

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

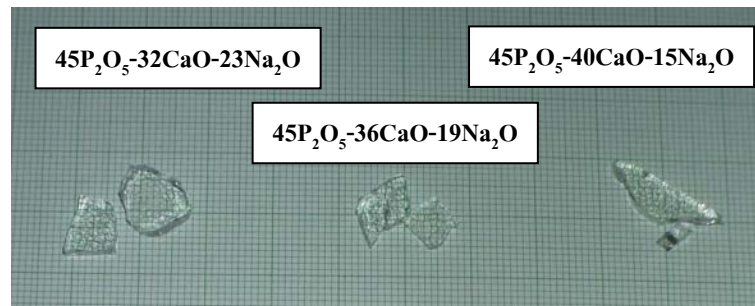
ในบทนี้เป็นการนำเสนอผลการทดลอง และ อภิปรายผลการทดลอง ของแก้วและแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต โดยจะทำการสังเคราะห์จากแก้วระบบฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ (P_2O_5 -CaO- Na_2O) จากกระบวนการหลอมแบบดั้งเดิม และศึกษาสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางความร้อน และ องค์ประกอบเฟสของแก้ว จากนั้นจึงเตรียมเป็นแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนจากแก้วระบบ P_2O_5 -CaO- Na_2O โดยมีจุดมุ่งหมายเพื่อศึกษาขั้นตอน และวิธีการเตรียมแก้วและแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน รวมถึงปัจจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง ตลอดจนศึกษาถึงสมบัติในด้านต่างๆของแก้วเซรามิกดังกล่าว ประกอบด้วย การวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบ สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างทางจุลภาค และสมบัติเชิงกล ตลอดจนการอภิปรายผลการทดลอง โดยมีรายละเอียดของผลการทดลองดังนี้

4.1 ผลการศึกษาการเตรียมแก้ว ในระบบ P_2O_5 -CaO- Na_2O

การศึกษาแก้วระบบฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ (P_2O_5 -CaO- Na_2O) ในการทดลองนี้ จะให้ปริมาณของ P_2O_5 เท่ากับร้อยละ 45 โดยโมล ซึ่งจะให้สมบัติทางชีวภาพที่ดี และทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงที่เพิ่มขึ้นของปริมาณ CaO และการลดลงของ Na_2O ที่มีต่อสมบัติของแก้ว จะเริ่มจากการเตรียมชิ้นงานแก้ว โดยการผสมสารตั้งต้นของแก้ว คือ $(NH_4)_2HPO_4$, $CaCO_3$ และ Na_2CO_3 เข้าด้วยกัน ตามอัตราส่วนที่กำหนดทั้ง 3 คือ ($P_{45}O_5$ - $32CaO$ - $23Na_2O$) ($45P_2O_5$ - $36CaO$ - $19Na_2O$) และ ($45P_2O_5$ - $40CaO$ - $15Na_2O$) ในถ้วยหลอมอะลูมินา เจริญใจของอุณหภูมิการหลอมแก้วที่ $1200^\circ C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว (quenched) ลงบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม จะได้แก้วที่มีลักษณะเป็นชิ้นเล็กๆ นำไปวัดค่าความหนาแน่นด้วยหลักการแทนที่ของ Archimedes แล้วนำแก้วที่ได้ไปบดเป็นผงเพื่อนำไปวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA และวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนต่อไป

4.1.1 ลักษณะทางกายภาพ

จากการเตรียมแก้วระบบ P_2O_5 -CaO- Na_2O ด้วยวิธีการหลอมแบบดั้งเดิมนั้น พบว่า ลักษณะของชิ้นงานแก้วที่เตรียมได้จากการหลอม ทั้ง 3 สูตร คือ $(45P_2O_5-32CaO-23Na_2O)$ $(45P_2O_5-36CaO-19Na_2O)$ และ $(45P_2O_5-40CaO-15Na_2O)$ จะมีลักษณะใส ไม่มีสี และแสงทะลุผ่านได้ ดังแสดงในรูป 4.1



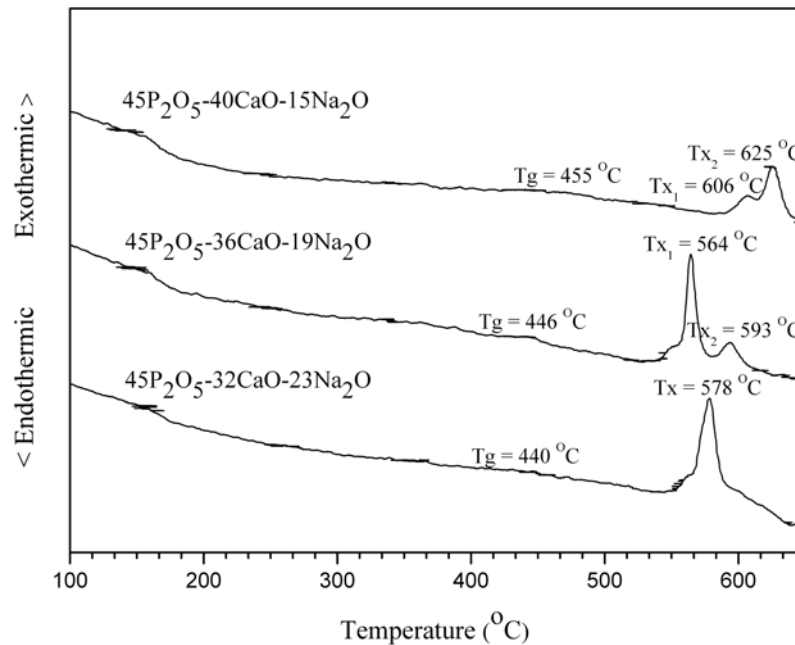
รูป 4.1 ลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานแก้วที่ผ่านการหลอม

เมื่อนำแก้วที่ได้ทั้ง 3 สูตรไปบดเป็นผงละเอียดด้วยเครื่องบดไฟฟ้า retsch เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และนำไปวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จะได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแก้วสูตร $(45P_2O_5-32CaO-23Na_2O)$ $(45P_2O_5-36CaO-19Na_2O)$ และ $(45P_2O_5-40CaO-15Na_2O)$ ที่ใกล้เคียงกัน คือ 2.322 2.316 และ 2.328 μm ตามลำดับ

4.1.2 ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA

การวิเคราะห์ทางความร้อนของผงแก้วทั้ง 3 สูตรที่สังเคราะห์ขึ้นในการทดลอง คือ $(45P_2O_5-32CaO-23Na_2O)$ $(45P_2O_5-36CaO-19Na_2O)$ และ $(45P_2O_5-40CaO-15Na_2O)$ จะใช้เทคนิค DTA โดยมีเงื่อนไขของอุณหภูมิตั้งแต่อุณหภูมิห้อง (ประมาณ $28^{\circ}C$) ไปจนถึงอุณหภูมิ $650^{\circ}C$ ด้วยอัตราการขึ้นของอุณหภูมิคือ $10^{\circ}C/min$ และใช้ผงอะลูมินา (Al_2O_3) เป็นตัวเทียบมาตรฐาน จะได้รูปแบบดังแสดงในรูป 4.2 จะพบว่า มีทั้งกระบวนการดูด (endothermic) และคายพลังงาน (exothermic) เกิดขึ้น โดย อุณหภูมิการแปลงเฟสของแก้ว (T_g) จะเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเพิ่มปริมาณของ CaO และ แก้วที่มี CaO เท่ากับร้อยละ 32 โดยโมลจะพบการคายพลังงานที่ $578^{\circ}C$ ที่ร้อยละ 36 จะ

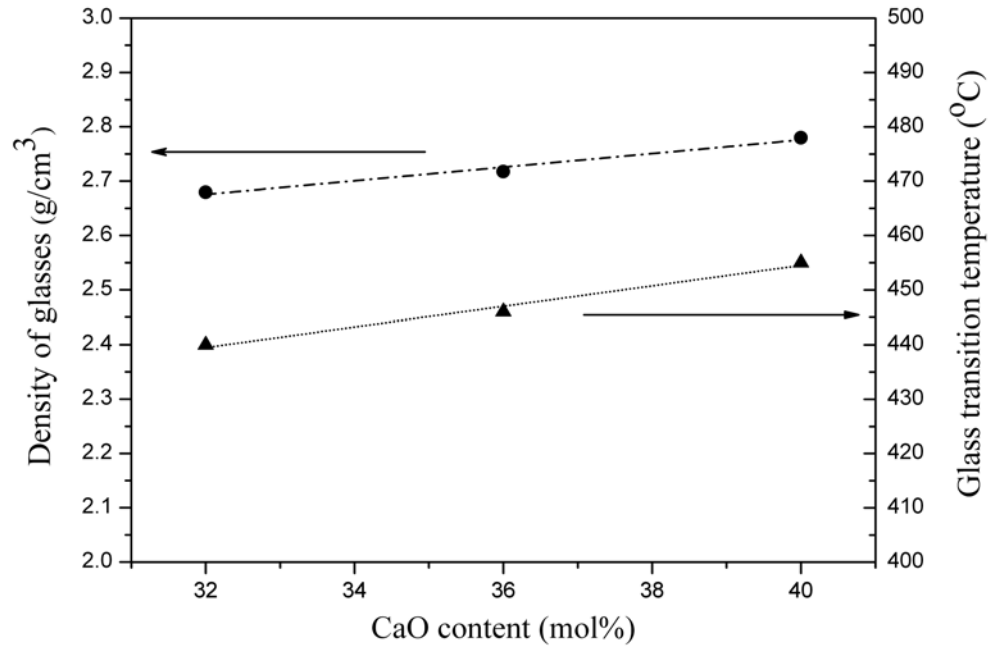
พบการคายพลังงานสองตำแหน่งคือ 564°C และ 593°C และที่ร้อยละ 40 โดยโมล จะพบการคายพลังงานที่สองตำแหน่งเช่นเดียวกันคือ 606°C และ 625°C ซึ่งตำแหน่งการคายพลังงานนี้ก็คือตำแหน่งของอุณหภูมิการเกิดผลึก (T_x) ดังนั้นแก้วทั้ง 3 สูตรจะเกิดผลึกในช่วง $500 - 650^{\circ}\text{C}$ ซึ่งจะในช่วงอุณหภูมิที่จะนำไปใช้ในการเผาผนึก (sintered) เพื่อทำแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูปพรุนต่อไป



รูป 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA ของแก้วสูตร ($45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$) ($45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO-}19\text{Na}_2\text{O}$) และ ($45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}40\text{CaO-}15\text{Na}_2\text{O}$)

4.1.3 ผลการวิเคราะห์ทางกายภาพ

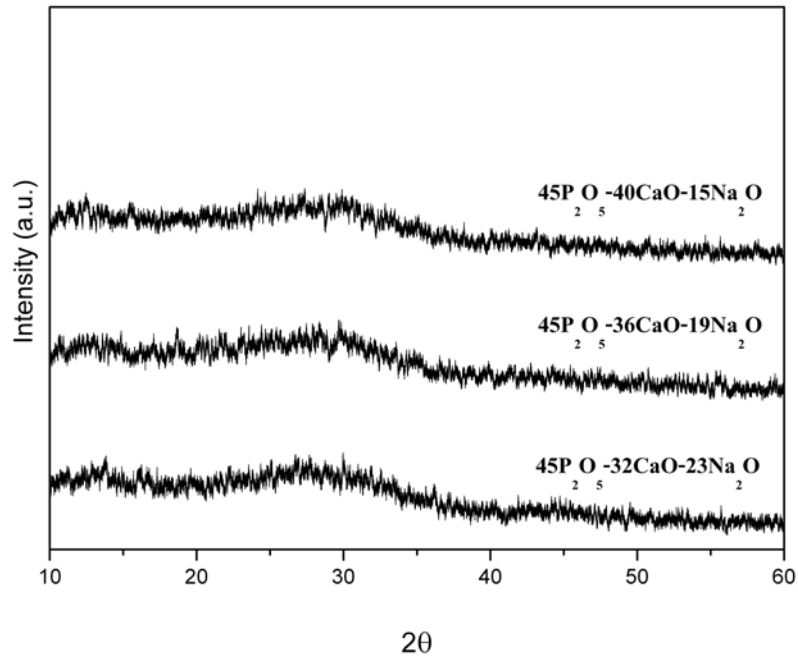
เมื่อนำชิ้นงานแก้วมาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ โดยการหาค่าความหนาแน่นด้วยหลักการแทนที่ของ Archimedes พบว่า แนวโน้มความหนาแน่นของแก้วจะเพิ่มสูงขึ้น เมื่อมีการเพิ่มปริมาณ CaO เพราะ ไอออน Ca^{2+} จะไปสร้าง cross-link ระหว่าง non-bridging ของออกซิเจนของโครงสร้างฟอสเฟต ทำให้โครงสร้างมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น จึงมีผลต่อความหนาแน่นที่สูงขึ้น นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นของความหนาแน่น ก็มีแนวโน้มเดียวกันกับการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงของแก้ว (T_g) เนื่องจากการเพิ่ม CaO ดังแสดงในรูป 4.3



รูป 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่น และ อุณหภูมิการแปลงเฟสของแก้วระบบ P_2O_5 -CaO- Na_2O ที่ปริมาณ CaO ต่างกัน

4.1.4 ผลการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD

การตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของผงแก้วทั้ง 3 สูตร คือ $(45P_2O_5-32CaO-23Na_2O)$ $(45P_2O_5-36CaO-29Na_2O)$ และ $(45P_2O_5-40CaO-15Na_2O)$ ด้วยเทคนิค XRD พบว่า แก้วที่ผ่านการหลอมนั้น ไม่มีความเป็นผลึกอยู่เลย หรืออาจกล่าวได้ว่ามีความเป็นอสัณฐาน (amorphous) โดยพิจารณาได้จากลักษณะของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังรูปที่ 4.4 ซึ่งมีลักษณะพีกกว้าง (broad) แบบอสัณฐาน



รูป 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแก้วระบบ P_2O_5 -CaO- Na_2O ที่ผ่านการหลอม

4.2 ผลการศึกษาการเตรียมแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน

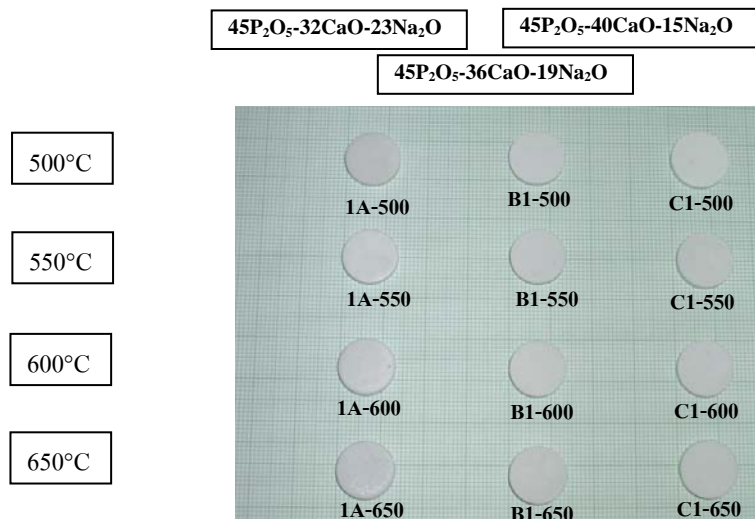
ในการเตรียมแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนนั้น จะได้จากการนำแก้วระบบ P_2O_5 -CaO- Na_2O มาบดให้ละเอียด จากนั้นนำไปผสมกับการบรู ซึ่งเป็นสารเคมีที่ใช้ในการสร้างความพรุน ในอัตราส่วนต่างๆ จากนั้นนำไปอัดเป็นเม็ดหนัก 1 กรัม และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ $500-650^{\circ}C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิ คือ $5^{\circ}C/min$ และ $5^{\circ}C/min$ ช่วงอุณหภูมินี้เองเป็นช่วงอุณหภูมิการเกิดผลึกของแก้วของแก้วระบบ P_2O_5 -CaO- Na_2O ที่ได้จากการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วย DTA ในกระบวนการเผาผนึกนี้เองการบรูจะระเหยออกไปจากเม็ดสารแก้วเซรามิก จะเกิดเป็นรูพรุนขึ้นในเม็ดเซรามิก จากนั้นนำเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่เตรียมได้ มาทำการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค XRD สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกล ตามลำดับ

4.2.1 ลักษณะทางกายภาพ

เม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน ที่เตรียมจากแก้วระบบ P_2O_5 -CaO-Na₂O ทั้ง 3 สูตร ผสมกับการบурในอัตราส่วนต่างๆ จากนั้นก็นำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500 550 600 และ 650°C ตามลำดับ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการขึ้นและลงของอุณหภูมิ คือ 5°C/min และ 5°C/min ซึ่งการบурจะระเหยออกในกระบวนการเผาผนึกนี้ เม็ดสารแก้วเซรามิกที่เตรียมได้ แสดงดังรูป 4.5 ซึ่งในรูปจะมีการกำหนดชื่อของเม็ดสารแก้วเซรามิก เพื่อความสะดวกในการอธิบายผลการทดลอง

