

การตั้งเครื่องแปลเชื่อมโยงซีดีเกิดโดยเทคนิคโซล-เจล



เลขที่.....
เลขทะเบียน.....49264
วัน, เดือน, ปี 18 ก.พ. 2547

b.....
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2545

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Synthesis of Calcium Silicate by Sol-Gel Technique



Miss Yupares

Kaewpinuk

Miss Siriporn

Bamroongpan

A Special Project Submitted in Partial Fulfilment of the Requirement for the Degree of

Bachelor of Science

Department of Chemistry

Faculty of Science

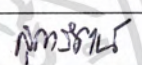
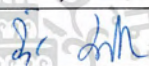
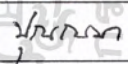
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Academic Year 2002

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ เรื่อง การสังเคราะห์แคลเซียมซัลเฟตโดยเทคนิคโซล-เจล
นักศึกษา นางสาวยุพเรศ แก้วพินิจ
นางสาวศิริพร บำรุงพันธ์
ภาควิชา เคมี
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา 2545
อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ปทุมมา ศิริพันธ์โนน

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ดร.สุภารัตน์ รัชชลธิ	
กรรมการ ดร.ภัทธวาท มนต์วิเศษ	
กรรมการ ดร.ปทุมมา ศิริพันธ์โนน	



(รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย)

หัวหน้าภาควิชา

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตเทคนิคโซล-เจล	
นักศึกษา	นางสาวยุพรศ	แก้วพินิจ
	นางสาวศิริพร	บำรุงพันธ์
ภาควิชา	เคมี	คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม	
ปีการศึกษา	2545	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ปยุตธมา	ศิริพันธ์ โนน

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตด้วยเทคนิคโซล-เจล (Sol-gel) โดยใช้เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate, $C_8H_{20}O_4Si$) และแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต (Calciumnitrate tetrahydrate, $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$) เป็นสารตั้งต้น โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างเอทานอลและน้ำกลั่นในอัตราส่วนโดยปริมาตรเท่ากับ 275:25 250:50 150:150 และ 50:250 จากการทดลองพบว่าที่อัตราส่วนตัวทำละลายผสมเอทานอล : น้ำกลั่นเท่ากับ 275:25 จะให้สารผลิตภัณฑ์ที่มีอัตราส่วนโมลของ CaO/SiO_2 เท่ากับ 1.046 ซึ่งเข้าใกล้ค่าทางทฤษฎีของ $CaSiO_3$ มากที่สุด เมื่อปริมาณน้ำกลั่นในตัวทำละลายผสมเพิ่มขึ้น จะเป็นผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารตั้งต้นเป็นซิลานอล (Silanol) มีค่าสูงกว่าปฏิกิริยาควบแน่นของซิลานอลเป็นซิลอกเซน (Siloxane) สารที่สังเคราะห์ได้นำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$ และ $900^\circ C$ พบว่าเมื่ออัตราส่วนโมลของ CaO/SiO_2 มีค่าใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี (1.000) วัสดุผลึกที่ได้จะเป็น Wollastonite-2M แต่ถ้าอัตราส่วนโมลสูงกว่าค่าทางทฤษฎี (>1.000) จะพบวัฏภาคของแคลเซียมซิลิเกตชนิดอื่นร่วมอยู่ด้วย สมบัติความว่องไวทางชีวภาพของแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้นำไปทดสอบโดยแช่ในสารละลายจำลองของเหลวในร่างกาย (Simulated body fluid ; SBF) เป็นเวลา 1-25 วัน ภายหลังจากการแช่พบว่าเกิดการก่อตัวของฟิล์มไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่พื้นผิวของแคลเซียมซิลิเกต แสดงให้เห็นแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้เป็นวัสดุที่มีความว่องไวทางชีวภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	✓ Synthesis of Calcium Silicate by Sol-Gel Technique	
Student	Miss Yupares	Kaewpinuk
	Miss Siriporn	Bamroongpan
Department	Chemistry	
Program	Industrial Chemistry	
Academic Year	2002	
Special Project Advisor	Dr.Punnama	Siriphannon

Abstract

This research studied the synthesis of calcium silicate by sol-gel technique. Starting substances were tetraethylorthosilicate ($C_8H_{20}O_4Si$) and calcium nitrate tetrahydrate ($Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$) by using a mixed solvent water and ethanol. The ratios of ethanol to water were 275:25 250:50 150:150 50:250. From the experimental, it was the closest found that the 275 :25 ratio of ethanol to water gave the product having the CaO/SiO_2 molar ratio of 1.046 in which it was value to the theoretical value of $CaSiO_3$. If the water content in the mixed solvent increased, the rate of hydrolysis reaction of starting substance (to silanol) would be greater than that of condensation of silanol to siloxane. The as-prepared powders were calcined at $500^\circ C$ and $900^\circ C$. It was found that if the molar ratio of CaO/SiO_2 closed to theoretical value (1.000), the crystalline phase was wollastonite-2M. When the molar ratio of CaO/SiO_2 was higher than the theoretical value (>1.000), the other phases of calcium silicate were observed. Bioactivity of the synthesized calcium silicate was investigated by soaking in simulated body fluid (SBF) for 1 – 25 days. After prolonged soaking, formation of hydroxyapatite film was observed on the $CaSiO_3$ surface. This result indicated that the synthesized $CaSiO_3$ was a bioactive material.

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษนี้สำเร็จลงได้เนื่องจากได้รับความร่วมมือ ความช่วยเหลือ ตลอดจนคำแนะนำที่เป็นประโยชน์จากบุคคลและองค์กรต่างๆ

ขอขอบคุณ ดร.ปยุตต์มา สิริพันธ์โนน ที่กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำปรึกษาและความช่วยเหลือในการทำโครงการพิเศษนี้มาโดยตลอด

ขอขอบคุณ ดร.สุภรัตน์ รักขลธิ์ ดร.ภัทธาวิช มนต์วิเศษ และดร.ดวงกมล ดัฒนาค อาจารย์คณะกรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่กรุณาตรวจสอบและแก้ไขพร้อมทั้งให้คำแนะนำเพิ่มเติมเพื่อให้โครงการพิเศษฉบับนี้ถูกต้องและสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณอาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำปรึกษาจนงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบคุณนักวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีในการทำโครงการพิเศษ

ขอขอบคุณ คุณสังกะ โสภณวุฒิสวัสดิ์ และเจ้าหน้าที่ของศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์และอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรสโกปี (XRF) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM)

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบคุณบิดา มารดา ญาติพี่น้อง และขอบคุณเพื่อน รุ่นพี่ รุ่นน้องทุกท่านที่คอยช่วยเหลือและเป็นกำลังใจให้มาโดยตลอด

นอกจากนี้ยังมีบุคคลอีกมากมายซึ่งยังมิได้กล่าวถึง ณ ที่นี้ที่มีส่วนช่วยเหลือให้โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จ ทางผู้จัดทำก็ขอขอบพระคุณมา ณ โอกาสนี้ด้วย

นางสาวบุพเรศ แก้วพินิจ

นางสาวศิริพร บำรุงพันธ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของโครงการ	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.5 ขั้นตอนการดำเนินงาน	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 แคลเซียมซิติเกต	4
2.1.1 ข้อมูลทั่วไป	4
2.1.2 สมบัติของแคลเซียมซิติเกต	5
- สมบัติทางกายภาพ	5
- สมบัติทางเคมี	5
2.1.3 โครงสร้างของแคลเซียมซิติเกต	7
2.1.4 สมบัติเด่นและประโยชน์ของแคลเซียมซิติเกต	9
2.1.5 การประยุกต์ใช้งานแคลเซียมซิติเกตในปัจจุบัน	10
2.2 การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์	10
2.2.1 การเตรียมเซรามิกส์โดยวิธีปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง	10
2.2.2 การเตรียมเซรามิกส์จากการตกตะกอนร่วม	10
2.2.3 การเตรียมเซรามิกส์โดยเทคนิค โซล-เจล	11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ	17
2.3.1 วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ	17
- ชนิดของวัสดุทางชีวภาพ	17
- กลไกและการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ	21
- การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ	21
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้แคลเซียมซิติเกต	22
บทที่ 3 การวิจัยและการดำเนินงาน	24
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	24
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	24
3.3 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติเกตโดยวิธีทางเคมี	26
3.3.1 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติเกตโดยวิธีโซล-เจล	27
3.3.2 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติเกตโดยวิธีการตกตะกอนร่วม	28
3.3.3 การแคลไซน์สารที่สังเคราะห์ได้	29
3.3.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้	30
- องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้	30
- ภูมิภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้	30
3.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง	30
3.4.1 การเตรียมสารละลาย SBF	30
3.4.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของผงแคลเซียมซิติเกตที่สังเคราะห์ได้	31
3.4.3 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ	32
- การเปลี่ยนแปลงภูมิภาคที่เป็นผลึก	32
- การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง	32
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	33
4.1 องค์ประกอบทางเคมี	33
4.2 ผลของสภาวะการสังเคราะห์ที่มีต่อการเปลี่ยนภูมิภาคของสารที่สังเคราะห์ได้	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3 การทดสอบสมบัติความว่องไว (Bioactivity) ของแคลเซียมซิติเกต ที่สังเคราะห์ได้	37
4.3.1 การเปลี่ยนแปลงของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่แคลเซียมซิติเกต	37
4.3.2 การเปลี่ยนแปลงของแคลเซียมซิติเกตภายหลังจากแช่สารละลาย SBF	38
- การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึก	38
- การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของสาร	42
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	46
5.1 สรุปผลการทดลอง	46
5.2 ข้อเสนอแนะ	47
เอกสารอ้างอิง	48
ภาคผนวก	50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2-1 ข้อมูลทั่วไปของแคลเซียมซิติเกต	4
ตารางที่ 2-2 การประยุกต์ใช้งาน ข้อดี และข้อเสียของวัสดุชีวภาพ	18
ตารางที่ 3-1 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์แคลเซียมซิติเกตโดยเทคนิคโซล-เจล	27
ตารางที่ 3-2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF	30
ตารางที่ 3-3 ความเข้มข้นของไอออนของสารละลาย SBF เทียบกับเลือดมนุษย์	31
ตารางที่ 4-1 องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมซิติเกตที่ได้จากเทคนิค โซล-เจล	33
ตารางที่ 4-2 องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมซิติเกตที่ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม	33
ตารางที่ 4-3 วัฏภาคผลึกของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้	36
ตารางที่ 4-4 ค่า pH ของสารละลาย	37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2-1 แผนภาพแสดงการเปลี่ยนเฟส (Phase diagram) ของ CaO และ SiO ₂	6
รูปที่ 2-2 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกต	8
(a) การจัดเรียงผลึกแบบ Triclinic Monoclinic และ Hexagonal	
(b) Subclass : Inosilicates แบบ Single chain silicate	
รูปที่ 2-3 รูปผลึกของ wollastonite ที่พบได้ในธรรมชาติ	9
รูปที่ 2-4 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์เซรามิกส์ด้วยเทคนิคโซล-เจล	12
รูปที่ 2-5 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง ต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส	14
รูปที่ 2-6 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง ต่ออัตราการละลาย และเวลาในการเกิดเจล	15
รูปที่ 2-7 เทคนิคในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล	15
รูปที่ 2-8 ลำดับของการเกิดวัฏภาคต่างๆในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล	17
รูปที่ 2-9 ความว่องไวของวัสดุทางชีวภาพทั้ง 4 ชนิด	20
วัสดุที่ใช้ A คือ 4S5 Bioglass [®] B คือ KGC ceravital [®]	
C คือ 5S4.3 Bioglass [®] D คือ A/W glass – ceramic [®]	
E คือ HA F คือ KGX ceravital [®] G คือ Al ₂ O ₃ – Si ₃ N ₄	
รูปที่ 2-10 แผนภาพแสดงการเปรียบเทียบความหนาของชั้นที่เกิดปฏิกิริยาของวัสดุชีวภาพประเภทต่างๆ	20
รูปที่ 3-1 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกต	26
รูปที่ 3-2 การเตรียมแคลเซียมซิลิเกต โดยเทคนิคโซล-เจล	28
รูปที่ 3-3 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกต โดยการตกตะกอนร่วม	29
รูปที่ 4-1 วัฏภาคผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะและวิธีต่างๆ	35
รูปที่ 4-2 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคผลึกของแคลเซียมซิลิเกต (G-24) ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 5 10 20 และ 25 วัน	38
รูปที่ 4-3 การเปลี่ยนแปลง วัฏภาคผลึกของแคลเซียมซิลิเกต (G-25) ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 5 10 20 และ 25 วัน	39

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4-4 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคผลึกของแคลเซียมซลิเกต (G-26) ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 5 10 20 และ 25 วัน	40
รูปที่ 4-5 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคผลึกของแคลเซียมซลิเกต (C-23) ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 5 และ 20 วัน	41
รูปที่ 4-6 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมซลิเกตที่สังเคราะห์ได้ก่อนและหลังแช่สารละลาย SBF	42
รูปที่ 4-6 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมซลิเกตที่สังเคราะห์ได้ก่อนและหลังแช่สารละลาย SBF (ต่อ)	43
รูปที่ 4-7 โครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เกิดขึ้นหลังแช่แคลเซียมซลิเกต (G-25) ในสารละลาย SBF ที่กำลังขยาย 1,000 และ 5,000 เท่า	44
รูปที่ 4-8 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมซลิเกตที่ถูกเคลือบด้วยชั้นฟิล์มของไฮดรอกซีแอปพาไทต์	44
รูปที่ 4-9 โครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีแอปพาไทต์และ calcite (CaCO_3)	45

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการวิจัย

ในอดีตเมื่อเกิดโรคภัยไข้เจ็บหรือเกิดอุบัติเหตุอย่างรุนแรงซึ่งอาจทำให้เนื้อเยื่อและอวัยวะต่างๆเกิดความเสียหายจนไม่อาจรักษาหรือทำให้กลับมาใช้งานได้โดยมีประสิทธิภาพเหมือนเดิม ในทางการแพทย์จะนำวัสดุต่างๆที่มีความแข็งแรง เช่น โลหะ มาใช้ยึดอวัยวะส่วนนั้นไว้เพื่อให้สามารถใช้งานได้ แต่ในความเป็นจริงนั้นการใช้งานไปเป็นเวลานานอาจทำให้เนื้อเยื่อและอวัยวะรอบโลหะเกิดการอักเสบหรือเกิดโรคแทรกซ้อนตามมาได้ ในทางการแพทย์จึงได้หันมาศึกษาทางด้าน การเปลี่ยนถ่ายอวัยวะเทียมที่ผลิตจากวัสดุที่มีความเหมาะสมและสามารถเข้ากันได้ดีกับระบบชีวภาพภายในร่างกายเพื่อนำมาใช้แทนโลหะ วัสดุสังเคราะห์ที่นำมาผลิตอวัยวะเทียมดังกล่าวนี้ เรียกว่า วัสดุชีวภาพ (Biomaterials) ซึ่งวัสดุชีวภาพเหล่านี้อาจมีสมบัติที่ดีว่าการเปลี่ยนถ่ายโดยใช้ อวัยวะจริงจากผู้บริจาค เพราะเมื่อยามต้องการก็สามารถสังเคราะห์ให้ทันที่ นอกจากนี้สามารถควบคุมคุณภาพและสมบัติของวัสดุชีวภาพให้มีความคล้ายคลึงกับเนื้อเยื่อของร่างกายได้ วัสดุทางชีวภาพ แบ่งได้เป็น 4 ชนิด คือ วัสดุที่ค่อนข้างเหนียว วัสดุที่มีรูพรุน วัสดุที่สามารถถูกดูดซับได้ และวัสดุที่ ว่องไวทางชีวภาพ โดยวัสดุชีวภาพที่น่าสนใจ คือ วัสดุที่ว่องไวทางชีวภาพประเภทเซรามิกส์ซึ่ง เซรามิกส์ที่มีสมบัติดังกล่าวมักมีองค์ประกอบหลัก คือ แคลเซียมออกไซด์ (CaO) ซิลิกา (SiO₂) และ ไดฟอสฟอรัสเพนตะออกไซด์ (P₂O₅) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะสังเคราะห์และศึกษาสมบัติ ของเซรามิกส์แคลเซียมซิลิเกต (CaSiO₃) ซึ่งมีองค์ประกอบหลักทางเคมีคือ CaO และ SiO₂ แคลเซียมซิลิเกตสามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธี เช่น การบดผสมเชิงกลและการตกตะกอนร่วม เป็นต้น แต่ผลการสังเคราะห์ที่ได้มักมีสารอื่นเจือปนอยู่ด้วยและควบคุมอัตราส่วนของ CaO/SiO₂ ให้มีค่าตามที่ต้องการได้ยาก ในงานวิจัยนี้จึงใช้เทคนิคโซล-เจลในการสังเคราะห์ CaSiO₃ เพราะ เทคนิคโซล-เจลจะได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง และสามารถควบคุมองค์ประกอบของสาร ประกอบออกไซด์ผสมได้ดี CaSiO₃ ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีโซล-เจลจะถูกนำไปทดสอบสมบัติ ความว่องไวทางชีวภาพเปรียบเทียบกับสารที่สังเคราะห์ได้จากวิธีอื่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์

1. สังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีโซล-เจล
2. ศึกษาปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อสมบัติและองค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้
3. ศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีโซล-เจลเพื่อใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตวัสดุทางชีวภาพและอวัยวะเทียมเพื่อใช้ในทางการแพทย์ โดยศึกษาถึงสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตเพื่อให้ได้อัตราส่วนของ CaO/SiO_2 มีค่าใกล้เคียงค่าทางทฤษฎีของ CaSiO_3 แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ เช่น การฉายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectroscopy) การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction) เป็นต้น โดยจะเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่าง CaSiO_3 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจลเทียบกับวิธีการตกตะกอนร่วม นอกจากนี้แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์สมบัติความว่องไวทางชีวภาพภายใต้สภาวะจำลองของร่างกายมนุษย์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทำให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีโซล-เจล
2. ทำให้ทราบถึงปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติและองค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้
3. ทำให้ทราบถึงความเป็นไปได้ในการนำเอาแคลเซียมซิลิเกตมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมเพื่อใช้ในทางการแพทย์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.5 ขั้นตอนการดำเนินงาน

1. ศึกษาค้นหาข้อมูลและทฤษฎีต่างๆที่เกี่ยวข้องกับโครงการวิจัย
2. วางแผนและดำเนินการทดลอง
3. สังเคราะห์แคลเซียมซิติเกตโดยวิธีโซล-เจลและหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์และสังเคราะห์แคลเซียมซิติเกตโดยการตกตะกอนร่วมเพื่อนำผลการทดลองมาเปรียบเทียบกัน
4. ตรวจสอบคุณสมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีต่างๆ
5. ทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลองของร่างกาย
6. วิเคราะห์ สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง
7. นำเสนอผลงานวิจัย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

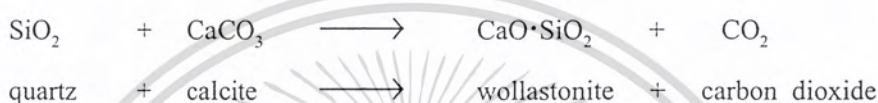
บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 แคลเซียมซิลิเกต

2.1.1 ข้อมูลทั่วไปของแคลเซียมซิลิเกต [1-2]

Wollastonite หรือแคลเซียมซิลิเกตสามารถเกิดขึ้นในธรรมชาติจากอันตรกิริยาของหินปูนที่มีแคลไซต์ (Calcite; CaCO_3) เป็นองค์ประกอบกับซิลิกา (Silica; SiO_2) โดยจะต้องมีความร้อนและความดันเข้ามาเกี่ยวข้องด้วย ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปดังสมการ



ซึ่ง Wollastonite ที่ได้จะมีความแข็งแรงสูงสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานต่างๆ เช่น งานเคลือบผิว ส่วนประกอบในเซรามิกสัประเภทอิฐทนไฟ เป็นต้น

ตารางที่ 2-1 ข้อมูลทั่วไปของแคลเซียมซิลิเกต [2]

ข้อมูลทั่วไป	
โครงสร้างทางเคมี	CaSiO_3 หรือ $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$
องค์ประกอบทางเคมี	มวลโมเลกุล 116.1625 แคลเซียม 34.50 %wt ซิลิกอน 24.18 %wt ออกซิเจน 41.32 %wt
ลักษณะวิทยา	Acicular
อัตราส่วนความยาวต่อความกว้าง (Aspect ratio)	มีค่า 20 : 1 ถึง 3 : 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.2 สมบัติของแคลเซียมซิลิเกต

สมบัติทางกายภาพของแคลเซียมซิลิเกต [1-3]

1) ความหนาแน่น (Density)

ความหนาแน่นของ Wollastonite บริสุทธิ์จะอยู่ในช่วง $2.87 - 3.09 \text{ g/cm}^3$ ที่มีค่าเป็นช่วงเนื่องจากมีโลหะอื่นเจือปน เช่น อลูมิเนียม เหล็ก แมกนีเซียม แมงกานีส โพแทสเซียม และโซเดียม มาแทนที่แคลเซียมในโครงสร้างผลึก

2) สี (Color)

Wollastonite บริสุทธิ์จะมีสีค่อนข้างขาวแต่ถ้ามีโลหะอื่นเจือปนสีอาจจะเปลี่ยนเป็นสีครีม สีเทา สีชมพู สีน้ำตาล หรือสีแดง โดยสีจะเป็นตัวบ่งชี้ถึงสารเจือปนที่มีอยู่ในพื้นผิวของผลึกหรือโครงสร้างผลึก

3) การขยายตัวทางความร้อน (Thermal expansion)

ค่าสัมประสิทธิ์ทางความร้อนและอัตราส่วนความยาวต่อความกว้าง (aspect ratio) ของ Wollastonite จะทำให้ Wollastonite มีความต้านทานต่อการเกิด Thermal shock สูงทำให้สามารถประยุกต์ใช้ในงานที่อุณหภูมิสูงได้ เช่น อิฐทนไฟ กระจกกันความร้อน เป็นต้น

4) ความแข็ง (Hardness)

