

บทที่ 3

การเตรียมโครงสร้างยึดเกาะแก้วทางชีวภาพชนิดอะพาไทต์ วอลลาสโตไนท์ ที่เจือด้วยซิงค์

(Preparation of ZnO-doped Apatite Wollastonite Glass-Ceramic (AW-GC) Scaffolds)

3.1 บทนำ

ในบทนี้จะกล่าวถึงกระบวนการในการเตรียมโครงสร้างยึดเกาะของแก้วทางชีวภาพชนิดอะพาไทต์ วอลลาสโตไนท์ที่เจือด้วยซิงค์ โดยกระบวนการโซลเจล พร้อมทั้งวิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติทางเคมีของโครงสร้างยึดเกาะเพื่อปรับปรุงกระบวนการเตรียมโครงสร้างยึดเกาะต่อไป

3.2 สารเคมีและขั้นตอนการเตรียมโครงสร้างแก้วยึดเกาะชนิด AW-GC ที่เจือด้วยซิงค์ (Zn-doped AW glass-ceramic scaffold)

ตาราง 3.1 สารเคมีที่ใช้การเตรียมโครงสร้างยึดเกาะทางชีวภาพชนิด AW-GC ที่เจือด้วยซิงค์

ลำดับ	ชื่อทั่วไป	สูตรทางเคมี	บริษัทผู้ผลิต
1	Magnesium nitrate (MN)	$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	Ajax Finechem
2	Calcium nitrate tetrahydrate (CN)	$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$	Ajax Finechem
3	Methanol	CH_3OH	Merck KGaA
4	Tetraethyl orthosilicate (TEOS)	$Si(OC_2H_5)_4$	Aldrich
5	Calcium fluoride	CaF_2	CARLO ERBA REAGENTI
6	Orthophosphoric acid	H_3PO_4	Ajax Finechem
7	Hydrochloric acid (37%)	HCl	Merck KGaA
8	Deionized water (DI)	H_2O	-
9	Zinc nitrate	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	Ajax Finechem

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ปีกเกอร์ (beaker)

2. ช้อนตักสาร (spatula)
3. เครื่องชั่งดิจิตอล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
4. Oven
5. Electrical furnace
6. โฟม (Polyethylene foam)
7. Dropper
8. Pipette

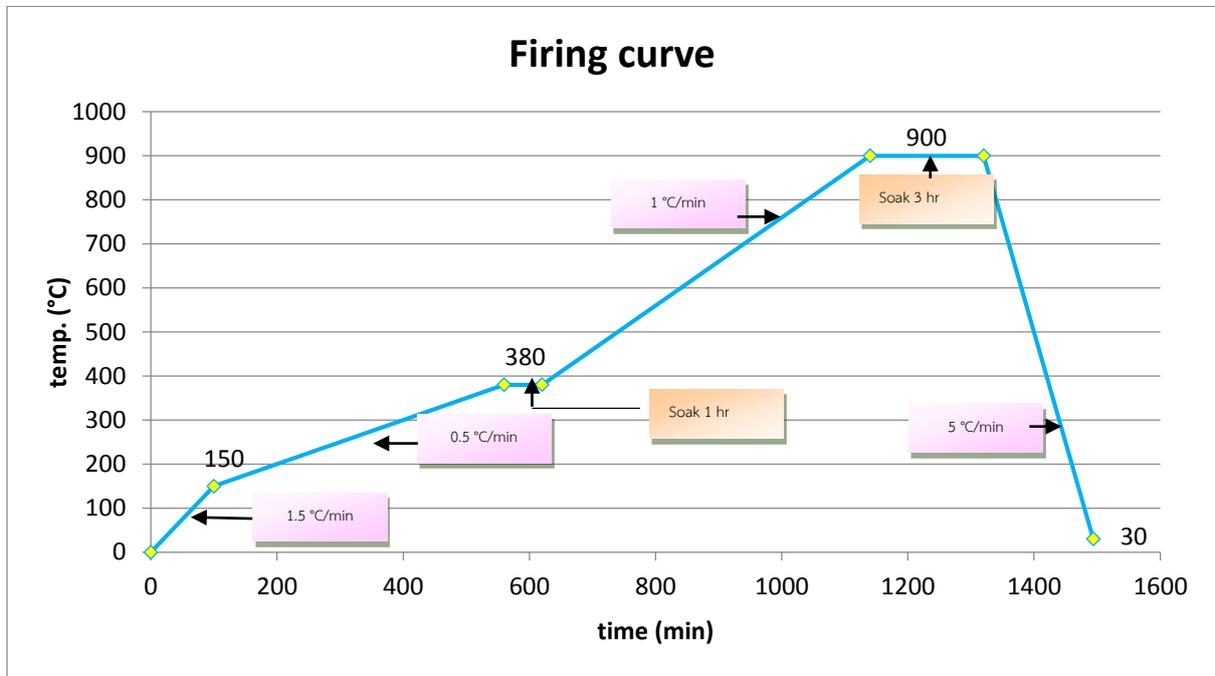
การทดลองที่ 1 การเตรียมโครงสร้างยึดเกาะ AW-GC ที่ปราศจากสารเจือ (Undope สำหรับ batch 10 กรัม)

1. เตรียมสารละลาย Ionic ดังนี้ เตรียม Calcium Nitrate Tetrahydrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 18.8143 กรัม ละลายในน้ำ DI 12.5 มิลลิลิตร และ Magnesium Nitrate Hexahydrate ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 2.9118 กรัม ละลายในน้ำ DI 2.9 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ตามลำดับ แล้วผสมสารทั้งสองเข้าด้วยกันด้วยเครื่อง Magnetic stirrer ด้วยอัตราการคนคงที่ (Speed 2) เป็นเวลา 20 นาที โดยการค่อยๆหยด Magnesium Nitrate Hexahydrate ลงใน Calcium Nitrate Tetrahydrate
2. การเตรียมสาร Organic ดังนี้ เตรียม Methanol 6 มิลลิลิตร กับ Tetraethyl orthosilicate (TEOS) 12.9 มิลลิลิตร ผสมสารทั้งสองเข้าด้วยกันด้วยเครื่อง Magnetic stirrer ด้วยอัตราการคนคงที่ (speed 3) เป็นเวลา 20 นาที
3. จากนั้น เติม CaF_2 0.0498 กรัม ลงในสาร Organic ข้อ 2 โดยค่อยๆหยดผสมกัน จากนั้นก็ใช้เวลาในการคนสารอีก 20 นาทีบน Magnetic stirrer
4. นำสารข้อ 1 เติมลงในบีกเกอร์ของสาร Organic (ข้อ 2) โดยค่อยๆหยดและคนสารอย่างต่อเนื่อง ในอัตราการคน speed 2 ใช้เวลา 20 นาที
5. ค่อยๆ เติม H_3PO_4 ปริมาณ 1.6 มิลลิลิตร คนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 20 นาที

6. แล้วค่อยๆ เติม HCl ปริมาณ 2 มิลลิลิตร คนสารอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นค่อยๆ เพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปที่ 35 °C, 45°C และ 60°C โดยในการขึ้นอุณหภูมิจะคนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลานาน step ละ 20 นาที

7. ทิ้งไว้ให้สารเย็นลงแล้วค่อยๆ นำโฟมที่เตรียมไว้ลงชุบ ในการชุบแต่ละครั้งจะทิ้งให้โฟมแห้งเป็นเวลา 10 นาทีจึงนำกลับมาชุบใหม่ ทำการชุบทั้งหมด 6 ครั้ง

