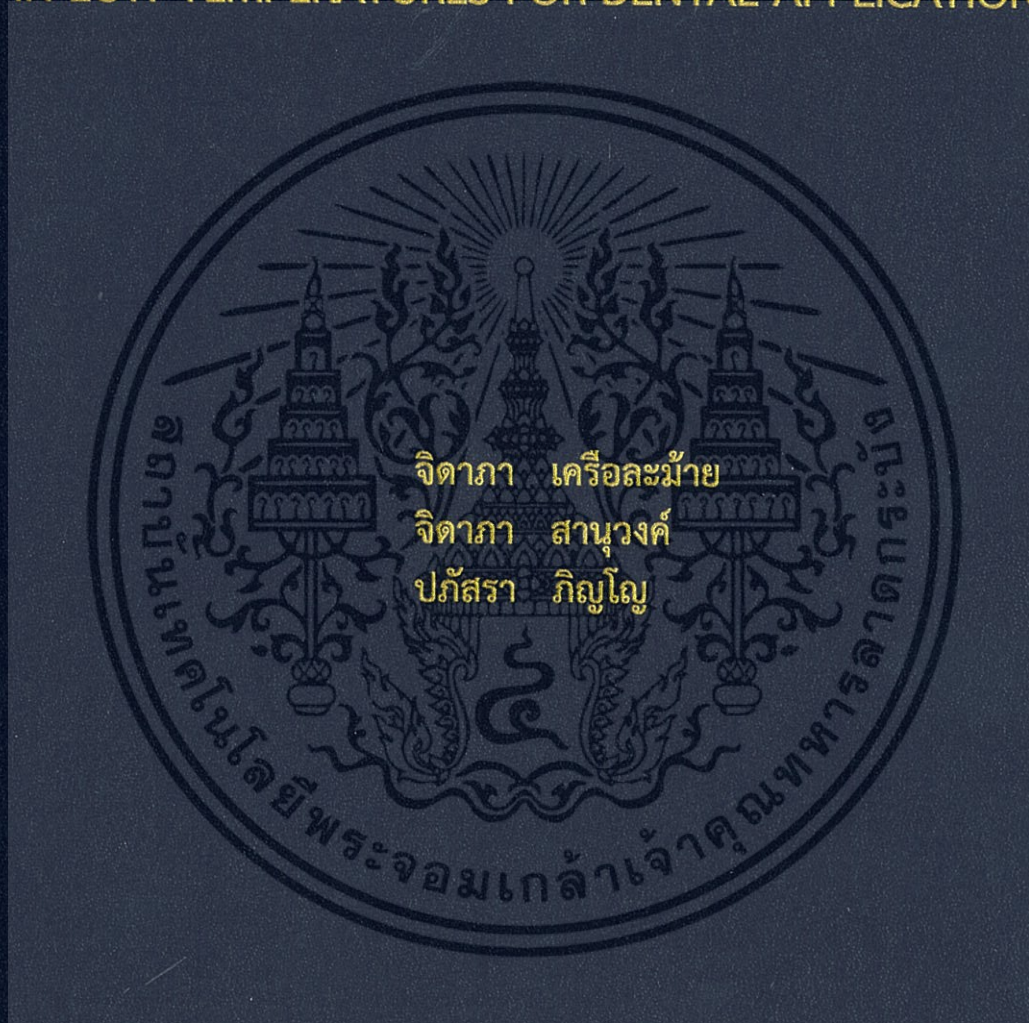


การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำ
สำหรับงานด้านทันตกรรม

THE DEVELOPMENT OF CALCIUM SILICATE SYNTHESIS
IN LOW TEMPERATURES FOR DENTAL APPLICATIONS



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2559

การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำ
สำหรับงานด้านทันตกรรม

THE DEVELOPMENT OF CALCIUM SILICATE SYNTHESIS
IN LOW TEMPERATURES FOR DENTAL APPLICATIONS



T149472

จิตาภา เครื่องสำอางค์
จิตาภา ฐานวงศ์
ปภัตรา ภิญโญ

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 149472
วันเดือนปี 8 มี.ค. 2561

b. 1288392X
i.

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

THE DEVELOPMENT OF CALCIUM SILICATE SYNTHESIS IN LOW TEMPERATURES FOR DENTAL APPLICATIONS



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
(INDUSTRIAL CHEMISTRY)

DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำ
สำหรับงานด้านทันตกรรม

The development of calcium silicate synthesis in low
temperatures for dental applications

ชื่อนักศึกษา

นางสาวจิตาภา เครือละม้าย รหัสนักศึกษา 56050458

นางสาวจิตาภา สานวงศ์ รหัสนักศึกษา 56050459

นางสาวปภัศรา ภิญโญ รหัสนักศึกษา 56050525

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา

เคมี

ปีการศึกษา

2559

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์โนน

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
(เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2559

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.สุภารัตน์ รักชลธี ประธานกรรมการ	
ผศ.ดร.สุธา สุทธิเรืองวงศ์ กรรมการ	
ผศ.ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์โนน กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำสำหรับงานด้านทันตกรรม
ชื่อนักศึกษา	นางสาวจิตาภา เครือละม้าย รหัสนักศึกษา 56050458 นางสาวจิตาภา สานวงศ์ รหัสนักศึกษา 56050459 นางสาวปัทมรา ภิญโญ รหัสนักศึกษา 56050525
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2559
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ปยุตต์มา ศิริพันธ์โนน

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำเพื่อประยุกต์ใช้สำหรับงานทางด้านทันตกรรม โดยใช้แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ทำปฏิกิริยากับเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต ($\text{C}_8\text{H}_{20}\text{O}_4\text{Si}$) และมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตกตะกอน แล้วนำของผสมที่ได้ไปผ่านกระบวนการทางความร้อนเพื่อก่อให้เกิดผลึกโดยใช้เทคนิคที่แตกต่างกัน ได้แก่ เทคนิคโซโนเคมี ซึ่งใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 10 20 และ 30 นาที เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 และ 150 °C และเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล โดยทำปฏิกิริยาโซโนเคมีเป็นเวลา 10 นาที ร่วมกับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 และ 150 °C สารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ในทุกเทคนิคมีวัฏภาคผลึกเป็นแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ซึ่งสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาด้วยเทคนิคโซโนเคมีเป็นเวลา 30 นาที สารผลิตภัณฑ์จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่ 150 °C และสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาโซโนเคมี 10 นาที ร่วมกับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่ 150 °C มีค่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Si ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{SiO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) สภาวะที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำมากที่สุด คือ การทำปฏิกิริยาด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 150 °C เนื่องจากมีวัฏภาคผลึกที่สมบูรณ์ ในการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพโดยการแช่สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้ในสารละลายจำลองสภาวะของเหลวร่างกาย (SBF) เป็นเวลา 7 วัน พบว่าสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตทุกตัวอย่างสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการก่อผลึกไฮดรอกซีแอพาไทต์ได้แสดงถึงสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้ทางทันตกรรมได้

คำสำคัญ : แคลเซียมซิลิเกต เทคนิคโซโนเคมี เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล สารละลายจำลองสภาวะของเหลวร่างกาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	The development of calcium silicate synthesis in low temperatures for dental applications
Students	Miss Jidapa Kruelamai Student ID 56050458 Miss Jidapa Sanuwong Student ID 56050459 Miss Papassara Pinyo Student ID 56050525
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)
Department	Chemistry
Faculty	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2016
Advisor	Asst.Prof.Dr.Punnama Siriphannon

ABSTRACT

This research studied on the low temperature synthesis of calcium silicate compounds for dental applications. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ was reacted with $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ and NaOH precipitant. After that, the mixture was thermally treated to crystallize using different techniques, i.e. sonochemical treatment using different reaction times of 10, 20 and 30 min, hydrothermal treatment at different temperatures of 100 and 150°C and combining between sonochemical treatment for 10 min then hydrothermal treatment at different temperatures 100 and 150°C. The crystalline phase of all synthesized products were calcium silicate hydrate. The Ca/Si molar ratio of products obtained from sonochemical treatment for 30 min, hydrothermal treatment at 150°C or sonochemical treatment for 10 min with hydrothermal treatment at 150°C were quite similar to the theoretical ratio of calcium silicate hydrate ($\text{Ca}_2\text{SiO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$). The most appropriate condition for low temperature synthesis of calcium silicate compounds was hydrothermal treatment at 150°C because it possessed the perfect crystalline phase. Bioactivity of the synthesized treatment calcium silicate hydrate was investigated by soaking in Simulated body fluid (SBF) solution for 7 days. It was found that all calcium silicate hydrate products could initiate the formation of hydroxyapatite, indicating their bioactivities. Therefore it's possible to apply the synthesized calcium silicate for dental applications.

Keywords: Calcium silicate, Sonochemical treatment, Hydrothermal treatment, Simulated body fluid

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ดี เนื่องมาจากความกรุณาและความร่วมมือของทุก ๆ ท่านขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์โนน ที่คอยให้คำปรึกษาดูแลอย่างใกล้ชิดและให้ความช่วยเหลือแนะนำที่ดีในการปรับปรุงข้อบกพร่องในการทำโครงการพิเศษและขอขอบพระคุณกรรมการสอบโครงการพิเศษ คือ รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด ผศ.ดร.สุธา สุทธิเรืองวงศ์ และ ผศ.ดร.สุภารัตน์ รักชลธี ที่ให้ข้อคิดเห็นและคำแนะนำช่วยเหลือในการทำโครงการพิเศษให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเคมี และเจ้าหน้าที่ห้องธุรการ ภาควิชาเคมี ที่ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวก ในการทำโครงการพิเศษให้สำเร็จไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่อาคารฝึกงานทางอุตสาหกรรมเคมีและวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยี ที่ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกและให้ความช่วยเหลือ รวมทั้งให้คำแนะนำการใช้เครื่องมือ

ขอขอบพระคุณ บิดา-มารดา ที่ให้ได้รับการศึกษา ตลอดจนคอยเลี้ยงดูและอบรมสั่งสอนและเป็นกำลังใจเป็นแรงผลักดันในการทำโครงการพิเศษให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี รวมถึงเพื่อน ๆ และบุคคลอื่น ๆ ที่ไม่ได้กล่าวมา ผู้จัดทำโครงการขอขอบคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้

จิตาภา เครือละม้าย
จิตาภา สานวงศ์
ปภัศรา ภิญโญ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ช
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ซ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 แคลเซียมซิลิเกต.....	3
2.1.1 ข้อมูลทั่วไป.....	3
2.1.2 สมบัติของแคลเซียมซิลิเกต.....	3
2.1.3 สมบัติและประโยชน์ของแคลเซียมซิลิเกต.....	4
2.1.4 แคลเซียมซิลิเกตไฮดรต.....	4
2.1.5 การประยุกต์การใช้งานแคลเซียมซิลิเกตในปัจจุบัน.....	5
2.2 การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์.....	5
2.2.1 การเตรียมเซรามิกส์โดยวิธีปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง.....	5
2.2.2 การเตรียมเซรามิกส์จากการตกตะกอนร่วม.....	5
2.2.3 การเตรียมเซรามิกส์โดยเทคนิคโซลเจล.....	6
2.2.4 การเตรียมเซรามิกส์โดยเทคนิคโซโนเคมี.....	6
2.2.5 การเตรียมเซรามิกส์โดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล.....	7
2.3 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ (Biomaterials).....	7
2.3.1 วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ.....	7
2.3.2 กลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ.....	9
2.3.3 การทดสอบทางวัสดุชีวภาพ.....	10
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้แคลเซียมซิลิเกต.....	10
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	16
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	16
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	16
3.3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.1 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติลิกेट.....	17
3.3.2 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติลิกेटโดยเทคนิคโซโนเคมี.....	18
3.3.3 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติลิกेटโดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล.....	20
3.3.4 การสังเคราะห์แคลเซียมซิติลิกेटโดยเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับ เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล.....	22
3.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพในระบบจำลอง.....	24
3.4.1 การเตรียมสารจำลองสภาวะในร่างกาย.....	24
3.4.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของชิ้นงาน.....	25
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปรายผลการทดลอง.....	26
4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารประกอบแคลเซียมซิติลิกेटที่สังเคราะห์ได้.....	26
4.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารประกอบแคลเซียมซิติลิกेटที่สังเคราะห์ได้.....	26
4.1.2 ภูมิภาคผลึกของสารประกอบแคลเซียมซิติลิกेटไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้.....	28
4.1.3 ลักษณะสัญญาณวิทยาของสารประกอบแคลเซียมซิติลิกेटไฮเดรต.....	30
4.2 สมบัติความว่องไวทางชีวภาพ.....	32
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	37
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	37
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	38
เอกสารอ้างอิง.....	39
ภาคผนวก.....	43
ภาคผนวก ก.....	44
ภาคผนวก ข.....	53

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ตัวอย่างการใช้งานของโลหะทางการแพทย์	7
2.2 ตัวอย่างการใช้งานของพอลิเมอร์ทางการแพทย์	8
2.3 ตัวอย่างการใช้งานของเซรามิกส์ทางการแพทย์.....	9
3.1 สารเคมี เวลา และอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์สารด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล.....	20
3.2 สารเคมี เวลา และอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์สารด้วยวิธีการโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล.....	22
3.3 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารจำลองสถานะในร่างกาย.....	24
3.4 ความเข้มข้นของไอออนอินทรีย์ในสารจำลองสถานะในร่างกาย.....	25
และ Human Blood plasma	
4.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารตัวอย่าง.....	27



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกต	4
2.2 โครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต.....	5
3.1 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคโซโนเคมี	19
3.2 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล	21
3.3 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล	23
4.1 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) ของผสมก่อนการทำปฏิกิริยา	28
(ข) U10 (ค) U20 และ (ง) U30	
4.2 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) ของผสมก่อนการทำปฏิกิริยา	28
(ข) H100 และ (ค) H150	
4.3 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) ของผสมก่อนการทำปฏิกิริยา	29
(ข) U10H100 และ (ค) U10H150	
4.4 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของตัวอย่างที่สังเคราะห์โดย.....	30
เทคนิคโซโนเคมี (ก) U10 (ข) U20 และ (ค) U30	
4.5 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของตัวอย่างที่สังเคราะห์โดย.....	31
เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (ก) H100 และ (ข) H150	
4.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของตัวอย่างที่สังเคราะห์โดย.....	31
เทคนิคโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล (ก) U10H100 และ (ข) U10H150	
4.7 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50000 เท่า ของตัวอย่างก่อนแช่ในสารละลาย SBF	32
ได้แก่ (ก) U10 (ข) H100 และ (ค) U10H100 และตัวอย่างหลังแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา	
7 วัน ที่อุณหภูมิ 36.5 °C ได้แก่ (ง) SBF-U10 (จ) SBF-H100 และ (ฉ) SBF-U10H100	
4.8 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง (ก) U10 และ (ข) SBF-U10.....	33
4.9 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) U20 และ (ข) SBF-U20.....	33
4.10 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) U30 และ (ข) SBF-U30	34
4.11 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) H100 และ (ข) SBF-H100	34
4.12 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) H150 และ (ข) SBF-H150	35
4.13 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) U10H100 และ (ข) SBF-U10H100.....	35
4.14 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) U10H150 และ (ข) SBF-U10H150.....	36

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
U	Ultrasonic
H	Hydrothermal
UH	Ultrasonic & Hydrothermal
SBF	Simulated body fluid
XRF	X-ray fluorescence spectroscopy
XRD	X-ray diffractometer
SEM	Scanning electron microscope
SEM-EDS	Scanning electron microscope and energy dispersive X-ray analysis
TEM	Transmission electron microscope



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

แคลเซียมซิลิเกตเป็นวัสดุชนิดหนึ่งที่มีความสามารถในการเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) กับเนื้อเยื่อภายในร่างกายเป็นอย่างดี ทำให้แคลเซียมซิลิเกตเป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจในการประยุกต์ใช้งานทางวัสดุชีวภาพ (Biomaterials) อย่างกว้างขวาง หนึ่งใน การประยุกต์ใช้งาน แคลเซียมซิลิเกตคือสามารถใช้เป็นวัสดุทดแทนฟัน เนื่องจากแคลเซียมซิลิเกตมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพกับเซลล์เนื้อเยื่อในฟันมนุษย์และสามารถกระตุ้นการสร้างเนื้อเยื่อใหม่ได้ โดยเมื่อทำทดสอบโดยการแช่แคลเซียมซิลิเกตในสารละลายจำลองสภาวะของเหลวร่างกาย (Simulated body fluid) แคลเซียมซิลิเกตสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างผลึกแอสพาไทต์ (Apatite) และกระตุ้นเซลล์ให้เกิดการแปรสภาพจากเซลล์ต้นกำเนิดไปเป็นเซลล์สร้างกระดูกได้ นอกจากนี้แคลเซียมซิลิเกตยังเป็นวัสดุแสดงถึงสมบัติในการยับยั้งแบคทีเรียบางประการและสามารถป้องกันการเจริญเติบโตของแบคทีเรียได้รวมถึงยังเป็นวัสดุที่มีเสถียรภาพสูงอีกด้วย [1-2]

แคลเซียมซิลิเกตสามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธี ได้แก่ วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง วิธีปฏิกิริยาโซล-เจล วิธีการตกตะกอนด้วยสารเคมี วิธีไฮโดรเทอร์มอล วิธีการโซโนเคมี โดยทั่วไปนั้น วิธีการตกตะกอนด้วยสารเคมีเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมที่สุดในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต เนื่องจากเป็นวิธีที่มีราคาต่ำและเตรียมได้ง่ายเหมาะสำหรับการผลิตในระดับอุตสาหกรรม แต่ วิธีการตกตะกอนด้วยสารเคมีนั้นต้องทำการแคลไซน์ (Calcine) ผลิตภัณฑ์ที่ได้ที่อุณหภูมิสูง จึงส่งผลให้อนุภาคผลึกเกิดการรวมตัวกันจึงมีขนาดค่อนข้างใหญ่ [3]

ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงสนใจที่จะพัฒนากระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่ สภาวะอุณหภูมิต่ำที่มีอนุภาคขนาดเล็ก ซึ่งแคลเซียมซิลิเกตที่มีอนุภาคขนาดเล็กจะสามารถเข้าไปอุด ช่องว่างเล็ก ๆ ระหว่างฟันกับเนื้อเยื่อได้ โดยใช้กระบวนการโซโนเคมี และ/หรือ ไฮโดรเทอร์มอล ใน การสังเคราะห์ เนื่องจากกระบวนการทั้งสองเป็นกระบวนการที่สามารถใช้อุณหภูมิต่ำมาสังเคราะห์ แคลเซียมซิลิเกตได้ โดยที่กระบวนการโซโนเคมีเป็นการใช้คลื่นเสียงเข้าไปทำให้อนุภาคเกิดการแตก ตัวเกิดความร้อนและความดันไอสูง กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่สร้างวิญญากาศของ การเจริญเติบโตของผลึกที่มีจุดหลอมเหลวไม่คงที่ นอกจากนี้ยังทำให้วัสดุที่มีความดันไอสูงใกล้จุด หลอมเหลวสามารถเจริญเติบโตได้ แต่เนื่องจากไม่มีการทำแคลไซน์ร่วมในกระบวนการสังเคราะห์ ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตแทนแคลเซียมซิลิเกต เนื่องจากพลังงานที่ได้รับไม่ เพียงพอต่อการเปลี่ยนวิญญากาศเป็นแคลเซียมซิลิเกต ซึ่งแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตนั้นมีความสามารถในการเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อภายในร่างกายและสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างผลึกแอสพาไทต์ได้ เช่นเดียวกัน ผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้จะถูกนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และทดสอบความว่องไวทาง ชีวภาพเพื่อนำข้อมูลที่ได้ไปเป็นแนวทางในการศึกษาความเป็นไปได้ที่จะนำไปประยุกต์ใช้ในทาง ทันตกรรมต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำโดยใช้คลื่นเสียงความเข้มสูงหรือปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลและใช้คลื่นเสียงความเข้มสูงร่วมกับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล สำหรับงานทางด้านทันตกรรม
2. ศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยมีปัจจัยศึกษา ได้แก่
 - 1.1 คลื่นเสียงความเข้มสูงที่เวลา 10 20 และ 30 นาที
 - 1.2 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 และ 150°C
 - 1.3 คลื่นเสียงความเข้มสูงที่เวลา 10 นาที ร่วมกับ ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 และ 150°C
2. การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์แคลเซียมซิลิเกต ได้แก่
 - 2.1 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
 - 2.2 การวิเคราะห์การคายรังสีเอ็กซ์
 - 2.3 การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
 - 2.4 การวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์
 - 2.5 การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน
3. การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยใช้กระบวนการที่อุณหภูมิต่ำที่มีความเป็นไปได้ในการประยุกต์ใช้ทางด้านทันตกรรม
2. ข้อมูลจากโครงการวิจัยสามารถเป็นแนวทางในการนำไปประยุกต์ใช้ในการพัฒนา กระบวนการสังเคราะห์เซรามิกส์ที่อุณหภูมิต่ำได้เพื่อลดการใช้พลังงาน

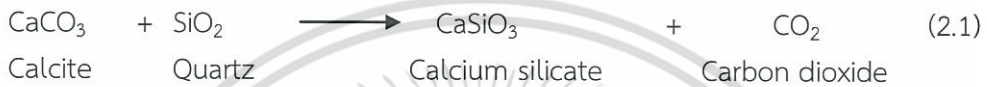
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 แคลเซียมซิลิเกต

2.1.1 ข้อมูลทั่วไป

แคลเซียมซิลิเกตมีสูตรทางเคมี คือ CaSiO_3 แคลเซียมซิลิเกตในธรรมชาติเกิดจากอันตรกิริยาระหว่างแคลไซต์ (Calcite; CaCO_3) กับควอทซ์ซิลิกา (Silica; SiO_2) โดยอาศัยความร้อนและความดันในการเกิดปฏิกิริยา ดังสมการที่ 2.1 [4]



2.1.2 สมบัติของแคลเซียมซิลิเกต

- สมบัติทางกายภาพ

1. รูปร่างผลึก (Crystal shape)

รูปร่างผลึกของแคลเซียมซิลิเกต มีลักษณะเป็นแท่งยาวคล้ายเข็ม (Acicular)

2. ความหนาแน่น (Density)

แคลเซียมซิลิเกตบริสุทธิ์มีความหนาแน่นในช่วง 2.87-3.09 กรัมลูกบาศก์ต่อเซนติเมตร

3. สี (Color)

หากเป็นแคลเซียมซิลิเกตบริสุทธิ์จะมีสีขาว แต่หากมีสิ่งเจือปนเป็นโลหะชนิดอื่นจะเปลี่ยนเป็นสีครีม สีชมพู สีเทา สีน้ำตาลหรือสีแดง ตามแต่ชนิดของสิ่งเจือปนที่อยู่ในพื้นผิวหรือโครงสร้างของผลึก

4. การขยายตัวทางความร้อน (Thermal expansion)

แคลเซียมซิลิเกตมีความต้านทานต่อการเกิดการเสียสภาพเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน (Thermal shock) เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์ทางความร้อนสูง หรือต่ำและอัตราส่วนความยาวต่อความกว้าง (Aspect ratio) สูงหรือต่ำ จึงสามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้ เช่น อิฐทนไฟ กระดานกันความร้อน เป็นต้น