Wollastonite มีค่าความแข็งตกอยู่ในช่วง 5 – 5.5

5) ริวลาย (Streak)

เส้นริวลายของ Wollastonite ในธรรมชาติ จะมีสีขาว

6) จุดหลอมเหลว (Melting point)

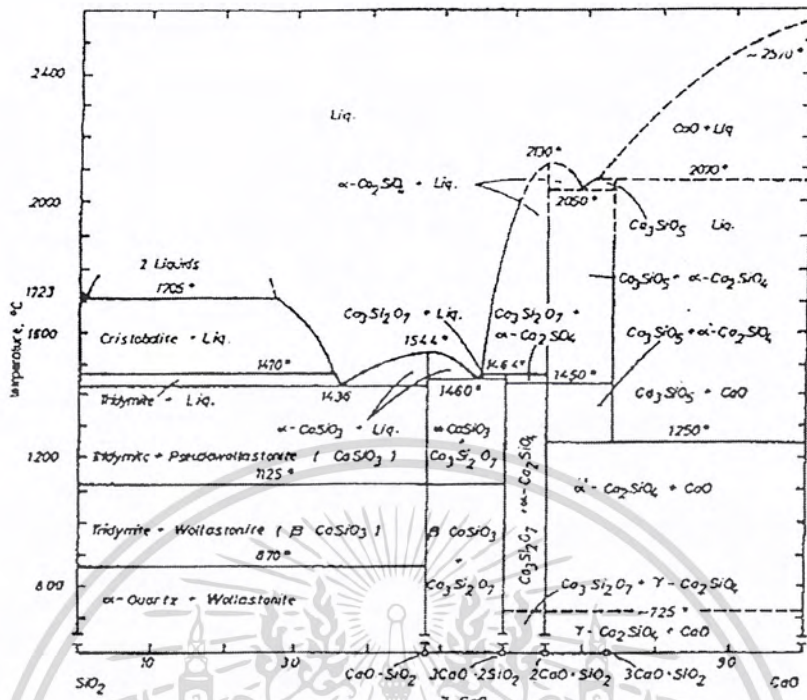
Wollastonite ในธรรมชาติมีจุดหลอมเหลว 1540°C

สมบัติทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกต [2,4]

Wollastonite เป็นแร่ที่พบได้ในธรรมชาติโดยมีส่วนประกอบโดยน้ำหนักเป็น CaO 48.28% และ SiO_2 51.72% มีความสามารถในการละลายน้ำเท่ากับ 0.0095 g/100 ml

เนื่องจาก Wollastonite มีความสามารถในการละลายน้ำต่ำจึงวัดค่า pH โดยนำ Wollastonite ไปละลายน้ำให้อยู่ในรูปของสารละลายแขวนลอย (10% slurry) ซึ่งมีค่า pH อยู่ในช่วง 8-10

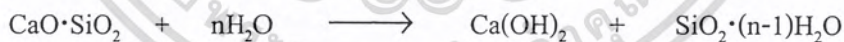
องค์ประกอบของ Wollastonite จะเปลี่ยนตามอุณหภูมิและส่วนประกอบดังแสดงในรูปที่



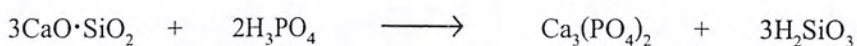
รูปที่ 2-1 แผนภาพแสดงการเปลี่ยนวิภาค (Phase diagram) ของ CaO และ SiO₂ [5]

1) ความว่องไวทางปฏิกิริยาเคมี

Wollastonite บริสุทธิ์จะค่อนข้างเฉื่อยแต่สามารถละลายน้ำได้บ้าง ปฏิกิริยาแสดงดังสมการ



การเกิด Ca(OH)₂ จะทำให้ค่า pH เพิ่มขึ้น Wollastonite จะเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วกับกรดโดยเฉพาะอย่างยิ่งกรดไฮโดรคลอริก กรดอย่างอื่นที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้คือ กรดซัลฟูริก กรดฟอสฟอริก กรดอะซิติก กรดซिटริก กรดแลกติก และกรดฟอร์มิก เป็นต้น ปฏิกิริยาของ Wollastonite กับกรดฟอสฟอริกแสดงดังสมการ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Wollastonite มีค่า pH สูงจะมีประโยชน์ในอุตสาหกรรมสีโดยช่วยลดความเป็นกรดของพอลิไวนิลอะซิเตท

3) Loss On Ignition (LOI)

LOI คือปริมาณวัสดุที่ระเหยได้เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1000°C Wollastonite มีค่า LOI ต่ำอยู่ในช่วง 0.5 – 2% โดยน้ำหนัก

2.1.3 โครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกต [1,6]

แคลเซียมซิลิเกตจัดอยู่ในกลุ่ม Pyroxenoid และในกลุ่มย่อย Inosilicates ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างแบบสายโซ่เดี่ยวซิลิเกต (Single chain silicate) โดยสารประกอบประเภทนี้มีการจัดเรียงผลึกในหลายแบบ เช่น ไตรคลินิก (Triclinic) โมโนคลินิก (Monoclinic) และเฮกซะโกนอล (Hexagonal) เป็นต้น ดังรูปที่ 2-2 (a)

มิติของเซลล์ (Cell dimension)

$$a = 7.94 \text{ \AA}$$

$$b = 7.32 \text{ \AA}$$

$$c = 7.07 \text{ \AA}$$

$$z = 6$$

$$\alpha = 90.033^\circ$$

$$\beta = 95.367^\circ$$

$$\gamma = 103.433^\circ$$

สัดส่วนของแกน (Axial ratio)

$$A : B : C = 1.0846 : 1 : 0.9658$$

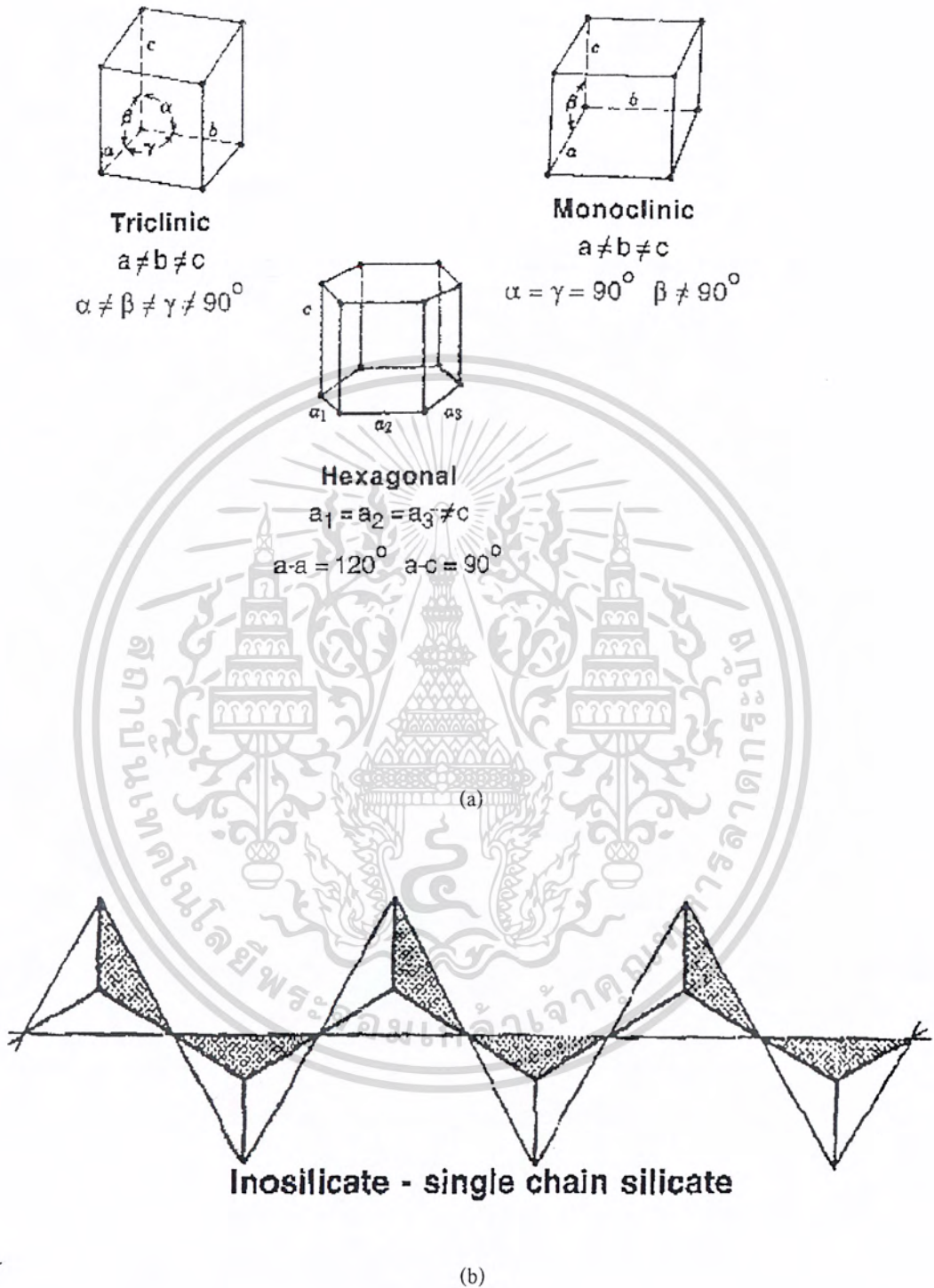
$$(A = a/b, B = b/c, C = c/b)$$

ปริมาตรต่อหน่วยเซลล์ (V)

$$397.92 \text{ \AA}^3$$

ระบบผลึก

แบบ Triclinic

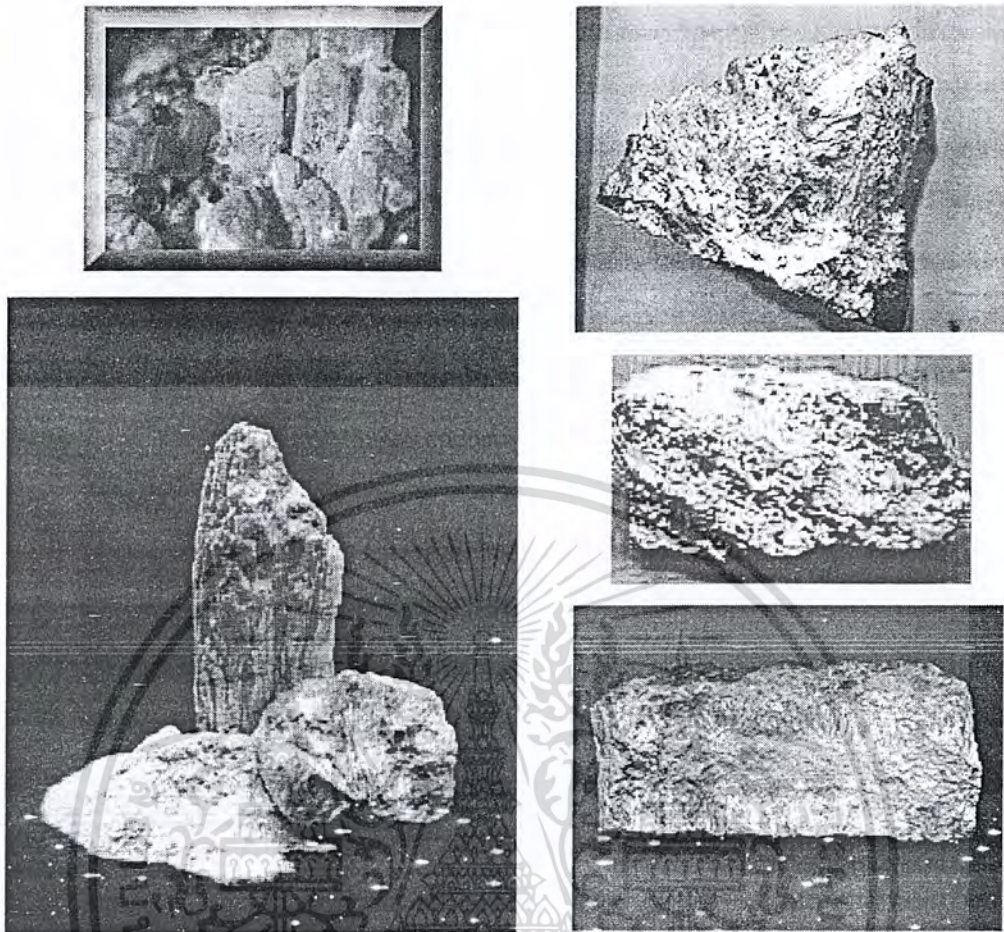


รูปที่ 2-2 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกต [7]

(a) การจัดเรียงผลึกแบบ Triclinic Monoclinic และ Hexagonal

(b) Subclass : Inosilicates แบบ Single chain silicate

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-3 รูปผลึกของ Wollastonite ที่พบได้ในธรรมชาติ [6,8]

2.1.4 สมบัติเด่นและประโยชน์ของแคลเซียมซิลิเกต [9]

1. แคลเซียมซิลิเกตมีความเหนียวมากถึงแม้ว่าสามารถละลายในกรดไฮโดรคลอริกได้แต่ก็จะไม่เกิดปฏิกิริยากับสารชนิดอื่นในระหว่างการนำไปใช้งานหรือหลังจากผ่านกระบวนการผลิตแล้ว
2. แคลเซียมซิลิเกตที่มีสีขาวหรือไม่มีสีนิยมใช้ทำเป็นผงสีขาว
3. แคลเซียมซิลิเกตมี pH สูงใน 10% Slurry จึงสามารถคงความมีเสถียรภาพได้และยังช่วยลดการสลายตัวของพอลิไวนิลอะซิเตทในสีได้
4. โครงสร้างผลึกและสมบัติทางกายภาพของแคลเซียมซิลิเกตจะคงรูปที่อุณหภูมิประมาณ 1120°C ทำให้สามารถใช้แทนเส้นใย Asbestos ในการเป็นฉนวนความร้อนได้
5. แคลเซียมซิลิเกตมี LOI ต่ำทำให้ลดปัญหาการมีฟองก๊าซในวัสดุซึ่งเกิดจากการสลายตัวให้ก๊าซในระหว่างการเผาเซรามิกส์ และลดเวลาในการเผา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.5 การประยุกต์ใช้งานแคลเซียมซิลิเกต [9]

ในสมัยแรกแคลเซียมซิลิเกตใช้เป็นหินตกแต่งเพื่อความสวยงาม ต่อมานำมาใช้แทนที่เส้นใย Asbestos ในการทำผลิตภัณฑ์ต่างๆ ได้แก่ กระเบื้องผนังหลังคา เป็นต้น ในอุตสาหกรรมสิ่งจะใช้เป็นตัวทำให้แข็ง ตัวลดการดูดซึมน้ำมัน เป็นต้น นอกจากนี้ยังมีใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติก เช่น ไนลอน พอลิเอสเตอร์ พอลิยูเรีย และพอลิยูรีเทน ในอุตสาหกรรมเซรามิกส์แคลเซียมซิลิเกตจะช่วยลดการโค้งงอ ลดการแตกหักในระหว่างการเผา และช่วยเพิ่มความแข็งแรง นอกจากนี้ยังใช้ในการผลิตภัณฑ์การเคลือบผิวหรืออาจใช้เป็นซับสเตรต (Substrate) สำหรับสารตัวนำยิ่งยวด (Superconductive substance)

2.2 การสังเคราะห์วัสดุเซรามิกส์

วัสดุเซรามิกส์มักจะสังเคราะห์ให้อยู่ในรูปของสารประกอบโลหะออกไซด์ซึ่งเป็นสารประกอบที่มีโลหะเป็นแคโทดไอออนและออกซิเจนเป็นแอนไอออน

เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์ได้แก่

- 1) การสังเคราะห์วัสดุเซรามิกส์โดยการทำปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)
- 2) การสังเคราะห์วัสดุเซรามิกส์โดยการตกตะกอนร่วม (Cocprecipitation)
- 3) การสังเคราะห์วัสดุเซรามิกส์โดยเทคนิค โซล-เจล (Sol-gel synthesis)

2.2.1 การสังเคราะห์วัสดุเซรามิกส์โดยการทำปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [10-11]

ปฏิกิริยาสถานะของแข็งเป็นวิธีที่ง่ายที่สุดในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสม สารประกอบทางเคมีที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีนี้ส่วนมากจะเป็นพวกออกไซด์ ตัวกำหนดโครงสร้างและสมบัติของสารประกอบ ได้แก่ ขนาดของอะตอม สถานะออกซิเดชัน และการมีพันธะกันของแคโทดไอออน

ขนาดอนุภาคของวัสดุจะมีอิทธิพลต่อกระบวนการผลิตและสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ได้วิธีนี้ไม่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมเพราะต้องใช้พลังงานมากทำให้ไม่คุ้มค่า

2.2.2 การสังเคราะห์วัสดุเซรามิกส์โดยการตกตะกอนร่วม [12]

เทคนิคการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสมวิธีหนึ่งที่ได้ผงเซรามิกส์ที่มีคุณภาพ ทำโดยนำสารละลายที่มีแคโทดไอออนของสารที่ต้องการตกตะกอนร่วมกันไปผสมกับสารตกตะกอน (Precipitating agent) เช่น แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ได้ตะกอนร่วมของสารประกอบออกไซด์เกิดขึ้น จากนั้นนำสารละลายที่ผ่านการตกตะกอนแล้วไปกรองเพื่อแยกตะกอนออกมาและนำไปอบให้แห้ง

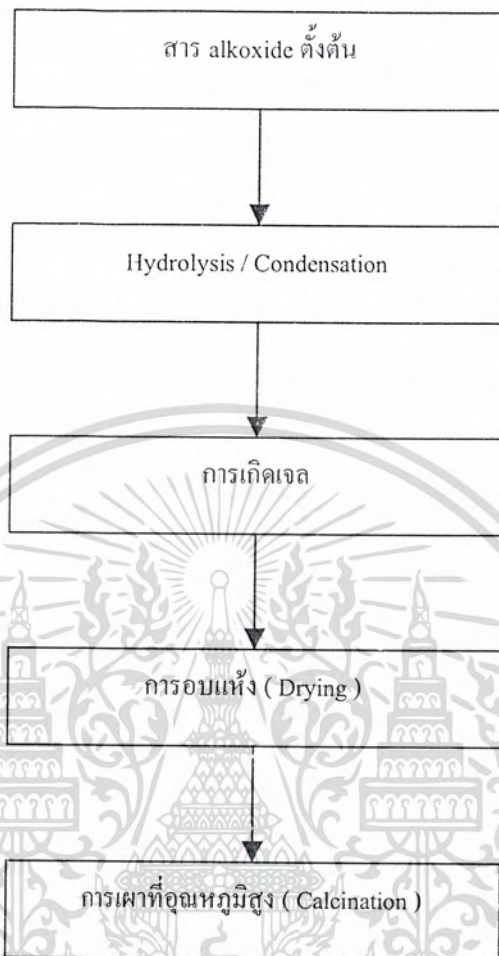
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การที่จะได้ผงเซรามิกส์ที่มีคุณภาพดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับสภาวะแวดล้อมในการสังเคราะห์ อย่างไรก็ตามอัตราเร็วในการตกตะกอนของสารประกอบออกไซด์แต่ละชนิดจะไม่เท่ากันทำให้ไม่สามารถควบคุมอัตราส่วนของสารประกอบออกไซด์ผสมที่ต้องการได้

2.2.3 การสังเคราะห์วัสดุคิบเซรามิกส์โดยเทคนิคโซล-เจล [13]

โซล (Sol) คือ อนุภาคของแข็งที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 นาโนเมตร ที่กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของเหลว ถ้าหากทำให้อนุภาคของโซลแน่นขึ้นจะเปลี่ยนเป็นอนุภาคเจล (Gel) ซึ่งจะมีลักษณะเป็นของแข็งที่เกิดการเชื่อมโยงกันมีขนาดโมเลกุลใหญ่ขึ้นซึ่งล้อมรอบในวัฏภาคที่เป็นของเหลวไว้

เทคนิคการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล จะได้สารประกอบออกไซด์ผสมซึ่งมีลักษณะเป็นวัฏภาคอสัณฐาน (Amorphous phase) ปฏิกริยาเคมีที่เกิดขึ้นในเทคนิคนี้สามารถผลิตร่างแหสารอนินทรีย์ได้หลากหลาย โดยร่างแหสารอนินทรีย์จะเกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคของแข็งที่แขวนลอยในของเหลว (Sol) และการแข็งตัวของ โซล (Sol) กลายเป็น โครงสร้างร่างแห (Gel) สารตั้งต้นที่นิยมใช้คือพวกโลหะอัลคอกไซด์ (Metal alkoxides) เพราะสามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสอย่างรวดเร็วกับน้ำ ตัวอย่างของโลหะอัลคอกไซด์ที่นิยมใช้ เช่น Tetramethoxy silane (TMOS) และ Tetraethylorthosilicate (TEOS) และ อัลคอกไซด์ (Alkoxide) อื่นๆ เช่น อลูมิเนต (Aluminates) ทิทาเนต (Titanates) และบอเรต (Borate) ซึ่งมักนิยมผสมกับ TEOS ขั้นตอนการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจลเป็นดังแสดงในรูปที่ 2-4

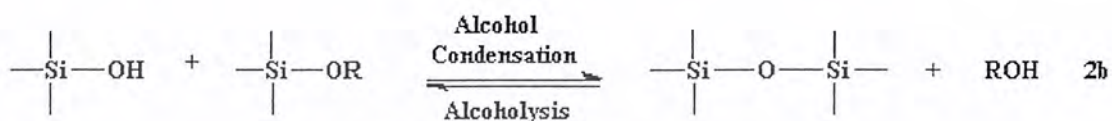
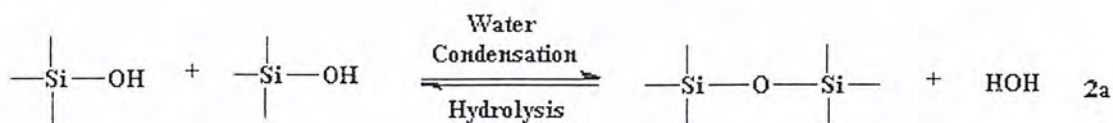
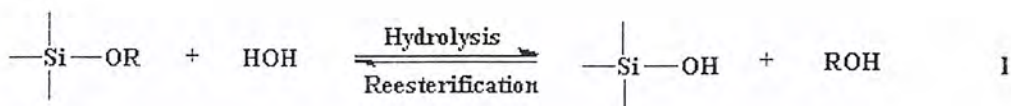


