



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการผลิตพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตโดยใช้ไฮดรอกซีอะปาไทต์
จากกระดูกสัตว์เป็นสารตัวเติมเพื่อใช้เป็นวัสดุทดแทนกระดูก

โดย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นลินาถ สุภกาญจน์

(สิงหาคม 2549)

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการผลิตพอลิพรพิลีนคอมโพสิตโดยใช้ไฮดรอกซีอะปาไทต์
จากกระดูกสัตว์เป็นสารตัวเติมเพื่อใช้เป็นวัสดุทดแทนกระดูก

โดย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นิธินาถ ศุภกาญจน์

สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา

และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ.และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับเงินทุนสนับสนุนการวิจัย (ทุนพัฒนาศักยภาพการทำงานของอาจารย์รุ่นใหม่) ประจำปี 2547 จากสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย และได้รับการอำนวยความสะดวกด้านการใช้สถานที่ทำการทดลอง เครื่องมือ รวมทั้งอุปกรณ์บางส่วนที่ใช้ในการทดลองจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี โดยมีนักวิจัยที่ปรึกษา คือ รศ.ดร.จรัสศรี ลอประยูร (สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิกส์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี) และ รศ.ดร.สนอง เอกสิทธิ์ (ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) มีนักศึกษาช่วยงาน คือ นางสาวศศิวิมล แสนเมือง นาย มูฮำหมัดซอฮีย์ บารู และ นายจักรกริช ฤทธิตา

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : MRG4780081

ชื่อโครงการ : การผลิตพอลิพรพิลีนคอมโพสิตโดยใช้ไฮดรอกซีอะปาไทต์จากกระดูกสัตว์เป็นสารตัวเติมเพื่อใช้เป็นวัสดุทดแทนกระดูก

ชื่อนักวิจัย : นางสาวนิธินาถ ศุภกาญจน์ สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์
สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

E-mail Address : nitinat@sut.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : 1 กรกฎาคม 2547 – 30 มิถุนายน 2549

คำหลัก : ไฮดรอกซีอะปาไทต์ กระดูกสัตว์ คอมโพสิต สารประสานไซเลน

กระดูกสัตว์ถูกเตรียมให้อยู่ในลักษณะที่เป็นผง นำมาตรวจสอบองค์ประกอบและสมบัติทางกายภาพ สารประกอบหลักที่พบในผงกระดูก คือ ไฮดรอกซีอะปาไทต์ ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่เตรียมขึ้นถูกนำมาใช้เป็นสารตัวเติมสำหรับผลิตพอลิพรพิลีนคอมโพสิต ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาขั้นต้น คือ ผลของการใช้ปริมาณสารตัวเติมที่แตกต่างกันต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิต จากการตรวจสอบผลการทดลอง พอลิพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60% โดยน้ำหนัก ถูกเลือกมาใช้ศึกษาในขั้นต่อไป เนื่องจากเป็นพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ผสมอยู่สูงสุดที่สามารถทำให้การผสมพอลิพรพิลีนกับผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เป็นไปอย่างทั่วถึง และชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปมีสมบัติเชิงกลที่ดี อย่างไรก็ตาม ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์และเนื้อพอลิเมอร์มีการยึดติดกันที่ไม่ดีโดยพบโพรงและรูพรุนที่เกิดจากการแยกกันของเนื้อพอลิเมอร์และผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เนื่องจากแรงกระทำทางกลที่ให้แก่ชิ้นงาน

จากการศึกษาผลของสารประสานไซเลนต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยใช้พอลิพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์คงที่ที่ 60% โดยน้ำหนัก พบว่า การปรับปรุงพื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานไซเลนยังช่วยลดการดูดซับน้ำของพอลิเมอร์คอมโพสิต ช่วยให้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เกิดการกระจายตัวในเนื้อพอลิเมอร์ได้ดีขึ้น และช่วยให้เฟสทั้งสองเกิดการยึดเกาะกันได้ดีขึ้น ชนิดและความเข้มข้นของสารประสานไซเลนมีผลกระทบต่อสมบัติทางกลของพอลิเมอร์คอมโพสิต ในขณะที่สมบัติบางอย่างของพอลิเมอร์คอมโพสิตเปลี่ยนแปลงน้อยมาก เช่น ความหนืด สมบัติทางความร้อน

Abstract

Project Code : MRG4780081

Project Title : Production of Polypropylene Composites with Cattle Bone Based-Hydroxyapatite as a Filler: a Possible Bone Replacement Material

Investigator : Assistant Professor Nitinat Suppakarn, Ph.D. School of Polymer Engineering, Suranaree University of Technology

E-mail Address : nitinat@sut.ac.th

Project Period : July 1st, 2004 – June 30th, 2006

Keywords : hydroxyapatite, cattle bones, composite, silane coupling agent

Cattle bones were prepared in a powder form and were characterized. Main component in the bone powder was hydroxyapatite (HA : $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$). Then, the powder was used as a filler for producing polypropylene (PP) composites. Effect of filler contents on physical properties of the polymer composites was investigated. Due to the good mechanical properties as well as the high filler content with good dispersion, polypropylene composites containing a 60% (w/w) of HA content was further studied. However, poor adhesion between polymer matrix and filler was observed.

Effect of silane coupling agent on physical properties of polymer composites was investigated. The results indicated that treating HA surface with a silane coupling agent improved filler dispersion in polymer matrix, reduced water absorption of the composites, and also enhanced adhesion between HA and PP. Types and contents of silane coupling agents affected mechanical properties of the polymer composites. Nevertheless, treating HA surface with a silane coupling agent did not affect some properties of the composites, *e.g.* viscosity, thermal properties.

บทที่ 1

บทนำ

การดำรงชีวิตอยู่โดยมีสุขภาพที่แข็งแรงเป็นสิ่งที่ทุกคนปรารถนาจะรักษาไว้ให้ยาวนานที่สุด แต่เนื่องจาก วัย และ/หรือ เหตุสุตวิสัยบางประการอาจทำให้อวัยวะบางส่วนในร่างกายเสียหาย หรือทำหน้าที่บกพร่องก่อนถึงเวลาอันควร การศึกษาวิจัยด้านวัสดุทางชีวภาพ (biomaterial) เป็นอีกทางหนึ่งที่สามารถเข้ามามีส่วนช่วยให้มนุษย์มีชีวิตที่ยืนยาว อย่างมีสุขภาพที่แข็งแรงและมีคุณภาพชีวิตที่ดี วัตถุประสงค์หลักของการใช้วัสดุทางชีวภาพ คือ เพื่อทดแทน และ/หรือซ่อมแซมอวัยวะส่วนที่ทำหน้าที่บกพร่องไป จึงเห็นได้ว่าวัสดุทางชีวภาพเป็นวัสดุที่เกี่ยวข้องกับชีวิตและสุขภาพโดยตรง เนื่องจากวัสดุทางชีวภาพจะต้องใช้งานสัมผัสกับระบบชีวภาพในร่างกาย เช่น เนื้อเยื่อ น้ำเลือด น้ำเหลือง โดยอาจจะใช้ภายในหรือภายนอกร่างกายอย่างชั่วคราวหรือถาวร การเลือกวัสดุชนิดหนึ่งๆ มาใช้งาน จะมีข้อกำหนดที่สำคัญคือ วัสดุนั้นจะต้องไม่ก่อให้เกิดพิษต่อร่างกาย (nontoxic) ไม่ว่าโดยตรงหรือจากสารที่เกิดจากย่อยสลายในชีวภาพ มีสมบัติเชิงกล (mechanical properties) ที่เหมาะสม มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (biocompatibility) กับร่างกาย และสามารถทนต่อกรรมวิธีฆ่าเชื้อโรคได้ (sterilizability) ในทางปฏิบัติวัสดุทางชีวภาพจำเป็นต้องได้รับการทดสอบหลายอย่างตามลักษณะการใช้งานก่อนที่จะใช้งานได้จริง เช่น การทดสอบด้วยเทคนิคการปลูกเลี้ยงเซลล์และเนื้อเยื่อ บนวัสดุนั้น ๆ (cell and tissue culture technique) เป็นต้น ซึ่งต้องอาศัยความร่วมมือในการศึกษาพัฒนาจากบุคคลที่มีความรู้ในหลายแขนงวิชา

กระดูกซึ่งเป็นโครงสร้างหลักที่สำคัญในร่างกาย เป็นคอมโพสิตระหว่างสารอินทรีย์ (องค์ประกอบหลัก คือ คอลลาเจน (collagen)) และ สารอนินทรีย์ (องค์ประกอบหลัก คือ ผลึกสารประกอบของแคลเซียมฟอสเฟต) ซึ่งมีสัดส่วนประมาณ 69% ของน้ำหนักกระดูก^{1, 2} จากชนิดองค์ประกอบ โครงสร้างทางเคมีและการเรียงตัวของสารองค์ประกอบ ทำให้กระดูกมีสมบัติเชิงกลที่พิเศษ คือมี stiffness และมีความแข็งแรง (strength) เชิงกลสูง มีพฤติกรรมแบบหยุ่นหนืด (viscoelastic behaviors) ซึ่งสมบัติจะขึ้นกับทิศทางของแรงกระทำ (anisotropic behavior)³ สมบัติเชิงกลของกระดูกจะแตกต่างกันขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น องค์ประกอบทางเคมี ตำแหน่งของกระดูก เพศ และ วัย แต่โดยทั่วไป ค่ามอดุลัส (tensile modulus) ของกระดูกตามแนวยาว (longitudinal direction) จะอยู่ในช่วง 7-25 GPa^{4, 5} การแตกหักหรือร้าวของกระดูกอาจเกิดได้จากหลายสาเหตุและในหลายช่วงวัย การเสื่อมสภาพของกระดูกเป็นปัญหาที่พบบ่อยในผู้สูงอายุทั้งชายและหญิง นอกจากนี้อุบัติเหตุหรือเหตุสุตวิสัยอื่นๆ อาจทำให้เกิดการการแตกหักของกระดูก โดยทำให้ไม่สามารถทำหน้าที่

ได้เหมือนเดิม วัสดุทดแทนกระดูกจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่จะช่วยให้ผู้ป่วยสามารถดำรงชีวิตได้อย่างเป็นปกติภายหลังเข้ารับการรักษา ดังนั้นการศึกษาและวิจัยเพื่อพัฒนาวัสดุทางชีวภาพเพื่อนำมาทดแทนหรือรักษาส่วนของกระดูกที่เสียหายจึงเป็นหัวข้อหนึ่งที่มีความสำคัญมาก

ในการพัฒนาวัสดุทดแทนกระดูกมุ่งหวังที่จะได้วัสดุที่มีคุณสมบัติเชิงกลใกล้เคียงกระดูกจริงมากที่สุด วัสดุทดแทนกระดูกที่ทำจากอัลลอยด์ของโลหะมีข้อด้อยเนื่องจากความแตกต่างระหว่าง stiffness ของโลหะและกระดูก โดยโลหะจะช่วยรับแรงที่กระทำต่อกระดูกไปเป็นส่วนใหญ่ และทำให้กระดูกที่อยู่บริเวณรอบ ๆ วัสดุเกิดการสลายตัว (bone resorption) ทำให้เกิดการหลวมของอวัยวะขึ้น ซึ่งอาจเกิดขึ้นได้ภายใน 5-20 ปีภายหลังจากการผ่าตัด การแก้ปัญหาอาจทำได้โดยการหาวัสดุที่มี stiffness ที่ใกล้เคียงกับกระดูกมาแทน โดยเฉพาะถ้าวัสดุนั้นสามารถเหนียวนาให้เกิดการเจริญเติบโตของกระดูกไปบนวัสดุฝัง (implant) ได้ (bioactive material) จะยิ่งเกิดผลดีขึ้นไปอีก⁶

ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyapatite, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) เป็นสารประเภทเซรามิกที่มีความคล้ายคลึงกับสารอนินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบหลักในกระดูก มีประโยชน์มากในทางการแพทย์ เนื่องจากเป็นสารที่มีความเข้ากันได้กับร่างกายของสิ่งมีชีวิต (biocompatibility) ค่อนข้างสูง จึงมีผู้สนใจศึกษาในสถานะวัสดุทางชีวภาพอย่างหลากหลาย เช่น การนำไปเคลือบลงบนข้อสะโพกเทียม ในส่วนที่เป็นแกนโลหะ เพื่อให้โลหะมีความทนทานต่อการกัดกร่อนจากของเหลวภายในร่างกายและช่วยสร้างพันธะระหว่างข้อสะโพกเทียมกับกระดูก⁷ การใช้งานที่สำคัญอีกอย่างหนึ่ง คือ การใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นสารตัวเติม (filler) ในพอลิเมอร์คอมโพสิตเพื่อผลิตเป็นวัสดุทดแทนกระดูก ซึ่งมีข้อดีคือ ค่า stiffness และความแข็งแรงสามารถปรับเปลี่ยนให้มีค่าใกล้เคียงกับกระดูกจริงได้มากกว่าการใช้โลหะหรือเซรามิก โดยอาศัยข้อดีจากพอลิเมอร์ เช่น การมีพฤติกรรมแบบ viscoelastic anisotropic และความเหนียว รวมทั้งข้อดีของเซรามิก คือ ความแข็งแรงและความเข้ากันได้กับระบบชีวภาพ ในปัจจุบันพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงกับผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ได้มีการนำมาใช้จริงและผลิตในทางการค้าแล้วในชื่อ HAPEXTM 8,9

สารไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถเตรียมได้จาก 3 แหล่ง คือ การสังเคราะห์จากสารเคมีปะการัง และกระดูกสัตว์รวมทั้งจากกระดูกมนุษย์ ไฮดรอกซีอะพาไทต์สังเคราะห์จะมีความบริสุทธิ์สูง และสามารถปรับเปลี่ยนสมบัติได้ตามสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ อย่างไรก็ตามสารตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตไฮดรอกซีอะพาไทต์มีราคาแพง จึงทำให้ต้นทุนที่ใช้ในการผลิตสูงตามไปด้วย นอกจากนั้นยังต้องมีการตรวจสอบที่เข้มงวดเพื่อให้แน่ใจว่าสามารถใช้เป็นวัสดุทางชีวภาพได้¹⁰ โครงการกระดูกสัตว์ที่เหลือทิ้งจากโรงงานชำแหละเนื้อสัตว์น่าจะเป็นแหล่งผลิตไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ราคาถูกและปลอดภัยสำหรับการใช้เป็นวัสดุทางชีวภาพ

ปัจจุบันการใช้ประโยชน์จากโครงกระดูกสัตว์ที่เหลือทิ้งจากโรงงานชำแหละเนื้อสัตว์ ได้แก่ การนำไปบดเป็นอาหารให้แก่ สัตว์เลี้ยง การนำไปทำปุ๋ย หากสามารถนำมาสกัดไฮดรอกซีอะพาไทต์เพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุชีวภาพจะเป็นการใช้ประโยชน์จากโครงกระดูกสัตว์ได้คุ้มค่ายิ่งขึ้น การสกัดไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกสัตว์ได้มีการศึกษาวิจัยแล้วในประเทศไทย โดยจรัสศรี ลอประยูรและคณะ^{11, 12} หลังจากนั้นได้มีการนำไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สกัดไปทำลูกตาเทียมโดยศุภชัย วงศ์พิเชษฐชัยและคณะ¹³

ซึ่งได้มีการทดลองในสัตว์ได้ผลดีและมีการใช้จริงในมนุษย์ ดังนั้นการนำไฮดรอกซีอะปาไทต์จากกระดูกสัตว์ไปใช้เป็นสารตัวเติมในพอลิเมอร์คอมโพสิตเพื่อการผลิตวัสดุทดแทนกระดูก น่าจะช่วยลดต้นทุนการผลิตวัสดุทดแทนกระดูกได้ในส่วนหนึ่ง นอกจากนี้ยังเป็นการขยายการใช้ประโยชน์จากกระดูกสัตว์ได้กว้างขวางและก่อให้เกิดประโยชน์ด้านสุขภาพแก่ประชาชนในประเทศไทยได้มากขึ้นอีก

พอลิพรอพิลีนเป็นเทอร์โมพลาสติกที่ใช้มากที่สุดชนิดหนึ่ง พอลิพรอพิลีนมีความหนาแน่นต่ำ มีจุดอ่อนตัว (vicat softening point) สูง มีความแข็งที่พื้นผิว (surface hardness) ดี มีความต้านทานต่อการขีดข่วนและขีดสีดี มีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี และมีราคาไม่แพง มีสมบัติที่ทนความล้า (fatigue) ได้ดี ขึ้นรูปได้ที่ช่วงอุณหภูมิสูงกว่าพอลิเอทิลีน สมบัติเชิงกลที่อุณหภูมิสูงลดลงช้ากว่าพอลิเอทิลีน นอกจากนี้ยังเป็นพอลิเมอร์ที่มีความเข้ากันได้กับร่างกาย¹⁴⁻¹⁶ และมีการผลิตเป็นวัสดุทางชีวภาพที่ใช้จริง เช่น แผ่นตารางที่ใช้ในการผ่าตัดรักษาโรคลำไส้เลื่อน (mesh prosthesis for abdominal wall hernias)¹⁴ จากสมบัติดังกล่าว พอลิพรอพิลีนน่าจะมีศักยภาพในการนำมาใช้เป็นวัสดุทดแทนกระดูกได้ดีกว่าหรือใกล้เคียงกับพอลิเอทิลีน แต่การศึกษาพัฒนาพอลิพรอพิลีนในลักษณะการใช้งานด้านนี้ยังมีน้อยมาก ดังนั้นพอลิเมอร์ชนิดนี้จึงถูกเลือกมาใช้ในการศึกษาครั้งนี้

