

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมซีเมนต์เคลเซียมซิลิเกตกับพอลิเมทิลเมทาคริเลต

Preparation of Calcium silicate and Poly(methyl methacrylate) Cements



ชื่อผู้วิจัย

นายภัทรารุช มนต์วิเศษ

นางสาวปุลณมา ศิริพันธ์โนน

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินรายได้คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี

พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ประจำปีงบประมาณ 2549

สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

RCH

R

857

. M3

ก 354ก

เลขหมู่.....

เลขทะเบียน..... 116945

วัน,เดือน,ปี..... 21 ส.ย. 2554

b. 12340486
i.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณทุนสนับสนุนการวิจัยประเภทส่งเสริมนักวิจัย จากเงินรายได้คณะ
วิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ประจำปีงบประมาณ 2549 เรื่อง
การเตรียมซีเมนต์เคลือบเชื่อมซึลติดกับพอลิเมทิลเมทาคริลิต

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.พัชนี เจริญยิ่ง ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการตรวจวิเคราะห์ NMR



ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การเตรียมซีเมนต์แคลเซียมซิลิเกตกับพอลิเมทิลเมทาคริเลต

(ภาษาอังกฤษ) Preparation of Calcium silicate and Poly(methyl methacrylate) Cements

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินรายได้คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ประจำปีงบประมาณ 2549 จำนวนเงิน 50,000 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 ตุลาคม พ.ศ. 2549 ถึง 30 กันยายน พ.ศ. 2550

ชื่อผู้วิจัย ผศ.ดร. ภัทรารุช มนต์วิเศษ และ ผศ.ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง โทร. 02-3298400-8411 ต่อ 341

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมซีเมนต์แคลเซียมซิลิเกตกับพอลิเมทิลเมทาคริเลต (CS/PMMA) สำหรับประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ ซึ่งได้ศึกษาสภาวะการแข็งตัวของซีเมนต์ ด้วยเทคนิคการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต โดยใช้แหล่งกำเนิดแสงเป็นหลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต การเตรียมซีเมนต์ประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก ได้แก่ วัสดุภาคของเหลวคือ มอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลต (MMA) และวัสดุภาคของแข็งคือ พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) แคลเซียมซิลิเกต (CS) ตัวเร่งปฏิกิริยาเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (BPO) และตัวกระตุ้นตัวริเริ่มปฏิกิริยาซึ่งไวต่อแสง เบนโซฟีโนน (BZP) จากนั้นทำการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต ในสภาวะบรรยากาศ ที่อุณหภูมิห้อง MMA จะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันทำให้ซีเมนต์เซตตัวคงรูป โครงการนี้ได้ศึกษาสภาวะต่างๆ ในการเตรียมซีเมนต์ ได้แก่ ระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสง เวลาในการฉายแสง ความหนาของซีเมนต์ และปริมาณ BPO และ BZP จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ความหนาซีเมนต์ เวลาในการฉายแสง และระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสงมีอิทธิพลต่อเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์ ส่วนการปรับเปลี่ยนปริมาณของ BPO และ BZP มีผลต่อการคายความร้อนของซีเมนต์ที่เพิ่มขึ้นจึงได้ศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมต่อการแห้งผิวและการแข็งตัวของซีเมนต์

ABSTRACT

This project studied on preparation of poly (methyl methacrylate)-calcium silicate (PMMA/CS) for medical applications by radiation UV technique with ultraviolet lamp, light source. Preparing materials consisted of two main components which were liquid phase, i.e., methyl methacrylate monomer (MMA) and solid phases, i.e., poly (methyl methacrylate) (PMMA), calcium silicate (CS), benzoyl peroxide (BPO) and benzophenone (BZP). The mixtures of those phases were radiated by UV ray in atmosphere during which the polymerization of MMA occurring at ambient temperature resulting in cement shaping. This project was focused on the variety of cement exposure distances, radiation time, cement thickness and quantities of BPO and BZP. The result indicated that the cement thickness radiation times and exposure distances have influence on dry-hard time. In addition, the change of quantities of BZP and BPO has effect on exothermic of cement. Set-to-touch time and dry-hard time were investigated to gain the suitable condition for cement preparation.

สารบัญเรื่อง

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	2
บทคัดย่อภาษาไทย	3
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	4
สารบัญเรื่อง	5
สารบัญตาราง	6
สารบัญภาพ	7
1. บทนำ	8
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	8
1.2 วัตถุประสงค์	9
1.3 ขอบเขตการวิจัย	9
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	10
1.5 ทฤษฎีและหลักการ	10
1.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	14
2. วิธีการดำเนินงานวิจัย	16
3. อภิปราย/วิจารณ์ผลการทดลอง	21
4. สรุปผลการวิจัย	35
5. เอกสารอ้างอิง	36

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สัดส่วนองค์ประกอบของซีเมนต์เพสต์	18
ตารางที่ 2.2 สภาวะการทดลองสำหรับการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต	19
ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบทางเคมีของ CS ที่สังเคราะห์ได้	21
ตารางที่ 3.2 ระยะเวลาในการแห้งผิวของซีเมนต์เพสต์ สูตรที่ 1	22
ตารางที่ 3.3 ค่าเฉลี่ยของเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์ สูตรที่ 1	23
ตารางที่ 3.4 ค่าเฉลี่ยของเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์ สูตรที่ 2	23
ตารางที่ 3.5 บันทึกน้ำหนักที่ชั่งได้จากการทดลอง	28
ตารางที่ 3.6 ปริมาณองค์ประกอบในก้อนซีเมนต์	30
ตารางที่ 3.7 น้ำหนักโมเลกุลและค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ในก้อนซีเมนต์	33



สารบัญภาพ

หน้า

รูปที่ 3.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ CS ที่สังเคราะห์ได้ ภายหลังจากแคลไซน์ที่ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	21
รูปที่ 3.2 การวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 1 โดย mold คือ อุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงาน surface คืออุณหภูมิที่ผิวด้านบนของซีเมนต์	26
รูปที่ 3.3 การวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 2 โดย mold คือ อุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงาน under คืออุณหภูมิใต้ซีเมนต์	26
รูปที่ 3.4 การวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 1 โดย mold คือ อุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงาน surface คืออุณหภูมิที่ผิวด้านบนของซีเมนต์	27
รูปที่ 3.5 การวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 2 โดย mold คือ อุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงาน under คืออุณหภูมิใต้ซีเมนต์	27
รูปที่ 3.6 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของพอลิเมทิลเมทาคริเลตในสูตร 1-60s-2cm ที่ความหนา 0.5 mm	31
รูปที่ 3.7 ภาพถ่าย SEM แสดงการกระจายตัวของอนุภาคภายในซีเมนต์สูตรที่ 1 (PMMA 0.2850 กรัม) ขยาย 500 และ 1000 เท่า ตามลำดับ	34
รูปที่ 3.8 ภาพถ่าย SEM แสดงการกระจายตัวของอนุภาคภายในซีเมนต์สูตรที่ 1 (PMMA 0.2510 กรัม) ขยาย 500 และ 1000 เท่า ตามลำดับ	34

1. บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ในปัจจุบันมีการศึกษาวิจัยด้านการสังเคราะห์และพัฒนาวัสดุชนิดใหม่ที่มีสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่เหมาะสมแก่การนำมาผลิตเป็นวัสดุทางการแพทย์และอวัยวะเทียม เพื่อใช้ทดแทนอวัยวะบางส่วนภายในร่างกายที่บกพร่องเสียหายเนื่องจากโรคหรืออุบัติเหตุ เช่น กระดูกเทียม รากฟันเทียม ลิ้นหัวใจเทียม ข้อต่อสะโพกเทียม ฯลฯ วัสดุสังเคราะห์และอวัยวะเทียมประเภทนี้ถูกนำมาใช้ทดแทนการรักษาด้วยการผ่าตัดปลูกถ่ายด้วยเนื้อเยื่อธรรมชาติ เนื่องจากเนื้อเยื่อธรรมชาติมีข้อจำกัดด้านการรักษาหลายประการ โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านปริมาณที่จำกัดและคุณภาพของเนื้อเยื่อดังนั้นในปัจจุบันการบำบัดรักษาโดยการเปลี่ยนถ่ายด้วยอวัยวะเทียม (Implantation) จึงมีบทบาทสำคัญในทางการแพทย์

วัสดุสังเคราะห์ที่ได้รับความสนใจในระยะแรกเป็นวัสดุที่เฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยาในทางชีวภาพ (Bioinert materials) เพื่อขจัดปัญหาการเกิดปฏิกิริยาเคมีและการปลดปล่อยสารที่อาจจะเป็นพิษต่อร่างกาย อย่างไรก็ตามภายหลังการใช้งานของอวัยวะเทียมที่มีความเฉื่อยพบว่าร่างกายจะสร้างเนื้อเยื่อขึ้นมาห่อหุ้มอวัยวะเทียมนั้น โดยเฉพาะบริเวณรอยต่อระหว่างอวัยวะเทียมและเนื้อเยื่อเดิมที่มีการเคลื่อนไหว จะมีความหนาของเนื้อเยื่อที่ร่างกายสร้างขึ้นมาห่อหุ้มเพิ่มขึ้น ซึ่งก่อให้เกิดปัญหาการเลื่อนหลุดของอวัยวะเทียม วัสดุสังเคราะห์ที่มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาทางชีวภาพ (Bioactive materials) และไม่เป็นพิษต่อร่างกายถูกพัฒนาขึ้นมาเพื่อแก้ไขปัญหาดังกล่าว เนื่องจากอวัยวะเทียมที่ผลิตจากวัสดุสังเคราะห์ชนิดนี้สามารถเชื่อมติดกับเนื้อเยื่อภายในร่างกายได้โดยตรงด้วยการสร้างสารอนินทรีย์ที่มีองค์ประกอบทางเคมีคล้ายคลึงกับกระดูกขึ้นที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุสังเคราะห์และเนื้อเยื่อเดิม

วัสดุสังเคราะห์ทางการแพทย์ในปัจจุบันมีมากมายหลายชนิด ทั้งที่ผลิตจากโลหะ พอลิเมอร์ และเซรามิกส์ แต่เนื่องจากวัสดุสังเคราะห์แต่ละชนิดมีข้อเด่นข้อด้อยแตกต่างกันไป โลหะมีข้อดีในด้านความแข็งแรงและความเหนียวดีกว่าวัสดุอื่นๆ แต่ก็มีข้อเสียในด้านความแข็งแรงที่มีค่าสูงกว่าเนื้อเยื่อข้างเคียง อาจเป็นผลให้เกิดความเสียหายหรือการสึกกร่อนแก่เนื้อเยื่อข้างเคียงในภายหลังได้ นอกจากนี้ยังอาจเกิดการกัดกร่อนภายในร่างกายได้ ส่วนเซรามิกส์มีข้อดีในด้านความคล้ายคลึงทางกายภาพและทางเคมีกับเนื้อเยื่อแข็งภายในร่างกายมีทั้งที่เฉื่อยและว่องไวทางชีวภาพแต่มีข้อด้อย คือ เปราะ แตกหักง่าย ในขณะที่พอลิเมอร์เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างคล้ายกับเนื้อเยื่ออ่อนในร่างกาย มีความยืดหยุ่น มีความหนาแน่นต่ำ น้ำหนักเบา และสามารถขึ้นรูปเป็นรูปแบบต่างๆ ได้ง่าย แต่พอลิเมอร์มีความสามารถในการรับแรงดัดเมื่อเทียบกับโลหะและเซรามิกส์หลายประเภท นอกจากนี้พอลิเมอร์บางชนิดก็สามารถเกิด