รูปที่ 2-4 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์เซรามิกส์ด้วยวิธีโซล-เจล [14]

สารประกอบอัลคอกไซด์ที่ใช้จะมีมากกว่า 1 ชนิดก็ได้ขึ้นกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการว่าเป็นแบบองค์ประกอบเดี่ยว เช่น Al_2O_3 หรือองค์ประกอบเชิงซ้อน เช่น $CaSiO_3$ (CaO และ SiO_2) นอกจากนี้เรายังสามารถเติมเกลือของโลหะ (Metal salt) เช่น ไนเตรต ซัลเฟต หรืออะซิเตต เพื่อเพิ่มธาตุองค์ประกอบในเซรามิกส์ได้อีกด้วย

การเตรียมโดยวิธีโซล-เจล (Sol-gel) เริ่มจากการเตรียมสารละลายตั้งต้นจากสารประกอบประเภทอัลคอกไซด์ (Alkoxide) ในตัวทำละลายที่เหมาะสม ซึ่งส่วนใหญ่มักจะเป็นพวกแอลกอฮอล์ จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และปฏิกิริยารวมตัว (Condensation) ดังสมการตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส เป็นการเติมของน้ำโดยแทนที่หมู่อัลคอกไซด์ด้วยหมู่ไฮดรอกซิล ส่วนปฏิกิริยาควบแน่น จะเริ่มเกิดก่อนที่ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเกิดอย่างสมบูรณ์ อย่างไรก็ตาม สภาวะ เช่น pH อัตราส่วนของ $\text{H}_2\text{O/Si (R)}$ และตัวเร่ง มีผลต่อความสมบูรณ์ของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ก่อนที่ปฏิกิริยาการควบแน่นจะเริ่มขึ้น เพราะน้ำและอัลคอกไซด์ไม่สามารถรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันได้จึงต้องใช้ตัวทำละลายอื่นช่วย เช่น แอลกอฮอล์ ซึ่งจะช่วยให้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดง่ายขึ้น เนื่องจากสามารถผสมอัลคอกไซด์และน้ำให้เข้ากันได้ เมื่อจำนวนหมู่ซิลอกเซน (Siloxane) เพิ่มขึ้นจะเกิดขึ้น เนื่องจากหมู่ Siloxane จะเป็นสะพานเชื่อมต่อก่อให้เกิดการรวมตัวของโซล (Sol) การระเหยตัวทำละลายจะทำให้โครงสร้างเกิดการหดตัว

ลักษณะเฉพาะและสมบัติของร่างแหสารอนินทรีย์จะเกี่ยวข้องกับปัจจัยที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและอัตราการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น ซึ่งได้แก่ pH ความเข้มข้นของสารธรรมชาติและความเข้มข้นของตัวเร่ง อุณหภูมิและเวลาในการเกิดปฏิกิริยา อัตราส่วนของ $\text{H}_2\text{O/Si(R)}$ การทำให้แห้ง

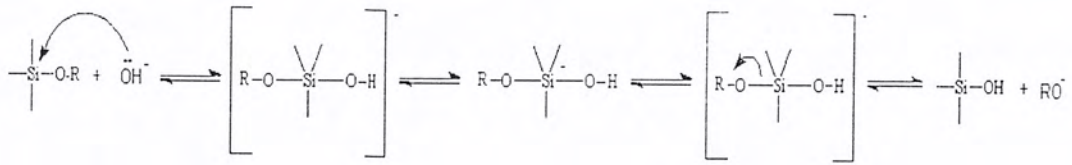
ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสามารถเกิดขึ้นได้โดยปราศจากการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา แต่จะเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วและสมบูรณ์เมื่อมีการใช้ตัวเร่ง โดยตัวเร่งต่างๆไปที่นิยมใช้ คือ กรดไฮโดรคลอริก (HCl) และแอมโมเนีย ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาตัวอื่นๆ ได้แก่ กรดอะซิติก โพลีเอทิลีนไฮดรอกไซด์ เอมีน โพลีเอทิลีนฟลูออไรด์ และไฮโดรเจนฟลูออไรด์ โดยความแรงและความเข้มข้นของตัวเร่งกรดหรือเบสจะมีผลต่ออัตราเร็วและขอบเขตของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

กรดแก่จะมีพฤติกรรมที่เหมือนกับกรดอ่อน แต่กรดอ่อนจะใช้เวลาที่นานกว่าเพื่อให้ได้ผลของปฏิกิริยาเช่นเดียวกัน ซึ่งจากการสร้างกราฟระหว่างค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

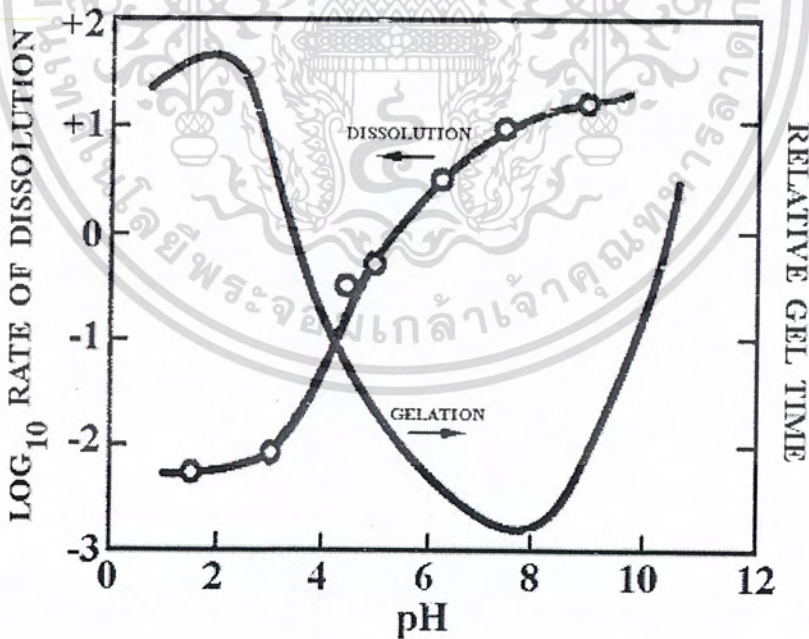
กลไกการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งเบส



ปฏิกิริยาควบแน่น

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสามารถเกิดขึ้นโดยปราศจากตัวเร่ง อย่างไรก็ตามเมื่อมีการใช้ตัวเร่งก็จะมีประโยชน์อย่างมาก

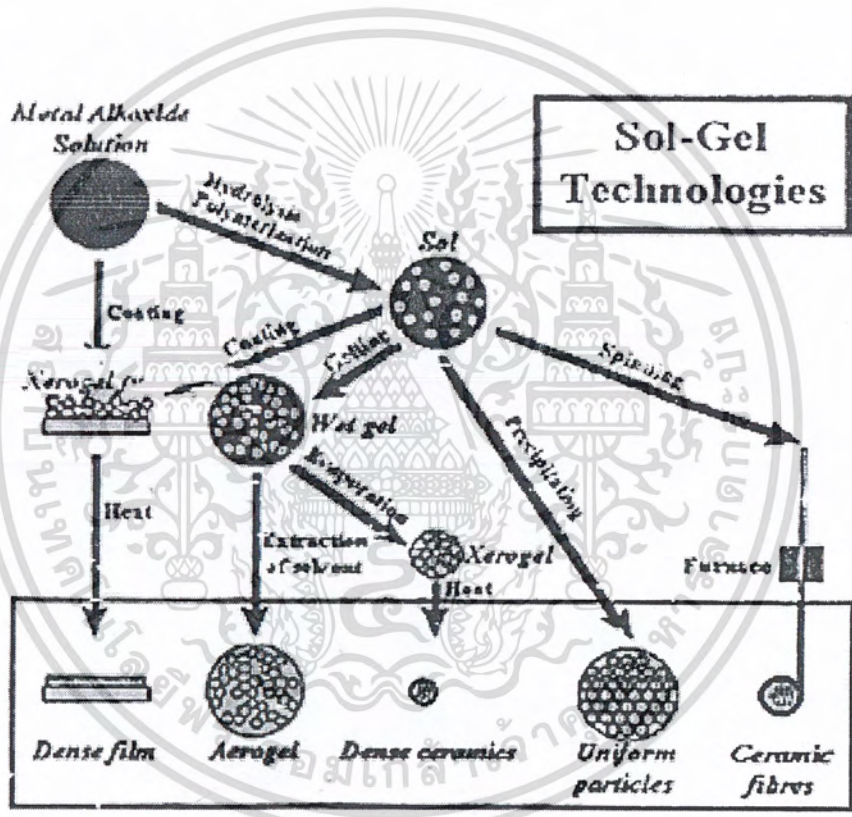
ภายใต้สภาวะเบสพบว่าเวลาของการเกิดเป็นเจลจะเพิ่มขึ้น โดยปฏิกิริยาการควบแน่นก็จะดำเนินต่อไปเรื่อยๆ ที่ pH 2-8 การละลายจะเพิ่มขึ้นการแข็งตัว (Gelation) จะไม่เกิดขึ้นและที่ pH มากกว่า 8 การละลายจะลดลงและการเกิดเจลจะเพิ่มขึ้น เพราะฉะนั้นตัวเร่งซึ่งเป็นตัวบ่งบอกความเป็นกรด-ด่างจะสามารถบอกชนิดของอนุภาคซิลิกาที่ผลิตขึ้น



รูปที่ 2-6 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง ต่ออัตราการละลาย และเวลาในการเกิดเจล [13]

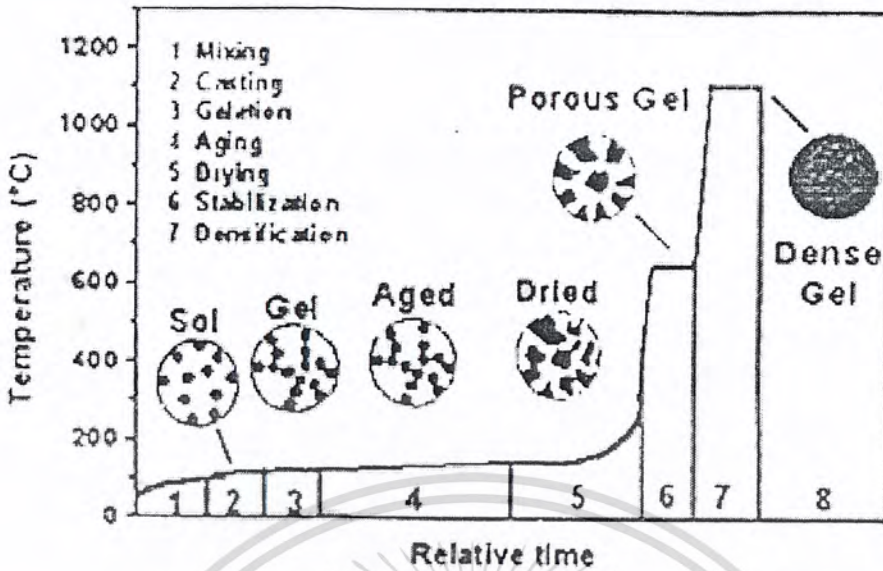
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลไกการเกิดปฏิกิริยา



รูปที่ 2-7 เทคนิคในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล [14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



Gel glass process sequence

รูปที่ 2-8 ลำดับของการเกิดวิฤภาคต่างๆ ในการสังเคราะห์โดยวิธี โซล-เจด [14]

2.3 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ

2.3.1 วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ (Bicceramics)

วัสดุเซรามิกส์เข้ามามีบทบาทในชีวิตประจำวันมานานแล้ว การประยุกต์ใช้งานวัสดุเซรามิกส์มีมากมาย เช่น เครื่องใช้ในชีวิตประจำวัน งานทางไฟฟ้า งานทางความร้อน เป็นต้น และเมื่อไม่นานมานี้ในทางการแพทย์ได้มีการพัฒนานำวัสดุเซรามิกส์มาประยุกต์ใช้โดยนำไปเป็นวัสดุคืบในการผลิตวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมเพื่อใช้กับร่างกายมนุษย์ เช่น กระดูกโครงสร้าง กระดูกข้อต่อ และฟัน เป็นต้น ซึ่งในแต่ละส่วนของร่างกายจะใช้วัสดุเซรามิกส์ต่างชนิดกันขึ้นกับลักษณะทางกายภาพและการใช้งานในอวัยวะส่วนนั้นๆ

ชนิดของวัสดุทางชีวภาพ [15,16]

1. อวัยวะจากธรรมชาติ (Transplantation)

เป็นอวัยวะและเนื้อเยื่อของมนุษย์ที่ได้จากการบริจาคเพื่อนำมาใช้ผ่าตัดและเปลี่ยนถ่ายแทนที่อวัยวะและเนื้อเยื่อที่บกพร่อง แต่มีข้อจำกัดคือขาดแคลนเพราะมีผู้บริจาคน้อยและมีปัญหาในเรื่องภูมิคุ้มกันของร่างกายที่สร้างมาต่อต้านเมื่อมีสิ่งแปลกปลอมเข้าไปในร่างกาย ทำให้อวัยวะที่แทนที่ลงไปเข้ากันไม่ได้กับร่างกายของผู้ป่วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. วัสดุสังเคราะห์ที่มนุษย์ผลิตขึ้นมา (Implantation)

เป็นวัสดุสังเคราะห์ที่มนุษย์ผลิตขึ้นมา สามารถผลิตได้มากมายตามความต้องการ และไม่มีปัญหาด้านคุณภาพของวัสดุเพราะในการผลิตถูกควบคุมและมีการทดสอบอย่างดี เพื่อตรวจสอบความสามารถในการเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อของร่างกายและสารที่เป็นพิษต่อร่างกาย ถ้าพบว่าวัสดุนั้นไม่เหมาะสมสามารถเปลี่ยนวัสดุอื่นทดแทนได้ ทำให้โอกาสเกิดความล้มเหลวลดลง แต่อย่างไรก็ตามวัสดุประเภทนี้มีข้อจำกัดคือ มีอายุการใช้งานที่จำกัด ไม่สามารถเจริญเติบโตได้ ไม่สามารถซ่อมแซมตัวเอง และไม่สามารถปรับปรุงโครงสร้างและสมบัติให้เหมาะสมกับสภาวะร่างกายได้ดีเท่ากับอวัยวะจริงของร่างกายที่มนุษย์สร้างขึ้น

ตารางที่ 2-2 การประยุกต์ใช้งาน ข้อดี และข้อเสียของวัสดุชีวภาพ [17]

วัสดุ	การประยุกต์ใช้งาน	ข้อดีของวัสดุ	ข้อเสียของวัสดุ
Stainless steel	ศัลยกรรมกระดูกที่แตก อวัยวะเทียม	ราคาถูก	เกิดการกัดกร่อนได้ง่าย
Ti – Al – V	ศัลยกรรมกระดูกที่แตก	มีความสามารถในการเข้ากันได้กับระบบชีวภาพของร่างกาย (Biocompatibility) ความแข็งแรงสูง	ราคาแพง
Ni – Cr	ศัลยกรรมกระดูก โคนขา	ความแข็งแรงสูงและทนทานต่อการกัดกร่อน	มีความสามารถในการเข้ากันได้กับระบบชีวภาพของร่างกายต่ำ
Polyacetal	วัสดุยึดติดฟันเทียม	ราคาถูก, ง่ายต่อการฆ่าเชื้อ	มีการเกิดฟอร์มัลดีไฮด์ ทนทานการขัดสีต่ำ
PMMA cement	วัสดุอุดช่องว่าง	มีการใช้งานแพร่หลาย	เกิดปฏิกิริยาคายความร้อน
Al ₂ O ₃	วัสดุยึดติดฟันเทียม	มีความสามารถในการเข้ากันได้กับระบบชีวภาพของร่างกาย	ราคาแพง เทคนิคการผลิตค่อนข้างยาก
ZrO ₂ - TZP	วัสดุยึดติดฟันเทียม	ความแข็งแรง	ยังขาดความเชี่ยวชาญในการผลิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ[17,18]

สามารถแบ่งพิจารณาได้เป็น 4 ประเภท (รูปที่ 2-9 และ 2-10) คือ

1.เซรามิกส์ค่อนข้างเฉื่อย (Nearly inert ceramics)

เซรามิกส์ประเภทนี้จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีหรือเปลี่ยนแปลงน้อยมากเมื่ออยู่ในสภาวะร่างกายเป็นเวลานาน เนื้อเยื่อและอวัยวะภายในร่างกายบริเวณนั้นจะสร้างเนื้อเยื่อใหม่ขึ้นมา ห่อหุ้มวัสดุเมื่อเนื้อเยื่อใหม่มีความหนาแน่นมากขึ้นอาจจะทำให้เกิดการเคลื่อนหลุดของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพได้

2.เซรามิกส์และโลหะที่มีรูพรุน (Porous ceramics and porous metal)

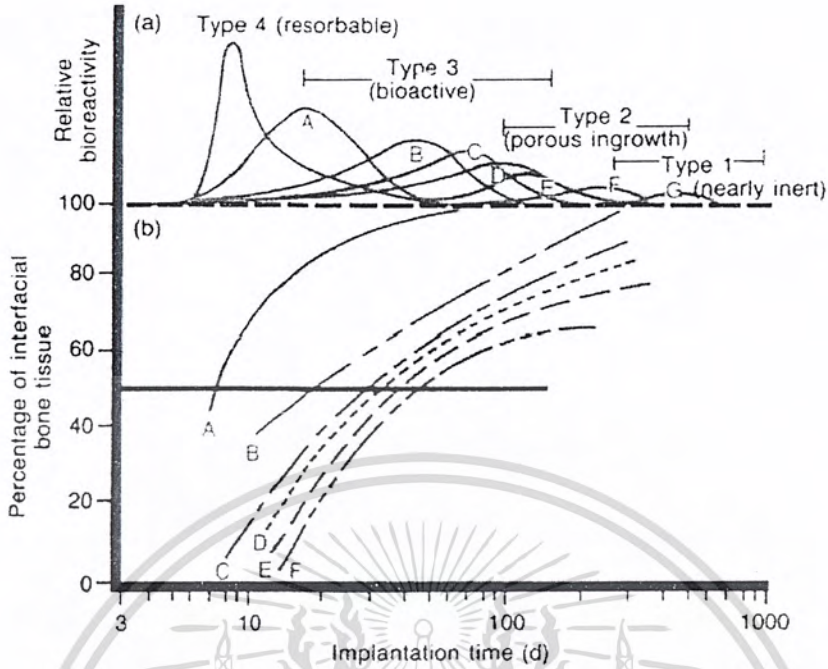
เซรามิกส์ประเภทนี้มีรูพรุนซึ่งจะช่วยลดปัญหาการเคลื่อนหลุดได้ โดยเนื้อเยื่อใหม่ที่สร้างขึ้นจะเจริญเติบโตเข้าไปในรูพรุนของวัสดุซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวช่วยยึดระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อ และอวัยวะข้างเคียง ขนาดรูพรุนภายในวัสดุควรมีเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 100 ไมครอน เพื่อให้เส้นเลือดฝอยเจริญเข้าไปหล่อเลี้ยงเนื้อเยื่อภายในรูพรุนได้ แต่ถ้ามีการเคลื่อนที่ตรงบริเวณรอยต่อบ่อยๆอาจจะทำให้เส้นเลือดฝอยขาด ทำให้เนื้อเยื่อที่อยู่ในรูพรุนตาย เกิดการอักเสบและติดเชื้อได้

3.เซรามิกส์ที่สามารถถูกดูดซับหรือกักเซาะได้ (Resorbable / Biodegradable ceramics)

วัสดุประเภทนี้จะค่อยๆเกิดการสลายตัวอย่างช้าๆ และจะถูกแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อที่ร่างกายสร้างขึ้นมา การเลือกวัสดุประเภทนี้มีข้อกำหนดที่สำคัญคือ วัสดุจะต้องสามารถย่อยสลายด้วยระบบของร่างกาย และอัตราการถูกดูดซับของวัสดุจะต้องสอดคล้องกับการสร้างเนื้อเยื่อขึ้นมาทดแทน โดยสารที่ปล่อยออกมาจะต้องไม่เป็นพิษต่อระบบของร่างกาย และสามารถถูกกำจัดออกได้ด้วยระบบร่างกาย

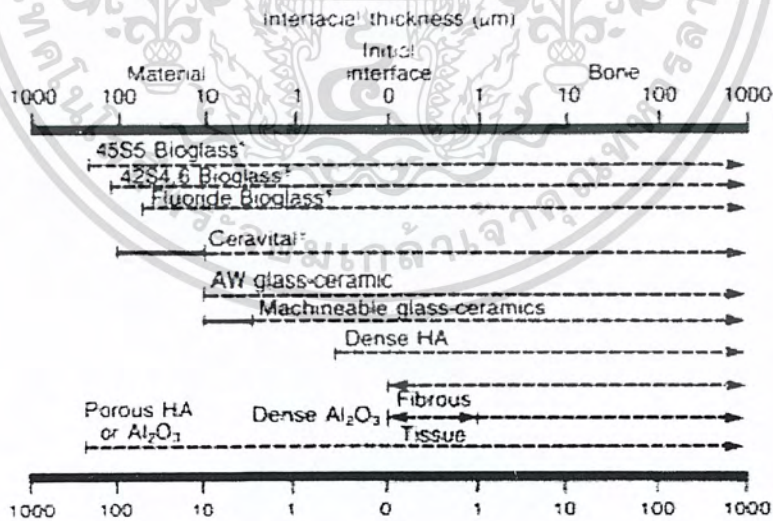
4.เซรามิกส์ที่ว่องไวทางชีวภาพ (Bioactive ceramics)