จากที่กล่าวมาข้างต้น จะเห็นว่ามีความเป็นไปได้ที่จะพัฒนาวัสดุทดแทนกระดูกขึ้นโดยใช้ทรัพยากรภายในประเทศ คือ กระดูกโคซึ่งเป็นวัสดุเหลือใช้จากโรงงานชำแหละเนื้อเพื่อการบริโภค และพอลิพรอพิลีนซึ่งสามารถผลิตได้ในประเทศเช่นกัน ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จะเป็นการศึกษาเบื้องต้นในการนำไฮดรอกซีอะปาไทต์จากกระดูกสัตว์มาใช้เป็นสารตัวเติมในพอลิพรอพิลีน เพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุทดแทนกระดูกที่ใช้ได้ในร่างกายมนุษย์และสัตว์ เป็นแนวทางหนึ่งในการใช้โครงกระดูกสัตว์ให้เกิดมูลค่าและประโยชน์สูงสุด รวมถึงเป็นการลดต้นทุนจากการสังเคราะห์หรือนำเข้าไฮดรอกซีอะปาไทต์จากต่างประเทศ และหากโครงการนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี จะเป็นแนวทางเบื้องต้นในการพัฒนาวัสดุทดแทนกระดูก (ส่วนที่รับแรงไม่มาก เช่น กระดูกบริเวณใบหน้า) จากทรัพยากรในประเทศ เพื่อทดแทนการนำเข้าวัสดุในลักษณะเดียวกันจากต่างประเทศ และมีส่วนช่วยให้ประชาชนส่วนใหญ่ของประเทศสามารถดำรงชีวิตได้ยาวนาน โดยมีสุขภาพดีและมีคุณภาพชีวิตที่ดี ในแง่ของการใช้ทรัพยากรธรรมชาติอย่างมีประสิทธิภาพ การใช้ไฮดรอกซีอะปาไทต์เป็นสารตัวเติมจะช่วยลดปริมาณการใช้พลาสติก ซึ่งจะเป็นการลดปริมาณการใช้แก๊สธรรมชาติในการสังเคราะห์พอลิโพรพิลีน และเป็นการลดมลภาวะจากขยะพลาสติกได้ส่วนหนึ่ง ในแง่ของความก้าวหน้าทางเทคโนโลยีและความร่วมมือทางวิชาการ การพัฒนาวัสดุชนิดใหม่เพื่อจุดประสงค์การใช้งานทางชีวภาพ เป็นการศึกษาที่ต้องอาศัยความร่วมมือจากนักวิจัยผู้มีความรู้จากหลายสาขาวิชา ในเบื้องต้นโครงการนี้จะช่วยส่งเสริมและพัฒนาศักยภาพในการทำวิจัยของนักวิจัยรุ่นใหม่ภายใต้คำแนะนำจากนักวิจัยที่ปรึกษา จากนั้นการวิจัยจะขยายผลไปสู่การทดลองที่ซับซ้อนขึ้น เช่น การใช้วัสดุในสภาวะจำลองที่เหมือนในร่างกาย (*in vitro* test) และการทดลองกับสัตว์ (*in vivo* test) ซึ่งต้องอาศัยความร่วมมือในการทำวิจัยจากกลุ่มวิจัยอื่นทำให้เกิดการถ่ายทอดความรู้ในระหว่างกลุ่มนักวิชาการ

การวิจัยนี้มีเป้าหมายหลัก คือ ต้องการทราบความเป็นไปได้ในการผลิตวัสดุทดแทนกระดูกจากพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยใช้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์จากกระดูกสัตว์เป็นสารตัวเติมในเมทริกซ์ของพอลิ

โพรฟิเลียน โดยเป้าหมายสำหรับรอบปีทีหนึ่ง คือ ต้องการทราบผลของอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์กับผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ใช้เป็นสารตัวเติมที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิต ส่วนในรอบปีที่สองจะศึกษาอิทธิพลของสารประสานต่อสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์คอมโพสิต โดยจะเลือกศึกษาพอลิเมอร์คอมโพสิตหนึ่งอัตราส่วนที่ให้สมบัติเชิงกลที่ดีและเหมาะสมที่สุด โดยพิจารณาจากผลการศึกษาในปีทีหนึ่ง

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

วัตถุดิบ

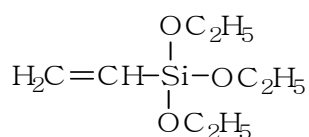
กระดูกวัวซื้อจากบริษัท ลิ้มอี่เส็ง จำกัด จังหวัดนครราชสีมา พอลิโพรฟิไลน์ (PP700J) ซื้อจาก บริษัทไทยพอลิโพฟิไลน์ จำกัด สารประสานไฮเลนสองชนิด ได้แก่ vinyltriethoxy siane (VTES) และ 3-methacryloxypropyl-trimethoxysilane (MPTS) ซื้อจากบริษัท GE Silane และบริษัท Sigma-Aldrich ตามลำดับ

การเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกสัตว์

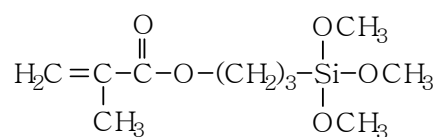
นำกระดูกวัวไปเผาในบรรยากาศเปิดเพื่อกำจัดสารอินทรีย์ต่างๆ เป็นการเบื้องต้น นำกระดูกที่ผ่านการเผาไปทำความสะอาดและเตรียมให้อยู่ในลักษณะเป็นผง โดยการบดด้วยเครื่อง Ball Milling นำผงกระดูกไปเผาที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 45 นาที ซึ่งผงกระดูกที่เตรียมได้มีองค์ประกอบหลักคือ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite: HA)

การปรับปรุงพื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยสารประสานไฮเลน

ผงกระดูกที่เตรียมได้ส่วนหนึ่งจะนำมาปรับปรุงพื้นผิวหน้าโดยใช้สารประกอบไฮเลน 2 ชนิด ได้แก่ vinyltriethoxy siane (VTES) และ 3-methacryloxypropyl-trimethoxysilane (MPTS)



vinyltriethoxy siane (VTES)



3-methacryloxypropyl-trimethoxysilane (MPTS)

การเตรียมสารละลาย VTES ความเข้มข้นต่าง ๆ ทำโดยละลาย VTES ในน้ำซึ่งมีค่า pH = 3.5 นำผงกระดูกแช่ในสารละลายไฮเลน บันทึงไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และล้างผงกระดูกอีกครั้ง โดยใช้น้ำ ความเข้มข้นของสารละลาย VTES คือ 0.5, 1.0, 2.0, และ 5.0% โดยน้ำหนักของผงกระดูก จากนั้นนำผงกระดูกที่ผ่านการปรับปรุงผิวหน้าไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเป็นเวลาหนึ่งคืน

การเตรียมสารละลาย MPTS ความเข้มข้นต่าง ๆ ทำโดยละลาย MPTS ในสารละลายผสมระหว่าง เอทานอลและน้ำในอัตราส่วน 30/70 ซึ่งมีค่า pH = 3.5 ความเข้มข้นของ MPTS ที่ใช้ คือ 2.0 % โดยน้ำหนักของผงกระดูก นํ้าผงกระดูกแช่ในสารละลายไซเลน ปั่นทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และล้างผงกระดูกอีกครั้งโดยใช้สารละลายเอทานอล/น้ำ จากนั้นนำผงกระดูกที่ผ่านการปรับปรุง ผิวหน้าไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลาหนึ่งคืน

การเตรียมและการขึ้นรูปพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ (HA/PP composites)

พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เตรียมโดยนำพอลิโพรพิลีนและผงกระดูก ที่ผ่านหรือไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมาผสมกันโดยใช้เครื่องบดผสมแบบภายใน (internal Mixer : Hakke, rheomix PolyLab) ที่อุณหภูมิ 170°C ความเร็วโรเตอร์ 50 รอบต่อนาที เป็นเวลา 13 นาที โดยสัดส่วนของผงกระดูกในพอลิเมอร์คอมโพสิตจะอยู่ในช่วง 20-70.0 % โดยน้ำหนัก ซึ่งพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ได้จะถูกนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงานโดยการฉีดขึ้นรูป (Injection Machine : Chuan Lih Fa, CLF80T) โดยใช้อุณหภูมิการหลอมเหลว 200°C อุณหภูมิแม่พิมพ์ 25°C ความเร็วในการฉีด 12 mm/sec ความดันในการฉีด 1260 kg/cm² และความดันคงค้าง 1400 kg/cm²

การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์

ตรวจสอบปริมาณธาตุและสารปนเปื้อนในผงกระดูกที่เตรียมขึ้นโดยใช้ Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer (ICP : Perkin Elmer, PLASMa-1000)

ตรวจสอบความเป็นผลึกของผงกระดูก โดย X-ray diffractometer (XRD : Siemens, D5005)

ตรวจสอบความหนาแน่นของผงกระดูกโดยใช้ Pycnometer ใช้น้ำกลั่นเป็นตัวกลาง และหาค่าเฉลี่ยจากการทำการทดลอง 3 ครั้ง

ตรวจสอบขนาดอนุภาคของผงกระดูกโดยใช้เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคระบบเลเซอร์ (Laser Particle Size Analyzer : Malvern, mastersizer2000) โดยใช้น้ำเป็นตัวกลาง

การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต

สมบัติทางวิทยกระแส

ตรวจสอบค่าดัชนีการไหล (melt flow index, MFI) ของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต โดยเครื่อง Extrusion Plastometer (Kayenessmodel, 4004) ที่อุณหภูมิ 200°C น้ำหนักกด 2.16 kg และใช้เวลาในการหลอม 360 วินาที

ตรวจสอบค่าความหนืดเฉือน (Shear viscosity) ที่อัตราเฉือน (shear rate) ต่าง ๆ โดยใช้เครื่องรีโอมิเตอร์แบบแคปิลลารี (capillary rheometer: Kayeness, model D5052m) ที่อุณหภูมิ 200°C

สมบัติทางความร้อน

อุณหภูมิสลายตัว (decomposition temperature, T_d) ของพอลิพรพิลีนและพอลิพรพิลีนคอมโพสิตตรวจสอบโดยเครื่องเทอร์โมกราวิเมทรี (Thermal gravimetric analyzer: TA, model SDT 2960) โดยใช้อัตราการให้ความร้อน $20^\circ\text{C}/\text{min}$ ช่วงอุณหภูมิ $50^\circ - 800^\circ\text{C}$ ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยในการศึกษาครั้งนี้กำหนดให้อุณหภูมิสลายตัวคืออุณหภูมิน้ำหนักของสารตัวอย่างมีการเปลี่ยนแปลงมากที่สุด

อุณหภูมิบิดงอ (heat deflection temperature, HDT) ของพอลิพรพิลีนและพอลิพรพิลีนคอมโพสิตตรวจสอบโดย HDT Tester (Atlas Electric Devices, HDV-1) และใช้ซิลิโคนเป็นตัวกลางนำความร้อนโดยใช้อัตราการให้ความร้อนที่ $120^\circ\text{C}/\text{h}$ และใช้แรงกด 455 kPa โดยขนาดชิ้นทดสอบและวิธีการทดสอบเป็นไปตามมาตรฐานวิธีการทดสอบ ASTM D648

สมบัติเชิงกล

สมบัติเชิงกลของพอลิพรพิลีนคอมโพสิตจะตรวจสอบจากสมบัติความทนต่อแรงดึง (tensile property) สมบัติความทนต่อความโค้งงอ (flexural property) และ สมบัติความทนต่อแรงกระแทก (izod impact property) ซึ่งข้อมูลที่รายงานเป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดสอบชิ้นงานอย่างน้อย 5 ชิ้น

สมบัติความทนต่อแรงดึง (tensile property) ของชิ้นงานพอลิพรพิลีนและชิ้นงานพอลิพรพิลีนคอมโพสิตทำการทดลองโดยใช้ universal testing machine (Instron, model 5565) ใช้ load cell 5 kN gauge length 80 mm และ crosshead speed 10 mm/min สำหรับการตรวจสอบค่าความแข็งแรงต่อการดึงและค่าความเครียด ณ จุดแตกหักชิ้นงานพอลิพรพิลีนทดสอบด้วย crosshead speed 50 mm/min เนื่องจากพอลิพรพิลีนไม่ขาดเมื่อทดสอบด้วยความเร็ว 10 mm/min

สมบัติความทนต่อความโค้งงอ (flexural property) ของชิ้นงานพอลิพรพิลีนและชิ้นงานพอลิพรพิลีนคอมโพสิตทำการทดลองโดยใช้ universal testing machine โดยใช้การทดลองแบบ three point bending ใช้ support span length 56 mm และ crosshead speed 10 mm/min

สมบัติความทนต่อแรงกระแทก (izod impact property) ของชิ้นงานพอลิพรพิลีนและชิ้นงานพอลิพรพิลีนคอมโพสิตทำการทดลองโดยใช้ impact testing machine (Atlast, model BPI) ใช้การทดลองแบบ izod impact โดยไม่ทำรอยบากบนชิ้นงาน (unnotched specimens)

สมบัติทางสัณฐานวิทยา

นำชิ้นงานพอลิพรพิลีนคอมโพสิตที่ผ่านการทดสอบความทนต่อแรงดึงไปตรวจสอบและถ่ายภาพพื้นผิวหน้าในบริเวณที่เกิดการแตกหักของ โดยใช้ scanning electron microscope (SEM : JEOL, JSM6400)

ความสามารถในการดูดซับน้ำและสมบัติเชิงกลที่เปลี่ยนแปลงไป

ความสามารถในการดูดซับน้ำของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่าง ๆ ตรวจสอบจากน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไป (ASTM D570-95) โดยนำชิ้นงานมาแช่น้ำที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปทุกๆ วัน เป็นเวลา 30 วัน ข้อมูลที่แสดงได้จากการหาค่าเฉลี่ยจากจำนวนชิ้นงานอย่างน้อย 5 ชิ้น และหลังจากครบระยะเวลาการแช่น้ำของชิ้นงานคือ 30 วันแล้ว ชิ้นงานจะถูกนำไปทดสอบสมบัติความทนต่อแรงกระแทกเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ผ่านการแช่น้ำที่เตรียมขึ้นในสถานะเดียวกัน

การปรับปรุงพื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานไซเลนและสมบัติทางกายภาพของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต

ศึกษาผลของสารประสานไซเลนที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยใช้พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์คงที่ โดยเลือกจากผลการศึกษาในส่วนข้างต้น

นำผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่มีและมีการปรับปรุงผิวหน้าโดยใช้สารประสานไซเลนมาตรวจสอบชนิดของหมู่ฟังก์ชันที่ปรากฏบนผิวหน้าโดยใช้เทคนิค Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectroscopy (ATR FT-IR) (FTIR Spectrometer, Nicolet Magna 750) โดยใช้ resolution 4 cm^{-1} 256 scans และใช้ Ge-coated KBr เป็น beam splitter

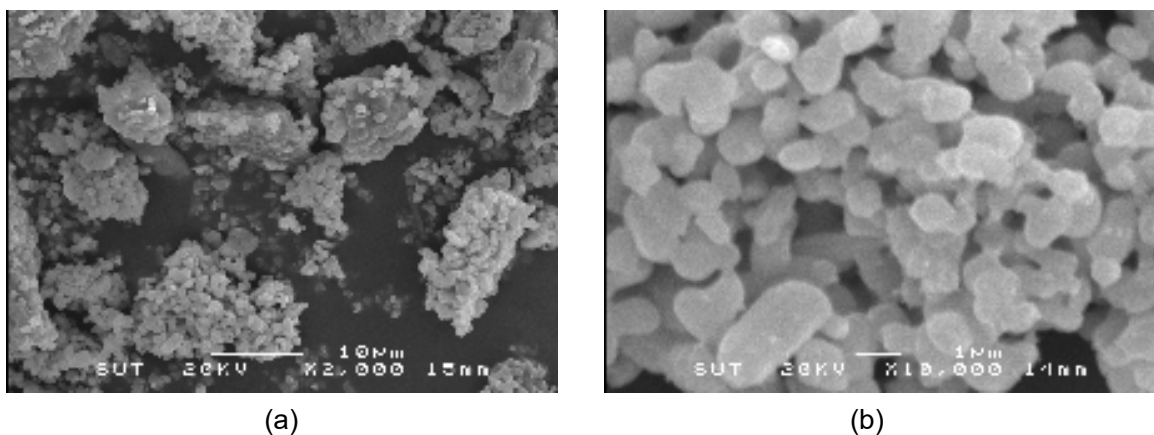
สมบัติทางกายภาพของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลนจะถูกตรวจสอบโดยใช้เครื่องมือและสภาวะการทดลองที่ใช้กับการตรวจสอบพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน

บทที่ 3

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

การเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกสัตว์

สามารถเตรียมกระดูกสัตว์ให้อยู่ในรูปผงละเอียดได้ด้วยการนำกระดูกมาเผาและบดโดยใช้เครื่อง ball milling ผงกระดูกที่เตรียมได้มีสีขาว เมื่อตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยเครื่อง SEM พบว่าผงกระดูกที่เตรียมได้มีรูปทรงที่ไม่ปกติ (irregular shape) มีพื้นผิวของอนุภาคค่อนข้างขรุขระและอยู่เกาะกลุ่มกัน (agglomeration) มากกว่าที่จะอยู่เป็นอนุภาคเดี่ยว ดังแสดงในรูปที่ 1

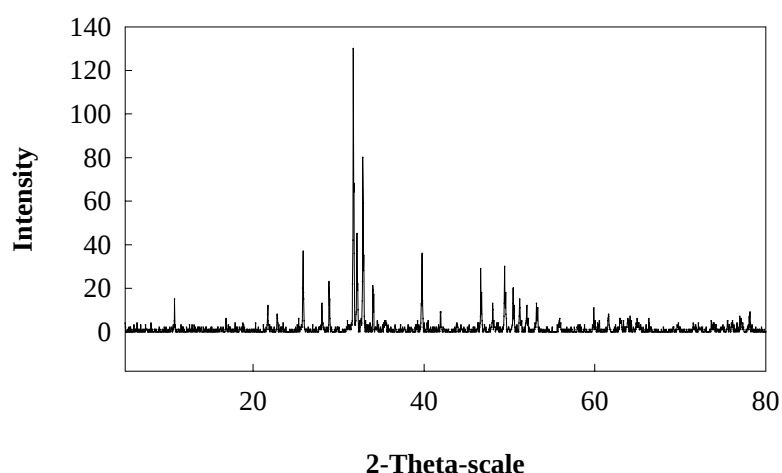


รูปที่ 1 ภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของผงกระดูกที่กำลังขยาย (a) 2,000 เท่า และ (b) 10,000 เท่า

สมบัติทางกายภาพของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากกระดูกสัตว์