การสลายตัวภายในร่างกายได้ซึ่งเป็นข้อดีที่เมื่อเนื้อเยื่อหรือกระดูกมีการซ่อมแซมตนเองแทนที่วัสดุพอลิเมอร์ที่ค่อยๆ สลายตัวไป

ปี ค.ศ. 1961 มีการนำซีเมนต์พอลิเมทิลเมทาคริเลตมาใช้ในการยึดติดกระดูกกับกระดูกสะโพกเทียม ตั้งแต่นั้นมาได้มีการนำซีเมนต์ PMMA มาใช้ในวงการแพทย์อย่างแพร่หลาย แต่ภายหลังพบว่าก่อให้เกิดปัญหาหลายประการเช่น ไม่เกิดการเชื่อมติดกับกระดูก ความแข็งแรงเชิงกลต่ำ เกิดความร้อนสูงขณะแข็งตัวเนื่องจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน และก่อให้เกิดอาการแพ้ เป็นต้น จึงได้มีการพัฒนามาเป็นซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่มีความอ่อนไหวทางชีวภาพซึ่งมีข้อดีคือ สามารถเชื่อมติดกันกับเนื้อเยื่อกระดูกได้ เมื่อแข็งตัวพบว่า มีการคายความร้อนต่ำกว่าและมีความแข็งแรงเชิงกลที่ดีกว่าซีเมนต์จาก PMMA

แคลเซียมซิลิเกตเป็นเซรามิกสังเคราะห์หนึ่งที่ได้รับความนิยมมากในงานวิจัยสำหรับวัสดุทางการแพทย์ เนื่องจากมีการศึกษาพบว่าแคลเซียมซิลิเกตทำให้เกิดการเชื่อมต่อกับกระดูกได้เร็วกว่าไฮดรอกซีแอปพาไทต์ สามารถเข้ากันได้ดีกับร่างกาย และมีความสามารถในการรับแรงกดอัดได้ดี แต่ก็มีข้อเสียในด้านความเปราะและมีสมบัติเชิงกลด้านความแข็งแรงโค้งงอต่ำ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเตรียมวัสดุประกอบจากแคลเซียมซิลิเกตกับพอลิเมทิลเมทาคริเลต โดยการฉายแสง UV กับชิ้นงานซีเมนต์เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติความอ่อนไหวทางชีวภาพ

1.2 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาปัจจัยต่างๆ ในการเตรียมซีเมนต์ที่มีผลต่อระยะเวลาในการแห้งผิวและการแข็งตัวของซีเมนต์ ได้แก่ระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสงและซีเมนต์ ระยะเวลาการฉายแสงและความหนาของซีเมนต์ เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม
2. ศึกษาถึงผลของการปรับเปลี่ยนปริมาณ เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์(BPO) และ เบนโซฟีโนน (BZP) ที่มีต่อปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน

1.3 ขอบเขตการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมซีเมนต์ระหว่างพอลิเมทิลเมทาคริเลตกับแคลเซียมซิลิเกตโดยการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตซึ่งเริ่มจากการกึ่งเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีตกตะกอนร่วม และสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาคริเลตด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย จากนั้นทำการเตรียมซีเมนต์ โดยสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก ได้แก่ วัสดุภาคของเหลวคือ มอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลต และวัสดุภาคของแข็งคือ พอลิเมทิลเมทาคริเลต แคลเซียมซิลิเกต เบนโซอิลเปอร์

ออกไซด์ และเบนโซฟีโนน ส่วนผสมของการใช้ CS:PMMA มี 2 สูตรคือ 0.7:0.285 และ 0.7:0.251 จากนั้นนำซีเมนต์ไปฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตที่อุณหภูมิห้อง โดยมีโฟโตเซนซิไทเซอร์และโฟโตอินิเชียเตอร์ สถานะที่ทำการศึกษาคือ ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับซีเมนต์ ระยะเวลาในการฉายแสง ความหนาของซีเมนต์ และปริมาณของ BPO และ BZP ที่มีผลต่อระยะเวลาในการแข็งผิว และระยะเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเตรียมซีเมนต์เชื่อมกระดูกและฟันจากพอลิเมทิลเมทาคริเลตกับแคลเซียมซิลิเกต
2. ข้อมูลที่ได้จากงานวิจัยสามารถเป็นแนวทางในการนำไปประยุกต์ใช้งานในการแพทย์

1.5 ทฤษฎีและหลักการ

วัสดุชีวภาพ [1] หมายถึง วัสดุที่ไม่เป็นพิษเมื่ออยู่ในสภาวะภายในร่างกาย จึงมีการนำวัสดุดังกล่าวมาใช้ประโยชน์ทางการแพทย์โดยเฉพาะในส่วนที่เป็นกระดูก เพื่อรักษาซ่อมแซมกระดูกที่หัก ซ้ำรูปด้วยการตามท่อนกระดูกที่แตกร้าวหรือหักหรือทำเป็นชิ้นส่วนใหม่ขึ้นมาทดแทน

วัสดุชีวภาพสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท [2] คือ

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

1.5.1 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม [3]

วัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมสามารถจำแนกประเภทตามวัสดุที่ใช้ผลิต ได้แก่ โลหะ พอลิเมอร์ เซรามิกส์ และวัสดุประกอบ

1. โลหะ (Metal) ได้แก่ ไททาเนียมและโลหะผสม สแตนเลส ทองคำและเงิน เป็นต้น ข้อดีของโลหะคือมีค่าความแข็งแรงดึงและทนแรงกระแทกสูง ทนต่อการกัดกร่อนและมีความเหนียว แต่อาจเกิดการสึกกร่อนและปล่อยสารที่เป็นพิษต่อร่างกายได้ นอกจากนี้โลหะยังขึ้นรูปได้ยาก ตัวอย่างการนำไปใช้ประโยชน์ทางการแพทย์ เช่น ข้อต่อ รากฟันเทียม กระดูกและส่วนที่ยึดติดกระดูก

2. พอลิเมอร์ (Polymer) เช่น ยาง ซิลิโคน เทฟลอน ไนลอน เป็นต้น โดยพอลิเมอร์มีความยืดหยุ่น ความหนาแน่นต่ำและสามารถผลิตได้ง่าย แต่พอลิเมอร์ไม่แข็งแรง เกิดการเสียดสีสภาพเมื่อใช้งานเป็นเวลานาน ตัวอย่างการนำไปใช้งาน เช่น การเย็บตักแต่ง ทำเส้นเลือดเทียม สะโพก จมูกและเนื้อเยื่ออ่อนต่างๆ
3. เซรามิกส์ (Ceramics) เช่น แคลเซียมฟอสเฟต ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ เป็นต้น ซึ่งวัสดุประเภทนี้มีความเข้ากันได้ดีกับร่างกาย ทนต่อการกัดกร่อน และมีความว่องไวทางชีวภาพ แต่เซรามิกส์มีความเปราะและไม่ยืดหยุ่น การนำไปใช้งานทางการแพทย์จะนำไปทำฟันปลอม ข้อต่อ เคลือบกระดูกและฟัน
4. วัสดุประกอบ (Composites) มีความแข็งแรงและมีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมสำหรับการนำไปใช้งาน แต่มีขั้นตอนในการผลิตยากกว่าวัสดุประเภทอื่น ตัวอย่างการใช้งาน ได้แก่ ข้อต่อซึ่งเป็นส่วนที่รับแรงมาก ลิ้นหัวใจเทียม เป็นต้น

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

สูตรทางเคมี คือ CaSiO_3 โดยทั่วไปเกิดจากการเกิดอันตรกิริยาของหินปูนและซิลิกา (SiO_2) โดยมีความร้อนและความดันเข้ามาเกี่ยวข้อง ปฏิกิริยาเกิดดังสมการ



CaSiO_3 หรืออาจเรียกว่า wollastonite สามารถประยุกต์มาใช้ในงานเคลือบผิว หรือส่วนประกอบในเซรามิกส์ เนื่องจาก CaSiO_3 มีความแข็งแรงสูงและทนความร้อนได้ดี

โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกต [2,5]

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

การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต

เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์ ได้แก่

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

การทำปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [6-7]

ปฏิกิริยาสถานะของแข็งเป็นวิธีที่ง่ายที่สุด แต่สารที่ได้ส่วนมากเป็นพวกออกไซด์ ซึ่งตัวกำหนดโครงสร้างและสมบัติของสารประกอบ ได้แก่ ขนาดอะตอม สถานะออกซิเดชัน และการมีพันธะกันของแคโทไอออน

วิธีตกตะกอนร่วม [8]

เตรียมได้โดยการนำสารละลายที่มีแคโทไอออนของสารที่ต้องการตกตะกอนร่วมกันไปผสมกับสารตกตะกอน (Precipitation agent) เช่น แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ได้ตะกอนร่วมของสารประกอบออกไซด์เกิดขึ้น จากนั้นนำสารที่ผ่านการตกตะกอนไปกรองเพื่อแยกตะกอนและนำตะกอนที่ได้ไปอบให้แห้ง

วิธีการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล-เจล [9]

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

สมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพของแคลเซียมซิลิเกต

สมบัติทางกายภาพ [2,4,10]

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

สมบัติทางเคมี [4,11]

- ความสามารถในการละลายต่ำ
- เมื่อนำแคลเซียมซิลิเกตไปละลายน้ำให้อยู่ในรูปแขวนลอยจะได้ pH ในช่วง 8-10
- องค์ประกอบของแคลเซียมซิลิเกตจะเปลี่ยนตามอุณหภูมิ

การประยุกต์ใช้งานแคลเซียมซิลิเกต [12]

ในสมัยแรกแคลเซียมซิลิเกตใช้เป็นหินตกแต่งเพื่อความสวยงาม ต่อมานำมาใช้แทนที่แร่หิน (Asbestos) ในการทำผลิตภัณฑ์ต่างๆ ได้แก่ กระเบื้องมุงหลังคา เป็นต้น ในอุตสาหกรรมสีจะใช้เป็นตัวทำให้แข็ง ตัวลดการดูดซึมน้ำมัน เป็นต้น นอกจากนี้ ยังมีใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติก เช่น ไนลอน พอลิเอสเทอร์ พอลิยูเรีย และ พอลิยูรีเทน ในอุตสาหกรรมเซรามิกส์ แคลเซียมซิลิเกตจะช่วยลด