วัสดุนี้มีมักมีองค์ประกอบหลัก ได้แก่ CaO SiO_2 และ P_2O_5 และลักษณะที่สำคัญของวัสดุประเภทนี้คือจะเกิดปฏิกิริยาทางเคมีที่พื้นผิวของวัสดุภายใต้สภาวะร่างกายซึ่งจะทำให้เกิดการสร้างพันธะระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อข้างเคียง จึงสามารถช่วยลดปัญหาเรื่องการเคลื่อนหลุดที่บริเวณรอยต่อได้



รูปที่ 2-9 แสดงความว่องไวของวัสดุทางชีวภาพทั้ง 4 ชนิด [19]

วัสดุที่ใช้ A คือ 45S5 Bioglass[®] B คือ KGC ceravital[®] C คือ 55S4.3 Bioglass[®]
 D คือ A/W glass-ceramic[®] E คือ HA F คือ KGX ceravital[®] G คือ Al₂O₃ - Si₃N₄



รูปที่ 2-10 แผนภาพแสดงการเปรียบเทียบความหนาของชั้นที่เกิดปฏิกิริยาของวัสดุชีวภาพประเภทต่างๆ [19]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ [16]

โดยทั่วไปกระทำใน 2 วิธี คือ

1. การทดสอบภายนอกร่างกาย

มีวัตถุประสงค์สำคัญ 3 ประการดังนี้

- สังเกตการทำงานและประเมินผลประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพ
- สามารถบอกสมรรถภาพของวัสดุชีวภาพภายใต้สภาวะแวดล้อมที่แตกต่างกันได้
- ประเมินความเชื่อถือได้และความคงทนของวัสดุชีวภาพ

เนื่องจากการนำไปใช้งานจริงจะต้องสัมผัสกับเนื้อเยื่อ ของเหลว และอวัยวะต่างๆในร่างกาย ซึ่งสภาพแวดล้อมต่างๆนี้อาจทำให้สมบัติบางประการของวัสดุทางชีวภาพเปลี่ยนไป ดังนั้น การทดสอบภายนอกร่างกายจึงมีข้อจำกัดมาก ในการศึกษาเพื่อนำไปใช้งานจริงนั้นจะต้องออกแบบการทดลองให้มีสภาวะแวดล้อมคล้ายกับในร่างกาย เพื่อให้ผลการทดลองที่ได้นั้นมีผลถูกต้องมากที่สุดหรือมีความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุด เช่น การทดสอบโดยใช้ของเหลวที่มีองค์ประกอบคล้ายเลือดหรือพลาสมา

2. การทดสอบภายในร่างกาย

วิธีนี้มีข้อได้เปรียบมากกว่าการทดสอบภายนอกร่างกายเพราะสภาวะที่ใช้ในการทดลองเป็นสภาวะจริงในร่างกายสิ่งมีชีวิต ทำให้ผลการทดลองที่ได้มีความถูกต้องมากกว่า สามารถแบ่งได้เป็น 4 ขั้นตอนหลักๆดังนี้

1) การประเมินในสัตว์ทดลองที่สุขภาพดี

วิธีการทดลองนี้จะทำโดยการผ่าตัดเพื่อใส่วัสดุทางชีวภาพเข้าไปในร่างกายของสัตว์ทดลองที่มีสุขภาพดีโดยต้องใส่ในตำแหน่งที่ใกล้เคียงกับที่ความต้องการมากที่สุด แต่วิธีนี้มีข้อจำกัด ได้แก่ วงจรชีวิตและอายุขัยที่ไม่เท่ากัน สรีระและองค์ประกอบในร่างกายบางส่วนที่ไม่เหมือนกัน

2) การประเมินในสัตว์ทดลองที่เป็นโรค

จะได้ผลที่แตกต่างกับการทดสอบกับสัตว์ที่สุขภาพดีเนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างวัสดุทางชีวภาพกับอวัยวะที่เป็นโรคและไม่เป็นโรคต่างกัน การทดลองในสัตว์ที่มีสุขภาพดีไม่สามารถประเมินผลได้จึงต้องทำการทดลองในสัตว์ที่เป็นโรค

3) การศึกษาจากกลุ่มผู้ป่วยในทางคลินิก

เป็นการทดลองในร่างกายมนุษย์เพื่อตรวจสอบความปลอดภัยของวัสดุทางชีวภาพและโรคแทรกซ้อนที่อาจเกิดจากการใช้วัสดุทางชีวภาพ

4) การใช้ทางคลินิกทั่วไป

วัสดุทางชีวภาพที่สามารถนำไปใช้งานได้นั้นต้องผ่านการทดสอบและรับรองโดยองค์กรที่ทำหน้าที่ควบคุมก่อนนำไปใช้งานกับผู้ป่วยในการทดสอบภายในร่างกาย

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้แคลเซียมซิลิเกต

J.A. Hedvall และคณะ [20] ได้เสนอวิธีการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยใช้ปฏิกิริยาในสถานะของแข็งจากการบดผสมวัตถุดิบแคลเซียมออกไซด์และซิลิกา ซึ่งพบว่าสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ เช่น องค์ประกอบทางเคมีและขนาดอนุภาคของวัตถุดิบ อัตราส่วน โมลของแคลเซียมออกไซด์และซิลิกา (CaO/SiO_2) เป็นต้น จะมีอิทธิพลต่อสมบัติของแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้

H.G. Kurczyk [21] ได้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่มีคุณภาพจากหินปูนและหินควอทซ์ (Quartz) บดละเอียดที่มีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) ประมาณ $2 \text{ mm}^2/\text{g}$ อย่างไรก็ตามในการสังเคราะห์วิธีนี้ยังต้องการการเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อเปลี่ยนวัตถุดิบให้เป็นผลึกของแคลเซียมซิลิเกต ซึ่งการผลิตดังกล่าวจะมีต้นทุนค่อนข้างสูง และมีสารเจือปนเนื่องจากกระบวนการบด

S. Hayashi [12] ใช้ปฏิกิริยาเคมีในสารละลายของเตตระเอทิลออลโทซิลิเกต (TEOS) และแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต ($\text{Ca(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เป็นสารตกตะกอน อย่างไรก็ตามสารที่ได้จะมีอัตราส่วนของแคลเซียมออกไซด์และซิลิกา (CaO/SiO_2) ไม่เป็นไปตามค่าทางทฤษฎีของ CaSiO_3 ที่มีค่าเท่ากับ 1 เนื่องจากว่า pH ของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์มีค่าไม่สูงพอที่จะใช้ตกตะกอนแคลเซียมและซิลิกอน

P. Siriphannon และคณะ [22] ได้ทำการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยใช้ปฏิกิริยาเคมีในสารละลายเตตระเอทิลออลโทซิลิเกต (TEOS) และแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต ($\text{Ca(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นสารตกตะกอน แต่พบว่าโซเดียมไอออนสามารถตกตะกอนร่วมกับแคลเซียมออกไซด์และซิลิกาได้ ดังนั้นจึงทำการล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่น ทำให้สามารถกำจัดสารเจือปนโซเดียมไอออนออกไปได้อย่างมีประสิทธิภาพ สภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมคือ ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.33 mol/l และทำการล้างตะกอน 2 ครั้ง เพื่อให้โซเดียมไอออนที่เป็นสารเจือปนหลงเหลืออยู่น้อยที่สุด สารที่สังเคราะห์ได้จะถูกแคลไซน์ (Calcine) ที่อุณหภูมิ 500°C และ 900°C เพื่อที่จะให้เกิดผลึกของแคลเซียมซิลิเกต แคลเซียมซิลิเกตที่ได้เมื่อนำไปทดสอบในสภาวะจำลองของร่างกายโดยใช้สารละลายจำลองของร่างกาย (SBF) พบว่าจะเกิดชั้นไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HAp) บนพื้นผิวของแคลเซียมซิลิเกต ซึ่งชี้ให้เห็นว่าแคลเซียมซิลิเกตมีความสามารถในการเข้ากันได้กับระบบชีวภาพของร่างกายได้ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

P.N de Aza และคณะ [23] ได้นำ เซรามิกส์ Wollastonite ซึ่งได้จากปฏิกิริยาการหลอมที่ 1650°C แล้วทิ้งให้ตัวเย็นอย่างช้าๆ จะได้ของผสม CaO กับ SiO_2 ที่มี CaO/SiO_2 เท่ากับหนึ่ง จากนั้นนำของผสมที่สังเคราะห์ได้ไปแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 1 – 3 สัปดาห์ ที่อุณหภูมิ 36.5°C จากการทดลองพบว่า จะเกิดขึ้นของไฮดรอกซีแอปพาไทต์บนซิลิกาในส่วนที่ไม่เป็นผลึกในโซนชั้นใน (Inter layer zone) และพบว่าปฏิกิริยาระหว่าง Wollastonite กับ SBF จะเริ่มจากการแลกเปลี่ยน Ca^{2+} ไอออนกับ H^+ ไอออนในร่างแหของ Wollastonite โดยปฏิกิริยานี้จะเปลี่ยน Wollastonite ที่ เป็นผลึกให้เป็นส่วนที่ไม่เป็นผลึก และยังเพิ่มความเข้มข้น Ca^{2+} ไอออนและเพิ่มค่า pH ในระบบ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

การวิจัยและการดำเนินงาน

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate, $C_8H_{20}O_4Si$)
2. แคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต (Calciumnitrate tetrahydrate, $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$)
3. เอทานอล (Ethanol, C_2H_5OH)
4. สารละลาย Simulated body fluid (SBF)
5. กรดบอริก (Boric acid, H_3BO_3)
6. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. กระจายทรายขัดตัวอย่างที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ขนาดความละเอียด 600 800 1000 และ 1200
2. กระจายทรายขัดตัวอย่างที่ทำจากอนุภาคเพชรขนาด 3 ไมครอน
3. แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
4. ปอร์ซเลนครุชชีเบล
5. อลูมินาครุชชีเบล
6. ครกบดสาร
7. Hot plate
8. อ่างควบคุมอุณหภูมิ รุ่น ISOTEMP 228 บริษัท Fisher Scientific
9. อ่างอัลตราโซนิก รุ่น 8891E-MTH บริษัท Cole-parmer Instrument
10. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ IR รุ่น IFS28 บริษัท Bruker
11. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ XRF รุ่น Herzog TP60/2D บริษัท Maschinenfabric GmbH
12. เตาเผา รุ่น Furnace 6000 บริษัท Bastead/thermolyne
13. เครื่องเคลือบผิวสารตัวอย่าง รุ่น SC7620 Sputter coater บริษัท Polaron range
14. เครื่องบดผสมสาร รุ่น BENCHMILL model 1A บริษัท Rock Labs
15. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง รุ่น TC-254 บริษัท Denver Instrument

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

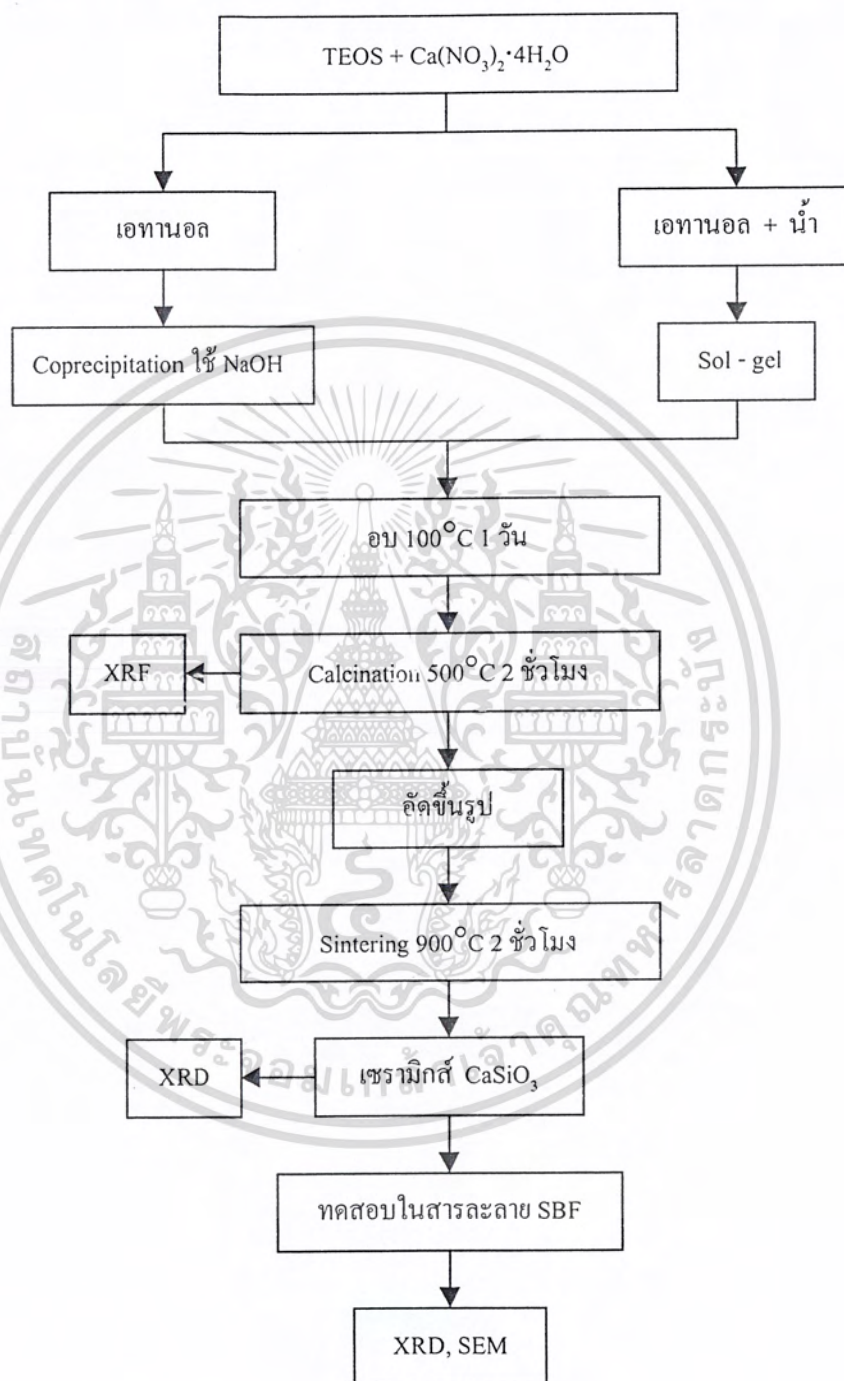
16. เครื่องกรองสุญญากาศ รุ่น ASPIRATOR A-35 บริษัท Tokyo Rikakikai
17. เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรสโกปี (XRF) รุ่น SRS3400
บริษัท Bruker AG
18. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) รุ่น D8 Advance บริษัท Bruker AG
19. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
รุ่น LEO 1455 VP บริษัท LEO Electron Microscopy



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยวิธีทางเคมี

ในการสังเคราะห์จะใช้ 2 วิธีคือ การตกตะกอนร่วมและเทคนิคโซล - เจลดังแสดงในรูปที่ 3-1



รูปที่ 3-1 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

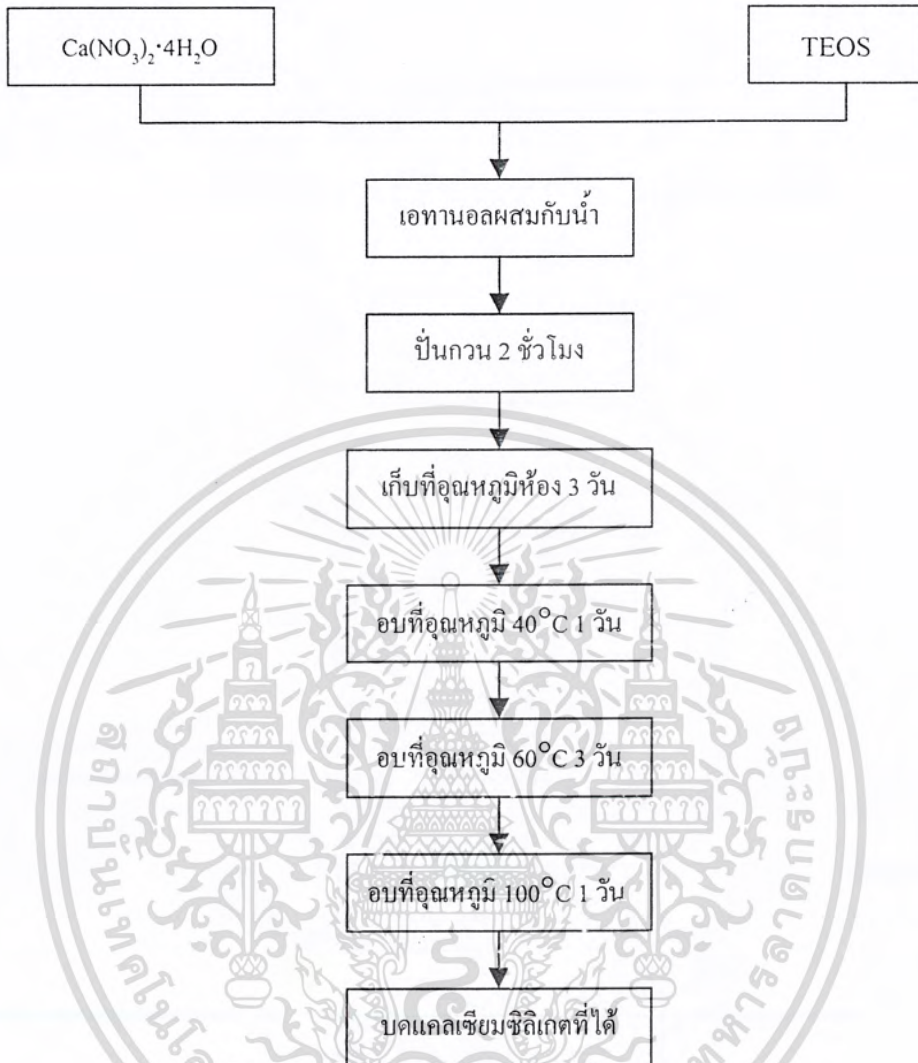
3.3.1 การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคโซล-เจล

ขั้นตอนการเตรียม

เตรียมส่วนผสมดังตารางที่ 3-1 โดยชั่ง $C_8H_{20}O_4Si$ (TEOS) 12.4902 กรัม และ $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ 14.1688 กรัม มาผสมกับเอทานอลและน้ำกลั่นตามอัตราส่วนในตารางที่ 3-1 มาปั่นจนให้เข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปิดบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 วัน วัด pH สารละลาย นำสารละลายไปอบที่อุณหภูมิ $40^\circ C$ เป็นเวลา 1 วัน จากนั้นนำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ $60^\circ C$ เป็นเวลา 3 วัน นำสารที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ $100^\circ C$ เป็นเวลา 1 วัน นำผงแคลเซียมซิลิเกตที่ได้ไปบดด้วยครกบดสาร

ตารางที่ 3-1 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคโซล-เจล

สารตัวอย่าง	เอทานอล (ml)	น้ำกลั่น (ml)	$C_8H_{20}O_4Si$ (TEOS) (mol)	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ (mol)
G-24	250	50	0.03	0.03
G-25	150	150	0.03	0.03
G-26	50	250	0.03	0.03
G-30	25	275	0.03	0.03



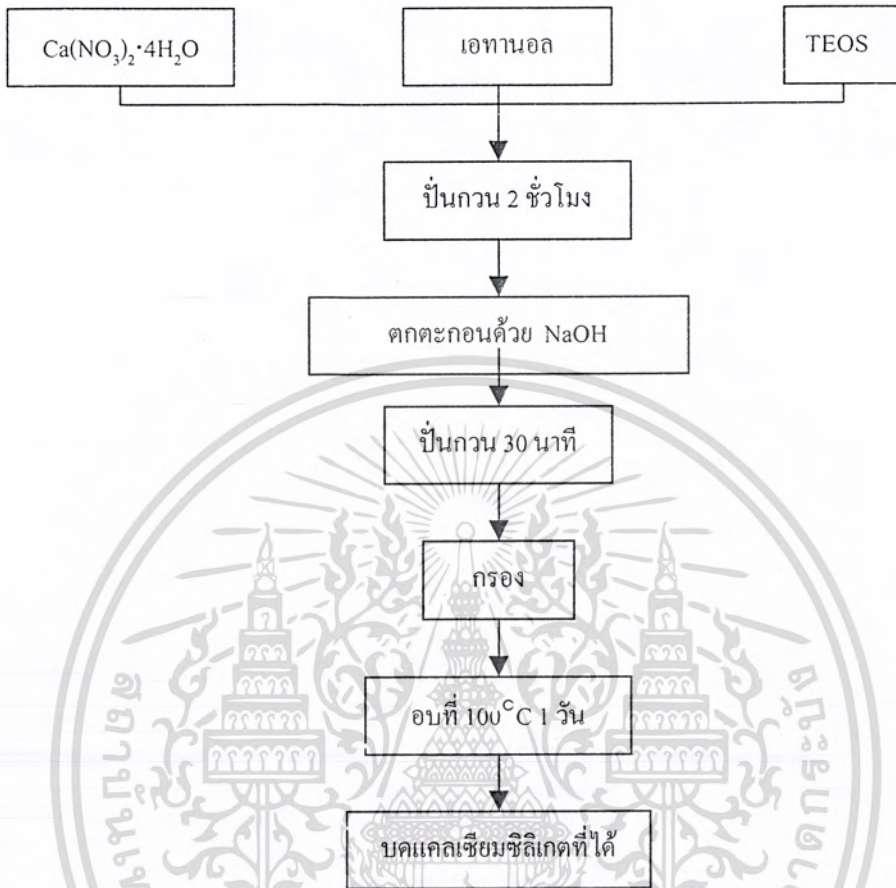
รูปที่ 3-2 การเตรียมแคลเซียมซิติเกตโดยเทคนิคโซล-เจล

3.3.2 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติเกตโดยการตกตะกอนร่วม [22]

ขั้นตอนการเตรียม

ผสม TEOS 6.2451 กรัม และ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 7.0844 กรัม ในเอทานอลปริมาตร 300 ml จากนั้นปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปรับค่า pH โดยโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 1 mol/l ปริมาตร 30 มิลลิลิตร วัดค่า pH ของสารละลายที่ได้ปั่นกวนต่อไปเป็นเวลา 30 นาที นำสารละลายไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ แล้วนำตะกอนที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 วัน นำผงแคลเซียมซิติเกตที่สังเคราะห์ได้ไปบดด้วยครกบดสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3-3 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยการตกตะกอนร่วม