ขนาดผงกระดูกวิเคราะห์โดยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคระบบเลเซอร์ พบว่า กลุ่มอนุภาคของผงกระดูกมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย $25\ \mu\text{m}$ มีความหนาแน่นเฉลี่ย $3.14\ \text{g/cm}^3$

XRD pattern ของผงกระดูกหลังการเผาที่ 1100°C แสดงดังรูปที่ 2 จากการวิเคราะห์โดย XRD พบว่า ผงกระดูกที่เตรียมขึ้นมีความเป็นผลึกสูง และมีองค์ประกอบหลัก คือ แคลเซียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ (calcium hydroxide phosphate, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) หรือ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyl apatite)



รูปที่ 2 XRD pattern ของผงกระดูกหลังการเผาที่ 1100°C

จากการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบและสารปนเปื้อนที่พบในผงกระดูกโดยใช้เครื่อง ICP (ตารางที่ 1) พบว่า ผงกระดูกมีองค์ประกอบหลัก คือ แคลเซียมและฟอสเฟต โดยมีอัตราส่วนโดยโมลของแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสเท่ากับ 1.64 ซึ่งน้อยกว่าปกติ (Ca/P stoichiometric ratio 1.67) แสดงให้เห็นว่าผงกระดูกเป็นสารประกอบไฮดรอกซีอะพาไทต์ชนิด Ca-deficient structure

ตารางที่ 1 แสดงปริมาณธาตุองค์ประกอบและสารปนเปื้อนที่พบในผงกระดูก

element	composition (wt%)
Ca	38.073
P	17.985
Pb	< 0.1 ppm
Cd	< 0.3 ppm
Zn	0.19 ppm
Fe	0.21 ppm

การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนกับผงไฮดรอกซีอะพาไทต์และการขึ้นรูปชิ้นทดสอบ

พอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนและผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ถูกเตรียมโดยใช้เครื่องผสมแบบภายใน ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษา คือ ปริมาณของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ พอลิเมอร์คอมโพสิตที่เตรียมขึ้นจะมีปริมาณผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่แตกต่างกันตั้งแต่ 20%, 40%, 50%, 60% และ 70% โดยน้ำหนัก พอลิเมอร์คอมโพสิตทุกสภาวะจะถูกนำไปฉีดขึ้นรูปเพื่อนำไปตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ

สมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิต

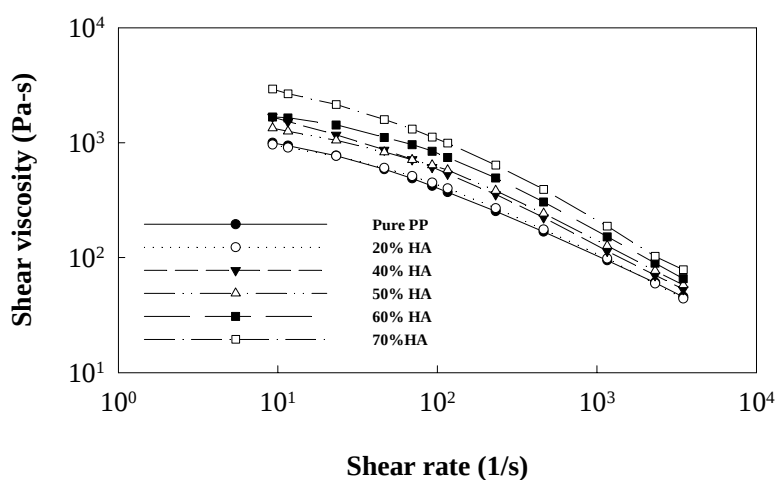
- สมบัติทางวิทยกระแส

ค่าดัชนีการไหล (MFI) และ ค่าความหนืดเฉือนที่อัตราเฉือนต่าง ๆ ของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 2 และรูปที่ 3 ตามลำดับ

ตารางที่ 2 แสดงค่าดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่าง ๆ

HA content (% , w/w)	MFI (g/ 10 min)
0	8.0
20	8.2
40	6.5
50	6.2
60	3.4
70	3.1

จากตารางจะพบว่า MFI ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมีแนวโน้มที่จะลดต่ำลงตามการเพิ่มปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิต และมีค่าต่ำกว่าค่า MFI ของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ แสดงให้เห็นว่า ความหนืดของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจะเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิต ซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนืดเฉือนของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่อัตราเฉือนต่าง ๆ ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตเพิ่มขึ้น ดังผลการทดลองในรูปที่ 3



รูปที่ 3 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนและอัตราเฉือนของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่าง ๆ

- สมบัติทางความร้อน

ค่าอุณหภูมิละลายตัว (T_d) ของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ แสดงดังตารางที่ 3 จะเห็นได้ว่าการเพิ่มปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ ทำให้พอลิโพรพิลีนคอมโพสิต มีอุณหภูมิละลายตัวเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 3 แสดงอุณหภูมิละลายตัวของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

HA content (% , w/w)	T_d ($^{\circ}\text{C}$)
0	466
20	467
40	467
50	469
60	473
70	480

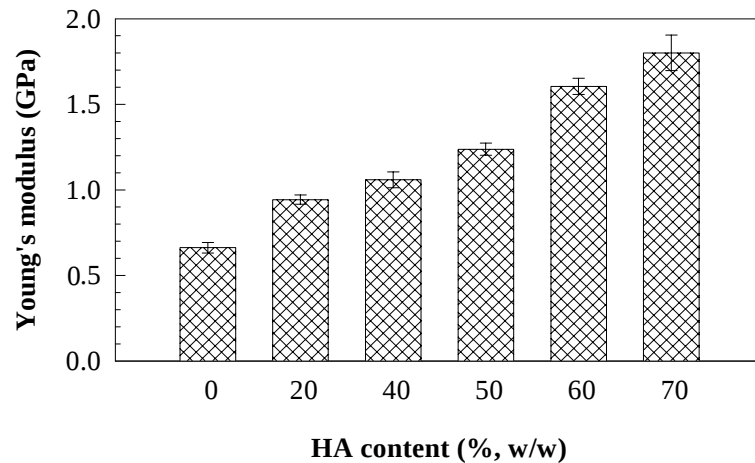
ค่าอุณหภูมิการบิดงอ (HDT) ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนและชิ้นงานพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 4 จะเห็นได้ว่าชิ้นงานพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต จะมีค่าอุณหภูมิการบิดงอที่สูงกว่าชิ้นงานพอลิโพรพิลีน รวมทั้งจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิต

ตารางที่ 4 แสดงอุณหภูมิการบิดงอของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนและชิ้นงานพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

HA content (% , w/w)	HDT ($^{\circ}\text{C}$)
0	78 ± 1.0
20	81 ± 0.8
40	91 ± 0.2
50	104 ± 1.7
60	117 ± 1.6
70	129 ± 1.0

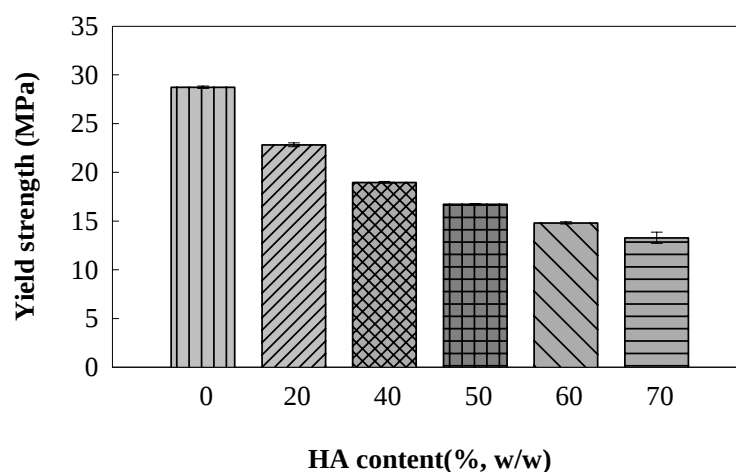
- ความทนต่อแรงดึง (tensile property)

จากรูปที่ 4 ค่ามอดุลัสของยัง (Young's modulus) ของพอลิเมอร์คอมโพสิตเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตและมีค่าสูงกว่าค่ามอดุลัสของยังของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ที่อัตราการให้แรงดึงที่เท่ากัน



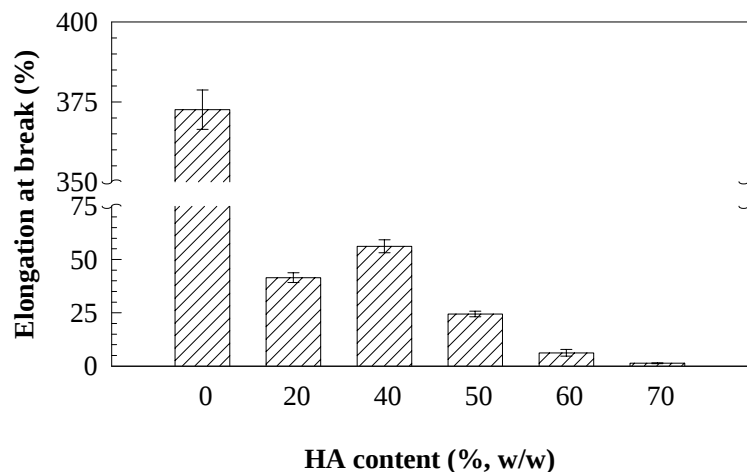
รูปที่ 4 ค่ามอดุลัสของยังของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

จากรูปที่ 5 ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก (yield strength) ของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าต่ำกว่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ของพอลิโพรพิลีน และมีค่าลดลงเมื่อปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตเพิ่มขึ้นจาก 20 % เป็น 50 % โดยน้ำหนัก สำหรับชิ้นงานพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในปริมาณตั้งแต่ 50 % โดยน้ำหนัก จะมีค่าความแข็งแรง ณ จุดครากค่อนข้างคงที่



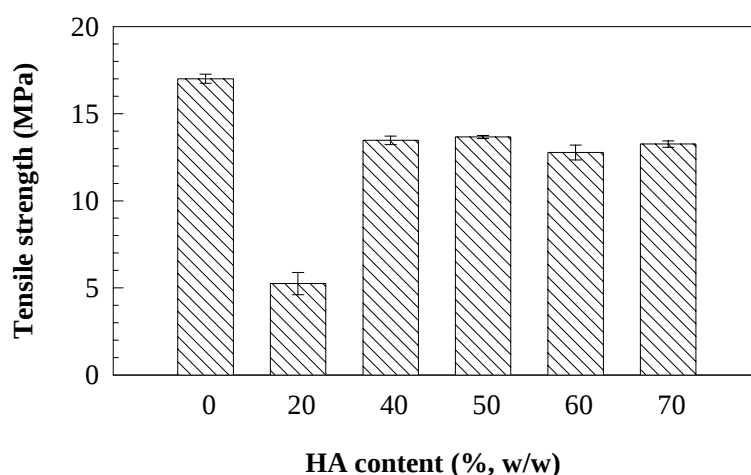
รูปที่ 5 ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

ค่าความเครียด ณ จุดแตกหัก (elongation at break) ของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตและมีค่าต่ำกว่าค่าความเครียด ณ จุดแตกหักของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ที่อัตราการให้แรงดึงที่เท่ากัน ดังแสดงในรูปที่ 6



รูปที่ 6 ค่าความเครียด ณ จุดแตกหัก ของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

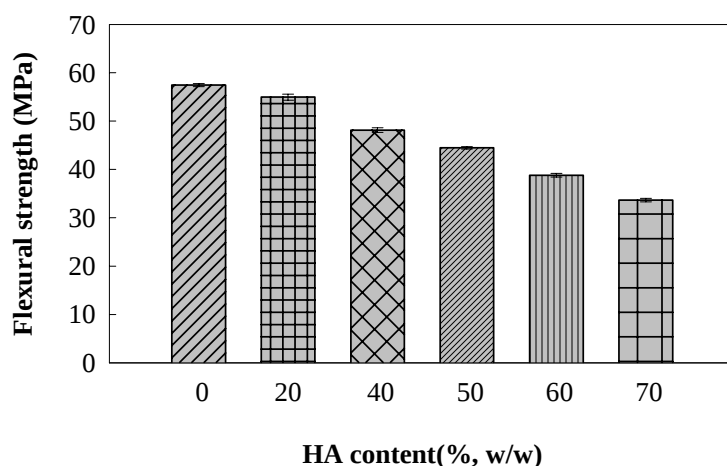
ค่าความแข็งแรงต่อการดึง (tensile strength) ของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตเพิ่มขึ้นจาก 20 % เป็น 40 % โดยน้ำหนัก สำหรับชั้นทดสอบพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในปริมาณที่มากกว่า 40 % โดยน้ำหนัก จะมีค่าความแข็งแรงต่อการดึงค่อนข้างคงที่ ดังแสดงในรูปที่ 7



รูปที่ 7 ค่าความแข็งแรงต่อการดึงของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

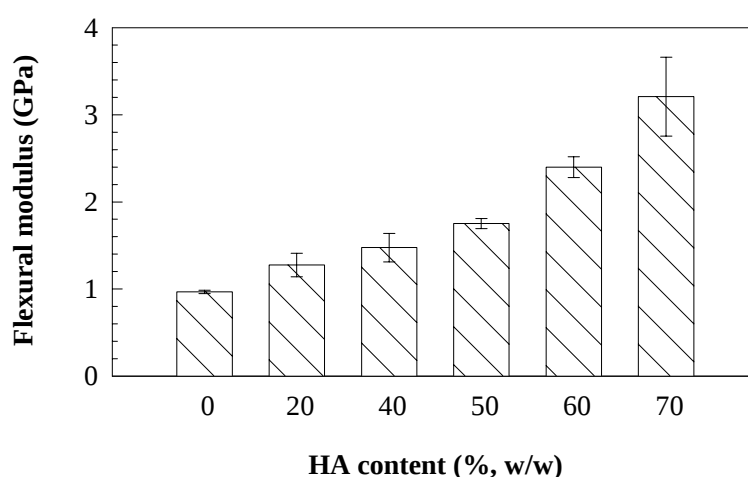
- ความทนต่อความโค้งงอ (flexural property)

จากรูปที่ 8 ค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอ (flexural strength) ของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าต่ำกว่าค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ และค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตเพิ่มขึ้น



รูปที่ 8 ค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

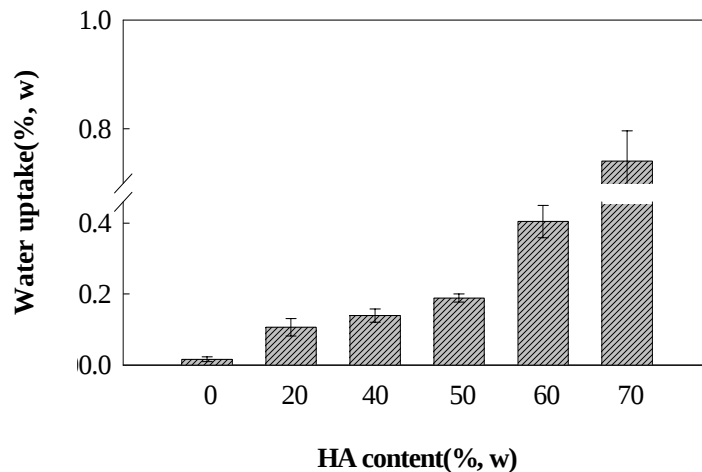
ค่ามอดุลัสของการโค้งงอ (flexural modulus) ของพอลิเมอร์คอมโพสิต (รูปที่ 9) เพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตและมีค่าสูงกว่าค่ามอดุลัสของการโค้งงอของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์



รูปที่ 9 ค่ามอดุลัสของการโค้งงอของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

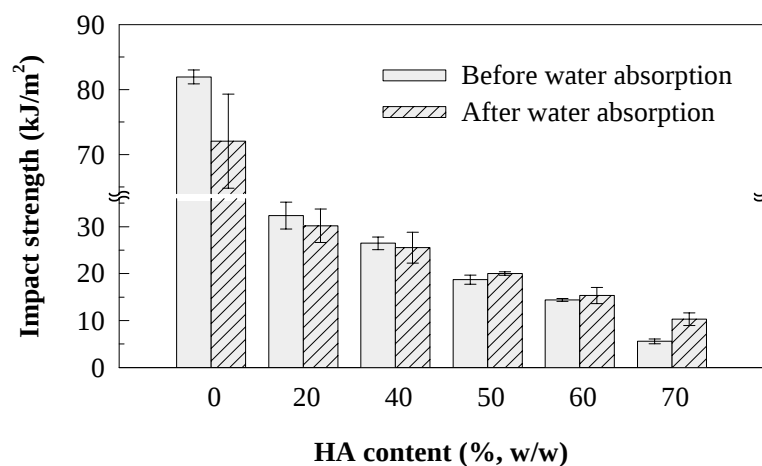
- ความสามารถในการดูดซับน้ำ สมบัติความทนต่อแรงกระแทก (izod impact property) และสมบัติความทนต่อแรงกระแทกที่เปลี่ยนแปลงไปหลังการดูดซับน้ำ

จากรูปที่ 10 แสดงให้เห็นว่า พอลิพรพิลีนคอมโพสิตสามารถดูดซับน้ำได้มากกว่าพอลิพรพิลีนบริสุทธิ์ และความสามารถในการดูดซับน้ำจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตที่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 10 ค่าความสามารถในการดูดซับน้ำของพอลิพรพิลีนและพอลิพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่างๆ

ในรูปที่ 11 เมื่อพิจารณาสมบัติความทนต่อแรงกระแทกของชิ้นงานพอลิพรพิลีนบริสุทธิ์เปรียบเทียบกับชิ้นงานพอลิพรพิลีนคอมโพสิตในสภาวะก่อนการดูดซับน้ำ จะพบว่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าต่ำกว่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิพรพิลีนบริสุทธิ์และมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในพอลิเมอร์คอมโพสิตเพิ่มขึ้น

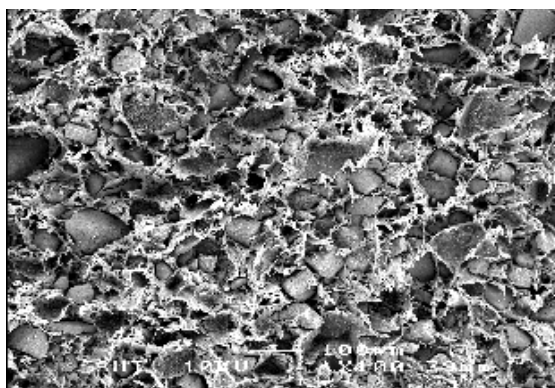


รูปที่ 11 ค่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิพรพิลีนและพอลิพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่าง ๆ ในสภาวะก่อนและหลังแช่น้ำ