8. นำชิ้นงานหลังจากชุบครบ 6 ครั้ง ไปอบที่อุณหภูมิ 37 , 60 และ 130 °C เป็นเวลา 1, 1 และ 3 วัน ตามลำดับ จากนั้นก็นำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 900°C โดยมีกราฟการเผาดังรูป 3.1



รูปที่ 3.1 กราฟอุณหภูมิการเผาตัวอย่างหลังจากการชุบเจล AW-GC

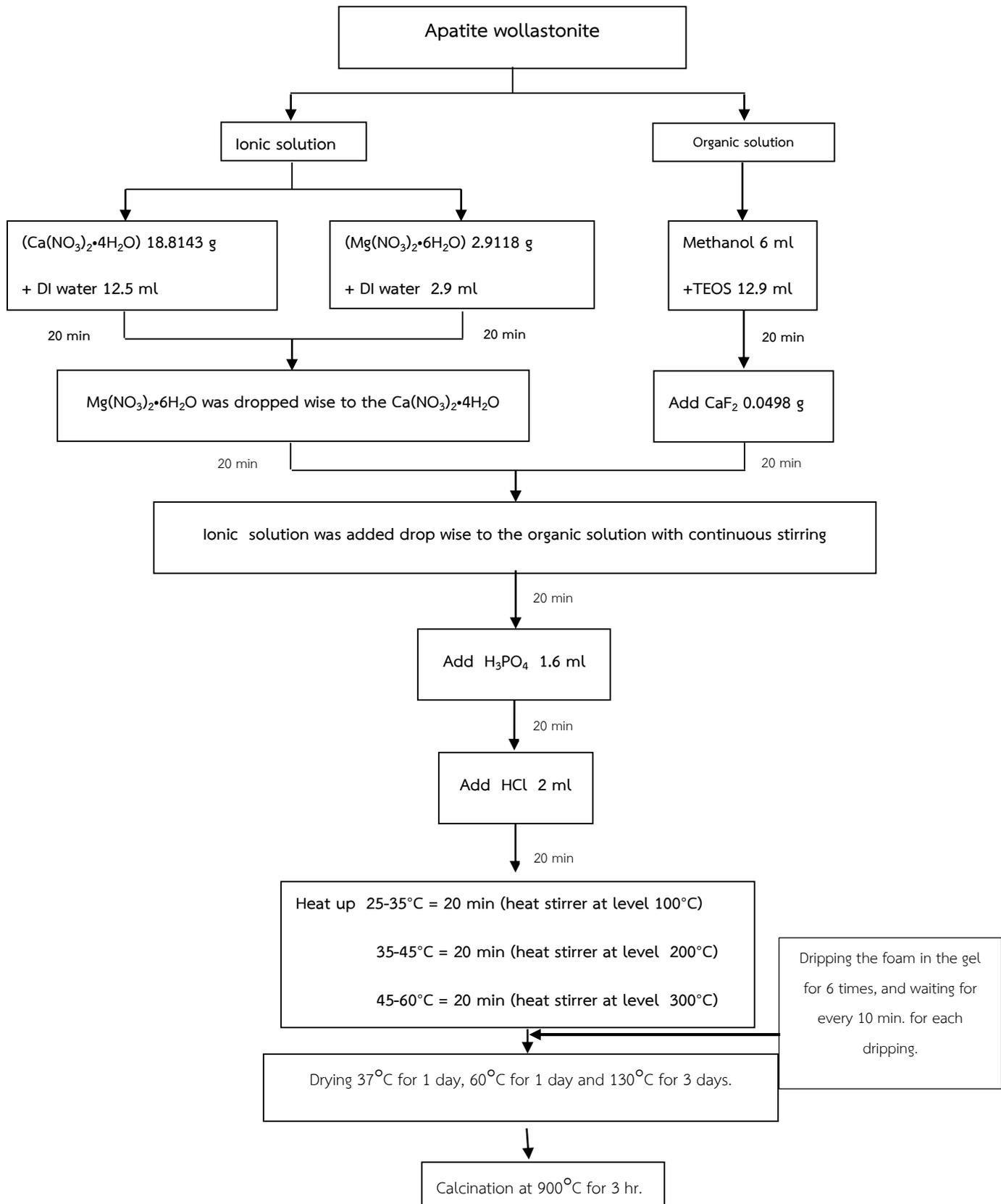
จากรูปที่ 3.1 สามารถอธิบายช่วงการเผาได้ดังต่อไปนี้

ช่วงที่ 1 ที่อุณหภูมิเริ่มจากอุณหภูมิห้องถึง 150°C เผาเพื่อไล่ solvent ออกจากชิ้นงาน AW โดยใช้ rate 1.5°C / min

ช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ 150- 380 °C เผาเพื่อไล่โฟมที่ใช้ชุบ AW ออก ซึ่งจะทำให้เกิดรูพรุนขึ้น โดยใช้ rate 0.5°C / min และเผาแช่ที่ 380°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ช่วงที่ 3 ที่อุณหภูมิ 380-900 °C เผาเพื่อไล่คาร์บอน (C) ออกจากชิ้นงาน AW โดยใช้ rate 1°C / min และเผาแช่ที่ 900°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ขั้นตอนการเตรียมโครงสร้างยึดเกาะ AW ที่ปราศจากสารเจือ แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียม AW-GC scaffold การทดลองตอนที่ 1

ผลการทดลองครั้งที่ 1

จากการเตรียมสารข้างต้น ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิขณะเตรียมสาร พบว่า ขณะคนสารเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปที่ 35 °C เนื้อสารยังคงเป็นของเหลวที่ไม่มีความหนืด เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจาก 35 °C ไปที่ 45 °C เนื้อสารเริ่มมีความหนืดขึ้นไปจนถึงหนืดคล้ายน้ำเชื่อม และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจาก 45 °C ไปจนถึง 60 °C ซึ่งยังคนสารไม่ถึง 20 นาที เนื้อสารก็เกิดเป็นเจลเสมือนวุ้น ซึ่งลองนำโฟมที่เตรียมไว้มาซุบ พบว่าโฟมไม่คืนรูปทรงเดิม และยังมีเนื้อสารเคลือบอยู่ตามขอบและด้านของเนื้อโฟมด้วย ดังนั้นจึงได้เอาเจลนั้นไปหล่อเป็นแท่งโดยใช้ท่อสายยางเป็นแบบ โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.57 cm และสูง 1.2 cm จากนั้นนำไปอบและเผา พบว่าชิ้นทดลองมีการหดตัวและมีรูพรุนอยู่ภายในเนื่องจากเจลมีความหนืดสูงเมื่อนำไปเทลงแบบ ทำให้มีฟองอากาศที่เก็บกักอยู่ภายใน

