บทที่ 5
สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาแก้วระบบ P_2O_5-CaO-Na_2O จากนั้นก็นำแก้วระบบนี้ ไปพัฒนาต่อไปเป็นเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน โดยใช้วิธีการสร้างรูพรุนด้วยการระเหยออกของสารที่สามารถระเหยได้ ในการทดลองนี้เลือกใช้การบูร

ในขั้นตอนแรก ได้ทำการหลอมแก้วระบบ P_2O_5-CaO-Na_2O ทั้งหมด 3 สูตรด้วยกัน โดยจะให้ปริมาณ P_2O_5 คงที่ ในขณะที่ศึกษาปริมาณ CaO : Na_2O คือ ($45P_2O_5$-32CaO-$23Na_2O$) ($45P_2O_5$-36CaO-$19Na_2O$) และ ($45P_2O_5$-40CaO-$15Na_2O$) ด้วยวิธีการหลอมแบบดั้งเดิมในถ้วยอะลูมินา จากนั้นนำมาศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA สมบัติทางกายภาพคือความหนาแน่นด้วยหลักการแทนที่ของ Archimedes และ การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิค XRD จากการศึกษาแก้วระบบ P_2O_5-CaO-Na_2O สามารถสรุปได้ดังต่อไปนี้

1. แก้วระบบ P_2O_5-CaO-Na_2O ที่เตรียมได้ทั้ง 3 สูตรจะมีใส ไม่มีสี แสงทะลุผ่านได้ เมื่อนำไปบดให้ละเอียดจะได้ขนาดอนุภาคใกล้เคียงกันประมาณ 2.32 μm

2. จากการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค DTA พบว่า แก้วที่มีร้อยละ 32CaO และ 36CaO (โดยโมล) จะมีช่วงการเกิดเฟสอยู่ในช่วงใกล้เคียงกัน ที่อุณหภูมิ 578°C สำหรับ 32CaO และ 564°C และ 593°C สำหรับ 36CaO แต่แก้วที่มีร้อยละ 40CaO จะเกิดเฟสที่ 606°C และ 625°C ดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิสำหรับเผาผนึกเพื่อเป็นแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตในช่วงของแก้วทั้งสามคือ 500-650 °C

3. จากการศึกษาค่าความหนาแน่นด้วยหลักการแทนที่ของ Archimedes จะพบว่าความหนาแน่นของแก้วชนิดนี้ต่ำ อยู่ที่ประมาณ 2.6-2.8 g/cm^3 และ ความหนาแน่นจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นสอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิการแปลงเฟส (glass transition temperature) คือ เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ CaO เพิ่มขึ้น เพราะ ไอออน Ca^{2+} จะไปสร้าง cross-link ระหว่าง non-bridging ของออกซิเจนของโครงสร้างฟอสเฟต

4. จากการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD จะพบว่าแก้วทั้ง 3 สูตร จะมีลักษณะของความเป็นสารอสัญฐาน

ต่อมาได้นำแก้วทั้งสามมาบดให้ละเอียด จากนั้นนำไปผสมการบูรในอัตราส่วนต่างๆ ดังนี้ คือ 10:0 7:3 และ 5:5 (แก้ว : การบูร) จากนั้นก็นำสารที่ได้ไปขึ้นรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร หนัก 1 กรัม จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 550 600 และ 650 การบูรที่อยู่ในเม็ดสารจะระเหยออกที่อุณหภูมิ 204 °C จะเกิดเป็นช่องว่างภายใน จะได้เม็ดสารเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุน จากนั้นได้ทำการศึกษา เฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD สมบัติทางกายภาพ คือ การหดตัว ความหนาแน่น และความพรุน ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเฟสองค์ประกอบและลักษณะรูพรุนด้วยเทคนิค SEM และ ศึกษาสมบัติเชิงกลคือ สมบัติการทนแรงกด (compressive stress) ของเม็ดสาร จากการศึกษาเม็ดสารแคลเซียมฟอสเฟต สามารถสรุปได้ดังต่อไปนี้

1. เม็ดสารที่ผ่านการเผาในช่วง 500-550°C จะมีสีขาว และ เม็ดที่มีการผสมการบูรในอัตราส่วน 7:3 และ 5:5 จะมองเห็นว่ามีรูพรุนกระจายอยู่ในเม็ดสาร

2. จากการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XRD จะพบว่าเม็ดสารทั้งหมด มีลักษณะการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับข้อมูล JCPDS ของผลึก 2 กลุ่ม แต่มี ทั้งหมด 4 เฟส ด้วยกัน คือ กลุ่มแคลเซียมฟอสเฟต β-$Ca_2P_2O_7$ ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 03-0604 และ $Ca_2P_2O_7$ ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 73-0440 กลุ่ม โซเดียมฟอสเฟต $NaPO_3$ ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 76-0788 และ $NaPO_3$ ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 11-0650 ยกเว้นเม็ดสารในอัตราส่วน 10:0 หรือไม่มีการผสมการบูร เผาที่ 500 °C ที่พบเพียงเฟสเดียว คือ $Ca_2P_2O_7$ หมายเลข 73-0440 และเฟสหลักของเม็ดสารที่เกิดจากแก้วที่มีร้อยละ 32CaO และ 36CaO (โดยโมล) จะมีเฟสหลักเป็นผลึกกลุ่มโซเดียมฟอสเฟต และ ผลึกแคลเซียมฟอสเฟตจะมีปริมาณมากขึ้นเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น และเฟสหลักของเม็ดสารที่เกิดจากแก้วที่มีร้อยละ 40CaO จะเป็นผลึกของกลุ่มแคลเซียมฟอสเฟต และผลึกแคลเซียมฟอสเฟตจะมีปริมาณมากขึ้นเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น เช่นเดียวกัน

3. ปริมาตรของแก้วในเม็ดสารแก้วเซรามิกก่อนการเผาผนึกมีผลต่อสมบัติทางกายภาพหลังการเผาผนึก คือ การหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ความหนาแน่น (Density) และ ความพรุนที่ปรากฏ (Apparent porosity) โดย การหดตัวเชิงเส้นจะเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นจะลดลง และ ความพรุนที่ปรากฏจะเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาตรของแก้วในเม็ดสารแก้วเซรามิกมีน้อยลง

4. เมื่อเปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพ คือ การหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ความหนาแน่น (Density) และ ความพรุนที่ปรากฏ (Apparent porosity) กับอุณหภูมิเผาผนึก (sintering temperature) โดยรวมจะพบว่า การหดตัวเชิงเส้นเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นจะเพิ่มขึ้น และ ความพรุนที่ปรากฏจะลดลง เมื่ออุณหภูมิเผาผนึกอยู่ในก่อนถึงอุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature) ด้วยกระบวนการ viscous flow sintering แต่เมื่ออุณหภูมิเผาผนึกอยู่ในช่วงการเกิดผลึกเป็นต้นไป การหดตัวเชิงเส้นจะลดลง (ขยายตัว) ความหนาแน่นจะลดลง และ ความพรุนที่

ปรากฏจะเพิ่มขึ้น เป็นผลมาจากการเกิดเฟสของโซเดียมฟอสเฟตและแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งมีความหนาแน่นแตกต่างกันสูงที่อุณหภูมิใกล้เคียงกัน หรือ การเกิดเฟสของแคลเซียมฟอสเฟตที่มีความหนาแน่นสูงกว่าหลังเกิดเฟสโซเดียมฟอสเฟตที่มีความหนาแน่นต่ำกว่า จะทำให้เกิด intergranular spaces ของผลึกขึ้นในเม็ดสารแก้วเซรามิก นั่นคือรูพรุนขนาดเล็กนั้นเอง จึงมีผลทำให้เกิดการขยายตัว ความหนาแน่นลดลง และ ความพรุนที่ปรากฏเพิ่มขึ้น ของเม็ดสารแก้วเซรามิก แต่การศึกษาความพรุนที่ปรากฏ เป็นการศึกษารูพรุนแบบเปิด ไม่สามารถศึกษาถึงรูพรุนปิดได้ ดังนั้นค่าความพรุนที่ปรากฏจึงไม่สามารถบ่งบอกถึงความพรุนทั้งหมดของเม็ดสารแก้วเซรามิก

5. จากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเม็ดสารแก้วเซรามิกอัตราส่วน 10: 0 พบว่ามีรูพรุนขนาดเล็กเกิดขึ้นภายในเม็ดสารเซรามิก จะพบมากที่เม็ดสารแก้วเซรามิกที่มาจากแก้วสูตร $45P_2O_5$-32CaO-23Na_2O ซึ่งเป็นสูตรที่มีการเกิดเฟสทั้งแคลเซียมฟอสเฟตและโซเดียมฟอสเฟตที่อุณหภูมิ T_x เดียวกัน

6. จากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของผลึกของเม็ดสารแก้วเซรามิกด้วยเทคนิค SEM และ ทำการศึกษาธาตุองค์ประกอบของผลึกด้วยเทคนิค EDS จะพบว่ามีลักษณะของผลึกที่แสดงเด่นชัดอยู่ 2 ลักษณะคือ ลักษณะของเฟสแคลเซียมฟอสเฟตมีลักษณะรูปร่างแบบเรขาคณิต และเฟสโซเดียมฟอสเฟตที่มีลักษณะแบบเข็ม

7. จากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของรูพรุนของเม็ดสารแก้วเซรามิกด้วยเทคนิค SEM จะพบว่าเม็ดสารแก้วเซรามิกทุกอัตราส่วนที่เผาที่อุณหภูมิ 500 $^{\circ}$C เม็ดสารแก้วเซรามิกที่อัตราส่วน 5:5 ที่มาจากแก้วสูตร $45P_2O_5$-40CaO-15 Na_2O และ เม็ดสารแก้วเซรามิกอัตราส่วน 5:5 ที่มาจากแก้วสูตร $45P_2O_5$-36CaO-19Na_2O เผาผนึกที่ 550°C ไม่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ เพราะจะมีลักษณะของเนื้อเซรามิกที่เปราะ

8. จากการคำนวณเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนขนาดใหญ่ (macropore) จากรูป SEM จะพบว่ารูพรุนมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 150-400 μm ซึ่งเป็นรูพรุนที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการสร้างเนื้อเยื่อกระดูก และ การเจริญเติบโตของเซลล์กระดูก ดังนั้น รูพรุนที่สร้างขึ้นวิธีการนี้จะให้ขนาดของรูพรุนที่เหมาะสำหรับการประยุกต์ใช้จริง และขนาดของรูพรุนจะสอดคล้องกับการหดตัวของเม็ดสารแก้วเซรามิก คือ เม็ดสารที่มีการหดตัวเชิงเส้นมาก ขนาดของรูพรุนก็จะลดลง ในขณะที่มีการขยายตัวของเม็ดสาร รูพรุนก็จะขยายตัวด้วยเช่นกัน

9. จากการศึกษาสมบัติเชิงกล จะพบว่า compressive stress จะลดลงเนื่องจากความพรุน และความแข็งแรงของเม็ดสารแก้วเซรามิกจะเพิ่มขึ้นเมื่อพบว่าเฟสของแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูปร่างเรขาคณิต และโซเดียมฟอสเฟตรูปร่างแบบเข็ม อยู่ร่วมกันในลักษณะแบบวัสดุผสม จึงส่งผลทำให้สมบัติเชิงกลสูงขึ้น

แก้วของระบบ P_2O_5-CaO-Na_2O ที่เหมาะสมสำหรับประยุกต์เป็นแก้วเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟต มีทั้งหมด 2 สูตร คือ สูตร $45P_2O_5$-32CaO-$23Na_2O$ เพราะสูตรนี้จะมีสมบัติเชิงกลที่ดีเมื่อเทียบกับสูตรอื่นๆ เพราะเกิดเฟสของแคลเซียมฟอสเฟตและโซเดียมฟอสเฟตอยู่ร่วมกันแบบวัสดุผสม จึงส่งเสริมความแข็งแรงให้แก่เม็ดสารเซรามิก แต่สูตร $45P_2O_5$-40CaO-$15Na_2O$ จะให้เฟสหลักที่เป็นแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งเป็นเฟสที่เหมาะสมต่อสมบัติทางชีวภาพ จึงเหมาะสำหรับการประยุกต์ใช้ทางชีวภาพ และ ปริมาณของการบูรที่เหมาะสม ในการทดลองนี้ จะเป็นอัตราส่วน 7:3 เพราะ รูพรุนจะมีผลในการลดสมบัติเชิงกลของเม็ดสาร ซึ่งในอัตราส่วน 5:5 สมบัติเชิงกลไม่เหมาะต่อการประยุกต์ใช้ต่อไปอีก นอกจากนี้รูพรุนที่ได้จากการระเหยออกของการบูรอยู่ในช่วง 150-400 μm ซึ่งเป็นรูพรุนที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการสร้างเนื้อเยื่อกระดูก และ การเจริญเติบโตของเซลล์กระดูก การสร้างรูพรุนด้วยวิธีการนี้จึงเหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ และอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาผนึกในการทดลองนี้ คือ 600 $^{\circ}$C เพราะเมื่อเผาสูงขึ้นถึง 650 $^{\circ}$C สมบัติทางกายภาพโดยรวม และสมบัติเชิงกลจะลดลง

