

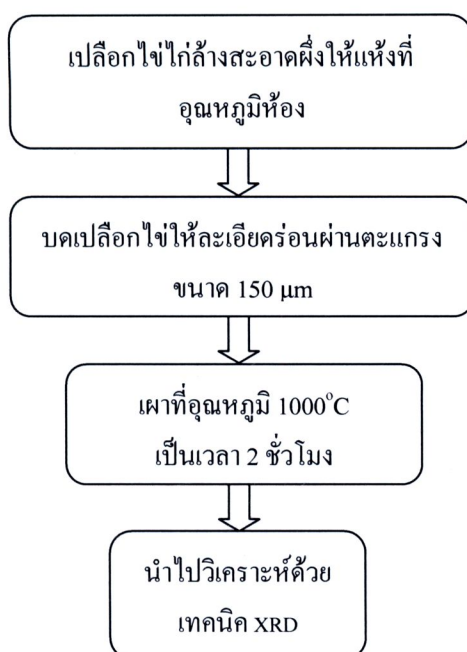
บทที่ 3

วิธีการวิจัย

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการสังเคราะห์ และศึกษาสมบัติเชิงกลของสารไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA) ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีซิลิกอนในโครงสร้าง (SiHA) วัสดุเชิงประกอบของสารไฮดรอกซีอะพาไทต์กับ พอลิคาโพรแลคโตน (HA/PCL) และวัสดุเชิงประกอบของสารไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีซิลิกอนในโครงสร้างกับ พอลิคาโพรแลคโตน (SiHA/PCL) สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ HA และ SiHA คือ แคลเซียมออกไซด์ (CaO) ที่ได้จากเปลือกไข่ไก่เผาที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ฟumedซิลิกา (fumed silica) ที่เป็นแหล่งให้ซิลิกอน และ PCL เป็นตัวช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกล ในการสังเคราะห์วัสดุผง HA และ SiHA นั้น ได้ทำการเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนทางเคมี (chemical precipitation method) ซึ่งเป็นวิธีที่สามารถสังเคราะห์ วัสดุผงให้มีขนาดอนุภาคเล็กในระดับนาโนเมตรและมีความบริสุทธิ์สูง วัสดุผง HA และ SiHA ที่สังเคราะห์ได้ถูก นำมาศึกษาสมบัติพื้นฐานต่างๆ โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์สารเชิงความร้อน (thermogravimetric/differential thermal analysis: TG/DTA) เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction: XRD) เครื่องมือวิเคราะห์สารด้วย อินฟราเรด (fourier transform infrared spectroscopy: FTIR) เทคนิคการถ่ายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy: SEM) และเทคนิคการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy: TEM) ขั้นตอนสุดท้ายของโครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาสมบัติเชิงกลของสาร HA, SiHA, HA/PCL และ SiHA/PCL โดยใช้เครื่อง universal testing machine หรือ UTM ขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุผง และการขึ้นรูปของวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL และ SiHA/PCL ตลอดจนเทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 การเตรียมสารแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่