3.3.3 การแคลไซน์สารที่สังเคราะห์ได้

นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อไล่ออกประกอบของสารอินทรีย์ที่อาจเจือปนอยู่ออกไป จากนั้นนำสารที่ทำการแคลไซน์แล้วไปอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดตัวอย่างแบบแกนเดี่ยว

นำสารที่ทำการอัดขึ้นรูปแล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อทำการเปลี่ยนวัฏภาคของส่วนที่ไม่เป็นผลึกให้เป็นผลึกของแคลเซียมซิลิเกต

3.3.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้

ซึ่งสารตัวอย่างมา 0.5 กรัม บดผสมรวมกับกรวดบอริก 4.5 กรัม โดยใช้เครื่องบดผสม (Rock Lab) นำไปอัดขึ้นรูปแล้วทำการตรวจวิเคราะห์โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรสโกปี (XRF) รุ่น SRS3400 บริษัท Bruker AG

วิฤภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้

นำสารตัวอย่างที่ทำการเผาที่อุณหภูมิสูงแล้วมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) รุ่น D8 Advance บริษัท Bruker AG

3.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง

การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ทำโดยแช่สารตัวอย่างเคลือบเซมิคอนดักเตอร์ในสารละลาย SBF ซึ่งมีองค์ประกอบทางเคมีและค่า pH ใกล้เคียงกับของเหลวในร่างกายมนุษย์ สารที่ผ่านการแช่ในสารละลาย SBF ที่เวลาต่าง ๆ กันจะถูกส่งไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์เพื่อเปรียบเทียบกับสารตัวอย่างก่อนแช่

3.4.1 การเตรียมสารละลาย SBF

โดยจะทำการเตรียมสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้นของไอออนอนินทรีย์ใกล้เคียงกับความเข้มข้นของเลือด (SBF) โดยเตรียมจากสารเคมีดังแสดงในตารางที่ 3-2

ตารางที่ 3-2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF [24-26]

สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF	ปริมาณสารที่ใช้
1. NaCl	3.998 g
2. NaHCO ₃	0.175 g
3. KCl	0.112 g
4. K ₂ HPO ₄ ·3H ₂ O	0.114 g
5. MgCl ₂ ·6H ₂ O	0.153 g
6. 1M HCl	20 ml
7. CaCl ₂	0.139 g
8. Na ₂ SO ₄	0.036 g
9. Trihydroxymethyl-aminomethane [(CH ₂ OH) ₃ CNH ₂]	3.029 g

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย SBF

1. เติมน้ำกลั่น 350 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร ซึ่งทำด้วยพอลิเอทิลีน
2. จุ่มบีกเกอร์ลงในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 36.5°C ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กแล้วปิดด้วยกระจกนาฬิกา
3. นำสารประกอบที่เตรียมไว้มาละลายในน้ำกลั่น โดยค่อยๆละลายสารทีละตัว (ตั้งแต่ข้อ 1-8 ในตารางที่ 3-3 โดยเติมสารในข้อ 6 เพียงครั้งหนึ่งก่อน)
4. วัดค่า pH ของสารละลาย (ควรรออยู่ประมาณ 1-2)
5. เติมสารในข้อ 9 ในตารางที่ 3-3 ลงไปที่ละน้อย พร้อมวัดค่า pH จนกระทั่งได้ค่า pH ประมาณ 7.3-7.4 แล้วเติม 1M HCl ที่เหลือเพื่อปรับ pH ไปที่ 7.25 (ค่า pH ไม่ควรเกิน 7.4)
6. ทำการปรับ pH ครั้งสุดท้ายให้ได้ pH เท่ากับ 7.25 โดยใช้ 1M HCl หรือสารในข้อ 9
7. ล้างขั้ว pH ที่จุ่มในสารละลายด้วยน้ำกลั่น โดยให้น้ำล้างไหลลงไปในบีกเกอร์ที่เตรียมสารละลาย
8. นำสารละลายที่เตรียมได้ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วล้างสารที่อาจตกค้างออกด้วยน้ำกลั่นลงในขวดวัดปริมาตร
9. ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
10. เก็บสารละลาย SBF ที่ได้ลงในขวดพอลิเอทิลีนแล้วนำไปเก็บไว้ในตู้เย็น

ตารางที่ 3-3 ความเข้มข้นของไอออนของสารละลาย SBF เทียบกับเลือดมนุษย์ [24-26]

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

3.4.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของแคลเซียมซิลิเกต

นำสารตัวอย่างที่ทำการเผาที่อุณหภูมิสูงแล้วมาทำการขัดพื้นผิวให้เรียบโดยใช้กระดาษทรายที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ขนาดความละเอียด 600 800 1000 1200 และกระดาษที่เคลือบอนุภาคเพชรขนาด 3 ไมครอนตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นำสารตัวอย่างที่ทำการขัดผิวนำไปแช่ลงในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลาต่างๆกันตั้งแต่ 1 5 10 20 และ 25 วัน โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 36.5°C เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดแล้วทำการแยกสารตัวอย่างออกจากสารละลาย SBF จากนั้นล้างสารตัวอย่างด้วยน้ำกลั่นแล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ทำการวัดค่า pH ของสารละลาย SBF ที่แยกตัวอย่างออกไปแล้วทำการจดบันทึกไว้

3.4.3 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่ผ่านการทดสอบความว่องไวทางชีวภาพแล้ว

การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึก

นำสารตัวอย่างที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF ทิ้งให้แห้งแล้วนำมาตรวจวิเคราะห์โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง

นำสารตัวอย่างที่ผ่านการแช่ไปเคลือบผิวด้วยทองแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวสารตัวอย่างภายหลังจากการแช่ด้วยสารละลาย SBF



บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

4.1 องค์ประกอบทางเคมี

องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจล (Sol-Gel) และวิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitate) ภายหลังจากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังแสดงในตารางที่ 4-1 และ 4-2

ตารางที่ 4-1 องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจล

สารตัวอย่าง	H ₂ O (ml)	EtOH (ml)	pH สารละลาย	องค์ประกอบทางเคมี (%wt)			อัตราส่วน โมลของ CaO/SiO ₂ ในสารที่สังเคราะห์ได้
				CaO	SiO ₂	อื่นๆ	
G-30	25	275	5.7	56.7	43.0	0.3	1.046
G-24	50	250	5.1	57.8	41.8	0.4	1.100
G-25	150	150	5.9	58.1	41.6	0.3	1.109
G-26	250	50	4.4	66.5	33.3	0.2	1.585

ตารางที่ 4-2 องค์ประกอบทางเคมีของเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม

สารตัวอย่าง	สารที่ใช้ตกตะกอน	pH ในการตกตะกอน	องค์ประกอบทางเคมี (%wt)			อัตราส่วน โมลของ CaO/SiO ₂ ในสารที่สังเคราะห์ได้
			CaO	SiO ₂	อื่นๆ	
C-23	NaOH 0.33 m/l	11.52	50.1	47.1	2.8	0.848

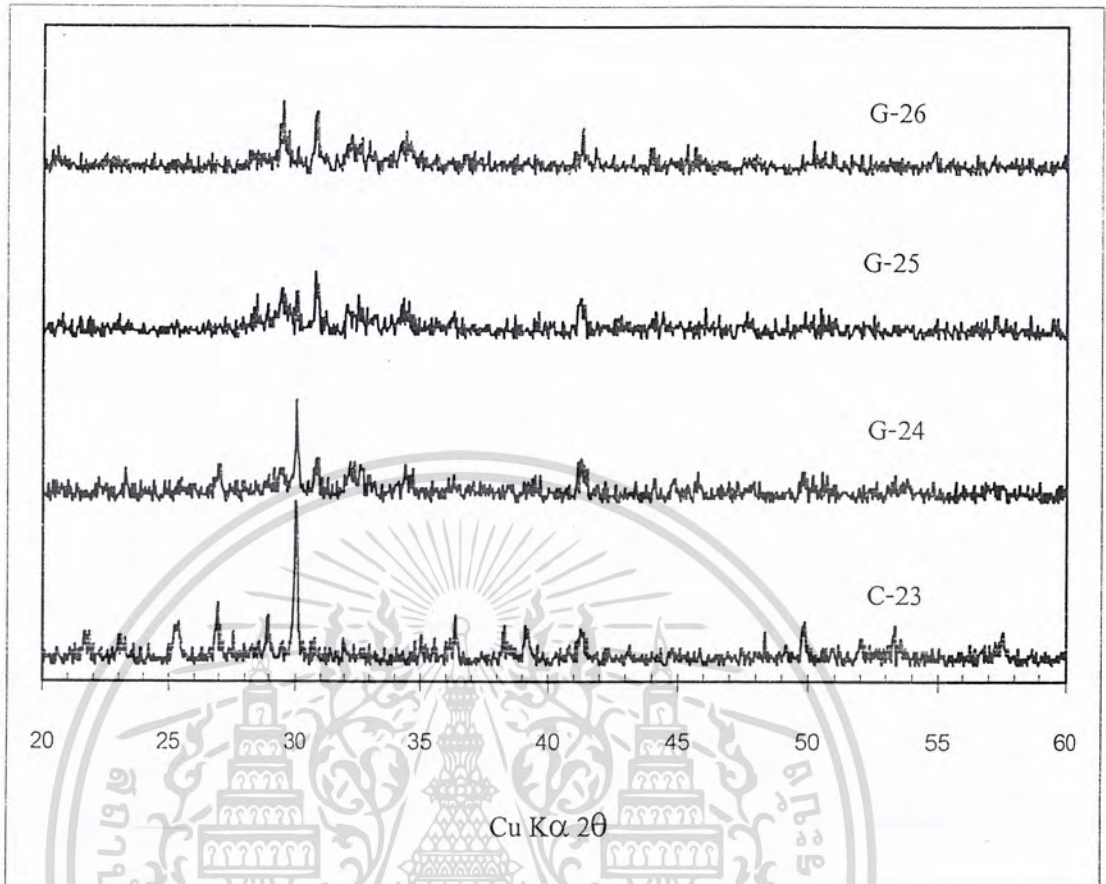
เมื่อเปรียบเทียบจากการสังเคราะห์เคลือบเซรามิกจากทั้งสองวิธีพบว่าสารตัวอย่าง G-30 ซึ่งได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล (Sol-Gel) จะให้ค่าอัตราส่วนของ CaO/SiO₂ มีค่าเข้าใกล้ 1 ซึ่งเป็นค่าทางทฤษฎีของเคลือบเซรามิกมากกว่าสารตัวอย่างอื่นๆ ซึ่งการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล (Sol-Gel) พบว่าน้ำซึ่งเป็นตัวที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสไม่สามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกับสารตั้งต้น TEOS ได้ดีจึงต้องใช้เอทานอลเป็นตัวกลางช่วยในการให้ TEOS เข้ากับน้ำได้ดีขึ้น เมื่อปริมาณน้ำมากขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจากสารตั้งต้นเป็นซิลานอล (Silanol) มีอัตราเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สูงมากกว่าปฏิกิริยาควบแน่นจากซิลานอลเป็นซิลอกเซน (Siloxane) จึงทำให้เจลที่เกิดขึ้นจากสถานะที่ใช้น้ำมากมีหมู่ซิลานอลเหลืออยู่มาก จึงมีความเสถียรต่ำ และทำให้เกิดการดูดความชื้นภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ 500°C ได้ ทำให้ซิลิกอนบางส่วนหายไประหว่างการทดลองเป็นผลทำให้อัตราส่วน โมลของ CaO/SiO_2 มีค่ามากขึ้นเมื่อใช้ปริมาณน้ำมากขึ้น และจากการสังเคราะห์โดยวิธีตกตะกอนร่วม (Coprecipitate) พบว่าการสังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนร่วมจะทำให้ CaO ตกตะกอนน้อย เป็นผลทำให้ค่าอัตราส่วนของ CaO/SiO_2 มีค่าน้อยกว่าค่าทางทฤษฎี เนื่องจาก CaO จะตกตะกอนที่ pH สูงกว่า SiO_2 โดยการสังเคราะห์นั้นใช้ NaOH เป็นสารตกตะกอน จึงทำให้มี Na_2O ตกตะกอนร่วมด้วยซึ่งเป็นสิ่งเจือปนจึงต้องทำการล้างออกด้วยน้ำ ซึ่งส่งผลทำให้ pH มีค่าลดลง จึงทำให้ CaO ละลายออกไปด้วย

นอกจากนั้นจากการสังเกตผลการทดลองที่เกิดขึ้นพบว่าภายหลังการอบที่อุณหภูมิ 100°C แคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์วิธีโซล-เจล (Sol-Gel) ยังสามารถดูดความชื้นได้ แต่แคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitate) จะไม่ดูดความชื้น ผลที่เกิดขึ้นน่าจะเนื่องจากแคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitate) จะอยู่ในรูปของ SiO_2 กับ CaO แต่จากวิธีโซล-เจล (Sol-Gel) จะอยู่ในรูปซิลานอล (SiOH) กับ CaO ซึ่งซิลานอลในแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจล (Sol-Gel) น่าจะเป็นส่วนที่ว่องไวในการดูดความชื้น

4.2 ผลของสถานะการสังเคราะห์ที่มีต่อการเปลี่ยนวิฤภาคของสารที่สังเคราะห์ได้

วิฤภาคที่เป็นผลึกของเม็ดแคลเซียมซิลิเกตภายหลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C จะถูกตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ซึ่งได้รูปแบบดังแสดงในรูปที่ 4-1



รูปที่ 4-1 วัฏภาคผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้ในสถานะและวิธีต่างๆ

จากรูปที่ 4-1 พบว่าวิธีการและสถานะที่ใช้ในการสังเคราะห์มีผลต่อลักษณะ โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้ โดยสารตัวอย่าง (C-23) เป็นแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitate) ซึ่งมี NaOH เป็นสารตกตะกอน จะได้แคลเซียมซิลิเกตที่มีวัฏภาคองค์ประกอบเป็น Wollastonite-2M (CaSiO_3) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก สำหรับแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธี โซล-เจล (Sol-Gel) พบว่าสารตัวอย่าง G-24 จะมีวัฏภาคองค์ประกอบเป็นวัฏภาคผสมระหว่าง Wollastonite-2M (CaSiO_3) ที่เป็นโมโนคลินิก และแบบไตรคลินิกของวัฏภาค Ca_3SiO_5 และวัฏภาค $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ สำหรับสารตัวอย่าง G-25 จะเกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกตที่มีโครงสร้างผลึกผสมระหว่างแบบโมโนคลินิกของวัฏภาค Wollastonite-2M (CaSiO_3) ผสมอยู่กับโครงสร้างผลึกแบบไตรคลินิกของวัฏภาค $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ และวัฏภาค Ca_3SiO_5 นอกจากนี้ยังพบวัฏภาค Calcite (CaCO_3) ผสมอยู่ด้วย สำหรับสารตัวอย่าง G-26 จะเกิดเป็นโครงสร้างผลึกแบบไตรคลินิกของวัฏภาค CaSiO_3 ผสมกับวัฏภาค Ca_3SiO_5 และวัฏภาค $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ และยังมีวัฏภาค Calcite (CaCO_3) ผสมอยู่ด้วย วัฏภาคองค์ประกอบของสารที่สังเคราะห์ได้ดังสรุปในตารางที่ 4-3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลที่เกิดขึ้นจะเห็นว่าวัฏภาคองค์ประกอบที่ได้ยังมีค่าอัตราส่วนโมลของ CaO/SiO_2 เบี่ยงเบนจากค่าทางทฤษฎีมากขึ้น จะพบวัฏภาคของแคลเซียมซิลิเกตชนิดอื่น ๆ นอกจาก Wollastonite-2M

ตารางที่ 4-3 วัฏภาคผลึกของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้

สารตัวอย่าง	วัฏภาคองค์ประกอบ	พีคที่สำคัญ (องศา)	PDF database
G-23	- Wollastonite-2M (CaSiO_3) (Monoclinic)	23.150 25.303 26.848 28.871 และ 29.992	27-88
G-24	- Wollastonite-2M (CaSiO_3) (Monoclinic)	23.150 25.303 26.848 28.871 และ 29.992	27-88
	- Calcium silicate (Ca_3SiO_5) (Triclinic)	29.160 29.555 32.066 32.328 32.485 32.705 34.210 และ 34.291	17-445
	- Calcium silicate ($\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$) (Triclinic)	29.101 29.194 29.791 30.088 30.742 และ 41.833	70-1916
G-25	- Wollastonite-2M (CaSiO_3) (Monoclinic)	23.150 25.303 26.848 28.871 และ 29.992	27-88
	- Calcium silicate (Ca_3SiO_5) (Triclinic)	32.156 32.792 32.990 34.488 และ 41.200	17-445
	- Calcium silicate ($\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$) (Triclinic)	29.101 29.194 29.791 30.088 30.742 และ 41.833	70-1916
	- Calcite (CaCO_3)	29.476	83-578
G-26	- Calcium silicate (CaSiO_3)	29.555 32.173 41.207 และ 45.765	34-558
	- Calcium silicate (Ca_3SiO_5) (Triclinic)	32.156 32.792 32.990 34.488 และ 41.200	17-445
	- Calcium silicate ($\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$) (Triclinic)	29.101 29.194 29.791 30.088 30.742 และ 41.833	70-1916
	- Calcite (CaCO_3)	29.476	83-578

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity) ของแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้

นำเม็ดแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C และขัดพื้นผิวเรียบร้อยแล้ว จากนั้นนำมาแช่ในสารละลาย SBF เพื่อทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ เมื่อครบเวลาที่กำหนดจึง นำเม็ดแคลเซียมซิลิเกตมาตรวจพิสูจน์ด้วยเทคนิคต่างๆ

4.3.1 การเปลี่ยนแปลงของสารละลาย SBF ภายหลังการแช่แคลเซียมซิลิเกต

การเปลี่ยนแปลงค่า pH ของสารละลาย SBF ภายหลังการแช่

ตารางที่ 4-4 ค่า pH ของสารละลาย SBF

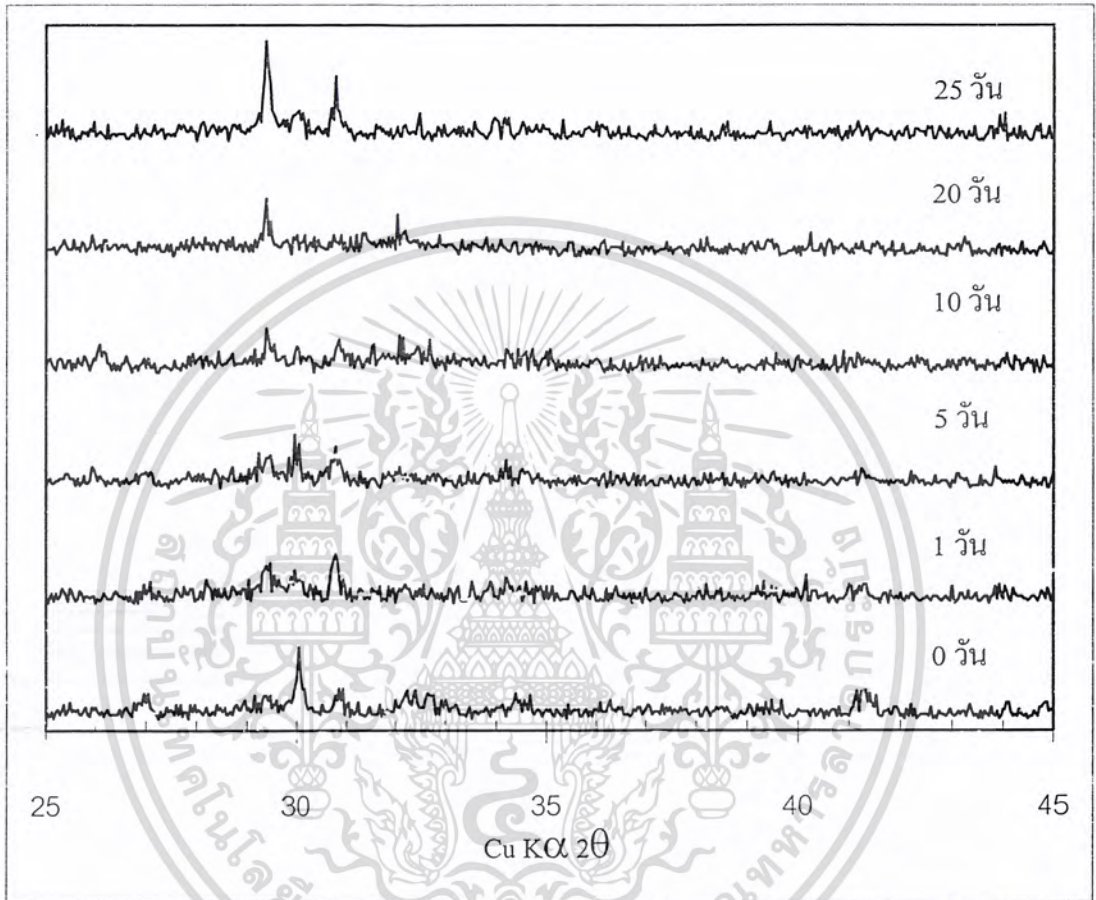
ตัวอย่าง	ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่					
	0 วัน	1 วัน	5 วัน	10 วัน	20 วัน	25 วัน
C-23	7.25	7.56	7.2	-	8.37	-
G-24	7.25	7.56	7.85	8.53	8.39	8.55
G-25	7.25	7.57	7.98	8.61	8.43	8.54
G-26	7.25	7.77	8.19	8.84	8.78	8.73

จากตารางที่ 4-4 พบว่าเมื่อแช่เม็ดแคลเซียมซิลิเกตนานขึ้นจะมีผลทำให้ค่า pH ของสารละลาย SBF มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากแคลเซียมซิลิเกตเกิดปฏิกิริยากับสารละลาย SBF เนื่องจากค่า pH ของสารละลาย SBF ก่อนข้างเป็นกลาง ซึ่งเป็นสภาวะที่ Ca^{2+} ไอออนละลายออกจากพื้นผิวของสารตัวอย่างสู่สารละลาย SBF เป็นผลให้ค่า pH ของสารละลายเพิ่มขึ้น ซึ่งการเพิ่มขึ้นของ pH ทำให้สภาวะของสารละลาย SBF เหมาะแก่การตกผลึกของไฮดรอกซีเอปาทิตบนพื้นผิวของสารตัวอย่าง ดังแสดงในผลการวิเคราะห์ XRD และ SEM ในหัวข้อถัดไป