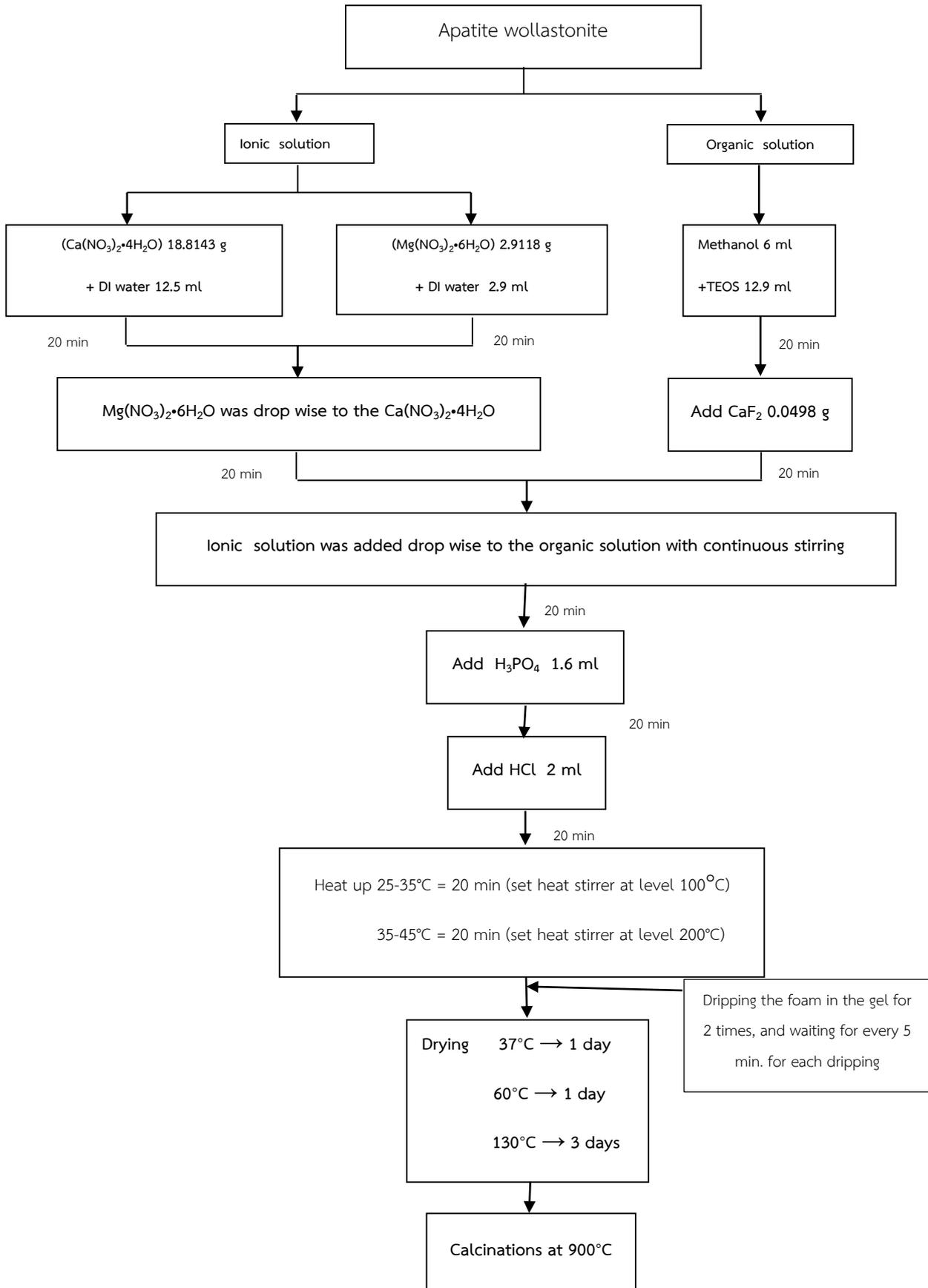
การทดลองที่ 2 (Undope ปริมาณ batch 10 กรัม ลดอุณหภูมิในการเตรียมเจลลงที่ 45 °C)

เนื่องจากการทดลองเตรียมเจลในการทดลองตอนที่ 1 พบว่าเจลมีความหนืดสูงและแข็งตัวเร็ว จึงทำให้ไม่สามารถซุบโฟมได้ดี จึงลดอุณหภูมิในการเตรียมเจลลงที่ 45 °C

1. เตรียมสารละลาย Ionic จากการเตรียมสารละลาย Calcium Nitrate Tetrahydrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 18.8143 กรัมในน้ำ DI 12.5 มิลลิลิตร และ Magnesium Nitrate Hexahydrate ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 2.9118 กรัมในน้ำ DI 2.9 ml ในบีกเกอร์ตามลำดับ โดยการค่อยๆเติมสารละลาย Magnesium Nitrate Hexahydrate ลงในสารละลาย Calcium Nitrate Tetrahydrate ใช้ speed 2 ในการคนสาร Ionic เป็นเวลา 20 นาที
2. การเตรียมสาร Organic ได้จากการเตรียมสารละลายผสมระหว่าง Methanol 6 มิลลิลิตร กับ Tetraethyl orthosilicate (TEOS) 12.9 มิลลิลิตร ใช้ speed 3 ในการคนสาร Organic โดยใช้เวลา 20 นาทีจนสารละลายเข้ากันดี
3. เติม CaF_2 0.0498 กรัม ลงในสาร Organic โดยค่อยๆหยดผสมกัน จากนั้นก็ใช้เวลาในการคนสารอีก 20 นาทีบน Magnetic stirrer
4. นำสาร Ionic (สารข้อ 1) ที่ได้ค่อยๆหยดลงในบีกเกอร์ของสาร Organic (สารข้อ 2) โดยใช้ speed 2 ในการคนสาร 20 นาที
5. เติม H_3PO_4 1.6 มิลลิลิตร คนสาร 20 นาที

6. แล้วเติม HCl 2 มิลลิลิตร คนสารอีก 20 นาที จากนั้นค่อยๆเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปที่ 35 °C โดยใช้เวลาคนสาร 20 นาที และจาก 35°C ไปที่ 45°C คนสาร 20 นาที

7. รอให้สารเย็นลงแล้วค่อยนำโพลีที่เตรียมไว้ลงชุบ ทำการชุบทั้งหมด 1 และ 2 ครั้ง โดยใช้ระยะเวลาห่างกัน 5 นาที ในการชุบแต่ละครั้ง จากนั้นก็นำชิ้นงานที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 37 , 60 และ 130 °C เป็นเวลา 1, 1 และ 2-3 วัน ตามลำดับ จนชิ้นตัวอย่างแห้งสนิท จากนั้นก็นำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 900°C โดยมีกราฟการเผาเหมือนกับการทดลองตอนที่ 1 ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แผนผังการเตรียม AW-GC scaffold การทดลองตอนที่ 2

ผลการทดลองครั้งที่ 2

เนื่องจากการทดลองที่ 1 พบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิถึง 60 °C เนื้อสารได้เกิดเป็นเจลเหมือนวุ้น ซึ่งไม่สามารถชุปชิ้นงานได้ จึงลดอุณหภูมิลงที่ 35-45 °C เพื่อให้สามารถนำโพลลงไปชุปกับเนื้อสารได้ เมื่อให้อุณหภูมิกับเนื้อสารถึง 45 °C จากนั้นนำสารออกจาก stirrer รอให้สารเย็นลง โดยการชุปโพลครั้งนี้ ทำการชุปชิ้นงาน 1 และ 2 ครั้ง โดยใช้ระยะเวลาห่างกัน 5 นาทีในแต่ละรอบของการชุป ซึ่งเนื้อสารเริ่มเป็นเจลเมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมงตั้งแต่เริ่มชุปชิ้นงานรอบแรก จากนั้นนำชิ้นงานไปอบที่ 37 , 60 และ 130 °C เป็นเวลา 1 , 1 และ 2-3 วัน ดังรูป 3.4-3.6