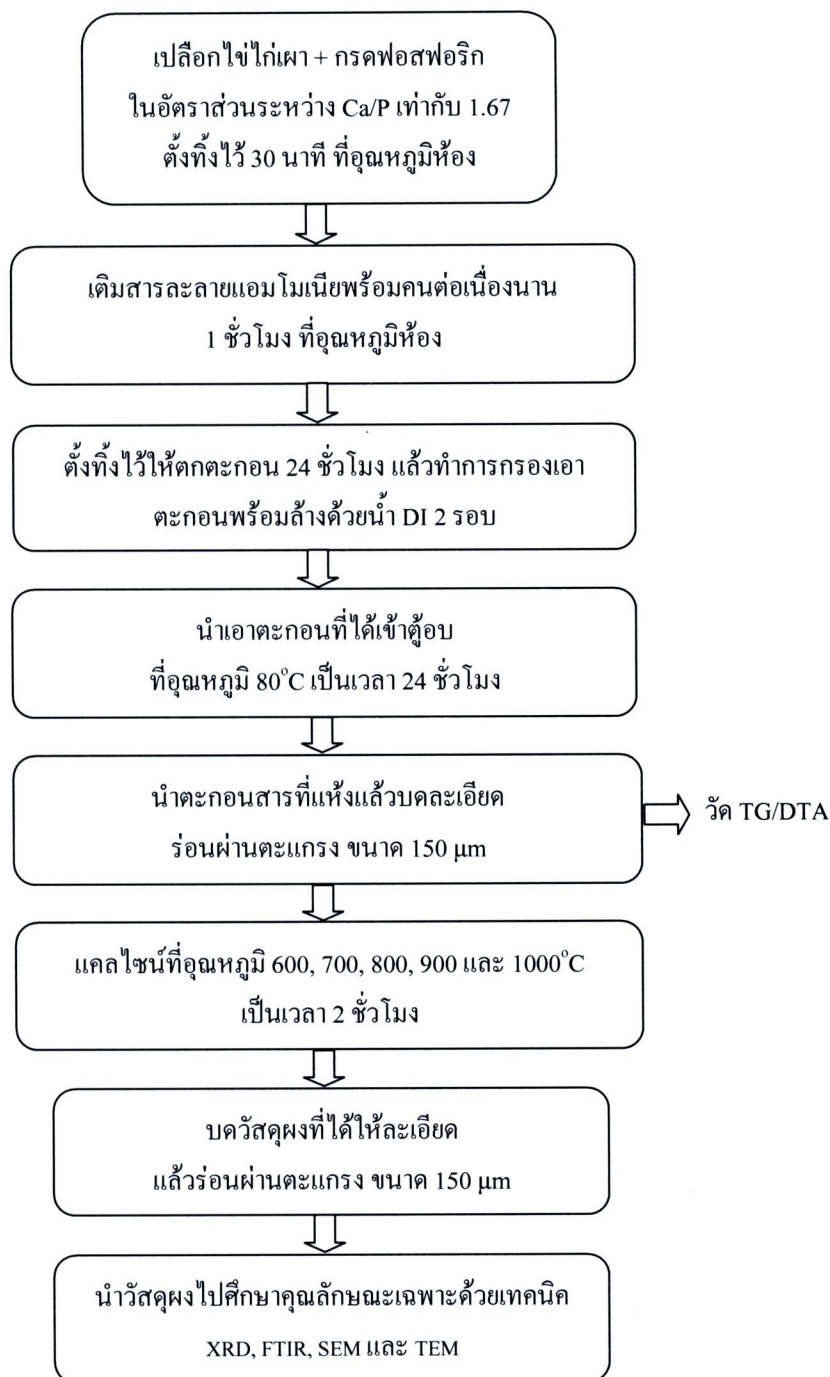
สำหรับการเตรียมสารแคลเซียมออกไซด์ ขั้นตอนแรกนำเปลือกไข่ไก่มาล้างให้สะอาดผึ่งให้แห้งที่ อุณหภูมิห้อง และนำมาบดให้ละเอียดร่อนผ่านตะแกรง (sieve) ขนาด 150 ไมโครเมตร หลังจากนั้นนำไปเผาที่ อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พอได้เปลือกไข่ที่เผาแล้วนำไปวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) เพื่อเป็นตัวบ่งชี้ว่าสิ่งที่เตรียมได้เป็นสารแคลเซียมออกไซด์ที่ต้องการ ดังแสดงในภาพที่



ภาพที่ 3.1 แผนภาพการเตรียมวัสดุผงแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไขไก่