Composition 10:0

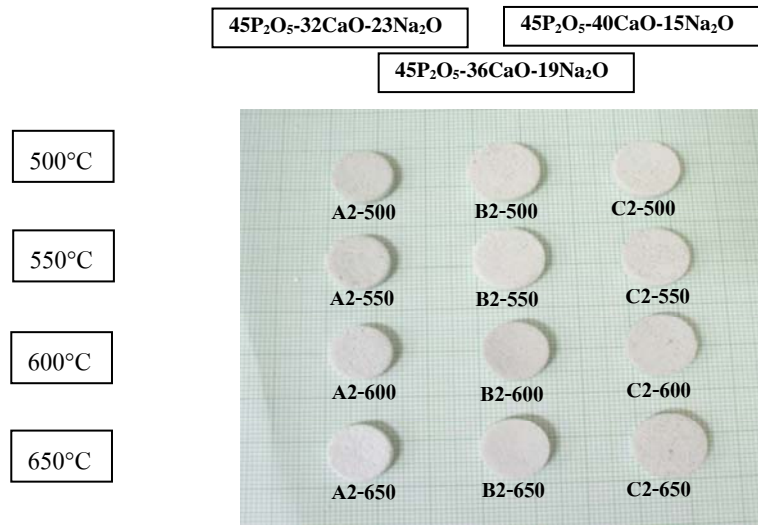
(glass : camphor)



รูป 4.5 เม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่ผสมการบурในอัตราส่วน 10:0 และผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 500-650°C

Composition 7:3

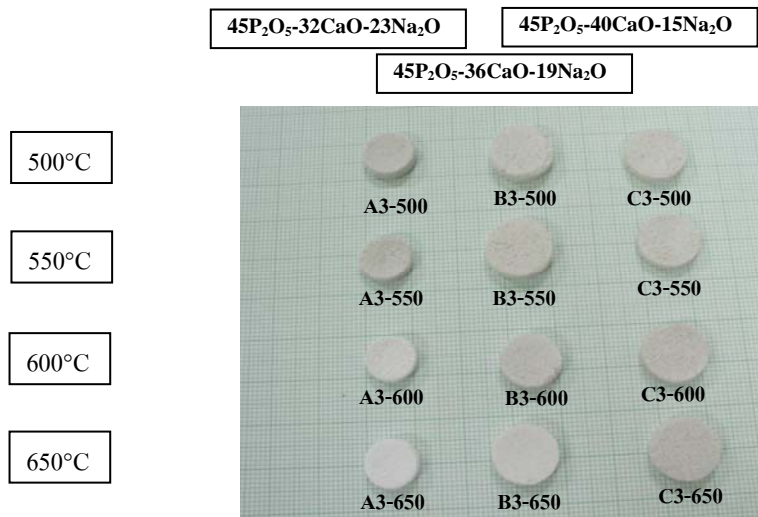
(glass : camphor)



รูป 4.6 เม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่ผสมการบูรในอัตราส่วน 7:3 และผ่านการเผา
 ผนึกที่อุณหภูมิ 500-650°C

Composition 5:5

(glass : camphor)



รูป 4.7 เม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่ผสมการบูรในอัตราส่วน 5:5 และผ่านการเผา
 ผนึกที่อุณหภูมิ 500-650°C

จากรูปจะพบว่าเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนที่เตรียมได้ จะมีสีขาว และสังเกตเห็นรูพรุนชัดเจนในอัตราส่วน 7:3 และ 5:5 จากการสังเกตด้วยสายตาจะพบว่าเม็ดสารมีการหดตัวที่แตกต่างกัน และมีการหดตัวสูงที่เม็ดสารแก้วเซรามิกจากการสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO}\text{-}23\text{Na}_2\text{O}$ นอกจากนี้เม็ดสารจะมีออกคล้ำเล็กน้อยในบางอัตราส่วน คาดว่าจะเกิดจากการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ของการบур จึงเหลือธาตุคาร์บอนปนอยู่บ้างเล็กน้อย

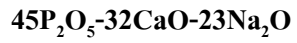
4.2.2 การศึกษาเฟสองค์ประกอบของแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนด้วยเทคนิค

XRD

การตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน ที่ผสมการบурในอัตราส่วนต่างๆ เเผ่นึกที่อุณหภูมิ $500\text{-}650^\circ\text{C}$ ด้วยเทคนิค XRD จะพบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังรูป 4.8-4.16 ซึ่งจะเห็นได้ว่า เม็ดสารแก้วเซรามิกที่ผ่านการเผ่านึกทั้ง 4 อุณหภูมิ ทั้งที่มีรูพรุนที่เกิดจากการบур และที่ไม่มีการผสมการบур จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สอดคล้องกับเฟสทั้งหมด 4 เฟส จากผลึกของสาร 2 กลุ่มคือ แคลเซียมฟอสเฟต $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 03-0604 จากฐานข้อมูลไม่ระบุว่ามีผลึกมีโครงสร้างแบบไหน แต่ระบุว่าผลึกอ้างอิงจากกระดูกรรมชาติ (bonner) และ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 73-0440 มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และผลึกของโซเดียมฟอสเฟต NaPO_3 ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 76-0788 โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และ NaPO_3 ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 11-0650 โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก (monoclinic) เช่นเดียวกัน แต่มีความยาวของแกนและมุมของโครงสร้างต่างกัน จากการศึกษา งานวิจัยของ Tulyaganov และ คณะ เรื่องการสังเคราะห์แก้วเซรามิกระบบ $\text{CaO}\text{-}\text{MgO}\text{-}\text{SiO}_2$ ที่มีการเติมสาร B_2O_3 , P_2O_5 , Na_2O และ CaF_2 [29] พบการเกิดเฟสของสาร 3 ชนิด แต่มีพีคจากการวิเคราะห์ด้วย DTA เพียงตำแหน่งเดียว Tulyaganov ได้อธิบายไว้ว่า ณ ตำแหน่งของ T_x จากการวิเคราะห์ด้วย DTA จะมีการเกิดเฟสของสารมากกว่าหนึ่งเฟส (the former two phases were the dominant ones) แต่ในงานวิจัยนี้ก็ไม่สามารถสรุปได้อย่างแน่ชัดว่าเฟสที่เกิดขึ้นจะสอดคล้องกับงานวิจัยของ Tulyaganov เพราะอาจมีปัจจัยอื่นที่มีผลต่อการเกิดเฟสในลักษณะนี้ ดังนั้น ควรมีการวิเคราะห์การเกิดเฟสของชิ้นงานแก้ว (bulk glass) ร่วมกับการเกิดเฟสจากเม็ดสารแก้วเซรามิก (glass powder compact) นอกจากนี้ความพรุนในเม็ดสารก็เป็นตัวขัดขวางการเกิดผลึก เพราะ เมื่อพิจารณาความเข้มของพีคที่เกิดจากเม็ดสารที่ไม่ผสมการบур จะมีความเข้มสูงกว่าเม็ดสารที่ผสมการบур โดยที่เฟสโซเดียมฟอสเฟตจะมีพีคเข้มขึ้นเมื่อเผาจาก 500°C ไปถึง 550°C แต่เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นอีก

ความเข้มของฟลักซ์โซเดียมฟอสเฟตจะลดลง ในขณะที่ความเข้มของฟลักซ์แคลเซียมฟอสเฟตเพิ่มสูงขึ้น

เม็ดสารแก้วเซรามิกที่มาจากแก้วสูตรที่มี CaO เท่ากับร้อยละ 32 เฟสหลักที่พบเป็นโซเดียมฟอสเฟต หมายเลข 11-0650 ฟิครองคือโซเดียมฟอสเฟต หมายเลข 76-0788 โดยที่เฟสโซเดียมฟอสเฟตจะมีฟลักซ์ขึ้นเมื่อเผาจาก 500°C ไปถึง 550°C และลดลงเมื่อเพิ่มจาก $550-650^{\circ}\text{C}$ และพบเฟสแคลเซียมฟอสเฟต หมายเลข 03-0406 มีความเข้มฟลักซ์สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาเพิ่มขึ้น และที่อุณหภูมิ 650°C แคลเซียมฟอสเฟตมีความเข้มฟลักซ์ เท่ากับโซเดียมฟอสเฟต ที่เป็นเฟสรอง เม็ดสารแก้วเซรามิกที่มาจากแก้วสูตรที่มี CaO เท่ากับร้อยละ 36 พบความเข้มฟลักซ์โซเดียมฟอสเฟต หมายเลข 76-0788 จะมีฟลักซ์ขึ้นเมื่อเผาจาก 500°C ไปถึง 550°C และลดลงเมื่อเพิ่มจาก $550-650^{\circ}\text{C}$ และพบเฟสแคลเซียมฟอสเฟต หมายเลข 03-0406 มีความเข้มฟลักซ์สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาเพิ่มขึ้น แต่เฟสทั้งสองมีความเข้มฟลักซ์ไม่ต่างกัน และ เม็ดสารแก้วเซรามิกที่มาจากแก้วสูตรที่มี CaO เท่ากับร้อยละ 40 พบเฟสหลัก เป็น โซเดียมฟอสเฟต ที่อัตราส่วน 7:3 และ 5:5 ที่อุณหภูมิ 500 และ 550°C และ 10:0 ที่ 500°C แต่ที่ อัตราส่วน 10:0 ที่เผาที่ 500°C หรือเม็ดสาร 1A-500 พบแต่แคลเซียมฟอสเฟต และเมื่อเผาสูงขึ้น เฟสของแคลเซียมฟอสเฟตกลับสูงขึ้น จน แคลเซียมฟอสเฟตกลายเป็นเฟสหลัก ที่เป็นเช่นนี้เพราะ เม็ดสารแก้วเซรามิกที่มาจากแก้วสูตรที่มี CaO เท่ากับร้อยละ 32 และ 36 มีอุณหภูมิเกิดผลึกที่ใกล้เคียงกัน ประกอบกับมีปริมาณ Na_2O มากจึงมีฟลักซ์โซเดียมฟอสเฟตสูง ดังนั้นจากข้อมูลนี้เอง เมื่อนำมาพิจารณาร่วมกับข้อมูลทางความร้อนจากการวิเคราะห์ด้วย DTA จะสามารถบอกได้ว่า เฟสของผลึกโซเดียมฟอสเฟตจะเกิดเป็นผลึกที่สมบูรณ์ก่อนแคลเซียมฟอสเฟต ที่ปริมาณ CaO ร้อยละ 36 อุณหภูมิการเกิดผลึก จาก DTA คือ 578°C เกิดเฟสของทั้ง โซเดียมฟอสเฟต และ แคลเซียมฟอสเฟต จึงปรากฏออกฟลักซ์อุณหภูมิการเกิดผลึกที่ตำแหน่งเดียว ที่ปริมาณ CaO ร้อยละ 36 อุณหภูมิเกิดผลึก คือ 564°C และ 625°C จะเกิดผลึกโซเดียมฟอสเฟต และ แคลเซียมฟอสเฟต ตามลำดับ เช่นเดียวกับที่ CaO ร้อยละ 40 ที่จะเกิดผลึกโซเดียมฟอสเฟต และแคลเซียมฟอสเฟต ที่อุณหภูมิ 606°C และ 625°C ตามลำดับ

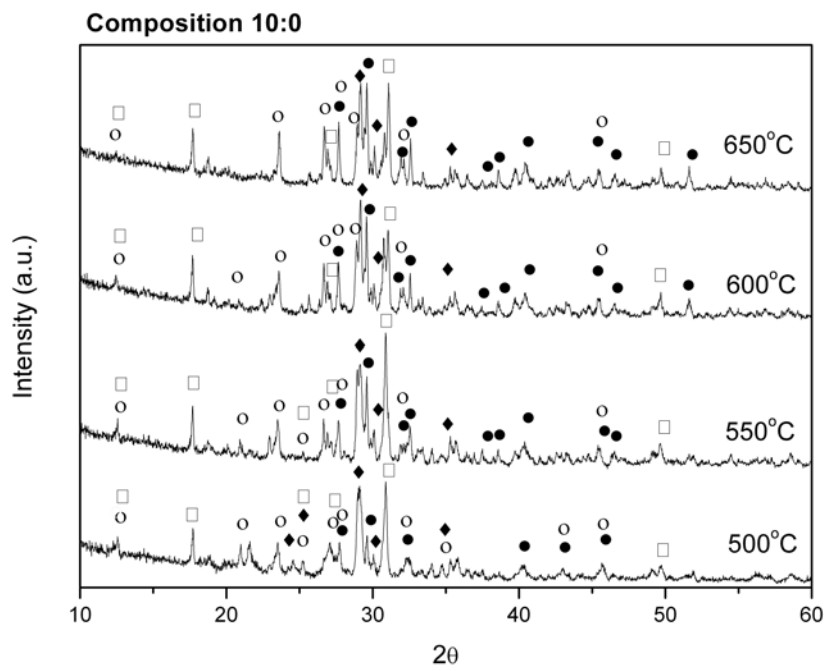


● $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 03-0604

○ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 73-0440

◆ NaPO_3 files no. 78-0788

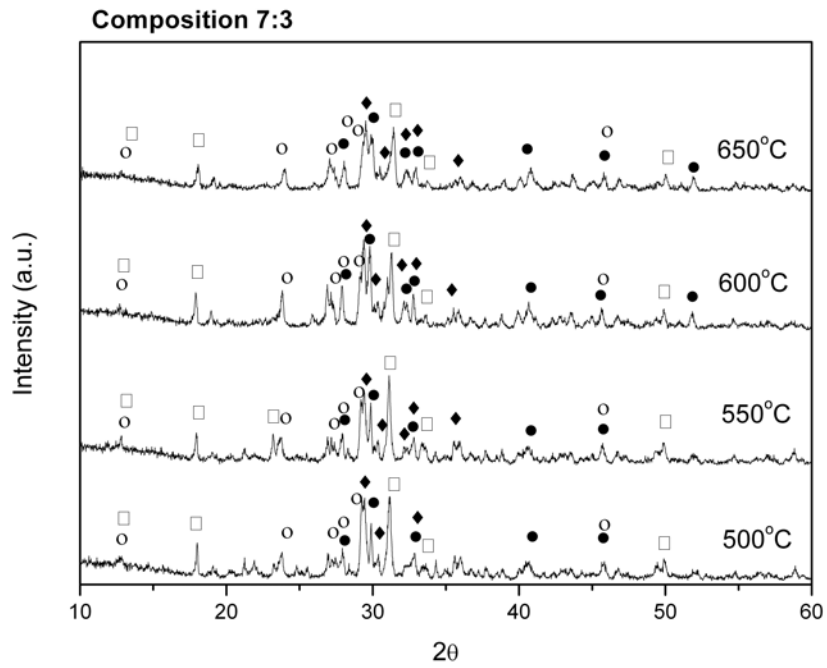
□ NaPO_3 files no. 11-0650



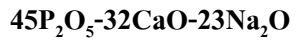
รูป 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO}\text{-}23\text{Na}_2\text{O}$ อัตราส่วน 10:0



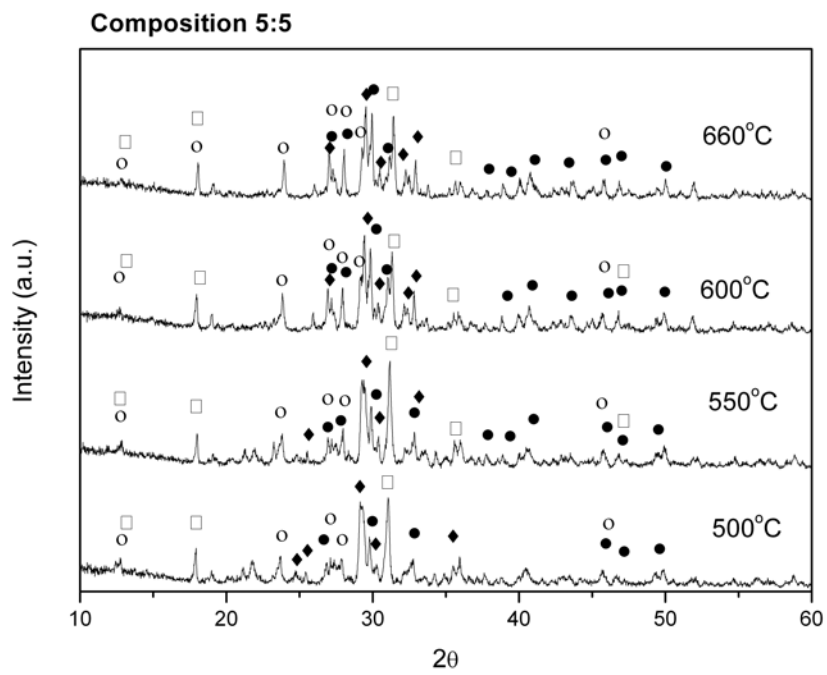
- $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 03-0604
- $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 73-0440
- ◆ NaPO_3 files no. 78-0788
- NaPO_3 files no. 11-0650



รูป 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO}\text{-}23\text{Na}_2\text{O}$ อัตราส่วน 7:3



- β - $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 03-0604
- $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 73-0440
- ◆ NaPO_3 files no. 78-0788
- NaPO_3 files no. 11-0650