4.3.2 การเปลี่ยนแปลงของแคลเซียมซิลิเกตภายหลังจากแช่สารละลาย SBF

การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึก

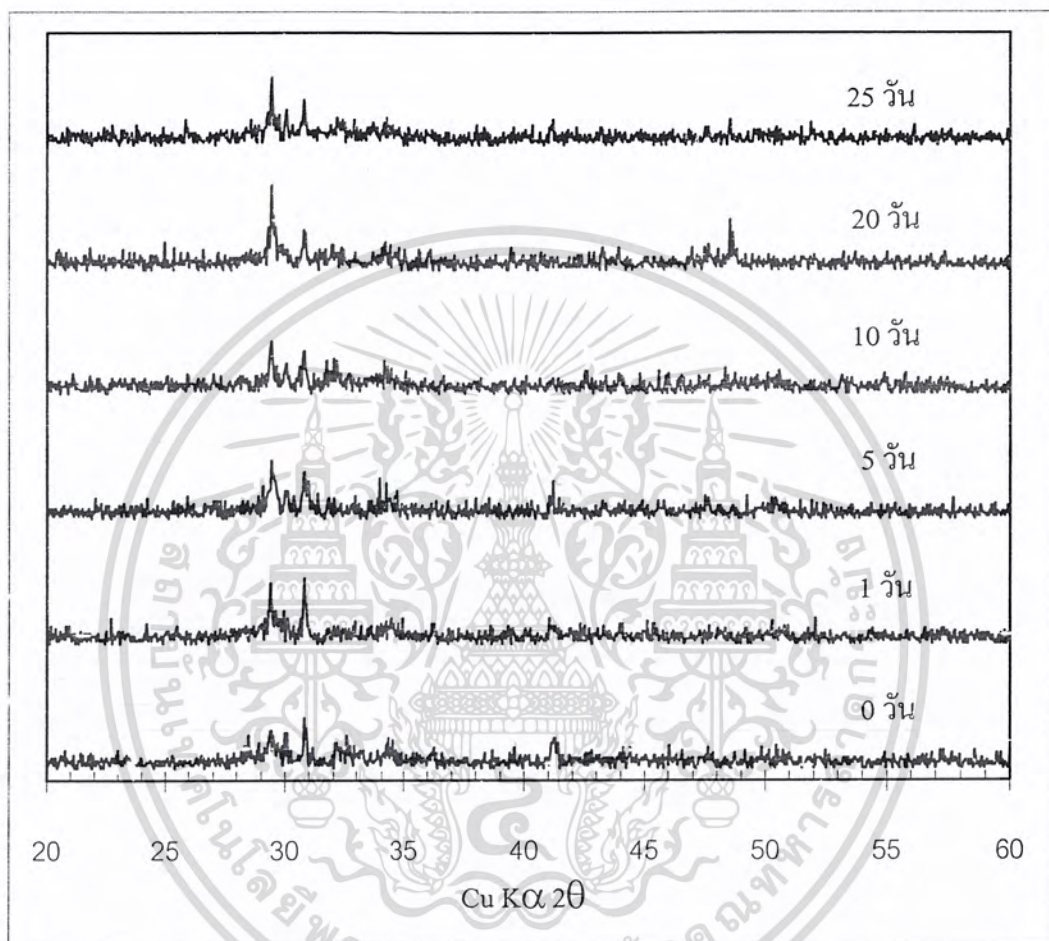
แคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากวิธีโซล-เจล



รูปที่ 4-2 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคผลึกของแคลเซียมซิลิเกต (G-24) ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 5 10 20 และ 25 วัน

จากรูปที่ 4-2 พบว่าสารตัวอย่างก่อนแช่จะเป็นวัฏภาค Wollastonite-2M และมี $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ กับ CaCO_3 ผสมอยู่ด้วย หลังจากแช่สารละลาย SBF พบว่าผลึกของ Wollastonite-2M ซึ่งมีพีคสำคัญที่ 2θ เท่ากับ 29.992 องศา และ $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ ซึ่งมีพีคสำคัญที่ 2θ เท่ากับ 30.746 และ 41.833 องศา จะมีความสูงของพีคลดลง และพีคมีฐานกว้างขึ้น (Broad peak) ซึ่งน่าจะเป็นผลเนื่องจากการละลายของแคลเซียมซิลิเกตที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง และพบว่าเมื่อแช่สารละลาย SBF นานขึ้นจะพบพีคของ Calcite (CaCO_3) ซึ่งมีพีคที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 29.476 องศา มีความเข้มสูงขึ้นและมี

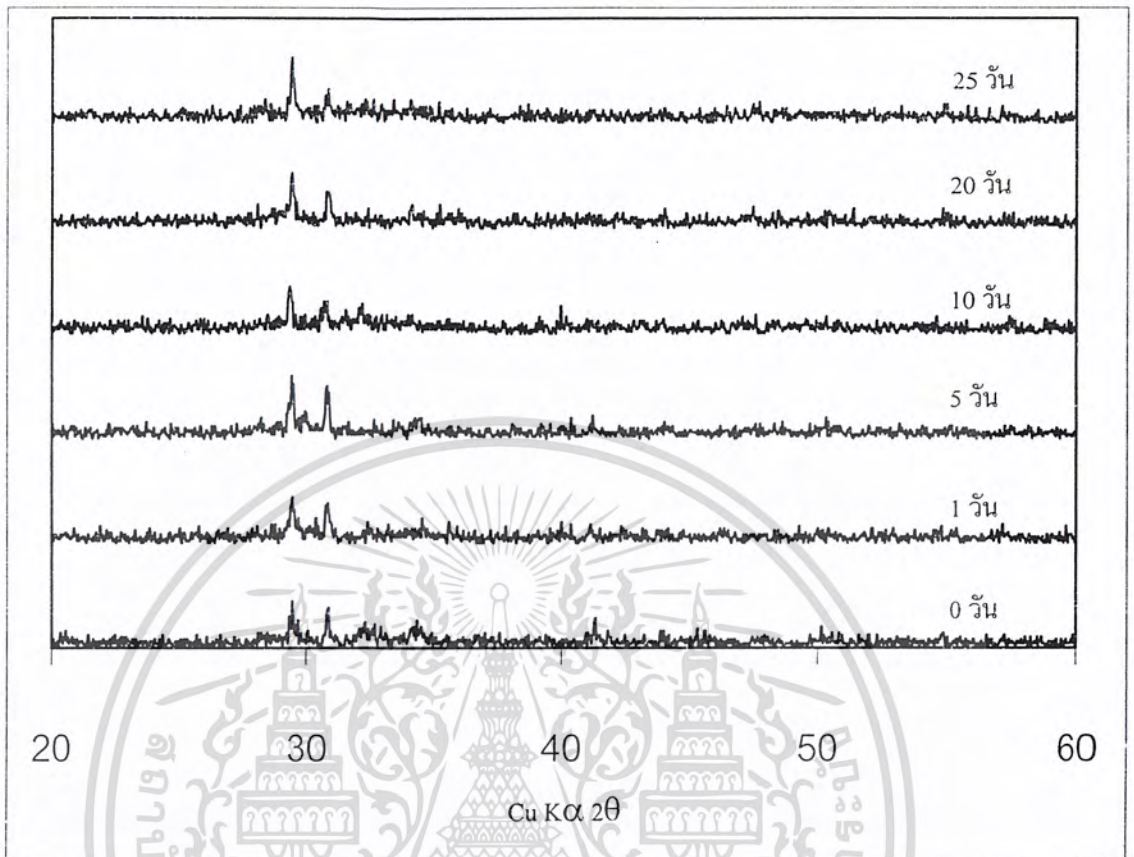
ความปั่นป่วนสูงขึ้น และจะพบพีกของไฮดรอกซีเอปาทิต ซึ่งเป็นพีกที่มีลักษณะฐานกว้างที่ประมาณ 2θ เท่ากับ 30 ถึง 32 องศา ซึ่งพีกลักษณะนี้เป็นพีกที่มักพบในไฮดรอกซีเอปาทิตที่ตกผลึกจากสารละลาย



รูปที่ 4-3 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคผลึกของแคลเซียมซิลิเกต (G-25) ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 5 10 20 และ 25 วัน

จากรูปที่ 4-3 พบว่าสารตัวอย่างก่อนแช่สารละลาย SBF จะเป็นวัฏภาคของ Wollastonite-2M และมีวัฏภาค $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ กับ Calcite (CaCO_3) ผสมกันอยู่ หลังจากแช่สารละลาย SBF ผลึกของ Wollastonite-2M ซึ่งมีพีกที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 29.992 องศา และวัฏภาค $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ ซึ่งมีพีกที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 30.746 และ 41.833 องศา จะมีความสูงของพีกลดลง และพีกมีฐานกว้างขึ้น ซึ่งอาจเนื่องจากการละลายของแคลเซียมซิลิเกตที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง และพีกของ Calcite (CaCO_3) ซึ่งมีพีกที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 29.476 องศา มีความเข้มและความเป็นผลึกสูงขึ้น

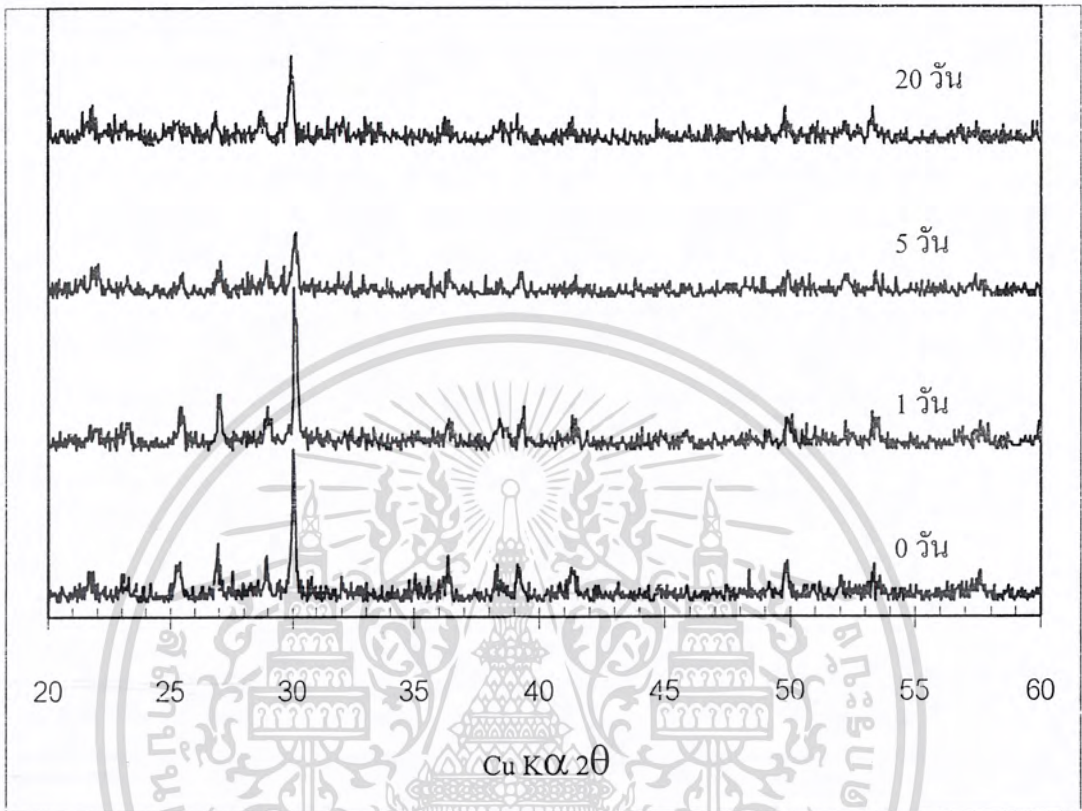
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-4 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคผลึกของแคลเซียมซิลิเกต (G-26) ภายหลังจากการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 5 10 20 และ 25 วัน

จากรูปที่ 4-4 พบว่าสารตัวอย่างก่อนแช่สารละลาย SBF จะพบผลึกของแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) ผสมกับ $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ Ca_2SiO_4 และ Calcite (CaCO_3) ภายหลังจากการแช่สารละลาย SBF พบว่าพีคของแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) ซึ่งมีพีคที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 29.555 องศา $\text{Ca}_3(\text{Si}_3\text{O}_9)$ มีพีคที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 30.746 องศา และ Ca_2SiO_4 มีพีคที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 32.156 32.792 32.990 34.488 และ 41.200 องศา มีความสูงของพีคลดลงและฐานพีคกว้างขึ้น ซึ่งน่าจะเกิดจากการละลายของแคลเซียมซิลิเกตที่บริเวณพื้นผิว ส่วนพีคของ Calcite (CaCO_3) ซึ่งมีพีคที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 29.476 องศา จะมีความเข้มและความเป็นผลึกสูงขึ้น

แคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม



รูปที่ 4-5 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคผลึกของแคลเซียมซิลิเกต (C-23) ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 5 และ 20 วัน

จากรูปที่ 4-5 พบว่าสารตั้งต้นเป็นผลึกของ Wollastonite-2M และหลังจากแช่สารละลาย SBF พบว่าพีกของ Wollastonite-2M ซึ่งมีพีกที่สำคัญที่ 2θ เท่ากับ 23.150 25.303 26.848 28.871 และ 29.992 องศา มีความสูงลดลง และพีกมีฐานกว้างมากขึ้น ซึ่งน่าจะเกิดจากการละลายของแคลเซียมซิลิเกตที่บริเวณพื้นผิวด้านนอก

จากผล XRD จะไม่พบพีกของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ชัดเจนอาจเนื่องจากเกิดฟิล์มของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่บางเกินไป และไฮดรอกซีเอปาทาइटเกิดการปกคลุมไม่ทั่วทั้งพื้นผิวของสารตัวอย่าง จึงทำให้ไม่สามารถเห็นพีกของไฮดรอกซีเอปาทาइट

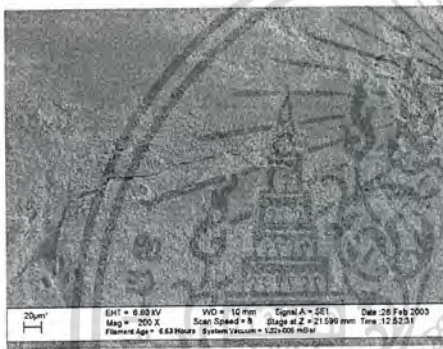
จากผลข้างต้นจะพบว่า Ca^{2+} ไอออนที่ละลายจากสารตัวอย่างจะเกิดเป็น Calcite (CaCO_3) ที่มากขึ้นภายหลังจากแช่สารละลาย SBF นานขึ้น ซึ่งจะเป็นการแข่งชิงการเกิดไฮดรอกซีเอปาทิตจึงทำให้เกิดเป็นไฮดรอกซีเอปาทิตได้น้อยลง

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของสาร

โครงสร้างจุลภาคของเม็ดแคลเซียมซิติเกตที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF ซึ่งตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM จะมีลักษณะพื้นผิวของอนุภาคดังแสดงในรูปที่ 4-6

G-24

ก) ก่อนแช่



ข) หลังแช่

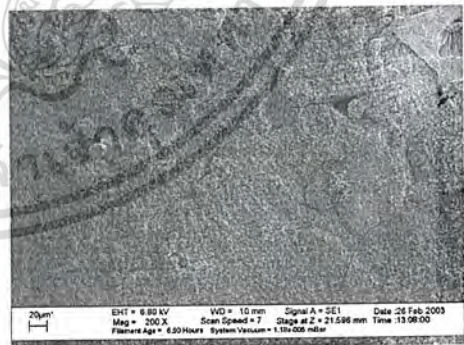


G-25

ก) ก่อนแช่



ข) หลังแช่



รูปที่ 4-6 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมซิติเกตที่สังเคราะห์ได้ก่อนและหลังแช่สารละลาย SBF ที่กำลังขยาย 200 เท่า

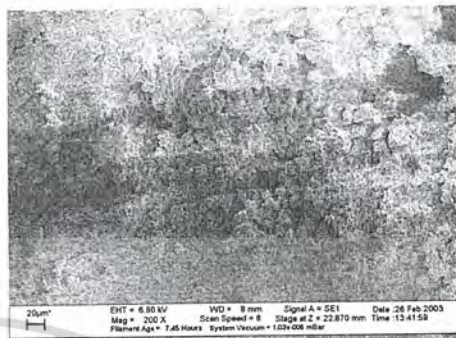
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

G-26

ก) ก่อนแช่

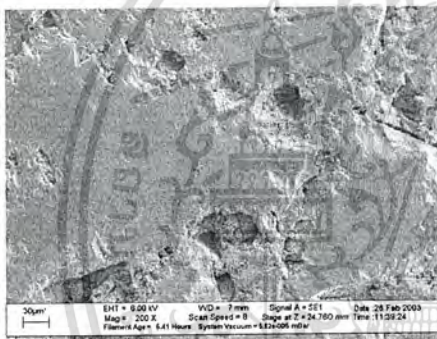


ข) หลังแช่



G-23

ก) ก่อนแช่

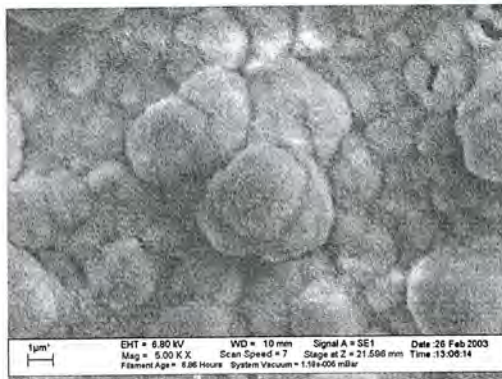
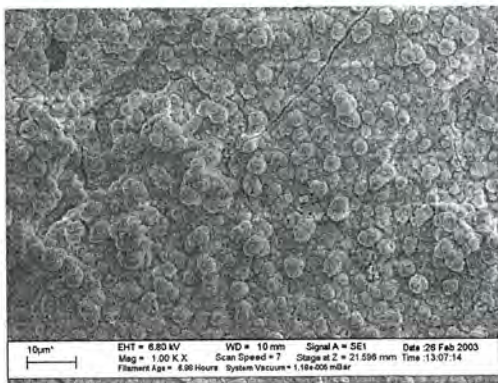


ข) หลังแช่



รูปที่ 4-6 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมซัลเฟตที่สังเคราะห์ได้ก่อนและหลังแช่สารละลาย SBF ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ต่อ)

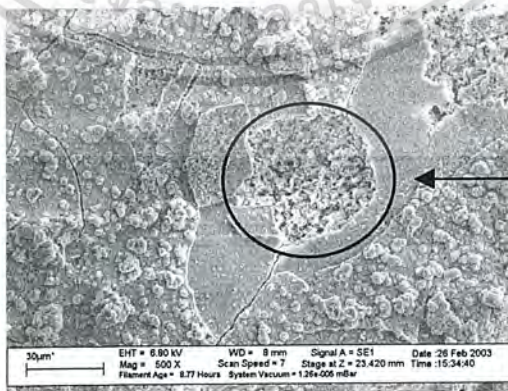
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-7 โครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่เกิดขึ้นหลังแช่แคลเซียมซิติเกต (G-25) ในสารละลาย SBF ที่กำลังขยาย 1,000 และ 5,000 เท่า

จากรูปที่ 4-6 จะเห็นว่าสารตัวอย่างก่อนแช่สารละลาย SBF จะมีลักษณะพื้นผิวที่ค่อนข้างเรียบ และมีรูพรุน แต่หลังจากการนำสารตัวอย่างไปแช่สารละลาย SBF จะพบชั้นฟิล์มบางของไฮดรอกซีเอปาทาइटซึ่งมีลักษณะเฉพาะดังรูปที่ 4-7 ซึ่งทำการขยายดูพื้นผิวของแคลเซียมซิติเกตที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF จะพบเกรน (Grain) ลักษณะเป็นทรงกลม ซึ่งประกอบไปด้วยแท่งทรงกระบอกรวมกันมากมาย ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของไฮดรอกซีเอปาทาइट และพบว่ามียอดแตกร้าวที่พื้นผิวของไฮดรอกซีเอปาทาइट ซึ่งเกิดจากชั้นจากการที่ชั้นของไฮดรอกซีเอปาทาइटแห้งจึงเกิดการหดตัว จึงสรุปได้ว่าชั้นฟิล์มของสารที่เกิดขึ้นมาเคลือบที่ผิวของแคลเซียมซิติเกต คือ ไฮดรอกซีเอปาทาइट

แคลเซียมซิติเกตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจล และวิธีตกตะกอนร่วมกัน เมื่อนำไปแช่ในสารละลาย SBF สามารถเกิดขึ้นฟิล์มของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่พื้นผิวได้



บริเวณที่ฟิล์มไฮดรอกซีเอปาทาइटหลุดออกจากพื้นผิว

รูปที่ 4-8 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมซิติเกตที่ถูกเคลือบด้วยชั้นฟิล์มของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่กำลังขยาย 500 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชั้นฟิล์มของไฮดรอกซีเอปาทาइटไม่ได้ปกคลุมบนแคลเซียมซลิเกตทั่วทั้งเม็ด ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4-8 ซึ่งพบว่ามีารหลุดของชั้นฟิล์มไฮดรอกซีเอปาทาइट แสดงให้เห็นว่าการยึดเกาะระหว่างแคลเซียมซลิเกตและไฮดรอกซีเอปาทาइटนั้นไม่ดีมากนัก ซึ่งอาจจะเนื่องมาจากการขัดผิวของแคลเซียมซลิเกตไม่เรียบพอ ทำให้ฟิล์มไฮดรอกซีเอปาทาइटที่เกิดขึ้นยึดติดกับพื้นผิวของสารตัวอย่างได้ไม่ดี จึงง่ายแก่การหลุดออกไปอยู่ในสารละลาย SBF และเมื่อนำฟิล์มของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่หลุดออกมาอยู่ในสารละลาย SBF ไปตรวจดูด้วยเทคนิค SEM จะได้โครงสร้างจุลภาคดังรูปที่ 4-9