3.2 การสังเคราะห์วัสดุผง HA โดยวิธีการตกตะกอน

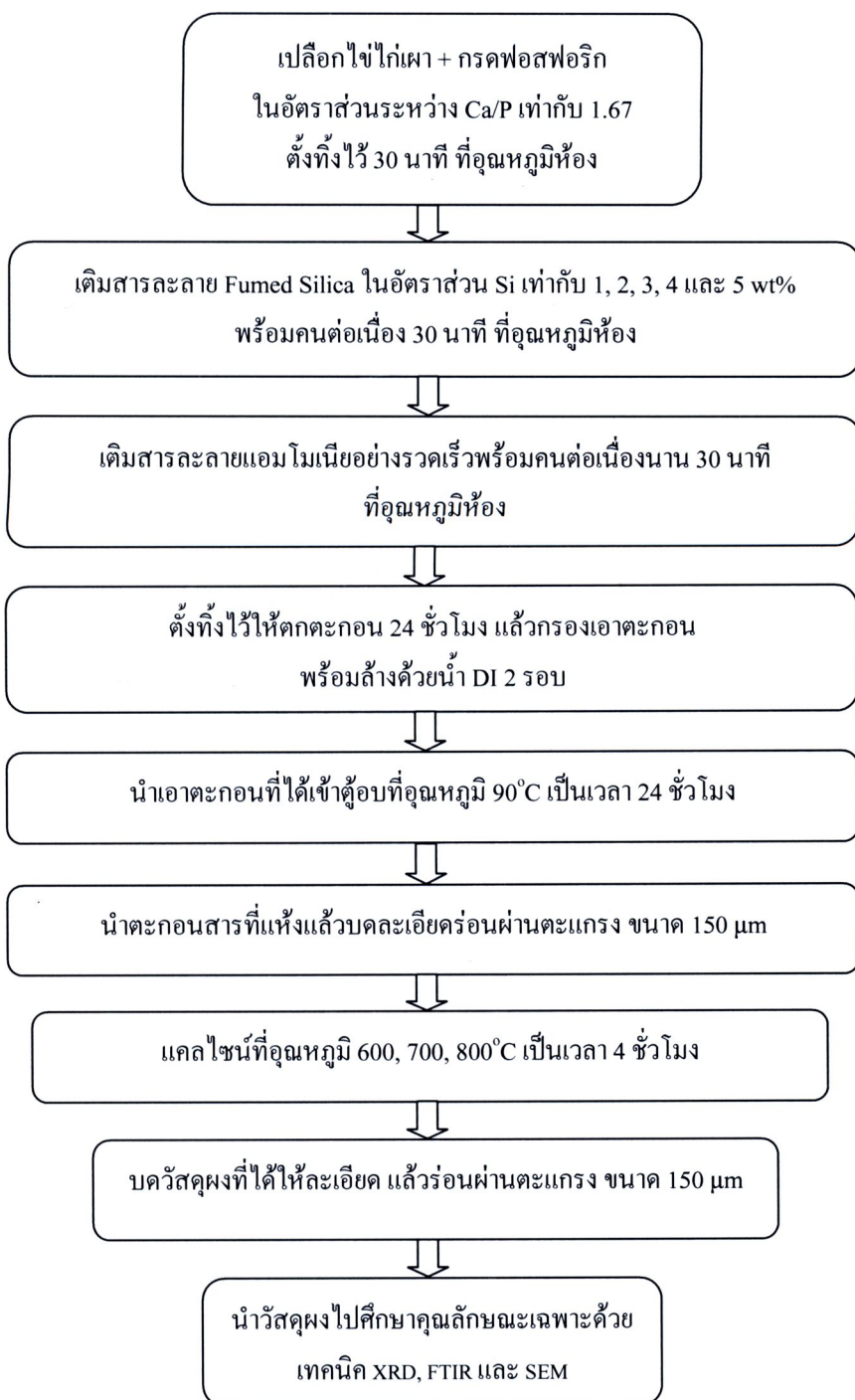
สำหรับการสังเคราะห์วัสดุผง HA โดยวิธีการตกตะกอน สารตั้งต้นที่ใช้คือ แคลเซียมออกไซด์ (CaO) ที่ได้จากเปลือกไขไก่เผา กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4 , 85% (BDH Laboratory Supplies Poole, England)) และสารละลายแอมโมเนีย (NH_3OH , 25% (QR&C Quality Reagent Chemical Product, New Zealand)) เริ่มต้นด้วยการชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนโมล โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca/P เท่ากับ 1.67 หลังจากนั้นเริ่มผสมสารตั้งต้น CaO กับ H_3PO_4 ทั้งไว้ประมาณ 30 นาที จากนั้นเติมสารละลายแอมโมเนียเพื่อปรับค่า pH ให้ได้ประมาณเท่ากับ 12 พร้อมกับคนด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrer) อย่างสม่ำเสมอ 1 ชั่วโมง จนสารละลายเข้ากันดี จากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ต่อจากนั้นนำตะกอนที่ได้ล้างด้วย Deionized water 2 รอบ สุดท้ายล้างด้วยอะซิโตน 1 รอบ จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำมาบดให้ละเอียดและร่อนผ่านตะแกรงขนาด $150\ \mu\text{m}$ (Retsch GmbH Rheinische Strabe 3642781 Haan, Germany) นำวัสดุผงที่ได้ไปแคลไซน์ (calcine) ที่อุณหภูมิ 600, 700, 800, 900 และ 1000°C ในอากาศ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้วัสดุผงเกิดเป็นสารประกอบ HA ผงที่ผ่านการแคลไซน์จะนำไปบดให้ละเอียดและร่อนผ่านตะแกรงอีกครั้ง พร้อมกับนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุผง HA ดังแผนภาพแสดงในภาพที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์วัสดุผง HA จากเปลือกไข่ โดยวิธีการตกตะกอน