รูป 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-32\text{CaO}-23\text{Na}_2\text{O}$ อัตราส่วน 5:5

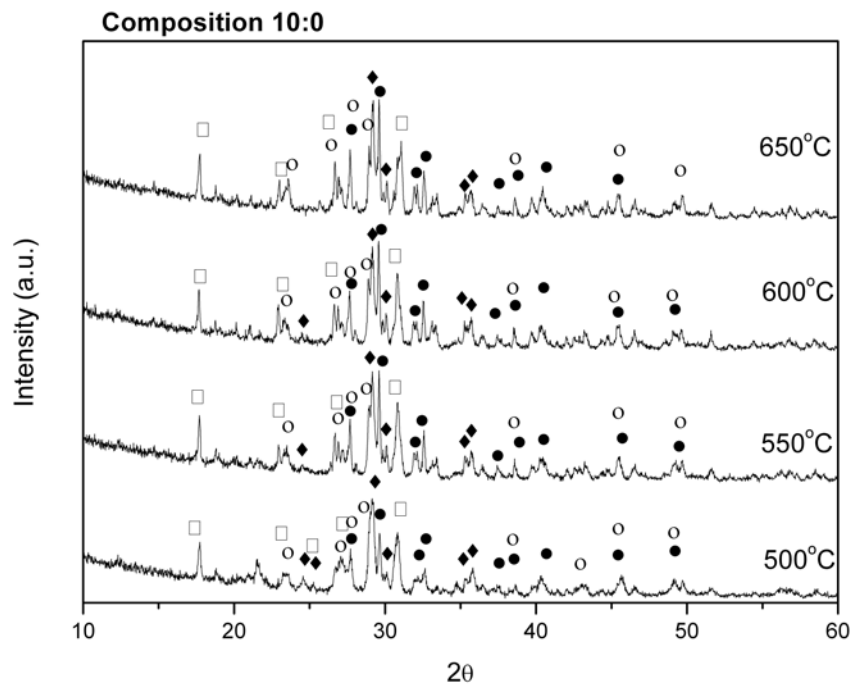


● $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 03-0604

○ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 73-0440

◆ NaPO_3 files no. 78-0788

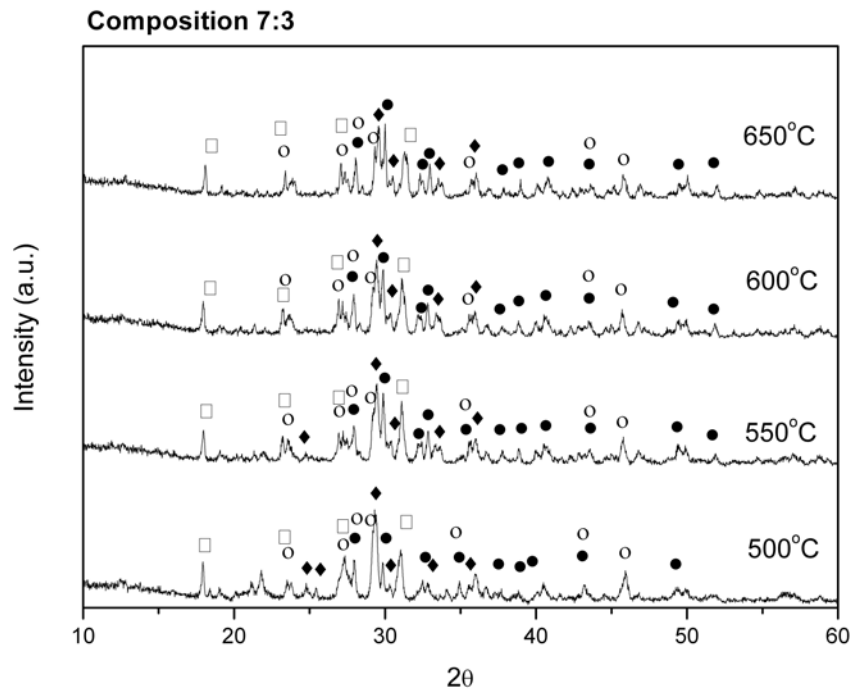
□ NaPO_3 files no. 11-0650



รูป 4.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO}\text{-}19\text{Na}_2\text{O}$ อัตราส่วน 10:0



- $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 03-0604
- $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 73-0440
- ◆ NaPO_3 files no. 78-0788
- NaPO_3 files no. 11-0650



รูป 4.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO}\text{-}19\text{Na}_2\text{O}$ อัตราส่วน 7:3

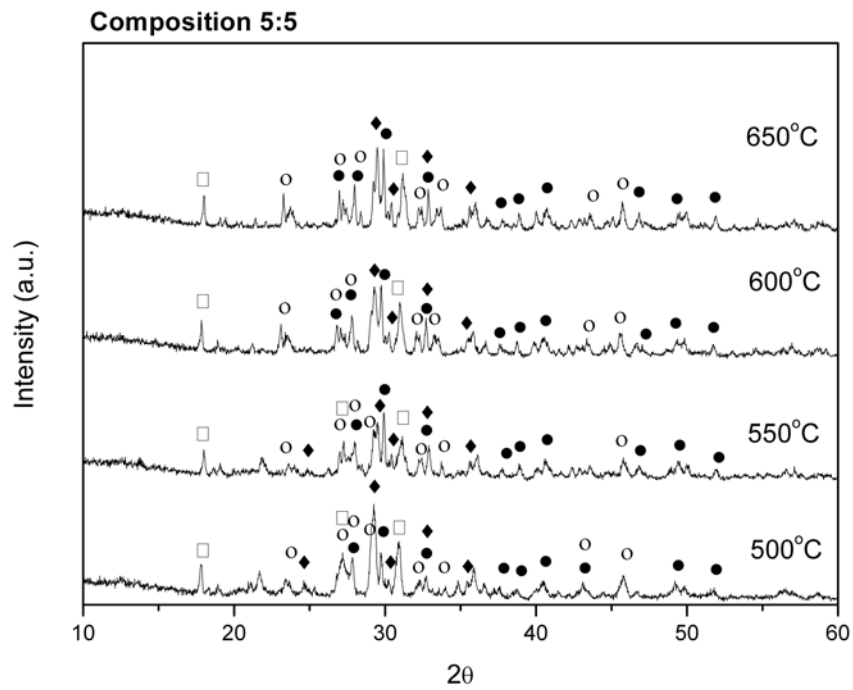


● $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 03-0604

○ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 73-0440

◆ NaPO_3 files no. 78-0788

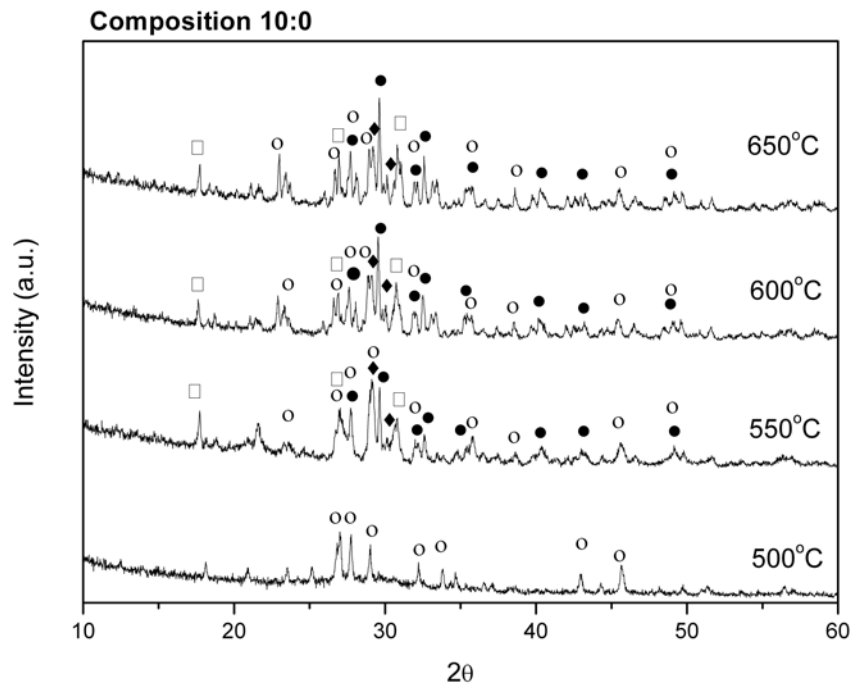
□ NaPO_3 files no. 11-0650



รูป 4.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO}\text{-}19\text{Na}_2\text{O}$ อัตราส่วน 5:5

45P₂O₅-40CaO-15Na₂O

- β -Ca₂P₂O₇ files no. 03-0604
- Ca₂P₂O₇ files no. 73-0440
- ◆ NaPO₃ files no. 78-0788
- NaPO₃ files no. 11-0650



รูป 4.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจาก แก้วสูตร 45P₂O₅-40CaO-15Na₂O อัตราส่วน 10:0

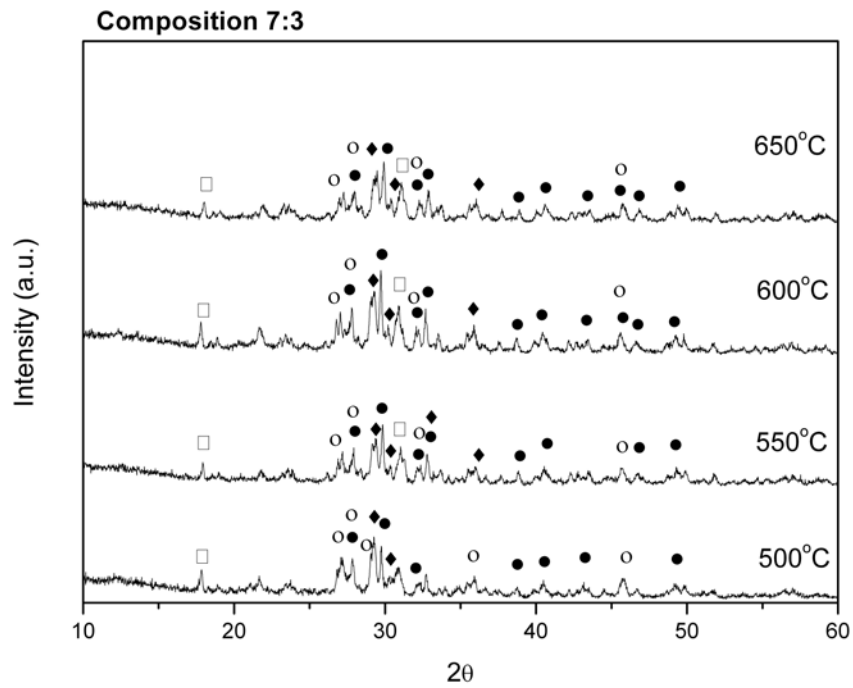


● $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 03-0604

○ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ files no. 73-0440

◆ NaPO_3 files no. 78-0788

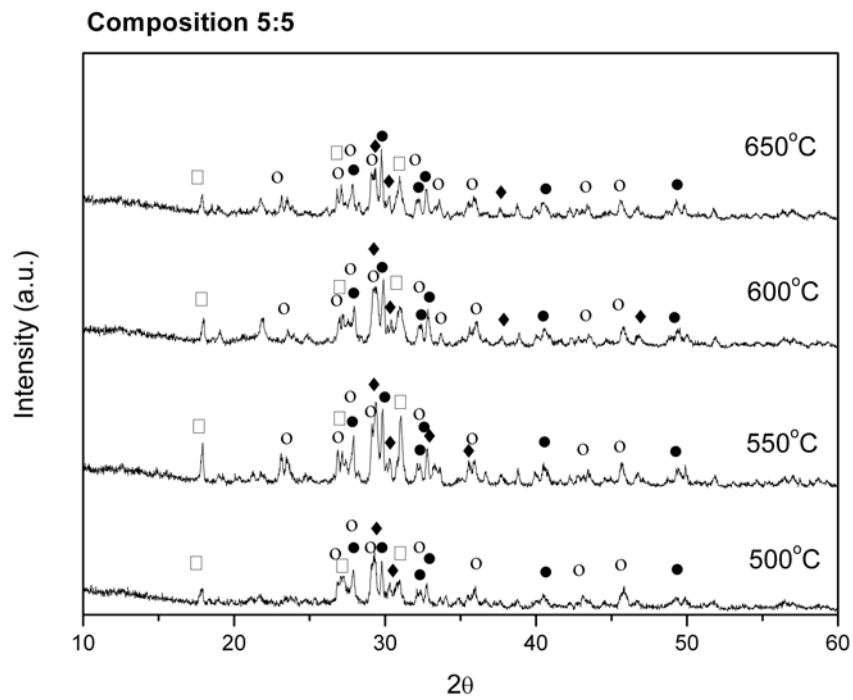
□ NaPO_3 files no. 11-0650



รูป 4.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-40\text{CaO}-19\text{Na}_2\text{O}$ อัตราส่วน 7:3

45P₂O₅-40CaO-15Na₂O

- β -Ca₂P₂O₇ files no. 03-0604
- Ca₂P₂O₇ files no. 73-0440
- ◆ NaPO₃ files no. 78-0788
- NaPO₃ files no. 11-0650



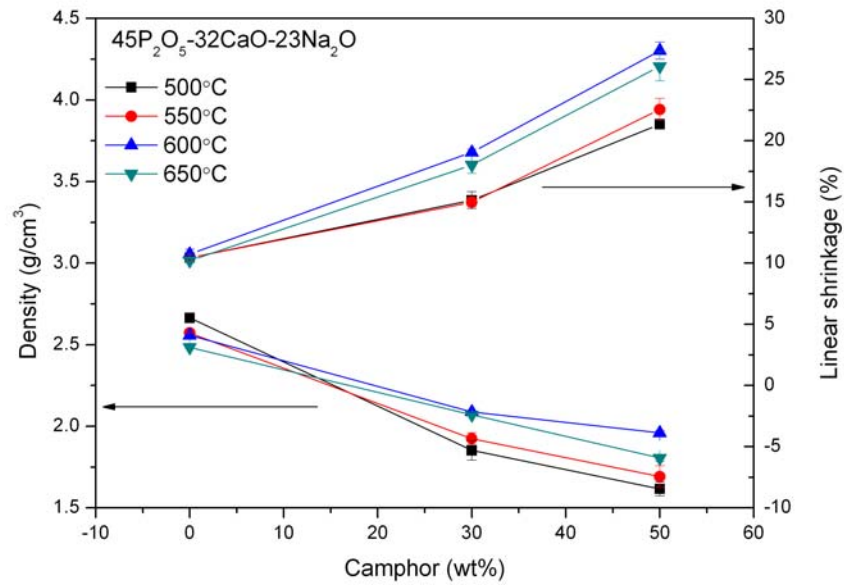
รูป 4.16 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่มาจาก
แก้วสูตร 45P₂O₅-40CaO-15Na₂O อัตราส่วน 5:5

4.2.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ

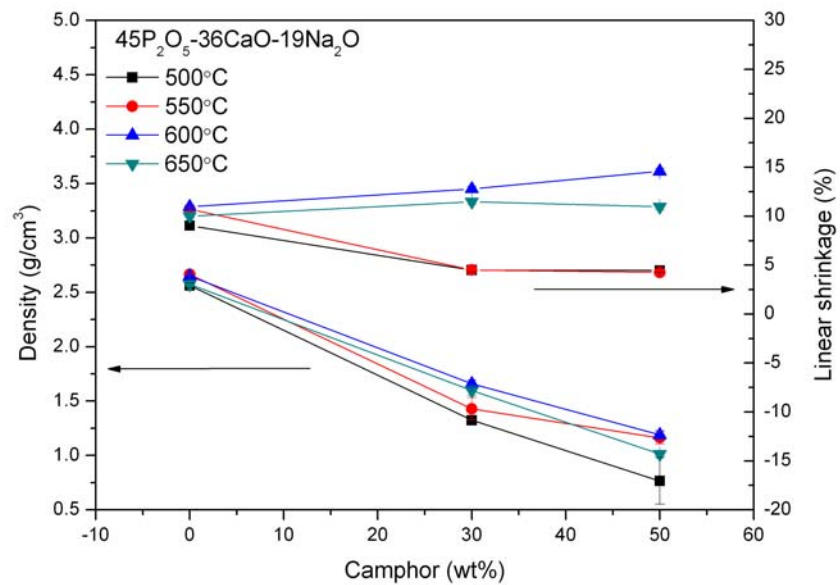
เม็ดยาสารเคลือบซีเมนต์ฟอสเฟตที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ จะนำมาตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ซึ่งประกอบด้วย ผลการตรวจสอบร้อยละการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ความหนาแน่น (Density) และ ร้อยละความพรุนที่ปรากฏ (Apparent porosity)

4.2.3.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่น (Density) และ การหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage)