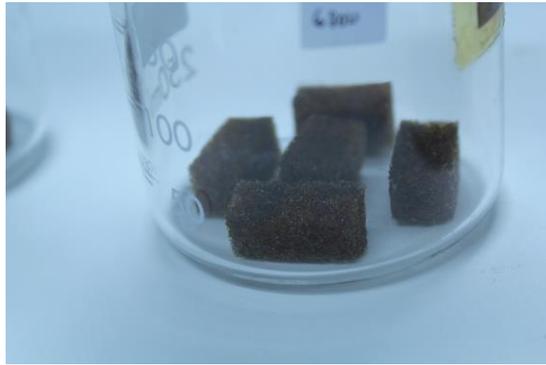


รูปที่ 3.4 แสดงโพลที่ผ่านการชุปในการทดลองครั้งที่ 2

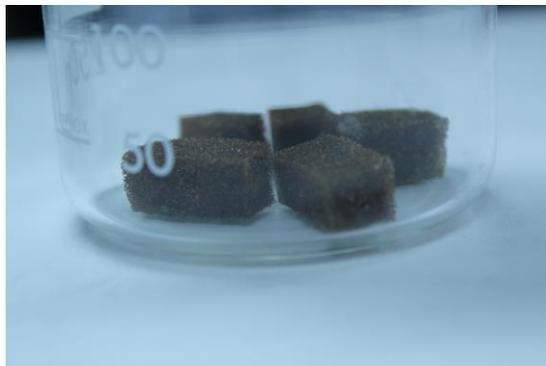


รูปที่ 3.5 แสดงชิ้นงานโพลที่ชุปสารโซล-เจลหลังผ่านการอบที่ 37 องศาเซลเซียส 1 วันในการทดลองที่ 2

เมื่อทำตามกระบวนการเตรียมสารแล้ว เมื่อให้อุณหภูมิกับเนื้อสารถึง 35 °C จากนั้นนำสารออกจาก stirrer รอให้สารเย็นลงเป็นเวลา 10 นาที จึงนำโฟมมาชุบลงในเจล โดยการชุบโฟมครั้งนี้ ทำการชุบชิ้นงาน 6 ครั้ง โดยใช้ระยะเวลาห่างกัน 10 นาทีในแต่ละรอบของการชุบ ซึ่งเนื้อสารเริ่มเป็นเจลเมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมง 30 นาที ตั้งแต่เริ่มชุบชิ้นงานรอบแรก จากนั้นนำชิ้นงานไปอบที่ 37 , 60 และ 130 °C เป็นเวลา 1 , 1 และ 3 วันตามลำดับ ดังรูป 3.7, 3.8 และ 3.9 ตามลำดับ จากรูป 3.9 ชิ้นทดสอบที่ผ่านการอบที่ 130°C เป็นเวลา 3 วันมีลักษณะโฟมที่ชุบเจลกลายเป็นสีน้ำตาลและแห้งสนิท



รูปที่ 3.7 ชิ้นงานที่ผ่านการชุบเจล 6 ครั้ง และผ่านการอบที่ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน



รูปที่ 3.8 ชิ้นงานที่ชุบเจล 6 ครั้ง ผ่านการอบที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน



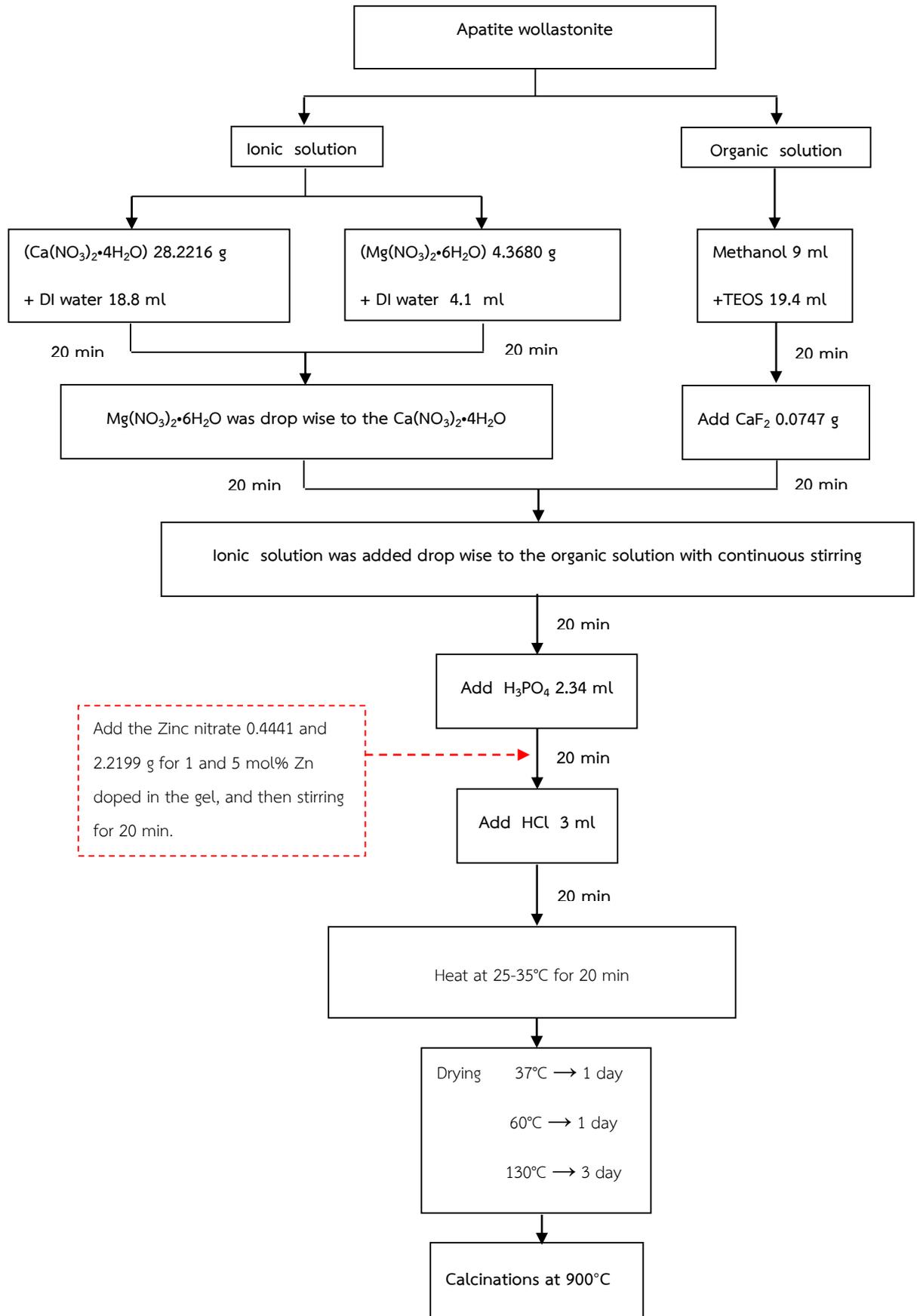
รูปที่ 3.9 ชิ้นงานที่ชุบเคลือบ 6 ครั้ง ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 วัน

การทดลองที่ 4 (Undope หรือ Zn-doped AW-GC สำหรับ batch 15 กรัม เตรียมเจลที่ 35 °C)

จากการทดลองที่ 3 พบว่าการลดอุณหภูมิเตรียมเจลลงมาที่ 35°C จะทำให้สามารถชุบโพลีเมอร์ได้อย่างทั่วถึงในรอบการชุบที่ 6 จึงเลือกสภาวะในการเตรียมจากการทดลองที่ 3 สำหรับเตรียมเจล AW-GC ที่เจือด้วย Zn ต่อไป

