

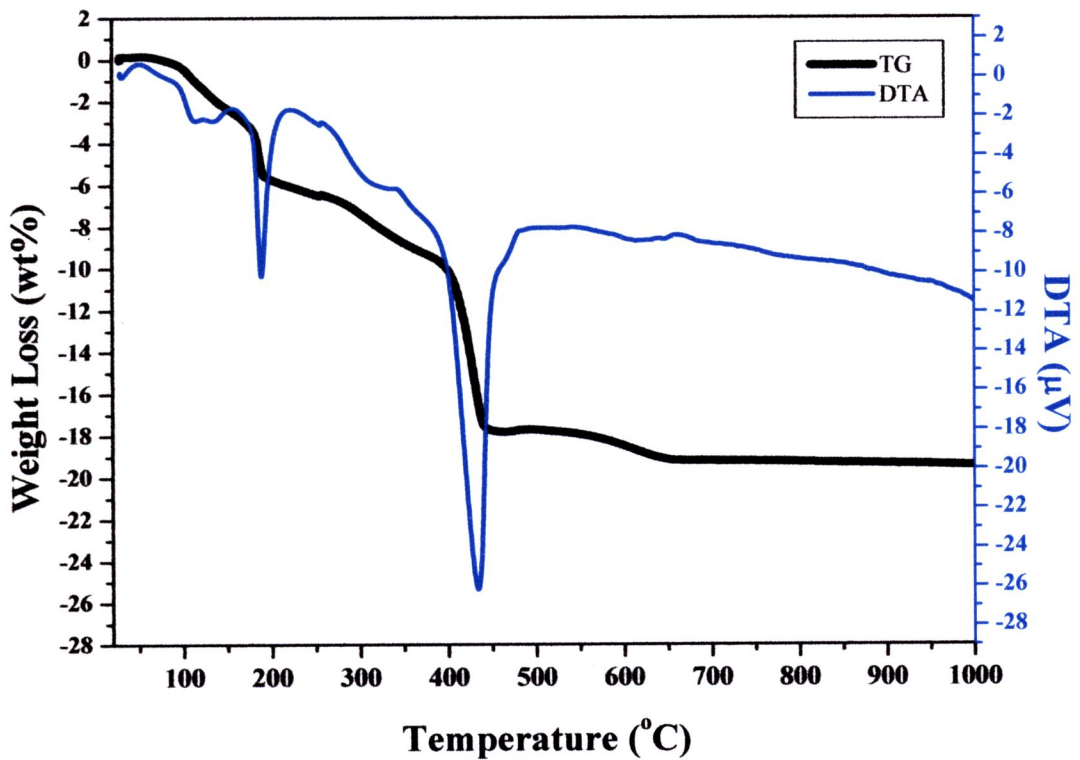
บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ผลการศึกษาวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์

4.1.1 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของ HA โดยเทคนิค TG/DTA

การประมาณอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแคลไซน์ของวัสดุผง HA ที่สังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนทางเคมี สามารถวิเคราะห์ได้โดยเทคนิค TG/DTA ผลการศึกษาแสดงในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของสารที่เปลี่ยนแปลง (เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่ลดลงเทียบกับน้ำหนักเริ่มต้น) กับอุณหภูมิ ดังแสดงในภาพที่ 4.1



ภาพที่ 4.1 การสลายตัวทางความร้อนของวัสดุผง HA (อบที่ 80°C) โดยใช้เทคนิค TG/DTA

จากภาพที่ 4.1 เมื่อพิจารณาจากกราฟ TGA ที่แสดงถึงน้ำหนักของวัสดุผง HA ที่ได้จากการตกตะกอนที่เปลี่ยนแปลงไป เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น พบว่าในช่วงอุณหภูมิห้องจนถึง 200°C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณ 6% ของน้ำหนักเริ่มต้น ซึ่งเป็นการสูญเสียน้ำในวัสดุผง HA ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 200 ถึง 440°C มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักมากที่สุด โดยมีการสูญเสียน้ำหนักประมาณ 18% ของน้ำหนักเริ่มต้น น้ำหนักที่สูญเสียไปเกิดจากการเผาไหม้ของสารประกอบอินทรีย์ในวัสดุผง HA และในช่วงอุณหภูมิ 440 ถึง 650°C เป็นช่วงที่มีการสูญเสียน้ำหนักน้อยประมาณ 20% ของน้ำหนักเริ่มต้น และช่วงอุณหภูมิมากกว่า 650°C เป็นช่วงที่ไม่มีการสูญเสียน้ำหนัก ซึ่งผลดังกล่าวสามารถบอกได้ว่าเริ่มมีการเกิดเฟสของ HA และตามที่โมเลกุลเล็กๆ ของสารประกอบอินทรีย์ทั้งหลายที่โดนเผาออกไป และทำให้ได้อุณหภูมิที่แม่นยำในการแคลไซน์

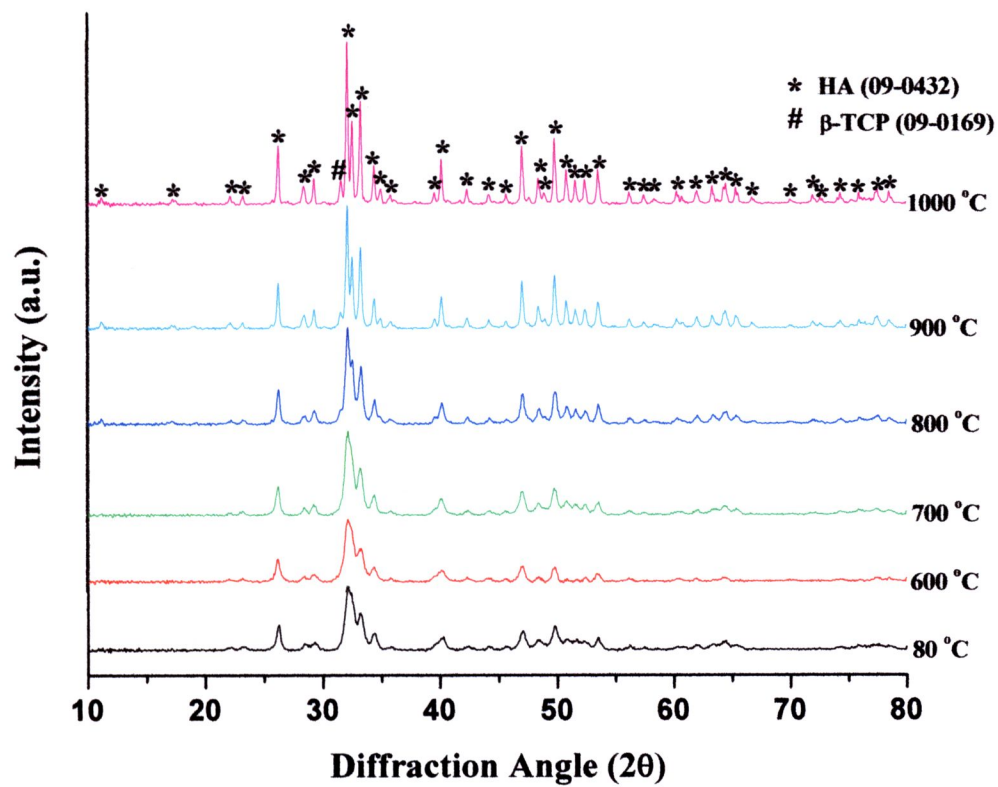
เมื่อพิจารณากราฟ DTA ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 200°C พบว่าเป็นการสลายตัวของน้ำ และในช่วงอุณหภูมิ 440°C พบว่าเป็นการสลายของสารประกอบอินทรีย์ และที่อุณหภูมิประมาณ 550-650°C มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย นั่นแสดงว่าไม่มีการสลายตัวของสารใดๆ อีก ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแคลไซน์คือประมาณ 600°C ในงานวิจัยนี้จึงได้เลือกอุณหภูมิในการแคลไซน์ คือ 600, 700, 800, 900 และ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่ม/ลดอุณหภูมิ คือ 5 องศา/นาที เพื่อใช้ศึกษาการเกิดเฟสของวัสดุผง HA

