

## บทที่ 4

### การเตรียมโครงสร้างยึดเกาะ Apatite Wollastonite Glass-Ceramic ที่เจือด้วย Zn และ Ag

#### 4.1 บทนำ

บทนี้จะกล่าวถึงการศึกษาและการทดลองเตรียมโครงสร้างยึดเกาะ AW-GC scaffold ที่มีการเจือด้วย Zn และ Silver (Ag) และการเติมสารเจือร่วมของ Zn และ Ag ด้วย 1 mol% Zn 5 mol% Ag, 5 mol% Zn 1 mol% Ag, 5 mol% Zn 5 mol% Ag โดยใช้สภาวะการเตรียมเจลจากบทที่ 3 จากนั้นนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค FT-IR และ SEM ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้ทดสอบสมบัติ Bioactivity โดยการนำ scaffold แช่ในสารละลายของเหลวที่คล้ายของเหลวในร่างกายมนุษย์ (SBF) เป็นเวลา 1, 7 และ 14 วัน ภายใต้อุณหภูมิ 37 °C ในการทดลองนี้ได้อภิปรายผลของการเติมสารเจือ Ag และ Zn ต่อองค์ประกอบทางเคมีโครงสร้างรูพรุน และสมบัติด้าน Bioactivity ด้วย

#### 4.2 สารเคมีและกระบวนการเตรียม AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn และ Ag

ตารางที่ 4.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียม AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn และ Ag

สารเคมี	ชื่อสูตรเคมี	ความบริสุทธิ์
น้ำ Deionization	H <sub>2</sub> O	100
Calcium Nitrate Tetrahydrate	(Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O)	99.00
Magnesium Nitrate Hexahydrate	(Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O)	98.00
Methanol	CH <sub>3</sub> OH	99.00
Tetra Ethoxy Orthosilane (TEOS)	Si(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub>	98.00
Phosphoric	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	99.50
Calcium Fluoride	CaF <sub>2</sub>	99.50
Zinc nitrate hexahydrate	(Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O)	99.00
Silver nitrate pure P.A.	(AgNO <sub>3</sub> )	99.50

ตารางที่ 4. 2 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของ AW-GC Scaffold

Compound	SiO <sub>2</sub> (%wt)	CaO (%wt)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%wt)	MgO (%wt)	CaF <sub>2</sub> (%wt)	ZnO (%wt)	Ag <sub>2</sub> O (%wt)
Undope	34.2%	44.9%	16.3%	4.6%	0.5%	-	-
Zn 1 mol	34.06%	43.82%	16.23%	4.58%	0.49%	1.30%	-
Zn 5 mol	33.52%	39.60%	15.98%	4.51%	0.49%	6.40%	-
Ag 1 mol	33.83%	43.53%	16.13%	4.55%	0.49%	-	1.97%
Zn1Ag5 mol	33.17%	38.31%	15.81%	4.46%	0.48%	6.34%	1.93%
Zn5Ag1 mol	32.32%	37.33%	15.40%	4.35%	0.47%	1.23%	9.39%
Zn5Ag5 mol	31.83%	33.41%	15.17%	4.28%	0.47%	6.08%	9.25%

## ตัวอย่างการคำนวณ Composition of AW-GC powder ที่ปราศจากการเจือ (Undoped)

ถ้าต้องการ AW-GC 10 กรัม ต้องมี

SiO<sub>2</sub> = 3.4029 กรัม, CaO = 4.4677 กรัม, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> = 1.6218 กรัม, MgO = 0.4577 กรัม, CaF<sub>2</sub> = 0.0498 กรัม

- CaO มีน้ำหนักโมเลกุล = 56.077 g/mol จาก Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O มีน้ำหนักโมเลกุล = 236.15 g/mol

ถ้า CaO 4.4677 กรัม จะต้องใช้ Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O =  $\frac{236.15 \times 4.4677}{56.077} = 18.8143$  กรัม

- MgO มีน้ำหนักโมเลกุล = 40.3044 g/mol จาก Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O มีน้ำหนักโมเลกุล = 256.41 g/mol

ถ้า MgO 0.4577g จะต้องใช้ Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O =  $\frac{256.41 \times 0.4577}{40.3044} = 2.9118$  กรัม

- P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> มีน้ำหนักโมเลกุล = 70.97225 g/mol จาก H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> มีน้ำหนักโมเลกุล = 98.00 g/mol

ถ้า P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1.6218g จะต้องใช้ H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> =  $\frac{98.00 \times 1.6218}{70.97225} = 2.2394$  กรัม

H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> มีความหนาแน่น (D) = 1.69g/ml, น้ำหนักโมเลกุล = 98.00 g/mol, 85% w/w

H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 85 g ในสารละลาย 100 g

$$\text{ถ้า H}_3\text{PO}_4 \text{ 2.2394 g ต้องมีสารละลาย} = \frac{100\text{g} \times 2.2394\text{g}}{85\text{g}} = 2.6346 \text{ กรัม}$$

$$V = 2.6346 \text{ g} / 1.69 \text{ (g/ml)} = \mathbf{1.5589 \text{ ml}}$$

- SiO<sub>2</sub> มีน้ำหนักโมเลกุล=60.09g/mol จาก TEOS มีน้ำหนักโมเลกุล=208.33 g/mol

$$\text{ถ้า SiO}_2 \text{ 3.4029g จะต้องใช้ TEOS} = \frac{208.33 \text{ g} \times 3.4029\text{g}}{60.09\text{g}} = 11.7977 \text{ กรัม}$$

$$\text{ดังนั้นจะใช้ TEOS เป็นปริมาตร } V = 11.7977\text{g} / 0.933(\text{g/ml}) = 12.64 \text{ ml}$$

$$\text{จาก TEOS มีความบริสุทธิ์ 98\% ดังนั้นจะใช้ TEOS} = \frac{100 \times 12.64}{98} = \mathbf{12.898 \text{ ml}}$$

สำหรับ TEOS 32.39 ml ใช้ methanol = 15 ml

$$\text{ถ้า TEOS 12.898 ml จะต้องใช้ methanol} = \frac{15 \text{ ml} \times 12.898\text{ml}}{32.39\text{ml}} = \mathbf{5.97 \text{ ml}}$$

Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O = 48.3 g ละลายในน้ำ DI = 32 ml

$$\text{ถ้า Ca(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O 18.8143 g จะต้องละลายในน้ำ DI} = \frac{32 \text{ ml} \times 18.8143\text{g}}{48.3\text{g}} = 12.46 \text{ ml}$$

สำหรับ Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O = 7.39 g ละลายในน้ำ DI = 7 ml

$$\text{ถ้า Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O 2.9118 g จะต้องละลายในน้ำ DI} = \frac{7 \text{ ml} \times 2.9118 \text{ g}}{7.39\text{g}} = 2.758 \text{ ml}$$

สำหรับ AW-GC = 25 g ใช้ HCl = 5ml

ถ้า AW-GC 10 g จะต้องใช้ HCl =  $5 \text{ ml} \times 10 \text{ g} = 2 \text{ ml}$

25

กรณีที่ AW-GC scaffold มีการเจือด้วย Zn และ Ag มีอัตราส่วนผสมทางเคมีในการเตรียมสารละลายโซล-เจล ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4. 3 อัตราส่วนผสมทางเคมีในการเตรียม AW-GC scaffold ที่เจือ Zn และ Ag

(สำหรับ batch 10 กรัม)

สูตร	TEOS	Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> • 4H <sub>2</sub> O	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> • 6H <sub>2</sub> O	CaF <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> OH	HCl	Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> • 6H <sub>2</sub> O	AgNO <sub>3</sub>
Undope	12.89 ml	18.814 g	1.56 ml	2.912 g	0.049 g	6 ml	2 ml	-	-
Zn 1 mol	12.85 ml	18.363 g	1.55 ml	2.900 g	0.050 g	6 ml	2 ml	0.4733 g	-
Zn 5 mol	12.65 ml	16.593 g	1.53 ml	2.854 g	0.049 g	5.9 ml	2 ml	2.327 g	-
Ag 1 mol	12.76 ml	18.239 g	1.54 ml	2.881 g	0.049 g	5.9 ml	2 ml	-	1.753 g
Zn1Ag5 mol	12.52 ml	16.053 g	1.51 ml	2.824 g	0.048 g	5.8 ml	2 ml	2.869 g	0.605 g
Zn5Ag1 mol	12.19 ml	15.641 g	1.47 ml	2.752 g	0.047 g	5.6 ml	2 ml	0.557 g	2.942 g
Zn5Ag5 mol	12.01 ml	14.001 g	1.45 ml	2.710 g	0.046 g	5.6 ml	2 ml	2.752 g	2.897 g

ตัวอย่างการคำนวณส่วนผสมของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 1 และ 5 mol% Zn สำหรับ Batch 10 กรัม

AW-GC ที่เจือด้วย Zn ในปริมาณ 1 mol% โดยการแทนที่ CaO ด้วย ZnO

จาก Zinc nitrate hexahydrate ((Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล 297.47 g/mol

$2\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{ZnO} + 4\text{NO}_2 + \text{O}_2 + 6\text{H}_2\text{O}$  (น้ำหนักโมเลกุลของ ZnO = 81.39 g.mol)

$2\text{ZnO} \rightarrow 2\text{Zn} + \text{O}_2$  (น้ำหนักโมเลกุลของ Zn = 65.39 g/mol)

ถ้า AW-GC 100.5 g มี ZnO 1.301 g (จากตาราง 4.2)

ดังนั้น AW-GC 10 g มี ZnO  $\frac{1.301 \times 10 \text{ g}}{100.5 \text{ g}} = 0.1295 \text{ g}$

ถ้า ZnO 81.39 g มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  297.47 g

ดังนั้น ZnO 0.1295 g มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   $\frac{297.47 \times 0.1295 \text{ g}}{81.39 \text{ g}} = 0.4733 \text{ g}$

ดังนั้นการเจือด้วย Zn 1 mol% ต้องใช้  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0.4733$  กรัม

#### AW-GC ที่เจือด้วย 5 mol% Zn

จาก Zinc nitrate hexahydrate ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล 297.47 g/mol

$2\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2 \text{ZnO} + 4\text{NO}_2 + 4\text{O}_2 + 6\text{H}_2\text{O}$  (น้ำหนักโมเลกุลของ ZnO = 81.39 g/mol)

$2\text{ZnO} \rightarrow 2\text{Zn} + \text{O}_2$  (น้ำหนักโมเลกุลของ Zn = 65.39 g/mol)

ถ้า AW 100.5 g มี ZnO 6.40 g (ตาราง 4.2)

ดังนั้น AW 10 g มี ZnO  $(6.40 \times 10 \text{ g}) / (100.5 \text{ g}) = 0.6368 \text{ g}$

ถ้า ZnO 81.39 g มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  297.47 g

ดังนั้น ZnO 0.6368 g มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   $(297.47 \times 0.6368 \text{ g}) / (81.39 \text{ g}) = 2.327 \text{ g}$

ดังนั้นการเจือด้วย Zn 5 mol% ต้องใช้  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 2.327$  กรัม

#### AW-GC ที่เจือด้วย 1 mol% Ag

จาก Silver nitrate ( $\text{AgNO}_3$ ) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล 169.87 g/mol

$2\text{AgNO}_3 \rightarrow \text{Ag}_2\text{O} + 2\text{NO}_2 + \frac{1}{2} \text{O}_2$  (น้ำหนักโมเลกุลของ  $\text{Ag}_2\text{O} = 231.74 \text{ g/mol}$ )

(น้ำหนักโมเลกุลของ Ag = 107.87 g/mol)

ถ้า AW-GC 100.5 g มี  $\text{Ag}_2\text{O}$  1.97 g (ตาราง 4.2)

ดังนั้น AW-GC 10 g มี  $\text{Ag}_2\text{O}$   $(1.97 \times 10 \text{ g}) / (100.5 \text{ g}) = 1.1960 \text{ g}$

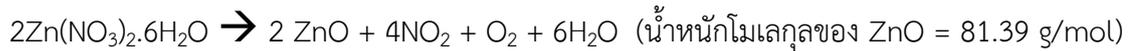
ถ้า  $\text{Ag}_2\text{O}$  231.74 g มี  $2\text{AgNO}_3$   $2 \times 169.87 = 339.74 \text{ g}$

ดังนั้น  $\text{Ag}_2\text{O}$  1.1960 g                      มี  $2\text{AgNO}_3 = (339.74 \times 1.1960)/231.74 = 1.753$  g

ดังนั้นการเจือด้วย Ag 1 mol% ต้องใช้  $\text{AgNO}_3 = 1.753$  กรัม

### AW-GC ที่เจือร่วมระหว่าง 1mol% Zn 5 mol% Ag (1Zn5Ag)

จาก Zinc nitrate hexahydrate ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) ซึ่งน้ำหนักโมเลกุล 297.47 g/mol



ถ้า AW-GC 100.5 g                      มี Zn 6.34 g (จากตาราง 4.2)

ดังนั้น AW-GC 10 g                      มี Zn  $\frac{6.34 \times 10 \text{ g}}{100.5 \text{ g}} = 0.6308 \text{ g}$