- เตรียมสารละลาย Ionic จากการเตรียม Calcium Nitrate Tetrahydrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 28.2216 กรัมละลายในน้ำ DI ปริมาตร 18.8 มิลลิลิตร และ Magnesium Nitrate Hexahydrate ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 4.3680 กรัมละลายในน้ำ DI 4.1 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ตามลำดับ จากนั้นเติม Magnesium Nitrate Hexahydrate ลงใน Calcium Nitrate Tetrahydrate ที่ได้จากการเตรียม ซึ่งจะกลายเป็นสาร Ionic ใช้ speed 2 ในการคนสาร Ionic เป็นเวลา 20 นาที
- การเตรียมสาร Organic ได้จากการ เตรียม Methanol 9 มิลลิลิตร กับ Tetraethyl orthosilicate (TEOS) 19.4 มิลลิลิตร ใช้ speed 3 ในการคนสาร Organic โดยใช้เวลา 20 นาที จนสารละลายเข้ากันดี
- และเติม CaF_2 0.0747 กรัม ลงในสาร Organic โดยค่อยๆหยดผสมกัน จากนั้นก็ใช้เวลาในการคนสารอีก 20 นาทีบน Magnetic stirrer
- นำสาร Ionic ที่ได้ค่อยๆหยดลงในบีกเกอร์ของสาร Organic โดยใช้ speed 2 ในการคนสาร 20 นาที
- เติม H_3PO_4 2.34 ml คนสาร 20 นาที
- เติม Zinc nitrate 0.4441 และ 2.2199 กรัม สำหรับการเจือด้วย 1 และ 5 mol% Zn ตามลำดับ
- เติม HCl 3 ml คนสารอีก 20 นาที จากนั้นค่อยๆเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปที่ 35 °C โดยใช้เวลาคคนสาร 20 นาที

- รอให้สารเย็นลงแล้วค่อยนำโพลีที่เตรียมไว้ลงชุบ ทำการชุบทั้งหมด 5 ครั้ง ในการชุบแต่ละครั้ง โดยใช้ระยะเวลาห่างกัน 10 นาที ในการทดลองนี้ได้ทดลองนำเจลที่เหลื่อไปหล่อในแบบรูปทรงกระบอกด้วย จากนั้นก็นำชิ้นงานที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 37 , 60 และ 130 °C เป็นเวลา 1, 1 และ 3 วัน ตามลำดับ จากนั้นก็นำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 900°C ดังแผนผังการเตรียม AW scaffold ที่เติมสารเจือ Zn ในรูปที่ 3.10



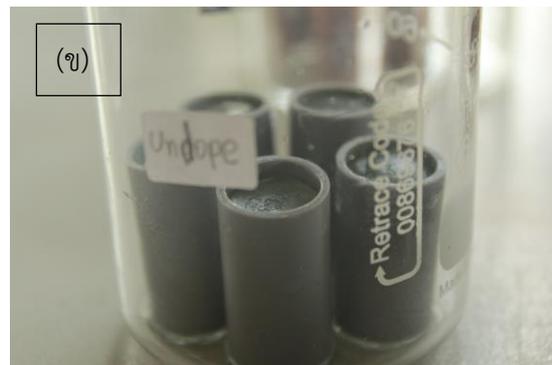
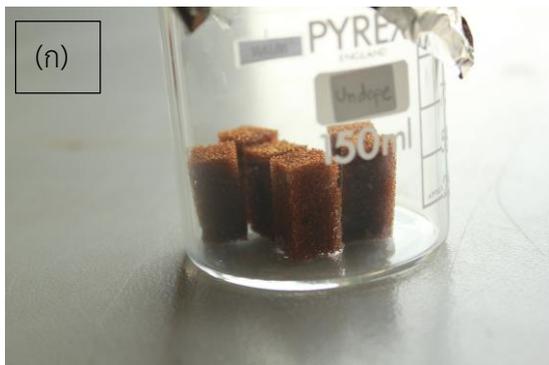
รูปที่ 3.10 แผนผังการเตรียมเจล 15 กรัมสำหรับ AW-GC scaffold ในการทดลองตอนที่ 4

ผลการทดลองครั้งที่ 4

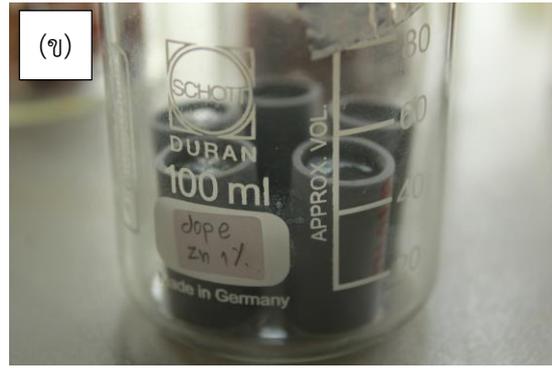
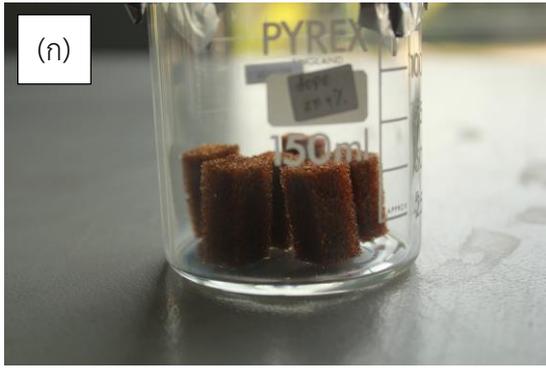
จากการทดลองครั้งที่ 3 พบว่าเนื้อสารที่ผ่านการเผาแล้วมีลักษณะคล้ายโฟมที่ซุบ แต่ยังมีสารที่เกาะตามขอบและด้านของชิ้นงาน จึงลดจำนวนการซุบจาก 6 ครั้ง เหลือเพียง 5 ครั้ง เพื่อให้เนื้อสารมีความสม่ำเสมอในเนื้อโฟมมากยิ่งขึ้น

เมื่อทำตามกระบวนการเตรียมสารแล้ว เมื่อให้อุณหภูมิกับเนื้อสารถึง 35°C จากนั้นนำสารออกจาก stirrer รอให้สารเย็นลงเป็นเวลา 10 นาที และนำโฟมลงไปซุบในเจล โดยการซุบโฟมครั้งนี้ ทำการซุบชิ้นงาน 5 ครั้ง โดยใช้ระยะเวลาห่างกัน 10 นาทีในแต่ละรอบของการซุบ

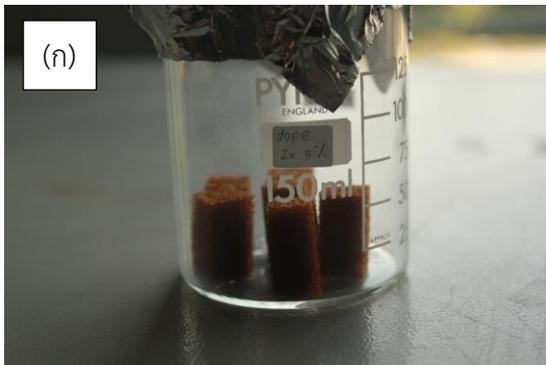
พบว่า สาร Undope เริ่มเป็นเจลเมื่อเวลาผ่านไป 2 ชั่วโมง 25 นาที แต่เมื่อเจือด้วย Zn สารละลายเจลมีการเปลี่ยนแปลงเริ่มเป็นเจลเร็วขึ้น โดยเมื่อ dope 1mol% Zn เนื้อสารจะเริ่มเป็นเจลเมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมง 35 นาที และ dope 5 mol% Zn เนื้อสารจะเริ่มเป็นเจลเมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมง 30 นาที ตั้งแต่เริ่มซุบชิ้นงานรอบแรก จากนั้นนำชิ้นงานไปอบที่ 37°C , 60°C และ 130°C เป็นเวลา 1, 1 และ 3 วันตามลำดับ จากการทดลองนี้ได้นำเจลที่เหลือจากการซุบโฟมมาเทหล่อในแบบรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร และสูง 2 เซนติเมตร ชิ้นงานที่ได้จากการซุบเจลซิงค์ออกไซด์ปราศจากสารเจือจำนวน 5 ครั้ง และชิ้นงานที่ได้จากการเทหล่อ ภายหลังจากอบที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 1 วัน แสดงดังรูป 3.11-3.13 พบว่าเจลค่อนข้างแห้ง แต่ไม่แห้งสนิท และโฟมเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำตาลดังรูปที่ 3.11



