

การเตรียมวัสดุชีวภาพจากแคลเซียมซิลิเกตและพอลิเอทิลีนชนิดความ
หนาแน่นสูงโดยใช้ไซเลนเป็นสารคู่ควบ

PREPARATION OF CaSiO_3 /HDPE BIOMATERIALS USING
SILANE COUPLING AGENT

สุพัตรา วรรณโชติ

SUPATTRA WANNACHOTI

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีพอลิเมอร์
บัณฑิตวิทยาลัย
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2550

**PREPARATION OF CaSiO_3 /HDPE BIOMATERIALS USING
SILANE COUPLING AGENT**

SUPATTRA WANNACHOTI

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF MASTER OF
SCIENCE IN POLYMER TECHNOLOGY
SCHOOL OF GRADUATE STUDIES
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG**

2007

COPYRIGHT 2007

SCHOOL OF GRADUATE STUDIES

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมวัสดุชีวภาพจากแคลเซียมซิลิเกตและพอลิเอ- ทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงโดยใช้ไซเลนเป็นสารคู่ควบ
นักศึกษา	นางสาวสุพัตรา วรรณโชติ
รหัสประจำตัว	46064302
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	เทคโนโลยีพอลิเมอร์
ปีการศึกษา	2550
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร. สุภารัตน์ รักชลธิ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผศ.ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการเตรียมวัสดุประกอบระหว่างแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) กับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) โดยเตรียม CaSiO_3 จากแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) กับซิลิกา (SiO_2) ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล จากปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง แล้วนำสารที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และเทคนิคการคายรังสีเอกซ์ (XRF) ทำการเตรียมวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE โดยใช้เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ ใช้ CaSiO_3 0-30% โดยปริมาตร แล้วทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป นำชิ้นงานไปทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าเมื่อปริมาณของ CaSiO_3 เพิ่มขึ้นมีผลให้ค่ามอดุลัสโค้งงอ มอดุลัสกดอัด และค่าความแข็งแรงกดของวัสดุประกอบมีค่าเพิ่มขึ้น แต่ค่าความแข็งแรงโค้งงอและความแข็งแรงกระแทกมีค่าลดลง ซึ่งการใช้ CaSiO_3 25% โดยปริมาตร จะให้สมบัติเชิงกลดีที่สุด จึงทำการปรับปรุงสมบัติของวัสดุประกอบด้วยสารคู่ควบ ไซเลน (CaSiO_3 -S/HDPE) ที่ปริมาณ 1, 2 และ 3% โดยน้ำหนักของ CaSiO_3 พบว่าสมบัติเชิงกลที่ได้หลังจากทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนจะดีขึ้น โดยการใช้ปริมาณสารคู่ควบไซเลน 1%โดยน้ำหนัก จะให้สมบัติเชิงกลดีที่สุด สุดท้ายนำวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE และ CaSiO_3 -S/HDPE ไปแช่ในสารละลายจำลองของเหลวในร่างกายมนุษย์ (SBF) พบการก่อตัวของชั้นไฮดรอกซีแอปาทาइट (HAp) บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ แต่วัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE จะมีอัตราเร็วในการก่อตัวของผลึกไฮดรอกซีแอปาทาइटช้ากว่าวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE ผลดังกล่าวชี้ให้เห็นว่า วัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE และ CaSiO_3 -S/HDPE เป็นวัสดุที่มีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

Thesis Title	Preparation of CaSiO ₃ /HDPE Biomaterials Using Silane Coupling Agent.
Student	Miss Supattra Wannachoti
Student ID	46064302
Degree	Master of Science
Program	Polymer Technology
Year	2007
Thesis Advisor	Asst. Prof.Dr. Suparat Rukchonlatee
Thesis Co-advisor	Asst. Prof.Dr. Punnama Siriphannon

ABSTRACT

This thesis studied the preparation of calcium silicate/high density polyethylene composites (CaSiO₃/HDPE). CaSiO₃ powders were synthesized from calcium carbonate and silica with 1:1 molar ratio by solid-state reaction. The powders were then characterized by X-ray diffractometry (XRD) and X-ray fluorescence spectrometry (XRF) techniques. CaSiO₃ were compounded with HDPE (0-30% by volume) by a twin-screw extruder and shaped by compression molding machine. The mechanical properties of composites were determined and it was found that flexural modulus, compressive modulus and hardness of CaSiO₃/HDPE composites increased while flexural strength and impact strength decreased when CaSiO₃ is increased. The best properties of composites were observed when using CaSiO₃ 25% by volume. Then in order to improve composite properties, CaSiO₃ was modified with silane coupling agent (1-3% by weight of CaSiO₃). It was found that after silane treatment mechanical properties of composites (CaSiO₃-S/HDPE) are better. The best mechanical properties were observed when using 1% of silane coupling agent. Finally, the bioactivity of CaSiO₃/HDPE and CaSiO₃-S/HDPE composites were examined by soaking in simulated body fluid (SBF). It was observed that hydroxyapatite (HAp) layer formed on the surface of composites but CaSiO₃-S/HDPE delayed in vitro hydroxyapatite formation than CaSiO₃/HDPE. The results indicated the bioactivity of CaSiO₃/HDPE and CaSiO₃-S/HDPE composites.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือ ความร่วมมือ ตลอดจนคำแนะนำ และคำปรึกษาต่างๆ ที่เป็นประโยชน์ต่อผู้วิจัยจากบุคคลและองค์กรต่างๆ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร. สุภารัตน์ รักชลธิ และ ผศ.ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน ที่กรุณาให้ความรู้ อบรมเอาใจใส่ ให้คำปรึกษาและกรุณาตรวจทาน แก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์ รศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย และ รศ.ดร. ทวีชัย อมรศักดิ์ชัย อาจารย์คณะกรรมการที่ช่วยกรุณาตรวจทานและแก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้ถูกต้อง สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่าน

ขอขอบพระคุณบิดา-มารดา เพื่อนและน้องๆ พี่ๆ ที่แสนดี ที่คอยให้ความช่วยเหลือ คำแนะนำ และกำลังใจ

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลืออีกมากมายให้การดำเนินการวิจัยนี้สำเร็จ ลุล่วง ซึ่งมีได้กล่าวถึง ณ ที่นี้

คุณค่าและประโยชน์อันพึงมีจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

สุพัตรา วรรณโชติ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VIII
สารบัญรูป.....	IX
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของหัวข้อวิทยานิพนธ์.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ.....	4
2.1 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ.....	4
2.1.1 ปฏิกริยาได้ตอบของร่างกายต่อวัสดุชีวภาพ.....	4
2.1.2 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพตามประเภท ของวัสดุที่ใช้ในการผลิต.....	4
2.1.3 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพตามกลไกการยึดติด ระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ.....	5
2.2 วัสดุประกอบ.....	8
2.3 แคลเซียมซิลิเกต.....	9
2.3.1 ข้อมูลทั่วไปของแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3).....	9
2.3.2 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกต.....	10
2.3.3 สมบัติของแคลเซียมซิลิเกต.....	11
2.3.3.1 สมบัติทางกายภาพของแคลเซียมซิลิเกต.....	11
2.3.3.2 สมบัติทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกต.....	12
2.3.4 การเตรียมแคลเซียมซิลิเกต.....	13

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3.5 การประยุกต์ใช้งานแคลเซียมซิลิเกต.....	15
2.4 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง.....	15
2.4.1 กระบวนการผลิตและตัวเร่งปฏิกิริยา.....	17
2.4.2 สมบัติทั่วไป.....	18
2.4.3 การประยุกต์ใช้งาน.....	19
2.5 สารคู่ควบ.....	20
2.5.1 สารคู่ควบไฮเลน.....	21
2.5.2 การใช้งานและประโยชน์ของสารคู่ควบไฮเลน.....	22
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	23
บทที่ 3 การทดลอง.....	32
3.1 สารเคมี.....	32
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	35
3.3 ขั้นตอนการทดลอง.....	36
3.3.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกต ชนิด Wollastonite.....	36
3.3.2 การปรับปรุงพื้นผิว CaSiO_3 ด้วยสารคู่ควบแกมมาเมทาโครลอกซี โพรพิลไตรเมทอกไฮเลน	39
3.3.2.1 การหาอัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำ ที่เหมาะสมสำหรับสารคู่ควบไฮเลน	39
3.3.2.2 ปริมาณสารคู่ควบไฮเลนที่ใช้เคลือบ CaSiO_3	39
3.3.2.3 การทดสอบการยึดเกาะของสารคู่ควบไฮเลนที่เคลือบ CaSiO_3	40
3.3.3 การเตรียมวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	40
3.3.3.1 การผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่.....	40
3.3.3.2 การขึ้นรูปชิ้นงาน.....	41
3.3.4 การหาปริมาณที่แน่นอนของ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	41

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.5 การศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	42
3.3.5.1 ความแข็งแรงโค้งงอและมอดุลัสโค้งงอ.....	42
3.3.5.2 ความแข็งแรงกระแทก.....	43
3.3.5.3 มอดุลัสกดอัด.....	43
3.3.5.4 ความแข็งกด.....	44
3.3.5.5 ความแข็งแรงดึงและยังมอดุลัส.....	44
3.3.6 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	45
3.3.7 สันฐานวิทยาของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	45
3.3.8 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$ ในระบบจำลองร่างกาย.....	46
3.3.8.1 การเตรียมสารละลายจำลองของเหลวในร่างกายมนุษย์ (SBF).....	46
3.3.8.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$ ในระบบสภาวะคงที่ (Static system).....	47
บทที่ 4 ผลการทดลอง และวิจารณ์ผลการทดลอง.....	49
4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่เตรียมได้.....	49
4.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้.....	49
4.1.2 ภูมิภาคที่เป็นผลึกของแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้.....	50
4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณที่แน่นอนของ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	54
4.3 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	55
4.4 สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	57
4.4.1 ความแข็งแรงโค้งงอและมอดุลัสโค้งงอ.....	57
4.4.2 ความแข็งแรงกระแทก.....	59

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.4.3 มอดูลัสกดอัด.....	59
4.4.4 ความแข็งกด.....	60
4.5 สันฐานวิทยาของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	61
4.6 สมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	63
4.7 การปรับปรุงสมบัติของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ด้วยสารคู่ควบแกมมา เมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน.....	75
4.7.1 อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่เหมาะสม สำหรับสารคู่ควบไซเลน.....	76
4.7.2 ผลการเคลือบอนุภาค CaSiO_3 ด้วยสารคู่ควบไซเลนในปริมาณที่ต่างกัน.....	77
4.7.3 ผลการทดสอบการยึดเกาะของสารคู่ควบไซเลน ที่เคลือบบนอนุภาค CaSiO_3	78
4.7.4 ผลการใช้สารคู่ควบไซเลนในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	79
4.8 การวิเคราะห์หาปริมาณสารที่สลายตัวของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	81
4.9 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	84
4.10 สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	84
4.11 สันฐานวิทยาของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	89
4.12 สมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	90
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ.....	98
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	98
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	99
เอกสารอ้างอิง.....	100
ภาคผนวก ก การคำนวณ.....	104
ภาคผนวก ข เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA.....	109
ภาคผนวก ค รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของสารต่างๆจากฐานข้อมูล JCPDS.....	114
ภาคผนวก ง เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC.....	120

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก จ แผนภาพการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์.....	125
ภาคผนวก ฉ สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	134
ภาคผนวก ช ตารางแสดงค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$	143
ภาคผนวก ซ การกระจายตัวของธาตุต่างๆ จากเทคนิค SEM-EDS.....	145
ประวัติผู้เขียน.....	146

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 การจำแนกประเภทของเซรามิกส์ตามกลไกการยึดติดและตัวอย่างของเซรามิกส์แต่ละประเภท.....	6
2.2 ลักษณะเฉพาะของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพชนิดต่างๆ.....	7
2.3 องค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตชนิด Wollastonite	9
2.4 สมบัติของพอลิโพรพิลีน (PP) ที่ใส่ Wollastonite ทั้งชนิดที่ไม่เคลือบผิวและเคลือบผิวด้วยไซเลนเปรียบเทียบกับกรณีไม่ได้ใส่ Wollastonite.....	15
2.5 สมบัติของ PE ในเกรดต่างๆ.....	16
3.1 สมบัติบางประการของ HDPE เกรด H6007 JU.....	33
3.2 สมบัติบางประการของ CaCO ₃ เกรด OMYACARB-2 ชนิดไม่มีกรดเคลือบผิว.....	33
3.3 สมบัติบางประการของ SiO ₂ เกรด HI-SIL (R) 255-S.....	34
3.4 สมบัติบางประการของสารคู่ควบแกมมาเมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน (gamma-methacryloxypropyltrimethoxy silane, A174).....	34
3.5 สูตรผสมของ CaSiO ₃ กับ HDPE.....	40
3.6 สภาพที่ใช้ในการขึ้นรูปวัสดุประกอบ.....	41
3.7 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF.....	46
3.8 ความเข้มข้นของอินทรีย์ไอออนในสารละลาย SBF และ Blood plasma.....	47
4.1 องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้จากวิธีบดผสมเชิงกล.....	49
4.2 ปริมาณที่แน่นอนของ CaSiO ₃ ที่มีอยู่ในวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE.....	54
4.3 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE.....	55
4.4 อัตราส่วนโดยโมลของธาตุต่างๆ ของวัสดุประกอบ CS 30 ที่แช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน.....	73
4.5 ปริมาณสารที่สลายตัวของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE และ CaSiO ₃ -S/HDPE.....	81
4.6 ค่าสมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ -S/HDPE.....	84
ก.1 องค์ประกอบทางเคมีของ CaSiO ₃ ที่บดผสมเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C.....	105
ก.2 องค์ประกอบทางเคมีของ CaSiO ₃ ที่บดผสมเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C.....	105

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
ก.3 องค์ประกอบทางเคมีของ CaSiO_3 ที่บดผสมเป็นเวลา 6 ชั่วโมง และแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 500°C	106
ฉ.1 ความแข็งแรงโค้งงอของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	135
ฉ.2 โมดูลัสโค้งงอของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	135
ฉ.3 โมดูลัสการดัดของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	136
ฉ.4 ความแข็งแรงกระแทกของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	136
ฉ.5 ความแข็งกดของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	137
ฉ.6 ความแข็งแรงโค้งงอของวัสดุประกอบ CS 25-S.....	137
ฉ.7 โมดูลัสโค้งงอของวัสดุประกอบ CS 25-S.....	138
ฉ.8 โมดูลัสการดัดของวัสดุประกอบ CS 25-S.....	138
ฉ.9 ความแข็งแรงกระแทกของวัสดุประกอบ CS 25-S.....	139
ฉ.10 ความแข็งแรงดึงของวัสดุประกอบ CS 25-S.....	139
ฉ.11 โมดูลัสแรงดึงของวัสดุประกอบ CS 25-S.....	140
ฉ.12 ความแข็งกดของวัสดุประกอบ CS 25-S.....	140
ฉ.13 ความแข็งแรงดึงของ HDPE บริสุทธิ์ เทียบกับ HDPE ที่เติมสารคู่ควบไซเลน ที่ปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก.....	141
ฉ.14 ยั้งโมดูลัสของ HDPE บริสุทธิ์ เทียบกับ HDPE ที่เติมสารคู่ควบไซเลน ที่ปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก.....	141
ฉ.15 เปอร์เซนต์การดึงยืด ณ จุดขาดของ HDPE บริสุทธิ์ เทียบกับ HDPE ที่เติม สารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก.....	142
ช.1 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	144
ช.2 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3 - \text{S}/\text{HDPE}$	144

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 ความว่องไวทางชีวภาพของเซรามิกส์ชีวภาพทั้ง 4 ชนิด.....	7
2.2 โครงสร้างผลึก Wollastonite.....	10
2.3 รูปร่างผลึกของแคลเซียมซิลิเกตชนิด Wollastonite.....	11
2.4 แผนภาพวัฏภาค (Phase diagram) ของ CaO และ SiO ₂	12
2.5 โครงสร้างของสารคู่ควบไซเลน.....	21
2.6 การเกิดปฏิกิริยาของสารคู่ควบไซเลน.....	21
3.1 แผนงานการหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ CaSiO ₃	38
3.2 การทดสอบสมบัติความโค้งงอโดยระบบให้แรง 3 จุด.....	42
3.3 ตัวอย่างชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบความแข็งแรงกระแทก.....	43
3.4 มิตินของชิ้นงานทดสอบสมบัติความแข็งแรงกด.....	44
3.5 ชิ้นงานทดสอบสมบัติความแข็งแรงดึง.....	45
4.1 แพพเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วย วิธีบดผสมเชิงกลผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C.....	50
4.2 แพพเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วย วิธีบดผสมเชิงกลผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 °C.....	51
4.3 แพพเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วยวิธีบดผสมเชิงกล ที่ผ่านการเผาแคลไซน์เปรียบเทียบที่อุณหภูมิ 900 °C และ 1100 °C.....	52
4.4 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ CaSiO ₃ ที่กำลังขยาย 1500.....	53
4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE สูตรต่างๆ ก่อนแช่ในสารละลาย SBF.....	56
4.6 ความแข็งแรงโค้งงอของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE.....	58
4.7 โมดูลัสโค้งงอของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE.....	58
4.8 ความแข็งแรงกระแทกของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE.....	59
4.9 โมดูลัสกดอัดของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE.....	60
4.10 ความแข็งกดของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE.....	60
4.11 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุประกอบ CaSiO ₃ /HDPE ที่กำลังขยาย 1000 เท่า.....	61

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ (30% โดยปริมาตร) ที่กำลังขยาย 1500 เท่า.....	62
4.13 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	63
4.14 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุ HDPE ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน ที่กำลังขยาย 3000 เท่า.....	64
4.15 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ หลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน.....	66
4.16 โครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ CS 30 หลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน (กำลังขยาย 8000 เท่า).....	70
4.17 ผล SEM-EDS แสดงธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS ก่อนการแช่ ในสารละลาย SBF และหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 0-49 วัน.....	70
4.18 โครงสร้างสารคู่ควบแกมมาเมทาโครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน (A174).....	75
4.19 สเปกตรัม FT-IR ของ CaSiO_3 ที่เคลือบด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่ 80/20, 90/10 และ 95/5 โดยปริมาตร.....	76
4.20 สเปกตรัม FT-IR ของ CaSiO_3 ที่เคลือบด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำ 95/5 โดยปริมาตร.....	77
4.21 สเปกตรัม FT-IR ของ CaSiO_3 ที่เคลือบด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก และทำการล้างสารคู่ควบไซเลนด้วย สารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 95/5 โดยปริมาตร.....	78
4.22 สเปกตรัม FT-IR ของวัสดุประกอบ CS 25 ที่ทำการปรับปรุงสมบัติ ด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก.....	79
4.23 กลไกการเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงของสารคู่ควบแกมมาเมทาโครลอกซีโพรพิล ไตรเมทอกซีไซเลนกับ CaSiO_3	80
4.24 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25 จากเครื่อง TGA.....	82
4.25 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-1S จากเครื่อง TGA.....	82

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.26 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-2S จากเครื่อง TGA.....	83
4.27 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-3S จากเครื่อง TGA.....	83
4.28 ความแข็งแรงโค้งงอของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารก่อกวนไซเลน	85
4.29 มอดุลัสโค้งงอของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารก่อกวนไซเลน.....	85
4.30 มอดุลัสกดอัดของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารก่อกวนไซเลน.....	86
4.31 ความแข็งแรงกระแทกของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารก่อกวนไซเลน ...	86
4.32 ความแข็งแรงดึงของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารก่อกวนไซเลน	87
4.33 ย้งมอดุลัสของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารก่อกวนไซเลน.....	87
4.34 ความแข็งกดของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารก่อกวนไซเลน	88
4.35 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE ที่กำลังขยาย 1000 เท่า.....	89
4.36 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังเข้าวัสดุประกอบวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE.....	90
4.37 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE หลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน.....	92
ข.1 TGA เทอร์โมแกรมของ CaCO_3	110
ข.2 TGA เทอร์โมแกรมของ SiO_2	110
ข.3 TGA เทอร์โมแกรมของ HDPE บริสุทธิ์.....	111
ข.4 TGA เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 15.....	111
ข.5 TGA เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 20.....	112
ข.6 TGA เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25.....	112
ข.7 TGA เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 30.....	113
ค.1 รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมออกไซด์.....	115
ค.2 รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคาร์บอเนต.....	116
ค.3 รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของซิลิกอนออกไซด์.....	117
ค.4 รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมซิลิเกต (Wollastonite-2M).....	118
ค.5 รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมฟอสเฟตบอเรต (แอปพาไทต์).....	119
ง.1 DSC เทอร์โมแกรมของ HDPE บริสุทธิ์.....	121

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
ง.2 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS15.....	121
ง.3 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 20.....	122
ง.4 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25.....	122
ง.5 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 30.....	123
ง.6 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-1S.....	123
ง.7 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-2S.....	124
ง.8 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-3S.....	124
จ.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HDPE บริสุทธิ์ หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน.....	126
จ.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 15 หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน.....	127
จ.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 20 หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน.....	128
จ.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25 หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน.....	129
จ.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 30 หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน.....	130
จ.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25-1S หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน.....	131
จ.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25-2S หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน.....	132
จ.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25-3S หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน.....	133
ช.1 การกระจายตัวของธาตุต่างๆ ของวัสดุประกอบ CS 30 ที่ทำการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน (a) 0 วัน (b) 7 วัน (c) 14 วัน และ (d) 21 วัน.....	146
ช.2 การกระจายตัวของธาตุต่างๆ ของวัสดุประกอบ CS 30 ที่ทำการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน (e) 28 วัน (f) 35 วัน (g) 42 วัน และ (h) 49 วัน.....	147

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของหัวข้อวิทยานิพนธ์

ปัจจุบันการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะเทียมที่ผลิตจากวัสดุชีวภาพเพื่อแทนที่อวัยวะและเนื้อเยื่อที่ติดเชื้อหรือบกพร่องในร่างกายมนุษย์เริ่มมีบทบาทสำคัญในทางการแพทย์ ลักษณะเด่นของการรักษาวิธีการนี้คือ สามารถผลิตวัสดุประกอบได้อย่างไม่จำกัด สามารถควบคุมสมบัติและคุณภาพของวัสดุให้เป็นไปตามความต้องการได้ ไม่มีปัญหาด้านสุขภาพที่เกี่ยวกับเนื้อเยื่อและปัญหาด้านศีลธรรม

วัสดุชีวภาพทางการแพทย์มีมากมายหลายชนิดทั้งที่ผลิตจากโลหะ พอลิเมอร์และเซรามิกส์ แต่วัสดุชีวภาพที่มีผู้ให้ความสนใจมากที่สุดได้แก่ วัสดุชีวภาพประเภทที่ใช้เซรามิกส์เป็นวัตถุดิบในการผลิต เนื่องจากเซรามิกส์มีข้อดีหลายประการ เช่น มีความคล้ายคลึงและสามารถเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อของร่างกาย มีความแข็งแรงสามารถทนต่อแรงกดอัดและการขัดสีได้ดี วัตถุดิบเซรามิกส์ที่สำคัญในการผลิตวัสดุชีวภาพคือ ไฮดรอกซีแอปาทาइट ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, HAp) เพราะไฮดรอกซีแอปาทาइटเป็นแร่ธาตุซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักในกระดูกและฟัน [1] จึงเป็นสารที่มีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในร่างกายเพื่อให้เกิดการสร้างพันธะระหว่างอวัยวะเทียมกับเซลล์กระดูกของคนไข้ได้ดี แต่อัตราเร็วในการเชื่อมต่อระหว่างไฮดรอกซีแอปาทาइटกับเซลล์กระดูกค่อนข้างช้าเป็นผลให้ใช้เวลาในการรักษาค่อนข้างนาน จึงได้มีการศึกษาวิจัยเพื่อหาวัสดุอื่นที่มีความอ่อนโยนกว่ามาทดแทนไฮดรอกซีแอปาทาइट ซึ่งแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) เป็นวัสดุเซรามิกส์อีกชนิดหนึ่งที่ได้รับการสนใจมากเช่นเดียวกัน เนื่องจากการศึกษาพบว่าแคลเซียมซิลิเกตสามารถทำให้เกิดการเชื่อมต่อกับกระดูกได้เร็วกว่าไฮดรอกซีแอปาทาइट เนื่องจากมีซิลิกาช่วยเหนียวทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้นสามารถเข้ากับร่างกายได้ดีเช่นเดียวกับไฮดรอกซีแอปาทาइट [2] ถึงแม้แคลเซียมซิลิเกตจะมีความสามารถในการรับแรงกดอัดได้ดีแต่ก็มีข้อเสียในด้านความเปราะ ความแข็งแรงโค้งงอต่ำ ดังนั้นจึงมีการศึกษาวิจัยเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของแคลเซียมซิลิเกต โดยนำพอลิเมอร์ซึ่งเป็นวัสดุที่มีความยืดหยุ่นที่ดีมาขึ้นรูปร่วมกับแคลเซียมซิลิเกตเป็นวัสดุประกอบ

พอลิเอทิลีน (PE) เป็นวัสดุชนิดหนึ่งที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์หลายชนิด เนื่องจากมีสมบัติที่แข็งแรง มีความเหนียว มีความยืดหยุ่น สามารถทนต่อสารเคมีได้ดี และราคาถูก จึงได้นำพอลิเอทิลีนมาใช้เป็นเมตริกซ์ในวัสดุประกอบ [3]

กลุ่มวิจัยได้ศึกษาการเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง CaSiO_3 และพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) [4] พบว่าความแข็งแรงของพื้นที่ยึดเกาะระหว่างวัฏภาค (Interphase) ไม่แข็งแรงนัก เนื่องจาก HDPE เป็นเทอร์โมพลาสติกไม่มีขั้วแต่ CaSiO_3 เป็นสารอนินทรีย์ที่มีขั้ว ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการปรับปรุงสมบัติของพลาสติกที่ผสมกับสารตัวเติมสามารถทำได้โดยใช้สารคู่ควบ (Coupling agent) ซึ่งสามารถช่วยให้พื้นที่ยึดเกาะระหว่างสารตัวเติมและพอลิเมอร์มีความแข็งแรงดีขึ้นทำให้สมบัติเชิงกลที่ได้ดีขึ้น สารคู่ควบที่เลือกใช้ในงานวิจัยนี้คือแกรมมาเมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน (γ -methacryloxypropyl trimethoxy silane, A174)

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง CaSiO_3 กับ HDPE ที่อัตราส่วนต่างๆ
2. ศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบระหว่าง CaSiO_3 กับ HDPE ที่อัตราส่วนต่างๆ
3. ศึกษาปริมาณการใช้สารคู่ควบอแกโนไซเลนที่เหมาะสมที่ช่วยให้สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบระหว่าง CaSiO_3 กับ HDPE ดีขึ้น

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

งานวิจัยนี้เริ่มต้นจากการสังเคราะห์ CaSiO_3 ด้วยวิธีบดผสมเชิงกล แล้วทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ CaSiO_3 ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) และเทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (XRF) จากนั้นเตรียมวัสดุประกอบระหว่าง CaSiO_3 และ HDPE โดยผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ (Twin screw extruder) และขึ้นรูปด้วยเทคนิคการอัดขึ้นรูป (Compression molding) โดยเปลี่ยนปริมาณของ CaSiO_3 ในช่วง 0-30% โดยปริมาตร แล้วทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบที่เตรียมได้ในด้านความแข็งแรงกดอัด (Compressive strength) ความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) ความแข็งแรงกระแทก (Impact strength) ความแข็งกด (Hardness) รวมทั้งศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพในระบบจำลองของร่างกายของวัสดุประกอบที่เตรียมได้ จากนั้นเลือกวัสดุประกอบ CaSiO_3 กับ HDPE สูตรที่มีสมบัติเชิงกลดีที่สุดมาปรับปรุงเพื่อศึกษาผลการใช้สารคู่ควบแกรมมาเมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลนที่ปริมาณ 1, 2 และ 3 % โดยน้ำหนัก ที่มีต่อสมบัติต่างๆของวัสดุประกอบ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถทราบถึงสมบัติความแข็งแรงกดอัด ความแข็งแรงโค้งงอ ความแข็งแรงกระแทก ความแข็งแรงกด และความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ CaSiO_3 กับ HDPE ที่อัตราส่วนต่างๆ
2. สามารถทราบถึงปริมาณสารคู่ควบที่เหมาะสมเพื่อใช้ปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบระหว่าง CaSiO_3 กับ HDPE ให้ดีขึ้น
3. สามารถทราบถึงความเป็นไปได้ที่จะนำวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้มาใช้กับร่างกายมนุษย์

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ [5]

วัสดุที่นำมาใช้ทางการแพทย์เพื่อผลิตอวัยวะเทียมสำหรับใช้ในร่างกายของมนุษย์ เรียกกันทั่วไปว่าวัสดุชีวภาพ (Biomaterials) ในทางการแพทย์วัสดุชีวภาพสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ ได้แก่

1. วัสดุทางชีววิทยา (Biological materials) ได้แก่ เนื้อเยื่อและวัสดุธรรมชาติ
2. อวัยวะเทียม (Artificial Implant materials) ได้แก่ วัสดุสังเคราะห์ที่สามารถทำหน้าที่แทนวัสดุธรรมชาติได้ วัสดุประเภทนี้ผลิตโดยกรรมวิธีและกระบวนการเชิงกลทางไฟฟ้า หรือทางเคมีเพื่อให้วัสดุที่ได้มีสมบัติต่างๆ และสามารถทำหน้าที่ได้เช่นเดียวกับอวัยวะธรรมชาติ

2.1.1 ปฏิกริยาโต้ตอบของร่างกายต่อวัสดุชีวภาพ

สมบัติสำคัญของวัสดุชีวภาพคือ ต้องมีความสามารถในการเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อภายในร่างกายโดยไม่ก่อให้เกิดการตอบสนองที่ผิดปกติของร่างกาย เช่น ไม่ก่อให้เกิดการระคายเคืองและอักเสบของเนื้อเยื่อรอบข้าง ไม่ก่อให้เกิดอาการแพ้ หรือเกิดมะเร็งเป็นต้น ปฏิกริยาโต้ตอบของร่างกายที่มีต่อวัสดุชีวภาพแบ่งได้เป็น 4 ชนิด ดังนี้

1. วัสดุเป็นพิษต่อร่างกาย (Toxic) จะทำให้เนื้อเยื่อเกิดความผิดปกติกลายเป็นมะเร็ง และเป็นผลให้เนื้อเยื่อตาย
2. วัสดุชีวภาพจะถูกหุ้มด้วยถุงเส้นใยที่ไม่ยึดติดกัน (Non-adherent fibrous capsule) เพื่อแยกวัสดุนั้นออกจากร่างกายมนุษย์
3. เนื้อเยื่อสร้างพันธะที่บริเวณรอยต่อระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุชีวภาพ (Bioactive)
4. เนื้อเยื่อสร้างตัวเองแทนที่วัสดุทางชีวภาพ (Dissolution of implant)

2.1.2 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพตามประเภทของวัสดุที่ใช้ในการผลิต [6]

วัสดุชีวภาพสามารถจำแนกประเภทตามวัสดุที่ใช้ผลิต ได้แก่ โลหะ พอลิเมอร์ เซรามิกส์ และวัสดุประกอบ

1. โลหะ (Metals) เช่น ไทเทเนียมและโลหะผสม สแตนเลส ทองคำ และเงิน เป็นต้น ข้อดีของโลหะคือ มีค่าความแข็งแรงดึงและทนแรงกระแทกสูง ทนต่อการกัดกร่อนและมีความเหนียว แต่อาจเกิดการกัดกร่อนจากสารเคมีภายในร่างกายและปล่อยสารที่เป็นพิษต่อ

ร่างกายได้ นอกจากนี้โลหะยังขึ้นรูปได้ยาก ตัวอย่างการนำไปใช้ประโยชน์ทางการแพทย์ เช่น ข้อต่อ รากฟันเทียม กระดูกและส่วนที่ยึดติดกระดูก เป็นต้น

2. พอลิเมอร์ (Polymers) เช่น ยาง ซิลิโคน เทฟลอน ไนลอน เป็นต้น โดยพอลิเมอร์มีความยืดหยุ่นดี ความหนาแน่นต่ำและสามารถผลิตได้ง่าย แต่พอลิเมอร์ไม่แข็งแรงเกิดการเสียดสีภาพเมื่อใช้งานเป็นเวลานาน ตัวอย่างการนำไปใช้งาน เช่น การเย็บดกแต่งบาดแผล ทำเส้นเลือดเทียม จมูกและเนื้อเยื่ออ่อนต่างๆ เป็นต้น
3. เซรามิกส์ (Ceramics) เช่น แคลเซียมฟอสเฟต ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ เป็นต้น ซึ่งวัสดุประเภทนี้มีความเข้ากันได้ดีกับร่างกาย ทนต่อการกัดกร่อน และมีความว่องไวทางชีวภาพแต่เซรามิกส์มีความเปราะและไม่ยืดหยุ่น ตัวอย่างการใช้งานทางการแพทย์ เช่น ฟันปลอม ข้อต่อ เคลือบกระดูกและฟัน เป็นต้น
4. วัสดุประกอบ (Composites) มีความแข็งแรงและมีสมบัติเชิงกลที่หลากหลายสามารถเลือกใช้ตามความเหมาะสมสำหรับการนำไปใช้งานในส่วนต่างๆ ของร่างกายได้ แต่มีขั้นตอนในการผลิตยุ่งยากกว่าวัสดุประเภทอื่น ตัวอย่างการใช้งาน ได้แก่ ข้อต่อซึ่งเป็นส่วนที่รับน้ำหนักมาก ลิ้นหัวใจเทียม เป็นต้น

2.1.3 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพตามกลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ [5, 7]

วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพสามารถแบ่งตามประเภทการตอบสนองของร่างกายและกลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพได้เป็น 4 ประเภท คือ

1. เซรามิกส์ค่อนข้างเฉื่อย (Nearly inert / Bioinert ceramics)

วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพประเภทนี้เมื่อถูกใส่เข้าไปแทนที่อวัยวะภายในร่างกายแล้วไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีหรือเกิดการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก ซึ่งเนื้อเยื่อในร่างกายจะตอบสนองต่อวัสดุชีวภาพชนิดนี้โดยการสร้างเส้นใยขึ้นมาห่อหุ้มวัสดุชีวภาพชนิดนี้เพื่อป้องกันไม่ให้วัสดุชีวภาพนั้นสัมผัสโดยตรงกับเนื้อเยื่อข้างเคียงภายในร่างกาย ข้อด้อยของวัสดุประเภทนี้คือเมื่อเกิดการเคลื่อนที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อจะทำให้ความหนาของชั้นเส้นใยเพิ่มมากขึ้น ซึ่งมีผลให้ความสามารถในการยึดติดกับกระดูกลดลงและอาจเกิดการเลื่อนหลุดของวัสดุได้

2. เซรามิกส์ที่มีรูพรุน (Porous ceramics)

เซรามิกส์ประเภทนี้จะมีรูพรุนซึ่งช่วยลดปัญหาการเลื่อนหลุดได้ โดยร่างกายจะสร้างเนื้อเยื่อใหม่แทรกเข้าไปในรูพรุนของวัสดุซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวช่วยยึดระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อและอวัยวะข้างเคียง ขนาดรูพรุนภายในวัสดุควรมีเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 100 ไมครอน เพื่อให้เส้นเลือดฝอยเจริญเข้าไปหล่อเลี้ยงเนื้อเยื่อภายในรูพรุนได้ แต่ถ้ามีการเคลื่อนที่บริเวณรอยต่อบ่อยๆ อาจจะทำให้เส้นเลือดฝอยขาดทำให้เนื้อเยื่อในรูพรุนตาย เกิดการอักเสบและติดเชื้อได้

3. เซรามิกส์ที่สามารถดูดซับหรือกักเซาะ (Resorbable / Biodegradable ceramics)

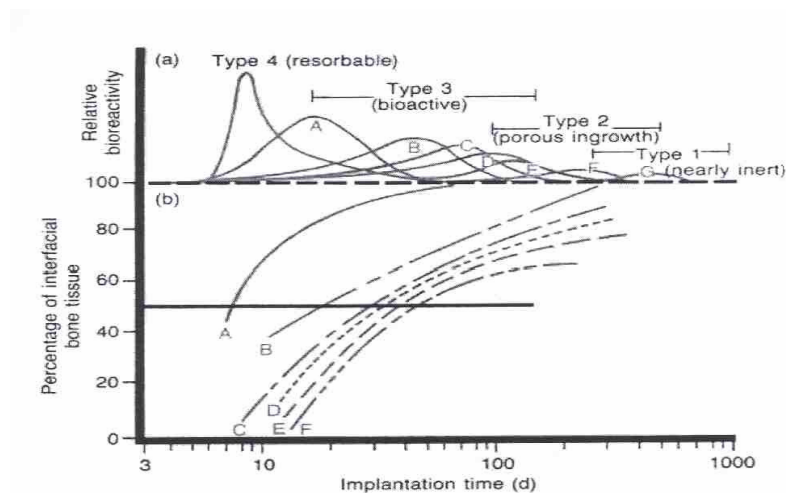
วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพประเภทนี้สามารถย่อยสลายได้เมื่อเข้าไปอยู่ภายในร่างกายและถูกแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อธรรมชาติที่ร่างกายสร้างขึ้นมา ข้อจำกัดของวัสดุประเภทนี้คือ องค์ประกอบของวัสดุประเภทนี้จะต้องสามารถย่อยสลายภายในร่างกายได้ และสารที่เกิดจากการย่อยสลายต้องไม่เป็นพิษกับร่างกายและสามารถถูกกำจัดได้ด้วยระบบเมตาบอลิซึมของร่างกาย ข้อจำกัดที่สำคัญอีกประการหนึ่งของวัสดุประเภทนี้คือ อัตราการย่อยสลายของวัสดุควรมีค่าใกล้เคียงกับอัตราการสร้างเนื้อเยื่อทดแทนของร่างกาย ข้อจำกัดเหล่านี้เป็นผลให้มีวัสดุเพียงไม่กี่ชนิดที่สามารถนำมาใช้งานได้จริง

4. เซรามิกส์ที่ว่องไวทางชีวภาพ (Bioactive ceramics)

เซรามิกส์ประเภทนี้มักมีองค์ประกอบหลักได้แก่ CaO SiO_2 และ P_2O_5 ลักษณะโดยทั่วไปของวัสดุประเภทนี้คือเมื่อใส่เข้าไปในร่างกายแล้วจะเกิดปฏิกิริยาเคมีเฉพาะที่บริเวณรอยต่อของวัสดุกับเนื้อเยื่อ ทำให้เกิดการสร้างสารไฮดรอกซีแอปาทิตเพื่อเชื่อมต่อระหว่างวัสดุชีวภาพกับกระดูกหรือเนื้อเยื่อภายในร่างกาย โดยชั้นไฮดรอกซีแอปาทิตจะช่วยยึดวัสดุชีวภาพกับเนื้อเยื่อจึงช่วยลดปัญหาเรื่องการเลื่อนหลุดที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุชีวภาพได้

ตารางที่ 2.1 การจำแนกประเภทของเซรามิกส์ตามกลไกการยึดติดและตัวอย่างของเซรามิกส์แต่ละประเภท [7]

ชนิดของวัสดุ	ชนิดกลไกการยึดติด	ตัวอย่าง
1. วัสดุค่อนข้างเฉื่อย	ยึดติดด้วยโครงสร้างทางกายภาพ	อลูมินา เซอร์โคเนีย
2. เซรามิกส์ที่มีรูพรุน	ยึดติดด้วยการเจริญเติบโตของเนื้อเยื่อเข้าไปในรูพรุน	ไฮดรอกซีแอปาทิต โลหะที่มีรูพรุนเคลือบด้วยไฮดรอกซีแอปาทิต
3. เซรามิกส์ที่สามารถดูดซับหรือกักเซาะภายในร่างกายได้ สภาวะของสรีระวิทยา	ถูกแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อ	ไทเทเนียมฟอสเฟต Bioactive glasses [®]
4. เซรามิกส์ที่ว่องไวทางชีวภาพ	ยึดติดด้วยพันธะเคมี	Bioactive glasses [®] Bioactive glasses-ceramics ไฮดรอกซีแอปาทิต



รูปที่ 2.1 ความว่องไวทางชีวภาพของเซรามิกส์ชีวภาพทั้ง 4 ชนิด [8] โดยที่วัสดุเซรามิกส์ที่ใช้ได้แก่ (A) 45S5 Bioglass[®] (B) KGC ceravital[®] (C) 55S4.3 Bioglass[®] (D) A/W Glass-ceramic[®] (E) HA[®] (F) KGX ceravital[®] และ (G) Al₂O₃-Si₃N₄

ตารางที่ 2.2 ลักษณะเฉพาะของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพชนิดต่างๆ [9]

วัสดุ	ยังมอดูลัส (GPa)	ความแข็งแรง กดอัด (MPa)	ความแข็งแรง พันธะ (GPa)	ความแข็งกด	ความหนาแน่น (g/cm ³)
Inert Al ₂ O ₃	380	4000	300-400	2000-3000	>3.9
ZrO ₂ (PS)	150-200	2000	200-500	1000-3000	≈ 6.0
Graphite (LTI)	20-25	138	NA	NA	1.5-1.9
Pyrolitic Carbon	17-28	900	270-500	NA	1.7-2.2
Vitreous Carbon	24-31	172	70-207	150-200	1.4-1.6
Bioactive HAP	73-117	600	120	350	3.1
Bioglass	≈ 75	1000	50	NA	2.5
AW GlassCeramic	118	1080	215	680	2.8
Bone	3-30	130-180	60-160	NA	NA

2.2 วัสดุประกอบ [10]

วัสดุประกอบหรือคอมโพสิต (Composites) เป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมและมีการใช้งานอย่างมาก วัสดุประกอบจัดเป็นวัสดุวิศวกรรม (Engineering materials) ที่สำคัญชนิดหนึ่ง ปัจจุบันมีการใช้งานวัสดุประกอบเป็นวัสดุโครงสร้างและรับแรง ทั้งนี้เนื่องจากวัสดุประกอบมีสมบัติที่ดีหลายประการเช่น มีความแข็งแรงสูงแต่น้ำหนักเบา ดังนั้นวัสดุประกอบจึงมีความแข็งแรงจำเพาะ (Specific strength) สูง และมีความอดุลัสจำเพาะ (Specific modulus) สูง

วัสดุประกอบมีองค์ประกอบสองส่วน (หรือมากกว่า) ที่แตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัด (Distinct components) อยู่ด้วยกัน ซึ่งแต่ละองค์ประกอบจะมีความแตกต่างทั้งทางกายภาพและทางเคมี องค์ประกอบสองส่วนหลักของวัสดุประกอบ ได้แก่

1. ส่วนเสริมแรง (Reinforcement) คือ ส่วนที่เป็นโครงสร้างที่ให้ความแข็งแรงแก่วัสดุประกอบ วัสดุที่เป็นส่วนเสริมแรงจะมีความแข็งแรงและมอดุลัสสูง ตัวอย่างของส่วนเสริมแรงที่สำคัญได้แก่ เส้นใย (Fibers) ชนิดต่างๆ เช่น เส้นใยแก้ว (Glass fibers) เส้นใยคาร์บอน (Carbon fibers) เส้นใยเคฟลาร์ (Kevlar fibers) หรืออนุภาคเซรามิกส์เป็นต้น ส่วนเสริมแรงจะเป็นส่วนรับแรงหลัก (Principle load-carrying members) ของวัสดุประกอบ เป็นองค์ประกอบที่ไม่มีความต่อเนื่อง (Discontinuous phase)
2. เมทริกซ์ (Matrix) เป็นวัสดุที่ทำหน้าที่ยึดส่วนเสริมแรงเข้าด้วยกัน ให้อยู่ในตำแหน่งและการเรียงตัวที่กำหนด โดยจะล้อมรอบและปกป้องส่วนเสริมแรงจากการเสียดสีเนื่องจากสิ่งแวดล้อม เช่น อุณหภูมิสูง ความชื้น เป็นต้น มักมีความแข็งแรงและมอดุลัสน้อยกว่าส่วนเสริมแรง เมทริกซ์เป็นองค์ประกอบที่มีความต่อเนื่อง (Continuous phase) จะทำหน้าที่เป็นตัวกลางถ่ายเทแรงที่ได้รับ (Load transfer medium) ไปสู่ส่วนเสริมแรง

การแบ่งชนิดของวัสดุประกอบสามารถแบ่งตามลักษณะของส่วนเสริมแรงสามารถแบ่งชนิดของคอมโพสิตได้ดังนี้

1. วัสดุประกอบแบบเส้นใย (Fibrous composites) คือ วัสดุประกอบที่มีส่วนเสริมแรงเป็นเส้นใย (Fibers) อาจเป็นเส้นใยสั้น (Short fibers) หรือเส้นใยยาวต่อเนื่อง (Continuous fibers) มักเป็นเส้นใยขนาดเล็ก มีความแข็งแรงและมอดุลัสสูง ทำให้วัสดุประกอบมีความแข็งแรงตามแนวการเรียงตัวของเส้นใยสูงกว่าแนวอื่นๆ
2. วัสดุประกอบแบบแผ่นหรือลามิเนต (Laminate composites) คือ วัสดุประกอบที่ประกอบด้วยชั้นหรือแผ่นของวัสดุที่ยึดติดกันเชื่อมด้วยกาว มีลักษณะเป็นชั้นๆ คล้ายแซนวิช (Sandwich) หรือเป็นโครงสร้างคล้ายรังผึ้ง (Honeycomb)

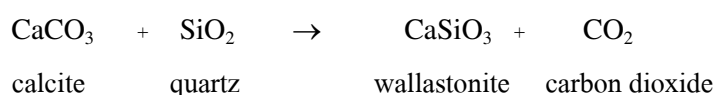
3. วัสดุประกอบแบบเป็นอนุภาค (Particulate composites) คือวัสดุประกอบที่มีส่วนเสริมแรงที่มีลักษณะเป็นเม็ด (Beads) แผ่น (Flake) หรือผง (powder) ที่มีขนาดเล็ก (มักมีขนาดเล็กกว่า 1 ไมครอน)

2.3 แคลเซียมซิลิเกต

2.3.1 ข้อมูลทั่วไปของแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) [11]

แคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) ชนิด Wollastonite ถูกค้นพบในปี ค.ศ.1822 และมีการตั้งชื่อตามผู้ค้นพบ ซึ่งเป็นนักธรณีวิทยาชาวอังกฤษชื่อ William Wollaston แร่ Wollastonite มีการนำมาใช้ในทางการค้าในปี ค.ศ. 1993 ดังนั้นจึงได้มีการศึกษาถึงลักษณะ รูปร่าง วิธีการผลิต และการพัฒนาเพื่อการนำแร่ชนิดนี้มาใช้

Wollastonite สามารถเกิดขึ้นได้ในธรรมชาติ ซึ่งจะเกิดจากการเปลี่ยนแปลงของหินปูนที่มีแคลไซต์ (Calcite, CaCO_3) เป็นองค์ประกอบกับซิลิกา (Silica, SiO_2) โดยจะต้องมีความร้อนและความดันเข้ามาเกี่ยวข้องด้วย ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปดังสมการ



Wollastonite เป็นแร่ธาตุที่ประกอบด้วย CaO 48.28 % และ SiO_2 51.72 % โดยน้ำหนัก ซึ่ง Wollastonite ที่เกิดในธรรมชาติจะมีไอออนของโลหะปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย เช่น อะลูมินัม เหล็ก แมงกานีส โพแทสเซียม และโซเดียม โดยองค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตชนิด Wollastonite แสดงดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 องค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตชนิด Wollastonite [12]

ส่วนประกอบทางเคมี	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
CaO	47.00
SiO_2	50.00
Fe_2O_3	1.00
Al_2O_3	0.30
K_2O	0.10
MnO	0.10
MgO	0.30

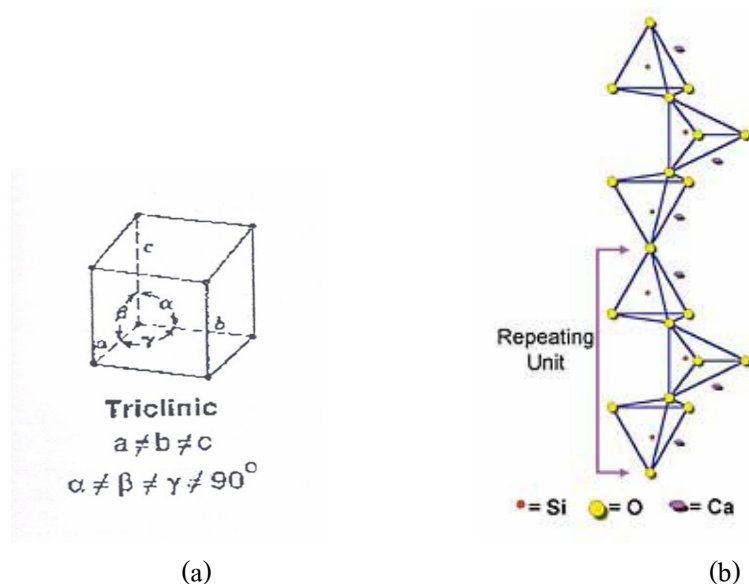
ตารางที่ 2.3 องค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตชนิด Wollastonite (ต่อ)

ส่วนประกอบทางเคมี	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
TiO ₂	0.05
P ₂ O ₅	0.04
Moisture	0.20
Loss on ignition	0.20
Undemined	0.71

2.3.2 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมซิลิเกต [11]

แคลเซียมซิลิเกตจัดอยู่ในกลุ่ม Pyroxenoid และอยู่ในกลุ่มย่อย Inosilicate ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างแบบสายโซ่เดี่ยวซิลิเกต (Single chain silicate) ซึ่งเกิดจากซิลิกา 3 หมู่ที่มีการจัดเรียงตัวแบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) มาเชื่อมต่อกันโดยมีแคลเซียมแทรกอยู่ในช่องออกเตดราฮีดรอล (Octahedral) สารประกอบประเภทนี้มีการจัดเรียงผลึกในหลายแบบ เช่น ไตรคลินิก (Triclinic) โมโนคลินิก (Monoclinic) และเฮกซะโกนอล (Hexagonal)

โดยที่พบส่วนมากจะเป็นผลึกแบบไตรคลินิกซึ่งมีมิติของเซลล์คือ $a = 7.94 \text{ \AA}$, $b = 7.32 \text{ \AA}$, $c = 7.07 \text{ \AA}$, $\alpha = 90.033^\circ$, $\beta = 95.367^\circ$, $\gamma = 103.433^\circ$ และมีปริมาตรต่อหน่วยเซลล์ (V) $397.92 \text{ \AA}^3$



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึก Wollastonite [11]

- (a) การจัดเรียงผลึกแบบ Triclinic
- (b) โครงสร้างแบบสายโซ่เดี่ยวซิลิเกต

2.3.3 สมบัติของแคลเซียมซิลิเกต

2.3.3.1 สมบัติทางกายภาพของแคลเซียมซิลิเกต [13]

1. รูปร่างของผลึก (Crystal shape)

รูปร่างผลึกของ Wollastonite มีรูปร่างแบบแท่งยาวคล้ายเข็ม (Acicular)



รูปที่ 2.3 รูปร่างผลึกของแคลเซียมซิลิเกตชนิด Wollastonite [11]

2. อัตราส่วนความกว้างต่อความยาวของผลึก (Aspect ratio)

ผลึกของ Wollastonite มีอัตราส่วนความกว้างต่อความยาวตั้งแต่ 1:2 ถึง 1:20 ซึ่ง Wollastonite เกรดที่มีค่า Aspect ratio สูงๆ สามารถใช้เป็นสารเสริมแรงได้

3. ความหนาแน่น (Density)

ความหนาแน่นของ Wollastonite บริสุทธิ์จะอยู่ในช่วง $2.87\text{--}3.09\text{ g/cm}^3$ ที่มีค่าเป็นช่วงเนื่องมาจากมีโลหะอื่นเจือปน เช่น อะลูมินัม เหล็ก แมงกานีส โพแทสเซียม และ โซเดียม มาแทนที่แคลเซียมในโครงสร้างผลึก

4. สี (Color)

Wollastonite บริสุทธิ์จะมีสีค่อนข้างขาวแต่ถ้ามีโลหะอื่นเจือปนสีอาจจะเปลี่ยนเป็นสีครีม สีเทา สีชมพู สีนํ้าตาล หรือสีแดง โดยสีจะเป็นตัวบอกละอองเจือปนที่มีอยู่ในพื้นผิวของผลึกหรือโครงสร้างผลึก

5. การขยายตัวทางความร้อน (Thermal expansion)

Wollastonite จะมีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำ $6.5 \times 10^{-6}\text{ mm/mm/}^{\circ}\text{C}$ และมีลักษณะเฉพาะของอัตราส่วนความกว้างต่อความยาว จึงทำให้ Wollastonite มีความต้านทานต่อการเสียสภาพสูงเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว และยังคงรูปร่างเดิมได้ดีที่อุณหภูมิสูง

6. จุดหลอมเหลว (Melting point)

Wollastonite ในธรรมชาติมีจุดหลอมเหลวประมาณ 1540 °C

7. ความแข็งกด (Hardness)

Wollastonite มีค่าความแข็งกดอยู่ในช่วง 5.0-5.5

8. ดัชนีการหักเหแสง (Refractive Index)

Wollastonite มีค่าดัชนีการหักเหแสงที่ 1.63

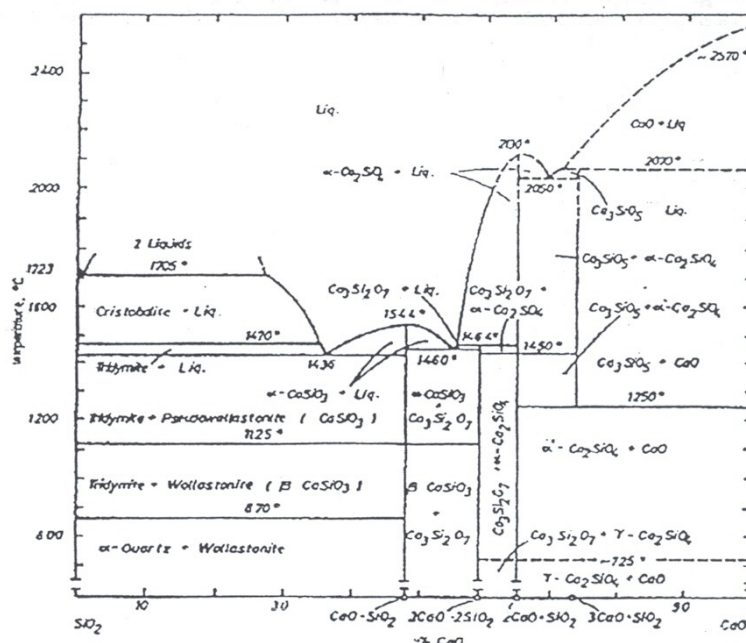
9. ความสว่าง (Brightness)

Wollastonite จะมีความขาวสว่างอยู่ในช่วง 85 ถึง 93

2.3.3.2 สมบัติทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกต [12]

Wollastonite มีสูตรโมเลกุลเป็น CaSiO_3 มีมวลโมเลกุล 116 มีค่า pH อยู่ในช่วง 8-10 และมีความสามารถในการละลายน้ำเท่ากับ 0.0095 g/100 ml

องค์ประกอบของ Wollastonite จะเปลี่ยนตามอุณหภูมิและส่วนประกอบดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แผนภาพวัฏภาคของ CaO และ SiO_2 [14]

1. ความว่องไวทางปฏิกิริยาเคมี

Wollastonite บริสุทธิ์จะค่อนข้างเฉื่อยแต่สามารถละลายน้ำได้บ้าง ปฏิกิริยาแสดงดังสมการ