3.3 การสังเคราะห์วัสดุผง SiHA โดยวิธีการตกตะกอน

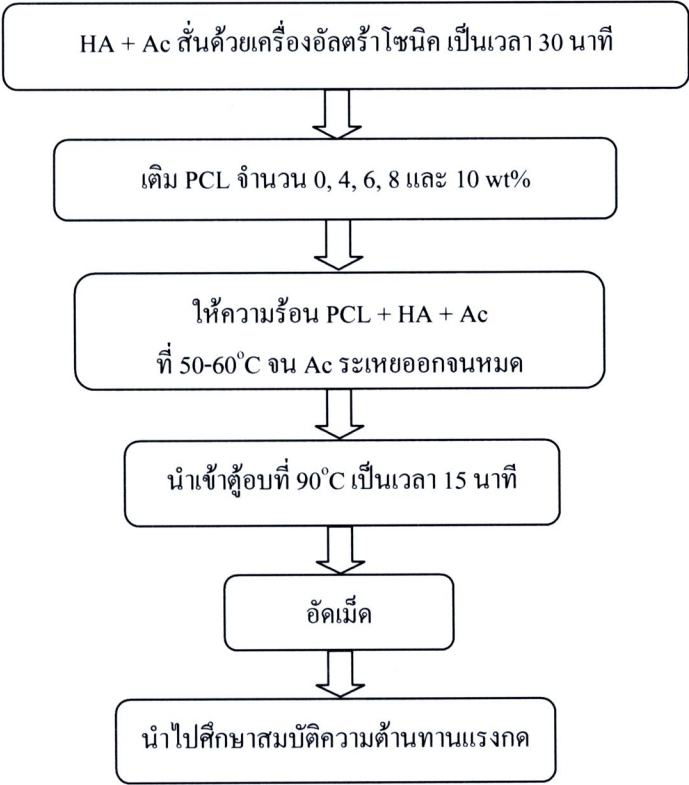
สำหรับการสังเคราะห์วัสดุผง SiHA โดยวิธีการตกตะกอน สารตั้งต้นที่ใช้ คือ แคลเซียมออกไซด์ ที่ได้จากเปลือกไข่ไก่เผา กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4 , 85% (BDH Laboratory Supplies Poole, England)) สารละลายแอมโมเนีย (NH_3OH , 25% (QRcC Quality Reagent Chemical Product, New Zealand)) ฟุ้งซิลิกา (fumed silica, (ALDRICH, USA)) และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH 99%, BDH Laboratory Supplies Poole, England)) เริ่มต้นด้วยการชั่งสารตั้งต้นตามสัดส่วนโมล โดยใช้อัตราส่วนโดยโมล ของ $\text{CaO} : \text{H}_3\text{PO}_4$ เท่ากับ 10 : 6 และอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง $\text{Ca} : \text{P}$ เท่ากับ 1.67 : 1 หลังจากนั้นเริ่มผสมสารตั้งต้น CaO กับ H_3PO_4 ที่ทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที จากนั้นเติมสารละลายฟุ้งซิลิกาที่คิดเทียบเป็นอัตราส่วนระหว่าง $\text{Si} : \text{HA}$ คือ 1 : 9, 2 : 8, 3 : 7, 4 : 6 และ 5 : 5 wt% ตามลำดับ ที่ละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีลักษณะใสพร้อมกับคนด้วยแท่งแม่เหล็กอย่างสม่ำเสมอ 1 ชั่วโมง จนสารละลายเข้ากันดี จากนั้นเติมสารละลายแอมโมเนียอย่างรวดเร็วเพื่อปรับค่า pH ให้ได้ประมาณเท่ากับ 12-14 พร้อมกับคนด้วยแท่งแม่เหล็กอย่างสม่ำเสมอ 1 ชั่วโมง 30 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ต่อจากนั้นนำตะกอนที่ได้ล้างด้วยน้ำ DI 2 รอบ สุดท้ายล้างด้วยอะซิโตน 1 รอบ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาบดให้ละเอียดและร่อนผ่านตะแกรงขนาด $150\text{ }\mu\text{m}$ (Endecotts Ltd. London, England) นำวัสดุผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 , 700 และ 800°C ในอากาศ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อให้วัสดุผงเกิดเป็นสารประกอบ SiHA สำหรับผงที่ผ่านการเผาแคลไซน์จะนำไปบดให้ละเอียดและร่อนผ่านตะแกรงอีกครั้ง พร้อมกับนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุผง SiHA ขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุผง SiHA โดยวิธีการตกตะกอนดังแสดงในภาพที่ 3.3



ภาพที่ 3.3 แผนภาพแสดงการสังเคราะห์วัสดุผง SiHA จากเปลือกไข่กับฟumedซิลิกาโดยวิธีการตกตะกอน

