. Na ₂ SO ₄	0.144 กรัม
9. (CH ₂ OH) ₃ CNH ₂	12.116 กรัม

โดยมีขั้นตอนการเตรียมสารละลายดังนี้

นำบีกเกอร์พลาสติกที่บรรจุน้ำกลั่น 1400 มิลลิลิตร ควบคุมอุณหภูมิประมาณ 36-37°C ปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) ค่อยๆ ละลายสารเคมีที่ละลายได้ในน้ำกลั่นที่เตรียมไว้ ตั้งแต่สารตัวที่ 1 จนถึงตัวที่ 8 ยกเว้นสารเคมีตัวที่ 6 จะแบ่งใส่ลงไปเพียง 30 มิลลิลิตร ก่อนพร้อมวัดค่า pH ของสารละลายในระหว่างการผสม เติมสารตัวที่ 9 ลงไปที่ละน้อย จนกระทั่งสารละลายมีค่า pH ประมาณ 7.4 จากนั้นจึงเติมสารตัวที่ 6 ที่เหลือลงไปเพื่อปรับให้ pH เป็น 7.3 (ค่า pH ไม่ควรเกิน 7.5 เพราะจะทำให้เกิดตะกอน) ทำเช่นนี้สลับกันจนกระทั่งสารตัวที่ 9 หมด จะ

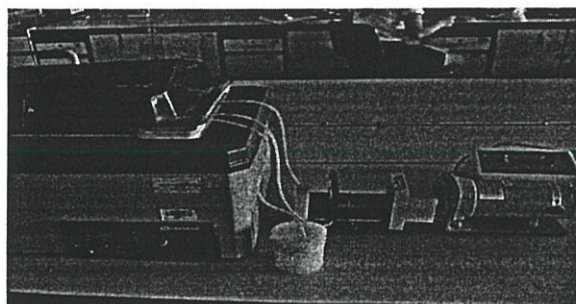
ได้สารละลายมีค่า pH เท่ากับ 7.4 ปรับปริมาตรสารละลายที่เตรียมได้ให้เป็น 2000 มิลลิลิตรด้วย น้ำกลั่น เก็บสารละลาย SBF ไว้ในตู้เย็นที่อุณหภูมิประมาณ 5 °C สารละลาย SBF ที่เตรียมได้มีความเข้มข้นของไอออนอนินทรีย์ดังตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 ความเข้มข้นของไอออนอนินทรีย์ในสารละลาย SBF และ Human Blood plasma

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

3.3.7.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ในระบบที่มีการไหลผ่าน (Flowing system)

ทำการขจัดผิวชิ้นงานวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET แล้วจึงนำมาแช่ในสารละลาย SBF ที่เตรียมไว้ โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 36.5°C พร้อมทั้งควบคุมอัตราการไหลผ่านของสารละลาย SBF ที่อัตราเร็ว 130 มิลลิลิตรต่อวัน ด้วยเครื่องควบคุมอัตราการไหลโดยเปลี่ยนแปลงระยะเวลาในการแช่เป็น 7 14 21 และ 28 วัน วัดค่า pH ของสารละลายที่ไหลผ่านวัสดุประกอบในแต่ละวัน เมื่อครบกำหนดแต่ละช่วงเวลานำวัสดุประกอบออกจากสารละลาย SBF และล้างด้วยน้ำกลั่น ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำวัสดุประกอบมาชั่งน้ำหนักและนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD และ SEM



รูปที่ 3.9 ชุดอุปกรณ์สำหรับการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพในระบบสถานะไหลผ่าน

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปรายผล

4.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอสปาทาइटและการขึ้นรูป

นำผงไฮดรอกซีแอสปาทาइटที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) มาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (XRF) เพื่อหาองค์ประกอบทางเคมีซึ่งสามารถแสดงดังตารางที่ 4.1-4.3

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของ HAp ที่สังเคราะห์ได้โดยมี $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น

สารตัวอย่าง	pH สารละลายก่อนกรอง	เวลาในการเลี้ยงตะกอน (hr)	อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (°C)	องค์ประกอบทางเคมี (% wt)		อัตราส่วนโดยโมล Ca:P
				CaO	P ₂ O ₅	
HAp1	10.43	3	34	42.04	58.00	0.92
HAp2	10.32	6	34	41.34	58.70	0.89
HAp3	10.23	12	34	40.70	59.30	0.87
HAp4	10.15	24	34	38.50	61.50	0.79
HAp5	11.05	3	20	45.24	54.76	1.05
HAp6	10.88	6	20	43.93	56.07	0.99
HAp7	10.72	12	20	42.85	57.10	0.95
HAp8	10.48	24	20	39.56	60.44	0.83
ค่าทางทฤษฎี						1.67

ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบทางเคมีของ HAp ที่สังเคราะห์ได้โดยมี $\text{Ca}(\text{OH})_2$ และ H_3PO_4 เป็นสารตั้งต้น

สารตัวอย่าง	pH สารละลายก่อนกรอง	เวลาในการเลี้ยงตะกอน (hr)	อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ($^{\circ}\text{C}$)	องค์ประกอบทางเคมี (% wt)		อัตราส่วนโดยโมล Ca:P
				CaO	P_2O_5	
HAp9	12.17	3	34	49.40	50.60	1.24
HAp10	11.88	6	34	48.14	51.86	1.18
HAp11	11.51	12	34	47.48	52.52	1.14
HAp12	11.20	24	34	47.11	52.89	1.12
ค่าทางทฤษฎี						1.67

จากตารางที่ 4.1 พบว่า HAp ที่สังเคราะห์โดยใช้ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น ทั้งที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 34°C และ 20°C มีอัตราส่วนโดยโมลของแคลเซียมต่อฟอสฟอรัส (Ca:P) ต่ำกว่าค่าทางทฤษฎีมาก โดยมีค่าอยู่ระหว่าง 0.79-1.05 ทั้งนี้เป็นผลมาจากค่า pH ของสารละลายมีค่าไม่สูงพอ ทำให้การตกตะกอนของแคลเซียมออกไซด์ไม่สมบูรณ์ และเมื่อเพิ่มเวลาในการเลี้ยงตะกอน อัตราส่วนโดยโมล Ca:P จะมีค่าต่ำลง เนื่องจาก NH_4OH ที่ใช้เป็นตัวช่วยในการควบคุม pH เพื่อให้แคลเซียมออกไซด์ตกตะกอนได้ดีขึ้น เกิดการระเหยออกไป ทำให้ค่า pH ของสารละลายลดลงส่งผลให้แคลเซียมออกไซด์ตกตะกอนได้น้อยลง และอาจมีตะกอนแคลเซียมออกไซด์บางส่วนละลายกลับสู่สารละลาย ดังนั้นจึงมีการปรับปรุงโดยเปลี่ยนสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ HAp จาก $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ เป็น $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ถึงแม้ว่าการละลายของ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ในน้ำจะน้อยมากแต่สารแขวนลอยของ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ มีค่า pH เริ่มต้นที่สูงกว่าค่า pH ของสารละลาย $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ดังนั้นเมื่อมีการเติม H_3PO_4 ลงไป ค่า pH ของสารละลายจึงมีค่าสูงกว่ากรณีที่ใช้ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ สภาวะและผลแสดงดังตารางที่ 4.2 ซึ่งจะเห็นได้ว่า HAp ที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโดยโมล Ca:P สูงขึ้นในช่วง 1.12-1.24 ผลดังกล่าวน่าจะมาจากค่า pH ของสารละลายมีค่าสูงขึ้น และจากการศึกษาผลของเวลาในการเลี้ยงตะกอนจะให้ผลเช่นเดียวกับสภาวะในการสังเคราะห์ในตารางที่ 4.1 คือ เมื่อเวลาในการเลี้ยงตะกอนเพิ่มขึ้น HAp ที่สังเคราะห์ได้จะมีอัตราส่วนโดยโมล Ca:P ลดลง เนื่องจากการระเหยของ NH_4OH ซึ่งทำให้ค่า pH ลดลง ดังนั้นเพื่อแก้ไขปัญหาการระเหยของ NH_4OH และการลดลงของค่า pH จึงต้องทำการสังเคราะห์ HAp ที่อุณหภูมิ 10°C และควบคุมอัตราการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH ไปพร้อมๆ กัน สภาวะและผลแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบทางเคมีของ HAp ที่สังเคราะห์ได้โดยควบคุมอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 10°C โดยใช้อัตราการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH ที่แตกต่างกัน

สารตัวอย่าง	pH สารละลายก่อนกรอง	อัตราการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH (มิลลิลิตร/นาที่)	เวลาในการเลี้ยงตะกอน (hr)	องค์ประกอบทางเคมี (% wt)		อัตราส่วนโดยโมล Ca:P
				CaO	P_2O_5	
HAp13	10.45	0.24	6	50.29	49.71	1.28
HAp14	11.18	0.24	3	50.85	49.15	1.31
HAp15	11.90	0.24	0	52.03	47.97	1.37
HAp16	11.90	1.08	6	51.35	48.65	1.34
HAp17	12.15	1.08	3	52.29	47.71	1.39
HAp18	12.84	1.08	0	54.02	45.98	1.49
HAp19	12.93	1.50	0	77.23	22.77	4.29
ค่าทางทฤษฎี						1.67

จากตารางที่ 4.3 ศึกษาผลของอัตราการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH 3 ค่า โดยอัตราเร็วที่ใช้เป็นอัตราเร็วสูงสุดของท่อหยดทั้ง 3 ท่อที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.035 0.081 และ 0.110 นิ้ว ซึ่งจะให้อัตราการหยด 3 ค่า คือ 0.24, 1.08 และ 1.50 มิลลิลิตรต่อนาที่ พบว่าที่อัตราการหยด 1.08 มิลลิลิตรต่อนาที่ HAp ที่สังเคราะห์ได้จะมีอัตราส่วนโดยโมล Ca:P ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีมากที่สุดเมื่อเทียบกับสภาวะที่ใช้อัตราการหยด 0.24 และ 1.50 มิลลิลิตรต่อนาที่ตามลำดับ และเมื่อพิจารณาถึงเวลาในการเลี้ยงตะกอนที่แตกต่างกัน พบว่าทั้งสภาวะที่ใช้อัตราการหยด 0.24 และ 1.08 มิลลิลิตรต่อนาที่ จะให้แนวโน้มคล้ายคลึงกัน คือ สภาวะที่ไม่ทำการเลี้ยงตะกอน HAp ที่สังเคราะห์ได้จะมีค่าอัตราส่วนโดยโมล Ca:P ใกล้เคียงค่าทางทฤษฎีมากที่สุด และเมื่อเพิ่มอัตราเร็วในการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH เป็น 1.50 มิลลิลิตรต่อนาที่ และไม่ทำการเลี้ยงตะกอน พบว่า HAp ที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโดยโมล Ca:P สูงกว่าค่าทางทฤษฎีมาก ซึ่งอาจเป็นไปได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการตกตะกอนประกอบด้วยตะกอนของ $Ca(OH)_2$ จากสารตั้งต้นปนอยู่กับตะกอนของแคลเซียมฟอสเฟต ทำให้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P ที่เกิดขึ้นมีค่าสูงกว่าค่าทางทฤษฎี

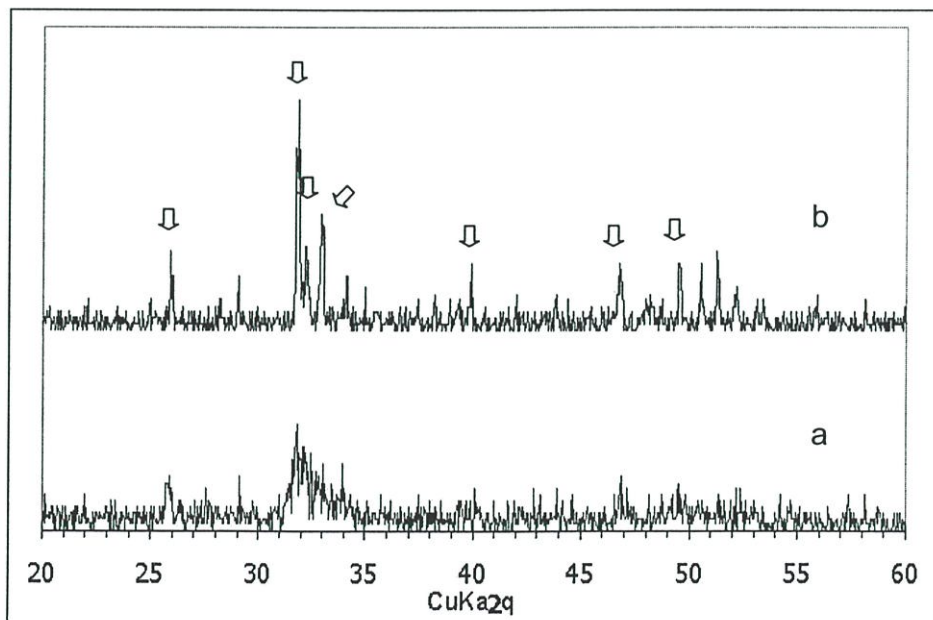
จากผลการสังเคราะห์ HAp ทั้งหมด สามารถสรุปได้ว่า สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ HAp ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีมากที่สุด คือ สภาวะที่ใช้สารตั้งต้นเป็น $Ca(OH)_2$ และ H_3PO_4 โดยควบคุมอัตราการหยด H_3PO_4 และ NH_4OH ไปพร้อมกันที่อัตราเร็ว 1.08 มิลลิลิตรต่อนาที่ ใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 10°C และไม่ทำการเลี้ยงตะกอน ดังนั้นจึง

เลือกสารตัวอย่าง HAp18 ไปทำการขึ้นรูปและเผาที่ 1100°C จากนั้นนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRF และเทคนิค XRD ให้ผลดังนี้

ตารางที่ 4.4 องค์ประกอบทางเคมีของ HAp ก่อนและหลังการเผาขึ้นรูป

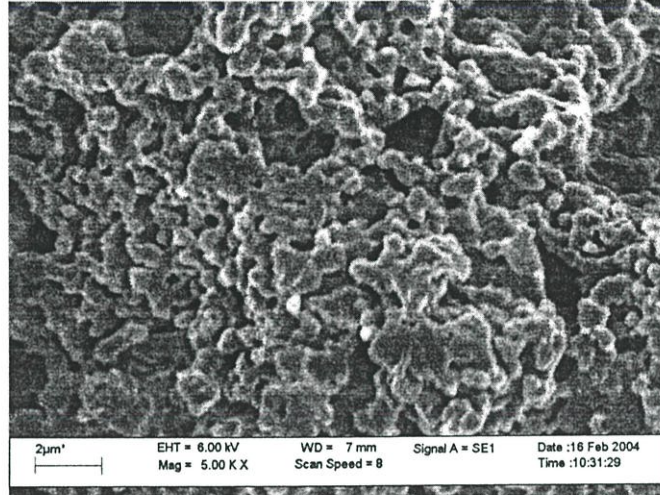
สารตัวอย่าง	หลังเผาที่อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$)	องค์ประกอบทางเคมี (%wt)		อัตราส่วนโดยโมล ของ Ca:P
		CaO	P_2O_5	
HAp18	500	54.02	45.98	1.49
HAp18	1100	56.90	43.10	1.67
ค่าทางทฤษฎี				1.67

จากตารางที่ 4.4 HAp ที่ผ่านการเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1100°C แล้วจะมีค่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เท่ากับค่าทางทฤษฎีและเมื่อนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า แพทเทิร์นของ HAp18 ก่อนเผาขึ้นรูปดูรูปที่ 4.1a ส่วนใหญ่ประกอบด้วยส่วนที่ยังไม่เป็นผลึกปนรวมอยู่กับบางส่วนที่เป็นผลึก แต่เมื่อนำไปเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1100°C ดังในรูปที่ 4.1b ทำให้ส่วนที่ไม่เป็นผลึกจะเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกที่สมบูรณ์ซึ่งมีพีคสำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.9 31.8 32.2 34.1 39.8 46.7 49.5 และ 50.5 องศา



รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HAp18 ก่อนการเผาขึ้นรูป (a) และภายหลังการเผาขึ้นรูปที่ 1100°C (b)

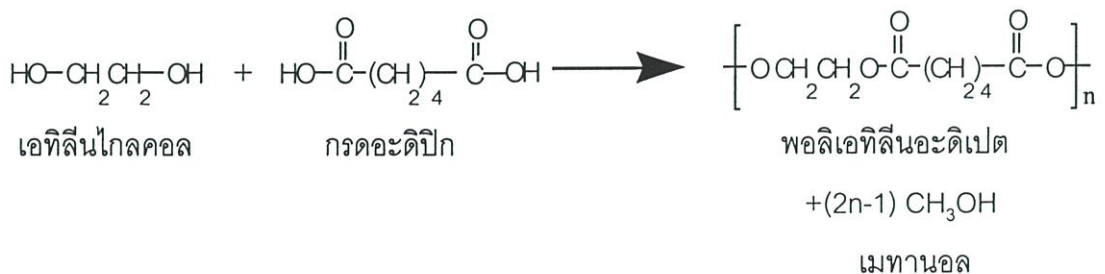
รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ HAp ที่ขึ้นรูปโดยใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารสร้างเชื่อม ซึ่งเมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1100°C พบว่า ผลึก HAp มีลักษณะเป็นเกรนเหลี่ยมค่อนข้างกลมเชื่อมต่อกัน และจะมีช่องว่างที่เกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เพื่อให้ชิ้นงาน HAp ที่ได้มีความเป็นรูพรุน



รูปที่ 4.2 ภาพตัดขวางแสดงลักษณะโครงสร้างจุลภาคภายในชิ้นงาน HAp ที่ผ่านการขึ้นรูปและเผาที่ 1100°C

4.2 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต

จากผลการสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปตด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นโดยใช้สารตั้งต้นไดเมทิลอะดิเปตกับเอทิลีนไกลคอล และมีเตตระไฮโซโพรพิลอลไรทาเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 170°C ดังสมการที่ 4.1 ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอมน้ำตาล มีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 83



สมการที่ 4.1 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นระหว่างเอทิลีนไกลคอลกับไดเมทิลอะดิเปต

นำผลิตรักฐานที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR NMR และ GPC ได้ผลดังนี้

- FT-IR : V_{\max} 3500-3600 (O-H,s) 2958 (C-H,s) 1736 (C=O,s) 1082 (C-O,s) cm^{-1} (รูปที่ 4.3a)
- $^1\text{H-NMR}$: δ 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, $\text{CH}_2\text{-O-C=O}$) ppm (รูปที่ 4.4a)
- GPC : $\bar{M}_w = 2,270$ $\bar{M}_n = 1,250$ MWD = 1.81 (ภาคผนวก จ-1)
- DSC : $T_m = 33^\circ\text{C}$ โดยไม่พบ T_g ในช่วงอุณหภูมิ -50°C - 100°C (ภาคผนวก ฉ-1)

จากผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย FT-IR และ $^1\text{H-NMR}$ พบพิกที่แสดงถึงโครงสร้างของพอลิเอทิลีนอะดิเปตและหมู่ปลายสายโซ่ PEA ที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 2,270 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน เท่ากับ 1,250 ค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 1.81 และมีอุณหภูมิหลอมเหลวเฉลี่ย เท่ากับ 33°C

4.3 การดีพอลิเมอร์ไซเคชันแบบปิดวง

4.3.1 สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต

จากการสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA) ด้วยปฏิกิริยาการดีพอลิเมอร์ไซเคชันแบบปิดวง โดยทำการรีฟลักซ์พอลิเอทิลีนอะดิเปตในตัวทำละลายคลอโรเบนซีนเป็นเวลา 7 วัน มีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังสมการที่ 4.2 ได้ผลิตรักฐานที่เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลอมเหลือง 98 เปอร์เซ็นต์



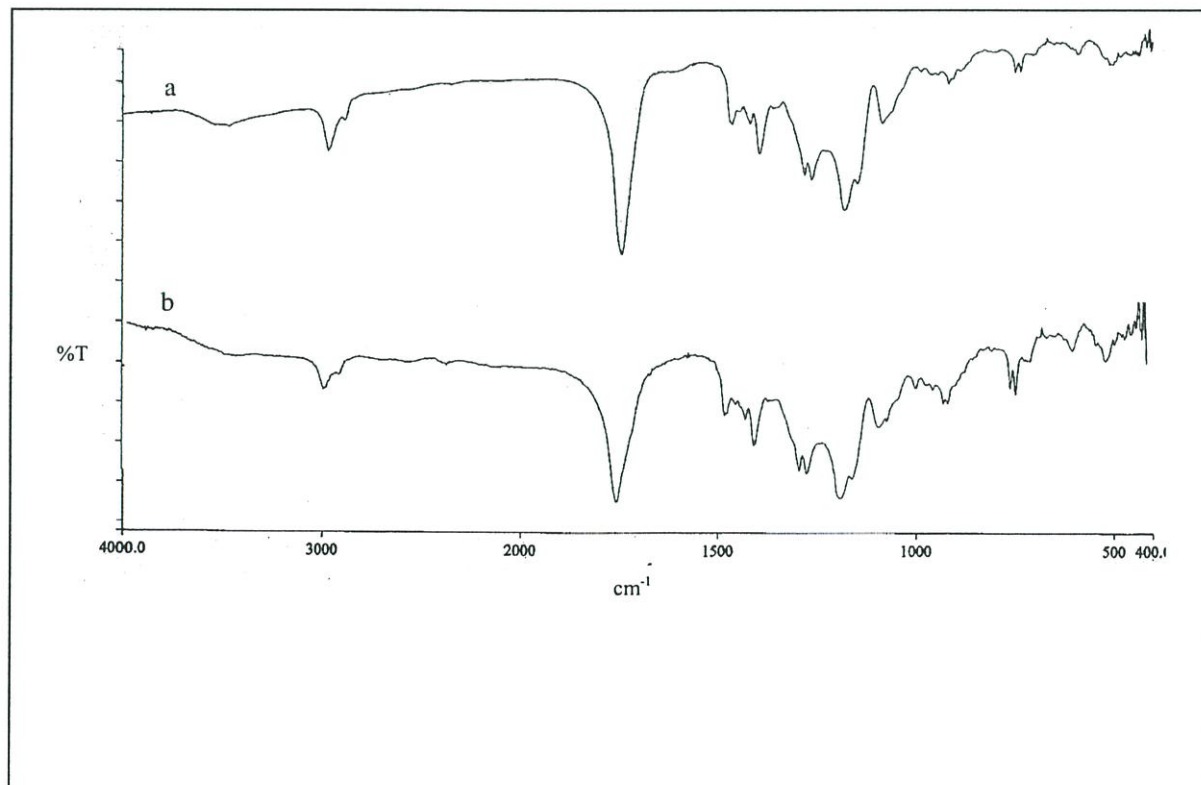
สมการที่ 4.2 ปฏิกิริยาการดีพอลิเมอร์ไซเคชันแบบปิดวงของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA)

นำผลิตรักฐานที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR NMR GPC และ DSC ได้ผลดังนี้

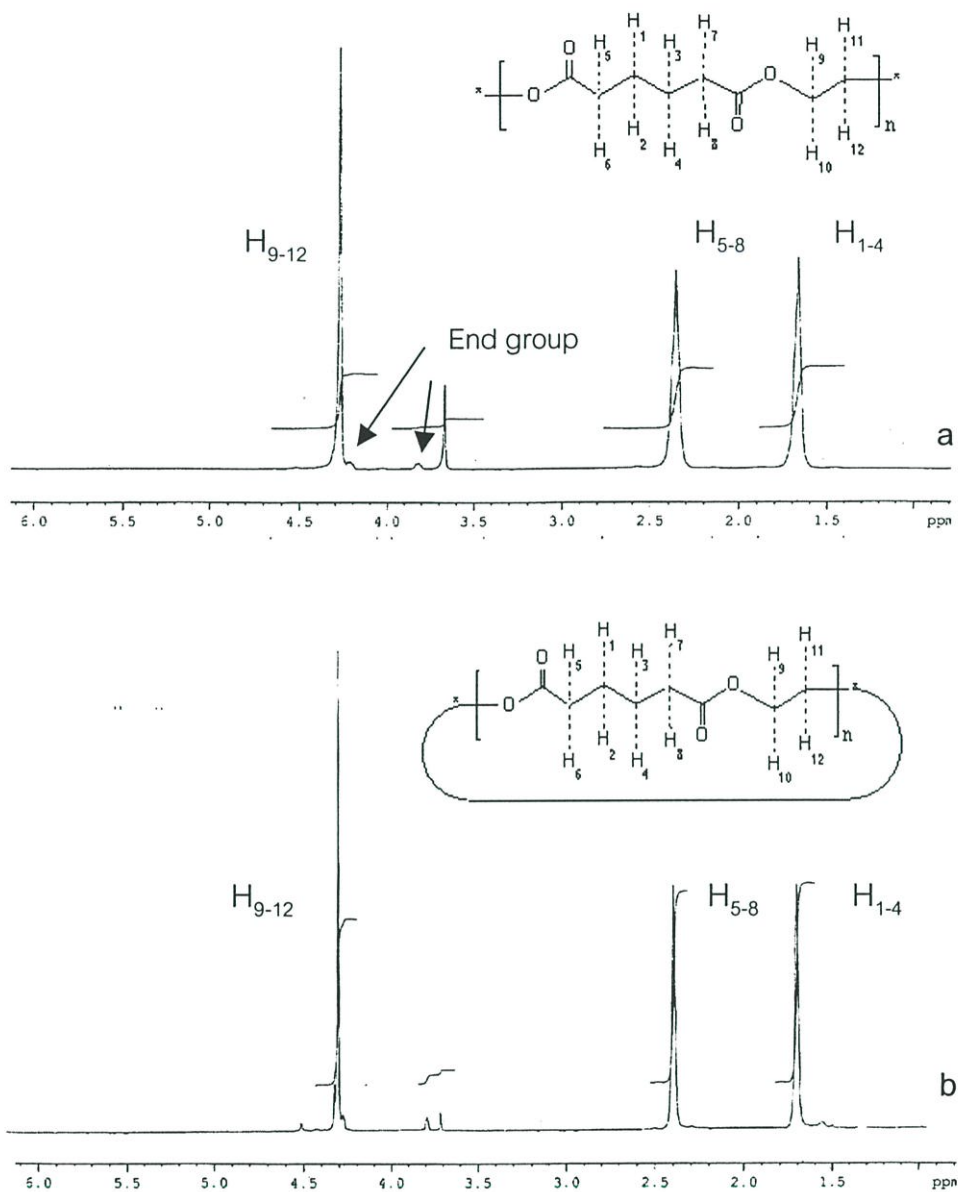
- FT-IR : V_{\max} 2958 (C-H,s) 1736 (C=O,s) 1171 (C-O,s) cm^{-1} (รูปที่ 4.3b)
- $^1\text{H-NMR}$: δ 1.7 (4H,s, $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2$) 2.4 (4H,s, $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-C=O}$) 4.3 (4H,s, $\text{CH}_2\text{-O-C=O}$) ppm (รูปที่ 4.4b)
- GPC : $\bar{M}_w = 1,270$ $\bar{M}_n = 780$ MWD = 1.63 (ภาคผนวก จ-2)
- DSC : $T_m = 20^\circ\text{C}$ โดยไม่พบ T_g ในช่วง -50°C - 100°C (ภาคผนวก ฉ-2)

ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR พบหมู่ไฮดรอกซี (O-H) เล็กน้อยที่สัญญาณประมาณ $3500\text{-}3600\text{ cm}^{-1}$ (รูปที่ 4.3b) เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณของหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ (End group) ที่ตำแหน่ง δ 3.7 ppm เพียงเล็กน้อย (รูปที่ 4.4b) เมื่อเทียบกับสัญญาณหมู่ปลายสายโซ่ที่ตำแหน่งเดียวกันของ PEA (รูปที่ 4.4a) ในขณะที่เทคนิค GPC พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 1,270 ซึ่งมีค่าต่ำกว่าของ PEA น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนเท่ากับ 780 ค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 1.63 และมีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกเท่ากับ 20°C

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ สันนิษฐานได้ว่า ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่ประกอบด้วยสารประกอบวงโอลิโกเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ



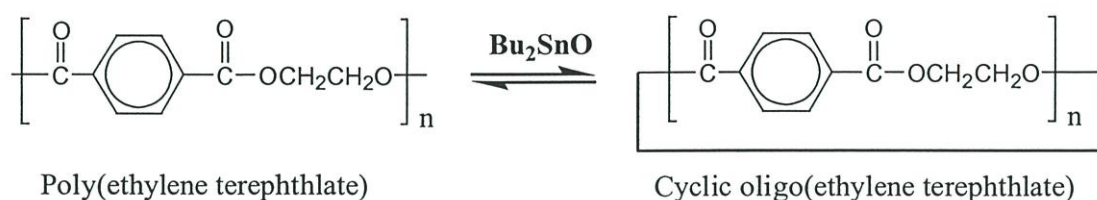
รูปที่ 4.3 สเปกตรัม FT-IR ของ a) พอลิเอทิลีนอะดิเปต PEA สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น และ b) สารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต, C-PEA



รูปที่ 4.4 สเปกตร้า $^1\text{H-NMR}$ ของ a) พอลิเอทีลีนอะดิเปต, PEA สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น และ b) สารประกอบวงโพลิเอทีลีนอะดิเปต, C-PEA

4.3.2 สารประกอบวงโพลิเอทีลีนเทอเรพทาเลต

สังเคราะห์สารประกอบวงโพลิเอทีลีนเทอเรพทาเลตด้วยปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง โดยการรีฟลักซ์ในตัวทำละลายออกโซโดคลอโรเบนซีน เป็นเวลา 4 วัน มีไดบิวทิลทินออกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดังสมการที่ 4.3 ได้ผลิตภัณฑ์มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 87

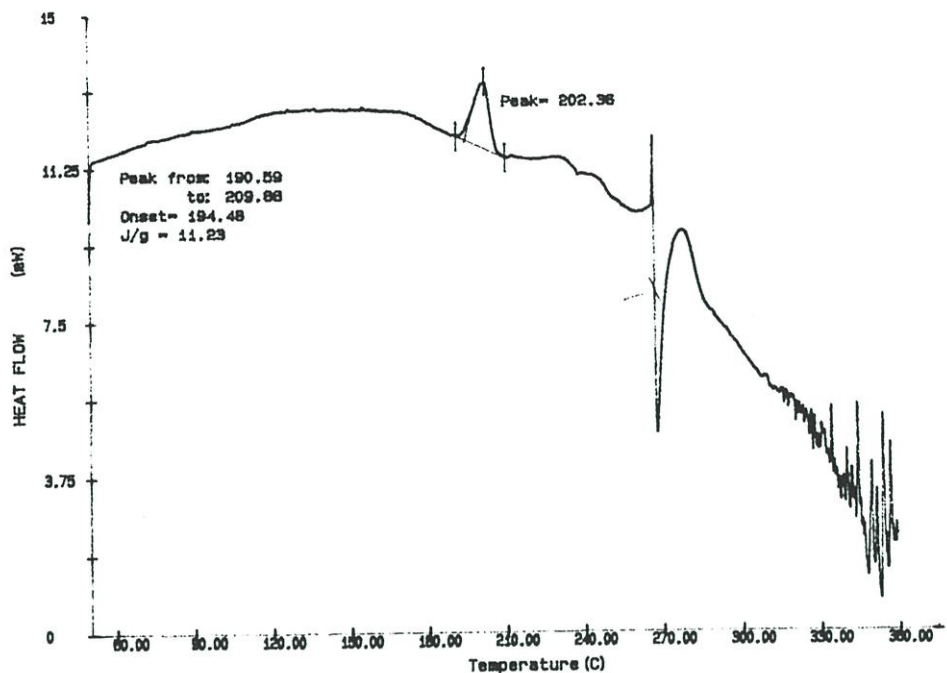


สมการที่ 4.3 ปฏิกิริยาการดีโพลิเมอร์แบบปิดวงของพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (PET)

นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR NMR GPC และ DSC ได้ผลดังนี้

- FT-IR : ν_{max} 2959 (C-H, s) 1726 (C=O, s) 1609, 1457 (C=C, Aromatic) 1263, 1098 (C-O,s) และ 902, 729 (C-H, Aromatic) cm^{-1} (ภาคผนวก ค)
- $^1\text{H-NMR}$: δ 4.7 (4H,s, $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O}$) 8.1 (4H,s, Aromatic) ppm (ภาคผนวก ง)
- GPC : $\bar{M}_w = 760$ $\bar{M}_n = 630$ MWD = 1.20 (ภาคผนวก จ-3)
- DSC : $T_m = 202^\circ\text{C}$ โดยไม่พบค่า T_g ในช่วง $50^\circ\text{C} - 300^\circ\text{C}$ (ภาคผนวก ฉ-3)

จากผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ไม่พบพีกสัญญาณของหมู่ไฮดรอกซี (O-H) ซึ่งเป็นหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ ไม่พบสัญญาณของหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ที่ δ 4.1 และ 4.7 ppm (รูปที่ 4.7c) ผลจากเทคนิค GPC พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 760 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนเท่ากับ 630 ค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 1.20 และมีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกเท่ากับ 202°C จากเทคนิคต่างๆ สรุปได้ว่า ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่ประกอบด้วยสารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต



รูปที่ 4.5 DSC เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PET)

4.3.3 สารประกอบวงร่วมระหว่างโพลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

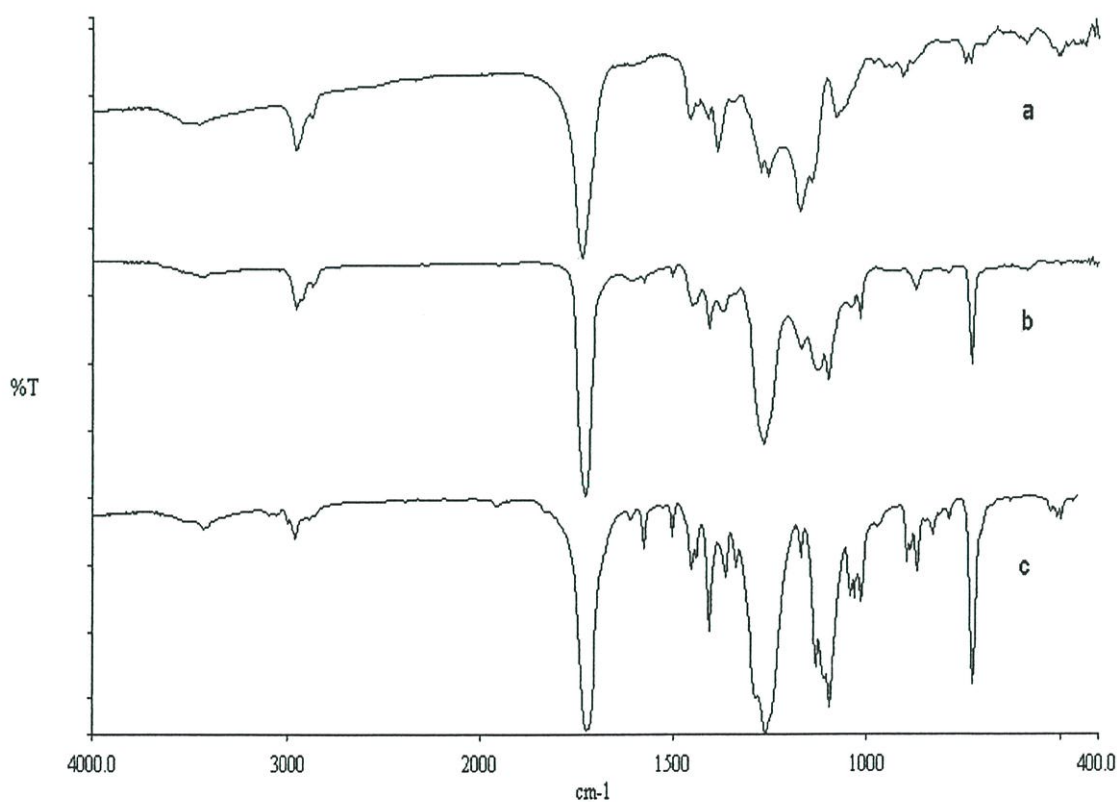
การสังเคราะห์สารประกอบวงร่วม C-PEA/PET โดยการรีฟลักซ์สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปตกับสารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตในอัตราส่วนโมล 1:1 ในตัวทำละลายคลอ-โรเบนซีนเป็นเวลา 7 วัน มีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ผลิตภัณฑ์เป็นของเหลวหนืดสีเหลืองอมน้ำตาล มีเปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์เท่ากับ 93

นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR NMR GPC และ DSC ได้ผลดังนี้

- FT-IR : V_{max} 2952 (C-H, s) 1727 (C=O, s) 1609, 1454 (C=C, Aromatic) 1267, 1101 (C-O,s) และ 902, 728 (C-H, Aromatic) cm^{-1} (รูปที่ 4.6b)
- 1H -NMR : δ 1.7 (4H,s, $CH_2-CH_2-CH_2$ หมู่อะดิเปต) 2.4 (4H,s, $CH_2-CH_2-C=O$ หมู่อะดิเปต) ช่วง 4.2-4.8 (4H, s, หมู่เอทิลีนไกลคอล) 8.1 (4H, s, Aromatic) ppm (รูปที่ 4.7b)
- GPC : $\bar{M}_w = 1,610$ $\bar{M}_n = 880$ MWD = 1.82 (ภาคผนวก จ-4)
- DSC : $T_m = 179^\circ C$ โดยไม่พบค่า T_g ในช่วง $-20^\circ C$ - $300^\circ C$ (ภาคผนวก จ-4)

ผลจากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ พบสัญญาณของหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์น้อยมาก เมื่อพิจารณาผลจาก $^1\text{H-NMR}$ (รูปที่ 4.7b) พบว่ามีสัญญาณของหมู่ Ethylene glycol ทั้งหมด 4 สัญญาณ คือ δ 4.3 4.4 4.5 และ 4.8 ppm ตามลำดับ ซึ่ง δ 4.3 ppm เป็นสัญญาณของโปรตอนในหมู่ Ethylene glycol ที่ต่อกับหมู่ Adipate ทั้งสองข้าง δ ที่ 4.4 4.5 ppm เป็นสัญญาณของโปรตอนหมู่ Ethylene glycol ที่ติดกับหมู่ Adipate และหมู่ Terephthalate อย่างละข้าง โดยที่ δ 4.4 ppm เป็นสัญญาณของ CH_2 ที่ติดกับหมู่ Adipate ส่วนที่ δ 4.5 ppm เป็นสัญญาณของ CH_2 ที่ติดกับหมู่ Terephthalate ตามลำดับ และที่ δ 4.8 ppm เป็นสัญญาณฟีกของโปรตอนในหมู่ Ethylene glycol ที่ต่อกับหมู่ Terephthalate ทั้งสองข้าง

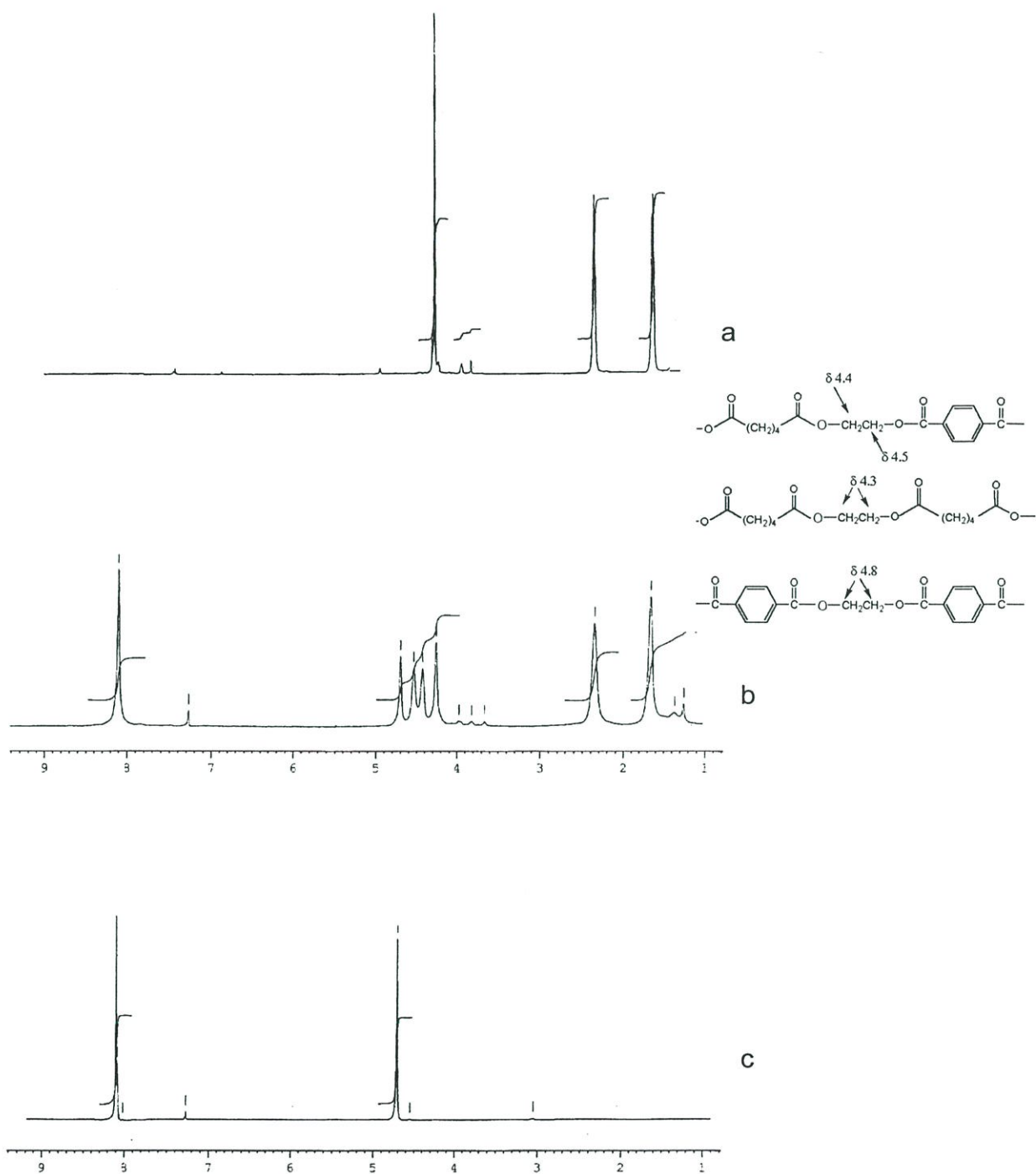
จากเทคนิค GPC พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 1,610 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนเท่ากับ 880 ค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 1.82 ซึ่งสันนิษฐานได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วยสารประกอบวงร่วมที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ



รูปที่ 4.6 สเปกตรัม FT-IR ของ a) สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต C-PEA

b) สารประกอบวงร่วมโพลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต C-PEA/PET

และ c) สารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต C-PET



รูปที่ 4.7 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ a) สารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต, C-PEA

b) สารประกอบวงร่วมโพลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต, C-PEA/PET

และ c) สารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอแรพทาเลต, C-PET

4.4 วัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์กับพอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอ-ทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

4.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์

จากการสังเคราะห์วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET โดยการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงร่วม C-PEA/PET ภายในรูปพรุนของซิงงาน HAp ที่อุณหภูมิ 250°C และทำการศึกษามวลของเวลาในการทำปฏิกิริยา จากผลเทคนิค GPC พบว่า สารที่อยู่ในวัสดุประกอบมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักอยู่ในช่วง 2,190-4,550 และมีค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 1.73-2.61 ดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.5 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยที่ได้จากเทคนิค GPC

สารตัวอย่าง	\bar{M}_w	\bar{M}_n	MWD
PEA	2270	1250	1.81
C-PEA	1270	780	1.63
C-PET	760	630	1.20
C-PEA/PET	1610	880	1.82
Composite HAp/PEA-co-PET : 250°C- 8 hr	2190	1270	1.73
- 16 hr	2720	1550	1.75
- 24 hr	4550	1740	2.61

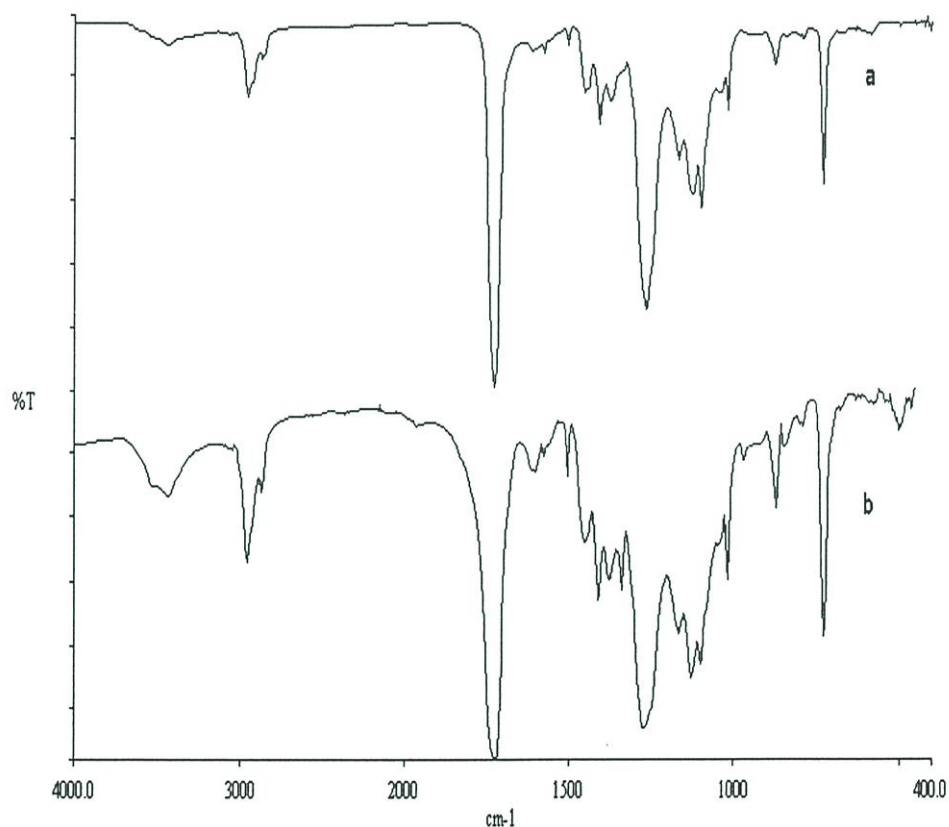
จากตารางที่ 4.4 พบว่า เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงขึ้น เนื่องจากเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นโอกาสที่สารประกอบวงจะทำปฏิกิริยาเกิดเป็นพอลิเมอร์สายโซ่ยาวที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง จึงมีเพิ่มขึ้นด้วย

จากผลดังกล่าวเราจึงเลือกวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดซึ่งเตรียมโดยใช้สภาวะในการ ROP ที่อุณหภูมิ 250°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ ด้วยเทคนิค FT-IR NMR และ DSC ได้ผลดังนี้

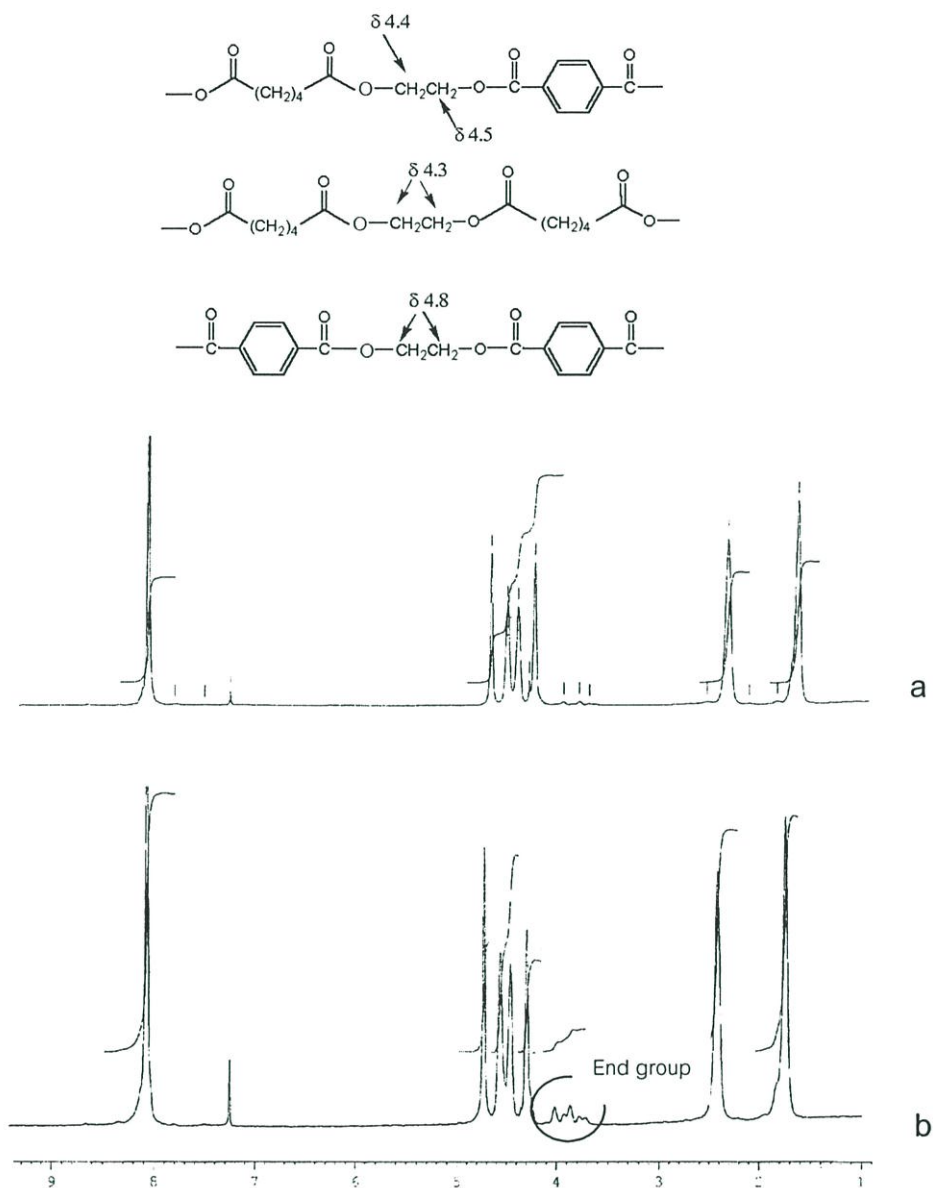
- FT-IR : ν_{max} 3500-3600 (O-H, s) 1728 (C=O, s) 1609, 1454 (C=C, Aromatic) 1274, 1100 (C-O, s) และ 874 (C-H, Aromatic) cm^{-1} (รูปที่ 4.8b)
- 1H -NMR : δ 1.7 (4H, s, $CH_2-CH_2-CH_2$ หมู่อะดิเปต) 2.4 (4H, s, $CH_2-CH_2-C=O$ หมู่อะดิเปต) ช่วง 4.2-4.8 (4H, s, หมู่เอทิลีนไกลคอล) 8.1 (4H, s, Aromatic) ppm (รูปที่ 4.9b)