4.1.2 ผลการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยเทคนิค

XRD

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเกิดเฟสโครงสร้างของวัสดุผง HA ที่อบแห้ง และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยเทคนิค XRD ผลการศึกษาแสดงในรูปแบบของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของการเลี้ยวเบนกับมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยใช้มุม 2 θ เริ่มตั้งแต่ 10-80°C ดังแสดงในภาพที่ 4.2 ผลการทดลองพบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผง HA ที่อบแห้งและแคลไซน์ สอดคล้องกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDs 09-0432) ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะ โกนอล และวัสดุผง HA ที่แคลไซน์ตั้งแต่ 900°C ขึ้นไป พบว่ามีเฟสของ β -TCP เกิดขึ้น (JCPDs 09-0169) ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลในงานวิจัยของ Kumta et al. (2005) และงานวิจัยของ Seo และ Lee (2008)

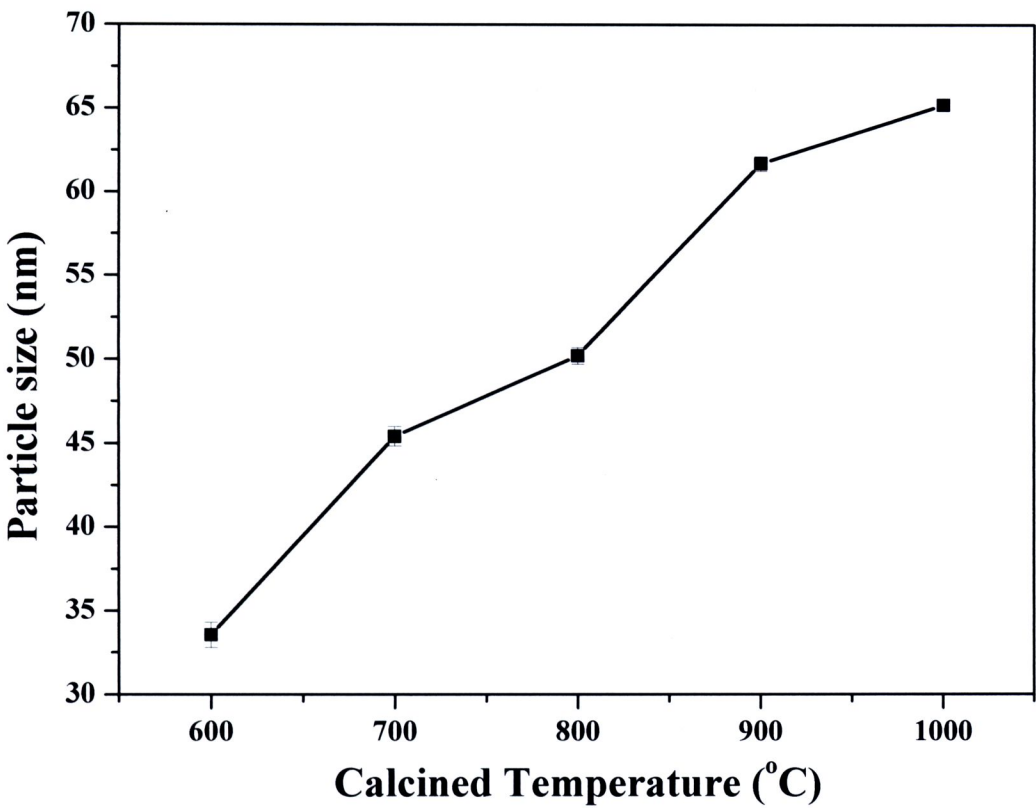
จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถคำนวณขนาดอนุภาคของวัสดุผงได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 โดยคำนวณจากยอดกราฟฐานกว้าง (รายละเอียดวิธีการคำนวณอธิบายในบทที่ 3 หัวข้อ 3.6.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์) ขนาดอนุภาคของวัสดุผง HA ที่อบ 80°C และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 700, 800, 900 และ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีขนาดเท่ากับ 31.70 ± 0.56 , 33.54 ± 0.75 , 45.41 ± 0.58 , 50.19 ± 0.50 , 61.69 ± 0.44 และ 65.22 ± 0.26 nm ตามลำดับ และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ a และ c ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ a และ c ของวัสดุผง HA ที่อบและเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ มีค่าใกล้เคียงกับค่าจากข้อมูลมาตรฐานของวัสดุผง HA (JCPDs 09-0432) ซึ่งลักษณะของพีค XRD พบว่ามีเฟสของ HA เป็นหลัก



ภาพที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD ของวัสดุผง HA ที่อบ 80 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาค และแลตทิซพารามิเตอร์ *a* และ *c* ของวัสดุผง HA ที่อบแห้งและแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิการแคลไซน์	ขนาดอนุภาค (nm)	<i>a</i> (nm)	<i>c</i> (nm)
มาตรฐาน	-	0.9418	0.6884
อบ 80°C/24h	31.70 ± 0.56	0.9448 ± 0.0004	0.6888 ± 0.0004
600°C/2h	33.54 ± 0.75	0.9403 ± 0.0002	0.6843 ± 0.0002
700°C/2h	45.41 ± 0.58	0.9405 ± 0.0002	0.6858 ± 0.0002
800°C/2h	50.19 ± 0.50	0.9421 ± 0.0002	0.6878 ± 0.0002
900°C/2h	61.69 ± 0.44	0.9377 ± 0.0001	0.6842 ± 0.0001
1000°C/2h	65.22 ± 0.26	0.9385 ± 0.0002	0.6849 ± 0.0002



ภาพที่ 4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคกับอุณหภูมิการแคลไซน์ของวัสดุผง HA

4.1.3 ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยเทคนิค FTIR

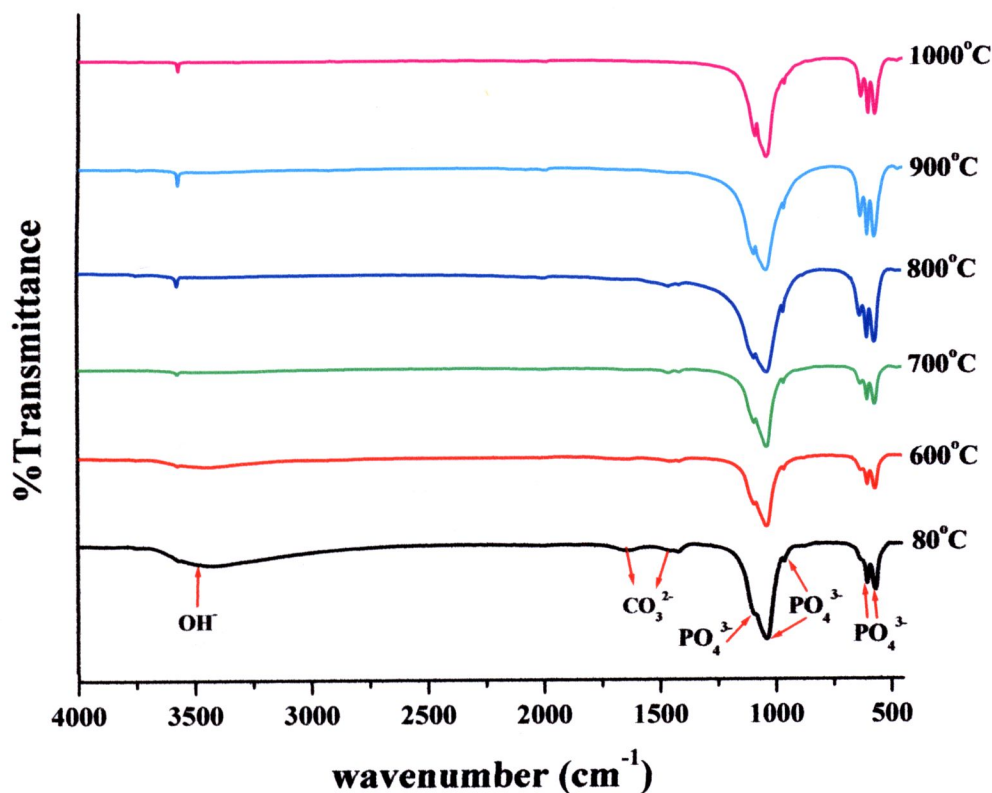
การศึกษาโดยเทคนิค FTIR เป็นการวัดการดูดกลืนคลื่นแสงอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่นตั้งแต่ $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นคลื่นแสงอินฟราเรดอยู่ในช่วง IR ที่มีความถี่ที่ตรงกับความถี่ของการสั่นของพันธะโคเวเลนต์ ในโมเลกุลของสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่พอเหมาะจะเกิดการสั่นของพันธะของโมเลกุล ทำให้โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสงในช่วงเลขคลื่นต่างๆ กันเป็นลักษณะเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด จากนั้นวัดแสงที่ส่งผ่านออกมาแสดงเป็นความสัมพันธ์ของเลขคลื่นกับค่าการส่งผ่านของแสง ซึ่งเรียกว่า “สเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด” เทคนิคนี้เป็นการยืนยันองค์ประกอบโครงสร้างภายในของ HA และเฟสปลอมปนที่เกิดขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 4.4 จากการศึกษาพบว่าวัสดุผง HA ที่อบแห้งและแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ มีลักษณะเส้นสเปกตรัมการส่งผ่านคล้ายคลึงกันทุกตัวอย่าง โดยสเปกตรัมการส่งผ่านที่เกิดขึ้นในแต่ละตำแหน่งของเลขคลื่นต่างๆ สามารถระบุได้ดังตารางที่ 4.2 โดยอ้างอิงจากงานวิจัยของ Prabakaran และ Rajeswari (2009) ที่ได้ทำการศึกษาโครงสร้างและหมู่ฟังก์ชันของวัสดุผง HA ที่เตรียมได้จากการตกตะกอนทางเคมี