การเกิด Ca(OH)_2 จะทำให้ค่า pH เพิ่มขึ้น Wollastonite จะเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วกับกรดโดยเฉพาะอย่างยิ่งกรดไฮโดรคลอริก กรดอย่างอื่นที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้คือ กรดซัลฟูริก กรดฟอสฟอริก กรดอะซิติก กรดซิตริก กรดแลกติก และกรดฟอร์มิก เป็นต้น ปฏิกิริยาของ Wollastonite กับกรดฟอสฟอริกแสดงดังสมการ



Wollastonite ที่มีค่า pH สูงจะมีประโยชน์ในอุตสาหกรรมสีโดยช่วยลดความเป็นกรดของพอลิไวนิลอะซิเตต

2. ปริมาณการระเหยของเนื้อสารเมื่อให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 1000 °C (Loss On Ignition, LOI)

Wollastonite มีค่าปริมาณการระเหยของเนื้อสารเมื่อให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 1000 °C (LOI) อยู่ในช่วง 0.5-2.0 % โดยน้ำหนัก

2.3.4 การเตรียมแคลเซียมซิลิเกต

ปัจจุบันเทคนิคการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตที่นิยมใช้มีอยู่ 3 วิธี ได้แก่ วิธีบดผสมเชิงกล (Mechanical mixing) วิธีตกตะกอนร่วม (Coprecipitation method) และวิธีโซลเจล (Sol – gel synthesis) โดยการเตรียมทั้ง 3 วิธีมีหลักการเตรียมสารให้อยู่ในรูปสารประกอบโลหะออกไซด์ซึ่งเป็นสารประกอบที่มีโลหะเป็นแคลเซียมไอออนและออกซิเจนเป็นแอนไอออน

1. วิธีบดผสมเชิงกล (Mechanical mixing) [15]

วิธีบดผสมเชิงกลเป็นการเตรียมสารประกอบออกไซด์เซรามิกส์ด้วยวิธีพื้นฐานที่ง่ายที่สุด ราคาถูกที่สุด และไม่ยุ่งยากซับซ้อน การเตรียมโดยวิธีนี้ทำโดยนำสารตั้งต้นที่เป็นของแข็งมาบดเข้าด้วยกันในหม้อบดผสมเชิงกล (Ball mill) ซึ่งอนุภาคของสารที่ได้จากวิธีการบดผสมเชิงกลจะได้อนุภาคของสารค่อนข้างใหญ่ มีขนาดอนุภาคมากกว่า 1 ไมครอน มีสิ่งเจือปนจากขั้นตอนการบดผสมทำให้ความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ต่ำ ซึ่งเป็นข้อด้อยของการบดผสมเชิงกล หลังจากได้ส่วนที่เป็นสารประกอบออกไซด์ผสมจากการบดแล้ว นำส่วนผสมที่ได้ไปผ่านการเผา (Calcination) ที่อุณหภูมิประมาณ 1100–1400 °C จะได้สารประกอบออกไซด์ของเซรามิกส์

การเตรียม CaSiO_3 โดยวิธีบดผสมเชิงกลสารตั้งต้นที่ใช้คือ CaCO_3 และ SiO_2 บดผสมกันเป็นเวลา 2-6 ชม. และทำการเผาที่อุณหภูมิ $900-1100^\circ\text{C}$

2. วิธีตกตะกอนร่วม (Coprecipitation method) [16]

เทคนิคการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสมวิธีหนึ่งที่ได้ผงเซรามิกส์ที่มีคุณภาพ ทำโดยนำสารละลายที่มีแคลเซียมของสารที่ต้องการตกตะกอนร่วมกันไปผสมกับสารตกตะกอน (Precipitation agent) เช่น แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ได้ตะกอนร่วมของสารประกอบออกไซด์เกิดขึ้น จากนั้นนำสารละลายที่ผ่านการตกตะกอนแล้วไปกรองเพื่อแยกตะกอนออกมาและอบให้แห้ง

ในการเตรียม CaSiO_3 จากวิธีนี้สารตั้งต้นที่ใช้ คือ เตตระเอทิลอโทซิลิเกต ($(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4\text{Si}$, TEOS) และแคลเซียมไนเตรดเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

3. วิธีโซลเจล (Sol – gel synthesis) [17]

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

เทคนิคการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล จะได้สารประกอบออกไซด์ผสมซึ่งมีลักษณะเป็นวัฏภาคอสัณฐาน (Amorphous phase) ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นสามารถผลิตร่างแหอนินทรีย์ได้หลากหลาย โดยร่างแหอนินทรีย์จะเกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคของแข็งที่แขวนลอยในของเหลว (Sol) และการแข็งตัวของโซลกลายเป็นร่างแห (Gel) สารตั้งต้นที่นิยมใช้คือพวกโลหะอัลคอกไซด์ (Metal alkoxides) เพราะสามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) อย่างรวดเร็วกับน้ำ ตัวอย่างของโลหะอัลคอกไซด์ที่นิยมใช้ เช่น เตตระเมทอกซิลเลน (TMOS) และเตตระเอทิลอโทซิลิเกต (TEOS) และอัลคอกไซด์ (Alkoxide) อื่นๆ เช่น อะลูมินา ทิตานา และโบรอน ซึ่งมักนิยมผสมกับ TEOS เทคนิคโซลเจลเริ่มจากการเตรียมสารละลายตั้งต้นจากสารประกอบประเภทอัลคอกไซด์ในตัวทำละลายที่เหมาะสม ซึ่งส่วนใหญ่มักเป็นพวกแอลกอฮอล์ จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และปฏิกิริยารวมตัว (Condensation)

ในการเตรียม CaSiO_3 โดยวิธีโซล-เจลนี้สารตั้งต้นที่นิยมใช้คือ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และโลหะอัลคอกไซด์ เช่น TEOS หรือ TMOS โดยใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย

2.3.5 การประยุกต์ใช้งานแคลเซียมซิลิเกต [18]

การใช้งานของแคลเซียมซิลิเกตชนิด Wollastonite ส่วนใหญ่นิยมใช้กับพลาสติกวิศวกรรม เช่น ไนลอน พอลิเอสเตอร์ เป็นต้น นอกจากนี้ ยังนำมาใช้เป็นสารตัวเติมร่วมกับใยหินในการทำผลิตภัณฑ์จากไฟเบอร์กลาส (เช่น ผ้าเบรก) เพื่อลดต้นทุนการผลิตและยังเป็นการลดอันตรายจากการใช้ใยหินปริมาณสูงๆ ด้วย และในปัจจุบันมีการพัฒนาการใช้งาน CaSiO_3 ในทางการแพทย์โดยนำมาใช้เป็นวัสดุชีวภาพ เช่นเดียวกับสารตัวเติมชนิดอื่นๆ ในการทำให้ Wollastonite กระจายตัวในพอลิเมอร์ได้ดีขึ้น สามารถทำได้โดยการปรับแต่งผิวด้วยไซเลน

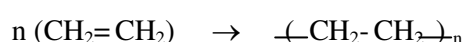
ตารางที่ 2.4 สมบัติของพอลิโพรพิลีน (PP) ที่ใส่ Wollastonite ทั้งชนิดที่ไม่เคลือบผิวและเคลือบผิวด้วยไซเลนเปรียบเทียบกับกรณีไม่ได้ใส่ Wollastonite

สมบัติ	PP	PP/Wollastonite ชนิดไม่เคลือบผิว	PP/Wollastonite ชนิดเคลือบผิว
ความแข็งแรงดึง (psi)	4300	4450	6590
การยืด ณ จุดขาด (%)	575	5.0	3.9
มอดุลัสโค้งงอ (psi)	180,000	535,400	638,800
ความแข็งแรงกระแทก (ft-lb/in)	0.49	0.9	0.7
อุณหภูมิเย็บเบนทางความร้อน (°F, 264 psi)	130	178	200
ความหนาแน่น (g/cm^3)	0.902	1.245	1.260

ซึ่งจากตารางดังกล่าวจะเห็นได้ว่า การเคลือบผิว Wollastonite ด้วยไซเลนจะช่วยปรับปรุงสมบัติของ PP/ CaSiO_3 ให้ดีขึ้น

2.4 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง [19]

พอลิเอทิลีน เป็นพอลิเมอร์ประเภทโอเลฟินส์ชนิดเทอร์โมพลาสติก โดยเตรียมได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเติม (Addition polymerization) ดังสมการ



โครงสร้างของพอลิเอทิลีนประกอบด้วย หน่วยที่ซ้ำกันของเอทิลีนมอนอเมอร์ (Ethylene monomer) โดยชื่อของพอลิเอทิลีนเป็นชื่อที่เรียกตามระบบ IUPAC

พอลิเอทิลีนสามารถแบ่งได้หลายชนิด โดยแต่ละชนิดมีความแตกต่างกันในโครงสร้าง พฤติกรรมและการประยุกต์ใช้งาน ดังนี้

- พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) โครงสร้างมีโซ่กิ่งยาว มีความหนาแน่นต่ำ 0.915-0.935 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) มีโซ่กิ่งที่มีสาขาน้อย มีความเป็นผลึกและความหนาแน่นสูงกว่า LDPE มีความหนาแน่น 0.941-0.967 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- พอลิเอทิลีนเชิงเส้นชนิดความหนาแน่นต่ำ (LLDPE) มีโซ่กิ่งน้อยและสั้นๆ มีความหนาแน่น 0.910-0.925 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- พอลิเอทิลีนเชิงเส้นชนิดความหนาแน่นต่ำมาก (ULDPE) มีความหนาแน่น 0.880-0.912 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- พอลิเอทิลีนเชิงเส้นชนิดมวลโมเลกุลสูง (HMWPE) และ สูงมาก (UHMWPE) มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก 200,000-500,000 กรัม/โมลสำหรับ HMWPE และ 3,000,000 กรัม/โมลสำหรับ UHMWPE

ตารางที่ 2.5 สมบัติของ PE ในเกรดต่างๆ [19]

สมบัติ	LLDPE	LDPE	HDPE	UHMWPE	Polymethylene
ความหนาแน่น (g/cm ³)	0.910-0.925	0.915-0.935	0.941-0.967	0.930	0.980
อุณหภูมิหลอมเหลว (°C)	125	106-112	130-133	132	136
ความแข็งแรงดึง (MPa)	14.0-21.0	6.9-17.2	18.0-30.0	20.0-41.0	34.5
การยืด ณ จุดขาด (%)	200-1200	100-700	100-1000	300	500
มอดูลัสโค้งงอ (MPa)	248-365	415-795	689-1654	-	-
ความแข็งแรงกระแทก (J/m ²)	-	0.67-21.00	27.00-160.00	No break	-
ความแข็งกด (Shore D)	41-53	45-60	60-70	-	-

พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) อาจเรียกว่า พอลิเอทิลีนเชิงเส้น (Linear polyethylene) เพราะพอลิเมอร์มีโครงสร้างเป็นเส้นตรงเกือบตลอด มีโซ่กิ่งบ้างแต่น้อยมาก หรืออาจเรียกว่า พอลิเอทิลีนความดันต่ำ เพราะกระบวนการเตรียมพอลิเมอร์ชนิดนี้ทั่วไปใช้ความดันต่ำกว่าพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ

2.4.1 กระบวนการผลิตและตัวเร่งปฏิกิริยา

1. กระบวนการซีเกลอร์ (Ziegler process)

โพลิเอทิลีนชนิดความดันสูงที่เกิดโดยวิธีนี้ เป็นแบบโคออร์ดิเนชันโดยจะเกิดสารเชิงซ้อนโคออร์ดิเนตระหว่างมอนอเมอร์กับตัวเร่ง ตัวเร่งที่ใช้คือไทเทเนียมเตตระคลอไรด์ กับอะลูมิเนียมอัลคิล ที่ความดันสูงกว่าความดันบรรยากาศเล็กน้อย (2-4 บรรยากาศ) และอุณหภูมิ 50-75 °C ในตัวกลางที่เฉื่อย (Diluent) เช่น น้ำมันดีเซล เฮกเซน หรือโทลูอีนและบรรยากาศไนโตรเจน เนื่องจากพอลิเอทิลีนไม่ละลายในตัวกลางเฉื่อย ดังนั้นเมื่อเกิดเป็นพอลิเมอร์แล้วจะตกตะกอนออกมาหลังจากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันสิ้นสุดลงตัวเร่งซีเกลอร์นั้นจะถูกทำลายลงโดยการเติมแอลกอฮอล์ เช่น เอทานอล เมทานอล หรือโพรพานอล สารทั้งหมดที่เกิดขึ้น (ยกเว้นพอลิเมอร์) สามารถถูกสกัดออกไปโดยกรดไฮโดรคลอริกในแอลกอฮอล์ แล้วนำพอลิเมอร์ที่ได้ไปเหวี่ยงให้ตกตะกอน (Centrifuge) และทำให้แห้งพอลิเอทิลีนที่ได้มีความหนาแน่นประมาณ 0.941 g/cm³

โครงสร้างของพอลิเมอร์ที่ได้จะมีหมู่เอทิลเพียง 5-7 หมู่ต่ออะตอมของคาร์บอน 1,000 อะตอม และไม่ปรากฏโซ่กิ่งที่เป็นหมู่บิวทิล

2. กระบวนการฟิลลิปส์ (Phillip process)

กระบวนการนี้ใช้โครเมียมออกไซด์ที่มีซิกลา หรืออะลูมินาเป็นตัวเร่งในตัวกลางเฉื่อยเช่น ไซโคลเฮกเซน สภาพของปฏิกิริยาอยู่ระหว่างกระบวนการความดันสูงที่ใช้เตรียมพอลิเอทิลีนที่มีความหนาแน่นต่ำ และกระบวนการซีเกลอร์ ความดันประมาณ 30-40 บรรยากาศ อุณหภูมิ 90-160 °C ผลผลิตที่ได้เป็นพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงที่สุด ประมาณ 0.96 g/cm³

3. กระบวนการสแตนคาร์ดอยล์

กระบวนการนี้เป็นกระบวนการที่คล้ายคลึงกับกระบวนการฟิลลิปส์มาก โดยกระบวนการนี้จะเป็นแบบสารละลายโดยใช้เมทัลออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น โมลิบดีนัมไตรออกไซด์บนตัวพอง เช่น อะลูมินา อุณหภูมิที่ใช้ 200-300 °C และความดันที่ใช้โดยทั่วไป 40-100 บรรยากาศ พอลิเมอร์ที่ได้มีความหนาแน่น 0.96 g/cm³ และมีโครงสร้างเชิงเส้นที่เกือบสมบูรณ์เช่นเดียวกับกระบวนการฟิลลิปส์

4. กระบวนการยูเนียนคาร์ไบด์ก๊าซเฟส (Union Carbide gas phase process)

HDPE ที่ผลิตโดยกระบวนการก๊าซเฟส เอทิลีนจะถูกป้อนเข้าสู่กระบวนการเดียวกับ Fluidizing gas อุณหภูมิที่ใช้ 70-100 °C และความดันที่ใช้ 7-20 บรรยากาศ โดยจะใช้โลหะทรานซิชันที่มีประสิทธิภาพสูงแบบฟิลลิปส์ (โครเมียมออกไซด์) หรือซีเกลอร์ (ไทเทเนียม) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เม็ดของพอลิเอทิลีนจะเกิดบนอนุภาคของตัวเร่งซึ่งอยู่ใน Fluidized bed

5. กระบวนการเมทัลโลซีน

กระบวนการนี้เป็นกระบวนการที่ใช้ตัวเร่งใหม่ที่สุด โดยความแปลกใหม่ของกระบวนการนี้มีความแม่นยำในการควบคุมลักษณะที่เหมือนกันของความยาวของสายโซ่ ปริมาณความเป็นกิ่ง และการจัดเรียงตัว (Stereoregularity) ของพอลิเมอร์

เมทัลโลซีนจะมีสูตร L_2MX_2 โดย M คือโลหะทรานซิชันหมู่ 4 เช่น ไทเทเนียม X คือ หมู่แฮโลเจนหรือ อัลคิล ฟีนิล เบนซิล และ L คือลิแกนด์

เมทัลโลซีนเชิงซ้อนที่ใช้จะมี 2 ประเภท คือ ระบบสององค์ประกอบ และระบบ องค์ประกอบเดียวโดยในระบบสององค์ประกอบนั้นผลผลิตจะมากที่ระหว่างอุณหภูมิ 0 - 40°C แต่ จะมีมวลโมเลกุลมากที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งจะใช้ไฮโดรเจนควบคุมมวลโมเลกุล ส่วนในระบบ องค์ประกอบเดียว อุณหภูมิที่เหมาะสมจะอยู่ระหว่าง -20 ถึง 15°C

2.4.2 สมบัติทั่วไป [19]

HDPE มีความเป็นผลึกสูง เนื่องจากมีโครงสร้างเป็นสายโซ่ตรง และมีโซ่กิ่งน้อยมาก ไม่มี ขั้ว มีสมบัติต้านทานทางเคมีสูงและไม่ดูดซึมของผสม ซึ่งจัดว่าเป็นสารที่ป้องกันการซึมผ่านของไอน้ำ (Water vapor barrier) ที่ดี เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี HDPE ที่มีช่วงของน้ำหนักโมเลกุลปานกลางถึง สูง จะมีสมบัติทนทานต่อแรงกระแทกดีมาก

- สมบัติทางแสง (Optical properties) เนื่องจาก HDPE มีความเป็นผลึกสูง และมีดัชนีหักเหจากส่วนที่เป็นผลึกและส่วนที่เป็นอสัณฐานต่างกันมาก ดังนั้นแผ่นฟิล์มบางๆ ของ HDPE จะโปร่งแสงในขณะที่แผ่นฟิล์มบางของ LDPE จะมีลักษณะโปร่งใส
- การละลาย ที่อุณหภูมิห้อง HDPE จะไม่ละลายในตัวทำละลายถึงแม้ว่าจะบวมตัวขึ้น ก็ตาม แต่ HDPE จะสามารถละลายได้ในขณะที่ให้ความร้อนในตัวทำละลายเท่านั้น
- การสลายตัว (Degradation) HDPE ค่อนข้างคงตัวเมื่อให้ความร้อนแต่เมื่อเกิดปฏิกิริยาเคมีที่อุณหภูมิสูงในก๊าซที่มีความเฉื่อยปานกลาง หรือในสุญญากาศจะเกิดการแตกและเชื่อมระหว่างสายโซ่ของพอลิเมอร์ โดยปฏิกิริยานี้จะเห็นได้ชัดที่อุณหภูมิสูงกว่า 290-300°C
- การไหลของ HDPE ที่หลอมเหลว HDPE หลอมเหลวที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงกว่า 10,000 กรัม/โมล ที่อุณหภูมิระหว่าง 140-200°C จะเป็นการไหลแบบนินิวโตเนียน (Non-newtonian liquid) ความหนืดจะลดลงเมื่อความเร็วของของไหลเพิ่มขึ้น แต่เมื่ออุณหภูมิอยู่ที่ 300°C HDPE จะเป็นของไหลแบบนิวโตเนียน (Newtonian liquid)

สมบัติเฉพาะของ HDPE แต่ละชนิดจะขึ้นอยู่กับ 3 ตัวแปร คือ ความหนาแน่น (Density) น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก ($\overline{M}_w$) การกระจายน้ำหนักโมเลกุล (MWD) มีรายละเอียดดังนี้ [20]

- ความหนาแน่น

ความหนาแน่นหรือความถ่วงจำเพาะของ HDPE จะขึ้นอยู่กับปริมาณผลึกที่เกิดขึ้น โดย HDPE จะมีความหนาแน่นประมาณ 0.940-0.965 g/cm³ และพบว่าถ้ามีความหนาแน่นสูงกว่าค่านี้ จะทำให้มีสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสมบัติป้องกันการซึมผ่านดีขึ้น และถ้ามีความหนาแน่นต่ำกว่าค่านี้ ทำให้ค่าความทนทานต่อแรงกระแทก และความต้านทานแรงเค้นจากสภาพแวดล้อม (Environment stress crack resistance, ESCR) ดีขึ้น นั่นคือความสามารถต้านทานรอยแตกที่เกิดจากแรงเค้นเชิงกลและเคมีได้ดีขึ้น

- น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก ($\bar{M}_w$)

ปกติ HDPE จะมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักอยู่ในช่วง 40,000-300,000 กรัม/โมล ซึ่งมีค่าดัชนีการไหล (Melt flow index, MI) อยู่ในช่วง 0.02-100 g/10 min โดยค่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักที่สูงนี้จะทำให้ค่าความทนทานต่อการหลอมเหลว ความเหนียว และ ESCR สูงขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงต้องใช้อุณหภูมิและความดันในกระบวนการแปรรูปสูงเช่นกัน

- การกระจายของน้ำหนักโมเลกุล (MWD)

การกระจายของน้ำหนักโมเลกุลของ HDPE มีการกระจายน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วงแคบ-กว้างขึ้นอยู่กับตัวเร่งปฏิกิริยาและกระบวนการแปรรูปที่ใช้ พบว่า ถ้ามี MWD กว้าง จะทำให้ขึ้นรูปได้ง่ายเพราะส่วนที่เป็นโมเลกุลเล็กๆ จะเข้ามาช่วยหล่อลื่น ขณะเดียวกันจะทำให้เกิดการหดตัว และการงอตัวเพิ่มขึ้น เพราะมีสายโซ่ขนาดโมเลกุลไม่เท่ากัน มีทั้งสายโซ่แบบสั้นและยาวอยู่ด้วยกัน เมื่อขึ้นงานได้รับความเย็นการตกผลึกจะไม่เท่ากัน ความต้านทานต่อแรงกระแทกลดลง และ ESCR เพิ่มขึ้น โดยปกติถ้าทำการผลิต HDPE ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจะทำให้ขึ้นรูปยาก ดังนั้นต้องอาศัย MWD กว้างมากมาช่วย โดยการนำ HDPE ที่มี MWD ที่มีช่วงแคบ 2 ชนิดมารวมกัน

2.4.3 การประยุกต์ใช้งาน [19]

พอลิเอทิลีนได้ถูกใช้งานอย่างแพร่หลายเนื่องจากเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี ทนทานต่อสารเคมี และราคาถูก โดยส่วนใหญ่แล้ว พอลิเอทิลีนจะใช้ทำเป็นฟิล์มสำหรับบรรจุหีบห่อและใช้ในอุตสาหกรรมเพาะปลูก พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงมักนำมาผ่านกระบวนการฉีดขึ้นรูปและนำมาใช้แพร่หลายในผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น ของเล่น หีบห่อต่างๆ รวมถึงอุปกรณ์ทางการแพทย์ด้วย ซึ่งการปรับปรุงสมบัติของพอลิเอทิลีนให้ดีขึ้นนั้นสามารถทำได้โดยการเติมสารเติมแต่ง

สารเติมแต่งที่ใช้ อาจใช้สารป้องกันการเกิดออกซิเดชันเพื่อป้องกันการสลายตัวของ พอลิเมอร์ในระหว่างการใช้งาน หรือใช้สารเสถียรภาพทางแสงอัลตราไวโอเลตเพื่อป้องกันการสลายตัวเนื่องจากแสงอัลตราไวโอเลต นอกจากนี้ยังมีสารเติมแต่งชนิดอื่น เช่น สารตัวเติม (Fillers)

เพื่อลดต้นทุนการผลิต สารเสริมแรง (Reinforcement) ช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกล สารช่วยให้พอง (Blowing agent) และสารหน่วงการติดไฟ (Flame retardants) เป็นต้น

2.5 สารคู่ควบ [21]

ในกระบวนการอุตสาหกรรมเมื่อสารตัวเติมหรือเส้นใยอินทรีย์ถูกทำให้กระจายตัวอยู่ในเมทริกซ์พอลิเมอร์ที่เป็นสารอินทรีย์ทำให้อายุต่อระหว่างผิว (Interphase) ไม่แข็งแรงเนื่องจากความแตกต่างของโมดูลัส สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน ความมีขี้ การดึงดูดทางเคมี และความว่องไวทางเคมี จึงทำให้เกิดปัญหาในทางปฏิบัติมากมาย เช่น

1. การกระจายตัว (Dispersion) ของสารตัวเติมที่เป็นของแข็งในเมทริกซ์ของเหลวทำได้ยาก ทำให้อัตราการกระจายตัวช้าลงและลดการกระจายตัวที่สมดุล จึงมีผลต่อสมบัติของผลิตภัณฑ์สุดท้าย
2. ความแข็งแรง (Strength) ลดลง เนื่องจากความอ่อนแอตรงผิวรอยต่อ
3. ความชื้น (Humidity) ส่งผลให้เกิดความแตกต่างระหว่างการขยายตัวและการหดตัวของ 2 วัสดุทำให้เกิดความไม่เหมาะสมตรงผิวรอยต่อในช่วงที่มีความชื้น โดยความชื้นจะเข้ามาตามรอยต่อทำให้เกิดความอ่อนแอและความแข็งแรงหมดไปในที่สุด

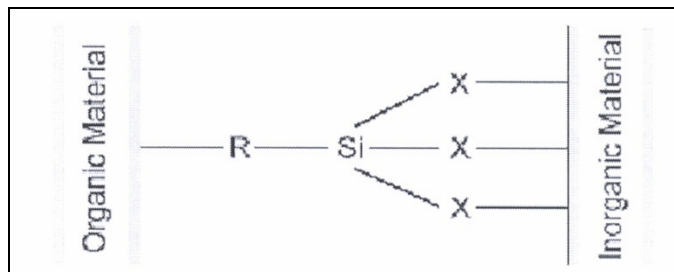
ด้วยเหตุผลทั้งหมด จึงเกิดความแตกต่างที่เห็นได้ชัดตรงรอยต่อระหว่างพอลิเมอร์และสารตัวเติมทำให้เกิดปัญหามากมาย ดังนั้นจึงมีการปรับปรุงความแข็งแรงตรงผิวรอยต่อระหว่างพอลิเมอร์และสารตัวเติมโดยใช้สารคู่ควบ

สารคู่ควบจัดเป็นการปฏิบัติทางเคมีตรงบริเวณรอยต่อเพื่อเอาชนะปัญหาที่เกิดขึ้นโดยมีหลายทฤษฎีที่อธิบายผลที่เกิดขึ้นแตกต่างกันออกไป ดังนี้

1. พันธะโคเวเลนต์ (Primary covalent bond) เกิดจากการเติมสารอินทรีย์ผ่านสารคู่ควบ และพอลิเมอร์อินทรีย์ทำให้เกิดการเชื่อมทางเคมีที่แข็งแรงที่สุดผ่านรอยต่อ ทฤษฎีนี้นิยมนำมาประยุกต์ใช้กับเรซินประเภทเทอร์โมเซต เช่น พอลิเอสเตอร์ชนิดไม่อิ่มตัวและอีพอกซี
2. แรงดึงดูดทางเคมีชนิดทุติยภูมิ (Secondary chemical attractions) เช่น ความมีขี้และพันธะไฮโดรเจนอาจใช้อธิบายความสำเร็จของสารคู่ควบกับเทอร์โมพลาสติก
3. โครงตาข่ายพอลิเมอร์แบบแทรกระหว่างโมเลกุล (Interpenetrating polymer networks, IPN) เมื่อสารคู่ควบทำปฏิกิริยากับผิวของสารอินทรีย์ (Inorganic surface) และซึมผ่านเข้าไปยังเมทริกซ์ประเภทอินทรีย์และเกิดการพอลิเมอร์ไรซ์อยู่ภายในเกิดการเกี่ยว (Interlocking) กับพอลิเมอร์ประเภทสารอินทรีย์นั้น

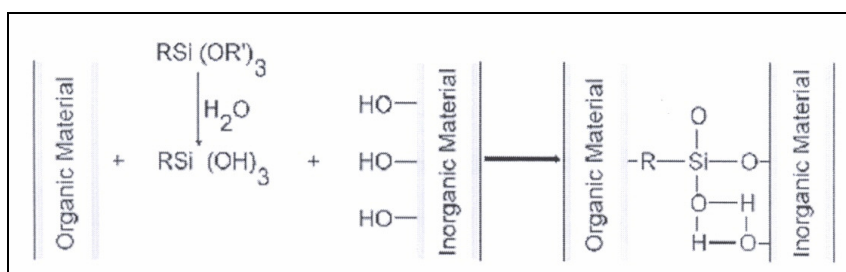
2.5.1 สารคู่ควบไซเลน [22]

สารคู่ควบไซเลน (Silane coupling agents) จัดเป็นสารคู่ควบที่นิยมใช้กันมานาน ซึ่งมีโครงสร้างทั่วไปดังนี้ RSiX_3



รูปที่ 2.5 โครงสร้างของสารคู่ควบไซเลน [22]

โครงสร้างของสารคู่ควบไซเลนจะมีซิลิกอน (Si) เป็นจุดศูนย์กลางของโมเลกุล โดยจะจับกับหมู่ของสารอินทรีย์ (R) เช่น หมู่ไวนิล หมู่อะมิโน หมู่คลอโร หมู่อีพอกซี และหมู่เมอแคปแทน เป็นต้น เพื่อทำหน้าที่ยึดติดกับเมตริกซ์พอลิเมอร์ และในส่วนของหมู่อินทรีย์ (X) เช่น เมทอกซี หรือเอทอกซีจะสามารถเกิดปฏิกิริยากับสารอนินทรีย์ โดยเกิดปฏิกิริยาดังนี้



รูปที่ 2.6 การเกิดปฏิกิริยาของสารคู่ควบไซเลน [22]

หมู่อินทรีย์ (X) จะถูกไฮโดรไลซ์ด้วยน้ำกลายเป็นหมู่ไซลันอล (Silanol) โดยจะทำปฏิกิริยากับผิวของสารตัวเติมและสารคู่ควบเกิดเป็นพันธะระหว่างสารตัวเติมและสารคู่ควบ ขณะที่หมู่อินทรีย์ (R) เกิดปฏิกิริยากับเมตริกซ์พอลิเมอร์ประเภทสารอินทรีย์ด้วยพันธะโควาเลนต์ด้วยเหตุนี้ สารตัวเติม (Filler) สารคู่ควบ และเมตริกซ์พอลิเมอร์จึงกลายเป็นโมเลกุลโควาเลนต์ขนาดใหญ่หนึ่งโมเลกุล

2.5.2 การใช้งานและประโยชน์ของสารก่อกวบไซเลน

สารก่อกวบไซเลนมักจะนิยมใช้ในอุตสาหกรรมชนิดต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมการเคลือบ อุตสาหกรรมเส้นใย อุตสาหกรรมพลาสติก อุตสาหกรรมยางหรืออีลาสโตเมอร์ อุตสาหกรรมการพิมพ์และอุตสาหกรรมสี เป็นต้น

- สารตัวเติมที่มีการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารก่อกวบไซเลนนั้นสามารถกระจายตัวได้ง่ายและทั่วถึงในพอลิเมอร์ในระหว่างกระบวนการผสมและกระบวนการผลิต
- การปรับปรุงพื้นผิวช่วยในเรื่องทำให้ระยะระหว่างพื้นผิวระหว่างสารตัวเติมและเมตริกซ์ใกล้กันมากขึ้น
- ช่วยป้องกันพื้นผิวเกิดการแตก (Crack) รอยบุ๋ม (Notch) และอื่นๆ ที่เกิดขึ้นระหว่างการนำไปใช้งานและเป็นการทำให้วัสดุประกอบมีความแข็งแรง
- ช่วยในเรื่องการกำจัดรอยตำหนิและรอยขีดข่วนบนพื้นผิว
- ช่วยป้องกันสารตัวเติมจากน้ำและความชื้นที่จะทำให้เป็นจุดอ่อนแอบนวัสดุประกอบ
- ช่วยทำให้พันธะระหว่างพื้นผิวมีความแข็งแรงขึ้น ดังนั้นจึงทำให้วัสดุประกอบมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Yu S. และคณะ [23] ศึกษารูปแบบการเกิด HAp และจลนศาสตร์อัตราเร็วของการเกิด HAp บนวัสดุประกอบระหว่าง HAp และพอลิเอสเตอร์ไคโดน (HAp/PEEK) โดยปริมาณ HAp ที่ใช้คือ 10, 20, 30 และ 40% โดยปริมาตรของ PEEK และแช่ในสารละลายจำลองของเหลวในร่างกายมนุษย์ (SBF) เป็นเวลา 28 วัน จากเทคนิคการส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) เทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometry, XRD) และเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตเมทรี (Fourier transform infrared spectrophotometry, FT-IR) พบว่า PEEK บริสุทธิ์ก่อนและหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 28 วันไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงที่พื้นผิวและฟีกของ PEEK ขณะที่วัสดุประกอบ HAp/PEEK ที่ทุกอัตราส่วน พบการเกิดอนุภาคของ HAp อย่างสมบูรณ์ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF ซึ่งยืนยันจากฟีกของ HAp ที่เกิดขึ้นจากเทคนิค XRD ซึ่งความเข้มของฟีกและอัตราเร็วของการเกิดฟีกจะแปรผันตามปริมาณของ HAp ที่ใช้ และจากเทคนิค FTIR พบว่าวัสดุประกอบที่ใช้ HAp 40% มีสเปกตรัมของหมู่ฟอสเฟตที่ 1030 cm^{-1} และสเปกตรัมของหมู่คาร์บอเนตที่ 1460 cm^{-1} การศึกษาจลนศาสตร์เพื่อหาอัตราเร็วของการเกิด HAp ศึกษาโดยใช้เทคนิค SEM ตรวจจับความหนาของชั้น HAp ที่เกิดขึ้นเพื่อคำนวณหาค่าคงที่อัตรา จากความจุการก่อตัวของแอพาไทต์ (Apatite – forming capacity, AFC) ของสารละลาย SBF พบว่าวัสดุประกอบที่ใช้ HAp 40% ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF 28 วัน เกิดการก่อตัวของ HAp มีความหนามากที่สุด ($2.5\text{ }\mu\text{m}$) ซึ่งนำไปคำนวณหาค่าคงที่อัตราได้ $3.15 \times 10^{-9}\text{ }\mu\text{m}^{-2}\text{ s}^{-1}$ ซึ่งมีค่ามากที่สุด สรุปได้ว่าปริมาณและอัตราเร็วของการเกิด HAp ในสารละลาย SBF จะขึ้นกับปริมาณ HAp ที่ใช้ในวัสดุประกอบ

Wang M. และคณะ [24] ได้ทำการศึกษานาโนอนุภาคและสัณฐานวิทยาของ HAp ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบระหว่าง HAp และ HDPE โดยใช้ HAp 2 เกรด ได้แก่ P88HAp และ P81BHAp ทำหน้าที่เป็นส่วนเสริมแรงให้กับ HDPE โดยทำการผสม HAp กับ HDPE ที่สภาวะหลอมเหลว จากนั้นนำวัสดุที่ได้มาบดเป็นเม็ดแล้วนำมาขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป นำมาตัดเตรียมเป็นชิ้นงานตัวอย่างเพื่อนำไปทดสอบ พบว่าเมื่อมีปริมาณของ HAp มากขึ้นจะมีค่ามอดูลัสแรงบิด (Torsional modulus) และค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) เพิ่มขึ้น แต่มีค่าความเครียดการแตกหัก (Fracture strain) ลดลง และพบว่าอนุภาคของ HAp ทั้ง 2 เกรด ให้การเปลี่ยนแปลงสมบัติเชิงกลไปในแนวเดียวกัน โดยวัสดุประกอบที่ได้จาก P88HAp ซึ่งมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า P81BHAp จะมีค่า Torsional modulus และ Tensile strength มากกว่า แต่มีค่า Fracture strain น้อยกว่า เมื่อทำการเปรียบเทียบที่ปริมาณ HAp ที่เท่ากัน เนื่องจากอนุภาคนาโนขนาดเล็กจะมีพื้นผิวสัมผัสมากกว่า ทำให้อันตรกิริยาและการยึดติดระหว่างอนุภาคกับพอลิเมอร์ที่ดีกว่าอนุภาคนาโนขนาดใหญ่ ทำให้สมบัติเชิงกลที่ได้จากการใช้อนุภาคนาโนขนาดเล็กมีประสิทธิภาพมากกว่าการใช้อนุภาคนาโนขนาดใหญ่

และผลจากการตรวจด้วยเทคนิค SEM พบว่า HAp ทั้ง 2 เกรด มีการกระจายตัวที่ดี และเมื่อปริมาณของ HAp เพิ่มขึ้นจะมีค่ามอดุลัสเชิงพลวัต (Dynamic modulus) สูงขึ้น แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะมีค่า Dynamic modulus ลดลง

Juhasz J. A. และคณะ [25] ได้ศึกษาผลกระทบของปริมาณ และขนาดของสารตัวเติมที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับ PE (HAPEX) และ Apatitic-Wollastonite (A-W) กับ PE (A-WPEX) โดย A-W คือสารประกอบระหว่าง HAp และ CaSiO_3 ชนิด Wollastonite ซึ่งขนาดอนุภาคของ A-W ที่ใช้มี 2 ขนาด คือ $6.7 \mu\text{m}$ และ $4.4 \mu\text{m}$ ขณะที่อนุภาคของ HAp ที่ใช้ขนาด $3.4 \mu\text{m}$ และทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณสารตัวเติมในช่วง 10-50 % โดยปริมาตร จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่า HAPEX มีความเคียวการแตกหักที่ต่ำกว่า AWPEX ทั้งนี้เนื่องจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่าง HAp กับ PE แข็งแรงกว่า A-W กับ PE ส่วนผลของขนาดของสารตัวเติมพบว่าขนาดอนุภาคที่มีขนาดเล็กจะมีความแข็งแรงโค้งงอ มอดุลัสโค้งงอมากกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ แต่มีความเคียวการแตกหักที่ต่ำกว่า ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคขนาดเล็กจะมีพื้นผิวสัมผัสมากกว่า ทำให้อันตรกิริยาและการยึดติดระหว่างอนุภาคกับพอลิเมอร์ที่ดีกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ ฉะนั้นการใช้อนุภาคขนาดเล็กส่งผลให้การเสริมแรงมีประสิทธิภาพมากขึ้น วัสดุประกอบมีความแข็งแรงขึ้น และเมื่อมีปริมาณของสารตัวเติมมากขึ้นจะทำให้ความแข็งแรงโค้งงอ และมอดุลัสโค้งงอมีค่าสูงขึ้น แต่มีความเคียวการแตกหักลดลง เนื่องมาจากปริมาณของพอลิเมอร์ระหว่างอนุภาคลดลง ทำให้วัสดุประกอบมีความเปราะมากขึ้นค่าความเคียวการแตกหักจึงมีค่าลดลง

Xue W. และคณะ [26] ได้ทำการศึกษาความว่องไวทางชีวภาพของ Wollastonite โดยการเคลือบ Wollastonite ด้วยวิธีพ่นพลาสมาลงบนโลหะไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) เพื่อศึกษาผลการปลูกถ่ายในเนื้อเยื่อ (Muscle) กระดูกข้อต่อ (Cortical bone) และไขกระดูก (Marrow) ของสุนัขเป็นเวลา 3 เดือน จากเทคนิค Scanning electron microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS) พบว่าจะเกิดชั้นของ Ca-P บนพื้นผิวโลหะไทเทเนียมที่เคลือบด้วย Wollastonite โดยอัตราส่วนของ Ca/P เท่ากับ 1.43 ซึ่งจะใกล้เคียงกับค่า Ca/P ของไฮดรอกซีแอปาทาइटในกระดูก (1.65) ซึ่งกลไกการเกิด HAp เริ่มจาก Wollastonite ละลายในสารละลาย SBF เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนของแคลเซียมของ Wollastonite กับไอออนของไฮโดรเจนของสารละลาย SBF หลังจากนั้นเกิดการก่อตัวของผลึก Ca-P (HAp) บนวิภาคของซิลิกาและผลึกของ HAp ที่ก่อตัวเกิดการขยายตัว ซึ่งภายหลังจากปลูกถ่ายอวัยวะด้วย Wollastonite เป็นเวลา 1 เดือน พบว่ากระดูกสามารถเกิดการเชื่อมต่อนขึ้นใหม่โดยปฏิกิริยาเกิดที่บริเวณของโลหะไทเทเนียมที่เคลือบด้วย Wollastonite ซึ่งแตกต่างจากโลหะไทเทเนียมที่ไม่ได้เคลือบ Wollastonite และลักษณะการเกิดเนื้อเยื่อของเส้นใย (Fibrous) จะเกิดล้อมรอบโลหะไทเทเนียม ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าการใช้ Wollastonite เคลือบที่บนโลหะไทเทเนียมจะให้สมบัติเชิงกลที่ดี โดย Wollastonite มีความสามารถเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อของ

ร่างกายและช่วยเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างชั้น HAp เพื่อซ่อมแซม เนื้อเยื่อ กระดูกข้อต่อ และไขกระดูกของสุนัขที่ใช้ทดสอบได้ดี

Li H. และ Chang J. [27] ทำการศึกษาโครงสร้าง สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบระหว่าง Wollastonite และพอลิเมอร์ร่วมของพอลิไฮดรอกซิลบิวทาเรตและพอลิไฮดรอกซิลวาเลอเรต (PHBV) ที่ทำการขึ้นรูปโดยเทคนิคการอัดขึ้นรูป ซึ่งทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณของ Wollastonite ที่ 20 และ 40% โดยน้ำหนัก และศึกษาความว่องไวทางชีวภาพโดยแช่ในสารละลาย SBF ในระบบสถานะคงที่ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าภายหลังจากการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 14 วันจะเกิดชั้นของ HAp ปกคลุมอยู่โดยมีขนาดของอนุภาคผลึกที่ 100-200 nm จากเทคนิค SEM-EDS จะพบพิกของ Ca และ P ซึ่งมีอัตราส่วนของ Ca/P เป็น 1.65 ซึ่งจะเท่ากับอัตราส่วนของ HAp ในร่างกาย และทำการวัดค่า pH ของสารละลาย SBF พบว่าค่า pH จะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว หลังจากแช่วัสดุประกอบเป็นเวลา 7 วันและค่อยๆลดลงจนคงที่ เทคนิค Inductively Coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES) ใช้วัดการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของไอออน พบว่าความเข้มข้นของ Ca และ Si จะมีค่าเพิ่มขึ้นในช่วง 3 วันแรกและค่อยๆ ลดลงจนคงที่ ขณะที่ความเข้มข้นของ P จะมีค่าลดลงจนคงที่ซึ่งการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นเป็นผลมาจากเกิดการตกตะกอนของ HAp (Ca/P) เนื่องมาจากการเข้าสู่สมดุลของไอออนต่างๆ และการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบระหว่าง Wollastonite/PHBV พบว่าจะให้สมบัติเชิงกลดีที่สุดที่ปริมาณ Wollastonite 40% ซึ่งมีค่าความแข็งแรงกดอัดที่ 0.28 MPa และมีค่ามุมสัมผัสน้ำ (Water contact angle) ที่ 16° ซึ่งมีค่าน้อยที่สุดซึ่งช่วยปรับปรุงสมบัติความชอบน้ำ (Hydrophilicity) ของวัสดุประกอบ Wollastonite/PHBV ให้ดีขึ้น

De Aza P.N. และคณะ [28] ทำการศึกษาความว่องไวทางชีวภาพของ Pseudowollastonite (psW) ซึ่งศึกษาโดยการแช่ในน้ำลายของมนุษย์ (Human parotid saliva) เป็นเวลา 1 เดือน เพื่อเปรียบเทียบกับสถานะที่ใช้สารละลาย SBF ในระบบสถานะคงที่ พบว่าค่า pH จะมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 8.00 เป็น 10.32 ในเวลา 15 นาทีแรก และคงที่ในระยะเวลา 1 เดือน จากเทคนิค SEM พบรูปร่างผลึกของ HAp ปกคลุมผิวของ psW หนาประมาณ 5 - 7 μm ซึ่งสามารถยืนยันด้วยเทคนิค XRD จะพบพิกของ HAp เกิดขึ้น และเทคนิค ICP ใช้วัดการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของไอออนชนิดต่างๆ พบว่า ความเข้มข้นของ Ca และ Si ในน้ำลายที่ใช้ทดสอบจะมีค่าเพิ่มขึ้นและค่อยๆ คงที่ ขณะที่ความเข้มข้นของ P ในน้ำลายจะมีค่าลดลงและค่อยๆ คงที่ การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของไอออนชนิดต่างๆ เกิดจากการตกตะกอนของ HAp เมื่อความเข้มข้นของไอออนต่างๆ เข้าสู่สมดุล โดยจะพบ HAp เกิดขึ้นบนวฏภาคอสัณฐานของซิลิกา ซึ่งเทคนิค EDS จะพบ Si อยู่ระหว่างชั้นของ psW และ HAp ซึ่งลักษณะอนุภาคของ HAp ที่เกิดขึ้นวัดด้วยเทคนิค Transmission electron microscopy (TEM) พบว่าอนุภาคของ HAp มีลักษณะเป็นก้อนกลมมีการจัดเรียงตัวในทิศทาง (111) และ (002) ซึ่งกลไกการเกิดปฏิกิริยาของ psW ในน้ำลายของมนุษย์จะมีลักษณะคล้ายคลึงกับการเกิดปฏิกิริยา

ในสารละลาย SBF ซึ่ง HAp ที่เกิดขึ้นจะมีแร่ธาตุต่างๆ เหมือนกับในกระดูกข้อต่อ และ ส่วนประกอบของฟันของมนุษย์

Wu C. และคณะ [29] ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลและความว่องไวทางชีวภาพของเซรามิกส์ Bredigite ($\text{Ca}_7\text{MgSi}_4\text{O}_{16}$) ที่สังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล แล้วเผาให้ความร้อนที่ 1350°C เป็นเวลา 8 ชม. พบว่าสมบัติเชิงกลที่ได้ของเซรามิกส์ Bredigite มีค่าใกล้เคียงกับ HAp ในงานวิจัยที่ผ่านมา โดยเซรามิกส์ Bredigite จะมีค่าความแข็งแรงโค้งงอ ความแข็งเหนียว (Fracture toughness) และค่ายังมอดุลัสที่ 156 MPa, 1.57 MPa และ 43 GPa ตามลำดับ การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพโดยแช่ในสารละลาย SBF 20 วัน จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ SEM จะพบฟีกของ HAp เกิดขึ้นหลังจาก 7 วันซึ่งความเข้มของฟีกจะเพิ่มตามเวลาที่แช่ในสารละลาย SBF โดยผลึกของ HAp ที่เกิดจะมีรูปร่างเป็นแผ่นวงกลมมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 80-100 nm จากเทคนิค Electron probe X-ray Microanalyzer (EMPA) และ SEM-EDS พบชั้นของ Si มีความหนาประมาณ 70 μm เคลือบบนเซรามิกส์ Bredigite และพบชั้นของ Ca-P หนา 20 μm อยู่บนชั้นของ Si ซึ่งอัตราส่วนของ Ca/P มีค่า 1.65 ซึ่งเท่ากับอัตราส่วน Ca/P ของ HAp เทคนิค ICP ใช้วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ Ca, Si, Mg และ P ในสารละลาย พบว่าความเข้มข้นของ Ca, Mg และ Si มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วภายหลังการแช่ตัวอย่าง และความเข้มข้นของ P มีค่าลดลงอย่างรวดเร็วเช่นกัน การทดสอบความเข้ากันได้ของเซรามิกส์ Bredigite กับเซลล์เนื้อเยื่อ (L922) พบว่าค่า Optical density (OD) จะมีค่าสูงกว่าค่าที่ใช้เป็นตัวควบคุม จึงเกิดการเจริญเติบโตของเซลล์ได้ เทคนิค SEM พบว่ากระดูกสามารถเชื่อมต่อกับเซรามิกส์ Bredigite ได้โดยจะมีความหนาแน่นการเจริญเติบโตของเซลล์ที่ $5,500 \text{ cells/cm}^2$ หลังจากปลูกถ่ายในเซลล์ 5 วัน ซึ่งจากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่ากลไกการเกิด HAp บนเซรามิกส์ Bredigite มีลักษณะคล้ายกับวัสดุชีวภาพประเภท CaO-SiO_2 (CaSiO_3)

Siriphannon P. และคณะ [30] ทำการศึกษาถึงผลโครงสร้างของผง CaSiO_3 ที่มีการก่อตัวของ HAp เมื่อทำการแช่ผง CaSiO_3 ในสารละลาย SBF โดยในงานวิจัยนี้ทำการเตรียม CaSiO_3 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมของแคลเซียมไนเตรดเตตระไฮเดรต ($\text{Ca(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ($\text{Si(OC}_2\text{H}_5)_4$, TEOS) โดยใช้สารละลาย NaOH เป็นสารตกตะกอน และทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 500°C 2 ชม. ซึ่งได้ CaSiO_3 ชนิดออสันฐาน จากนั้นนำบางส่วนของ CaSiO_3 ที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ $1,000^\circ\text{C}$ ได้ $\beta\text{-CaSiO}_3$ และที่อุณหภูมิ $1,400^\circ\text{C}$ ได้ $\alpha\text{-CaSiO}_3$ จากนั้นนำตัวอย่างทั้ง 3 มาแช่ในสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 36.5°C เป็นเวลา 2 ชม. ถึง 30 วัน จากนั้นนำตัวอย่างทั้ง 3 ที่แช่ครบตามระยะเวลาที่ตั้งไปตรวจวิเคราะห์การก่อตัวของ HAp ด้วยเทคนิค SEM, XRD, FT-IR และวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงค่าความเข้มข้นของ Ca Si และ P ในสารละลาย SBF ด้วยเทคนิค ICP จากเทคนิค XRD พบว่า Amorphous CaSiO_3 จะมีฟีกฐานกว้างที่ 2θ เท่ากับ 30° ส่วน $\beta\text{-CaSiO}_3$ และ $\alpha\text{-CaSiO}_3$ ฟีกที่ได้ยืนยันว่าเป็น CaSiO_3 ที่มีความเป็นผลึก ผลการวิเคราะห์ภายหลังการแช่ตัวอย่างในสารละลาย SBF จากเทคนิค XRD พบว่า Amorphous CaSiO_3 จะเกิดฟีก

ของผลึก HAp ที่ $31.7^\circ 2\theta$ ภายหลังจากแช่ 1 วัน และพบฟีกของผลึกแคลไซต์ (Calcite, CaCO_3) รวมอยู่ด้วย เนื่องจากอุณหภูมิในการเผาทำให้วัฏภาคอสัณฐานของ CaCO_3 ยังคงหลงเหลืออยู่ ส่วน $\beta\text{-CaSiO}_3$ และ $\alpha\text{-CaSiO}_3$ เริ่มปรากฏฟีกของ HAp หลังจากแช่เป็นเวลา 1 วัน และ $\alpha\text{-CaSiO}_3$ จะพบฟีกของ Cristobalite อยู่ด้วย ผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าพื้นผิวของ Amorphous CaSiO_3 มีการก่อตัวของกลุ่มอนุภาค HAp ทรงกลมๆ ที่มีขนาดเล็กเมื่อทำการแช่เป็นเวลา 2 ชม. แต่เมื่อแช่นานขึ้น จำนวนของอนุภาค HAp จะมีมากขึ้นทำให้พื้นผิวมีลักษณะขรุขระ ส่วนชิ้นงาน $\beta\text{-CaSiO}_3$ และ $\alpha\text{-CaSiO}_3$ จะมีการก่อตัวของอนุภาค HAp บนพื้นผิวเช่นเดียวกับ Amorphous CaSiO_3 แต่ภายหลังจากแช่เป็นเวลา 1 วัน อนุภาค HAp จะเกาะรวมตัวอย่างแน่นหนา เมื่อระยะเวลาแช่นานขึ้นขนาดของอนุภาคจะใหญ่ขึ้นพร้อมทั้งมีการก่อตัวของอนุภาคใหม่ร่วมด้วย จากผลการตรวจวิเคราะห์ความเข้มข้นของ Ca, Si และ P ในสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่ตัวอย่างทั้ง 3 ชนิดด้วยเทคนิค ICP พบว่า ความเข้มข้นของ Ca และ Si เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในตอนแรก และความเข้มข้นของ P ลดลงอย่างรวดเร็วเช่นกัน โดยที่ Amorphous CaSiO_3 มีการละลายของ Ca จากสารตัวอย่างสูงกว่า $\beta\text{-CaSiO}_3$ และ $\alpha\text{-CaSiO}_3$ ผลของการละลายของ Ca เป็นผลทำให้ pH ของสารละลายเพิ่มสูงขึ้น จึงเกิดการก่อผลึกของ HAp ได้รวดเร็วกว่าตัวอย่างอื่น

Alemanly I.M. และคณะ[31] ทำการศึกษาความว่องไวทางชีวภาพของ Wollastonite ที่มีองค์ประกอบทางเคมีเหมือนกันแต่เตรียมจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ต่างกัน โดยเตรียมจากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิค Solid state (W1) และสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล-เจล (W2) หลังจากนั้นนำ W1 และ W2 ที่เตรียมได้มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $1,000^\circ\text{C}$ และ $1,300^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ผลการตรวจด้วยเทคนิค XRD พบว่าทั้ง W1 และ W2 ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $1,000^\circ\text{C}$ จะได้ Parawollastonite (Wollastonite-2M) และที่อุณหภูมิ $1,300^\circ\text{C}$ จะได้ Pseudowollastonite จากนั้นนำ W1 และ W2 ไปแช่ในสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 36.5°C เป็นเวลา 4 สัปดาห์เพื่อศึกษาสมบัติทางชีวภาพ จากเทคนิค SEM พบว่า W1 จะเกิดผลึกของ HAp อย่างสมบูรณ์หลังจากผ่านไป 3 สัปดาห์ ขณะที่ W2 จะเกิดผลึกของ HAp อย่างสมบูรณ์หลังจากผ่านไปเพียง 1 สัปดาห์ ซึ่งสามารถยืนยันด้วยเทคนิค Energy-dispersive X-ray spectrometry (EDX) โดยจะพบชั้นของ Ca-P เกิดขึ้นที่บริเวณพื้นผิวของ Wollastonite ทั้ง 2 ชนิด และวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของไอออน Ca, Si และ P ในสารละลาย SBF ด้วยเทคนิค ICP พบว่าความเข้มข้นของไอออน Ca และ Si จะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและค่อยๆ คงที่ ขณะที่ความเข้มข้นของไอออน P จะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วและค่อยๆ คงที่ โดยที่อัตราเร็วในการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของไอออนเรียงลำดับได้ดังนี้ $W2-1,000^\circ\text{C} > W2-1,300^\circ\text{C} > W1-1,000^\circ\text{C} > W1-1,300^\circ\text{C}$ และการวัดความหนาของชั้น Ca-P ด้วยเทคนิค SEM โดยการดูพื้นที่ภาคตัดขวาง (Cross section) พบว่าความหนาของชั้น Ca-P จะมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลาที่แช่ในสารละลาย SBF โดยที่ W2-1,000 $^\circ\text{C}$ จะมีความหนามากที่สุด จากการทดลองนี้จะสามารถสรุปได้ว่า W2 จะมีความว่องไวทางชีวภาพมากกว่า W1 เนื่องมาจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่

แตกต่างกันทำให้ได้สารที่มีโครงสร้าง (Microstructure) ที่แตกต่างกัน โดยโครงสร้างที่ต่างกันจะมีผลต่อการปลดปล่อยไอออนชนิดต่างๆ ที่อัตราเร็วต่างกันซึ่งจะมีผลต่อการตกผลึกของ HAp และพบว่า การเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $1,000^{\circ}\text{C}$ จะมีความว่องไวทางชีวภาพมากกว่าที่อุณหภูมิ $1,300^{\circ}\text{C}$ เนื่องจากสารที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมินี้จะได้ Wollastonite-2M ซึ่งไม่เสถียรเท่ากับ Pseudowollastonite จึงสามารถปลดปล่อยไอออนได้รวดเร็วกว่าจึงมีความว่องไวทางชีวภาพมากกว่า