5. ความแข็ง (Hardness)

แคลเซียมซิลิเกตมีค่าความแข็งกอยู่ในช่วง 5-5.5 mohs

6. จุดหลอมเหลว (Melting point)

แคลเซียมซิลิเกตมีจุดหลอมเหลวประมาณ 1540°C [5-8]

- สมบัติทางเคมี

1. แคลเซียมซิลิเกตมีความสามารถในการละลายต่ำ

2. โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกตเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ

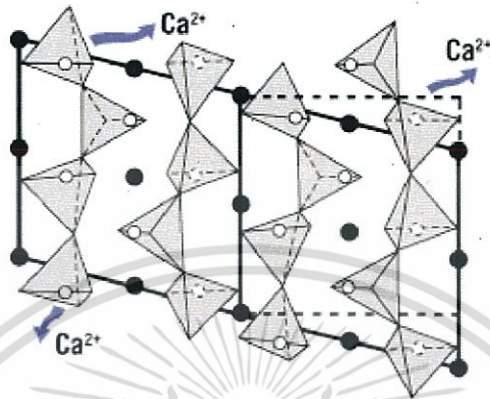
3. เมื่อนำแคลเซียมซิลิเกตไปละลายน้ำในรูปของการแขวนลอยจะส่งผลให้ pH ของน้ำ

อยู่ในช่วง 8-10 [9-10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- โครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกต

แคลเซียมซิลิเกตมีลักษณะการจัดเรียงโครงสร้างเป็นหน่วยซ้ำๆ (Repeating unit) ซึ่งสายโซ่ของแคลเซียมซิลิเกตประกอบด้วยซิลิกาเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) 3 หมู่ที่เรียงต่อกันโดยมีแคลเซียมอยู่ในช่องออกตะฮีดรอล (Octahedral) [4,11]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกต [11]

2.1.3 สมบัติและประโยชน์ของแคลเซียมซิลิเกต

แคลเซียมซิลิเกตมีโครงสร้างผลึกแบบไตรโกนอล (Trigonal) ผลึกมีความเป็นเส้นใยทนต่อแรงตึงตอดีกว่ากระดูกเนื้อแน่นของมนุษย์ จึงทนต่อการรับน้ำหนัก สามารถใช้เป็นกระดูกทดแทนภายใต้สภาวะที่ต้องรับน้ำหนักได้ สามารถนำมาใช้เป็นสิ่งทดแทนในการซ่อมกระดูกและฟันของมนุษย์ได้

1. แคลเซียมซิลิเกตมีความเหนียวมาก แม้ว่าจะสามารถละลายในกรดไฮโดรคลอริกได้ แต่จะไม่เกิดปฏิกิริยากับสารชนิดอื่นและในระหว่างการนำไปใช้งานหลังจากผ่านกระบวนการผลิต
2. แคลเซียมซิลิเกตที่มีสีขาวนิยมใช้ทำเป็นสารให้สีขาว
3. แคลเซียมซิลิเกตมีเสถียรภาพของโครงสร้างผลึกและสมบัติทางกายภาพจนถึงที่อุณหภูมิประมาณ 1120°C จึงมีความเป็นฉนวนความร้อน จึงสามารถใช้ทดแทนเส้นใยหินได้
4. แคลเซียมซิลิเกตมีปริมาณสารที่ระเหยได้เมื่อให้ความร้อนสูงที่อุณหภูมิ 1000°C จึงนิยมนำมาใช้ในงานทางเซรามิกส์ เพื่อลดเวลาในการเผาและลดปัญหาการเกิดฟองอากาศในวัสดุจากการสลายตัวเป็นก๊าซระหว่างการเผาเซรามิกส์ [14]

2.1.4 แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต

แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตเป็นหนึ่งในวัฏภาคของแคลเซียมซิลิเกตที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบอยู่ในโครงสร้าง มีสูตรทางเคมี คือ $\text{Ca}_2\text{SiO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างแคลเซียมออกไซด์ (CaO) และซิลิกา (SiO_2) ในระบบน้ำ โดยอาศัยความร้อนและความดันในการเกิดปฏิกิริยา ดังสมการที่ 2.2



Calcium silicate	Water	Calcium silicate hydrate	Calcium hydroxide
------------------	-------	--------------------------	-------------------

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

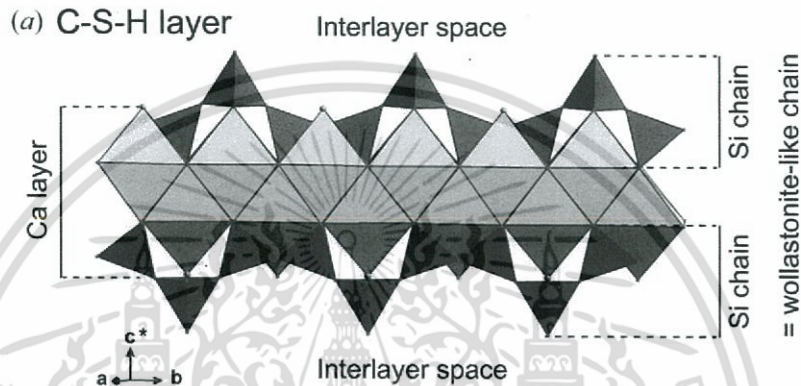
- สมบัติและประโยชน์ของแคลเซียมซิลิเกตไฮดรต

1. มีความสามารถในการละลายน้ำได้
2. มีวิภาคที่หลากหลาย
3. แคลเซียมซิลิเกตไฮดรตเป็นส่วนประกอบหลักของกาวซีเมนต์ซึ่งยึดโครงสร้างคอนกรีตไว้ด้วยกัน [16]

- โครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกตไฮดรต

สายโซ่ของซิลิกอนเตตระฮีดรอน เรียงต่อกัน 3 หมู่ ชั้น CaO อยู่ตรงกลางระหว่างชั้น SiO_2

[13]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของแคลเซียมซิลิเกตไฮดรต [15]

2.1.5 การประยุกต์การใช้งานแคลเซียมซิลิเกตในปัจจุบัน

แคลเซียมซิลิเกตเป็นวัสดุที่มีการประยุกต์ใช้งานหลากหลาย ในสมัยแรกใช้แคลเซียมซิลิเกตเป็นหินตกแต่งเพื่อความสวยงาม ต่อมาใช้เป็นแผ่นฉนวนกันความร้อนเนื่องจากมีสมบัติในการทนไฟได้ดีเยี่ยมและไม่ติดไฟ มีน้ำหนักเบา แข็งแรงทนทานและสามารถทนต่อการกัดกร่อนได้ดี นอกจากนี้ยังนิยมนำแคลเซียมซิลิเกตไปใช้ในการหุ้มฉนวนท่อและภาชนะในกระบวนการทางอุตสาหกรรมหรืองานที่จำเป็นต้องใช้อุณหภูมิสูงเพื่อช่วยป้องกันการสูญเสียความร้อนได้เป็นอย่างดี ปัจจุบันมีการนำแคลเซียมซิลิเกตมาประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ โดยพัฒนาเป็นวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมในร่างกายของมนุษย์เพื่อทดแทนอวัยวะที่สูญเสียไป เนื่องจากมีสมบัติที่สามารถเข้ากันได้ดีกับเนื้อเยื่อและมีความเสถียรสูงอีกด้วย [13]

2.2 การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์

2.2.1 การเตรียมเซรามิกส์โดยวิธีทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง

สารเคมีที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็งมักเป็นจำพวกสารประกอบออกไซด์ และเป็นวิธีที่ง่ายที่สุดในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสม ซึ่งตัวกำหนดโครงสร้างและสมบัติของสารประกอบ ได้แก่ ขนาดอะตอม และสถานะออกซิเดชัน [13,16]

2.2.2 การเตรียมเซรามิกส์จากการตกตะกอนร่วม

เทคนิคการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสมที่ได้ผงเซรามิกส์ที่มีคุณภาพ เตรียมได้โดยการนำสารละลายที่มีแคตไอออนของสารประกอบออกไซด์ที่ต้องการ

เอกสารเป็นเอกสารที่ส่งมอบวัสดุเพื่อการใช้งานเพื่อการวิจัยเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ข้อมูลนี้โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตกตะกอนไปผสมกับสารตกตะกอน (Precipitation agent) เช่น แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ได้ตะกอนร่วมของสารประกอบออกไซด์ จากนั้นนำสารผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์ [15]

2.2.3 การเตรียมเซรามิกส์โดยเทคนิคโซล-เจล

โซล (Sol) คืออนุภาคของแข็งที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 นาโนเมตร ที่กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของเหลว หากทำให้อนุภาคโซลแน่นขึ้นจะเปลี่ยนเป็นอนุภาคเจล (Gel) ซึ่งมีลักษณะเป็นของแข็งที่เกิดจากการเชื่อมโยงจนมีขนาดโมเลกุลที่ใหญ่ขึ้นซึ่งล้อมรอบในวัฏภาคที่เป็นของเหลวได้

สารประกอบออกไซด์ผสมที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจล จะมีลักษณะเป็นวัฏภาคอสัณฐาน (Amorphous phase) ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นในเทคนิคนี้สามารถผลิตร่างแหสารอนินทรีย์ได้หลากหลาย โดยเกิดจากการรวมตัวของอนุภาคโซลที่แขวนลอยในของเหลว และการแข็งตัวของโซลกลายเป็นโครงสร้างร่างแหเจล (Gel) สารตั้งต้นที่นิยมใช้คือสารจำพวกโลหะอัลคอกไซด์ (Metal-alkoxides) เพราะสามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสอย่างรวดเร็วกับน้ำ ตัวอย่างของโลหะอัลคอกไซด์ที่นิยมใช้คือ เตตระเมทอกซีไซเลน (Tetramethoxysilane, TMOS) เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethylorthosilicate, TEOS) และอัลคอกไซด์ (Alkoxide) อื่น ๆ เช่น อลูมิเนียม ไททานีต และโบเรต เป็นต้น ซึ่งมักนิยมผสมกับ TEOS [18]

2.2.4 การเตรียมเซรามิกส์โดยเทคนิคโซโนเคมี

วิธีการโซโนเคมีเป็นการสังเคราะห์สารโดยใช้คลื่นอัลตราโซนิก (Ultrasonic wave) เพื่อกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี ซึ่งกลไกนี้ทำให้เกิดปรากฏการณ์อคูสติคคาวิตชัน (Acoustic cavitation) โดยหลักการของวิธีการโซโนเคมี คือ สารละลายที่เป็นของเหลวเมื่อทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก จะเกิดส่วนอัดและส่วนขยายขึ้น โดยที่ส่วนขยายของเหลวจะเกิดการแยกตัวเป็นฟองเล็ก ๆ ของอากาศหรือแก๊สที่เป็นไอของสารละลาย ฟองเหล่านี้จะขยายจนมีขนาดโตมากที่สุดขึ้นอยู่กับสมบัติของสารละลายนั้น ๆ เช่น ความหนืดของความดันไอ เมื่อความดันไอลดลงสู่ความดันปกติ จะเกิดส่วนอัดทำให้ฟองอากาศยุบตัวลงอย่างรวดเร็วแล้วเกิดการระเบิด ส่งคลื่นกระแทกออกไปได้ เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า การเดือดเย็น หรือ คาวิตชัน (Cavitation) โดยขณะที่ฟองขยายและยุบตัว ก๊าซในของเหลวจะแพร่ผ่านเข้าและออกจากฟองอยู่ตลอดเวลาเนื่องจากการยุบตัวและระเบิดของฟองอากาศในของเหลวมีจำนวนมาก ทำให้เกิดลำของเหลวที่เคลื่อนที่ด้วยอัตราเร็วสูง ซึ่งอุณหภูมิและความดันในบริเวณที่เกิดคาวิตชันอาจสูงถึง 5,000°C และ 600 เท่าของความดันบรรยากาศปกติ แต่อุณหภูมิของสารละลายจะไม่สูง [20]

2.2.5 การเตรียมเซรามิกส์โดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

วิธีการเตรียมเซรามิกส์แบบไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เป็นวิธีที่ไม่ต้องใช้แม่แบบ (Template) หรือสารลดแรงตึงผิว รวมทั้งสารละลายอินทรีย์ (Organic solvents) จึงไม่เป็นอันตรายต่อร่างกายและสิ่งแวดล้อม อีกทั้งยังเป็นวิธีที่ง่ายและราคาถูก เพราะเป็นเทคนิคที่สามารถสังเคราะห์สารที่อุณหภูมิต่ำได้ [21]

2.3 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ (Biomaterials)

2.3.1 วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพหรือวัสดุทางการแพทย์

วัสดุชีวภาพ (Biomaterials) คือวัสดุที่สามารถใช้แทนส่วนหนึ่งส่วนใดของเนื้อเยื่ออวัยวะในร่างกายมนุษย์ที่เสื่อมสภาพโดยไม่เกิดปฏิกิริยาจากร่างกายมนุษย์ วัสดุชีวภาพสามารถผลิตได้จากวัสดุทั่วไปไม่ว่าจะเป็น โลหะ เซรามิกส์ พอลิเมอร์ วัสดุผสม หรือสารกึ่งตัวนำ [22-24]

- **ประเภทของวัสดุชีวภาพหรือวัสดุทางการแพทย์**

วัสดุทางการแพทย์แบ่งได้ 4 ประเภทหลัก ดังนี้

1. โลหะทางการแพทย์

วัสดุที่มีความสำคัญกับทางการแพทย์ เช่น โลหะ เป็นวัสดุที่มีการพัฒนาการใช้งานในทางการแพทย์อย่างจริงจัง โดยโลหะมักเป็นหนึ่งในตัวเลือกอันดับต้น ๆ ที่นำมาใช้ในการรักษาหรือประดิษฐ์เป็นอุปกรณ์ทางการแพทย์ การเลือกใช้โลหะอาจเป็นเพราะว่าโลหะเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงและความเหนียว มีความปลอดภัย ไม่แตกหักหรือเสียหายในการใช้งาน แต่ไม่ใช่โลหะทุกประเภทที่สามารถนำมาใช้งานทางการแพทย์ได้ เนื่องจากปัญหาสำคัญของการใช้โลหะในทางการแพทย์ ได้แก่ ปัญหาการกัดกร่อนจากสภาพแวดล้อมภายในร่างกายที่รุนแรง ทำให้โลหะที่เลือกใช้งานในด้านการแพทย์นั้นต้องทนทานต่อการกัดกร่อนในสภาวะต่าง ๆ ของร่างกายได้ดีด้วย

โลหะที่ใช้งานทางการแพทย์ในปัจจุบัน แบ่งออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ ๆ คือ

- โลหะมีค่า ได้แก่ โลหะในกลุ่มของทองคำ เงิน และแพลทินัม

- โลหะทั่วไป ได้แก่ อะลูมิเนียมหรือโลหะผสมปรอท เหล็กกล้าไม่เป็นสนิม โลหะผสมของโคบอลต์ไทเทเนียมบริสุทธิ์ และโลหะผสมของไทเทเนียม

ความแตกต่างของสมบัติของโลหะแต่ละประเภทต่างถูกนำไปใช้งานในจุดประสงค์ที่แตกต่างกัน ซึ่งโลหะมีค่ามักนำไปใช้งานทางด้านทันตกรรมและโลหะทั่วไปมีความแข็งแรงมากกว่าราคาต่ำกว่า สามารถนำไปใช้งานได้หลากหลายที่เกี่ยวข้องกับกระดูกและฟัน งานด้านศัลยกรรมต่าง ๆ และใช้เป็นวัสดุดิบในการผลิตอุปกรณ์ทางการแพทย์ เป็นต้น ตัวอย่างการประยุกต์ใช้โลหะในทางการแพทย์ ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างการใช้งานของโลหะทางการแพทย์ [22-24]

งาน/อวัยวะที่ใช้	ประเภท/ชนิดโลหะ
ทันตกรรม	ทองคำ เงิน แพลทินัม อะลูมิเนียม ไทเทเนียม
หัวใจและส่วนของหัวใจ	เหล็กกล้าไม่เป็นสนิม
ข้อต่อ	เหล็กกล้าไม่เป็นสนิม โลหะผสมของโคบอลต์

2. พอลิเมอร์ทางการแพทย์

ในงานทางด้านทางการแพทย์สามารถใช้งานพอลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติที่ไม่ย่อยสลาย และย่อยสลายได้เมื่อมีการใช้งานในร่างกาย ที่มาจากพอลิเมอร์ธรรมชาติและพอลิเมอร์สังเคราะห์ โดยข้อดีของพอลิเมอร์ คือ มีความเหนียว น้ำหนักเบา สามารถขึ้นรูปได้ง่าย ราคาถูก และไม่เกิดการกัดกร่อนเหมือนกับโลหะ แต่พอลิเมอร์จะมีความแข็งแรงน้อยกว่าโลหะ ทำให้ไม่สามารถใช้งานในลักษณะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่ต้องมีการรับแรงสูงมากนัก ตัวอย่างการประยุกต์ใช้พอลิเมอร์ในทางการแพทย์ ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ตัวอย่างการใช้งานของพอลิเมอร์ทางการแพทย์ [22-24]

งาน/อวัยวะที่ใช้	ประเภท/ชนิดพอลิเมอร์
หูและส่วนของหู	อะคริลิก พอลิเอทิลีน ซิลิโคน พีวีซี
ตา	อะคริลิก ไฮโดรเจล
จมูก	ซิลิโคน พอลิเอทิลีน เทฟลอน
ทันตกรรม	พอลิเอทิลีนน้ำหนักโมเลกุลสูงยวดยิ่ง อีพอกซี
ไบหน้า	อะคริลิก พีวีซี พอลิยูรีเทน
หัวใจและส่วนของหัวใจ	พอลิเอสเทอร์ ซิลิโคน พีวีซี
เส้นเลือด	พีวีซี พอลิเอสเทอร์ เทฟลอน
ข้อต่อ	ซิลิโคน พอลิเอทิลีนน้ำหนักโมเลกุลสูงยวดยิ่ง อะคริลิก ไนลอน พอลิยูรีเทน

3. เซรามิกส์ทางการแพทย์

จุดเด่นของเซรามิกส์ที่ถูกนำมาใช้ทางการแพทย์ คือ ความแข็งสูง ทนทานต่อการสึกหรอได้ดี และมีความเฉื่อยทางชีวภาพ ตัวอย่างการใช้วัสดุเซรามิกส์ทางการแพทย์ เช่น การใช้ประดิษฐ์ลูกนัยน์ตาเทียม เฟือก กระดูกเทียม หัวและเข้ากระดูกของข้อสะโพกเทียม ครอบฟัน และฟันปลอม นอกจากนี้วัสดุเซรามิกส์บางประเภทสามารถสร้างพันธะเคมีกับเนื้อเยื่อในร่างกายได้ ทำให้เกิดการยึดติดระหว่างวัสดุและเนื้อเยื่อได้ดี ส่งผลให้การรักษาที่ใช้วัสดุเซรามิกส์ประเภทนี้ดีและรวดเร็วกว่าวัสดุเซรามิกส์ที่มีสมบัติเฉื่อย ซึ่งเซรามิกส์ที่สามารถยึดติดกับเนื้อเยื่อได้ดี เช่น ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ไบโอบีโกลาส (Bioglass[®]) เป็นต้น ตัวอย่างการประยุกต์ใช้เซรามิกส์ในทางการแพทย์ ดังแสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ตัวอย่างการใช้งานของเซรามิกส์ทางการแพทย์ [22-24]

งาน/อวัยวะที่ใช้	ประเภท/ชนิดเซรามิกส์
หูและส่วนของหู	ไฮดรอกซีแอปพาไทต์
ตา	ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ แก้ว
ทันตกรรม	พอร์ซเลน ไฮดรอกซีแอปพาไทต์
ไบหน้า	ไฮดรอกซีแอปพาไทต์
หัวใจและส่วนของหัวใจ	คาร์บอน
ข้อต่อ	ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ อะลูมินา เซอร์โคเนีย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. วัสดุประกอบทางการแพทย์

วัสดุประกอบทางการแพทย์ที่เกี่ยวข้องกับเนื้อเยื่อมนุษย์ เช่น กระดูก เอ็นยึด ผิวน้ำ ประกอบไปด้วยองค์ประกอบที่แตกต่างกัน ทั้งในระดับโมเลกุลและโครงสร้างจุลภาค การใช้งานของวัสดุประกอบสังเคราะห์ทางการแพทย์เป็นที่น่าสนใจเนื่องจากวัสดุชนิดใดชนิดหนึ่งเพียงชนิดเดียว อาจมีสมบัติที่ไม่เหมาะสมหรือไม่เพียงพอต่อสมบัติตามการใช้งาน จึงต้องมีการนำเอาวัสดุประเภทอื่น มาเสริมเข้าด้วยกันเพื่อนำเอาข้อดีของวัสดุแต่ละประเภทมาใช้ประโยชน์ร่วมกัน ตัวอย่างของวัสดุประกอบทางการแพทย์ เช่น วัสดุอุดฟันหรือวัสดุเคลือบหลุมร่องฟัน ซึ่งประกอบด้วยพอลิเมอร์ ประเภทบิสฟีนอลเอไกลซิดิอีเทอร์ไดเมทาไครเลต (BIS-GMA) ผสมรวมกับผงซิลิกาเพื่อใช้งานแทนอะมัลกัม ซึ่งวัสดุประกอบชนิดนี้มีสีที่ใกล้เคียงฟันธรรมชาติ ข้อเสียบางประเภทที่ผลิตจากพลาสติกเสริมแรงด้วยเส้นใยคาร์บอน ซึ่งมีสมบัติเชิงกลที่ใกล้เคียงกับกระดูกธรรมชาติมากกว่า ข้อเสียจากโลหะ [23-24]

2.3.2 กลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ

กลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ สามารถแบ่งได้ 4 ประเภท คือ

1. เซรามิกส์ค่อนข้างเฉื่อย (Nearly inert ceramics)

เซรามิกส์ประเภทนี้เมื่ออยู่ในสภาวะร่างกายเป็นเวลานาน จะเกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีน้อยมาก หรือไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง อย่่างไรก็ตามเนื้อเยื่อและอวัยวะภายในร่างกายบริเวณนั้น จะกระตุ้นให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อใหม่ขึ้นมาห่อหุ้มวัสดุแปลกปลอมที่ใส่เข้าไปในร่างกาย เมื่อเนื้อเยื่อใหม่มีความหนาแน่นมากขึ้นอาจจะทำให้เกิดการเลื่อนหลุดของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพได้

2. เซรามิกส์ และโลหะที่มีรูพรุน (Porous ceramics and porous metal)

เซรามิกส์ประเภทนี้จะมีรูพรุน ซึ่งเนื้อเยื่อที่สร้างขึ้นใหม่จะเจริญเติบโตเข้าไปในรูพรุนของวัสดุ ทำหน้าที่เป็นตัวช่วยยึดระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อและอวัยวะข้างเคียงจึงช่วยลดปัญหาการเลื่อนหลุดได้ ขนาดรูพรุนภายในวัสดุควรมีเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 100 ไมครอน เพื่อให้เส้นเลือดฝอยเจริญเข้าไปหล่อเลี้ยงเนื้อเยื่อภายในรูพรุนได้ แต่ถ้ามีการเคลื่อนไหวที่ตรงบริเวณรอยต่อบ่อย ๆ อาจทำให้เส้นเลือดฝอยขาด ทำให้เนื้อเยื่อที่อยู่ในรูพรุนเกิดการอักเสบ ติดเชื้อและตายได้