จากผลการวิเคราะห์วัสดุผง HA ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าค่าการดูดกลืน (absorption bands) ที่เกิดขึ้นตรงกับเฟสของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD (ภาพที่ 4.2) แต่จากผลการวิเคราะห์ XRD พบว่าที่อุณหภูมิ $900\text{-}1000^{\circ}\text{C}$ มีเฟสของ $\beta\text{-TCP}$ ปลอมปนอยู่เล็กน้อย ซึ่งไม่มีผลต่อโครงสร้างของ HA เนื่องจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มีลักษณะเหมือนกันทุกอุณหภูมิของการแคลไซน์ โดย ค่าการดูดกลืนของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เกิดขึ้นพบว่ามีกลุ่มของหมู่ฟอสเฟต (PO_4^{3-}) คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) และหมู่ไฮดรอกซิล (OH^-) เกิดขึ้นที่ตำแหน่งต่างๆ โดยเฉพาะกลุ่มของ CO_3^{2-} ที่ตำแหน่งเลขคลื่นประมาณ $1400\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ ของการแคลไซน์อุณหภูมิสูงจะถูกขับออกอย่างชัดเจนในภาพที่ 4.4

ตารางที่ 4.2 ตำแหน่งของเลขคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ

Wave number (cm ⁻¹)	Band assignments
3740, 3744	OH stretch
3570, 3572	Structural OH
3418, 3426, 3448, 3441	H ₂ O adsorbed
2920, 2921	CH ₃ group
2851	CH ₂ group
1624, 1628, 1630, 1636	H ₂ O adsorbed (ν ₂)
1090, 1093, 1098, 1099	PO ₄ bend ν ₃
1028, 1035, 1042, 1050	PO ₄ bend ν ₃
961, 962	PO ₄ stretch ν ₁
630, 631, 632	Structural OH
602, 603, 605	PO ₄ bend ν ₄
562, 563, 565	PO ₄ bend ν ₄

(ดัดแปลงจาก Prabakaran and Rajeswari, 2009)

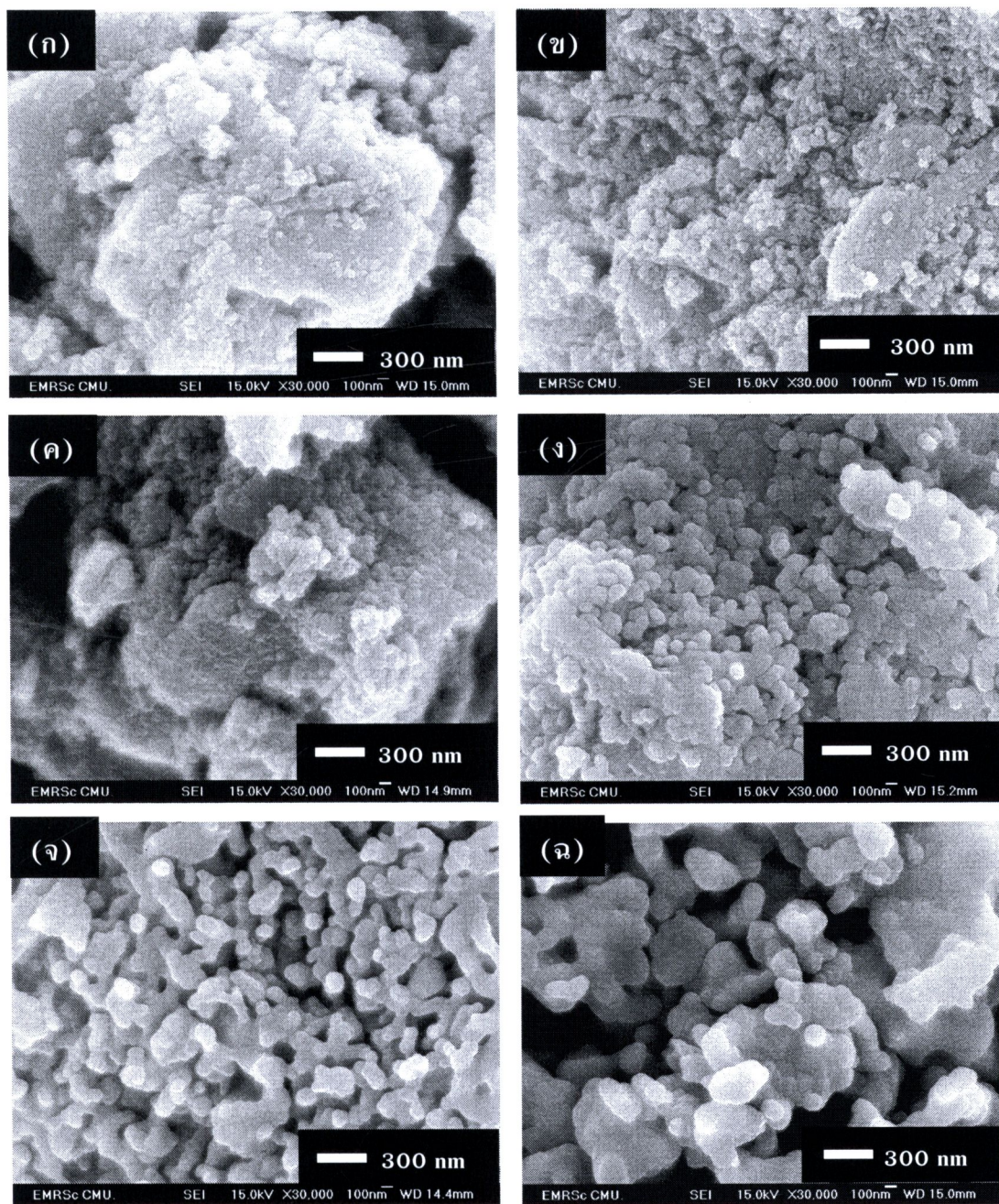


ภาพที่ 4.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผง HA ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.1.4 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยเทคนิค SEM

การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุผง HA ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเทคนิค SEM ด้วยกำลังขยาย 30,000 และ 70,000 เท่า แสดงดังภาพที่ 4.5 และ 4.6 จากภาพจะเห็นว่าวัสดุผง HA ที่ได้มีลักษณะคล้ายคลึงกันในทุกสารตัวอย่าง นั่นคือมีลักษณะเป็นเม็ดค่อนข้างกลมและมีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคขนาดเล็กจำนวนมาก และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์ให้สูงขึ้นพบว่าอนุภาค มีขนาดใหญ่ขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาที่ได้จาก XRD และเมื่อพิจารณาขนาดอนุภาคพบว่าอนุภาคของวัสดุผง HA มีขนาดเล็กกว่า 100 nm ซึ่งสอดคล้องกับการคำนวณหาขนาดอนุภาคฐานฟลักกว้าง ได้ขนาดอนุภาคน้อยกว่า 100 nm