Wang M. และคณะ [32] ทำการศึกษาสมบัติของวัสดุประกอบระหว่าง HAp และ HDPE ที่มีการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการเคลือบไซเลนโดยใช้ไตรเมทอกซีไซลิลโพรพิลเมทาไครเลต (3-trimethoxysilylpropylmethacrylate) และการต่อกิ่งพอลิเอทิลีนด้วยกรดอะคริลิก (Acrylic acid) เพื่อเพิ่มสมบัติการยึดเกาะพันธะของวัสดุประกอบ HAp/HDPE โดยปริมาณของ HAp ที่ใช้คือ 20 และ 40 % โดยปริมาตรของ HDPE แบ่งการปรับปรุงพื้นผิวเป็น 3 ประเภท ประเภทแรกเป็นวัสดุประกอบ HAp/HDPE ที่มีการปรับปรุงด้วยไซเลนเพียงอย่างเดียว ประเภทที่สองเป็นวัสดุประกอบ HAp/HDPE ที่มีการเคลือบด้วยไซเลนและการต่อกิ่งด้วยอะคริลิก และประเภทสุดท้ายวัสดุประกอบ HAp/HDPE ที่ไม่มีการปรับปรุงพื้นผิว จากเทคนิค SEM พบว่าเมื่อทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการเคลือบไซเลนโดยใช้ไตรเมทอกซีไซลิลโพรพิลเมทาไครเลตและการต่อกิ่งพอลิเอทิลีนด้วยกรดอะคริลิก จะทำให้ HAp สามารถกระจายตัวใน HDPE ได้ดีขึ้นและไม่เกาะตัวเป็นก้อน (Agglomerate) จากเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) พบว่าปริมาณของ HAp ไม่มีผลต่ออุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) แต่เมื่อมีการใช้ไซเลนจะทำให้ T_m ลดลงและจะลดลงอีกเมื่อมีการต่อกิ่งบน HDPE ร่วมด้วย ที่เป็นเช่นนี้เพราะสายโซ่ของ HDPE มีการยืดขยายออก สายโซ่จึงมีที่ว่างเพิ่มขึ้นมีความยืดหยุ่นสูงขึ้น ทำให้สายโซ่เคลื่อนที่ได้ง่ายขึ้น แต่เมื่อมีการต่อกิ่งด้วยกรดอะคริลิก จะทำให้มีการกระจายขนาดของผลึกมากกว่าการใช้ไซเลนเพียงอย่างเดียว เพราะการต่อกิ่งทำให้อัตราการเกิดนิวเคลียสลดลง นอกจากนี้ปริมาณที่เพิ่มขึ้นของ HAp ที่มีการใช้ไซเลนทำให้องศาความเป็นผลึกของวัสดุประกอบจะลดลง ในกลุ่มผู้วิจัยนี้ [33] ยังพบอีกว่าการใช้เทคนิค FT-IR พบการเกิดพีกของหมู่คาร์บอนิลที่ความยาวคลื่น $1650-1740\text{ cm}^{-1}$ เมื่อมีการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไซเลนและการต่อกิ่งด้วยกรดอะคริลิก ซึ่งแสดงว่ามีการช่วยเพิ่มสมบัติการยึดเกาะระหว่างวัสดุประกอบ HAp/HDPE โดยสามารถยืนยันด้วยเทคนิค EDX จะพบกลุ่มอะตอมของธาตุ Ca, Si และ P อยู่บนพื้นผิวของอนุภาค HAp การทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าเมื่อทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการเคลือบไซเลนโดยใช้ไตรเมทอกซีไซลิลโพรพิลเมทาไครเลตและการต่อกิ่งพอลิเอทิลีนด้วยกรดอะคริลิก จะช่วยปรับปรุงให้ค่าความแข็งแรงดึงและค่ายังมอดูลัสมีค่าเพิ่มขึ้นแต่ค่าความเครียดแตกหักจะมีค่าลดลง เมื่อเทียบกับวัสดุประกอบ HAp/HDPE ที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการเคลือบไซเลนโดยใช้ไตรเมทอกซีไซลิลโพรพิลเมทาไครเลตและการต่อกิ่งพอลิเอทิลีนด้วยกรดอะคริลิก เนื่องจากกรดอะคริลิกจะทำให้เกิดหมู่คาร์บอกซิล ($-\text{COOH}$) ซึ่งสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับ

HDPE และสามารถทำให้เกิดพันธะไอออนิกกับ HAp ได้ และสมบัติเชิงกลที่ได้จะดีขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ HAp ที่ใช้เพิ่มขึ้น

Singh B. และคณะ [34] ทำการศึกษาวัสดุประกอบระหว่าง Wollastonite/polyester โดยทำการปรับปรุงพื้นผิวของ Wollastonite ด้วยสารคู่ควบแกรมนาเมทราโครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไฮเลน (γ -MPS) ที่ปริมาณ 1% โดยน้ำหนัก เพื่อศึกษาเปรียบเทียบกับ Wollastonite ที่ไม่ได้ปรับปรุงพื้นผิว และทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณของ Wollastonite ที่ใช้ตั้งแต่ 0-60% โดยน้ำหนัก จากการศึกษาสมบัติเชิงกลพบว่าค่าความแข็งแรงดึง ค่ายังมอดุลัส ค่าความแข็งแรงโค้งงอและค่ามอดุลัสโค้งงอมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณ Wollastonite ที่ใช้ โดยมีค่าสูงสุดที่ปริมาณ 50% โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นจะมีค่าลดลงเมื่อใช้ปริมาณ Wollastonite เพิ่มขึ้น ขณะที่ค่าการยืด ณ จุดขาดจะมีค่าลดลงเมื่อปริมาณ Wollastonite ที่ใช้มีค่าเพิ่มมากขึ้น และพบว่าการปรับปรุงพื้นผิว Wollastonite ด้วยสารคู่ควบไฮเลนทำให้ค่าความแข็งแรงดึงและค่ายังมอดุลัสมีค่าเพิ่มขึ้น 39 และ 44% ตามลำดับ ค่าความแข็งแรงโค้งงอและค่ามอดุลัสโค้งงอมีค่าเพิ่มขึ้นประมาณ 5 และ 80% ตามลำดับ และค่าการดูดซึมน้ำ (Water absorption) มีค่าลดลงเมื่อเทียบกับ Wollastonite ที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไฮเลน

Zhang K. และคณะ [35] ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลและความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ poly(L-lactide)/bioactive glass (PLLA/BG) โดยทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารตัวเติม BG ที่ใช้และทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบ 3-อะมิโนโพรพิลไตรเมทอกซีไฮเลน (APS) ปริมาณ 1% โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำมาแช่ในสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 36.5 °C เป็นเวลา 2 สัปดาห์ จากการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ PLLA/BG ที่ไม่มีการปรับปรุงพื้นผิวของสารตัวเติมด้วยสารคู่ควบไฮเลน พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณสารตัวเติม BG จะทำให้ค่ามอดุลัสยืดหยุ่น (Elastic modulus) มีค่าเพิ่มขึ้น แต่ค่าความแข็งแรงดึงและค่าความเครียดการขาด (Break strain) มีค่าลดลง แต่เมื่อทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไฮเลนแล้วจะทำให้ค่ามอดุลัสยืดหยุ่น ค่าความแข็งแรงดึงและค่าความเครียดการขาดมีค่าเพิ่มขึ้น จากเทคนิค SEM จะพบอนุภาคของสารตัวเติม BG สามารถกระจายในวัฏภาค PLLA ได้ดีขึ้นภายหลังจากทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไฮเลน และเทคนิค FT-IR จะพบพีกของหมู่อะมิโน (NH_2) ปรากฏที่ตำแหน่ง 1587 cm^{-1} และพบพันธะ (C-H) ที่ตำแหน่ง 2932 cm^{-1} การศึกษาความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ PLLA/BG และ PLLA/BG-S พบว่าวัสดุประกอบ PLLA/BG ที่ไม่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไฮเลน พบรูปร่างผลึกของ HAp ปกคลุมพื้นผิวหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 1 สัปดาห์ ซึ่งสามารถยืนยันได้ด้วยเทคนิค XRD ขณะที่วัสดุประกอบ PLLA/BG ที่ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไฮเลนจะสามารถพบรูปร่างผลึกของ HAp ปกคลุมพื้นผิวหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 2 สัปดาห์ สาเหตุที่วัสดุประกอบ PLLA/BG ที่ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไฮเลนมีความว่องไวทางชีวภาพน้อยกว่ามีผลเนื่องมาจากบริเวณพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยาถูกเคลือบด้วยสารคู่ควบ

ไฮเลน ทำให้อัตราการแลกเปลี่ยนไอออนของวัสดุประกอบด้วยสารละลาย SBF ลดลงมีผลทำให้เกิดผลึก HAp ได้ช้าลง

Hashimoto M. และคณะ [36] ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ HDPE/TiO₂ เพื่อใช้เป็นวัสดุในการซ่อมแซมกระดูก โดยทำการปรับปรุงพื้นผิว TiO₂ ด้วยสารคู่ควบแกรมนาเมทราไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไฮเลน (γ -MPS) ที่ปริมาณ 1% โดยน้ำหนัก เพื่อเปรียบเทียบกับ TiO₂ ที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮเลน โดยทำการเปลี่ยนแปลงความดันที่ใช้ในระหว่างกระบวนการอัดขึ้นรูปขึ้นระหว่าง 2.5 - 5.8 MPa และปริมาณของ TiO₂ ที่ใช้คือ 40% โดยปริมาตร จากเทคนิค FT-IR พบการเกิดฟิสิกของหมู่คาร์บอนิลที่ความยาวคลื่น 1720 cm⁻¹ ฟิสิกของพันธะ (C-O-C) ที่ความยาวคลื่น 1162 cm⁻¹ ฟิสิกของพันธะ (Si-O-Si) ที่ความยาวคลื่น 1106 และ 1035 cm⁻¹ และพบฟิสิกของพันธะ (Si-O-Ti) ที่มีการสั่นแบบยืด (Stretching) ที่ความยาวคลื่น 940 cm⁻¹ เมื่อทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮเลน และจากการศึกษาสมบัติเชิงกลพบว่าเฉพาะวัสดุประกอบ HDPE/TiO₂ ที่มีการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮเลนเท่านั้นจะมีค่าความแข็งแรงโค้งงอและค่ายังมอดุลัสเพิ่มมากขึ้นเมื่อใช้ความดันเพิ่มขึ้นในระหว่างกระบวนการขึ้นรูป โดยจะมีค่าความแข็งแรงโค้งงอและค่ายังมอดุลัสคือ 65 MPa และ 10 GPa ตามลำดับ ที่ความดัน 5 MPa เนื่องมาจากการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮเลนจะทำให้เกิดพันธะโคเวเลนต์ระหว่าง HDPE และ TiO₂ ซึ่งจะทำให้ไม่เกิดช่องว่างระหว่างภูมิภาคผิวจึงทำให้สมบัติเชิงกลที่ได้ดีกว่าวัสดุประกอบ HDPE/TiO₂ ที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮเลน

Selvin P. T. และคณะ [37] ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ PS/TiO₂ โดยทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารตัวเติม TiO₂ ที่ปริมาณ 0-20% โดยน้ำหนักและทำการปรับปรุงพื้นผิว TiO₂ ด้วย 3-อะมิโนเอทอกซีไฮเลนที่ปริมาณ 0.1, 0.5 และ 1.0% โดยน้ำหนัก จากการศึกษาสมบัติเชิงกลพบว่า ค่ายังมอดุลัส ค่าความแข็งแรงดึง ค่าการยืด ณ จุดขาด ค่าความแข็งแรงกระแทก ค่าความแข็งแรงโค้งงอและค่ามอดุลัสโค้งงอวัสดุประกอบ PS/TiO₂ ที่ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮเลนจะมีค่าสูงกว่าวัสดุประกอบ PS/TiO₂ ที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮเลน และพบว่าสมบัติเชิงกลที่ได้มีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารตัวเติมที่เพิ่มขึ้น โดยจะมีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดเมื่อใช้ปริมาณ TiO₂ ที่ 10% โดยน้ำหนัก และปริมาณของสารคู่ควบไฮเลนที่ปริมาณ 0.5% โดยน้ำหนัก ทำให้ได้สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ PS/TiO₂ ที่ดีที่สุด

วรรัตน์ สุธิสุขสถาพร และคณะ [38] ศึกษาการเตรียม สมบัติเชิงกล และความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบระหว่าง HAp กับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (HAp/PET) และ CaSiO₃ กับพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (CS/PET) โดยเริ่มจากการเตรียมวัตถุดิบเซรามิกส์ ได้แก่ HAp และ CaSiO₃ ด้วยวิธีตกตะกอนทางเคมี และสังเคราะห์สารประกอบวงโพลิโกเอทิลีนเทอเรพทาเรต (C-PET) จากปฏิกิริยาดิพอลิเมอร์ชันแบบปิดวงของ PET จากนั้นเตรียมวัสดุประกอบโดยนำวัตถุดิบเซรามิกส์ C-PET และมี Dibutyltinoxide (DBTO) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำการอัดเป็นก้อน

ทรงกระบอกจากนั้นนำก้อนวัสดุประกอบไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของ C-PET ที่อุณหภูมิ 250°C และนำก้อนวัสดุประกอบที่ได้ไปทดสอบสมบัติความแข็งแรงกดอัด พบว่าค่าความแข็งแรงกดอัดของก้อนวัสดุประกอบทั้งสองชนิดมีค่าสูงกว่าก้อนเซรามิกสับริสุทธิ์ และค่าความแข็งแรงกดอัดของวัสดุประกอบ CS/PET มีค่ามากกว่าวัสดุประกอบ HAp/PET โดยที่อัตราส่วน CS/PET ที่ 50:50 มีค่า 31 MPa และอัตราส่วน HAp/PET ที่ 50:50 มีค่า 29 MPa นอกจากนี้ยังพบว่าวัสดุประกอบที่มีอัตราส่วนของ PET มากขึ้นจะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงกดอัดมากขึ้น เมื่อนำวัสดุประกอบทั้งสองชนิดไปทดสอบสมบัติทางชีวภาพโดยนำไปแช่ในสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 36.5°C เป็นเวลา 28 วัน ภายหลังการแช่พบการตกผลึกของ HAp จากสารละลาย SBF บนพื้นผิวของวัสดุประกอบทั้งสองชนิด นอกจากนั้นยังพบว่าชั้นฟิล์ม HAp ที่เกิดขึ้นบนวัสดุประกอบ CS/PET เกิดขึ้นเร็วกว่าชั้นฟิล์มบนวัสดุประกอบ HAp/PET เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงค่า pH ที่สูงกว่าในช่วงแรกทำให้เข้าสู่ภาวะที่เหมาะสมแก่การก่อผลึกของ HAp เร็วกว่า

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 สารเคมี

1. พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) เกรดฉีดขึ้นรูป (H6007JU) บริษัท ค้าเคมีภัณฑ์สยาม จำกัด สมบัติบางประการของ HDPE แสดงดังตารางที่ 3.1
2. แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) เกรด OMYACARB-2 ชนิดไม่มีกรดเคลือบผิว บริษัท สุรินทร์ ออมย่า เคมีคอล (ประเทศไทย) จำกัด
3. ซิลิกา (SiO_2) เกรด HI-SIL (R) 255-S บริษัท TOKUYAMA ฟิฟี่จี สยามซิลิกา
4. เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) เกรดการค้า บริษัท โรงงานสุรา องค์การสุรา กรมสรรพสามิต
5. โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
6. โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NaHCO_3) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
7. โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
8. ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไตรไฮเดรต ($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
9. แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
10. กรดไฮโดรคลอริก 1 โมล (1M HCl) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
11. แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
12. แอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
13. ตรีไฮดรอกซีเมทิลอะมีโนมีเทน ($(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$) เกรดวิเคราะห์ บริษัท CARLO ERBA
14. แกรมมาเมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน (γ -methacryloxypropyl trimethoxy silane, A174) บริษัท ออฟดีมอล เทค จำกัด สมบัติบางประการของแกรมมาเมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน แสดงดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.1 สมบัติบางประการของ HDPE เกรด H6007 JU

สมบัติ	หน่วย	วิธีทดสอบ	HDPE (H6007JU)
ครรชนิกการไหล	g/10 min	ASTM D 1238	7.5
ความหนาแน่น	g/cm ³	ASTM D 1505	0.967
ความต้านทานแรงดึง	kg/cm ²	ASTM D 638	310
ความต้านทานแรงดึงขาด	kg/cm ²	ASTM D 638	220
มอดุลัสการโค้งงอ	kg/cm ²	ASTM D 790	13,500
ความต้านทานแรงกระแทก	kg/cm ²	ASTM D 256	3.5
ความแข็ง, SHORE D	-	ASTM D 2240	68
จุดหลอมเหลว	°C	ASTM D 2117	133

* ข้อมูลจากบริษัท ค้าเคมีภัณฑ์สยาม จำกัด

ตารางที่ 3.2 สมบัติบางประการของ CaCO₃ เกรด OMYACARB-2 ชนิดไม่มีกรดเคลือบผิว

องค์ประกอบและสมบัติ	ผล
CaCO ₃ (%)	98.50
MgCO ₃ (%)	0.80
Fe ₂ O ₃ (%)	0.02
กรดที่ไม่ละลาย (%)	1.00
ความชื้น (%)	0.20
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)	2.80
แรงโน้มถ่วงจำเพาะ (g/cm ³)	2.70

* ข้อมูลจากบริษัท สุรินทร์ ออมย่า เคมีคอล (ประเทศไทย) จำกัด

ตารางที่ 3.3 สมบัติบางประการของ SiO₂ เกรด HI-SIL (R) 255-S

องค์ประกอบและสมบัติ	ผล
SiO ₂ (%)	98.75
NaSO ₄ (%)	0.96
ความชื้น (%)	6.20
pH	6.80
ความหนาแน่นแบบบด (g/cm ³)	0.251

* ข้อมูลจากบริษัท TOKUYAMA ฟิฟิ สยามซิลิกา

ตารางที่ 3.4 สมบัติบางประการของสารคู่ความงามมาเมทาโครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน (gamma-methacryloxypropyltrimethoxy silane, A174)

สมบัติทางฟิสิกส์	ผล
ลักษณะทางกายภาพ	ของเหลว
สี	เหลืองอ่อน
น้ำหนักโมเลกุล	248.1
แรงโน้มถ่วงจำเพาะ	1.045
ดรรชนีหักเหแสง, n _D 25°C	1.429
จุดวาบไฟ, °C (°F)	108 (226)
จุดเดือดที่ 760 มิลลิเมตรปรอท, °C (°F)	255 (491)

* ข้อมูลจากบริษัท ออฟติมอล เทค จำกัด

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องวิเคราะห์การคายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectrometer, XRF) บริษัท BRUCKER AG รุ่น SRS 3400
2. เครื่องบดผสมตัวอย่างสำหรับ XRF บริษัท ROCK LAB รุ่น BENCHMILL MODEL 1A
3. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF บริษัท HERZOG รุ่น TP60/2D
4. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD) บริษัท BRUCKER AG รุ่น D8 ADVANCE
5. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) และ Scanning electron microscope-Energy dispersive X-ray spectrometer, SEM-EDX) บริษัท LEO รุ่น LEO 1455 VP
6. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter, DSC) บริษัท PERKIN ELMER รุ่น PYRIS DIAMOND DSC
7. เครื่องวิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริกอลานาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer, TGA) บริษัท PERKIN ELMER รุ่น PYRIS 1TGA
8. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR) บริษัท Perkin Elmer รุ่น FTIR Spectrum GX
 - การเตรียมตัวอย่าง : ของแข็งอัดผสมกับ KBr
 - ความยาวคลื่น : $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$
9. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ IR บริษัท Shimadzu Coporation รุ่น SSP-10
10. เครื่องทดสอบเอนกประสงค์ (Universal testing machine) บริษัท LLOYD INSTRUMENT รุ่น LR 5K และรุ่น LR 30K
11. เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ (Twin screw extruder) บริษัท INTRO ENGINEERING รุ่น PL-200
12. เครื่องอัดขึ้นรูป (Compression molding machine) บริษัท LAB TECH ENGINEERING รุ่น LP-20
13. เครื่องบดพลาสติก (Plastic grinder) บริษัท BOSCO ENGINEERING รุ่น A600
14. เครื่องวัดแรงกระแทก (Impact tester) บริษัท YASUDA SEIKI ENGINEERING รุ่น 7697
15. เครื่องทดสอบความแข็งกด (Durometer ชนิด Shore D) บริษัท INTRO ENTERPRISE
16. เตาเผาสาร (Furnace) บริษัท THERMOLYNE รุ่น FUNACE 6000
17. เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง บริษัท DENVER INSTRUMENT รุ่น TC-254
18. หม้อบดผสมเชิงกลเหล็กขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5200 มิลลิเมตร

19. ลูกบดผสมเชิงกลเหล็กขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10.2 มิลลิเมตร จำนวน 196 ลูก, เส้นผ่านศูนย์กลาง 17.0 มิลลิเมตร จำนวน 39 ลูก และเส้นผ่านศูนย์กลาง 23.3 มิลลิเมตร จำนวน 13 ลูก น้ำหนักรวม 2.476 กิโลกรัม
20. ครุชชีเบลชนิดอะลูมินา
21. ครุชชีเบลชนิดพอร์ซเลน
22. พิกโนมิเตอร์ขนาด 25 มิลลิลิตร
23. ตะแกรงร่อนขนาดอนุภาค 230 เมช
24. กระดาษทรายซิลิกอนคาร์ไบด์ขนาดความละเอียด 200 400 600 800 และ 1000
25. บีกเกอร์พลาสติกขนาด 2000 มิลลิลิตร
26. บริษัทเครื่องแก้ว

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตชนิด Wollastonite

1. ชั่งแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) 200 กรัม และซิลิกา (SiO_2) 120 กรัม (อัตราส่วน 1:1 โดยโมล) ลงในหม้อบดผสมขนาด 5200 มิลลิลิตร ใส่ลูกบดปริมาณ 2.476 กิโลกรัม
2. เติมนีโอดอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ในหม้อบดปริมาณ 500 มิลลิลิตร โดยจะท่วมของผสมระหว่าง CaCO_3 และ SiO_2 เล็กน้อย
3. ทำการบดผสมเป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชม. โดยให้ความเร็วรอบในการบดผสม 120 รอบต่อนาที
4. เมื่อครบกำหนดเวลา 2, 4 และ 6 ชม. ตักสารในหม้อบดใส่ลงในชามระเหย จากนั้นนำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชม.
5. ทำการบดสารที่ได้ และนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชม.
6. ตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่ได้โดยเทคนิค XRD และ XRF

6.1 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยเทคนิค XRF

การเตรียมตัวอย่าง

- นำสารตัวอย่างมาบดด้วยครกจนละเอียด จากนั้นนำไปชั่งให้มีปริมาณ 2.5 กรัม ผสมกับกรดบอริก 2.5 กรัม เพื่อให้มีน้ำหนักรวมเป็น 5 กรัม
- นำสารตัวอย่างและกรดบอริกใส่ลงในถ้วยบดของเครื่อง Rock lab เพื่อบดผสมสารตัวอย่างและกรดบอริกให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน
- ตักสารที่ผสมแล้วลงในที่ใส่ตัวอย่างแล้วนำมาอัดด้วยเครื่องอัด โดยตั้งแรงอัดไว้ที่ 150 KN เป็นเวลาประมาณ 5 นาที

นำสารตัวอย่างที่อัดเรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง XRF

6.2 วิเคราะห์วัฏภาคที่เป็นผลึกโดยเทคนิค XRD

การเตรียมตัวอย่าง

- นำสารตัวอย่างประมาณ 5 กรัมมาบดด้วยครกบดจนละเอียด
- อัดสารให้แน่นบนที่ใส่ตัวอย่างโดยให้มีผิวหน้าที่มีระดับเดียวกันกับขอบของที่ใส่ตัวอย่าง
- นำสารตัวอย่างที่อัดเรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์หาวัฏภาคที่เป็นผลึกด้วยเครื่อง

XRD

7. นำสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 900 และ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชม. เพื่อหาอุณหภูมิที่ CaSiO_3 เกิดเป็นผลึกได้สมบูรณ์
8. ตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRF และ XRD
9. วิเคราะห์ข้อมูลที่ได้จากเทคนิค XRF และ XRD โดยเทียบกับข้อมูลของสารมาตรฐาน CaSiO_3 เพื่อหาสภาวะ (เวลาที่ใช้บดและอุณหภูมิที่ใช้เผาแคลไซน์) ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ CaSiO_3
10. วัดความหนาแน่นของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยพิกโนมิเตอร์ (Pignometer)

สูตรที่ใช้ในการคำนวณหาความหนาแน่น [39]

$$D_a = \left[\frac{W_1 - W_0}{(W_3 - W_0) - (W_2 - W_1)} \right] (D_L - D_A) + D_A$$

โดย D_a = ความหนาแน่นของ CaSiO_3 (g/cm^3)

D_A = ความหนาแน่นของอากาศ (g/cm^3)

D_L = ความหนาแน่นของน้ำ (g/cm^3)

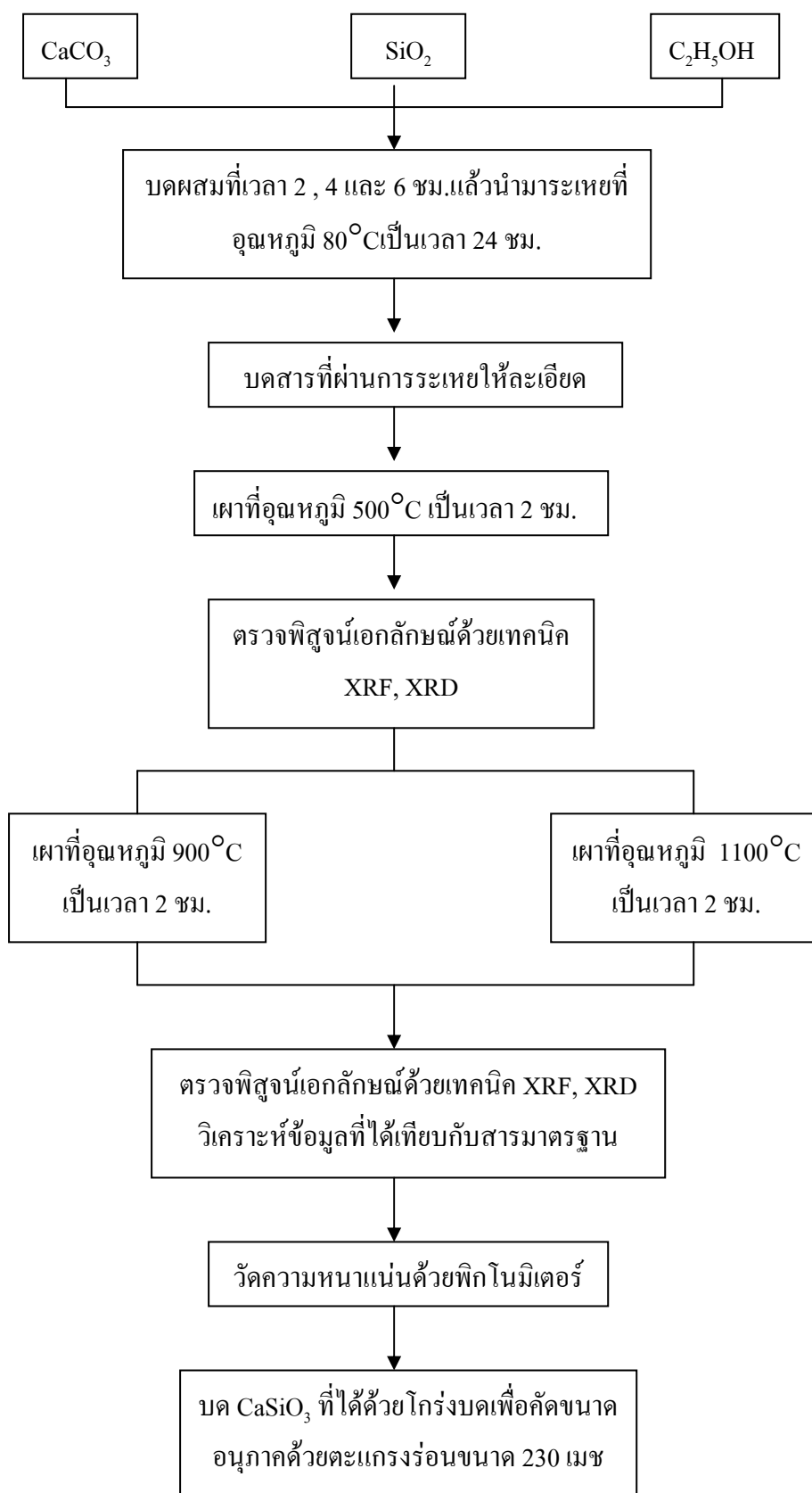
W_0 = น้ำหนักพิกโนมิเตอร์เปล่า (g)

W_1 = น้ำหนักรวมของพิกโนมิเตอร์และ CaSiO_3 (g)

W_2 = น้ำหนักรวมของพิกโนมิเตอร์ CaSiO_3 และน้ำกลั่น (g)

W_3 = น้ำหนักรวมของพิกโนมิเตอร์และน้ำกลั่น (g)

11. บดสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยโรงแบบเพื่อทำการคัดขนาดของอนุภาคของสารด้วยตะแกรงร่อนขนาด 230 เมช



รูปที่ 3.1 แผนงานการหาสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ CaSiO₃

3.3.2 การปรับปรุงพื้นผิว CaSiO_3 ด้วยสารเคลือบแก้วมาเมทาโครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกไซเลน

3.3.2.1 การหาอัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่เหมาะสมสำหรับสารเคลือบไซเลน

ใช้สารละลายเอทานอลต่อน้ำเป็นตัวทำละลายสำหรับสารเคลือบไซเลน (A174) โดยทำการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่ใช้ที่อัตราส่วน 80/20, 90/10 และ 95/5 โดยปริมาตร เพื่อเลือกอัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่เหมาะสม

เตรียมสารเคลือบไซเลนที่ปริมาณ 3% โดยน้ำหนักของ CaSiO_3 ที่อัตราส่วนระหว่าง CaSiO_3 ต่อสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 1:4 โดยมีขั้นตอนในการเตรียมดังนี้

1. ชั่งสารเคลือบไซเลนที่ปริมาณ 6 กรัม และ CaSiO_3 ที่ปริมาณ 200 กรัม
2. เทสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 80/20 ปริมาณ 800 มิลลิลิตร ลงในปิกเกอร์พลาสติกขนาด 2000 มิลลิลิตร
3. เติมสารเคลือบไซเลนและ CaSiO_3 ลงในสารละลายเอทานอลต่อน้ำ หลังจากนั้นทำการปั่นกวนของผสมทั้งหมดให้เข้ากันโดยใช้แท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 2 ชม. ที่อุณหภูมิห้อง
4. หลังจากนั้นนำของผสมที่ได้ไปทำให้แห้งโดยอบด้วยตู้อบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชม.
5. จะได้ $\text{CaSiO}_3\text{-S}$ ที่เคลือบสารเคลือบไซเลน 3% โดยน้ำหนัก ที่เตรียมด้วยสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 80/20

ทำซ้ำจากข้อ 1-4 โดยเปลี่ยนอัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่ใช้ที่อัตราส่วน 90/10 และ 95/5 หลังจากนั้น นำ $\text{CaSiO}_3\text{-S}$ 3% โดยน้ำหนัก ที่เตรียมได้จากสารละลายเอทานอลต่อน้ำทั้ง 3 อัตราส่วนไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR เพื่อเลือกอัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่เหมาะสมสำหรับสารเคลือบไซเลน

3.3.2.2 ปริมาณสารเคลือบไซเลนที่ใช้เคลือบ CaSiO_3

เคลือบ CaSiO_3 ด้วยสารเคลือบไซเลนที่ปริมาณ 1% และ 2% โดยน้ำหนัก เพื่อเปรียบเทียบกับสารเคลือบไซเลนที่ปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก (ที่เตรียมจากข้อ 3.3.2.1) โดยชั่งสารเคลือบไซเลนและ CaSiO_3 ดังนี้

- ปริมาณ 1% โดยน้ำหนัก ชั่งสารเคลือบไซเลน 2 กรัม และ CaSiO_3 200 กรัม
- ปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก ชั่งสารเคลือบไซเลน 4 กรัม และ CaSiO_3 200 กรัม

นำสารคู่ควบไซเลนและ CaSiO_3 ที่ขังมาละลายในสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วนที่หาได้ในข้อ 3.3.2.1 และเตรียมตามวิธีเดียวกันกับข้อ 3.3.2.1 จะได้ CaSiO_3 -S 1%, CaSiO_3 -S 2% โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำ CaSiO_3 -S 1%, CaSiO_3 -S 2% และ CaSiO_3 -S 3% (ที่เตรียมจากข้อ 3.3.2.1) ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR และนำไปผสมกับ HDPE ที่อัตราส่วนที่เลือกทำการปรับปรุง

3.3.2.3 การทดสอบการยึดเกาะของสารคู่ควบไซเลนที่เคลือบ CaSiO_3

นำ CaSiO_3 -S 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก ไปละลายในสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 95/5 และปั่นกวนของผสมทั้งหมดให้เข้ากันโดยใช้แท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 2 ชม. ที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นนำไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน แล้วทำให้แห้งโดยอบด้วยตู้อบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชม. หลังจากนั้นนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR

3.3.3 การเตรียมวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE และ CaSiO_3 -S/HDPE

ผสม CaSiO_3 และ CaSiO_3 -S กับ HDPE ที่อัตราส่วนต่างๆ ดังในตารางที่ 3.5 ในถังพลาสติกเขย่าให้เข้ากัน

ตารางที่ 3.5 สูตรผสมของ CaSiO_3 กับ HDPE

สูตรที่	อัตราส่วนในการผสมโดยปริมาตร
1	100%HDPE
2	15% CaSiO_3 + 85% HDPE
3	20% CaSiO_3 + 80% HDPE
4	25% CaSiO_3 + 75% HDPE
5	30% CaSiO_3 + 70% HDPE
6	25% CaSiO_3 -S 1% + 75% HDPE
7	25% CaSiO_3 -S 2% + 75% HDPE
8	25% CaSiO_3 -S 3% + 75% HDPE

3.3.3.1 การผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่

- ตั้งอุณหภูมิเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ ที่ 185, 190, 190 และ 195°C
- เมื่อได้อุณหภูมิตามต้องการเทส่วนผสมที่เตรียมในตารางที่ 3.3 ลงในเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ทีละน้อยโดยใช้ความเร็วรอบ 30 รอบต่อนาที
- หลังจากของผสมที่ผ่านคายเย็นตัวลงแล้วนำไปตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องบดพลาสติก

4. นำของผสมที่บดแล้วมาหลอมใหม่ในเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ที่อุณหภูมิและความเร็วรอบเท่าเดิม
5. หลังจากของผสมที่ผ่านคายเย็นตัวลงแล้วนำไปตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องบดพลาสติกอีกครั้ง

3.3.3.2 การขึ้นรูปชิ้นงาน

นำของผสมที่ตัดเป็นเม็ดเรียบร้อยแล้วขึ้นรูปตามตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สภาวะที่ใช้ในการขึ้นรูปวัสดุประกอบ

สมบัติเชิงกล	ขนาดแม่แบบ (Mold)			อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการขึ้นรูป					
	กว้าง (mm)	ยาว (mm)	หนา (mm)	Preheat		Heat		Cooling	
				Temp (°C)	Time (min)	Temp (°C)	Time (min)	Temp (°C)	Time (min)
1. ความแข็งแรง โค้งงอ มอดุลัส โค้งงอ และความแข็งแรง กด	120	120	3	180	2	180	3	5	5
2. ความแข็งแรง กระแทก	แม่แบบมาตรฐาน ASTM D256			180	2	180	3	5	5
	10.16	60.30	2						
3. มอดุลัสกดอัด	12.7	120	12.7	180	5	180	8	5	10

3.3.4 การหาปริมาณที่แน่นอนของ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$

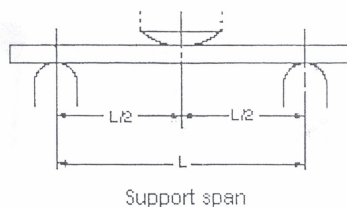
เพื่อหาปริมาณ CaSiO_3 ที่แน่นอนในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$ หลังจากผ่านกระบวนการขึ้นรูป เพื่อเปรียบเทียบกับค่าที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎีด้วยเทคนิค TGA โดยใช้น้ำหนักของสารตัวอย่าง 20-30 มิลลิกรัม ช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์ 50-900 °C โดยอัตราการให้ความร้อนที่ 10 °C/min อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน 20 ml/min

3.3.5 การศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$

3.3.5.1 ความแข็งแรงโค้งงอ และมอดุลัสโค้งงอ [40]

การทดสอบหาค่าความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) และค่ามอดุลัสโค้งงอ (Flexural modulus) โดยใช้เครื่องทดสอบเอนกประสงค์ และใช้ระบบการให้แรง 3 จุด (Three-point loading system) เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D790 โดยตัดตัวอย่างเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 15 x 120 x 3 มิลลิเมตร จำนวน 10 ชิ้น สภาวะที่ใช้ทดสอบเป็นดังนี้

- โหลดเซลล์ (Load cell) 5 KN
- ความเร็วในการกด (Cross-head speed) 5 mm/min
- ระยะห่างระหว่างฐานกด (Span length) 40 mm



รูปที่ 3.2 การทดสอบสมบัติความโค้งงอโดยระบบให้แรง 3 จุด

สูตรที่ใช้ในการคำนวณค่าความแข็งแรงโค้งงอและมอดุลัสโค้งงอมีดังนี้

$$\text{ความแข็งแรงโค้งงอ ; } \delta_f = \frac{1.5 FL}{bh^2}$$

$$\text{มอดุลัสโค้งงอ ; } E_b = \frac{L^3}{4bh^2} \times \frac{\Delta F}{\Delta d}$$

เมื่อ F คือ แรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานงอ (N)

L คือ ระยะห่างระหว่างฐานกด (Span length, mm)

b คือ ความกว้างของตัวอย่าง (mm)

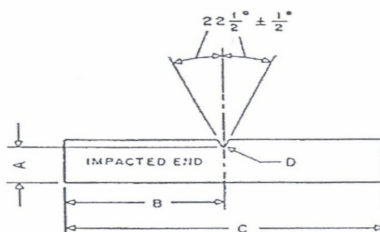
h คือ ความหนาของตัวอย่าง (mm)

ΔF คือ ผลต่างของแรงในช่วงการเปลี่ยนแปลงเป็นเส้นตรง (N)

Δd คือ ระยะกดโค้งงอในช่วงการเปลี่ยนแปลงเป็นเส้นตรง (mm)

3.3.5.2 ความแข็งแรงกระแทก [41]

การทดสอบความแข็งแรงกระแทก (Impact strength) เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D256 โดยในการทดสอบจะใช้มาตรฐานแบบไอซอด (Izod type) ใช้ชิ้นงานตัวอย่าง 10 ชิ้นในแต่ละสูตร รูปที่ 3.3 แสดงชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบ



รูปที่ 3.3 ตัวอย่างชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบความแข็งแรงกระแทก [41]

โดย A แสดงความยาว 10.16 ± 0.05 มิลลิเมตร

B แสดงความยาว $31.5 - 32.00$ มิลลิเมตร

C แสดงความยาว $60.30 - 63.50$ มิลลิเมตร

D แสดงมุมรูปตัว V เท่ากับ $22.5^\circ \pm 0.5^\circ$

ค่าความแข็งแรงกระแทกสามารถหาได้จากสมการต่อไปนี้

$$\text{ความแข็งแรงกระแทก (IS)} = W/A$$

เมื่อ IS คือ ค่าความแข็งแรงกระแทก (หน่วยเป็นกิโลจูลต่อตารางเมตร ; kJ/m^2)

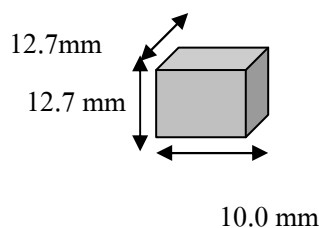
W คือ ค่าพลังงานกระแทก (หน่วยเป็นกิโลจูล ; kJ)

A คือ พื้นที่หน้าตัดของตัวอย่าง (ตารางเมตร ; m^2)

3.3.5.3 มอดุลัสกดอัด [42]

การทดสอบมอดุลัสกดอัด (Compressive modulus) ด้วยเครื่องทดสอบเอนกประสงค์ เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D695 โดยใช้ชิ้นงานทดสอบตัวอย่างละ 10 ชิ้นงาน คัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ขนาดประมาณ $12.7 \times 12.7 \times 10.0$ มิลลิเมตร สภาวะที่ใช้ทดสอบดังนี้

- โหลดเซลล์ (Load cell) 30 KN
- ความเร็วในการกด (Compressive speed) 1 mm/min



รูปที่ 3.4 มิติของชิ้นงานทดสอบสมบัติความแข็งแรงกด

สูตรที่ใช้ในการคำนวณมอดูลัสกดอัด มีดังนี้

$$\text{มอดูลัสกดอัด} = \frac{\Delta F/A}{\Delta L/L_0}$$

- เมื่อ A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน (mm^2)
 L_0 คือ ความหนาเริ่มต้นของตัวอย่าง (mm)
 ΔF คือ ผลต่างของแรงกดในช่วงการเปลี่ยนแปลงเป็นเส้นตรง (N)
 ΔL คือ ระยะกดอัดในช่วงการเปลี่ยนแปลงเป็นเส้นตรง (mm)

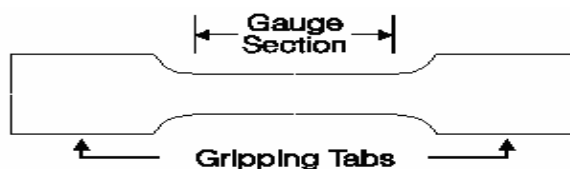
3.3.5.4 ความแข็งกด [43]

การทดสอบความแข็งกด (Hardness) เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D785 โดยในการทดสอบใช้มาตรฐาน Shore D ลักษณะพื้นผิวของวัสดุที่นำมาทดสอบต้องมีความเรียบ มีความหนาไม่ต่ำกว่า 6 mm ใช้เวลากด 5 s จึงทำการอ่านค่าได้ โดยทำการทดสอบ 10 ครั้งต่อหนึ่งตัวอย่าง

3.3.5.5 ความแข็งแรงดึง [44]

การทดสอบความแข็งแรงดึง (Tensile strength) และยังมีมอดูลัส (Tensile modulus) โดยใช้เครื่องทดสอบเอนกประสงค์ และใช้ระบบการให้แรงดึงที่อุณหภูมิห้อง ตามมาตรฐาน ASTM D683 โดยตัดตัวอย่างเป็นรูปคัมเบลล์ ดังรูปที่ 3.5 จำนวน 7 ชิ้น สภาวะที่ใช้ทดสอบดังนี้

- | | | |
|--|----|--------|
| - โหลดเซลล์ (Load cell) | 5 | KN |
| - ความเร็วในการดึง (Compressive speed) | 5 | mm/min |
| - ระยะของการจับชิ้นงาน (Gauge length) | 40 | mm |



รูปที่ 3.5 ชิ้นงานทดสอบสมบัติความแข็งแรงดึง

3.3.6 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$

นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC โดยใช้น้ำหนักสารตัวอย่างประมาณ 5-10 mg นำมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิเริ่มต้น 50°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน $20^\circ\text{C}/\text{min}$ จนถึงอุณหภูมิ สูงสุดคือ 200°C และทำให้เย็นโดยการลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา $20^\circ\text{C}/\text{min}$ จนถึงอุณหภูมิ เริ่มต้นตามมาตรฐาน ASTM D3418 ศึกษาอุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) อุณหภูมิตกผลึก (T_c) ความร้อนของการหลอมเหลว (Heat of melt, ΔH_f) และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก (% Crystallinity) ของ ชิ้นงาน

การคำนวณหา Heat of melt (ΔH_f) และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกสามารถหาได้จาก สมการดังนี้

$$\Delta H_f = \frac{\text{พื้นที่ใต้กราฟ (mJ)}}{\text{น้ำหนักสารตัวอย่าง (mg)}}$$

$$\Delta H_{\text{normalised}} = \frac{\Delta H_f \times 100}{100 - \% \text{โดยน้ำหนักของ } \text{CaSiO}_3}$$

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก} = \frac{\Delta H_{\text{normalised}} \times 100}{\Delta H_f^\circ}$$

เมื่อ ΔH_f	คือ Heat of fusion ของ HDPE ที่ได้จากเครื่อง
$\Delta H_{\text{normalised}}$	คือ Heat of fusion ของ HDPE เมื่อมีปริมาณของ HDPE 100% โดยน้ำหนัก
ΔH_f°	คือ Heat of fusion ของ PE ที่มีความเป็นผลึก 100% มีค่า 293 J/g [45]

3.3.7 สันฐานวิทยาของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$

ศึกษาการกระจายตัวของ CaSiO_3 โดยนำตัวอย่างที่ผ่านการอัดขึ้นรูปเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้ามา แช่ในไนโตรเจนเหลว (Liquid nitrogen) หักชิ้นงานที่อุณหภูมิต่ำ (Cryogenic fracture) หลังจากนั้น นำมาเคลือบด้วยทอง และนำพื้นผิวบริเวณรอยแตกมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM

3.3.8 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$ ในระบบจำลองร่างกาย [46, 47]

3.3.8.1 การเตรียมสารละลายจำลองของเหลวในร่างกายมนุษย์ (SBF)

สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF ดังแสดงในตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF [46, 47]

สารเคมี	ปริมาณ
1. NaCl	15.992 g
2. NaHCO_3	0.700 g
3. KCl	0.448 g
4. $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	0.348 g
5. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.612 g
6. 1M HCl	80 ml
7. CaCl_2	0.556 g
8. Na_2SO_4	0.144 g
9. $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$	12.116 g

ขั้นตอนการเตรียมสารละลายมีดังนี้

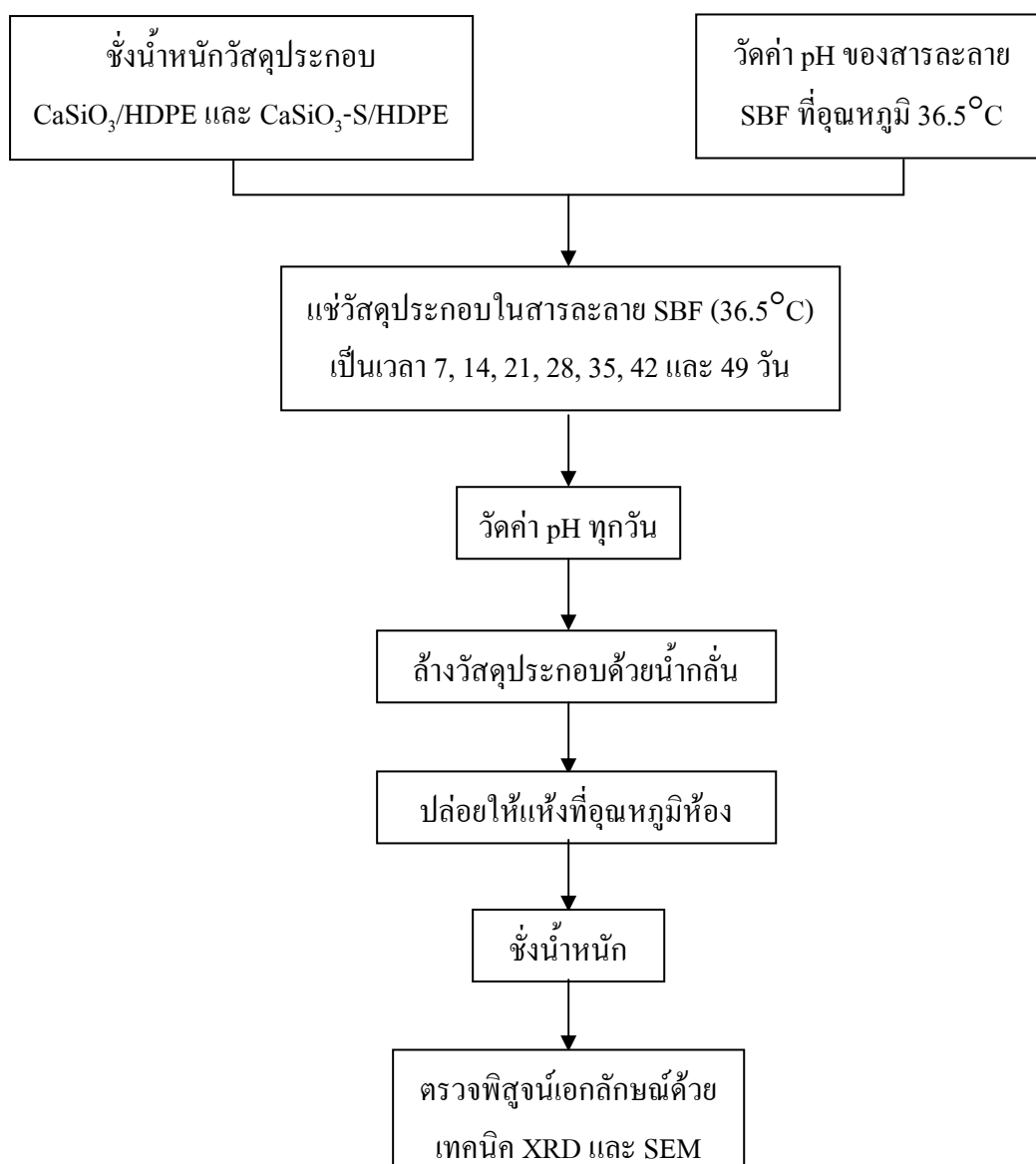
1. จุ่มบีกเกอร์พลาสติกขนาด 3000 มิลลิลิตร ที่บรรจุน้ำกลั่น 1400 มิลลิลิตร ควบคุมอุณหภูมิประมาณ $36\text{--}37^\circ\text{C}$ ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
2. ค่อยๆละลายสารเคมีทีละตัวลงในน้ำกลั่นที่เตรียมไว้ ตั้งแต่สารตัวที่ 1 ถึงสารตัวที่ 8 แต่ใส่สารตัวที่ 6 เพียงครั้งเดียว พร้อมวัดค่า pH ของสารละลายในระหว่างการผสม (ค่า pH ควรมีค่าประมาณ 1-2)
3. เติมสารตัวที่ 9 ลงไปที่ละน้อย จนกระทั่งสารละลายมีค่า pH ประมาณ 7.3-7.4 จากนั้นจึงเติมสารตัวที่ 6 ที่เหลือเพื่อปรับ pH เป็น 7.3 (ค่า pH ไม่ควรเกิน 7.5 เพราะจะทำให้เกิดการตกตะกอน) ทำเช่นนี้สลับกันจนกระทั่งสารตัวที่ 9 หมด ค่า pH ควรสูงกว่า 7.3
4. ปรับ pH ให้เป็น 7.4 ด้วย 1M HCl
5. ล้าง pH electrode ด้วยน้ำกลั่น โดยให้น้ำล้างไหลลงไปในบีกเกอร์ข้างต้น
6. นำสารละลายที่เตรียมได้ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 2 ลิตร ล้างบีกเกอร์และปรับปริมาตรสารละลายในขวดวัดปริมาตร ให้เป็น 2 ลิตร ด้วยน้ำกลั่น
7. เก็บสารละลาย SBF ที่ได้ไว้ในตู้เย็น (อุณหภูมิประมาณ 5°C)

ตารางที่ 3.8 ความเข้มข้นของอนินทรีย์ไอออนในสารละลาย SBF และ Blood plasma [3]

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

3.3.8.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$ ในระบบสถานะคงที่ (Static system)

1. จัดผิวหน้าของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$ ที่มีขนาด $2 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ โดยใช้กระดาษทรายขนาดความละเอียด 200 400 600 800 และ 1000
2. ชั่งน้ำหนักวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$
3. วัดค่า pH ของสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 36.5°C (อุณหภูมิร่างกาย)
4. แช่วัสดุประกอบลงในสารละลาย SBF เป็นเวลา 7, 14, 21, 28, 35, 42 และ 49 วัน โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 36.5°C และทำการวัดค่า pH ของสารละลายในแต่ละวัน
5. เมื่อครบกำหนดแยกวัสดุประกอบออกจากสารละลาย SBF และวัดค่า pH ของสารละลาย
6. ล้างวัสดุประกอบด้วยน้ำกลั่น ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง
7. ชั่งน้ำหนักวัสดุประกอบที่ได้ และนำวัสดุประกอบไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD และ SEM



รูปที่ 3.5 แผนงานการทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบที่สังเคราะห์ได้ในระบบสถานะคงที่

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่เตรียมได้

4.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้

องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วยวิธีบดผสมเชิงกล ภายหลังจากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการคายรังสีเอกซ์ (XRF) แสดงไว้ในภาคผนวก ก โดยสามารถสรุปเปรียบเทียบดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้จากวิธีบดผสมเชิงกล

สารตัวอย่าง	เวลาที่ใช้ในการบดผสม (ชั่วโมง)	องค์ประกอบทางเคมี (%wt)		อัตราส่วนโมลของ Ca/Si ภายหลังการบด
		CaO	SiO ₂	
1	2	55.1	43.0	1.37
2	4	54.9	43.4	1.35
3	6	54.2	44.1	1.31
ค่าที่ได้ทางทฤษฎี		47.3	52.7	1.00

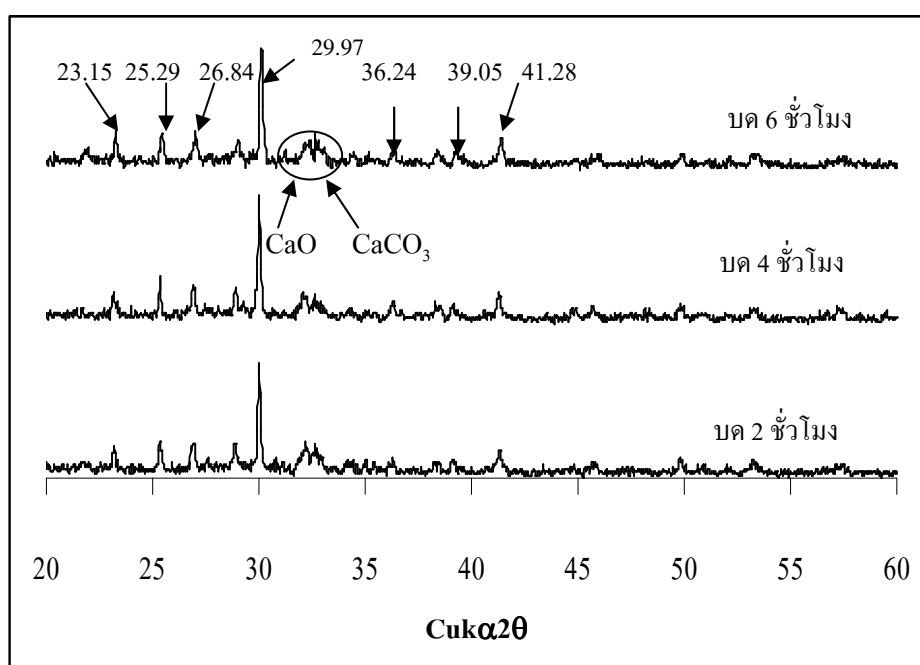
ในการศึกษานี้กำหนดอัตราส่วนโมลระหว่าง CaO และ SiO₂ ได้ด้วยการคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ ซึ่งจากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRF พบว่าสารแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้มีอัตราส่วนโมลระหว่าง Ca/Si อยู่ในช่วง 1.31-1.37 ซึ่งมีค่าเบี่ยงเบนจากค่าทางทฤษฎีเนื่องมาจาก SiO₂ ที่ใช้ในการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตอาจจะมีสารประกอบอินทรีย์ปนอยู่ โดยเมื่อผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C จะทำให้สารประกอบอินทรีย์สลายตัวไปจึงทำให้สัดส่วนของ SiO₂ ในวัตถุดิบมีค่าต่ำกว่าค่าจากการคำนวณ ซึ่งสามารถยืนยันได้ด้วยการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA โดยนำ SiO₂ ที่ใช้ในการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตไปตรวจวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณที่แน่นอน พบว่า SiO₂ จะมีปริมาณเพียง 93.28% โดยน้ำหนัก (ในภาคผนวก ข) และในระหว่างการทดลองการผสม SiO₂ เกิดการฟุ้งกระจายจึงอาจทำให้ SiO₂ บางส่วนหายไป ทำให้ปริมาณ SiO₂ ที่ใช้มีค่าน้อยกว่าที่คำนวณ ซึ่งมีผลให้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Si มีค่ามากกว่าค่าทางทฤษฎี และเวลาที่ใช้ในการบดผสมที่แตกต่างกัน (2-6 ชม.) ไม่มีผลต่ออัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Si ถึงแม้ว่าสารแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้จะมีอัตราส่วนโมลของ Ca/Si ไม่เท่ากับ 1 แต่จากเทคนิคการเลี้ยวเบน