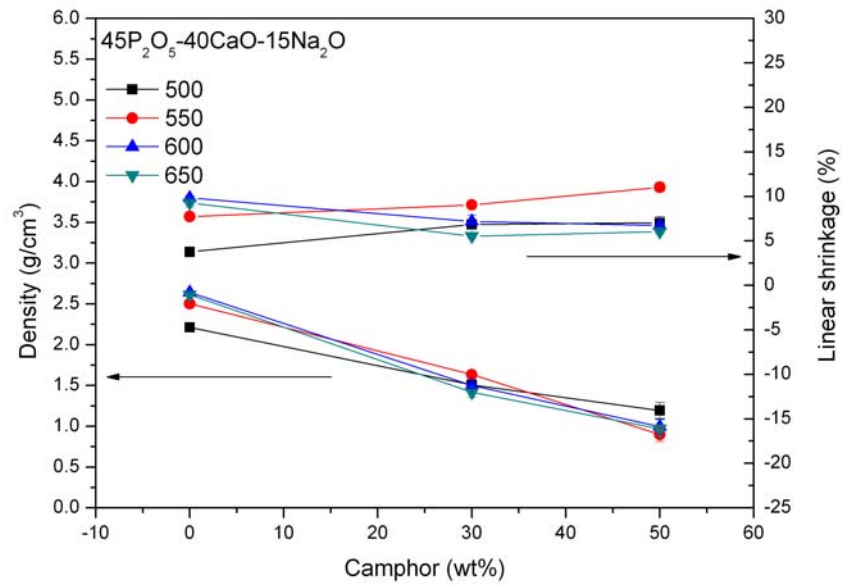
เมื่อปริมาตรของเม็ดยาสารแก้วเซรามิกก่อนการเผาผนึกเท่ากัน ทั้งเม็ดยาสารที่มีการผสมและไม่ผสมการบูร เมื่อผ่านการเผาผนึก ปริมาตรของแก้วที่อยู่ในเม็ดยาสารมีผลต่อการหดตัวเชิงเส้นและความหนาแน่นของเม็ดยาสารแก้วเซรามิก ดังรูป 4.17-4.19 จะพบว่า เม็ดยาสารเซรามิกจะมีการหดตัวเชิงเส้นมากขึ้นเมื่อปริมาตรของแก้วมีน้อยลง ซึ่งสอดคล้องกับความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้น แต่สำหรับการหดตัวเชิงเส้นของอัตราส่วน 10:0 ของแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO-}19\text{Na}_2\text{O}$ และ $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}40\text{CaO-}15\text{Na}_2\text{O}$ จะมีแนวโน้มแตกต่างจากผลวิเคราะห์เบื้องต้น เพราะมีการหดตัวเชิงเส้นมากกว่าอัตราส่วนที่มีปริมาตรแก้วน้อยกว่า และเมื่อพิจารณาเฉพาะการหดตัวเชิงเส้นของเม็ดยาสารในอัตราส่วน 10:0 ของทุกสูตร ดังรูป 4.20 จะพบว่าการหดตัวเชิงเส้นของเม็ดยาสารแก้วเซรามิกทั้ง 3 สูตรจะเป็นไปในทิศทางเดียวกัน คือ การหดตัวเพิ่มขึ้นเมื่อเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงขึ้น จาก 500 – 600 °C และเกิดการขยายตัวเมื่อเผาผนึกต่อไปถึง 650 °C ดังนั้นที่อัตราส่วนของแก้วเนื้อแน่นไม่มีการผสมการบูร พบว่า อุณหภูมิเผาผนึกมีผลต่อการหดตัว



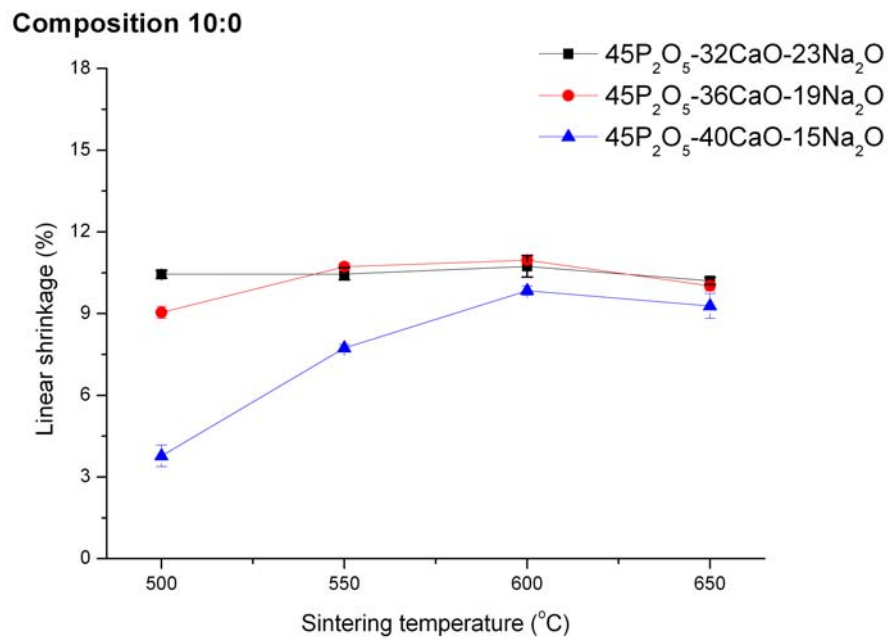
รูป 4.17 ความหนาแน่น (Density) และการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ของเม็ดสารแก้ว เซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต จากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-32\text{CaO}-23\text{Na}_2\text{O}$ ที่เผาพูนิกที่อุณหภูมิ 500-650°C



รูป 4.18 ความหนาแน่น (Density) และการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ของเม็ดสารแก้ว เซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต จากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-36\text{CaO}-19\text{Na}_2\text{O}$ ที่เผาพูนิกที่อุณหภูมิ 500-650°C



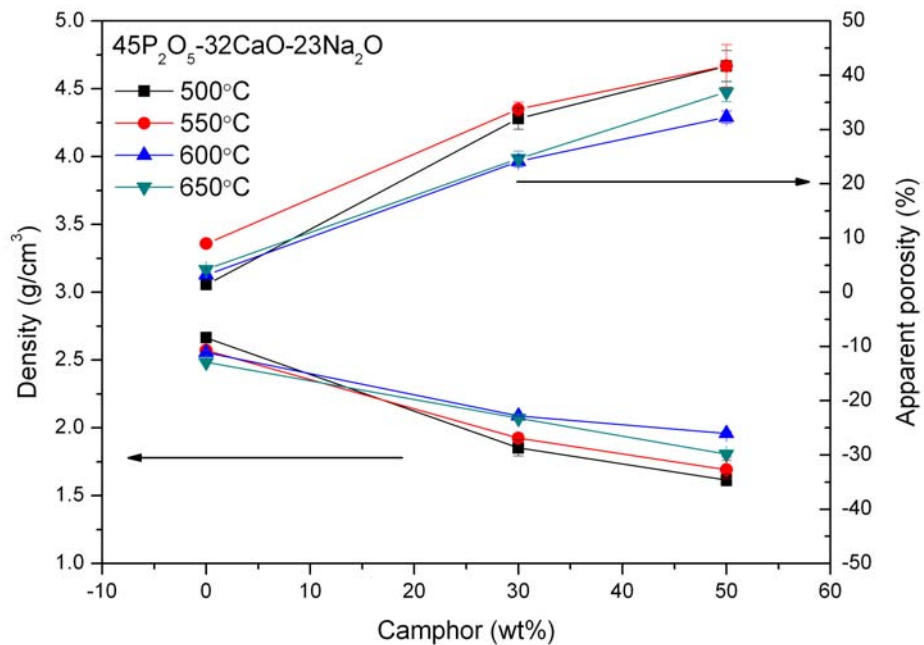
รูป 4.19 ความหนาแน่น (Density) และการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ของเม็ดสารแก้ว เซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต จากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-40\text{CaO}-15\text{Na}_2\text{O}$ ที่เผาพูนิกที่อุณหภูมิ 500-650°C



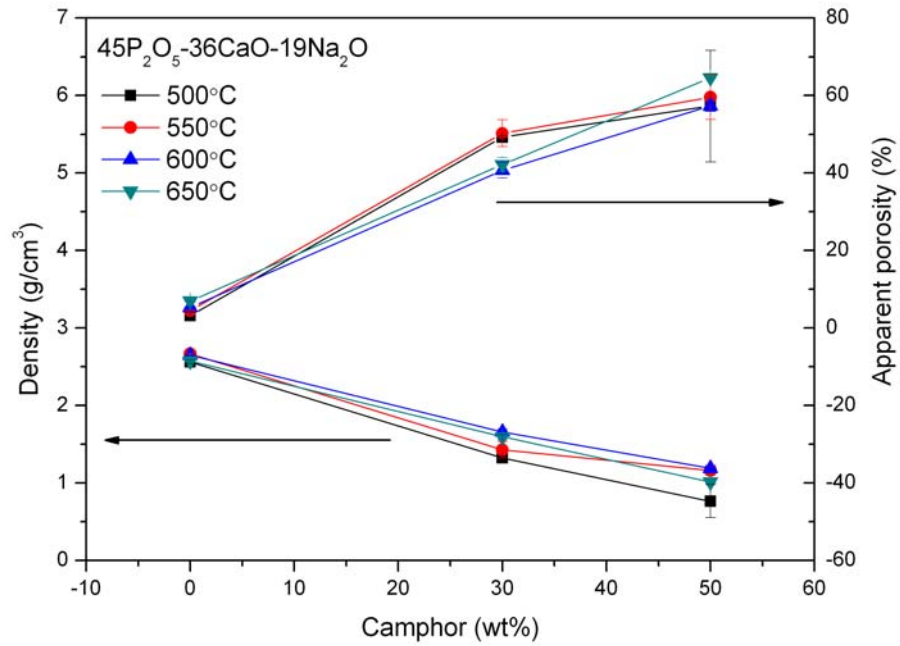
รูป 4.20 การหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน ที่อัตราส่วน 10:0 ของแก้วระบบ $\text{P}_2\text{O}_5-\text{CaO}-\text{Na}_2\text{O}$

4.2.3.2 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่น (Density) และ ความพรุนที่ปรากฏ (apparent porosity)

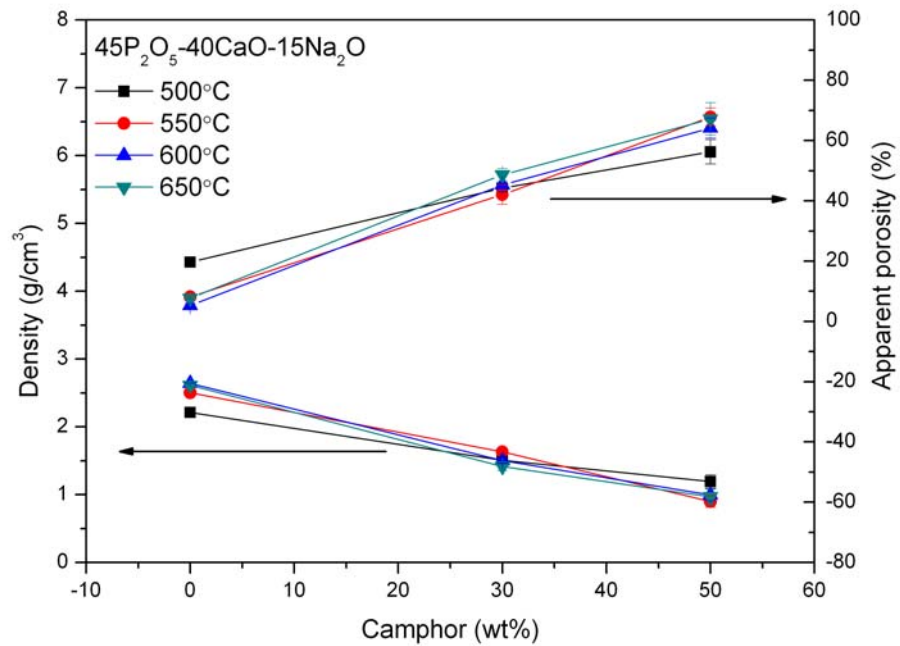
ปริมาณของการบวมมีผลต่อความพรุนที่ปรากฏและความหนาแน่นของเม็ดสารแก้วเซรามิก จะเห็นได้จากรูป 4.21-4.23 พบว่าความพรุนจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการบวม ในขณะที่ความหนาแน่นจะลดลง เพราะ ปริมาณการบวมเพิ่มขึ้นในอัตราส่วนต่างๆในเม็ดสารที่มีปริมาตรเท่ากัน เมื่อผ่านการเผาผนึกการบวมก็จะระเหยออก พื้นที่ที่เคยมีอยู่ของการบวมก็จะกลายเป็นรูพรุน ดังนั้น เมื่อมีปริมาณการบวมมาก รูพรุนที่ปรากฏก็จะมากตามไปด้วย ในขณะที่ความหนาแน่นของเม็ดสารแก้วเซรามิกจะลดลง



รูป 4.21 ความหนาแน่น (Density) และความพรุนที่ปรากฏ (apparent porosity) ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน จากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-32\text{CaO}-23\text{Na}_2\text{O}$



รูป 4.22 ความหนาแน่น (Density) และความพรุนที่ปรากฏ (apparent porosity) ของเม็ดสารแก้ว เซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน จากแก้วสูตร 45P₂O₅-36CaO-19Na₂O

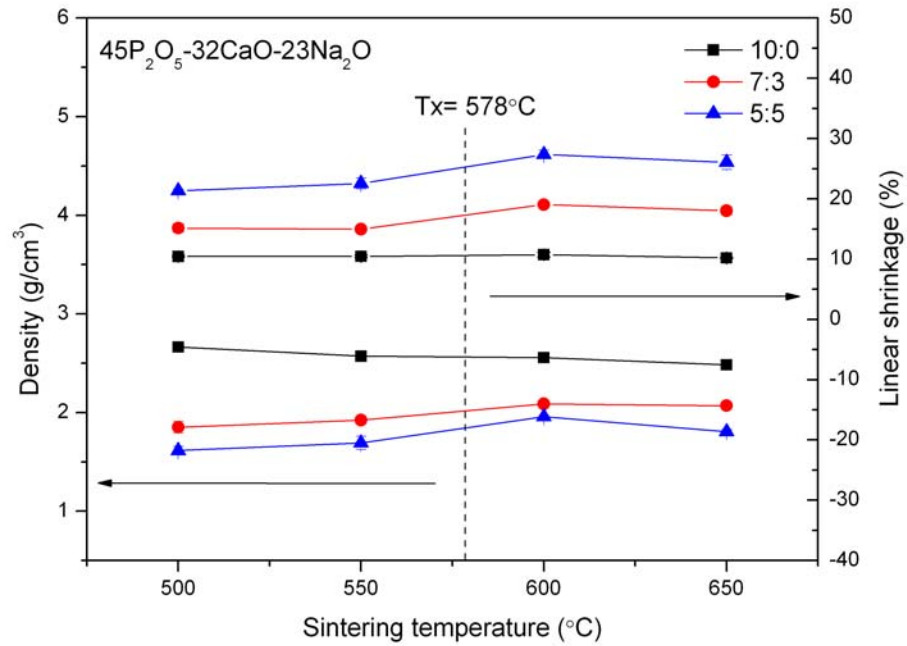


รูป 4.23 ความหนาแน่น (Density) และความพรุนที่ปรากฏ (apparent porosity) ของเม็ดสารแก้ว เซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน จากแก้วสูตร 45P₂O₅-40CaO-15Na₂O

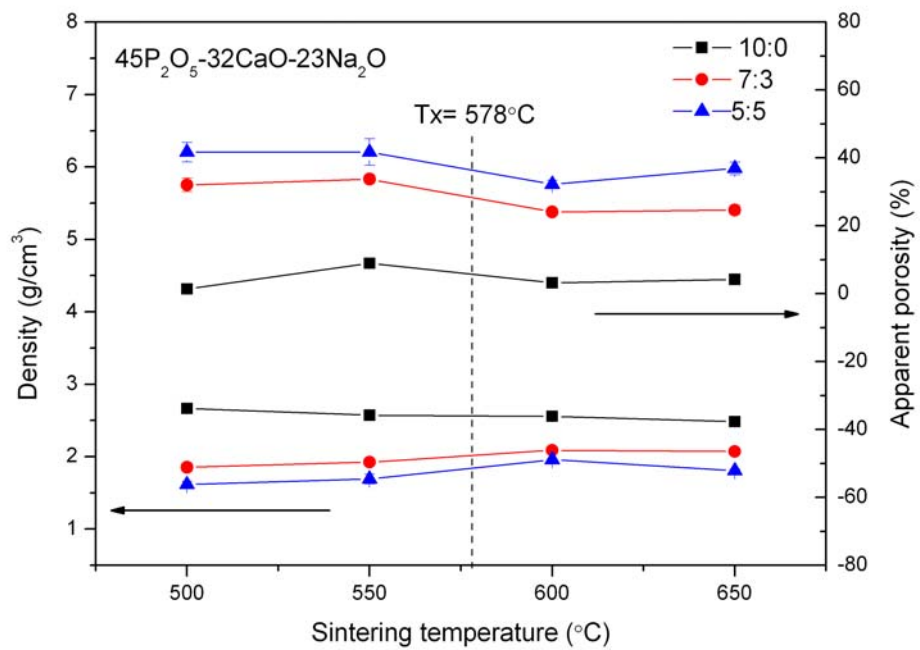
4.2.3.2 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่น (Density) การหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) และ ความพรุนที่ปรากฏ (apparent porosity)

เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่น ร่วมกับการหดตัวเชิงเส้นและความพรุนที่ปรากฏ จะพบว่าเม็ดสารแก้วเซรามิกโดยรวม ที่เผาในช่วงอุณหภูมิ T_x ขึ้นไปจะมีความหนาแน่นลดลง การหดตัวเชิงเส้นลดลง (ขยายตัว) และ มีความพรุนที่ปรากฏมากขึ้น

จากการศึกษาของ Tulyaganov ที่กล่าวถึงการเกิดเฟสของสารมากกว่าหนึ่งเฟส ณ ตำแหน่ง T_x นั้น จะทำให้ผลต่อสมบัติทางกายภาพดังนี้ คือ ความหนาแน่นลดลง การหดตัวเชิงเส้นลดลง (ขยายตัว) และ เกิดช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ซึ่งคุดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) หรือ รูพรุนขนาดเล็ก (micropores) ขึ้น [29] ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยนี้ ดังพิจารณาจากรูป 4.24-4.26 พบว่า ความหนาแน่นของเม็ดสารเซรามิกจะมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาผิวกสูงขึ้น ซึ่ง Tulyaganov ได้ให้เหตุผลไว้ว่า ในช่วงก่อน T_x เม็ดสารเซรามิกจะมีความหนาแน่นเพิ่ม จากกระบวนการเผาผิวกของสารจำพวกแก้วที่เรียกว่า viscous flow sintering จะมีผลทำให้การหดตัวเพิ่มขึ้น ในขณะที่รูพรุนก็จะลดลง แต่กระบวนการนี้จะหยุดลงเมื่อแก้วที่เป็นสารอสัญฐานเกิดผลึกขึ้นที่อุณหภูมิใกล้เคียงกับ T_x และเมื่อเริ่มมีการเกิดเฟสภายในเม็ดสาร การเกิดเฟสหลายเฟสที่มีความหนาแน่นของผลึกแตกต่างกันสูงที่อุณหภูมิใกล้เคียงกัน หรือการเกิดเฟสที่มีความหนาแน่นสูงหลังจากการเกิดเฟสที่มีความหนาแน่นต่ำกว่า จะทำให้เกิด intergranular spaces ของผลึกในแก้วเซรามิก นั่นคือเกิดรูพรุนขนาดเล็ก (micropore) ขึ้น แต่รูพรุนที่เกิดขึ้นนี้หากศึกษาการเกิดเฟสในชิ้นงานแก้ว (bulk glass) จะมีขนาดใหญ่ แต่ถ้าเป็นการศึกษาการเกิดเฟสในเม็ดสารแก้วเซรามิก (glass powder compact) ขนาดของรูพรุนที่ได้จะลดลง แต่ถ้าเป็นการเกิดเฟสของสารที่มีความหนาแน่นต่างกันไม่มากนัก ปรากฏการณ์นี้ก็จะไม่เกิดขึ้น เมื่อนำผลการวิจัยของ Tulyaganov มาอธิบายปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นในเม็ดสารเซรามิกที่ได้จากงานวิจัยนี้ ก็พบว่ามีการทดลองที่สอดคล้องกัน เพราะ มีการเกิดเฟสของแคลเซียมฟอสเฟต ร่วมกับโซเดียมฟอสเฟต ซึ่งมีความหนาแน่นเท่ากับ 2.936 g/cm^3 ในแคลเซียมฟอสเฟต หมายเลข 73-0440 และ 2.669 g/cm^3 กับ 2.580 g/cm^3 ในโซเดียมฟอสเฟต หมายเลข 11-0650 และ 76-0788 ตามลำดับ และสอดคล้องกับผลการศึกษามิติทางกายภาพ คือ ความหนาแน่นลดลง การหดตัวเชิงเส้นลดลง แต่สำหรับความพรุนที่เพิ่มขึ้นนั้น ไม่สามารถสรุปได้แน่ชัดว่าเกิดจากช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ซึ่งคุดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) หรือรูพรุนขนาดเล็ก เพราะความพรุนที่ศึกษา เป็นการศึกษาความพรุนที่ปรากฏ ซึ่งจะไม่สามารถตรวจสอบรูพรุนปิดภายในเม็ดสารแก้วเซรามิกได้ จึงต้องมีการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคร่วมด้วย

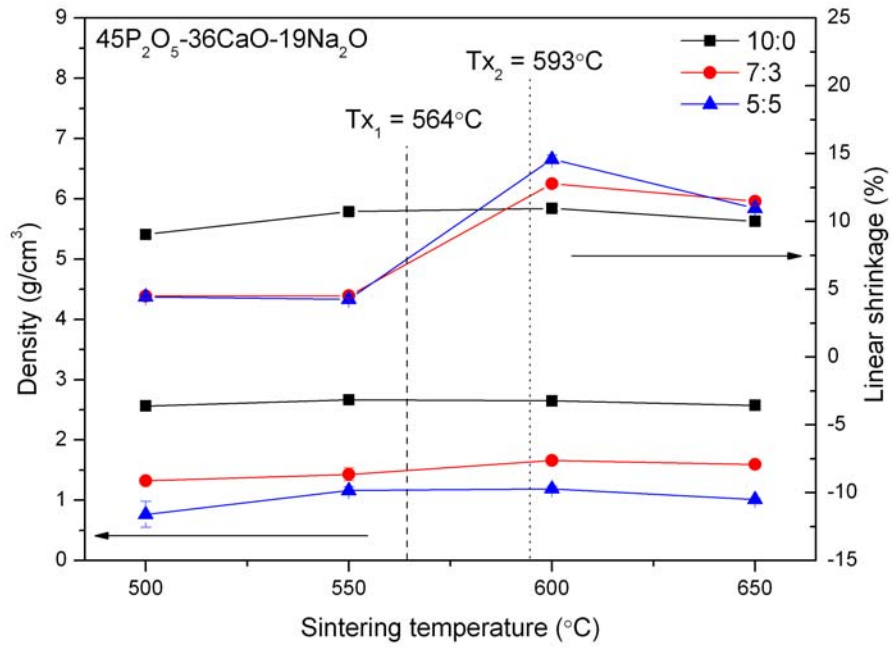


(ก)

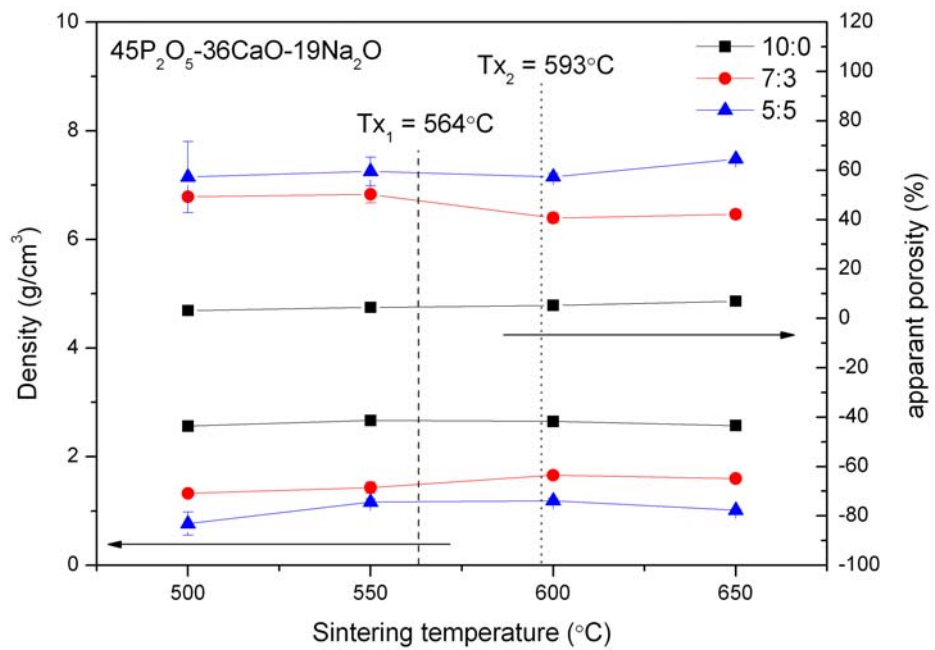


(ข)

รูป 4.24 ความสัมพันธ์ระหว่าง (ก) ความหนาแน่นกับการหดตัว และ (ข) ความหนาแน่นกับความพรุนที่ปรากฏ ของเม็ดสารแก้วเซรามิก จาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-32\text{CaO}-23\text{Na}_2\text{O}$

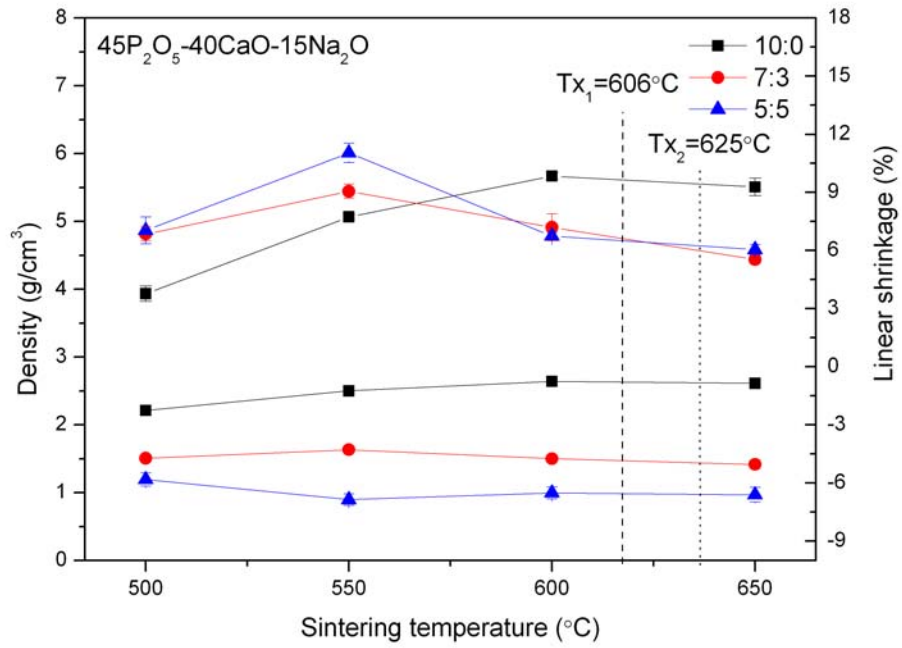


(ก)

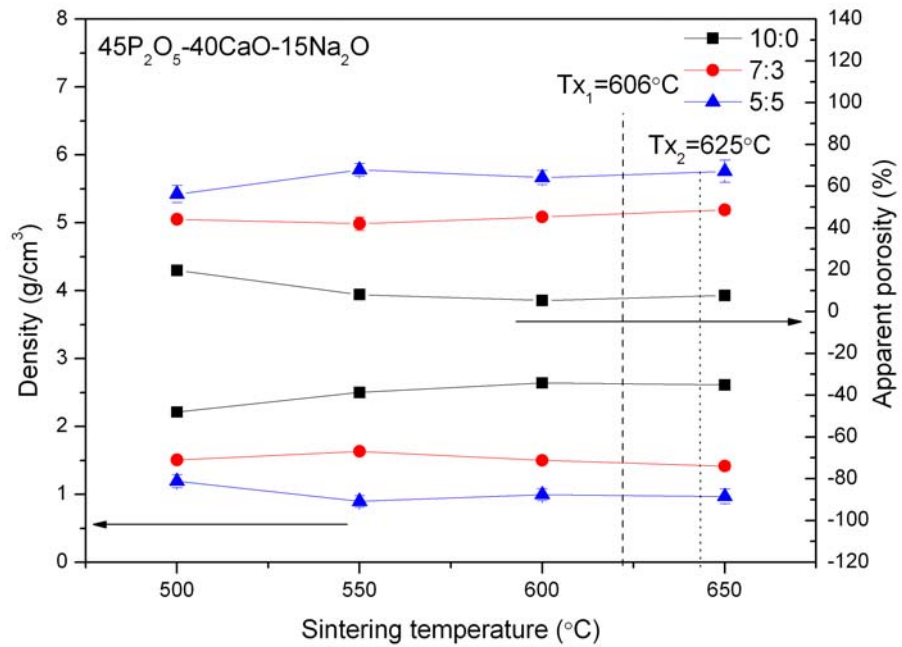


(ข)

รูป 4.25 ความสัมพันธ์ระหว่าง (ก) ความหนาแน่นกับการหดตัว และ (ข) ความหนาแน่นกับความพรุนที่ปรากฏ ของเม็ดสารแก้วเซรามิก จาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-36\text{CaO}-19\text{Na}_2\text{O}$



(ก)



(ข)

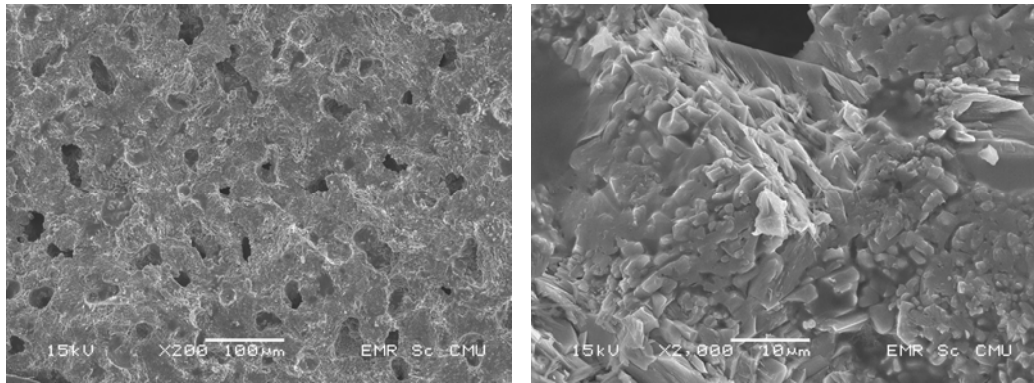
รูป 4.24 ความสัมพันธ์ระหว่าง (ก) ความหนาแน่นกับการหดตัว และ (ข) ความหนาแน่นกับความพรุนที่ปรากฏ ของเม็ดสารแก้วเซรามิก จาก แก้วสูตร 45P₂O₅-40CaO-15Na₂O

4.2.3.3 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ด้วยเทคนิค SEM

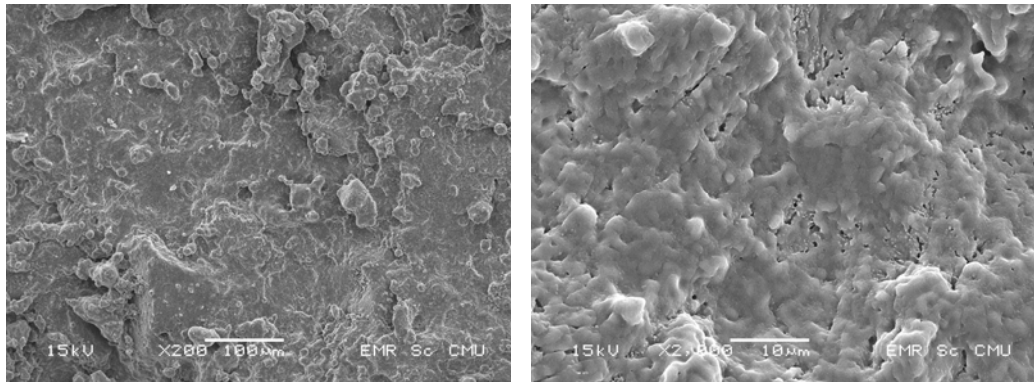
ที่ได้กล่าวไว้ข้างต้นว่า การเกิดเฟสของสารหลายชนิด ในอุณหภูมิใกล้เคียงกันและมีความหนาแน่นที่แตกต่างกันอย่างมากระหว่างกัน จะทำให้เกิดช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ชัดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) แต่ความพรุนที่ใช้ในการวิเคราะห์เป็นการศึกษาความพรุนที่ปรากฏ ซึ่งจะไม่ตรวจสอบรูพรุนปิด ภายในเม็ดสารแก้วเซรามิกได้ จึงต้องมีการศึกษาโครงสร้างจุลภาค ร่วมกับการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพด้วย

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ดังรูป 4.25 ก็พบว่า มีช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ชัดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) เกิดขึ้น และ เกิดได้ที่เม็ดสารที่มาจาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-32\text{CaO}-23\text{Na}_2\text{O}$ ซึ่งสัมพันธ์กับการศึกษาของ Tulyaganov เพราะแก้วสูตรนี้จะเกิดทั้งเฟสแคลเซียมฟอสเฟตและโซเดียมฟอสเฟตที่ T_x เดียวกันคือ 578°C ในขณะที่เม็ดสารที่มาจาก แก้วอีก 2 สูตร จะมีอุณหภูมิ T_x ของเฟสทั้งสองแตกต่างกันชัดเจน แต่ก็มีช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ชัดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) เมื่อใช้กำลังขยายของกล้องกำลังขยาย 2000x เพราะ ถึงแม้จะไม่ได้เกิดที่ตำแหน่งอุณหภูมิเดียวกัน แต่เป็นการเกิดเฟสที่มีความหนาแน่นสูงกว่า หลังจากการเกิดเฟสที่มีความหนาแน่นต่ำกว่า ช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ชัดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) หรือรูพรุนขนาดเล็ก จึงเกิดขึ้นเช่นเดียวกัน แต่เกิดในปริมาณที่น้อยกว่า