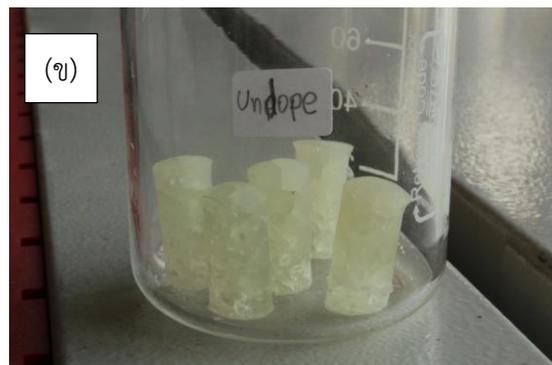
รูปที่ 3.11 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC ผ่านการอบที่ 37°C องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน (ก) ผ่านการซุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



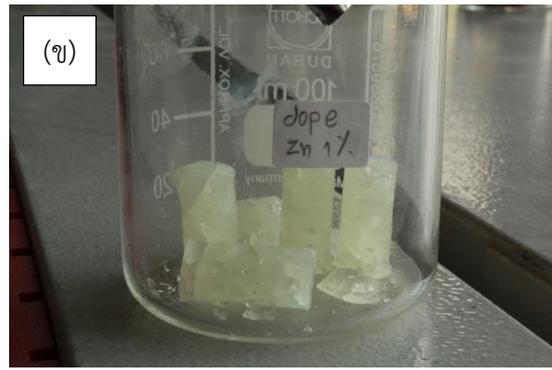
รูปที่ 3.12 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC เจือ 1 mol%Zn ผ่านการอบที่ 37 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน (ก) ผ่านการชุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



รูปที่ 3.13 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC เจือ 5 mol%Zn ผ่านการอบที่ 37 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน (ก) ผ่านการชุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



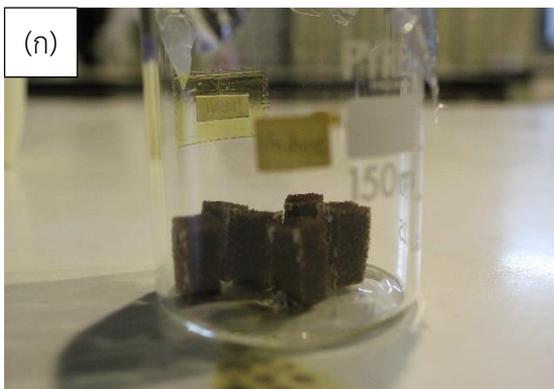
รูปที่ 3.14 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC ผ่านการอบที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน (ก) ผ่านการชุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



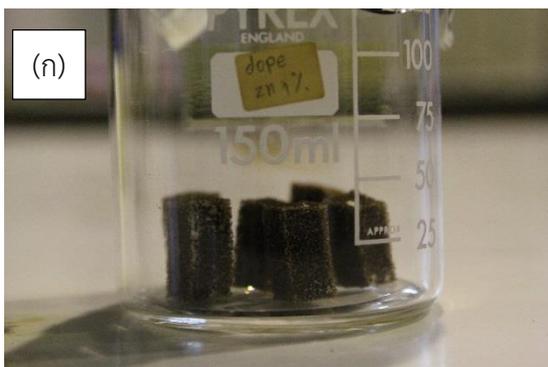
รูปที่ 3.15 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC เจือ 1 mol%Zn ผ่านการอบที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน (ก) ผ่านการชุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



รูปที่ 3.16 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC เจือ 5 mol%Zn ผ่านการอบที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน (ก) ผ่านการชุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



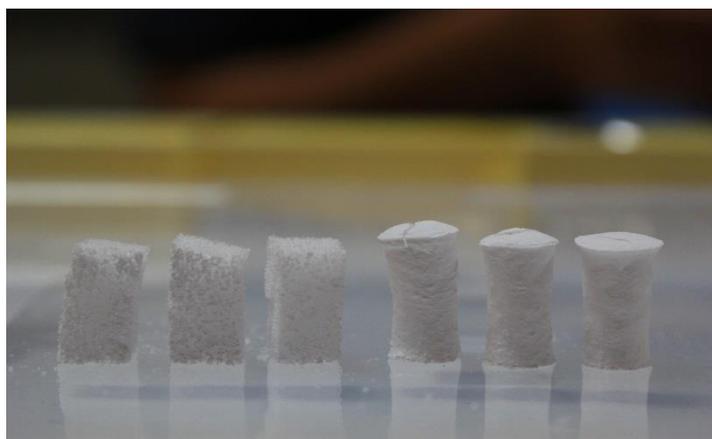
รูปที่ 3.17 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC ผ่านการอบที่ 130 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 วัน (ก) ผ่านการชุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



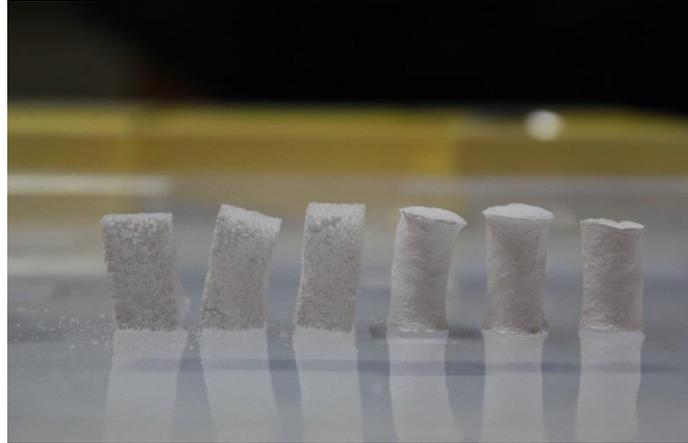
รูปที่ 3.18 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC เจือ 1 mol%Zn ผ่านการอบที่ 130 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 วัน (ก) ผ่านการชุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



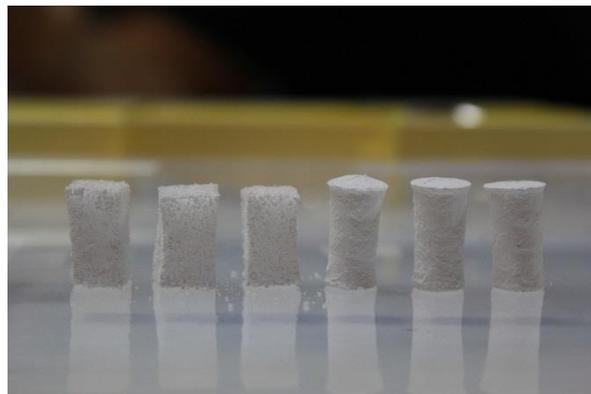
รูปที่ 3.19 ชิ้นตัวอย่าง AW-GC เจือ 5 mol%Zn ผ่านการอบที่ 130 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 วัน (ก) ผ่านการชุบเจล จำนวน 5 ครั้ง และ (ข) ชิ้นตัวอย่างจากการเทแบบหล่อ



รูปที่ 3.20 ชิ้นงาน AW-GC ชุบ 5 ครั้ง (ซ้าย) และชิ้นงานหล่อจากเจล (ขวา) เมื่อผ่านการเผาที่ 900 °C



รูปที่ 3.21 ชิ้นงาน AW-GC เจือ 1 mol%Zn ชุบ 5 ครั้ง (ซ้าย) และชิ้นงานหล่อ (ขวา) เมื่อผ่านการเผาที่ 900°C