รังสีเอ็กซ์ (XRD) สามารถยืนยันได้ว่าสารที่เตรียมได้มีวัฏภาคองค์ประกอบหลักเป็นแคลเซียมซิลิเกต

4.1.2 วัฏภาคที่เป็นผลึกของแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้

ผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วยวิธีบดผสมเชิงกลที่เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงเมื่อนำมาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อไล่สารอินทรีย์ แล้วจึงนำไปเผาแคลไซน์อีกครั้งที่อุณหภูมิ 900°C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง หรืออุณหภูมิ 1100°C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการเปลี่ยนวัฏภาคความเป็นผลึกของแคลเซียมซิลิเกต โดยทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.1 และ 4.2 ตามลำดับ

ก. ผงแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C

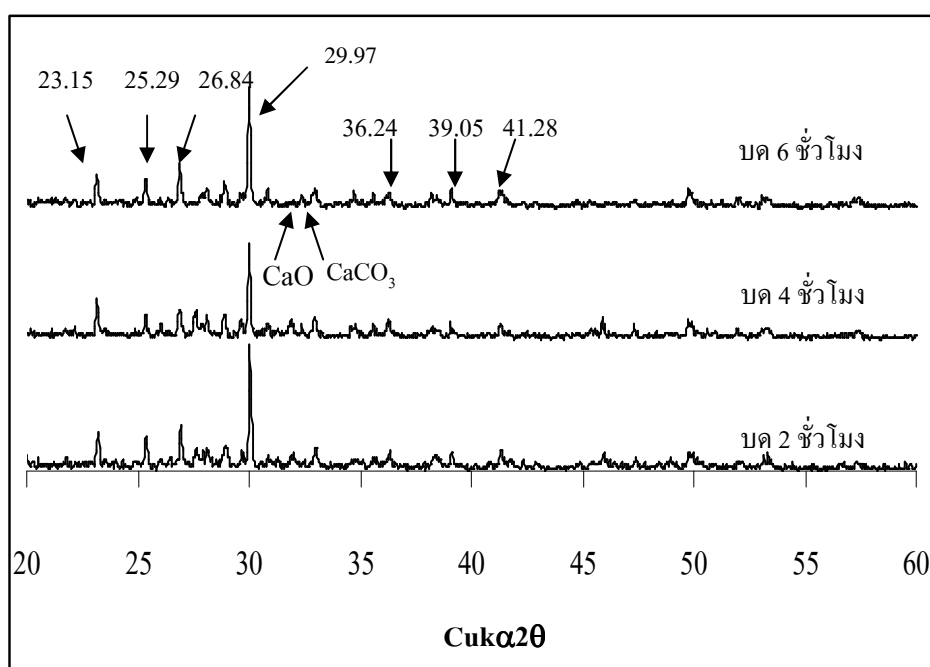


รูปที่ 4.1 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วยวิธีบดผสมเชิงกล ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C

แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วยวิธีบดผสมเชิงกลทั้งที่เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงเมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบวัฏภาคที่เป็นผลึกสำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 23.15, 25.29, 26.84, 28.85, 29.97, 36.24, 39.05 และ 41.28 องศา ซึ่งตรงกับแพทเทิร์นของแคลเซียมซิลิเกตที่มีวัฏภาคองค์ประกอบเป็น Wollastonite-2M (CaSiO_3) ที่มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก (แสดงในภาคผนวก ก) และยังพบฟีกสำคัญที่ตำแหน่ง

32.3 องศาและ 32.8 องศาเกิดขึ้น โดยพิกที่ตำแหน่ง 32.3 องศาเป็นพิกการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของ CaO และพิกที่ตำแหน่ง 32.8 องศาเป็นพิกการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของ CaCO_3 จากผลการวิเคราะห์นี้แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซต์ที่ 900°C ไม่สามารถทำให้สารผลิตภัณฑ์เปลี่ยนวัฏภาคที่เป็นผลึกของแคลเซียมซิลิเกตได้อย่างสมบูรณ์ เนื่องจากยังพบพิกของสารตั้งต้นที่ใช้คือ CaCO_3 และพบพิกการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของ CaO ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของสาร CaCO_3 เมื่อได้รับความร้อน ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิที่ใช้เผาแคลไซต์ที่ 900°C ไม่เหมาะสมในการใช้เตรียมแคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีบดผสมเชิงกล

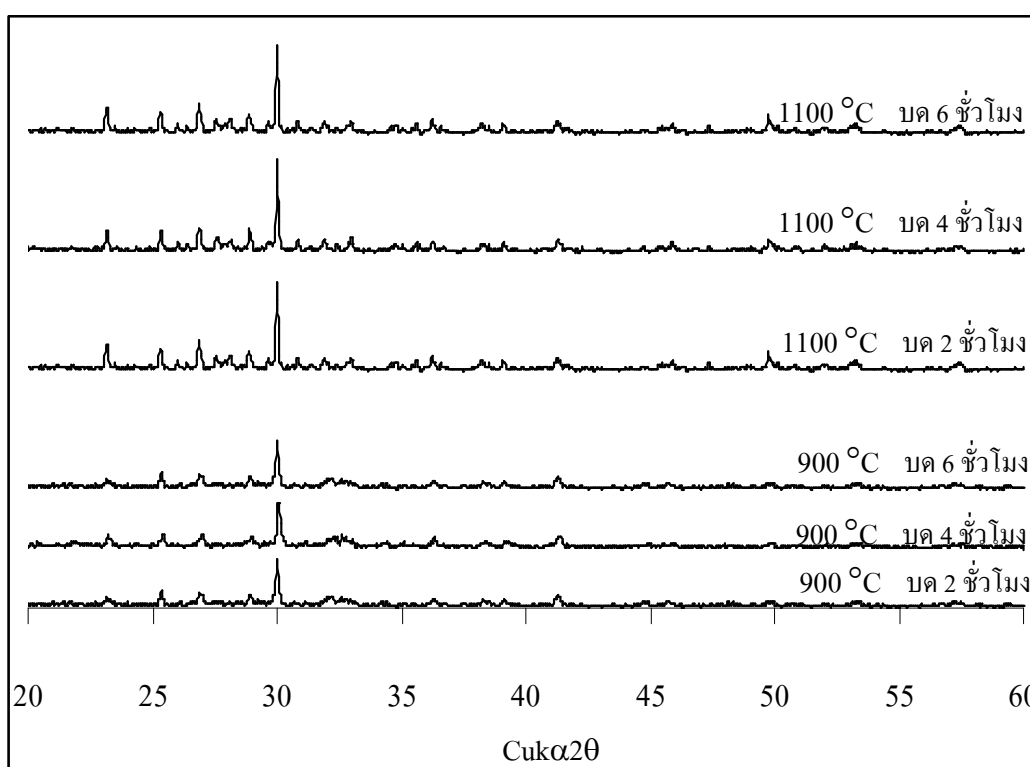
ข. ผงแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1100°C



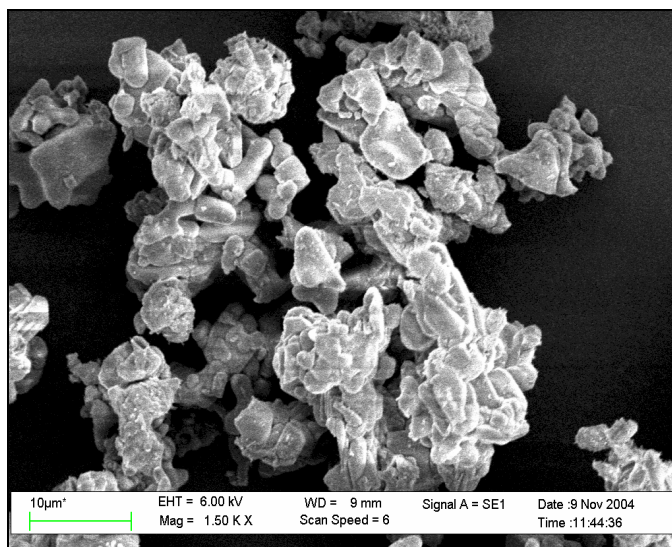
รูปที่ 4.2 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วยวิธีบดผสมเชิงกลที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1100°C

แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วยวิธีบดผสมเชิงกลทั้งที่เวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงเมื่อผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบพิกสำคัญที่ตำแหน่งเดียวกับการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 900°C ซึ่งตรงกับแพทเทิร์นของแคลเซียมซิลิเกตที่มีวัฏภาคองค์ประกอบเป็น Wollastonite-2M (CaSiO_3) ที่มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก อย่างไรก็ตามยังคงพบพิกของ CaO และ CaCO_3 ปรากฏที่ตำแหน่ง 32.3 องศาและ 32.8 องศา แต่ความเข้มของพิกที่พบมีค่าลดลง เนื่องจากเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซต์สูงขึ้น (1100°C) จะทำ

ให้ CaO และ CaCO_3 สามารถเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งกับ SiO_2 ได้มากขึ้น ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ว่าที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นอุณหภูมิสูงพอที่สารผลิตภัณฑ์สามารถเปลี่ยนวัฏภาคที่เป็นผลึกของแคลเซียมซิลิเกตได้อย่างสมบูรณ์ และเมื่อเปรียบเทียบกับกราฟการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C พบว่าการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C ลักษณะของพีกที่ปรากฏจะมีความเข้มของพีกมากกว่า (รูปที่ 4.3) นั้นแสดงให้เห็นว่าสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงทำให้สารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งสามารถสรุปสภาวะที่ใช้ในการเตรียมแคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีบดผสมเชิงกลโดยใช้เวลาในการบดผสมที่ 2 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นสภาวะที่สารผลิตภัณฑ์สามารถเปลี่ยนเป็นแคลเซียมซิลิเกตชนิด β -Wollastonite ได้สมบูรณ์ และนำแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้ไปหาความหนาแน่นโดยการวัดด้วยพิกโนมิเตอร์พบว่ามีความหนาแน่นเฉลี่ยเท่ากับ 2.57 g/cm^3 (ภาคผนวก ก) และเมื่อนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) พบว่าผลึกของ CaSiO_3 มีลักษณะเป็นเกรนแท่งสี่เหลี่ยม และมีการเชื่อมต่อระหว่างเกรนเนื่องมาจากการเผาที่อุณหภูมิสูงทำให้อนุภาคมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ช่องว่างระหว่างอนุภาคลดลงขนาดของเกรนจึงใหญ่ขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.3 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของผงแคลเซียมซิลิเกตที่เตรียมด้วยวิธีบดผสมเชิงกล ที่ผ่านการเผาแคลไซน์เปรียบเทียบที่อุณหภูมิ 900°C และ 1100°C



รูปที่ 4.4 ลักษณะ โครงสร้างจุลภาคของ CaSiO_3 ที่กำลังขยาย 1500 เท่า

4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณที่แน่นอนของ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

จากการเตรียมวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ตามวิธีที่กล่าวมาในหัวข้อ 3.3.3 ได้นำวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค TGA เพื่อหาปริมาณที่แน่นอนของ CaSiO_3 ที่มีอยู่ในสารตัวอย่างในแต่ละสูตร (ในภาคผนวก ข) ได้ผลดังในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ปริมาณที่แน่นอนของ CaSiO_3 ที่มีอยู่ในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

ชื่อย่อ	สูตรผสม $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$	ปริมาณ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบ		ปริมาณ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA (% โดยน้ำหนัก)
		% โดยปริมาตร	% โดยน้ำหนัก (จากการคำนวณ)	
CS 0	0/100	0	0.0	0.0
CS 15	15/85	15	31.9	28.1
CS 20	20/80	20	39.9	36.3
CS 25	25/75	25	46.9	42.9
CS 30	30/70	30	53.2	49.0

จากตารางที่ 4.2 พบว่าปริมาณที่แน่นอนของ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบทุกสูตร มีค่าน้อยกว่าค่าที่ต้องการประมาณ 3-4% โดยน้ำหนัก เนื่องจากการเตรียมวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ เป็นการเตรียมโดยทำการผสมในเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ 2 รอบ ซึ่งในขั้นตอนการนำวัสดุประกอบไปบดก่อนทำการผสมรอบที่สอง และขั้นตอนการบดวัสดุประกอบก่อนนำไปทำการขึ้นรูป อาจจะทำให้ CaSiO_3 ซึ่งบางส่วนอยู่ในลักษณะผงละเอียดหายไป ทำให้ปริมาณที่พบจริงของ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบทุกสูตรมีค่าน้อยกว่าค่าที่ทำการทดลอง

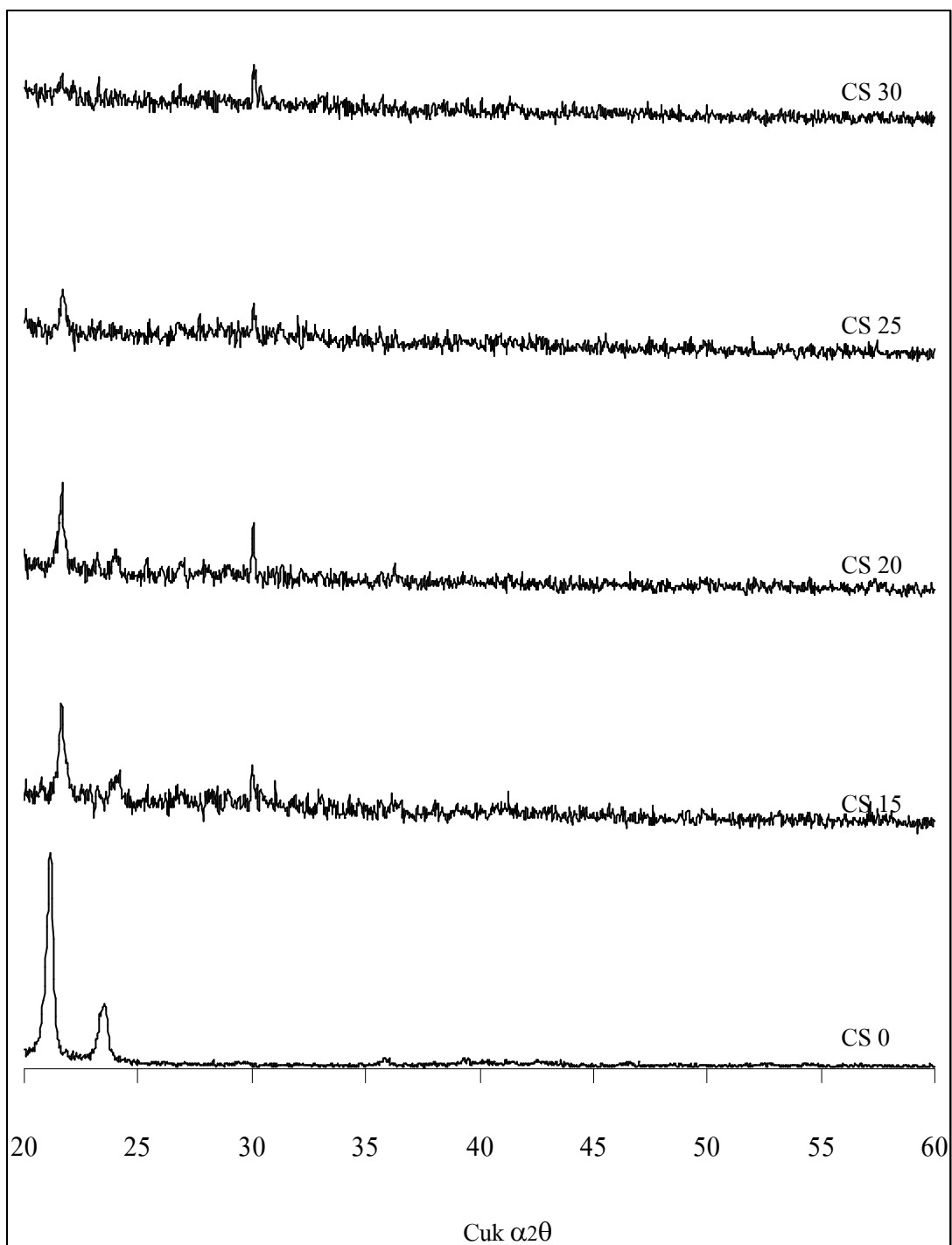
4.3 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ CaSiO₃/HDPE

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ CaSiO₃/HDPE เพื่อศึกษาอิทธิพลของ CaSiO₃ ที่มีต่อสมบัติทางความร้อนของ HDPE โดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC (ในภาคผนวก ง) เพื่อหาค่า อุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก (%Crystallinity) ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ CaSiO₃/HDPE

ชื่อย่อ	สูตรผสม CaSiO ₃ / HDPE (โดยปริมาตร)	ปริมาณ CaSiO ₃ ในวัสดุ ประกอบ (โดยน้ำหนัก)	T_m (°C)	T_c (°C)	ΔH_f (J/g) (จาก เครื่อง)	ΔH_f (J/g) (Normalised)	เปอร์เซ็นต์ ความเป็น ผลึก
CS 0	0/100	0.0	138	114	188.42	188.42	64
CS 15	15/85	28.1	135	114	133.22	185.36	63
CS 20	20/80	36.3	135	114	114.79	180.26	62
CS 25	25/75	42.9	135	115	102.61	179.89	61
CS 30	30/70	49.0	135	114	86.03	168.71	58

จากตารางที่ 4.3 พบว่าเมื่อทำการผสม CaSiO₃ ลงใน HDPE ทำให้ค่าอุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) ลดลงเล็กน้อย เมื่อเทียบกับกรณีไม่เติม CaSiO₃ เนื่องจากอนุภาคของ CaSiO₃ ที่เติมลงไปจะทำให้เกิดนิวคลีโอ (Nuclei) ขนาดเล็กจำนวนมากทำให้เกิดผลึกพร้อมกัน โดยผลึกที่ได้มีขนาดเล็กและไม่มีควมสมบูรณ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.5 ซึ่งเป็นการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกที่พื้นผิวของวัสดุประกอบ CaSiO₃/HDPE สูตรต่างๆ ก่อนการแช่ในสารละลาย SBF ด้วยเทคนิค XRD พบว่ามีพีคสำคัญที่ตำแหน่ง 2 θ เท่ากับ 21.3 องศาและ 23.7 องศาซึ่งเป็นพีคของ PE และตำแหน่ง 29.9 องศาเป็นพีคของ CaSiO₃ ซึ่งพบว่าเมื่อปริมาณของ CaSiO₃ เพิ่มมากขึ้นจะทำให้พีคของ PE ที่ปรากฏมีลักษณะกว้างขึ้น (Broader) และพีคของ CaSiO₃ จะมีความสูงเพิ่มขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่า การเติม CaSiO₃ จะทำให้ความเป็นผลึกของ HDPE ลดลง ส่วนค่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) ที่มี CaSiO₃ ผสมอยู่มีค่าไม่เปลี่ยนแปลงจาก HDPE บริสุทธิ์ นอกจากนั้นปริมาณของ CaSiO₃ ที่เพิ่มขึ้นไม่มีผลต่อค่า T_m และค่า T_c แต่อย่างใด ส่วนค่าเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกในสูตรที่มีการผสม CaSiO₃ มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย เนื่องจากอนุภาค CaSiO₃ ที่ผสมลงไปจะทำให้เกิดผลึกขนาดเล็กที่ไม่มีความสมบูรณ์ ซึ่งอาจไปรบกวนการตกผลึกของ HDPE ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกมีแนวโน้มลดลงเมื่อทำการผสม CaSiO₃ ในวัสดุประกอบ



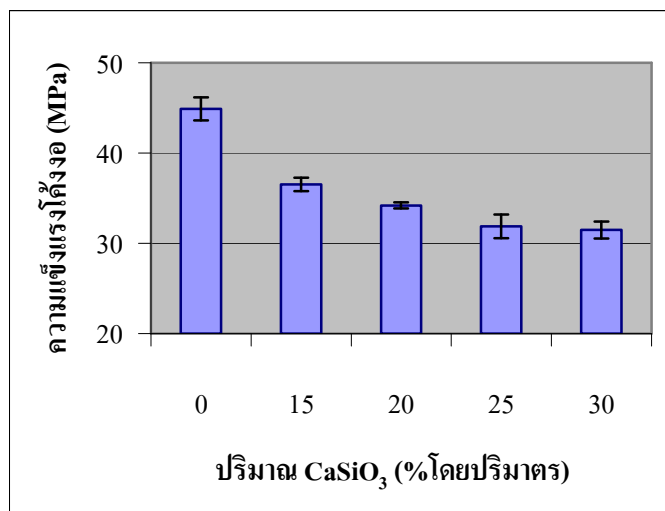
รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ สูตรต่างๆ ก่อนแช่ในสารละลาย SBF

4.4 สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

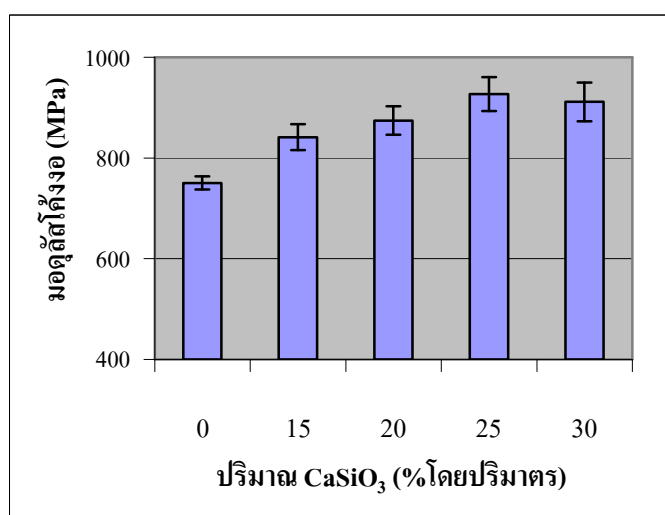
การศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ที่มี CaSiO_3 ปริมาณ 0 - 30% โดยปริมาตร แสดงผลในรูปของความแข็งแรงโค้งงอ โมดูลัสโค้งงอ ความแข็งแรงกระแทก โมดูลัสกดอัด และความแข็งกด

4.4.1 ความแข็งแรงโค้งงอและโมดูลัสโค้งงอ

รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแรงโค้งงอกับปริมาณ CaSiO_3 พบว่าเมื่อทำการเติม CaSiO_3 จะส่งผลให้ความแข็งแรงโค้งงอมีค่าลดลงเมื่อเทียบกับ HDPE บริสุทธิ์ โดยความแข็งแรงโค้งงอจะมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณ CaSiO_3 ที่เพิ่มขึ้นตั้งแต่ 0-30% โดยปริมาตร เนื่องจากการเติม CaSiO_3 ทำให้การกระจายตัวของ CaSiO_3 ในพอลิเมอร์เมทริกซ์ลดลง เพราะ CaSiO_3 มีแนวโน้มที่จะรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน (Agglomerates) เมื่อปริมาณมากขึ้น เนื่องจาก CaSiO_3 เป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่มีขั้ว แต่ HDPE เป็นพอลิเมอร์ชนิดไม่มีขั้ว จึงไม่มีอันตรกิริยาระหว่าง CaSiO_3 และ HDPE เมื่อรับแรงจะทำให้ความต่อเนื่องของพอลิเมอร์ซึ่งทำหน้าที่เป็นเมทริกซ์ลดลง ความยืดหยุ่นลดลง แข็งเปราะมากขึ้น จึงทำให้ค่าความแข็งแรงโค้งงอมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณ CaSiO_3 ที่เพิ่มขึ้น รูปที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างโมดูลัสโค้งงอกับปริมาณ CaSiO_3 พบว่าโมดูลัสโค้งงอมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ CaSiO_3 ที่เพิ่มขึ้น 0-25% โดยปริมาตร เนื่องจากว่า CaSiO_3 ซึ่งเป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่มีความแข็งสูงจึงช่วยเพิ่มความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลงรูปร่างมากโมดูลัสโค้งงอจึงมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อปริมาณ CaSiO_3 มากขึ้น (30% โดยปริมาตร) CaSiO_3 มีโอกาสรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนมากขึ้นเพราะ HDPE กับ CaSiO_3 ไม่มีอันตรกิริยาซึ่งกันและกัน จากที่กล่าวในข้างต้น ดังนั้นการเติม CaSiO_3 ในปริมาณสูงจะทำให้วัสดุประกอบขาดความต่อเนื่องของวัฏภาคและอาจเกิดจุดบกพร่องของชิ้นงาน จึงทำให้ค่าโมดูลัสโค้งงอลดลง



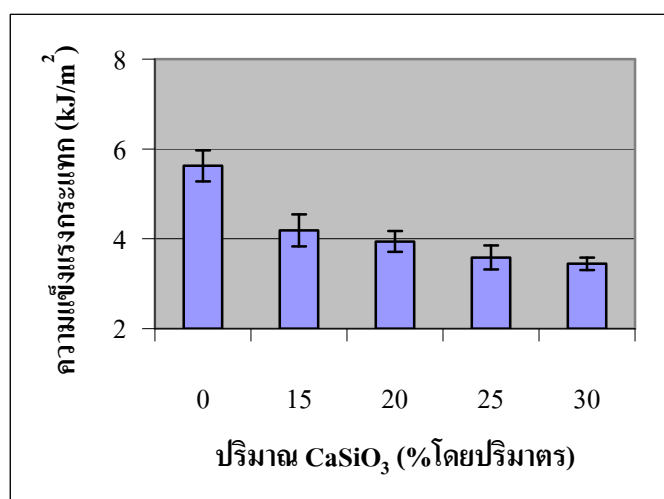
รูปที่ 4.6 ความแข็งแรง โค้งงอของวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE



รูปที่ 4.7 มอดุลัส โค้งงอของวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE

4.4.2 ความแข็งแรงกระแทก

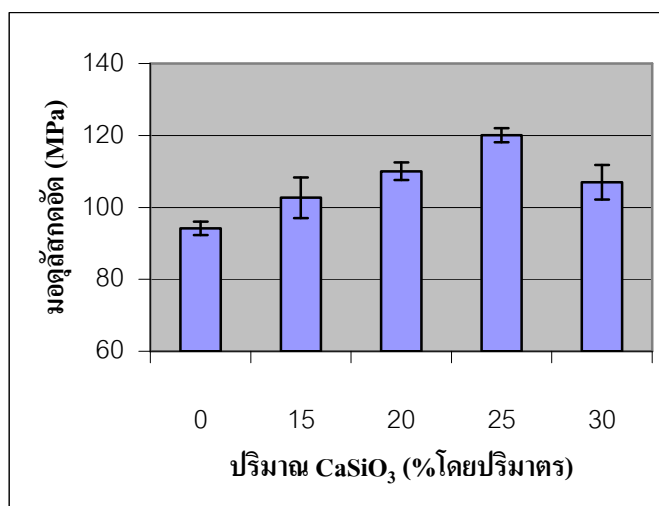
รูปที่ 4.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแรงกระแทกกับปริมาณ CaSiO_3 พบว่าเมื่อทำการเติม CaSiO_3 จะส่งผลให้ความแข็งแรงกระแทกมีค่าลดลงเมื่อเทียบกับ HDPE บริสุทธิ์ เนื่องจากการวัดความแข็งแรงกระแทกเป็นการให้แรงกระทำที่ความเร็วสูง ดังนั้นโอกาสที่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ จะเปลี่ยนรูปในเวลาอันสั้นเมื่อได้รับแรงกระทำจึงมีน้อย ซึ่งในที่นี้สารที่ทำหน้าที่รับแรงและสามารถถ่ายเทแรงไปได้ คือ HDPE การเติม CaSiO_3 ซึ่งไม่สามารถเปลี่ยนรูปร่างได้ทันทีเหมือน HDPE จึงทำให้ HDPE ไม่สามารถถ่ายเทแรงได้อย่างต่อเนื่อง ความสามารถในการรับแรงกระทำอย่างรวดเร็วจึงมีค่าน้อยลงด้วย และเนื่องจาก HDPE กับ CaSiO_3 ไม่มีอันตรกิริยาระหว่างกันจึงขาดความต่อเนื่องของการรับแรง ทำให้ความแข็งแรงกระแทกมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณ CaSiO_3 ที่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.8 ความแข็งแรงกระแทกของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

4.4.3 มอดูลัสกดอัด

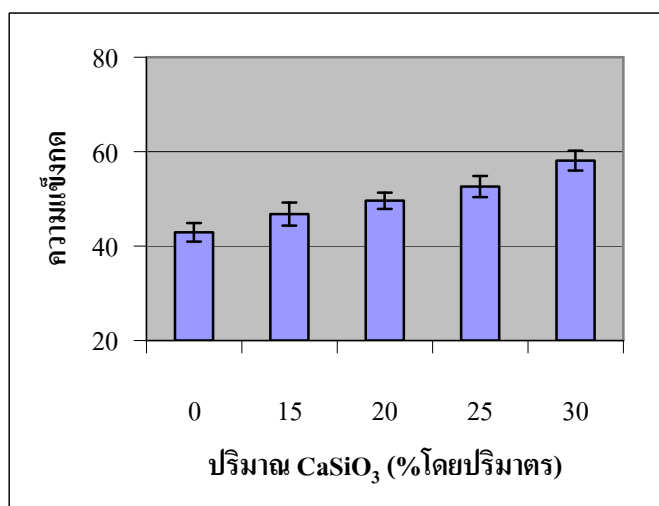
รูปที่ 4.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมอดูลัสกดอัดกับปริมาณ CaSiO_3 พบว่ามอดูลัสกดอัดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ CaSiO_3 ที่เพิ่มขึ้น เนื่องจาก CaSiO_3 ที่เติมลงไปนั้นเป็นอนุภาคของแข็งจึงทำให้ความสามารถในการเปลี่ยนรูปร่างของวัสดุประกอบเป็นไปได้ยากขึ้น ทำให้ต้องใช้ความเค้นสูงในการทำให้ชิ้นงานเกิดความเครียดหรือเกิดการเปลี่ยนรูปร่าง แต่การเติม CaSiO_3 ในปริมาณที่มากเกินไป (30% โดยปริมาตร) ทำให้ CaSiO_3 มีโอกาสเกาะกลุ่มรวมตัวกันเป็นก้อนเพราะ HDPE ไม่มีอันตรกิริยากับ CaSiO_3 จึงอาจเกิดเป็นจุดบกพร่องของชิ้นงาน ทำให้ขาดความต่อเนื่องของการส่งผ่านแรงกระทำระหว่างวัฏภาค จึงทำให้ค่ามอดูลัสกดอัดมีค่าลดลงเมื่อเติม CaSiO_3 ในปริมาณที่มาก



รูปที่ 4.9 มอดุลัสการดึงของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

4.4.4 ความแข็งกด

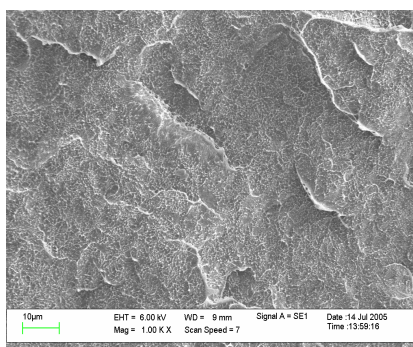
รูปที่ 4.10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งกดกับปริมาณ CaSiO_3 พบว่าความแข็งกดมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ CaSiO_3 ที่เพิ่มขึ้นในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ เนื่องจากว่า CaSiO_3 เป็นสารอนินทรีย์ที่อนุภาคมีความแข็งสูง โดยมีค่าความแข็งอยู่ในช่วง 5-5.5 [13] แต่ HDPE เป็นพอลิเมอร์ที่มีความยืดหยุ่น มีความแข็งน้อยกว่า CaSiO_3 ดังนั้นการเติมอนุภาคของแข็งลงไปในวัสดุที่มีความยืดหยุ่น จึงทำให้ความแข็งของวัสดุที่พื้นผิวโดยรวมมีค่ามากขึ้น



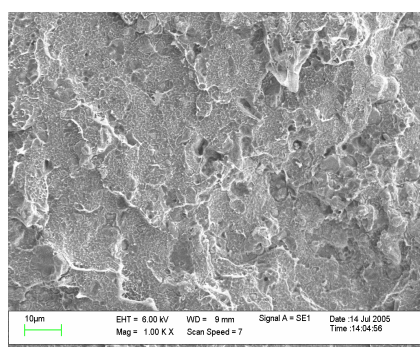
รูปที่ 4.10 ความแข็งกดของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

4.5 ลักษณะวิทยาของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

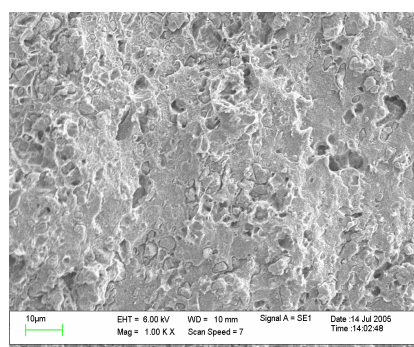
การศึกษาลักษณะวิทยาของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ด้วยเทคนิค SEM เพื่อศึกษาการกระจายตัวของ CaSiO_3 โดยในการทดลองนี้เป็นการศึกษาลักษณะวิทยาของพื้นผิววัสดุ โดยศึกษาพื้นผิวของชิ้นงานที่ทำการแตกหักที่อุณหภูมิต่ำ ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.11 และรูปที่ 4.12



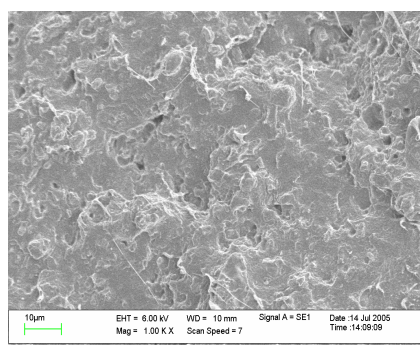
(a) HDPE บริสุทธิ์



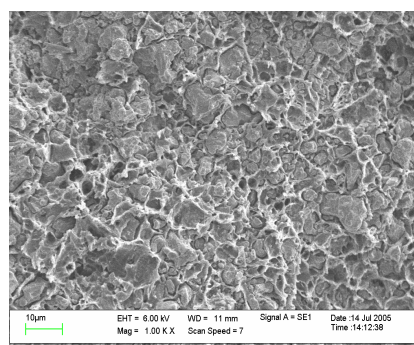
(b) CaSiO_3 15% โดยปริมาตร



(c) CaSiO_3 20% โดยปริมาตร



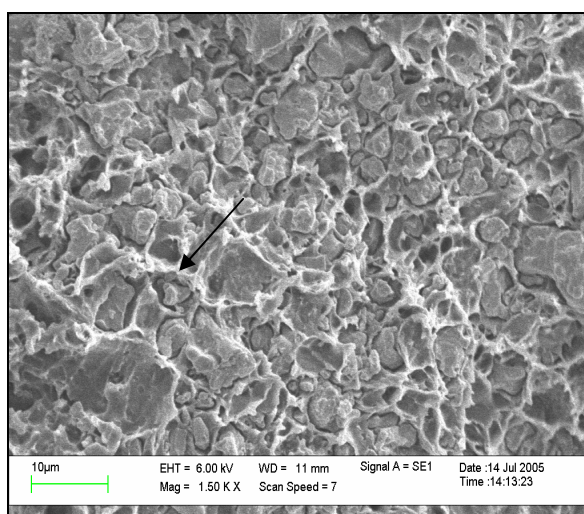
(d) CaSiO_3 25% โดยปริมาตร



(e) CaSiO_3 30% โดยปริมาตร

รูปที่ 4.11 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ที่กำลังขยาย 1000 เท่า

จากรูปที่ 4.11 เมื่อปริมาณของ CaSiO_3 ที่ผสมลงใน HDPE มีปริมาณน้อยพบว่า CaSiO_3 มีการกระจายตัวอย่างทั่วถึง แต่เมื่อ CaSiO_3 มีปริมาณเพิ่มขึ้นพบว่า CaSiO_3 มีแนวโน้มที่จะเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนมากขึ้น เนื่องจาก CaSiO_3 เป็นสารอินทรีย์ที่มีขี้ แต่ HDPE เป็นสารอินทรีย์ที่ไม่มีขี้ ทำให้ CaSiO_3 เกิดการกระจายตัวในวัฏภาค HDPE ได้ค่อนข้างยากเนื่องจากมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอนุภาค CaSiO_3 ด้วยกันมากกว่าอันตรกิริยาระหว่าง CaSiO_3 / HDPE นอกจากนี้พื้นผิวในบางตำแหน่งของวัสดุประกอบจะมีลักษณะเป็นหลุม ซึ่งเกิดจากการหลุดออกของอนุภาค CaSiO_3 จากลักษณะดังกล่าวชี้ให้เห็นว่า CaSiO_3 และ HDPE ไม่มีอันตรกิริยาระหว่างวัฏภาค เนื่องจากความแตกต่างในขี้ของ CaSiO_3 และ HDPE

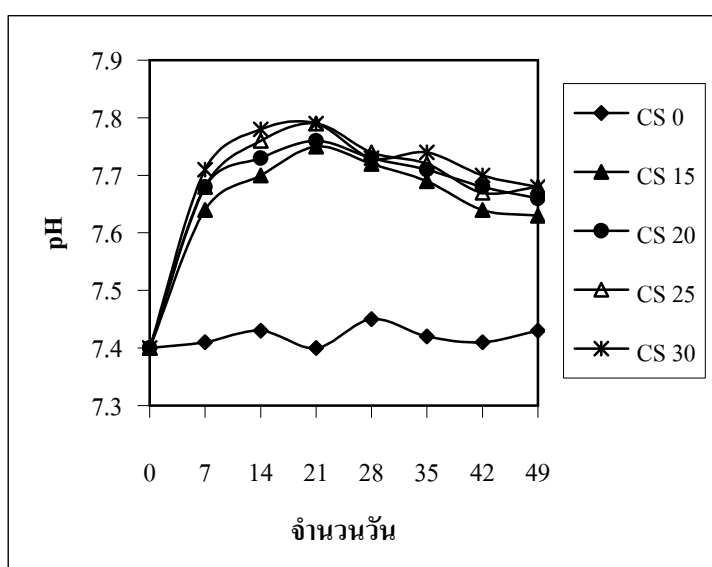


รูปที่ 4.12 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE (30% โดยปริมาตร) ที่กำลังขยาย 1500 เท่า

เมื่อใช้กำลังขยายสูงขึ้น (รูปที่ 4.12) จะสังเกตเห็นแนวช่องว่างที่รอยต่อระหว่างวัฏภาค CaSiO_3 และ HDPE ได้ชัดเจนมากขึ้น ซึ่งช่องว่างที่เกิดขึ้นเป็นการยืนยันการไม่มีอันตรกิริยาระหว่างวัฏภาค และช่องว่างที่เกิดขึ้นจะกลายเป็นจุดอ่อนแอของชิ้นงานทำให้สมบัติเชิงกลสุดท้าย เช่น ความแข็งแรงโค้งงอและความแข็งแรงกระแทกมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณ CaSiO_3 เพิ่มขึ้น

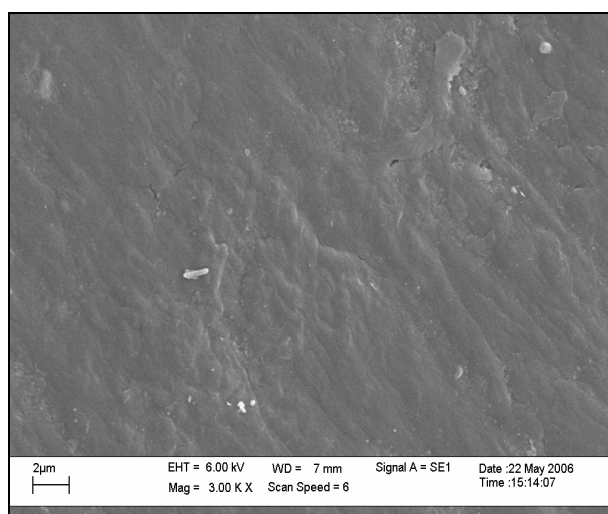
4.6 สมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

เมื่อนำวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ แช่ในสารละลาย SBF ซึ่งเป็นสารละลายที่มีความอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturated solution) ของไฮดรอกซีอะปาทิตหลายชนิด โดยเฉพาะอย่างยิ่งไฮดรอกซีอะปาทิตของแคลเซียมและฟอสฟอรัส ที่เป็นองค์ประกอบหลักในการก่อผลึกของ HAp ที่อุณหภูมิ 37.5°C (อุณหภูมิร่างกายมนุษย์) เป็นระยะเวลา 7-49 วัน โดยทำการทดสอบในระบบสถานะคงที่ (Static system) พบว่าค่า pH ของสารละลาย SBF (ภาคผนวก ข) มีการเปลี่ยนแปลงดังแสดงในรูปที่ 4.13 โดยวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ สูตร 0/100 ค่า pH จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง ขณะที่สูตรที่มี CaSiO_3 (15-30%โดยปริมาตร) ช่วงแรกค่า pH จะมีค่าเพิ่มขึ้นทั้งนี้เนื่องจากการละลายของ CaSiO_3 ทำให้ความเป็นเบสของสารละลายเพิ่มขึ้น และเมื่อ pH เพิ่มขึ้นจนถึงระดับหนึ่งจะเกิดสภาวะที่เหมาะสมในการตกผลึกของ HAp จึงเกิดการตกผลึกของ HAp บนพื้นผิววัสดุประกอบ การตกผลึกจะทำให้ปริมาณ Ca^{2+} และ OH^- ในสารละลายลดลงส่งผลให้ค่า pH ของสารละลายลดต่ำลง เมื่อแช่วัสดุประกอบเป็นเวลานานขึ้นระบบจะเข้าสู่สภาวะสมดุลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลง pH ในช่วงแคบๆ และในช่วงสุดท้ายของการแช่วัสดุประกอบ ค่า pH ก่อนข้างคงที่ สันนิษฐานว่าเนื่องจากฟอสเฟตไฮดรอกซีอะปาทิตในสารละลายถูกใช้ในการก่อผลึก HAp หหมด และพบว่าค่า pH ของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ CaSiO_3 ที่มีอยู่ในแต่ละสูตร โดยสูตร CS30 จะมีค่า pH เพิ่มขึ้นมากที่สุด เนื่องมาจาก CaSiO_3 มีผลต่อการเพิ่มขึ้นของค่า pH ดังที่กล่าวมา



รูปที่ 4.13 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

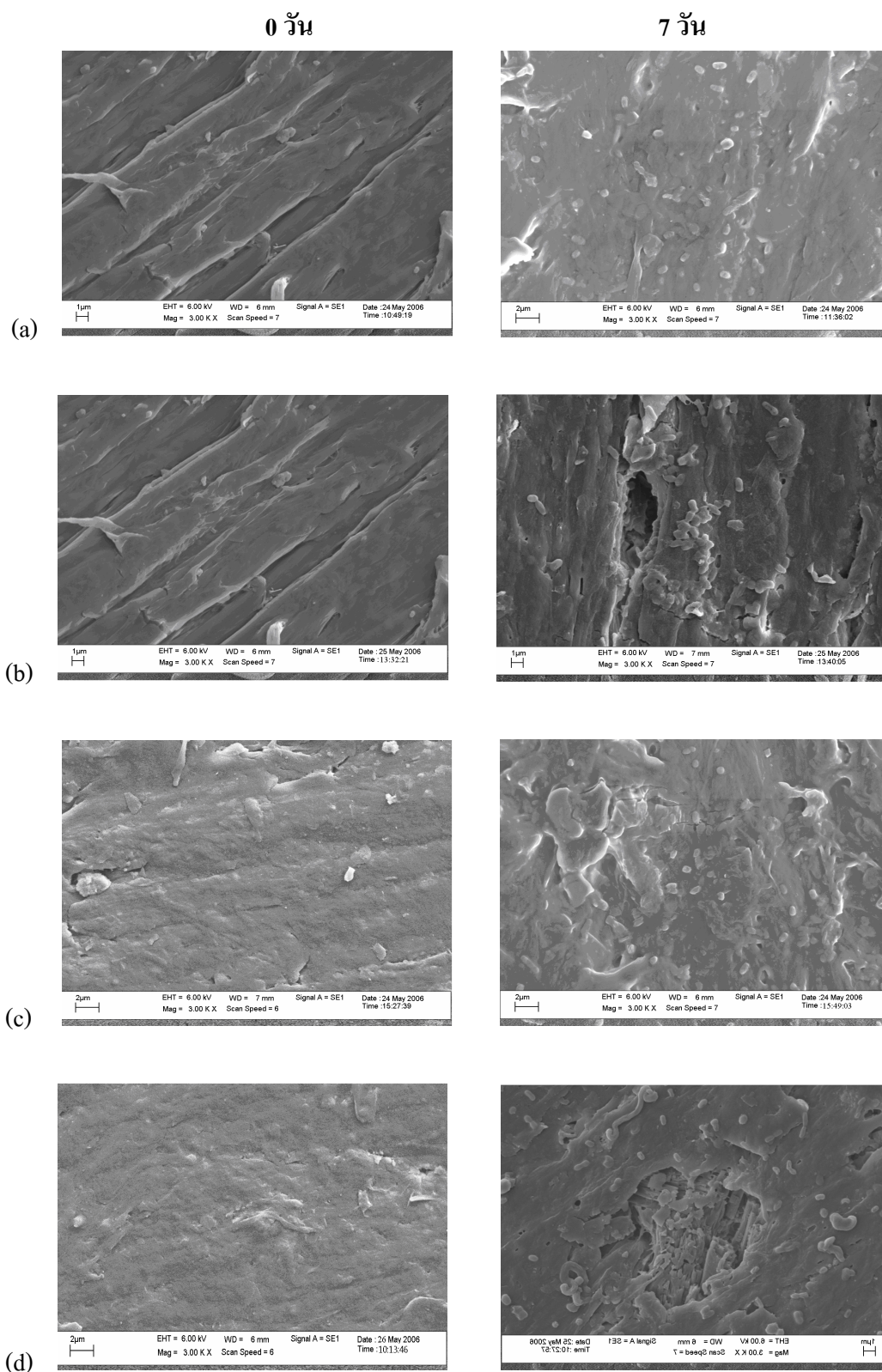
การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของ HDPE บริสุทธิ์และวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ หลังการแช่ในสารละลาย SBF



รูปที่ 4.14 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุ HDPE ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน ที่กำลังขยาย 3000 เท่า

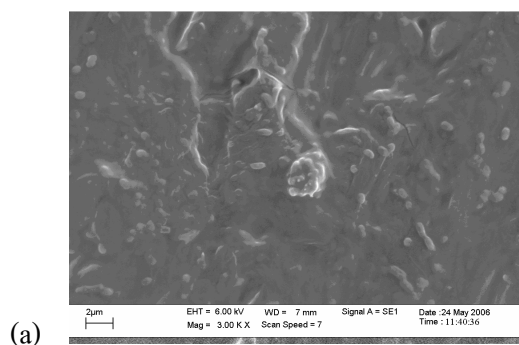
จากรูปที่ 4.14 เป็นโครงสร้างจุลภาคของ HDPE บริสุทธิ์ ที่ผ่านการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน ซึ่งไม่พบการก่อตัวของผลึก HAp บนพื้นผิวของวัสดุ ทั้งนี้เนื่องจาก HDPE เป็นวัสดุที่มีสมบัติเฉื่อยในระบบจำลองของร่างกาย

จากรูปที่ 4.15 แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ที่มี CaSiO_3 15-30% โดยปริมาตร พบว่าเมื่อแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 7, 14, 21, 28, 35, 42 และ 49 วัน จะเกิดการเปลี่ยนแปลงที่พื้นผิวของวัสดุประกอบ โดยมีการก่อตัวของผลึก HAp ซึ่งเกรนมีรูปร่างเป็นทรงรีค่อนข้างกลมคล้ายตัวหนอน ภายในเกรนนั้นประกอบด้วยผลึก รูปเข็มขนาดเล็กๆ รวมตัวกันอยู่เป็นจำนวนมากดังแสดงในรูปที่ 4.16 ซึ่งลักษณะดังกล่าวเป็นลักษณะเฉพาะของผลึก HAp ที่ก่อตัวขึ้นจากสารละลาย SBF โดยผลึก HAp ที่เกิดขึ้นจะกระจายตัวอยู่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบไม่ต่อเนื่องกัน เนื่องจากในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ จะมี CaSiO_3 กระจายตัวอยู่ทั่วไป ซึ่งในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนแช่ในสารละลาย SBF การขัดพื้นผิวตัวอย่างด้วยกระดาษทรายอาจจะไม่สม่ำเสมอ ทำให้บางตำแหน่งอาจจะมีฟิล์มของ HDPE บางส่วนเคลือบอยู่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ ทำให้ผลึก HAp ที่ก่อตัวขึ้นจากสารละลาย SBF เกิดการกระจายตัวอยู่ไม่ต่อเนื่องกัน โดยพบว่าเมื่อปริมาณของ CaSiO_3 ในวัสดุประกอบเพิ่มขึ้นเป็นผลให้เกิดการก่อตัวของ HAp สูงขึ้น โดยสังเกตได้จากช่วง 7 วันแรก การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคบนพื้นผิวของสารตัวอย่างทั้งสี่ชิ้นยังไม่ชัดเจนนัก แต่เมื่อแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 14 วันพบว่าการก่อตัวของชั้น HAp บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS 20, CS 25 และ CS 30 ขณะที่พบการก่อตัวของ HAp บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS 15 เพียงเล็กน้อย แต่เมื่อเพิ่มเวลาการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 21 วัน จะสังเกตเห็นการก่อตัวของ HAp บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS 15 นอกจากนี้ยังพบว่า เมื่อเพิ่มระยะเวลาการแช่วัสดุประกอบจะมีการก่อตัวของ HAp เพิ่มขึ้น โดยเกิดการก่อตัวของ HAp กระจายตัวปกคลุมพื้นผิวของวัสดุประกอบทุกสูตรภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 28 วัน ซึ่งสามารถยืนยันได้โดยนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค Scanning electron microscope-Energy dispersive X-ray spectrometry (SEM-EDS) เพื่อวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของปริมาณธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวของวัสดุประกอบทั้งก่อนและหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน ดังแสดงในรูปที่ 4.17

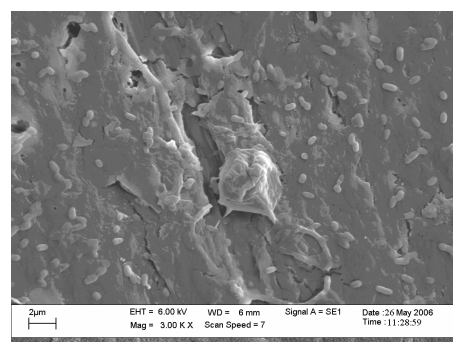
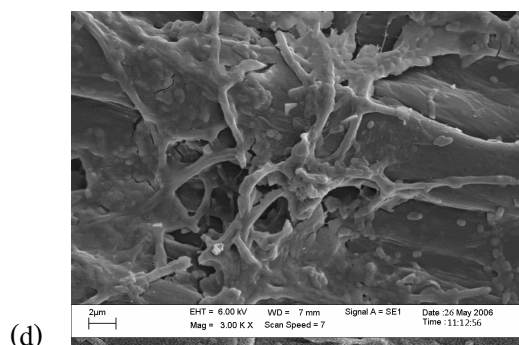
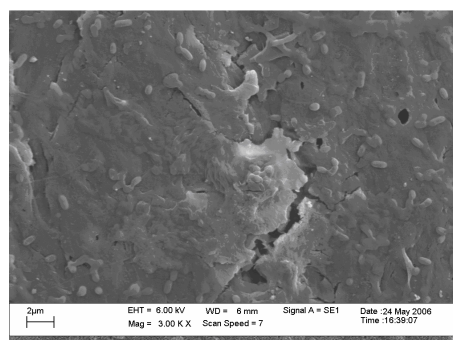
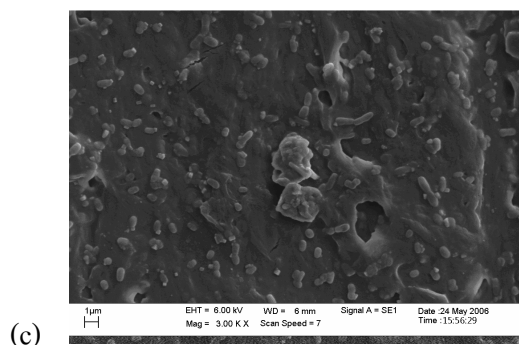
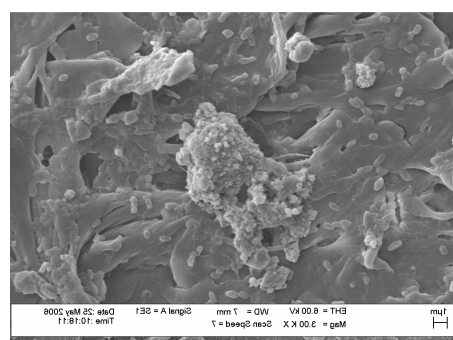
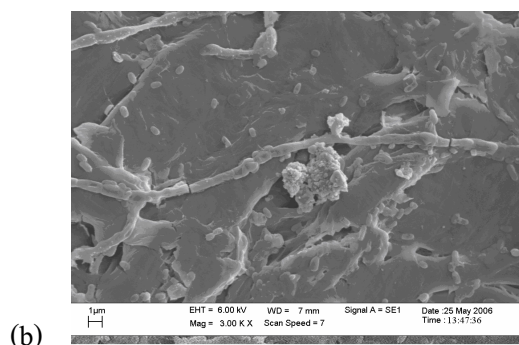
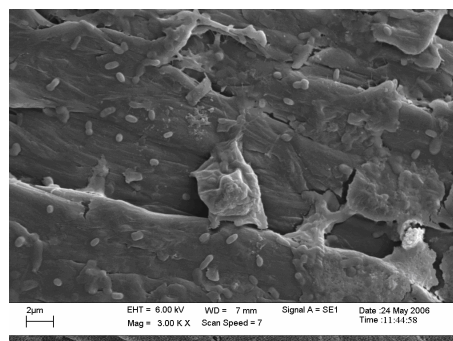


รูปที่ 4.15 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ หลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน (a) CS 15 (b) CS 20 (c) CS 25 และ (d) CS 30

14 วัน

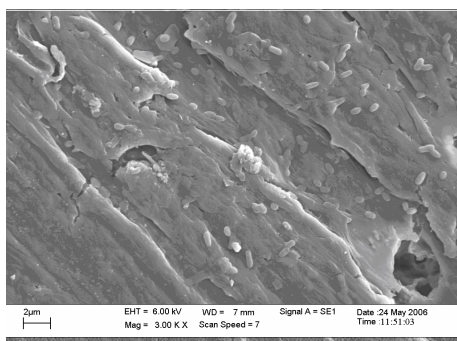


21 วัน



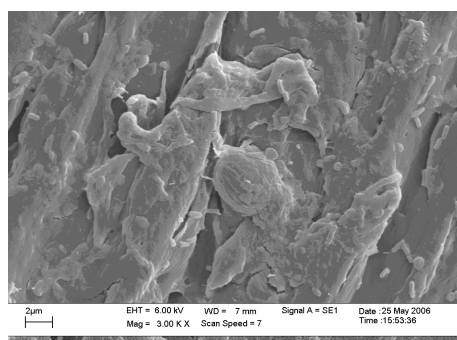
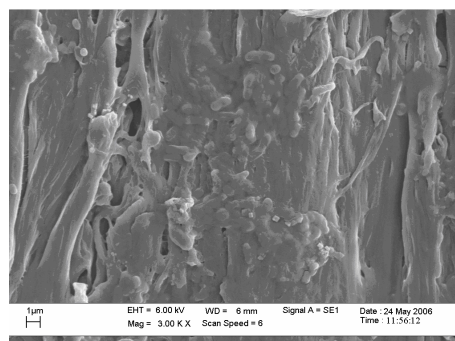
รูปที่ 4.15 (ต่อ)