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การเผาเม็ดสารแก้วเซรามิกควรเผาในลักษณะของขั้นบันได คือ เผาแช่ที่อุณหภูมิ 204°C ประมาณ 1 ชั่วโมงก่อน ซึ่งอุณหภูมินี้เป็นอุณหภูมิหลอมเหลวและระเหยออกของการบูร เพื่อกำจัดการบูรออกก่อน ก่อนที่จะเผาสูงขึ้นไปที่อุณหภูมิเผาผนึกที่กำหนด เพราะในเม็ดสารอาจจะมีการปนเปื้อนของธาตุคาร์บอนที่มาจากการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ของการบูร

2. แก้วสูตร $45P_2O_5$-40CaO-$15Na_2O$ เป็นแก้วที่ให้เฟสหลักเป็นแคลเซียมฟอสเฟต ในเม็ดสารแก้วเซรามิก ซึ่งเหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ทางชีวภาพ แต่ในการทดลองพบว่ามีสมบัติเชิงกลที่ต่ำ ควรจะมีการศึกษาเพิ่มเติมเพื่อให้เซรามิกจากแก้วสูตรนี้มีสมบัติเชิงกลที่สูงขึ้น เช่น การเพิ่มสารที่มีความแข็งแรงให้แก่โครงสร้างแก้วระบบฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ เช่น เหล็กออกไซด์ ซึ่งจะทำหน้าที่ในการสร้าง cross link ให้แก่โครงสร้างฟอสเฟตเช่นเดียวกันแคลเซียมออกไซด์ แต่ให้ความแข็งแรงที่สูงกว่า หรือ การสร้างเซรามิกวัสดุผสมจากแก้วสูตรนี้ร่วมกับไฮดรอกซีด์อะพาไทด์ ที่มีความแข็งแรงของโครงสร้างสูง

3. แก้วสูตร $45P_2O_5$-40CaO-$15Na_2O$ เป็นแก้วที่ให้เฟสหลักเป็นแคลเซียมฟอสเฟต ในเม็ดสารแก้วเซรามิก แต่ก็ยังมีเฟสของโซเดียมฟอสเฟตอยู่มากในเม็ดสารแก้วเซรามิก ควรจะมีการศึกษาแก้วในอัตราส่วนที่มี CaO มากขึ้น และ Na_2O ลดลง จากแก้วสูตร $45P_2O_5$-40CaO-$15Na_2O$ นี้

4. ควรมีการศึกษาเฟสที่ตำแหน่งการเกิดผลึก (T_x) ในชิ้นงานแก้วระบบฟอสฟอรัสแคลเซียมโซเดียมออกไซด์ก่อนด้วยกระบวนการอบอ่อน (annealed) เมื่อได้เฟสที่เหมาะสมในสมบัติด้านต่างๆที่ดี จึงประยุกต์เป็นเซรามิกแคลเซียมฟอสเฟตที่มีรูพรุนในขั้นต่อไป

5. ควรมีการศึกษาสมบัติทางชีวภาพเพิ่มเติม เพราะการศึกษาสมบัติเบื้องต้นในงานวิจัยนี้เป็นยังไม่สามารถนำไปใช้กับร่างกายมนุษย์ได้จริง ควรมีสมบัติทางชีวภาพมารองรับการนำไปประยุกต์ใช้