จากภาพที่ 4.6 ภาพถ่าย SEM ของวัสดุผง HA ที่ผ่านการแคลไซน์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 600, 700, 800, 900 และ 1000°C พบว่าที่อุณหภูมิ 800, 900 และ 1000°C อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งน่าจะเกิดการหลอมเข้าหากันเป็นก้อน ทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นและยังอยู่ในช่วง 100 nm ซึ่งสอดคล้องกับผลของ XRD



ภาพที่ 4.5 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 30,000 เท่า ของวัสดุผง HA ที่ผ่านการแคลไซน์ตั้งแต่ 600-1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ก) อบแห้งที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

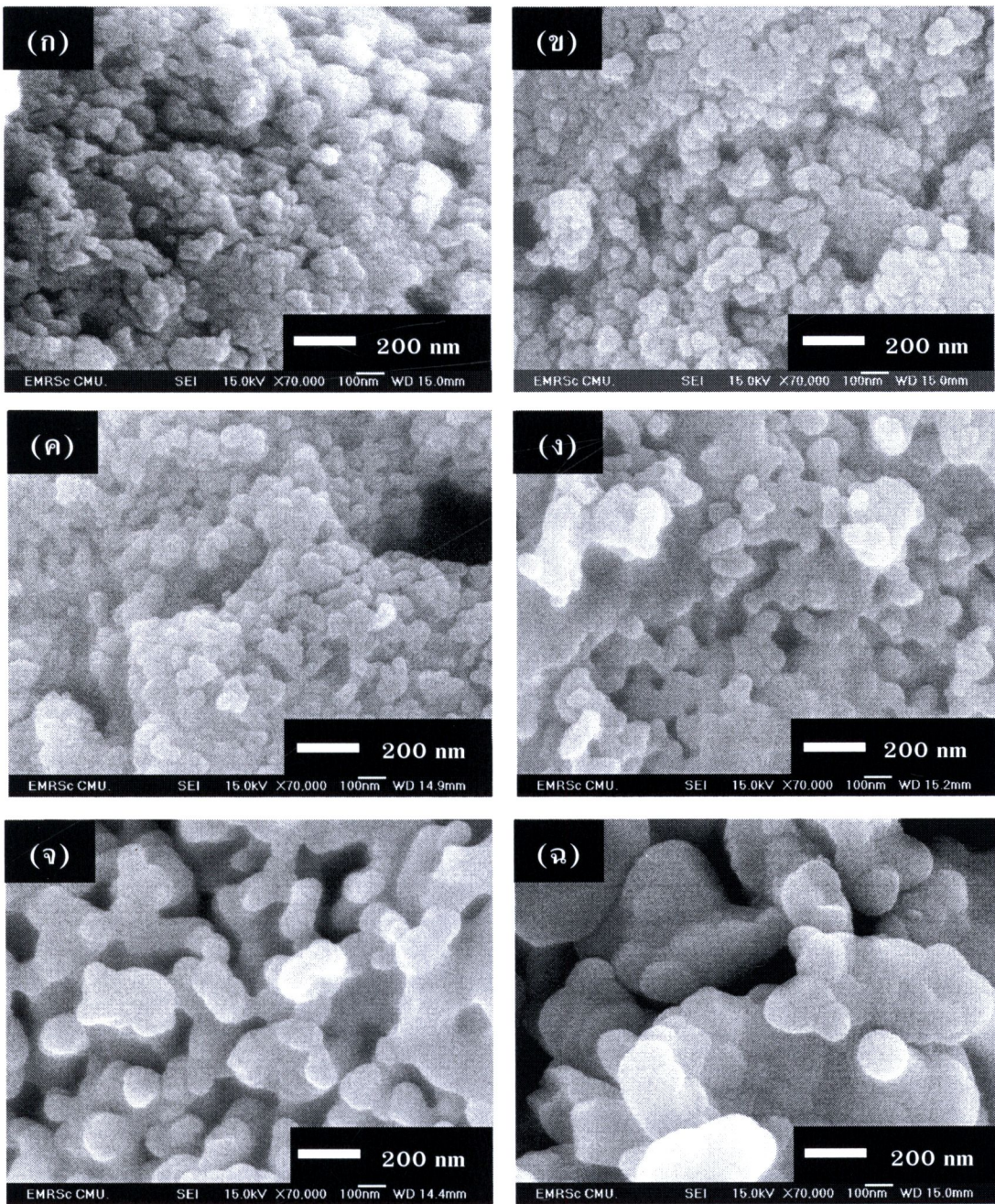
(ค) แคลไซน์ที่ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(จ) แคลไซน์ที่ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ข) แคลไซน์ที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ง) แคลไซน์ที่ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ฉ) แคลไซน์ที่ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 4.6 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 70,000 เท่า ของวัสดุผง HA ที่ผ่านการแคลไซน์ตั้งแต่ 600-1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ก) อบแห้งที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

(ค) แคลไซน์ที่ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(จ) แคลไซน์ที่ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ข) แคลไซน์ที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ง) แคลไซน์ที่ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ฉ) แคลไซน์ที่ 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

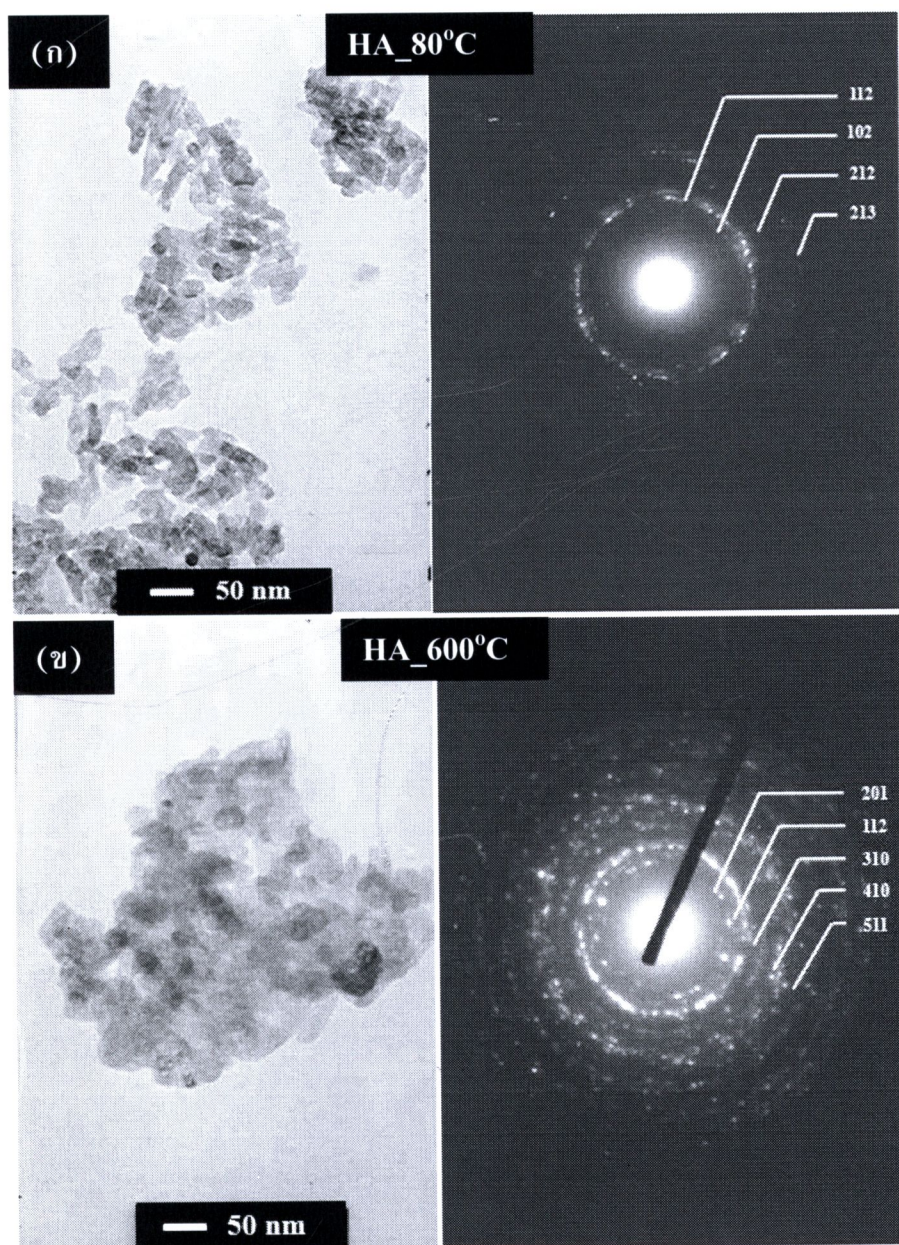
4.1.5 ผลการศึกษาโครงสร้างเฟสและลักษณะอนุภาคของวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยเทคนิค TEM