การโค้งงอ ลดการแตกหักในระหว่างการเผา และช่วยเพิ่มความแข็งแรง นอกจากนี้ ยังใช้ในผลิตภัณฑ์ การเคลือบผิวหรืออาจใช้เป็นซับสเตรท (Substrate) สำหรับสารตัวนำยิ่งยวด (Superconductive substance)

1.5.3 พอลิเมทิลเมทาคริเลต

พอลิอะคริเลต เป็นพอลิเมอร์ที่ได้จากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม สามารถผลิตได้จากมอนอเมอร์ หลายชนิด เช่น กรดอะคริลิกและเอสเทอร์ของกรดเหล่านี้ สำหรับอะคริเลตเรซินที่ผลิตในรูปของ สารละลาย ทำขึ้นด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย และฟิล์มที่ได้หลังการแห้งตัวจะเป็น แบบเทอร์โมพลาสติก แต่ถ้าเรซินมีหมู่ฟังก์ชันมากกว่า 2 หมู่ ผสมอยู่ด้วย อาจเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยง กลายเป็นเทอร์โมเซตได้

สมบัติดีของอะคริเลตเรซิน ได้แก่ ความคงทนต่อแสงอัลตราไวโอเล็ต และคงทนต่อปฏิกิริยา ไฮโดไลซิส มีความทนทานต่อเคมีภัณฑ์ที่กัดกร่อน ทนต่อการกระทบกระเทือนจากแรงภายนอก ฟิล์ม ที่ได้จากอะคริเลตเรซินจะมีความเงาสูง เข้ากับผงสีได้ดี นอกจากนี้อะคริเลตเรซินยังยึดผิวหน้าได้ดี มีความแข็งแรงและทนทาน จึงใช้งานมากในอุตสาหกรรมเคลือบผิว สารละลายอะคริเลตเรซินใช้ทำ แลกเกอร์กันมาก สำหรับเคลือบผิวหน้าโลหะ ไม้ หนัง เซรามิก และพลาสติก ส่วนอะคริเลตอิมัลชัน ใช้ทำ สีทาบ้านทั้งภายในและภายนอก ซึ่งโดยปกติผลิตขึ้นในลักษณะลาเท็กซ์

เมทิลเมทาคริเลต (Methylmethacrylate, MMA) เป็นมอนอเมอร์ที่มีลักษณะเหลวใส ระเหยได้ ง่าย มีกลิ่นเหม็น มีจุดเดือดอยู่ประมาณ 101 องศาเซลเซียส และจุดหลอมเหลว เท่ากับ 48.2 องศาเซลเซียส สามารถละลายน้ำได้เล็กน้อย และละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์ เป็นมอนอเมอร์ที่ทำ ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้อย่างรวดเร็ว จากแสง ความร้อน การฉายรังสี และตัวเร่งปฏิกิริยา

สมบัติและการนำไปใช้ประโยชน์ของพอลิเมทิลเมทาคริเลต

พอลิเมทิลเมทาคริเลต เป็นพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมพลาสติก มีโครงสร้างของสายโซ่โมเลกุล แบบอะแทกติก (Atactic) มีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน (Amorphous polymer) มีสมบัติเด่นในด้านความ โปร่งใสที่เหมือนแก้ว มีความมันเงาสูง มีลักษณะที่แข็งแตกหักง่าย มีอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature, Tg) เท่ากับ 108 องศาเซลเซียส มีความหนาแน่นเท่ากับ 1.19 g/cm³ จุด หลอมเหลว (Tm) ประมาณ 130-140 องศาเซลเซียส มีสมบัติเชิงกลที่ดี มีความทนทานต่อสภาวะอากาศ สูง ดูดซึมน้ำได้ต่ำ สึกกร่อนยาก ด้านทนต่อรังสีอัลตราไวโอเล็ตได้ดี แต่มีความต้านทานต่อสารเคมีต่ำ ละลายได้ในตัวทำละลายได้หลายชนิด เช่น เบนซีน โทลูอิน คลอโรฟอร์ม เอทิลีนคลอไรด์ เอทิลอะซิ เตต เป็นต้น สามารถทนทานต่อน้ำและสารอินทรีย์ทั่วไปได้เป็นอย่างดีรวมทั้งกรดอ่อน และเบสอ่อน เนื่องจากสมบัติที่ใสเหมือนแก้ว จึงมีการใช้งานกันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น

ส่วนประกอบของรถยนต์ ส่วนประกอบของเครื่องบิน ประตูห้องน้ำ หน้าต่าง หลังคาที่ให้แสงผ่าน แผ่นป้ายโฆษณา ตู้ปลา เฟอร์นิเจอร์ เวนตา โคมไฟ เป็นต้น

1.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

P.Siriphannon และคณะ [13] ได้ทำการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยใช้สารละลายเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) และแคลเซียมไนเตรดเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นสารตกตะกอน แต่พบว่าโซเดียมไอออนสามารถตกตะกอนร่วมกับแคลเซียมออกไซด์และซิลิกาได้ ดังนั้นจึงล้างตะกอนที่ได้นี้ด้วยน้ำกลั่น ทำให้สามารถกำจัดไอออนของโซเดียมออกไปได้ โดยการล้างตะกอน 2 ครั้ง เพื่อให้ไอออนโซเดียมเหลือน้อยที่สุด สารที่สังเคราะห์ได้จะนำไปแคลไซน์ (Calcine) ที่อุณหภูมิ 500 °C และ 900 °C เพื่อให้เกิดผลึกของแคลเซียมซิลิเกต แคลเซียมซิลิเกตที่ได้เมื่อนำไปทดสอบในสภาวะทดลองของร่างกายโดยใช้สารละลายจำลองของร่างกาย (SBF) พบว่าเกิดชั้นของ HAp บนพื้นผิวของแคลเซียมซิลิเกต ซึ่งชี้ให้เห็นว่าแคลเซียมซิลิเกตมีความสามารถในการเข้ากันได้กับระบบชีวภาพของร่างกายได้ดี

Acosta Ricardo และคณะ [14] ได้ทำการศึกษาผลของ photo sensitizer ที่มีต่อเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิเมอร์และอัตราการเกิด photosensitization พบว่าเมื่อสังเคราะห์ให้อุณหภูมิของ benzophenone มีหมู่ (-CH₂-) มากขึ้น จะทำให้เกิดการ photosensitization เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับ โครงสร้าง benzophenone และหมู่ (-CH₂-) เหล่านี้ยังช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนแก่พอลิเมอร์ขณะขึ้นรูปด้วย

Lecamp L. และคณะ [15] ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของไดเมทิลครีเลตโอลิโกเมอร์ โดยมี 2,2- ไดเมทิล-2-ไฮดรอกซี อะซิโตนฟีโนล ทำหน้าที่เป็น radical photo initiator โดยศึกษาสภาวะในการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ อุณหภูมิ ความเข้มแสง ความเข้มข้นของ photo initiator เพื่อสภาวะที่เหมาะสม ในงานวิจัยนี้ใช้โฟโตแคลอรีมิเตอร์ในการศึกษาและติดตามสภาวะการเกิดปฏิกิริยา โดยกำหนดให้ระยะทางจากแหล่งกำเนิดแสงถึงชิ้นงานมีค่าเท่ากับ 15 เซนติเมตร ความเข้มของรังสี UV ที่ใช้ศึกษาคือ 2.7 mW/cm² สำหรับความเข้มข้นของ photo initiator สูงสุดที่เหมาะสมคือ 1% w/w และอุณหภูมิสูงสุดที่ใช้ คือ ประมาณ 90 องศาเซลเซียส

Price B.T. และคณะ [16] ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของชนิดแหล่งกำเนิดแสง ชนิดเรซิน และระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับชิ้นงานที่มีต่อค่าความแข็งด้านบนและด้านล่างของชิ้นงาน โดยใช้แหล่งกำเนิดแสงที่ให้กำลังต่างกันสามชนิด เรซินในด้านทันตกรรมห้าชนิด ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับชิ้นงาน 2 และ 9 มิลลิเมตร ความหนาชิ้นงานคงที่ที่ 1.6 มิลลิเมตร และระยะเวลาการฉายแสง 3 ถึง 60 วินาที แล้วทดสอบค่าความแข็งหลังการฉายแสง 15 นาที และหลังจากแช่น้ำ 24 ชั่วโมง พบว่าแหล่งกำเนิดแสงที่ให้กำลังน้อยจะทำให้ค่าความแข็งด้านบนของชิ้นงานมีค่ามากกว่า

ด้านล่างสูง แสดงว่ามีพลังงานไม่เพียงพอที่จะทำให้เรซินด้านล่างเกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน ดังนั้นจึงเพิ่มระยะเวลาการฉายแสงเพื่อให้มีพลังงานเพียงพอในการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน และพบว่าแหล่งกำเนิดแสงที่ให้กำลังสูงไม่ได้ให้พลังงานที่มากเพียงพอเสมอไปขึ้นอยู่กับสมบัติของเรซินที่ใช้

Bennett W. และคณะ [17] ได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบความลึกในการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน (depth of cure, d_{cure}) ของวัสดุประกอบสามชนิดที่มีโครงสร้างคล้ายกัน โดยมีแหล่งกำเนิดแสงสามชนิด ได้แก่ two blue light-emitted-diode (LED) 1 และ 2 และ quartz tungsten halogen (QTH) ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดและชิ้นงาน 0.4 และ 8 มิลลิเมตร ระยะเวลาฉายแสง 10 20 และ 40 วินาที จากการศึกษาพบว่า d_{cure} จะเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาฉายแสงนานขึ้น แต่การเปลี่ยนแปลงระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดและชิ้นงานไม่มีผลกระทบหรือมีผลน้อยมากต่อ d_{cure}

Apicella A. และคณะ [18] ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาการฉายแสงและความหนาของคอมโพสิตด้านทันตกรรมที่มีต่อการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน มี halogen light เป็นแหล่งกำเนิดแสง ความเข้มแสง 500 mW/cm^2 ระยะเวลาการฉายแสง 20 และ 60 วินาที ความหนาของชิ้นงาน 0.3 0.6 และ 1 มิลลิเมตร โดยระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดและชิ้นงานคงที่ จากการศึกษาพบว่า ความหนาของชิ้นงานไม่มีผลต่อปริมาณการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแต่จะลดอัตราเร็วของปฏิกิริยาลง และพบว่าระยะเวลาการฉายแสงที่เหมาะสมคือ 60 วินาที

2. วิธีการดำเนินงานวิจัย

2.1 การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต (Calcium silicate, CS) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม

1. ชั่งเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ปริมาณ 12.4902 กรัม และแคลเซียมไนเตรดเตตระไฮเดรตปริมาณ 14.1688 กรัม ตวงเอทานอล ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ผสมลงในบีกเกอร์พลาสติกพร้อมทำการปั่นกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
2. เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.66 M โดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 3.96 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 150 มิลลิลิตร
3. เมื่อปั่นกวนสารละลายในข้อ 1 ครบ 2 ชั่วโมง เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมไว้ปั่นกวนต่ออีก 30 นาที วัดค่า pH ของสารละลาย บันทึกผล แล้วกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 300 มิลลิลิตร
4. นำตะกอนแคลเซียมซิลิเกตที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักหาเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์
5. บดแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้ให้ละเอียดด้วยโกร่งบดสาร แล้วนำไปเผาที่ 500 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง บดด้วยเครื่องบด Rock Lab เพื่อให้ได้อนุภาคที่ละเอียดยิ่งขึ้น
6. ตรวจสอบคุณสมบัติเพื่อหาองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectrometry, XRF) และหาวิถุภาคที่เป็นผลึกของสารด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometry, XRD)

2.2 การสกัดตัวยับยั้งออกจากมอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลต (Methylmethacrylate monomer)

1. ตวงมอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลต 10 มิลลิลิตรและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10% ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในกรวยแยก เขย่าให้สารทั้งสองผสมกัน รอจนแยกชั้นแล้วไขชั้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ซึ่งอยู่ด้านล่างทิ้ง ทำซ้ำอีก 1 ครั้ง
2. ล้างมอนอเมอร์ที่อยู่ในกรวยแยกด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งน้ำที่ใช้ล้างไม่เปลี่ยนสีของกระดาษลิตมัสจากแดงเป็นน้ำเงิน ซึ่งแสดงว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ถูกล้างออกหมดแล้ว
3. เติมสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว เขย่าให้สารทั้งสองผสมกัน รอจนแยกชั้นแล้วไขชั้นของสารละลายโซเดียมคลอไรด์ซึ่งอยู่ด้านล่างทิ้ง
4. นำมอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลตที่สกัดตัวยับยั้งแล้วมาเติมสารดูดความชื้นแอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) กรองแยกของแข็งออก แล้วนำมอนอเมอร์ที่สกัดตัวยับยั้งแล้วเก็บไว้ในตู้เย็น

2.3 การสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาคริเลต (Polymethylmethacrylate) ด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย (Solution polymerization)

1. ตวงมอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลตที่สกัดด้วยขี้ผึ้งแล้วปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เตรียมเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 0.01 กรัมและโทลูอีน 40 มิลลิลิตร ละลายเป็นเนื้อเดียวกันก่อนแล้วจึงเทลงในขวดก้นกลมที่มีมอนอเมอร์อยู่
3. ผ่านแก๊สไนโตรเจนลงในสารผสมเป็นเวลา 15 นาที แล้วรีบปิดด้วยจุกคอร์กที่ต่อกับลูกโป่งซึ่งบรรจุแก๊สไนโตรเจนไว้ภายในทันที แล้วหุ้มทับด้วยพาราฟิล์มให้สนิท
4. นำขวดก้นกลมที่ปิดด้วยจุกคอร์กแล้วแช่ลงในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 85 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนด นำขวดก้นกลมขึ้นมา แล้วทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
5. ทำการตกตะกอนพอลิเมทิลเมทาคริเลต โดยหยดของเหลวจากขวดก้นกลมใส่ลงในบีกเกอร์เมทานอล ปริมาตร 600 มิลลิลิตร อย่างช้าๆ พร้อมทั้งปั่นกวนอยู่ตลอดเวลา
6. กรองตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยเมทานอล แล้วไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง บดด้วยโกร่งบดสารจนได้อนุภาคที่ละเอียด
7. ทำการคัดขนาดอนุภาคด้วยตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช
8. วิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมทิลเมทาคริเลตด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชัน โครมาโตกราฟี (Gel permeation chromatography, GPC)

2.4 การเตรียมซีเมนต์ระหว่างแคลเซียมซilikेटกับพอลิเมทิลเมทาคริเลต

ในการเตรียมซีเมนต์เพสต์ที่มีองค์ประกอบดังนี้

วิธภาคของเหลว

- มอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลตที่สกัดด้วยขี้ผึ้งแล้ว (MMA)

วิธภาคของแข็ง

- พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA)
- แคลเซียมซilikेट (CS)
- เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (BPO) 2.5 และ 5% โดยน้ำหนัก เทียบกับวิธภาคของเหลว
- เบนโซฟีโนน (BZP) 1 และ 2% โดยน้ำหนัก เทียบกับวิธภาคของเหลว

การผสมซีเมนต์เพสต์

1. ชั่งสารเคมีตามตารางที่ 2.1
2. ละลายเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (BPO) ลงในมอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลต (MMA) ก่อน จากนั้นจึงละลายเบนโซฟีโนน (BZP) โดยสารทั้งหมดต้องละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ผสมแคลเซียมซัลเฟตและพอลิเมทิลเมทาคริเลตให้เข้ากันมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอ
4. ผสมสิ่งที่ได้จากข้อ 2 กับข้อ 3 ให้เข้ากันทุกส่วน ในชามระเหย

ตารางที่ 2.1 สัดส่วนองค์ประกอบของซีเมนต์เพสต์

องค์ประกอบ	สูตรที่ 1 (กรัม)	สูตรที่ 2 (กรัม)
MMA	0.7000	0.7000
PMMA	0.2850	0.2510
CS	0.7000	0.7000
BPO	0.0175	0.0350
BZP	0.0070	0.0140

2.5 การขึ้นรูปและการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต

1. นำตัวอย่างที่ผสมสูตรแล้ว ใส่ในแม่แบบซิลิโคน ขึ้นรูปตัวอย่างให้มีความหนา 3 ลักษณะ ได้แก่ 1 มิลลิเมตร 0.5 มิลลิเมตร และแผ่นฟิล์ม
2. นำมาฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต (PHILIPS, Black light Blue 160 W) โดยใช้กล่องทึบแสงในสภาวะบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิห้อง
3. ปรับระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคน และระยะเวลาในการฉายแสงตามตารางที่ 2.2 เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม ทดสอบการแห้งผิวทันทีหลังจากฉายแสงโดยใช้ปลายนิ้วสัมผัสเบาๆ บนซีเมนต์เพสต์ แล้วรืบนำปลายนิ้วนั้นไปแตะลงบนกระจกใสที่สะอาด (ASTM D1650-91) ถ้าไม่ปรากฏรอยบนกระจกแสดงว่าเกิดการแห้งผิวแล้ว
4. นำชิ้นงานที่ผ่านการฉายแสงแล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องจนกระทั่งแข็งตัว (dry-hard) ตรวจสอบการแข็งตัวโดยใช้นิ้วหัวแม่มือกดลงบนซีเมนต์เพสต์ ออกแรงให้มากที่สุด กดลงตรงๆ โดยปราศจากการบิดนิ้ว (ASTM D1650-91) เมื่อแข็งตัวสมบูรณ์จะต้องไม่ปรากฏรอยขึ้นบนซีเมนต์ ทดสอบทุกๆ 15 นาที บันทึกเวลาในการแข็งตัว

ตารางที่ 2.2 สถานะการทดลองสำหรับการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต

ระยะเวลาในการฉายแสง	ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคน	
	2 เซนติเมตร	4 เซนติเมตร
	ความหนา (มิลลิเมตร)	ความหนา (มิลลิเมตร)
30 วินาที	1	1
	0.5	0.5
	ฟิล์ม	ฟิล์ม
60 วินาที	1	1
	0.5	0.5
	ฟิล์ม	ฟิล์ม

2.6 การวัดอุณหภูมิของซีเมนต์เพสต์

1. วัดอุณหภูมิใต้ซีเมนต์โดยติดสายวัดอุณหภูมิ (T_1) กับแม่แบบซิลิโคนก่อน จากนั้นจึงบรรจุตัวอย่างที่ผสมสูตรแล้วลงในแม่แบบ แล้วนำสายวัดอุณหภูมิ (T_2) วัดอุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงานโดยติดอยู่บริเวณแม่แบบซิลิโคน เริ่มบันทึกอุณหภูมิก่อนการฉายแสง ทำการบันทึกอุณหภูมิทุกๆ 5 วินาที วัดอุณหภูมิจนกระทั่งอุณหภูมิที่ได้คงที่
2. ทำการทดลองอีกครั้ง โดยเปลี่ยนการวัดอุณหภูมิจากใต้ซีเมนต์เป็นวัดอุณหภูมิที่ผิวซีเมนต์ (T_2)

2.7 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์

การหาปริมาณมอนอเมอร์ที่คงเหลือ

1. ทำการหาปริมาณมอนอเมอร์ที่คงเหลือด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ โดยใช้ไดคลอโรโรมีเทน แซ่ตัวอย่างเป็นเวลา 7 วันที่ยูณหภูมิห้อง จากนั้นทำการกรองเพื่อกำจัดองค์ประกอบที่เป็นสารอินทรีย์ออก เก็บส่วนที่เป็นของเหลวไว้ในชามระเหย และระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิห้อง
2. นำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$

การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบในก้อนซีเมนต์

1. นำครุชชีเบิ้ลไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เพื่อไล่ความชื้น จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักครุชชีเบิ้ล บันทึกน้ำหนักเป็นค่า W_1
2. นำตัวอย่างที่ได้จากการขึ้นรูปในข้อ 3.6.2 ใส่ลงในครุชชีเบิ้ล ชั่งน้ำหนัก บันทึกค่าเป็น W_2 แล้วนำไปเผาด้วยตะเกียงบุนเสนจนหมดควัน
3. นำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นทำให้เย็นจนถึงอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส แล้วทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก บันทึกค่าเป็น W_3

การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron microscope, SEM)

1. ตัวตัวอย่างที่ได้จากการขึ้นรูป ขนาด 5x5 มิลลิเมตร แล้วนำไปเคลือบด้วยทอง (Au)
2. นำตัวอย่างไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค SEM

การวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์

1. นำตัวอย่างที่ได้จากการขึ้นรูปมาแช่ในสารละลายเตตระไฮโดรฟูราน เป็นเวลา 7 วัน
2. กรององค์ประกอบที่เป็นสารอินทรีย์ออก เก็บส่วนที่เป็นของเหลวไว้ในขวดระเหย และระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิห้อง
3. ชั่งน้ำหนักส่วนที่ได้จากการระเหย 15 มิลลิกรัม ละลายในสารละลายเตตระไฮโดรฟูราน 5 มิลลิลิตร ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC

3.อภิปราย/วิจารณ์ผลการทดลอง

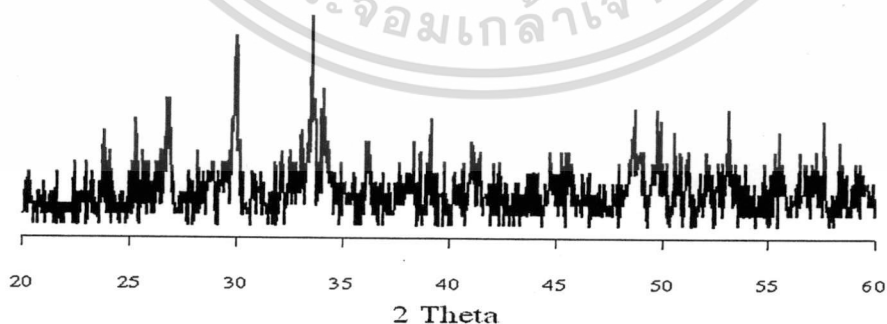
3.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของแคลเซียมซิลิเกต (CS) ที่สังเคราะห์ได้