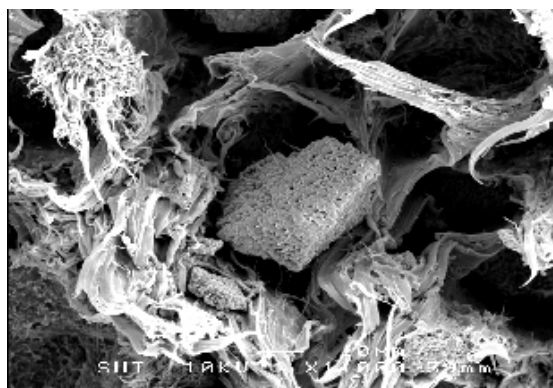
อย่างไรก็ตาม จากการตรวจความทนต่อแรงกระทำของชั้นทดสอบที่แช่น้ำเป็นเวลาหนึ่งเดือนพบว่า พอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์มีค่าความทนต่อแรงกระทำลดลง ส่วนพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 20 % และ 40 % โดยน้ำหนัก มีค่าความทนต่อแรงกระทำลดลง (คิดเป็น 2 % และ 1 % ตามลำดับ) ซึ่งคิดเป็นสัดส่วนที่น้อยกว่าค่าความทนต่อแรงกระทำที่ลดลงของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ (คิดเป็น 10 %) ส่วนพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ตั้งแต่ 50 % ถึง 70 % โดยน้ำหนัก ค่าความทนต่อแรงกระทำหลังจากแช่น้ำเป็นเวลา 1 เดือนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (คิดเป็น 1 %, 1 % และ 5 % ตามลำดับ)

- การศึกษาโครงสร้างสัณฐานวิทยาที่ผิวสัมผัสระหว่างผงไฮดรอกซีอะปาไทต์กับพอลิเมอร์

จากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยใช้ SEM ตรวจดูพื้นผิวบริเวณที่เกิดการแตกหักของชั้นทดสอบพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนัก หลังจากผ่านการทดสอบความทนต่อแรงดึง ดังแสดงในรูปที่ 12 พบว่า ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์มีการกระจายตัวในเมทริกซ์ของพอลิโพรพิลีนค่อนข้างดี อย่างไรก็ตาม ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์และเนื้อพอลิเมอร์มีการยึดติดกันที่ไม่ดีโดยพบโพรงและรูพรุนที่เกิดจากการแยกกันของเนื้อพอลิเมอร์และผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เนื่องจากแรงกระทำทางกลที่ให้แก่ชิ้นงาน



(a)



(b)

รูปที่ 12 ภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนัก ที่กำลังขยาย (a) 100 เท่า และ (b) 1,000 เท่า

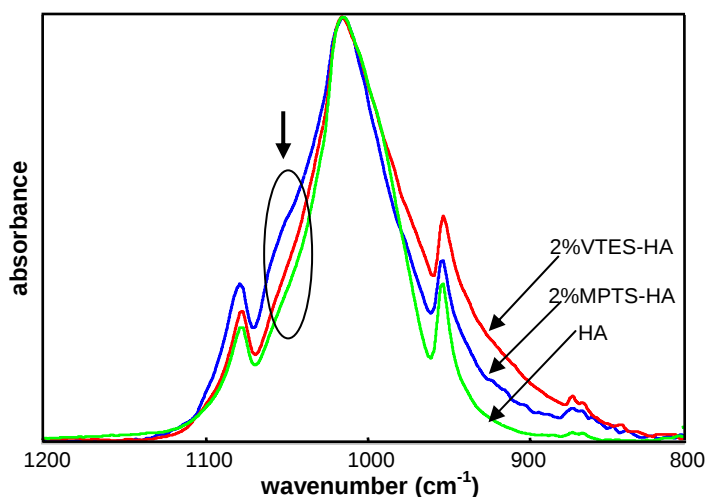
จากการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ต่าง ๆ กัน ได้เลือกพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60% โดยน้ำหนักมาใช้ในการศึกษาในขั้นต่อไป เนื่องจากเป็นพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ผสมอยู่สูงที่สุดที่สามารถทำให้การผสมพอลิโพรพิลีนกับผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เป็นไปอย่างทั่วถึง พิจารณาได้จากการที่ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์มีการกระจายตัวในเมทริกซ์ของพอลิโพรพิลีนได้ดีและชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปมีสมบัติเชิงกลที่ดี

การปรับปรุงพื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานซิลเลนและสมบัติทางกายภาพของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต

การศึกษาในขั้นนี้มีตัวแปรที่ใช้ในการศึกษา คือ ชนิดและความเข้มข้นของสารประสานซิลเลนที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิวผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ ซึ่งมีผลต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิต

- พื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์หลังการปรับปรุงด้วยสารประสานซิลเลน

FTIR spectra ในรูปที่ 13 แสดงพีคของหมู่ฟังก์ชันที่ปรากฏบนพื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในช่วงความยาวคลื่น $1200-800\text{ cm}^{-1}$ โดยการเปรียบเทียบสเปกตรัมก่อนและหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานซิลเลน โดยทั่วไปพีคของ Si-O-Si จะปรากฏชัดบริเวณ $1020-1140\text{ cm}^{-1}$ แต่ในการปรับปรุงพื้นผิวผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานซิลเลนนั้น สังเกตพบการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นโดยพบพีคเป็น shoulder ที่บริเวณ 1050 cm^{-1} อาจเนื่องมาจากการใช้สารประสานซิลเลนปริมาณค่อนข้างน้อยในการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์



รูปที่ 13 FTIR spectra ในช่วงความยาวคลื่น $1200-800\text{ cm}^{-1}$ ของ (a) ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ (HA) หลังการเผาที่ 1100°C (b) ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่มีการปรับปรุงพื้นผิวโดยใช้ VTES ความเข้มข้น 2% (2%VTES-HA) และ (c) ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่มีการปรับปรุงพื้นผิวโดยใช้ MPTS ความเข้มข้น 2% (2%MPTS-HA)

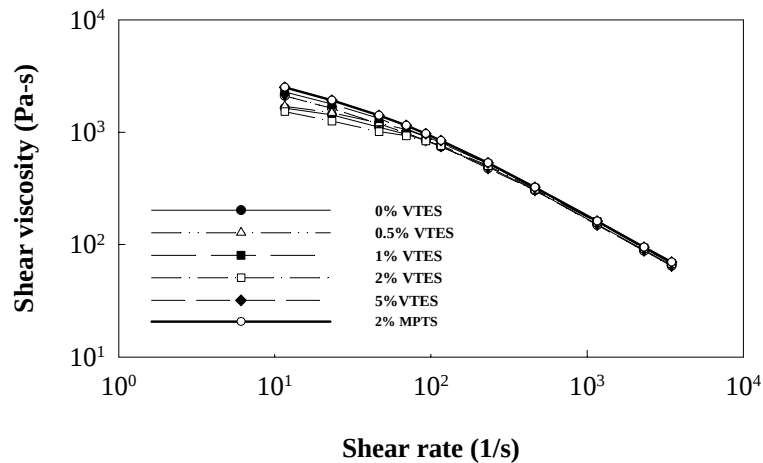
สมบัติทางวิทยกระแส

ค่าดัชนีการไหล (MFI) ของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนัก ซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน VTES ความเข้มข้นต่าง ๆ หรือ 2%MPTS แสดงดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 แสดงค่าดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนัก ซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน VTES ความเข้มข้นต่าง ๆ หรือ 2%MPTS

silane content (% , w/w)	MFI (g/ 10 min)
PP	8.0
0	3.4
0.5	3.4
1	3.5
2	3.7
5	3.4
2% MPTS	3.4

จากตารางจะพบว่า MFI ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมีค่าต่ำกว่าค่า MFI ของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ นอกจากนี้ ค่า MFI ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักยังมีค่าคงที่ไม่ขึ้นกับความเข้มข้นหรือชนิดของสารประสานที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ แสดงให้เห็นว่า ความหนืดของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตไม่ขึ้นกับความเข้มข้นหรือชนิดของสารประสานที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ ซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนืดเฉือนของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่อัตราเฉือนต่าง ๆ ซึ่งมีค่าที่ใกล้เคียงกันเมื่อใช้สารประสานไซเลนต่างชนิดหรือต่างความเข้มข้นกันในการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ ดังผลการทดลองในรูปที่ 14



รูปที่ 14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนและอัตราเฉือนของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนัก ซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน VTES ความเข้มข้นต่าง ๆ หรือ 2%MPTS

- สมบัติทางความร้อน

ค่าอุณหภูมิสลายตัว (T_d) ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่มีหรือมีการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลนมีค่าค่อนข้างคงที่เมื่อใช้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในปริมาณที่เท่ากัน

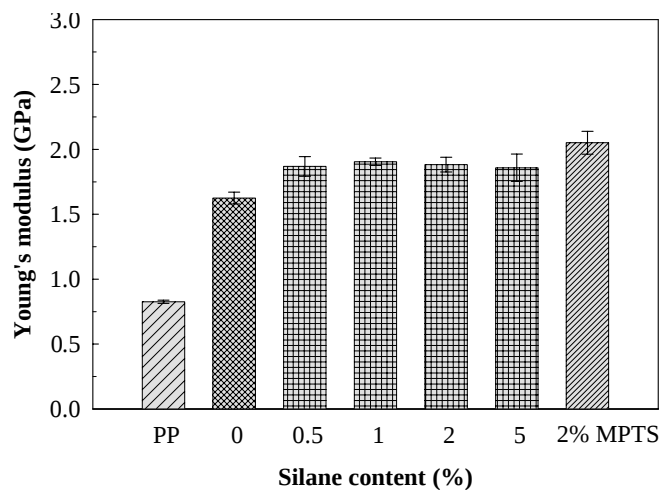
ค่าอุณหภูมิการบิดงอ (HDT) ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนเปรียบเทียบกับ ค่า HDT ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปรับปรุงพื้นผิวผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสาน VTES ความเข้มข้นต่าง ๆ หรือ ที่ปรับปรุงพื้นผิวผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสาน MPTS ความเข้มข้น 2% แสดงดังตารางที่ 6 จะเห็นว่าชิ้นงานพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจะมีค่าอุณหภูมิการบิดงอที่สูงกว่าชิ้นงานพอลิโพรพิลีน อย่างไรก็ตาม ค่า HDT ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปรับปรุงพื้นผิวผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานไซเลน VTES ความเข้มข้นต่าง ๆ หรือ MPTS ความเข้มข้น 2% มีค่าใกล้เคียงกัน แสดงให้เห็นว่า ความเข้มข้นหรือชนิดของสารประสานไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ไม่มีผลกระทบต่อค่าอุณหภูมิการบิดงอของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมากนัก

ตารางที่ 6 แสดงอุณหภูมิการบิดงอของของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนและชิ้นงานพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต ที่ปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนัก ซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไฮเลน VTES ความเข้มข้นต่าง ๆ หรือ 2%MPTS

silane content (% , w/w)	HDT (°C)
PP	78 ± 1.0
0	117 ± 1.6
0.5	116 ± 0.5
1	116 ± 0.3
2	119 ± 1.4
5	126 ± 0.7
2% MPTS	119 ± 3.0

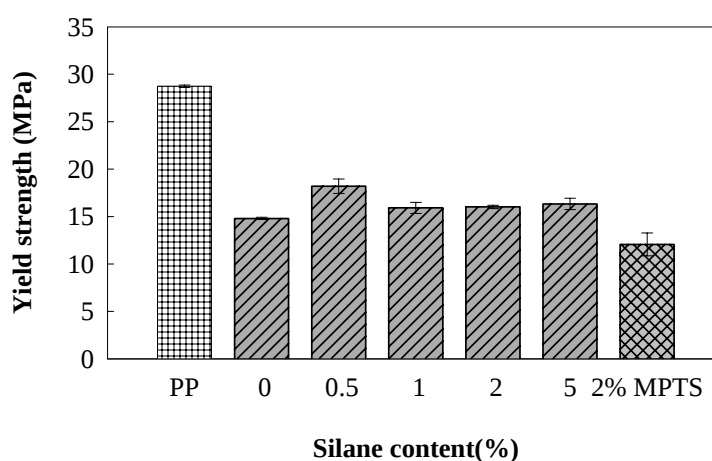
- ความทนต่อแรงดึง (tensile property)

จากรูปที่ 15 ค่ามอดุลัสของยังของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าสูงกว่าค่ามอดุลัสของยังของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์และมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อมีการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ก่อนนำมาผสมกับพอลิโพรพิลีน ความเข้มข้นของสารประสานไฮเลน VTES ไม่มีผลต่อค่ามอดุลัสของยังของพอลิเมอร์คอมโพสิต แต่เมื่อเปรียบเทียบระหว่างสารประสานไฮเลนสองชนิด พบว่า ค่ามอดุลัสของยังของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 2% MPTS มีค่าสูงกว่าค่ามอดุลัสของยังของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 2% VTES เล็กน้อย ดังนั้นชนิดของสารประสานไฮเลนน่าจะมีผลกระทบต่อค่ามอดุลัสของยังของพอลิเมอร์คอมโพสิต



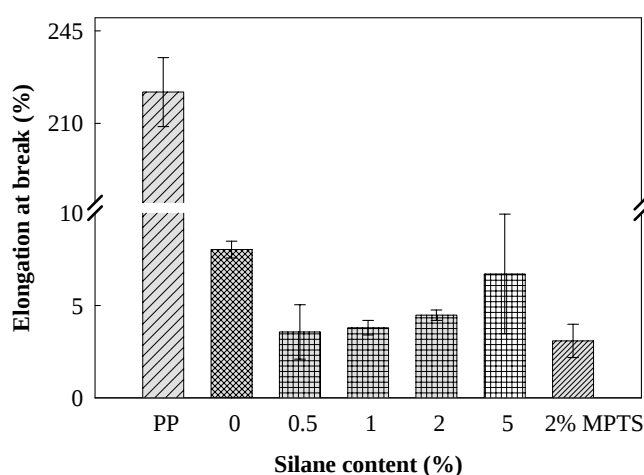
รูปที่ 15 ค่ามอดุลัสของยังของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย VTES ความเข้มข้น 0, 0.5, 1, 2 และ 5% หรือผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

จากรูปที่ 16 ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก (yield strength) ของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าต่ำกว่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ของพอลิโพรพิลีน เมื่อเปรียบเทียบระหว่างสารประสานไซเลนสองชนิดพบว่า ค่าความแข็งแรง ณ จุดครากของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 2% MPTS มีค่าต่ำกว่าค่าความแข็งแรง ณ จุดครากของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 2% VTES เล็กน้อย ดังนั้นชนิดของสารประสานไซเลนน่าจะมีผลกระทบต่อค่าความแข็งแรง ณ จุดครากของพอลิเมอร์คอมโพสิต เมื่อเปรียบเทียบระหว่างสารประสานไซเลน VTES ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน พบว่า การปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 0.5% VTES ให้ค่าความแข็งแรง ณ จุดครากที่ดีที่สุด



รูปที่ 16 ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย VTES ความเข้มข้น 0, 0.5, 1, 2 และ 5% หรือผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

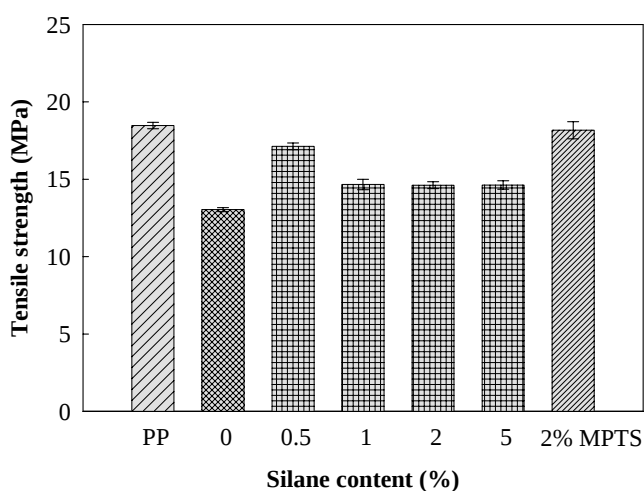
ค่าความเครียด ณ จุดแตกหัก (elongation at break) ของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าต่ำกว่าค่าความเครียด ณ จุดแตกหักของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ เมื่อเปรียบเทียบระหว่างผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงด้วยสารประสานซิลเลน พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารประสานซิลเลนมีค่าความเครียด ณ จุดแตกหักสูงกว่าพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานซิลเลน ดังแสดงในรูปที่ 17 อย่างไรก็ตาม เมื่อปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์โดยใช้สารประสาน VTES ที่มีความเข้มข้นสูงขึ้น จะทำให้ค่าความเครียด ณ จุดแตกหักของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าสูงขึ้น เมื่อเปรียบเทียบระหว่างสารประสาน VTES และ MPTS พบว่าการใช้ VTES ความเข้มข้น 2 % ปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์จะทำให้พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมีค่าความเครียด ณ จุดแตกหักสูงกว่าการใช้ MPTS ความเข้มข้น 2 % ปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์



รูปที่ 17 ค่าความเครียด ณ จุดแตกหักของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย VTES ความเข้มข้น 0, 0.5, 1, 2 และ 5% หรือผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

จากรูปที่ 18 ค่าความแข็งแรงต่อการดึง (tensile strength) ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานซิลเลน (VTES หรือ MPTS) มีค่าสูงกว่าค่าความแข็งแรงต่อการดึง (tensile strength) ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานซิลเลน มีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง VTES ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน พบว่าการปรับปรุงพื้นผิวผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย VTES ที่ความเข้มข้น 0.5% จะทำให้พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมีค่าความแข็งแรงต่อการดึงสูงที่สุด เมื่อเปรียบเทียบระหว่างซิลเลนสองชนิด พบว่าการปรับปรุงพื้นผิวผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย MPTS ที่ความเข้มข้น 2% จะทำให้