28 วัน

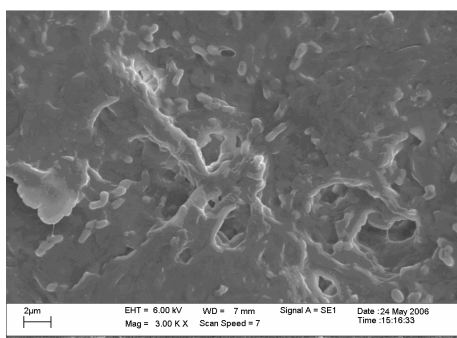
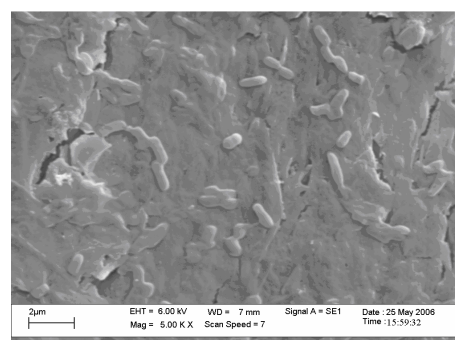


(a)

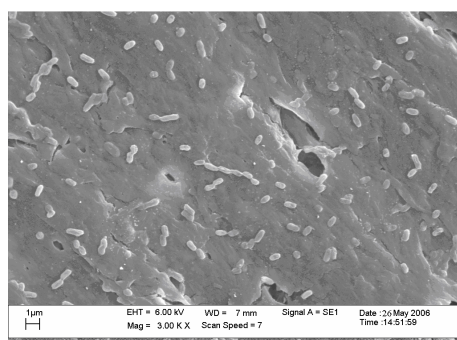
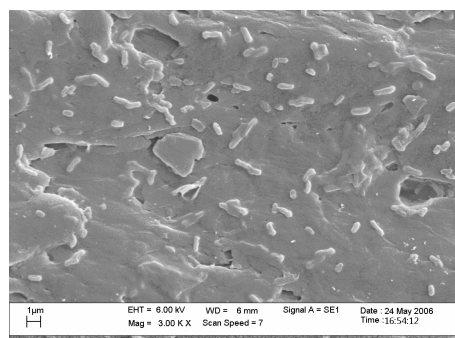
35 วัน



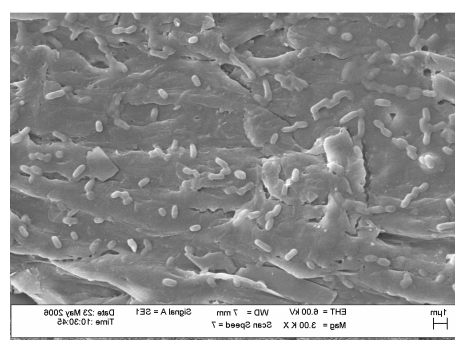
(b)



(c)

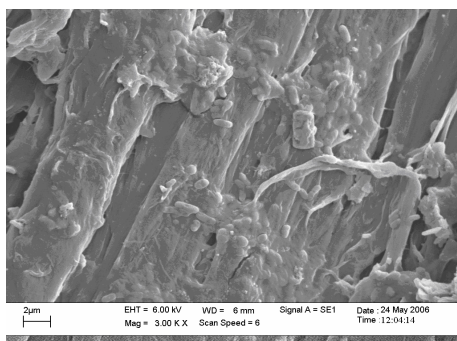


(d)



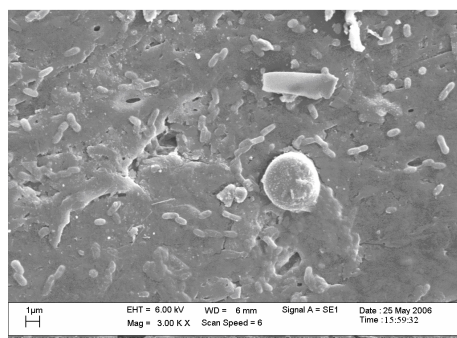
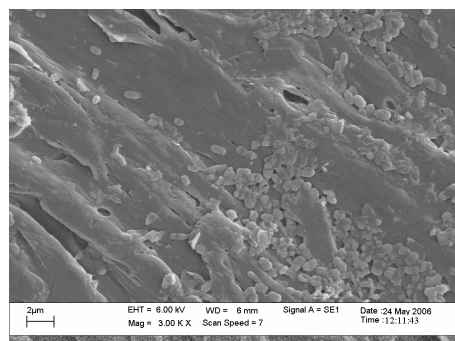
รูปที่ 4.15 (ต่อ)

42 วัน

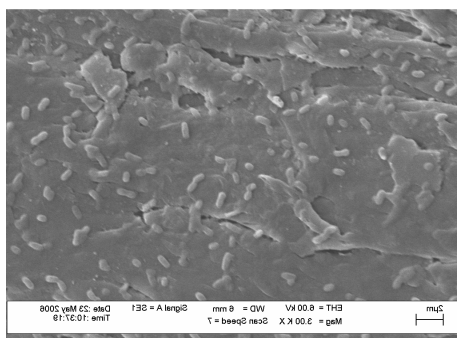
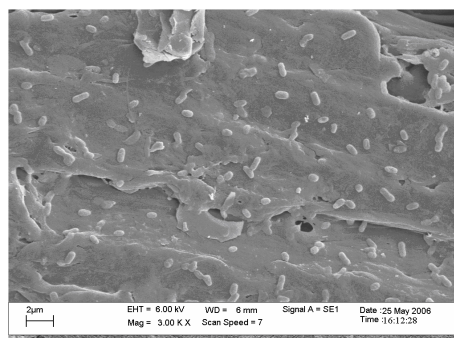


(a)

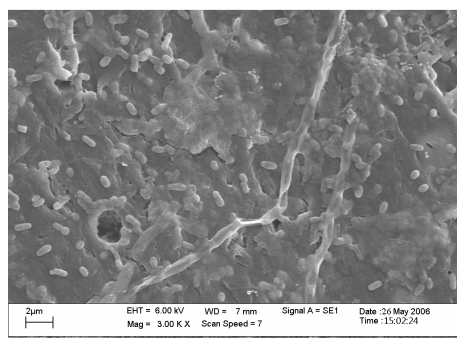
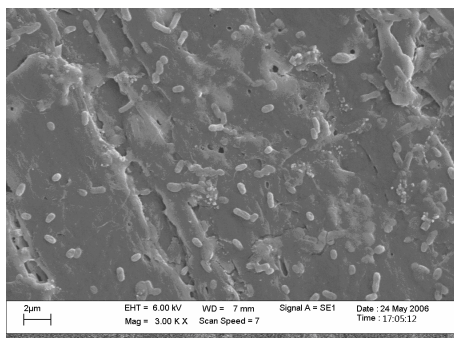
49 วัน



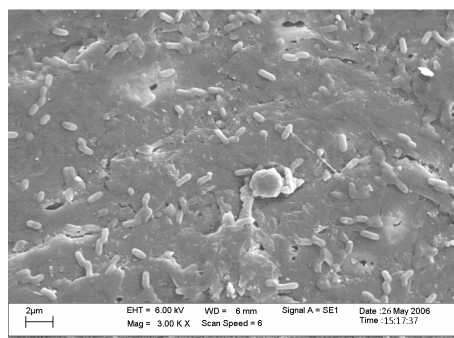
(b)



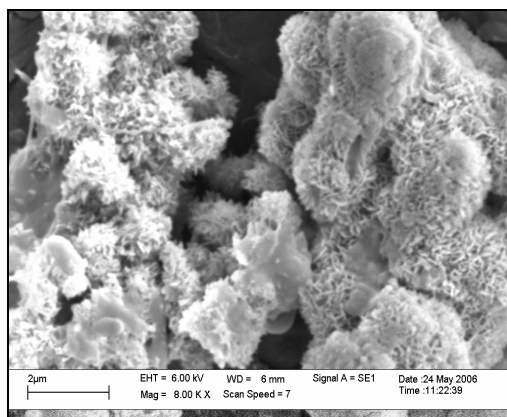
(c)



(d)

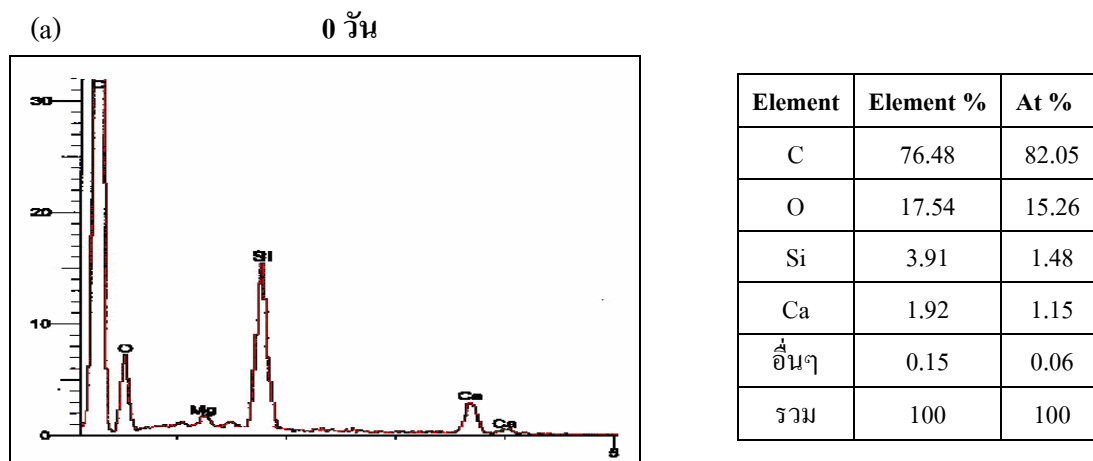


รูปที่ 4.15 (ต่อ)



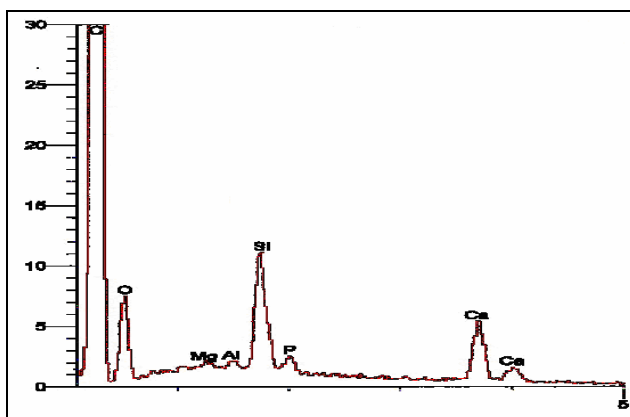
รูปที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ CS 30 หลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน (กำลังขยาย 8000 เท่า)

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค SEM-EDS เพื่อวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวและแผนภาพการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ (ภาคผนวก ข) ของวัสดุประกอบ CS 30 โดยแช่ในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 0–49 วัน แสดงได้ในรูปที่ 4.17 และอัตราส่วนโดยโมลของธาตุต่างๆ แสดงในตารางที่ 4.4



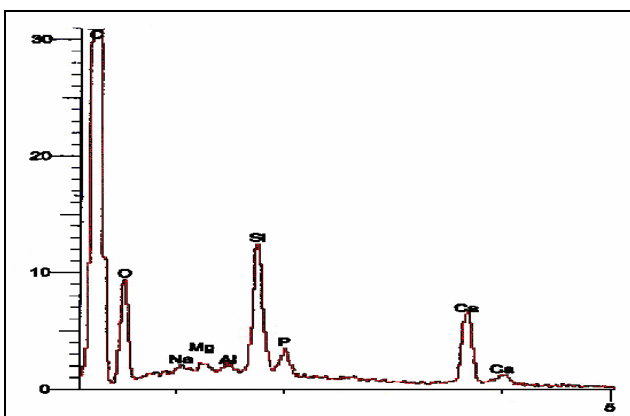
รูปที่ 4.17 ผล SEM-EDS แสดงธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS ก่อนการแช่ในสารละลาย SBF และหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 0–49 วัน

(b) 7 วัน



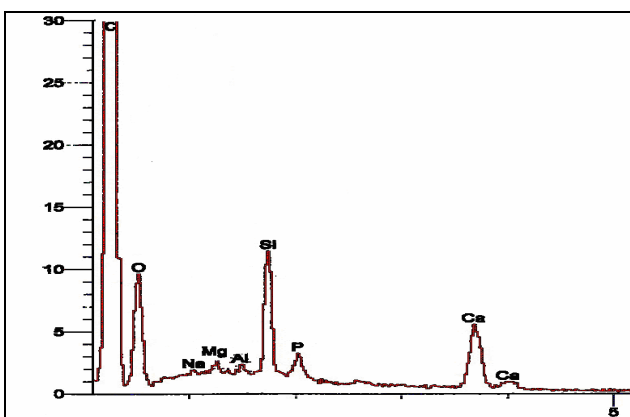
Element	Element %	At %
C	74.00	80.05
O	18.48	16.14
Si	3.71	1.39
P	1.03	0.95
Ca	2.54	1.35
อื่นๆ	0.24	0.12
รวม	100	100

(c) 14 วัน



Element	Element %	At %
C	72.80	78.97
O	19.20	16.94
Si	3.86	1.42
P	1.27	1.02
Ca	2.60	1.51
อื่นๆ	0.27	0.14
รวม	100	100

(d) 21 วัน

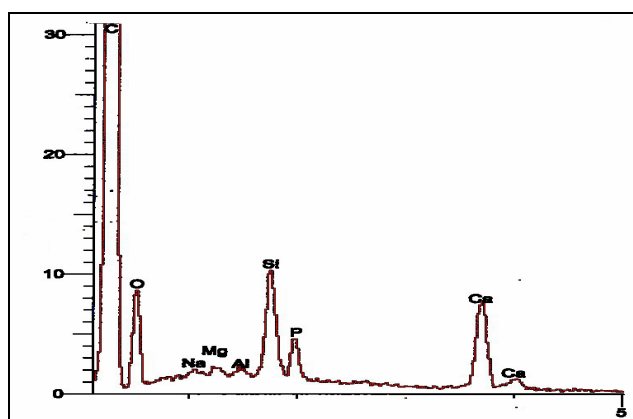


Element	Element %	At %
C	77.22	78.47
O	20.03	17.62
Si	2.35	1.34
P	1.02	0.98
Ca	2.25	1.47
อื่นๆ	0.23	0.12
รวม	100	100

รูปที่ 4.17 (ต่อ)

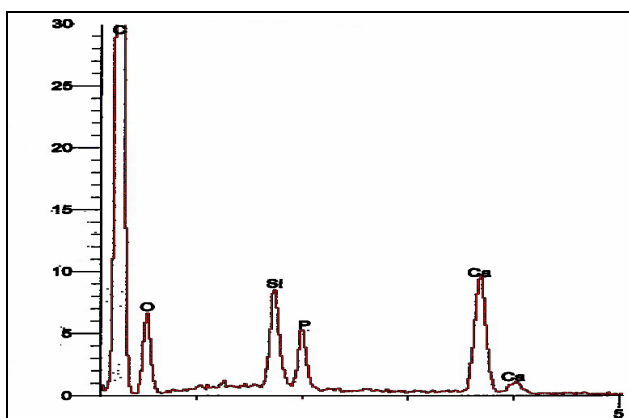
Element	Element %	At %
C	74.22	80.32
O	18.90	15.68

(e) 28 วัน



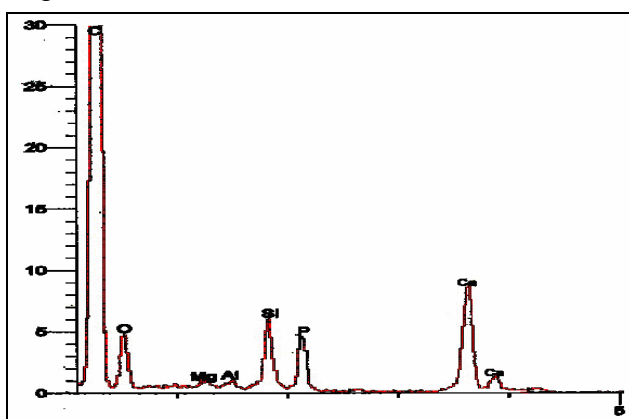
Si	2.63	1.31
P	1.07	1.01
Ca	2.90	1.53
อื่นๆ	0.28	0.15
รวม	100	100

(f) 35 วัน



Element	Element %	At %
C	75.47	81.40
O	16.21	14.66
Si	2.54	1.28
P	1.46	1.06
Ca	4.32	1.60
อื่นๆ	0.00	0.00
รวม	100	100

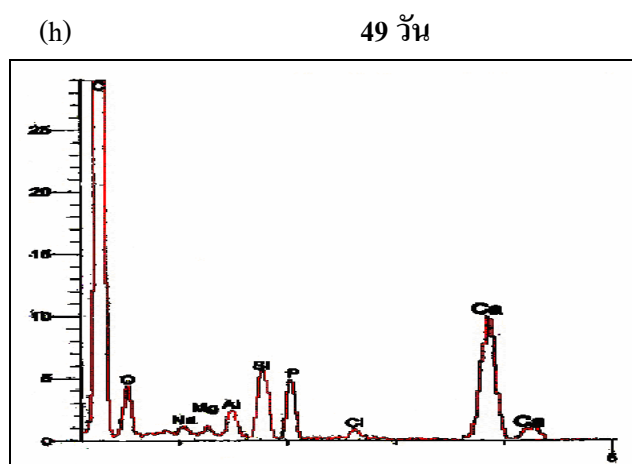
(g) 42 วัน



Element	Element %	At %
C	71.33	79.24
O	20.23	16.26
Si	2.07	1.15
P	1.40	1.12
Ca	4.07	1.73
อื่นๆ	0.90	0.50
รวม	100	100

รูปที่ 4.17 (ต่อ)

Element	Element %	At %
C	73.55	80.82
O	17.65	14.87



Si	2.42	1.06
P	1.53	1.19
Ca	4.42	1.84
อื่นๆ	0.43	0.22
รวม	100	100

รูปที่ 4.17 (ต่อ)

ตารางที่ 4.4 อัตราส่วนโดยโมลของธาตุต่างๆ ของวัสดุประกอบ CS 30 ที่แช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน

จำนวนวันที่แช่ สารละลาย SBF	อัตราส่วนโดยโมล Ca:C	อัตราส่วนโดยโมล Ca:Si	อัตราส่วนโดยโมล Ca:P
0	0.014	0.78	-
7	0.016	0.97	1.42
14	0.019	1.06	1.48
21	0.018	1.09	1.50
28	0.019	1.16	1.51
35	0.019	1.25	1.51
42	0.021	1.50	1.54
49	0.022	1.73	1.54

รูปที่ 4.17 (a) เป็นการแสดงธาตุองค์ประกอบของวัสดุประกอบ CS 30 ก่อนการแช่ในสารละลาย SBF (0 วัน) พบว่าองค์ประกอบหลักประกอบด้วยธาตุ C, O, Si และ Ca ซึ่งธาตุ Ca, Si และ O ที่พบเป็นองค์ประกอบหลักของ CaSiO_3 โดยธาตุเหล่านี้จะกระจายตัวอยู่ระหว่างธาตุ C ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของพอลิเมอร์ (HDPE) ซึ่งจะพบธาตุ C ปริมาณมากกระจายตัวอยู่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ (ภาคผนวก ข) ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับรูป (b) - (h) ซึ่งเป็นวัสดุประกอบ CS 30 ที่ผ่านการแช่ในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน พบว่าองค์ประกอบหลักจะประกอบด้วยธาตุ C, O, Si, P และ Ca โดยธาตุ P ที่พบมาจากสารละลาย SBF ซึ่งธาตุ Ca และ P ที่พบเป็น

องค์ประกอบหลักของ HAp ดังนั้นจึงน่าจะมีการเกิด HAp ที่ก่อตัวขึ้นจากสารละลาย SBF บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ

เมื่อพิจารณาอัตราส่วนโดยโมลของธาตุต่างๆ ในตารางที่ 4.4 เพื่อวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงปริมาณธาตุต่างๆ ของวัสดุประกอบ ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน พบว่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:C จะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มระยะเวลาการแช่ในสารละลาย SBF เนื่องจากเมื่อเปรียบเทียบปริมาณของธาตุ Ca ที่ระยะเวลาก่อนและหลังการแช่ในสารละลาย SBF พบว่าปริมาณของธาตุ Ca จะมีค่าเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาที่แช่ในสารละลาย SBF ซึ่งสังเกตได้จากปริมาณธาตุ Ca ที่พบในระยะเวลา 7-49 วัน จะมีค่าสูงกว่าปริมาณธาตุ Ca ก่อนการแช่ในสารละลาย SBF ที่มีเฉพาะปริมาณ Ca ของ CaSiO_3 เพียงอย่างเดียว โดยปริมาณของธาตุ Ca ที่เพิ่มขึ้นมาจากสารละลาย SBF ซึ่งสามารถรวมตัวกับธาตุ P ที่มีอยู่ในสารละลาย SBF เกิดเป็นฟิล์มบางของ HAp ปกคลุมพื้นผิวของวัสดุประกอบ ทำให้บดบังสัญญาณบางส่วน of ธาตุ C จึงทำให้ปริมาณของธาตุ C ที่พบมีปริมาณลดลงซึ่งจะทำให้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:C มีค่าเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาการแช่ในสารละลาย SBF

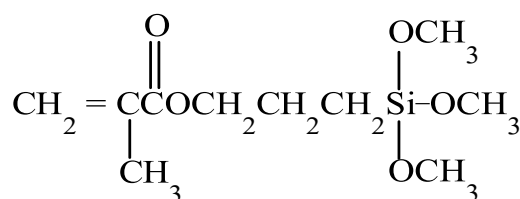
สำหรับอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:Si มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มระยะเวลาการแช่ในสารละลาย SBF เช่นกัน ซึ่งสามารถอธิบายได้ทำนองเดียวกันกับการเพิ่มขึ้นของอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:C คือเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการแช่สารละลาย SBF จะทำให้ Si บางส่วนละลายออกสู่สารละลาย SBF และชั้นฟิล์มของ HAp ที่เกิดจากการรวมตัวกันระหว่างธาตุ Ca และ P จะเกิดบนผิวของ SiO_2 ทำให้บดบังสัญญาณบางส่วน of ธาตุ Si จึงทำให้ปริมาณธาตุ Si ของวัสดุประกอบมีค่าลดลง ซึ่งจะทำให้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:Si มีค่าเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาการแช่ในสารละลาย SBF เช่นเดียวกัน

อัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการแช่สารละลาย SBF เนื่องจากเมื่อระยะเวลาในการแช่นานขึ้น โดยไอออนของธาตุ Ca และ P จากสารละลาย SBF จะรวมตัวกันตกผลึกเป็น HAp ได้มากขึ้น โดยในช่วงระยะเวลาการแช่ในสารละลาย SBF ที่ระยะเวลา 42-49 วัน ค่าอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P จะมีค่าคงที่ ที่ 1.54 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของอัตราส่วนโดยโมล HAp (1.67) ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM-EDS แสดงว่าเมื่อทำการแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ในสารละลาย SBF น่าจะมีการก่อตัวของ HAp บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึกที่พื้นผิวของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ สูตรต่างๆ หลังการแช่ในสารละลาย SBF ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาคผนวก จ (รูปที่ จ.1-จ.5) ซึ่งผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบทุกสูตรภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน พบว่าฟีกจะปรากฏที่ตำแหน่งเดิมเช่นเดียวกับก่อนทำการแช่ในสารละลาย SBF โดยจะไม่พบการเปลี่ยนแปลงของฟีกใดๆ และไม่ปรากฏฟีกของ HAp (ตำแหน่ง 30-32) อาจเนื่องมาจากความหนาของชั้นฟิล์ม HAp ที่เกิดจากการก่อผลึกมีความหนาไม่มากพอ ดังนั้นฟีกที่ปรากฏในแพทเทิร์นจึงมีฟีกของสารตั้งต้นเป็นฟีกหลักเช่นเดิม ซึ่งจากการวิเคราะห์วิฤภาคที่เป็นผลึกของวัสดุประกอบยังไม่สามารถยืนยันได้ชัดเจนว่าเกิด HAp แต่จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และเทคนิค SEM-EDS สามารถยืนยันได้ว่าวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการก่อตัวของ HAp ได้

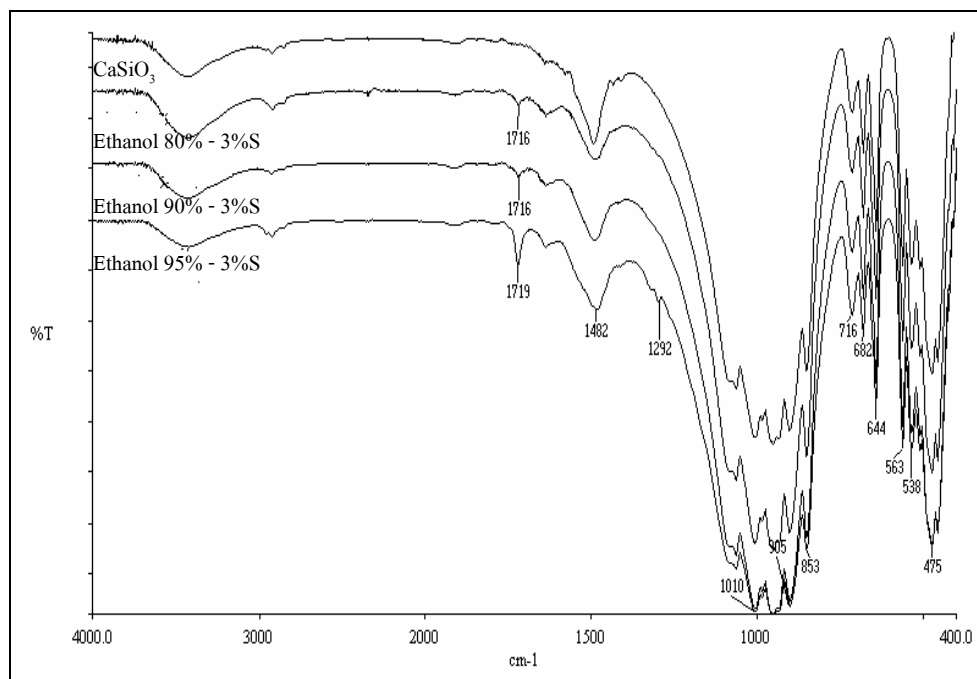
4.7 การปรับปรุงสมบัติของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ด้วยสารคู่ควบแกมมาเมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน

จากสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ พบว่าวัสดุประกอบ CS 25 มีสมบัติเชิงกลดีที่สุด โดยจะมีค่ามอดุลัสโค้งงอและค่ามอดุลัสกดอัดสูงที่สุด แต่เนื่องจากวิฤภาคของ CaSiO_3 กับ HDPE ไม่มีอันตรกิริยาระหว่างกัน เพราะ CaSiO_3 เป็นสารอนินทรีย์ที่มีขั้ว แต่ HDPE เป็นสารอินทรีย์ที่ไม่มีขั้ว จึงทำให้เกิดช่องว่างระหว่างวิฤภาคซึ่งเป็นจุดอ่อนแอของชิ้นงาน ดังนั้นจึงทำการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ด้วยสารคู่ควบแกมมาเมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน (γ -methacryloxypropyl trimethoxy silane, A174) ที่ปริมาณ 1, 2 และ 3% โดยน้ำหนักของ CaSiO_3 โครงสร้างของสารคู่ควบไซเลน A174 แสดงในรูปที่ 4.18 ซึ่งจัดเป็นสารคู่ควบไซเลนประเภทไม่มีขั้ว (Hydrophobic) เพราะมีปลายสายโซ่ข้างหนึ่งเป็นหมู่ไวนิล จึงเหมาะสำหรับการใช้เป็นสารคู่ควบกับพอลิเมอร์ชนิดไม่มีขั้ว คือ HDPE เพราะสามารถเข้ากันได้ดี ทำให้เมื่อสารคู่ควบไซเลนเกิดอันตรกิริยาระหว่าง CaSiO_3 กับ HDPE จะทำให้อนุภาคของ CaSiO_3 สามารถกระจายตัวใน HDPE ได้ดีขึ้น จึงเลือกใช้สารคู่ควบไซเลน A174 ในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$



รูปที่ 4.18 โครงสร้างสารคู่ควบแกมมาเมทาไครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน (A174)

4.7.1 อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่เหมาะสมสำหรับสารคู่ควบไขมัน

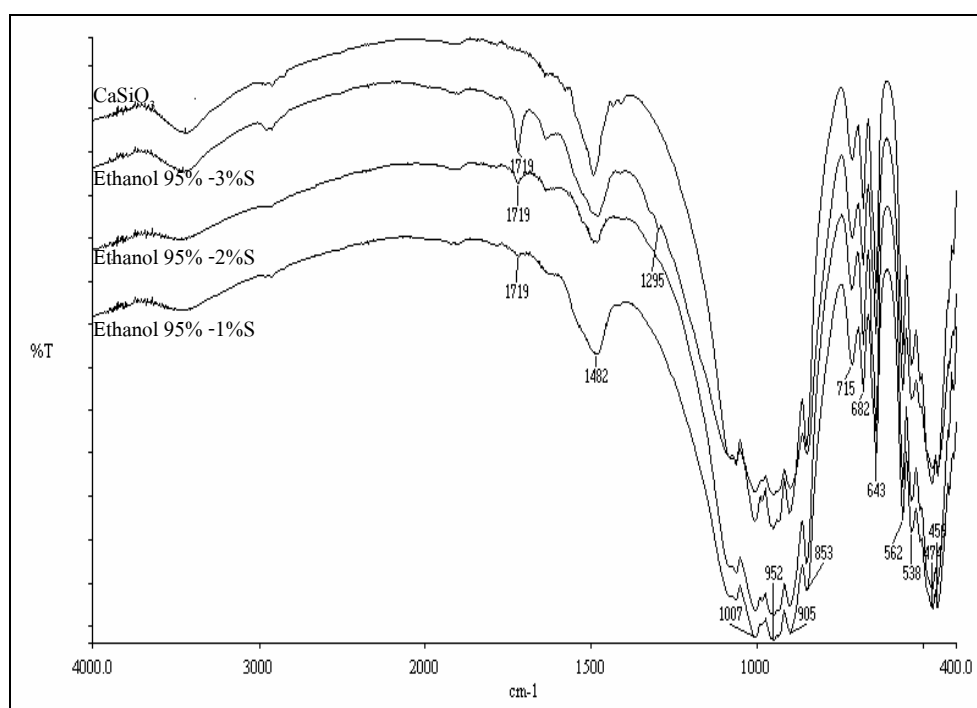


รูปที่ 4.19 สเปกตรัม FT-IR ของ CaSiO_3 ที่เคลือบด้วยสารคู่ควบไขมันที่ปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่ 80/20, 90/10 และ 95/5 โดยปริมาตร

สเปกตรัม FT-IR ของ CaSiO_3 ที่ทำการเคลือบพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไขมัน โดยทำการเปรียบเทียบอัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่ใช้เป็นตัวทำละลาย โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วนต่างๆ (80/20, 90/10 และ 95/5 โดยปริมาตร) และใช้สารคู่ควบไขมันที่ปริมาณ 3% โดยน้ำหนักของ CaSiO_3 แสดงในรูปที่ 4.19 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR พบว่าการใช้อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำทุกอัตราส่วน จะพบสัญญาณของ V_{max} ที่ตำแหน่ง 1719 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่คาร์บอนิล ($\text{C}=\text{O}$) ของสารคู่ควบไขมัน [36] โดยเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของ CaSiO_3 ที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไขมันจะไม่พบสัญญาณที่ตำแหน่งดังกล่าว ซึ่งสามารถแสดงได้ว่ามีสารคู่ควบไขมันเคลือบอยู่บนพื้นผิวของ CaSiO_3 และพบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 95/5 เป็นตัวทำละลายจะพบพีกของหมู่คาร์บอนิลชัดเจนที่สุด เนื่องจากสารคู่ควบไขมัน A174 ซึ่งมีโครงสร้างดังรูปที่ 4.18 จัดเป็นสารคู่ควบไขมันประเภทที่ไม่มีขั้ว (Hydrophobic) จึงไม่สามารถละลายน้ำหรือละลายได้น้อย แต่สามารถละลายในสารละลายเอทานอลได้ดีเพราะเป็นตัวทำละลายไม่มีขั้ว ดังนั้นที่อัตราส่วน 95/5 ซึ่งมีปริมาณสารละลายเอทานอลมากที่สุดจึงสามารถละลายสารคู่ควบไขมันได้อย่างสมบูรณ์ และที่อัตราส่วนเดียวกันนี้ยังพบสัญญาณของ V_{max} ที่ตำแหน่ง 1292 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึง

หมู่ซิลิกอนออกไซด์ที่เชื่อมต่อกับคาร์บอน (Si-O-C) ของสารคู่ควบไซเลน ซึ่งหมู่ซิลิกอนออกไซด์ที่พบเกิดจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ระหว่างสารคู่ควบไซเลนทำปฏิกิริยากับน้ำ โดยเมื่อเปรียบเทียบกับอัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 80/20 และ 90/10 จะไม่พบสัญญาณที่ตำแหน่ง 1292 cm^{-1} ซึ่งสันนิษฐานได้ว่าปริมาณของสารละลายเอทานอลที่น้อยเกินไปไม่สามารถละลายสารคู่ควบไซเลนได้สมบูรณ์ ทำให้การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสระหว่างสารคู่ควบไซเลนกับน้ำเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์จึงไม่ปรากฏพีกที่ตำแหน่งดังกล่าว ดังนั้นที่อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 95/5 จึงเหมาะสมใช้เป็นตัวทำละลายสำหรับสารคู่ควบไซเลน A174 ที่สุด

4.7.2 ผลการเคลือบอนุภาค CaSiO_3 ด้วยสารคู่ควบไซเลนในปริมาณที่ต่างกัน

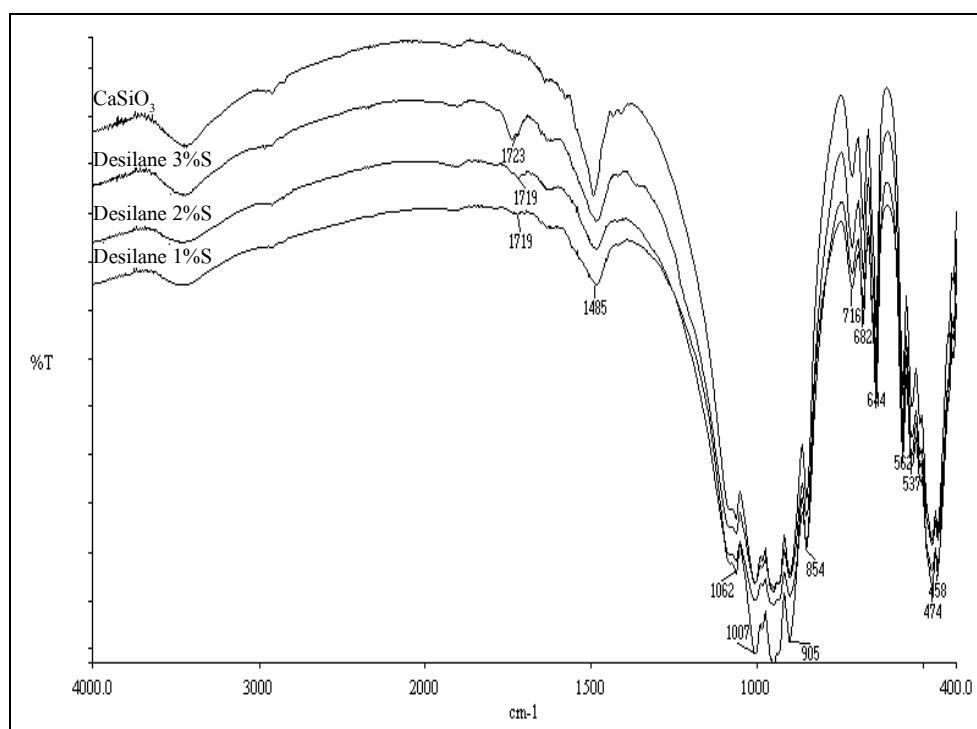


รูปที่ 4.20 สเปกตรัม FT-IR ของ CaSiO_3 ที่เคลือบด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำ 95/5 โดยปริมาตร

สเปกตรัม FT-IR ในรูปที่ 4.20 แสดงถึงการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารคู่ควบไซเลนที่ใช้ที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก และใช้อัตราส่วนของสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 95/5 พบสัญญาณของ ν_{max} ที่ตำแหน่ง 1719 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่คาร์บอนิล ($\text{C}=\text{O}$) และตำแหน่ง 1292 cm^{-1} เป็นพีกของหมู่ซิลิกอนออกไซด์ที่เชื่อมต่อกับคาร์บอน (Si-O-C) ของสาร

คู่ควบไซเลน โดยเมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของ CaSiO_3 ที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนจะไม่พบสัญญาณที่ตำแหน่งดังกล่าว ซึ่งสามารถแสดงได้ว่ามีสารคู่ควบไซเลนเคลือบอยู่บนพื้นผิวของ CaSiO_3 ซึ่งการใช้สารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 3% โดยน้ำหนัก จะปรากฏพีกของหมู่คาร์บอนิลและพีกของหมู่ซิลิกอนออกไซด์ที่เชื่อมต่อกับคาร์บอนซัดเจนที่สุด แสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้ปริมาณสารคู่ควบไซเลนเพิ่มขึ้นจะสามารถเคลือบผิวอนุภาค CaSiO_3 ได้มากขึ้น

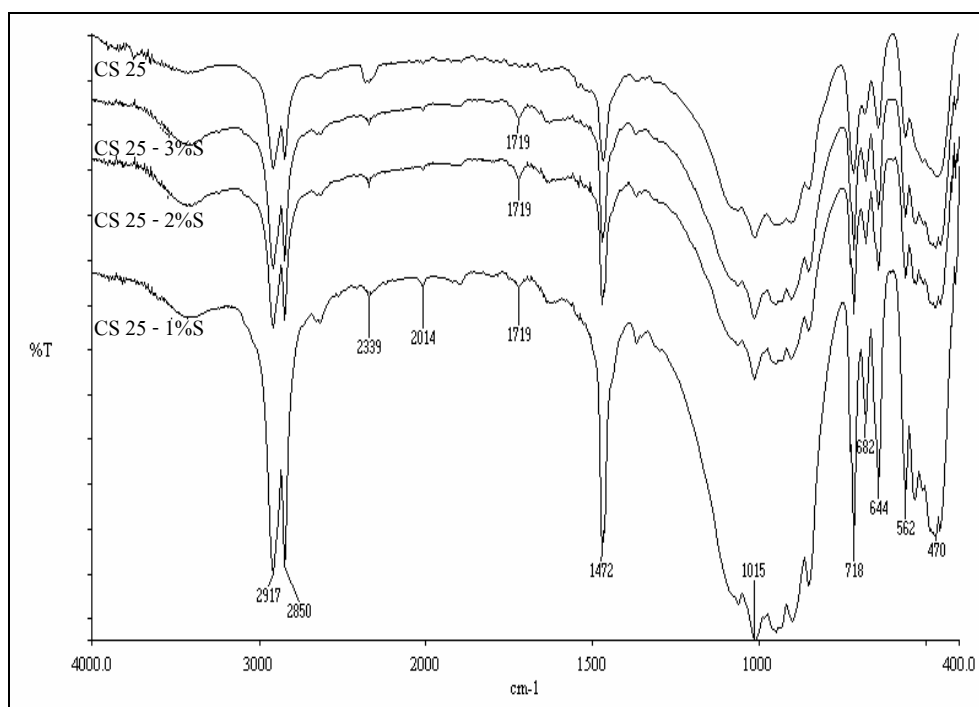
4.7.3 ผลการทดสอบการยึดเกาะของสารคู่ควบไซเลนที่เคลือบบนอนุภาค CaSiO_3



รูปที่ 4.21 สเปกตรัม FT-IR ของ CaSiO_3 ที่เคลือบด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก และทำการล้างสารคู่ควบไซเลนด้วยสารละลายเอทานอลต่อน้ำที่อัตราส่วน 95/5 โดยปริมาตร

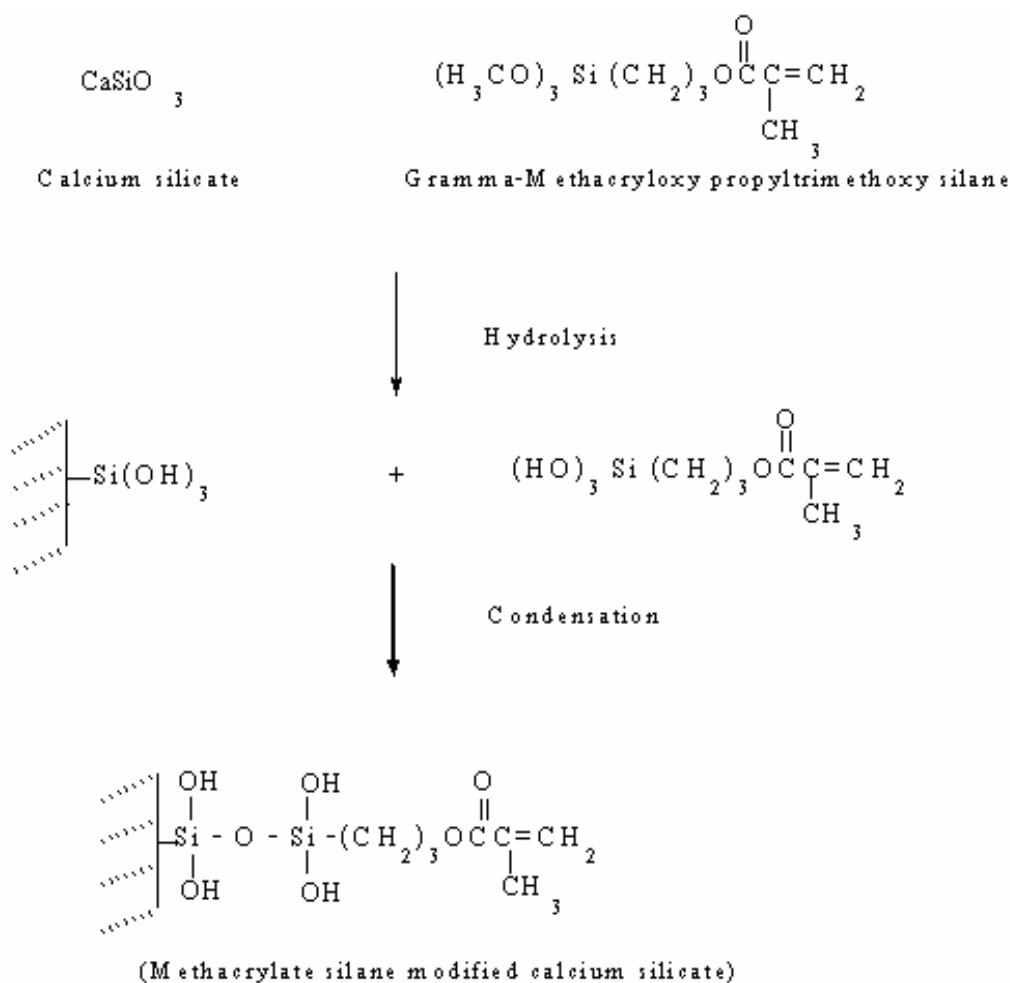
การทดสอบการยึดเกาะของสารคู่ควบไซเลนบนพื้นผิว CaSiO_3 ตามวิธีการในข้อ 3.3.2.3 หลังจากนั้นนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ดังแสดงในรูปที่ 4.21 พบว่า CaSiO_3 ที่เคลือบผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยปริมาตร จะยังคงพบพีกของหมู่คาร์บอนิลที่ตำแหน่ง 1719 cm^{-1} โดยความเข้มของพีกที่พบจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารคู่ควบที่ใช้ ซึ่งหลังจากทำการล้างด้วยสารละลายเอทานอลจะยังคงพบสารคู่ควบไซเลนเคลือบอยู่บนพื้นผิวของ CaSiO_3 ซึ่งสามารถแสดงได้ว่าเกิดการยึดเกาะทางเคมีระหว่างสารคู่ควบไซเลนและ CaSiO_3

4.7.4 ผลการใช้สารคู่ควบไซเลนในวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$



รูปที่ 4.22 สเปกตรัม FT-IR ของวัสดุประกอบ CS 25 ที่ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก

รูปที่ 4.22 แสดงสเปกตรัม FT-IR เปรียบเทียบระหว่างวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ระหว่างสูตร CS 25 กับ CS 25-S พบว่าวัสดุประกอบ CS 25-S ที่ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก พบสัญญาณที่ตำแหน่ง $V_{\max} 1719 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพิกของหมู่คาร์บอนิล ($\text{C}=\text{O}$) ของสารคู่ควบไซเลน เมื่อเทียบกับวัสดุประกอบ CS 25 จะไม่ปรากฏสัญญาณที่ตำแหน่งนี้ จึงแสดงได้ว่าวัสดุประกอบระหว่าง CS 25-S มีสารคู่ควบไซเลนเกิดอันตรกิริยาอยู่ในวัสดุประกอบนี้ ซึ่งกลไกการเกิดปฏิกิริยาคาดว่าจะเป็นไปดังรูปที่ 4.23 [36]



รูปที่ 4.23 กลไกการเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงของสารคู่ควบแกมมาเมทราโครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลนกับ CaSiO_3 [34]

CaSiO_3 และสารคู่ควบแกมมาเมทราโครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลนจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) กับน้ำ เปลี่ยนเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (Si-OH) ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลของ CaSiO_3 และหมู่ไฮดรอกซิลของสารคู่ควบแกมมาเมทราโครลอกซีโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลนจะเกิดปฏิกิริยาควแน่น (Condensation) โดยเกิดอันตรกิริยาระหว่างสารคู่ควบไซเลนและพื้นผิวของอนุภาค CaSiO_3 ส่วนปลายอีกข้างหนึ่งของสารคู่ควบไซเลนจะเกิดอันตรกิริยากับวัฏภาคของ HDPE จึงทำให้อนุภาคของ CaSiO_3 ที่เคลือบด้วยสารคู่ควบไซเลนสามารถเข้ากันได้กับ HDPE มากขึ้น [36]

4.8 การวิเคราะห์หาปริมาณสารที่สลายตัวของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE

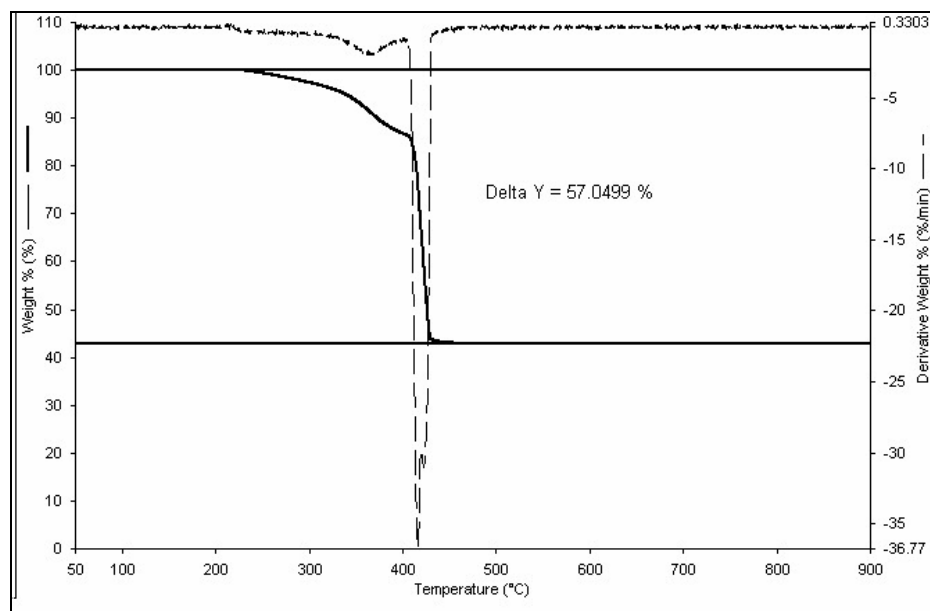
นำวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE สูตร CS 25 และ CS 25-S ที่ปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก ไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA เพื่อเปรียบเทียบปริมาณสารที่สลายตัว ได้ผลดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ปริมาณสารที่สลายตัวของวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE และ CaSiO_3 -S/HDPE

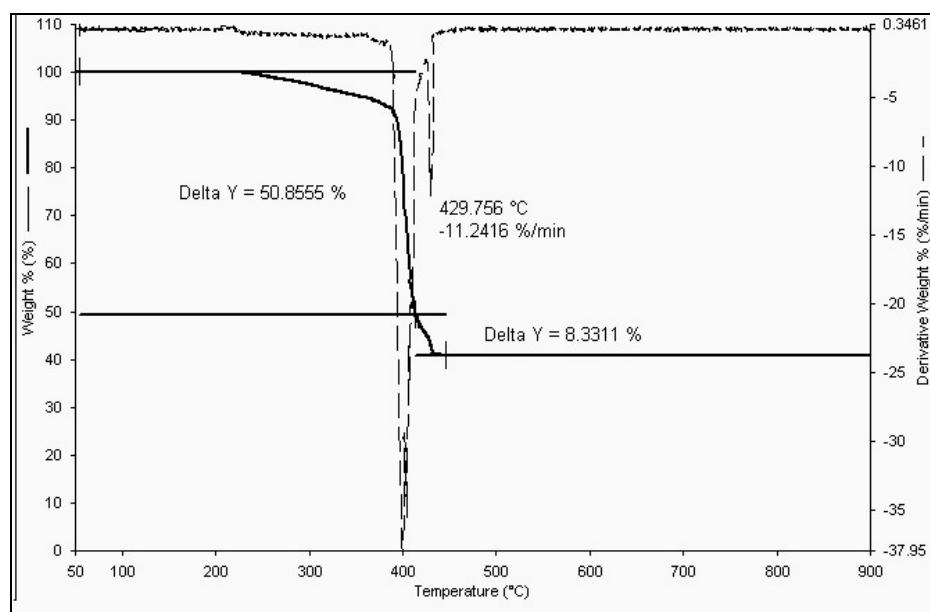
ชื่อย่อ	สูตรผสม CaSiO_3 /HDPE และ CaSiO_3 -S/HDPE	ปริมาณสารที่สลายตัว (%โดยน้ำหนัก)	
		อุณหภูมิ 400°C	อุณหภูมิ 430 -450°C
CS 25	25/75	57.04	-
CS 25-1S	25 - 1% Silane/75	50.85	8.33
CS 25-2S	25 - 2% Silane/75	43.80	14.64
CS 25-3S	25 - 3% Silane/75	42.74	17.24

จากตารางที่ 4.5 พบว่าวัสดุประกอบ CS 25 มีการสลายตัวที่อุณหภูมิ 400°C เพียงอุณหภูมิเดียวซึ่งเป็นการสลายตัวของ HDPE (ดังรูปที่ 4.24) โดยจะมีปริมาณการสลายตัวที่ 57% โดยน้ำหนัก เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ CS 25-S ดังรูปที่ 4.25-4.27 มีการสลายตัวที่อุณหภูมิ 400°C และช่วงอุณหภูมิ 430-450°C สันนิษฐานว่าช่วงอุณหภูมิ 430-450°C เป็นการสลายตัวของ HDPE ที่เกิดอันตรกริยากับสารคู่ควบไซเลนที่ยึดเกาะบนอนุภาค CaSiO_3 เป็นผลให้อุณหภูมิการสลายตัวของ HDPE ส่วนที่เกิดอันตรกริยากับสารคู่ควบไซเลนมีค่าสูงกว่าอุณหภูมิการสลายตัวของ HDPE ส่วนที่ไม่เกิดอันตรกริยา เนื่องจากการเกิดอันตรกริยาระหว่างวัฏภาคของ HDPE กับ CaSiO_3 จะทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างวัฏภาคมากขึ้นจึงต้องใช้อุณหภูมิสูงขึ้นในการสลายตัว และเมื่อเปรียบเทียบปริมาณสารคู่ควบไซเลนที่ใช้พบว่าปริมาณของสารที่สลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 430-450°C มีค่าสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารคู่ควบไซเลนที่ใช้ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า ปริมาณ HDPE ที่เกิดอันตรกริยากับสารคู่ควบไซเลนมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารคู่ควบไซเลนที่ใช้ เนื่องจากเมื่อใช้สารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณต่ำจะมีอนุภาค CaSiO_3 บางส่วนถูกเคลือบจึงสามารถเกิดอันตรกริยาได้ และเมื่อใช้ปริมาณสารคู่ควบไซเลนเพิ่มขึ้นทำให้สามารถเคลือบอนุภาค CaSiO_3 ได้เพิ่มขึ้นจึงสามารถเกิดอันตรกริยาได้มากขึ้น นอกจากนี้พบว่าวัสดุประกอบ CS 25-2S มีปริมาณการสลายตัวของ HDPE ส่วนที่เกิดอันตรกริยากับสารคู่ควบไซเลนใกล้เคียงกับวัสดุประกอบ CS 25-3S ซึ่งผลดังกล่าวอาจอธิบายได้ว่าปริมาณสารคู่ควบไซเลน 2% โดยน้ำหนัก เป็นปริมาณที่มากเพียงพอที่จะ

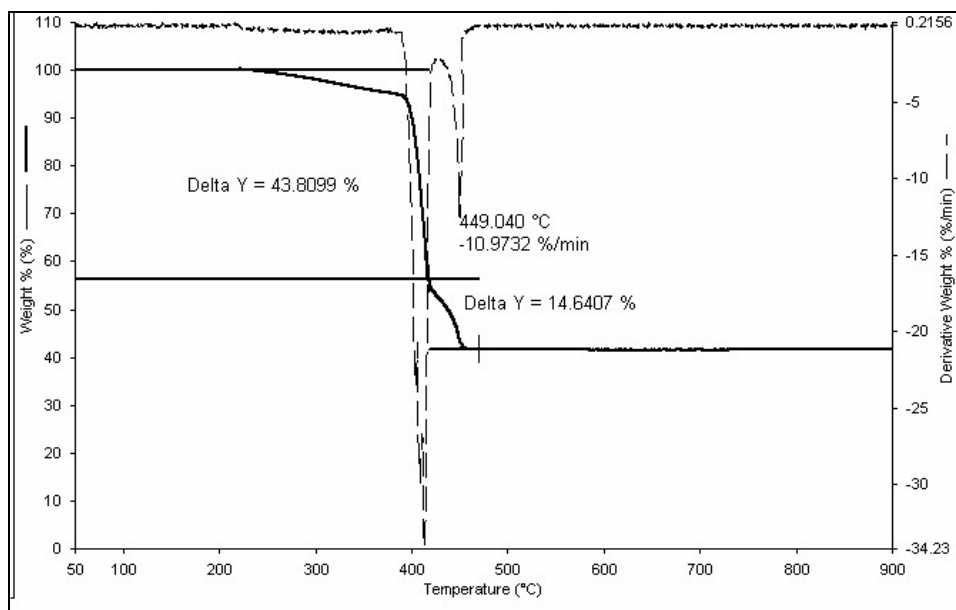
เคลือบบนอนุภาค CaSiO_3 ทั้งหมด ดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารเคลือบไฮเลนเป็น 3% โดยน้ำหนัก จึงเป็นปริมาณที่มากเพียงพอที่จะเคลือบบนอนุภาค CaSiO_3 ได้ทั้งหมดเช่นกัน ทำให้ปริมาณการสลายตัวของ HDPE ส่วนที่เกิดอันตรกริยากับสารเคลือบไฮเลนของวัสดุประกอบ CS 25-2S และ CS 25-3S มีค่าใกล้เคียงกัน