สำหรับการศึกษาวัสดุผง HA ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งผ่านที่ความต่างศักย์ 200 kV และกำลังขยาย 200,000 เท่า ดังแสดงภาพที่ 4.7 ในการศึกษาด้วยเทคนิค TEM นี้มีวัตถุประสงค์เพื่อต้องการหาโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นในวัสดุผง HA ที่เตรียมได้โดยการพิจารณาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน เพื่อใช้ในการยืนยันผลที่ได้จากเทคนิค XRD และ FTIR รวมทั้งการศึกษาลักษณะสัณฐานและขนาดของอนุภาคได้

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของวัสดุผง HA ที่เตรียมได้นี้หาได้จากการคำนวณค่าระยะห่างระหว่างระนาบหรือค่า d จากสมการ (3.3) แล้วทำการเปรียบเทียบค่า d ที่คำนวณได้กับค่า d จากฐานข้อมูลอ้างอิงของสาร HA (JCPDs 09-0432) จากการศึกษาพบว่าอนุภาคผงของ HA ที่ได้มีลักษณะรูปร่างคล้ายทรงกลม มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 50 nm สำหรับวัสดุผง HA ที่แคลไซน์ 800, 900 และ 1000°C มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยประมาณ 100 nm ซึ่งเห็นได้อย่างชัดเจนว่าขนาดอนุภาคมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่มีลักษณะเป็นวงกลมบ่งบอกได้ว่าวัสดุผง HA ในบริเวณที่ศึกษามีโครงสร้างภายในเป็นแบบพหุผลึก และจากการวิเคราะห์โครงสร้างเฟสโดยการคำนวณเปรียบเทียบค่า d กับฐานข้อมูลอ้างอิงที่กล่าวข้างต้นซึ่งได้แสดงในตารางที่ 4.3 สังเกตได้ว่า วัสดุผง HA มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล ซึ่งสอดคล้องกันกับผลที่ได้จากเทคนิค XRD, SEM และ FTIR

ตารางที่ 4.3 ผลการคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบเพื่อระบุโครงสร้างเฟสที่มีภายในอนุภาค HA แคลไซน์
ที่อุณหภูมิ 600-900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (H : Hexagonal)

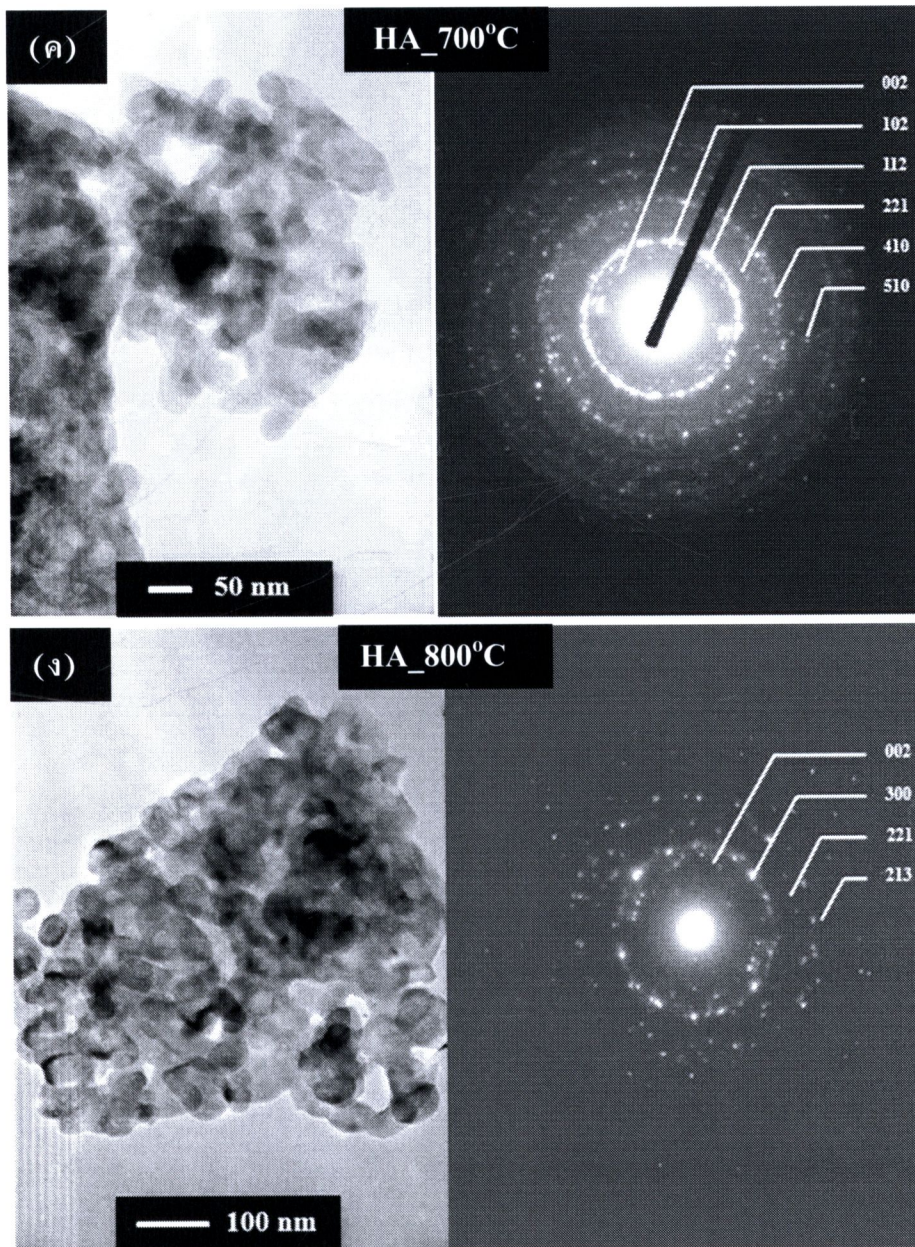
สารตัวอย่าง	วงที่	r (mm)	d _{คำนวณ} (Å)	d _{มาตรฐาน} (Å)	โครงสร้าง	ระนาบ
HA_80°C	1	8.05	3.1009	3.1700	H	102
	2	9.05	2.7583	2.7780	H	112
	3	10.90	1.8491	1.8410	H	212
	4	13.50	2.2902	2.2960	H	213
HA_600°C	1	7.00	3.5661	3.5100	H	201
	2	9.00	2.7737	2.7780	H	112
	3	11.00	2.2694	2.2620	H	310
	4	14.00	1.7831	1.7800	H	410
	5	17.40	1.4346	1.4330	H	511
HA_700°C	1	7.35	3.3963	3.4400	H	002
	2	8.00	3.1204	3.1700	H	102
	3	9.05	2.7583	2.7780	H	112
	4	11.25	2.2189	2.2280	H	221
	5	14.05	1.7767	1.7800	H	410
	6	17.05	1.4641	1.4650	H	510
HA_800°C	1	7.25	3.4432	3.4400	H	002
	2	9.10	2.7432	2.7200	H	300
	3	11.35	2.1994	2.2280	H	221
	4	13.70	1.8221	1.8410	H	213
HA_900°C	1	7.30	3.4196	3.4400	H	002
	2	7.95	3.1400	3.1700	H	102
	3	8.90	2.8048	2.8140	H	211
	4	11.20	2.2288	2.2280	H	221
	5	13.80	1.8089	1.8060	H	321
HA_1000°C	1	9.80	5.0945	5.2600	H	101
	2	7.00	3.5661	3.5100	H	201
	3	8.85	2.8207	2.8140	H	211
	4	13.57	1.8396	1.8410	H	213