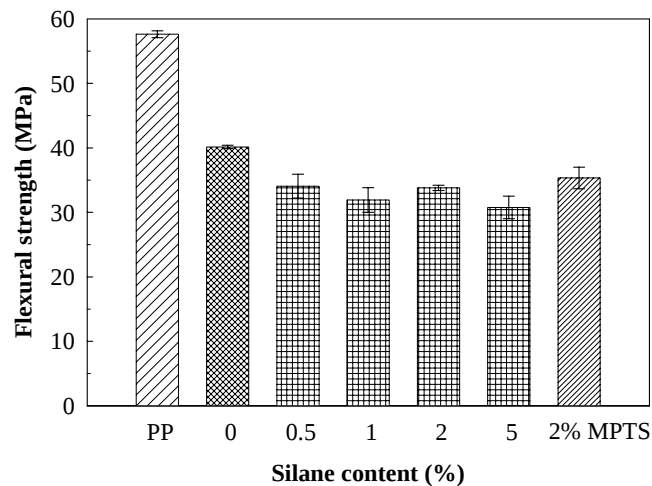
พอลิพรพิลีนคอมโพสิตมีค่าความแข็งแรงต่อการดึงสูงกว่าการปรับปรุงพื้นผิวผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ ด้วย VTES ที่ความเข้มข้น 2%



รูปที่ 18 ค่าความแข็งแรงต่อการดึงของของพอลิพรพิลีนและพอลิพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย VTES ความเข้มข้น 0, 0.5, 1, 2 และ 5% หรือผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

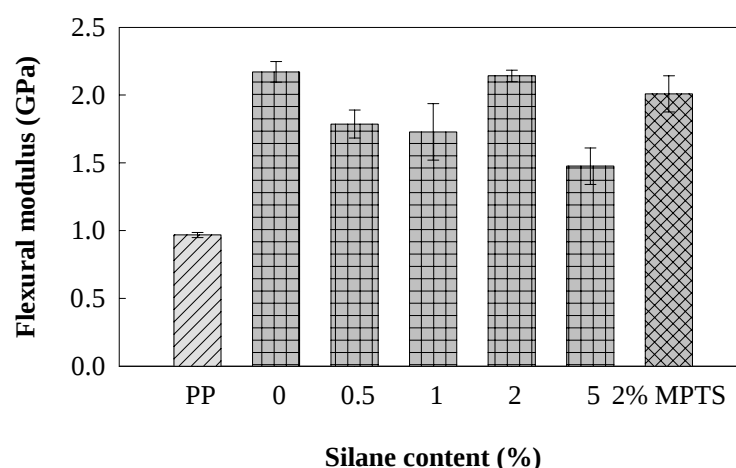
- ความทนต่อความโค้งงอ (flexural property)

จากรูปที่ 19 ค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอ (flexural strength) ของพอลิพรพิลีนบริสุทธิ์มีค่าสูงกว่าค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอของพอลิพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน นอกจากนี้ ค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีแนวโน้มลดลงเมื่อปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานไซเลน อย่างไรก็ตาม จากการทดลองพบว่าผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารประสานไซเลนทั้งสองชนิดให้ค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอของพอลิเมอร์คอมโพสิตใกล้เคียงกัน และไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของสารประสานไซเลน



รูปที่ 19 ค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอของของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย VTES ความเข้มข้น 0, 0.5, 1, 2 และ 5% หรือผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

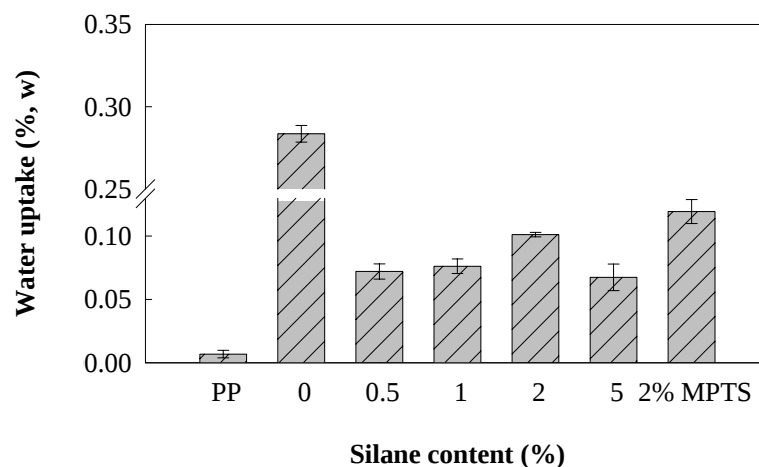
ค่ามอดุลัสของการโค้งงอ (flexural modulus) ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมีค่าสูงกว่าค่ามอดุลัสของการโค้งงอของพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ (รูปที่ 20) การปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์โดยใช้สารประสานไซเลนจะทำให้ค่ามอดุลัสของการโค้งงอของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีแนวโน้มลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน นอกจากนี้ เมื่อเปรียบเทียบระหว่างสารประสาน VTES และ MPTS พบว่าการใช้ VTES ความเข้มข้น 2 % ปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์จะทำให้พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมีค่ามอดุลัสของการโค้งงอสูงกว่าการใช้ MPTS ความเข้มข้น 2 % ปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เพียงเล็กน้อย



รูปที่ 20 ค่ามอดุลัสของการโค้งงอของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย VTES ความเข้มข้น 0, 0.5, 1, 2 และ 5% หรือผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

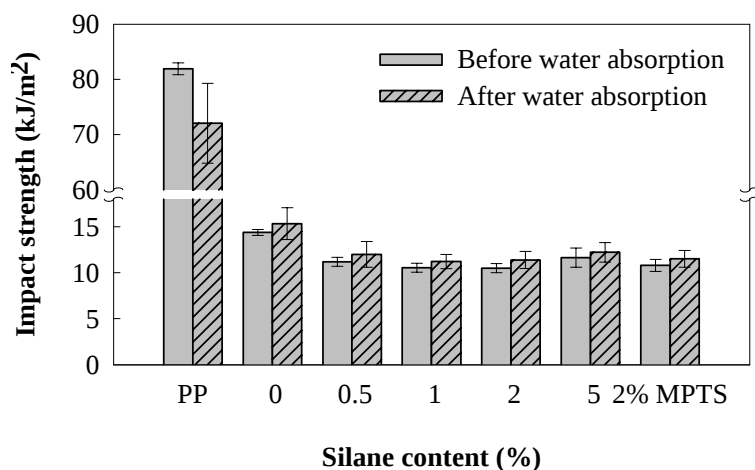
- ความสามารถในการดูดซับน้ำ สมบัติความทนต่อแรงกระแทก (izod impact property) และ สมบัติความทนต่อแรงกระแทกที่เปลี่ยนแปลงไปหลังการดูดซับน้ำ

จากรูปที่ 21 แสดงให้เห็นว่า พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตสามารถดูดซับน้ำได้มากกว่าพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์ อย่างไรก็ตาม ความสามารถในการดูดซับน้ำของพอลิเมอร์คอมโพสิตจะลดลงเมื่อมีการใช้สารประสานไซเลนในการปรับปรุงพื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ โดยความสามารถในการดูดซับน้ำของพอลิเมอร์คอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่มีการปรับปรุงพื้นผิว จะมีความใกล้เคียงกันไม่ขึ้นกับการเปลี่ยนชนิดหรือเปลี่ยนความเข้มข้นของสารประสานไซเลนที่ใช้



รูปที่ 21 ความสามารถในการดูดซับน้ำของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย VTES ความเข้มข้น 0, 0.5, 1, 2 และ 5% หรือผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

จากรูปที่ 22 พบว่าค่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนสูงกว่าค่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต เมื่อเปรียบเทียบระหว่างผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวกับผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน พบว่า ค่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีแนวโน้มลดลงเมื่อปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์โดยใช้สารประสานไซเลน เมื่อเปรียบเทียบระหว่างสารประสาน VTES และ MPTS พบว่า ค่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน VTES หรือ MPTS มีค่าไม่แตกต่างกัน นอกจากนี้ เมื่อเปรียบเทียบระหว่างการใช้สารประสาน VTES ความเข้มข้นต่าง ๆ กันในการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ พบว่า ค่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้น เมื่อใช้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ปริมาณเท่ากัน การปรับปรุงพื้นผิวโดยใช้สารประสานไซเลนที่ต่างชนิดหรือการใช้สารประสานไซเลนที่มีความเข้มข้นที่แตกต่างกันไม่มีผลต่อค่าความทนทานต่อแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่เตรียมขึ้น



รูปที่ 22 ค่าความทนต่อแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย VTES ความเข้มข้น 0, 0.5, 1, 2 และ 5% หรือผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

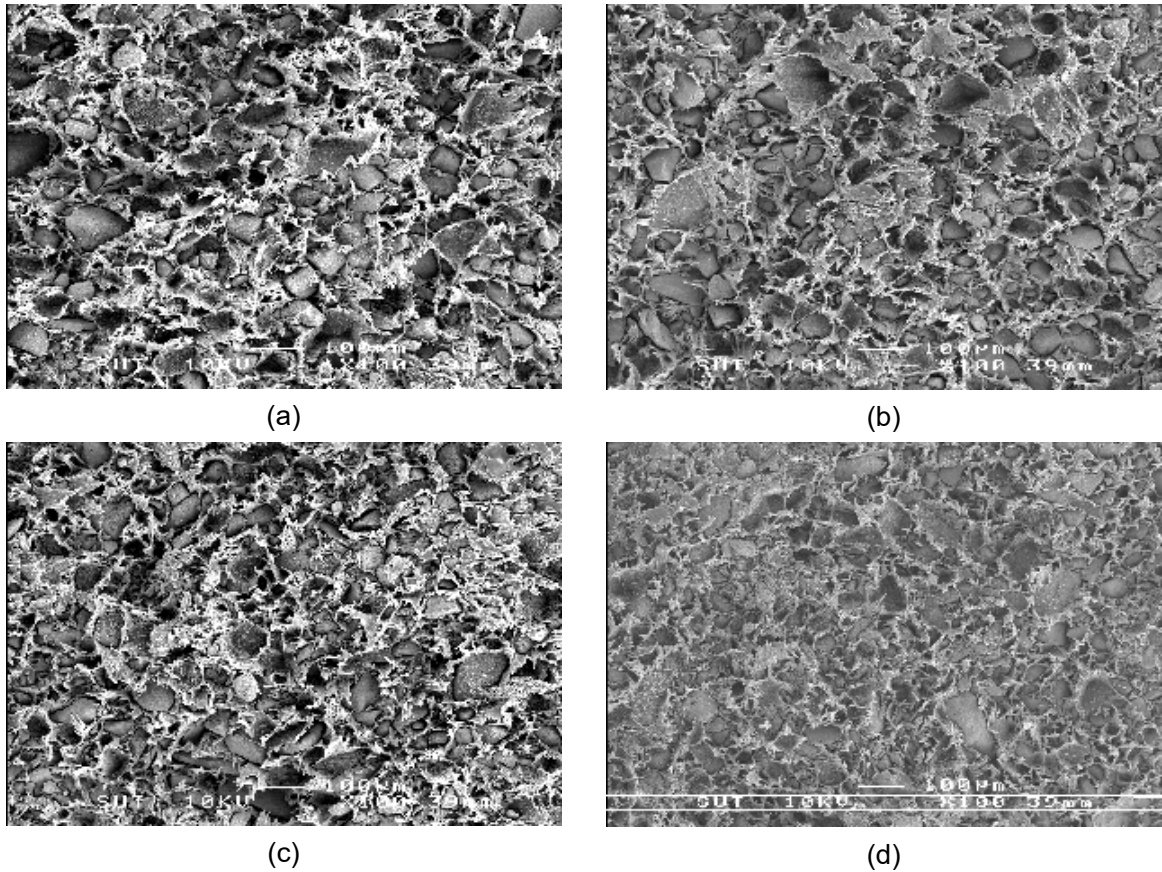
อย่างไรก็ตาม จากการตรวจความทนต่อแรงกระแทกของชิ้นทดสอบที่แช่น้ำเป็นเวลานานหนึ่งเดือน พบว่าพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์มีค่าความทนต่อแรงกระแทกลดลง แต่ค่าความทนต่อแรงกระแทกหลังจากแช่น้ำเป็นเวลา 1 เดือนของพอลิเมอร์คอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่มีหรือมีการปรับสภาพผิวด้วยสารประสานไซเลนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

- การศึกษาโครงสร้างฐานฐานวิทยาที่ผิวสัมผัสระหว่างผงไฮดรอกซีอะปาไทต์กับพอลิเมอร์

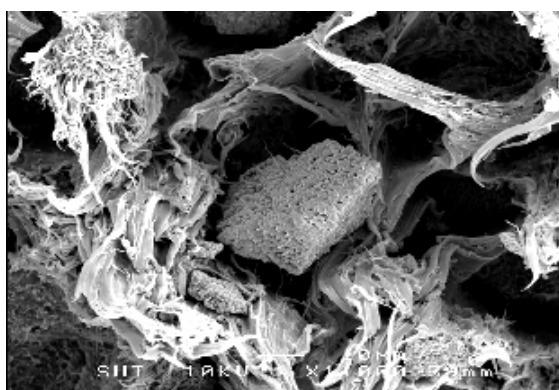
ฐานฐานวิทยาของพอลิเมอร์คอมโพสิตตรวจสอบจากภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 100 เท่า และ 1,000 เท่า (รูปที่ 23-24) ศึกษาโดยใช้พื้นผิวบริเวณที่เกิดการแตกหักหลังผ่านการทดสอบความทนต่อแรงดึงของชิ้นทดสอบพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนัก จากรูปที่ 23 จะสังเกต เห็นว่า ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ชนิดที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน จะมีการกระจายตัวในเนื้อพอลิเมอร์ดีกว่าผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ชนิดที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน และเมื่อพิจารณาการเกาะกลุ่มกัน (agglomeration) ของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ พบว่า ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ชนิดที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลนมีขนาดของ agglomerate เล็กกว่าผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารประสานไซเลน

จากรูปที่ 24 (a) ซึ่งแสดงภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า ของพื้นผิวพอลิเมอร์คอมโพสิตจากผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ชนิดที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน จะสังเกตเห็นโพรงและรูพรุนที่เกิดจากการแยกกันของเนื้อพอลิเมอร์กับผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ เนื่องจากพื้นผิวระหว่างเฟสทั้งสองมีการยึดติดกันที่ไม่ดี เมื่อพิจารณา รูป 24 (b) – 24 (d) จะพบฐานฐานวิทยาที่แตกต่างกันออกไป โดยจะพบเนื้อพอลิเมอร์ในลักษณะคล้ายเส้นใยเกาะติดอยู่บนผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน นอกจากนี้ โพรงและรูพรุนในบริเวณ

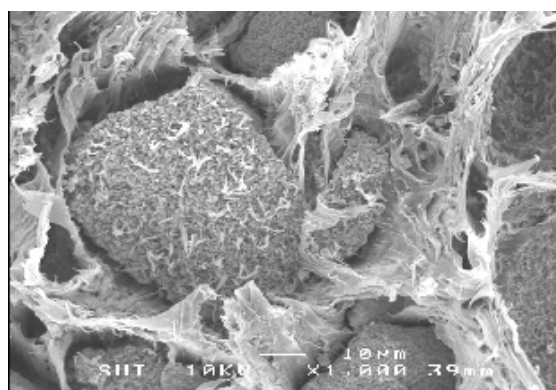
รอยต่อระหว่างผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์กับพอลิเมอร์ยังมีขนาดเล็กลงเมื่อเปรียบเทียบกับโพรงและรูพรุนที่พบในรูปที่ 24 (a) แสดงให้เห็นว่า การปรับปรุงพื้นผิวหน้าผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานไซเลน VTES หรือ MPTS ก่อนนำมาผสมกับพอลิโพรพิลีน ช่วยทำให้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เกิดการกระจายตัวในเนื้อพอลิเมอร์ได้ดีขึ้น พร้อมทั้งช่วยให้เฟสทั้งสองเกิดการยึดเกาะกันได้ดีขึ้น



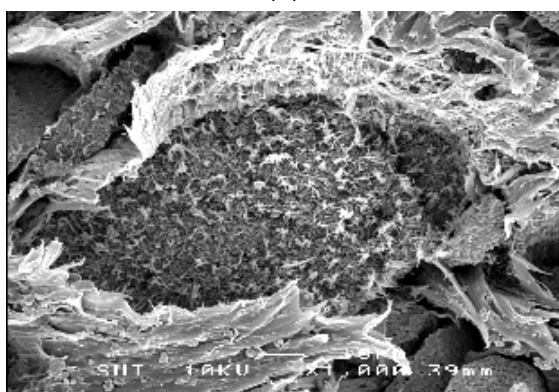
รูปที่ 23 ภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 100 เท่า ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่ง (a) ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน (b)ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน VTES ความเข้มข้น 0.5% (c) ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานไซเลน VTES ความเข้มข้น 2 % หรือ (d) ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%



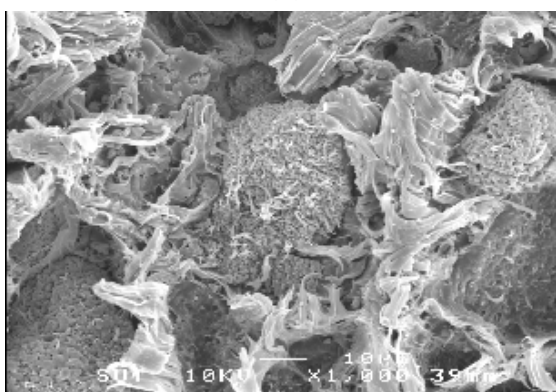
(a)



(b)



(c)



(d)

รูปที่ 24 ภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 1,000 เท่า ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ 60 % โดยน้ำหนักซึ่ง (a) ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานซิลเลน (b)ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานซิลเลน VTES ความเข้มข้น 0.5% (c) ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประสานซิลเลน VTES ความเข้มข้น 2 % หรือ (d) ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTS ความเข้มข้น 2%