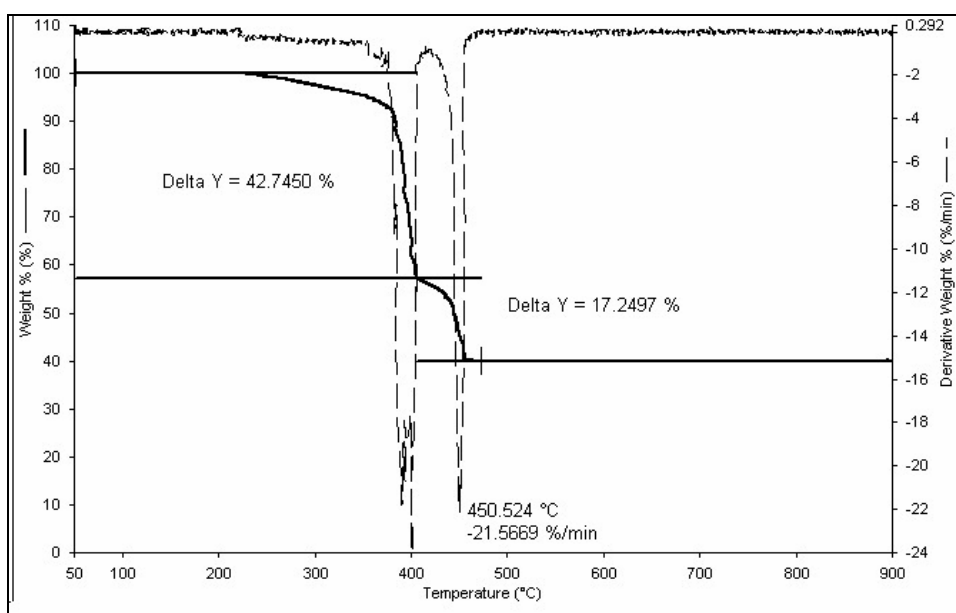
รูปที่ 4.24 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25 จากเครื่อง TGA



รูปที่ 4.25 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-1S จากเครื่อง TGA



รูปที่ 4.26 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-2S จากเครื่อง TGA



รูปที่ 4.27 เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-3S จากเครื่อง TGA

4.9 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ เพื่อศึกษาอิทธิพลของสารคู่ควบไซเลนที่มีต่อสมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ โดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC (ในภาคผนวก ง) เพื่อหาค่า อุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก (%Crystallinity) ดังแสดงในตารางที่ 4.6

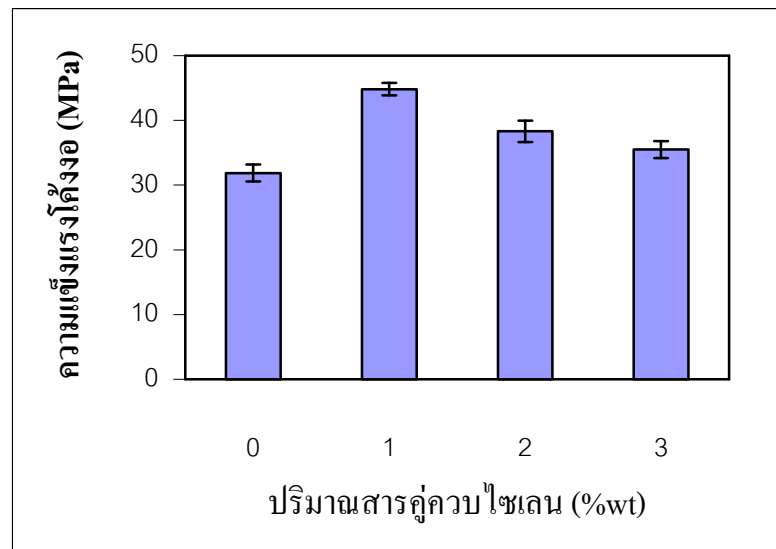
ตารางที่ 4.6 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$

ชื่อย่อ	สูตรผสม $\text{CaSiO}_3\text{/HDPE}$ และ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ (โดยปริมาตร)	ปริมาณ CaSiO_3 ใน วัสดุ ประกอบ (โดย น้ำหนัก)	T_m ($^{\circ}\text{C}$)	T_c ($^{\circ}\text{C}$)	ΔH_f (J/g) (จากเครื่อง)	ΔH_f (J/g) (Normalised)	เปอร์ เซ็นต์ ความ เป็นผลึก
CS 25	25/75	42.9	135	115	102.61	179.80	61
CS 25-1S	25 - 1% Silane/75	40.8	134	115	103.86	175.50	60
CS 25-2S	25 - 2% Silane/75	41.5	134	115	103.43	176.98	61
CS 25-3S	25 - 3% Silane/75	40.0	134	114	108.08	180.19	61

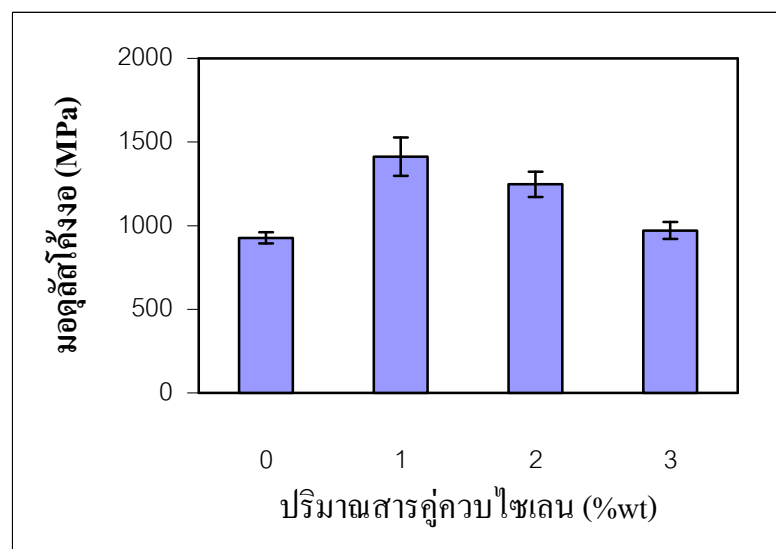
จากตารางที่ 4.6 พบว่าอุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของวัสดุประกอบทุกสูตรมีค่าไม่เปลี่ยนแปลง แสดงว่าการเติมสารคู่ควบไซเลนในปริมาณที่ต่างกัน (1-3% โดยน้ำหนัก) ไม่มีผลต่อสมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ

4.10 สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$

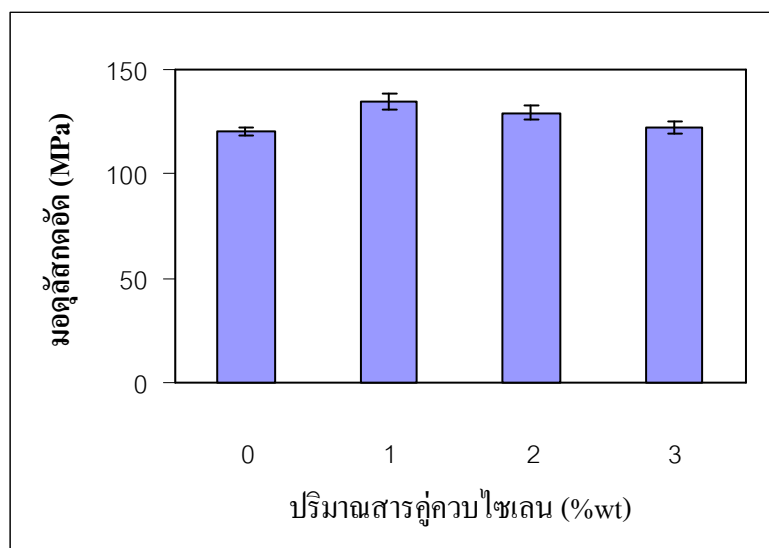
การศึกษาผลของปริมาณการใช้สารคู่ควบไซเลนที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณสารคู่ควบไซเลนที่ใช้ที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก เพื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ ที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนสูตร CS 25 แสดงค่าในภาคผนวก จ (ตารางที่ จ.6-จ.12)



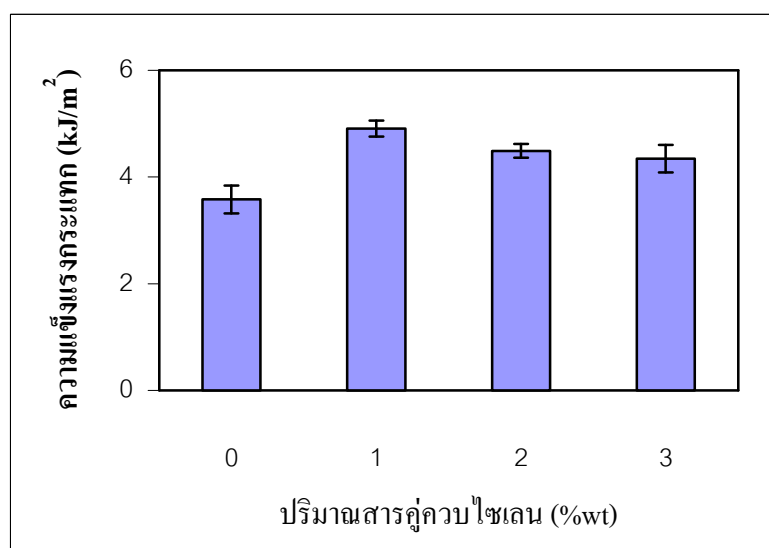
รูปที่ 4.28 ความแข็งแรงดึงของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ กับปริมาณสารตัวเติมซิลิกา



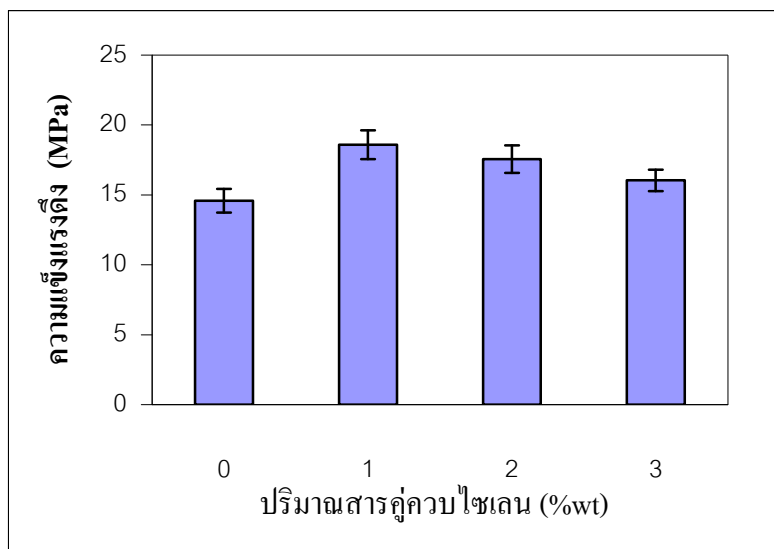
รูปที่ 4.29 มอดุลัสดึงของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ กับปริมาณสารตัวเติมซิลิกา



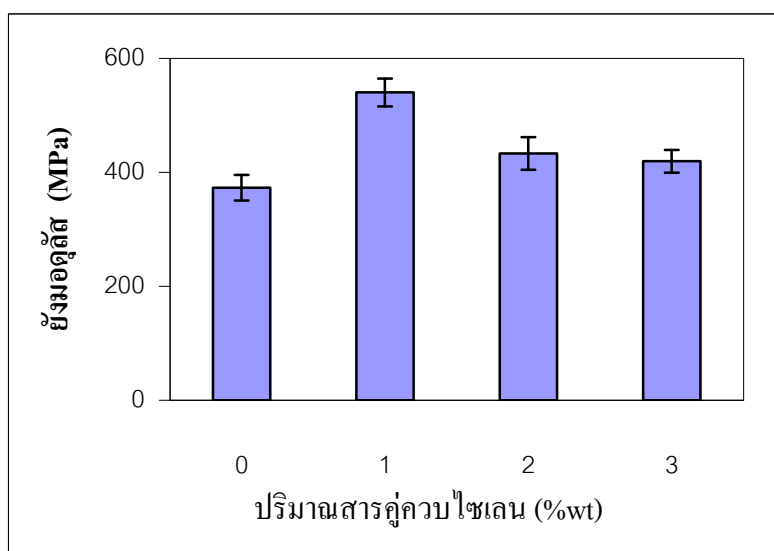
รูปที่ 4.30 มอดูลัสการดัดของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารคู่ควบไซเลน



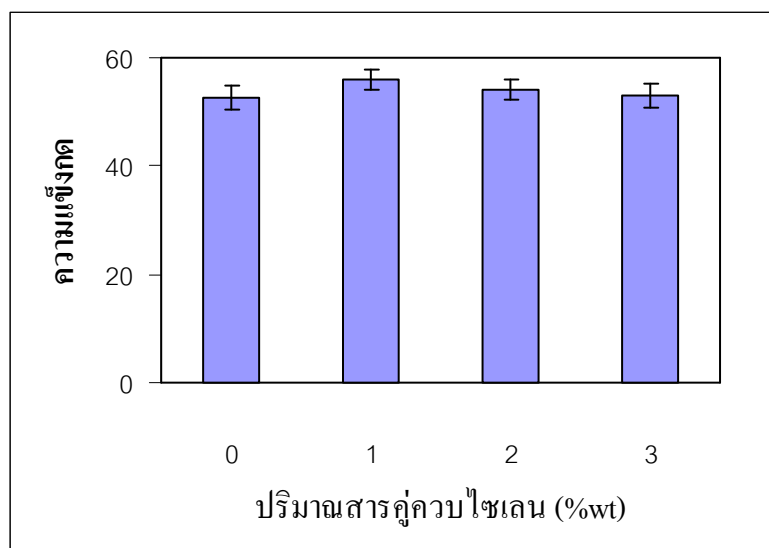
รูปที่ 4.31 ความแข็งแรงกระแทกของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารคู่ควบไซเลน



รูปที่ 4.32 ความแข็งแรงดึงของวัสดุประกอบ CaSiO₃-S/HDPE กับปริมาณสารคู่ควบไซเลน



รูปที่ 4.33 ยังมอดูลัสของวัสดุประกอบ CaSiO₃-S/HDPE กับปริมาณสารคู่ควบไซเลน



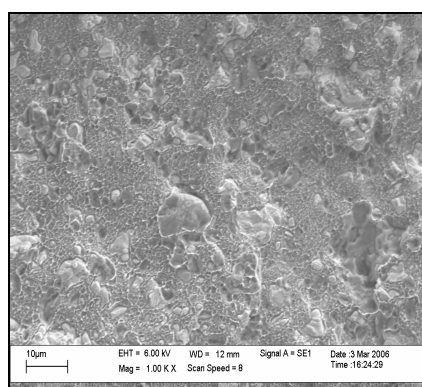
รูปที่ 4.34 ความแข็งแรงของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับปริมาณสารคาร์บอนนาโน

จากรูปที่ 4.28-4.34 พบว่าเมื่อทำการผสม CaSiO_3 ที่ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคาร์บอนนาโน จะทำให้ความแข็งแรงโค้งงอ โมดูลัสโค้งงอ โมดูลัสกดอัด ความแข็งแรงกระแทก ความแข็งแรงดึง ยังโมดูลัสและความแข็งแรงของวัสดุประกอบมีค่าเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรที่ CaSiO_3 ไม่ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคาร์บอนนาโน (ภาคผนวก จ ตารางที่ จ.6-จ.12) เนื่องจากสารคาร์บอนนาโนช่วยปรับปรุงอันตรกิริยาระหว่างวัฏภาค CaSiO_3 และ HDPE ทำให้มีความแข็งแรงระหว่างวัฏภาคมากขึ้น รวมทั้งช่วยลดช่องว่างที่เกิดขึ้นระหว่างวัฏภาคที่จะเป็นจุดอ่อนแอของชิ้นงาน ดังนั้นจึงช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบที่ได้ให้ดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบปริมาณของสารคาร์บอนนาโนที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ พบว่าเมื่อใช้ปริมาณสารคาร์บอนนาโนที่ 1% โดยน้ำหนัก จะให้สมบัติเชิงกลดีที่สุดรองลงมาคือ 2% และ 3% โดยน้ำหนัก ถึงแม้ว่าผลจากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA จะแสดงให้เห็นว่าการเติมสารคาร์บอนนาโนที่ปริมาณ 2 และ 3% โดยน้ำหนัก ทำให้การเกิดอันตรกิริยาระหว่าง CaSiO_3 กับ HDPE เพิ่มขึ้น แต่การมีสารคาร์บอนนาโนที่มากเกินไปอยู่ในระบบจะทำให้สารคาร์บอนนาโนอิสระอาจทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่น ซึ่งสามารถยืนยันได้จากการทดลองโดยการเติมสารคาร์บอนนาโนปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก ลงใน HDPE แล้วนำไปขึ้นรูปเพื่อทดสอบเปรียบเทียบกับ HDPE บริสุทธิ์ พบว่าค่าความแข็งแรงดึง ยังโมดูลัส และเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาดของ HDPE ที่เติมสารคาร์บอนนาโนมีค่าน้อยกว่า HDPE บริสุทธิ์ (ภาคผนวก จ ตารางที่ จ.13-จ.15) จึงสามารถยืนยันผลของการทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นของสารคาร์บอนนาโนอิสระในระบบ (ที่ 2 และ 3% โดยน้ำหนัก) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าผลการเพิ่มขึ้นของการเกิดอันตรกิริยามีผลน้อยกว่าผลของการทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นของสารคาร์บอนนาโน ดังนั้นการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ CaSiO_3 /HDPE สูตร

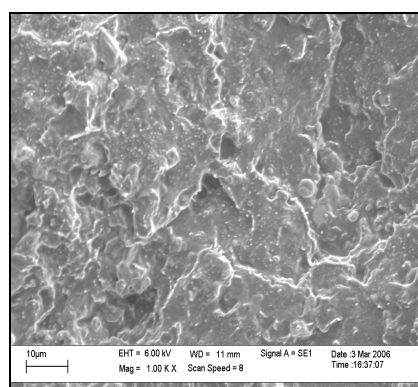
CS 25 ด้วยสารกั่วควบไซเลนปริมาณ 1% โดยน้ำหนัก ให้สมบัติเชิงกลดีที่สุด โดยความแข็งแรงโค้งงอมีค่าเพิ่มขึ้น 40.66% โมดูลัสโค้งงอเพิ่มขึ้น 52.50% โมดูลัสกดอัดเพิ่มขึ้น 11.99% ความแข็งแรงกระแทกเพิ่มขึ้น 36.87% ความแข็งดึงเพิ่มขึ้น 27.34% ยังโมดูลัสเพิ่มขึ้น 44.84% และความแข็งกดมีค่าเพิ่มขึ้น 6.08% เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารกั่วควบไซเลน

4.11 สันฐานวิทยาของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$

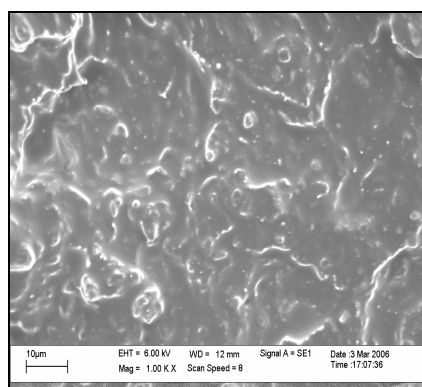
การศึกษาสันฐานวิทยาของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ ที่ทำการปรับปรุงพื้นผิวของวัสดุประกอบด้วยสารกั่วควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก เพื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ CS 25 ดังแสดงในรูปที่ 4.35



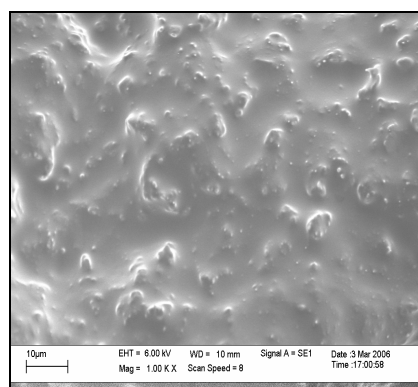
a) วัสดุประกอบ CS 25



b) วัสดุประกอบ CS 25-1S



c) วัสดุประกอบ CS 25-2S



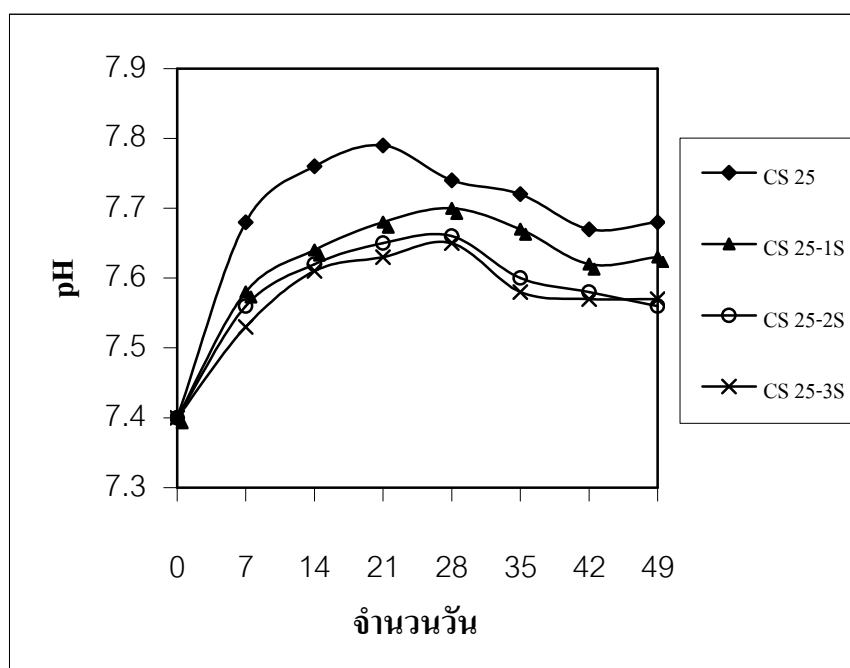
d) วัสดุประกอบ CS 25-3S

รูปที่ 4.35 ภาพ SEM แสดงพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S/HDPE}$ ที่กำลังขยาย 1000 เท่า

จากรูปที่ 4.35 เมื่อทำการปรับปรุงพื้นผิวของวัสดุประกอบ CS 25 ด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1% โดยน้ำหนัก พบว่าลักษณะการกระจายตัวของ CaSiO_3 ใน HDPE ดีขึ้น และจะไม่สังเกตเห็นรอยต่อระหว่างวัสดุเนื่องจาก CaSiO_3 สามารถเกิดอันตรกิริยากับ HDPE ได้ดีขึ้น และเมื่อใช้ปริมาณสารคู่ควบไซเลนที่ 2% และ 3% โดยน้ำหนัก พบว่าลักษณะพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุประกอบจะเป็นการแตกบริเวณส่วนของ HDPE (Cohesive) ซึ่งอาจเกิดเนื่องจากมีปริมาณสารคู่ควบไซเลนมากเกินไป ทำให้สารคู่ควบไซเลนอิสระทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่นในวัสดุของ HDPE จึงทำให้เกิดการแตกหักได้ง่ายในวัสดุของ HDPE ซึ่งผลสอดคล้องกับสมบัติเชิงกลที่ลดลง

4.12 สมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE

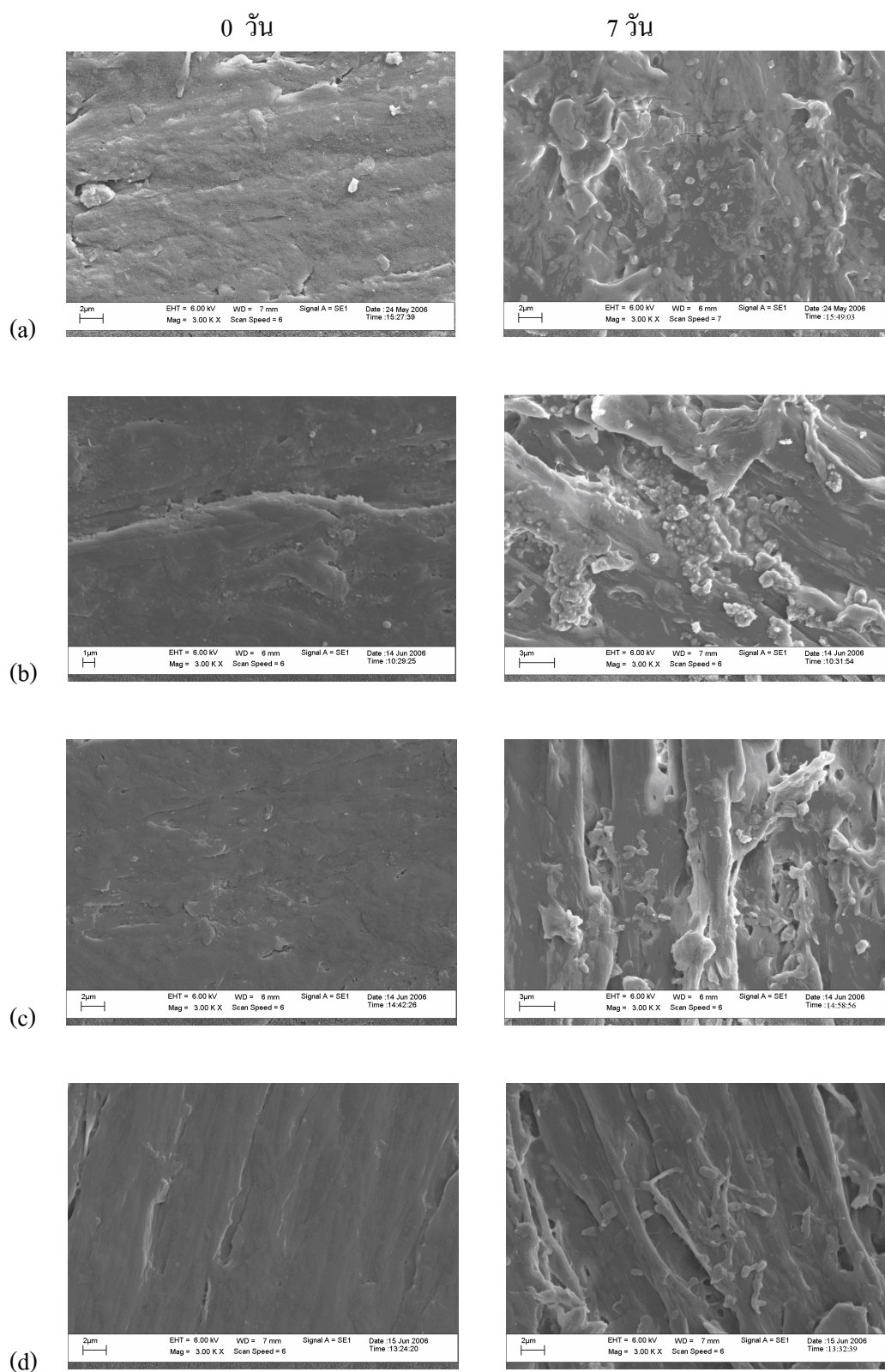
นำวัสดุประกอบ CS 25 และวัสดุประกอบ CS 25-S ที่ทำการปรับปรุงสมบัติเชิงกลด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก ไปแช่ในสารละลาย SBF ในระบบสภาวะคงที่ ที่อุณหภูมิ 37.5°C เป็นระยะเวลา 0-49 วัน เพื่อเปรียบเทียบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ



รูปที่ 4.36 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE

จากรูปที่ 4.36 พบว่าค่า pH ของวัสดุประกอบ CS 25 มีการเปลี่ยนแปลงค่า pH สูงกว่าวัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตร เนื่องจากวัสดุประกอบ CS 25-S มีการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไฮดรอกไซด์ ทำให้อาจจะมีสารคู่ควบไฮดรอกไซด์บางส่วนเหลืออยู่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนแช่ในสารละลาย SBF โดยการขัดพื้นผิวตัวอย่างด้วยกระดาษทรายอาจไม่สม่ำเสมอ ทำให้มีสารคู่ควบไฮดรอกไซด์บางส่วนเคลือบปกคลุมอนุภาค CaSiO_3 ทำให้การละลายของ CaSiO_3 ละลายได้น้อยลง และอีกปัจจัยหนึ่งคือการที่สารคู่ควบไฮดรอกไซด์ทำปฏิกิริยาที่พื้นผิว (Interfacial interaction) กับ CaSiO_3 ก็มีผลทำให้ CaSiO_3 ละลายได้น้อยลงเช่นกัน เป็นผลให้การแลกเปลี่ยนไอออนระหว่าง CaSiO_3 และสารละลาย SBF น้อยลง จึงทำให้ค่า pH ของวัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตร มีการเปลี่ยนแปลงน้อยกว่าวัสดุประกอบ CS 25 และเมื่อพิจารณาค่า pH ของวัสดุประกอบ CS 25-S ที่ใช้สารคู่ควบไฮดรอกไซด์ในปริมาณที่ต่างกันพบว่าการเปลี่ยนแปลงค่า pH ใกล้เคียงกัน เนื่องจากปริมาณของสารคู่ควบไฮดรอกไซด์ที่ใช้มีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก และทุกตัวอย่างต้องผ่านขั้นตอนการขัดพื้นผิวด้วยกระดาษทราย จึงทำให้อาจมีสารคู่ควบไฮดรอกไซด์เคลือบอยู่ที่ผิวในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน

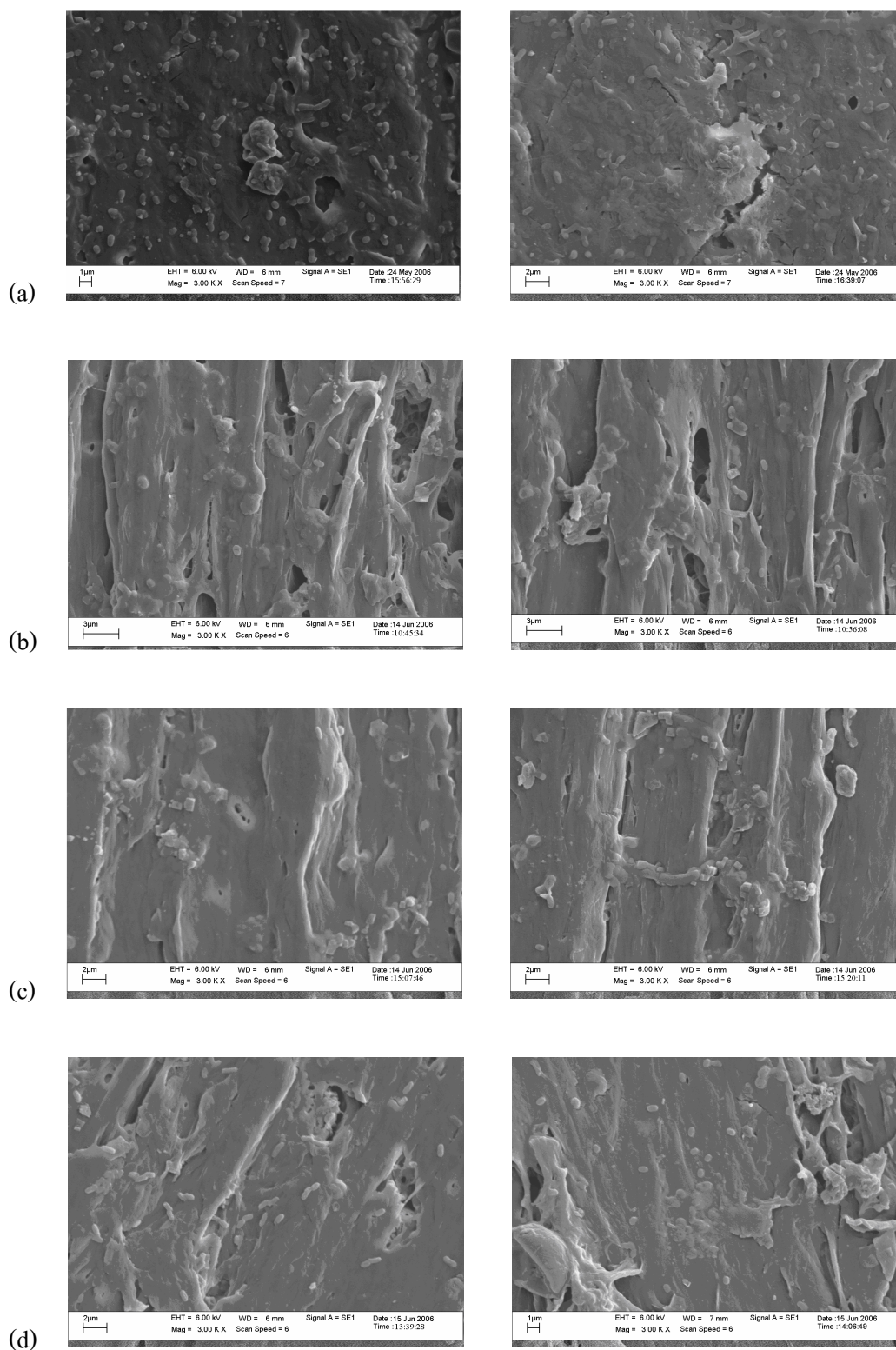
รูปที่ 4.37 แสดงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตร หลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 0–49 วัน เพื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ CS 25 จากรูปพบว่าวัสดุประกอบ CS 25 จะมีการก่อตัวของผลึก HAp เร็วกว่าวัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตร โดยจะสามารถสังเกตเห็นการก่อตัวของ HAp เกิดขึ้นภายหลังจากแช่วัสดุประกอบเป็นเวลา 7 วัน และจะเกิด HAp ปกคลุมพื้นผิวของวัสดุประกอบภายหลังจากแช่วัสดุประกอบเป็นเวลา 35 วัน ขณะที่วัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตร จะสามารถสังเกตเห็นการก่อตัวของ HAp เกิดขึ้นภายหลังจากแช่วัสดุประกอบเป็นเวลา 14 วัน และจะเกิด HAp ปกคลุมพื้นผิวของวัสดุประกอบภายหลังจากแช่วัสดุประกอบเป็นเวลา 42 วัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าวัสดุประกอบ CS 25 มีความว่องไวทางชีวภาพมากกว่าวัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตร โดยรูปร่างผลึก HAp ของวัสดุประกอบ CS 25 และวัสดุประกอบ CS 25-S ที่เกิดขึ้นมีลักษณะคล้ายกันคือ เกรนรูปร่างเป็นทรงรีค่อนข้างกลมคล้ายตัวหนอน ซึ่งผลึก HAp ที่เกิดขึ้นจะกระจายตัวอยู่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบไม่ต่อเนื่องกัน เนื่องจากในวัสดุประกอบ CS 25-S จะมี CaSiO_3 กระจายตัวอยู่ทั่วไป ซึ่งในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนแช่ในสารละลาย SBF การขัดพื้นผิวตัวอย่างด้วยกระดาษทรายอาจจะไม่สม่ำเสมอ ทำให้บางตำแหน่งอาจจะมีฟิล์มของ HDPE บางส่วนเคลือบอยู่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ ทำให้ผลึก HAp ที่ก่อตัวขึ้นจากสารละลาย SBF เกิดการกระจายตัวอยู่ไม่ต่อเนื่องกัน สาเหตุที่วัสดุประกอบ CS 25-S มีความว่องไวทางชีวภาพน้อยกว่าวัสดุประกอบ CS 25 เนื่องจากในขั้นตอนการขัดตัวอย่างวัสดุประกอบ CS 25-S ด้วยกระดาษทรายอาจจะไม่ลึกพอทำให้ยังคงมีสารคู่ควบไฮดรอกไซด์บางส่วนหลงเหลืออยู่ ซึ่งสารคู่ควบไฮดรอกไซด์ที่หลงเหลืออยู่จะเกิดปฏิกิริยาที่พื้นผิวกับอนุภาคของ CaSiO_3 ทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนกับสารละลาย SBF ได้ช้าลง จึงส่งผลให้เกิดการก่อตัวของผลึก HAp ได้ช้าลง



รูปที่ 4.37 โครงสร้างจุลภาคบริเวณพื้นผิวของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE หลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน (a) CS 25 (b) CS 25-1S (c) CS 25-2S และ (d) CS 25-3S

14 วัน

21 วัน

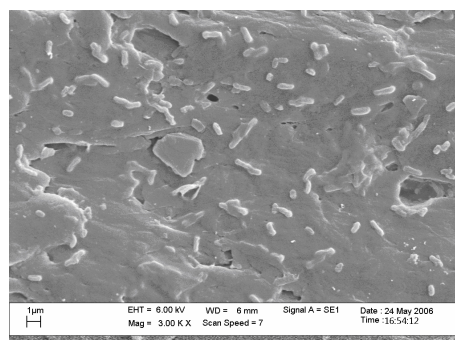
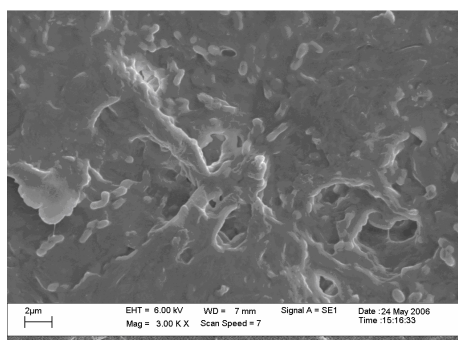


รูปที่ 4.37 (ต่อ)

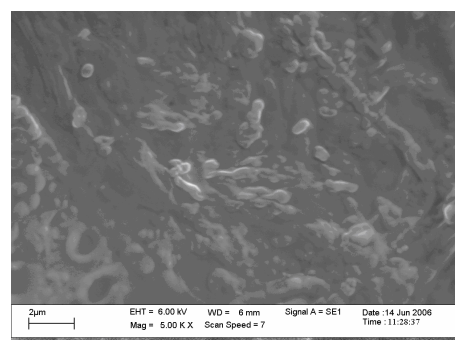
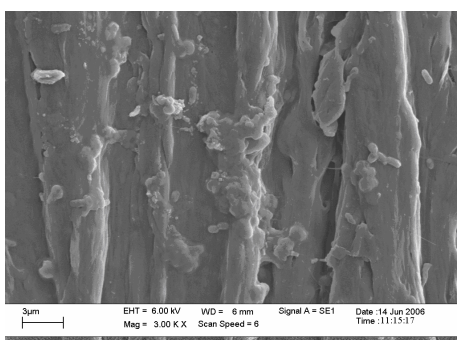
28 วัน

35 วัน

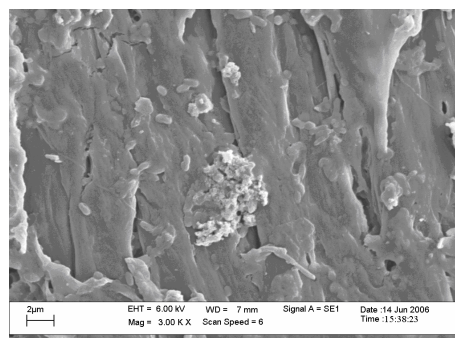
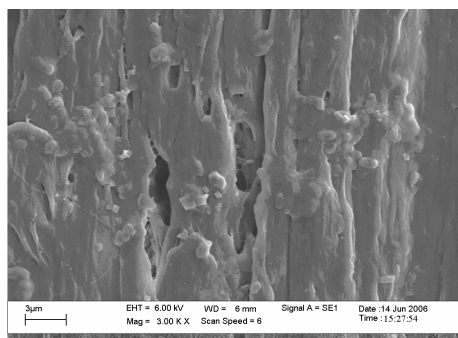
(a)



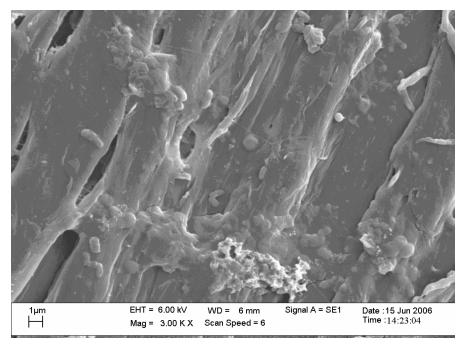
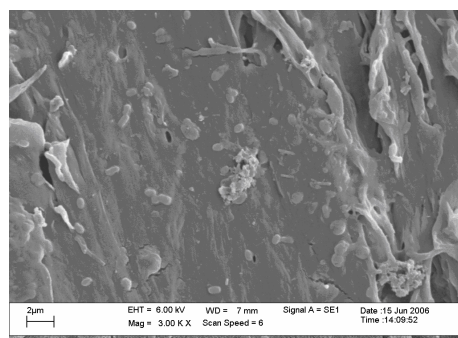
(b)



(c)

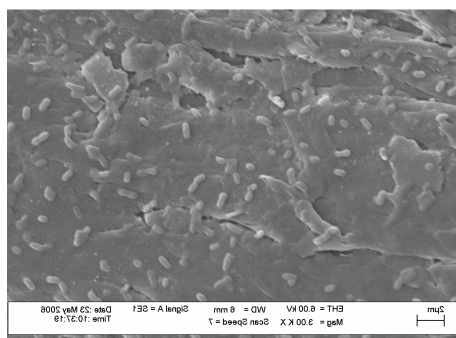


(d)



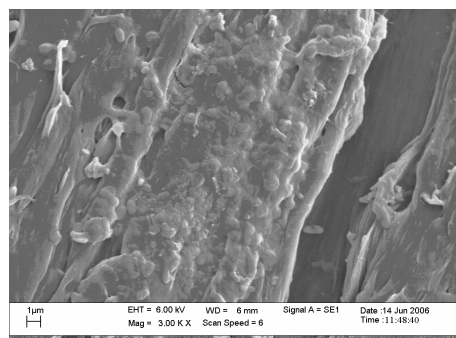
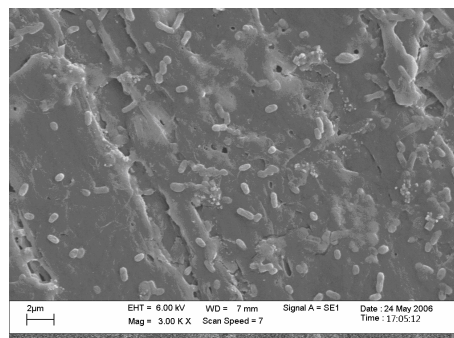
รูปที่ 4.37 (ต่อ)

42 วัน

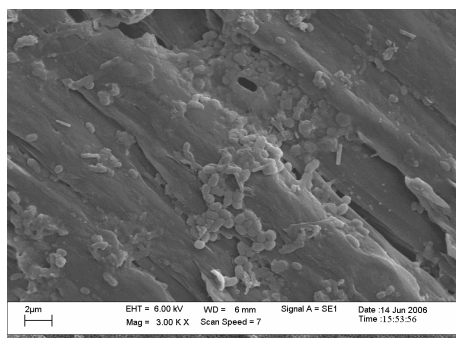
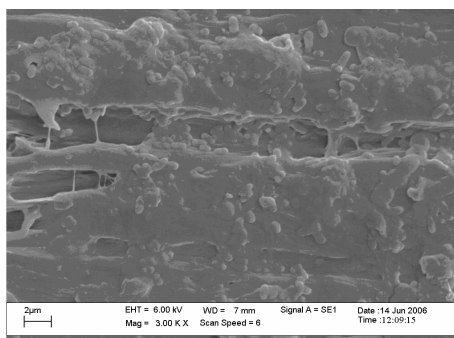


(a)

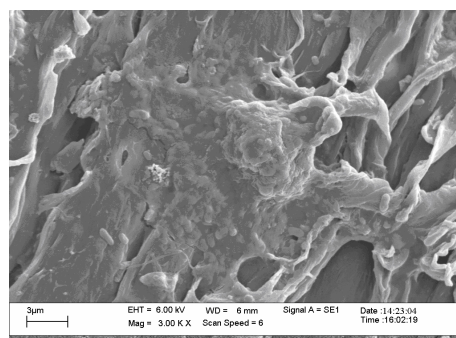
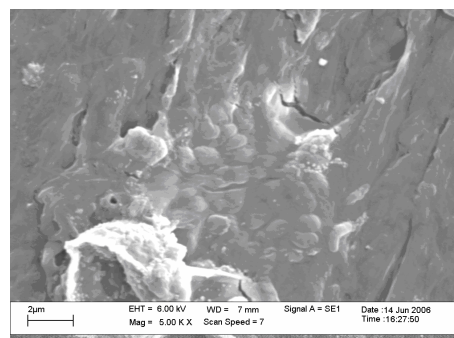
49 วัน



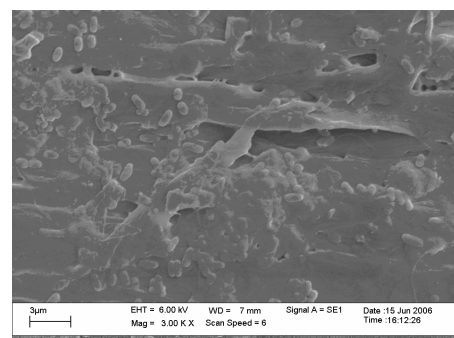
(b)



(c)



(d)



รูปที่ 4.37 (ต่อ)

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของวิฤภาคที่เป็นผลึกที่พื้นผิวของวัสดุประกอบ CS 25 เปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ CS 25-S ที่ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไฮโดรเจนที่ปริมาณ 1%, 2% และ 3% โดยน้ำหนัก ดังแสดงในภาคผนวก จ (รูปที่ จ.4 – จ.8)

พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25 และวัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตรภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 49 วัน พบว่าฟีกจะปรากฏที่ตำแหน่งเดิม เช่นเดียวกับก่อนทำการแช่ในสารละลาย โดยจะพบฟีกสำคัญที่ตำแหน่ง 2 θ เท่ากับ 21.3 และ 23.7 เป็นฟีกของ PE และตำแหน่ง 29.9 เป็นฟีกของ CaSiO_3 และไม่พบฟีกของ HAp ปรากฏ (ตำแหน่ง 30-32) อาจเนื่องมาจากความหนาของชั้นฟิล์ม HAp ที่เกิดจากการก่อผลึกมีความหนาไม่มากพอ ดังนั้นฟีกที่ปรากฏในแพทเทิร์นจึงมีฟีกของสารตั้งต้นเป็นฟีกหลักเช่นเดิม และพบว่าฟีกสารตั้งต้นของวัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตร ฟีกจะมีความสูงมากกว่าฟีกสารตั้งต้นของวัสดุประกอบ CS 25 อาจเนื่องมาจากการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไฮโดรเจนทำให้เกิดฟิล์มของ HAp บนวัสดุประกอบ CS 25-S เกิดได้น้อยกว่าฟิล์ม HAp บนวัสดุประกอบ CS 25 ฟีกที่ปรากฏจึงมีความสูงมากกว่าฟีกของวัสดุประกอบ CS 25 และยังสามารถสังเกตได้ว่าฟีก CaSiO_3 ของวัสดุประกอบ CS 25-S ทุกสูตรที่ปรากฏจะมีความสูงมากกว่าฟีก CaSiO_3 ของวัสดุประกอบ CS 25 ซึ่งอาจสันนิษฐานได้ว่าการละลายของ Ca ไฮดรอกไซด์ในวัสดุประกอบ CS 25-S ละลายได้น้อยกว่าการละลายของ Ca ไฮดรอกไซด์ในวัสดุประกอบ CS 25 จึงทำให้ฟีก CaSiO_3 ที่ปรากฏมีความเป็นผลึกมากกว่า ซึ่งการละลายของ Ca ไฮดรอกไซด์จะส่งผลต่ออัตราเร็วการก่อตัวของผลึก HAp จึงทำให้วัสดุประกอบ CS 25-S น่าจะมีอัตราเร็วการก่อตัวของผลึก HAp ช้ากว่าวัสดุประกอบ CS 25 ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และการวัดอัตราการเปลี่ยนแปลงค่า pH ของสารละลาย SBF ที่ผ่านมาน่าจะสามารถยืนยันได้ว่าวัสดุประกอบ CS 25-S มีความว่องไวทางชีวภาพน้อยกว่าวัสดุประกอบ CS 25

จากการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE ที่ทำการปรับปรุงสมบัติเชิงกลด้วยสารคู่ควบไซเลน พบว่า CaSiO_3 สามารถเหนี่ยวนำให้วัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE เป็นวัสดุที่มีความว่องไวทางชีวภาพได้ นอกจากนี้ยังชี้ให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการเชื่อมต่อระหว่างวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE กับเนื้อเยื่อกระดูก เมื่อนำวัสดุประกอบ CaSiO_3 -S/HDPE ไปใช้ในร่างกายมนุษย์ ซึ่งแสดงถึงความเป็นไปได้ที่จะนำไปใช้เป็นวัสดุคิบัในการผลิตวัสดุชีวภาพ สำหรับงานทางการแพทย์ได้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณของ CaSiO_3 ในช่วง 0-30% โดยปริมาตร และทำการศึกษาสมบัติเชิงกล และสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบในระบบจำลองของร่างกาย หลังจากนั้นศึกษาการปรับปรุงสมบัติโดยใช้สารคู่ควบไซเลน (1-3% โดยน้ำหนัก) และทำการศึกษาสมบัติเชิงกล และสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบเช่นเดียวกัน ซึ่งสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่า เมื่อมีการผสม CaSiO_3 ที่ปริมาณ 0-25% โดยปริมาตร ลงใน HDPE ทำให้ค่ามอดุลัสโค้งงอ มอดุลัสกดอัด และความแข็งแรงกดมีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนค่าความแข็งแรงโค้งงอและความแข็งแรงกระแทกมีค่าลดลง เมื่อทำการเพิ่มปริมาณ CaSiO_3 30% โดยปริมาตร ทำให้ค่าความแข็งแรงกดมีค่าเพิ่มขึ้น แต่ค่าความแข็งแรงโค้งงอ มอดุลัสโค้งงอ มอดุลัสกดอัด และความแข็งแรงกระแทกมีค่าลดลง จากสมบัติเชิงกลที่ทำการทดสอบพบว่าเมื่อใช้ปริมาณ CaSiO_3 25% โดยปริมาตร จะมีสมบัติเชิงกลดีที่สุด โดยจะมีค่ามอดุลัสโค้งงอและมอดุลัสกดอัดสูงที่สุด จึงทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1-3% โดยน้ำหนัก จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าวัสดุประกอบที่ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนจะมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น โดยจะมีค่าความแข็งแรงโค้งงอ มอดุลัสโค้งงอ มอดุลัสกดอัด ความแข็งแรงกระแทก ความแข็งแรงดึง และยังมีมอดุลัสเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับวัสดุประกอบที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลน ซึ่งพบว่าการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนที่ปริมาณ 1% โดยน้ำหนัก จะให้สมบัติเชิงกลดีที่สุด

2. จากการทดสอบสมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบพบว่า เมื่อทำการผสม CaSiO_3 ลงใน HDPE จะทำให้ค่าอุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) ของ HDPE ลดลงเล็กน้อย ส่วนค่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) ที่มี CaSiO_3 ผสมอยู่มีค่าไม่เปลี่ยนแปลงจาก HDPE บริสุทธิ์ นอกจากนั้นปริมาณของ CaSiO_3 ที่เพิ่มขึ้นไม่มีผลต่อค่า T_m และค่า T_c แต่อย่างใด ส่วนค่าเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกในสูตรที่มีการผสม CaSiO_3 มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย และเมื่อทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนพบว่า การเติมสารคู่ควบไซเลนในปริมาณที่ต่างกัน (1-3% โดยน้ำหนัก) ไม่มีผลต่อสมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ โดยค่าอุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) อุณหภูมิในการเกิดผลึก (T_c) และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก มีค่าไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเทียบกับวัสดุประกอบที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลน

3. จากการศึกษาพื้นฐานวิทยาของวัสดุประกอบที่เตรียมได้พบว่า เมื่อปริมาณของ CaSiO_3 ที่ผสมลงใน HDPE มีปริมาณน้อยพบว่า CaSiO_3 มีการกระจายตัวอย่างทั่วถึง แต่เมื่อ CaSiO_3 มีปริมาณเพิ่มขึ้นพบว่า CaSiO_3 มีแนวโน้มที่จะเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนมากขึ้น เนื่องจาก CaSiO_3 เป็นสารอนินทรีย์ที่มีขี้ แต่ HDPE เป็นสารอินทรีย์ที่ไม่มีขี้ ทำให้ CaSiO_3 เกิดการกระจายตัวในวัฏภาค HDPE ได้ค่อนข้างยาก และเมื่อทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนพบว่าลักษณะการกระจายตัวของ CaSiO_3 ใน HDPE ดีขึ้น ไม่เกิดการเกาะรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนและไม่สังเกตเห็นรอยต่อระหว่างวัฏภาค

4. จากการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ พบว่าวัสดุประกอบสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการก่อตัวของผลึก HAp และพบว่าวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ที่ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการก่อตัวของผลึก HAp ได้เช่นกัน แต่อัตราเร็วในการก่อตัวของผลึก HAp ของวัสดุประกอบที่ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลนจะช้ากว่าวัสดุประกอบที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงสมบัติด้วยสารคู่ควบไซเลน และจากการก่อตัวของผลึก HAp นี้ แสดงได้ว่าวัสดุประกอบที่เตรียมได้มีสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ทำการเปลี่ยน HDPE จากแบบเม็ดให้เป็นแบบผง เพื่อให้มีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกับสารตัวเติม ซึ่งจะส่งผลให้สารตัวเติมกระจายตัวใน HDPE ดีขึ้น

2. ทำการเปลี่ยนเครื่องผสมให้เป็นเครื่องผสมที่มีแรงเฉือนสูงๆ เพื่อให้มีการผสมที่ดีขึ้น

3. ก่อนนำวัสดุประกอบไปแช่ในสารละลาย SBF ควรขัดพื้นผิวของชิ้นงานวัสดุประกอบให้เรียบและสม่ำเสมอเพียงพอ เพื่อให้ชั้นของ HAp ที่เกิดขึ้นสามารถเกาะบนวัสดุประกอบได้ดี

4. นำสารละลาย SBF ภายหลังการแช่วัสดุประกอบไปตรวจวิเคราะห์ต่อโดยเทคนิคอื่นๆ เช่น Inductive Coupled Plasma Atomic emission Spectroscopy (ICP) เพื่อดูปริมาณการเปลี่ยนแปลงแคลเซียมไอออนและฟอสเฟตไอออน เพื่อติดตามการเปลี่ยนแปลงของไอออนเนื่องจากวัสดุประกอบ

เอกสารอ้างอิง

- [1] Aoki, H. 1994. **Medical Application of Hydroxyapatite**. Ishiyaky Euro America, Tokyo.
- [2] Liu, X., Ding, C. and Paul, K. Mechanism of apatite formation on Wollastonite coatings in simulated body fluids. **Biomaterials** 25 (2004) 1755-61
- [3] Rather, B.D. 1996. **Biomaterials Science: An Introduction To Materials In Medicine**, CA: Academic Press San Diego, California.
- [4] เกตุดาว ขวาลิตดำรง สาลิกัด บัวเจริญ และสัญญาา เอมแหยม. 2547. การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างแคลเซียมซิลิเกตกับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง และศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุประกอบ. โครงการงานพิเศษภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์. สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [5] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2544. **เอกสารประกอบการสอนวิชาวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม**. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [6] Joon, B. P. 1979. **Biomaterial An Introduction**, Plenum Press, New York.
- [7] Hench, L.L and Wilson, J. 1993. **An introduction to Bioceramics**. Florida : Word Scientific Publishing Co.Pte.Ltd. , Singapore.
- [8] Hench, L.L. 2002. **Biocomposites**. [Online]. Available: <http://www.bg.ic.ac.uk/Lectures/Hench/BioComp/chap3.html>
- [9] Rajeswari, S. Artif Organs. **Trends Biomater** 18 (2004) 9-17
- [10] อธิพิล แจ่มชัด. 2544. **เอกสารประกอบการสอนวิชาพอลิเมอร์คอมโพสิต**. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [11] Nyco premium quality wollastonite. 1997-2004. **Chemical properties**. [Online]. Available: http://www.nycominerals.com/cache/page_1048-1052.html
- [12] Ciullo, P.A. 2002. **Award and recognition wollastonite a versatile function filler**. [Online]. Available: http://www.rtvanderbit.com/award_6.html
- [13] Nyco premium quality wollastonite. 1997-2004. **Physical properties**. [Online]. Available: http://www.nycominerals.com/cache/page_1048-1052.html
- [14] Kotsis, I. and Balogh, A. 1989. Synthesis of Wollastonite. **Ceramics International**. 15: 79-85

- [15] Cousin, P. and Ross, R.A. 1990. **Material Science and Engineering**, Academic Press, New York.
- [16] Hayashi, S., Okada, K. and Otsuka N. Preparation of CaSiO_3 powder by coprecipitation method and their sinterability. **Journal of the Ceramic Society of Japan** 99 (1991) 1187-1190
- [17] Brinker C.J. and Scherer G.W. 1990. **Sol-gel Science-The Physics and chemistry of Sol-gel processing**, Academic Press, NewYork.
- [18] อรุษา สารวารี. 2546. สารเติมแต่งพอลิเมอร์ เล่ม 1. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, พิมพ์ครั้งที่ 1, หน้า 22-24.
- [19] Feldman, D. and Barbalata, A. 1996. **Synthetic Polymers : Technology, properties and application**. Chapman & Hall, London.
- [20] Toensmeier, P. 1994. **Plastics Handbook**, Mc Graw-Hill, New York.
- [21] สมศักดิ์ วรมงคลชัย. 2547. สารปรับแต่งพอลิเมอร์. สำนักพิมพ์กรุงเทพเ็ดเนค, พิมพ์ครั้งที่ 1, หน้า 150-158.
- [22] Chisso corporation. 2002-2005. **Silane coupling agents**. [Online]. Available: [http://www.powerchemical.net/Silane Coupling Agents. Html](http://www.powerchemical.net/Silane%20Coupling%20Agents.html)
- [23] Yu, S., Hariram, K. and Kumar, R. In vitro apatite formation and its growth kinetics on hydroxyapatite/polyetheretherketone biocomposites. **Biomaterials** 26 (2005) 2343-52
- [24] Wang, M., Joseph, R. and Bonfield, W. Hydroxyapatite-polyethylene composite for bone substitution: effects of ceramic particle size and morphology. **Biomaterials** 19 (1998) 2357-66
- [25] Juhasz, J.A., Best, S.M. and Brooks, R. Mechanical properties of glass-ceramic A-W-polyethylene composites: effect of filler content and particle size. **Biomaterials** 25 (2004) 949-55
- [26] Xue, W., Liu, X. and Zheng, X. In vivo evalution of plasma-sprayed wollastonite coating. **Biomaterials** 26 (2005) 3455-60
- [27] Li, H. and Chang, J. Fabrication and characterization of bioactive wollastonite/PHBV composite scaffolds. **Biomaterials** 25 (2004) 5473-80
- [28] De Aza, P.N., Luklinska, Z.B. and Anseau, M.R. Bioactivity of pseudowollastonite in human saliva. **Journal of Dentistry** 27 (1999) 107-13

- [29] Wu, C., Chang, J. and Wang, J. Preparation and characteristics of a calcium magnesium silicate (bredigite) bioactive ceramic. **Biomaterials** 26 (2005) 2925-31
- [30] Siripannon, P., Kameshima, Y., Yusemori, A. and Hayashi, S. Formation of hydroxyapatite on CaSiO_3 powders in simulated body fluid. **Journal of European Ceramic Society** 22 (2005) 511-20
- [31] Alemany, I.M., Velasquez, P. and Casa-Liio, M.A. Effect of materials's processing methods on the in vitro bioactivity of wollastonite glass-ceramic materials. **Journal of Non-Crystalline Solids** 351 (2005) 1716-1726
- [32] Wang, M., Deb, S. and Bonfield, W. Chemically coupled hydroxyapatite-polyethylene composites: processing and characterisation. **Materials Letters** 44 (2000) 119-24
- [33] Wang, M. and Bonfield, W. Chemically coupled hydroxyapatite-polyethylene composite: structure and properties. **Biomaterials** 22 (2001) 1311-1320
- [34] Singh, B., Gupta, M. and Verma, A. Polyester moulding compounds of natural fibers and wollastonite. **Composites** 34 (2003) 1035-1043
- [35] Zhang, K., Wang, Y. and Hillmyer, A. M. Processing and properties of porous poly(L-lactid)/bioactive glass composites. **Biomaterials** 25 (2004) 2489-2500
- [36] Hashimoto, M., Takadama, H., Mizuno, M. and Kokubo, T. Enhancement of mechanical strength of TiO_2 /high-density polyethylene composites for bone repair with silane-coupling treatment. **Mater Research Bulletin** 32 (2005) 2842-2852
- [37] Selvin, P.T., Kuruvilla, J. and Sabu, T. Mechanical properties of titanium dioxide-filled polystyrene microcomposites. **Materials Letters** 58 (2004) 281-289
- [38] วรรัตน์ สุทธิสุขสถาพร อภิขญา เจียนประเสริฐ และอรอนงค์ เขาวกุล. 2546. วัสดุประกอบร่วมไฮดรอกซีแอปาทาไทต์/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (HAp/PET) และแคลเซียมซิลิเกต/พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเลต (CS/PET) : การเตรียม, ความแข็งแรงกด และความว่องไวทางชีวภาพ. โครงการพิเศษภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์. สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [39] Reed, J.S. 1998. **Introduction To The Principles of Ceramics Processing**. John Wiley & Sons, Inc. Singapore.