- DSC : $T_g = -12.7^\circ\text{C}$ โดยไม่พบค่า T_m ในช่วง $-50^\circ\text{C} - 300^\circ\text{C}$ (ภาคผนวก จ-5)

จากผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR พบสัญญาณหมู่ O-H ที่ ν_{\max} 3500-3600 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงบริเวณหมู่ปลายสายโซ่พอลิเมอร์ เมื่อพิจารณาผล $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณในตำแหน่งเดียวกันกับสัญญาณของสารประกอบวงร่วม C-PEA/PET แต่มีสัญญาณแตกต่างกันที่ตำแหน่ง δ 3.7-4.0 ppm ซึ่งแสดงถึงหมู่ปลายสายโซ่ที่เกิดขึ้น การทำปฏิกิริยา ROP เกิดเป็น พอลิเมอร์ร่วมระหว่าง PEA-co-PET มีอัตราส่วน PEA:PET เท่ากับ 48:52 ซึ่งมีโครงสร้าง a:b:c เท่ากับ 11:5:6 (ภาคผนวก ก)



รูปที่ 4.8 สเปกตร้า FT-IR ของ a) สารประกอบวงร่วมโพลิเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต, C-PEA/PET และ b) วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET จากเทคนิค ROP

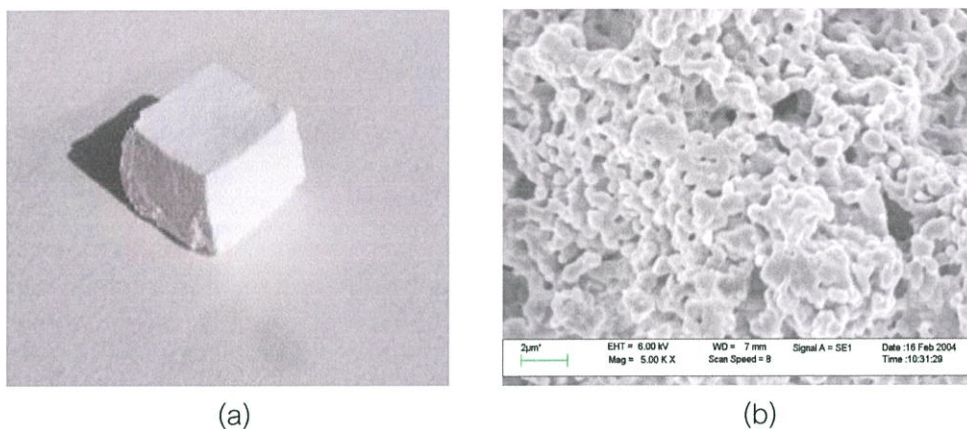


รูปที่ 4.9 สเปกตร้า $^1\text{H-NMR}$ ของ a) สารประกอบวงร่วมโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกเอทิลีน เทอเรพทาเลต, C-PEA/PET และ b) วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET จากเทคนิค ROP

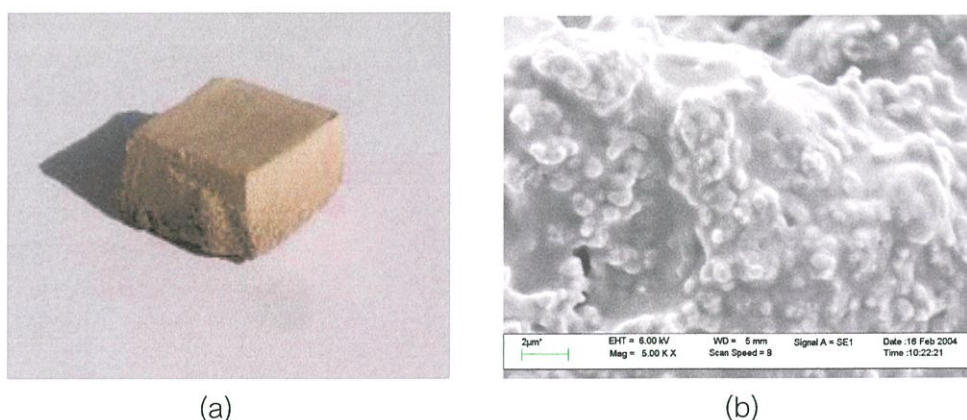
4.4.2 ลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET

จากรูปที่ 4.10a แสดงให้เห็นว่า ชั้นงาน HAp เริ่มต้นจะมีสีขาว เมื่อนำไปวิเคราะห์ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM พบว่า ผลึก HAp จะมีลักษณะเป็นเกรนเหลี่ยมค่อนข้างกลมเชื่อมต่อกันอยู่ และมีช่องว่างที่เกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (รูปที่ 4.10b) จากนั้นเมื่อเตรียมเป็นวัสดุประกอบด้วยการพอลิเมอไรส์แบบเปิดวงของสารประกอบวงร่วม C-PEA/PET ภายในชั้นงาน HAp ที่มีรูพรุนแล้ว พบว่า ชั้นงานจะเปลี่ยนสีจากสี

ขาวเป็นสีเหลืองอมน้ำตาล ทั้งภายนอกและภายในชิ้นงาน แสดงให้เห็นว่าสารประกอบวงร่วม C-PEA/PET สามารถแทรกเข้าไปในรูพรุนของชิ้นงาน HAp และเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงทั้งภายในและภายนอกชิ้นงาน (รูปที่ 4.11a) และจากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพื้นผิวภายในชิ้นงาน HAp พบว่า วัสดุประกอบจะมีฟิล์มพอลิเมอร์ปกคลุมพื้นผิวภายนอก และภายในช่องว่างที่เกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (รูปที่ 4.11b) แสดงให้เห็นฟิล์มพอลิเมอร์ที่เกิดขึ้นจะปกคลุมบนเกรน HAp ทำให้มองเห็นเกรนของผลึก HAp ไม่ชัดเจน ซึ่งแตกต่างจากรูปที่ 4.10b นอกจากนี้ความหนาแน่นของวัสดุประกอบที่เตรียมได้จะมีค่าเพิ่มขึ้นจากชิ้นงาน HAp เดิมประมาณ 17.5% ดังตารางที่ 4.5



รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายชิ้นงาน HAp (a) และโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวภายในของชิ้นงาน HAp ก่อนการเตรียมวัสดุประกอบกำลังขยาย 5,000 เท่า(b)



รูปที่ 4.11 ภาพถ่ายวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET (a) และโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวภายในชิ้นงานของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PETกำลังขยาย 5,000 เท่า (b)

ตารางที่ 4.6 ความหนาแน่นปรากฏ (Apparent density) ของวัสดุประกอบ

HAp/PEA-co-PET เปรียบเทียบกับชิ้นงาน HAp

ตัวอย่าง	ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)		ความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น จากชิ้นงาน HAp (%)
	ชิ้นงาน HAp	วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET	
1	1.08	1.27	17.6
2	1.12	1.31	16.9
3	1.10	1.30	18.1
เฉลี่ย	1.10	1.29	17.5

4.4.3 การคำนวณเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ

ตารางที่ 4.5 แสดงผลจากการชั่งน้ำหนัก HAp เริ่มต้นเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET พบว่า วัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้มีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง 19-21 % ทั้งนี้เนื่องจากทั้งภายในและภายนอกวัสดุประกอบมีพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยา ROP เคลือบอยู่

ตารางที่ 4.7 น้ำหนักของ HAp เริ่มต้นเทียบกับน้ำหนักของก้อนวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เตรียมได้

ตัวอย่างที่	น้ำหนัก HAp (กรัม)	น้ำหนักวัสดุประกอบ (กรัม)	น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (กรัม)	น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%)
1	1.6018	2.0452	0.4434	21.68
2	1.6456	2.0490	0.4034	19.69
3	1.5319	1.9223	0.3904	20.30
เฉลี่ย	1.5931	2.0055	0.4124	20.56

สามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบได้จาก

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

เมื่อ A คือ น้ำหนัก HAp (กรัม)

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

ตัวอย่างการคำนวณ

$$\begin{aligned}
 \text{ตัวอย่างที่ 1 : น้ำหนัก HAp} &= 1.6018 \text{ กรัม} \\
 \text{น้ำหนักของวัสดุประกอบ HAp/PEAcO-PET} &= 2.0452 \text{ กรัม} \\
 \% \text{ โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEAcO-PET ในวัสดุประกอบ} &= \frac{2.0452 - 1.6018}{2.0452} \times 100 \\
 &= 21.68 \%
 \end{aligned}$$

สำหรับค่าอื่นๆ ในตารางที่ 4.6 สามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEAcO-PET ในวัสดุประกอบได้เช่นเดียวกัน

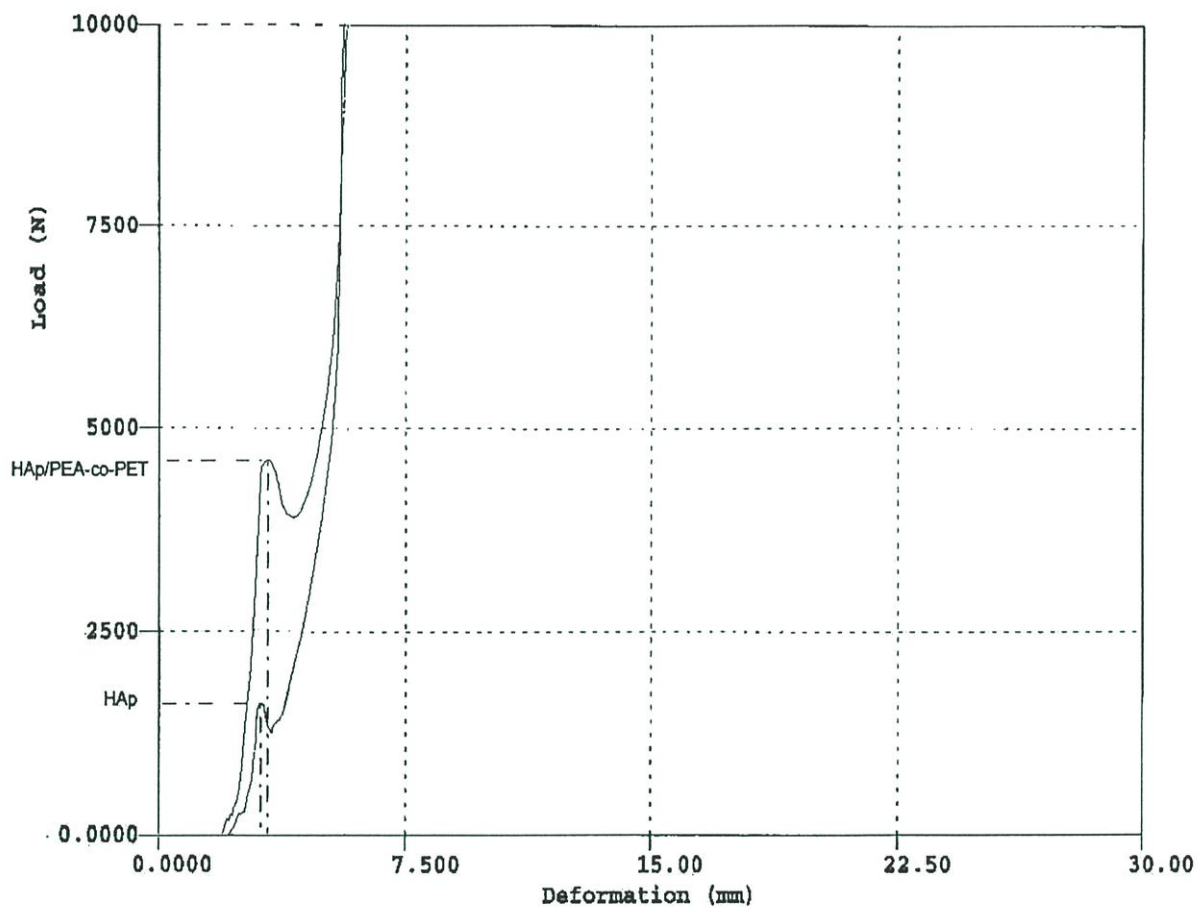
ตารางที่ 4.8 แสดงเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEAcO-PET ในวัสดุประกอบซึ่งได้จากการคำนวณโดยการชั่งน้ำหนัก เปรียบเทียบกับผลที่ได้จากการคำนวณเปอร์เซ็นต์การหายไปของน้ำหนักจากเทคนิค TGA (ภาคผนวก ข) พบว่า ปริมาณพอลิเมอร์รวม PEAcO-PET ในวัสดุประกอบที่ได้จากการชั่งน้ำหนัก และจากเทคนิค TGA มีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งจะพบว่าอัตราส่วนระหว่าง HAp กับพอลิเมอร์รวม PEAcO-PET มีค่าประมาณ 4:1 คิดเป็นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEAcO-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEAcO-PET ที่ได้จากการชั่งน้ำหนักเทียบกับจากเทคนิค TGA

ตัวอย่างที่	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์รวม PEAcO-PET ในวัสดุประกอบ	
	จากการชั่งน้ำหนัก	จาก เทคนิค TGA
1	21.7	19.8
2	19.7	18.1
3	20.3	19.1
เฉลี่ย	20.6	19.0

4.5 การทดสอบสมบัติการรับแรงกด

HAp เป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ต่ำ เปราะและแตกง่าย จึงมีความสามารถในการรับแรงกดต่ำ แต่เมื่อขึ้นเป็นวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET จะทำให้ความสามารถในการรับแรงกดเพิ่มขึ้น แสดงดังรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงการรับแรงกดของชิ้นงาน HAp และวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET

จากกราฟสามารถนำไปคำนวณหาค่าความแข็งแรงกดและค่ามอดูลัสของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET เทียบกับชิ้นงาน HAp บริสุทธิ์ ได้ดังตารางที่ 4.9 และตัวอย่างการคำนวณแสดงในภาคผนวก ก-3

ตารางที่ 4.9 ค่าความแข็งแรงกด (Compressive strength) และค่ามอดุลัสแข็งแรงกด

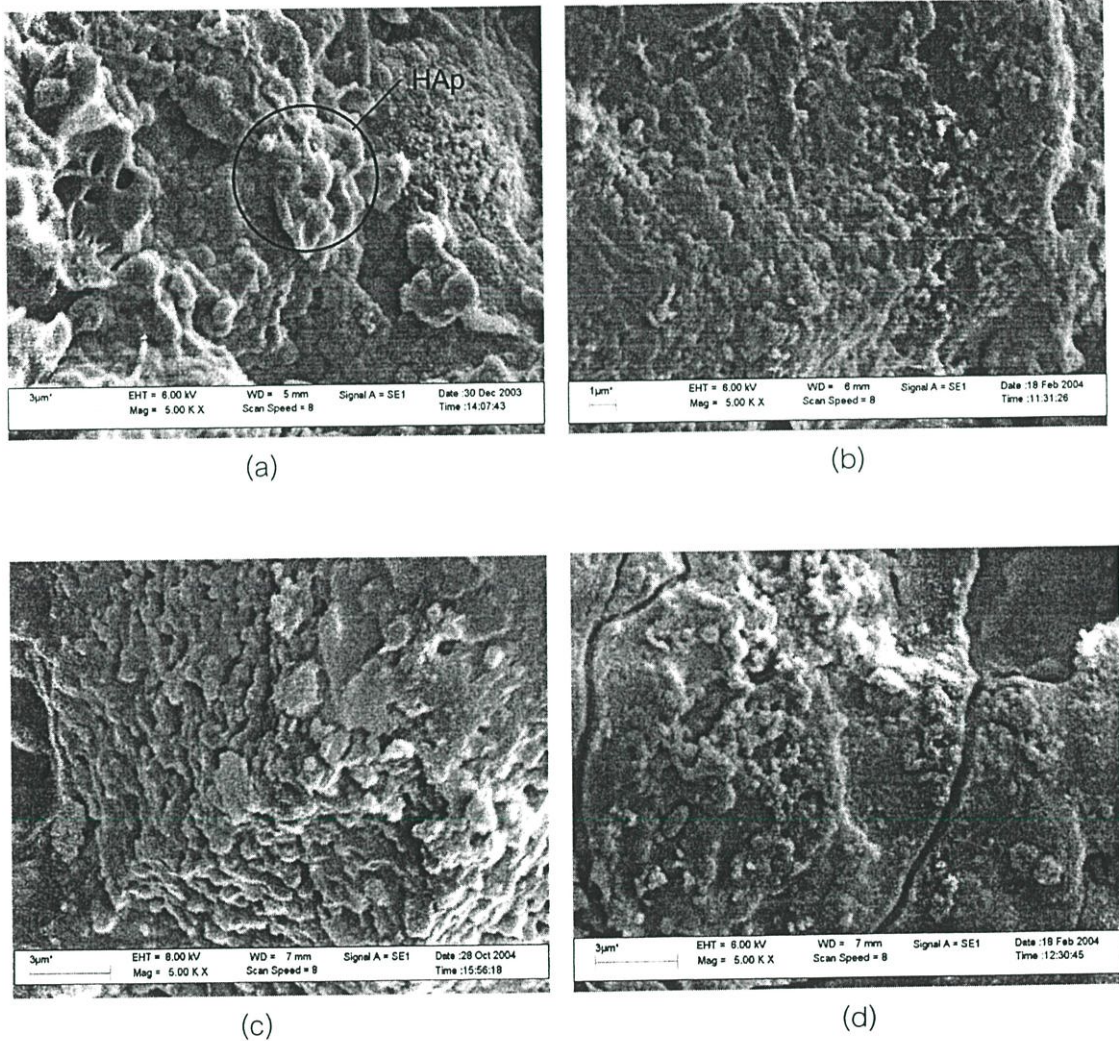
(Compressive modulus) ของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET เทียบกับ HAp

ชิ้นงานที่	Compressive strength (MPa)		Compressive modulus (MPa)	
	HAp	HAp/PEA-co-PET	HAp	HAp/PEA-co-PET
1	9.6	30.2	98.6	259.7
2	10.0	28.7	104.3	210.3
3	9.0	26.9	86.7	266.8
เฉลี่ย	9.5	28.6	96.5	245.6

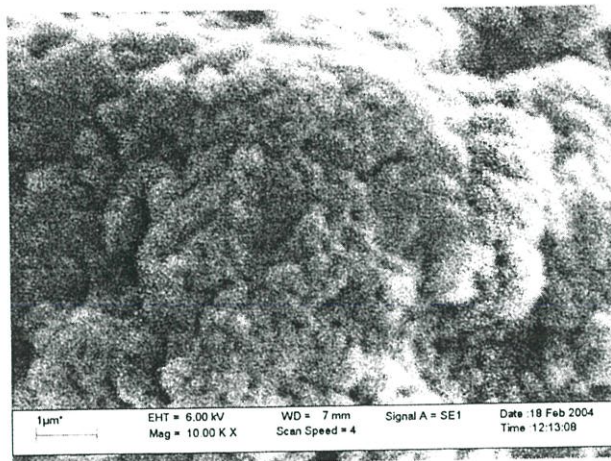
จากตารางที่ 4.9 พบว่า วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET มีค่าความแข็งแรงกดและค่ามอดุลัสแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับชิ้นงาน HAp บริสุทธิ์ โดยชิ้นงานวัสดุประกอบมีค่าความแข็งแรงกดเฉลี่ยเท่ากับ 28.6 MPa และค่ามอดุลัสแข็งแรงกดเฉลี่ยเท่ากับ 245.6 MPa ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นจากชิ้นงาน HAp ประมาณ 3 เท่า ทั้งนี้เนื่องจากพอลิเมอร์ร่วมที่แทรกตัวอยู่ในชิ้นงาน HAp มีความยืดหยุ่นสูงกว่า HAp ดังนั้นจึงช่วยปรับปรุงพฤติกรรมมารับแรงและการแตกหักของก้อน HAp ซึ่งมีลักษณะแข็งเปราะ เมื่อมีแรงภายนอกมากระทำต่อวัสดุประกอบ พอลิเมอร์จะทำหน้าที่รับแรงและส่งผ่านแรงไปทั่วทั้งชิ้นงานวัสดุประกอบทำให้ความสามารถในการรับแรงเพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบกับกระดูกในร่างกาย พบว่า ค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET จะมีค่าสูงกว่ากระดูกที่มีรูพรุน (Cancellous) [29] ซึ่งมีค่าอยู่ในช่วง 2-13 MPa ดังนั้นวัสดุประกอบที่เตรียมได้น่าจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในส่วน of กระดูกที่มีรูพรุนหรือส่วนที่ต้องการรับแรงที่สูงกว่าได้

4.6 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

เมื่อนำวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ไปแช่ในสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 36.5°C (อุณหภูมิร่างกาย) เป็นเวลา 7 14 21 และ 28 วัน ตามลำดับ โดยใช้ระบบการทดสอบเป็นระบบที่มีการไหลผ่านของสารละลาย (Flowing system) ด้วยอัตราการไหลผ่านเท่ากับ 130 มิลลิลิตรต่อวัน พบว่า พื้นผิวของวัสดุประกอบภายหลังการแช่สารละลาย SBF มีการก่อตัวของผลึก HAp จากสารละลาย SBF ดังภาพถ่าย SEM (รูปที่ 4.13)



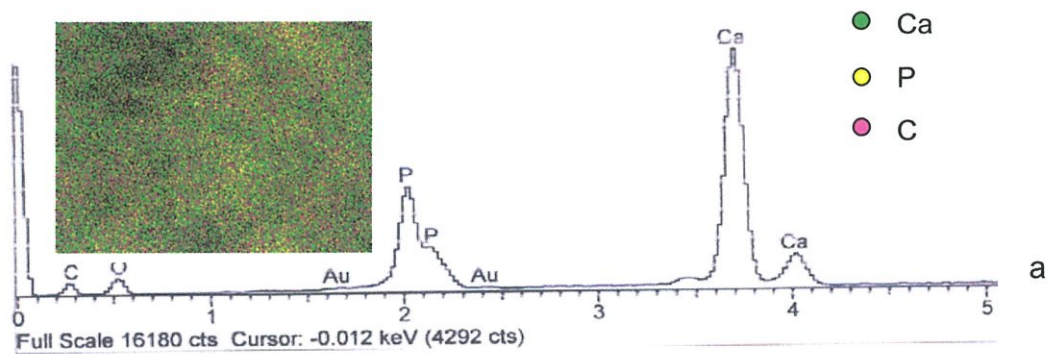
รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิววัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF (a) 7 วัน (b) 14 วัน (c) 21 วัน และ (d) 28 วัน ในระบบสภาวะที่มีการไหลผ่านของสารละลายกำลังขยาย 5,000 เท่า



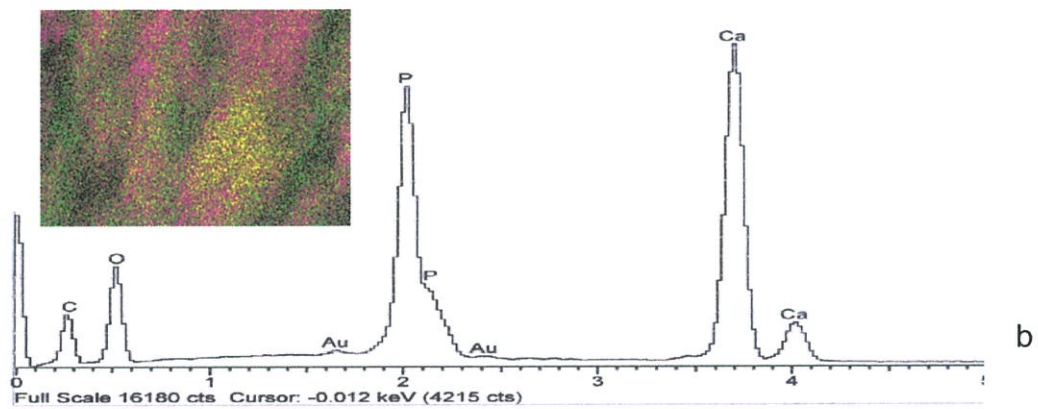
รูปที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิววัสดุประกอบหลังแช่สารละลาย SBF 28 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า