3. เซรามิกส์ที่สามารถถูกดูดซับหรือกักเก็บได้ (Resorbable/Bioresorbable ceramics)

วัสดุเซรามิกส์ประเภทนี้จะค่อย ๆ เกิดการสลายตัวอย่างช้า ๆ ซึ่งจะถูกแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อที่ร่างกายสร้างขึ้นมา การเลือกวัสดุประเภทนี้มีข้อกำหนดที่สำคัญคือ วัสดุจะต้องสามารถย่อยสลายได้ด้วยระบบการย่อยสลายของร่างกาย และอัตราการถูกดูดซับของวัสดุจะต้องพอดีกับอัตราการสร้างเนื้อเยื่อขึ้นมาทดแทน โดยสารที่ปล่อยออกมาเนื่องจากการสลายตัวจะต้องไม่เป็นพิษและสามารถถูกกำจัดออกได้ด้วยระบบของร่างกาย

4. เซรามิกส์ที่ว่องไวทางชีวภาพ (Bioactive ceramics)

วัสดุนี้มีมักมีองค์ประกอบหลัก ได้แก่ CaO SiO_2 และ P_2O_5 และลักษณะที่สำคัญของวัสดุประเภทนี้ คือ จะเกิดปฏิกิริยาทางเคมีที่พื้นผิวของวัสดุภายใต้สภาวะร่างกายซึ่งจะทำให้เกิดการสร้างพันธะระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อข้างเคียง จึงสามารถช่วยลดปัญหาเรื่องการเลื่อนหลุดที่บริเวณรอยต่อได้ [25-26]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.3 การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ

การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ โดยทั่วไปทำได้ใน 2 ลักษณะ คือ

1. การทดสอบนอกร่างกาย มีวัตถุประสงค์ 3 ประการดังนี้

- 1.1. สังเกตการทำงานและประเมินผลประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพ
- 1.2. สามารถบอกสมรรถภาพของวัสดุชีวภาพภายใต้สภาวะแวดล้อมที่ต่างกันได้
- 1.3. ประเมินความน่าเชื่อถือและความคงทนของวัสดุชีวภาพได้

เนื่องจากการนำวัสดุชีวภาพไปใช้งานจริงต้องสัมผัสกับเนื้อเยื่อ ของเหลว และอวัยวะต่าง ๆ ภายในร่างกาย จึงควรมีการทดสอบสมบัติวัสดุชีวภาพในสภาวะแวดล้อมที่คล้ายกับสภาวะภายในร่างกาย เพื่อให้ผลการทดลองที่ได้นั้นมีความถูกต้องมากที่สุดหรือมีความผิดพลาดน้อยที่สุด เช่น การทดสอบโดยใช้ของเหลวที่มีองค์ประกอบคล้ายเลือดหรือพลาสมา

2. การทดสอบภายในร่างกาย

ข้อได้เปรียบของวิธีนี้มีมากกว่าการทดสอบภายนอก ร่างกาย เพราะสภาวะที่ใช้ในการทดลองเป็นสภาวะจริงในร่างกายของสิ่งมีชีวิต ทำให้ผลการทดลองที่ได้มีความถูกต้อง สามารถแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอนหลัก ดังนี้

ก. การประเมินในสัตว์ทดลองที่มีสุขภาพดี

การทดลองนี้ทำได้โดยการผ่าตัดสัตว์ทดลองที่มีสุขภาพดี เพื่อใส่วัสดุทางชีวภาพเข้าไปในร่างกาย โดยใส่ให้ใกล้เคียงกับตำแหน่งที่ต้องการมากที่สุด แต่วิธีนี้มีข้อจำกัด คือ วงจรชีวิต อายุขัยที่ไม่เท่ากัน และสรีระองค์ประกอบในร่างกายบางส่วนที่ไม่เหมือนกัน

ข. ประเมินในสัตว์ทดลองที่เป็นโรค

ผลการทดลองที่ได้จะมีความแตกต่างกับการทดลองสัตว์สุขภาพดี เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างวัสดุทางชีวภาพกับอวัยวะที่เป็นโรคและไม่เป็นโรคต่างกัน การทดลองในสัตว์ที่มีสุขภาพดีไม่สามารถประเมินผลได้ จึงต้องทำการทดลองในสัตว์ที่เป็นโรค

ค. การศึกษาจากกลุ่มผู้ป่วยทางคลินิก

เป็นการทดลองในร่างกายมนุษย์ เพื่อตรวจสอบความปลอดภัยของวัสดุชีวภาพ และโรคแทรกซ้อนที่อาจเกิดจากวัสดุทางชีวภาพได้

ง. การใช้ทางคลินิกทั่วไป

วัสดุทางชีวภาพที่สามารถนำไปใช้งานได้นั้น ต้องผ่านการทดสอบและรับรองโดยองค์กรที่ทำหน้าที่ควบคุมก่อนนำไปใช้งานกับผู้ป่วย [27]

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้แคลเซียมซิลิเกต

งานวิจัยของ P. Siriphannon และคณะ [29] ได้ทำการเตรียมผงแคลเซียมซิลิเกต (CS) จากสารละลายเอทานอลของเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(NO₃)₂·4H₂O) โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นสารตกตะกอน โดยทำการเผาแคลไซน์ผงแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่แตกต่างกัน 3 สภาวะคือ 1) 500°C 2) 500 และ 1000°C 3) 500 และ 1400°C ซึ่งได้วัฏภาคของผลิตภัณฑ์เป็นอสัณฐาน (amorphous-CS) วัฏภาคอุณหภูมิต่ำ (β-CS) และวัฏภาคอุณหภูมิสูง (α-CS) ตามลำดับ จากการตรวจวิเคราะห์พบว่าความแตกต่างระหว่างวัฏภาคที่เป็นผลึกและวัฏภาคที่เป็นอสัณฐานส่งผลต่อลักษณะพื้นผิวและ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พื้นที่ผิวจำเพาะของแคลเซียมซิลิเกตซึ่งแตกต่างกัน โดยวัฏภาคอสัณฐานและวัฏภาคอนุหุมีต่ำมีพื้นที่ผิวที่ขรุขระและมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่าวัฏภาคอนุหุมีสูง ผลข้างต้นแสดงให้เห็นว่าการเพิ่มอนุหุมีการเผาแคลไซน์เป็นผลให้อนุภาคมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นเนื่องจากเกิดวัฏภาคของเหลว (Liquid phase) ซึ่งส่งผลให้โครงสร้างจุลภาคของอนุภาคผงวัฏภาคอนุหุมีสูงมีความแตกต่างและมีพื้นที่ผิวจำเพาะลดลง ในการทดลองจะทำการแช่ผงแคลเซียมซิลิเกตที่ได้ในสารละลายจำลองสภาวะของเหลวภายในร่างกายเป็นเวลา 2 ชั่วโมงและ 1 2 5 10 20 25 และ 30 วัน ที่อุณหภูมิไว้ที่ 36.5°C พบว่ามีการก่อตัวของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ในทุกตัวอย่างแต่จะมีพฤติกรรมการก่อตัวและโครงสร้างจุลภาคที่แตกต่างกันในแคลเซียมซิลิเกตวัฏภาคอสัณฐาน พบว่าอนุภาคของไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นอนุภาคทรงกลมเกิดการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนมีการก่อตัวเป็นชั้นแบบหลวม ๆ และมีพื้นที่ผิวที่ขรุขระ ในขณะที่แคลเซียมซิลิเกตวัฏภาคอนุหุมีต่ำและวัฏภาคอนุหุมีสูงนั้นมีการก่อตัวของชั้นไฮดรอกซีแอปพาไทต์เป็นชั้นที่หนาแน่น มีลักษณะอนุภาคทรงกลมรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน อย่างไรก็ตามในการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบฟีกที่แสดงถึงการตกค้างของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ในวัฏภาคอสัณฐานซึ่งอาจเป็นข้อเสียสำหรับการประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ แต่ไม่พบในตัวอย่งวัฏภาคอนุหุมีต่ำและวัฏภาคอนุหุมีสูงเนื่องจากได้ถูกกำจัดอย่างสมบูรณ์ในระหว่างการเผาแคลไซน์

งานวิจัยของ K. Lin และคณะ [21] ได้ทำการสังเคราะห์แท่งนาโนเบต้าโวลลาสโทไนต์ (β -wollastonite) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และโซเดียมซิลิเกตโนนไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) ละลายในน้ำกลั่นโดยสารละลายตั้งต้นอิมตัวอย่างยิ่งยวดมีความเข้มข้นเท่ากับ 0.5 โมลาร์ จากนั้นทำการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เกิดผลึกของโซโนไลต์ (Xonolite; $\text{Ca}_6(\text{Si}_6\text{O}_{17})(\text{OH})_2$) จากการตรวจวิเคราะห์พบว่าสารที่เตรียมโดยไม่ทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล เกิดผลึกของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตน้อย ในขณะที่สารที่ทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่ำเกิดผลึกของ Xonolite ที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาแบบแท่ง เมื่อนำสารที่เตรียมไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารที่เตรียมได้มีการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคจากผลึกแบบแท่งนาโน Xonolite เป็นผลึกแบบแท่งนาโน β -wollastonite ที่มีพื้นที่ผิวเรียบ มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 10-30 นาโนเมตร และยาว 10 ไมโครเมตร

งานวิจัยของ C. Chen และคณะ [30] ทำการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลซึ่งปราศจากตัวทำละลายอินทรีย์เพื่อเปรียบเทียบกับวิธีโซลเจล (Sol-gel method) ซึ่งมีการใช้สารอินทรีย์เป็นตัวทำละลายและเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยผงที่ได้จากการเตรียมผ่านกระบวนการทั้ง 2 วิธีจะถูกเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C จนถึง 1000°C และศึกษาความเป็นไปได้ในการประยุกต์ใช้งานด้านชีวการแพทย์เพื่อซ่อมแซมกระดูกโดยจะทำการผสมผงแคลเซียมซิลิเกตกับน้ำเพื่อให้ก่อตัวเป็นซีเมนต์ จากนั้นทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพและระยะเวลาในการแข็งตัว ผลที่ได้บ่งชี้ว่าการใช้วิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันทั้ง 2 วิธีนี้ไม่ได้ส่งผลต่อสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์ที่ได้อย่างมีนัยสำคัญ แต่ความแตกต่างของผลิตภัณฑ์ที่ได้นั้นขึ้นอยู่กับอัตราส่วนของแคลเซียมต่อซิลิกอนที่ใช้เป็นสารตั้งต้นและอนุหุมีการเผาแคลไซน์ นอกจากนี้ยังพบว่าเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์นั้นไม่ขึ้นกับวิธีการสังเคราะห์เช่นกัน แต่ขึ้นกับอัตราส่วนแคลเซียมต่อซิลิกอนในสารตั้งต้น โดยเมื่อความเข้มข้นของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แคลเซียมเพิ่มขึ้นทำให้เวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์ลดลง รวมทั้งเวลาในการแข็งตัวของซีเมนต์จะเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญหากเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ ผลการศึกษานี้สรุปได้ว่าแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลนั้นให้ผลิตภัณฑ์ที่มีโครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีคล้ายคลึงกับแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซลเจลจึงมีความเหมาะสมสำหรับใช้ในทางการแพทย์เช่นเดียวกัน

งานวิจัยของ Y. Sun และคณะ [31] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรตและแคลเซียม-2-เมทอกซีเอทอกไซด์ เป็นสารตั้งต้นแคลเซียมโดยผสมกับเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นซิลิกอน แล้วทำการเผาแคลไซน์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน โดยการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่มีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพด้วยวิธีการโซลเจล จะนำมาใช้งานทางด้านการฟื้นฟูกระดูกในการสังเคราะห์เจลของ $70\text{Si}30\text{Ca}$ ทำได้โดยการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและควบแน่น ตัวอย่างที่ 1 ใช้แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรตและตัวอย่างที่ 2 ใช้แคลเซียม-2-เมทอกซีเอทอกไซด์ ในตัวอย่างที่ 1 ทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องโดยควบคุมให้อัตราส่วนโดยโมลของ TEOS:เอทานอล:น้ำ เป็น 1:4:12 และใช้ 2 โมล/ลิตร ของกรดไนตริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นเติมแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรตลงในของผสมข้างต้น สำหรับตัวอย่างที่ 2 จะใช้สารละลาย 15 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตรของแคลเซียม-2-เมทอกซีเอทอกไซด์ในเอทานอล ปริมาตร 40 มิลลิลิตร ผสมกับ TEOS 4.12 มิลลิลิตร และเติมน้ำในอัตราส่วนโดยโมล น้ำ:TEOS เท่ากับ 2:1 หลังจากนั้นให้ความร้อนที่ 60°C สารที่เตรียมได้เปลี่ยนจากโซลเป็นเจล ทำการอบแห้งที่ 120°C และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 350 และ 600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค TGA/DTA พบว่า ในตัวอย่างที่ 1 เกิดการสูญเสียน้ำหนักก่อน 100°C ซึ่งเป็นผลจากการระเหยของตัวทำละลายที่เหลืออยู่ในรูพรุนของสารตัวอย่าง และที่ 500°C เป็นผลมาจากการสลายตัวของสารอินทรีย์ที่เกิดจากกระบวนการควบแน่นที่พื้นผิวของหมู่ไฮดรอกซิลและการสลายตัวของหมู่ไนเตรต ในตัวอย่างที่ 2 เกิดการสูญเสียน้ำหนักที่ 550°C ซึ่งสอดคล้องกับการระเหยของตัวทำละลายและการควบแน่นของหมู่ไฮดรอกซิล ทำการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะปริมาตรรูพรุนและขนาดของรูพรุนโดยอาศัยเทคนิคของ BET ในตัวอย่างที่ 1 พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุน และขนาดของรูพรุน มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ในตัวอย่างที่ 2 ขนาดของรูพรุน ไม่มีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น แต่พื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรรูพรุนมีการเพิ่มขึ้นอย่างมาก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าในตัวอย่างที่ 2 จะมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมากกว่าตัวอย่างที่ 1 เมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำ ในการแช่แคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้ในสารละลายจำลองสภาวะร่างกายเป็นเวลา 7 วัน เมื่อนำสารตัวอย่างไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบการก่อตัวของไฮดรอกซีแอปพาไทต์เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ 1 และ 2 ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิมิขนาดของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เกิดในตัวอย่างที่ 2 มีขนาดใหญ่กว่าในตัวอย่างที่ 1 สรุปได้ว่าการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่ว่องไวทางชีวภาพด้วยวิธีการโซลเจล สารตั้งต้นแคลเซียม-2-เมทอกซีเอทอกไซด์ ให้ผลการสังเคราะห์ดีกว่าดีกว่าแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานวิจัยของ K. Lin และคณะ [32] ทำการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 75-100 ไมโครเมตร โดยวิธีพ่นฝอยแบบแห้ง (Spray drying) โดยผงแคลเซียมซิลิเกตถูกเตรียมผ่านวิธีตกตะกอนทางเคมีโดยทำการปั่นกววนของผสมระหว่างโซเดียมเมตาซิลิเกตโนนอะไฮเดรต 0.5 โมล จำนวน 1000 มิลลิลิตร กับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ไฮเดรต 0.5 โมล จำนวน 1000 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้องจนได้ตะกอนสีขาว และทำการปั่นกววนต่อเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการล้างตะกอน 3 ครั้งด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นล้างตะกอนซ้ำอีก 2 ครั้งด้วยเอทานอลบริสุทธิ์ กรองลดความดันและอบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นเผาแคลไซน์ที่ 900°C 2 ชั่วโมง เตรียมแคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีพ่นฝอยแบบแห้ง (Spray drying) โดยทำการปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วสูงของของผสมระหว่างผงแคลเซียมซิลิเกตจำนวน 100 กรัม พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จำนวน 500 กรัม จากนั้นทำการเผาแคลไซน์ 900°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ไฮดรอกซีแอมโฟไฟต์ถูกสร้างด้วยวิธีพ่นฝอยแบบแห้ง (Spray drying) โดยใช้ผงไฮดรอกซีแอมโฟไฟต์ระดับนาโนเป็นสารตั้งต้น ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพโดยทำการแช่แคลเซียมซิลิเกตในสารละลาย SBF พบว่ามีการเจริญเติบโตที่รวดเร็วของชั้นแอมโฟไฟต์ที่พื้นผิวเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพที่เป็นไฮดรอกซีแอมโฟไฟต์แบบดั้งเดิม แคลเซียมซิลิเกตขนาดเล็กส่งผลให้การนำส่งผ่านยาและการปลดปล่อยยาได้ดี

งานวิจัยของ X. Liu และคณะ [33] ทำการศึกษากลไกการเกิดชั้นไฮดรอกซีแอมโฟไฟต์ที่มีองค์ประกอบของคาร์บอนแคลเซียมกับแอมโฟไฟต์บนผิวกระดูกในร่างกายโดยใช้ผงแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO₃) ขนาด 10-60 ไมโครเมตร ปลูกลงบนขั้วสเตรต Ti-6Al-4V โดยวิธีพ่นเคลือบด้วยพลาสมา ภายใต้บรรยากาศควบคุม แล้วทำความสะอาดด้วยการทำอัลตราโซนิคในอะซีโตน ล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วแช่ในกรดแลคติกที่มีค่า pH เท่ากับ 2.4 เป็นเวลา 1 3 และ 7 วัน ได้เป็นตัวอย่าง WL1 WL3 และ WL7 ตามลำดับ นอกจากนี้ นำ WL3 ไปแช่ในสารละลายไตรเมทานอลอะมีนเป็นเวลา 24 ชั่วโมงได้เป็นตัวอย่าง WL3T จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดไปแช่ในสารละลาย SBF ที่มีค่า pH เท่ากับ 7.4 เป็นเวลา 4 วัน จากการตรวจวิเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตหลังแช่กรดแลคติก พบว่าแคลเซียมซิลิเกตที่แช่กรดแลคติก 1 วัน เกิดรอยแตกเล็ก ๆ เป็นแผ่นบาง หลังแช่ 3 วัน แคลเซียมในชั้นเคลือบค่อย ๆ ละลายไปในสารละลายกรดแลคติก และหลังแช่ 7 วัน เกิดชั้นซิลิกาก่อตัวขึ้นบนผิวแคลเซียมซิลิเกต แสดงว่าแคลเซียมซิลิเกตที่แช่ในกรดแลคติก ได้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่าง Ca²⁺ ในชั้นเคลือบกับ H⁺ ในสารละลายกรดที่บริเวณผิวแคลเซียมซิลิเกตกับสารละลาย ทำให้เกิดการสลายตัวของไอออนแคลเซียมจากผิวเคลือบไปที่สารละลาย และเกิดการแทรกตัวของโปรตอนจากสารละลายกรดแลคติกไปยังผิวเคลือบ ซึ่งได้ซิลานอล (Silanol; ≡Si-OH) ที่เป็นผลิตภัณฑ์ในผิวเคลือบ ส่งผลให้เกิดเป็นประจุลบที่ผิวแคลเซียมซิลิเกต ส่วนผลจากการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่าง WL3 และ WL3T หลังแช่สารละลาย SBF ด้วยเทคนิค EDS พบว่า WL3 ที่แช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 2 [Ca²⁺] เป็นเวลา 4 วัน เริ่มเกิดการก่อตัวของแอมโฟไฟต์แต่ยังไม่เกิดแอมโฟไฟต์บนผิวชั้นซิลิกา ส่วน WL3T ที่แช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 4 วัน เกิดผลึกแอมโฟไฟต์อนุภาครูปรางกลมบนผิวแคลเซียมซิลิเกตซึ่งเกิดจากการที่มีประจุลบที่ผิวแคลเซียมซิลิเกต Ca²⁺ จึงถูกดึงดูดไปที่บริเวณผิวเคลือบแคลเซียมซิลิเกต เป็นเหตุให้ความเข้มข้นไอออนของแอมโฟไฟต์ที่ระหว่างผิวเคลือบกับสารละลายสูงกว่าในสารละลายส่วนใหญ่ (Bulk solution) เมื่อความเข้มข้นไอออนของแอมโฟไฟต์สูงพอ ทำให้แอมโฟไฟต์ตกตะกอนบนผิวแคลเซียมซิลิเกตอย่างรวดเร็ว สิ่งสำคัญ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของกลไกในการก่อตัวแอปาไทต์บนผิวแคลเซียมซิลิเกตในสารละลาย SBF คือประจุที่ผิวแคลเซียมซิลิเกต เมื่อประจุบนที่ผิวดึงดูดไอออนบวกจากสารละลาย ไอออนบวกที่บริเวณระหว่างผิวเคลือบและสารละลายจึงเพิ่มขึ้น ซึ่งบริเวณนี้ประกอบด้วยผิวที่มีประจุเหมือนกัน แต่สารละลายมีประจุตรงข้ามกัน เรียกบริเวณนี้ว่า ประจุไฟฟ้าสองชั้น (Electric double layer) ทำให้เกิดสารประกอบบนผิวเคลือบได้ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม

งานวิจัยของ L.Z. Pei และคณะ [34] ได้ทำการสังเคราะห์ผลึกเดี่ยวแคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้สารตั้งต้นเป็นแคลเซียมออกไซด์ (CaO) และซิลิกา (SiO_2) ที่มีขนาดนาโน โดยผสมซิลิกาและแคลเซียมออกไซด์ในน้ำกลั่น จากนั้นนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 220°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมงร่วมกับหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 100 รอบต่อนาที ได้เป็นโซโนไลต์ที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาแบบแท่ง มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 10-130 นาโนเมตร ซึ่งเกิดร่วมกับแบบผลึกทรงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10-100 ไมโครเมตร โดยการเกิดผลึกโซโนไลต์เกิดจากเมื่อแคลเซียมออกไซด์ละลายในน้ำได้เป็นแคลเซียมไฮดรอกไซด์ทำปฏิกิริยากับซิลิกากลายเป็นสารละลายอิมิตัวอย่างยิ่งยวด เมื่ออุณหภูมิลดลงจึงเกิดนิวคลีโอของโซโนไลต์และโตจนเป็นผลึกโซโนไลต์ และเมื่อนำโซโนไลต์ที่เตรียมได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จึงเกิดแท่งนาโนเบต้าแคลเซียมซิลิเกต ($\beta\text{-CaSiO}_3$) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 30-150 นาโนเมตร ยาวประมาณ 10 ไมโครเมตรและอยู่ร่วมกับผลึกแบบทรงกลมเช่นเดียวกับโซโนไลต์ ซึ่งปัจจัยที่เป็นตัวกำหนดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งนาโนคือเวลาและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล รวมทั้งขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นที่ใช้ โดยโซโนไลต์ที่ทำการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่ำกว่าหรือใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลน้อยกว่าแท่งนาโนโซโนไลต์ที่ได้จะมีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่าโซโนไลต์ที่ทำไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิสูงกว่าหรือใช้เวลาในการทำไฮโดรเทอร์มอลมากกว่า