ภาพที่ 4.7 ภาพถ่าย TEM และรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของวัสดุผง HA ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ
ต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ก) อบแห้ง

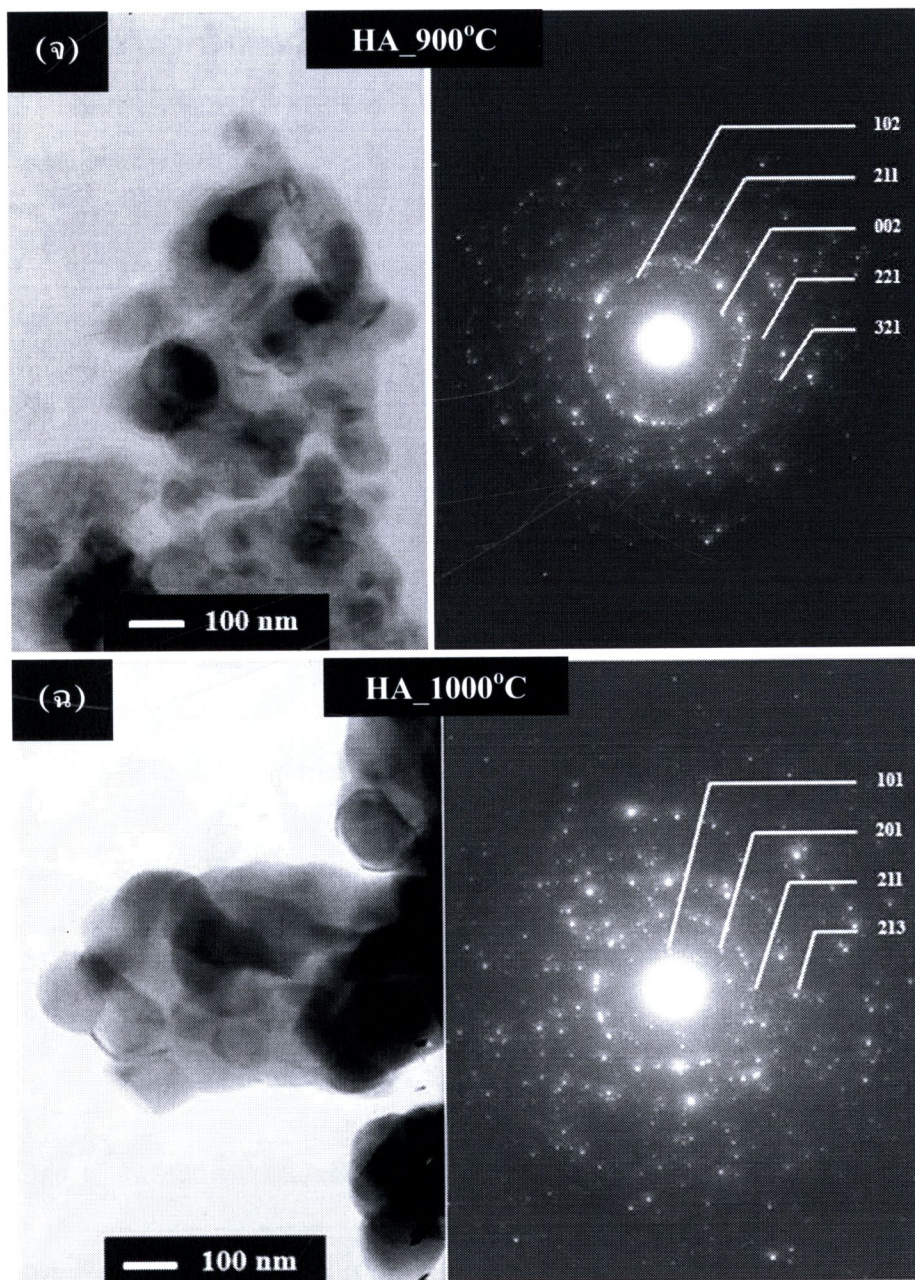
(ข) แคลไซน์ 600°C



ภาพที่ 4.7 ภาพถ่าย TEM และรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของวัสดุผง HA ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ
ต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ต่อ)

(ค) แคลไซน์ 700°C

(ง) แคลไซน์ 800°C



ภาพที่ 4.7 ภาพถ่าย TEM และรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของวัสดุผง HA ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ
 ต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ต่อ)
 (จ) แคลไซน์ 900°C
 (ฉ) แคลไซน์ 1000°C

4.2 ผลการศึกษาวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีซิลิกอนในโครงสร้าง

4.2.1 ผลการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างของวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีซิลิกอนในโครงสร้าง โดยเทคนิค XRD

สำหรับการศึกษาการเกิดเฟสโครงสร้างของวัสดุผง SiHA ที่มีปริมาณการเติมซิลิกอนใน HA ตั้งแต่ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 wt% โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แสดงดังภาพที่ 4.8-4.11 จากการวิเคราะห์วัสดุผง SiHA ด้วยเทคนิค XRD พบว่าเฟสหลักที่เกิดขึ้นเป็นเฟสของไฮดรอกซีอะพาไทต์ทั้งหมด นั้นแสดงว่าการแทนที่ด้วยซิลิกอนภายในแลตทิซ HA และไม่มีผลต่อเฟสของ HA ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Balamurugan et al. (2008) และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการแคลไซน์พบว่าไม่มีเฟสของแคลเซียมซิลิเกต (Ca_2SiO_4) และเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต ($\beta\text{-TCP}$) ปรากฏขึ้นเลย ดังแสดงในภาพที่ 4.9-4.11

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สามารถคำนวณขนาดอนุภาคของวัสดุผง SiHA ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.4 โดยคำนวณจากยอดกราฟฐานกว้าง (รายละเอียดวิธีการคำนวณอธิบายในบทที่ 3 หัวข้อ 3.6.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์) ขนาดอนุภาคของวัสดุผง SiHA ที่อบแห้งและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 700 และ 800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าปริมาณซิลิกอนที่เติมใน HA เท่ากับ 4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีขนาดอนุภาคเล็กลงทุกอุณหภูมิการแคลไซน์ ดังแสดงในภาพที่ 4.12 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Arcos และคณะ (2004) นอกจากนี้ยังสามารถคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ a และ c ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.4 พบว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ a และ c ของวัสดุผง SiHA ที่เติมซิลิกอนใน HA ตั้งแต่ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 wt% มีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเปอร์เซ็นต์ซิลิกอนเพิ่มขึ้น เนื่องมาจากซิลิกอนไปแทนที่ตำแหน่งของหมู่ฟอสเฟตในโครงสร้างของ HA จึงทำให้ค่าแลตทิซ a และ c มีค่าเพิ่มขึ้น เพราะความยาวพันธะของ Si-O ยาวกว่า 5.53% ของความยาวพันธะของ P-O (Chappell and Bristowe, 2007)