3.4 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCI

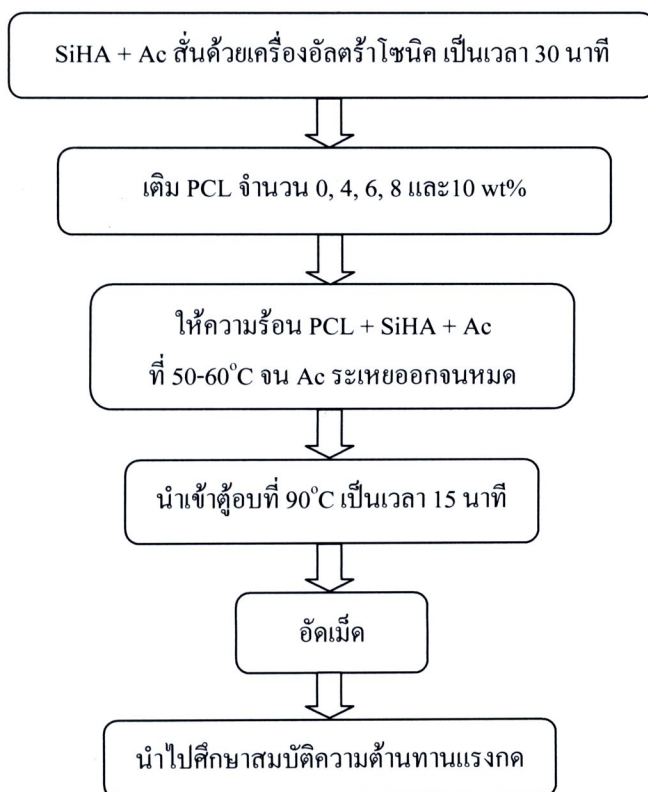
สำหรับการเตรียมวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL โดยใช้วิธีการผสมแบบธรรมดา สำหรับสารตั้งต้นที่ใช้คือ HA ที่สังเคราะห์ได้จากข้อ 3.2 พอลิคาโพรแลกโตน (Polycaprolactone: PCL, M_n 80,000, (ALDRICH, USA)) และอะซิโตน (acetone: Ac, (CH_3COCH_3 , 99.5% (BDH Laboratory Supplies Poole, England))) ซึ่งใช้อัตราส่วนระหว่าง HA : PCL เท่ากับ 10 : 0, 6 : 4, 4 : 6, 2 : 8 และ 0 : 10 wt% ตามลำดับ ขั้นตอนแรกชั่ง HA : PCL ตามสัดส่วนปริมาณของวัสดุเชิงประกอบ จากนั้นเท HA และอะซิโตนลงในบีกเกอร์ นำไปปั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกประมาณ 30 นาที เพื่อให้ HA กระจายตัวได้ดี จากนั้นเท PCL ลงในบีกเกอร์ที่มี HA กระจายตัวอยู่ในอะซิโตนนำไปวางบน hotplate พร้อมกับคนด้วยแท่งแม่เหล็ก และให้ความร้อนแก่สารประมาณ 50-60°C จน PCL ละลายหมด จากนั้นเจาะรูเพื่อไล่อะซิโตนออกให้หมด เหลือแต่ HA/PCL สุดท้ายนำไปอบอบที่ 90°C เป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปแบบแกนเดียว (uniaxial pressing) ซึ่งการอัดขึ้นรูปแบบแกนเดียวจะเป็นการนำวัสดุมาอัดในแบบพิมพ์โลหะด้วยแรงทิศทางเดียว ชิ้นงานแต่ละชิ้นจะใช้แรงดันขนาด 2 ตัน เป็นเวลา 3 นาที รายละเอียดของการเตรียมวัสดุเชิงประกอบแสดงในแผนภาพที่ 3.4



ภาพที่ 3.4 แผนภาพแสดงการเตรียมวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL

3.5 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL

สำหรับการเตรียมวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL โดยใช้วิธีการผสมแบบธรรมดา สารตั้งต้นที่ใช้คือ SiHA ที่สังเคราะห์ได้จากข้อ 3.3 ซึ่งใช้อัตราส่วนระหว่าง SiHA : PCL เท่ากับ 10 : 0, 6 : 4, 4 : 6, 2 : 8 และ 0 : 10 wt% ตามลำดับ ขั้นตอนแรกจึง SiHA : PCL ตามสัดส่วนปริมาณของวัสดุเชิงประกอบ จากนั้นเท SiHA และ อะซิโตนลงในบีกเกอร์ นำไปปั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 30 นาที เพื่อให้ SiHA กระจายตัวได้ดี จากนั้น เท PCL ลงในบีกเกอร์ที่มี SiHA กระจายตัวอยู่ในอะซิโตนนำไปวางบน hotplate พร้อมกับคนด้วยแท่งแม่เหล็ก และให้ความร้อนแก่สารประมาณ 50-60°C จน PCL ละลายหมด จากนั้นเจาะรูเพื่อไล่อะซิโตนออกให้หมด เหลือ แต่ SiHA/PCL สุดท้ายนำไปอบที่ 90°C เป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปแบบแกนเดียวโดยใช้แรงดัน ขนาด 2 ตัน เป็นเวลา 3 นาที รายละเอียดของการเตรียมวัสดุเชิงประกอบแสดงในแผนภาพที่ 3.5



ภาพที่ 3.5 แผนภาพแสดงการเตรียมวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL

3.6 การศึกษาลักษณะของวัสดุผง HA และ SiHA

เทคนิคในการวิเคราะห์โครงสร้างและศึกษาลักษณะของวัสดุผงที่ใช้ในงานวิจัยนี้ประกอบด้วย เทคนิคการวิเคราะห์สารเชิงความร้อน (thermogravimetric/differential thermal analysis: TG/DTA) เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD) เครื่องมือวิเคราะห์สารด้วยอินฟราเรด (Fourier transform infrared spectroscopy: FTIR) เทคนิคการถ่ายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) และเทคนิคการถ่ายภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope: TEM) ซึ่งสรุปไว้ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดเกี่ยวกับเทคนิคในการวิเคราะห์วัสดุผง HA และ SiHA