งานวิจัยของ M. Mehrali และคณะ [35] ทำการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต โดยใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตเป็นสารลดแรงตึงผิวร่วมกับคลื่นอัลตราโซนิก ซึ่งจะกระตุ้นให้เกิดการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น ส่วนโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต (SDS) ใช้เพื่อควบคุมขนาดผลึกและลักษณะสัณฐานวิทยาของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตให้มีรูปร่างคล้ายเข็ม การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตจะทำให้สภาวะต่างกันโดยนำแคลเซียมไฮดรอกไซด์และโซเดียมซิลิเกตผสมกันแล้วปั่นจน จากนั้นทำการอัลตราโซนิกที่เวลา 5 10 และ 15 นาที ในอีกระบบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตจะถูกสังเคราะห์โดยเติม SDS ที่มีความเข้มข้นต่างกัน ได้แก่ 0.1 0.2 และ 0.3 กรัมซึ่งแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้จะเป็นแผ่นขนาดนาโน ซึ่งพบว่าร้อยละผลผลิตของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาการให้คลื่นอัลตราโซนิกจาก 5-15 นาที เมื่อความเข้มข้นของ SDS เพิ่มขึ้นจะทำให้ร้อยละผลผลิตของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตเพิ่มขึ้นด้วย และผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์โดยใช้ความเข้มข้นของ SDS สูง จะปรากฏพีกความเข้มสูงกว่าแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์โดยไม่มี SDS ผงแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยวิธีตกตะกอนเป็นปฏิกิริยาระหว่างแคลเซียมไฮดรอกไซด์และโซเดียมซิลิเกต ซึ่งไอออนของแคลเซียม (Ca^{2+}) และไอออนซิลิเกต (SiO_3^{2-}) ในสารละลายเกิดปฏิกิริยาก่อตัวเป็นแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต เมื่อให้คลื่นอัลตราโซนิกจะก่อให้เกิดนิวคลีโอเนื่องจากคลื่นอัลตราโซนิกทำให้สารละลายเกิดฟองอากาศ ซึ่งจะมีการขยายตัวจนกระทั่งฟองอากาศแตก ทำให้มีพลังงานสูงมาก ๆ ในระบบปฏิกิริยาขณะที่ปล่อยคลื่นรุนแรง บริเวณที่เกิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ฟองจึงมีการเปลี่ยนแปลงความดันและความหนาแน่นอย่างฉับพลัน ในขณะที่ฟองอากาศแตกด้วยเวลาอันรวดเร็วทำให้นิวคลีโอเกิดขึ้นรอบ ๆ ฟองอากาศที่แตกเป็นจำนวนมาก พบว่าระยะเวลาในการให้คลื่นอัลตราโซนิคมีอิทธิพลต่อขนาดผลึกเฉลี่ยและความเครียดแลตทิซ ซึ่งขนาดผลึกจะมีขนาดเล็กเมื่อระยะเวลาในการให้คลื่นอัลตราโซนิคเป็น 5-10 นาทีและเริ่มมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อให้คลื่นอัลตราโซนิคเพิ่มเป็น 10-15 นาที ดังนั้นเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาด้วยคลื่นอัลตราโซนิคและความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวจึงเป็นปัจจัยสำคัญในการควบคุมขนาดผลึกและลักษณะสัณฐานวิทยาของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต เมื่อใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์และโซเดียมซิลิเกตในน้ำกลั่นด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาด้วยคลื่นอัลตราโซนิคร่วมกับการเติม SDS ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวที่ช่วยให้แคลเซียมซิลิเกตก่อตัวมีความเสถียรขึ้นและสามารถห่อหุ้มให้แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตมีลักษณะเป็นแผ่นนาโน ที่มีขนาดเฉลี่ย 9 นาโนเมตร และหลังจากให้คลื่นอัลตราโซนิค 10 นาทีร่วมกับเติม SDS ที่ 0.2 กรัมผสมในตัวทำละลาย แผ่นนาโนที่เตรียมได้จะมีขนาด 13 นาโนเมตร วิธีการเตรียมเช่นนี้ทำให้ได้แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาหลากหลาย

งานวิจัยของ K. Lin และคณะ [36] เป็นงานวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์เส้นใยนาโนโพลลาสโตนิตผ่านวิธีการไฮโดรเทอร์มอลอิมัลชัน โดยเส้นใยนาโนโพลลาสโตนิต ได้จากการแคลไซน์เส้นใยนาโนโทเบอร์โมไรต์ (Tobermorite: $\text{Ca}_5(\text{Si}_6\text{O}_{16})(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ที่เตรียมผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงทำให้เส้นใยนาโนโทเบอร์โมไรต์เปลี่ยนเป็นเส้นใยนาโนโพลลาสโตนิตและคงสภาพโครงสร้างแบบเส้นไว้ได้ โดยมีการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงก่อนการทำแคลไซน์ระบุได้ว่าเป็นโทเบอร์โมไรต์และมีแคลเซียมออกไซด์ตกค้างบางส่วน นอกจากนี้ยังทำการวิเคราะห์โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านชนิดฟิลด์อิมิสชัน (Field Emission Scanning Electron Microscope: FESEM) ซึ่งแสดงให้เห็นถึงผงโทเบอร์โมไรต์มีพื้นผิวที่เรียบและรูปร่างคล้ายเส้นแหลม มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-30 นาโนเมตร จากผลของการตรวจวิเคราะห์จากเทคนิคข้างต้นแสดงให้เห็นว่าวิธีไฮโดรเทอร์มอลไมโครอิมัลชันเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสำหรับการสังเคราะห์เส้นใยนาโนโทเบอร์โมไรต์ เนื่องจากไมโครอิมัลชันจะทำหน้าที่เป็นเหมือนนาโนรีแอกเตอร์ทำให้สามารถควบคุมขนาดอนุภาคและการกระจายของขนาดอนุภาครวมทั้งยับยั้งการรวมกลุ่มของอนุภาคอีกด้วยและเมื่อทำการตรวจวิเคราะห์หลังจากแคลไซน์ที่ 800°C โดย XRD และ FESEM พบว่าวัสดุภาคโทเบอร์โมไรต์เปลี่ยนเป็นโพลลาสโตนิตอย่างสมบูรณ์โดยยังคงโครงสร้างแบบเส้นและมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-30 นาโนเมตร แสดงให้เห็นว่าวิธีการไมโครอิมัลชันสามารถใช้สังเคราะห์โพลลาสโตนิตได้อย่างมีประสิทธิภาพรวมทั้งเป็นวิธีการที่สะดวกและมีสถานะที่ไม่รุนแรง โดยนาโนโพลลาสโตนิตที่ได้อาจใช้เป็นสารเติมแต่งเพื่อปรับปรุงความแข็งแรงในการเตรียมเซรามิกส์หรือใช้เป็นนาโนคอมโพสิตที่สามารถออกฤทธิ์ทางชีวภาพเพื่อปรับปรุงสมบัติทางกล

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เอทานอล 95% (Ethanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) DUKSAN PURE CHEMICALS Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
2. เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate, $\text{C}_8\text{H}_{20}\text{O}_4\text{Si}$) SIGMA-ALDRICH Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
3. แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต (Calcium nitrate tetrahydrate, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) Ajax FineChem Pty Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) Cario Erba Reagenti SpA Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
5. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl) Labscan Asia Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
6. โซเดียมไบคาร์บอเนต (Sodium bicarbonate, NaHCO_3) CARLO ERBA Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
7. โพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride, KCl) SIGMA-ALDRICH Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
8. โพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไตรไฮเดรต (Potassium hydrogen phosphate trihydrate, $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) Fisher scientific Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
9. แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (Magnesium chloride hexahydrate, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) Labscan Asia Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
10. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric Acid, HCl) CARLO ERBA Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
11. แคลเซียมคลอไรด์ (Calcium chloride, CaCl_2) Agarwal chemicals Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
12. โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulfate, Na_2SO_4) Labscan Asia Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์
13. ทริสไฮดรอกซีเมทิลอะมีนมีเทน (Tris (hydroxymethyl) aminomethane, $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$) Agarwal chemicals Co.,Ltd. เกรตวิเคราะห์

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องอัลตราโซนิก Sonics & Materials Co.,Ltd., Vibra-Cell รุ่น VC505
2. เครื่องวัดการคายรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence spectrometer, XRF) Bruker AXS Co.,Ltd., รุ่น SRS 3400
3. เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF
4. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) Bruker AXS Co.,Ltd., รุ่น D8 Advance
6. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) LEO Co.,Ltd., รุ่น Leo 1455 Vp
7. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) JEOL Co.,Ltd., รุ่น JEM 2100
8. อ่างควบคุมอุณหภูมิ Memmert Co.,Ltd., รุ่น WNG-29
9. เครื่องกรองลดความดัน SIBATA Co.,Ltd., รุ่น WJ-20
10. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter) METTLER TOLEDO Co.,Ltd., รุ่น FiveGo
11. เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง DENVER Co.,Ltd., รุ่น SI-234
12. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot plate) IKA Co.,Ltd., รุ่น C-MAG HS 7
13. เครื่องอัดเม็ดสาร
14. ตู้อบสาร
15. ขวดแก้วปากกว้าง

3.3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต

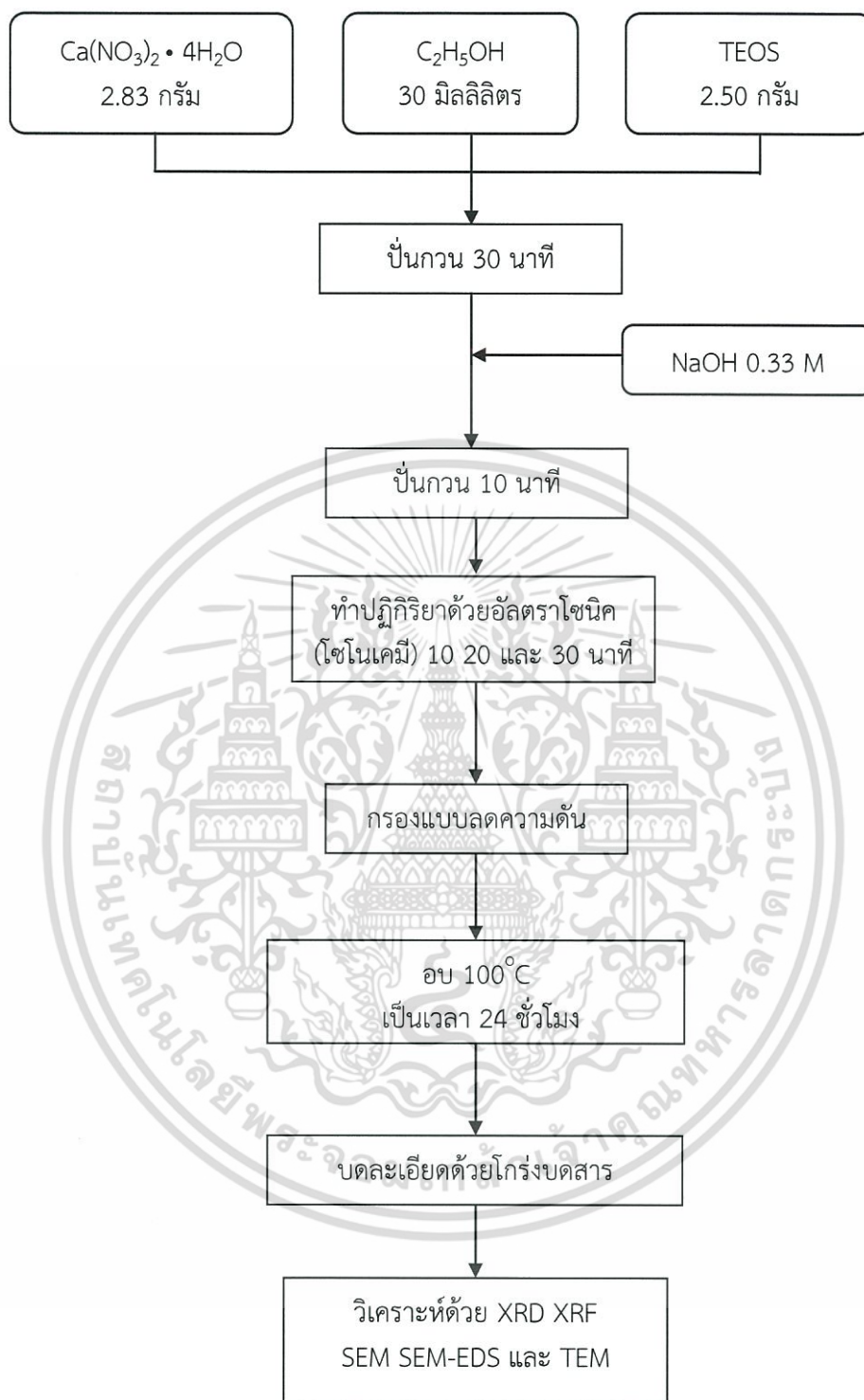
ในโครงการพิเศษนี้ศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต โดยมีปัจจัยศึกษา ดังนี้

- วิธีการสังเคราะห์ ได้แก่
 1. วิธีการโซโนเคมี
 2. วิธีการไฮโดรเทอร์มอล
 3. วิธีการโซโนเคมี + ไฮโดรเทอร์มอล
- ระบบตัวทำละลายที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ได้แก่
 1. น้ำผสมเอทานอล
- ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ได้แก่
 1. ระยะเวลาในการทำโซโนเคมี ได้แก่ 10 20 และ 30 นาที
 2. ระยะเวลาในการโซโนเคมีเป็นระยะเวลา 10 นาที และไฮโดรเทอร์มอลเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง
 3. ระยะเวลาในการทำไฮโดรเทอร์มอล 24 ชั่วโมง
- อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ได้แก่
 1. 100°C
 2. 150°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคโซโนเคมี

1. ชั่งเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) ปริมาณ 2.50 กรัม
2. ตวงเอทานอล ปริมาตร 30 มิลลิลิตร
3. ชั่งแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต ปริมาณ 2.83 กรัม
4. ผสมสารในข้อที่ 1. ถึงข้อที่ 3. พร้อมทำการปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที ในบีกเกอร์พลาสติก ขนาด 50 มิลลิลิตร
5. เตรียมสารละลาย NaOH 0.33 โมลต่อลิตร โดยชั่ง NaOH จำนวน 0.40 กรัม ละลายใน น้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร วัดค่า pH ของสารละลาย บันทึกผล
6. เติมสารละลาย NaOH ที่เตรียมไว้ลงในสารละลายผสมในข้อ 4 และปั่นกวนของผสมต่อไป อีก 10 นาที วัดค่า pH ของสารละลาย บันทึกผล
7. นำสารผสมไปทำปฏิกิริยาโดยใช้เครื่องอัลตราโซนิกความเข้มสูง โดยปรับเปลี่ยนเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 10 20 และ 30 นาที
8. นำสารตัวอย่างที่ได้ไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่น 1 ครั้ง
9. นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
10. บดแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้ให้ละเอียดด้วยโม่บดสาร
11. นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD XRF SEM SEM-EDS และ TEM



รูปที่ 3.1 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคโซโนเคมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3 การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

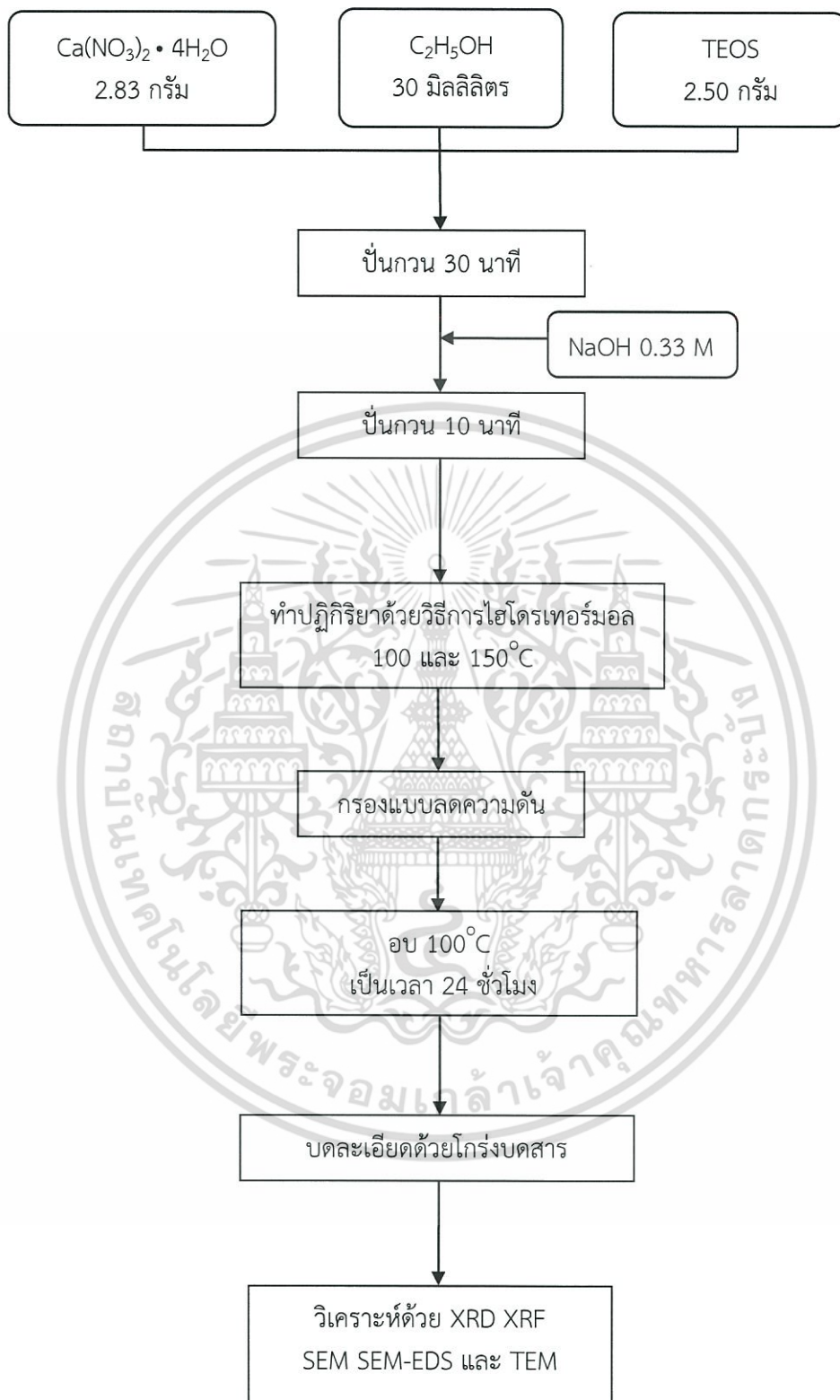
1. เตรียมส่วนผสมแคลเซียมไฮดรอกไซด์และ TEOS ละลายในตัวทำละลายเอทานอล อัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.2 ปั่นกวนสารผสมที่เตรียมได้ในข้อ 1. เป็นเวลา 30 นาที ในปิกเกอร์พลาสติกขนาด 50 มิลลิลิตร
2. เตรียมสารละลาย NaOH 0.33 โมลต่อลิตร โดยชั่ง NaOH จำนวน 0.40 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร วัดค่า pH ของสารละลายบันทึกผล
3. เติมสารละลาย NaOH ที่เตรียมในข้อ 2. ลงในสารผสมแล้วปั่นกวนต่อไปอีก 10 นาที วัดค่า pH ของสารละลาย บันทึกผล
4. นำสารผสมที่ได้ไปทำปฏิกิริยาด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาและอุณหภูมิต่างกัน ดังตารางที่ 3.2
5. กรองสารละลายด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่น 1 ครั้ง
6. นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
7. บดแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้ให้ละเอียดด้วยโกร่งบดสาร
8. นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD XRF SEM SEM-EDS และ TEM

ตารางที่ 3.1 สารเคมี เวลา และอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์สารด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล

สารตัวอย่าง	เอทานอล (มิลลิลิตร)	อัตราส่วนโดยโมล		ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล (ชั่วโมง)	อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล (°C)
		Ca	Si		
H100	30	1	1	24	100
H150	30	1	1	24	150

*หมายเหตุ การตั้งชื่อสารตัวอย่าง

H หมายถึง วิธีการไฮโดรเทอร์มอล



รูปที่ 3.2 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล

1. เตรียมส่วนผสมแคลเซียมไฮดรอกไซด์และ TEOS ละลายในตัวทำละลายเอทานอล อัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.1 ปั่นกวนสารผสมที่เตรียมในข้อ 1. เป็นเวลา 30 นาที ในบีกเกอร์พลาสติกขนาด 50 มิลลิลิตร
2. เตรียมสารละลาย NaOH 0.33 โมลต่อลิตร โดยชั่ง NaOH จำนวน 0.40 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร วัดค่า pH ของสารละลาย บันทึกผล
3. เติมสารละลาย NaOH ที่เตรียมในข้อ 2. ลงในสารผสมแล้ว ปั่นกวนต่อไปอีก 10 นาที วัดค่า pH ของสารละลาย บันทึกผล
4. นำสารผสมที่ได้ไปทำปฏิกิริยาด้วยวิธีการโซโนเคมีด้วยเครื่องอัลตราโซนิกความเข้มสูงร่วมกับไฮโดรเทอร์มอลโดยใช้เวลาและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 3.1
5. กรองสารละลายด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่น 1 ครั้ง
6. นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
7. บดแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้ให้ละเอียดด้วยโม่บดสาร
8. นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD XRF SEM SEM-EDS และ TEM

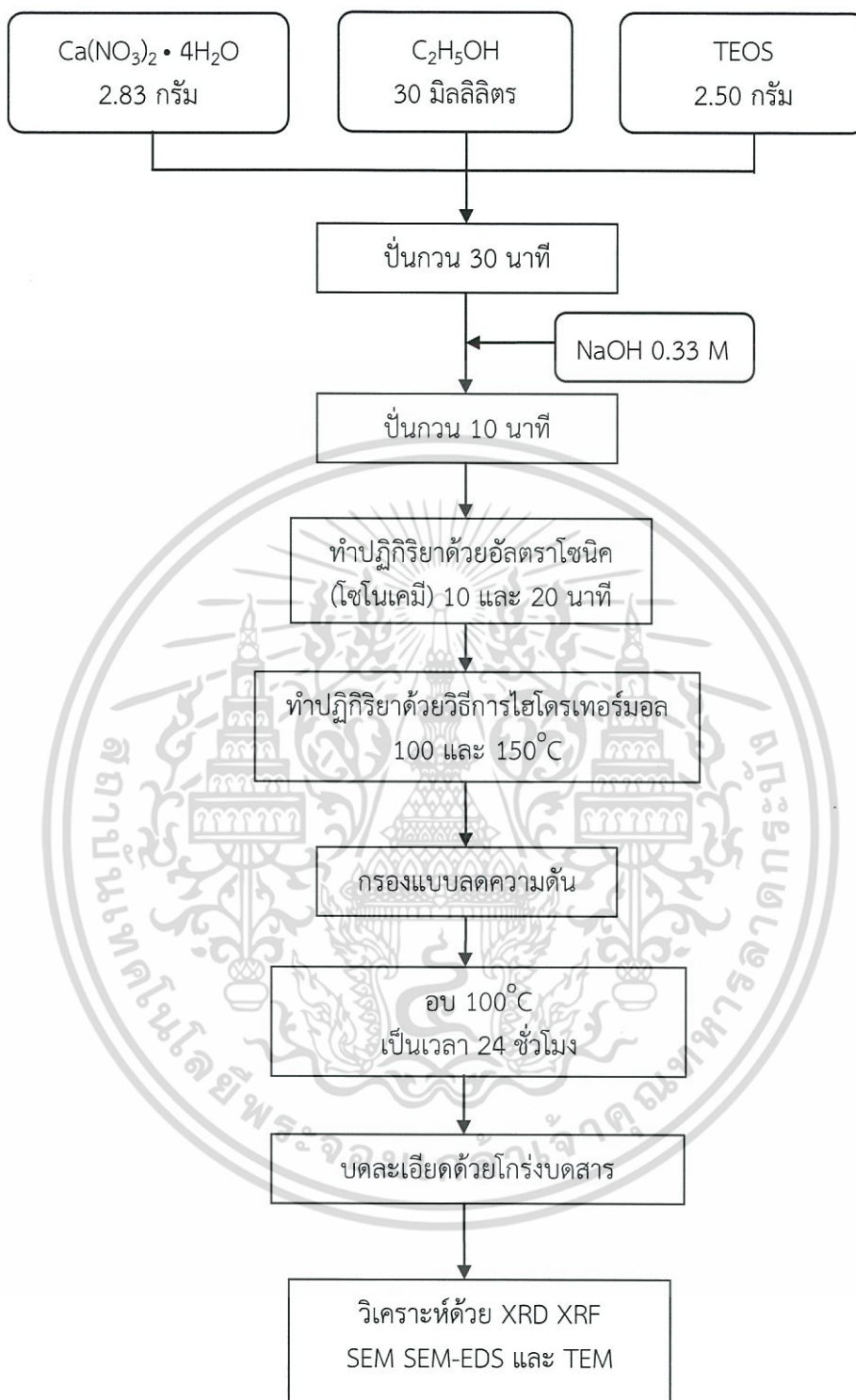
ตารางที่ 3.2 สารเคมี เวลา และอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์สารด้วยวิธีการโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล

สารตัวอย่าง	เอทานอล (มิลลิลิตร)	อัตราส่วนโดยโมล		ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา		อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล (°C)
		Ca	Si	โซโนเคมี	ไฮโดรเทอร์มอล	
				(นาที)	(ชั่วโมง)	
U10H100	30	1	1	10	24	100
U10H150	30	1	1	10	24	150

*หมายเหตุ การตั้งชื่อสารตัวอย่าง

U หมายถึง วิธีการอัลตราโซนิก (โซโนเคมี)

H หมายถึง วิธีการไฮโดรเทอร์มอล



รูปที่ 3.3 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตโดยเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพในระบบจำลอง

การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ทำได้โดยการแช่ชิ้นงานลงในสารจำลองสภาวะในร่างกาย ซึ่งมีองค์ประกอบทางเคมีและค่าความเป็นกรด-ด่าง ใกล้เคียงกับของเหลวในร่างกายมนุษย์ ชิ้นงานที่ผ่านการแช่ในสารจำลองสภาวะในร่างกาย จะถูกส่งไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ต่อไป

3.4.1 การเตรียมสารจำลองสภาวะในร่างกาย (SBF)

ตารางที่ 3.3 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารจำลองสภาวะในร่างกาย

สารเคมีที่ใช้	ปริมาณสารที่ใช้
1. NaCl	15.99 กรัม
2. NaHCO ₃	0.70 กรัม
3. KCl	0.45 กรัม
4. K ₂ HPO ₄ • 3H ₂ O	0.35 กรัม
5. MgCl ₂ • 6H ₂ O	0.61 กรัม
6. 1 M HCl	80 มิลลิลิตร
7. CaCl ₂	0.56 กรัม
8. Na ₂ SO ₄	0.14 กรัม
9. (CH ₂ OH) ₃ CNH ₂	12.12 กรัม

โดยมีขั้นตอนการเตรียมสารละลาย ดังนี้

1. นำบีกเกอร์พลาสติกที่บรรจุน้ำกลั่น 1400 มิลลิลิตร ควบคุมอุณหภูมิประมาณ 36-37°C ปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
2. ค่อย ๆ ละลายสารเคมีในตารางที่ 3.3 ทีละตัวในน้ำกลั่นที่เตรียมไว้ ตั้งแต่สารตัวที่ 1 จนถึงสารตัวที่ 8 ยกเว้นสารเคมีตัวที่ 6 จะแบ่งใส่ลงไปเพียง 30 มิลลิลิตร พร้อมวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายในระหว่างการผสม เติมสารตัวที่ 9 ลงไปที่ละน้อย จนกระทั่งสารละลายมีค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 7.4
3. จากนั้นจึงเติมสารตัวที่ 6 ที่เหลือลงไปเพื่อปรับให้ค่าความเป็นกรด-ด่างเป็น 7.3 (ค่าความเป็นกรด-ด่างไม่ควรเกิน 7.5 เพราะจะทำให้เกิดตะกอน) ทำเช่นนี้สลับกันจนกระทั่งสารตัวที่ 9 หมด จะได้สารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7.4
4. ปรับปริมาตรสารละลายที่เตรียมได้ให้เป็น 2000 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น
5. เก็บสารจำลองสภาวะในร่างกายไว้ในตู้เย็นที่อุณหภูมิประมาณ 5°C สารจำลองสภาวะในร่างกายที่เตรียมได้มีความเข้มข้นของไอออนอนินทรีย์ดังตารางที่ 3.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.4 ความเข้มข้นของไอออนอนินทรีย์ในสารละลาย SBF และ น้ำเลือด

ไอออน	สารจำลองสภาวะของเหลวร่างกาย (มิลลิโมลาร์)	น้ำเลือด (มิลลิโมลาร์)
Na ⁺	142.0	142.0
Cl ⁻	148.8	103.0
HCO ₃ ⁻	4.2	27.0
K ⁺	5.0	5.0
Mg ²⁺	1.5	1.5
Ca ²⁺	2.5	2.5
HPO ₄ ²⁻	1.0	1.0

3.4.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของชิ้นงาน

1. นำแคลเซียมซิติเลตที่อัดเม็ดแล้วไปแช่ในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7 วัน โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 36.5°C
2. นำไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค TEM และ XRD



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

ในบทนี้กล่าวถึงผลการศึกษาค่าผลของกระบวนการสังเคราะห์สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำเพื่อประยุกต์ใช้สำหรับงานทางด้านทันตกรรม โดยใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์และสารละลายเอทิลออร์โธซิลิเกตเป็นสารตั้งต้น โดยมีสารละลายเอทานอลเป็นตัวทำละลายและใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตกตะกอน จากนั้นนำของผสมที่ได้มาผ่านกระบวนการทางความร้อน ซึ่งแบ่งออกเป็น 3 เทคนิค ได้แก่ เทคนิคโซโนเคมี เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล และเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล จากนั้นทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการตรวจวิเคราะห์ต่างๆ ดังนี้ เทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (XRF) เทคนิคการวิเคราะห์รังสีเอ็กซ์จากพื้นผิวตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดด้วยหน่วยวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (SEM-EDS) เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้

4.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้

เมื่อนำสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะต่างกัน มาทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การคายรังสีเอ็กซ์และวิเคราะห์รังสีเอ็กซ์จากพื้นผิวตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดด้วยหน่วยวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งเทคนิค XRF เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยรวมของสารผลิตภัณฑ์ ในขณะที่เทคนิค SEM-EDS เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของสารผลิตภัณฑ์ ซึ่งได้ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารตัวอย่าง

ตัวอย่าง	XRF			SEM-EDS		
	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)		อัตราส่วน โดยโมล Ca/Si	องค์ประกอบทางเคมี (at%)		อัตราส่วน โดยโมล Ca/Si
	CaO	SiO ₂		Ca	Si	
U10	36.40	62.10	0.63	9.73	14.96	0.65
U20	N/A	N/A	N/A	7.2	11.71	0.61
U30	N/A	N/A	N/A	10.21	7.41	1.38
H100	30.20	68.00	0.47	7.93	17.39	0.46
H150	12.30	5.93	2.22	10.01	7.46	1.34
U10H100	30.10	69.20	0.47	7.24	16.4	0.44
U10H150	12.40	6.46	2.05	9.08	8.29	1.10

* หมายเหตุ: ค่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Si ทางทฤษฎี เท่ากับ 1.41 [37]

N/A หมายถึง ไม่ได้ทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ เพราะสารตัวอย่างไม่เพียงพอ

จากการพิจารณาอัตราส่วนโดยโมลที่วิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRF และเทคนิค SEM-EDS พบว่าองค์ประกอบทางเคมี และอัตราส่วนโดยมวลของ Ca/Si จากทั้ง 2 เทคนิคของตัวอย่าง โดยส่วนใหญ่มีค่าสอดคล้องกัน

ในกรณีการสังเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิคโซโนเคมี เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา พบว่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Si ของตัวอย่างที่ทำปฏิกิริยาโซโนเคมีเป็นเวลา 30 นาที (U30) มีค่าใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{SiO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) คือ 1.41 [37] ทั้งนี้สันนิษฐานว่าเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาโซโนเคมีมากพอทำให้เกิดการก่อผลึกแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตได้สมบูรณ์มากขึ้น

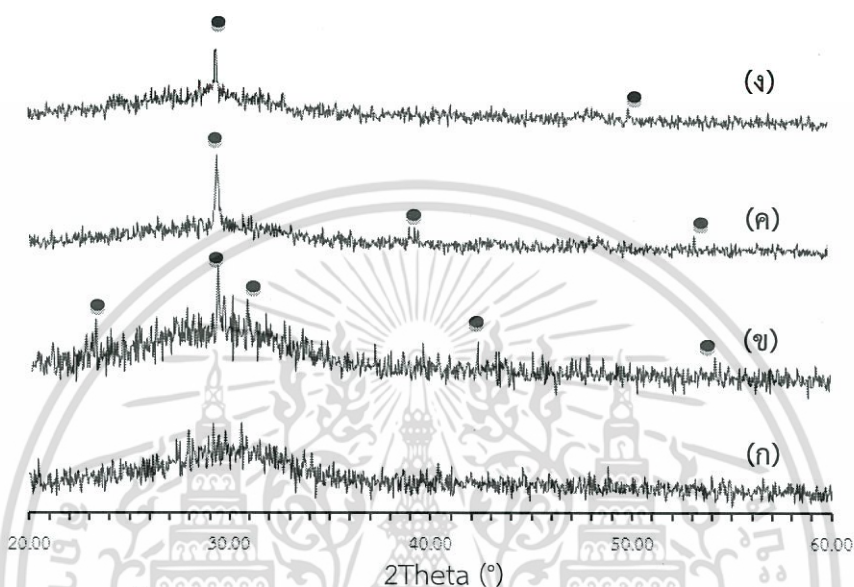
ในกรณีการสังเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล พบว่ากรณีที่ใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 150°C สารผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีค่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Si ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตมากกว่ากรณีที่ใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 100°C แสดงว่าการใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้การก่อผลึกแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตได้สมบูรณ์มากขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งผลให้อนุภาคของสารตั้งต้น ณ บริเวณพื้นผิวมีความว่องไวมากกว่าและทำปฏิกิริยาทางเคมีกันได้เพิ่มขึ้น

ในกรณีการสังเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล พบว่าตัวอย่างที่ทำปฏิกิริยาโซโนเคมีเป็นเวลา 10 นาที ร่วมกับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่ 150°C จะมีค่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Si ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีมากกว่าตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาโซโนเคมีเพียงอย่างเดียว แต่จะมีค่าต่ำกว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลอย่างเดียวเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

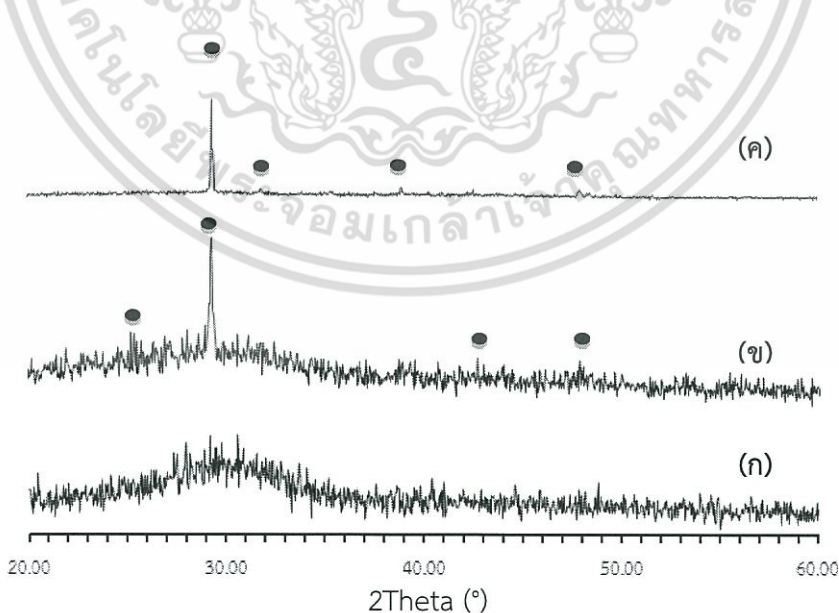
4.1.2 ภูมิภาคผลึกของสารประกอบแคลเซียมซิติเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้

เมื่อนำสารตัวอย่างที่เตรียมจากเทคนิคโซโนเคมี เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล และเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ไปทำการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectroscopy; XRD) ที่มุม 2θ ตั้งแต่ 20° ถึง 60° ได้ผลแสดงในดังรูปที่ 4.1 ถึง รูปที่ 4.3



รูปที่ 4.1 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) ของผสมก่อนการทำปฏิกิริยา (ข) U10 (ค) U20 และ (ง) U30

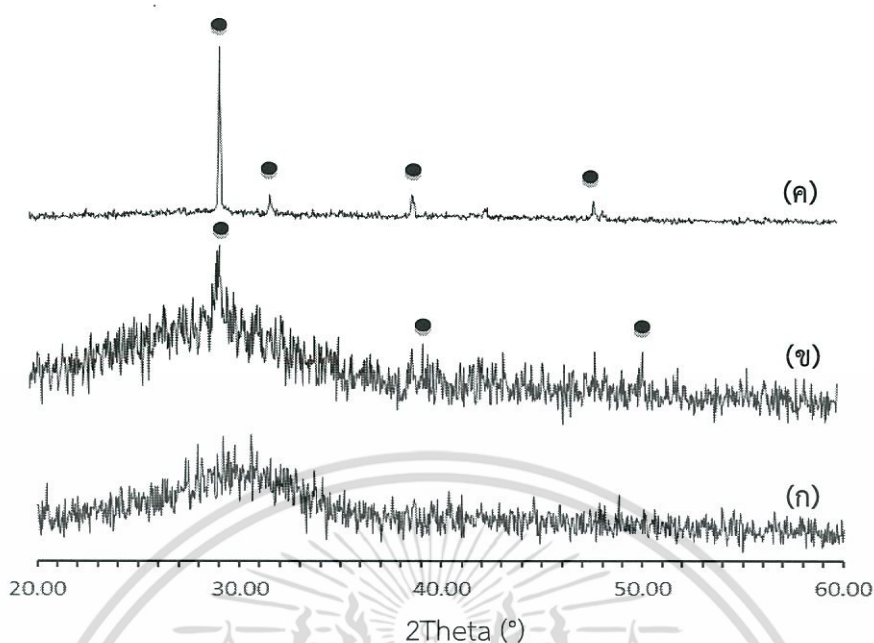
● : แคลเซียมซิติเกตไฮเดรต



รูปที่ 4.2 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) ของผสมก่อนการทำปฏิกิริยา (ข) H100 และ (ค) H150

● : แคลเซียมซิติเกตไฮเดรต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) ของผสมก่อนการทำปฏิกิริยา (ข) U10H100 และ (ค) U10H150

● : แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต

จากรูปที่ 4.1(ก) พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของของผสมก่อนการทำปฏิกิริยามีลักษณะเป็นพีกฐานกว้างแสดงถึงลักษณะอสัณฐาน แต่เมื่อนำของผสมไปผ่านกระบวนการให้ความร้อน จากรูปที่ 4.1(ข) – 4.1(ง) พบว่าในกรณีของโซโนเคมี สารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ทุกตัวอย่างปรากฏพีกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 29.36° 38.00° และ 50.00° ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับตำแหน่งพีกของสารตัวอย่างกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากฐานข้อมูลพบว่าสอดคล้องกับข้อมูลของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{SiO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; JCPDS No.33-306) พบว่าสารตัวอย่างมีความเป็นผลึกเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาในการทำโซโนเคมีของตัวอย่าง U10 และ U20 ตามลำดับ แต่ในตัวอย่าง U30 มีความกว้างของพีกมากกว่า U20 เพราะที่ใช้เวลาในการทำโซโนเคมีเพิ่มขึ้น คาดว่าการเพิ่มเวลาในการทำโซโนเคมีมากเกินไปส่งผลให้ผลึกมีขนาดเล็กกว่า U20 โดยการให้คลื่นเสียงความเข้มสูงทำให้เกิดปรากฏการณ์อะคูสติคควิเทชันที่ให้พลังงานที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมี ส่งผลให้ตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการโซโนเคมีมีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับของผสมก่อนทำปฏิกิริยา

จากรูปที่ 4.2 พบว่าในกรณีการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล สารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ทุกตัวอย่างมีพีกหลักประกอบด้วย 29.36° , 35.00° และ 48.00° ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{SiO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; JCPDS No.33-306) เช่นเดียวกับสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคโซโนเคมี โดยสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150°C มีความเป็นผลึกที่สมบูรณ์กว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ทำปฏิกิริยาที่ 100°C

ในกรณีการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งเป็นการทำปฏิกิริยาโดยใช้ 2 เทคนิคพร้อมกันโดยใช้เทคนิคโซโนเคมีที่มีการให้คลื่นเสียงที่มีพลังงานสูงในการก่อให้เกิดนิวคลีโอเบื่องต้นก่อนนำไปทำปฏิกิริยาด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลเพื่อให้ผลึกเกิดการเติบโต โดยคาดว่าจะสามารถลดเวลาในการทำปฏิกิริยาและช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสังเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารตัวอย่างได้ แต่จากการพิจารณาแผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในรูปที่ 4.3 พบว่าเมื่อเปรียบเทียบตัวอย่าง U10H100 กับตัวอย่าง U10 พบว่าวัฏภาคผลึกในตัวอย่างทั้งสองไม่มีความเป็นผลึกที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากการให้อุณหภูมิที่ 100°C ร่วมด้วยให้พลังงานไม่เพียงพอต่อการเจริญเติบโตของผลึก แต่ในกรณี U10H150 พิกแสดงความเป็นผลึกอย่างชัดเจนมากขึ้น แสดงว่ากรณีการทำปฏิกิริยาด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 150°C มีอิทธิพลต่อการเจริญเติบโตของผลึกมากกว่าการทำปฏิกิริยาด้วยเทคนิคโซโนเคมี

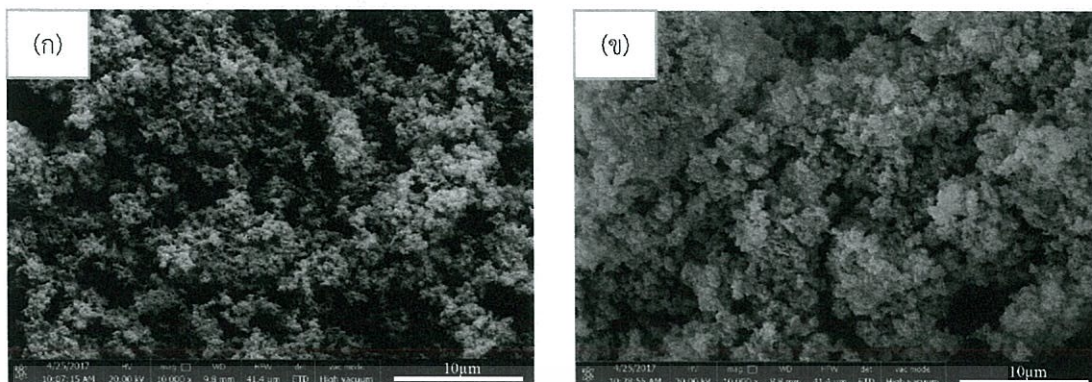
4.1.3 ลักษณะสัณฐานวิทยาของสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต

เมื่อนำสารตัวอย่างที่เตรียมจากเทคนิคโซโนเคมี เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล และเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ไปทำการตรวจวิเคราะห์ด้วย SEM เพื่อวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยา ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.4 ถึง 4.6

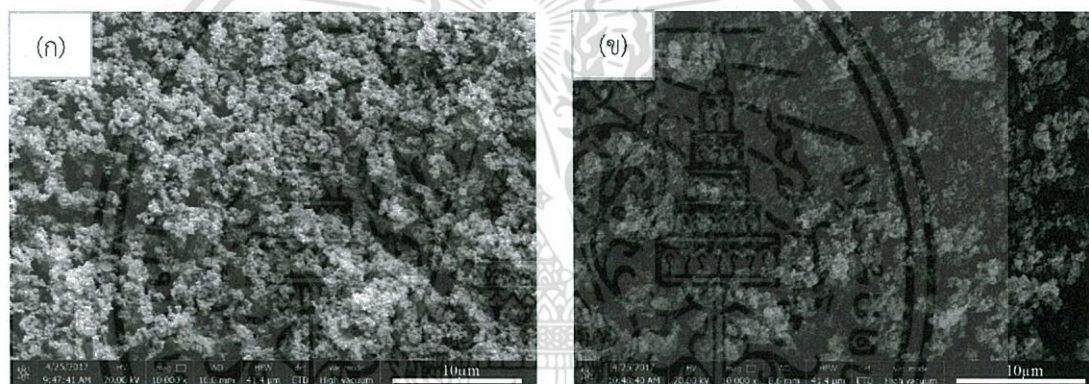


รูปที่ 4.4 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยเทคนิคโซโนเคมี (ก) U10 (ข) U20 และ (ค) U30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (ก) H100 และ (ข) H150