รูปที่ 4-9 โครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีเอปาทาइटและ Calcite (CaCO_3) ที่กำลังขยาย 10,000 และ 8,350 เท่า

จากรูปที่ 4-9 พบว่าชิ้นส่วนที่หลุดออกมาจากพื้นผิวของแคลเซียมซลิเกต คือ ฟิล์มไฮดรอกซีเอปาทาइट และยังพบผลึกของ Calcite (CaCO_3) ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยมอยู่ด้วย ซึ่ง Calcite (CaCO_3) ที่เกิดขึ้นน่าจะเนื่องมาจากการตกตะกอนของ Ca^{2+} ไอออนจากการละลายของแคลเซียมซลิเกตรวมตัวกับ CO_3^{2-} ไอออน ที่มีอยู่ในสารละลาย SBF

บทที่ 5

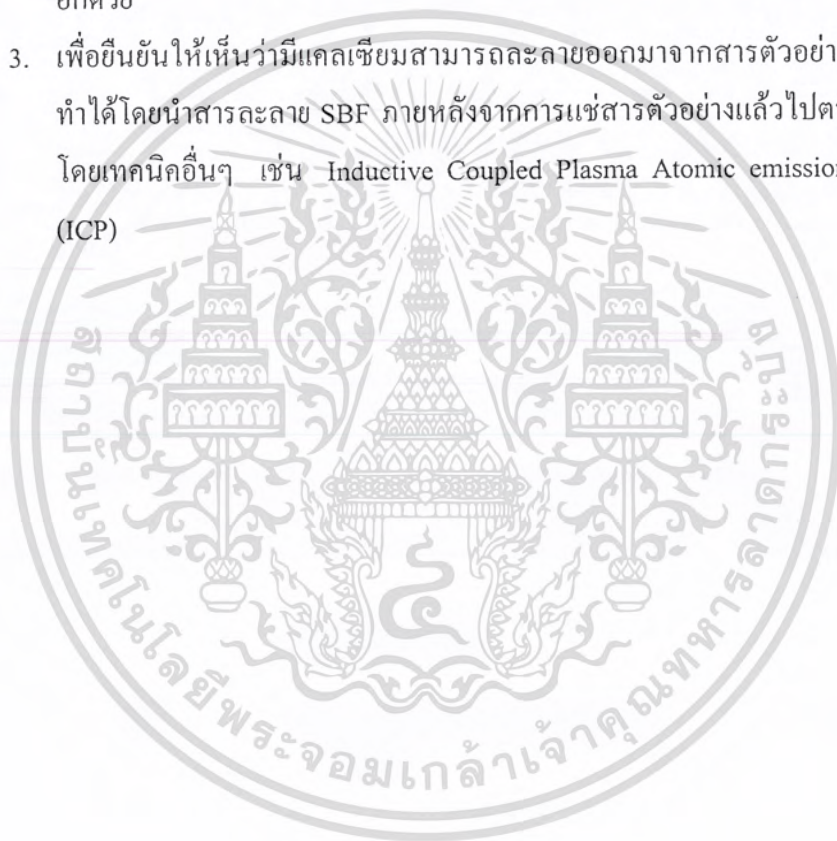
สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

1. จากการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยวิธี โซล-เจลโดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างเอทานอลและน้ำ พบว่าอัตราส่วนของตัวทำละลายมีผลต่ออัตราส่วนโมลของ CaO/SiO_2 ในสารตั้งต้นที่สังเคราะห์ได้ โดยสภาวะซึ่งให้สารผลิตภัณฑ์ซึ่งมีอัตราส่วนโมลของ CaO/SiO_2 เข้าใกล้ 1 มากที่สุดก็คือ สภาวะที่ใช้ตัวทำละลายผสมที่มีอัตราส่วนเอทานอล : น้ำ เท่ากับ 275 : 25
2. สารที่สังเคราะห์ได้ถ้าอัตราส่วนโมลของ CaO/SiO_2 มีค่าใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎี (1.000) ภูมิภาคของแคลเซียมซิลิเกตที่ได้จะเป็น Wollastonite-2M และเมื่อปริมาณน้ำในตัวทำละลายผสมมากขึ้นทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสูงกว่าปฏิกิริยาควบแน่นทำให้มีหมู่ไฮดรอกซิลเหลืออยู่มาก จึงทำให้เกิดการดูดความชื้นภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ 500°C ทำให้ซิลิกอนบางส่วนหายไปในช่วงการทดลองเป็นผลให้อัตราส่วนของ CaO/SiO_2 มีค่ามากขึ้นเมื่อใช้ปริมาณน้ำมากขึ้น และจะพบภูมิภาคของแคลเซียมซิลิเกตชนิดอื่นร่วมอยู่ด้วย เมื่ออัตราส่วนของ CaO/SiO_2 มีค่ามากกว่าค่าทางทฤษฎี
3. แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้และทำการอัดเม็ดแล้วนำไปแช่ในสารละลาย Simulated body fluid (SBF) พบว่าสารตัวอย่างสามารถเหนียวน้ำให้ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ตกผลึกเป็นฟิล์มที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง จึงสรุปได้ว่าสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มีความว่องไวทางชีวภาพ โดยไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะเกรน (Grain) เป็นทรงกลม ซึ่งประกอบไปด้วยแท่งทรงกระบอกรวมกันมากมาย
4. จากการตรวจวิเคราะห์โดยเทคนิค SEM พบว่าฟิล์มของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เกิดขึ้นยึดเกาะกับสารตัวอย่างได้ไม่ดีจึงสามารถหลุดร่อนออกจากสารตัวอย่างได้ เนื่องมาจากการขัดผิวของสารตัวอย่างไม่เรียบพอ

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรศึกษาอัตราส่วนของเอทานอลต่อน้ำกลั่นให้ละเอียดเพิ่มขึ้นเพื่อจะได้สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตและได้อัตราส่วนโมลของ CaO/SiO_2 เข้าใกล้ 1 มากขึ้น
2. ผงแคลเซียมซิลิเกตที่ทำการอัดเม็ดแล้วควรทำการขัดพื้นผิวให้เรียบและสม่ำเสมอเพียงพอเพื่อเมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) จะทำให้ชั้นของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เกิดขึ้นสามารถเกาะบนสารตัวอย่างได้ดีอีกด้วย
3. เพื่อยืนยันให้เห็นว่ามีแคลเซียมสามารถละลายออกจากสารตัวอย่างได้หรือไม่อาจทำได้โดยนำสารละลาย SBF ภายหลังจากการแช่สารตัวอย่างแล้วไปตรวจวิเคราะห์ต่อโดยเทคนิคอื่นๆ เช่น Inductive Coupled Plasma Atomic emission Spectroscopy (ICP)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] <http://mineral.galleries.com/silicate/wollasto/wollasto.htm>
- [2] http://www.nycominerals.com/cache/page_92-127.htm
- [3] http://www.nycominerals.com/cache/page_92-130.htm
- [4] http://www.nycominerals.com/cache/page_3-32.htm
- [5] Kotsis I., and Balogh A. 1989. Synthesis of Wollastonite. **Ceramics International**. 15: 79-85.
- [6] http://webmineral.com/data/wollastonite_2M.shtml
- [7] <http://www.geol.binghamton.edu/faculty/naslund/Geol.111.Lec3.html>
- [8] http://www.smmiec.com/4th/nonmetallic_mineral_product_2.htm
- [9] <http://geolog.cr.usgs.gov/pub/fact-sheets/fs-0002-01/fs-0002-01.pdf>
- [10] Ibanez A., Pena J.M.G., and Sandoval F. 1990. Solid-state reaction for producing β -wollastonite. **Ceramic Bulletin**. 69(3): 374-378.
- [11] http://www.ex.ac.uk/chemweb/staff_reseach/sjc.htm
- [12] Hayashi S., Okada K., and Otsuka N. 1991. Preparation of CaSiO_3 powder by coprecipitation method and their sinterability. **Journal of the Ceramic Society of Japan, Int Edition**. 99(9-12): 1187-1190.
- [13] <http://www.psrc.usm.edu/mauritz/solgel.html>
- [14] Brinker C.J. and Scherer G.W. 1990. **Sol-gel Science-The Physics and chemistry of sol-gel processing**. New York: Academic press.
- [15] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2544. เอกสารประกอบการสอนวิชาวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [16] ชูศักดิ์ เวชแพศย์ และสมศรี คาวฉาย. 2543. โครงการวิจัยและพัฒนาอุปกรณ์ทางชีวภาพทางการแพทย์. สถาบันวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมหาวิทยาลัยมหิดล.
- [17] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2544. เอกสารประกอบการสอนวิชาวัสดุเคมีที่ใช้ในอุตสาหกรรม. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [18] Hence L.L. and Wilson J. 1993. **An introduction to Bioceramics**. Florida : World Scientific Publishing.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [19] <http://www.bg.ic.ac.uk/Lectures/Hence/BioGlass/cal3.htm>
- [20] Hedvall J.A. 1931. *Z.angew.Chem.* (44):781.
- [21] Kurczyk H.G. and Wuhler J. 1971. Synthetic wollastonite and its use in ceramic bodies. *Interceram.NR.* 2: 119-125.
- [22] Siriphannon P., Hayashi S., Yasumori A., and Okada K. 1999. Preparation and sintering of CaSiO_3 from coprecipitated powder using NaOH as precipitant and its apatite formation in simulated body fluid solution. *J.Mater.Res.* 14: 529-540
- [23] De Aza P.N., Guitian F. and De Aza S. 1994. Bioactivity of wollastonite ceramic : in vitro evaluation. *Scripta Metallurgica et Materialia.* 31(8): 1001-1005.
- [24] Kokubo T. 1990. *J. Non-Cryst. Solids.* (120): 138.
- [25] Kokubo T. 1993. *An Introduction to Bioceramics.* Pp.75-88. Singapore.
- [26] Cho S.B., Nakanishi K., Kokubo T., Soga N., Ohtsuki C., Nakamura T., Kitsugi T., and Yamamuro T. 1995. *J. Am. Ceram. Soc.* 78: 1769.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง ก-1 องค์ประกอบทางเคมีของสารที่ใช้ทำสารมาตรฐาน

ปริมาณ SiO ₂ (%)	ปริมาณ CaO (%)	องค์ประกอบทางเคมี (%wt)		
		SiO ₂	CaO	อื่นๆ
100	0	99.8	0	0.2
75	25	70.1	29.7	0.2
50	50	44	55.5	0.5
25	75	21.7	77.8	0.5
0	100	0.262	99.4	0.3

ตาราง ก-2 องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกที่เกิดจากวิธีตกตะกอนร่วม (G-23)

องค์ประกอบ	ความเข้มข้น (%wt)
SiO ₂	47.1
CaO	5.01
Na ₂ O	1.25
MgO	1.15
ZnO	1.5

ตาราง ก-3 องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกที่เกิดจากวิธีโซล-เจล (G-24)

องค์ประกอบ	ความเข้มข้น (%wt)
SiO ₂	41.8
CaO	57.8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง ก-4 องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกเกิดจากวิธีโซล-เจล (G-25)

องค์ประกอบ	ความเข้มข้น (%wt)
SiO ₂	41.6
CaO	58.1

ตาราง ก-5 องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกเกิดจากวิธีโซล-เจล (G-26)

องค์ประกอบ	ความเข้มข้น (%wt)
SiO ₂	33.3
CaO	66.5

ตาราง ก-6 องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกเกิดจากวิธีโซล-เจล (G-30)

องค์ประกอบ	ความเข้มข้น (%wt)
SiO ₂	43
CaO	56.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

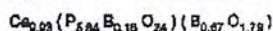


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 80-537

Radiation = 1.540600

Quality : Calculated



Apatite, syn / Calcium Phosphate Borate

Lattice : Hexagonal

Mol. weight = 1000.46

S.G. : P-3 (147)

Volume [CD] = 534.70

a = 9.45600

Cx = 3.107

c = 6.90500

Z = 1

hcor = 0.93

ICSD COLLECTION CODE : 055336

TEMPERATURE FACTOR : ATF

GENERAL COMMENTS : B-containing

TEST FROM ICSD : Charge sum slightly deviates from zero.

Calculated from ICSD using POWD-12+. (1987) primary reference :

*Nippon Seramikkusu Kyokai Gakujutsu Ronbunshi, volume 96, page 305, (1988) ;
Ito, A., Akao, M., Miura, N., Otsuka, R., Tsutsumi, S.

Radiation : CuKα1

Filter : Not specified

Lambda : 1.54060

d-sp : Calculated spacings

2θ	h	k	l	Intensity	2θ	h	k	l	Intensity
10.785	21	1	0	0	81.339	1	4	4	0
12.810	<1	0	0	1	81.980	<1	1	6	-2
16.781	4	0	1	1	*81.980	<1	0	6	3
18.753	3	1	1	0	82.363	<1	7	0	0
21.667	6	2	0	0	82.779	1	4	4	3
22.776	7	1	1	-1	82.679	1	3	3	-1
25.287	3	0	2	1	83.036	3	4	3	-3
26.784	36	0	0	2	83.889	3	2	4	-4
28.025	7	0	1	2	84.033	1	0	0	6
28.821	17	2	1	0	84.570	<1	4	4	0
31.653	100	2	1	-1	85.075	1	5	2	-3
32.075	63	1	1	-2	86.851	2	5	1	-1
32.782	68	3	0	0	87.083	4	1	1	-5
33.937	19	0	2	2	87.620	2	2	3	-2
36.329	5	0	3	1	88.069	4	6	3	-3
38.034	<1	2	2	0	89.137	<1	6	1	6
39.053	5	2	1	-2	89.648	<1	4	1	6
39.650	21	1	3	0					
40.202	1	2	2	-1					
40.696	1	1	0	3					
41.835	6	1	3	-1					
42.168	1	3	0	2					
43.705	5	1	1	-3					
44.204	1	4	0	0					
45.154	4	2	0	3					
46.213	1	4	0	1					
46.621	29	2	2	-2					
47.503	12	1	3	-2					
46.411	4	2	3	0					
49.299	30	2	1	-3					
50.291	15	3	2	-1					
51.069	11	1	4	0					
51.680	11	4	0	2					
*51.680	11	0	3	3					
53.004	13	0	0	4					
54.263	2	1	0	4					
55.652	4	3	2	-2					
56.724	<1	1	1	-4					
56.811	4	3	1	-3					
57.811	1	0	5	1					
57.929	1	0	2	4					
58.074	3	4	1	-2					
58.519	1	3	3	0					
59.701	4	2	4	0					
60.177	2	3	3	-1					
61.339	4	2	4	-1					
61.452	5	1	2	-4					
62.739	6	0	6	2					
63.186	2	5	1	0					
63.737	6	0	3	4					
63.811	9	3	2	-3					
64.752	7	5	1	-1					
66.112	2	2	4	2					
*66.112	2	4	1	-3					
67.062	<1	2	2	-4					
68.178	1	3	1	-4					
68.719	<1	6	0	0					
68.890	<1	0	1	6					
69.398	2	5	1	2					
69.603	<1	4	3	0					
70.242	<1	6	0	1					
70.513	<1	5	0	3					
71.055	1	1	1	-5					
71.316	3	4	3	1					
71.949	3	6	2	0					
72.123	1	0	2	5					
72.651	<1	3	3	-3					
73.443	2	5	2	-1					
73.710	4	2	4	-3					
74.601	2	3	2	-4					
74.729	1	6	0	2					
76.203	4	2	1	-5					
75.777	2	3	4	-2					
76.168	1	6	1	0					
76.694	4	4	1	-4					
76.855	4	5	1	-3					
77.379	<1	0	3	5					
77.633	<1	1	8	1					
77.860	5	2	5	-2					
80.478	<1	2	2	-5					
80.830	<1	5	0	4					

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 34-558		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted		
Ca Si O ₃		2θ	I	h	k	l
Calcium Silicate		29.555	100			
		30.899	30			
		32.173	80			
		32.778	20			
		33.408	10			
		34.331	40			
		35.588	30			
		36.806	20			
		37.490	10			
		39.510	10			
		41.207	80			
		44.258	10			
		45.785	80			
		56.306	10			
		57.758	10			
<p><i>Notes</i> : Not assigned <i>Mol. weight</i> = 116.16</p> <p><i>S.G.</i> : (0)</p>						
<p>REASON 'O' QUALITY WAS ASSIGNED : O assigned because of questionable composition and lack of indexing</p> <p>SAMPLE PREPARATION : Made by devitrification of glass under pressure.</p> <p>DELETED AND REJECTED BY : Deleted by 45-158, more complete, McMurdo 394.</p>						
<p>*Earth Planet. Sci. Lett., volume 12, page 411, (1971) primary reference : Ringwood, A.,</p>						
<p><i>Radiation</i> :</p>		<p><i>Filter</i> : Not specified</p> <p><i>st-sp</i> : Not given</p>				

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 83-578		Radiation = 1.540600		Quality : Calculated			
Ca (CO ₃)		2th	i	h	k	l	
Calcite / Calcium Carbonate		23.060	10	0	1	2	
		29.410	100	1	0	4	
		31.451	2	0	0	6	
		35.976	14	1	1	0	
		39.418	18	1	1	3	
		43.167	15	2	0	2	
		47.128	8	0	2	4	
		47.527	19	0	1	8	
		48.520	18	1	1	8	
		56.574	3	2	1	1	
		57.410	9	1	2	2	
		68.107	1	1	0	10	
		80.682	6	2	1	4	
		81.020	2	2	0	8	
		81.398	2	1	1	9	
		83.068	2	1	2	5	
		84.673	6	3	0	0	
		85.647	3	0	0	12	
		89.207	1	2	1	7	
		70.289	2	0	2	10	
		72.916	3	1	2	8	
		73.687	1	3	0	6	
		76.287	1	2	2	0	
		77.190	2	1	1	12	
		78.444	<1	2	2	3	
		80.248	<1	1	3	1	
		80.958	1	3	1	2	
		81.555	2	2	1	10	
		82.151	<1	0	1	14	
		83.790	4	1	3	4	
		84.828	2	2	2	8	
		85.002	<1	3	1	5	
		86.494	<1	1	2	11	
Lattice : Rhombohedral S.G. : R-3c (167) a = 4.98870 c = 17.05260 Z = 8 Mol. weight = 100.09 Volume (CD) = 367.64 Dx = 2.713 V _{cor} = 3.21		ICSD COLLECTION CODE : 079674 TEMPERATURE FACTOR : ATF REMARKS FROM ICSD : REM Background' method.				K Refinement by the 'Background Peak Background' method.	
*Calculated from ICSD using POWD-1244, (1997) primary reference : Z. Kristallogr., volume 188, page 300, (1989) : Wartchow, R.							
Radiation : CuKα1 Lambda : 1.54060		Filter : Not specified σ-sp : Calculated spacings					

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 72-1651		Radiation = 1.540600		Quality : Calculated		
Cs ₂ CO ₃		2 θ	<i>l</i>	<i>h</i> '	<i>k</i>	<i>j</i>
Calcite / Calcium Carbonate		23.074	10	0	1	2
		29.478	100	1	0	4
		31.605	2	0	0	6
		35.959	14	1	1	0
		39.434	19	1	1	3
		43.181	15	2	0	2
		47.166	8	0	2	4
		47.716	18	0	1	8
		48.614	19	1	1	6
		56.548	3	2	1	1
		57.393	9	1	2	2
		58.366	1	1	0	10
		60.698	5	2	1	4
		61.158	2	2	0	8
		61.593	3	1	1	9
		63.105	2	1	2	5
		64.639	8	3	0	0
		66.000	3	0	0	12
		69.300	1	2	1	7
		70.492	2	0	2	10
		73.041	2	1	2	8
		73.740	1	3	0	6
		76.248	1	2	2	0
		77.515	2	1	1	12
		78.423	<1	2	2	3
		80.208	<1	1	3	1
		80.924	<1	3	1	2
		81.757	2	2	1	10
		82.589	<1	0	1	14
		83.782	4	1	3	4
		84.868	2	2	2	6
		85.914	<1	3	1	5
		86.741	1	1	2	11
Lattice : Rhombohedral S.G. : R-3c (167) a = 4.99100 c = 16.97200 Z = 6		Mol. weight = 100.08 Volume [CD] = 366.13 Dx = 2.724 Vcor = 3.71				
ICSD COLLECTION CODE : 018165 TEMPERATURE FACTOR : ATF REMARKS FROM ICSD : REM TEM 215. REMARKS FROM ICSD : REM TEM 240 FOR CELL PARAMETERS. TEST FROM ICSD : At least one TF missing.						
*Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference : *Acta Crystallogr., volume 18, page 689, (1965) : Chessin, H., Hamilton, W.C.						
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54060		Filter : Not specified d -sp : Calculated spacings				

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 72-1130

Radiation = 1.540600

Quality : Calculated

Ca₂SiO₄

Calcium Silicate

Lattice : Monoclinic

Mol. weight = 172.24

S.G. : P21/n (14)

Volume [C.D.] = 342.68

a = 5.48000

Dx = 3.338

b = 6.76000

Beta = 94.55

c = 9.28000

a/b = 0.81065

Z = 4

Moor = 0.70

c/b = 1.37278

ICSD COLLECTION CODE : 018818
SPACE GROUP AS REPORTED BY ICSD : ICSD SG: P21/N1 IT is:
14 SG short form: P21/n
TEMPERATURE FACTOR : ATF
TEMPERATURE FACTOR : ITF

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

*Acta Crystallogr., volume 17, page 685. (1964) .
Cruickshank, D.W.J.