รูปที่ 3.22 ชิ้นงาน AW-GC เจือ 5 mol%Zn ชุบ 5 ครั้ง (ซ้าย) และชิ้นงานหล่อ (ขวา) เมื่อผ่านการเผาที่ 900°C

จากรูป 3.14-3.16 แสดงชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการชุบเจือ AW-GC ปราศจากสารเจือ และ AW-GC ที่เจือด้วย Zn ในปริมาณ 1 และ 5 mol% ตามลำดับ ภายหลังจากการอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 1 วัน พบว่าเจือเริ่มแห้งสนิท และชิ้นตัวอย่างที่ได้จากการเทแบบสามารถถอดออกจากแบบได้ แต่พบว่าชิ้นตัวอย่างส่วนใหญ่มีรอยแตกร้าวมาก เนื่องจากการหดตัวมากในช่วงการอบที่อุณหภูมิ 60°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่สารละลายต่างๆระเหยออกไปอย่างรวดเร็ว

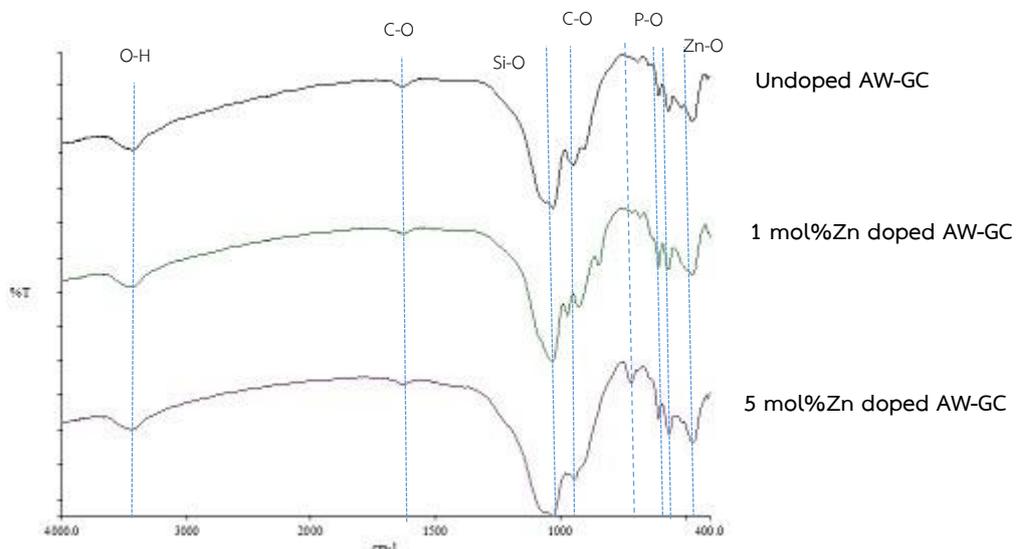
จากรูป 3.17-3.19 แสดงชิ้นตัวอย่าง AW-GC ที่ปราศจากการเติมสารเจือและเติมสารเจือ Zn ในปริมาณ 1 และ 5 mol% ภายหลังจากการอบที่อุณหภูมิ 130°C เป็นเวลา 3 วัน พบว่าชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการชุบโพลีมีสีเปลี่ยนไปจากสีน้ำตาลเป็นสีดำ เนื่องจากเกิดการไหม้ของวัสดุโพลีที่ใช้เป็นโครงสร้างในการชุบเจือ

ส่วนขึ้นตัวอย่างที่ได้จากการเทหล่อ มีขนาดเปลี่ยนแปลงอย่างมากโดยมีการหดตัวเกือบ 50% และมีลักษณะแห้งสนิท

ภายหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 900°C ขึ้นตัวอย่างที่ได้จากการชุบโพลีเมอร์มีขนาดเปลี่ยนแปลงไป โดยมีขนาดเล็กลง และมีโครงสร้างพรุนตัว มีความเปราะบางมาก แต่สามารถจับโดยไม่แตกได้ ส่วนขึ้นตัวอย่างที่ได้จากการเทหล่อ มีรูปร่างไม่เป็นทรงกระบอก เนื่องจากเกิดการหดตัวที่ส่วนตรงกลางมาก ดังรูปที่ 3.20-3.22

การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของวัสดุโครงสร้าง AW-GC scaffold

- วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง FTIR spectroscopy

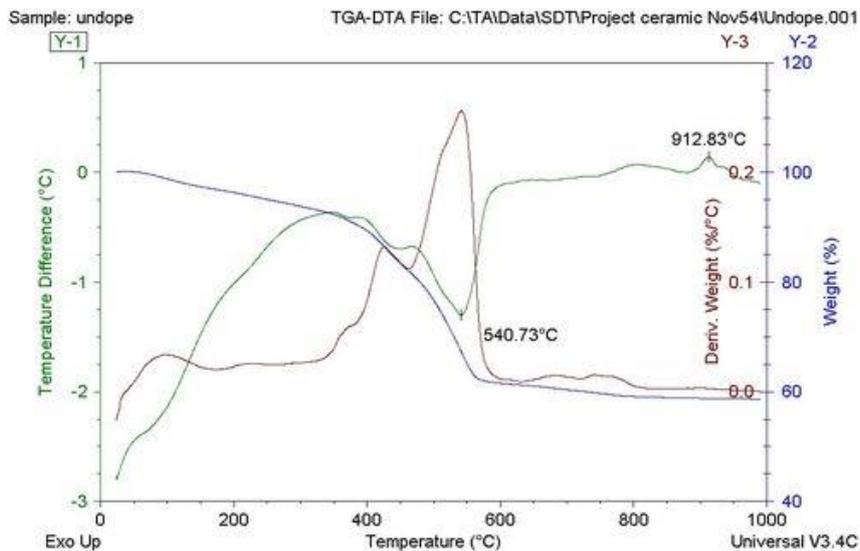


รูปที่ 3.23 FT-IR spectra ของ AW-GC และ AW-GC Scaffold ที่เจือด้วย Zn

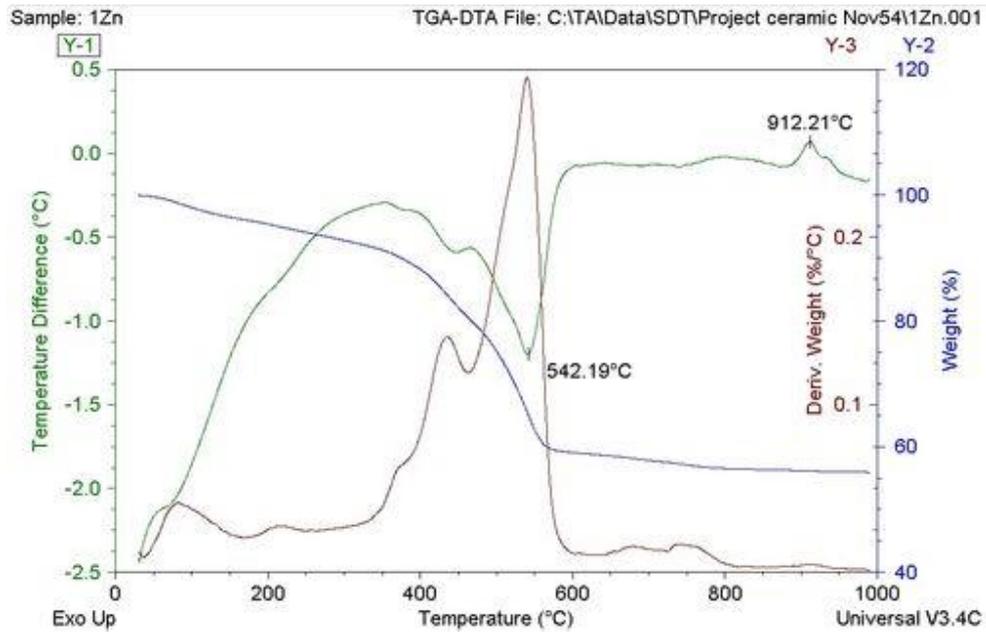
จากรูป 3.23 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของขึ้นทดลอง AW scaffold ที่ปราศจากสารเจือ และขึ้นทดลองที่เจือด้วย 1 และ 5 mol% Zn พบ peak ที่ 1110-1000 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับ Si-O, peak ของ O-H ที่ 3900-3400 cm^{-1} , peak ของ C-O ใน CO_3^{2-} ที่ 1510-1410 cm^{-1} , peak ของ PO_4^{3-} ที่ 560-610 cm^{-1} , peak ของ CO_3^{2-} ที่ 800-880 cm^{-1} , peak ของ Mg-O ที่ 750-800 cm^{-1} และ peak ของ Zn-O ที่ 400-450 cm^{-1} (Shah, Brauer et al. 2015) แสดงให้เห็นว่า AW-GC scaffold มีโครงสร้างที่เป็นแก้ว ที่เป็น Apatite-wollastonite และเมื่อเติมสารเจือ Zn ทำให้เกิดเฟสของ phosphate มากขึ้น โดยที่พีทของ PO_4^{3-} ที่ 560-610 cm^{-1} ปรากฏมีความเข้มของพีทสูง เมื่อเติมสารเจือ Zn ในปริมาณ 5 mol%