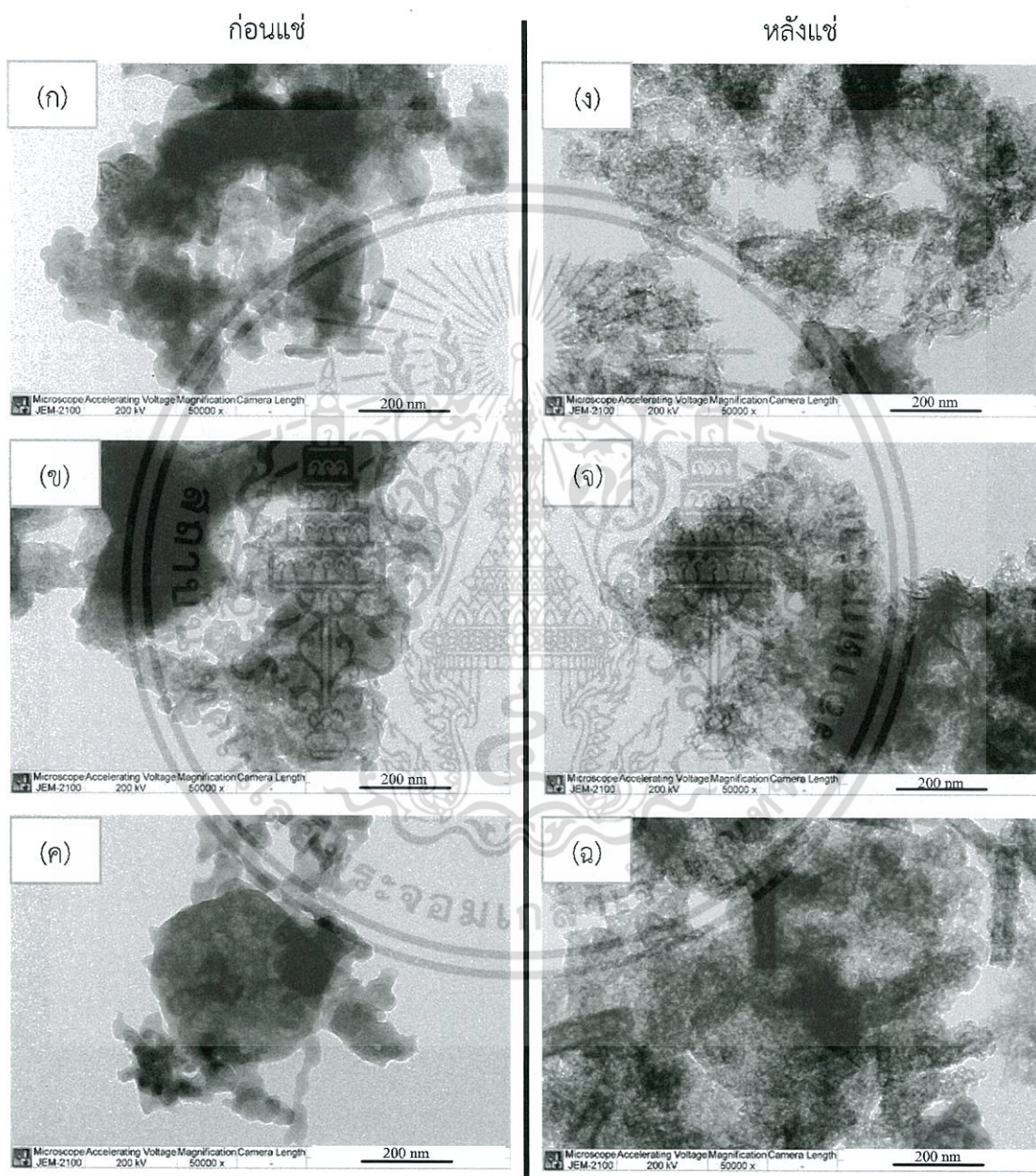


รูปที่ 4.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล (ก) U10H100 และ (ข) U10H150

จากรูปที่ 4.4 ถึง 4.6 พบว่าลักษณะผิวและอนุภาคของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการโซโนเคมีคือ ตัวอย่าง U10 U20 และ U30 มีอนุภาคเล็กกว่าและจับตัวเป็นกลุ่มก้อนน้อยกว่าอนุภาคของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการโซโนเคมีร่วมกับไฮโดรเทอร์มอล เนื่องจากกระบวนการโซโนเคมีมีการใช้คลื่นเสียงความเข้มสูงทำให้เกิดแรงสั่นซึ่งส่งผลให้ขนาดอนุภาคเล็กลง

4.2 สมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

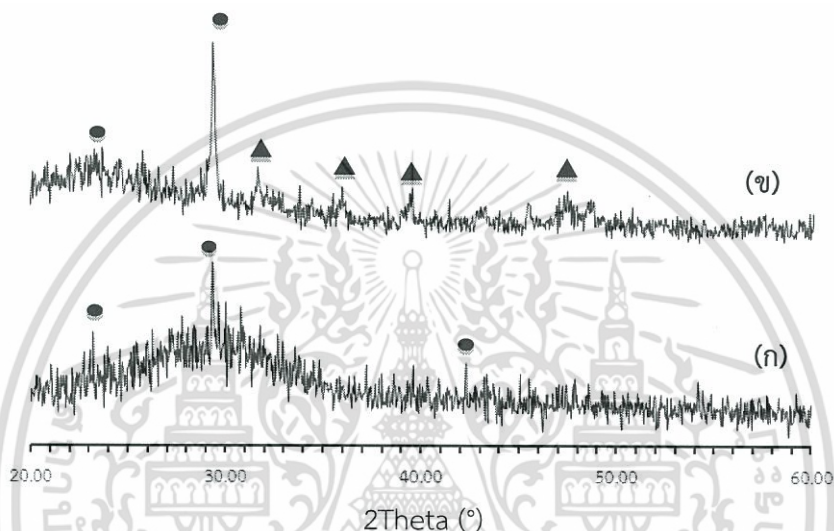
การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้โดยทำการแช่ลงในสารละลาย SBF ซึ่งมีองค์ประกอบทางเคมีและค่าความเป็นกรด-ด่าง ใกล้เคียงกับของเหลวในร่างกายมนุษย์เพื่อศึกษาความสามารถในการเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างผลึกไฮดรอกซีแอพาไทต์ (Hydroxyapatite)



รูปที่ 4.7 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 50000 เท่า ของตัวอย่างก่อนแช่ในสารละลาย SBF ได้แก่ (ก) U10 (ข) H100 และ (ค) U10H100 และตัวอย่างหลังแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 7 วัน ที่อุณหภูมิ 36.5°C ได้แก่ (ง) SBF-U10 (จ) SBF-H100 และ (ฉ) SBF-U10H100

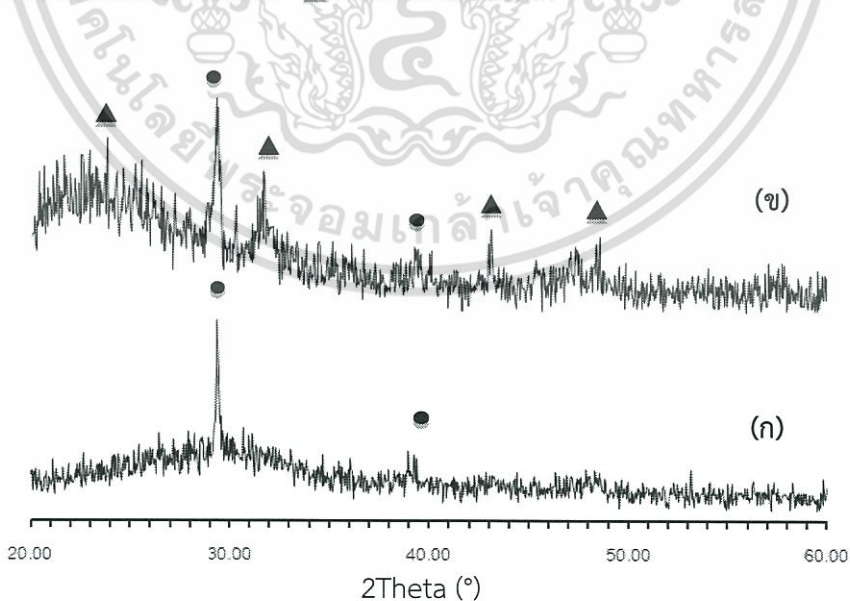
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อนำตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคทั้ง 3 ได้แก่ U10 H100 และ U10H100 ก่อนและหลังการแช่ในสารละลาย SBF ไปตรวจวิเคราะห์ด้วย TEM ดังแสดงในรูปที่ 4.5 ถึง 4.7 ตามลำดับ จากการตรวจวิเคราะห์พบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาหลังการแช่สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้จากทั้ง 3 เทคนิคในสารละลาย SBF มีการเปลี่ยนแปลงโดยมีผลึกขนาดเล็กที่มีลักษณะแตกต่างไปจากผลึกของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตก่อนแช่ในสารละลาย SBF จากผลดังกล่าว สันนิษฐานว่ามีการก่อตัวของผลึกชนิดใหม่เกิดขึ้นในสารตัวอย่าง เมื่อนำตัวอย่างทั้งก่อนแช่และหลังแช่ SBF ไปวิเคราะห์ XRD ที่มุม 2θ ตั้งแต่ 20° ถึง 60° โดยทำการเปรียบเทียบผลก่อนและหลังการแช่สารตัวอย่าง ได้ผลดังแสดงรูปที่ 4.8 ถึงรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.8 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง (ก) U10 และ (ข) SBF-U10

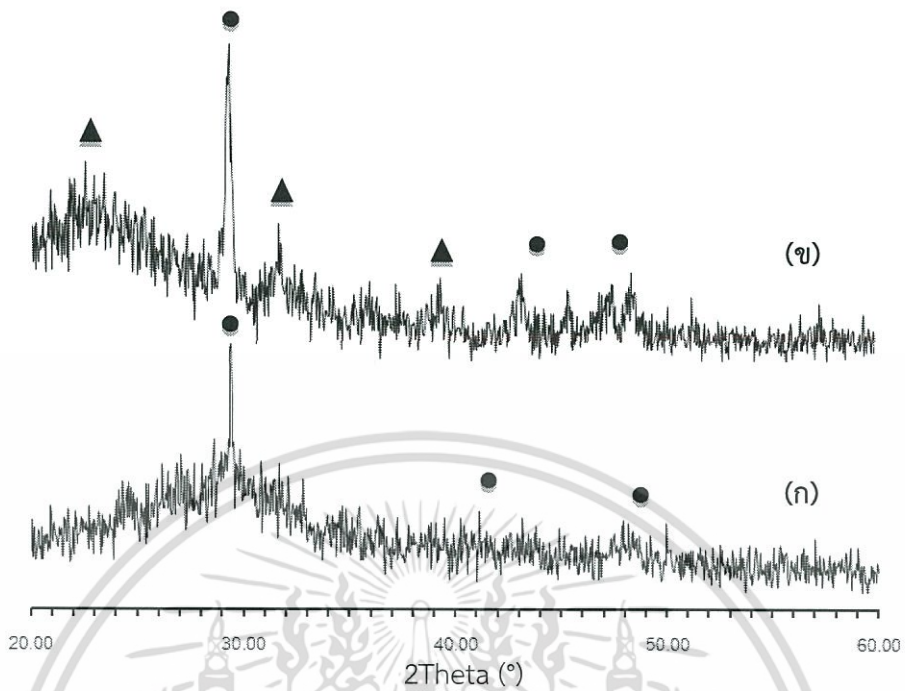
● : แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ▲ : ไฮดรอกซีแอปพาไทต์



รูปที่ 4.9 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) U20 และ (ข) SBF-U20

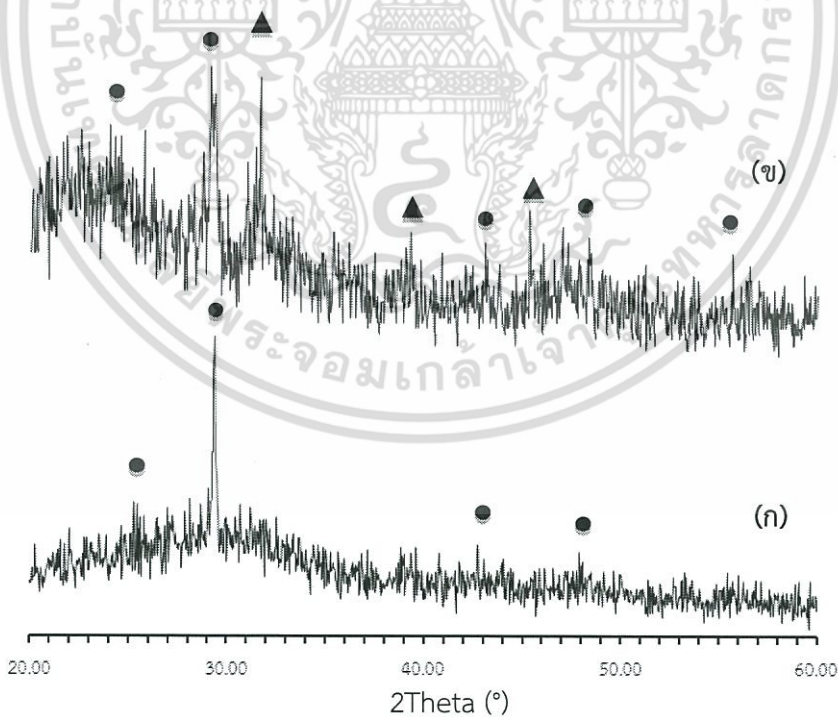
● : แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ▲ : ไฮดรอกซีแอปพาไทต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) U3O8 และ (ข) SBF-U3O8

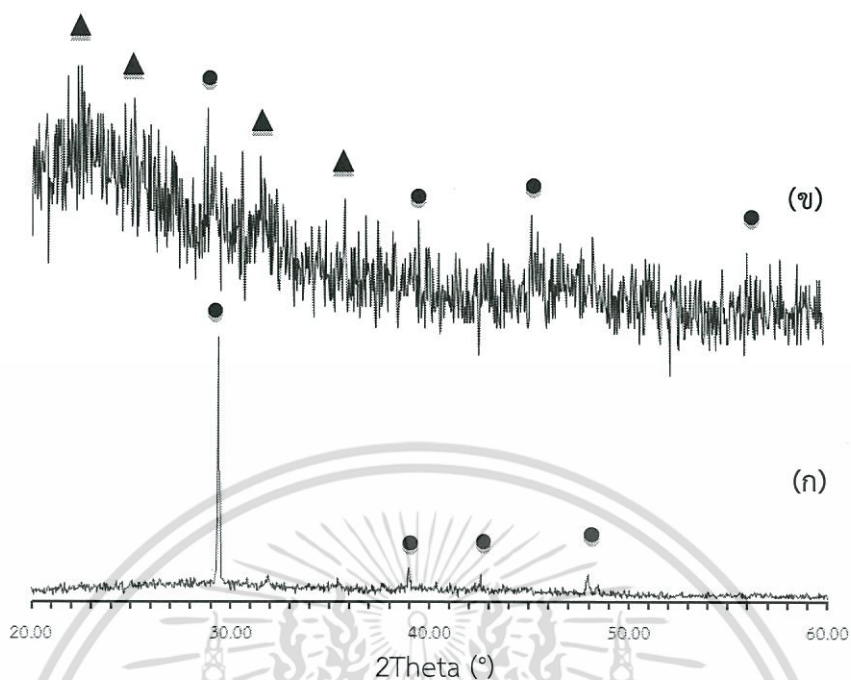
● : แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ▲ : ไฮดรอกซีแอปาทิต



รูปที่ 4.11 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) H100 และ (ข) SBF-H100

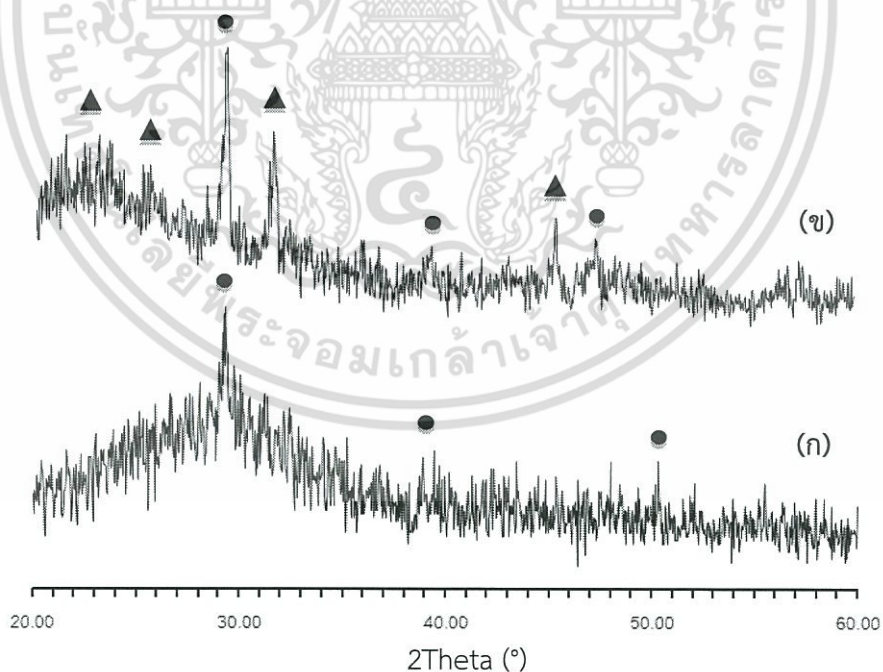
● : แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ▲ : ไฮดรอกซีแอปาทิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.12 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) H150 และ (ข) SBF-H150

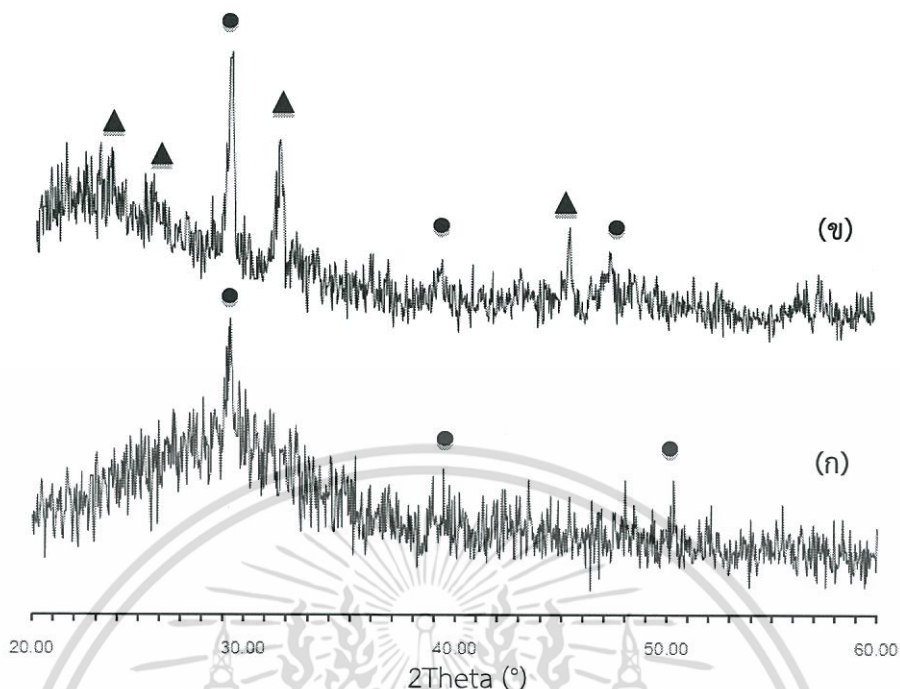
● : แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ▲ : ไฮดรอกซีแอปพาไทต์



รูปที่ 4.13 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) U10H100 และ (ข) SBF-U10H100

● : แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ▲ : ไฮดรอกซีแอปพาไทต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.14 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) U10H150 และ (ข) SBF-U10H150

●: แคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ▲: ไฮดรอกซีแอสพาไทต์

จากรูปที่ 4.8 ถึงรูปที่ 4.14 พบว่าในทุกตัวอย่างภายหลังการแช่สารตัวอย่างในสารละลาย SBF จะมีพีกของวัฏภาคผลึกชนิดใหม่ซึ่งมีพีกสำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 26.00° , 31.70° และ 36.00° ซึ่งพีกดังกล่าวเมื่อเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานจะสอดคล้องกับวัฏภาคผลึกของไฮดรอกซีแอสพาไทต์ ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$; JCPDS No.09-0432) ร่วมกับพีกของวัฏภาคผลึกเดิมแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ซึ่งสอดคล้องกับการก่อตัวของผลึกชนิดใหม่ที่สังเกตเห็นจากเทคนิค TEM ซึ่งคาดว่าผลึกของไฮดรอกซีแอสพาไทต์ที่ก่อตัวขึ้นใหม่น่าจะเกาะอยู่บนพื้นผิวของสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตเริ่มต้น นอกจากนี้ยังสังเกตเห็นว่าพีกของวัฏภาคผลึกเดิมของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตเริ่มต้นมีความเป็นผลึกลดลงรวมทั้งยังพบพีกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 22.00° สันนิษฐานว่าเป็นสัญญาณของวัฏภาคผลึก SiO_2 ชนิดคริสโทบาไลต์ (Cristobalite) ซึ่งในงานวิจัยของ P. Siriphannon และคณะ [29] ระบุว่า เป็นวัฏภาคที่เกิดจากการละลายของแคลเซียมจากผลึกแคลเซียมซิลิเกตในสารละลาย SBF ซึ่งวัฏภาคจะช่วยส่งเสริมการก่อตัวของไฮดรอกซีแอสพาไทต์

จากผลข้างต้นสามารถสรุปได้ว่า สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้ทางทันตกรรมได้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

- การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้

งานวิจัยนี้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์สารประกอบแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) ที่อุณหภูมิต่ำเพื่อประยุกต์ใช้สำหรับงานทางด้านทันตกรรม โดยใช้แคลเซียมไนเตรดเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ทำปฏิกิริยากับเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต ($\text{C}_8\text{H}_{20}\text{O}_4\text{Si}$) และใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นสารตกตะกอน แล้วนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อนในการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ ซึ่งแบ่งออกเป็น 3 เทคนิค ได้แก่ เทคนิคโซโนเคมี เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล และเทคนิคโซโนเคมี ร่วมกับเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

ผลการศึกษาจากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ พบว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ มีค่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Si ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{SiO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และมีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่มีความสอดคล้องกับฐานข้อมูลของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรต ซึ่งเป็นวัฏภาคหนึ่งของแคลเซียมซิลิเกตที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบอยู่ในโครงสร้าง และการสังเคราะห์ที่สภาวะต่าง ๆ มีอิทธิพลต่อการเกิดผลึกของสารตัวอย่างที่แตกต่างกันคือ การทำปฏิกิริยาโซโนเคมีที่เวลานานทำให้ผลึกมีความสมบูรณ์มากขึ้น และส่งผลให้ขนาดผลึกเล็กลง ส่วนการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 150°C ทำให้เกิดปฏิกิริยาการก่อผลึกได้สมบูรณ์ อย่างไรก็ตาม การทำปฏิกิริยาโดยใช้เทคนิคโซโนเคมีร่วมกับเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 150°C สามารถก่อผลึกแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตได้สมบูรณ์เช่นเดียวกับเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล แสดงให้เห็นว่าการทำปฏิกิริยาด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลส่งเสริมให้เกิดการเติบโตของผลึกได้ดีกว่าเทคนิคโซโนเคมี

จากการทดลองสามารถสรุปได้ว่า สภาวะที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำมากที่สุด คือ การทำปฏิกิริยาด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 150°C เนื่องจากมีการเกิดผลึกที่สมบูรณ์มากที่สุด

- สมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

ผลการศึกษาความว่องไวทางชีวภาพจากการแช่สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้ในสารละลายจำลองสภาวะร่างกาย (SBF) พบว่าสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตทุกตัวอย่างสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการก่อผลึกไฮดรอกซีแอปพาไทต์ได้ แสดงว่าสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ ซึ่งเป็นสมบัติที่สำคัญของวัสดุชีวภาพ จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้ทางทันตกรรมได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