- [40] **Annual Book of ASTM Standard**, Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, Vol. 8.01 (2000) 150-158
- [41] **Annual Book of ASTM Standard**, Standard Test Methods for Determining the Izod Impact Resistance of Plastics, Vol. 8.01 (2000) 1-20
- [42] **Annual Book of ASTM Standard**, Standard Test Methods for Compressive Properties of Rigid Plastics, Vol. 8.01 (2000) 78-84
- [43] **Annual Book of ASTM Standard**, Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Plastics and Electrical Insulating Materials, Vol. 8.01 (2000) 129-134
- [44] **Annual Book of ASTM Standard**, Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Plastics and Electrical Insulating Materials, Vol. 8.01 (2000) 157-164
- [45] Gottfried, W. 2001. **Polymeric Materials**, Carl Hanser Verlag, Munich.
- [46] Kokubo, T. 1993. **An Introduction to Bioceramics**, World Scientific Publishing Co. Pte.Ltd, Singapore.
- [47] Cho, S.B., Nakanishi, K., Kokubo, T., Soca, N., Ohtsuki, C., Nakamura, T., Kitsuki, T. and Yamamura, T. **Journal of American Ceramic Society** 78 (1995) 1769-1775

ภาคผนวก ก

การคำนวณ

1. องค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมซิลิเกตที่บดผสมที่เวลาต่างๆ

ตารางที่ ก.1 องค์ประกอบทางเคมีของ CaSiO_3 ที่บดผสมเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และแคลไซน์

ที่อุณหภูมิ 500°C

Compton 0.94

Rayleigh 1.02

องค์ประกอบ	ความเข้มข้น (%wt)
CaO	55.1
SiO_2	43.0
Na_2O	0.444
MgO	0.429
Al_2O_3	0.178
SO_3	0.466
Fe_2O_3	0.159

ตารางที่ ก.2 องค์ประกอบทางเคมีของ CaSiO_3 ที่บดผสมเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และแคลไซน์

ที่อุณหภูมิ 500°C

Compton 0.91

Rayleigh 1.01

องค์ประกอบ	ความเข้มข้น (%wt)
CaO	54.9
SiO_2	43.4
Na_2O	0.421
MgO	0.542
Al_2O_3	0.173
SO_3	0.371
Fe_2O_3	0.137

ตารางที่ ก.3 องค์ประกอบทางเคมีของ CaSiO_3 ที่บดผสมเป็นเวลา 6 ชั่วโมง และแคลไซน์

ที่อุณหภูมิ 500°C

Compton 0.91

Rayleigh 1.03

องค์ประกอบ	ความเข้มข้น (%wt)
CaO	54.2
SiO_2	44.1
Na_2O	0.528
MgO	0.392
Al_2O_3	0.184
SO_3	0.350
Fe_2O_3	0.209

2. การคำนวณอัตราส่วนโมลของแคลเซียมต่อซิลิกอน

แคลเซียมที่ตรวจวัดได้อยู่ในรูปสารประกอบ CaO ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ

$$40.1 + 16 = 56.1 \approx 56$$

ซิลิกอนที่ตรวจวัดได้อยู่ในรูปสารประกอบ SiO_2 ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ

$$28.1 + (16 \times 2) = 60.1 \approx 60$$

นำค่า % โดยน้ำหนักของ CaO และ SiO_2 ที่ได้จากเครื่อง XRF มาคำนวณ

เช่น CaSiO_3 ที่บดผสม 2 ชั่วโมง

สารประกอบ CaO 56 g มี Ca 1 mol

ถ้า CaO ที่วัดได้ 55.1 g มี Ca $(1 \times 55.1) / 56 = 0.983$ mol

สารประกอบ SiO_2 60 g มี Si 1 mol

ถ้า SiO_2 ที่วัดได้ 43.0 g มี Si $(1 \times 43.0) / 60 = 0.716$ mol

เพราะฉะนั้นอัตราส่วนโมล Ca/Si เท่ากับ $0.983 / 0.716 = 1.37$

3. การคำนวณความหนาแน่นของ CaSiO_3 ด้วยพิกโนมิเตอร์ (Pignometer)

สูตรที่ใช้ในการคำนวณหาความหนาแน่น [40]

$$D_a = \left[\frac{W_1 - W_0}{(W_3 - W_0) - (W_2 - W_1)} \right] (D_L - D_A) + D_A$$

โดย D_a = ความหนาแน่นของ CaSiO_3 (g/cm^3)
 D_A = ความหนาแน่นของอากาศ (g/cm^3) : 1 (g/cm^3)
 D_L = ความหนาแน่นของน้ำ (g/cm^3) : 1 (g/cm^3)
 W_0 = น้ำหนักพิกโนมิเตอร์เปล่า (g) : 18.0963 g
 W_1 = น้ำหนักรวมของพิกโนมิเตอร์และ CaSiO_3 (g) : 20.065 g
 W_2 = น้ำหนักรวมของพิกโนมิเตอร์ CaSiO_3 และน้ำกลั่น (g) : 44.5147 g
 W_3 = น้ำหนักรวมของพิกโนมิเตอร์และน้ำกลั่น (g) : 43.2857 g

$$\begin{aligned} \therefore D_a &= \frac{[20.065 - 18.0963]}{[(43.2857 - 18.0963) - (44.51 - 20.065)]} \\ &= 2.57 \end{aligned}$$

4. การคำนวณการเตรียมวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ เป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

$$\text{ความหนาแน่น } \text{CaSiO}_3 = 2.57 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{ความหนาแน่น HDPE} = 0.967 \text{ g/cm}^3$$

ตัวอย่าง เตรียม $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ (v/v) สูตร 15/85 (เตรียม 1kg)

$$\begin{aligned} \text{แสดงว่ามี } \text{CaSiO}_3 \text{ cm}^3 & 150 \quad \text{และ HDPE } 850 \text{ cm}^3 \\ \text{ดังนั้น } \text{CaSiO}_3 & 150 \times 2.57 \quad \text{และ HDPE } 850 \times 0.967 \\ &= 385.5 \text{ g} \quad \text{และ } 821.95 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\therefore \text{น้ำหนักรวมของวัสดุประกอบ } 385.5 + 821.45 = 1206.95 \text{ g}$$

$$\begin{array}{rcl} \text{ดังนั้นน้ำหนักวัสดุประกอบรวม} & 1206.95 \text{ g} & \text{มี } \text{CaSiO}_3 \text{ } 385.5 \text{ g} \\ \text{ถ้า} & 100 \text{ g} & = \frac{385.5 \times 100}{1206.95} = 31.92\% \end{array}$$

$\therefore \text{CaSiO}_3$ 15% โดยปริมาตรคิดเป็น 31.92% โดยน้ำหนัก

5. การคำนวณเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของวัสดุประกอบ CaSiO_3 / HDPE

$$\Delta H_{\text{normalised}} = \frac{\Delta H_f \times 100}{100 - \% \text{โดยน้ำหนักของ } \text{CaSiO}_3}$$

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก} = \frac{\Delta H_{\text{normalised}} \times 100}{\Delta H_f}$$

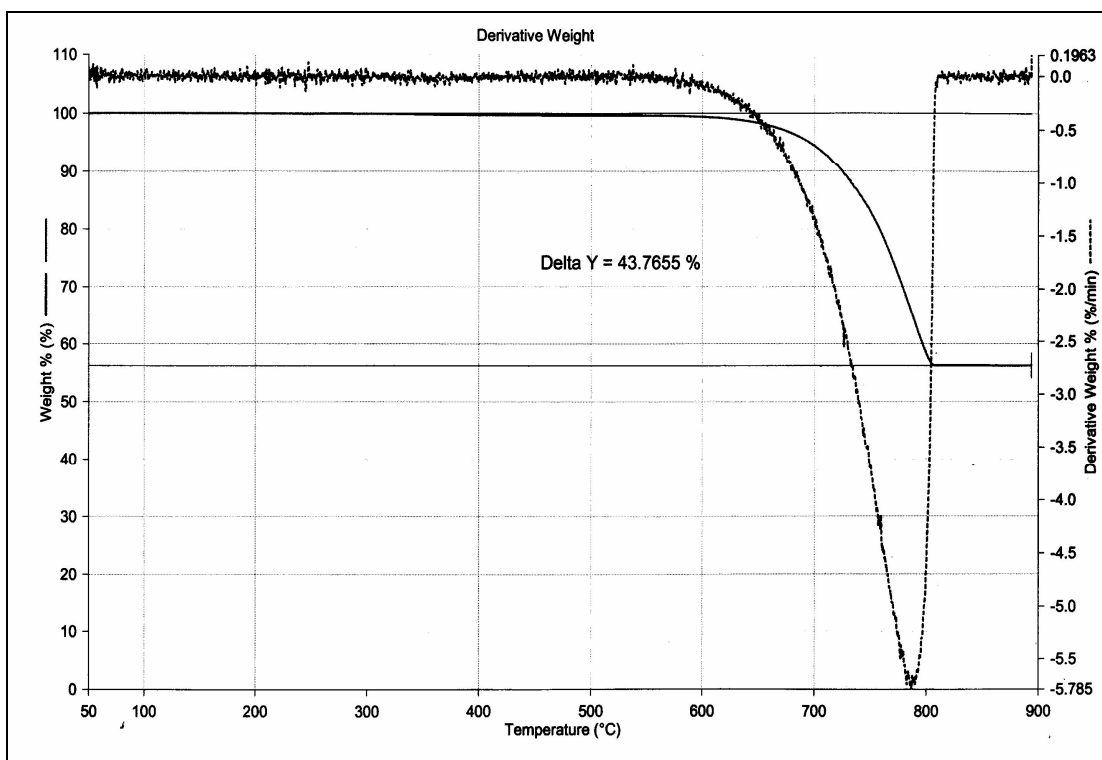
ตัวอย่างการคำนวณสูตร CS15

$$\Delta H_{\text{normalised}} = \frac{133.22 \times 100}{100 - 28.13} = 183.19$$

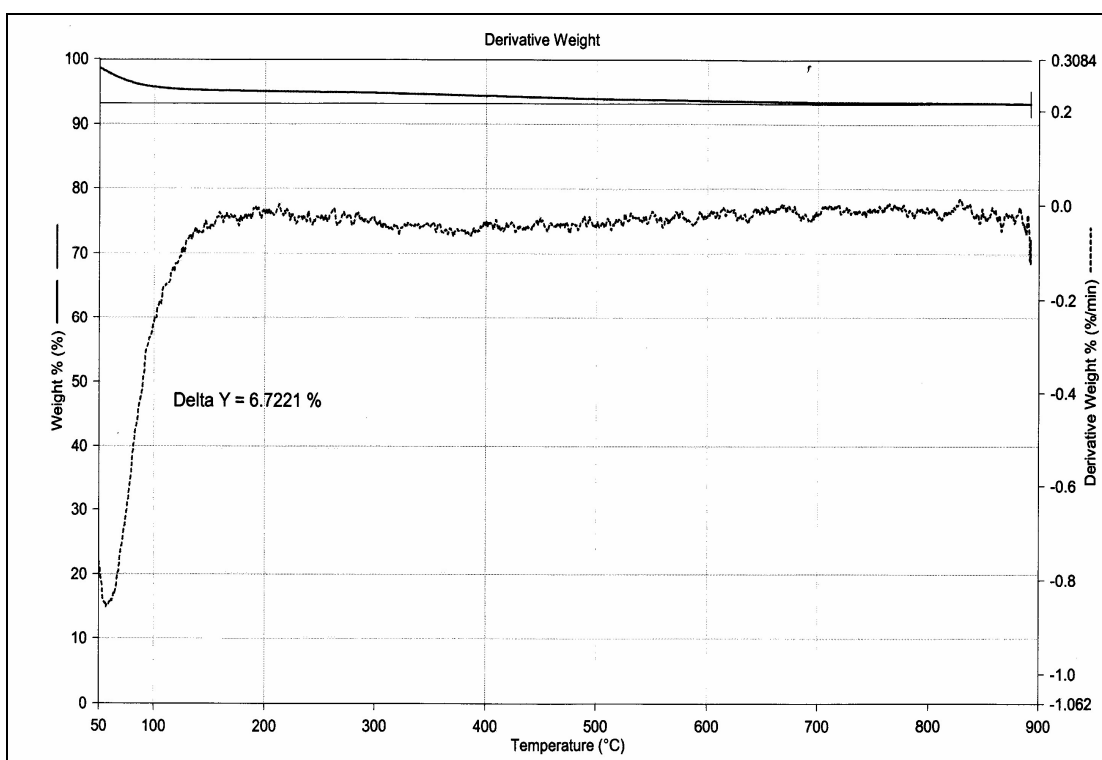
$$\text{เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก} = \frac{185.36 \times 100}{293} = 63$$

ภาคผนวก ข

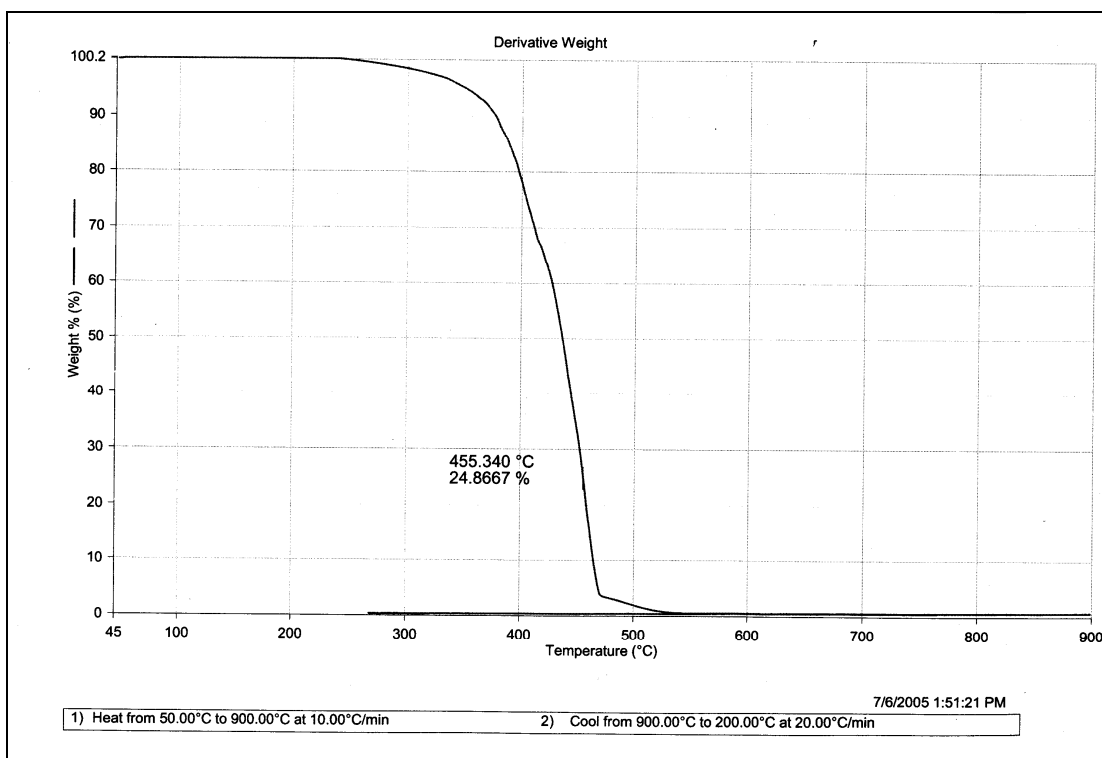
เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA



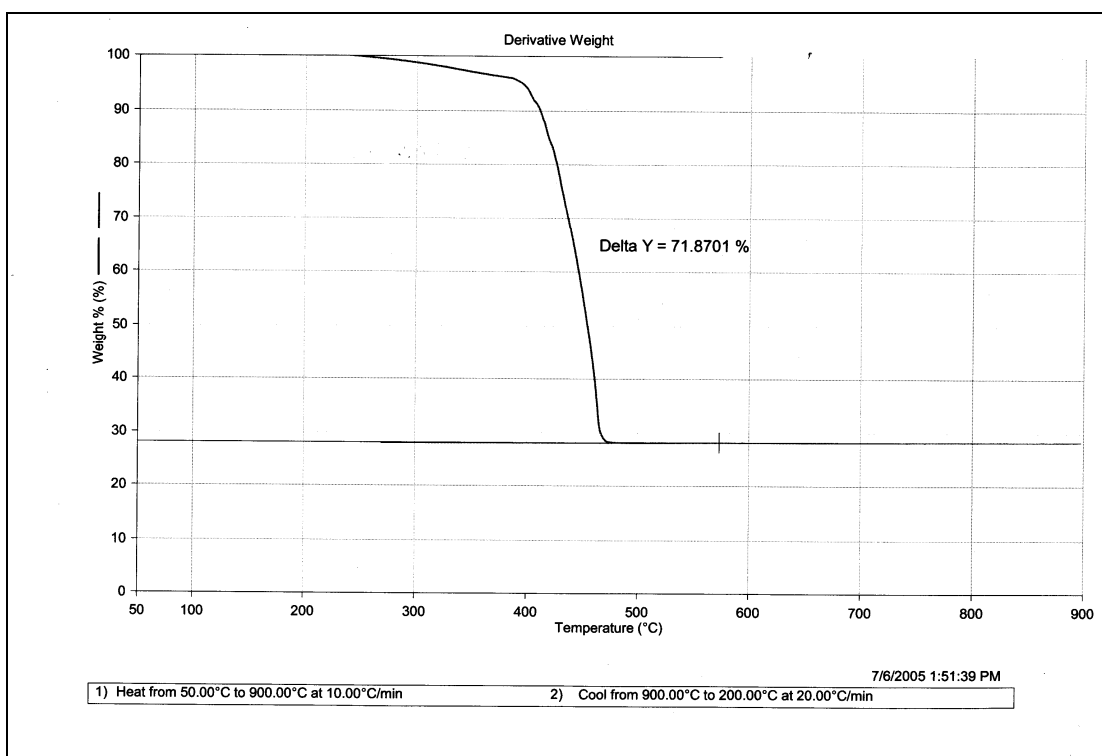
รูปที่ ข.1 TGA เทอร์โมแกรมของ CaCO_3



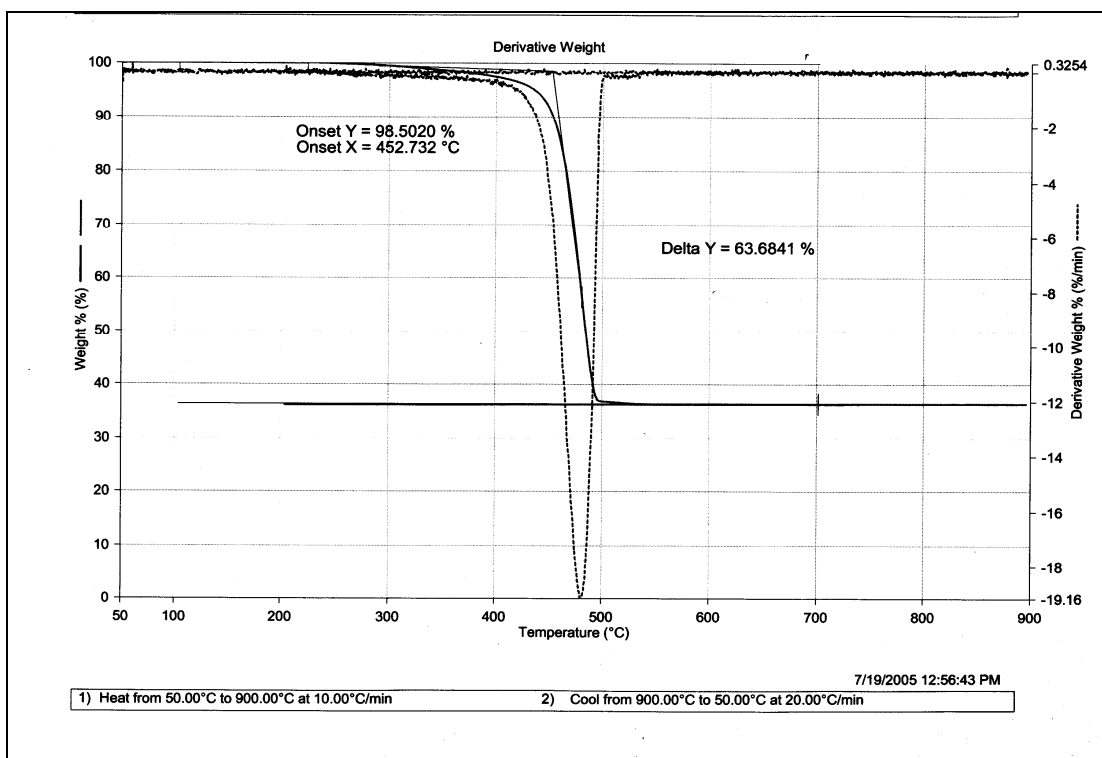
รูปที่ ข.2 TGA เทอร์โมแกรมของ SiO_2



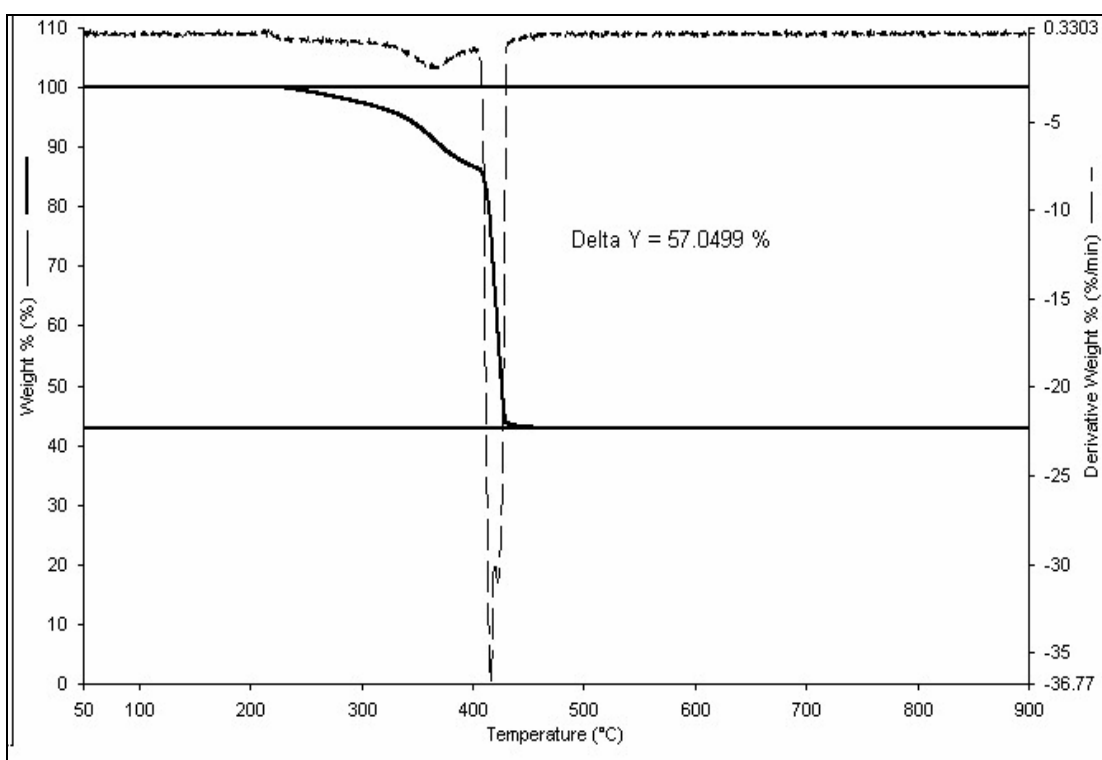
รูปที่ ข.3 TGA เทอร์โมแกรมของ HDPE บริสุทธิ์



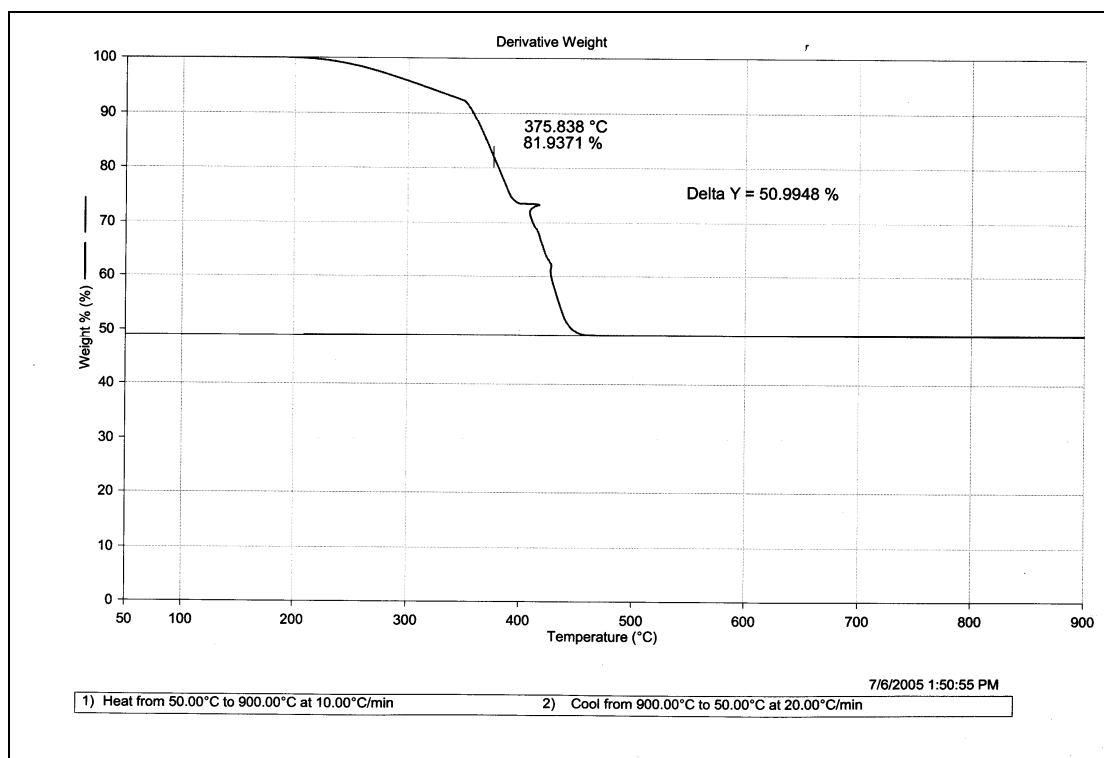
รูปที่ ข.4 TGA เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 15



รูปที่ ข.5 TGA เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 20



รูปที่ ข.6 TGA เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25



รูปที่ ข.7 TGA เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 30

ภาคผนวก ค

รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของสารต่างๆจากฐานข้อมูล JCPDS
(Joint Committee of Powder Diffraction Standard)

Pattern : 48-1467			Radiation = 1.540598					Quality : Calculated				
Ca O			2th	I	h	k	l					
Calcium Oxide			32.200	40	1	1	1					
			37.360	100	2	0	0					
			53.860	51	2	2	0					
			64.160	17	3	1	1					
			67.380	14	2	2	2					
			79.660	5	4	0	0					
			88.529	7	3	3	1					
			91.470	14	4	2	0					
			103.340	11	4	2	2					
			112.621	7	5	1	1					
			129.859	5	4	4	0					
			142.641	15	5	3	1					
			147.792	19	4	4	2					
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 56.08										
S.G. : Fm3m (225)		Volume [CD] = 111.33										
a = 4.81059		Dx = 3.346										
	Z = 4	I/lor = 4.45										
GENERAL COMMENTS : See also 37-1497.												
*Oak Ridge Natl. Lab. Rep. ORNL (U.S.), (1992) primary reference : Reardon, B., Hubbard, C., TM-11948. *Powder Diffraction, volume 1, page 265, (1986) unit cell data : McMurdie, H.												
Radiation : CuKa1		Filter : Not specified										
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings										
SS/FOM : F13=411(0.0024,13)												

รูปที่ ค.1 รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมออกไซด์

Pattern : 71-2392		Radiation = 1.540598					Quality : Calculated				
Ca (C O ₃)		2th	l	h	k	l	2th	l	h	k	l
Aragonite / Calcium Carbonate		18.336	<1	0	1	1	79.755	<1	4	1	1
		19.786	1	0	2	0	80.101	<1	2	2	4
		20.441	2	1	1	0	80.235	<1	4	2	0
		25.183	70	0	2	1	80.727	3	3	5	1
		25.708	100	1	1	1	81.688	<1	0	6	3
		31.047	9	1	2	1	81.985	<1	1	4	4
		31.136	9	0	0	2	82.323	3	4	2	1
		32.734	48	0	1	2	*82.323	3	0	7	2
		33.782	18	0	3	1	82.427	2	2	6	2
		35.019	34	1	3	0	83.450	<1	2	5	3
Lattice : Orthorhombic S.G. : Pmcn (62)		36.125	30	1	0	2	83.733	<1	3	3	3
		36.181	29	2	0	0	84.370	<1	2	3	4
a = 4.96140 b = 8.96710 c = 5.74040 a/b = 0.55329 c/b = 0.64016		37.164	19	0	2	2	85.149	2	4	0	2
		37.535	37	1	1	2	*85.149	2	1	7	2
Mol. weight = 100.09 Volume [CD] = 255.39 Dx = 2.603 I/cor = 1.05		38.469	1	1	3	1	85.997	1	4	1	2
		40.194	4	0	4	0	86.572	1	4	3	1
Z = 4		40.853	12	2	1	1	86.821	1	0	8	0
		41.572	20	1	2	2	*86.821	1	0	5	4
I/cor = 1.05		*41.572	20	2	2	0	86.957	2	3	5	2
		43.294	39	0	4	1	87.250	1	2	7	1
CSD COLLECTION CODE : 015194 TEMPERATURE FACTOR : ATF SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Grapevine Mountains, Beatty, NV, USA. ADDITIONAL PATTERN : See PDF 41-1475.		43.687	1	0	3	2	87.671	1	0	2	5
		44.593	66	2	2	1	87.897	2	1	1	5
Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference : Am. Mineral., volume 56, page 758, (1971) : de Villiers, J.P.R.		47.185	4	1	4	1	88.537	1	4	2	2
		47.553	30	1	3	2	88.886	2	0	8	1
Radiation : CuKα1 Lambda : 1.54060		48.463	16	2	0	2	89.621	1	1	5	4
		48.614	9	0	1	3	*89.621	1	3	4	3
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		49.583	2	2	1	2					
		50.333	7	2	3	1					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		51.698	3	0	4	2					
		51.914	13	0	2	3					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		52.200	26	1	1	3					
		52.838	2	2	2	2					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		53.486	3	0	5	1					
		54.351	<1	1	5	0					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		55.178	1	1	4	2					
		*55.178	1	2	4	0					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		55.345	1	1	2	3					
		56.540	2	3	1	0					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		56.851	9	1	5	1					
		57.656	6	2	4	1					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		57.976	1	2	3	2					
		58.980	5	3	1	1					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		60.341	<1	1	3	3					
		60.857	<1	0	5	2					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		61.897	3	3	2	1					
		62.050	4	0	6	0					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		*62.050	4	2	1	3					
		63.975	3	0	4	3					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		*63.975	3	1	5	2					
		64.324	3	3	3	0					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		*64.324	3	0	6	1					
		64.725	4	2	4	2					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		64.912	2	2	2	3					
		*64.912	2	0	0	4					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		65.036	1	3	0	2					
		65.856	3	0	1	4					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		65.965	3	3	1	2					
		66.285	1	2	5	1					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		66.593	<1	3	3	1					
		66.950	<1	1	4	3					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		67.389	<1	1	6	1					
		67.940	<1	1	0	4					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		68.608	2	0	2	4					
		68.850	5	1	1	4					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		71.056	3	0	6	2					
		71.546	<1	1	2	4					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		72.127	<1	0	5	3					
		72.894	2	2	5	2					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		*72.894	2	3	4	1					
		73.188	6	3	3	2					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		73.987	11	1	6	2					
		*73.987	11	2	6	0					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		75.007	6	1	5	3					
		75.706	7	2	4	3					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		75.952	8	1	3	4					
		76.123	3	2	6	1					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		76.647	3	2	0	4					
		76.866	9	3	1	3					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		78.895	2	1	7	1					
		79.185	1	0	4	4					
Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings		79.458	1	3	2	3					

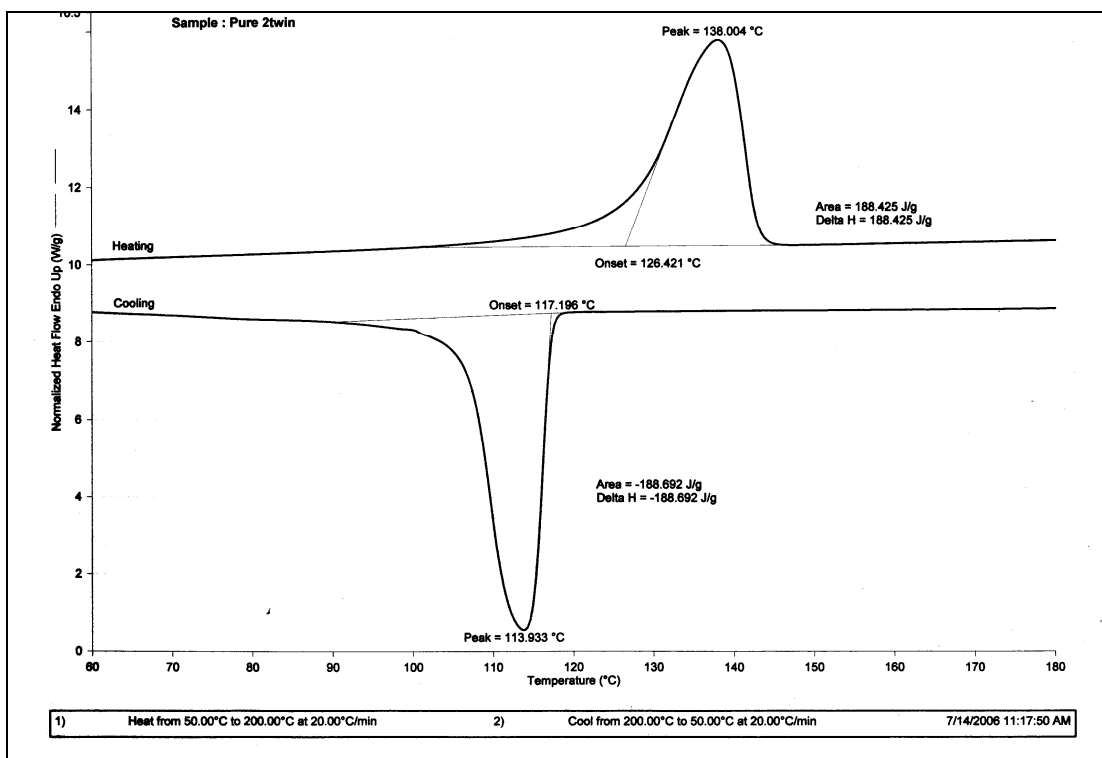
รูปที่ ค.2 รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคาร์บอเนต

Pattern : 86-1564			Radiation = 1.540600			Quality : Calculated		
Si O ₂			2th	<i>I</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	
Quartz low / Silicon Oxide			21.714	22	1	0	0	
			27.592	100	0	1	1	
			38.082	11	1	1	0	
			40.716	13	1	0	2	
			41.896	5	1	1	-1	
			44.261	7	2	0	0	
			47.670	2	0	2	1	
			51.973	8	1	1	-2	
			56.970	6	2	0	2	
			59.782	<1	2	1	0	
			62.579	9	2	1	-1	
			66.287	2	1	1	-3	
			68.815	<1	3	0	0	
			70.658	8	2	1	-2	
			*70.658	8	2	0	3	
			71.421	6	0	3	1	
			75.838	4	1	0	4	
			79.031	3	3	0	2	
			81.460	1	2	2	0	
			83.204	3	1	2	-3	
			83.931	1	2	2	-1	
			84.102	2	1	1	-4	
			85.552	3	1	3	0	
			88.007	<1	3	1	-1	
			88.178	<1	2	0	4	
Lattice : Hexagonal S.G. : P3221 (154) a = 4.72220 c = 5.26730 Z = 3			Mol. weight = 60.08 Volume [CD] = 101.72 Dx = 2.943 I/cor = 2.92					
ICSD COLLECTION CODE : 100345 SPACE GROUP AS REPORTED BY ICSD : ICSD SG: P3221S IT is: 154 SG short form: P3221 TEMPERATURE FACTOR : ATF REMARKS FROM ICSD : REM PRE 55.8+5 KBAR.								
*Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference : *Am. Mineral., volume 65, page 920, (1980) : Levien, L., Prewitt, C.T., Weidner, D.J.								
Radiation : CuKα1 Lambda : 1.54060		Filter : Not specified d-sp : Calculated spacings						

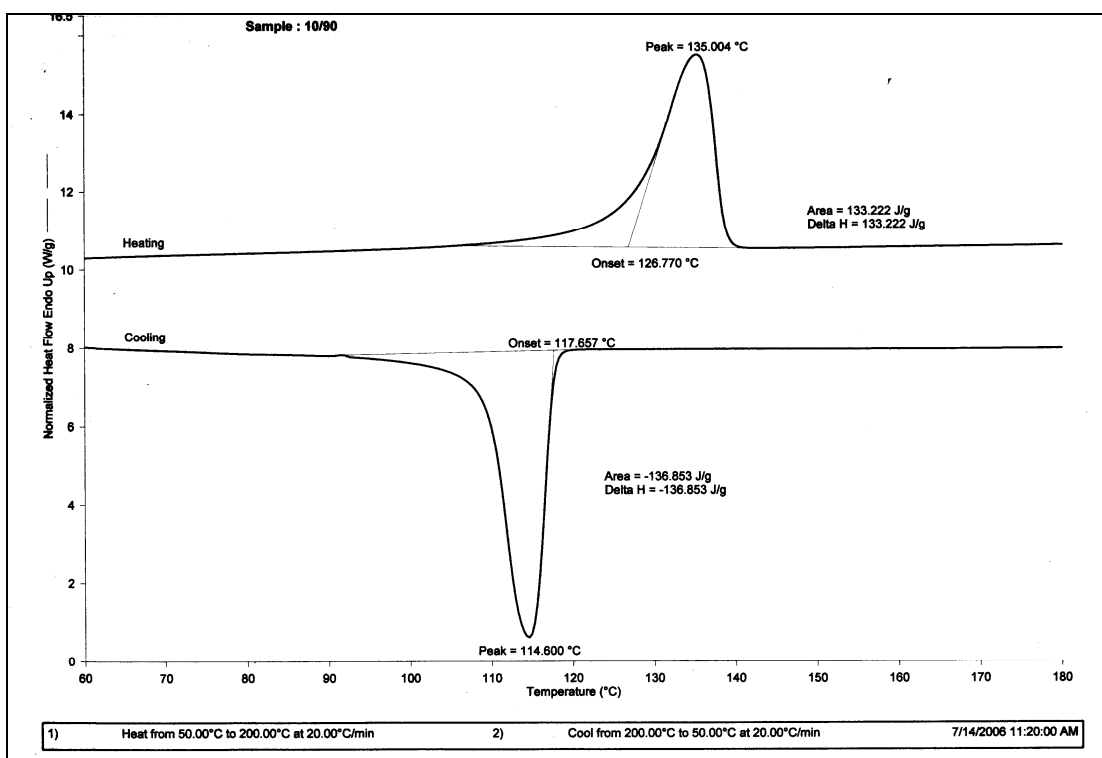
รูปที่ ค.3 รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของซิลิกอนออกไซด์

ภาคผนวก ง

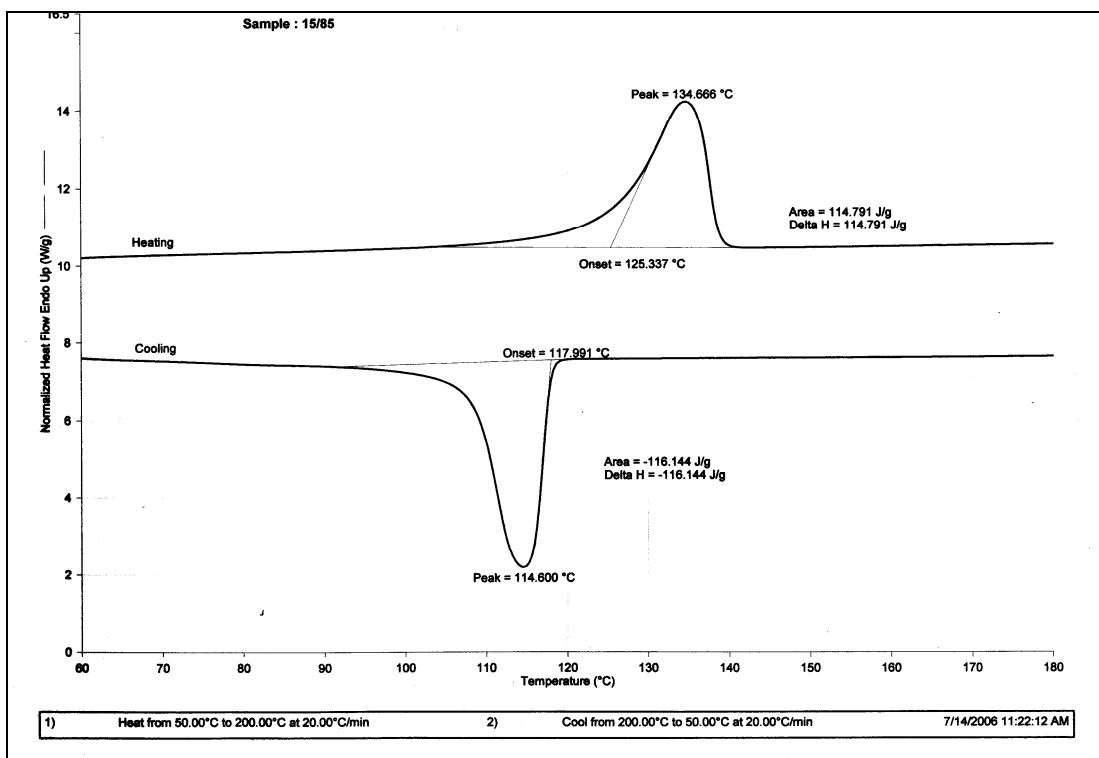
เทอร์โมแกรมจากเครื่อง DSC



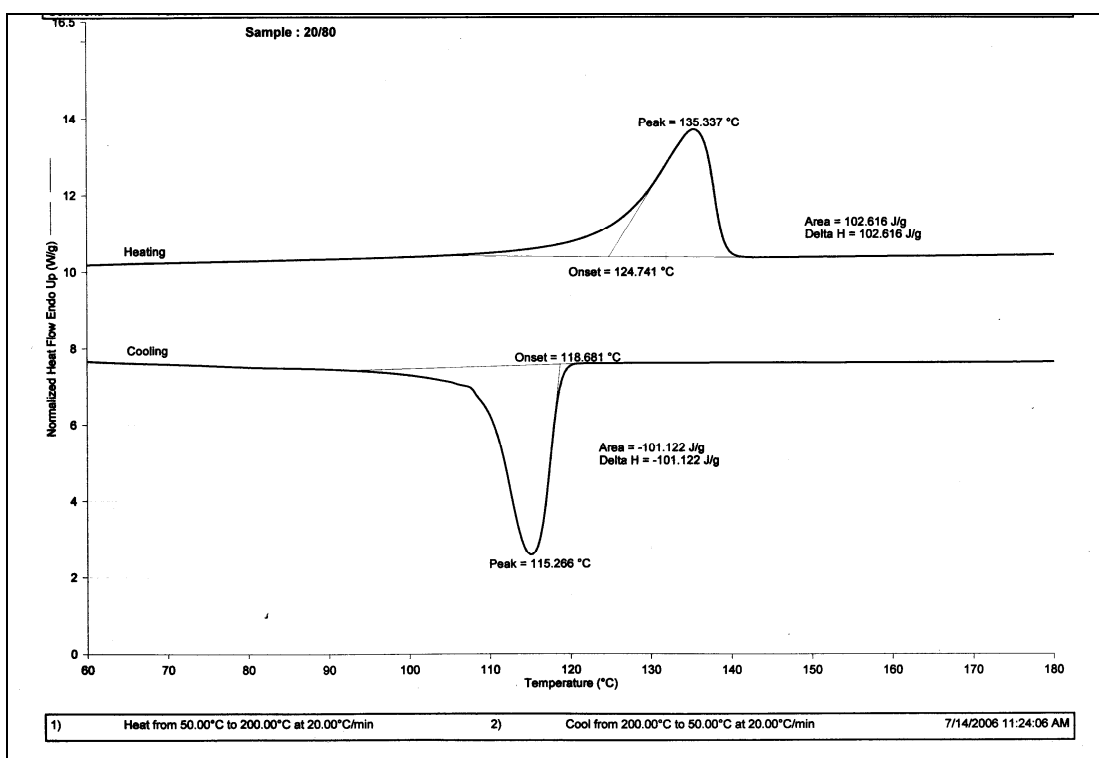
รูปที่ ง.1 DSC เทอร์โมแกรมของ HDPE บริสุทธิ์



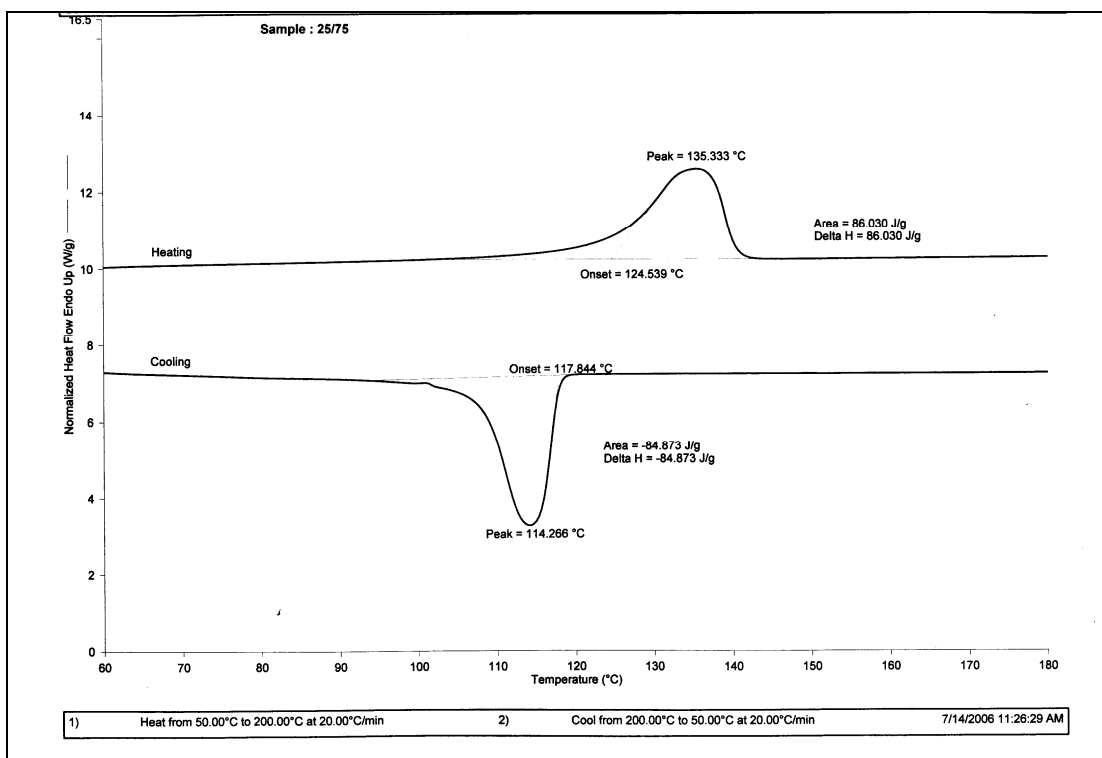
รูปที่ ง.2 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 15



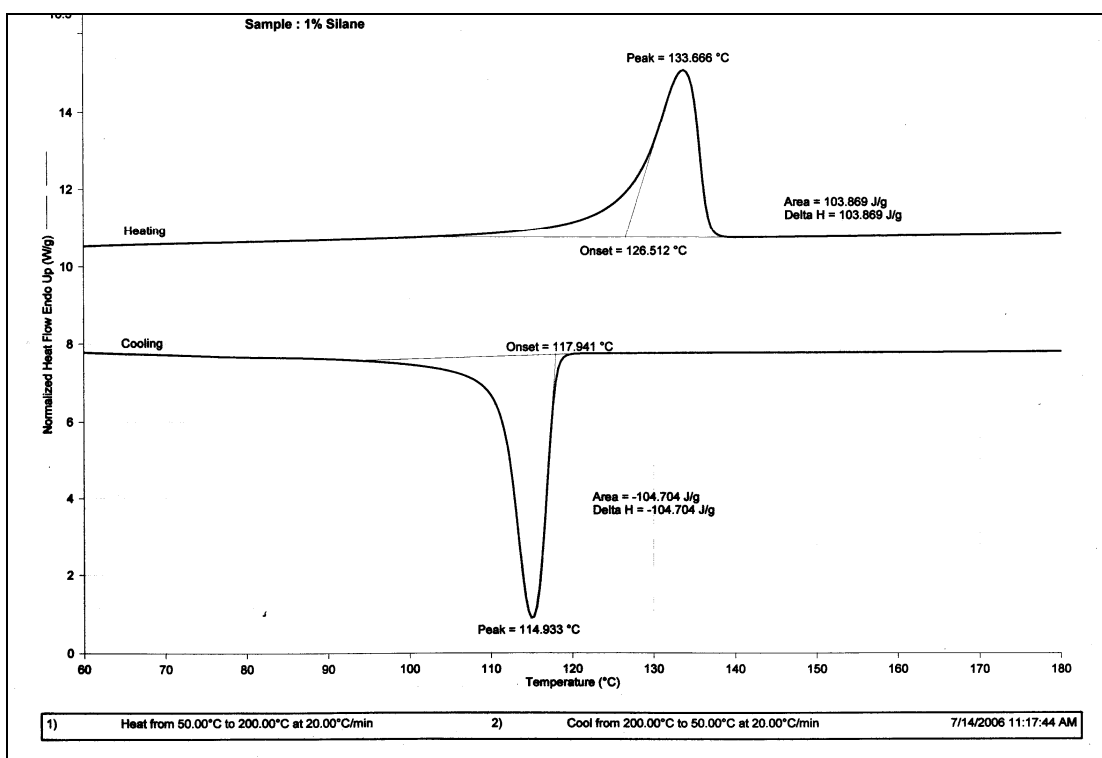
รูปที่ ง.3 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 20