บทที่ 3

สรุปการทดลอง

พอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนและผงไฮดรอกซีอะปาไทต์จากกระดูกสัตว์ถูกเตรียมขึ้นโดยใช้ปริมาณสารตัวเติมที่แตกต่างกัน การเพิ่มปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในคอมโพสิตจะเพิ่มค่ามอดุลัสของยัง ค่ามอดุลัสของการโค้งงอ และค่าความแข็งแรงต่อการดึงของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต แต่ในขณะเดียวกันทำให้ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ค่าความเครียด ณ จุดแตกหัก และค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าลดลง พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตมีความสามารถในการดูดซับน้ำสูงกว่าพอลิโพรพิลีนบริสุทธิ์และสามารถดูดซับน้ำได้เพิ่มขึ้นเมื่อผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในคอมโพสิตมีปริมาณเพิ่มขึ้น ค่าความทนต่อแรงกระแทกของคอมโพสิตทั้งในสภาวะแห้งและสภาวะเปียกมีค่าลดลงเมื่อปริมาณสารตัวเติมในคอมโพสิตเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามคอมโพสิตในสภาวะเปียกที่มีปริมาณสารตัวเติมมากกว่า 40 % จะมีค่าความทนต่อแรงกระแทกมากกว่าคอมโพสิตในสภาวะแห้งที่มีปริมาณสารตัวเติมเท่ากัน

พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ 60% โดยน้ำหนัก ถูกเลือกมาใช้ศึกษาในขั้นต่อไป เนื่องจากเป็นพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ผสมอยู่สูงสุดที่สามารถทำให้การผสมพอลิโพรพิลีนกับผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เป็นไปอย่างทั่วถึง และชิ้นงานที่ได้จากการขึ้นรูปมีสมบัติเชิงกลที่ดี พิจารณาจากสมบัติเชิงกลของชิ้นทดสอบและฐานฐานวิทยาที่ตรวจสอบโดย SEM อย่างไรก็ตาม ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์และเนื้อพอลิเมอร์มีการยึดติดกันที่ไม่ดีโดยพบโพรงและรูพรุนที่เกิดจากการแยกกันของเนื้อพอลิเมอร์และผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เนื่องจากแรงกระทำทางกลที่ให้แก่ชิ้นงาน

การปรับปรุงพื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานไซเลนยังช่วยลดการดูดซับน้ำของพอลิเมอร์คอมโพสิต ช่วยให้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์เกิดการกระจายตัวในเนื้อพอลิเมอร์ได้ดีขึ้น และช่วยให้เฟสทั้งสองเกิดการยึดเกาะกันได้ดีขึ้น จากการศึกษาผลของสารประสานไซเลนต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยใช้พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์คงที่ที่ 60% โดยน้ำหนัก พบว่า การปรับปรุงพื้นผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานไซเลนช่วยเพิ่ม ค่ามอดุลัสของยัง ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ค่าความแข็งแรงต่อการดึง และค่าความทนต่อแรงกระแทกหลังจากแช่น้ำเป็นเวลา 1 เดือน ของพอลิเมอร์คอมโพสิต แต่ใน

ขณะเดียวกันจะทำให้ ค่าความเครียด ณ จุดแตกหัก ค่าความแข็งแรงต่อการโค้งงอ ค่ามอดูลัสของการโค้งงอ และความทนต่อแรงกระแทกของพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่าลดลง

ชนิดของสารประสานใยเลนมีผลกระทบต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยที่ การปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 2% MPTS จะทำให้พอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่ามอดูลัสของยัง ความแข็งแรงต่อการดึง สูงกว่าพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 2 % VTES แต่พอลิเมอร์คอมโพสิตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 2% MPTS จะมีค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ค่าความเครียด ณ จุดแตกหัก ต่ำกว่าของพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วย 2% VTES และ ค่าความแข็งแรงต่อการดึง ของพอลิเมอร์คอมโพสิต

ความเข้มข้นของสารประสานใยเลนมีผลกระทบต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยเมื่อเปรียบเทียบระหว่างสารประสานใยเลน VTES ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน พบว่า 0.5% VTES ให้ค่าความแข็งแรง ณ จุดครากและค่าความแข็งแรงต่อการดึงที่ดีที่สุด อย่างไรก็ตามเมื่อปรับปรุงผิวหน้าของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์โดยใช้สารประสาน VTES ที่มีความเข้มข้นสูงขึ้น พบว่าค่าความเครียด ณ จุดแตกหักของพอลิเมอร์คอมโพสิตจะมีค่าสูงขึ้น

เมื่อเปรียบเทียบโดยใช้พอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่มีปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่เท่า ๆ กัน การปรับปรุงพื้นผิวของผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ด้วยสารประสานใยเลนก่อนนำมาผลิตพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตจะมีผลกระทบน้อยมากต่อสมบัติทางกายภาพต่อไปนี้ของพอลิเมอร์คอมโพสิต ได้แก่ ค่าดัชนีการไหล ค่าความหนืดเฉือนที่อัตราเฉือนต่าง ๆ ค่าอุณหภูมิละลายตัว ค่าอุณหภูมิการบิดงอ และค่าความทนต่อแรงกระแทก

เอกสารอ้างอิง

1. S. Weiner, H.D. Wagner, "The Material Bone: Structure-mechanical Function Relations," *Ann. Rev. Matter. Sci.*, **28**, 271-298 (1998)
2. R.B. Martin, D. B. Burr, Structure, "Function, and Adaptation of Compact Bone," Raven, New York (1989)
3. G. P. Evans, J. C. Behiri, W. Bonfield, and J. D. Currey, " Microhardness and Young's Modulus in Cortical Bone Exhibiting a Wide range of Mineral Volume Fractions and in a Bone Analogue," *J. Mater. Sci.: Mater. in Med.*, **1**, 38-43 (1990)
4. W. Bonfield, "Advances in the Fracture-mechanics of Cortical Bone," *J. Biomech.*, **20**, 1071-1074 (1987)
5. T. S. Keller, Z. Mao, D.M. Spengler, "Young's Modulus, Strength and Tissue Physical Properties of Humane Compact Bone," *J. Orthop. Res.*, **8**, 592-603 (1990)
6. W. Bonfield and E. Tanner, "Hydroxyapatite Composite Biomaterials – Evolution and Applications," *Materials World*, **5**(1), 18-20 (1997)
7. M. T. Manley, " Calcium Phosphate Biomaterials: A Review of the literature," edited by M. T. Manley, in Hydroxyapatite Coatings in *Orthopaedic Sugery*, RavenPress, New York, 1-23 (1993)
8. W. Bonfield, M.D. Grynpas, A.E. Tully, J. Brawn, and J. Abram, "Hydroxyapatite Reinforced Polyethylene- a Mechanically Compatible Implant Material for Bone Replacement," *Biomaterials*, **2**, 185-6 (1981)
9. W. Bonfield, "Composites for Bone Replacement," *J. Biomed. Eng.*, **10**, 522-526 (1988)
10. B.F. Yeter-Dal, V. Gross, and T.W. Turney, " Ceramic Adding the Value, *Proceeding of the International Ceramic Conference*, Australia, v.2 , CSIRO Publications, Melbourne, Australia, 617 (1992)
11. P. Itiravivong, C. Lorprayoon, A. Sukpetch, and S. Ruruxsiriuorn, "A Comparative Study and Clinical Application of Hydroxyapatite from Different Origins," *5th International Symposium on Bioceramics in Medicine*, November 1992, Japan and in *Bioceramics*, **5**, 157-164 (1992)

12. C. Lorprayoon, "Sintering of Hydroxyapatite Derived from Cattle Bone" in *Proceeding of Internaitonal Union of Material Research Society International Conference in Asia*, 116-120, (1993)
13. S. Wongpichedchai, "Motility Porous Bovine Hydroxyapatite Buried Orbital-Eye-Ball-Implant," Brussels Eureka 2001, World Exhibition of Innovation Research and New Technology, Belgium (2001)
14. E. Vinard, R. Eloy, and J.Descotes, "Stability of Performances of Vascular Prostheses Retrospective Study of 22 Cases of Human Implanted prostheses," *J. Biomed. Mater. Res.*, **22**, 633-648 (1988)
15. J.B. Park, "Biomaterials Science and Engineering," Plenum, New York (1984)
16. P. Falck, "Characterization of Human Neutrophils Adherent to Organic Polymers," *Biomaterials*, **16**, 61-66 (1995)

Output จากโครงการวิจัย

1. การเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ

- N. Suppakarn, M. Baru, S. Sanmuang, C. Lorprayoon, and S. Ekgasit, "*Effect of Filler Content on Mechanical Properties of Cattle Bone Based Hydroxyapatite-Polypropylene Composite*," The 31st Congress on Science and Technology of Thailand, Nakhonratchasima, Thailand, 242, 2005.
- N. Suppakarn, S. Sanmaung, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun, C. Lorprayoon and S. Ekgasit, "*Effect of Water Absorption and Silane coupling agent on Tensile Properties of Hydroxyapatite/PP Composites*," The 28th Australasian Polymer Symposium (APS2006), Rotorua, New Zealand, P27, 2006.
- N. Suppakarn, S. Sanmaung, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun, C. Lorprayoon, and S. Ekgasit, "*Mechanical Properties of Natural Hydroxyapatite/PP Composites*" Annual Technical Conference 2006, the Society of Plastics Engineers, Charlotte, North Carolina USA, 325, 2006.

2. ผลงานสำหรับตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ (อยู่ระหว่างการเตรียม)

ภาคผนวก



บทคัดย่อ ABSTRACTS

การประชุมวิชาการ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 31

18-20 ตุลาคม 2548

ณ เทคโนโลยีธานี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา

31st Congress on Science and technology of Thailand
18-20 October 2005

at Technopolis, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima



สมาคมวิทยาศาสตร์แห่งประเทศไทยในพระบรมราชูปถัมภ์
THE SCIENCE SOCIETY OF THAILAND
UNDER THE PATRONAGE OF HIS MAJESTY THE KING



เทคโนโลยีธานี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
TECHNOPOLIS, SURANAREE UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

ผลของปริมาณสารตัวเติมต่อสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนและไฮดรอกซีอะปาไทต์จากกระดูกสัตว์

EFFECT OF FILLER CONTENT ON MECHANICAL PROPERTIES OF CATTLE BONE BASED HYDROXYAPATITE-POLYPROPYLENE COMPOSITE

Nitinat Suppakarn¹, Muhammadsarn-ii Baru¹, Sasiwimol Sanmuang¹, Charussri Lorprayoon² and Sanong Ekgasit³

¹ School of Polymer Engineering, ² School of Ceramic Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhonratchasima 30000, Thailand. *E-mail address: nitinat@ccs.sut.ac.th

³ Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok 10330

บทคัดย่อ : พอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนและผงไฮดรอกซีอะปาไทต์จากกระดูกสัตว์ถูกเตรียมขึ้นโดยใช้ปริมาณสารตัวเติมที่แตกต่างกัน การเพิ่มปริมาณผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ในคอมโพสิตจะเพิ่มค่ามอดูลัสของยัง ค่ามอดูลัสของการโค้งงอ และค่าความแข็งแรงต่อการดึงของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต แต่ทำให้ความเค้นคด ณ จุดแตกหักมีค่าลดลง ค่าความทนต่อแรงกระแทกของคอมโพสิตทั้งในสภาวะแห้งและสภาวะเปียกมีค่าลดลงเมื่อปริมาณสารตัวเติมในคอมโพสิตเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามคอมโพสิตในสภาวะเปียกที่มีปริมาณสารตัวเติมมากกว่า 40 % จะมีค่าความทนต่อแรงกระแทกมากกว่าคอมโพสิตในสภาวะแห้งที่มีปริมาณสารตัวเติมเท่ากัน

Abstract: Hydroxyapatite (HA)-polypropylene (PP) composites containing various HA contents were produced using HA powders prepared from cattle bones. An increase in HA content leads to an increase in Young's modulus, flexural modulus, and tensile strength of HA-PP composites with a simultaneous reduction in elongation at break. Increasing HA content results in decreasing impact strength of the composites of both dry and wet states. However, the composites in the wet state with a HA content beyond 40 % have higher impact strength in comparison with those in dry state with the same HA content.

Introduction: Hydroxyapatite (HA: $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) is a bio-active material that also has good biocompatibility, non-toxicity and an ability of promoting bone growth and conjoining with human bone [1-3]. HA can be synthetically prepared or derived from natural sources, e.g. coral, cattle bone [4]. Due to its structural similarity to the main mineral phase of mammalian bones, HA has been widely used in various medical applications such as orthopedic and maxillofacial applications [5-6]. HA-polymer composites, as a bone substitute, have become interesting approaches for many research groups because of the flexibility in tailoring properties of the composites, e.g. varying types of polymer matrix and filler [7-10]. Nevertheless, those attempts have focused on using synthetic hydroxyapatite, as fillers, in various polymer systems. As another approach of making HA-polymer composites, this research aims to produce HA particles from cattle bone, which is a natural and less expensive source for producing HA, and to investigate effect of filler content on the mechanical properties of HA-PP composites.

Methodology: Cattle bones were purchased from Limeiseng Co., Nakhonratchasima. The bones were burned in open air. After that they were ground into powders, called HA, using a ball milling machine. The received powders, then, were heat treated at 1100 °C. A Siemens X-ray diffractometer (model D5005) and a scanning electron microscope, SEM, (model JSM6400) were employed to reveal properties of prepared HA powders. A commercial grade

PP (700J), purchased from Thai Polypropylene Co., Ltd., was mixed with HA powders using various % (by weight) of HA in an internal mixer (model Hakke Rheomix PolyLab) at 170°C with a rotor speed of 50 rpm for 13 minutes. A Chuan Lih Fa injection machine (model CLF 80T) was used to prepare composite specimens with a melt temperature of 200°C and a mold temperature of 25°C. Tensile properties of HA-PP composites were examined using an Instron universal testing machine (model 5565) with a load cell of 5 kN, a cross-head speed of 10 mm/min. Tensile properties of PP were obtained using a test speed of 50 mm/min because PP specimen does not break at a speed of 10 mm/min. Also, flexural tests of HA-PP composites were carried out using a three point bending mode of the universal testing machine with a cross-head speed of 10 mm/min. and a support span length of 56 mm. Composite specimens for impact testing were prepared in dry state and wet state. For wet state, HA-PP composites were immersed in water at room temperature for 30 days before testing impact properties. Izod impact tests were performed on unnotched composites using an Atlas impact testing machine (model BPI).

Results, Discussion, and Conclusions: XRD pattern in Figure 1 reveals that powders prepared from cattle bones are mainly composed of HA. SEM micrographs of the prepared powders in Figure 2 suggest that HA powders are highly agglomerated. Tensile strength of HA-PP composites increases to the maximum value when HA content in the composite increases to 40 % (Figure 3). However, the composite strength remains unchanged with further addition of HA. Elongation at break of the composites increases when HA content increases to 40 % as seen in Figure 4. Nevertheless, the composites with a HA content beyond 40 % exhibit considerably lower elongation at break, i.e. lower ductility of the composites. From Figure 5-6, Young's modulus and flexural modulus of the composites significantly increase with increasing HA content. This indicates the high HA content enhances the stiffness of the composites. Impact strength of HA-PP composites in both dry and wet states are shown in Figure 7. Impact strength of HA-PP composites is lower than that of PP specimens. Increasing HA content results in decreasing impact strength of the composites of both dry and wet states. However, with increasing HA content, the impact strength of the composites in the dry state drops more rapidly compared to that of the composites in wet state. Additionally, the composites in the wet state with a HA content above 40 % have higher impact strength in comparison with those in dry state with the same HA content. This may be because water absorbed on HA surface acts as a plasticizer for the composites and then leads to an increase in toughness of the composites.

Acknowledgement: This research is granted by The Thailand Research Fund (TRF).

References:

- [1] T. Furukawa, *et.al.*, *J. Biomed. Mater. Res.*, **50**(3), 410, 2000.
- [2] T.N. Opara, *et.al.*, *J. Mater. Sci.: Mater. in Med.*, **14**(3), 277, 2003.
- [3] T. Kasuga, *et.al.*, *Biomaterials*, **22**(1), 19, 2001.
- [4] G. Goller, *et.al.*, *Mater. Letters*, **58**, 2599, 2004.
- [5] L.Hench, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 1487, 1991.
- [6] W. Suchanek and M. Yopshimura, *J. Mater. Res.*, **13**, 94, 1998.
- [7] W. Bonfield, *et.al.*, *Biomaterials*, **2**, 185, 1981.
- [8] M.S. Abu Bakar, *et.al.*, *Mater. Sci. Eng. A*, **345**, 55, 2003.
- [9] M. Wang, *Biomaterials*, **24**, 2133, 2003.
- [10] I. Espigares, *et.al.*, *Biomaterials*, **23**, 1883, 2002.