เทคนิควิเคราะห์	รายละเอียด
TG/DTA	ศึกษาความเสถียรทางความร้อนของส่วนประกอบของแคลเซียมฟอสเฟต (ยกตัวอย่างเช่น CO ₃ ; HPO ₄ ; H ₂ O)
XRD	ศึกษาลักษณะเฉพาะ ความบริสุทธิ์ การมีอยู่ของเฟสผสม ความเป็นผลึก (ขนาดผลึก และค่าความเครียด) ค่าคงที่แลตทิซ (ประเภทของการสะท้อน และปริมาณของการแทนที่ในโครงสร้าง)
FTIR	ศึกษากลุ่มฟังก์ชันที่มีอยู่ รูปแบบของการแทนที่ (ยกตัวอย่างเช่น CO ₃ แทนใน PO ₄) ความบริสุทธิ์ และความเป็นผลึก (ที่มีความสมบูรณ์)
SEM	ศึกษาลักษณะของผลึก เช่น ขนาด และรูปร่าง
TEM	ศึกษาสมบัติโครงสร้างภายใน รูปแบบแลตทิซ ขนาดผลึก และรูปร่างผลึก การกำหนดตำแหน่ง

(ดัดแปลงจาก LeGeros, 1991)

3.6.1 เทคนิค TG/DTA (thermogravimetric/differential thermal analysis)

TG/DTA คือ เทคนิคการวิเคราะห์สารเชิงความร้อน (thermal analysis) โดยอาศัยการวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุผงเมื่อได้รับความร้อน โดยทำการตรวจวัดความเปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงของอุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนแปลงไป (LeGeros, 1991) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงต้องอาศัยเทคนิค TG/DTA เพื่อใช้ในการศึกษาความเสถียรทางความร้อน และการประมาณอุณหภูมิในการแคลไซน์ของวัสดุผงที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน เพื่อให้เกิดสารประกอบที่มีโครงสร้างและองค์ประกอบตรงตามความต้องการ ซึ่งในการทดลองนี้ได้วัด TG และ DTA ไปพร้อมๆ กัน โดยทำการวัดในช่วงอุณหภูมิ 100 จนถึง 1000°C ในอากาศ อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศา/นาที สารอ้างอิงที่ใช้เป็นตัวเปรียบเทียบคือ อัลฟาอลูมินา (α-Al₂O₃) ซึ่งเป็นสารที่เสถียรต่อความร้อนจึงไม่มีการสูญเสียมวลของสารและไม่มีการเปลี่ยนเฟสในช่วงอุณหภูมิของการทดลองโดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่อง Pyris Diamond TG/DTA (Perkin Elmer Instrument, USA) ตั้งอยู่ ณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

3.6.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction : XRD)

XRD เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับวิเคราะห์วัสดุผง ศึกษาโครงสร้างผลึก และกลุ่มสารที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น อาทิเช่น สารแคลเซียมฟอสเฟต (CaP) ซึ่งเทคนิค XRD ที่ใช้วิเคราะห์นี้จะให้ข้อมูลที่ประกอบด้วยลักษณะเฉพาะของสาร (identity) ความบริสุทธิ์ (purity) ความเป็นผลึก (crystallinity) การคำนวณขนาดและรูปร่าง (approximate size and shape) และ แลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameters) a , b และ c ที่สามารถคำนวณจากค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing) จากพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (LeGeros, 1991) ดังนั้นในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่อง XRD ที่ตั้งอยู่ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ผลิตโดยบริษัท PHILIPS มี generator รุ่น PW 3040 และใช้เป้า CuK_α ที่มีความยาวคลื่น λ เท่ากับ 1.54065 Å เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าระหว่างขั้วแคโทด และเป้าทองแดงในการกำเนิดรังสีเอ็กซ์เท่ากับ 30 kV และใช้กระแสเท่ากับ 30 mA ใช้มุมเริ่มต้นในการวัดมุม 2 θ เท่ากับ 10°C และมุมสุดท้ายของ 2 θ เท่ากับ 80°C ความละเอียดในการวัดรังสีเอ็กซ์ของการหมุนวัสดุตัวอย่างคือ θ เท่ากับ 0.02 องศา ในแต่ละครั้งที่ทำการตรวจสอบวัสดุตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD จะได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอ็กซ์กับมุมของแบรกก์ 2 θ ซึ่งการใช้ XRD วิเคราะห์วัสดุผง HA ที่สังเคราะห์ขึ้นมีดังนี้

(1) การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของ HA ที่มีโครงสร้างแบบ hexagonal ดังสมการที่ (3.1)

$$d = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3a^2}(h^2 + k^2 + hk) + \frac{l^2}{c^2}}} \tag{3.1}$$