สารละลาย SBF เป็นสารละลายที่มีความอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturated solution) ของ ไอออนอนินทรีย์หลายชนิด โดยเฉพาะอย่างยิ่งไอออนของแคลเซียมและฟอสฟอรัส ซึ่งเป็นไอออน องค์ประกอบหลักในการตกผลึกของ HAp ดังนั้นเมื่อนำวัสดุประกอบไปแช่ในสารละลาย SBF พบว่า ที่พื้นผิววัสดุประกอบภายหลังการแช่สารละลาย SBF มีการก่อตัวของผลึก HAp ซึ่งเกรนมี รูปร่างทรงกลมคล้ายดอกกระหล่ำ ภายในเกรนทรงกลมนั้นประกอบด้วยผลึกรูปเข็มขนาดเล็กๆ รวมตัวกันอยู่เป็นจำนวนมาก (รูปที่ 4.14) ซึ่งลักษณะดังกล่าวเป็นลักษณะเฉพาะของผลึก HAp ที่ ก่อตัวขึ้นจากสารละลาย SBF เมื่อระยะเวลาในการแช่วัสดุประกอบในสารละลาย SBF เพิ่มขึ้น พบว่า มีการก่อตัวของผลึก HAp เป็นเกรนขนาดเล็ก มากกว่าการเติบโตของเกรนเดิมเป็นเกรน ขนาดใหญ่ ผลดังกล่าวน่าจะมาจากระบบการทดสอบเป็นระบบที่มีการไหลผ่านของสารละลาย SBF ใหม่อยู่ตลอดเวลา โอกาสที่จะเกิด Nuclei ใหม่ๆ จึงมีมากกว่าการเติบโตของผลึกเดิม

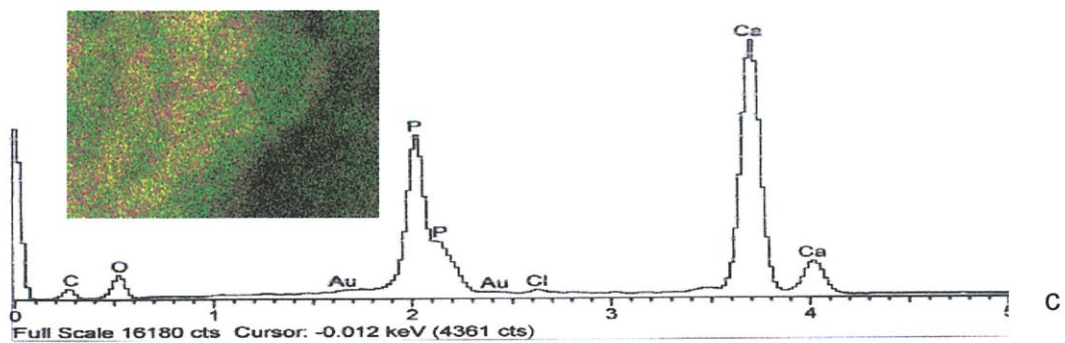
นอกจากนี้เมื่อแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลานานขึ้น พบว่าผลึกของ HAp ที่ก่อตัวขึ้นใหม่จะ เกิดเป็นชั้นฟิล์มบางของผลึก HAp ขนาดเล็กปกคลุมบนพื้นผิวสารตัวอย่างและพบรอยแตกบาง บริเวณบนชั้นฟิล์ม HAp ที่เกิดขึ้นใหม่ (รูปที่ 4.13d) รอยแตกลักษณะนี้มักจะพบในการทดสอบ สมบัติความว่องไวทางชีวภาพ ซึ่งเกิดการหลุดตัวของชั้น HAp ที่ก่อตัวขึ้นมาใหม่ เนื่องจากชั้นฟิล์ม HAp ดังกล่าวเป็นชั้นฟิล์มที่มีรูพรุนสูง เมื่อแช่อยู่ในสารละลาย SBF น้ำจะเข้าไปแทรกอยู่ในรูพรุน ดังกล่าว แต่เมื่อนำวัสดุประกอบออกจากสารละลาย SBF น้ำที่เคยแทรกตัวอยู่ระหว่างผลึก HAp ได้ระเหยออกไป ทำให้เกิดการหลุดตัวของชั้นฟิล์มบน ก่อให้เกิดเป็นรอยแตกขึ้น ซึ่งรอยแตกดังกล่าว สู่ถึงการยึดติดที่แข็งแรงระหว่างชั้น HAp ที่ก่อตัวขึ้นใหม่กับชิ้นงาน HAp จึงส่งผลให้เมื่อชั้นฟิล์ม หลุดตัวจึงเกิดการแตกออกเฉพาะชั้นฟิล์ม HAp ที่ก่อตัวขึ้นใหม่ โดยไม่เกิดการหลุดร่อนออก



Element	App Conc.	Intensity Corr.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
P K	18.59	1.3934	18.84	0.36	23.10
Ca K	60.43	1.0517	81.16	0.36	76.90
Totals			100.00		



Element	App Conc.	Intensity Corr.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
P K	81.18	1.4330	32.24	0.24	38.11
Ca K	120.27	1.0102	67.76	0.24	61.89
Totals			100.00		

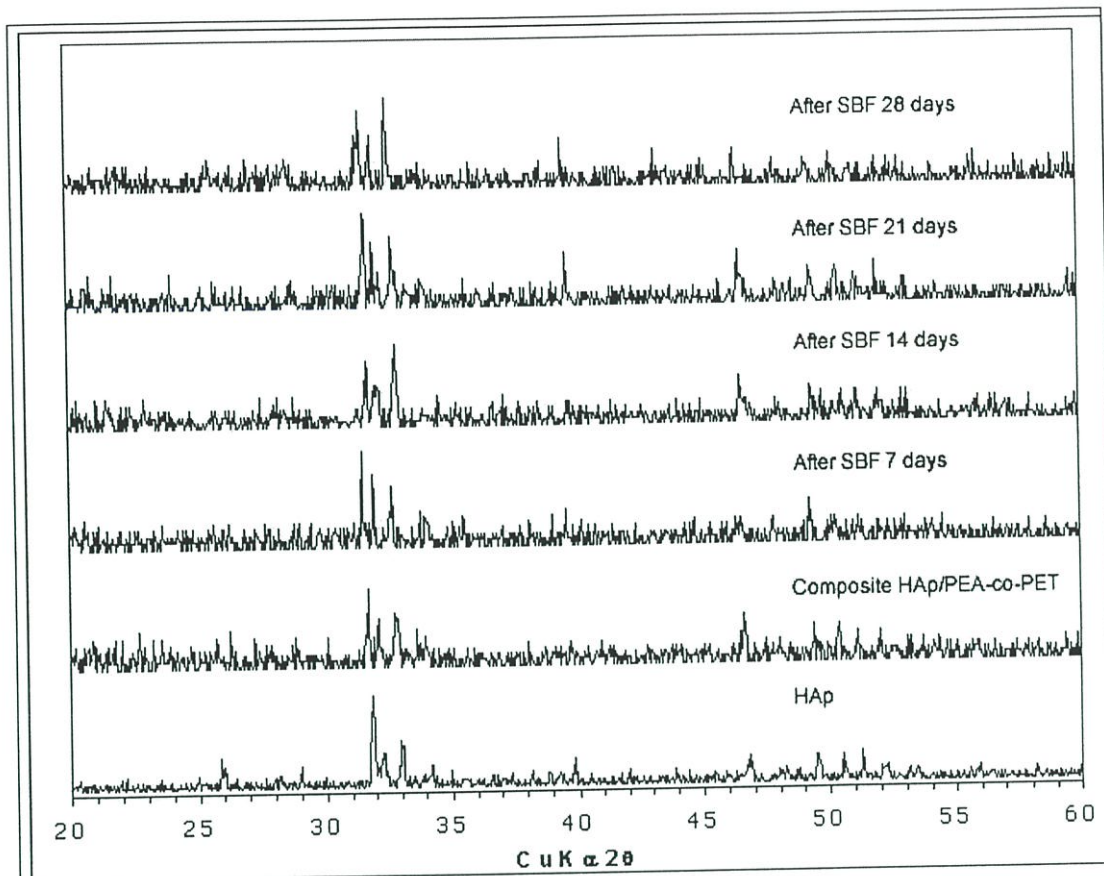


Element	App Conc.	Intensity Corr.	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
P K	41.89	1.4127	25.52	0.29	30.72
Ca K	89.19	1.0308	74.48	0.29	69.28
Totals			100.00		

รูปที่ 4.15 ผล SEM-EDS แสดงธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวและการกระจายของธาตุนบนพื้นผิว
 a) ฐึนงาน HAp บริสุทฐิ์ b) วัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ก่อนการแช่สารละลาย SBF และ c) HAp/PEA-co-PET หลังการแช่สารละลาย SBF 28 วัน
 (กำลังขยาย 2,000 เท่า)

จากผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวและแผนภาพการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค SEM-EDS สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.15 พบว่า พิกหลักและแผนภาพการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบในชิ้นงาน HAp บริสุทธิ์มีองค์ประกอบหลักเป็นแคลเซียมและฟอสฟอรัส (รูปที่ 4.15a) แต่เมื่อเตรียมชิ้นงานเป็นวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET แล้วพบว่า มีฟีกของคาร์บอนซึ่งเป็นธาตุองค์ประกอบหลักในพอลิเมอร์ร่วม และมีการกระจายตัวของคาร์บอนบนพื้นผิวของวัสดุปริมาณมากกระจายตัวอยู่บนพื้นผิว (รูปที่ 4.15b) นอกจากนี้ยังพบฟีกของธาตุแคลเซียมและฟอสฟอรัสจากชั้น HAp ที่อยู่ด้านล่าง เนื่องจากฟิล์มพอลิเมอร์ที่เคลือบชิ้นงานวัสดุประกอบมีความบางจึงทำให้ไม่สามารถบดบังสัญญาณของ HAp ที่อยู่ด้านล่างได้ หลังจากนั้นนำวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ไปแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 28 วันแล้วพบว่า การกระจายตัวของธาตุคาร์บอนและปริมาณคาร์บอนที่อยู่บนพื้นผิววัสดุประกอบลดลง ในขณะที่แคลเซียมและฟอสฟอรัสมีปริมาณเพิ่มขึ้นซึ่งจะให้ลักษณะเช่นเดียวกับในชิ้นงาน HAp บริสุทธิ์ จากผลการทดลองดังกล่าวสันนิษฐานได้ว่า พอลิเมอร์ร่วมที่เคลือบอยู่บนชิ้นงานวัสดุประกอบบางส่วนเกิดการหลุดสลายไป พร้อมทั้งมีการก่อตัวของชั้น HAp ขึ้นมาใหม่จากสารละลาย SBF ดังนั้น ฟีกของธาตุองค์ประกอบและการกระจายตัวที่เกิดขึ้นจะเป็นผลรวมของสัญญาณจากชั้น HAp ที่ก่อตัวขึ้นใหม่ร่วมกับสัญญาณจากก้อนของ HAp จากวัสดุเริ่มต้น (รูปที่ 4.15)

รูปที่ 4.16 แสดงถึงการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของวัฏภาคที่เป็นผลึกที่พื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภายหลังจากการแช่สารละลาย SBF ด้วยเทคนิค XRD พบว่า ฟีกที่ปรากฏทั้งหมดเป็นฟีกของ HAp ซึ่งมีฟีกสำคัญในช่วง 2θ ที่ 30-35 องศา โดยแพทเทิร์นของวัสดุประกอบภายหลังจากการแช่สารละลาย SBF ยังปรากฏเป็น 3 ฟีกหลักเช่นเดียวกับ HAp และวัสดุประกอบก่อนการแช่สารละลาย SBF แต่ฐานฟีกจะมีลักษณะกว้างขึ้นและการแยกของฟีกทั้งสาม (Peak resolution) มีความชัดเจนลดลง ซึ่งลักษณะที่เกิดขึ้นเกิดจากฟีกผลึก HAp ขนาดเล็กและผลึก HAp ขนาดใหญ่ เนื่องจากผลึก HAp ที่เกิดจากการตกผลึกในสารละลาย SBF จะมีขนาดเล็กกว่าผลึกที่เกิดจากการแคลไซน์ ซึ่งในกรณีถ้าชั้น HAp ที่เกิดขึ้นใหม่มีความหนาพอจะทำให้ฟีกผลึก HAp ขนาดเล็กเกิดการบดบังฟีกผลึก HAp ที่เกิดการแคลไซน์ได้ทั้งหมด เกิดเป็นฟีกที่ฐานกว้างในช่วง 30-35 องศา อย่างไรก็ตามสันนิษฐานว่า ความหนาของผลึก HAp ที่เกิดจากสารละลาย SBF ยังไม่มากพอ ทำให้ฟีกที่ปรากฏในแพทเทิร์นเกิดการซ้อนทับกันระหว่างฟีกของ HAp ในวัสดุประกอบกับฟีกของ HAp ที่เกิดจากการตกผลึกในสารละลาย SBF



รูปที่ 4.16 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุประกอบภายใต้การแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 7 14 21 และ 28 วัน

จากการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ พบว่า มีการก่อตัวของชั้นผลึก HAp บนพื้นผิวชิ้นงานวัสดุประกอบ ซึ่งลักษณะดังกล่าวแสดงถึงสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET และชี้ให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการเชื่อมต่อระหว่างวัสดุประกอบกับเนื้อเยื่อกระดูก เมื่อนำไปใช้ในร่างกายมนุษย์ ทั้งนี้จึงสามารถสรุปได้ว่า วัสดุประกอบที่เตรียมได้ มีความเป็นไปได้ที่จะนำไปใช้เป็นวัสดุชีวภาพสำหรับงานทางการแพทย์ได้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทาइटและการขึ้นรูป

งานวิจัยนี้สังเคราะห์ HAp ที่มีอัตราส่วนโดยโมล Ca:P ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี จากสารตั้งต้น $\text{Ca}(\text{OH})_2$ กับ H_3PO_4 โดยใช้ NH_4OH เป็นตัวช่วยควบคุม pH ควบคุมอัตราการหยุด H_3PO_4 และ NH_4OH เป็น 1.08 มิลลิลิตรต่ออนาที อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 10°C HAp ที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโมลของ Ca:P อยู่ในช่วง 1.34-1.49 เมื่อทำการขึ้นรูปชิ้นงาน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1100°C เพื่อให้ผลึก HAp เกิดการจัดเรียงตัวอย่างสมบูรณ์และเกิดรูพรุนภายในชิ้นงาน จะได้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นเฉลี่ยเท่ากับ 1.1 g/cm^3 และมีค่าความแข็งแรงกดเฉลี่ยเท่ากับ 9.5 MPa

5.2 การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนอะดิเปต

PEA ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอมน้ำตาล มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (\bar{M}_w) เท่ากับ 2,270 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (\bar{M}_n) เท่ากับ 1,250 ค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุล (MWD) เท่ากับ 1.81 และมีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึก (T_m) เท่ากับ 33°C

5.3 การสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต และสารประกอบวงร่วมโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต

การสังเคราะห์สารประกอบวงทั้งสามชนิดด้วยปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง ได้สารประกอบวงโพลิโกเมอร์ ดังนี้ C-PEA มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลอมเหลือง มี \bar{M}_w เท่ากับ 1,270 \bar{M}_n เท่ากับ 780 MWD เท่ากับ 1.63 C-PET ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีค่า \bar{M}_w เท่ากับ 760 \bar{M}_n เท่ากับ 630 MWD เท่ากับ 1.20 C-PEA/PET มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลอมเหลือง มีค่า \bar{M}_w เท่ากับ 1,610 \bar{M}_n เท่ากับ 880 MWD เท่ากับ 1.82

5.4 การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต

จากการเตรียมวัสดุประกอบด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอร์แบบเปิดวงของ C-PEA/PET ภายในรูพรุน HAp ที่สภาวะต่างๆ พอลิเมอร์ร่วมในวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยสูงกว่าสารประกอบวงรวมเริ่มต้น โดยมีค่า M_w อยู่ในช่วง 2,190-4,550 และมีค่า MWD อยู่ในช่วง 1.73-2.61 ปริมาณพอลิเมอร์ร่วมในวัสดุประกอบที่ได้จากการคำนวณโดยการชั่งน้ำหนักและจากเทคนิค TGA มีค่าใกล้เคียงกันอยู่ในช่วง 19-21% เมื่อเทียบเป็นอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง HAp กับพอลิเมอร์ โดยประมาณเท่ากับ 4:1 การที่มีพอลิเมอร์ร่วมเคลือบอยู่ที่พื้นผิวภายนอกและภายในรูพรุน HAp มีผลทำให้วัสดุประกอบเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีน้ำตาลอมเหลือง มีค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเฉลี่ยเท่ากับ 1.29 g/cm^3 และมีค่าความแข็งแรงกดเพิ่มขึ้นเป็น 28.6 MPa เนื่องจากพอลิเมอร์ร่วมที่แทรกตัวอยู่ในวัสดุประกอบจะทำหน้าที่ช่วยกระจายแรงที่กระทำให้กับวัสดุประกอบ

5.5 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ

เมื่อแช่วัสดุประกอบในระบบที่มีการไหลผ่าน (Flowing system) ของสารละลาย Simulated body fluid (SBF) ที่อัตราการไหล 130 ml/day อุณหภูมิ 36.5°C พบว่า มีการก่อตัวของผลึก HAp จากสารละลาย SBF บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ และเมื่อเวลาในการแช่ในสารละลาย SBF เพิ่มขึ้น การก่อตัวของผลึก HAp ที่เกิดขึ้นจะเป็นการก่อตัวที่เกิดจากอนุภาคใหม่ๆ มากกว่าการก่อตัวบนอนุภาคเดิมซึ่งผลึก HAp ที่ก่อตัวขึ้นใหม่จะมีความแตกต่างจากชั้น HAp ในวัสดุประกอบทำให้ยืนยันได้ว่า วัสดุประกอบสามารถเกิดการเหนี่ยวนำให้เกิดการก่อตัวขึ้นในสารละลาย SBF ซึ่งแสดงถึงสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

5.6 ข้อเสนอแนะ

- พอลิเมอร์
1. ศึกษาการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนปริมาณพอลิเมอร์ในวัสดุประกอบเพื่อให้ได้วัสดุประกอบที่มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม
 2. ศึกษาการย่อยสลายของพอลิเมอร์ร่วมพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลตในสภาวะจำลองของเหลวภายในร่างกาย

- การขึ้นรูปไฮดรอกซีแอพาไทต์
 1. ศึกษาการเปลี่ยนแปลงวิธีการขึ้นรูปเพื่อให้ได้ชิ้นงานที่มีความเรียบและขนาดที่แน่นอน
 2. ทำการปรับเปลี่ยนสารยึดติดและปริมาณที่ให้เติมลงไปในการขึ้นรูป
- การทดสอบสมบัติ
 1. ศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบอื่นๆ เช่น สมบัติความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) สมบัติความแข็งแรงกระแทก (Impact strength) เพื่อให้เหมาะสมกับการนำไปใช้งาน

เอกสารอ้างอิง

- [1] Joon, P.B. *Biomaterials An Introduction*. New York : Plenum Press. 1979.
- [2] Aoki, H. *Medical Application of Hydroxyapatite*. Tokyo : Ishiyaky Euro America. 1994.
- [3] Stevens, P. *In Polymer Chemistry*. New York : Oxford University. 1990.
- [4] Yamashita, K. and Kanazawa, T. *in Inorganic Phosphate*. Tokyo : Elsevier. 1989.
- [5] Hench, L.L. and Wilson, J. *An introduction to Bioceramics*. Singapore : World Scien- tific. 1993.
- [6] Rathje, W. "Zur Kenntnis de Phosphate I. Uber Hydroxyaptite.", *Inorganic Synthesis*. Vol.7, 1993. pp.63-65.
- [7] Hayek, E. and Newesely, H. "Pentacalcium Monohydroxyorthophosphate.", *Inorganic Synthesis*. Vol.7, 1993. pp.63-65.
- [8] Legeros, R.Z. "Calcium Phosphates in Oral Biology and Medicine.", *Monographs in Oral Science.*, 15, 1991.
- [9] Engin, N.O. and Tas, A. C. "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. pp.1581-1584.
- [10] Lazic, S., Zec, S., Miljevic ,N. and Milonjic, S. "The effect of temperature on the properties of hydroxyapatite precipitated from calcium hydroxide and phosphoric acid.", *Thermochimica Acta.*, 374, 2001. pp.13-22.
- [11] ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ "ไฮดรอกซีแอปาทาइट (Hydroxyapatite) วัสดุทดแทนกระดูก" [Online]. Availble : http://www.magnet.mtec.or.th/th/news/cool_stuff/cool2.html. 1998.
- [12] Ulrich, A. *Introduction to Industrial Polymer*. 2ndEd. Germany : Hanser. 1993.
- [13] Parker, S.P. *Encyclopedia of Chemistry*. Vol.3. USA : McGraw-Hill Inc.1993.
- [14] Dietrich, B., Viout , P. and Lehn, J.M. *In Macrocyclic Chemistry*. Weinheim : VCH. 1993.
- [15] Wood, B.R. and Semlyen, J.A. "Preparation and Characterization of large ether- ester ring." *Polymer*, 96, 1997. pp.2287-2290.
- [16] Hall, A.J., Hodge, P., Mcgrail, C.H. and Rickerby, J. "Synthesis of a series of

- Cyclic oligo(Alkylidene isophthalate) by Cyclo-depolymerisation.”, *Polymer*, 41, 2000. pp.1239-1249.
- [17] Xin-Hua, W., Yi, Y., Hui-Lin, T., Lan, H., Samuel, T. and Qi-Feng, Z. “Synthesis, Characterization and Ring opening Polymerization of Poly(1,4-Cyclohexylene-dimethylene terephthalate) Cyclic oligomers.”, *J.Polym.Sci.PartA.*, 38, 2000. pp.1828-1833.
- [18] Hubbard, P. and Brittain, W.J. “Synthesis and Ring-Opening Polymerization of Poly(Alkylene 2,6-naphthalenedicarboxylate) Cyclic oligomers.”, *Macromolecule*, 29, 1996. pp.8304-8307.
- [19] ชลารร จันท์ทัด และ ธีระวัฒน์ เฉลิมสุขศรี “การรีไซเคิลของพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต โดยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบปิดวง และเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง” โครงการงานพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2543.
- [20] กมลวรรณ รัตนภักดิ์ พะนอ วรรณวงศ์ และศิริยา เจียมสกุล “การสังเคราะห์พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต พอลิเอทิลีนกลูตาเรต และพอลิเมอร์ร่วมโดยปฏิกิริยาการพอลิเมอไรส์แบบเปิดวง” โครงการงานพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2544.
- [21] Department of Bioengineering, Imperial College of Science, Technology & Medicine. “Bioactive Ceramic Composite”, [Online]. Available :
 • <http://www.bg.ic.ac.uk/Lectures/Hench/BioComp/Chap3.shtml> 2002.
- [22] Wang, M., Joseph, R. and Bonfield, W. “Hydroxyapatite-polyethylene composites for bone substitution:effect of ceramic particle size and morphology.”, *Biomaterial.*, 19, 1998. pp.2357-2366.
- [23] Walsh, D., Furuzono, T. and Tanaka, J. “Preparation of porous composites implant materials by in situ polymerization of porous apatite containing ϵ -caprolactone or methyl methacrylate.”, *Biomaterial.*, 22, 2001. pp.1205-1212.
- [24] Ignjatovic, N., Tomic, S., Dakic, M., Miljkovic, M., Plavsic, M. and Uskokovic, D. “Synthesis and properties of hydroxyapatite / poly-L-lactide composite biomaterials.”, *Biomaterial.*, 22, 1999. pp. 809-816.

- [25] Metodija, Z. and Prashant, M. "A simple chemical method for preparation of hydroxyapatite coating on Ti6Al4V Substrate.", *J.Mater.Sci.Mater.Med.*, 12, 2001. pp. 479-483.
- [26] Leonor, I.B., Sousa, R.A., Cunha, A.M. and Reis, R.L. "Novel starch thermoplastic /Bioglass[®] Composites: Mechanical properties, degradation behavior and in-vitro bioactivity.", *J.Mater.Sci.Mater.Med.*, 13, 2002. pp.939-945.
- [27] นิธิวดี บุญญัญทิพย์ และรุ่งทิพย์ สุวรรณวิจิตรดี พะนอ "การศึกษาสมบัติความแข็งแรงกุดและความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีนอะดิเปต" โครงการพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2546.
- [28] วรรัตน์ สุทธิสุขสถาพร อภิขญา เจียนประเสริฐ และอรอนงค์ เซาวกุล "วัสดุประกอบไฮดรอกซีแอปาทิตกับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต(HAp/PET) และแคลเซียมซิลิเกต/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต(CS/PET): การเตรียม,ความแข็งแรงกุด และความว่องไวทางชีวภาพ" โครงการพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2546.
- [29] Audekercke, R.V. and Martens, M. in *Natural and Living Biomaterial*. EL : CRC Press. 1984.