- ศึกษาการพัฒนากระบวนการสังเคราะห์สารประกอบแคลเซียมซิลิเกตที่อุณหภูมิต่ำด้วยเทคนิคอื่น เช่น เทคนิคการทำโซล-เจล (Sol-gel) และเทคนิคการทำแห้งแบบพ่นฝอย (Spray drying)
- ศึกษาการเพิ่มความถี่ของคลื่นความถี่เสียงในเทคนิคโซโนเคมี เพื่อเพิ่มความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาโซโนเคมี
- ศึกษาระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] N. Zhang, J.A. Molenda, J.H. Fournelle, W.L. Murphy and N. Sahai. 2010. "Effects of pseudowollastonite (CaSiO_3) bioceramic on in vitro activity of human mesenchymal stem cells." *Biomaterials*. 3 : 7653–7665.
- [2] S.J. Ding, M.Y. Shie, T. Hoshiba, K. Kawazoe, G. Chen and H.C. Chang. 2010 "Osteogenic differentiation and immune response of human bone marrow-derived mesenchymal stem cells on injectable calcium silicate-based bone grafts." *Tissue Engineering*. 16 : 2343–2354.
- [3] M. Mehrali, S.F.S. Shirazi, S. Baradaran, M. Mehrali, H.S.C. Metselaar, N.A.B. Kadri and N.A.A. Osman. 2013. "Facile synthesis of calcium silicate hydrate using sodium dodecyl sulfate as a surfactant assisted by ultrasonic irradiation." *Ultrasonics Sonochemistry*. 21 : 735–742.
- [4] P. A. Ciullo. 2002. Award and recognition wollastonite a versatile functional filler. [Online]. Available : http://www.rtvanderbilt.com/awards_6.html. เข้าถึงเมื่อวันที่ 1 พ.ย. 2559.
- [5] Amethyst Galleries. 1995-2004. The minerals wollastonite. [Online]. Available: <http://www.galleries.com/wollastonite>. เข้าถึงเมื่อวันที่ 1 พ.ย. 2559.
- [6] STEFICON SA. 2016. Wollastonite. [Online]. Available : <http://www.imerys-additivesformetallurgy.com/our-resources/wollastonite/>. เข้าถึงเมื่อวันที่ 1 พ.ย. 2559.
- [7] STEFICON SA. 2016. Construction Wollastonite. [Online]. Available : <http://www.imerys-additivesformetallurgy.com/our-products/construction-wollastonite/>. เข้าถึงเมื่อวันที่ 1 พ.ย. 2559.
- [8] Nyco premium quality wollastonite. 1997-2004. Physical properties. [Online]. Available : http://www.nycominerals.com/cache/page_1048-1052.html. เข้าถึงเมื่อวันที่ 1 พ.ย. 2559.
- [9] R.Z. LeGeros. and J.P. LeGeros. 1993. *An introduction to bioceramics*. Singapore : World Scientific Publishing.
- [10] H. Aoki. 1994. "Medical Application of Hydroxyapatite." *Tokyo materials transactions*. 45(11) : 3156-3162.
- [11] D. Barthelmy. 1997-2014. Wollastonite Mineral Data. [Online] .Available : http://webmineral.com/data/wollastonite_2M.shtml. เข้าถึงเมื่อวันที่ 1 พ.ย. 2559
- [12] pH Power House. 2016. Crystal structure of calcium silicate crystals (wollastonite). [Online]. Available : [เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้](http://www.taiheiyo-</div><div data-bbox=)

- cement.co.jp/english/service_product/powerhouse/product/filtration/feature/images/01_structure01.gif. เข้าถึงเมื่อวันที่ 1 พ.ย. 2559.
- [13] U.S. Department of the Interior, U.S. Geological Survey. 2001. **Wollastonite—A Versatile Industrial Mineral**. [Online]. Available : <https://pubs.usgs.gov/fs/fs-0002-01/fs-0002-01.pdf>. เข้าถึงเมื่อวันที่ 7 พ.ย. 2559.
- [14] อาสาสมัครวิกิพีเดีย. 2559. **Calcium silicate hydrate**. [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Calcium_silicate_hydrate. เข้าถึงเมื่อวันที่ 7 พ.ย. 2559.
- [15] G. Sylvain. 2016. **Structure of nanocrystalline calcium silicate hydrates: insights from X-ray diffraction, synchrotron X-ray absorption and nuclear magnetic resonance**. [Online]. Available : <http://journals.iucr.org/j/issues/2016/03/00/po5053/index.html>. เข้าถึงเมื่อวันที่ 7 พ.ย. 2559.
- [16] A. Ibanez, J.M.G. Pena and F. Sandoval. 1990. “Solid-state reaction for producing β -wollastonite.” *Ceramic Bulletin*. 69(3) : 374-378.
- [17] UCDAVIS University California. 2016. **Precipitation Reactions**. [Online]. Available : https://chem.libretexts.org/Core/Inorganic_Chemistry/Descriptive_Chemistry/Main_Group_Reactions/Reactions_in_Aqueous_Solutions/Precipitation_Reactions. เข้าถึงเมื่อวันที่ 7 พ.ย. 2559.
- [18] S. Hayashi, K. Okada and N. Otsuka. 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.
- [19] Mining & Materials Engineering Prince of Songkla University, ENGINEERING CERAMICS กับคลังความรู้ยุคไอที. 2559. **วัตถุดิบที่ได้จากการสังเคราะห์, วิธีโซล-เจล (Sol-Gel Process)**. [Online]. Available : http://www.mne.eng.psu.ac.th/lek_files/ceramic/u2-5.htm#sol. เข้าถึงเมื่อวันที่ 7 พ.ย. 2559.
- [20] Tosharvardboy. 2552. **การเกิดปฏิกิริยาในทางโซโนเคมี**. [Online]. Available : <http://www.VCharkan.com/vblog/63847>. เข้าถึงเมื่อวันที่ 7 พ.ย. 2559.
- [21] K. Lin, J. Chang, G. Chen, M. Ruan and C. Ning. 2007. “A Simple method to synthesize single-crystalline β -wollastonite nanowires.” *Journal of Crystal Growth*. 300 : 267–271.
- [22] อาสาสมัครวิกิพีเดีย. 2559. **วัสดุชีวภาพ**. [Online]. Available : <https://th.wikipedia.org/wiki/วัสดุชีวภาพ>. เข้าถึงเมื่อวันที่ 7 พ.ย. 2559.
- [23] B.D. Ratner, A.S. Hoffman, F.J. Schoen and J.E. Lemons. 1996. **Biomaterials science : an introduction to material in medicine**. California : Academic Press.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [24] จินตมัย สุวรรณประทีป. 2551. “ประเภทของวัสดุการแพทย์.” *สารานุกรมไทยสำหรับเยาวชน*. 30 : 1.
- [25] โครงการสารานุกรมไทยสำหรับเยาวชน โดยพระราชประสงค์ในพระบาทสมเด็จพระเจ้าอยู่หัว. 2559. **ประเภทของวัสดุการแพทย์.** [Online]. Available : <http://kanchanapisek.or.th/kp6/sub/book/book.php?book=30&chap=9&page=t30-9-infodetail04.html>. เข้าถึงเมื่อวันที่ 7 พ.ย. 2559.
- [26] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2544. เอกสารประกอบการสอนนิสิตวัสดุเคมีที่ใช้ในอุตสาหกรรมภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [27] L.L Hence and J. Wilson. 1993. *An introduction to Bioceramics*. Florida : World Scientific Publishing.
- [28] ชูศักดิ์ เวชแพศย์ และสมศรี ดาวฉาย. 2543. โครงการวิจัยและพัฒนาอุปกรณ์ทางชีวภาพทางการแพทย์. สถาบันวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมหาวิทยาลัยมหิดล.
- [29] P. Siriphannon, Y. Kameshima, A. Yasumori, K. Okada and S. Hayashi. 2002. “Formation of hydroxyapatite on CaSiO_3 powders insimulated body fluid.” *Journal of the European Ceramic Society*. 22 : 511-520.
- [30] C. Chen, C. CheHo, S. Lin and S. Ding. 2015. “Green synthesis of calcium silicate bioceramic powders.” *Ceramics International*. 41 : 5445-5453.
- [31] Y. Sun, A. Li, F. Xu and D. Qiu. 2013. “A low-temperature sol-gel route for the synthesis of bioactive calcium silicates.” *Chinese Chemical Letters*. 24 : 170-172.
- [32] K. Lin, D. Zhai, N. Zhang, N. Kawazoe, G. Chen and J. Chang. 2014. “Fabrication and characterization of bioactive calcium silicate microspheres for drug delivery.” *Ceramics International*. 40 : 3287-3293.
- [33] X. Liu, C. Ding and P.K. Chu. 2004. “Mechanism of apatite formation on wollastonite coatings in simulated body fluids.” *Biomaterials*. 25 : 1755-1761.
- [34] L.Z. Pei, L.J. Yang, Y. Yang, C.G. Fan, W.Y. Yin, J. Chen, Q.F. Zhang. 2010. “A green and facile route to synthesize calcium silicate nanowires.” *Materials Characterization*. 61 : 1281-1285.
- [35] M. Mehrali, S.F.S. Shirazi, S. Baradaran, M. Mehrali, H.S.C. Metselaar, N.A.B. Kadri and N.A.A. Osman. 2013. “Facile synthesis of calcium silicate hydrate using sodium dodecyl sulfate as a surfactant assisted by ultrasonic irradiation.” *Ultrasonics Sonochemistry*. 21 : 735-742.
- [36] K. Lin, J. Chang, J. Lu. 2006. “Synthesis of wollastonite nanowires via hydrothermal microemulsion methods.” *Materials Letters*. 60 : 3007-3010.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [37] I.G. Richardson. 2008. "Calcium silicate hydrates." *Cement and Concrete Research*. 38 : 137-158.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

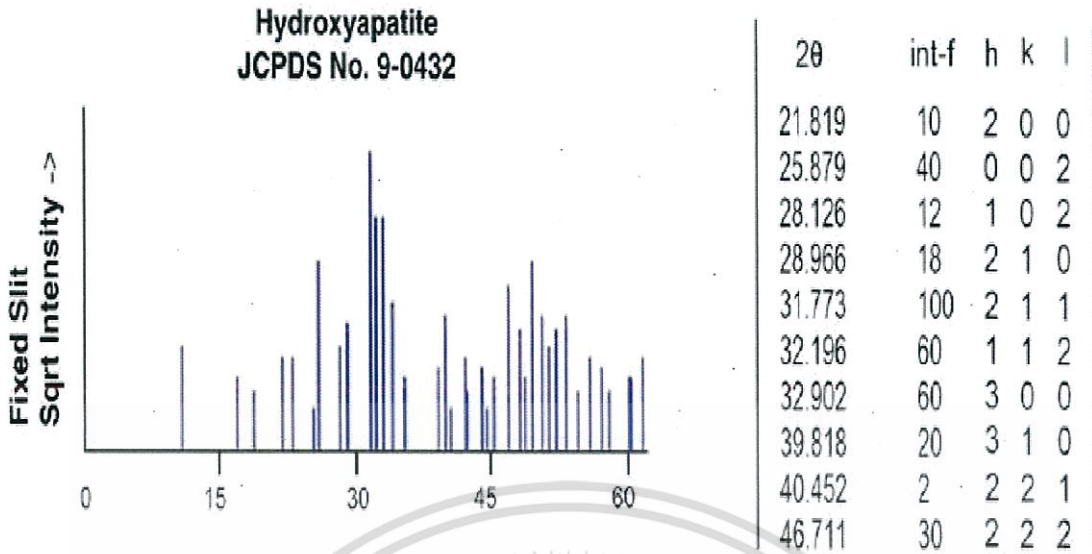
ภาคผนวก ก

แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

Pattern : 33-306		Radiation = 1.540600		Quality : Not indexed		
$\text{Ca}_{1.5} \text{SiO}_{3.5} \cdot x \text{H}_2\text{O}$ $\text{Ca}_{1.5} \text{SiO}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ Calcium Silicate Hydrate		2th	I	h	k	l
		29.356	100			
		32.054	60			
		50.079	60			
Lattice : Not assigned S.G. : (0)						
<p>GENERAL COMMENTS : Microdensitometer trace of Guinier film.</p> <p>GENERAL COMMENTS : Paste of beta- Ca_2SiO_4 , water:solid=0.45, hydrated for 21 years at 25 C.</p> <p>SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Portland Cement Association; Ca/Si=1.41.</p> <p>GENERAL COMMENTS : "C-S-H Gel": almost amorphous product of reaction of Portland Cement, Ca_3SiO_5 or beta- Ca_2SiO_4 with water in pastes at normal temperatures. Variable composition: Ca/Si 1.3-2.0.</p> <p>GENERAL COMMENTS : Peaks or bands from C-S-H gel occur at 3.2-2.6, 1.82 and (?) 1.55 angstroms, with low angle scattering but no other definite peaks between 15 and 1.3 angstroms. CH= $\text{Ca}(\text{OH})_2$.</p>						
<p>*ICDD Grant-in-Aid, (1980) primary reference : Mohan, K., Taylor, University of Aberdeen, Old Aberdeen, Scotland.</p>						
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54060		Filter : Monochromator crystal d-sp : Guinier				

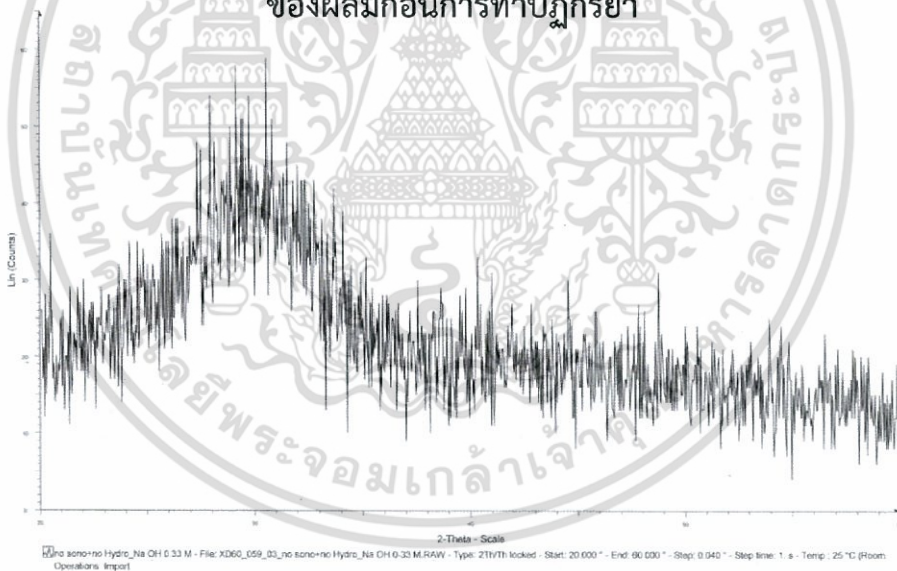
รูปที่ ก.1 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของ CSH จากฐานข้อมูล JCPDS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



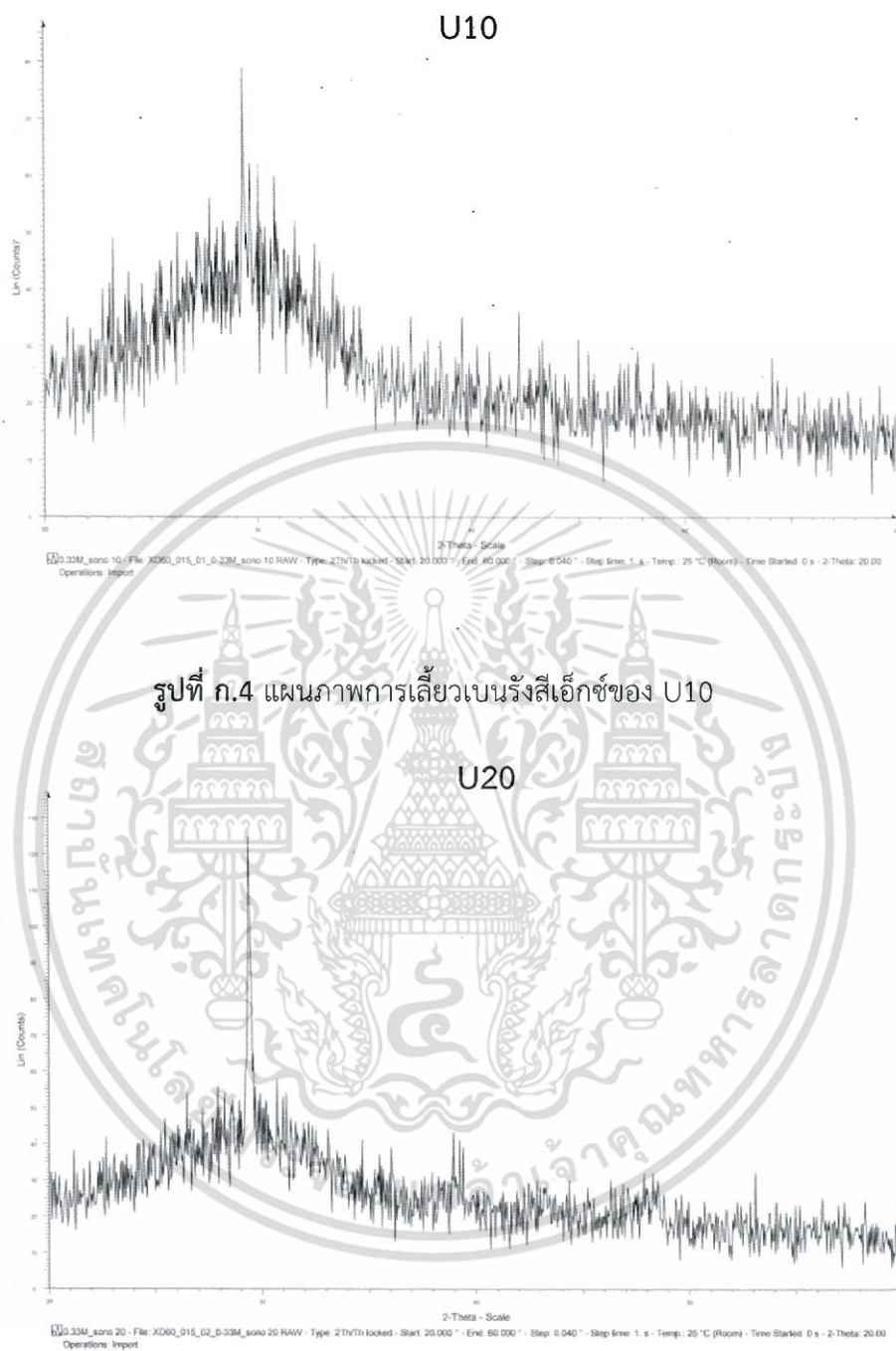
รูปที่ ก.2 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของ HA

ของผสมก่อนการทำปฏิกิริยา



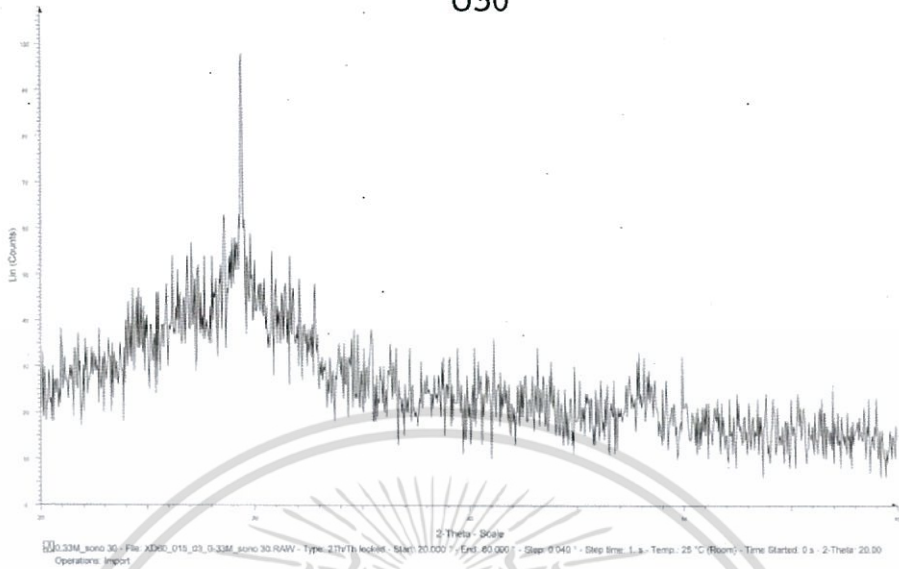
รูปที่ ก.3 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของของผสมก่อนการทำปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

