

บทคัดย่อ

วัสดุประกอบไฮดรอกซีแอปาทาइटกับพอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอทิลีนอะดิเปตกับพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (HAp/PEA-co-PET) สามารถเตรียมได้ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของสารประกอบวงรวมโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต-โพลิโกเอทิลีนเทเรฟทาเลต (C-OEA-co-C-OET) ภายในรูพรุนของก้อนไฮดรอกซีแอปาทาइट (HAp) โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์ HAp จากแคลเซียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริกด้วยวิธีตกตะกอนร่วม แล้วนำไปขึ้นรูปเป็นก้อนสี่เหลี่ยมและแผ่นที่อุณหภูมิ $1,100^{\circ}\text{C}$ เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง ได้เป็นก้อน HAp ที่มีรูพรุน สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนอะดิเปต (C-OEA) และสารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทเรฟทาเลต (C-OET) สังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาดี-พอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงของพอลิเอทิลีนอะดิเปต (PEA) และพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (PET) ตามลำดับภายใต้สภาวะสารละลายเจือจางสูงโดยมีเตตระไฮโซโพรพิลออกซิทานเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นเตรียมสารประกอบวงรวม C-OEA-co-C-OET โดยการรีฟลักซ์ของผสมระหว่างสารประกอบวง C-OEA และ C-OET ในอัตราส่วนผสม 1:1 โดยโมลเป็นระยะเวลา 7 วัน ในการเตรียมวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ทำได้โดยแช่ก้อน HAp ที่มีรูพรุนในสารละลายของสารประกอบวงรวม C-OEA-co-C-OET แล้วนำไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงที่อุณหภูมิ 250°C ภายใต้สภาวะสุญญากาศเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง พอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ที่เกิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวงจะมีลักษณะเป็นชั้นฟิล์มบางปกคลุมต่อเนื่องบนพื้นผิวรูพรุนของก้อน HAp ปริมาณของพอลิเมอร์ร่วม PEA-co-PET ในก้อนวัสดุประกอบมีค่าประมาณ 24 %โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวนและค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักเท่ากับ 1740 และ 4550 กรัมต่อโมลตามลำดับ ค่าความแข็งแรงกดและค่ามอดุลัสของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET มีค่าเท่ากับ 29 และ 246 MPa ตามลำดับ ซึ่งสมบัติเชิงกลดังกล่าวมีค่าสูงกว่าค่าของก้อน HAp เริ่มต้นและกระดูกฟามตามธรรมชาติ ในการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพภายนอกร่างกายของวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ทำโดยแช่วัสดุประกอบระบบที่มีการไหลผ่านของสารละลายจำลองคล้ายของเหลวในร่างกาย (SBF) ซึ่งมีค่าพีเอชและความเข้มข้นของไอออนอนินทรีย์ใกล้เคียงกับพลาสมาเลือดของมนุษย์ ภายหลังการทดสอบสามารถตรวจพบการก่อผลึกไฮดรอกซีแอปาทาइटขนาดนาโนบนพื้นผิวของวัสดุประกอบจากแคลเซียม (Ca) และฟอสฟอรัส (P) ในสารละลาย SBF ซึ่งให้เห็นว่าวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET มีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ แผนภาพการกระจายตัวของธาตุบนพื้นผิววัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET ภายหลังการแช่เป็นระยะเวลา 28 วันพบว่าแคลเซียมและฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบหลัก โดยมีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca/P เป็น 1.67 ซึ่งผลการทดสอบดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าวัสดุประกอบ HAp/PEA-co-PET มีความเป็นไปได้ที่จะประยุกต์ใช้ในการแพทย์เป็นวัสดุฝังภายในร่างกาย

ABSTRACT

Hydroxyapatite/poly (ethylene adipate)-co-poly(ethylene terephthalate) biomaterials (HAp/PEA-co-PET) have been prepared by ring opening polymerization (ROP) of cyclic oligo(ethylene adipate)-co-oligo(ethylene terephthalate) (C-OEA-co-C-OET) in the porous hydroxyapatite (HAp) templates. The HAp powder was firstly synthesized from calcium hydroxide and phosphoric acid by co-precipitation method and then shaped to rectangular form. The porous HAp templates were obtained after firing at 1,100°C for 5 hours. The C-OEA and C-OET were synthesized by cyclodepolymerization of PEA and PET precursors, respectively, under high dilution condition using dibutyl tin oxide as a catalyst. The mixture of C-OEA and C-OET, having 1:1 molar ratio, was prepared and then refluxed for 7 days in order to obtain the co-cyclic of C-OEA-co-C-OET. The HAp/PEA-co-PET composites were prepared by soaking the porous HAp templates in the C-OEA-co-C-OET solution, and then *in-situ* ring-opening polymerization at 250°C for 24 hours under vacuum. The ring-opening polymerized PEA-co-PET was obtained as a successive polymer layer coating on the porous surfaces of HAp templates. The ROP-PEA-co-PET content in the composite was about 24 wt% with the number average molecular weight ($\overline{M}_n$) and weight average molecular weight ($\overline{M}_w$) of 1740 and 4550 g/mol, respectively. Compressive strength and modulus of the HAp/PEA-co-PET composites were about 29 and 246 MPa, respectively. These mechanical properties were higher than those of the initial HAp template and natural cancellous bone. *In vitro* bioactivity of the HAp/PEA-co-PET composites was studied by soaking in flowing simulated body fluid (SBF), having pH and concentrations of inorganic ions similar to human blood plasma. The formation of hydroxyapatite nanocrystal was observed on the composite surfaces through the consumption of calcium (Ca) and phosphorus (P) from the SBF solution, indicating the bioactivity of these HAp/PEA-co-PET composites. The elemental mappings of the HAp/PEA-co-PET surface after prolonged soaking for 28 days were mainly composed of Ca and P, having the Ca/P molar ratio of 1.67 similar to the theoretical value of hydroxyapatite. These results suggested that these HAp/PEA-co-PET composites are possible for use as an implant material for medical applications.