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีตกตะกอนร่วม ด้วยเทคนิค XRF เพื่อหาค่าองค์ประกอบทางเคมี พบว่า แคลเซียมซิลิเกต (CS) ที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างแคลเซียมซิลิเกตต่อซิลิกา (Ca: Si) ได้ผลดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบทางเคมีของ CS ที่สังเคราะห์ได้

สารตัวอย่างที่	CaO%wt	SiO ₂ %wt	อัตราส่วนโดยโมล Ca: Si
1	51.80	44.90	1.24
2	51.20	45.60	1.20
3	50.50	46.20	1.17
เฉลี่ย	51.17	45.57	1.20
ค่าทางทฤษฎี	48.28	51.72	1.00

จากการตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของ CS พบว่าสัดส่วนโดยโมลของ Ca:Si มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 1.20 ซึ่งมากกว่าค่าทางทฤษฎีเล็กน้อย แต่เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบพิกสำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 23.12, 25.29, 26.81, 28.88, 29.95, 36.24, 39.02, 41.25, 52.97, 53.16 และ 57.44 องศา ซึ่งเป็นพิกของ CS ที่มีวิภาคองค์ประกอบเป็น Wollastonite ชนิดเบต้า (CaSiO₃) มีโครงสร้างผลึกแบบเป็นไตรคลินิก แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ CS ที่สังเคราะห์ได้ ภายหลังจากแคลไซน์ที่ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของพอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA)

PMMA ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย เมื่อนำไปวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิค GPC จากผลการวิเคราะห์ พบว่า PMMA มี M_n M_w และ MWD เท่ากับ 35,730 กรัม/ โมล 83,345 กรัม/ โมล และ 2.34 ตามลำดับ

3.3 ซีเมนต์ CS/PMMA

3.3.1 การทดสอบเวลาในการแห้งผิว (Set-to-touch time)

เมื่อนำซีเมนต์เพสต์สูตรที่ 1 ซึ่งมีองค์ประกอบคือ CS=0.70000 กรัม PMMA = 0.2850 กรัม MMA= 0.7000 กรัม BPO=0.0175 กรัมและ BZP=0.0070 กรัม และสูตรที่ 2 ซึ่งมีองค์ประกอบคือ CS=0.70000 กรัม PMMA=0.2510 กรัม MMA = 0.7000 กรัมและ BPO=0.0350 กรัมและ BZP=0.0140 กรัม มาผ่านการฉายแสงอัลตราไวโอเลต และทดสอบการแห้งผิว ตัวอย่างเวลาที่ใช้ในการแห้งผิวแสดงได้ ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ระยะเวลาในการแห้งผิวของซีเมนต์เพสต์ สูตรที่ 1

(CS=0.70000 g, PMMA = 0.2850 g, MMA= 0.7000 g, BPO=0.0175 g, BZP=0.0070 g)

ระยะเวลาในการฉายแสง (s)	ความหนาตัวอย่าง (mm)	ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคน	
		2 cm	4 cm
		เวลาในการแห้งผิว (s)	เวลาในการแห้งผิว (s)
30	1	แห้งทันทีหลังฉายแสง	แห้งทันทีหลังฉายแสง
	0.5	แห้งทันทีหลังฉายแสง	แห้งทันทีหลังฉายแสง
	film	แห้งทันทีหลังฉายแสง	แห้งทันทีหลังฉายแสง
60	1	แห้งทันทีหลังฉายแสง	แห้งทันทีหลังฉายแสง
	0.5	แห้งทันทีหลังฉายแสง	แห้งทันทีหลังฉายแสง
	film	แห้งทันทีหลังฉายแสง	แห้งทันทีหลังฉายแสง

จากผลการทดลองพบว่า ทุกสูตร เมื่อฉายแสงที่ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคน 4 เซนติเมตร เป็นเวลา 30 วินาที พบว่าซีเมนต์เพสต์เกิดการแห้งผิวเรียบร้อยแล้ว นั่นแสดงว่า เมื่อใช้ระยะห่างที่น้อยลง 2 เซนติเมตร หรือใช้ระยะเวลาในการฉายแสงที่นานขึ้น 60 วินาที ซีเมนต์เพสต์ควรเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะเกิดการแข็งผิวภายใน 30 วินาทีเช่นเดียวกัน และอาจมีความเป็นไปได้ว่าเวลาในการแข็งผิวมีค่าน้อยกว่า 30 วินาที ส่วนสูตรที่ 2 ให้ผลการทดลองเป็นไปในทำนองเดียวกัน

3.3.2 การทดสอบเวลาในการแข็งตัว (dry-hard time)

เมื่อนำซีเมนต์เพสต์สูตรที่ 1 และ 2 มาผ่านการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต และทดสอบการแข็งตัว บันทึกค่าเวลาในการแข็งตัว ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 3.3 และ 3.4

ตารางที่ 3.3 ค่าเฉลี่ยของเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์ สูตรที่ 1

(CS=0.70000 g, PMMA = 0.2850 g, MMA= 0.7000 g, BPO=0.0175 g, BZP=0.0070 g)

ระยะเวลาในการฉายแสง (s)	ความหนาตัวอย่าง (mm)	ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคน	
		2 cm	4 cm
		เวลาเฉลี่ย (min)	เวลาเฉลี่ย (min)
30	1	360	375
	0.5	184	188
	film	17	20
60	1	349	356
	0.5	173	176
	film	17	17

ตารางที่ 3.4 ค่าเฉลี่ยของเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์ สูตรที่ 2

(CS=0.70000 g, PMMA = 0.2510 g, MMA= 0.7000 g, BPO=0.0350 g, BZP=0.0140 g)

ระยะเวลาในการฉายแสง (s)	ความหนาตัวอย่าง (mm)	ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคน	
		2 cm	4 cm
		เวลาเฉลี่ย (min)	เวลาเฉลี่ย (min)
30	1	356	375
	0.5	184	191
	film	19	20
60	1	349	353
	0.5	173	176
	film	16	17

ผลของระยะเวลาในการฉายแสงที่มีต่อการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์

สูตรเดียวกัน ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคนเท่ากัน แต่ใช้ระยะเวลาในการฉายแสงต่างกัน จะได้ค่าเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์ต่างกัน คือเมื่อใช้ระยะเวลาในการฉายแสงมากกว่า ทำให้ใช้เวลาในการแข็งตัวน้อยกว่า เช่น การเปรียบเทียบผลจากตารางที่ 3.3 ที่ระยะห่างคงที่ 2 เซนติเมตร ซึ่งงานความหนา 1 มิลลิเมตร เมื่อใช้เวลาในการฉายแสงนาน 30 วินาที จะใช้เวลาเฉลี่ยในการแข็งตัว 360 นาที แต่เมื่อใช้เวลาในการฉายแสง 60 วินาที จะใช้เวลาเฉลี่ยในการแข็งตัว 349 นาที

ผลของระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสงที่มีต่อการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์

สูตรเดียวกัน ระยะเวลาในการฉายแสงเท่ากัน แต่ใช้ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคนต่างกัน จะได้ค่าเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์ต่างกันคือ เมื่อใช้ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคนน้อยกว่า ทำให้ใช้เวลาในการแข็งตัวน้อยกว่า เช่น การเปรียบเทียบผลจากตารางที่ 3.3 ที่ระยะเวลาในการฉายแสงคงที่ 30 วินาที ซึ่งงานความหนา 1 มิลลิเมตร เมื่อใช้ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคน 4 เซนติเมตร จะใช้เวลาเฉลี่ยในการแข็งตัว 375 นาที แต่เมื่อใช้ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคน 2 เซนติเมตร จะใช้เวลาเฉลี่ยในการแข็งตัว 360 นาที

ผลของความหนาที่มีการต่อการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์

สูตรเดียวกัน ระยะเวลาในการฉายแสงเท่ากัน ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคนเท่ากัน แต่ความหนาของชิ้นงานต่างกัน จะได้ค่าเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์ต่างกันคือ เมื่อความหนาของชิ้นงานน้อย จะใช้เวลาในการแข็งตัวน้อย แต่เมื่อความหนาของชิ้นงานมาก จะใช้เวลาในการแข็งตัวมาก เช่น การเปรียบเทียบผลจากตารางที่ 3.3 ที่ระยะเวลาในการฉายแสงคงที่ 30 วินาที ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคนคงที่ 2 เซนติเมตร เมื่อความหนาของชิ้นงาน 1 มิลลิเมตร จะใช้เวลาในการแข็งตัว 360 นาที แต่เมื่อความหนาของชิ้นงาน 0.5 มิลลิเมตร จะใช้เวลาในการแข็งตัว 184 นาที

ผลของปริมาณ BZP และ BPO ที่มีต่อการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์

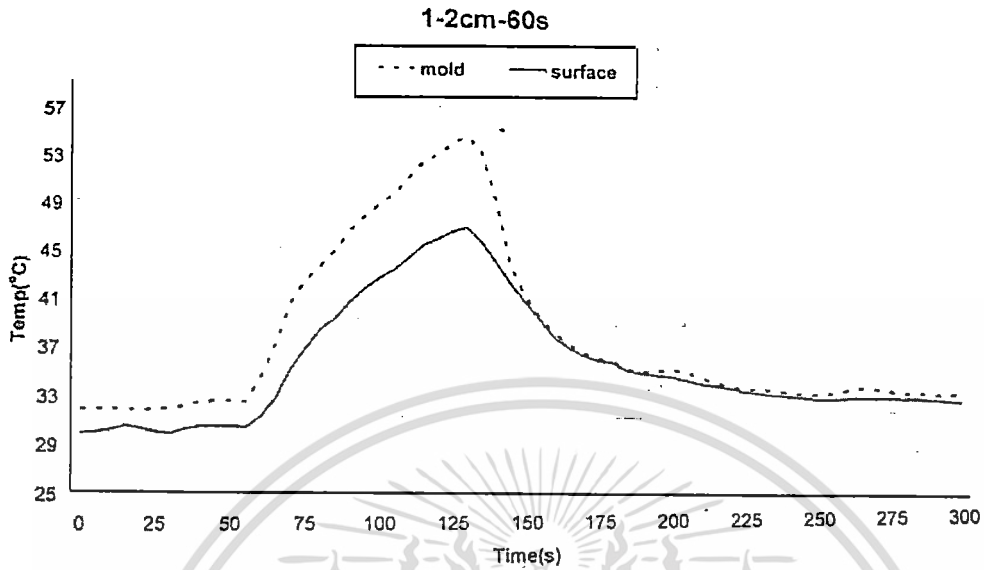
ระยะเวลาในการฉายแสงเท่ากัน ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับแม่แบบซิลิโคนเท่ากัน แต่สูตรต่างกัน คือ สูตรที่ 1 ใช้ BZP 1% และ BPO 2.5% ของน้ำหนัก MMA ส่วนสูตรที่ 2 ใช้ BZP 2% และ BPO 5% ของน้ำหนัก MMA จะได้ค่าเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์เพสต์ไม่แตกต่างกัน เช่น การเปรียบเทียบผลจากตารางที่ 3.3 กับ 3.4 ที่ระยะเวลาในการฉายแสงคงที่ 60 วินาที ระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสงคงที่ 2 เซนติเมตร ชีงงานความหนา 1 มิลลิเมตร จะใช้เวลาเฉลี่ยในการแข็งตัว 349 นาทีเท่ากัน