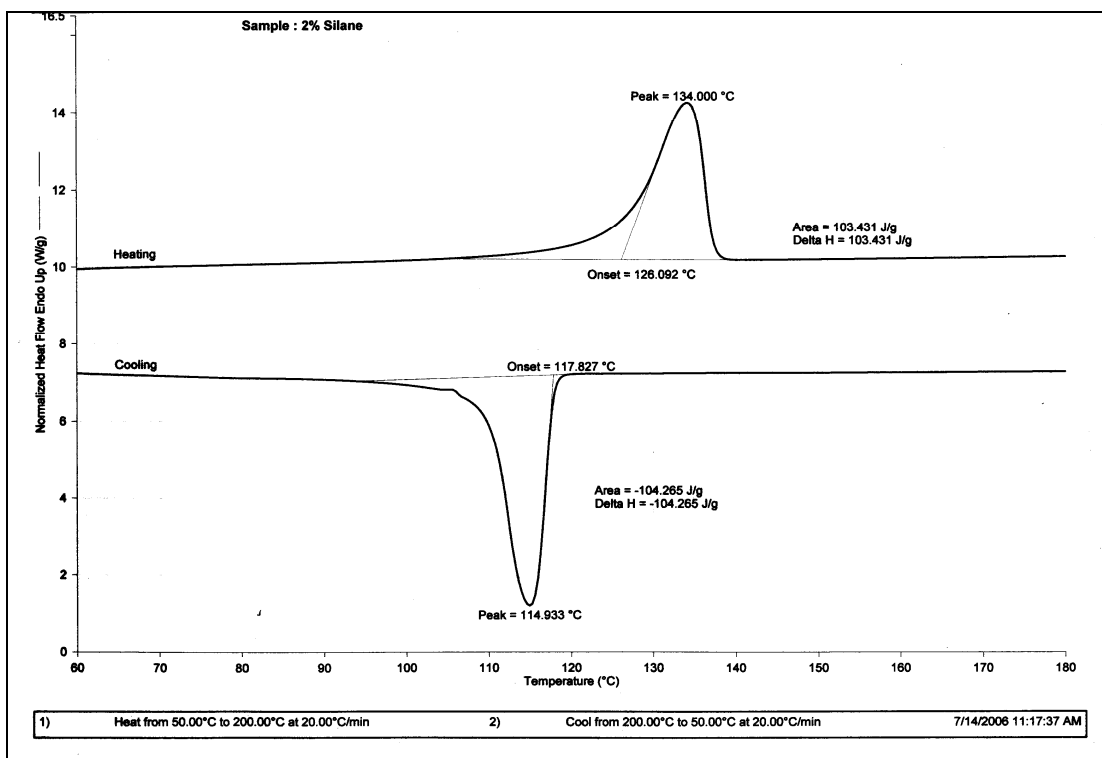
รูปที่ ง.4 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25



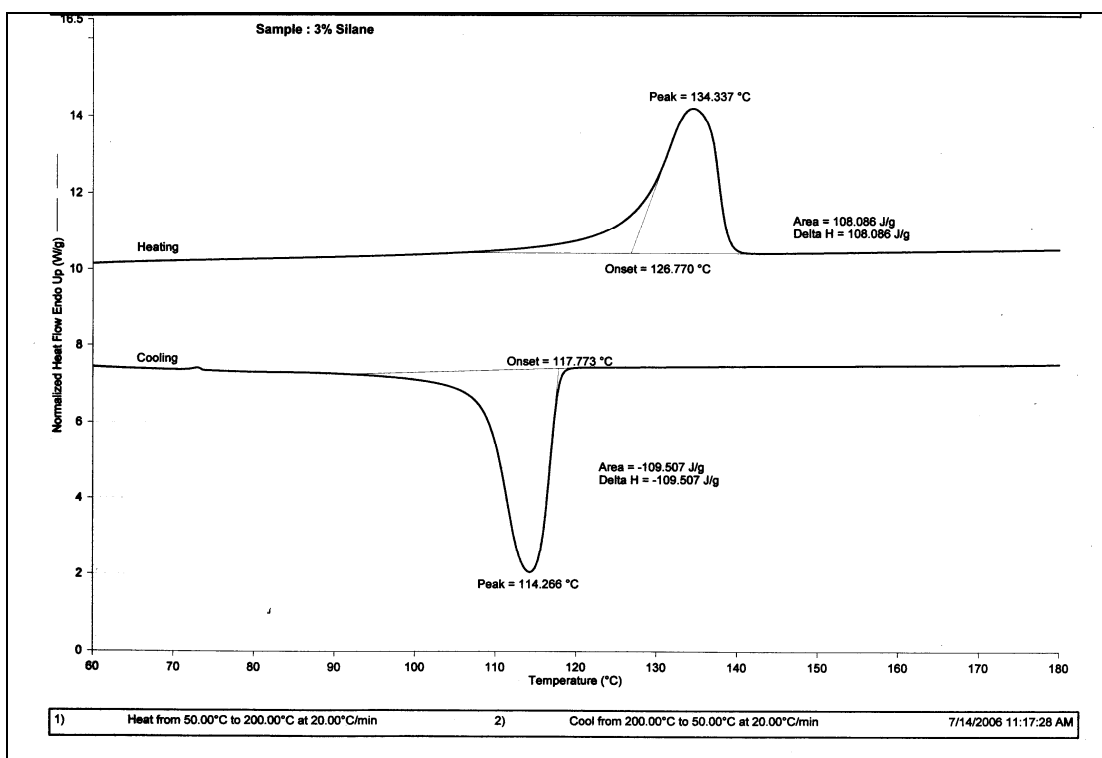
รูปที่ ๓.๕ DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 30



รูปที่ ๓.๖ DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-1S



รูปที่ ง.7 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-2S

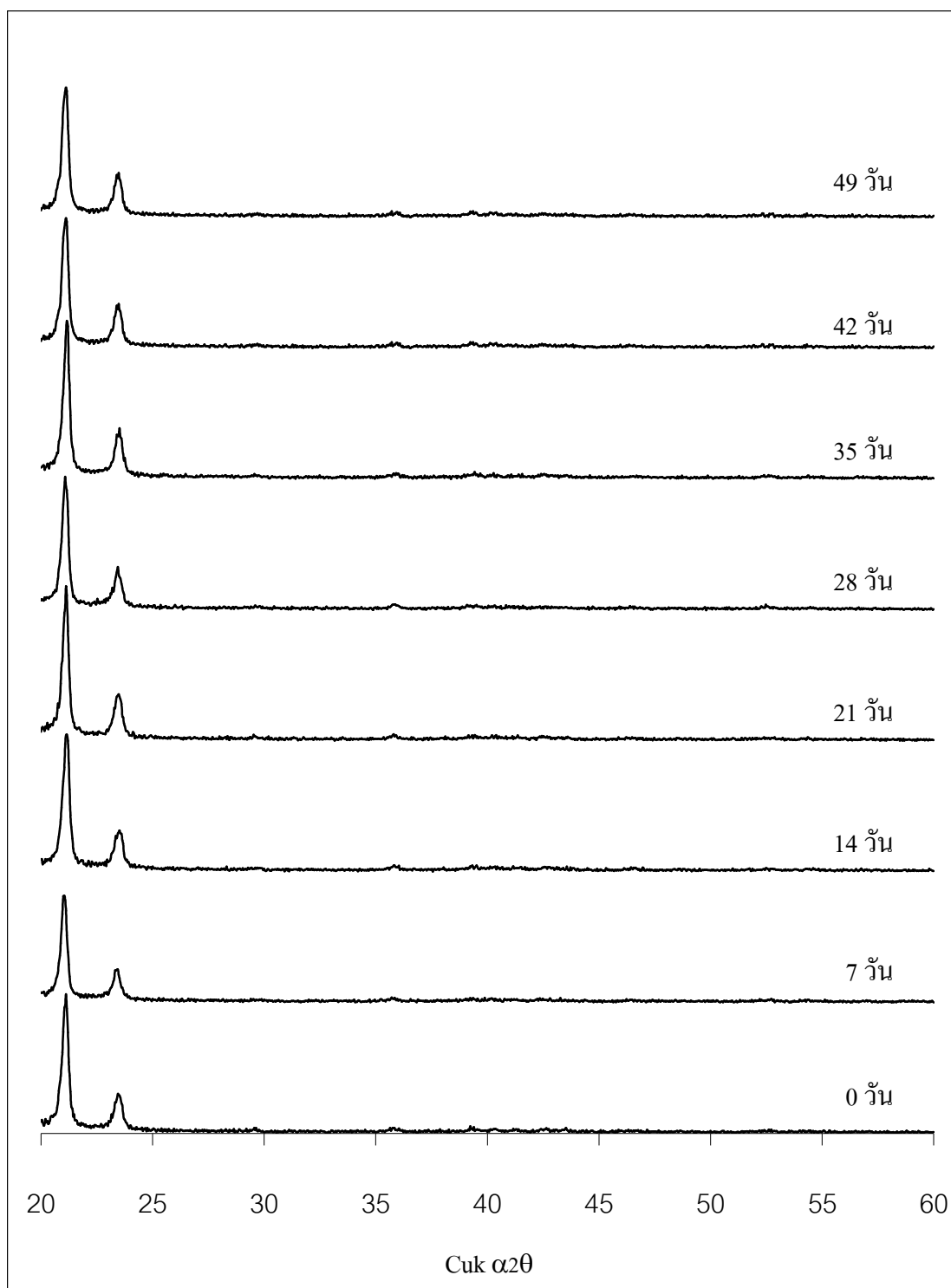


รูปที่ ง.8 DSC เทอร์โมแกรมของวัสดุประกอบ CS 25-3S

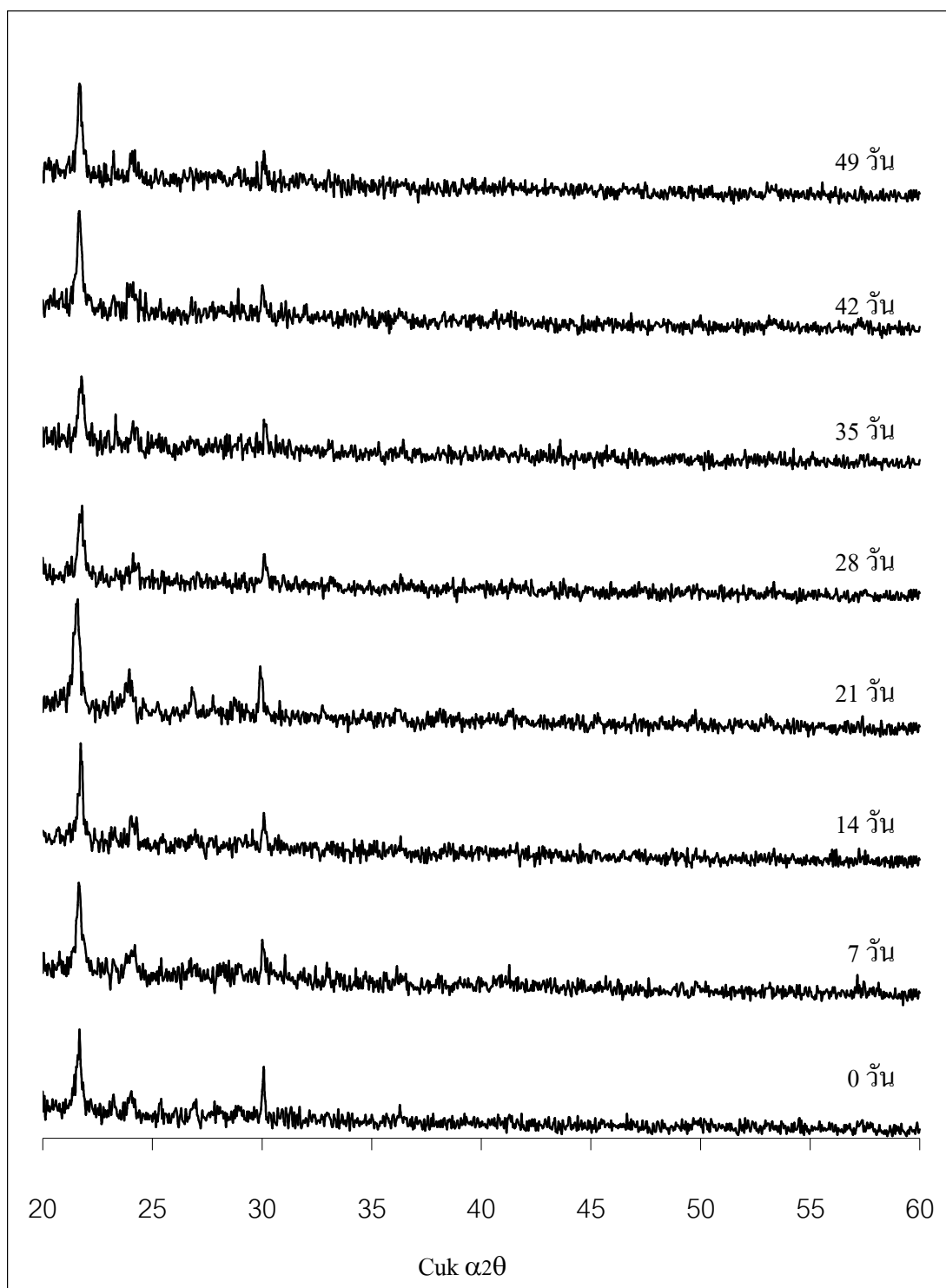
ภาคผนวก จ

แผนภาพการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์

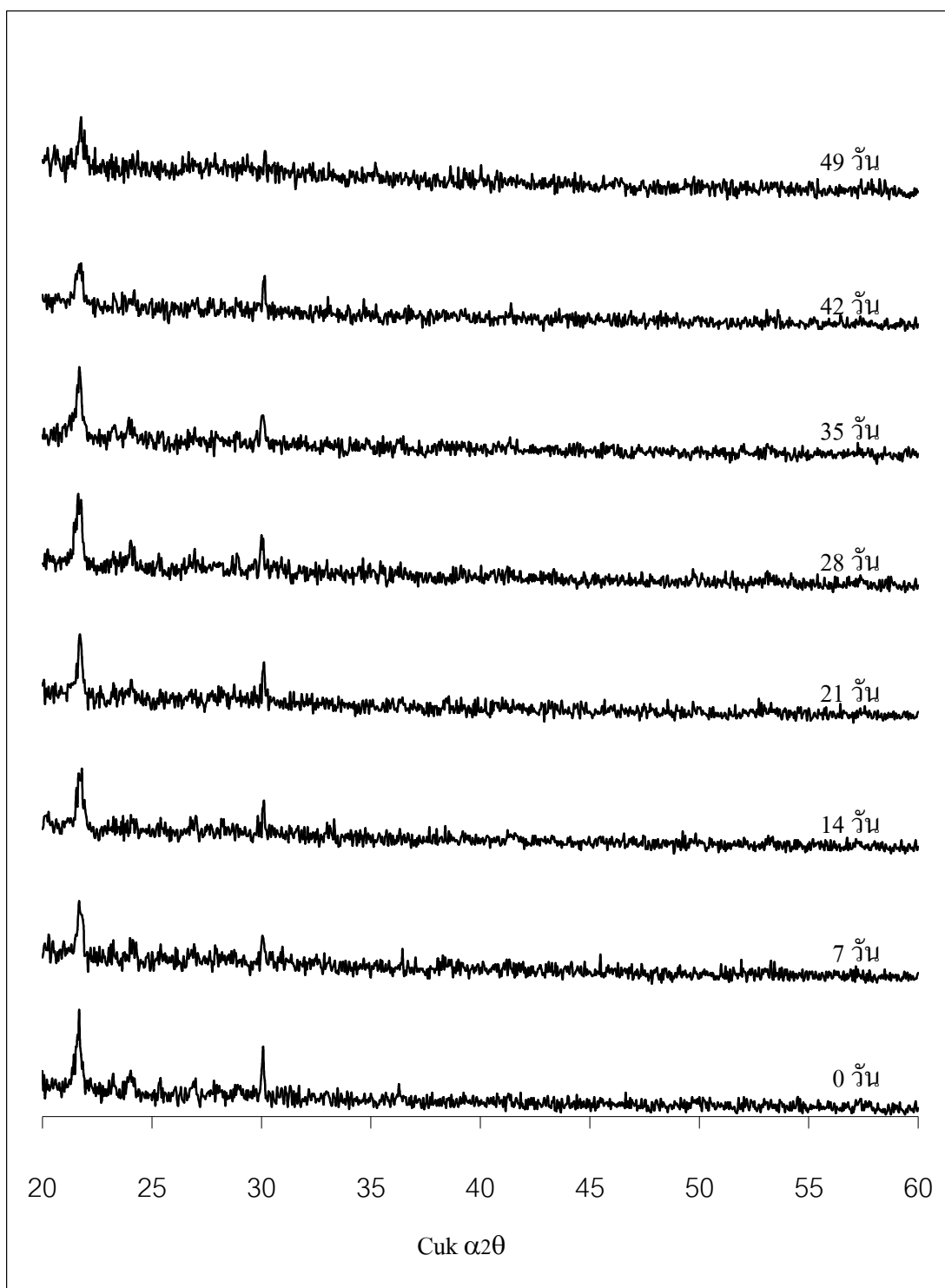
(X-ray Diffraction pattern)



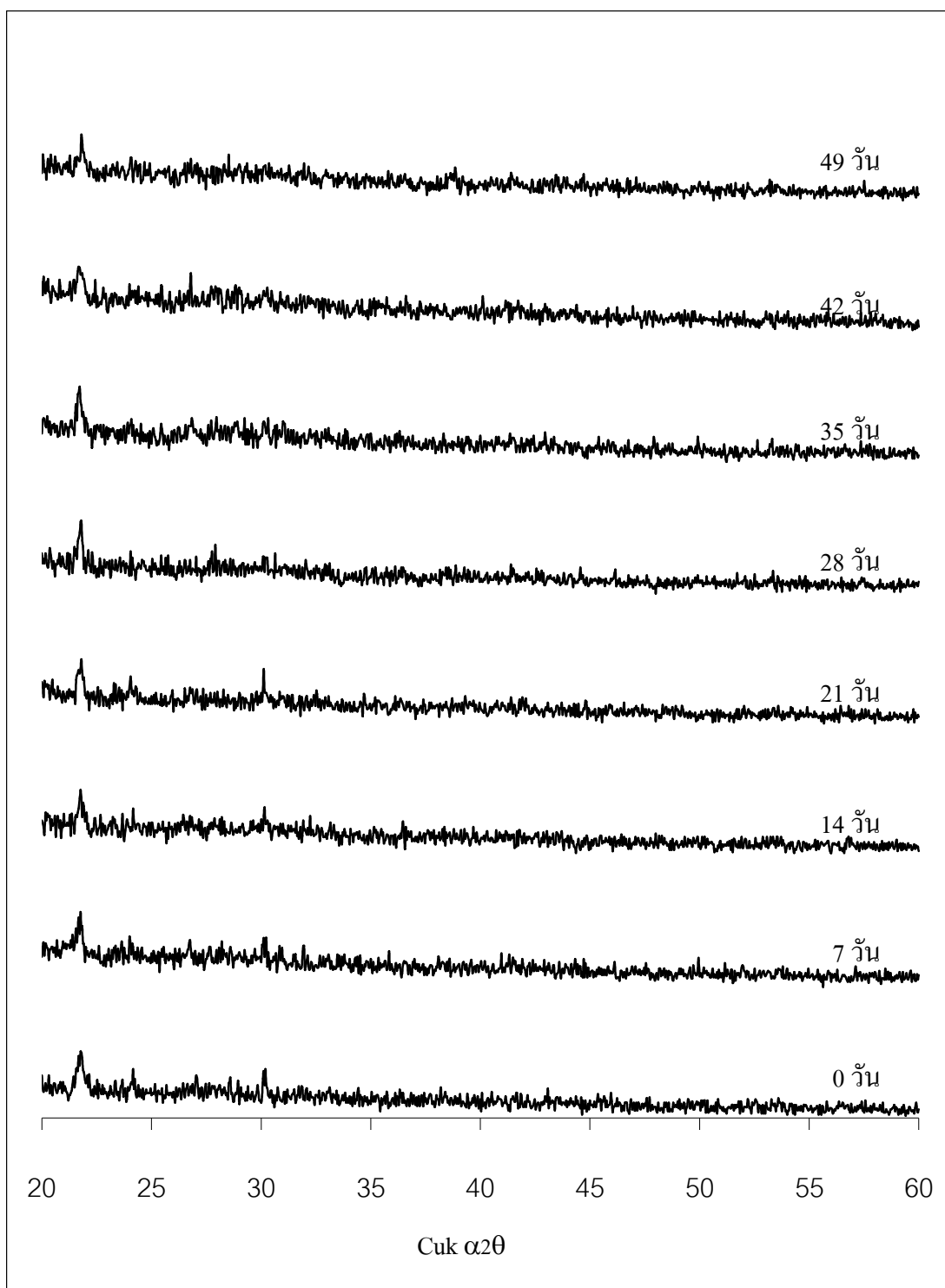
รูปที่ จ.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ HDPE บริสุทธิ์ หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน



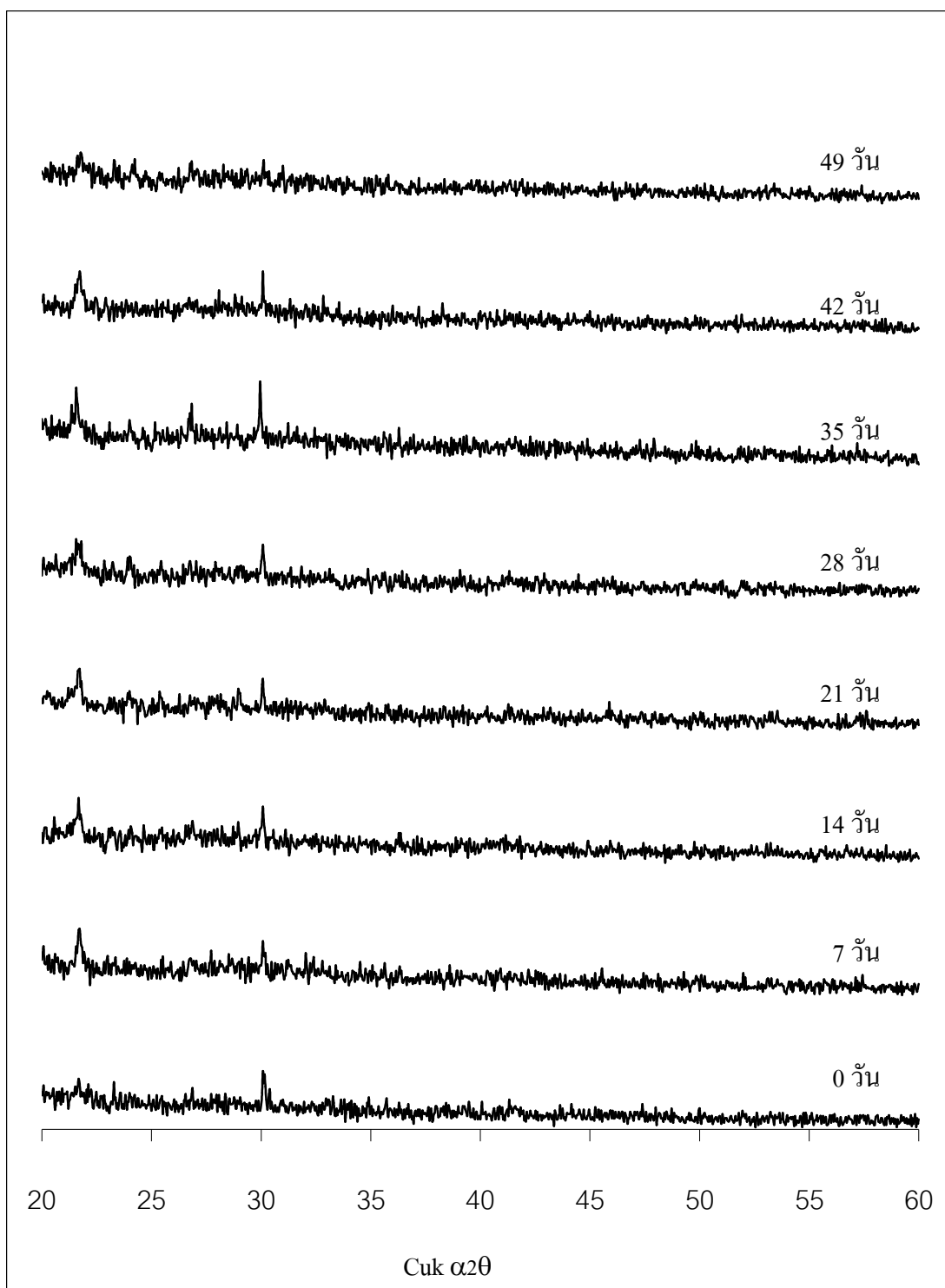
รูปที่ จ.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 15 หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน



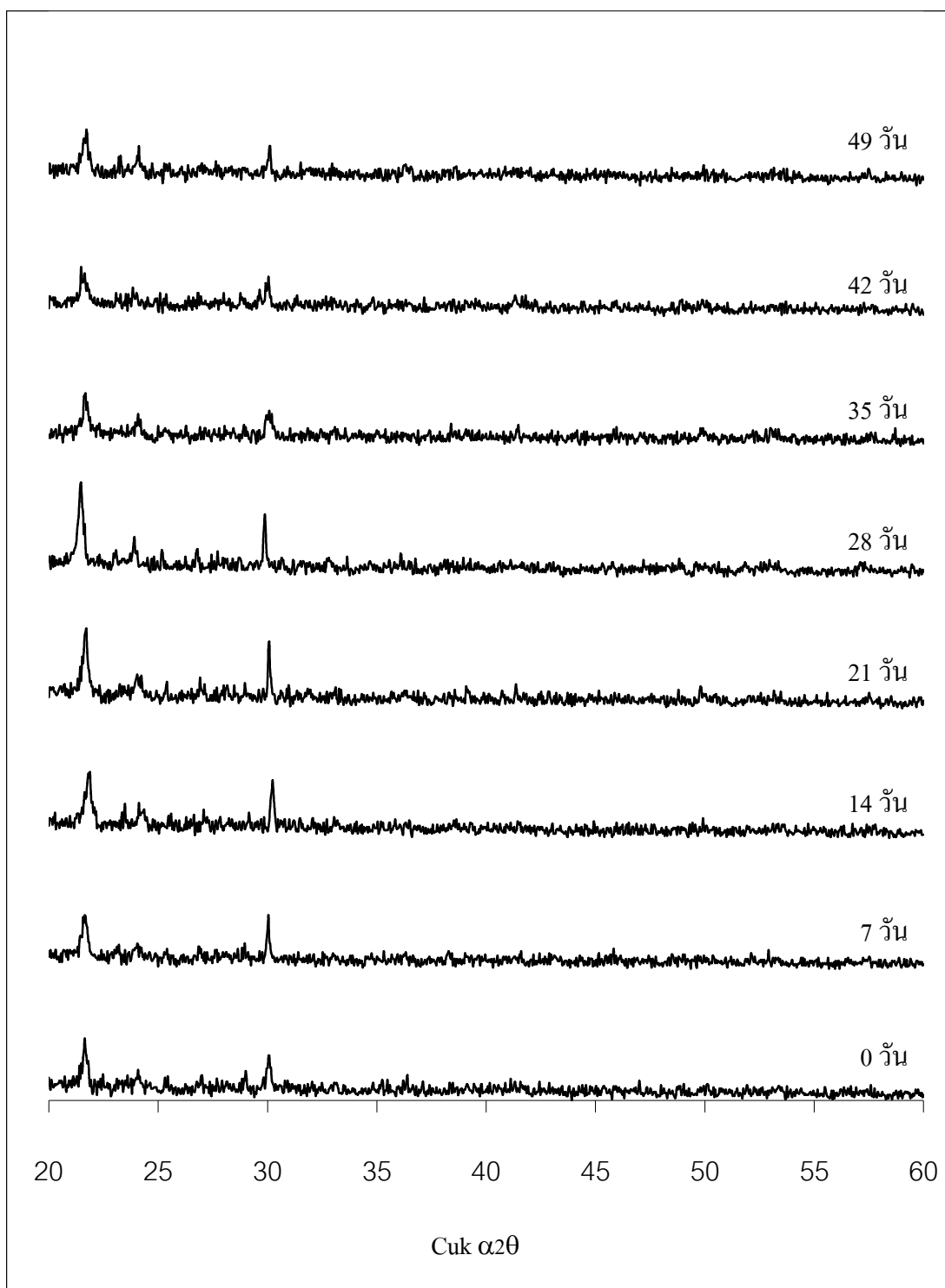
รูปที่ จ.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 20 หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน



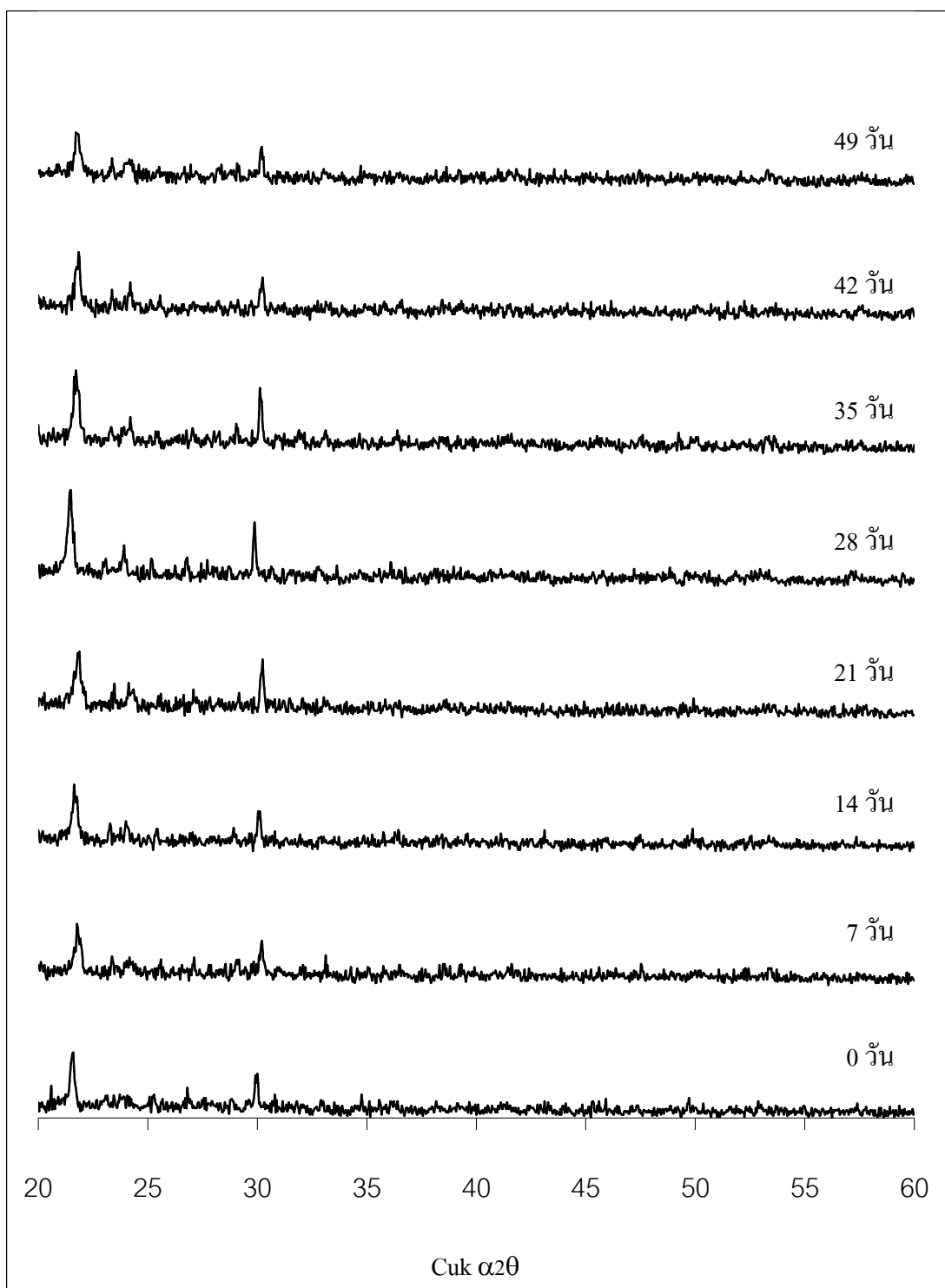
รูปที่ จ.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25 หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน



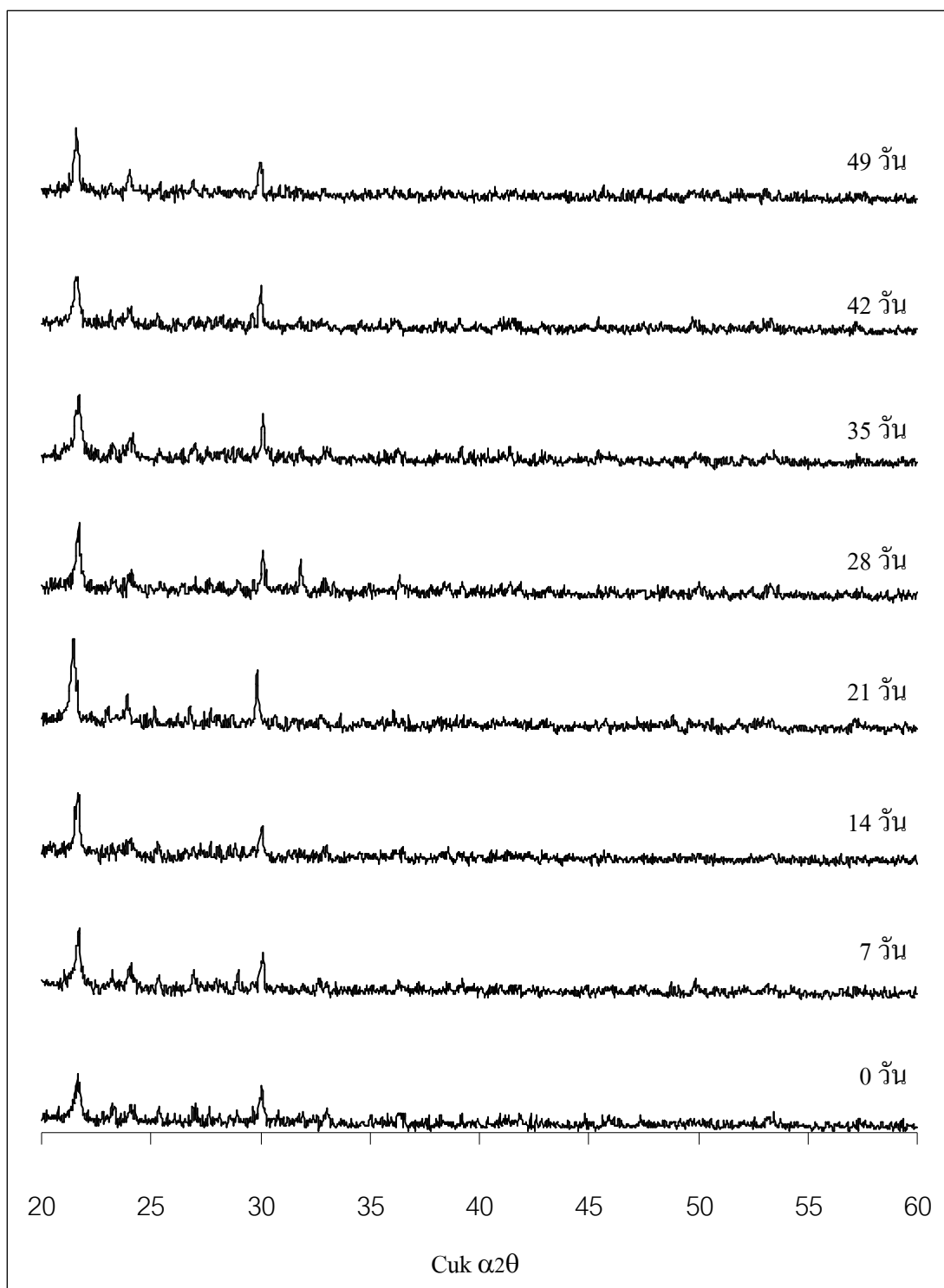
รูปที่ จ.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 30 หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน



รูปที่ ๖.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25-1S หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน



รูปที่ จ.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25-2S หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน



รูปที่ จ.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ CS 25-3S หลังแช่สารละลาย SBF เป็นระยะเวลา 7-49 วัน

ภาคผนวก จ

สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$

1. สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

ตารางที่ จ.1 ความแข็งแรงโค้งงอของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

ตัวอย่าง	Flexural strength (MPa)				
	CS 0	CS 15	CS 20	CS 25	CS 30
1	45.12	36.07	34.44	33.92	30.5
2	46.27	37.53	34.16	32.67	32.98
3	46.24	37.09	34.38	30.16	31.79
4	43.11	36.60	34.48	32.45	30.50
5	43.39	36.09	33.48	30.73	31.59
6	44.58	37.01	34.40	32.30	32.23
7	45.56	35.35	34.06	30.87	30.78
ค่าเฉลี่ย	44.89	36.53	34.20	31.87	31.48
ค่า STDEV	1.27	0.74	0.35	1.32	0.94

ตารางที่ จ.2 โมดูลัสโค้งงอของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

ตัวอย่าง	Flexural Modulus (MPa)				
	CS 0	CS 15	CS 20	CS 25	CS 30
1	730.87	817.74	874.25	889.88	905.59
2	756.75	853.43	908.03	910.98	950.62
3	758.74	881.44	872.85	919.30	900.48
4	764.70	826.79	883.11	988.47	836.24
5	740.50	862.20	879.95	952.67	907.35
6	760.90	810.32	886.56	925.05	937.34
7	741.08	837.74	815.76	900.48	941.80
ค่าเฉลี่ย	750.50	841.38	874.35	926.69	911.34
ค่า STDEV	12.85	25.60	28.36	33.75	38.63

ตารางที่ น.3 มอดุลัสกดอัดของวัสดุประกอบ CaSiO₃/HDPE

ตัวอย่าง	Compressive modulus (MPa)				
	CS 0	CS 15	CS 20	CS 25	CS 30
1	93.17	99.65	109.04	120.89	103.19
2	94.90	95.15	108.49	119.72	114.45
3	90.55	103.14	108.08	121.52	111.96
4	94.96	101.62	112.08	122.98	108.82
5	93.90	99.07	108.93	119.42	102.42
6	95.14	109.13	108.86	116.76	103.88
7	96.51	110.96	114.76	119.22	104.14
ค่าเฉลี่ย	94.16	102.67	110.03	120.07	106.98
ค่า STDEV	1.90	5.63	2.45	1.97	4.77

ตารางที่ น.4 ความแข็งแรงกระแทกของวัสดุประกอบ CaSiO₃/HDPE

ตัวอย่าง	Impact strength (kJ/m ²)				
	CS 0	CS 15	CS 20	CS 25	CS 30
1	5.45	4.42	4.36	4.11	3.52
2	5.51	4.24	3.68	4.05	3.45
3	5.68	4.28	3.65	3.38	3.22
4	5.97	4.48	3.95	3.56	3.46
5	5.82	3.84	3.92	3.43	3.59
6	6.32	4.75	3.96	3.42	3.61
7	5.23	4.22	3.70	3.52	3.23
8	5.19	3.80	3.93	3.38	3.42
9	5.40	3.56	4.01	3.46	3.38
10	5.67	4.27	4.24	3.53	3.55
ค่าเฉลี่ย	5.62	4.18	3.94	3.58	3.44
ค่า STDEV	0.34	0.35	0.23	0.26	0.13

ตารางที่ น.5 ความแข็งกดของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

ตัวอย่าง	Hardness				
	CS 0	CS 15	CS 20	CS 25	CS 30
1	42	45	50	53	58
2	44	50	48	52	56
3	46	47	49	54	56
4	40	49	51	56	60
5	45	43	47	51	61
6	43	46	49	49	60
7	44	48	52	50	58
8	43	46	50	54	55
9	40	50	48	55	57
10	42	44	52	52	60
ค่าเฉลี่ย	42.90	46.80	49.60	52.60	58.10
ค่า STDEV	1.96	2.44	1.71	2.22	2.07

2. สมบัติเชิงกลของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$ สูตร CS 25-S

ตารางที่ น.6 ความแข็งแรงโค้งงอของวัสดุประกอบ CS 25-S

ตัวอย่าง	Flexural strength (MPa)			
	CS 25	CS 25-1S	CS 25-2S	CS 25-3S
1	33.92	43.16	38.38	33.95
2	32.67	44.76	36.72	37.36
3	30.16	44.55	36.01	36.05
4	32.45	45.63	40.60	35.22
5	30.73	46.32	40.04	34.09
6	32.30	44.95	37.95	34.88
7	30.87	44.47	38.53	36.88
ค่าเฉลี่ย	31.87	44.38	38.31	35.49
ค่า STDEV	1.32	0.98	1.64	1.32

ตารางที่ น.7 มอดุลัสโค้งงอของวัสดุประกอบ CS 25-S

ตัวอย่าง	Flexural modulus (MPa)			
	CS 25	CS 25-1S	CS 25-2S	CS 25-3S
1	889.88	1310.71	1156.2	928.35
2	910.98	1308.82	1153.92	950.17
3	919.30	1452.9	1325.67	1068.99
4	988.47	1587.75	1351.79	982.79
5	952.67	1393.75	1239.7	926.09
6	925.05	1307.06	1263.85	994.76
7	900.48	1531.66	1241.95	943.04
ค่าเฉลี่ย	926.69	1413.23	1247.58	970.59
ค่า STDEV	33.75	114.83	75.76	50.58

ตารางที่ น.8 มอดุลัสกดอัดของวัสดุประกอบ CS 25-S

ตัวอย่าง	Compressive modulus (MPa)			
	CS 25	CS 25-1S	CS 25-2S	CS 25-3S
1	120.89	137.75	129.83	121.37
2	119.72	131.72	126.13	119.43
3	121.52	138.51	134.26	123.74
4	122.98	134.90	128.68	125.01
5	119.42	130.19	125.37	125.36
6	116.76	137.87	127.71	118.46
7	119.22	130.41	132.22	123.27
ค่าเฉลี่ย	120.07	134.47	129.17	122.37
ค่า STDEV	1.97	3.67	3.20	2.69

ตารางที่ น.9 ความแข็งแรงกระแทกของวัสดุประกอบ CS 25-S

ตัวอย่าง	Impact strength (kJ/m ²)			
	CS 25	CS 25-1S	CS 25-2S	CS 25-3S
1	4.11	4.79	4.42	4.32
2	4.05	5.15	4.64	4.14
3	3.38	4.81	4.45	4.56
4	3.56	5.10	4.30	4.10
5	3.43	4.93	4.60	4.04
6	3.42	4.72	4.43	4.39
7	3.52	4.87	4.52	4.21
8	3.38	5.06	4.28	4.68
9	3.46	4.74	4.57	4.82
10	3.53	4.89	4.69	4.19
ค่าเฉลี่ย	3.58	4.90	4.49	4.34
ค่า STDEV	0.26	0.15	0.13	0.26

ตารางที่ น.10 ความแข็งแรงดึงของวัสดุประกอบ CS 25-S

ตัวอย่าง	Tensile strength (MPa)			
	CS 25	CS 25-1S	CS 25-2S	CS 25-3S
1	13.35	17.82	18.57	14.90
2	14.71	17.32	18.62	16.04
3	14.32	18.82	17.06	16.53
4	14.93	19.95	17.20	15.81
5	15.67	19.03	16.35	16.94
ค่าเฉลี่ย	14.59	18.58	17.56	16.04
ค่า STDEV	0.85	1.03	0.99	0.77

ตารางที่ น.11 มอดุลัสแรงดึงของวัสดุประกอบ CS 25-S

ตัวอย่าง	Young's modulus (MPa)			
	CS 25	CS 25-1S	CS 25-2S	CS 25-3S
1	365.45	509.37	401.65	420.24
2	395.67	561.40	474.42	448.92
3	389.80	520.10	442.76	402.80
4	380.92	562.63	411.10	426.39
5	343.50	547.18	436.90	399.58
ค่าเฉลี่ย	375.06	540.14	433.36	419.58
ค่า STDEV	21.00	24.26	28.67	19.93

ตารางที่ น.12 ความแข็งกดของวัสดุประกอบ CS 25-S

ตัวอย่าง	Hardness			
	CS 25	CS 25-1S	CS 25-2S	CS 25-3S
1	53	54	56	54
2	52	58	54	50
3	54	58	51	53
4	56	58	53	51
5	51	55	55	56
6	49	57	54	55
7	50	55	52	52
8	54	56	53	51
9	55	54	57	53
10	52	53	56	56
ค่าเฉลี่ย	52.6	55.80	54.10	53.10
ค่า STDEV	2.22	1.87	1.91	2.13

ตารางที่ น.13 ความแข็งแรงดึงของ HDPE บริสุทธิ์ เทียบกับ HDPE ที่เติมสารคู่ควบไซเลน
ที่ปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก

ตัวอย่าง	Tensile strength (MPa)	
	HDPE	HDPE + 2% Silane
1	21.02	19.32
2	21.84	19.15
3	20.61	18.68
4	21.07	20.29
5	22.67	18.98
6	22.49	19.44
7	20.47	18.43
8	21.53	19.49
ค่าเฉลี่ย	21.46	19.22
ค่า STDEV	0.82	0.56

ตารางที่ น.14 ยั้มอดูลัสของ HDPE บริสุทธิ์ เทียบกับ HDPE ที่เติมสารคู่ควบไซเลน
ที่ปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก

ตัวอย่าง	Young's modulus (MPa)	
	HDPE	HDPE + 2% Silane
1	329.44	304.22
2	397.12	123.40
3	341.97	186.83
4	342.45	208.87
5	246.81	274.70
6	296.80	181.62
7	338.95	257.70
8	308.50	186.63
ค่าเฉลี่ย	325.25	215.50
ค่า STDEV	43.40	59.14

ตารางที่ น.15 เปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาดของ HDPE บริสุทธิ์ เทียบกับ HDPE ที่เติมสาร
 กุ่ควบไซเลนที่ปริมาณ 2%โดยน้ำหนัก

ตัวอย่าง	% Elongation at berak	
	HDPE	HDPE + 2% Silane
1	155.63	141.84
2	163.25	126.40
3	149.80	133.65
4	151.46	145.13
5	168.31	120.78
6	142.90	138.30
7	167.18	129.52
8	154.35	137.64
ค่าเฉลี่ย	156.61	134.15
ค่า STDEV	8.94	8.19

ภาคผนวก ข

ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$
และ $\text{CaSiO}_3\text{-S}/\text{HDPE}$

ตารางที่ ข.1 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$

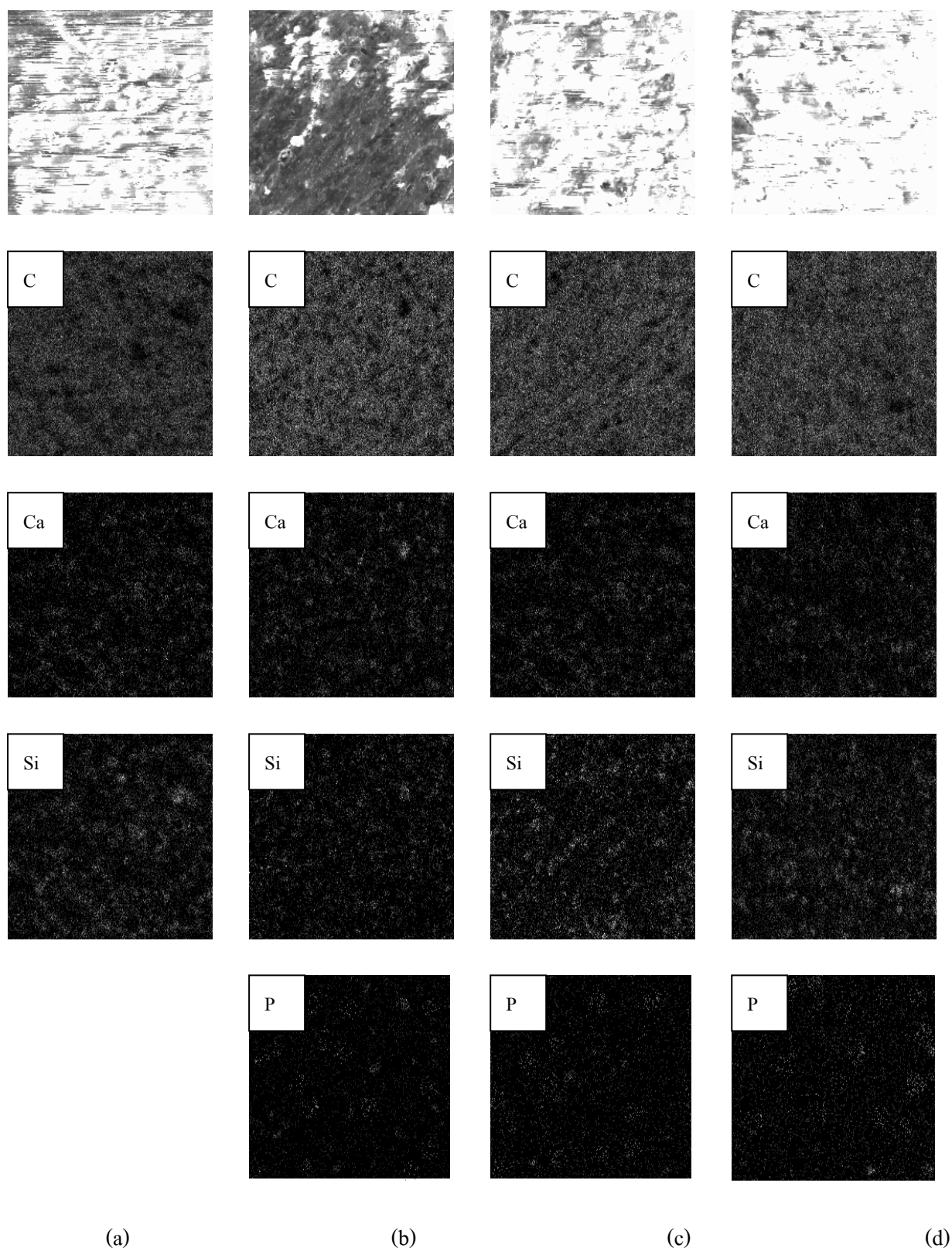
จำนวนวันที่แช่	ค่า pH ของวัสดุประกอบ $\text{CaSiO}_3/\text{HDPE}$ ที่อัตราส่วนต่างๆ (v/v)				
	CS 0	CS 15	CS 20	CS 25	CS 30
0	7.40	7.40	7.40	7.40	7.40
7	7.41	7.64	7.68	7.68	7.71
14	7.43	7.70	7.73	7.76	7.78
21	7.40	7.75	7.76	7.79	7.79
28	7.45	7.72	7.73	7.74	7.73
35	7.42	7.69	7.71	7.72	7.74
42	7.41	7.64	7.68	7.67	7.70
49	7.43	7.63	7.66	7.68	7.68

ตารางที่ ข.2 ค่า pH ของสารละลาย SBF หลังแช่วัสดุประกอบ CaSiO_3 - S/HDPE

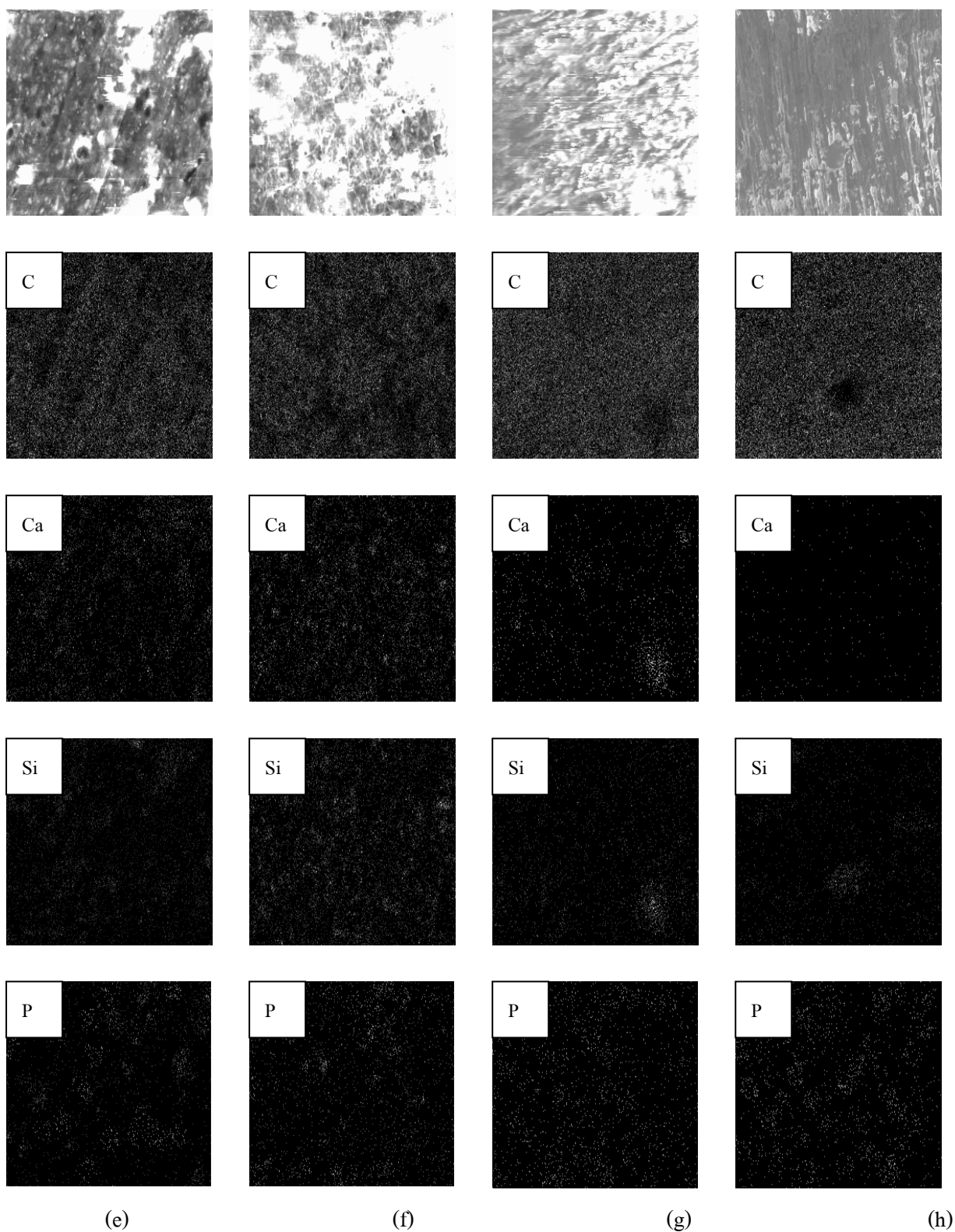
จำนวนวันที่แช่	ค่า pH			
	CS 25	CS 25-1S	CS 25-2S	CS 25-3S
0	7.40	7.40	7.40	7.40
7	7.68	7.58	7.56	7.53
14	7.76	7.64	7.62	7.61
21	7.79	7.68	7.65	7.63
28	7.74	7.70	7.66	7.65
35	7.72	7.67	7.60	7.58
42	7.67	7.62	7.58	7.57
49	7.68	7.63	7.56	7.57

ภาคผนวก ซ

การกระจายตัวของธาตุต่างๆ จากเทคนิค SEM-EDS



รูป ข.1 การกระจายตัวของธาตุต่างๆ ของวัสดุประกอบ CS 30 ที่ทำการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน (a) 0 วัน (b) 7 วัน (c) 14 วัน และ (d) 21 วัน



รูป ข.1 (ต่อ) การกระจายตัวของธาตุต่างๆ ของวัสดุประกอบ CS 30 ที่ทำการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 0-49 วัน (e) 28 วัน (f) 35 วัน (g) 42 วัน และ (h) 49 วัน

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นางสาวสพัตรา วรรณโชติ
วัน เดือน ปีเกิด	20 เมษายน 2522
ที่อยู่	29 ซอย 24 ถ. รณชัยชาญยุทธ อ.เมือง จ.ร้อยเอ็ด โทร. 043-526237
ประวัติการศึกษา	2550 วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีพอลิเมอร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง 2545 วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี มหาวิทยาลัยมหาสารคาม