รหัสโครงการ SUT 7-708-45-12-31

รายงานการวิจัย

การแยกเฟสในระบบ $CaO-P_2O_5-B_2O_3-Na_2O$

Phase Separation in the $CaO-P_2O_5-B_2O_3-Na_2O$ System

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการและผู้ร่วมวิจัย

บทคัดย่อ

เป็นที่ทราบกันดีว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HAP) สามารถใช้เป็นวัสดุชีวภาพ ได้อย่างดีเลิศ เพราะมีคุณสมบัติที่สามารถอยู่ร่วมในร่างกาย และไวต่อปฏิกิริยา โดยทั่วไป การทำผลิตภัณฑ์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีเนื้อแน่นและเนื้อพรุนใช้กระบวนการทางเซรามิก ในการศึกษาครั้งนี้เป็นการทำ HAP ชนิดพรุน โดยใช้กระบวนการของแก้วอาศัยหลักการของการแยกเฟส และหวังว่าจะได้ผลิตภัณฑ์ที่แข็งแรงกว่าเดิม

ในตอนแรกเลือกศึกษาในระบบ HAP-Borax หากผสมกันแล้วได้สารชนิดใหม่ที่มีการแยกเฟส เป็นเฟสที่มี HAP มาก กับเฟสที่มี Borax มาก มีโครงสร้างแบบ 3 มิติต่อเนื่อง เราก็สามารถขจัดเฟสที่มี Borax มากออกไปได้ โดยการกัดด้วยกรด และเหลือโครงสร้าง HAP ที่มีความพรุน จากการศึกษาพบว่าไม่สามารถทำให้เกิดโครงสร้างพรุนอย่างต่อเนื่องแบบ 3 มิติได้เพราะ ผลึกของ HAP ไม่สลายตัว เมื่อผสมกับ Borax

ความพยายามครั้งที่ 2 คือ การเตรียม HAP ชนิดพรุนผ่านกระบวนการทำเป็นวัสดุเชิงประกอบระหว่าง HAP กับแก้ว ที่แยกเฟสชนิดโบโร-ซิลิเกต และใช้ $CaCO_3$ เพิ่มเข้าไปเพื่อทำให้เกิดเป็นแกสขณะเผาผนึกและทำให้เกิดความพรุนในเนื้อวัสดุเชิงประกอบ

ภายหลังจากการเผาผนึก อบด้วยความร้อนและกัดด้วยกรดจะได้วัสดุเชิงประกอบระหว่าง HAP และแก้ว และมี β-$Ca_2P_2O_7$ เป็นผลึกมลทิน วัสดุที่ทำได้มีรูพรุนขนาดใหญ่ ขนาดกลาง และขนาดเล็กเชื่อต่อถึงกันหมดแต่ไม่แข็งแรงนัก

ขั้นสุดท้ายได้สำรวจการแยกเฟส และการตกผลึกในระบบ CaO-P_2O_5-B_2O_3-Na_2O-Al_2O_3-SiO_2 ผสม Al_2O_3 และ SiO_2 เพื่อเพิ่มความหนืดของน้ำแก้วที่หลอมและเพิ่มความคงทนทางเคมี ได้ศึกษาแก้วหลายตัวอย่าง โดยการหลอมทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว อบด้วยความร้อน และกัดด้วยกรด ใช้เครื่องมือ DTA Dilatometer SEM และ XRD สำหรับวิเคราะห์ผล

การแยกเฟสและการตกผลึกพบในส่วนผสมของแก้วที่มี $CaO+P_2O_5$ ในช่วง 50-73 โมล์% มีผลึก $AlPO_4$, β-$Ca_3(PO_4)$ และ β-$Ca_2P_2O_7$ เกิดขึ้นแต่ไม่สามารถทำ กลาส-เซรามิก ชนิดพรุนได้ ถ้าควบคุมการอบด้วยความร้อนและควบคุม %โมล์ ของ $CaO+P_2O_5$ ในแก้ว จะได้กลาส-เซรามิกที่มีผลึก β-$Ca_2P_2O_7$ ขนาดใหญ่และมีปริมาณมาก กลาส-เซรามิกนี้มีคุณสมบัติเป็นวัสดุชีวภาพและสามารถเจาะด้วยเครื่องมือได้โดยไม่มีรอยแตกรอบๆ รูที่เจาะ

Abstract

It is well known that hydroxyapatite(HAP) has excellent properties as a biomaterial because of its biocompatibity and bioactivity. The dense and porous ones are produced by conventional ceramic methods. In this study, porous HAP will be prepared through glass route based on the idea of phase separation, expecting stronger products.

Firstly, the HAP-Borax system is selected. If the mixtures exhibit phase separation phases with three dimentional interconnected structure of HAP rich phase and Borax rich phases, the latter one will be leached away by acid to produce porous HAP. In the experiment, it is found that HAP-Borax system do not form glass, HAP crystal do not decompose when mix with Borax and a three dimentional interconnected porous HAP cannot be prepared.

The second trial is the preparation porous HAP via composite route by mixing HAP and a phase separable boro-silicate glass with additional $CaCO_3$ as a foaming agent. After sintering, futher heat treatment and subsequently acid leaching, a porous HAP/glass composite containing HAP phase and a minor phase of β-$Ca_2P_2O_7$ is obtained. This material consists of large, medium and small pores. These pores are interconnected to each other. However, this material is not very strong.

The final study is to investigate phase separation and crystallization in the CaO-P_2O_5-B_2O_3-Na_2O-Al_2O_3-SiO_2 system of glasses. Al_2O_3 and SiO_2 are added to increase the viscosity of the melt and improve chemical durability. Numbers of glass batches are melted, quenched, heat treated and acid leached. DTA, Dilatometer, SEM and XRD are used for analysis. The phase separation and crystalization take place in the compositions containing (CaO+P_2O_5) range from 50 to 73 mole% . $AlPO_4$, β-$Ca_3(PO_4)$ and β-$Ca_2P_2O_7$ crystals are observed but no porous glass-ceramic is obtained. However, by controlling (CaO+P_2O_5) mole% in addition to heat treatment, a glass-ceramic containing a large amount and a large size of β-$Ca_2P_2O_7$ crystals can be produced. This glass-ceramic is a biomaterial and exhibits a good machinability.