ถ้า Zn 65.39 g                      มี ZnO 81.39 g

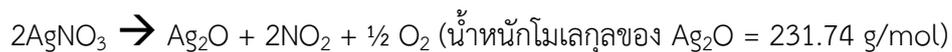
ดังนั้น Zn 0.6308 g                      มี ZnO  $\frac{81.39 \times 0.6308 \text{ g}}{65.39 \text{ g}} = 0.7851 \text{ g}$

ถ้า ZnO 81.39 g                      มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  297.47 g

ดังนั้น ZnO 0.7851 g                      มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \frac{297.47 \times 0.7851 \text{ g}}{81.39 \text{ g}} = 2.869 \text{ g}$

ดังนั้นการเจือด้วย Zn 1 mol% ต้องใช้  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 2.869$  กรัม

จาก Silver nitrate ( $\text{AgNO}_3$ ) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล 169.87 g/mol



ถ้า AW-GC 100.5 g                      มี Ag 1.93 g (จากตาราง 4.2)

ดังนั้น AW-GC 10 g                      มี Ag  $(1.93 \times 10 \text{ g})/(100.5 \text{ g}) = 0.1920 \text{ g}$

ถ้า Ag 107.87 g                      มี  $\text{Ag}_2\text{O}$  231.74 g

ดังนั้น Ag 0.1920 g มี  $\text{Ag}_2\text{O}$   $(231.74 \times 0.1920 \text{ g}) / (107.87 \text{ g}) = 0.4125 \text{ g}$

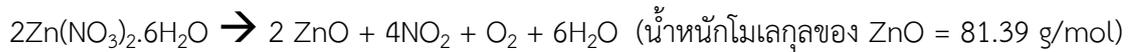
ถ้า  $\text{Ag}_2\text{O}$  231.74 g มี  $2\text{AgNO}_3$   $2 \times 169.87 = 339.74 \text{ g}$

ดังนั้น  $\text{Ag}_2\text{O}$  0.4125 g มี  $2\text{AgNO}_3 = (339.74 \times 0.4125) / 231.74 = 0.605 \text{ g}$

ดังนั้นการเจือด้วย Ag 5 mol% ต้องใช้  $\text{AgNO}_3 = 0.605$  กรัม

### AW-GC ที่เจือรวม 5 mol% Zn 1 mol% Ag (5Zn1Ag)

จาก Zinc nitrate hexahydrate ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) ซึ่งน้ำหนักโมเลกุล 297.47 g/mol



ถ้า AW-GC 100.5 g มี Zn 1.23 g (จากตาราง 4.2)

ดังนั้น AW-GC 10 g มี Zn  $(1.23 \times 10 \text{ g}) / (100.5 \text{ g}) = 0.1224 \text{ g}$

ถ้า Zn 65.39 g มี ZnO 81.39 g

ดังนั้น Zn 0.1224 g มี ZnO  $(81.39 \times 0.1224 \text{ g}) / (65.39 \text{ g}) = 0.1523 \text{ g}$

ถ้า ZnO 81.39 g มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  297.47 g

ดังนั้น ZnO 0.1523 g มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   $(297.47 \times 0.1523 \text{ g}) / (81.39 \text{ g}) = 0.557 \text{ g}$

ดังนั้นการเจือด้วย Zn 5 mol% ต้องใช้  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0.557$  กรัม

จาก Silver nitrate ( $\text{AgNO}_3$ ) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล 169.87 g/mol



ถ้า AW-GC 100.5 g มี Ag 9.39 g (จากตาราง 4.2)

ดังนั้น AW-GC 10 g มี Ag  $(9.39 \times 10 \text{ g}) / (100.5 \text{ g}) = 0.934 \text{ g}$

ถ้า Ag 107.87 g มี  $\text{Ag}_2\text{O}$  231.74 g

ดังนั้น Ag 0.934 g มี  $\text{Ag}_2\text{O}$   $(231.74 \times 0.934 \text{ g}) / (107.87 \text{ g}) = 2.007 \text{ g}$

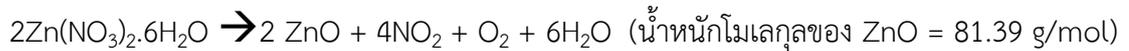
ถ้า  $\text{Ag}_2\text{O}$  231.74 g มี  $2\text{AgNO}_3$   $2 \times 169.87 = 339.74 \text{ g}$

ดังนั้น  $\text{Ag}_2\text{O}$  2.007 g มี  $2\text{AgNO}_3 = (339.74 \times 2.007) / 231.74 = 2.942 \text{ g}$

ดังนั้นการเจือด้วย Ag 1 mol% ต้องใช้  $\text{AgNO}_3 = 2.942 \text{ กรัม}$

### AW-GC ที่เจือรวม 5 mol% Zn และ 5 mol% Ag (5Zn5Ag)

จาก Zinc nitrate hexahydrate  $(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$  ซึ่งน้ำหนักโมเลกุล 297.47 g/mol



ถ้า AW-GC 100.5 g มี Zn 6.08 g (จากตาราง 4.2)

ดังนั้น AW-GC 10 g มี Zn  $(6.08 \times 10 \text{ g}) / (100.5 \text{ g}) = 0.605 \text{ g}$

ถ้า Zn 65.39 g มี ZnO 81.39 g

ดังนั้น Zn 0.605 g มี ZnO  $(81.39 \times 0.605 \text{ g}) / (65.39 \text{ g}) = 0.753 \text{ g}$

ถ้า ZnO 81.39 g มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  297.47 g

ดังนั้น ZnO 0.753 g มี  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   $(297.47 \times 0.753 \text{ g}) / (81.39 \text{ g}) = 2.752 \text{ g}$

ดังนั้นการเจือด้วย Zn 5 mol% ต้องใช้  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 2.752 \text{ กรัม}$

จาก Silver nitrate ( $\text{AgNO}_3$ ) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล 169.87 g/mol



(น้ำหนักโมเลกุลของ Ag = 107.87 g/mol)

ถ้า AW-GC 100.5 g มี Ag 9.25 g (จากตาราง 4.2)

ดังนั้น AW-GC 10 g มี Ag  $(9.25 \times 10 \text{ g}) / (100.5 \text{ g}) = 0.920 \text{ g}$

ถ้า Ag 107.87 g มี Ag<sub>2</sub>O 231.74 g

ดังนั้น Ag 0.920 g มี Ag<sub>2</sub>O  $(231.74 \times 0.920 \text{ g}) / (107.87 \text{ g}) = 1.976 \text{ g}$

ถ้า Ag<sub>2</sub>O 231.74 g มี 2AgNO<sub>3</sub>  $2 \times 169.87 = 339.74 \text{ g}$

ดังนั้น Ag<sub>2</sub>O 1.976 g มี 2AgNO<sub>3</sub>  $= (339.74 \times 1.976) / 231.74 = 2.897 \text{ g}$

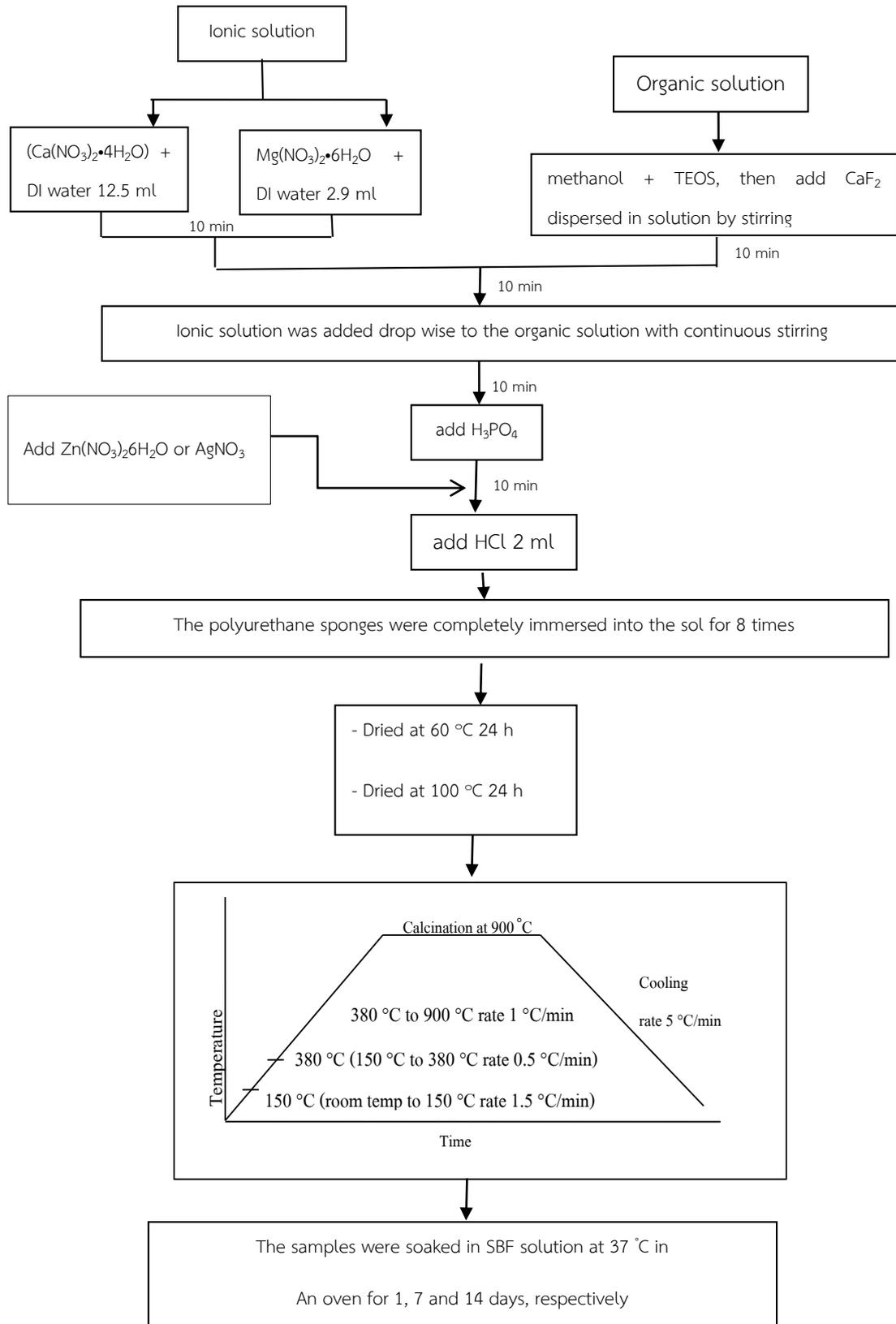
ดังนั้นการเจือด้วย Ag 5 mol% ต้องใช้ AgNO<sub>3</sub> = 2.897 กรัม

ตารางที่ 4. 4 การเปรียบเทียบส่วนผสมของ Bioactive glass ระหว่าง mol% และ wt%

	SiO <sub>2</sub>	CaO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	CaF <sub>2</sub>	ZnO	AgO	Total
wt%	34.200	44.900	16.300	4.600	0.500			100.500
M.W.	60.090	56.077	141.945	40.304	78.077	81.380	123.870	
mole	0.569	0.801	0.115	0.114	0.006			1.605
mol%	35.456	49.881	7.154	7.110	0.399			100.000
1Z (mol)	35.456	48.881	7.154	7.110	0.399	1.000		100.000
1Z(wt)	2130.551	2741.100	1015.450	286.569	31.149	81.380		6286.198
1Z(wt%)	34.062	43.823	16.234	4.581	0.498	<b>1.301</b>		100.500
5Z (mol)	35.456	44.881	7.154	7.110	0.399	5.000		100.000
5Z(wt)	2130.551	2516.774	1015.451	286.569	31.149	406.900		6387.394
5Z(wt%)	33.522	39.599	15.977	4.509	0.490	<b>6.402</b>		100.500
1Ag (mol)	35.456	48.881	7.154	7.110	0.399		1.000	100.000
1Ag (wt)	2130.551	2741.082	1015.455	286.570	31.149	0.000	123.870	6328.677
1Ag (wt%)	33.833	43.529	16.126	4.551	0.495	0.000	1.967	100.500
5Z1Ag (mol)	35.456	43.881	7.154	7.110	0.399	5.000	1.000	100.000
5Z1Ag(wt)	2130.551	2460.715	1015.471	286.564	31.153	406.900	123.870	6455.224
5Z1Ag(wt%)	33.170	38.310	15.810	4.461	0.485	6.335	1.929	100.500
1Z5Ag(mol)	35.456	43.881	7.154	7.110	0.399	1.000	5.000	100.000
1Z5Ag(wt)	2130.551	2460.715	1015.471	286.564	31.153	81.380	619.350	6625.184
1Z5Ag(wt%)	32.319	37.328	15.404	4.347	0.473	1.234	9.395	100.500
5Z5Ag(mol)	35.456	39.881	7.154	7.110	0.399	5.000	5.000	100.000
5Z5Ag(wt)	2130.551	2236.407	1015.471	286.564	31.153	406.900	619.350	6726.396
5Z5Ag(wt%)	31.833	33.414	15.172	4.282	0.465	6.080	9.254	100.500

## ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย Sol-gel และการขึ้นรูป Scaffold

1. จากตารางที่ 4.3 สูตรที่ทำการทดลองมีทั้งหมด 7 สูตร โดยแสดงขั้นตอนการเตรียมดังแผนภาพในรูปที่ 4.1 มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้ เตรียมสารละลาย Ionic solution ระหว่าง  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  และสารละลาย Organic solution จาก TEOS ผสมกับ Methanol คนผสมเป็นเวลา 10 นาที
2. นำ  $\text{CaF}_2$  มาเติมใน Organic solution พร้อมกับคนเป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นนำ Ionic solution มาหยดลงใน Organic solution คนผสมเป็นเวลา 10 นาที
3. เติม  $\text{H}_3\text{PO}_4$  พร้อมทั้งคนผสมเป็นเวลา 10 นาที
4. เติม ซิลเวอร์ไนเตรด หรือซิงค์ไนเตรด สำหรับเจลที่เจือด้วยซิลเวอร์และซิงค์ตามลำดับ โดยเติมในปริมาณความเข้มข้นของสารเจือต่างๆ
5. เติม HCl ปริมาณ 2 ml และคนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 10 นาที
6. นำฟองน้ำที่ตัดสำหรับขึ้นรูปขึ้นทดลอง มาชุบเจลสูตรละ 12 ชิ้น โดยชุบทั้งหมด 8 ครั้ง จะชุบใน Gel แล้วปล่อยให้แห้งใน Gel 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง เมื่อครบ 10 นาที จึงยกฟองน้ำขึ้นและบีบ Gel ส่วนเกินออก จากนั้นจึงตากที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที ทำซ้ำจนครบทั้งหมด 8 ครั้ง
7. นำชิ้นงานที่ชุบ Gel มาอบที่อุณหภูมิ 60 และ 100 องศาเซลเซียส โดยหลังจากที่ปล่อยให้แห้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมงหรือ 1 วัน
8. นำชิ้นงานมาเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่โดยมีอัตราการให้ความร้อน จากอุณหภูมิห้องจนถึง 150 องศาเซลเซียส (1.5 องศาต่อนาที), 150 ถึง 380 °C ( 0.5 องศาต่อนาที) และ 380 ถึง 900°C (1 องศาต่อนาที) แล้วปล่อยให้เย็นด้วยจนถึงอุณหภูมิห้องโดย cooling rate 5 องศาต่อนาที นำชิ้นตัวอย่างไปตรวจสอบและวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR, XRD และ SEM
9. นำชิ้นงานไปทดสอบโดยการแช่ในสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 1, 7 และ 14 วัน ตามลำดับ และนำชิ้นงานไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM และ FTIR



รูปที่ 4.1 แผนภาพการเตรียมสารละลายซิลเจลสำหรับ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn และ Ag

### สารเคมีสำหรับการเตรียมสารละลาย SBF

1. Sodium chloride (NaCl, concentration 99.5%)
2. Sodium hydrogencarbonate (NaHCO<sub>3</sub>, conc. 99.5%)
3. Potassium chloride (KCl, conc. 99.5%)
4. Di-potassium hydrogen phosphate trihydrate (K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>·3H<sub>2</sub>O, Conc. 99.0%)
5. Magnesium chloride hexahydrate (MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, Conc. 98%)
6. Calcium chloride (CaCl<sub>2</sub>, conc. 95.0%)
7. Sodium sulphate (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, conc. 99.0%)
8. Tris-hydroxymethyl aminomethane (Tris: (HOCH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CNH<sub>2</sub>, conc. 99.0%)
9. 1 M hydrochloride acid
10. pH standard solutions (pH 4, 7 and 9)

ตารางที่ 4. 5 ส่วนผสมของสารละลาย SBF ปริมาณ 1 ลิตร

ลำดับ	สารเคมี	ปริมาณ (กรัม)	ความบริสุทธิ์	น้ำหนักโมเลกุล
1	NaCl	8.035	99.5	58.4430
2	NaHCO <sub>3</sub>	0.355	99.5	84.0068
3	KCl	0.225	99.5	74.5515
4	K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ·3H <sub>2</sub> O	0.231	99.0	228.2220
5	MgC <sub>12</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0.311	98.0	203.3034
6	1.0 M HCl	39 ml	-	-
7	CaCl <sub>2</sub>	0.292	95.0	110.9840
8	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.072	99.0	142.0428
9	Tris	6.118	99.0	121.1356
10	1.0 M-HCl	0 ถึง 5 ml	-	-

## วิธีการเตรียมสารละลาย SBF

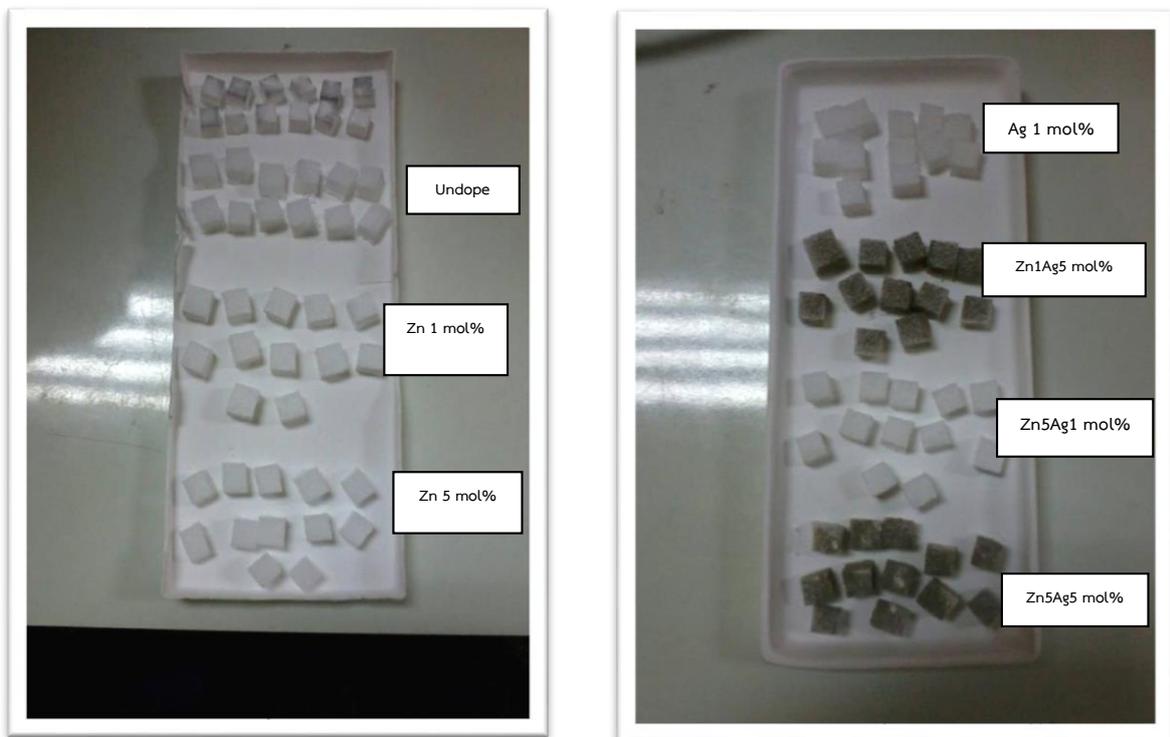
ในการเตรียมสารละลาย SBF ต้องระวังการตกตะกอนของสาร apatite ซึ่งจะเป็นตะกอนขาวขุ่นเกิดขึ้น ถ้าเกิดตะกอนขาวขุ่นให้เททิ้งทันทีแล้วเตรียมใหม่ ไม่นำเอามาใช้อีก สารละลายที่เตรียมได้ต้องไม่มีสี ใส และไม่มีตะกอนใดๆ ในการเตรียมสารละลาย SBF 1000 ml ดำเนินการดังนี้

1. นำ ion-exchanged distilled water 700 ml ใส่ในปิกเกอร์พลาสติกขนาด 1000 ml และใส่ stirring bar ลงไป ให้ตั้งบนภาตใส่น้ำ ซึ่งวางบน magnetic stirrer และปิดด้วยกระจกนาฬิกาหรือ plastic wrap โดยขณะผสมต้องทำการผสมที่  $36.5 \pm 1.5$  °C และคนตลอดเวลา ค่อยๆ ละลายสารเคมีทีละตัว โดยให้สารเคมีละลายหมดก่อน จึงใส่สารละลายตัวต่อไปได้ ใช้ภาชนะพลาสติกเท่านั้นและต้องมีผิวเรียบ ไม่มีรอยขีดข่วนใดๆ เพราะจะทำให้เกิดผลึกและตะกอนของ apatite ง่าย
2. สาร  $\text{CaCl}_2$  มีผลต่อการตกตะกอนมาก ในการใส่ให้ละลายช้าๆ ให้ละลายให้หมดก่อนจะใส่สารต่อไป
3. กระบอกตวงสำหรับตวง กรด HCl ต้องล้างด้วยกรด HCl ก่อน
4. ในการชั่งสาร KCl,  $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  ต้องทำอย่างรวดเร็ว เพราะสารดูดความชื้นเร็วมาก ต้องปิดภาชนะและช้อนตักสารต้องสะอาดและแห้งเท่านั้น และปิดภาชนะให้แน่นสนิทก่อนเก็บในตู้ดูดความชื้น
5. ก่อนละลาย Tris ลงในสารละลาย ค่า pH ควรอยู่ที่ประมาณ  $2.0 \pm 1.0$
6. อุณหภูมิของสารละลายต้องไม่สูงกว่า  $38^\circ\text{C}$
7. ถ้าปริมาณของสารละลายน้อยกว่า 900 ml ให้เติม ion-exchanged distilled water จนได้ 900 ml
8. ค่อยๆ เติม Tris ให้ละลายช้าๆ ต้องระวังค่า pH เปลี่ยน โดยให้ใส่ทีละน้อยและหยุดรอเพื่อให้สารละลายหมดก่อน และค่า pH คงที่แล้ว จึงค่อยเติมต่อไปจนหมด เพราะการเติมอย่างรวดเร็วทำให้เกิดการตกตะกอน ต้องเช็คดูว่าอุณหภูมิยังคงประมาณ  $36^\circ\text{C}$  เพราะถ้าอุณหภูมิสูง ค่า pH จะลดลง ซึ่ง pH ไม่ควรจะเกิน 7.45
9. ถ้า pH สูงกว่า 7.45 ให้หยุดละลาย tris และให้ค่อยๆ หยด 1 M HCl ใช้หลอดฉีดยา ลงไปเพื่อปรับให้ pH ต่ำลง 7.42 แต่อย่าให้ต่ำกว่า 7.40 เมื่อ pH ลดลงแล้วจึงค่อยๆ เติม Tris ที่เหลือลงละลายช้าๆ จนได้ pH 7.45 ให้ดูค่า pH และปรับไปเรื่อยๆ โดยเติมกรด HCl สลับกับ Tris โดยให้ pH อยู่ระหว่าง 7.42-7.45

10. หลังจากเติม Tris หมดแล้ว ให้ค่อยๆ ปรับ pH โดยการเติมกรด HCl เพื่อให้ pH เป็น 7.40 ที่ 36°C เมื่อปรับ pH ได้แล้ว ให้เอา electrode ออก ล้างด้วยน้ำ DI
11. เทสารละลายจากปิกเกอร์ลงในขวดปริมาตร โดยล้างด้วยน้ำ DI ให้หมด
12. ทิ้งให้สารละลายเย็นลง แล้ว เติมน้ำ DI ให้ถึงคอขวด และปิดจุก และปิดด้วย พลาสติกอีกทีให้แน่น
13. การเก็บสารละลาย SBF ทำได้โดยเก็บในขวดพลาสติกที่ปิดฝาแน่น และเก็บที่ความเย็น 5-10 องศา สามารถใช้สารละลาย SBF ได้ภายใน 30 วันหลังจากที่เตรียม

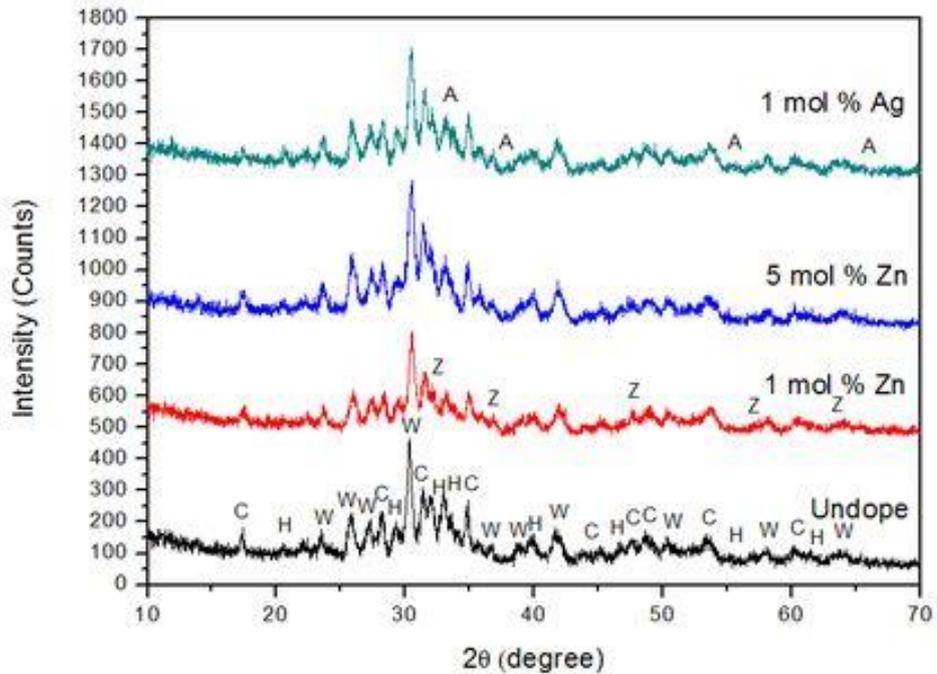
### 4.3 ผลการทดลอง

ตัวอย่าง AW-GC scaffold ที่ปราศจากสารเจือ และ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn และ Ag ภายหลังจากการเผาที่ 900°C ดังแสดงในรูป 4.2 ชั้นทดลองมีรูปร่างเหมือนกับโฟมต้นแบบที่นำมาชุบ และมีความพรุนตัว มีความแข็งแรงเพียงพอในการจับและเคลื่อนย้ายได้ ชั้นทดลองที่มีการเจือด้วย Ag จะมีสีออกดำ และมีสีเข้มขึ้นเมื่อปริมาณสารเจือ Ag มากขึ้น