ภาคผนวก ก

การคำนวณ

ก-1 การคำนวณอัตราส่วนโดยโมล Ca:P

แคลเซียมที่ตรวจวัดได้อยู่ในรูปสารประกอบ CaO ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ

$$40.078 + 15.999 = 56.077$$

ฟอสฟอรัสที่ตรวจวัดได้อยู่ในรูปสารประกอบ P₂O₅ ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ

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

นำค่า %โดยน้ำหนักของ CaO และ P₂O₅ ที่ได้จากเครื่อง XRF มาคำนวณ

โดย CaO	56.077	กรัม	มี Ca	1		mol
ถ้า CaO	X	กรัม	มี Ca	$\frac{1 \times X}{56.077}$	= A	mol

โดย P ₂ O ₅	141.94	กรัม	มี P	2		mol
ถ้า P ₂ O ₅	Y	กรัม	มี P	$\frac{2 \times Y}{141.94}$	= B	mol

เพราะฉะนั้น อัตราส่วน Ca:P เท่ากับ A/B

ตัวอย่างการคำนวณ

ไฮดรอกซีแอปาทิตที่สังเคราะห์ได้ตัวอย่างที่ 1

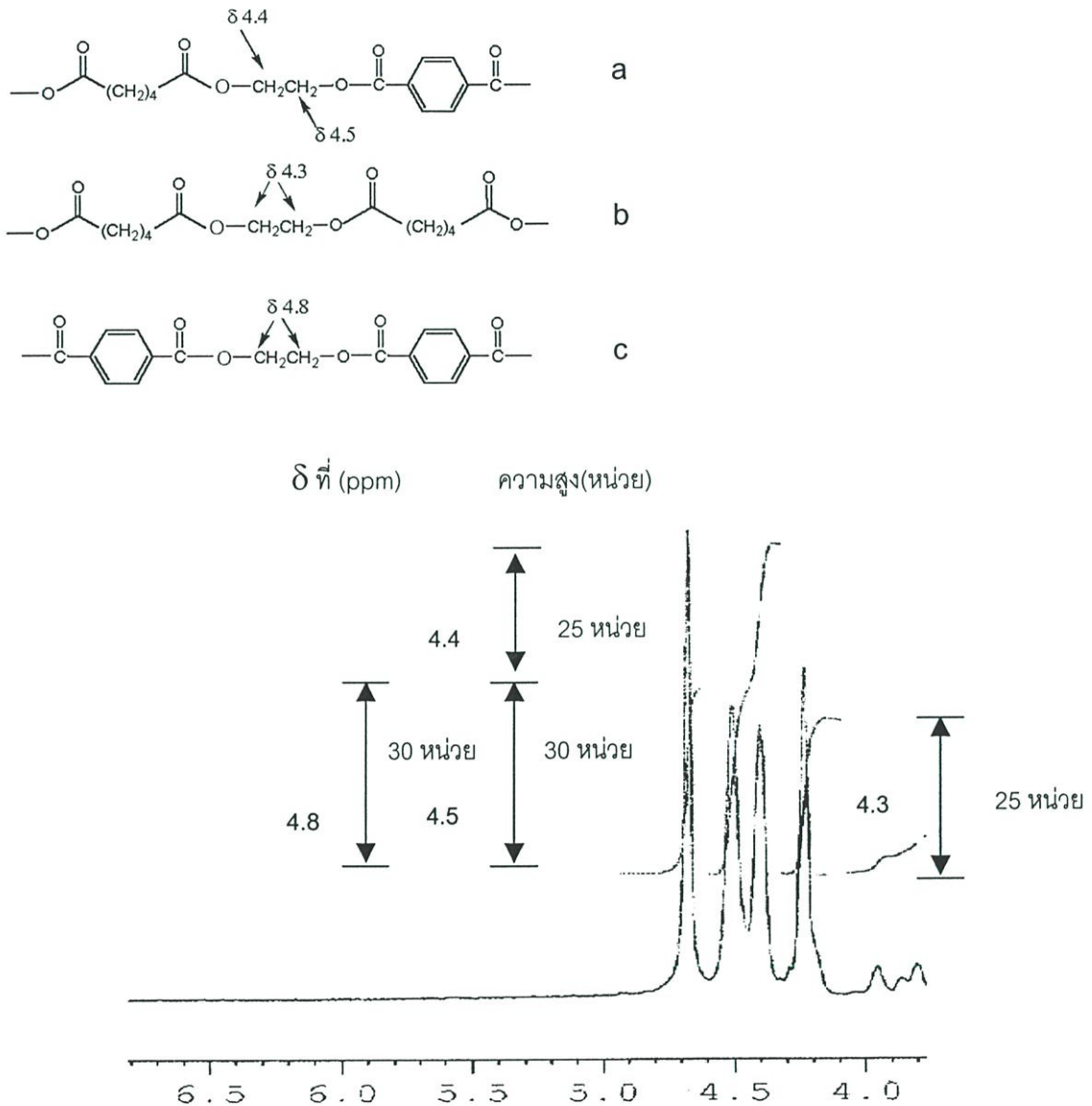
สารประกอบ CaO	56.077	กรัม	มี Ca	1		mol
ถ้า CaO ที่วัดได้	56	กรัม	มี Ca	$\frac{1 \times 56}{56.077}$	= 0.999	mol

และสารประกอบ P ₂ O ₅	141.94	กรัม	มี P	2		mol
ถ้า P ₂ O ₅ ที่วัดได้	43.6	กรัม	มี P	$\frac{2 \times 43.6}{141.94}$	= 0.614	mol

เพราะฉะนั้น อัตราส่วน Ca:P เท่ากับ $0.999/0.614 = 1.63$

ก-2 การคำนวณอัตราส่วนระหว่าง PEA กับ PET ที่อยู่ในพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET

จากผลสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ Composite HAp/PEA-co-PET



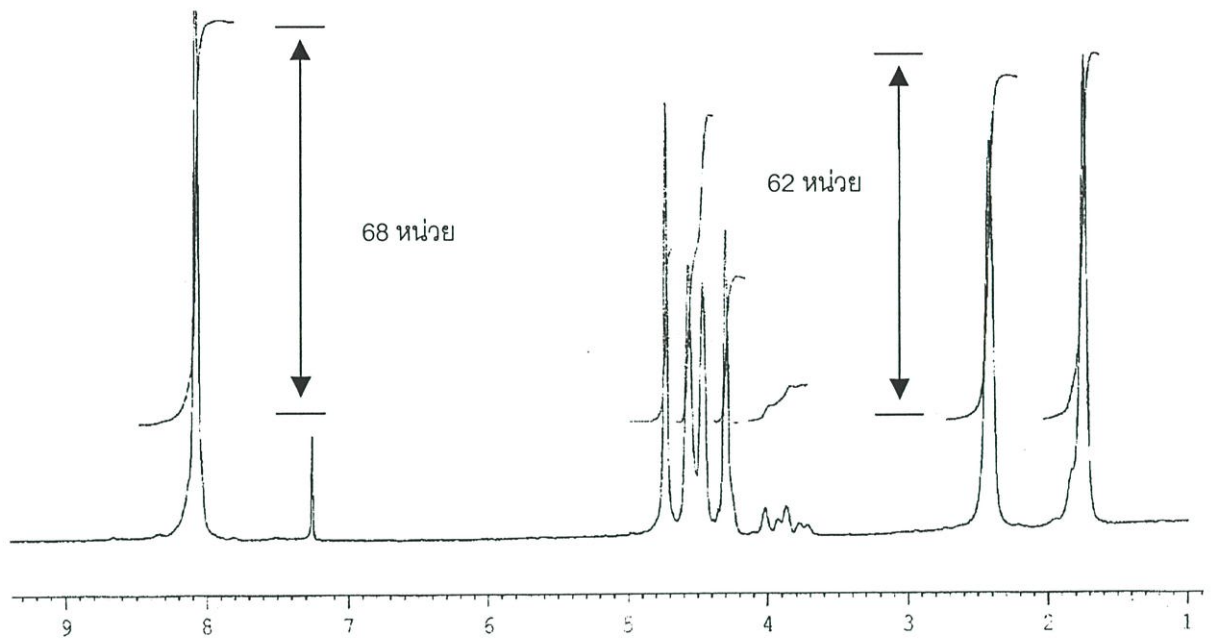
อัตราส่วนของโครงสร้าง a:b:c

สัญญาณทั้งหมดของโครงสร้าง a คือที่ $\delta = 4.4$ และ 4.5 ppm ความสูงทั้งหมดเท่ากับ 53 หน่วย

สัญญาณทั้งหมดของโครงสร้าง b คือที่ $\delta = 4.3$ ppm ความสูงทั้งหมดเท่ากับ 24 หน่วย

สัญญาณทั้งหมดของโครงสร้าง b คือที่ $\delta = 4.8$ ppm ความสูงทั้งหมดเท่ากับ 29 หน่วย

ดังนั้นอัตราส่วนของโครงสร้าง a:b:c คือ 11:5:6



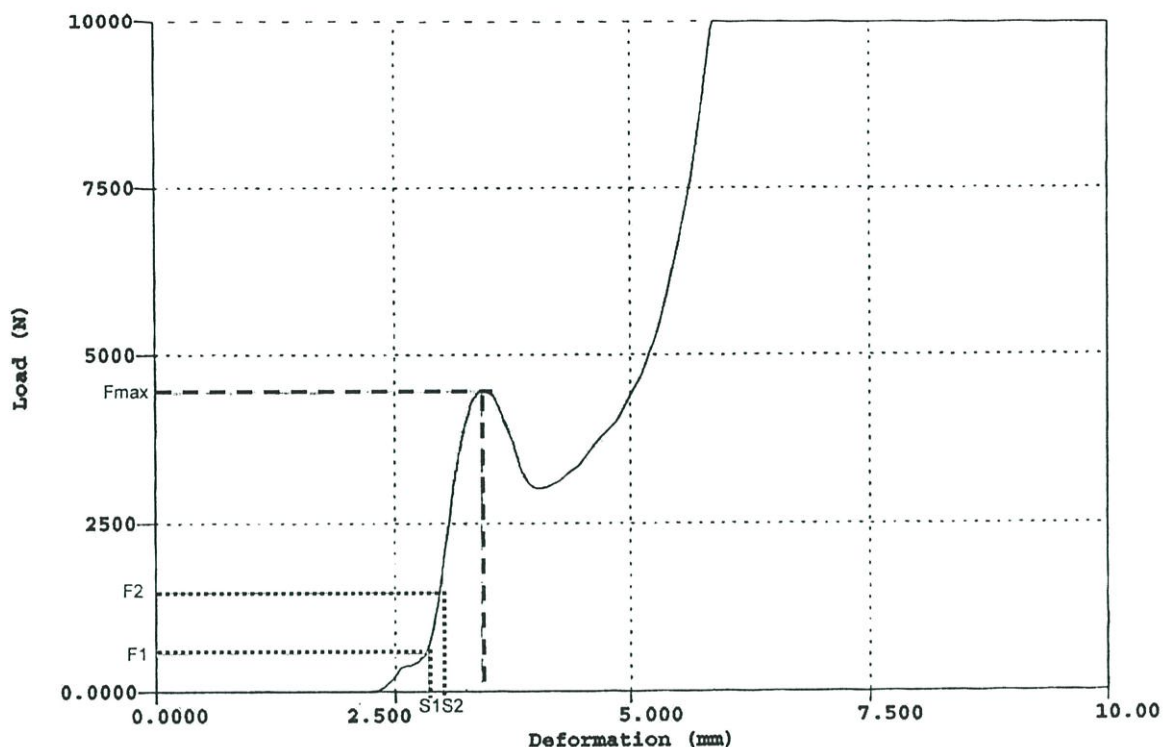
อัตราส่วนระหว่าง PEA:PET

สัญญาณทั้งหมดของโครงสร้าง PEA คือ ที่ $\delta = 2.4$ ppm ความสูงทั้งหมดเท่ากับ 62 หน่วย

สัญญาณทั้งหมดของโครงสร้าง PET คือ ที่ $\delta = 8.1$ ppm ความสูงทั้งหมดเท่ากับ 68 หน่วย

ดังนั้นอัตราส่วนระหว่าง PEA:PET เท่ากับ 48:52

ก-3 การคำนวณค่าความแข็งแรงกดและค่ามอดุลัสของชิ้นงาน HAp และวัสดุประกอบ



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

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

A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน (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 : ชิ้นงานวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ชั้นที่ 1

$$\text{Compressive strength} = \left(\frac{4,588.2}{151.9} \right) = 30.20 \text{ N/mm}^2 (\text{MPa})$$

$$\text{Compressive modulus} = \frac{(1514 - 527.9) / 151.9}{(2.95 - 2.8) / 6} = 259.7 \text{ N/mm}^2 (\text{MPa})$$

สำหรับค่าอื่นๆ ในตารางที่ 4.9 สามารถคำนวณได้เช่นเดียวกัน

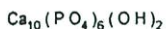
ภาคผนวก ข

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีแอพาไทต์
จากฐานข้อมูล PDF
(Powder Diffraction Files)

Pattern : 74-565

Radiation = 1.540598

Quality : Calculated



Hydroxylapatite / Calcium Hydroxide Phosphate

Lattice : Hexagonal

Mol. weight = 1004.64

S.G. : P63/m (176)

Volume [CD] = 529.09

a = 9.42400

Dx = 3.153

c = 6.87900

Z = 1

V_{cor} = 1.06

ICSD COLLECTION CODE : 026204
 TEMPERATURE FACTOR : ATF
 SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Holly Springs, GA, USA.
 ADDITIONAL PATTERN : See PDF 9-432.

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

*Acta Crystallogr., Sec. B, volume 25, page 1534, (1969) :
 Sudarsanan, K., Young, R.A.

Radiation : CuKα1

Filter : Not specified

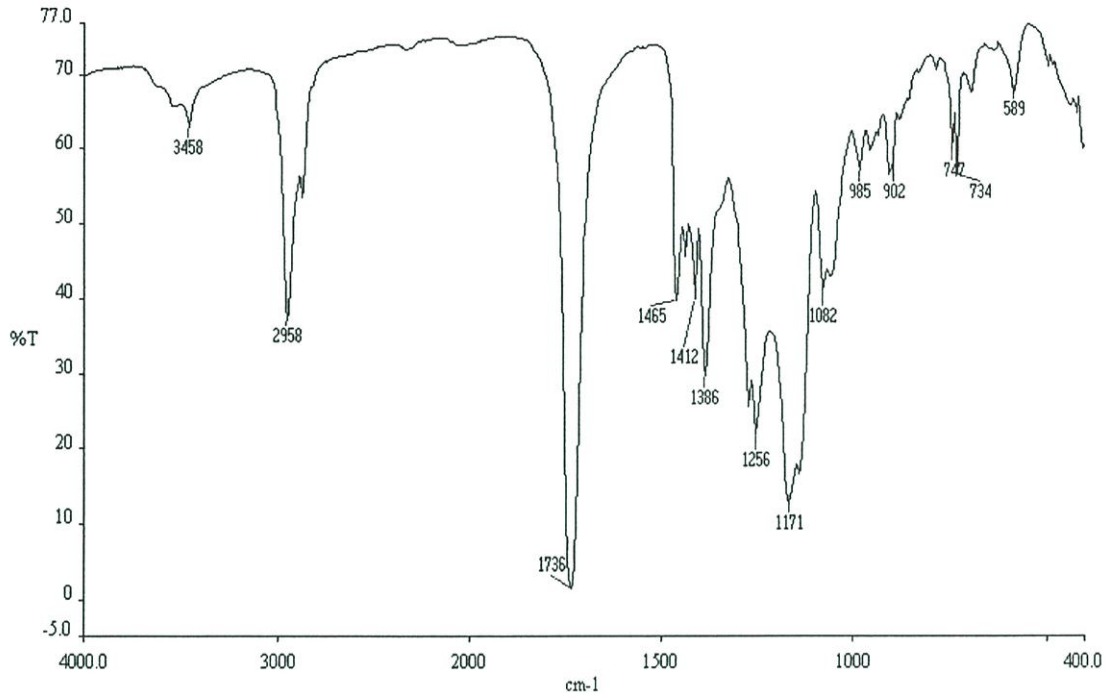
Lambda : 1.54060

d-sp : Calculated spacings

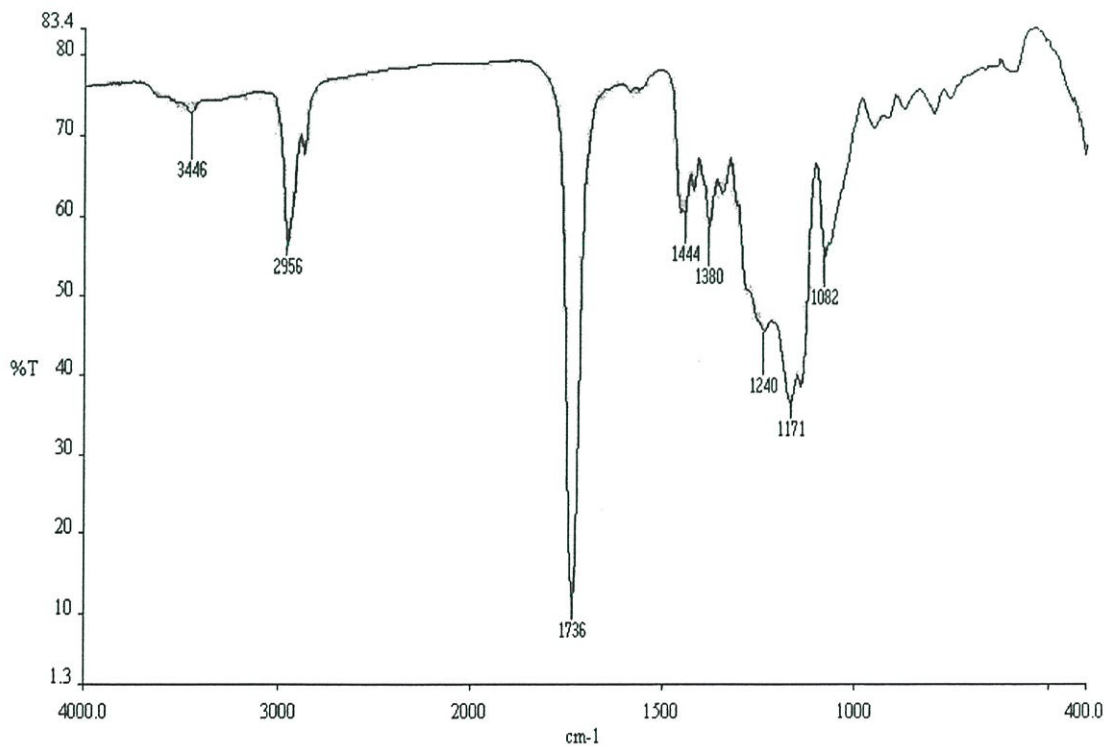
2th	l	h	k	i	2th	l	h	k	i
10.832	17	1	0	0	82.323	1	1	6	2
16.842	5	1	0	1	*82.323	1	6	0	3
18.817	2	1	1	0	82.703	1	7	0	0
21.762	6	2	0	0	83.123	1	4	4	1
22.858	6	1	1	1	83.240	1	3	3	4
25.357	2	2	0	1	83.391	4	4	3	3
25.883	35	0	0	2	84.268	3	2	4	4
28.131	9	1	0	2	84.423	2	0	0	6
28.921	16	2	1	0	84.953	<1	4	0	5
31.766	100	2	1	1	85.443	2	5	2	3
32.195	52	1	1	2	*85.443	2	1	0	6
32.897	61	3	0	0	85.781	1	2	6	0
34.063	21	2	0	2	87.338	2	5	1	4
35.455	4	3	0	1	87.493	4	4	4	2
38.168	<1	2	2	0	*87.493	4	1	1	6
39.197	5	2	1	2	88.021	3	2	3	5
39.791	20	1	3	0	88.471	6	3	5	2
40.436	2	2	2	1	89.530	<1	1	6	3
40.845	<1	1	0	3					
41.986	6	1	3	1					
42.325	1	3	0	2					
43.876	5	1	1	3					
44.362	1	4	0	0					
45.329	3	2	0	3					
46.381	1	4	0	1					
46.694	28	2	2	2					
48.081	12	1	3	2					
48.586	4	2	3	0					
49.490	31	2	1	3					
50.475	16	3	2	1					
51.255	12	1	4	0					
52.075	12	4	0	2					
*52.075	12	3	0	3					
53.220	14	0	0	4					
54.484	1	1	0	4					
55.863	6	3	2	2					
56.317	<1	5	0	0					
57.133	4	3	1	3					
58.027	2	5	0	1					
58.164	1	2	0	4					
58.295	1	4	1	2					
58.737	1	3	3	0					
59.924	4	2	4	0					
60.404	3	3	3	1					
61.571	3	2	4	1					
61.703	5	1	2	4					
62.981	8	5	0	2					
63.404	2	5	1	0					
63.998	8	3	0	4					
64.165	9	3	2	3					
65.000	7	5	1	1					
66.412	2	1	4	3					
67.359	<1	2	2	4					
68.461	<1	3	1	4					
68.985	<1	6	0	0					
69.193	<1	1	0	5					
69.673	2	5	1	2					
70.074	<1	4	3	0					
70.516	<1	6	0	1					
70.799	<1	5	0	3					
71.361	<1	1	1	5					
71.596	4	4	3	1					
72.232	3	5	2	0					
72.436	2	2	0	5					
72.947	<1	3	3	3					
73.735	2	5	2	1					
74.011	4	2	4	3					
74.916	1	2	3	4					
75.031	1	6	0	2					
75.622	5	2	1	5					
76.085	2	3	4	2					
76.473	2	6	1	0					
77.021	5	1	4	4					
77.174	5	5	1	3					
77.720	<1	3	0	5					
77.947	1	1	6	1					
78.179	6	2	5	2					
80.836	<1	2	2	5					
81.180	1	5	0	4					
81.673	2	4	4	0					
81.870	1	1	3	5					

ภาคผนวก ค

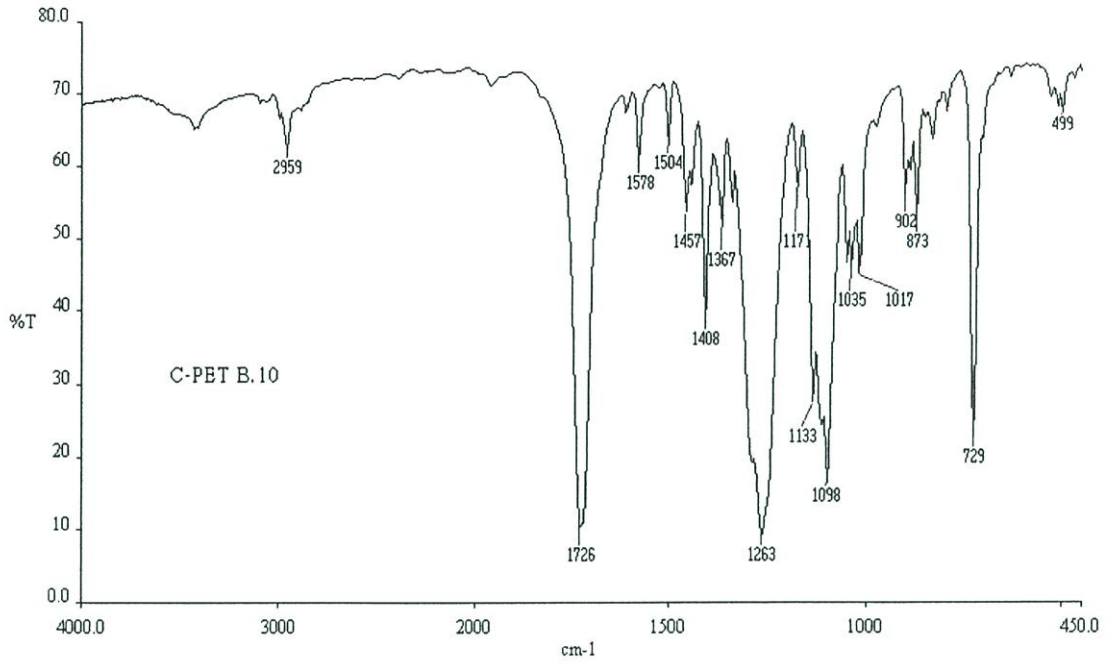
ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรา



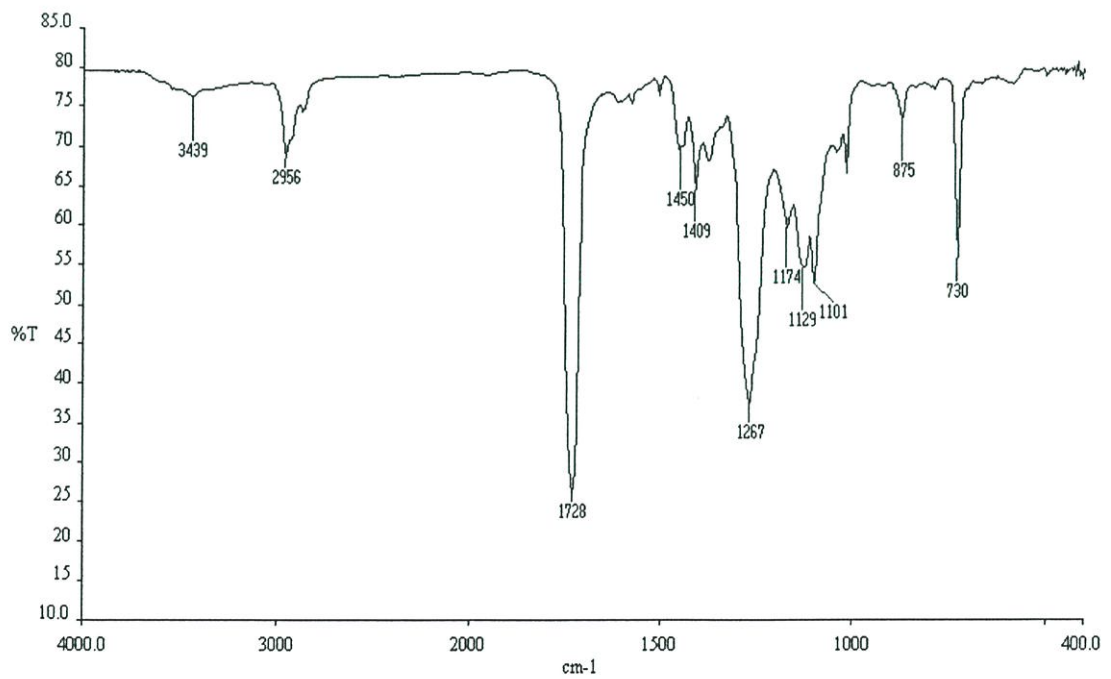
รูปที่ ค-1 พูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของพอลิเอทิลีนอะดีเปต ที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น