Radiation : CuKα1

Filter : Not specified

Lambda : 1.54060

d-sp : Calculated spacings

2θh	i	h	k	l	2θh	i	h	k	l
16.227	-1	0	1	1	68.815	3	0	2	6
18.178	1	-1	0	0	67.269	4	-2	0	9
19.500	0	0	0	1	67.690	4	3	2	3
20.891	5	2	1	0	67.690	3	-1	2	0
22.484	4	1	1	1	68.071	8	-4	2	0
23.283	5	0	1	2	68.027	3	1	3	5
23.556	1	1	1	1	68.827	5	-3	2	4
26.347	6	0	2	2	69.175	4	2	1	4
27.595	12	-1	0	2	69.434	4	-3	0	6
28.054	8	0	2	1	70.311	1	4	0	1
29.380	11	1	1	2	70.311	1	4	0	1
31.060	26	1	3	0	70.311	1	1	5	2
31.673	17	0	1	3	70.447	1	3	1	6
32.156	87	-1	0	3	70.696	1	3	1	6
32.159	67	-1	2	1	71.457	4	-2	4	3
32.782	100	2	0	0	72.003	1	1	1	4
32.782	100	0	2	2	72.000	1	4	1	4
32.990	71	1	2	1	72.480	4	4	5	3
34.498	68	1	0	3	72.723	4	-2	0	6
34.602	11	-1	1	3	72.723	3	0	5	1
35.417	3	1	0	1	72.824	3	0	0	2
36.006	24	1	1	0	72.824	3	0	0	2
36.066	24	-1	2	2	72.930	3	1	5	2
36.635	3	3	0	0	73.488	4	-2	0	4
37.034	1	1	1	1	73.543	4	4	1	6
37.473	1	2	1	3	73.543	1	3	2	4
37.473	1	2	1	3	74.275	1	1	3	4
38.811	3	0	0	4	74.275	1	2	0	6
39.820	10	1	1	2	74.511	1	1	3	6
39.526	26	1	2	3	74.753	-1	-1	2	2
39.580	21	2	0	2	74.878	1	-4	2	0
41.200	52	0	0	3	75.000	2	-4	1	0
41.200	53	0	0	3	75.000	2	-4	1	0
41.879	4	1	1	4	75.247	1	1	1	7
42.030	3	-2	2	3	75.370	2	-4	1	2
42.610	6	-2	2	0	75.544	1	-1	3	6
43.000	14	-1	2	1	75.544	1	1	3	6
43.340	17	1	0	4	76.243	1	0	0	2
43.915	2	1	2	3	76.500	2	-4	2	2
44.245	13	-1	3	1	76.500	2	2	2	4
44.245	15	-1	3	1	76.632	2	-2	3	4
44.551	15	1	1	3	76.632	6	6	1	0
44.696	16	0	8	2	76.632	6	6	1	0
44.833	6	1	3	1	76.804	4	4	0	3
45.854	10	-1	2	2	77.060	3	-3	4	1
46.274	1	-1	3	1	77.060	3	-3	1	0
47.605	0	0	2	4	77.586	-1	6	3	1
48.169	24	2	2	2	77.586	1	6	3	1
48.542	0	-1	3	4	78.573	2	-5	4	1
48.545	0	-1	3	4	78.573	2	-5	4	1
50.068	3	0	3	3	78.616	2	-1	4	2
50.253	2	3	0	0	78.896	2	-6	4	2
50.510	19	0	2	1	78.896	2	-2	2	1
50.780	0	0	0	5	79.322	2	7	1	1
51.146	8	1	1	5	79.322	2	7	1	1
51.715	0	0	1	5	79.546	1	-4	2	3
51.987	0	0	4	0	79.546	1	-4	2	3
52.162	3	1	1	1	79.947	3	2	2	4
52.162	3	1	1	1	79.947	3	2	2	4
52.812	-1	1	3	0	80.047	2	2	2	1
53.073	9	0	3	6	80.190	2	2	2	1
53.192	0	0	3	6	81.207	1	1	1	7
53.351	10	0	7	4	81.207	1	1	1	7
53.651	10	0	7	4	81.445	1	1	1	2
54.134	8	3	3	1	81.846	1	3	3	4
54.203	0	0	4	0	82.204	1	1	4	3
54.338	7	2	2	1	82.204	1	1	4	3
55.209	2	1	4	1	82.471	2	2	0	4
55.320	2	1	4	1	82.471	2	2	0	4
55.494	2	-3	0	2	82.595	2	2	0	4
56.577	11	1	1	1	83.240	1	1	1	2
56.577	11	1	1	1	83.240	1	1	1	2
56.572	10	0	2	5	83.542	4	4	0	3
58.994	9	0	3	4	84.028	4	4	0	3
58.994	9	0	3	4	84.028	4	4	0	3
57.425	7	1	2	4	84.190	1	1	4	1
57.425	7	1	2	4	84.679	1	1	4	1
57.458	7	1	2	4	84.679	1	1	4	1
57.020	6	1	2	2	84.870	1	1	4	1
57.584	5	-1	4	1	85.022	1	3	3	6
58.090	5	0	4	2	85.022	1	3	3	6
58.090	5	0	4	2	85.222	2	2	2	4
58.090	5	0	4	2	85.222	2	2	2	4
58.196	4	1	4	1	85.743	2	2	1	0
58.342	2	-1	1	3	85.743	2	2	1	0
58.839	7	-1	2	4	86.067	2	3	3	4
59.125	0	0	3	3	86.286	3	3	3	6
59.195	6	1	2	2	86.286	3	3	3	6
59.085	0	0	3	3	86.286	3	3	3	6
59.940	4	0	0	8	86.286	3	3	3	6
60.217	3	-1	4	2	86.518	2	-1	4	2
60.677	12	1	3	4	86.518	2	-1	4	2
61.069	13	1	3	4	86.518	2	-1	4	2
61.107	7	1	4	2	86.518	2	-1	4	2
61.353	1	0	2	6	86.518	2	-1	4	2
62.633	0	0	3	3	86.518	2	-1	4	2
62.633	0	0	3	3	86.518	2	-1	4	2
62.781	8	3	4	3	86.518	2	-1	4	2
62.781	8	3	4	3	86.518	2	-1	4	2
63.952	1	-3	2	4	86.518	2	-1	4	2
63.952	1	-3	2	4	86.518	2	-1	4	2
64.456	0	-1	4	3	86.518	2	-1	4	2
64.456	0	-1	4	3	86.518	2	-1	4	2
64.685	4	1	2	5	86.518	2	-1	4	2
64.685	4	1	2	5	86.518	2	-1	4	2
64.685	4	1	2	5	86.518	2	-1	4	2
65.022	2	0	5	0	86.518	2	-1	4	2
65.022	2	0	5	0	86.518	2	-1	4	2
65.228	4	2	4	1	86.518	2	-1	4	2
65.472	4	2	4	1	86.518	2	-1	4	2
65.627	3	1	1	6	86.518	2	-1	4	2
65.627	3	1	1	6	86.518	2	-1	4	2
65.698	2	1	4	0	86.518	2	-1	4	2
65.698	2	1	4	0	86.518	2	-1	4	2
66.066	1	2	3	1	86.518	2	-1	4	2
66.155	1	2	3	1	86.518	2	-1	4	2
66.518	2	-1	4	5	86.518	2	-1	4	2

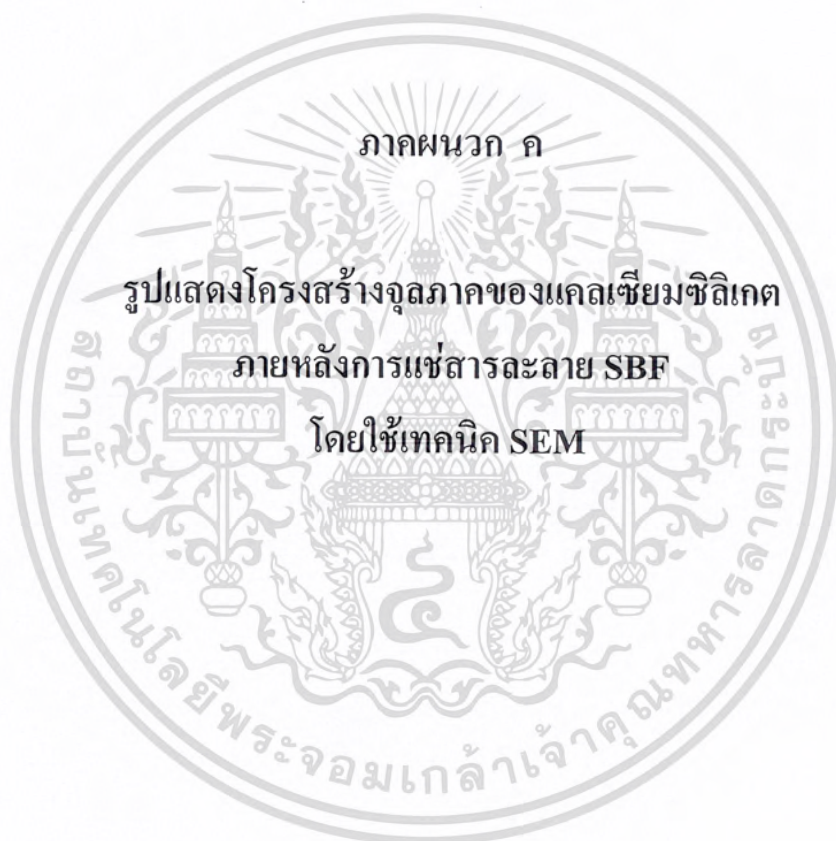
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 27-88		Radiation = 1.540600		Quality : Calculated		
Ca Si O ₃		2 θ		<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
Wollastonite-2M / Calcium Silicate		11.514	10	2	0	0
		16.254	2	-2	0	1
		18.777	2	1	1	1
		20.300	6	-2	1	1
		21.162	3	3	1	0
		23.150	10	-4	0	0
		23.823	8	-3	1	1
		25.303	23	0	0	2
		26.189	5	4	1	0
		26.848	29	-2	0	2
		27.473	2	4	0	1
		27.814	3	-1	2	1
		28.236	11	-1	1	2
		28.871	22	2	0	2
		29.535	9	-2	1	2
		29.992	100	3	2	0
		31.598	5	-5	1	0
		31.972	6	-3	2	1
		32.863	5	-4	0	2
		35.023	5	6	0	0
		35.137	6	5	1	1
		35.452	3	-1	2	2
		36.267	16	1	2	2
		36.218	9	-5	2	0
		38.354	8	0	0	3
		38.507	7	6	0	1
		39.064	11	-2	0	3
		40.721	3	3	2	2
		41.306	16	5	2	1
		41.804	3	-6	0	2
		44.740	5	-5	2	2
		45.724	4	6	0	2
		47.314	2	8	0	0
		48.010	2	5	2	2
		48.330	4	7	2	0
		49.054	4	-7	2	1
		49.786	15	0	4	0
		50.150	3	-4	3	2
		50.999	2	8	0	1
		50.826	4	3	2	3
		51.952	6	0	0	4
		52.214	4	-2	0	4
		53.072	10	-5	2	3
		53.262	10	-7	2	2
		55.653	3	0	4	2
		57.316	6	7	2	2
		57.460	6	-2	4	2
		58.581	2	2	4	2
		59.519	2	-3	2	4
		60.089	2	-6	2	1
		60.211	8	10	0	0
		60.498	2	-7	2	3
		60.659	2	-4	4	2
		62.320	2	6	4	0
		62.766	5	3	2	4
		63.084	3	4	4	2
		63.586	2	-9	2	2
		63.751	4	-10	0	2
		65.033	2	-2	4	3
		68.829	4	10	0	2
Lattice : Monoclinic S.G. : P2 ₁ /a (14) a = 15.42800 b = 7.32000 c = 7.06600 $a/b = 2.10738$ $c/b = 0.96530$ $\beta = 95.40$ Z = 12 Mol. weight = 116.16 Volume [CD] = 704.34 Dx = 2.814 Dm = 2.822		SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Sky Blue Hill, Crestmore, CA, USA. GENERAL COMMENTS : Same as perovskite. OPTICAL DATA : A=1.618, B=1.628, Q=1.831, Sign=, 2V=57 deg. (calc.) COLOR : White		*ICDD Grant-in-Aid, (1974) primary reference : Smith et al., Penn State Univ. University Park, PA, USA. *Z. Kristallogr., volume 127, page 291, (1968) unit cell data : Trojer, F. *Rock Forming Minerals, volume 2, page 170, (1963) optical data : Deer, W., Howie, R., Zussman, J.		
Radiation : CuK α Lambda : 1.54056 SS/FOM : F30-129(0.0027,85)		Filter : Not specified d -sp : Calculated spacings				

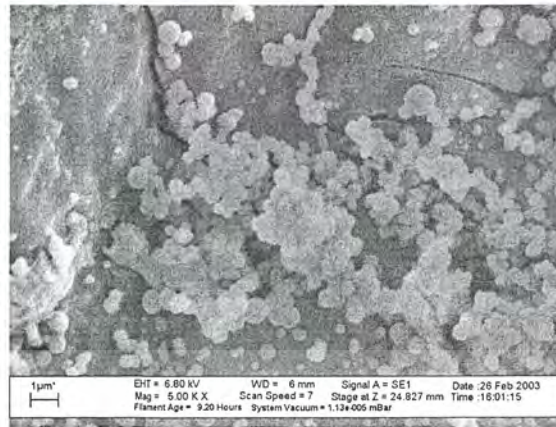
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 17-445		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted	
Ca ₃ Si ₂ O ₈		2 θ	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
Calcium Silicate		8.031	4	1	-1
		14.827	12	0	2
		14.877	12	2	-2
		14.927	12	-2	0
		16.014	4	0	-2
		16.073	4	-2	2
		16.191	2	2	0
		16.112	2	1	2
		19.365	2	1	-3
		20.212	2	-2	2
		20.495	2	-3	1
		21.658	4	0	3
		21.765	4	2	-1
		21.820	4	1	-3
		22.783	8	0	-2
		22.842	10	-2	0
		22.962	2	-3	0
		23.772	4	-1	-2
		23.987	4	2	1
		24.185	4	0	3
		24.387	4	3	0
		24.710	2	-1	2
		25.064	4	-2	4
		25.138	4	2	2
		25.281	4	-4	2
		25.803	4	2	-2
		25.879	2	1	-1
		26.111	2	-2	-1
		26.169	2	2	2
		26.347	2	-4	1
		26.507	2	-4	3
		27.081	2	-1	-3
		27.250	6	4	-3
		28.681	2	-2	-1
		28.871	2	3	-1
		29.180	60	-4	4
		29.358	65	1	1
		29.556	65	4	0
		29.699	25	-4	3
		30.023	18	3	1
		30.108	20	-4	0
		30.558	2	0	3
		31.498	2	-2	3
		32.066	100	0	0
		32.328	70	0	-4
		32.485	65	-2	5
		32.705	60	3	2
		32.940	4	0	1
		33.188	4	-4	2
		33.305	4	4	-2
		33.614	4	-4	5
		33.824	4	4	1
		34.210	80	4	-5
		34.281	80	4	-4
		34.467	2	4	0
		34.605	2	1	1
		34.841	4	-2	-3
		35.068	4	3	2
		35.265	2	-4	-1
		35.380	2	4	1
Lattice : Anorthic (triclinic) Mol. weight = 228.32 S.G. : (0) Volume (CD) = 4349.97 a = 14.08300 Alpha = 90.10 Dx = 3.138 b = 14.21000 Beta = 90.22 c = 25.10000 Gamma = 120.00 a/b = 0.99106 Z = 36 c/b = 1.76638		DELETED AND REJECTED BY : Deleted by 31-301. GENERAL COMMENTS : X-ray pattern at room temperature. GENERAL COMMENTS : Stable form at 20 C>L<900 C. GENERAL COMMENTS : Pure synthetic material.			
*Bull. Soc. Fr. Mineral. Cristallogr., volume 87, page 241, (1964) primary reference: Ragourd.					
Radiation : CuK α Filter : Not specified Lambda : 1.54050 d -sp : Guinier SS/FOM : F30= 13(0.0085,249)					

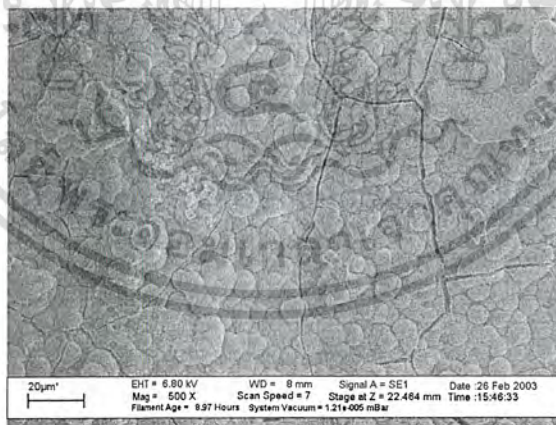
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

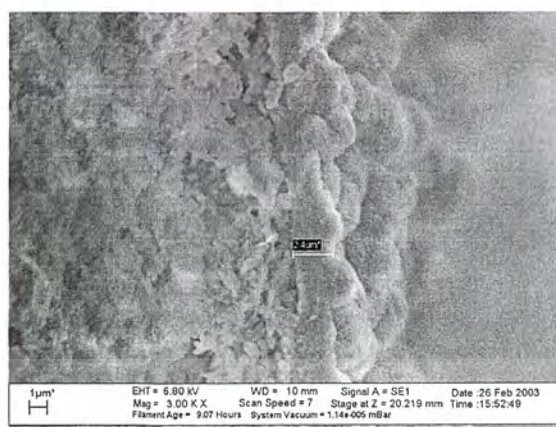


รูป ค-1 โครงสร้างจุลภาคแคลเซียมซิติเกต (G-24) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 1 วัน ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า

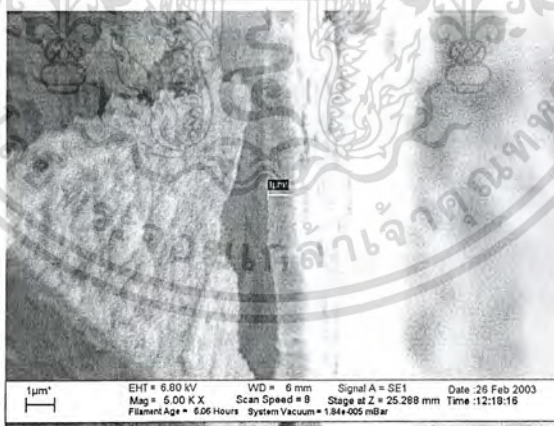


รูป ค-2 โครงสร้างจุลภาคแคลเซียมซิติเกต (G-24) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 10 วัน ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

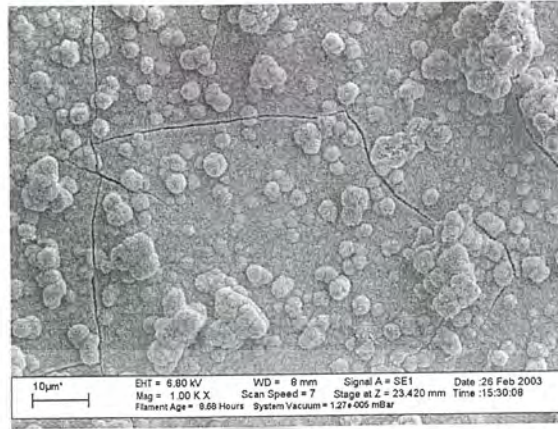


รูป ค-3 ภาพถ่ายภาคตัดขวางของแคลเซียมซิลิเกต (G-24) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 10 วัน ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า

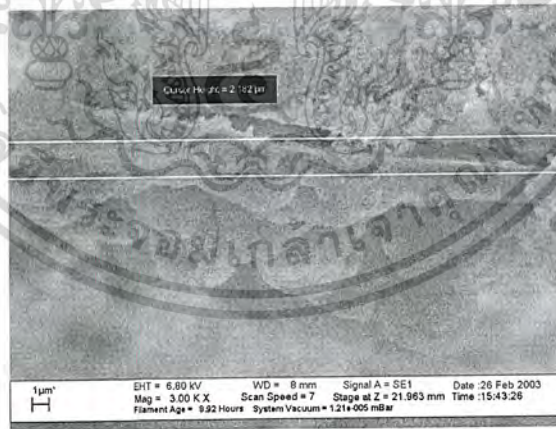


รูป ค-4 ภาพถ่ายภาคตัดขวางของแคลเซียมซิลิเกต (G-24) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 25 วัน ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูป ค-5 โครงสร้างจุลภาคเคลือบเซรามิกเคลือบ (G-25) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 10 วัน ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

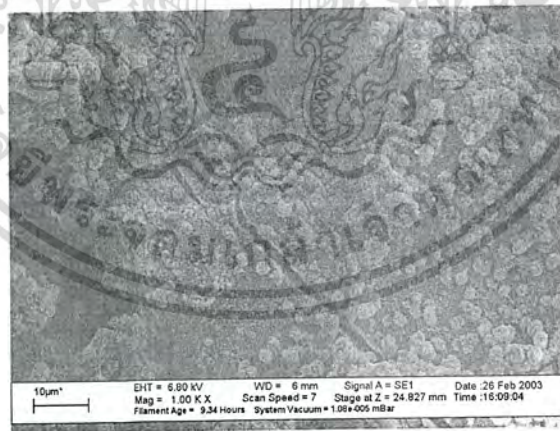


รูป ค-6 ภาพถ่ายภาคตัดขวางของเคลือบเซรามิกเคลือบ (G-25) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 10 วัน ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

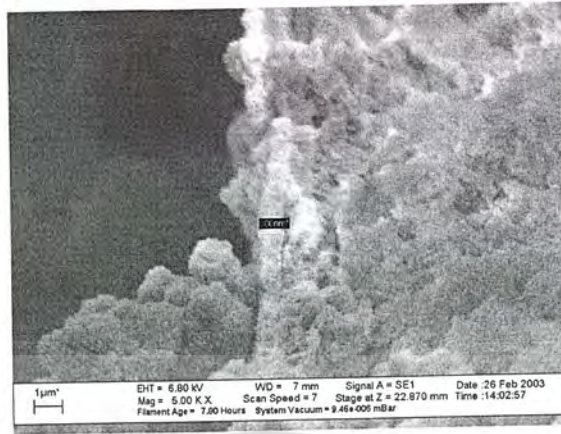


รูป ค-7 ภาพถ่ายภาคตัดขวางของแคลเซียมซิลิเกต (G-25) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 25 วัน ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า



รูป ค-8 โครงสร้างจุลภาคแคลเซียมซิลิเกต (G-26) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 10 วัน ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูป ก-9 ภาพถ่ายภาคตัดขวางของแคลเซียมซิลิเกต (G-26) ที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 25 วัน ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้