Keywords: polymer composite, hydroxyapatite, mechanical properties, filler content

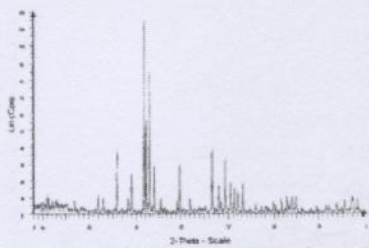


Figure 1 XRD pattern of cattle bone based HA

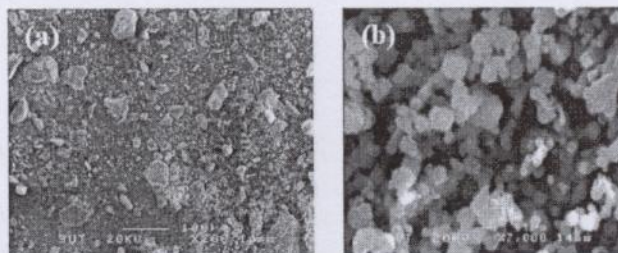


Figure 2 SEM micrographs of cattle bone based HA at (a) low and (b) high magnifications

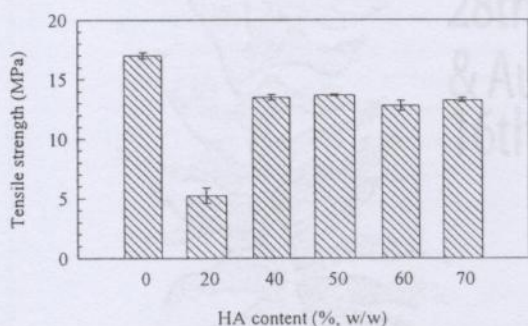


Figure 3 Tensile strength of HA-PP composites at various HA contents

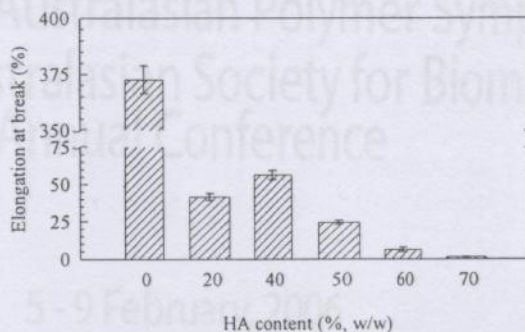


Figure 4 Elongation at break of HA-PP composites at various HA contents

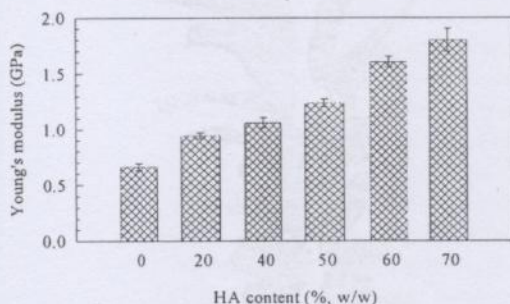


Figure 5 Young's modulus of HA-PP composites at various HA contents

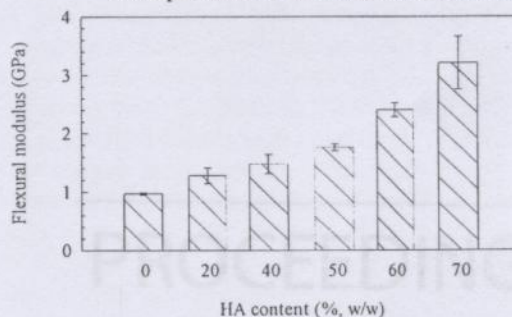


Figure 6 Flexural modulus of HA-PP composites at various HA contents

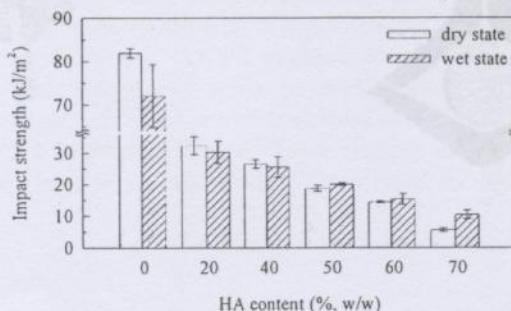


Figure 7 Impact strength of HA-PP composites at various HA contents

Keywords: polymer composite, hydroxyapatite, mechanical properties, filler content

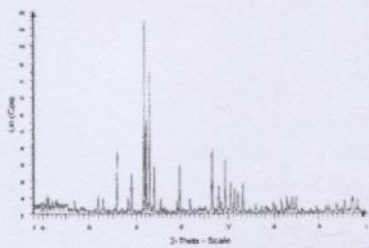


Figure 1 XRD pattern of cattle bone based HA

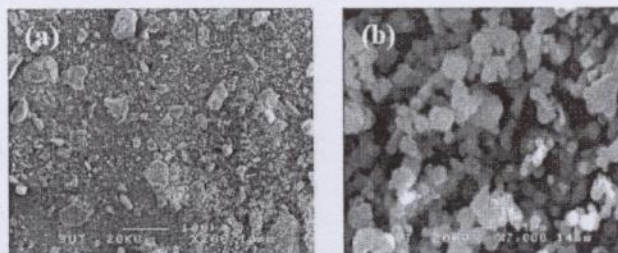


Figure 2 SEM micrographs of cattle bone based HA at (a) low and (b) high magnifications

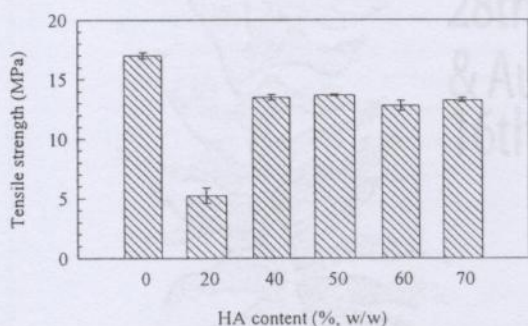


Figure 3 Tensile strength of HA-PP composites at various HA contents

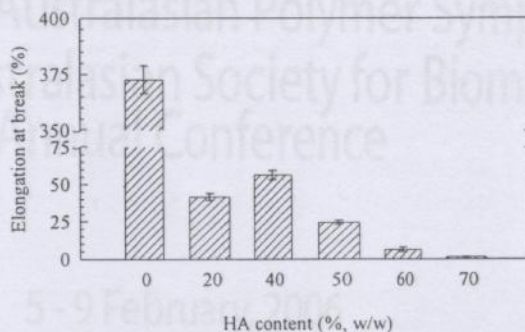


Figure 4 Elongation at break of HA-PP composites at various HA contents

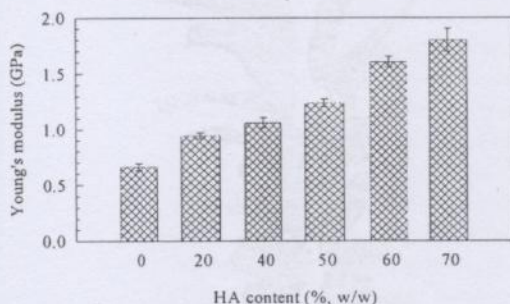


Figure 5 Young's modulus of HA-PP composites at various HA contents

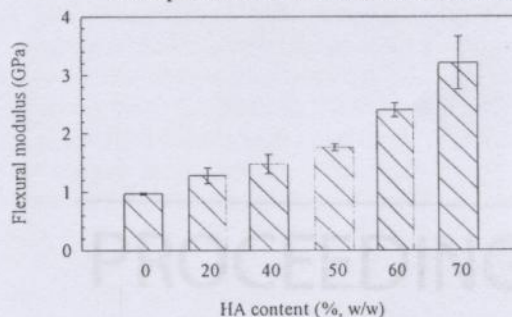


Figure 6 Flexural modulus of HA-PP composites at various HA contents

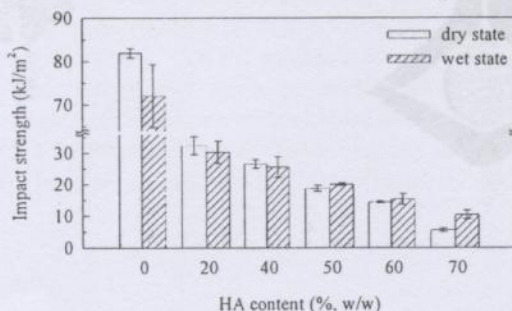
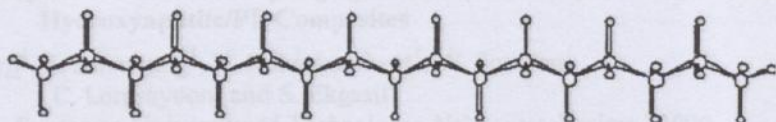


Figure 7 Impact strength of HA-PP composites at various HA contents



28th Australasian Polymer Symposium & Australasian Society for Biomaterials 16th Annual Conference

5 - 9 February, 2006
Rotorua, New Zealand

PROCEEDINGS



A ★
★ S ★
★ B

ISBN: 0-9756825-4-7

Effect of Water Absorption and Silane coupling agent on Tensile Properties of Hydroxyapatite/PP Composites

N. Suppakarn¹, S. Sanmaung¹, Y. Ruksakulpiwat¹, W. Sutapun¹,
C. Lorprayoon¹ and S. Ekgasit²

¹Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhonratchasima 30000,

²Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand. E-mail address: nitinat@sut.ac.th

Summary

Cattle-bone based hydroxyapatite (HA) powders were prepared and used to manufacture HA/polypropylene composites containing various HA contents. Water absorption of the composites slightly increased with increasing HA contents. Absorbed water reduced tensile strength and Young's modulus, but increased elongation at break of the composites. Treating HA surface with a silane coupling agent can reduce water uptake and enhance mechanical properties of HA/PP composites.

Introduction

Hydroxyapatite (HA: $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) can be synthetically prepared or derived from natural sources, *e.g.* coral, cattle bone.¹ HA/polymer composites, as a bone substitute, have become interesting approaches for many research groups because of the flexibility in tailoring properties of the composites.²⁻⁴ However, one important variable in using those polymer composites for all applications in the body is water uptake behaviour of the used materials since absorbed water may have both detrimental and beneficial effects on properties of the material. So, this research aims to use natural HA prepared from cattle bone for producing PP composites and to investigate effect of water absorption on the mechanical properties of HA/PP composites.

Methodology

Cattle bones were burned in open air and ground into powders, called HA, using a ball milling machine. One portion of HA powders was further treated with vinyltriethoxy silane. To prepare HA/PP composites, polypropylene (PP) was mixed with HA powders in an internal mixer. The compounding variables were filler contents, *i.e.* 20-60 % (w/w), and filler surface treatment, *i.e.* untreated HA and silane-treated HA. Composite specimens were prepared using an injection molding machine. Tensile properties of HA/PP composites were examined using an Instron universal testing machine with a load cell of 5 kN and a cross-head speed of 10 mm/min. Since PP specimen does not break at the test speed of 10 mm/min, tensile properties of PP at the test speed of 50 mm/min was used to relatively compare to those of HA/PP composites. For water uptake measurement, HA/PP composite specimens were immersed in distilled water at room temperature for 30 days. Then the specimens were dried and weighed. Each obtained data represented an averaged value of five specimens. After water immersion period, the specimens were mechanical tested and the properties were compared with those of specimens without water absorption.

Results, Discussion and Conclusions

Fig. 1 shows water uptake of untreated HA/PP composites at various HA contents in comparison with that of silane-treated HA/PP composites. Water absorption of the composites slightly increased with increasing HA content. With the equal filler content, water uptake of silane-treated HA/PP composites was less than that of untreated HA/PP composites. This means that water absorption characteristic of HA/PP composites can be modified by treating HA surface with a silane coupling agent, *i.e.* vinyltriethoxy silane.

Fig. 2-4 illustrate effect of water absorption and HA surface treatment on Young's modulus, tensile strength, and elongation at break of HA/PP composites containing various

HA contents. Young's modulus of the composites increased with increasing HA content. Tensile strength and elongation at break of HA/PP composites showed maximum values at 40 % of HA content. Silane-treated HA/PP composites had lower elongation at break, higher Young's modulus and higher tensile strength than those of untreated composites of the same HA content (60% w/w). This suggests that silane coupling agent improves interfacial interaction leading to an increase in efficiency of stress transfer between filler and matrix.

After immersing in distilled water, Young's modulus and tensile strength of all types of HA/PP composites tended to decline. On the other hand, an increase in elongation at break of the composites was observed after water immersion. The results indicated that absorbed water acts mainly as a plasticizer leading to improvement of ductility of the composites.

However, Young's modulus and tensile strength of the silane-treated HA/PP composites after water absorption remained higher than those of untreated HA/PP composites of the same filler content. This may be because treating the HA surface with silane coupling agent improve interfacial adhesion between HA and PP matrix; therefore water uptake of the composites decreased. Then, the retention of tensile properties of treated HA/PP composites after water aging were higher than those of untreated HA/PP composites.

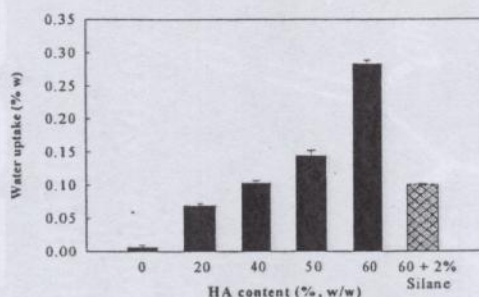


Fig. 1. water uptake (%) of untreated and silane treated HA/PP composites

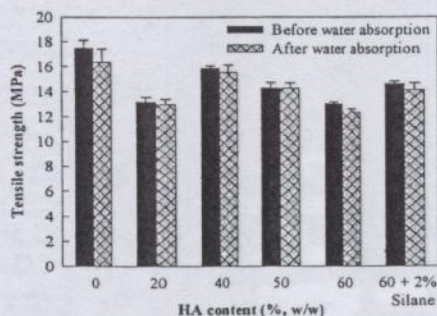


Fig. 3. Tensile strength before and after water absorption of untreated and silane treated HA/PP composites

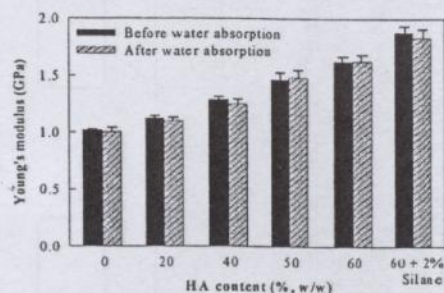


Fig. 2. Young's modulus before and after water absorption of untreated and silane treated HA/PP composites

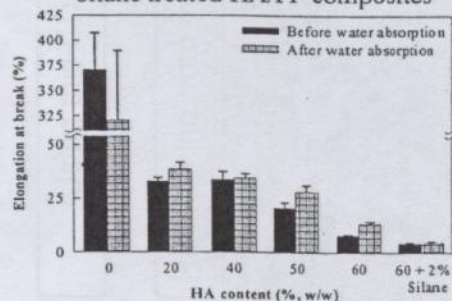


Fig. 4. Elongation at break before and after water absorption of untreated and silane treated HA/PP composites

Acknowledgement: This research is granted by the Thailand Research Fund (TRF) and Suranaree University of Technology.

References

- [1] G. Goller, *et.al*, *Mater. Letters*, **58**, 2599, 2004.
- [2] W. Bonfield, *et.al*, *Biomaterials*, **2**, 185, 1981.
- [3] M.S. Abu Bakar, *et.al*, *Mater. Sci. Eng. A*, **345**, 55, 2003.
- [4] M. Wang, *Biomaterials*, **24**, 2133, 2003.

ANTEC 2006

Annual Technical Conference

Charlotte, North Carolina May 7-11

CONFERENCE PROCEEDINGS

SEARCH OPTIONS:

Full Text Search

Additional Search Options

Table of Contents

Using this CD-ROM

Referencing from this CD-ROM

CONTACT US AT:

www.antec.ws

www.4spe.org

SOCIETY OF PLASTICS ENGINEERS



For support e-mail antecpapers@4spe.org

To return to this screen at any time, click the "Home" link in the tool bar at the top of your screen

MECHANICAL PROPERTIES OF NATURAL HYDROXYAPATITE/PP COMPOSITES

Nitinat Suppakarn¹, Sasiwimon Sanmaung¹, Yupaporn Ruksakulpiwat¹,
Wimonlak Sutapun¹, Charussri Lorprayoon¹ and Sanong Ekgasit²

¹Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand.

²Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand.

E-mail address: nitinat@sut.ac.th

Abstract

Cattle bone-based hydroxyapatite (HA) powders were prepared. Two types of silane coupling agents, *i.e.* vinyltriethoxysilane (VTES) and 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTS) were used to modify the HA surface. Untreated HA powders and silane-treated HA powders were utilized to produce HA/polypropylene (PP) composites containing a 60% (w/w) of HA content. Effect of types and contents of silane coupling agents on mechanical and morphological properties of HA/PP composites were investigated. The results indicated that treating HA surface with a silane coupling agent enhanced tensile strength and Young's modulus while reduced impact strength and flexural strength of the composites. Among various HA treating conditions, 2%-MPTS-treated HA provided the highest improvement of tensile strength and stiffness of HA/PP composites.

Introduction

Hydroxyapatite (HA: $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) is a bio-active material that has good biocompatibility, non-toxicity and an ability of promoting bone growth and conjoining with human bone [1-4]. HA can be synthetically prepared or derived from natural sources, *e.g.* coral, cattle bone [5]. Due to its structural similarity to the main mineral phase of mammalian bones, HA has been widely used in various medical applications such as orthopedic and maxillofacial applications [6-7]. HA/polymer composites, as a bone substitute, have become interesting approaches for many research groups because of the flexibility in tailoring properties of the composites, *e.g.* by varying types of polymer matrix and/or by filler modification [8-11]. Nevertheless, most of the attempts have focused on using synthetic hydroxyapatite, as a filler, in various polymer systems.

Several efforts have been done to produce HA particles from cattle bone, which is a natural and less expensive source for producing HA [12-13]. As another approach of utilizing natural HA, our previous work emphasized on effect of HA loading on mechanical properties of HA/PP composites [14]. Since mechanical performance of these composites could be enhanced by

several means, the present work aims to modify surface of cattle bone-based HA using silane coupling agents and to investigate effect of types and contents of the coupling agents on mechanical and morphological properties of HA/PP composites.

Experimental Procedure

Materials

Cattle bones were purchased from Limeiseng company, Nakhon Ratchasima. A commercial grade of polypropylene (PP700J) was purchased from Thai Polypropylene Co., Ltd. Two silane coupling agents, vinyltriethoxysilane (VTES) and 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTS) were purchased from GE Silicones Co., Ltd. and from Sigma-Aldrich Co.Ltd., respectively.

Preparation of HA Powders

To prepare HA powders, cattle bones were burned in open air to remove organic components. After that they were ground into powders using a ball milling machine. The obtained powders were, then, heat-treated at 1100 °C for 45 min.

Modification of HA surface was done using two types of silane coupling agents, *i.e.* VTES and MPTS. VTES was hydrolyzed in distilled water (pH =3.5). The amounts of VTES used were 0.5, 1.0, 2.0, and 5.0% based on weight of HA powders. On the other hand, MPTS was hydrolyzed in a mixture of ethanol and distilled water (30:70). The amounts of MPTS used were 2.0% based on weight of HA powders. HA powders were immersed in either of the silane solutions and left under agitation at room temperature for 3 hours. After that the powders were washed by acidified water, for VTES-treated HA, or a ethanol-water mixture, for MPTS-treated HA and dried at 80°C overnight in an oven before use.