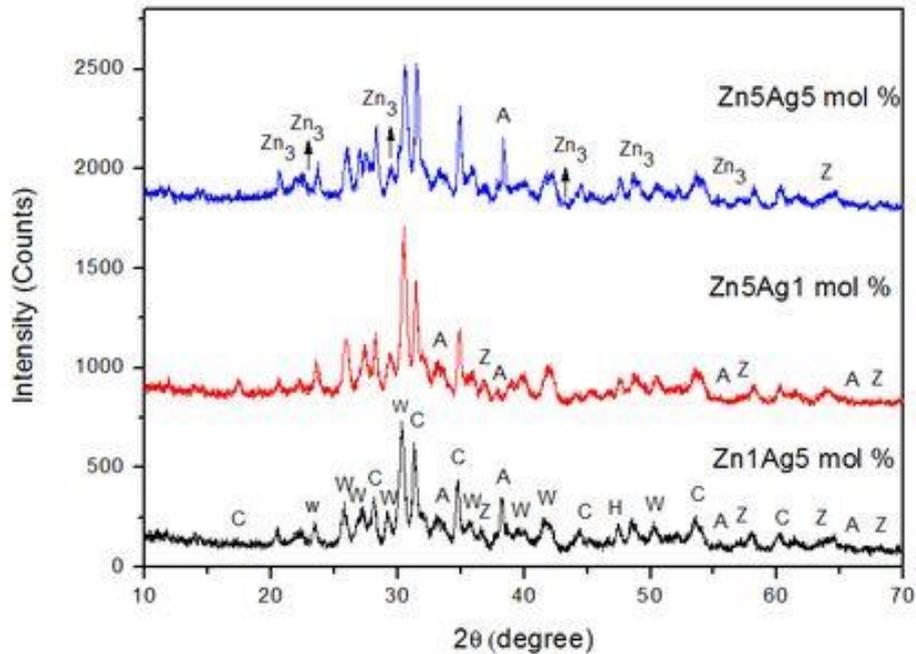
รูปที่ 4.2 แสดงชั้นทดลอง AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn และ Ag ผ่านการเผาที่ 900°C

## ผลการทดลองวิเคราะห์ทางเคมีของ AW-GC scaffold ด้วยเทคนิค XRD



รูปที่ 4.3 XRD patterns ของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn หรือ Ag ผ่านการเผาที่ 900°C กำหนดให้ H:  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ , W:  $\text{CaSiO}_3$ , C:  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ , Z:  $\text{ZnO}$ , A:  $\text{Ag}_2\text{O}$

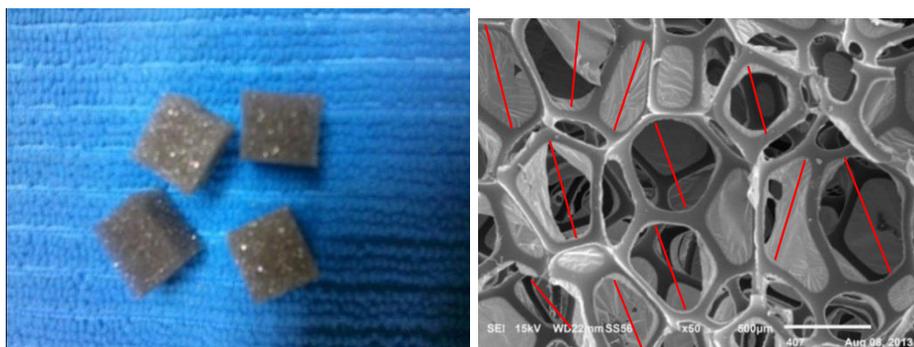
จากรูปที่ 4.3 แสดงสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ AW-GC scaffold ที่ปราศจากสารเจือและที่เจือด้วย Zn และ Ag พบว่าตัวอย่างที่ปราศจากการเจือ (Undoped) ปรากฏเฟสของ wollastonite ( $\text{CaSiO}_3$ ), Hydroxyapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ) และ Whitlockite ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) ส่วนตัวอย่างที่เจือด้วย 1 mol% Zn และ 5 mol% Zn จะปรากฏเฟส wollastonite ( $\text{CaSiO}_3$ ), Hydroxyapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ) , Whitlockite ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) และ Zincite ( $\text{ZnO}$ ) โดยมีปริมาณมากขึ้นเมื่อมีการเจือด้วย Zn มาก ส่วนตัวอย่างที่เจือด้วย 1 mol% Ag พบว่ามีเฟสของ wollastonite ( $\text{CaSiO}_3$ ), Hydroxyapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ), Whitlockite ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) และ Silver Oxide ( $\text{Ag}_2\text{O}$ ) เกิดขึ้นมาเล็กน้อย



รูปที่ 4.4 XRD patterns สำหรับ AW-GC Scaffold ที่เจือร่วมด้วย Zn และ Ag ผ่านการเผาที่ 900°C กำหนดให้ H:  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ , W:  $\text{CaSiO}_3$ , C:  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ , Z:  $\text{ZnO}$ , A:  $\text{Ag}_2\text{O}$ ,  $\text{Zn}_3$ :  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$

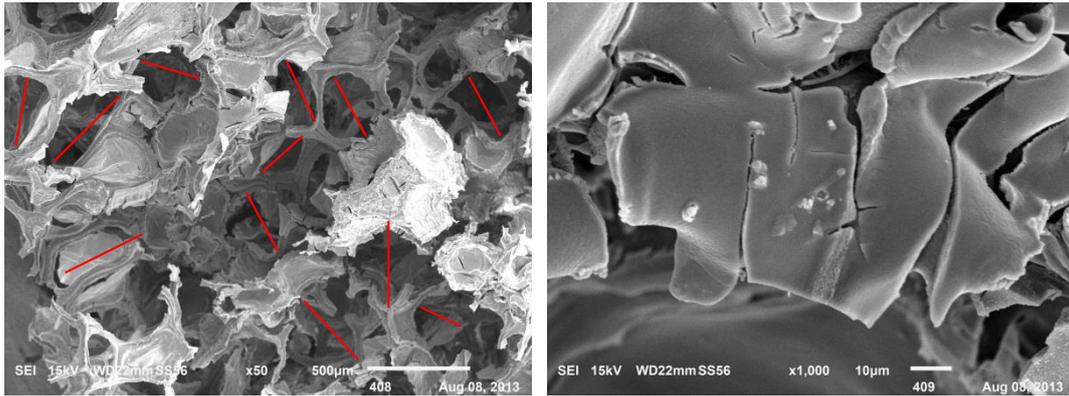
จากรูปที่ 4.4 แสดงสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn1Ag5, Zn5Ag1 และ Zn5Ag5 ตามลำดับ พบว่าตัวอย่าง Zn1Ag5 (mol%) และ Zn5Ag1 (mol%) มีเฟสของ Wollastonite ( $\text{CaSiO}_3$ ), Hydroxyapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ), Whitlockite ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ), Zincite ( $\text{ZnO}$ ) และ Silver Oxide ( $\text{Ag}_2\text{O}$ ) ส่วนตัวอย่าง Zn5Ag5 (mol%) พบว่ามีเฟสของ Zinc Phosphate ( $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$ ) เพิ่มขึ้น

ผลการวิเคราะห์จุลโครงสร้างของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn และ Ag ด้วยเทคนิค SEM

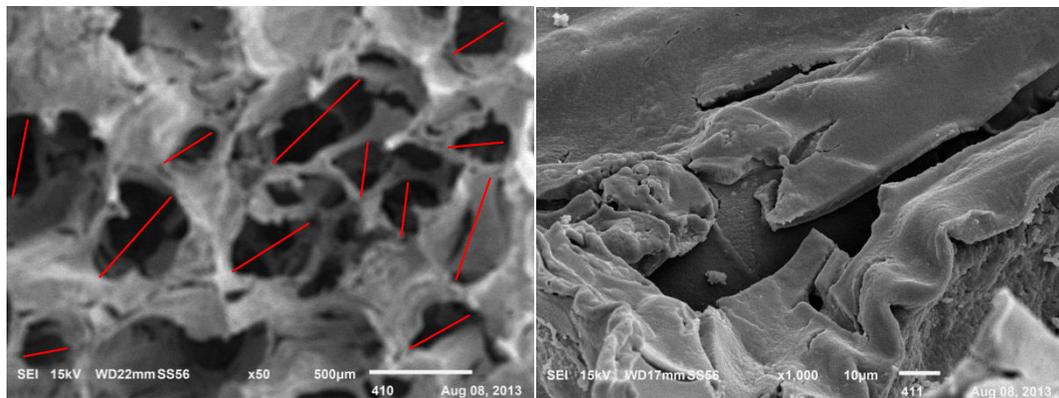


รูปที่ 4.5 โฟมและโครงสร้างของโฟมที่ใช้เป็นต้นแบบของ scaffold

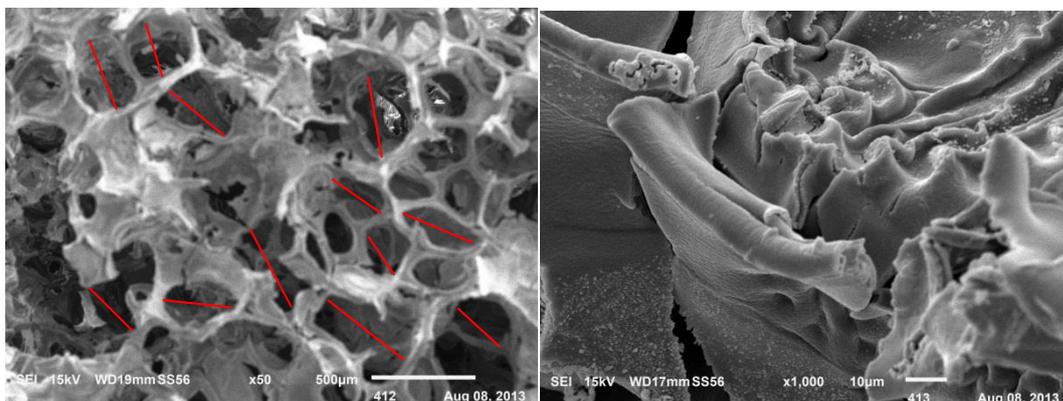
โครงสร้างจุลภาคของฟองน้ำ ขนาดของรูพรุนโดยเฉลี่ย  $567.57 \pm 93.24 \mu\text{m}$  จากกำลังขยาย 50x



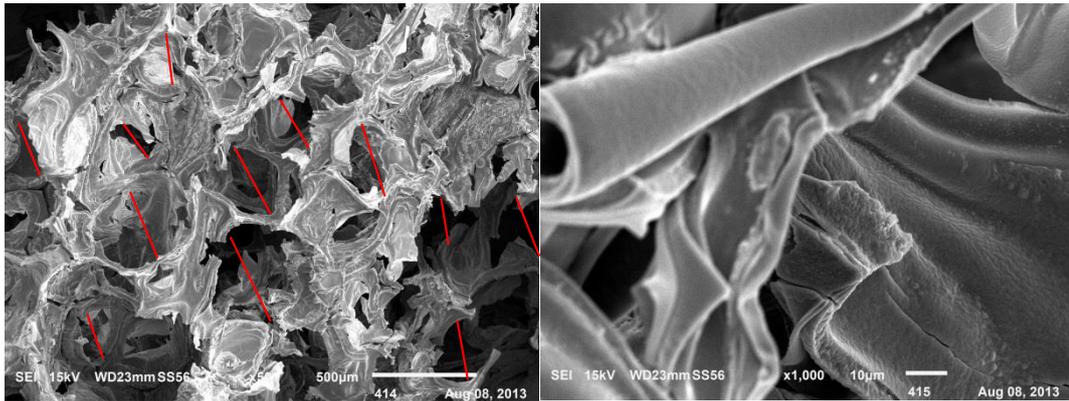
รูปที่ 4.6 โครงสร้างจุลภาคของ AW-GC scaffold  $370.27 \pm 35.86 \mu\text{m}$  จากกำลังขยาย 50x และโครงสร้างพื้นผิว กำลังขยาย 1000x