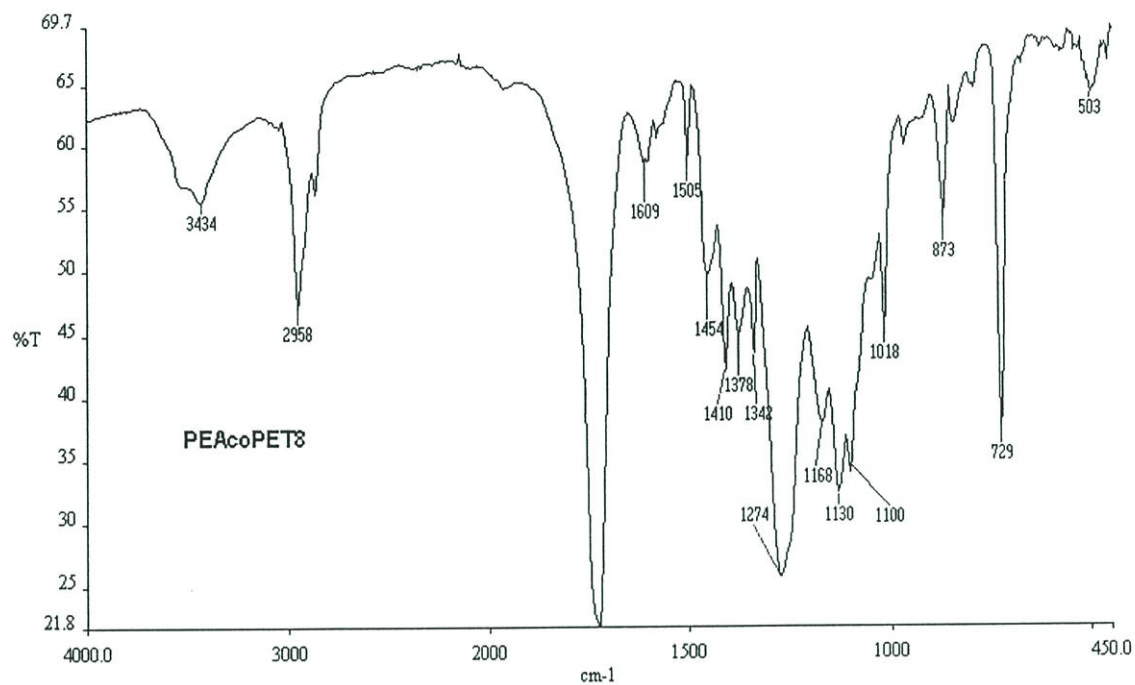
รูปที่ ค-2 พูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดีเปต



รูปที่ ค-3 พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบวงโพลิเอทิลีนเทอเรพทา-
เลด



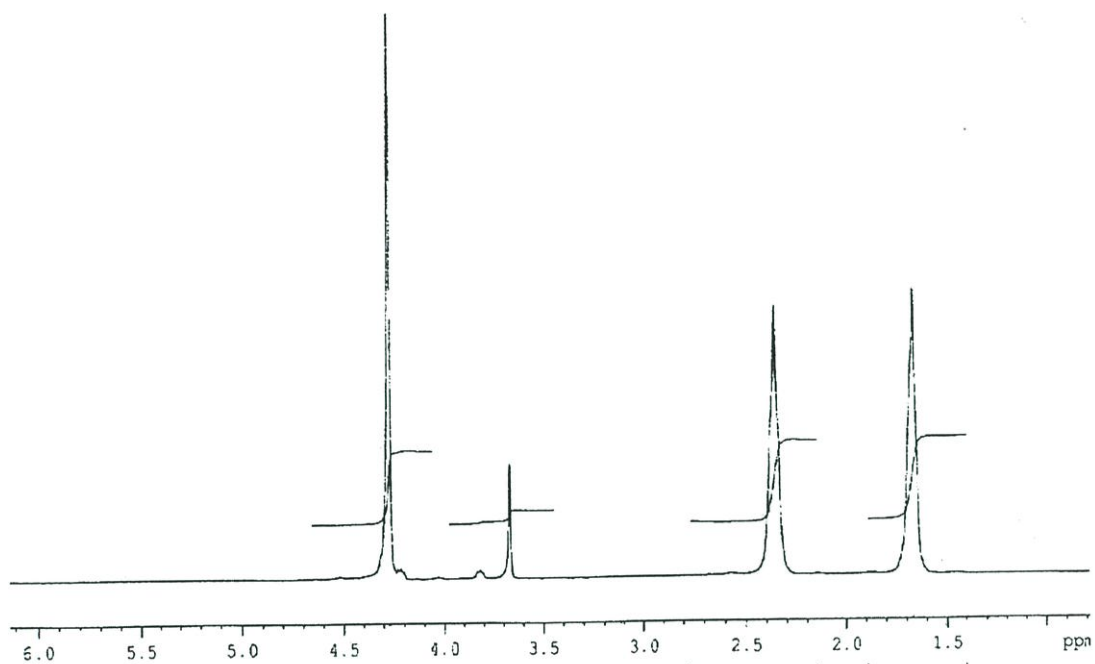
รูปที่ ค-4 พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบวงร่วมโพลิเอทิลีนอะดิเปต
กับโพลิเอทิลีนเทอเรพทาเลด



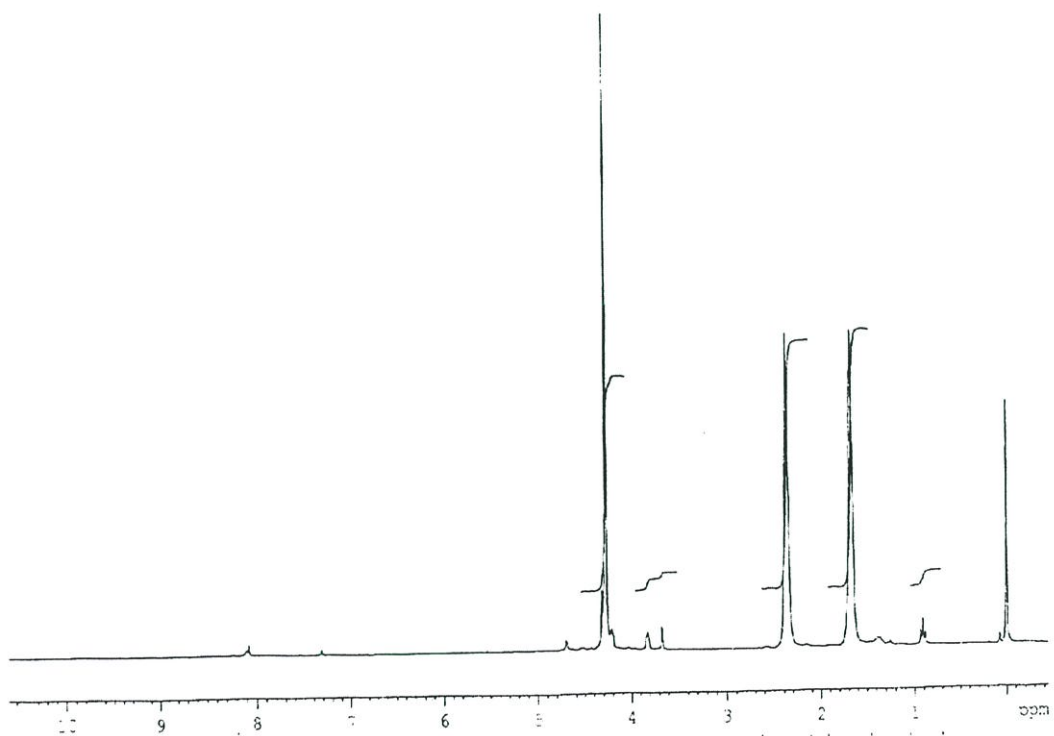
รูปที่ ค-5 พูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุ
ประกอบ HAp/PEA-co-PET

ภาคผนวก ง

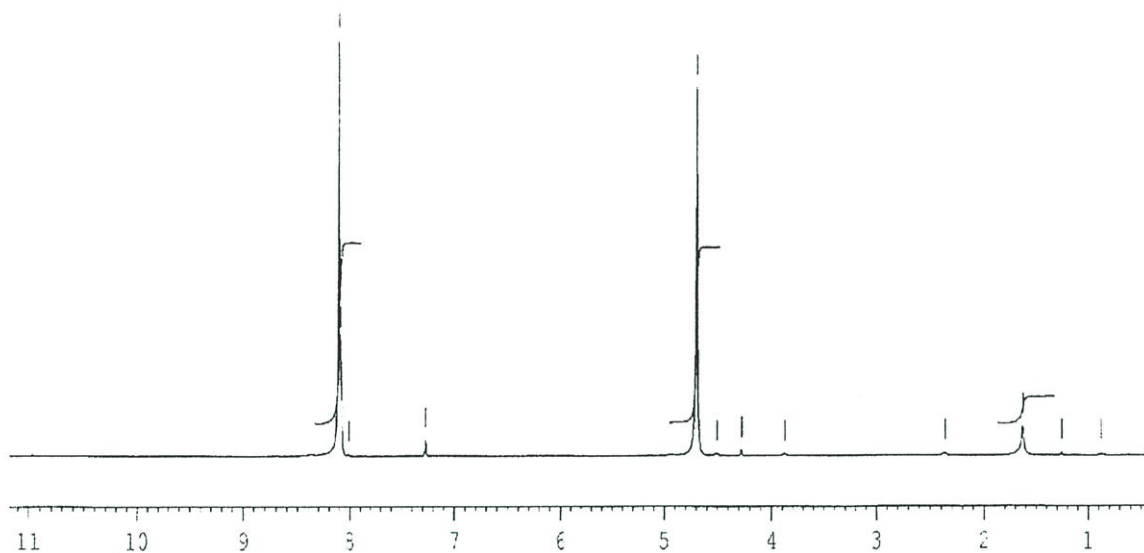
นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกตรา



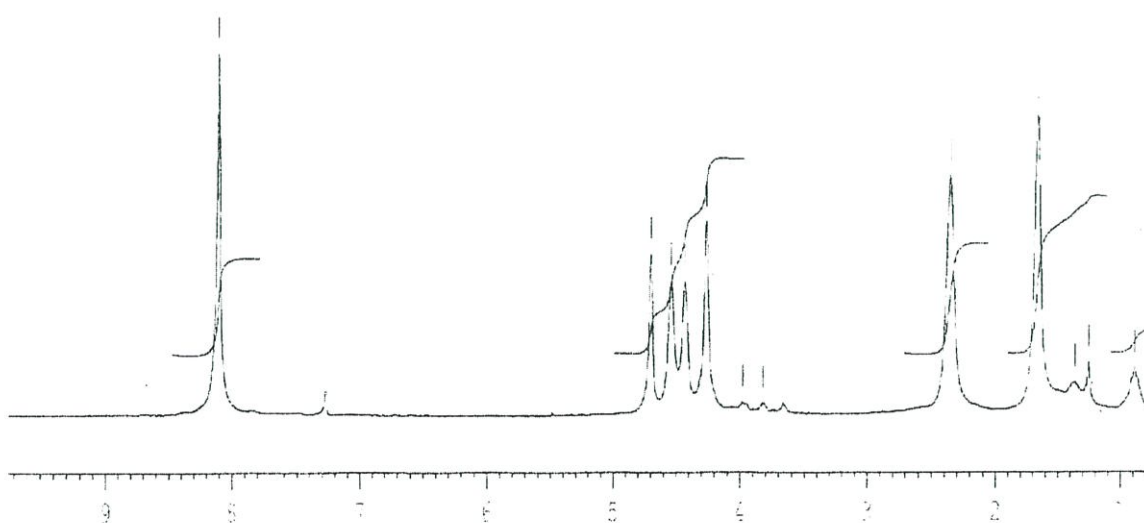
รูปที่ ง-1 $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA)



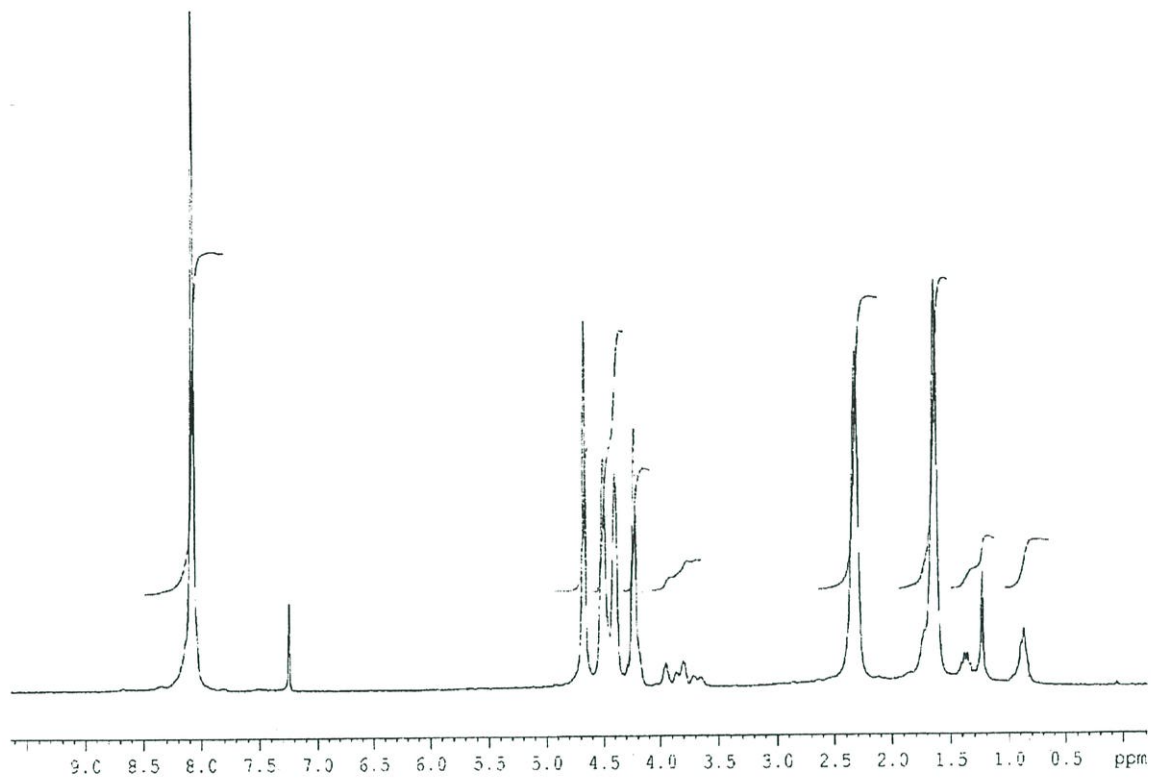
รูปที่ ง-2 $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของสารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA)



รูปที่ ง-3 ¹H-NMR สเปกตรัมของสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PET)



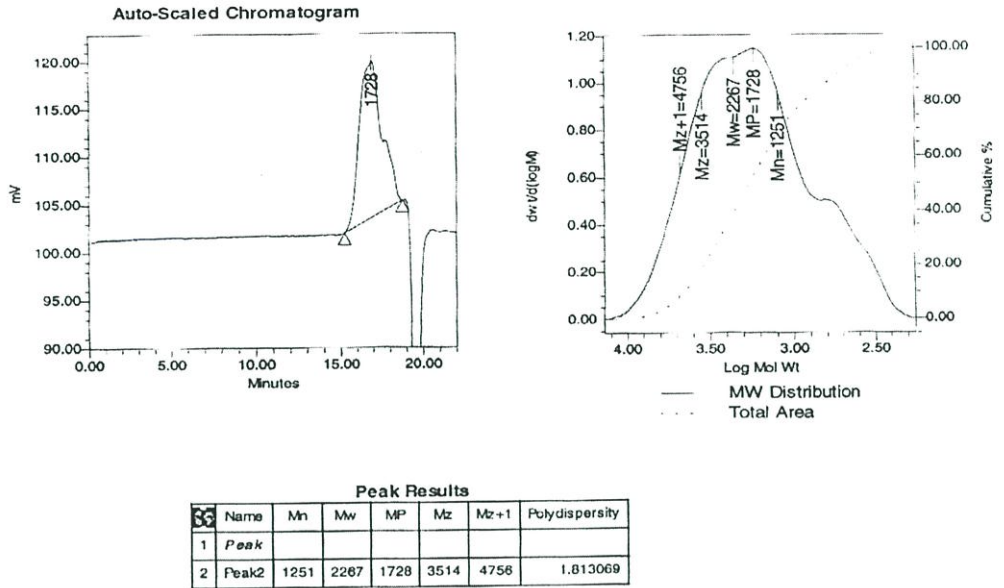
รูปที่ ง-4 ¹H-NMR สเปกตรัมของสารประกอบวงร่วมโพลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโพลิโกเอทิลีนเทอ-
เรพทาเลต (C-PEA/PET)



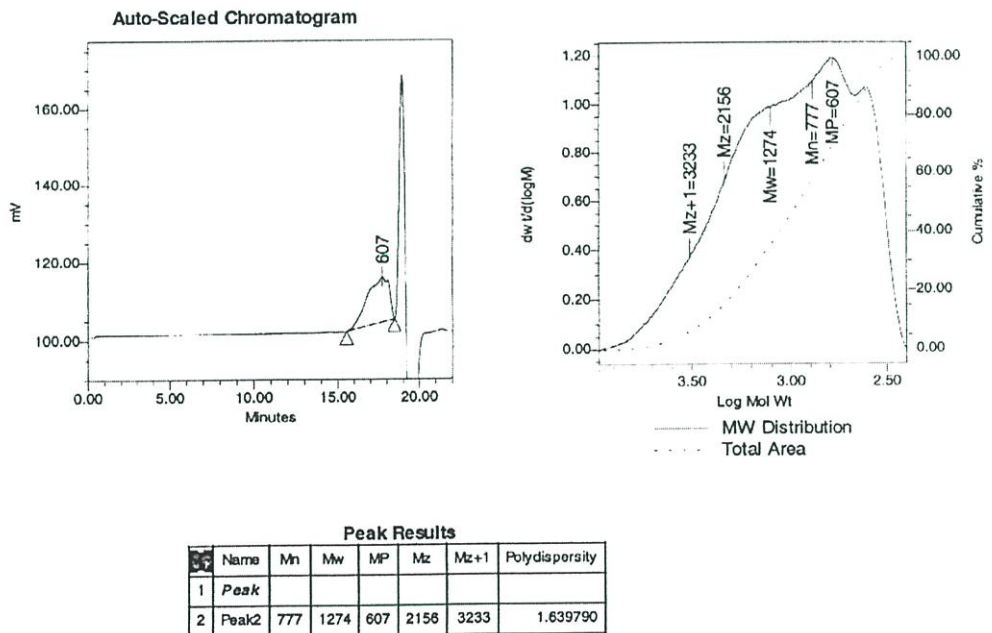
รูปที่ ง-5 $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET

ภาคผนวก จ

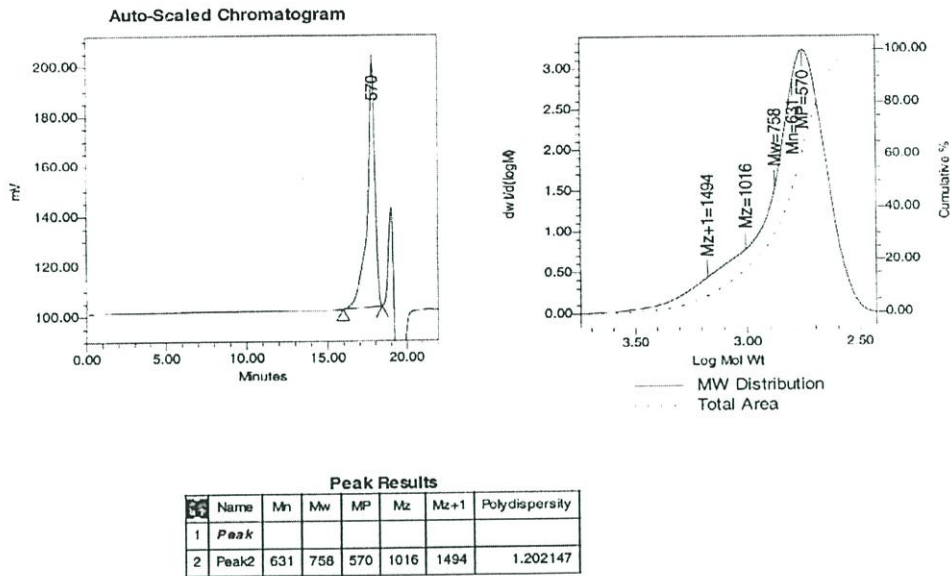
โครมาโทแกรมจากเครื่อง GPC



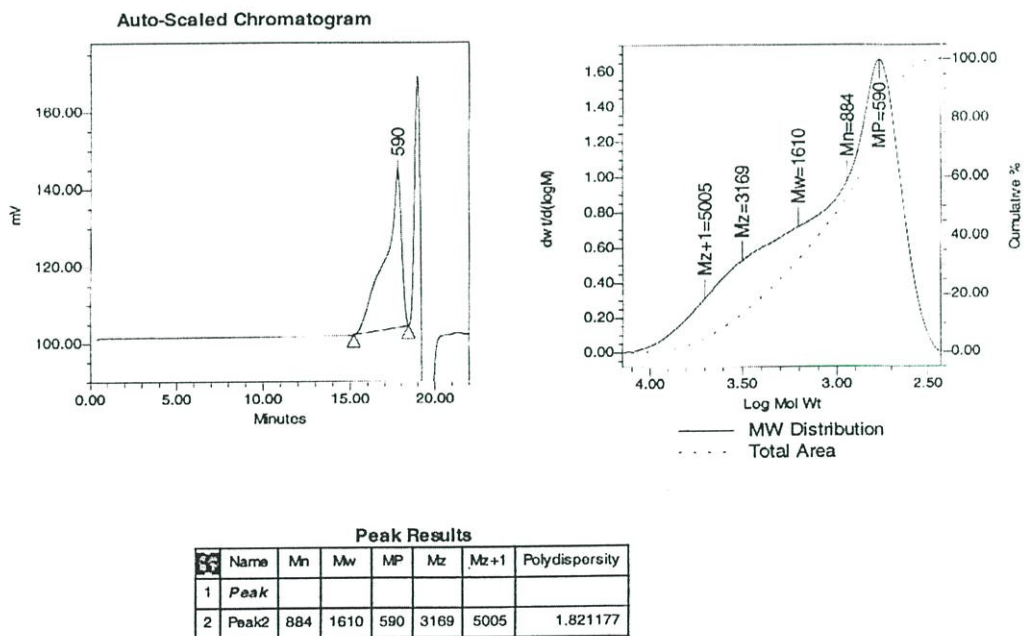
รูปที่ จ-1 โครมาโทแกรมของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA) ที่ได้จากการพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น



รูปที่ จ-2 โครมาโทแกรมของสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA)



รูปที่ จ-3 โครมาโทแกรมของสารประกอบวงโพลิเอทีลีนเทอร์พทาเลต (C-PET)

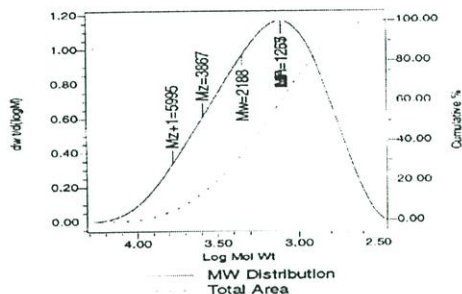
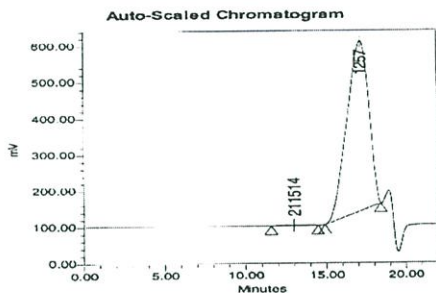


รูปที่ จ-4 โครมาโทแกรมของสารประกอบวงร่วมโพลิเอทีลีนอะดิเปตกับโพลิเอทีลีนเทอร์พทาเลต (C-PEA/PET)

Sample Information

SampleName R_com6 11/12/46
 Vial 1
 Injection 1
 Injection Volume 100.00 ul
 Channel SATIN
 Run Time 22.0 Minutes