3.3.3 ผลการทดสอบการคายความร้อนของซีเมนต์

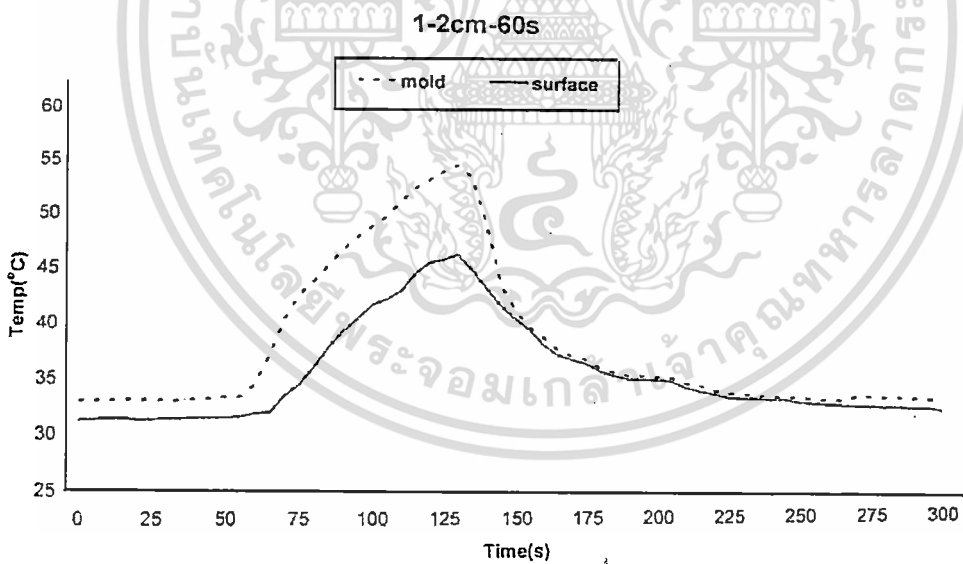
จากการวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของปฏิกิริยาการแข็งตัวของซีเมนต์ได้ผลค่าอุณหภูมิดังแสดงในรูปที่ 3.2-3.5

เมื่อเริ่มฉายแสงอุณหภูมิของซีเมนต์จะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ โดยอุณหภูมิในส่วนที่ไม่ได้สัมผัสกับชีงงานจะมีเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเนื่องจากความร้อนจากหลอด UV เพียงอย่างเดียว แต่อุณหภูมิในส่วนที่สัมผัสกับชีงงาน จะสูงขึ้นเนื่องจากการคายความร้อนจากปฏิกิริยาพอลิเมไรเซชันของ MMA ซึ่งจะเกิดการคายความร้อนที่ละน้อยอย่างช้าๆ และความร้อนจากหลอด UV ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิระหว่างจุดที่ไม่สัมผัสชีงงานกับจุดที่สัมผัสชีงงาน พบว่าจุดที่สัมผัสกับชีงงานมีอุณหภูมิต่ำกว่าเนื่องจากเกิดการสูญเสียความร้อนของ MMA

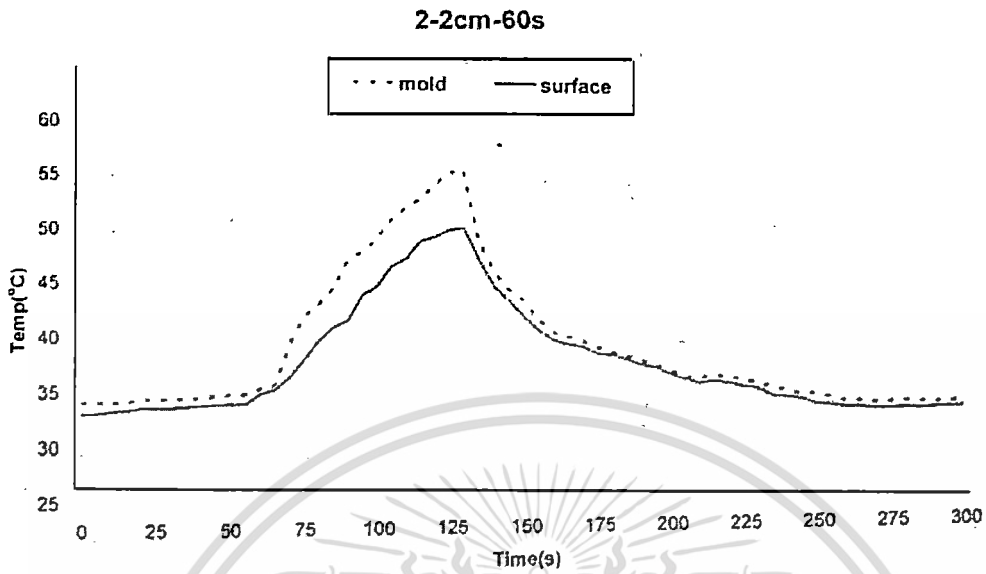
เมื่อหยุดฉายแสงพบว่าอุณหภูมิในส่วนที่ไม่สัมผัสกับชีงงานจะลดลงอย่างรวดเร็วในขณะที่อุณหภูมิในส่วนที่สัมผัสกับชีงงานจะลดลงอย่างช้าๆ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 1 และสูตรที่ 2 ให้ผลในทำนองเดียวกัน แต่ในสูตรที่ 2 การคายความร้อนของซีเมนต์มีค่าสูงกว่าเนื่องจากปริมาณของ BZP และ BPO มากกว่าสูตรที่ 1 เป็นสองเท่า



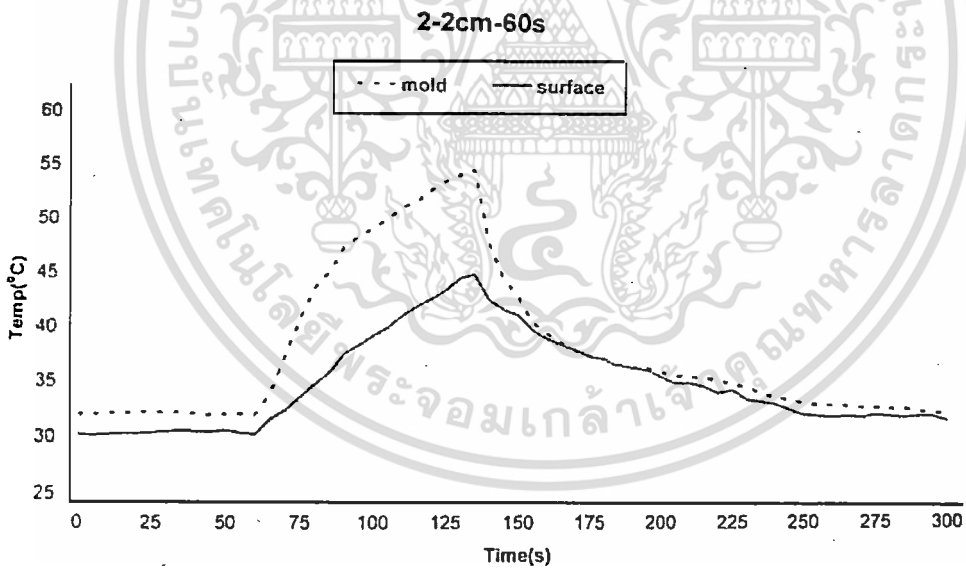
รูปที่ 3.2 การวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 1 โดย mold คืออุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงาน surface คืออุณหภูมิที่ผิวด้านบนของซีเมนต์



รูปที่ 3.3 การวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 2 โดย mold คืออุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงาน under คืออุณหภูมิใต้ซีเมนต์



รูปที่ 3.4 การวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 1 โดย mold คืออุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงาน surface คืออุณหภูมิที่ผิวด้านบนของซีเมนต์



รูปที่ 3.5 การวัดค่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของซีเมนต์สูตรที่ 2 โดย mold คืออุณหภูมิบริเวณนอกชิ้นงาน under คืออุณหภูมิใต้ซีเมนต์

3.3.4 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบในก้อนซีเมนต์

เมื่อนำตัวอย่างซีเมนต์ที่ขึ้นรูปได้จำนวน 12 ตัวอย่าง ซึ่งประกอบด้วยสูตรที่ 1 ที่เวลาในการฉายแสง 30 วินาที ระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสง 2 เซนติเมตร (1-30s-2cm) จำนวน 3 ตัวอย่าง ที่เวลาในการฉายแสง 30 วินาที ระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสง 4 เซนติเมตร (1-30s-4cm) จำนวน 3 ตัวอย่าง ที่เวลาในการฉายแสง 60 วินาที ระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสง 2 เซนติเมตร (1-60s-2cm) จำนวน 3 ตัวอย่าง และสูตรที่ 2 ที่เวลาในการฉายแสง 60 วินาที ระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสง 2 เซนติเมตร (2-60s-2cm) จำนวน 3 ตัวอย่าง ไปเผาเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณ PMMA และ CS ที่มีอยู่จริงในก้อนซีเมนต์เปรียบเทียบกับปริมาณ PMMA และ CS ตอนเริ่มต้น โดยทำการบันทึกค่าน้ำหนัก ดังนี้

W_1 คือน้ำหนักครุชชีเบล

W_2 คือน้ำหนักครุชชีเบลรวมกับชิ้นงานตัวอย่าง

W_3 คือน้ำหนักครุชชีเบลรวมกับชิ้นงานตัวอย่างที่เหลือหลังการเผาที่ 750°C

ค่าที่บันทึกได้จากการทดลองสามารถแสดงดังตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 บันทึกน้ำหนักที่ชั่งได้จากการทดลอง

สูตร	ความหนา ตัวอย่าง (mm)	น้ำหนัก (g)		
		W_1	W_2	W_3
1-30s-2cm	1	35.1978	35.7093	35.4513
1-30s-2cm	0.5	33.8302	34.2056	34.0198
1-30s-2cm	film	30.4882	30.8398	33.6694
1-30s-4cm	1	31.2468	31.5443	31.3944
1-30s-4cm	0.5	34.4645	34.7208	34.5861
1-30s-4cm	film	33.7563	34.1717	33.9682
1-60s-2cm	1	32.3166	32.5479	32.4267
1-60s-2cm	0.5	34.3827	34.7893	34.5808
1-60s-2cm	film	29.4130	29.6435	29.5306
2-60s-2cm	1	23.3312	23.8019	23.5544
2-60s-2cm	0.5	29.6173	30.0851	29.8396
2-60s-2cm	film	31.9961	32.3140	32.1473