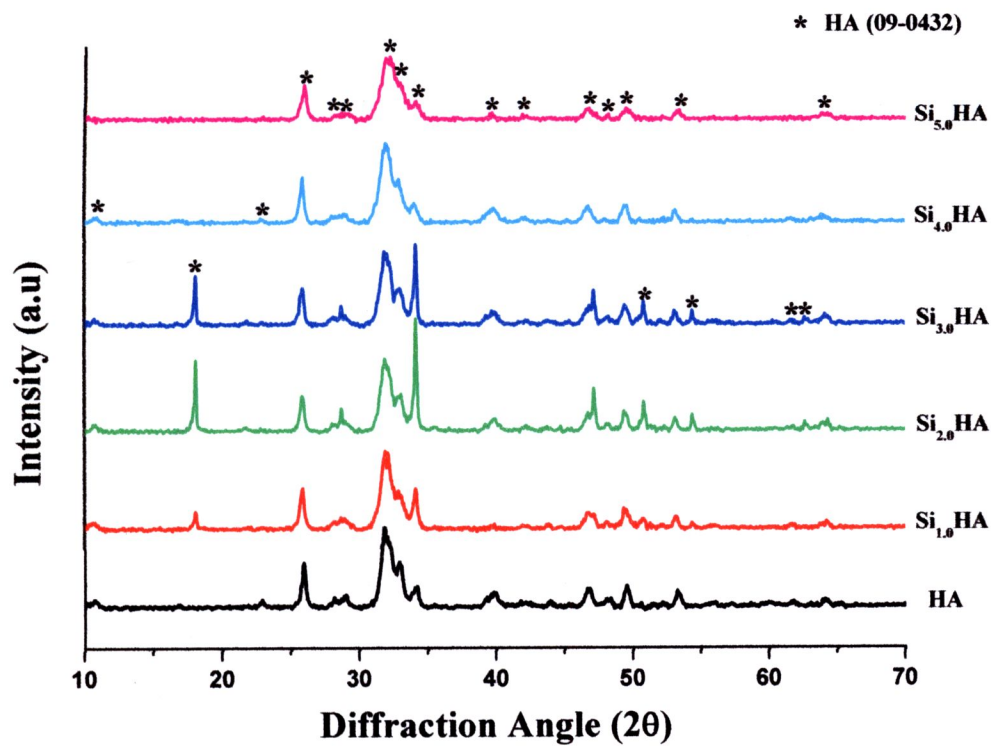
จากภาพที่ 4.8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผง HA ที่มีปริมาณการเติมซิลิกอนที่แตกต่างกัน และอบแห้งที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์บ่งชี้การเกิดเฟสของ HA เท่านั้น โดยไม่พบเฟสอื่นเลย ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุมการเลี้ยวเบนประมาณ 18° พบว่าเกิดจากการเลี้ยวเบนเฉพาะการเติมซิลิกอน 1, 2 และ 3 wt% ใน HA และที่มุมการเลี้ยวเบนประมาณ 34° พบว่าค่า Intensity เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด แสดงดังภาพที่ 4.8 สาเหตุอาจเนื่องมาจากปริมาณการเติมซิลิกอนเข้าไปใน HA ซึ่งอาจจะเป็นการไปรบกวนโครงสร้างภายในแลตทิซของ HA จึงทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างเห็นได้ชัดเจน

จากภาพที่ 4.9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผง HA ที่เติมซิลิกอนในปริมาณแตกต่างกัน และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์บ่งชี้การเกิดเฟสของ HA ทุกเงื่อนไข แต่เงื่อนไขที่เติมซิลิกอน 1 และ 2 wt% พบว่าเกิดเฟสของแคลเซียมซิลิเกตปลอมปนเล็กน้อย จึงทำให้เกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แตกต่างจากทุกเงื่อนไขเพียงเล็กน้อย แสดงดังภาพที่ 4.9 และที่เติมซิลิกอน 3 wt% ใน HA สังเกตเห็นว่าที่มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ประมาณ 18° พบว่าพิกที่เกิดขึ้นก่อนแคลไซน์มีค่า Intensity สูงมาก แต่เมื่อแคลไซน์ที่ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่า พิกที่เกิดขึ้นหายไปอาจเนื่องมาจากขีดความจำกัดในการแทนที่โครงสร้างของ HA อยู่ที่ปริมาณการเติมซิลิกอนที่ 3 wt%

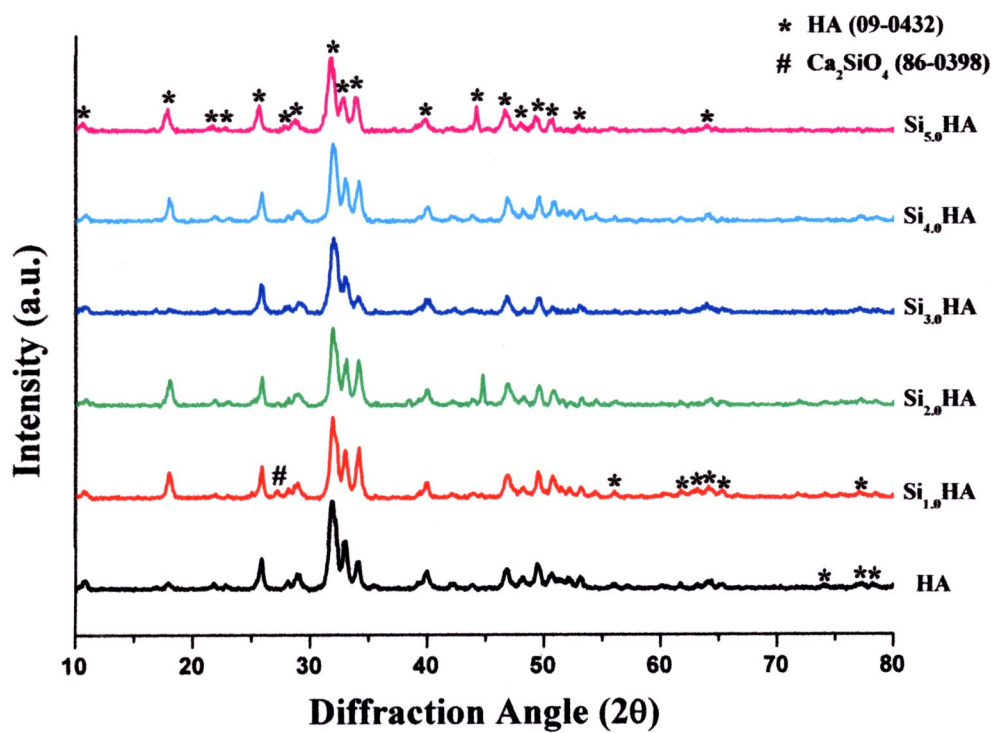
จากภาพที่ 4.10 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผง HA ที่มีปริมาณการเติมซิลิกอนในสัดส่วนที่แตกต่างกัน และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์บ่งชี้ว่าเกิดเฟสของ HA ทุกเงื่อนไข แต่เงื่อนไขที่เติมซิลิกอน 2 และ 4 wt% พบการเกิดเฟสของ แคลเซียมซิลิเกตเพียงเล็กน้อย จึงทำให้เกิดการรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์แตกต่างจากทุกเงื่อนไขเพียงเล็กน้อย และเงื่อนไขที่เติมซิลิกอน 0 wt% หรือ HA บริสุทธิ์ พบว่าเกิดเฟสของ β -TCP เล็กน้อย ซึ่งมันมีความเป็นไปได้เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์ เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสาร HA ดังที่เขียนไว้ในสมการที่ 5 (บทที่ 2 บรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง) แสดงดังภาพที่ 4.10 และที่ 3 wt% พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์คล้ายกับภาพที่ 4.9

จากภาพที่ 4.11 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผง HA ที่มีปริมาณการเติมซิลิกอนในสัดส่วนที่แตกต่างกัน และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์บ่งชี้ว่าเกิดเฟสของ HA ทุกเงื่อนไข แต่เงื่อนไขที่เติมซิลิกอน 5 wt% พบการเกิดเฟสของแคลเซียมซิลิเกต และเฟสของ β -TCP เพียงเล็กน้อย และที่เงื่อนไขการเติมซิลิกอน 0 wt% หรือ HA บริสุทธิ์ พบการเกิดเฟสของ β -TCP ที่มุมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เดียวกัน คือประมาณ 37° แสดงดังภาพที่ 4.11 และที่ 3 wt% พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์คล้ายกับภาพที่ 4.9