- วิเคราะห์พฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Thermal Analysis (DTA) และ Thermal gravimetric analysis (TGA)

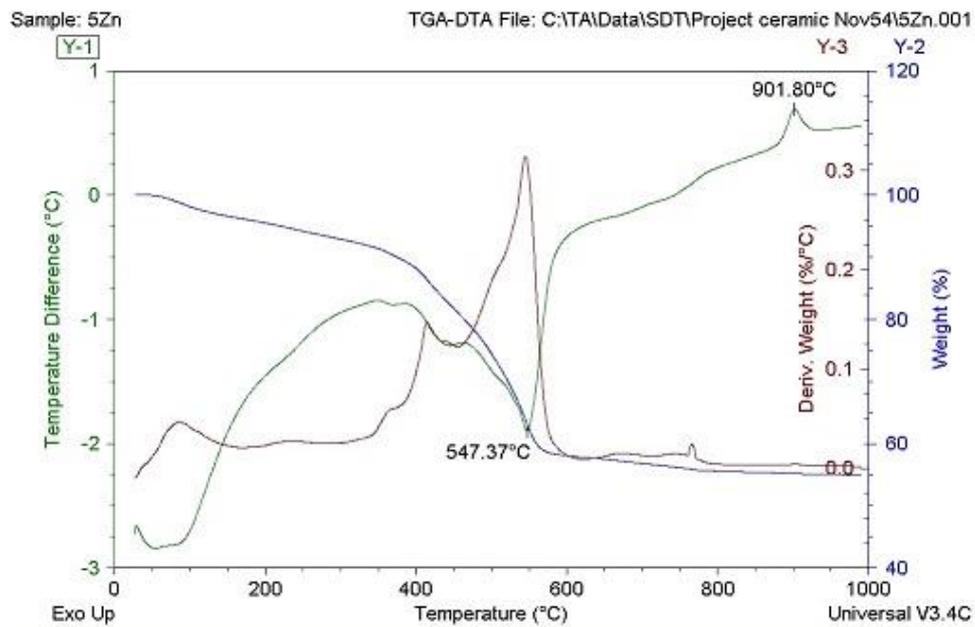
จากผลการวิเคราะห์พฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA-DTA ในการศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและการเกิดผลึกของ glass-ceramic แสดงดังรูป 3.24-3.26 ชั้นทดลอง AW-GC scaffold ที่ปราศจากสารเจือ จะมีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิ 350-550°C ซึ่งแสดงถึงการเกิดช่วงอุณหภูมิที่การสลายตัวของโพลีเมอร์แบบ ในขณะที่เกิดการคายพลังงานที่ 540.73°C และดูดพลังงานที่ 912.83°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่มีการสลายตัวของโพลีเมอร์แบบและเกิดผลึกของ AW-GC (รูป 3.24) สำหรับชั้นทดลอง AW scaffold ที่เจือด้วย 1 mol% Zn และ 5 mol% Zn ในรูปที่ 3.25 และ 3.26 ตามลำดับ โดยพีทของ TG แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิ 350-550°C ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของ โพลีเมอร์แบบ เช่นเดียวกับตัวอย่างที่ปราศจากสารเจือ แต่สำหรับชั้นตัวอย่างที่เจือด้วย 5 mol% Zn ปรากฏ peak การดูดพลังงานที่อุณหภูมิต่ำลงที่ 901.80°C แสดงให้เห็นว่าการเจือด้วย Zn ทำให้เกิดผลึกที่เสถียรขึ้น ดังนั้นช่วงอุณหภูมิ 350-550°C จึงเป็นช่วงอุณหภูมิที่ต้องค่อยๆให้ความร้อนเพื่อให้โพลีเมอร์แบบได้สลายตัวออกไปอย่างช้าๆ และสมบูรณ์



รูปที่ 3.24 TGA-DTA ของ AW-GC scaffold



รูปที่ 3.25 TGA-DTA ของ AW-GC scaffold ที่เติมสารเจือ Zn ในปริมาณ 1 mol%



รูปที่ 3.26 TGA-DTA ของ AW-GC scaffold ที่เติมสารเจือ Zn ในปริมาณ 5 mol%

สรุป

จากการศึกษาและทดลองเตรียม AW-GC scaffold ที่ปราศจากสารเจือ และเติมสารเจือ Zn ในปริมาณความเข้มข้น 1 และ 5 mol% โดยวิธีการเตรียมด้วยกระบวนการโซลเจล และขึ้นรูปเป็นโครงสร้างยึดเกาะ (scaffold) ด้วยการชุบโพลีเมอร์ต้นแบบและการเทหล่อ ซึ่งในการทดลองนี้ได้พัฒนาการทดลอง 4 การทดลอง โดยหาสถานะในการเตรียมเจลให้มีความเหมาะสมในการขึ้นรูปโดยการชุบโพลีเมอร์ จากการทดลองพบว่า อุณหภูมิเป็นปัจจัยสำคัญในการปรับปรุงความหนืดและการเกิดเจลของสารโซลเจล โดยอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียมเจลคือ ที่ 35 °C และมีเงื่อนไขในการชุบโพลีเมอร์นั้น ควรชุบโพลีเมอร์โดยจุ่มแช่โพลีเมอร์ต้นแบบไว้ในเจลให้นานพอ เพื่อให้เจลเข้าอุดซึบโพลีเมอร์ต้นแบบอย่างสมบูรณ์ หลังจากนั้นบีบเจลที่เหลือออก แล้วนำไปตากที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที ก่อนจะเริ่มชุบโพลีเมอร์ซ้ำใหม่ จำนวนการชุบซ้ำมีผลต่อความแข็งแรงของชิ้นตัวอย่างหลังเผา จากการตรวจสอบด้วยหีบจับชิ้นตัวอย่าง พบว่าชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการชุบซ้ำมากขึ้น จะมีความแข็งแรงทนทานต่อการหีบจับ และเคลื่อนย้าย ซึ่งจากสถานะการเตรียมเจลและการขึ้นรูปนี้ จะนำไปใช้ในการศึกษาและทดลองในบทที่ 4 ต่อไป