สารที่เกิดการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 750°C เป็นสารอนินทรีย์ซึ่งประกอบด้วย พอลิเมทิลเมทาคริเลต เมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ เบนโซฟีโนน และเบนโซอินเปอร์ออกไซด์ ส่วนสารที่เหลือ

หลังการเผาเป็นสารอนินทรีย์คือ แคลเซียมซัลเฟต ซึ่งสามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\text{น้ำหนักของชิ้นงานตัวอย่าง} = w_2 - w_1$$

$$\text{น้ำหนักของ PMMA ที่ได้จากการเผา} = w_2 - w_3$$

$$\% \text{PMMA ที่ได้จากการเผา} = (w_2 - w_3 / w_2 - w_1) \times 100$$

$$\text{น้ำหนักแคลเซียมซัลเฟตที่ได้จากการเผา} = (w_3 - w_1 / w_2 - w_1) \times 100$$

ตัวอย่างการคำนวณ : สูตร 1-30s-2cm

$$\text{น้ำหนักของชิ้นงานตัวอย่าง} = 35.7093 - 35.1978$$

$$= 0.5115 \text{ g}$$

$$\text{น้ำหนักของ PMMA ที่ได้จากการเผา} = 35.7093 - 35.4513$$

$$= 0.2580 \text{ g}$$

$$\% \text{PMMA ที่ได้จากการเผา} = (0.2580 / 0.5115) \times 100$$

$$= 50.44\%$$

$$\text{น้ำหนักแคลเซียมซัลเฟตที่ได้จากการเผา} = (0.2535 / 0.5115) \times 100$$

$$= 49.56\%$$

สำหรับการคำนวณหาปริมาณองค์ประกอบในสูตรที่เหลือนั้น สามารถคำนวณได้โดยใช้วิธีเดียวกันกับวิธีข้างต้น ซึ่งผลการคำนวณแสดงดังตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 ปริมาณองค์ประกอบในก้อนซีเมนต์

สูตร	ความหนา ตัวอย่าง (mm)	ปริมาณองค์ประกอบในก้อนซีเมนต์ (%wt)			
		PMMA (เริ่มต้น)*	PMMA (เผา)	CS (เริ่มต้น)	CS (เผา)
1-30s-2cm	1	58.47	50.44	41.53	49.56
1-30s-2cm	0.5	58.46	49.49	41.54	50.51
1-30s-2cm	film	58.46	48.46	41.54	51.54
1-30s-4cm	1	58.44	50.38	41.56	49.62
1-30s-4cm	0.5	58.45	52.55	41.55	47.55
1-30s-4cm	film	58.46	48.99	41.54	51.01
1-60s-2cm	1	58.45	52.39	41.55	47.61
1-60s-2cm	0.5	58.45	51.30	41.55	48.70
1-60s-2cm	film	58.46	48.98	41.54	51.02
2-60s-2cm	1	57.58	52.58	42.42	47.42
2-60s-2cm	0.5	57.60	52.47	42.40	47.53
2-60s-2cm	film	57.60	52.43	42.40	47.57

หมายเหตุ PMMA(เริ่มต้น)* คือน้ำหนัก PMMA รวมกับ MMA ตอนเริ่มต้น

จากตารางที่ 3.6 พบว่าปริมาณองค์ประกอบในก้อนซีเมนต์ที่คำนวณได้จากการเผาเมื่อเปรียบเทียบกับตอนเริ่มต้น มีค่าใกล้เคียงกัน ต่างกันประมาณ 6-10% ซึ่งอาจเกิดจาก MMA ระเหยออกไปในระหว่างขั้นตอนการผสมขึ้นรูป และในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ซึ่งกระบวนการทั้งหมดทำในระบบเปิด

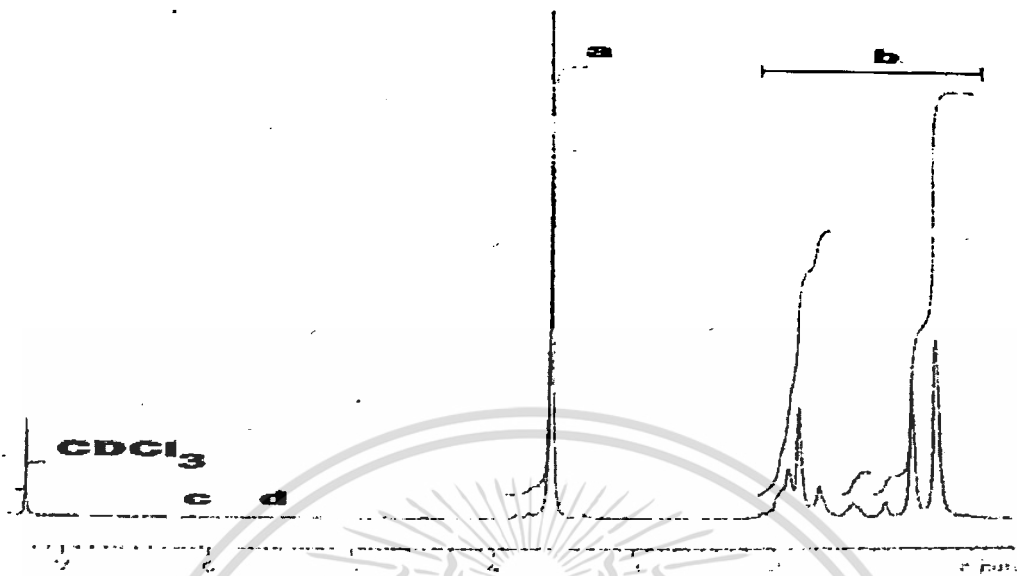
3.4 การวิเคราะห์จากเทคนิค NMR

เมื่อนำซีเมนต์ที่ผสมได้มาวิเคราะห์ทางโครงสร้างด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ เพื่อวิเคราะห์ปริมาณมอนอเมอร์ที่เหลืออยู่ พบพิกัดดังนี้

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ 0.7-2.1 (— CH_2 —, — CH_3) ppm δ 3.65 (3H, br, — OCH_3) ppm

δ 6.11 (H_a) และ δ 5.55 (H_b) ($\text{C}=\text{C}$) ppm

$$\begin{array}{c} \text{H}_c \\ | \\ \text{C}=\text{C} \\ | \\ \text{H}_d \end{array}$$



รูปที่ 3.6 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของพอลิเมทิลเมทาครีเลตในสูตร 1-60s-2cm ที่ความหนา 0.5 mm

ผลจากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณที่สำคัญ 2 สัญญาณ คือ สัญญาณที่ $\delta 3.65$ ppm (สัญญาณ a) เป็นสัญญาณโปรตอนจากหมู่เมทิล (α -Methyl) ที่ติดกับ ester-oxygen ของ PMMA ซึ่งประกอบด้วย PMMA 2 ส่วน ได้แก่ PMMA จากสารตั้งต้นในการเตรียมซีเมนต์ร่วมกับ PMMA ที่เกิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของ MMA สัญญาณในช่วง $\delta 0.7-2.1$ ppm (สัญญาณ b) เป็นสัญญาณที่เกิดจาก 2 ส่วนหลัก ได้แก่ สัญญาณโปรตอนจาก อัลฟา-เมทิล (α -Methyl) ที่ติดกับคาร์บอนของสายโซ่หลักในโครงสร้าง PMMA และสัญญาณโปรตอนจากหมู่เมทิลีน (Methylene group) ในสายโซ่หลักของ PMMA ส่วนปริมาณมอนอเมอร์คงเหลือสามารถพบสัญญาณสำคัญ 2 สัญญาณ คือ สัญญาณที่ $\delta 5.55$ ppm (สัญญาณ c) เป็นสัญญาณโปรตอนจาก อัลคีน-โปรตอน ตำแหน่ง c (H_c) สัญญาณที่ $\delta 6.11$ ppm (สัญญาณ d) เป็นสัญญาณโปรตอนจาก อัลคีน-โปรตอน ตำแหน่ง d (H_d) ซึ่งจากสเปกตรัมของ $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณ c และ d เพียงเล็กน้อยแสดงให้เห็นว่า MMA เกือบทั้งหมดเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน

3.5 การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุล PMMA ในซีเมนต์ PMMA/CS ด้วยเทคนิค GPC

เมื่อนำซีเมนต์ที่ได้ไปวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ในซีเมนต์ พบว่าค่า M_n อยู่ในช่วง 45,000 – 53,000 กรัม/โมล M_w อยู่ในช่วง 95,000 – 121,000 กรัม/โมล และ MWD อยู่ในช่วง 2.0-2.3

น้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ที่วิเคราะห์จากเทคนิค GPC มาจาก PMMA เริ่มต้น (สังเคราะห์ด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย, PMMA₁) ร่วมกับ PMMA ที่ได้จากการพอลิเมอไรเซชัน (PMMA₂) ดังนั้นสามารถคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลที่เกิดจากการพอลิเมอไรเซชันของ MMA (Mw-PMMA₂) ได้ดังต่อไปนี้

การคำนวณ

ตัวอย่าง จากสูตรที่ 1 ตัวอย่างที่ 1-30s-2cm ความหนา 1 mm

องค์ประกอบของ MMA และ PMMA₁ ในสารตั้งต้นเท่ากับ 0.7000 และ 0.2850 กรัม ตามลำดับ ดังนั้น PMMA ทั้งหมดเกิดจาก PMMA₁ และ MMA ที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (PMMA₂) มีค่าเท่ากับ 0.985 กรัม โดยสามารถ

คำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลของ MMA ได้ดังนี้

กำหนดให้ Mw-PMMA₁ คือน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA เริ่มต้น มีค่า 83,345 กรัม/โมล

Mw-PMMA₂ คือน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของ MMA

$$\begin{aligned}
 \text{Mw จาก GPC} &= \text{Mw-PMMA}_1 + \text{Mw-PMMA}_2 \\
 &= \left(\text{Mw}_{\text{PMMA}_1} \times \frac{\text{weight}_{\text{PMMA}_1}}{\text{weight}_{\text{PMMA}_1 + \text{PMMA}_2}} \right) + \left(X \times \frac{\text{weight}_{\text{MMA}}}{\text{weight}_{\text{PMMA}_1 + \text{PMMA}_2}} \right)
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{EX} \quad 103,600 &= \left(83,345 \times \frac{0.285}{0.985} \right) + \left(X \times \frac{0.700}{0.985} \right) \\
 &= 111,800 \text{ g/mol}
 \end{aligned}$$

ซึ่ง X คือน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ที่เกิดจาก MMA พอลิเมอไรเซชันไปเป็น PMMA

สำหรับการคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ที่ได้จากการพอลิเมอไรเซชันของ MMA ในสูตรที่เหลือนั้น สามารถคำนวณได้โดยใช้วิธีเดียวกันกับวิธีข้างต้นนี้ ซึ่งผลจากการคำนวณแสดงดังตารางที่

ตารางที่ 3.7 น้ำหนักโมเลกุลและค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ในก้อนซีเมนต์