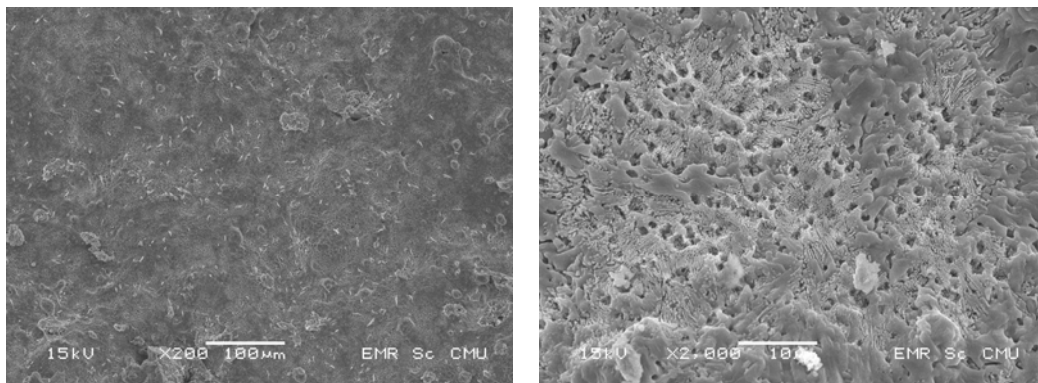
แต่เมื่อพิจารณากราฟความพรุนที่ปรากฏ จากรูปที่ 4.26 จะพบว่าความพรุนมีค่าสูงขึ้น เมื่อเม็ดสารเซรามิกมาจากแก้วสูตรที่มี CaO สูงขึ้น แต่ความพรุนที่ปรากฏ จะเป็นการศึกษาความพรุนจากรูพรุนเปิดเท่านั้น ดังนั้นควรจะต้องมีการศึกษารูพรุนปิดเพิ่มเติมเพื่อให้ได้ผลการทดลองที่แน่ชัด



(ก)

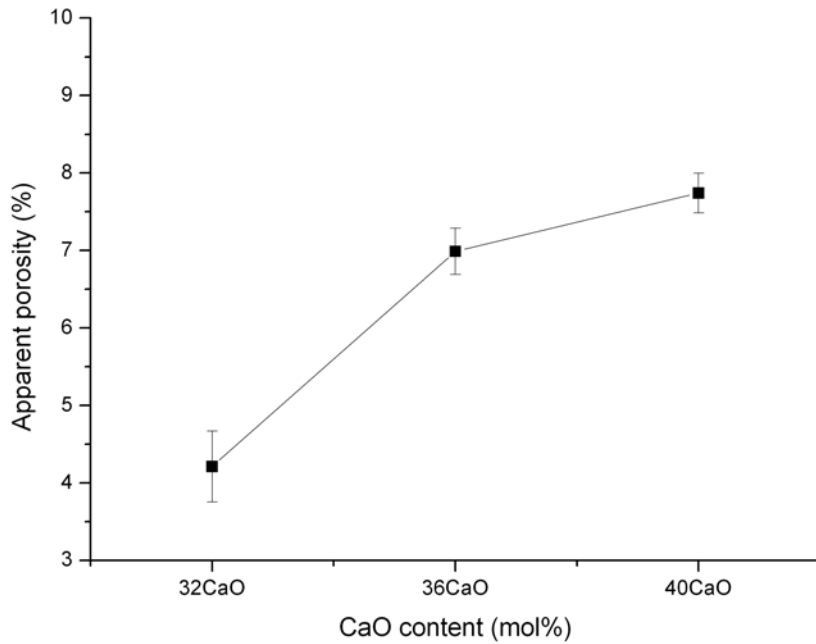


(ข)



(ค)

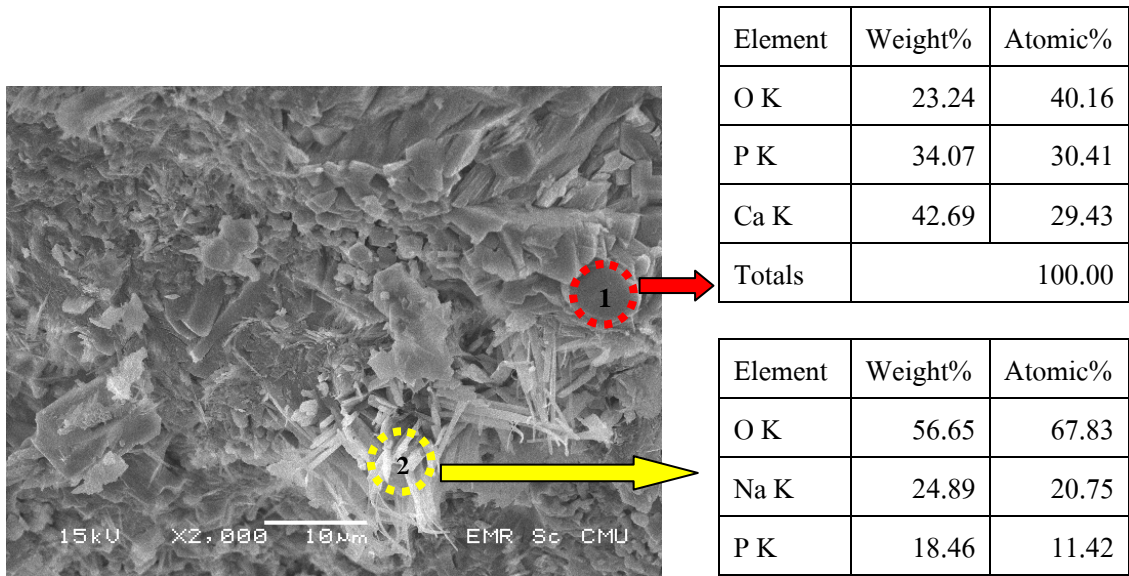
รูป 4.25 ช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ซ่อนอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) ของเม็ดสาร
 ที่มาจากแก้วสูตร (ก) $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$ (ข) $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$ และ
 (ค) $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$ ที่อุณหภูมิเผาผนึก 650°C อัตราส่วน 10:0



รูป 4.26 แสดงร้อยละความพรุนที่ปรากฏของเม็ดสารเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 650°C ที่มาจากแก้วสูตรที่มี CaO ต่างกัน ในอัตราส่วน 10:0

4.2.4 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเฟสองค์ประกอบเม็ดสารเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน ด้วยเทคนิค SEM

จากการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน ด้วยเทคนิค XRD จะพบว่าเม็ดสารแก้วเซรามิกทั้งหมดจะให้เฟส ทั้งหมด 4 เฟส จากผลึกของสาร 2 กลุ่ม คือ แคลเซียมฟอสเฟต และโซเดียมฟอสเฟต ซึ่งจะพบแคลเซียมฟอสเฟต $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 03-0604 และ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 73-0440 และพบโซเดียมฟอสเฟต NaPO_3 ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 76-0788 และ NaPO_3 ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 11-0650 ในการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเฟสองค์ประกอบได้ยกตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของเม็ดสาร A3-650 หรือ เม็ดสารที่มาจากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$ ผสมการบูรในอัตราส่วน 5:5 เผาที่อุณหภูมิ 650°C ซึ่งเป็นการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ประกอบกับทำการศึกษาคู้องค์ประกอบของผลึกด้วยเทคนิค EDS บนพื้นผิวรอยหัก (fracture surface) ดังรูป 4.27



รูป 4. 27 การวิเคราะห์ EDS บนพื้นผิวรอยหัก (fracture surface) ชิ้นงานแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูปพรุน A3-650 เมื่อ (1) คือ แคลเซียมฟอสเฟต และ (2) คือ โซเดียมฟอสเฟต

จากการศึกษาธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS พบว่าสามารถทำการตรวจสอบเฟสของธาตุที่มีรูปร่างแตกต่างกันอย่างชัดเจน คือ แคลเซียมฟอสเฟตได้ที่ตำแหน่ง 1 จะพบ Ca P และ O ในปริมาณร้อยละ 42.9 34.07 และ 23.24 จะมีรูปร่างในลักษณะรูปทรงเรขาคณิต และ โซเดียมฟอสเฟตได้ที่ตำแหน่งที่ 2 จะพบ Na P และ O ในปริมาณร้อยละ 24.89 18.46 และ 56.65 โดยน้ำหนัก จะมีรูปร่างแบบเข็ม ดังรูป 4.27

4.2.5 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของรูพรุนเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนด้วยเทคนิค SEM

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของรูพรุนในเม็ดสารแก้วเซรามิกในอัตราส่วน 10:0 จะพบว่า มีช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ชัดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) เกิดขึ้น ดังนั้นในเม็ดสารที่ผสมการบुरก่อนการเผาผนึกก็จะมีรูพรุนขนาดใหญ่ (macropores) ที่เกิดจากการบुर และ จะมีความพรุนตัวเกิดขึ้นเนื่องจากช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ชัดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath)

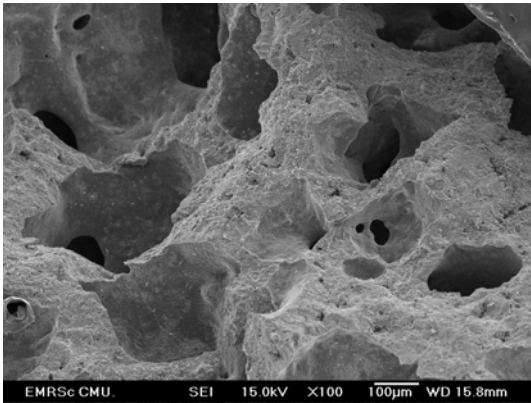
รูพรุนขนาดใหญ่ (macropores) ที่เกิดในเม็ดสารที่ผสมการบुरก่อนการเผาผนึก จะเกิดจากการระเหยออกของการบुर เหลือเป็นช่องว่างภายในเม็ดสาร จากการสังเกตลักษณะของรูพรุน จากรูป 4.28-4.33 จะพบว่า เม็ดสารแก้วเซรามิกทุกอัตราส่วนที่เผาที่อุณหภูมิ 500 °C เม็ดสารแก้วเซรามิกที่อัตราส่วน 5:5 ที่มาจากแก้วสูตร $45P_2O_5-40CaO-15Na_2O$ และ เม็ดสารแก้วเซรามิกอัตราส่วน 5:5 ที่มาจากแก้วสูตร $45P_2O_5-36CaO-19Na_2O$ เผาผนึกที่ 550°C ไม่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ เพราะจะมีลักษณะของเนื้อเซรามิกที่เปราะ คือ เม็ดสาร A2-500 B2-500 C2-500 A3-500 B3-500 C3-500 C3-550 C3-600 C3-650 และ B3-550

จากการคำนวณเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนขนาดใหญ่ (macropore) จะพบว่ารูพรุนมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 150-400 μm ซึ่งเป็นรูพรุนที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการสร้างเนื้อเยื่อกระดูก และการเจริญเติบโตของเซลล์กระดูก ดังนั้น รูพรุนที่สร้างขึ้นวิธีการนี้จะให้ขนาดของรูพรุนที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้จริง นอกจากนี้เม็ดสารแก้วเซรามิกจะมีช่องว่างที่สามารถมองเห็นได้ชัดอยู่ภายใต้พื้นผิว (visible bubbles underneath) ทำให้เม็ดสารแก้วเซรามิกมีความพรุนตัว และจากการศึกษาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน จะพบว่าขนาดของรูพรุนจะสอดคล้องกับการหดตัวของเม็ดสารแก้วเซรามิก ดังรูป 4.34-4.36 โดยที่เม็ดสารที่หดตัวมาก นั้นหมายความว่ารูพรุนภายในก็จะเกิดการหดตัวด้วย ขนาดของรูพรุนก็จะลดลงนั่นเอง ในขณะที่เมื่อมีการขยายตัวของเม็ดสาร รูพรุนก็จะขยายตัวด้วยเช่นกัน

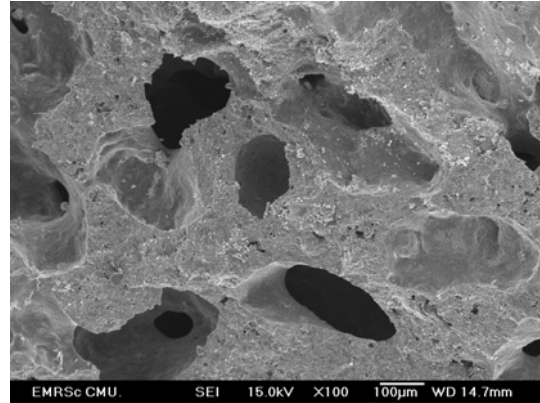
Composition 7:3

● $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO}\text{-}23\text{Na}_2\text{O}$

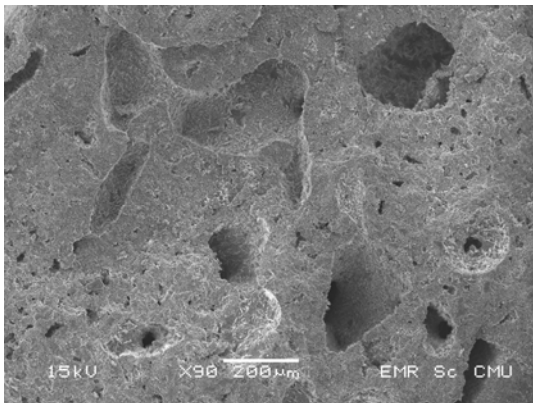
500°C (100x)

(A2-500) = $227.310 \pm 72.062 \mu\text{m}$ 

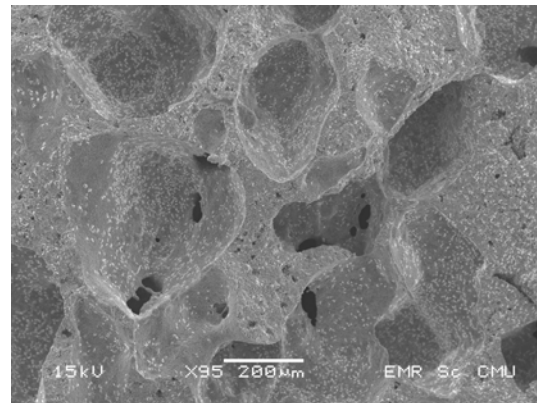
550°C (100x)

(A2-550) = $239.803 \pm 65.956 \mu\text{m}$ 

600°C (90x)

(A2-600) = $217.340 \pm 64.523 \mu\text{m}$ 

650°C (95x)

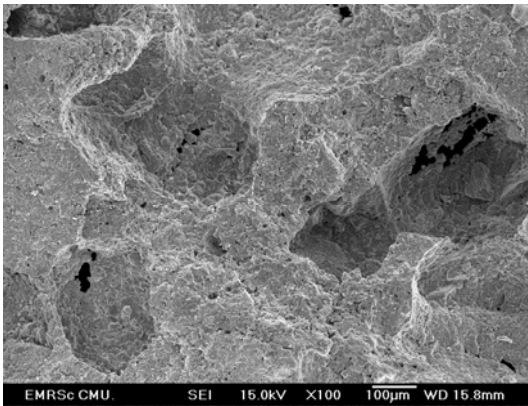
(A2-650) = $325.646 \pm 111.719 \mu\text{m}$ 

รูป 4.28 แสดงลักษณะของรูพรุนขนาดใหญ่และขนาดเล็ก ของเม็ดสารแก้วเซรามิกในอัตราส่วน 7:3 เหนือที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO}\text{-}23\text{Na}_2\text{O}$

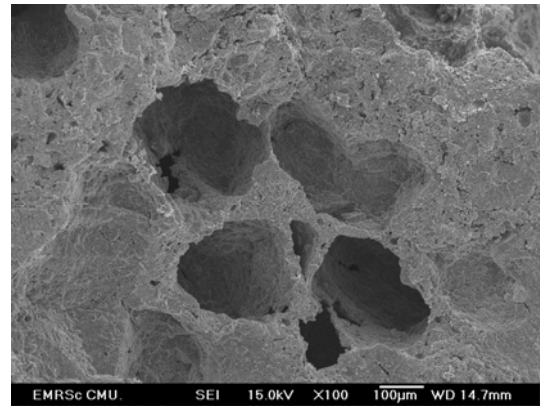
Composition 7:3

● $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO-}19\text{Na}_2\text{O}$

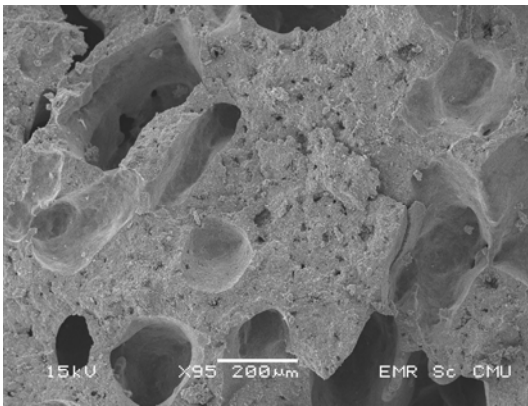
500°C (100x)