เมื่อ d = ระยะห่างระหว่างระนาบ และ hkl = ดัชนีมิลเลอร์ของระนาบ
ดังนั้นค่าคงที่แลตทิซ a สามารถคำนวณได้จากระนาบ (410) และ (300) ดังนี้

$$\frac{1}{d_{300}^2} = \left(\frac{4}{3}\right)\left(3^2 + 0 + 0\right)\left(\frac{1}{a^2}\right); \quad a = d_{300}\sqrt{12}$$

$$\frac{1}{d_{410}^2} = \left(\frac{4}{3}\right)\left(\frac{4^2 + 4 + 1}{a^2}\right); \quad a = d_{410}\sqrt{28}$$

และค่าคงที่แลตทิซ c สามารถคำนวณได้จากระนาบ (004) และ (002) ดังนี้

$$\frac{1}{d_{400}^2} = \frac{4^2}{c^2}; \quad c = 4 \times d_{004}$$

$$\frac{1}{d_{002}^2} = \frac{2^2}{c^2}; \quad c = 2 \times d_{002}$$



(2) การคำนวณขนาดและรูปร่างของผลึก ซึ่งส่วนมากจะเป็นการคำนวณขนาดผลึก โดยใช้สมการของเชอร์เรอร์ (Scherrer's equation) ดังสมการที่ (3.2)

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.2)$$

เมื่อ D = ขนาดอนุภาค (nm)

β = full width at half maximum (FWHM) เนื่องจากขนาดของผลึก (radian)

k = ค่าคงที่ของขนาดและรูปร่าง เท่ากับ 0.9

λ = ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ เท่ากับ 1.54065 Å

θ = มุมของการเลี้ยวเบน (radian)

3.6.3 เทคนิค Fourier transform infrared Spectroscopy (FTIR)

FTIR เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาโหมดการสั่นและการหมุนของกลุ่มฟังก์ชันในสารประกอบ โดยอาศัยหลักการดูดกลืนแสงในช่วงอินฟราเรดช่วงกลางที่มีความถี่ของการสั่นของพันธะโคเวเลนต์ในโมเลกุลของสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่เหมาะสมจะเกิดการสั่นของโมเลกุล ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงภายในโมเลกุล ทำให้โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสงแล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมาแสดงผลเป็นความสัมพันธ์ของความถี่หรือ wave number กับค่าการส่งผ่านของแสง เรียกว่า IR spectrum ซึ่งลักษณะสเปกตรัมของการดูดกลืนแสงของสารแต่ละชนิดจะมีคุณสมบัติเฉพาะ ดังนั้นโมเลกุลของสารจึงสามารถดูดกลืนแสงอินฟราเรดได้ที่ความถี่ต่างๆ กัน ขึ้นอยู่กับความแข็งแรงของพันธะและน้ำหนักของอะตอมของกลุ่มฟังก์ชันในโมเลกุลนั้นๆ (LeGeros, 1991; Pavia et al., 2001)

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง FTIR ตั้งอยู่ที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ผลิตโดยบริษัท PerkinElmer instruments รุ่น spectrum one FTIR spectrometer Serial No. 60036 ทำการวัดสเปกตรัมในช่วง $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ และการเตรียมตัวอย่างจะใช้โปรแตสเซียมโบรไมด์ (KBr pellet technique) อัดเม็ด โดยบดผสมสารตัวอย่างกับ KBr ในอัตราส่วนระหว่างสารตัวอย่างกับโปรแตสเซียมโบรไมด์เท่ากับ 1 : 10

3.6.4 เทคนิคการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

(Scanning Electron Microscope: SEM)

เทคนิค SEM เป็นเทคนิคที่ใช้ในการอธิบายลักษณะพื้นฐานของผลึกหรือชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบ โดยอาศัยการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบให้ได้ข้อมูลของลักษณะพื้นผิวปรากฏเป็นภาพขยายที่สามารถมองเห็นได้เพื่อใช้ในการศึกษาลักษณะพื้นฐานและลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง (LeGeros, 1991)

การเตรียมวัสดุสำหรับการศึกษาด้วยเทคนิค SEM จะเคลือบทองลงบนผิวของวัสดุเพื่อให้วัสดุสามารถนำไฟฟ้าได้ ซึ่งเครื่องเคลือบทอง (sputter coater) ตั้งอยู่ ณ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ผลิตโดยบริษัท FISONS Instruments รุ่น POLARON SC500 SPUTTER COATER โดยใช้กระแส 30 mA เวลาที่ใช้เคลือบ 3-4 นาที และในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง SEM ตั้งอยู่ที่ภาควิชาชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ผลิตโดยบริษัท LEO ประเทศอังกฤษ รุ่น 1450VP

3.6.5 เทคนิคการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

(Transmission Electron Microscope: TEM)

เทคนิค TEM เป็นเทคนิคที่ใช้ในการอธิบายลักษณะพื้นฐานของผลึกเช่นเดียวกับเทคนิค SEM แต่ TEM เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาโครงสร้างผลึกจากการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน และรายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่างหรือวัตถุที่ต้องการศึกษา ซึ่งอาศัยการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดยลำอิเล็กตรอนทะลุผ่านชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบ (LeGeros, 1991)

สำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่มีลักษณะเป็นวงนี้สามารถใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกหรือเฟสปลอมปนที่มีในสารตัวอย่างได้ โดยการวัดระยะเส้นผ่านศูนย์กลางในแต่ละวงที่ปรากฏแล้วทำการคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบจากสมการที่ (3.3) (Brandon and Kaplan, 1999)

$$d_{hkl} = \frac{\lambda L}{R} \quad (3.3)$$

โดยที่ R คือ ระยะจากจุดศูนย์กลาง (000) ถึงจุดเลี้ยวเบน (hkl)

d_{hkl} คือ ค่าระยะระหว่างระนาบของระนาบ hkl

λ คือ ความยาวคลื่นของอิเล็กตรอนที่ใช้ (nm)

L คือ ความยาวกล้อง (camera length) (mm)

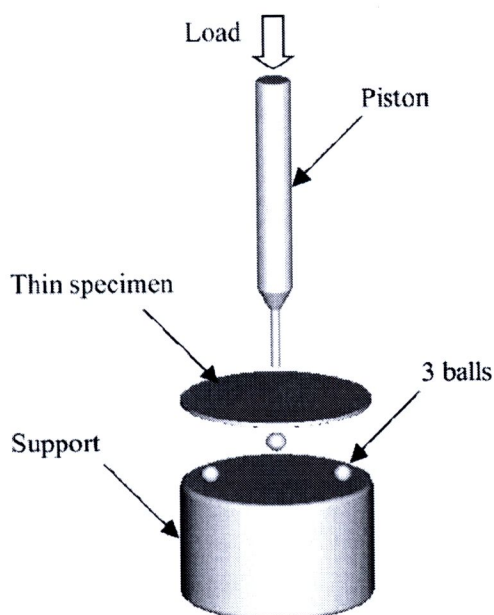
(สำหรับรายละเอียดการเปรียบเทียบเพื่อหาค่า λL แสดงในภาคผนวก ก.)

ค่าระยะห่างระหว่างระนาบหรือค่า d ที่คำนวณได้นี้ สามารถใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นภายในอนุภาคผง HA ได้โดยการเปรียบเทียบค่า d ที่คำนวณได้กับค่า d จากฐานข้อมูลอ้างอิง JCPDs

การเตรียมชิ้นงานของเทคนิค TEM ทำได้โดยกระจายอนุภาควัสดุผง HA ในอะซิโตน แล้วนำไปล้างด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นหยดสารแขวนลอย 1-2 หยดลงบนคอปเปอร์กริด (Cu-grids) และทำให้แห้งสนิทโดยนำเข้าตู้อบ จึงจะได้ตัวอย่างสำหรับการตรวจสอบโดยเทคนิค TEM และสำหรับเครื่อง TEM ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ตั้งอยู่ที่สถานบริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ผลิตโดยบริษัท JEOL 2010 ความต่างศักย์ที่ใช้เร่งอิเล็กตรอนในเครื่อง TEM เท่ากับ 200 kV

3.7 การศึกษาสมบัติเชิงกลของสาร HA, SiHA และวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL, SiHA/PCL

สำหรับชิ้นงานที่เตรียมได้แล้วถูกนำมาศึกษาสมบัติเชิงกลในโหมดของการกด กับเครื่อง UTM ซึ่งในการทดสอบด้วยวิธีนี้มีลักษณะการเตรียมตัวอย่างดังภาพที่ 3.6 และชิ้นงานจะถูกกดจนกระทั่งชิ้นงานเกิดการแตกหัก ในงานวิจัยนี้ได้ใช้โหลดเซลล์ 100 N และความเร็วหัวกด 0.5 mm/min



ภาพที่ 3.6 ลักษณะการวางชิ้นงานสำหรับทดสอบสมบัติแรงกด (Cheng et al., 2003)

สูตรที่ใช้ในการคำนวณหาค่าความแข็งแรงภายใต้แรงกดของวัสดุ แสดงดังสมการที่ 3.4

$$\text{Compressive Strength} = F_{\max}/A \quad (3.4)$$

เมื่อ $F_{\max}$ คือ ขนาดของแรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานตัวอย่างเกิดการแตกหัก (N)
 A คือ พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (m^2)

และสูตรที่ใช้ในการคำนวณหาค่าโมดูลัสของยังภายใต้แรงกด แสดงดังสมการที่ 3.5

$$\text{Compressive Young's Modulus} = \sigma/\epsilon \quad (3.5)$$

เมื่อ σ คือ ค่าความเค้นของวัสดุหรือค่าความแข็งแรงภายใต้แรงกดของวัสดุ
 ϵ คือ ค่าความเครียดของวัสดุหรือค่าความหนาที่เปลี่ยนแปลงไปต่อความหนาเดิม