สูตร	ความหนา ตัวอย่าง (mm)	ผลจาก GPC			Mw ^a (จากการ พอลิเมอไรเซชัน)
		Mn	Mw	MWD	
1-30s-2cm	1	45,200	103,600	2.29	111,800
1-30s-2cm	0.5	46,700	97,500	2.09	103,300
1-30s-2cm	film	46,500	95,700	2.06	100,600
1-30s-4cm	1	45,800	99,000	2.16	105,300
1-30s-4cm	0.5	49,800	108,800	2.19	119,200
1-30s-4cm	film	47,600	97,300	2.05	103,000
1-60s-2cm	1	46,900	110,000	2.34	120,800
1-60s-2cm	0.5	47,300	104,700	2.21	113,400
1-60s-2cm	film	47,300	94,800	2.00	99,400
2-60s-2cm	1	52,700	121,600	2.31	135,300
2-60s-2cm	0.5	47,600	102,200	2.15	108,900
2-60s-2cm	film	48,300	100,200	2.07	106,200
PMMA ^b	-	35,700	83,345	2.33	-

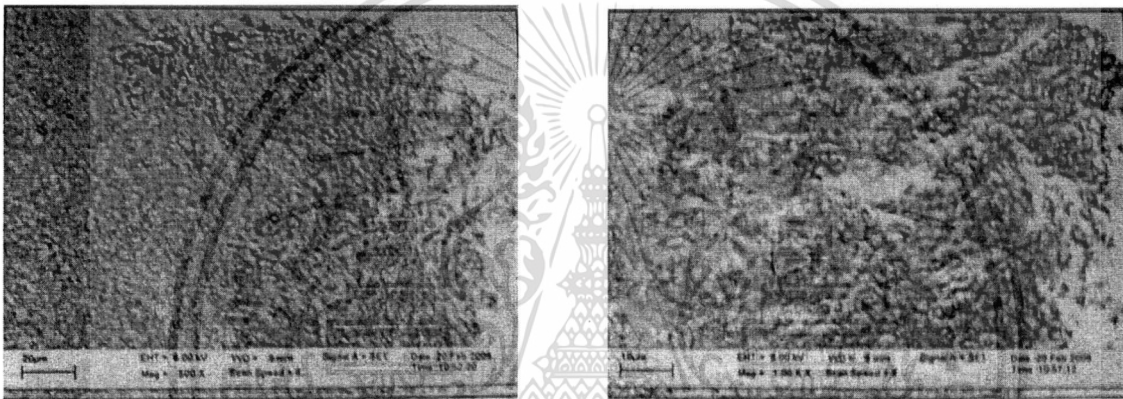
หมายเหตุ MW^a คือ น้ำหนักโมเลกุลที่ประเมินมาจากค่า Mw ที่ได้จากการวัดจากเทคนิค GPC เฉพาะส่วนที่เกิดจากการพอลิเมอไรเซชันด้วยการฉายแสง PMMA^b คือ น้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคสารละลาย

จากผลการคำนวณน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ในซีเมนต์ พบว่าน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ที่สังเคราะห์ได้ดังข้อ 3.2 แสดงให้เห็นว่า MMA เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันไปเป็น PMMA จริง นอกจากนี้ยังพบว่าน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ในก้อนซีเมนต์มีค่ามากกว่าน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย ทั้งนี้เนื่องจากในขณะที่ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันในก้อนซีเมนต์ดำเนินไป ระบบจะมีความหนืดเพิ่มขึ้นจะทำให้การสิ้นสุดของปฏิกิริยาช้าลง โดยสายโซ่พอลิเมอร์ที่มีปลายว่องไวจะทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ไปเรื่อยๆก่อนที่จะเข้าสู่การสิ้นสุดปฏิกิริยา ส่งผลให้ PMMA ในก้อนซีเมนต์มีน้ำหนักของ PMMA เริ่มต้นที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยระยะทางในการฉายแสง ระยะทางเวลาในการ

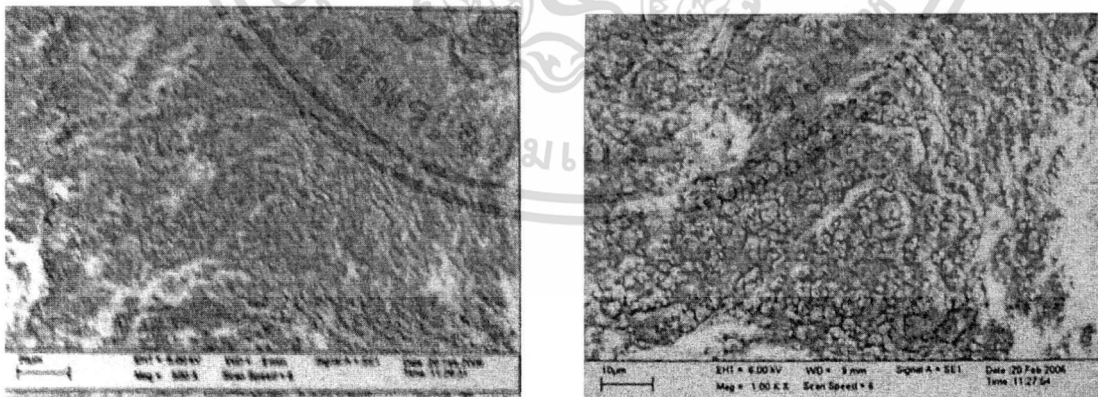
ฉายแสง ความหนาของชิ้นงาน และปริมาณของ BPO และ BZP มีผลให้ความแตกต่างของน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA แตกต่างกันเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

3.6 โครงสร้างทางจุลภาคของซีเมนต์

ดังที่ได้กล่าวมาในข้างต้นว่า PMMA ในสูตรผสมซีเมนต์ทั้งสูตรที่ 1 และ 2 มีปริมาณแตกต่างกันเล็กน้อย ทำให้ความหนืดของสูตรผสมซีเมนต์ทั้งสองสูตรไม่แตกต่างกัน ดังนั้นการกระจายตัวของ CS ใน PMMA ของซีเมนต์ทั้งสองสูตรไม่แตกต่างกันโดยจะเห็นว่า CS กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอใน PMMA เมทริกซ์ แสดงดังรูปที่ 3.7 และ 3.8



รูปที่ 3.7 ภาพถ่าย SEM แสดงการกระจายตัวของอนุภาคภายในซีเมนต์สูตรที่ 1 (PMMA 0.2850 กรัม) ขยาย 500 และ 1000 เท่า ตามลำดับ



รูปที่ 3.8 ภาพถ่าย SEM แสดงการกระจายตัวของอนุภาคภายในซีเมนต์สูตรที่ 1 (PMMA 0.2510 กรัม) ขยาย 500 และ 1000 เท่า ตามลำดับ

4. สรุปผลการทดลอง

1. ซีเมนต์แคลเซียมซิลิเกตกับพอลิเมทิลเมทาคริเลต (CS/PMMA) เตรียมได้จากการผสม ตัวริเริ่มปฏิกิริยาเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (BPO) ตัวกระตุ้นตัวริเริ่มปฏิกิริยาค่ายแสงเบนโซฟีโนน (BZP) ลงในมอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลต แล้วจึงผสมลงใน CS และ PMMA โดยมีการปรับเปลี่ยนปริมาณ BPO และ BZP เป็น 1% และ 2% โดยน้ำหนัก MMA จากนั้นฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของ MMA ได้ซีเมนต์ที่เซตตัวเป็นของแข็ง ซึ่งมีอนุภาค CS กระจายตัวอยู่ใน PMMA เมทริกซ์

2. จากการศึกษาเวลาในการแห้งผิว (set-to-touch time) และเวลาในการแข็งตัว (dry-hard time) พบว่า ซีเมนต์ทุกสูตรเกิดการแห้งผิวภายในเวลา 30 วินาที ส่วนเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์มีความสัมพันธ์กับความหนาของชิ้นงาน ระยะเวลาในการฉายแสง และระยะห่างจากแหล่งกำเนิดแสง ส่วนปริมาณของ BPO และ BZP ที่แตกต่างกันระหว่าง 2 สูตรนั้นไม่ได้ให้ผลที่แตกต่างกันมากนัก

3. เมื่อศึกษาการคายความร้อนของซีเมนต์ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน พบว่า การใช้เทคนิคการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตเพื่อให้เกิดปฏิกิริยานี้ มีการคายความร้อนที่ต่ำหรือค่อยๆ คายความร้อนไปที่ละน้อย โดยเมื่อปริมาณ BZP และ BPO มากขึ้นของสูตรที่ 2 จะเกิดการคายความร้อนเพิ่มขึ้น

5. เอกสารอ้างอิง

1. B.D. Ratner, A.S. Hoffman, F.J. Schoen, J.E. Lemons, 1996, **Biomaterials science : an introduction to material in medicine**, Sandiego California, USA.
2. P.B. John, 1979, **Biomaterials An Introduction**, New York, Plenum Press.
3. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2545 . เอกสารประกอบการสอนวิชาวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
4. R.Z. LeGeros and J.P. LeGeros, 1993, **An introduction to bioceramics**, Singapore, World Scientific Publishing Co.
5. L.L. Hench and J. Wilson, **An introduction to bioceramics**, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., Singapore, 1993.
6. A. Ulrich, 1993, **Introduction to Industrial Polymer 2nd**, Hanser Publisher, Germany.
7. S.P. Parker, 1993, **Encyclopedia of Chemistry Vol. 3**, McGraw-Hill Inc., USA.
8. B. Dietoich, P. Viout, J.M. Lehn, 1993, **In Macrocyclic Chemistry**, VCM, Weinim.
9. M.B. Smith, 1994, **Organic Synthesis, International edition**, McGraw-Hill, Germany.
10. <http://magnet.mtec.or.th/Internet/news/cool.stuff/cool2.html>.
11. H. Aoki, 1994, **Medical Application of Hydroxyapatite**, Ishiyaky Euro, Tokyo .
12. R.Z. LeGeros, 1991, Calcium Phosphate in Oral Biology and Medicine, **Monographs in Oral science**, 15.
13. Absoluteastronomy.com.Ultraviolet.[Online].Available:
<http://www.absoluteastronomy.com/encyclopedia/u/ul/ultraviolet.html>
14. Acosta R. 1996. "The synthesis and evaluation of novel PS for controlled degradation of PE" **Polymer degradation and stability**. 32 : 11-17.
15. Lecamp L., Youssef B. and Bunel C. 1997. "Photoinitiated polymerization of a dimethacrylate oligomer : Influence of photoinitiator concentration, temperature and light intensity". **Polymer**. 25 : 6089-6096.
16. Price B.T., Felix C., Andreou P. 2004. "Effect of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights". **Biomaterial**. 25 : 4465-4477.
17. Bennett W., Watts C. 2004. "Performance of two blue light-emitted-diode dental light curing units with distance and irradiation-time". **Dental Material**. 20 : 72-79.

18. Apicella A., Simeone M., Aversa R., Lanza A., Apicella D. 2005. "Light shielding effect of overlaying resin composite on the photopolymerization cure kinetics of a resin composite and a dentin adhesive". **Dental Materials**. 21 : 954-961.