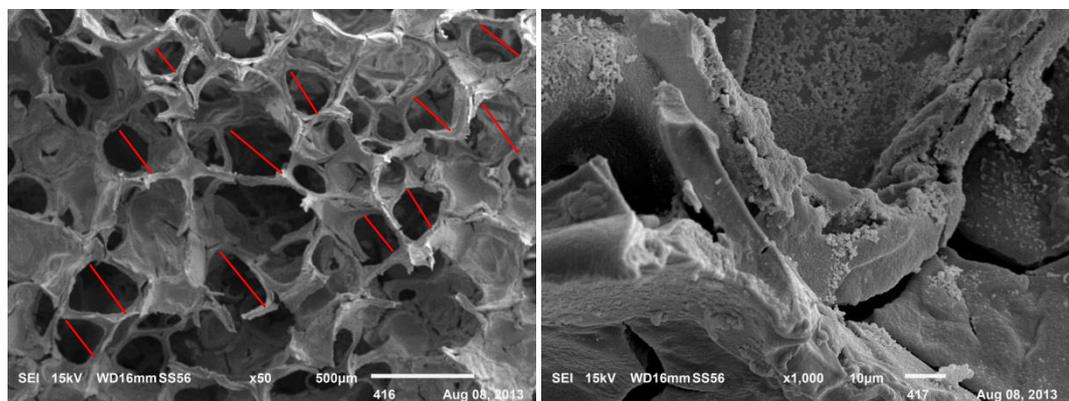
รูปที่ 4.7 โครงสร้างจุลภาคของ AW-GC scaffold ที่เจือ 1 mol% Zn ขนาดของรูพรุนโดยเฉลี่ย  $378.38 \pm 136.75 \mu\text{m}$  จากกำลังขยาย 50x และโครงสร้างพื้นผิว กำลังขยาย 1000x



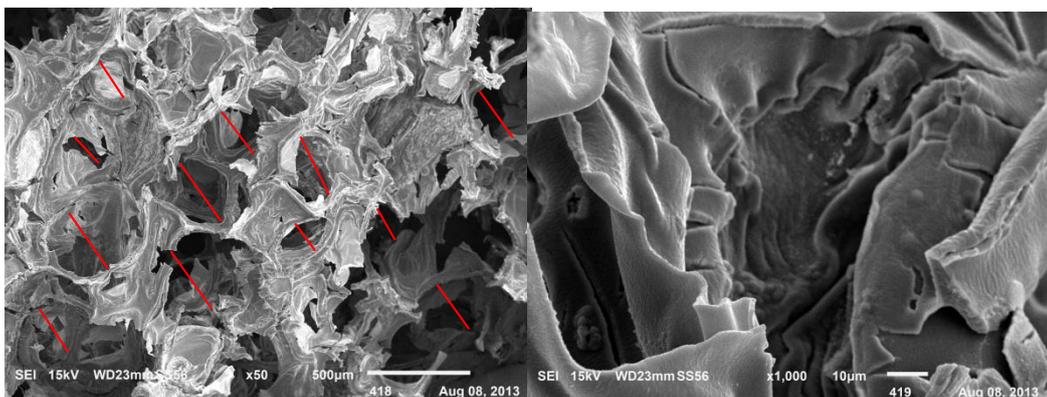
รูปที่ 4.8 โครงสร้างจุลภาคของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 5 mol% Zn ขนาดของรูพรุนโดยเฉลี่ย  $316.22 \pm 51 \mu\text{m}$  จากกำลังขยาย 50x และโครงสร้างพื้นผิว กำลังขยาย 1000x



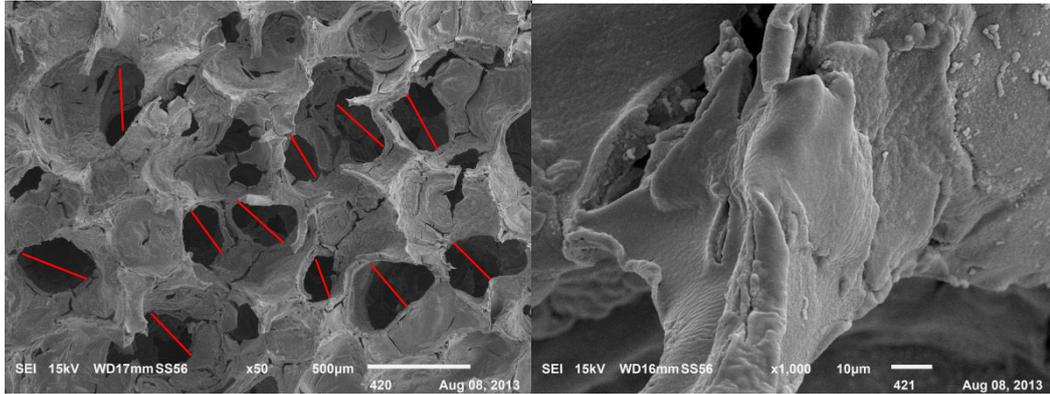
รูปที่ 4.9 โครงสร้างจุลภาคของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 1 mol%Ag ขนาดของรูพรุนโดยเฉลี่ย  $402.70 \pm 43.07 \mu\text{m}$  จากกำลังขยาย 50x และโครงสร้างพื้นผิว กำลังขยาย 1000x



รูปที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 1 mol% Zn 5 mol% Ag ขนาดของรูพรุนโดยเฉลี่ย  $300 \pm 33.54 \mu\text{m}$  จากกำลังขยาย 50x และโครงสร้างพื้นผิว กำลังขยาย 1000x



รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 5mol%Zn 1 mol%Ag ขนาดของรูพรุนโดยเฉลี่ย  $305.4 \pm 64.3 \mu\text{m}$  จากกำลังขยาย 50x และโครงสร้างพื้นผิว กำลังขยาย 1000x



รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาคของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 5 mol%Zn 5 mol% Ag ขนาดของรูพรุนโดยเฉลี่ย  $367.57 \pm 57.59 \mu\text{m}$  จากกำลังขยาย 50x และโครงสร้างพื้นผิว กำลังขยาย 1000x

โครงสร้างจุลภาคของโฟมต้นแบบที่จะนำมาใช้ในการทดลอง พบว่าขนาดของรูพรุนโดยเฉลี่ยคือ  $567.57 \pm 93.24 \mu\text{m}$  ดังรูป 4.5 ซึ่งมีขนาดใหญ่เกินกว่าที่ต้องการ เพราะรูพรุนที่ต้องการจะอยู่ในช่วง  $100-500 \mu\text{m}$  เมื่อนำชิ้นงานมาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กำลังขยายที่ 50 และ 1000 เท่า ผลปรากฏว่า

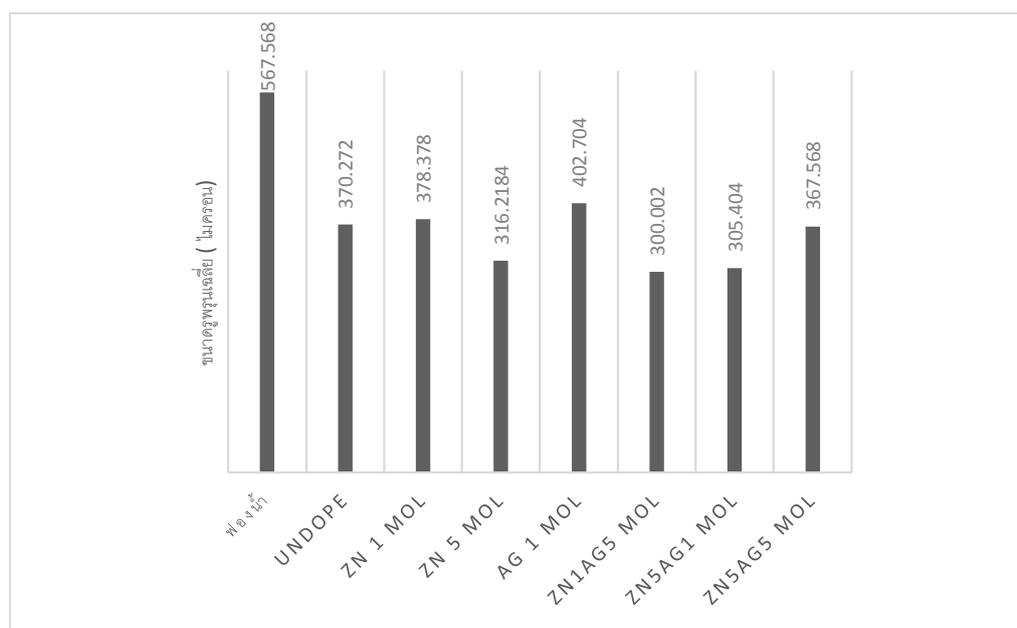
โครงสร้างจุลภาคของ AW-GC ที่ปราศจากสารเจือ พบว่าชิ้นงานมีขนาดรูพรุนโดยเฉลี่ยคือ  $370.27 \pm 35.86 \mu\text{m}$  ซึ่งรูพรุนที่ได้มีขนาดลดลง เมื่อเทียบกับโครงสร้างรูพรุนของโฟมต้นแบบ ซึ่งรูพรุนนี้เกิดจากเจลเคลือบบนผนังของรูพรุนในโฟมต้นแบบโดยการชุบซ้ำ จึงทำให้เกิดความหนาของเจล และส่งผลต่อขนาดของโครงสร้างรูพรุน แต่เกิดการแตกหักไม่ยึดเกาะเป็นร่างแห ที่พื้นผิวของชิ้นงานเกิดการหลุดร่อนเป็นแผ่นบางๆ ดังรูป 4.6

รูปที่ 4.7 และ 4.8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ AW-GC เจือด้วย Zn 1 mol% และ AW-GC เจือด้วย Zn 5 mol% พบว่าขนาดรูพรุนโดยเฉลี่ยคือ  $378.38 \pm 136.75 \mu\text{m}$  และ  $316.22 \pm 51 \mu\text{m}$  ตามลำดับ ขนาดของรูพรุนทั้งสองตัวอย่างมีขนาดที่ลดลงเมื่อเทียบกับโครงสร้างรูพรุนของโฟมต้นแบบเช่นกัน การยึดเกาะของรูพรุนค่อนข้างดี ทำให้โครงสร้างรูพรุนมีความแข็งแรงขึ้น และที่ผิวของชิ้นงานเกิดการหลุดร่อนเป็นแผ่นบางๆ แต่มีในปริมาณที่น้อยกว่า เมื่อเทียบกับตัวอย่าง AW-GC ที่ปราศจากการเจือ

รูปที่ 4.9 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ AW-GC ที่เจือด้วย Ag 1 mol% พบว่าขนาดรูพรุนโดยเฉลี่ยคือ  $402.70 \pm 43.07 \mu\text{m}$  ขนาดของรูพรุนมีขนาดลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับรูพรุนของโพนต้นแบบ แต่รูพรุนที่ได้เกิดการแตกหัก ไม่มียึดเกาะทำให้โครงสร้างไม่แข็งแรง และที่ผิวของชิ้นงานเกิดการหลุดร่อนเป็นแผ่นบางๆ

รูปที่ 4.10 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ AW-GC ที่เจือด้วย Zn 1 mol% and Ag 5 mol% พบว่าขนาดรูพรุนโดยเฉลี่ยคือ  $300 \pm 33.54 \mu\text{m}$  ขึ้นตัวอย่างสุทธินี้มีขนาดรูพรุนที่เล็กกว่าสุทธอื่น ๆ และการยึดเกาะของรูพรุนค่อนข้างดีและมีในปริมาณที่มาก โครงสร้างรูพรุนค่อนข้างสมบูรณ์มีความแข็งแรง และที่ผิวของชิ้นงานเกิดการหลุดร่อนเป็นแผ่นบางๆในปริมาณที่น้อยกว่าสุทธอื่น ๆ

รูปที่ 4.11 และ 4.12 แสดงโครงสร้างจุลภาคของ AW-GC ที่เจือด้วย Zn 5 mol% and Ag 1 mol% และ AW-GC ที่เจือด้วย Zn 5 mol% and Ag 5 mol% พบว่าขนาดรูพรุนโดยเฉลี่ยทั้ง 2 ตัวอย่างคือ  $305.40 \pm 64.30 \mu\text{m}$  และ  $367.57 \pm 57.59 \mu\text{m}$  ตามลำดับ รูพรุนที่ได้เกิดการแตกหักไม่ยึดเกาะกัน และที่ผิวของชิ้นงานเกิดการหลุดร่อนเป็นแผ่นบางๆ โดยเฉพาะรูปที่ 4.11 มีการหลุดร่อนในปริมาณที่มาก อย่างไรก็ตาม โครงสร้างรูพรุนของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 5 mol% Zn 5 mol% Ag มีการยึดเกาะที่ขอบของรูพรุนค่อนข้างแข็งแรง จึงควรนำมาศึกษาต่อเพื่อทดสอบความแข็งแรงเชิงกล