Preparation of HA/PP Composites

To prepare HA/PP Composites, untreated HA powders or silane-treated HA powders were mixed with PP in an internal mixer (model Haake Rheomix PolyLab) at 170°C with a rotor speed of 50 rpm for 13 minutes. The HA

content in each composite sample was kept constant at 60 % by weight according to our previous work [14]. The compounds were granulated. The composite specimens were prepared in a Chuan Lih Fa injection machine (model CLF 80T) using a melt temperature of 200°C, a mold temperature of 25°C, an injection speed of 12 mm/sec, an injection pressure of 1260 kg/cm², and a holding pressure of 1400 kg/cm².

Material Characterization

Mechanical properties

Mechanical properties of HA/PP composites were evaluated by tensile, flexural, and impact measurements. Data were obtained by averaging over at least five specimens.

Tensile properties of HA/PP composites were examined using an Instron universal testing machine (model 5565) with a load cell of 5 kN, a crosshead speed of 10 mm/min. and a gauge length of 80 mm. Since PP specimen does not break at the test speed of 10 mm/min, tensile properties of PP at the test speed of 50 mm/min was used to relatively compare to those of HA/PP composites.

Flexural properties of HA/PP composites were performed using a three point bending mode of the universal testing machine with a cross head speed of 10 mm/min. and a support span length of 56 mm.

Izod impact tests were performed on unnotched HA/PP composites using an Atlas impact testing machine (model BPI).

Morphological properties

A scanning electron microscope, SEM, (model JSM6400) was employed to examine tensile fracture surface of HA/PP composites.

Results and Discussion

Mechanical properties

Tensile properties of HA/PP composites as a function of types and contents of silane coupling agents were illustrated in Figure 1 – Figure 3. Tensile strength of untreated HA/PP composites and silane-treated HA/PP composites as shown in Figure 1 indicated that both VTES-treated HA and MPTS-treated HA can enhance tensile strength of the composites. Between two types of silane, the composites with 2%-MPTS-treated HA exhibited higher tensile strength than those containing VTES-treated HA. For HA treated at different contents of VTES, the maximum tensile strength was observed in the composites prepared from HA treated with 0.5% of VTES content, while those prepared from HA treated with higher VTES contents, i.e. 1%, 2% and 5%, possessed similar strength values.

Figure 2 shows that Young's modulus of silane-treated HA/PP composites was higher than that of untreated

HA/PP composite. The composites containing HA treated at various contents of VTES exhibited comparable values of the Young's modulus. In comparison between two types of silane, 2%-MPTS-treated HA/PP composites exhibited higher modulus than those composites containing VTES-treated HA.

In Figure 3, untreated HA/PP composite had the highest elongation at break comparing to VTES-treated HA/PP and MPTS-treated HA/PP composites. The composites containing 0.5%-VTES-treated HA possessed similar elongation at break as those containing 2%-MPTS-treated HA. However, the elongation at break of the composite containing VTES-treated HA slightly increased with increasing VTES content.

Figure 4 presents flexural strength of HA/PP composites as a function of types and contents of silane coupling agents. Flexural strength of PP was higher than that of untreated HA/PP composites. The decrease in flexural strength was further observed in the composites containing silane-treated HA. However, the flexural strength of VTES-treated HA/PP composites was relatively similar to that of MPTS-treated HA/PP composites.

As shown in Figure 5, Impact strength of PP was higher than that of untreated HA/PP composite. Treating HA surface with a silane coupling agent lowered the impact strength of the HA/PP composites comparing to that of untreated HA/PP composite. The composites containing VTES-treated HA had similar impact strength to that containing MPTS-treated HA. Thus, modification HA surface by varying silane contents or changing types silane revealed similar effect on the flexural strength and impact strength of the composites.

Morphological properties

SEM micrographs of tensile fracture surface of untreated HA/PP composites and silane-treated HA/PP composites are shown in Figure 6 –Figure 7. As seen in Figure 6, discrete agglomerates of HA powders were distinctly observed in both untreated HA/PP composite and silane-treated HA/PP composites. However, the composites containing silane-treated HA showed smaller sizes and better distribution of agglomerates compared to that containing untreated HA.

SEM micrographs of HA/PP composites in Figure 7 presents interfaces between HA and PP. A gap between the two phases was obviously noticeable at the HA-PP interface of the untreated HA/PP composite (Figure 7 (a)). This indicated that there was no adhesion between HA surface and PP matrix. On the other hand, the gap at HA-PP interface became smaller for the composite prepared from HA treated with 0.5% of VTES content. Polymer fibrils attached to HA surface were also observed. Moreover, the evidence of polymer fibril formation and the disappearance of gaps at HA-PP interfaces were also seen in the composites containing either 2%-VTES-treated HA or 2%-MPTS-treated HA. This implied that treating HA surface with a silane coupling agent can improve HA-PP

interfacial adhesion. In addition, SEM information was consistent with the enhancement of tensile strength and stiffness of silane-treated HA/PP composites.

Conclusions

Treating HA surface with silane coupling agents enhanced tensile strength and Young's modulus while reduced impact strength and flexural strength of HA/PP composites. The coupling agents reduced agglomeration of HA powders and improved interaction at HA-PP interface. Between two types of silane, MPTS-treated HA provided better improvement of tensile strength and stiffness of the HA/PP composites. At various contents of VTES, treating HA with 0.5% of VTES gave the maximum tensile strength of VTES-treated HA/PP composites.

Acknowledgements

This work was supported by the Thailand Research Fund (TRF) and by Suranaree University of Technology.

References

- [1] Furukawa, T., Matsusue, Y., Yasunaga, T., Nakagawa, Y., Okada, Y., Shikinami, Y., Okuno, M., Nakamura, T., *J. Biomed. Mater. Res.*, **50**, 410, 2000.
- [2] Opara, T.N., Dalby, M.J., Harper, E.J., Di Silvio, L., Bonfield, W., *J. Mater. Sci.: Mater. in Med.*, **14**, 277, (2003).
- [3] Morita, S., Furuya, K., Ishihara, K., Nakabayashi, N., *Biomaterials*, **19**, 1601 (1998).
- [4] Kasuga, T., Ota, Y., Nogami, M., Abe, Y., *Biomaterials*, **22**, 19 (2001).
- [5] Goller, G., Oktarb, F.N., Ozyeginc, L.S., Kayalia, E.S., Demirkeseena, E., *Mater. Letters*, **58**, 2599 (2004).
- [6] Hench, L., *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 1487 (1991).
- [7] Suchanek, W. and Yopshimura, M., *J. Mater. Res.*, **13**, 94 (1998).
- [8] Bonfield, W., Grynepas, M.D., Tully, A.E., Bowman, J., Abram, J., *Biomaterials*, **2**, 185 (1981).
- [9] M.S. Abu Bakar, P. Cheang, K.A. Khor, *Mater. Sci. Eng. A*, **345**, 55 (2003).
- [10] Wang, M., *Biomaterials*, **24**, 2133 (2003).
- [11] Espigares, I., Elvira, C., Mano, J.F., Vazquez, B., Roman, J.S., Reis, R.L., *Biomaterials*, **23**, 1883 (2002).
- [12] Haberko, K., Bu'cko, M., Haberko, M., Mozgawa, W., Pyda, A. and Zarębski, J., *Eng. Biomater.*, **6**, 32 (2003).
- [13] Haberko, K., Bu'cko, M., Brzezińska-Miecznik, J., Haberko, M., Mozgawa, W., Panz, T., Pyda, A. and Zarębski, J., *J. Eur. Ceram. Soc.*, in press (2005).
- [14] Suppakarn, N., Baru, M., Sanmuang, S., Lorprayoon, C., and Ekgasit, S., *The 31st Congress on Science and Technology of Thailand*, Nakhon Ratchasima, Thailand, 242 (2005).

Key Words

cattle bone, hydroxyapatite, mechanical properties, silane coupling agent

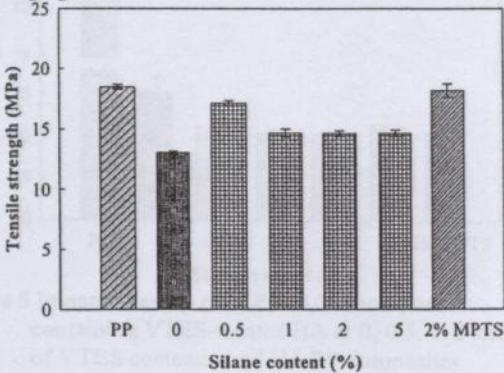


Figure 1 Tensile strength of: PP, HA/PP composites containing VTES-treated HA at 0, 0.5, 1, 2 and 5 % of VTES contents, and HA/PP composites containing 2%MPTS-treated HA

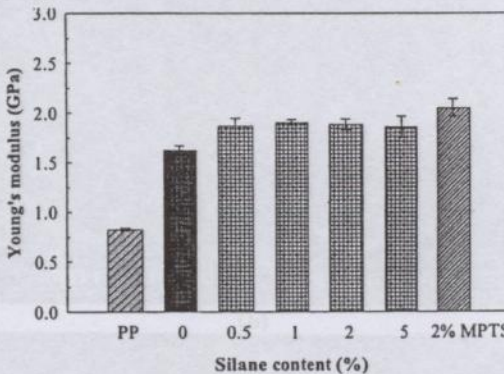


Figure 2 Young's modulus of: PP, HA/PP composites containing VTES-treated HA at 0, 0.5, 1, 2 and 5 % of VTES contents, and HA/PP composites containing 2%MPTS-treated HA

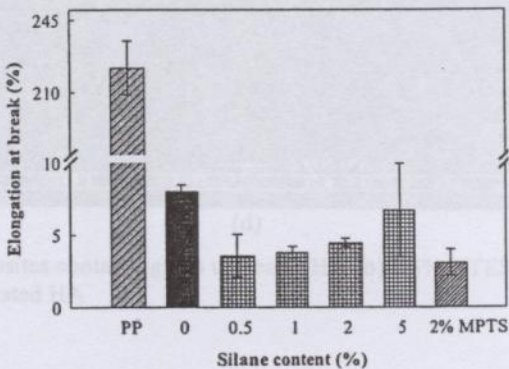


Figure 3 Elongation at break of: PP, HA/PP composites containing VTES-treated HA at 0, 0.5, 1, 2 and 5 % of VTES contents, and HA/PP composites containing 2%MPTS-treated HA

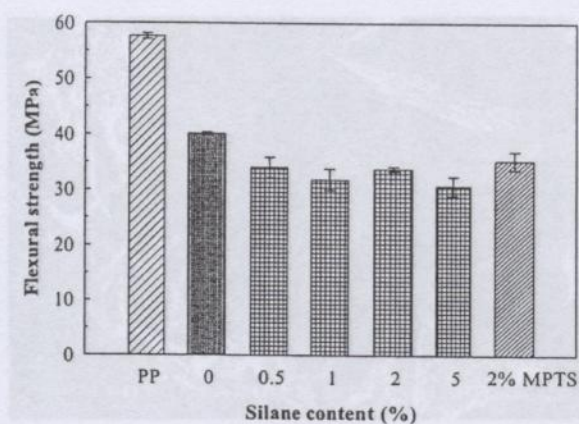


Figure 4 Flexural strength of: PP, HA/PP composites containing VTES-treated HA at 0, 0.5, 1, 2 and 5 % of VTES contents, and HA/PP composites containing 2%-MPTS-treated HA

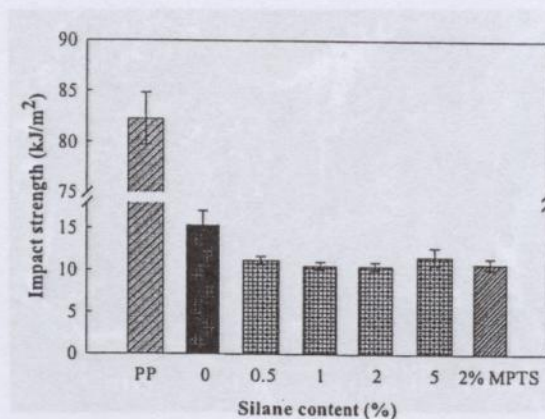
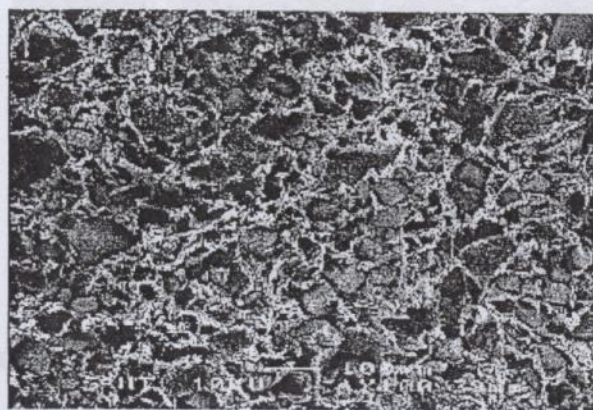
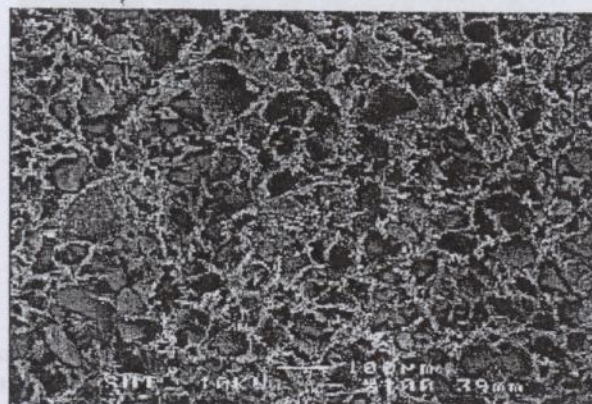


Figure 5 Impact strength of: PP, HA/PP composites containing VTES-treated HA at 0, 0.5, 1, 2 and 5 % of VTES contents, and HA/PP composites containing 2%-MPTS-treated HA



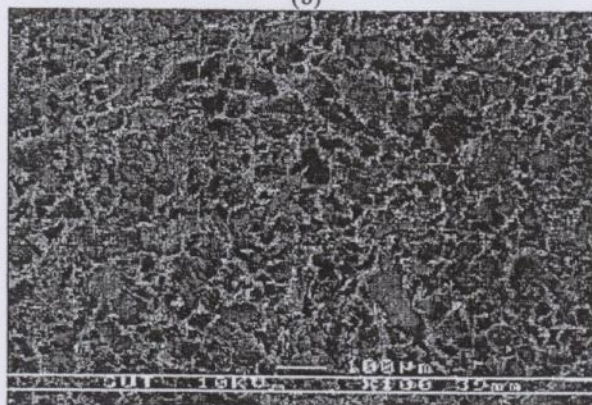
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 6 SEM micrographs of tensile fracture surface of HA/PP composites containing: (a) untreated HA (b) 0.5%-VTES-treated HA (c) 2%-VTES-treated HA and (d) 2%-MPTS-treated HA

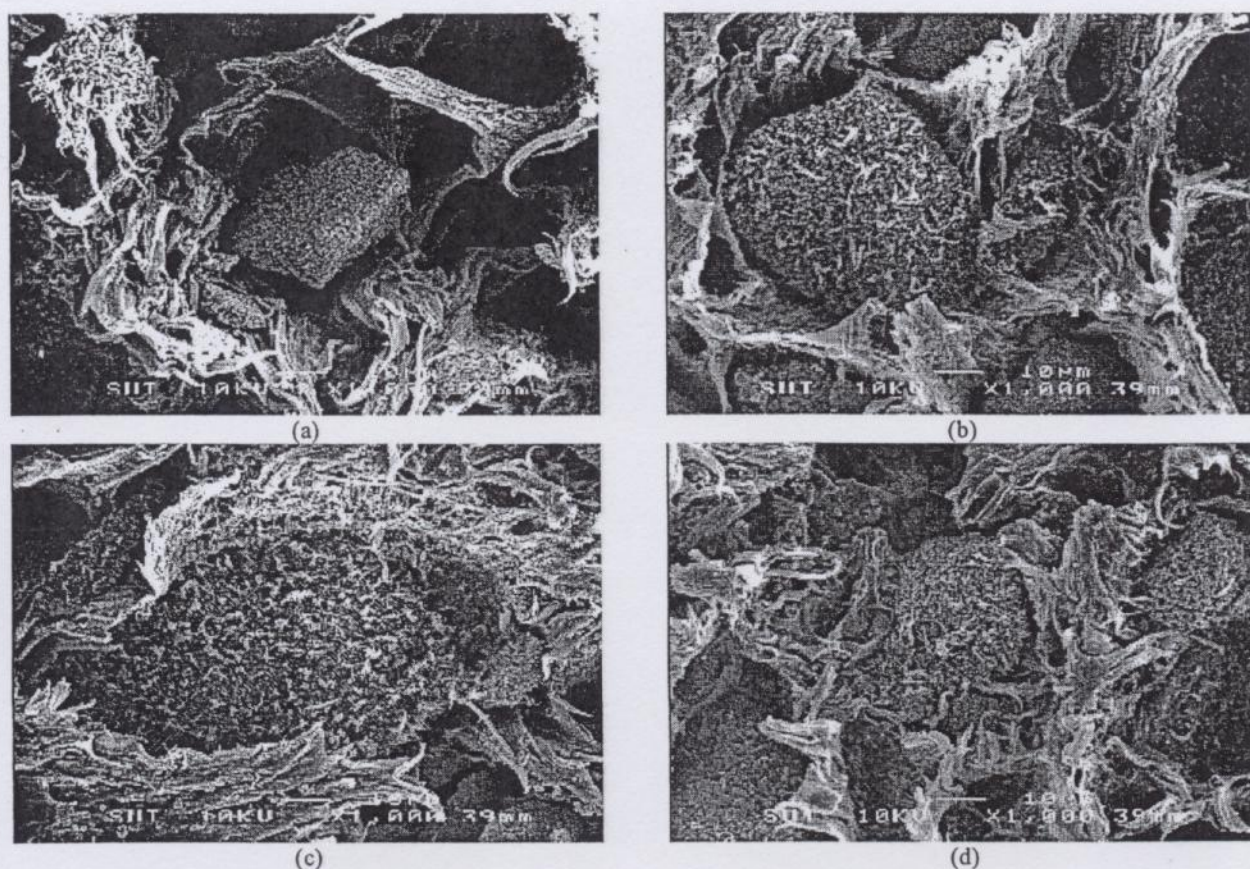


Figure 7 SEM micrographs at HA-PP interface of HA/PP composites containing: (a) untreated HA (b) 0.5%-VTES-treated HA (c) 2%-VTES-treated HA and (d) 2%-MPTS-treated HA