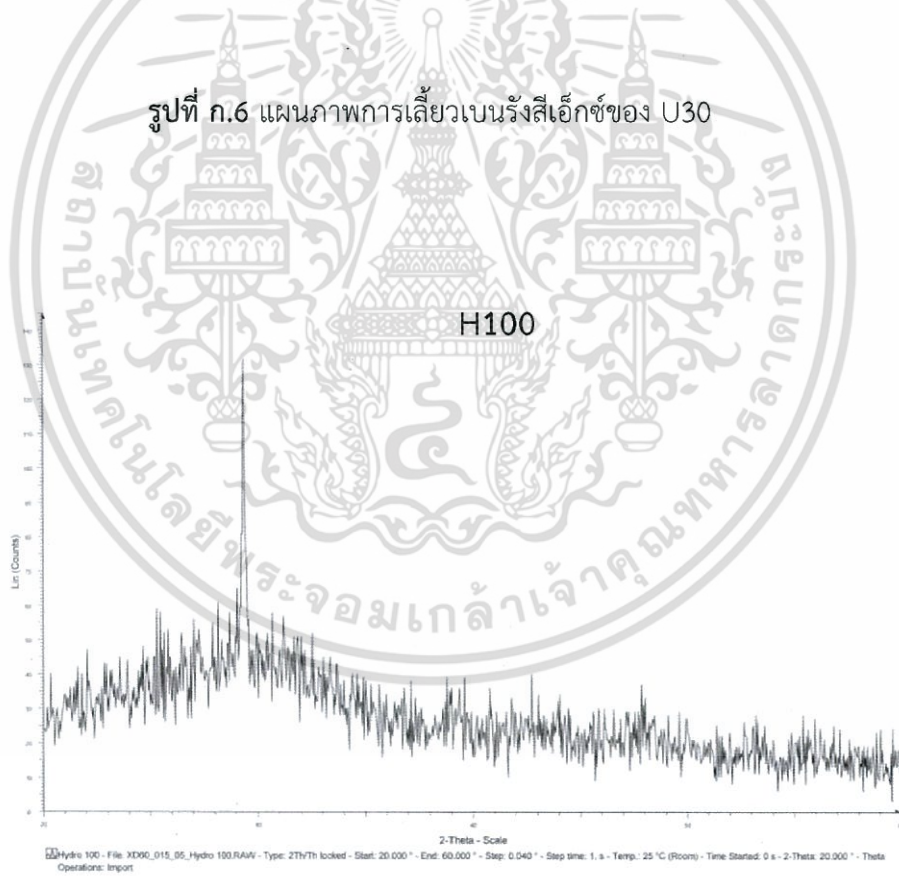


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

U30

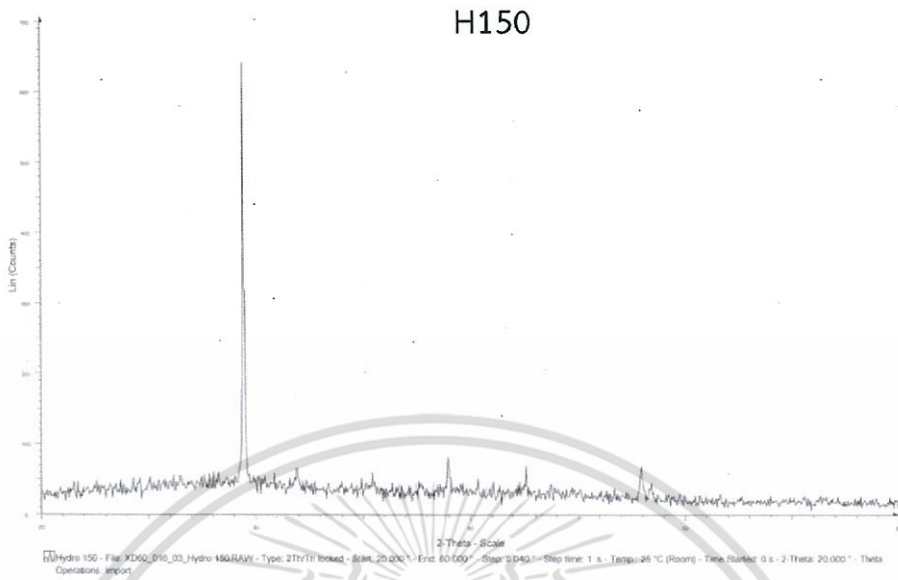


รูปที่ ก.6 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ U30



รูปที่ ก.7 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ H100

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

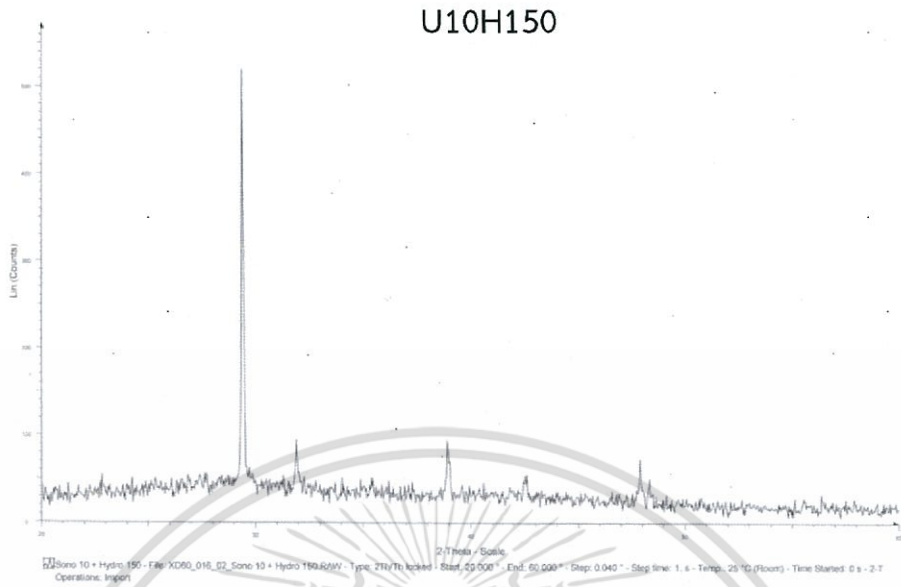


รูปที่ ก.8 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ H150

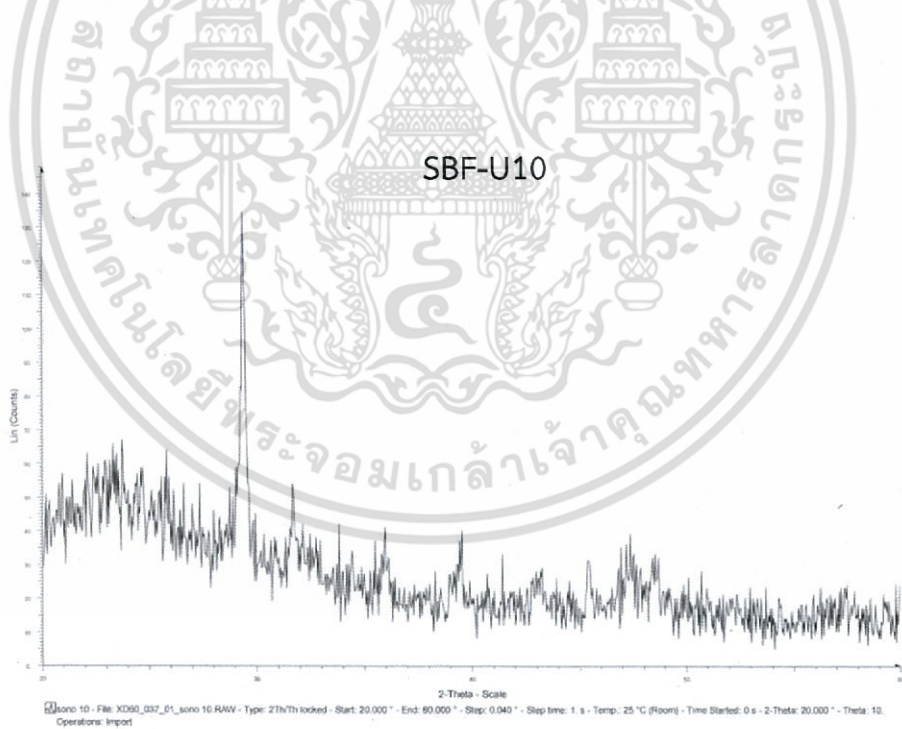


รูปที่ ก.9 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ U10H100

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



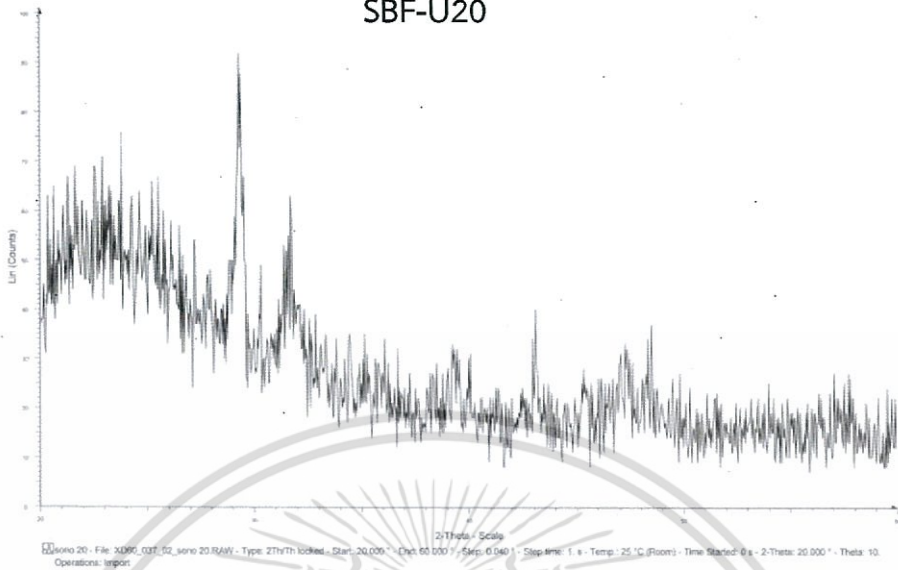
รูปที่ ก.10 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ U10H150



รูปที่ ก.11 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ SBF-U10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SBF-U20



รูปที่ ก.12 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ SBF-U20

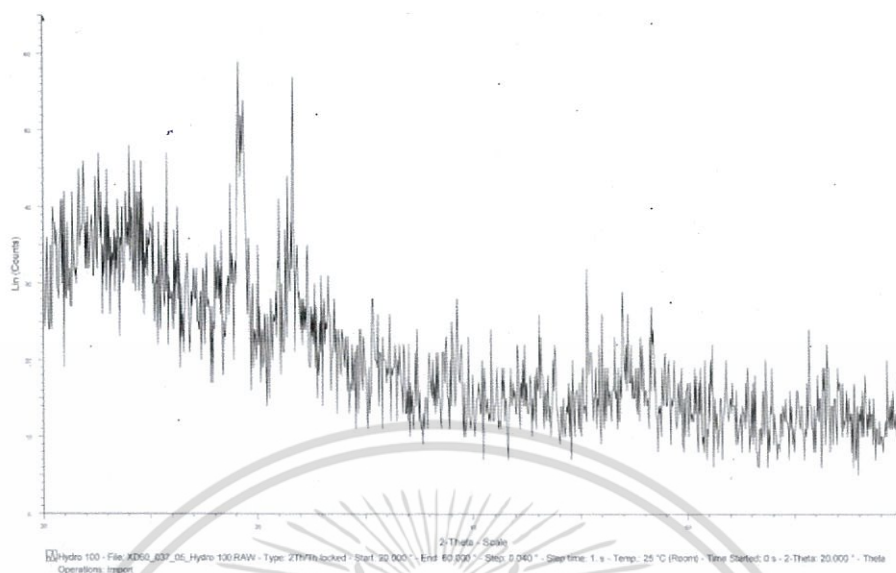
SBF-U30



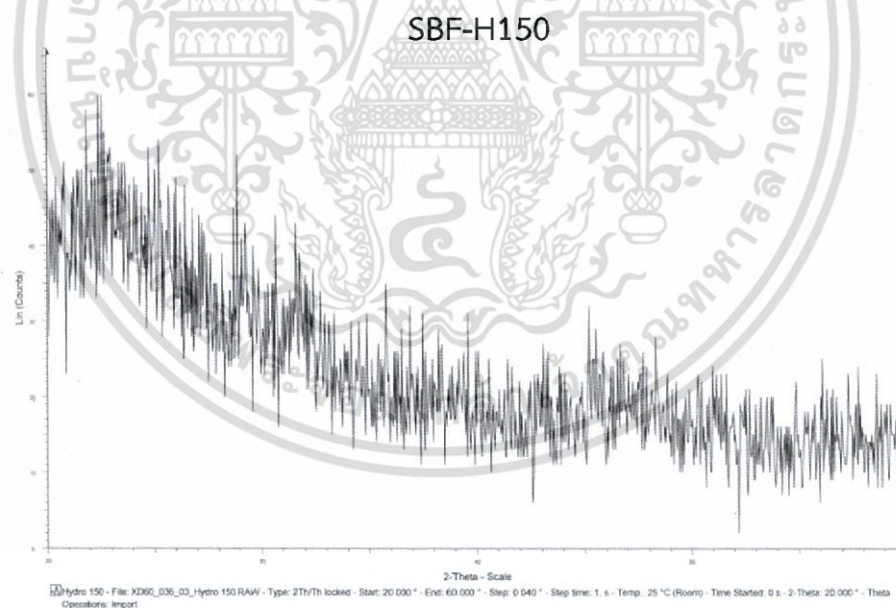
รูปที่ ก.13 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ SBF-U30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SBF-H100



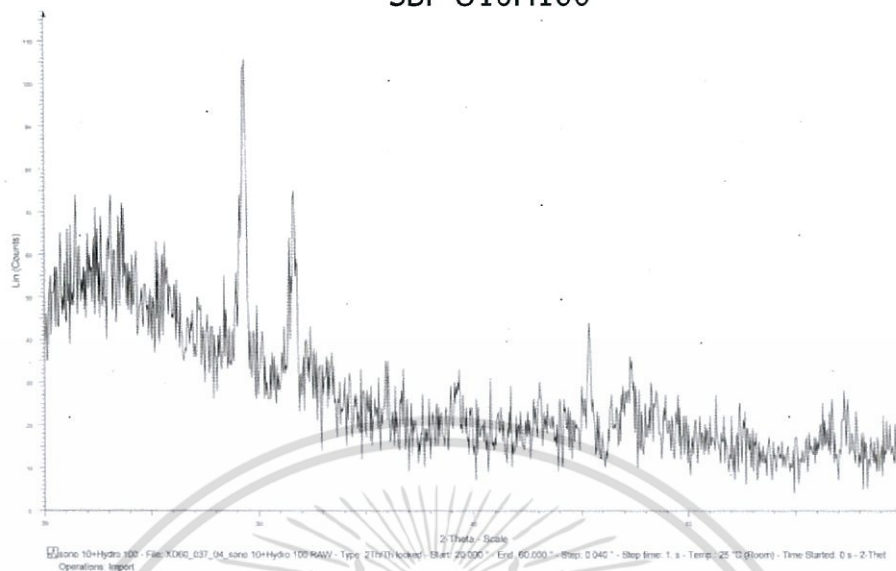
รูปที่ ก.14 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ SBF-H100



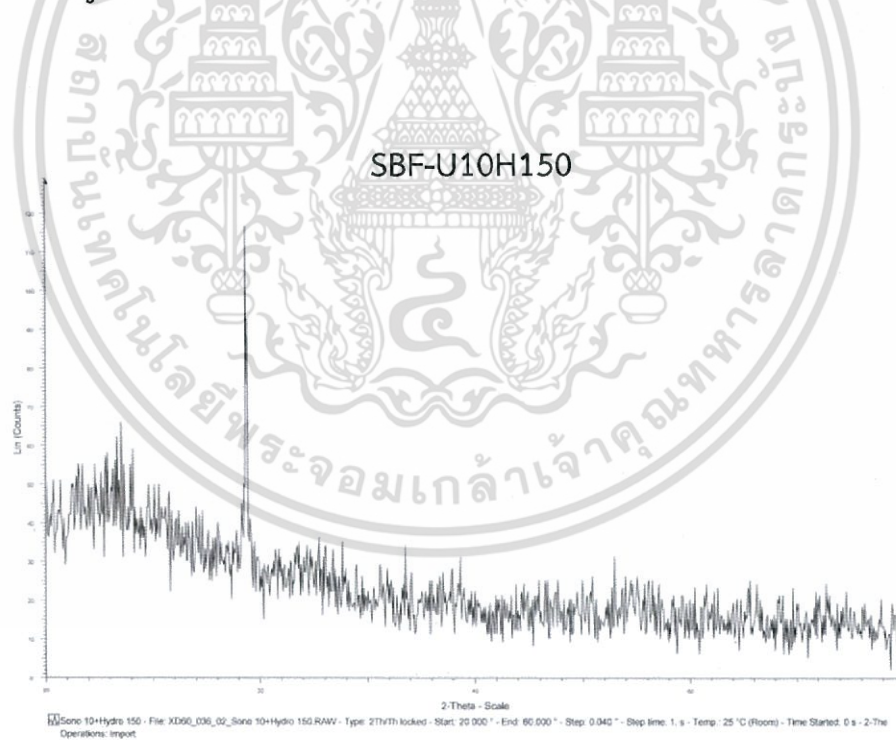
รูปที่ ก.15 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ SBF-H150

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SBF-U10H100



รูปที่ ก.16 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ SBF-U10H100



รูปที่ ก.17 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ SBF-U10H150

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

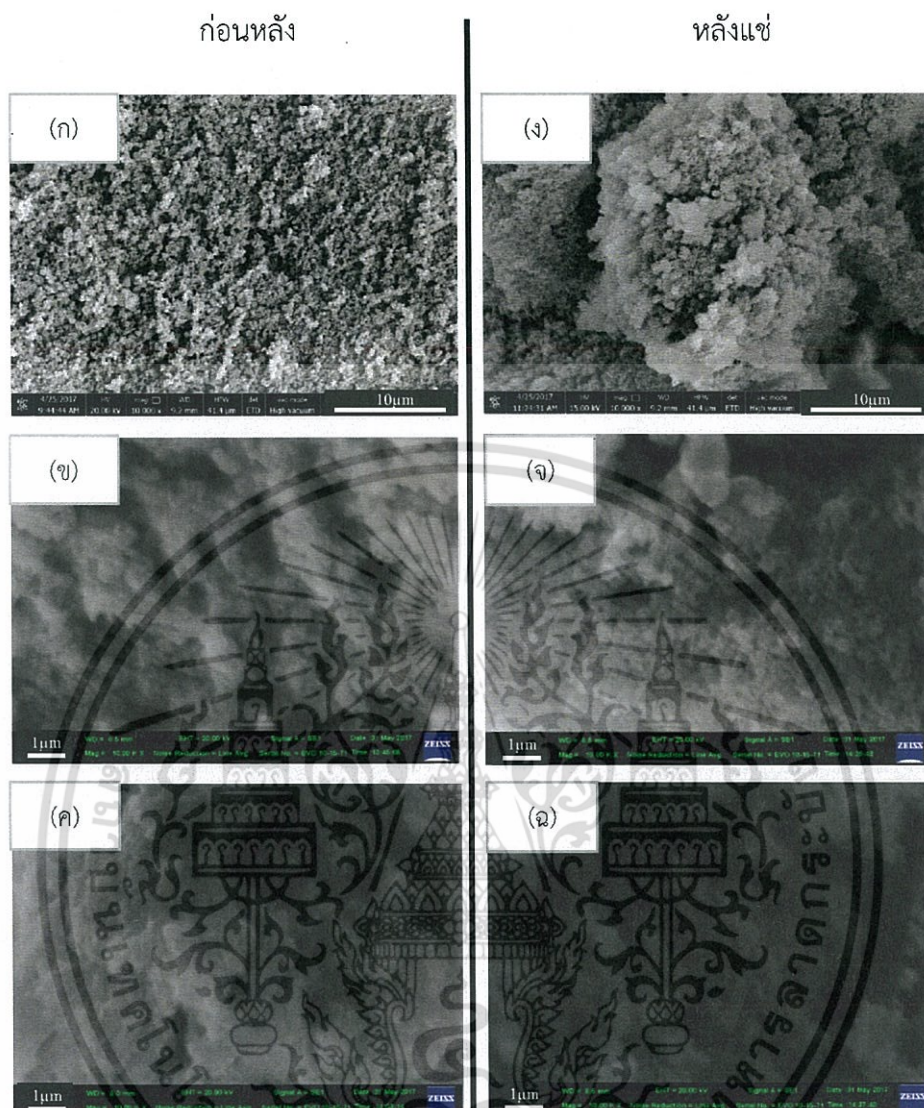
ภาคผนวก ข

ลักษณะสัณฐานวิทยา

เมื่อนำสารตัวอย่างที่เตรียมจากเทคนิคโซโนเคมี เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล และเทคนิคโซโนเคมีร่วมกับเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ทั้งก่อนและหลังการแช่ในสารละลาย SBF ไปตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยา ได้ผลแสดงดังรูปที่ ข.1 และ ข.2

เมื่อทำเปรียบเทียบลักษณะผิวและอนุภาคของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนทุกตัวอย่างทั้งก่อนและหลังการแช่ในสารละลาย SBF พบว่ามีอนุภาคเล็กและจับตัวเป็นกลุ่มก้อนไม่สามารถเห็นความแตกต่างที่บริเวณผิวของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตระหว่างก่อนแช่และหลังแช่สารละลาย SBF เนื่องจากไม่ได้ทำการขึ้นรูปเป็นเม็ดก่อนนำไปแช่สารละลาย SBF จึงทำให้ไม่สามารถมองเห็นชั้นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เกิดขึ้นที่ผิวของแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรตได้ชัดเจน แต่สามารถตรวจพิสูจน์การเกิดชั้นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ได้จากการวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS)

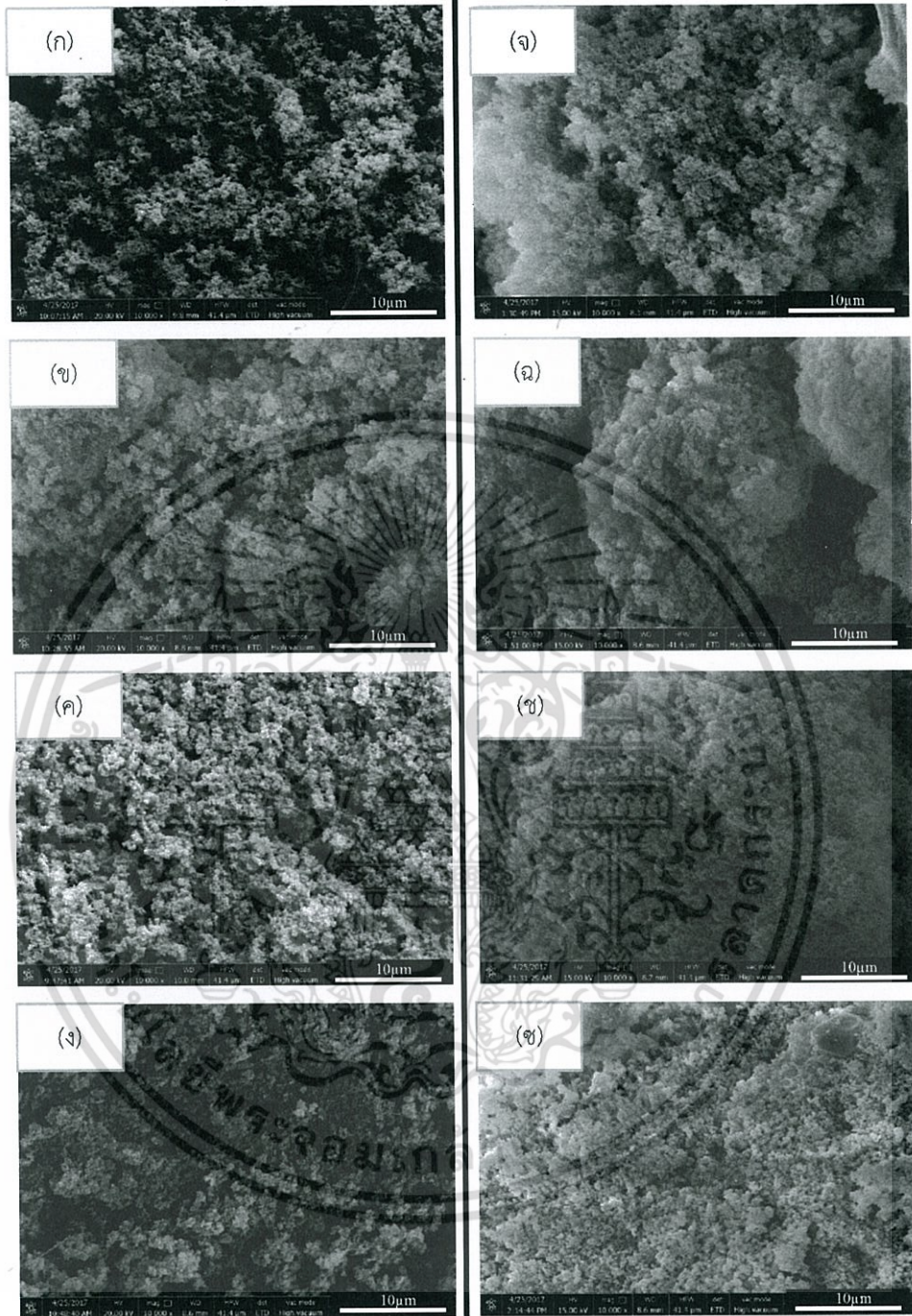




รูปที่ ข.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของตัวอย่างก่อนแช่ในสารละลาย SBF ได้แก่ (ก) U10 (ข) U20 และ (ค) U30 และตัวอย่างหลังแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 7 วัน ที่อุณหภูมิ 36.5°C ได้แก่ (ง) SBF-U10 (จ) SBF-U20 และ (ฉ) SBF-U30

ก่อนแช่

หลังแช่



รูปที่ ข.2 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของตัวอย่างก่อนแช่ในสารละลาย SBF ได้แก่ (ก) H100 (ข) H150 (ค) U10H100 และ (ง) U10H150 และตัวอย่างหลังแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 7 วัน ที่อุณหภูมิ 36.5°C ได้แก่ (จ) SBF-H100 (ฉ) SBF-H150 (ช) SBF-U10H100 และ (ซ) SBF-U10H150 ;

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