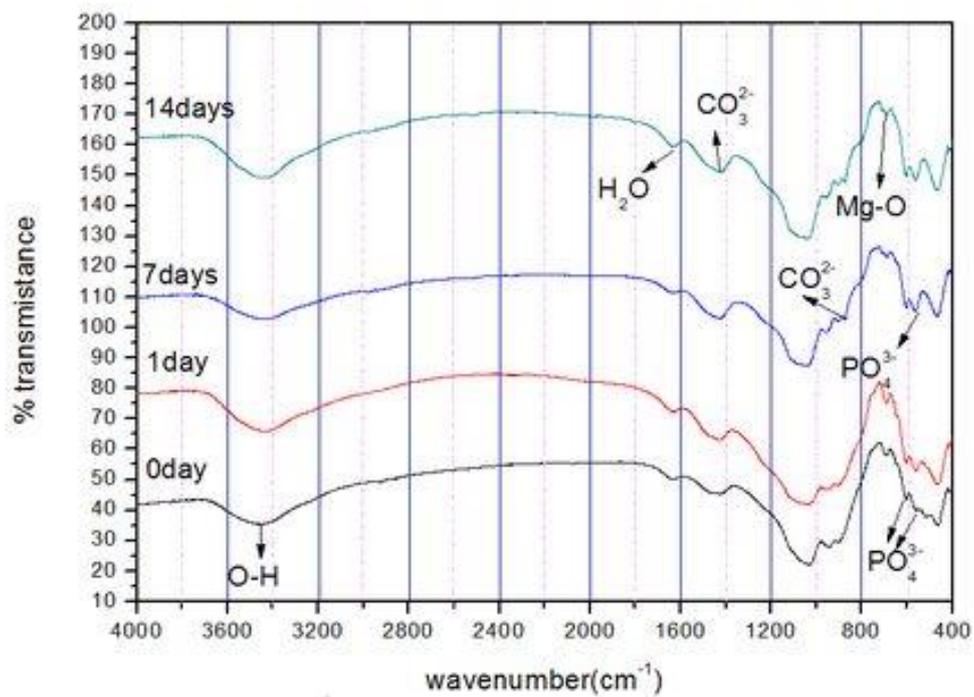


รูปที่ 4. 13 การเปรียบเทียบขนาดรูพรุนเฉลี่ยของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn และ Ag

จากรูปที่ 4.13 แสดงการเปรียบเทียบขนาดรูพรุนเฉลี่ยของชิ้นทดลอง AW-GC scaffold ที่ปราศจากการเจือ ตัวอย่างที่เจือด้วย Zn, Ag และเจือร่วมของ Ag และ Zn เมื่อเปรียบเทียบขนาดของรูพรุนโพนต้นแบบ

พบว่า ชั้นทดลองที่เตรียมได้โดย Foam replication มีขนาดของรูพรุนเล็กกลางและอยู่ในช่วง 300-400 ไมครอน ซึ่งเหมาะสมเพียงพอสำหรับการนำมาใช้งานเป็นโครงร่างยึดเกาะ (scaffold) โดยการเจือด้วย Zn และ Ag มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงขนาดรูพรุนเพียงเล็กน้อย

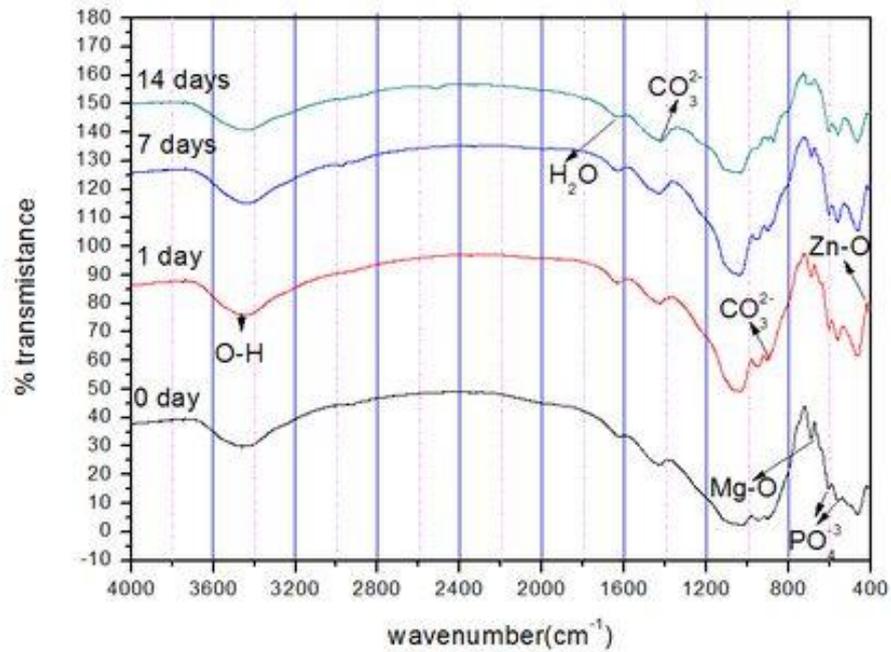
ผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR spectroscopy



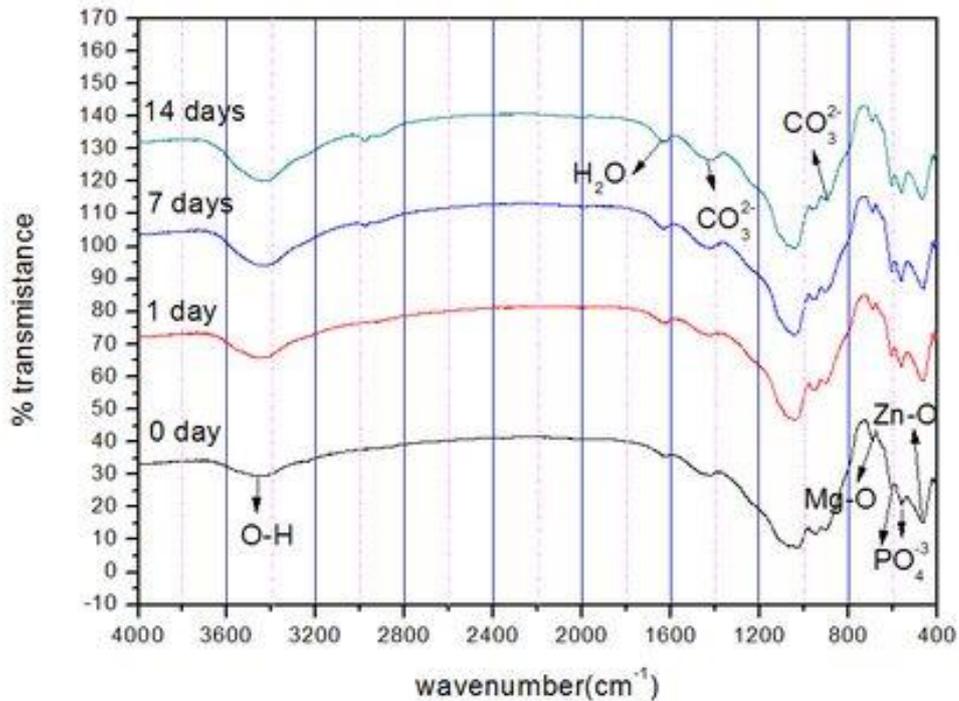
รูปที่ 4. 14 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC scaffold หลังจากแช่ในสารละลาย SBF ที่ 37 °C ในระยะเวลา 1, 7 และ 14 วัน

จากรูปที่ 4.14 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC ที่ปราศจากสารเจือ หลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 1, 7 และ 14 วัน เมื่อเปรียบเทียบกับชั้นทดสอบก่อนแช่ พบว่าเกิด peak  $\text{PO}_4^{3-}$  ที่ wavenumber 560-610 ( $\text{cm}^{-1}$ ), พบ peak ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  ที่ wavenumber 800-880  $\text{cm}^{-1}$  และ 1400-1500  $\text{cm}^{-1}$  อยู่ในโครงสร้าง และพบ peak Mg-O ที่ wavenumber 750-800  $\text{cm}^{-1}$  หลังจากแช่ SBF ที่ 7 และ 14 วัน พบว่าความเข้มของ peak ของ  $\text{PO}_4^{3-}$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  เพิ่มมากขึ้น และความเข้มของ peak ของ Mg-O ลดลง

ซึ่งแสดงให้เห็นว่า AW-GC scaffold ที่ปราศจากสารเจือมีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity) ภายในเวลา 7 วัน

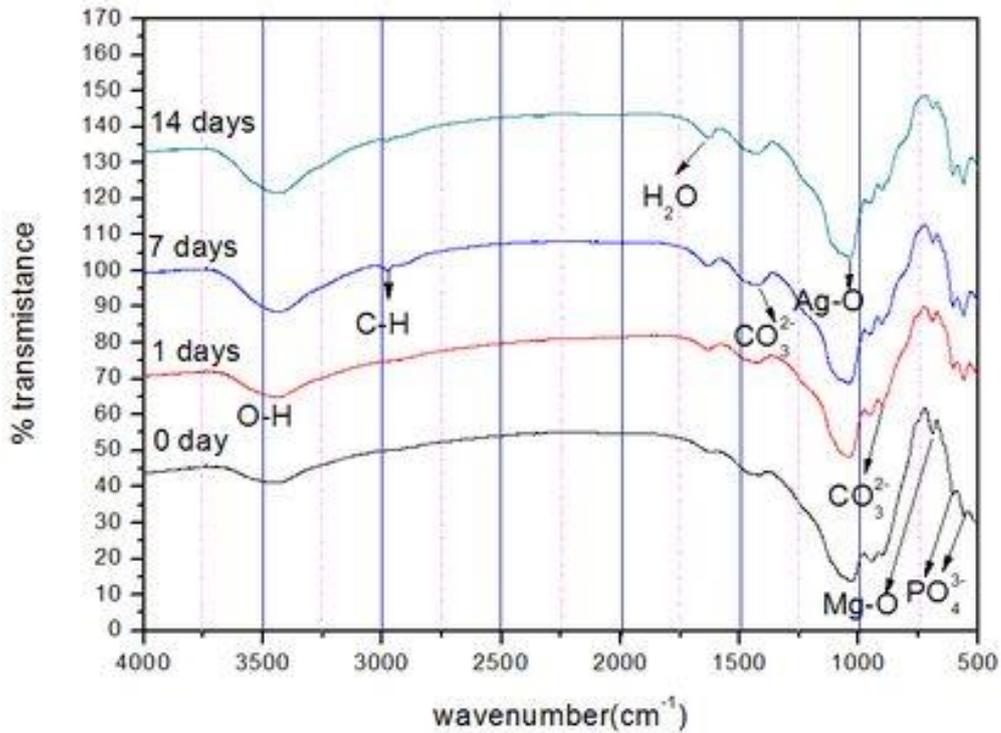


รูปที่ 4. 15 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 1 mol% Zn หลังจากแช่ในสารละลาย SBF ในระยะเวลาต่างๆ



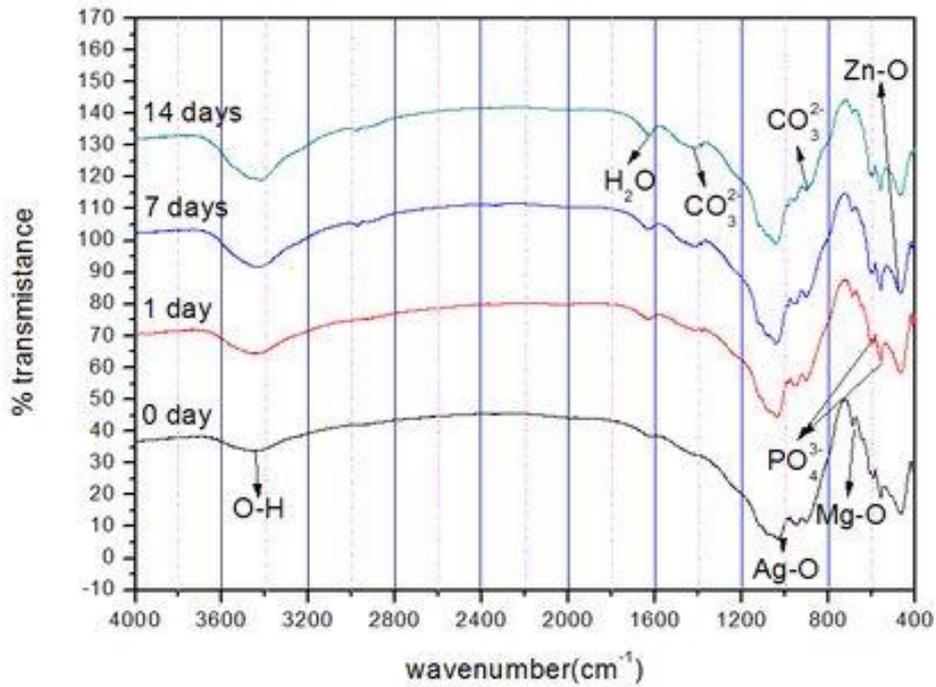
รูปที่ 4.16 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 5 mol% Zn หลังจากแช่ในสารละลาย SBF ในระยะเวลาต่างๆ