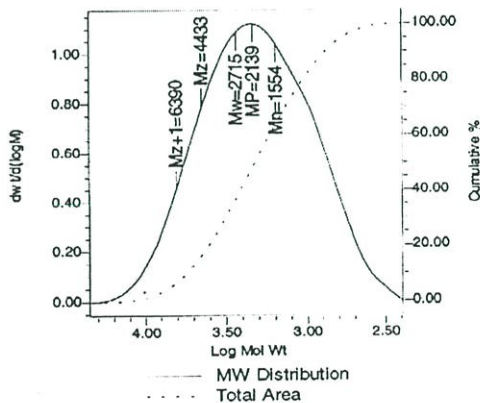
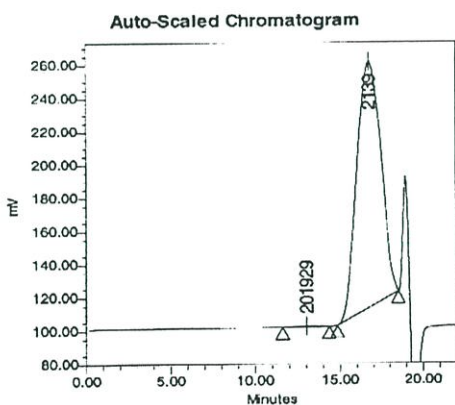
Sample Type Broad Unknown
 Date Acquired 3/18/04 10:01:49 AM
 Acq Method Set Y2004_1_MethR_THF_30C_1
 Processing Method Y2004_1_ProcR_THF_30C_1
 Date Processed 3/18/04 10:42:53 AM



Peak Results

	Name	Mn	Mw	MP	Mz	Mz+1	Polydispersity
1							
2	Peak2	1265	2188	1257	3887	5995	1.730078

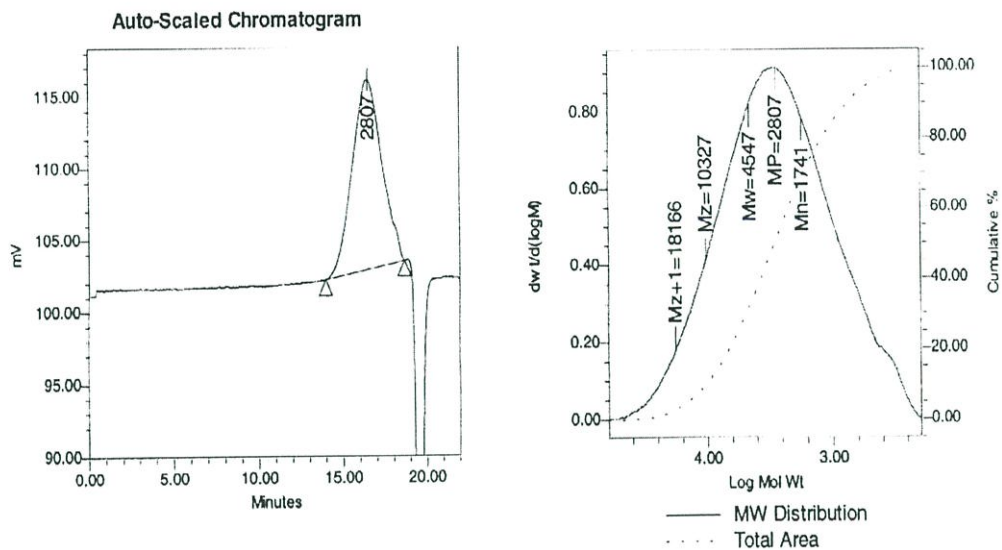
รูปที่ จ-5 โครมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAP/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 8 ชั่วโมง



Peak Results

	Name	Mn	Mw	MP	Mz	Mz+1	Polydispersity
1							
2	Peak2	1554	2715	2139	4433	6390	1.746908

รูปที่ จ-6 โครมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAP/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 16 ชั่วโมง



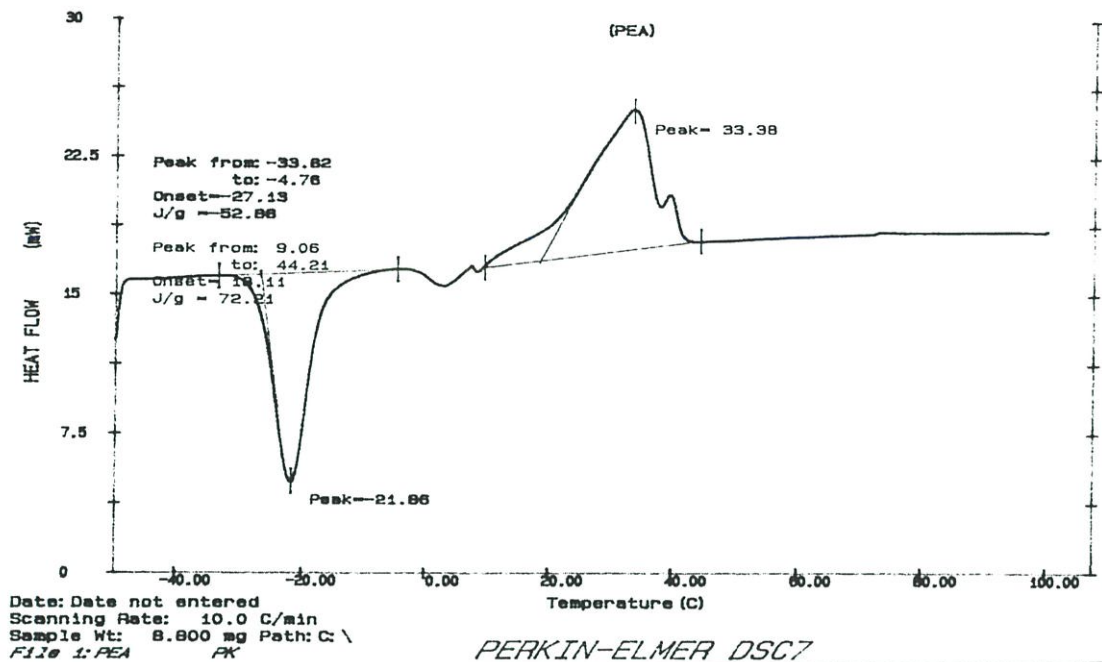
Peak Results

	Name	Mn	Mw	MP	Mz	Mz+1	Polydispersity
1	Peak						
2	Peak2	1741	4547	2807	10327	18166	2.611104

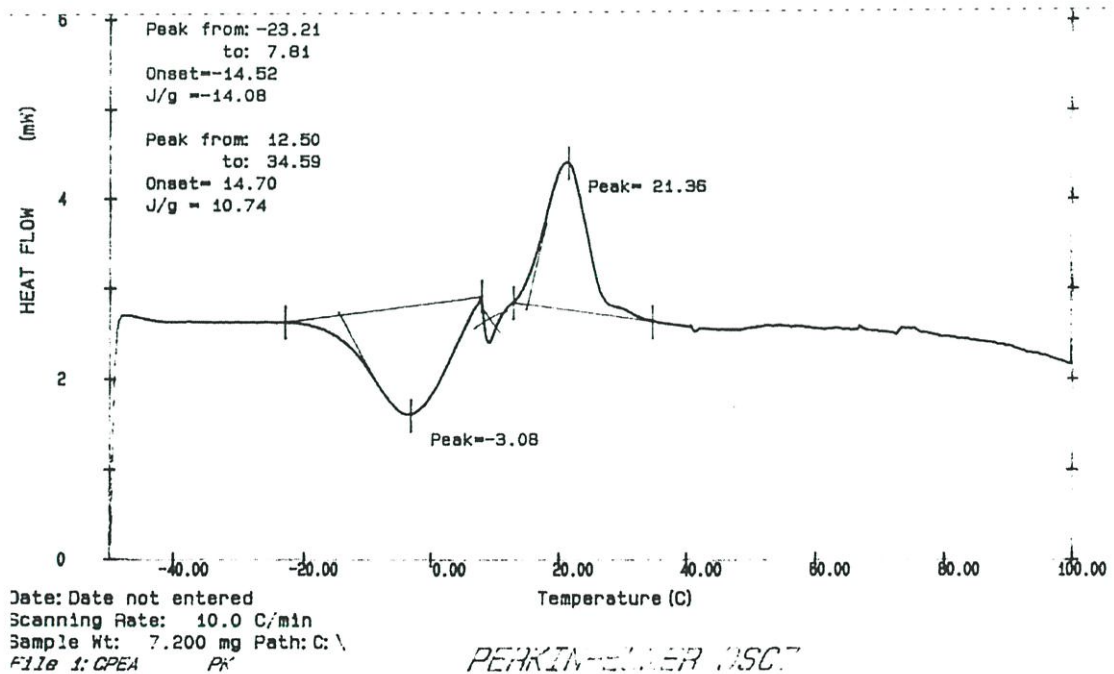
รูปที่ ๑-7 โคโรมาโทแกรมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET
ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง

ภาคผนวก จ

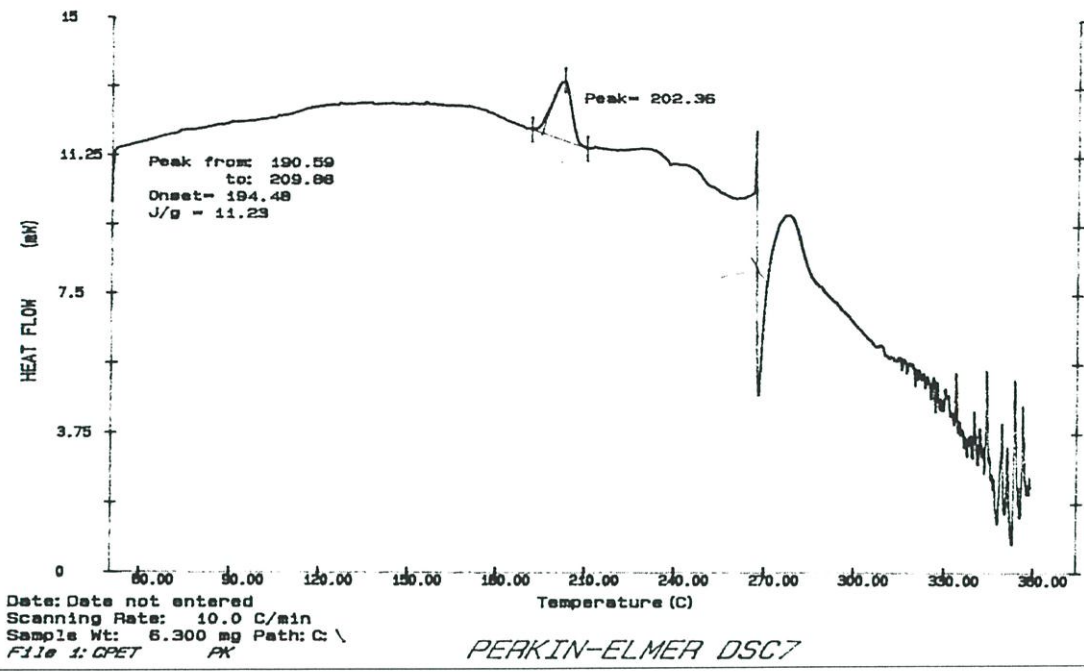
เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC



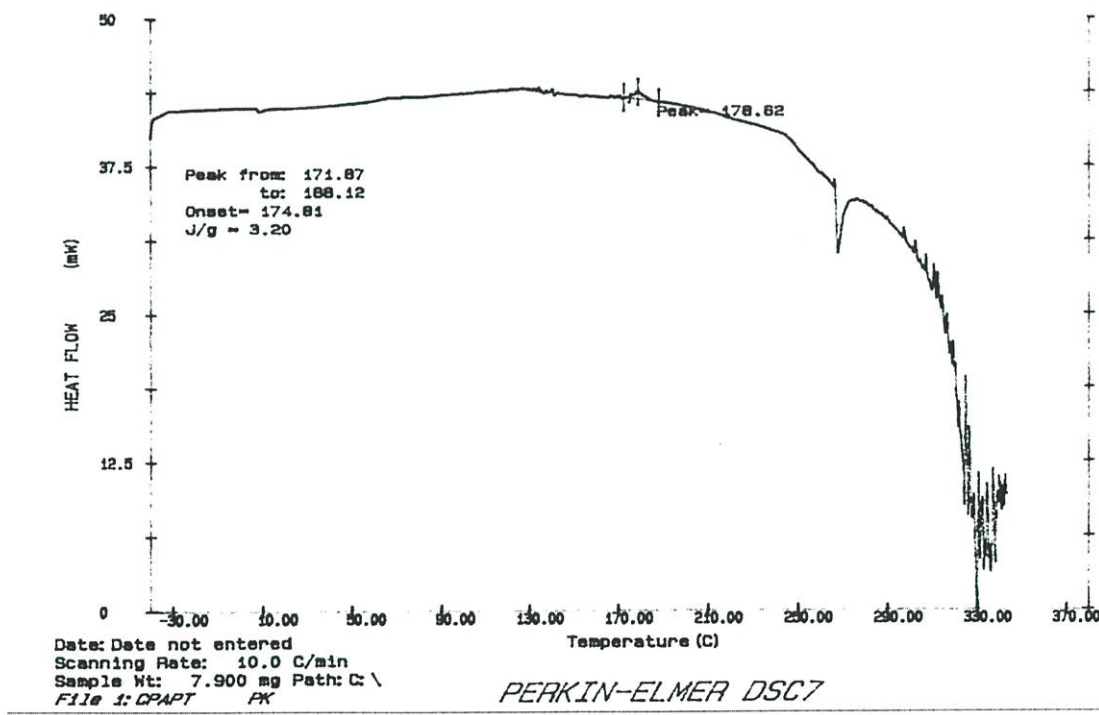
รูปที่ จ-1 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA) ที่ได้จากการพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น



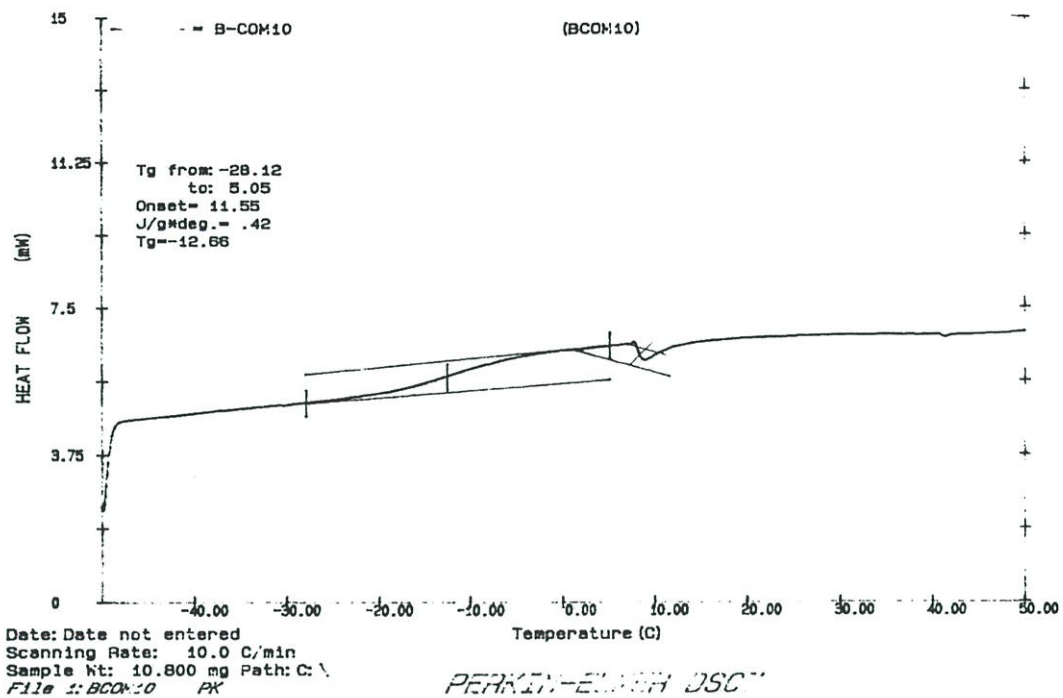
รูปที่ จ-2 DSC เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงโพลิเอทิลีนอะดิเปต (C-PEA)



รูปที่ ฉ-3 DSC เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงโอลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเลต (C-PET)



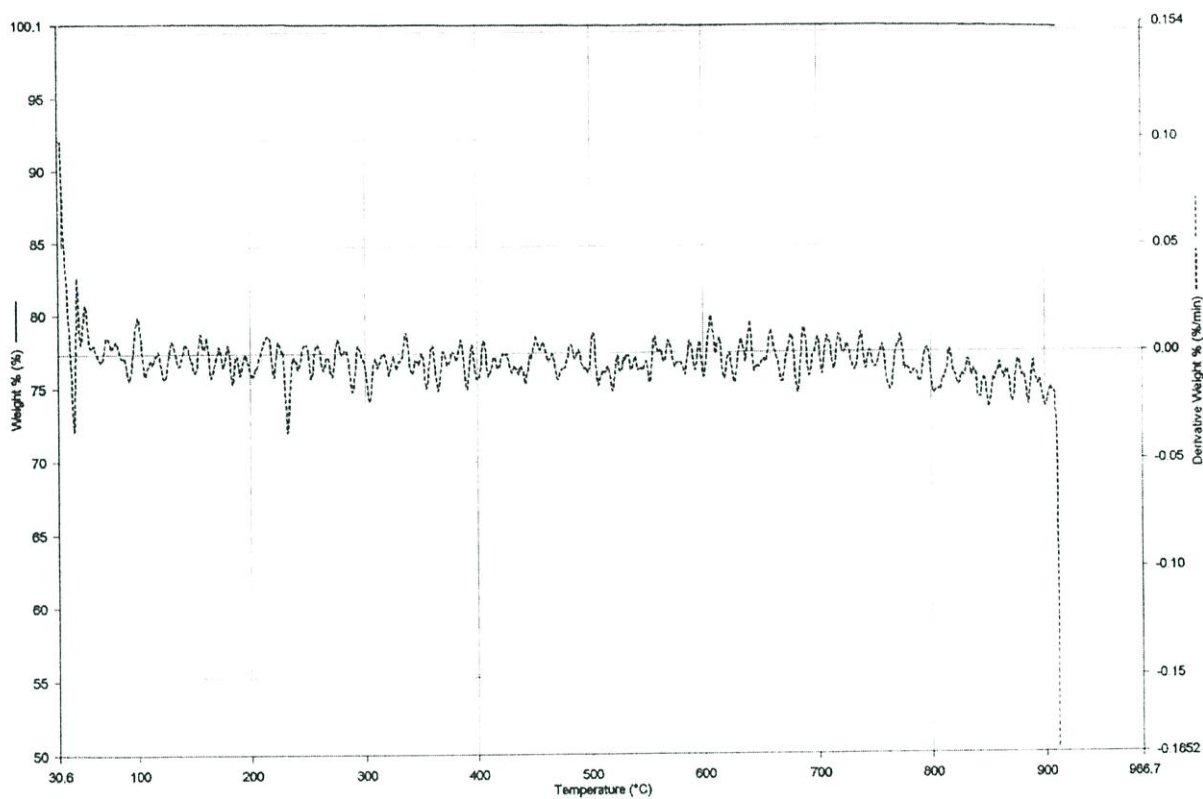
รูปที่ ฉ-4 DSC เทอร์โมแกรมของสารประกอบวงร่วมโอลิโกเอทิลีนอะดิเปตกับโอลิโกเอทิลีนเทอ-
เรพทาเลต (C-PEA/PET)



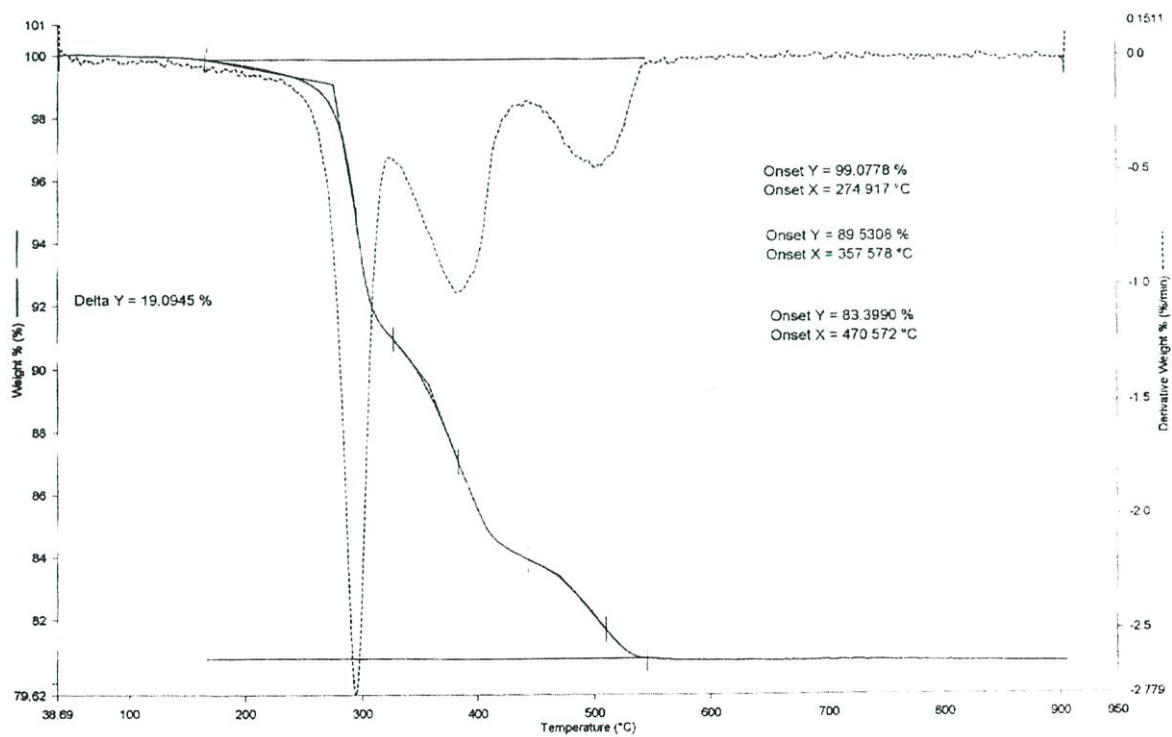
รูปที่ ๕-5 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง

ภาคผนวก ช

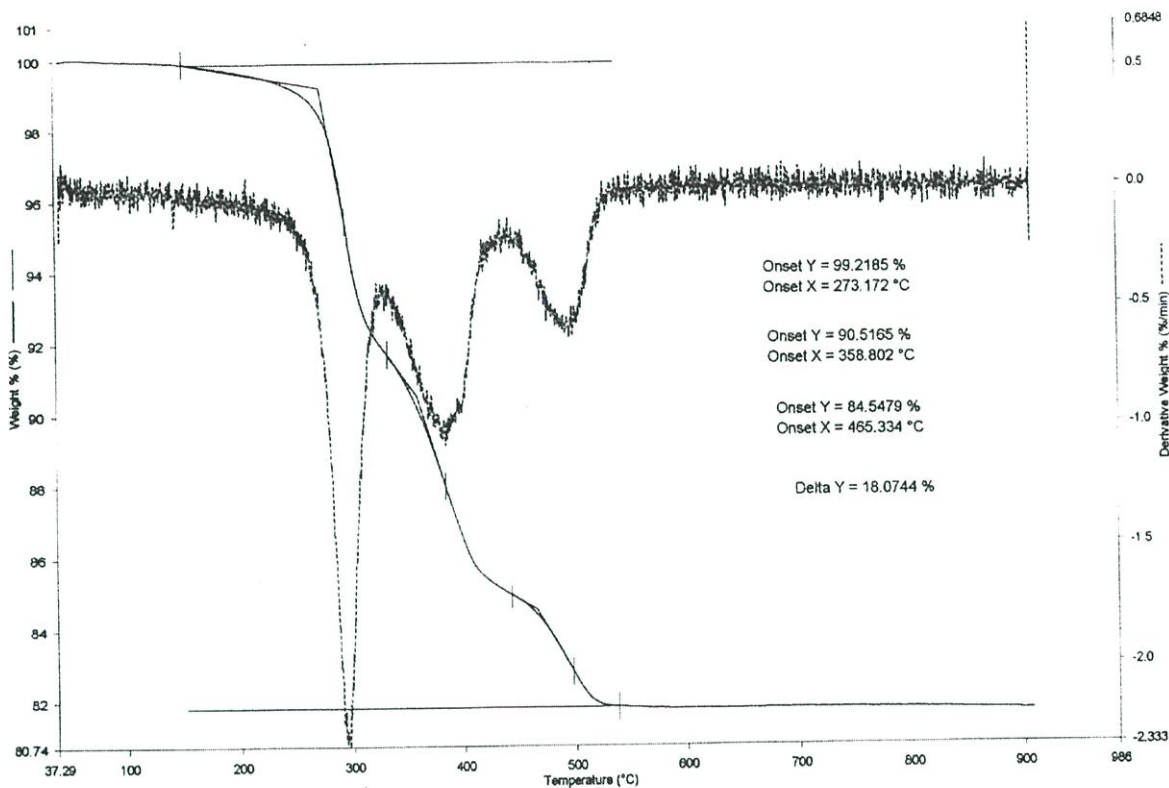
เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA



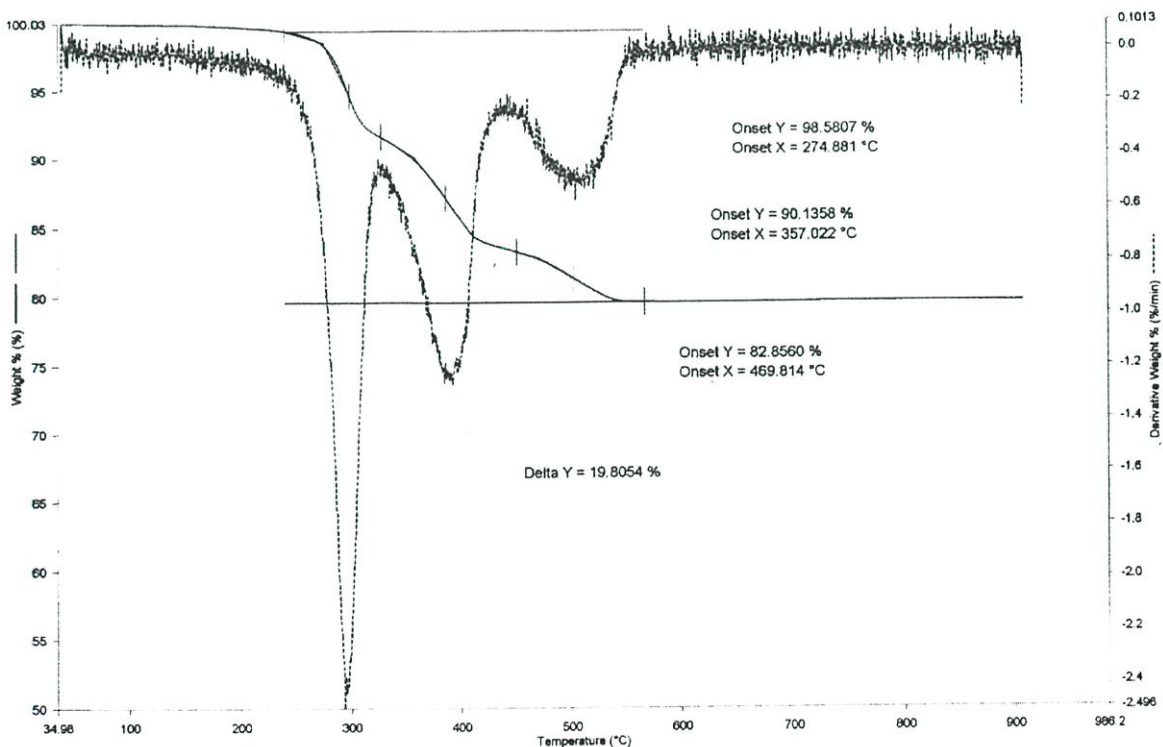
รูปที่ ๙-1 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ผ่านการขึ้นรูปที่ 1100°C



รูปที่ ๙-2 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง ชั้นที่ 1



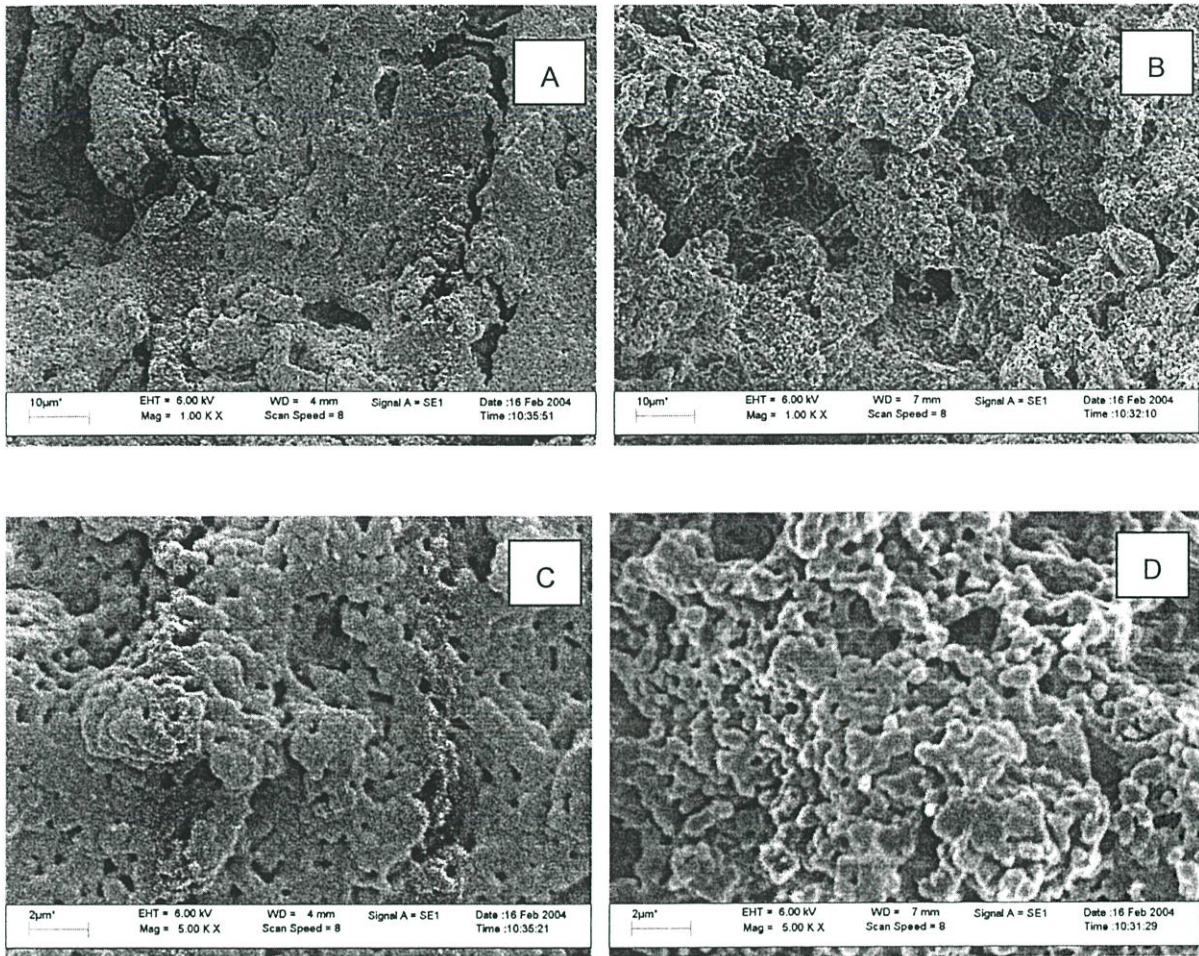
รูปที่ ๓-3 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง ชั้นที่ 2



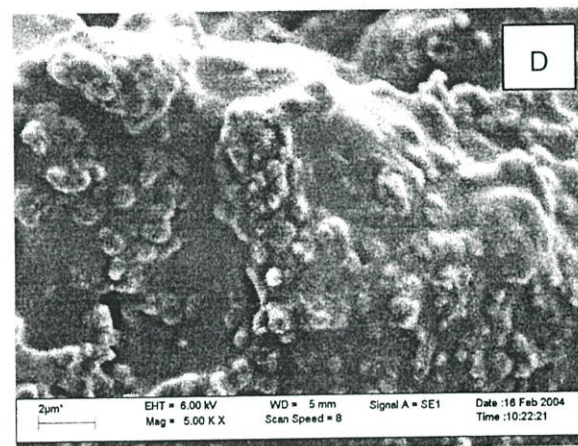
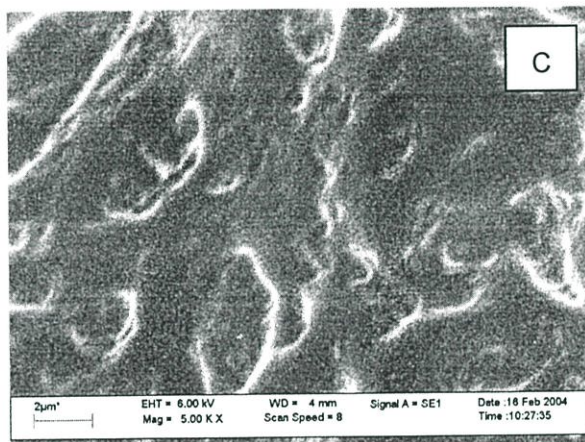
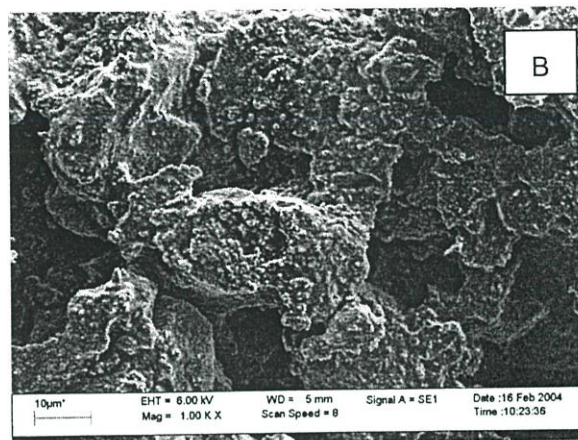
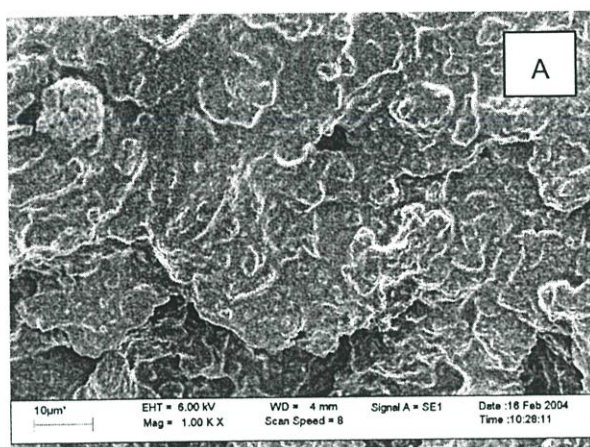
รูปที่ ๓-4 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ที่เวลา ROP 24 ชั่วโมง ชั้นที่ 3

ภาคผนวก ซ

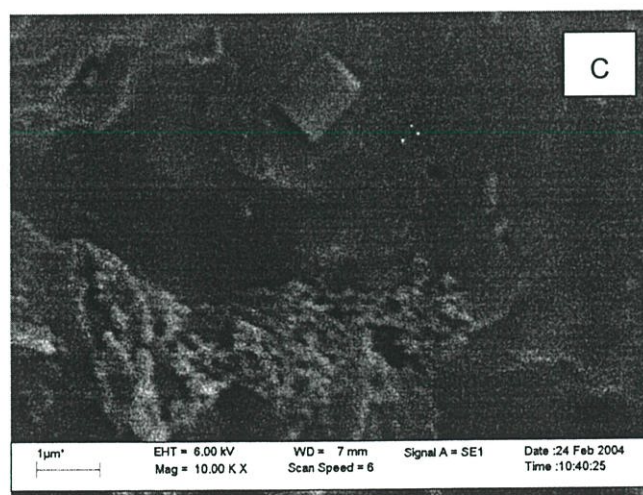
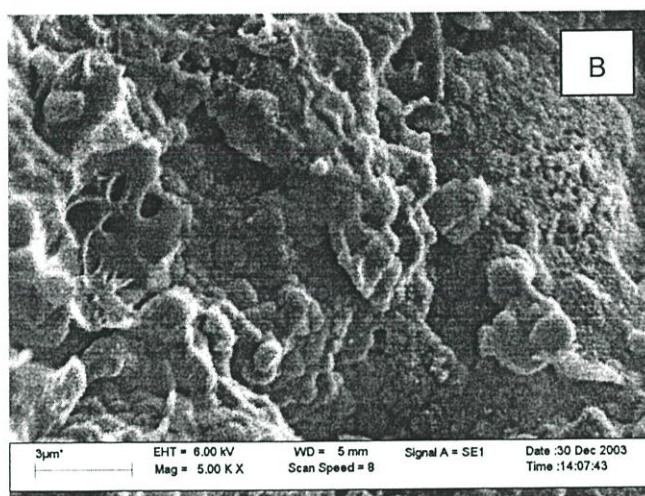
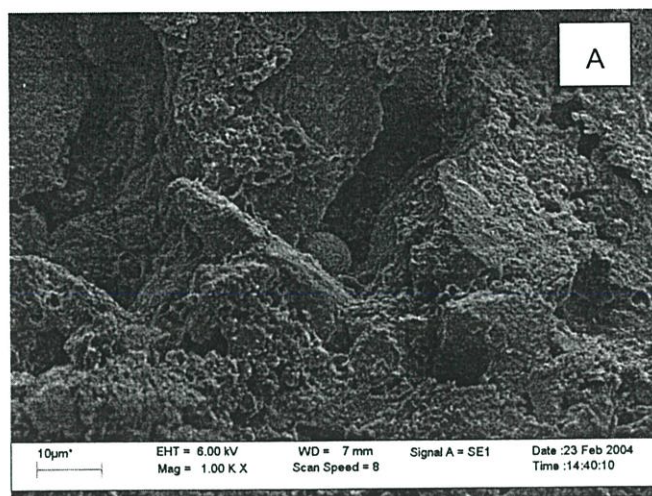
ลักษณะโครงสร้างจุลภาคจากเทคนิค SEM



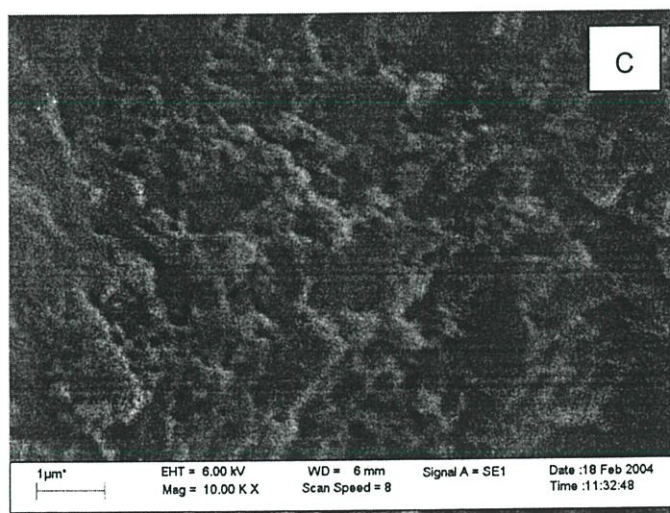
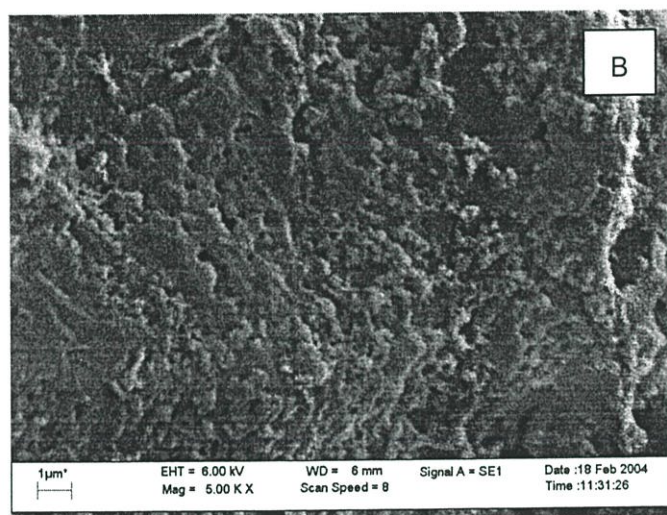
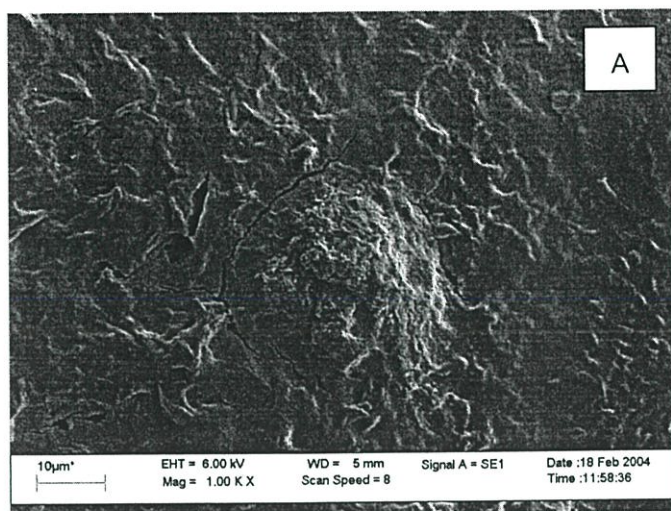
รูปที่ ซ-1 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของ HAp ของ A) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 1,000 เท่า B) พื้นผิวด้านในกำลังขยาย 1,000 เท่า C) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 5,000 เท่า และ D) พื้นผิวด้านในกำลังขยาย 5,000 เท่า



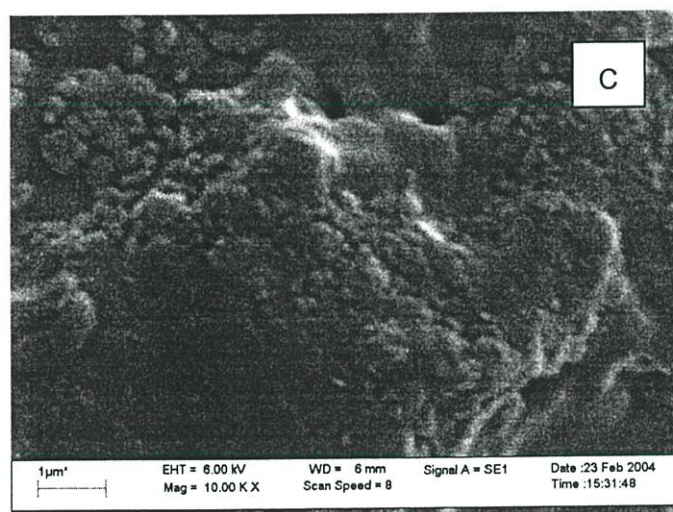
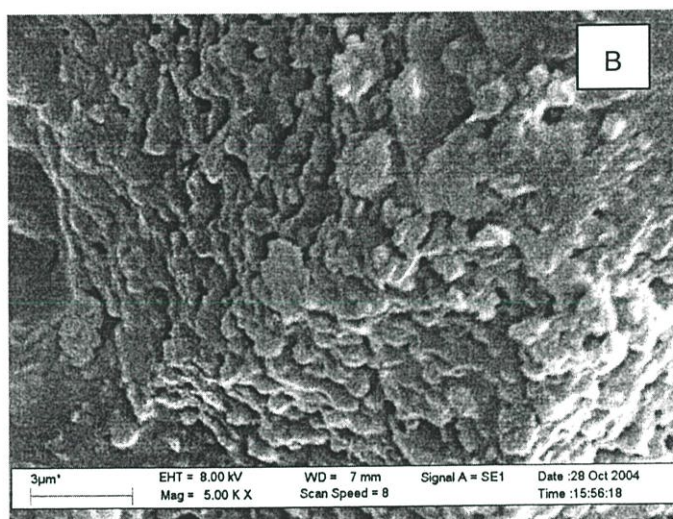
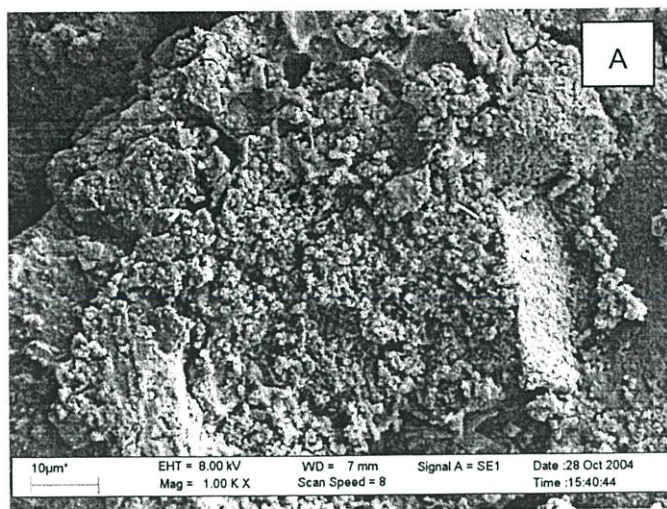
รูปที่ ๒-๒ ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET โดย
 A) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 1,000 เท่า B) พื้นผิวด้านในกำลังขยาย 1,000 เท่า
 C) พื้นผิวด้านนอกกำลังขยาย 5,000 เท่า และ D) พื้นผิวด้านในกำลังขยาย 5,000 เท่า



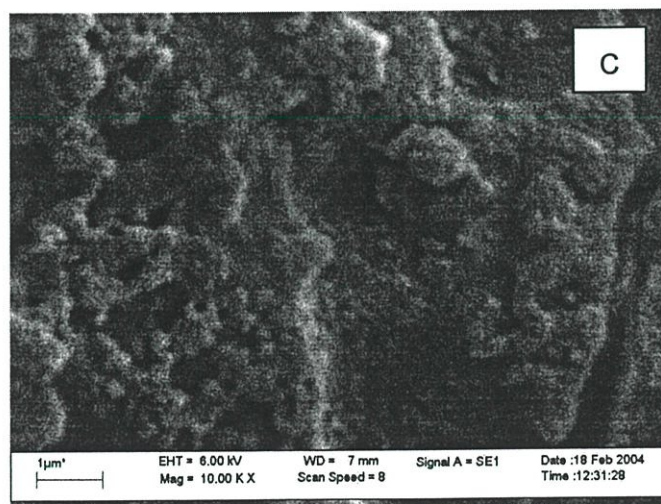
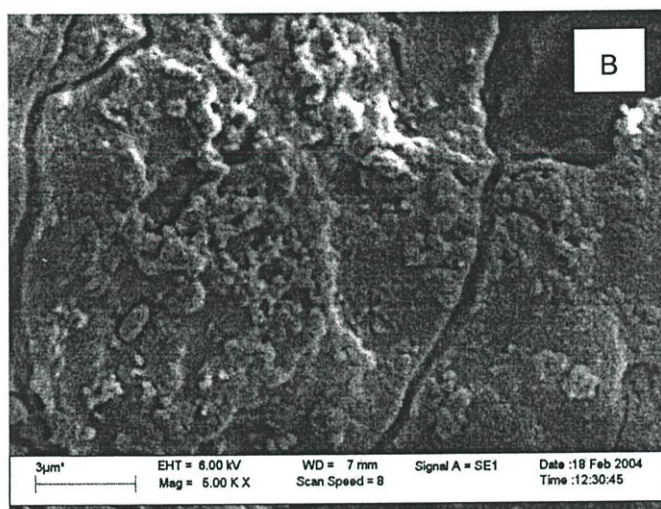
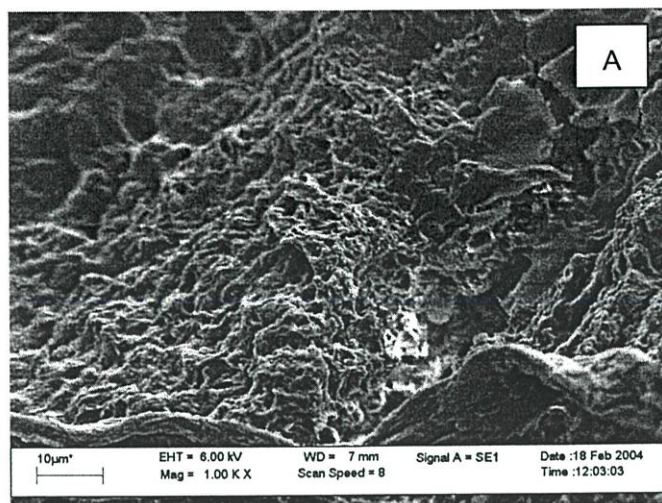
รูปที่ ซ-3 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภาย หลังการแช่สารละลาย SBF 7 วัน ในระบบที่มีสภาวะไหลเวียน โดย A) กำลังขยาย 1,000 เท่า B) กำลังขยาย 5,000 เท่า และ C) กำลังขยาย 10,000 เท่า



รูปที่ ซ-4 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภาย หลังการแช่สารละลาย SBF 14 วัน ในระบบที่มีสภาวะไหลเวียน โดย A) กำลังขยาย 1,000 เท่า B) กำลังขยาย 5,000 เท่า และ C) กำลังขยาย 10,000 เท่า



รูปที่ ๕-5 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภาย หลังการแช่สารละลาย SBF 21 วัน ในระบบที่มีสภาวะไหลเวียน โดย A) กำลังขยาย 1,000 เท่า B) กำลังขยาย 5,000 เท่า และC) กำลังขยาย 10,000 เท่า



รูปที่ ๗-6 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภาย หลังการแช่สารละลาย SBF 28 วัน ในระบบที่มีสภาวะไหลเวียน โดย A) กำลัง ขยาย 1,000 เท่า B) กำลังขยาย 5,000 เท่า และ C) กำลังขยาย 10,000 เท่า

ประวัติผู้เขียน

นางสาวสุภาณี ชนะวงค์ เกิดเมื่อวันที่ 11 พฤศจิกายน พ.ศ. 2521 จังหวัดลพบุรี สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง เมื่อปีพ.ศ.2542 จากนั้นศึกษาต่อระดับปริญญาโท สาขาเทคโนโลยีพอลิเมอร์ คณะบัณฑิตวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ตั้งแต่ปีพ.ศ.2543

ผลงานทางวิชาการ

1. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน ภัทธาวุธ มนต์วิเศษ และสุภาณี ชนะวงค์. 2546. การสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาइटกับพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต. วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง. 12(2) : 36-45.
2. Pathavuth Monvisade Punnama Siriphannon and Supanee Chanawong. 2003. Synthesis of hydroxyapatite/poly(ethylene adipate) composites by *in situ* ring-opening polymerization. 8th Pacific Polymer Conference Proceedings. November 24-27, Bangkok, Thailand, p.115-116.