(B2-500) = $297.136 \pm 60.250 \mu\text{m}$ 

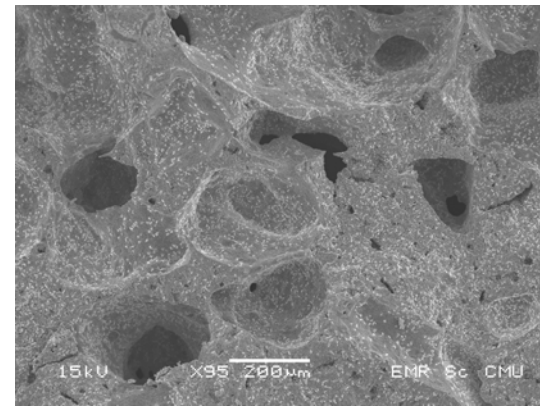
550°C (100x)

(B2-550) = $244.723 \pm 66.119 \mu\text{m}$ 

600°C (95x)

(B2-600) = $228.465 \pm 83.994 \mu\text{m}$ 

650°C (95x)

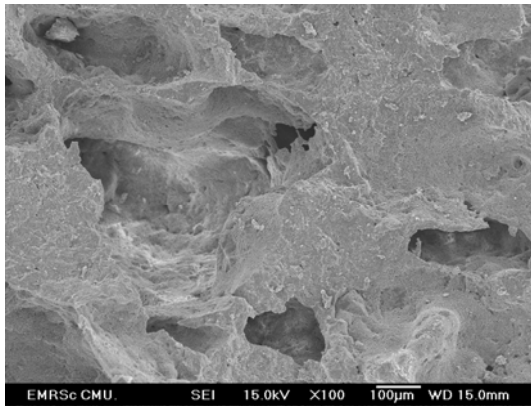
(B2-650) = $270.251 \pm 119.126 \mu\text{m}$ 

รูป 4.29 แสดงลักษณะของรูพรุนขนาดใหญ่และขนาดเล็ก ของเม็ดสารแก้วเซรามิกในอัตราส่วน 7:3 เหนือที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO-}19\text{Na}_2\text{O}$

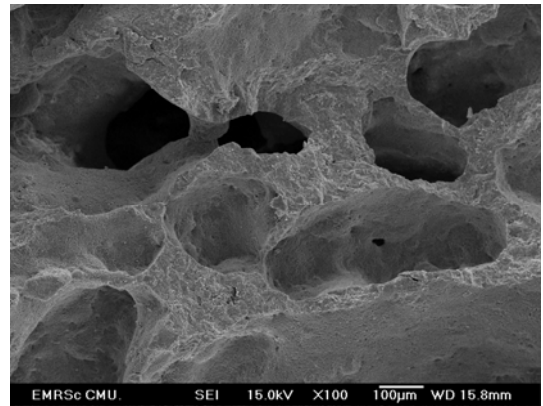
Composition 7:3

● $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}40\text{CaO-}15\text{Na}_2\text{O}$

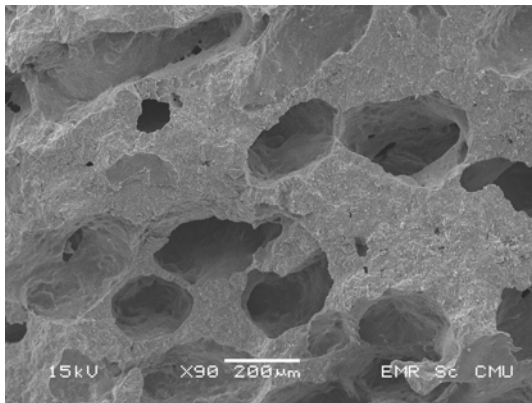
500°C (100x)

(C2-500) = $274.853 \pm 142.298 \mu\text{m}$ 

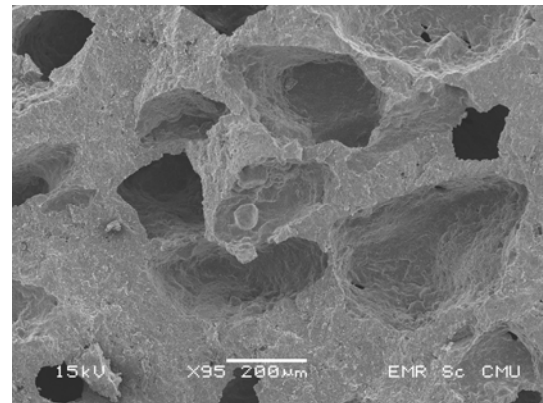
550°C (100x)

(C2-550) = $238.698 \pm 92.273 \mu\text{m}$ 

600°C (90x)

(C2-600) = $269.876 \pm 97.186 \mu\text{m}$ 

650°C (90x)

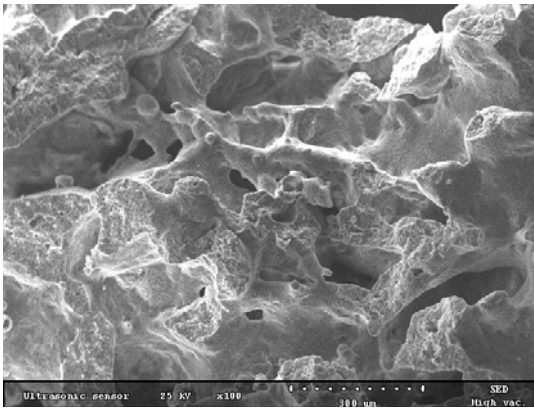
(C2-650) = $284.563 \pm 122.195 \mu\text{m}$ 

รูป 4.30 แสดงลักษณะของรูพรุนขนาดใหญ่และขนาดเล็ก ของเม็ดสารแก้วเซรามิกในอัตราส่วน 7:3 เเผาที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}40\text{CaO-}19\text{Na}_2\text{O}$

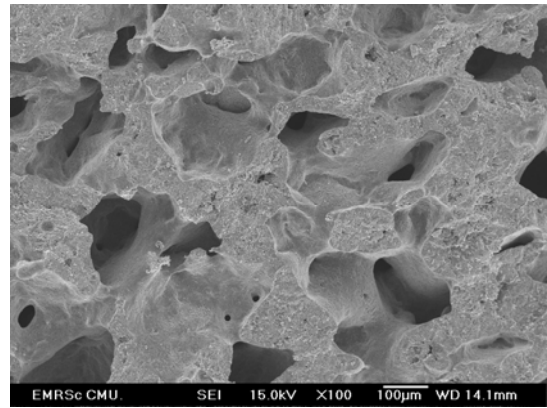
Composition 5:5

● $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$

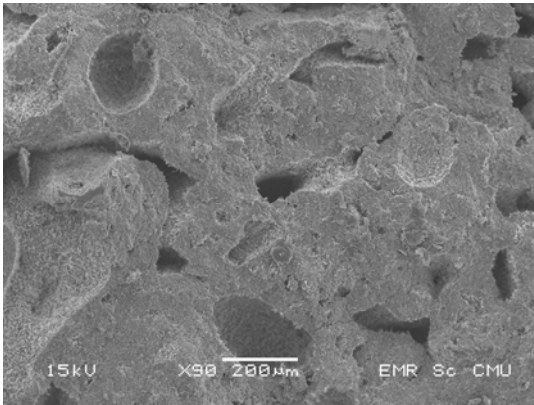
500°C (100x)

(A3-500) = $200.449 \pm 101.94 \mu\text{m}$ 

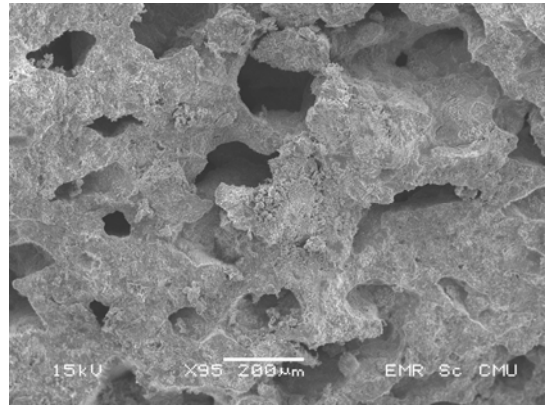
550°C (100x)

(A3-550) = $191.846 \pm 56.449 \mu\text{m}$ 

600°C (100x)

(A3-600) = $187.83 \pm 51.625 \mu\text{m}$ 

650°C (100x)

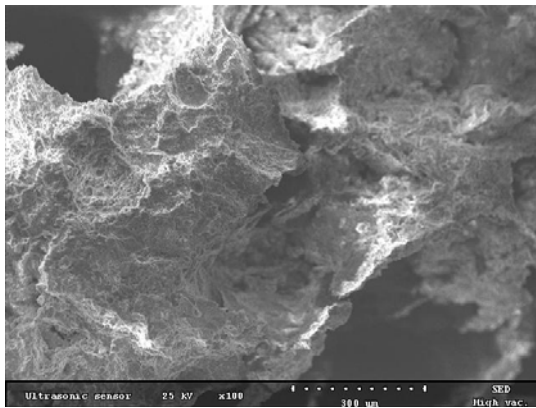
(A3-650) = $243.281 \pm 88.303 \mu\text{m}$ 

รูป 4.31 แสดงลักษณะของรูพรุนขนาดใหญ่และขนาดเล็ก ของเม็ดสารแก้วเซรามิกในอัตราส่วน 5:5 เหนือที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$

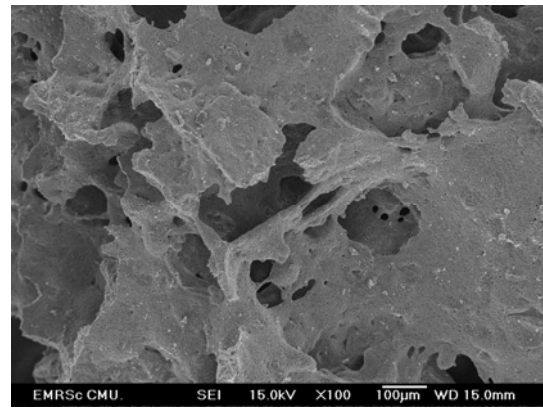
Composition 5:5

● $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO-}19\text{Na}_2\text{O}$

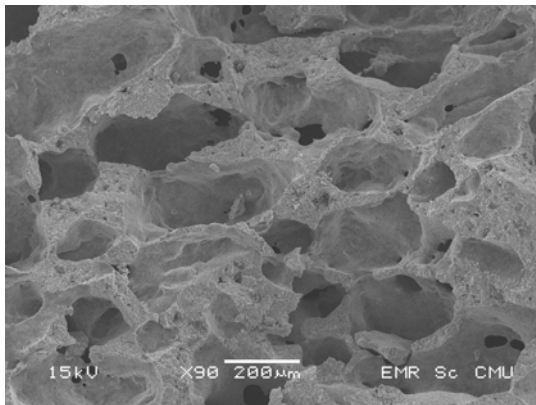
500°C (100x)

(B3-500) = $325.247 \pm 117.595 \mu\text{m}$ 

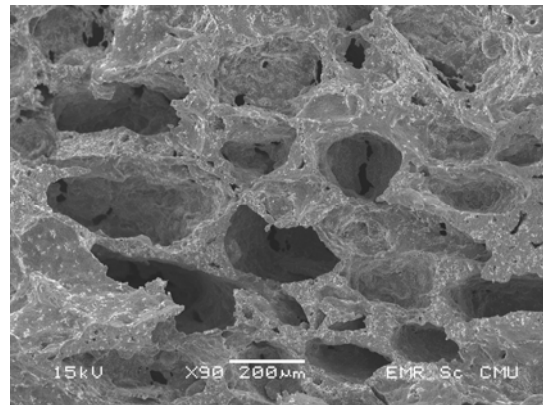
550°C (100x)

(B3-550) = $241.006 \pm 97.959 \mu\text{m}$ 

600°C (90x)

(B3-600) = $248.262 \pm 97.426 \mu\text{m}$ 

650°C (100x)

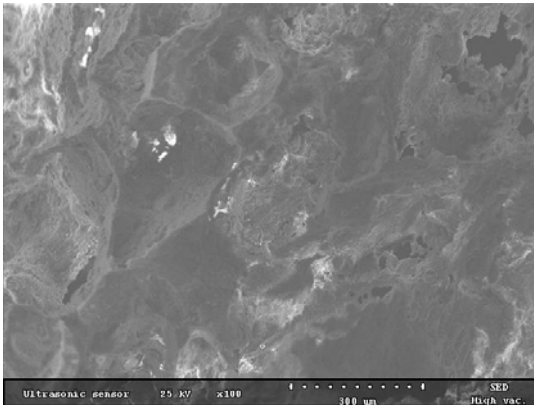
(B3-650) = $245.762 \pm 84.395 \mu\text{m}$ 

รูป 4.32 แสดงลักษณะของรูพรุนขนาดใหญ่และขนาดเล็ก ของเม็ดสารแก้วเซรามิกในอัตราส่วน 5:5 เหนือที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}36\text{CaO-}19\text{Na}_2\text{O}$

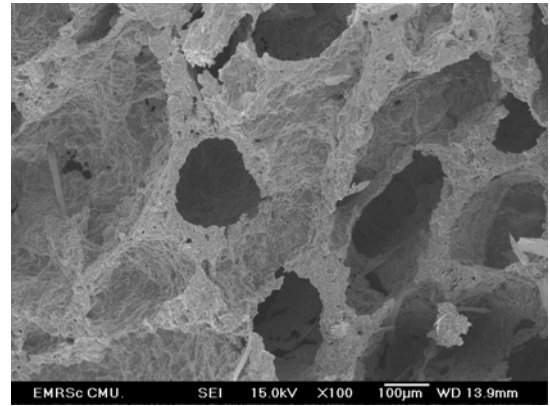
Composition 5:5

● $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}40\text{CaO-}15\text{Na}_2\text{O}$

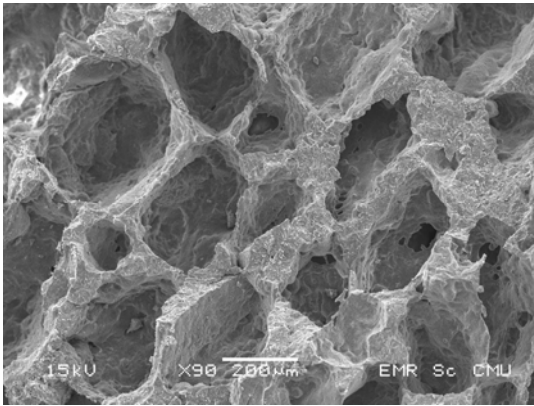
500°C (50x)

(C3-500) = $373.612 \pm 91.257 \mu\text{m}$ 

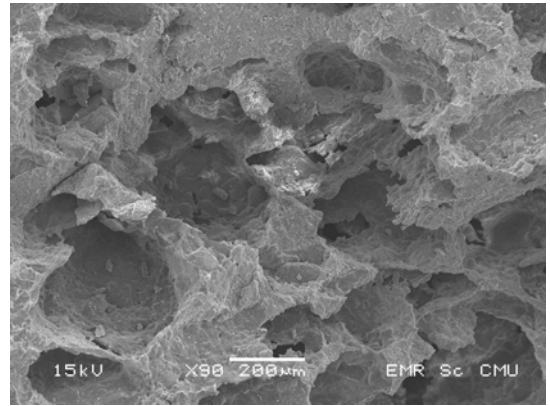
550°C (100x)

(C3-550) = $263.240 \pm 78.766 \mu\text{m}$ 

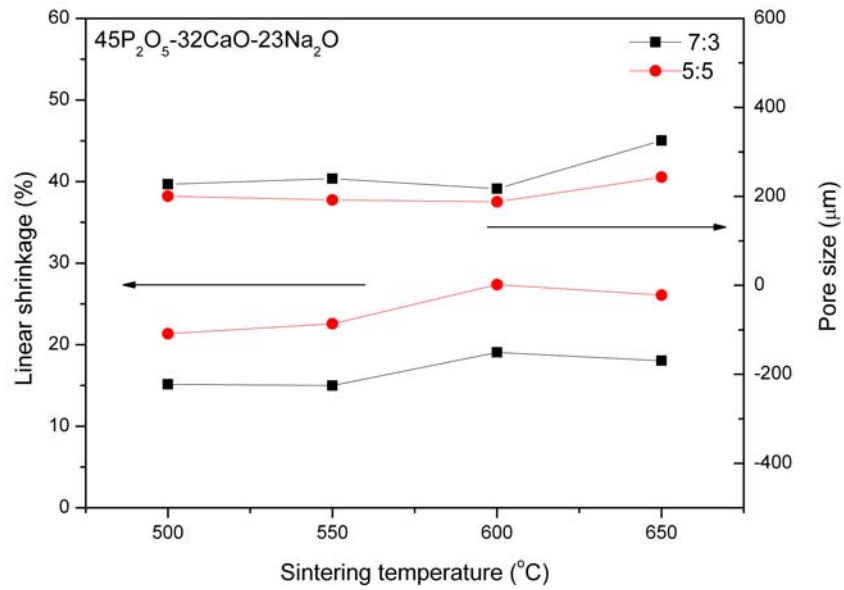
600°C (50x)