จากรูปที่ 4.15 และ 4.16 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC ที่เติมด้วย 1 mol% Zn และ AW-GC ที่เติมด้วย 5 mol% Zn ตามลำดับ หลังจากแช่ในสารละลาย SBF 1, 7 และ 14 วัน พบว่าเกิด peak  $\text{PO}_4^{3-}$  ที่ wavenumber 560-610 ( $\text{cm}^{-1}$ ) , พบ peak ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  ที่ wavenumber 800-880  $\text{cm}^{-1}$  และ 1400-1500  $\text{cm}^{-1}$  , พบ peak ของ Mg-O อยู่ในช่วง ที่ wavenumber 750-800  $\text{cm}^{-1}$  และพบ peak ของ ZnO ที่ wavenumber 400-450  $\text{cm}^{-1}$  อยู่ในโครงสร้าง จากการทดสอบหลังจากแช่สารละลาย SBF ที่เวลา 1, 7 และ 14 วัน พบว่าความเข้มของ peak  $\text{PO}_4^{3-}$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  เพิ่มมากขึ้น จากผลการทดลองนี้แสดงว่า AW-GC ที่เติมด้วย 1 mol% Zn และ AW-GC ที่เติมด้วย 5 mol% Zn มีความว่องไวทางชีวภาพภายใน 1 วัน และสามารถเกิดขึ้นของ apatite ได้และมีความว่องไวทางชีวภาพดีกว่า AW-GC ที่ปราศจากสารเจือ

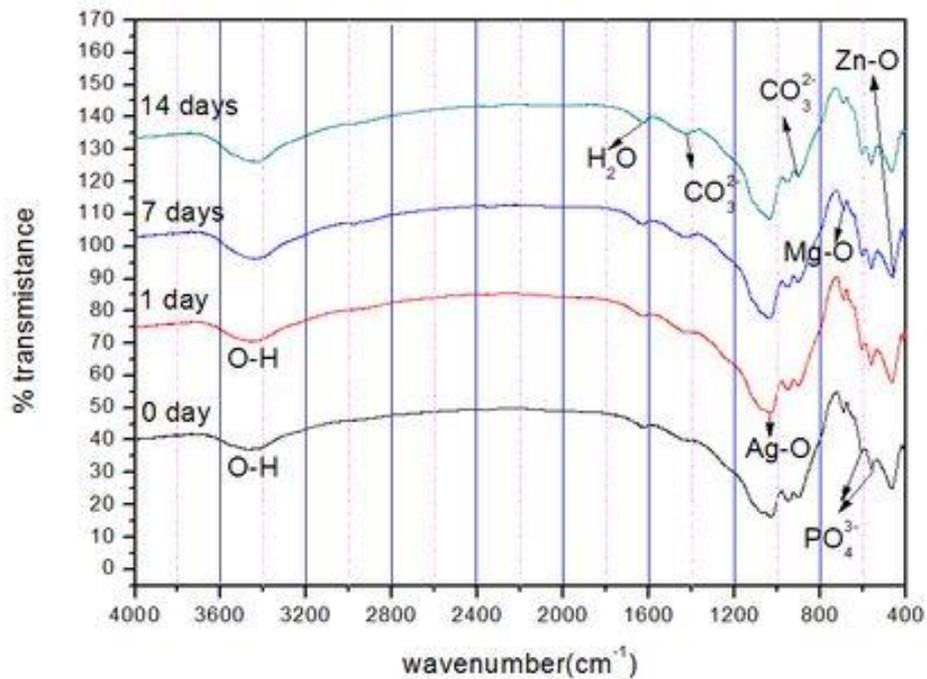


รูปที่ 4.17 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 1 mol% Ag หลังจากแช่ในสารละลาย SBF ในระยะเวลาต่างๆ

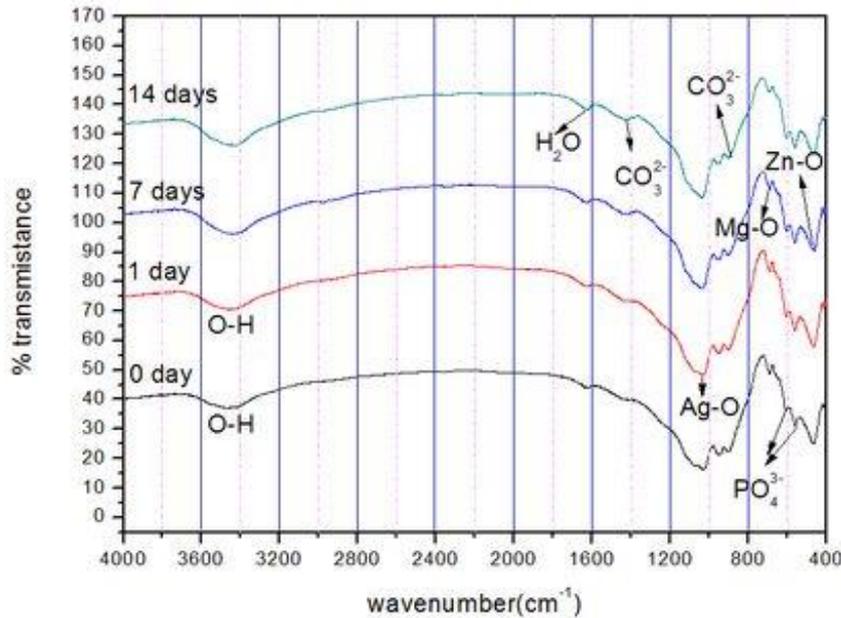
จากรูปที่ 4.17 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC ที่เจือด้วย 1 mol% Ag พบว่าเกิด peak ของ  $\text{PO}_4^{3-}$  ที่ wavenumber 560-610 ( $\text{cm}^{-1}$ ), พบ peak ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  ที่ wavenumber 800-880  $\text{cm}^{-1}$  และ 1400-1500  $\text{cm}^{-1}$ , พบ peak ของ Ag-O ที่ wavenumber 1015-1084  $\text{cm}^{-1}$  เมื่อทำการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 1, 7 และ 14 วัน พบว่าความเข้มของ peak  $\text{PO}_4^{3-}$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  มีเพิ่มมากขึ้น จากผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่า AW-GC ที่เจือด้วย 1 mol% Ag มีความว่องไวทางชีวภาพ สามารถเกิดขึ้นของ Apatite ได้ภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF 1 วัน ซึ่งมีความว่องไวทางชีวภาพมากกว่า AW-GC ที่ปราศจากสารเจือ



รูปที่ 4.18 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC scaffold ที่เติมด้วย 1 mol% Zn and 5 mol% Ag หลังจากแช่ในสารละลาย SBF ในระยะเวลาต่างๆ



รูปที่ 4.19 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 5 mol% Zn และ 1 mol% Ag หลังจากแช่ในสารละลาย SBF ในระยะเวลาต่างๆ



รูปที่ 4.20 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC scaffold ที่เจือด้วย 5 mol% Zn และ 5 mol% Ag หลังจากแช่ในสารละลาย SBF ในระยะเวลาต่างๆ

จากรูปที่ 4.18, 4.19 และ 4.20 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีอินฟราเรดของ AW-GC ที่เจือด้วย 1 mol% Zn และ 5 mol% Ag , AW-GC ที่เจือด้วย 5 mol% Zn 1 mol% Ag และ ของ AW-GC ที่เจือด้วย 5 mol% Zn 5 mol% Ag ตามลำดับ พบว่าเกิดพีทที่ 1035 และ 442  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นพีทของ Si-O-Si asymmetric stretch และ peak ของ  $\text{PO}_4^{3-}$  ที่ wavenumber 560-610  $\text{cm}^{-1}$  , พบ peak ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  ที่ wavenumber 800-880  $\text{cm}^{-1}$  และ 1400-1500  $\text{cm}^{-1}$  ,พบ peak ของ Ag-O ที่ wavenumber 1015-1084 ( $\text{cm}^{-1}$ ) และพบ peak ของ ZnO ที่ wavenumber 400-450 ( $\text{cm}^{-1}$ ) (Shah, Brauer et al. 2015) อยู่ในโครงสร้าง และหลังจากแช่สารละลาย SBF ที่ 1, 7 และ 14 วัน พบว่าความเข้มของ peak  $\text{PO}_4^{3-}$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  มีปริมาณเพิ่มมากขึ้น และผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า AW-GC ที่เจือด้วย 1 mol% Zn และ 5 mol% Ag , AW-GC ที่เจือด้วย 5 mol% Zn 1 mol% Ag และ ของ AW-GC ที่เจือด้วย 5 mol% Zn 5 mol% Ag ซึ่งเป็นการเจือร่วมของ Ag และ Zn มีความว่องไวทางชีวภาพ สามารถเกิดชั้นของ Apatite ได้ภายใน 1 วัน หลังจากแช่ในสารละลาย SBF และมีความว่องไวมากกว่า AW-GC ที่ปราศจากสารเจือ

## ผลการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาความว่องไวทางชีวภาพ

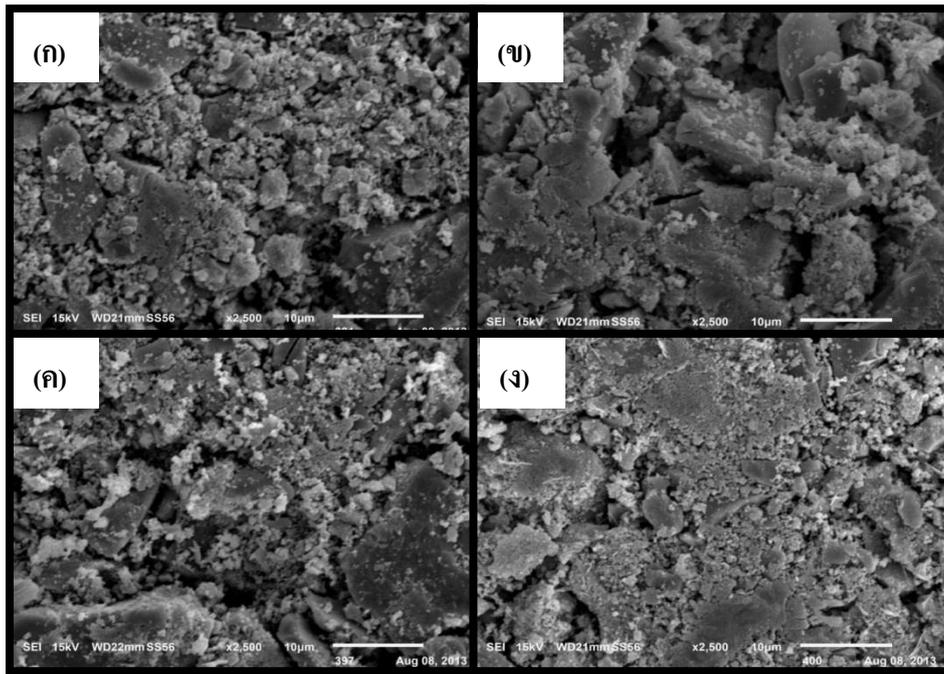
จากการศึกษาพฤติกรรมในหลอดแก้วของชิ้นงานทดลองในสารละลาย SBF ในช่วงเวลาต่าง ๆ ได้ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคดังนี้

ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ AW-GC ที่มีความแตกต่างของปริมาณการเจือซิงค์ก่อนแช่ในสารละลาย SBF มีลักษณะดังรูปที่ 4.21 พื้นผิวของชิ้นทดลองมีลักษณะเหมือนกัน

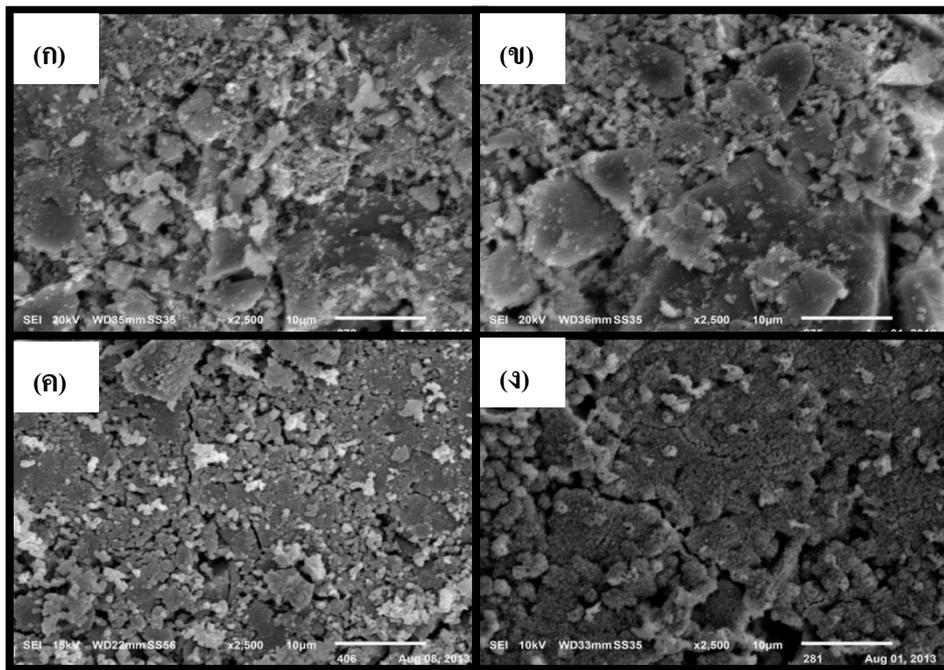
รูปที่ 4.22 เป็นผิวหน้าของชิ้นตัวอย่าง AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn ในปริมาณต่างๆ ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 1 วัน จะเห็นว่าผิวหน้าของชิ้นตัวอย่างที่ปราศจากสารเจือ และตัวอย่างที่เจือด้วย 1 และ 3 mol% Zn ยังไม่มีการเปลี่ยนแปลงใด ๆ แต่ตัวอย่างที่การเจือด้วยซิงค์ 5 mol% เกิดการตกผลึกของ apatite ขนาดเล็กซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR (รูปที่ 4.22 ค และ ง)