(C3-600) = $290.432 \pm 85.888 \mu\text{m}$ 

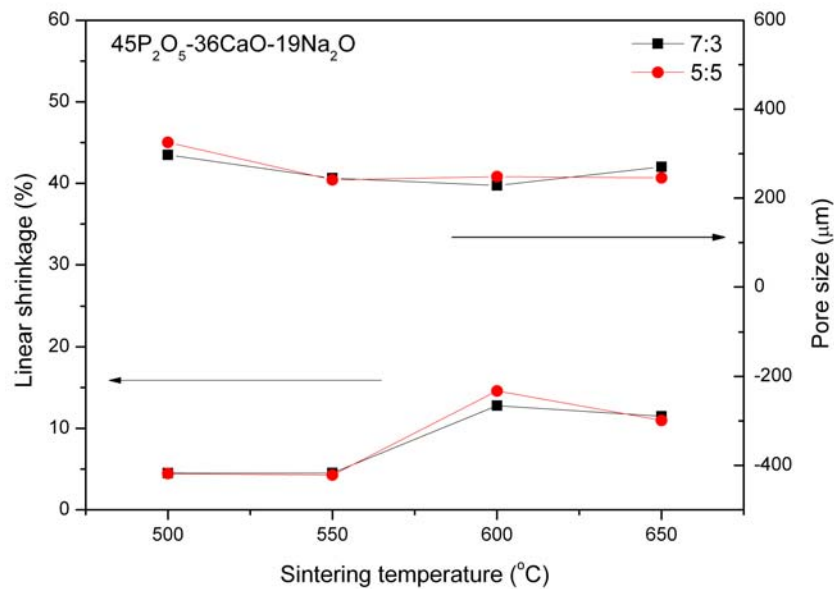
650°C (100x)

(C3-650) = $381.753 \pm 102.917 \mu\text{m}$ 

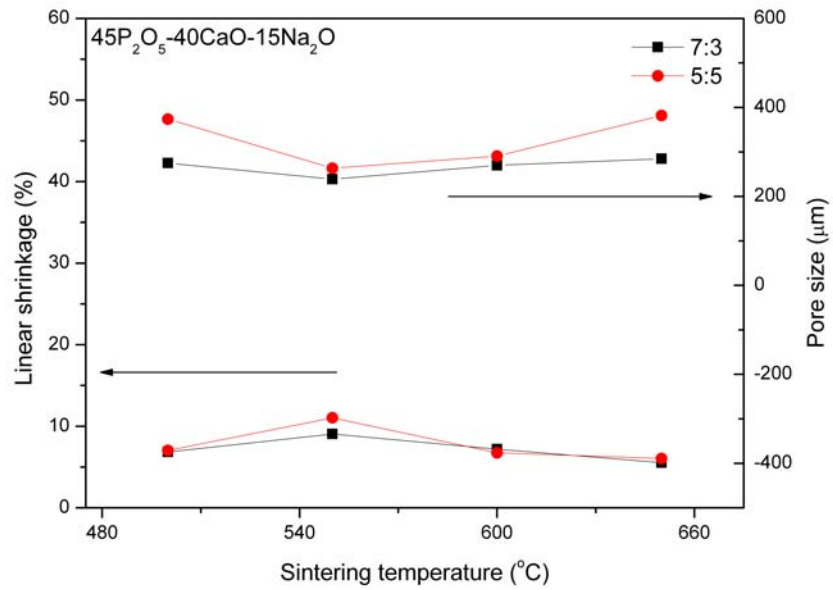
รูป 4.33 แสดงลักษณะของรูพรุนขนาดใหญ่และขนาดเล็ก ของเม็ดสารแก้วเซรามิกในอัตราส่วน 5:5 เหนือที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}40\text{CaO-}19\text{Na}_2\text{O}$



รูป 4.34 การเปรียบเทียบระหว่างขนาดของรูพรุน (pore size) กับ การหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่เผาขึ้นที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร 45P₂O₅-32CaO-23Na₂O



รูป 4.35 การเปรียบเทียบระหว่างขนาดของรูพรุน (pore size) กับ การหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่เผาขึ้นที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร 45P₂O₅-36CaO-19Na₂O

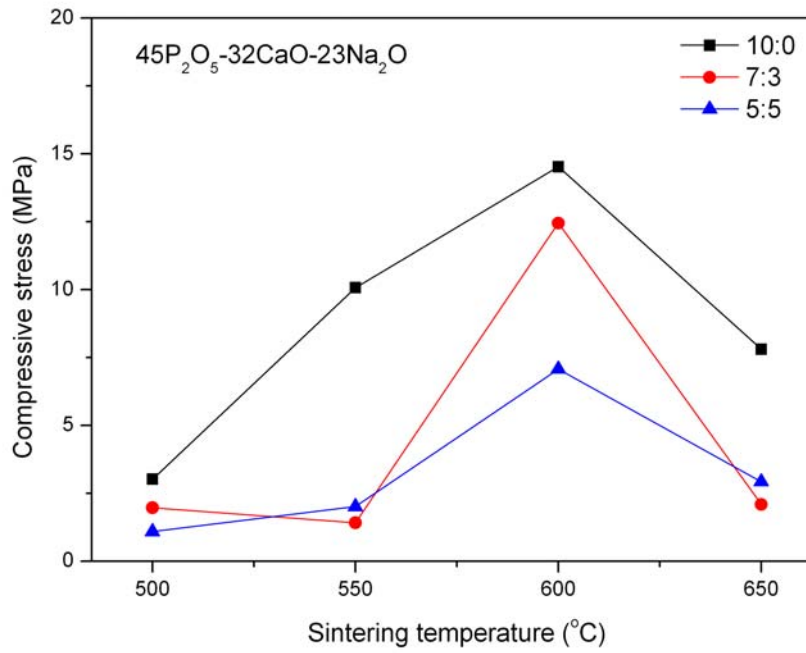


รูป 4.36 การเปรียบเทียบระหว่างขนาดของรูพรุน (pore size) กับ การหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่เผาขึ้นที่อุณหภูมิ 500-650°C จาก แก้วสูตร 45P₂O₅-40CaO-15Na₂O

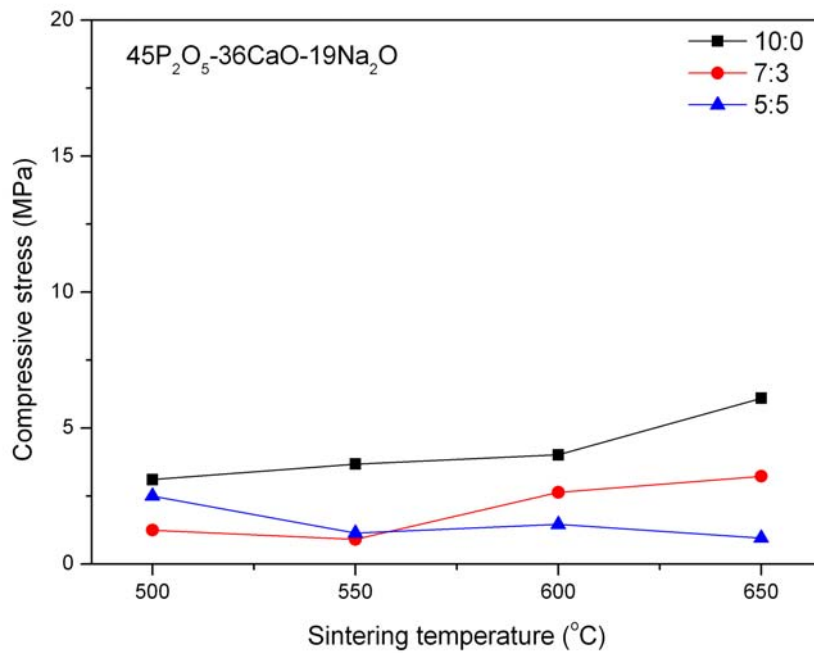
4.2.6 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต

การศึกษาสมบัติเชิงกลของเม็ดสารตัวอย่างจะใช้ เครื่องมือทดสอบแบบอเนกประสงค์ (Universal Testing Machine: UTM) ในโหมดทดสอบแรงกด โดยแรง (N) จะกดลงบนเม็ดสารจนเกิดการแตกหัก จากนั้นก็นำมาคำนวณหา compressive stress จะพบว่า ปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของเม็ดสารตัวอย่างก็คือ ความพรุน ถ้ามีความพรุนมาก จะทำให้สมบัติเชิงกลลดลงไปด้วย จะเห็นได้ว่า ที่อัตราส่วน 10:0 เป็นอัตราส่วนมี stress ดีที่สุด ดังรูป 4.37 จากรูปจะพบว่า เม็ดสารที่มี compressive stress สูงในทุกอัตราส่วนของการสร้างรูพรุน คือ เม็ดสารจากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$ ในอุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$ จึงเป็นไปได้ว่า ความแข็งแรงของเม็ดสารจะมาจากทั้งเฟสของแคลเซียมฟอสเฟต และโซเดียมฟอสเฟตในเม็ดสาร เพราะ จะเห็นว่า ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$ เมื่อเทียบกับผลของ XRD จะมีทั้งเฟสของโซเดียมฟอสเฟต และ แคลเซียมฟอสเฟต ในปริมาณความเข้มข้นพอๆกัน และเมื่อเปรียบเทียบกับลักษณะของเฟสที่วิเคราะห์ด้วย SEM จะพบว่า เฟสของแคลเซียมฟอสเฟตที่มีลักษณะเป็นทรงเรขาคณิต และ เฟสของโซเดียมฟอสเฟตที่มีลักษณะของรูเข็ม เมื่ออยู่ด้วยกันในลักษณะของวัสดุผสม ซึ่งจะมีผลต่อการส่งเสริมสมบัติเชิงกล มากกว่าการมีแต่เฟสของแคลเซียมฟอสเฟตมาก ถึงแม้เฟสของแคลเซียมฟอสเฟตจะมีความหนาแน่นมากกว่าก็ตาม เม็ดสารที่มีลักษณะของเฟสที่อยู่ร่วมกันแบบวัสดุผสมนี้คือ เม็ดสาร A1-600 A1-650 A2-600 A-600 และ B2-500 เม็ดสารอื่นนอกเหนือจากนี้อาจมีบางอัตราส่วนที่พบลักษณะของวัสดุผสมบ้างแต่น้อย

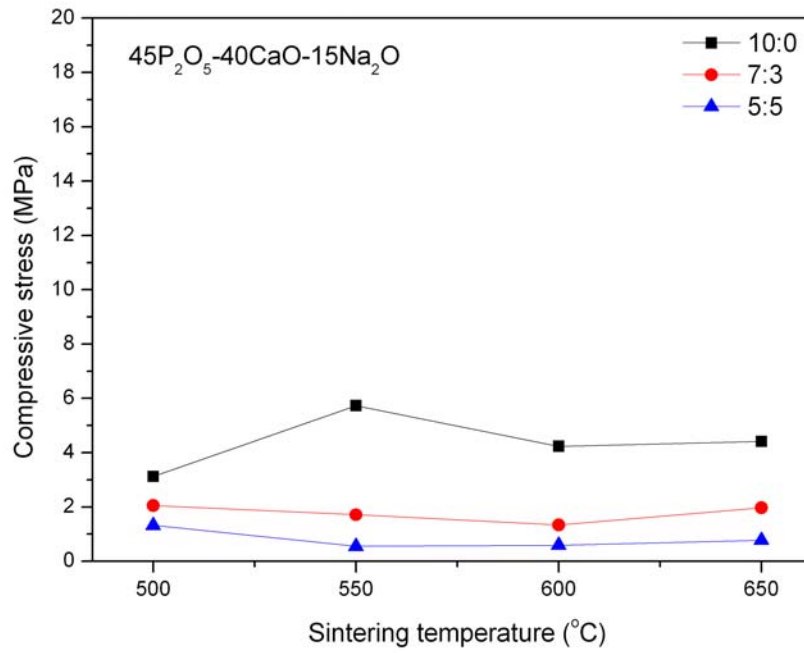
การเกิดลักษณะแบบวัสดุผสม แสดงดังรูป 4.40 (ก) เป็นเม็ดสารเซรามิก A2-600 หรือ เม็ดสารที่ได้จากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}32\text{CaO-}23\text{Na}_2\text{O}$ ผสมการบูรในอัตราส่วน 7:3 และเผาที่อุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$ จะเห็นว่า มีลักษณะของเฟสแบบเข็มของผลึกโซเดียมฟอสเฟต กระจายอยู่ในเม็ดสาร โดย compressive stress ของเม็ดสาร A2-600 เท่ากับ 12.254 N/mm^3 ซึ่งจะมากกว่า compressive stress ของเม็ดสาร C2-600 หรือเม็ดสารจากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}40\text{CaO-}15\text{Na}_2\text{O}$ ผสมการบูรในอัตราส่วน 7:3 และเผาที่อุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$ เท่ากับ 1.338 N/mm^2 เมื่อพิจารณาจากรูป 4.40 (ข) จะเห็นว่าไม่มีลักษณะของการกระจายตัวของผลึกโซเดียมฟอสเฟต ที่มีโครงสร้างแบบเข็มอยู่



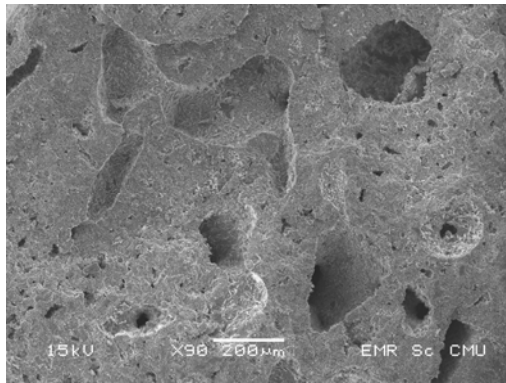
รูป 4.37 Compressive stress ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่เผาขึ้นที่อุณหภูมิ 500-650 °C จากแก้วสูตร 45P₂O₅-32CaO-23Na₂O



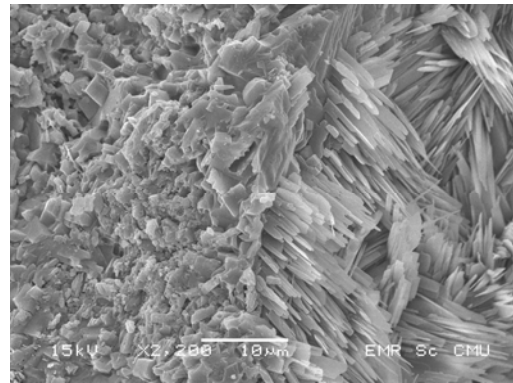
รูป 4.38 Compressive stress ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่เผาขึ้นที่อุณหภูมิ 500-650 °C จากแก้วสูตร 45P₂O₅-36CaO-19Na₂O



รูป 4.39 Compressive stress ของเม็ดสารแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต ที่เผาขึ้นที่อุณหภูมิ 500-650 °C จากแก้วสูตร $45\text{P}_2\text{O}_5-40\text{CaO}-15\text{Na}_2\text{O}$

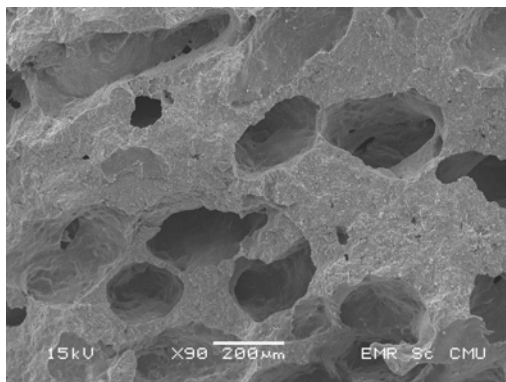


(90x)

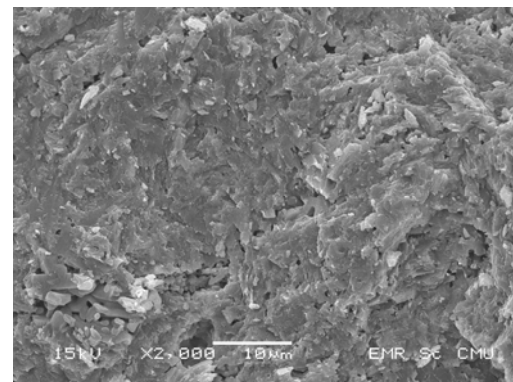


(2200x)

(ก)



(90x)



(2000x)

(ข)

รูป 4.40 แสดงลักษณะแบบวัสดุผสมของเม็ดสารแก้วเซรามิก A2-600 (ก) เทียบกับ โครงสร้างที่ไม่เกิดลักษณะแบบวัสดุผสมของเม็ดสารเซรามิก C2-600 (ข)