รูปที่ 4.23 เป็นผิวหน้าของชิ้นงาน AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn ในปริมาณต่างๆ ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 5 วัน จะเห็นว่าผิวหน้าของชิ้นงานทดลองที่ไม่มีการเจือซิงค์ และเจือด้วยซิงค์ 1 mol% ยังไม่มีการเปลี่ยนแปลงมากนัก แต่เมื่อเจือด้วยซิงค์ 3 mol% ผิวหน้าของชิ้นงานทดลองการตกผลึกของชิ้น apatite อย่างชัดเจน (รูปที่ 4.23 ค) เช่นเดียวกันกับชิ้นงานทดลองที่เจือซิงค์ 5 mol% (รูปที่ 4.23 ง)

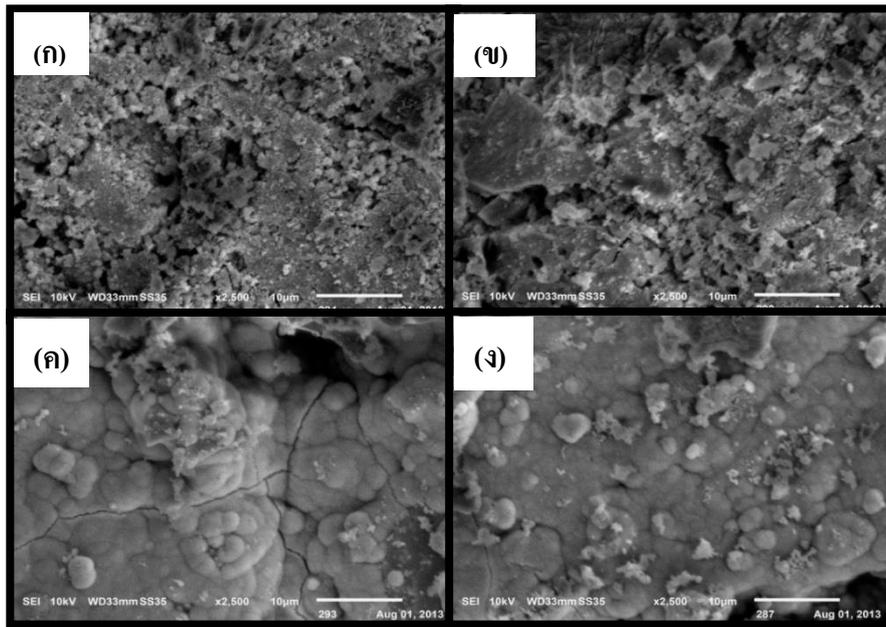
รูปที่ 4.24 เป็นผิวหน้าของชิ้นงาน AW-GC scaffold ที่เจือด้วย Zn ในปริมาณต่างๆ ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 7 วัน จะเห็นว่าผิวหน้าของชิ้นงานทดลองที่ไม่มีการเจือซิงค์ ยังไม่มีการเปลี่ยนแปลง แต่ชิ้นงานทดลองที่เจือซิงค์ 1 mol% บริเวณผิวหน้าของชิ้นงานมีผลึกของ apatite เกิดขึ้นอย่างเห็นได้ชัด (รูปที่ 4.24 ข.) เช่นเดียวกับชิ้นงานที่มีการเจือซิงค์ 3 และ 5 mol% ผิวหน้าชิ้นงานเกิดผลึกของ apatite อย่างหนาแน่น



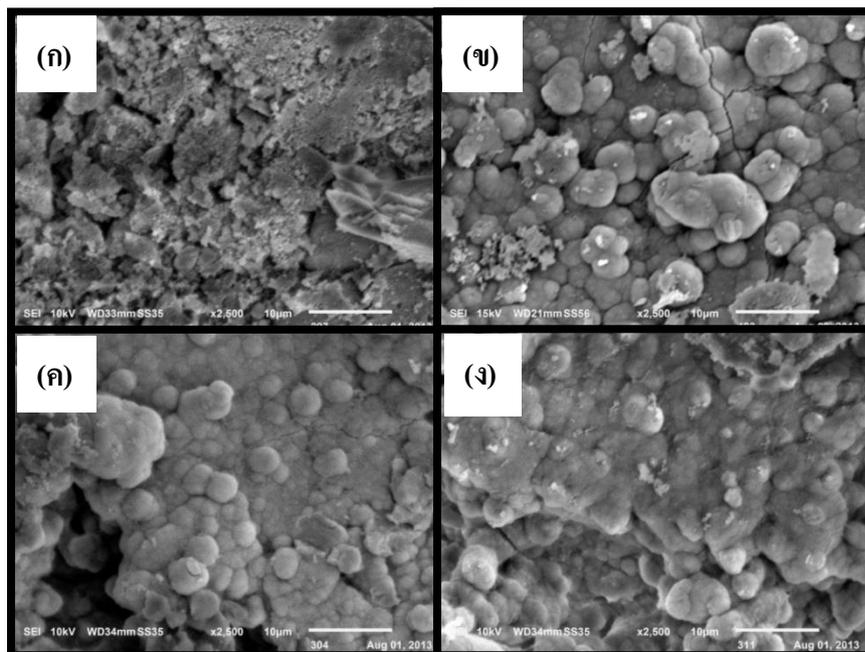
รูปที่ 4.21 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 2500 พื้นผิวของ AW-GC ก่อนแช่ SBF (ก) ปราศจากสารเจือ, (ข) เจือ 1 mol % Zn, (ค) เจือ 3 mol% Zn, (ง) เจือ 5 mol% Zn



รูปที่ 4.22 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 2500 พื้นผิวของ AW-GC ที่ผ่านการแช่ SBF เป็นเวลา 1 วัน (ก) ปราศจากสารเจือ, (ข) เจือ 1 mol% Zn, (ค) เจือ 3 mol% Zn, (ง) เจือ 5 mol% Zn



รูปที่ 4.23 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 2500 พื้นผิวของ AW-GC ที่ผ่านการแช่ SBF เป็นเวลา 5 วัน (ก) ปราศจากสารเจือ, (ข) เจือ 1 mol% Zn, (ค) เจือ 3 mol% Zn, (ง) เจือ 5 mol% Zn



รูปที่ 4.24 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 2500 พื้นผิวของ AW-GC ที่ผ่านการแช่ SBF เป็นเวลา 7 วัน (ก) ปราศจากสารเจือ, (ข) เจือ 1 mol% Zn, (ค) เจือ 3 mol% Zn, (ง) เจือ 5 mol% Zn

#### 4.4 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาผลกระทบของการเจือด้วยซิงค์และซิลเวอร์ใน apatite wollastonite glass ceramic โดยการเตรียมด้วยวิธีโซล-เจล และการนำเจลไปชุบโคมต้นแบบ เมื่อนำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 900°C พบว่า ชิ้นทดลองมีรูปร่างเหมือนโคมต้นแบบ แต่มีขนาดของรูพรุนเล็กกว่าโคมต้นแบบ โดยมีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 300-400 ไมครอน นอกจากนี้ชิ้นทดลอง 2 สูตรคือ สูตร Zn1Ag5 mol% และ Zn5Ag5 mol% มีสีดำเนื่องจาก มีการเจือด้วยซิลเวอร์ในปริมาณมากถึง 5 mol% จากการทดลองนำมาแช่ในสารละลาย SBF ที่ 1, 7 และ 14 วัน เมื่อนำชิ้นตัวอย่างมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD, SEM และ FTIR พบว่า

1. ชิ้นตัวอย่าง Undope จากการวิเคราะห์ XRD พบว่า มีเฟสของ wollastonite( $\text{CaSiO}_3$ ), Hydroxyapatite( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ) และ Whitlockite( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) จากการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่า ชิ้นตัวอย่างมีรูพรุนที่มีขนาดลดลงและเกิดการแตกหักไม่ยึดเกาะเป็นร่างแห ที่พื้นผิวของชิ้นงานเกิดการหลุดร่อนเป็นแผ่นบางๆ และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าหลังจากในสารละลาย SBF 1, 7 และ 14 วัน พบว่าเกิด peak  $\text{PO}_4^{3-}$  ที่ wavenumber 560-610 ( $\text{cm}^{-1}$ ), พบ peak ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  ที่ wavenumber 800-880  $\text{cm}^{-1}$  และ 1400-1500  $\text{cm}^{-1}$  อยู่ในโครงสร้าง และพบ peak Mg-O ที่ wavenumber 750-800  $\text{cm}^{-1}$  หลังจากแช่ SBF ที่ 1, 7 และ 14 วัน พบว่าความเข้มของ peak  $\text{PO}_4^{3-}$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  มีเพิ่มมากขึ้น สามารถเกิดขึ้นของ Apatite ได้ภายใน 7 วัน
2. ชิ้นตัวอย่างเติม 1 mol% Zn และ 5 mol% Zn จากการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าสูตร 1 mol% Zn และ 5 mol% Zn ปรากฏเฟสของ Zincite ( $\text{ZnO}$ ) เพิ่มขึ้นมา ซึ่ง 1 mol% Zn จะมีเฟสของ Zincite( $\text{ZnO}$ ) เพียงเล็กน้อย จากการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่า ที่เติมด้วยซิงค์จะได้ขนาดรูพรุนและการยึดเกาะที่ดีกว่าเติมด้วยซิลเวอร์ และจากการวิเคราะห์ด้วย FTIR พบว่าหลังจากที่แช่สารละลาย SBF ที่ 1, 7 และ 14 วัน จะเกิด peak ของซิงค์ ที่ wavenumber 400-550  $\text{cm}^{-1}$  และ 5 mol% Zn จะมีการสมบัติของ Bioactive glass ceramic มากกว่า 1 mol% Zn
3. ชิ้นตัวอย่างเจือด้วย 1 mol% Ag จากการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่ามีเฟสของ Silver Oxide ( $\text{Ag}_2\text{O}$ ) เกิดขึ้นมา เพียงเล็กน้อย จากการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่าการเจือด้วยซิลเวอร์ ทำให้ชิ้นตัวอย่างมีขนาดรูพรุนที่เล็กลงเมื่อเทียบกับขนาดรูพรุนของโคมต้นแบบ มีการยึดเกาะกันน้อยกว่าตัวอย่าง 1 mol% Zn จึงทำให้เปราะแตกหักง่ายมาก และจากการวิเคราะห์ด้วย FTIR พบว่าหลังจากที่แช่สารละลาย SBF ที่ 1, 7 และ 14 วัน จะเกิด peak ของซิลเวอร์ ที่ wavenumber 1000-1084  $\text{cm}^{-1}$  และเกิดความเข้มของ peak  $\text{PO}_4^{3-}$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  มากขึ้นตามระยะเวลาในการแช่ในสารละลาย SBF

แสดงให้เห็นว่า AW-GC ที่เจือด้วย 1mol% Ag มีสมบัติ Bioactivity ดีกว่า AW-GC ที่ปราศจากสารเจือ

4. ขึ้นตัวอย่างเดิม 1 mol% Zn and 5 mol% Ag , 5 mol% Zn and 1 mol% Ag , และตัวอย่าง 5 mol% Zn and 5 mol% Ag เมื่อวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่า มี Zincite (ZnO) และ Silver Oxide ( $Ag_2O$ ) และสูตร 5mol%Zn 5mol%Ag พบว่ามีเฟสของ Zinc Phosphate( $Zn_3(PO_4)_2$ ) เพิ่มขึ้นมา โดยขึ้นตัวอย่างทุกสูตรจะพบเฟสของ wollastonite ( $CaSiO_3$ ), Hydroxyapatite( $Ca_5(PO_4)_3(OH)$ ) เป็นจำนวนมาก จากการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่า เมื่อทำการเจือซึ่งคร้ร่วมกับซิลเวอร์ลงไปพบว่า ขนาดรูพรุนเล็กลง การยึดเกาะดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับ Undope และจากการวิเคราะห์ด้วย FTIR พบว่าหลังจากที่แช่สารละลาย SBF ที่ 1, 7 และ 14 วัน scaffold มีคุณสมบัติด้าน Bioactivity โดยจะเห็น peak ของ  $PO_4^{3-}$  และ  $CO_3^{2-}$  เด่นชัดมากขึ้นตามระยะเวลาการแช่ในสารละลาย SBF ซึ่ง wavenumber ของ  $PO_4^{3-}$  อยู่ในช่วง  $560-610\text{ cm}^{-1}$  และ wavenumber ของ  $CO_3^{2-}$  อยู่ในช่วง  $800-880\text{ cm}^{-1}$  และ  $1400-1500\text{ cm}^{-1}$  เด่นชัดขึ้น ซึ่งแสดงว่า AW-GC ที่เจือรวม Ag และ Zn มีสมบัติด้านความว่องไวทางชีวภาพดีกว่า AW-GC ที่ปราศจากสารเจือ