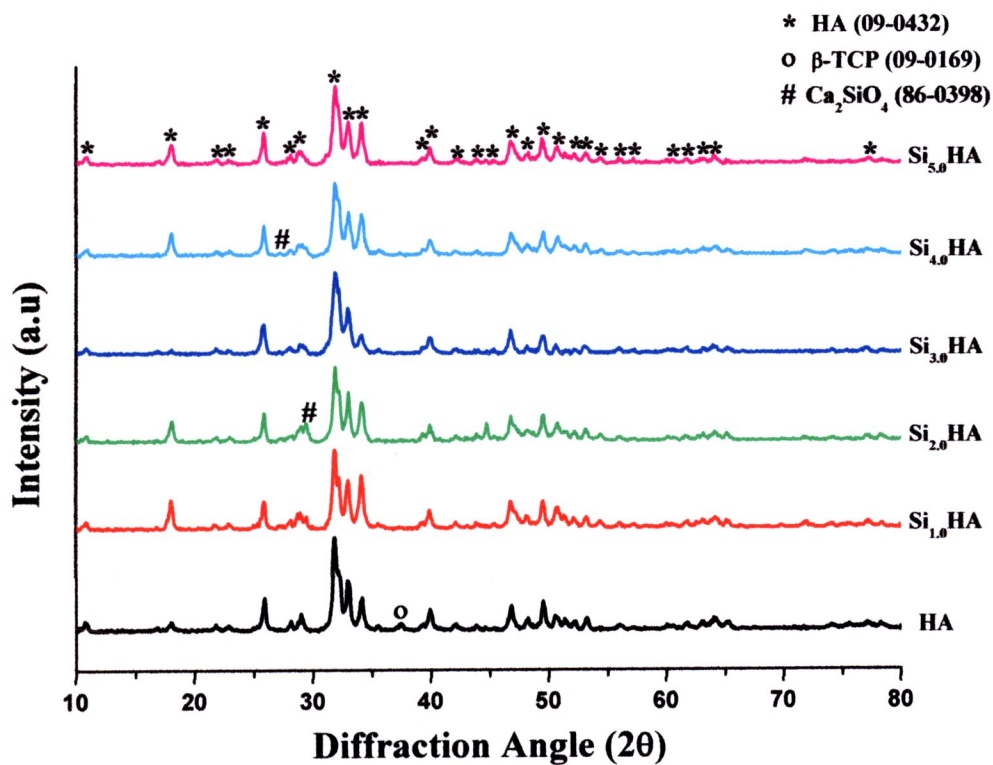
จากผลการวิเคราะห์ XRD ทุกเงื่อนไขพบว่าเฟสหลักที่เกิดขึ้นเป็นเฟสของ HA และเมื่ออุณหภูมิการแคลไซน์เพิ่มขึ้น พบว่าเกิดเฟสปลอมปน คือ เฟสของ β -TCP และแคลเซียมซิลิเกตเพียงเล็กน้อย ซึ่งทำให้มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยในโครงสร้างของ HA แต่สิ่งที่สังเกตเห็นได้ คือ ทุกเงื่อนไขในการเติมซิลิกอนที่ต่างกัันและทุกอุณหภูมิการแคลไซน์ ยังคงมี HA เป็นเฟสหลัก แสดงดังภาพที่ 4.8-4.11



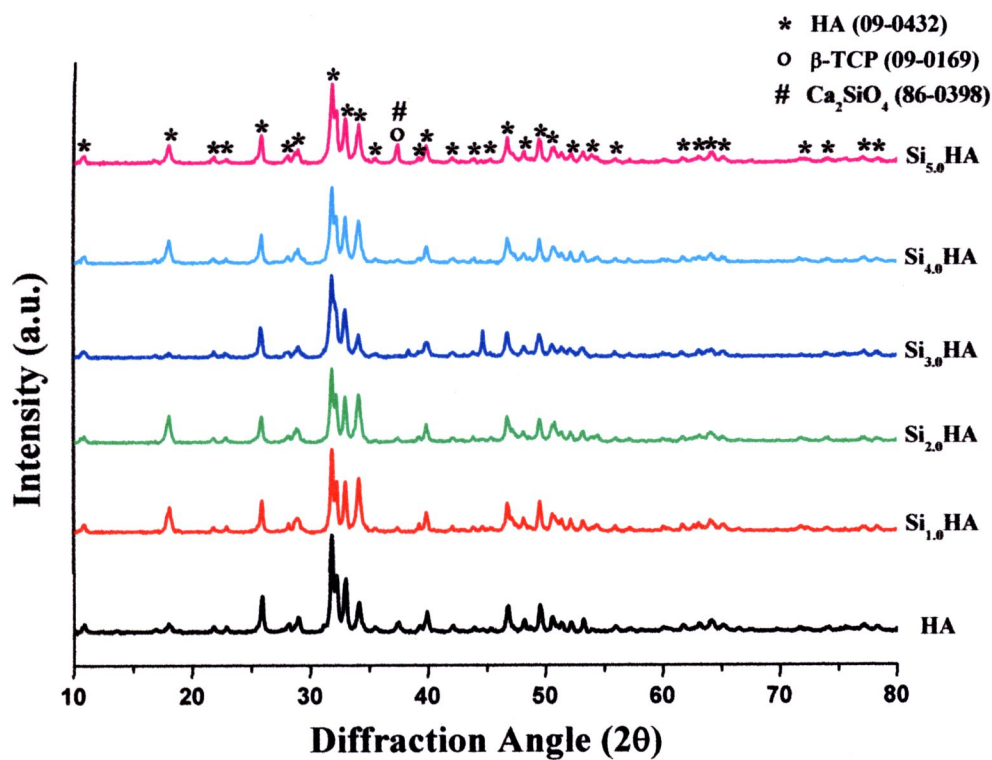
ภาพที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD ของวัสดุผง SiHA ที่อบ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



ภาพที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD ของวัสดุผง SiHA ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



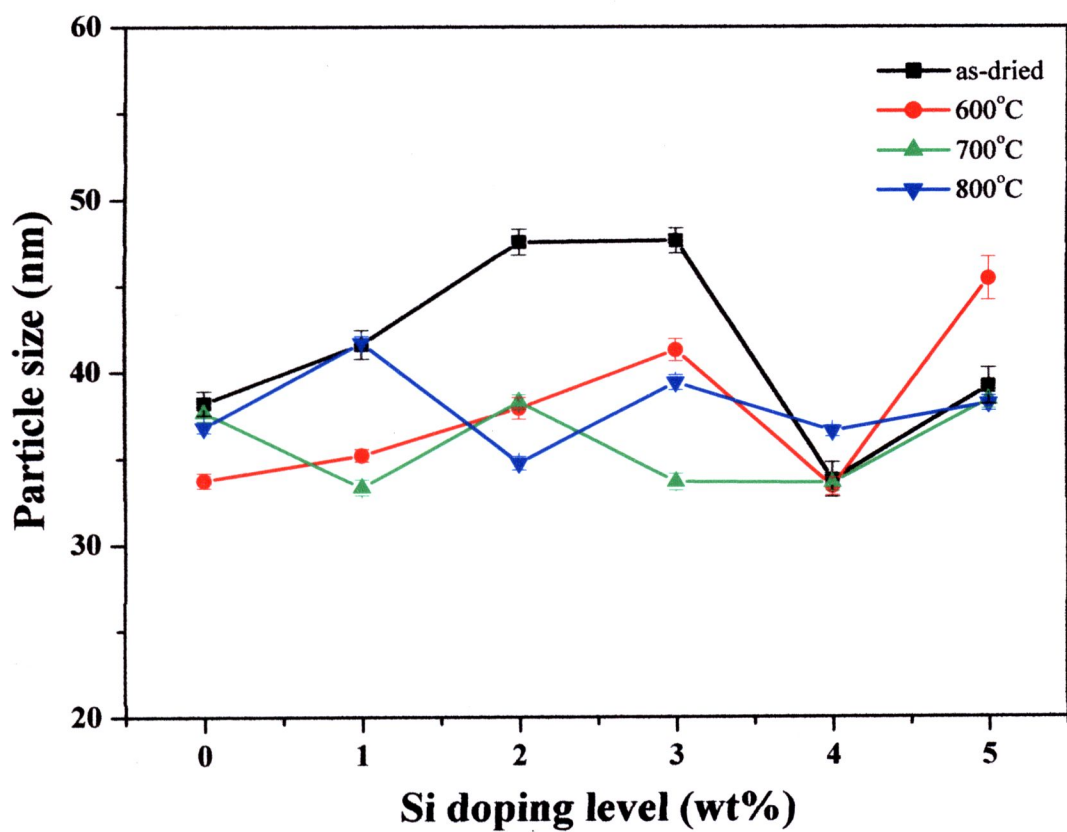
ภาพที่ 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD ของวัสดุผสม SiHA ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



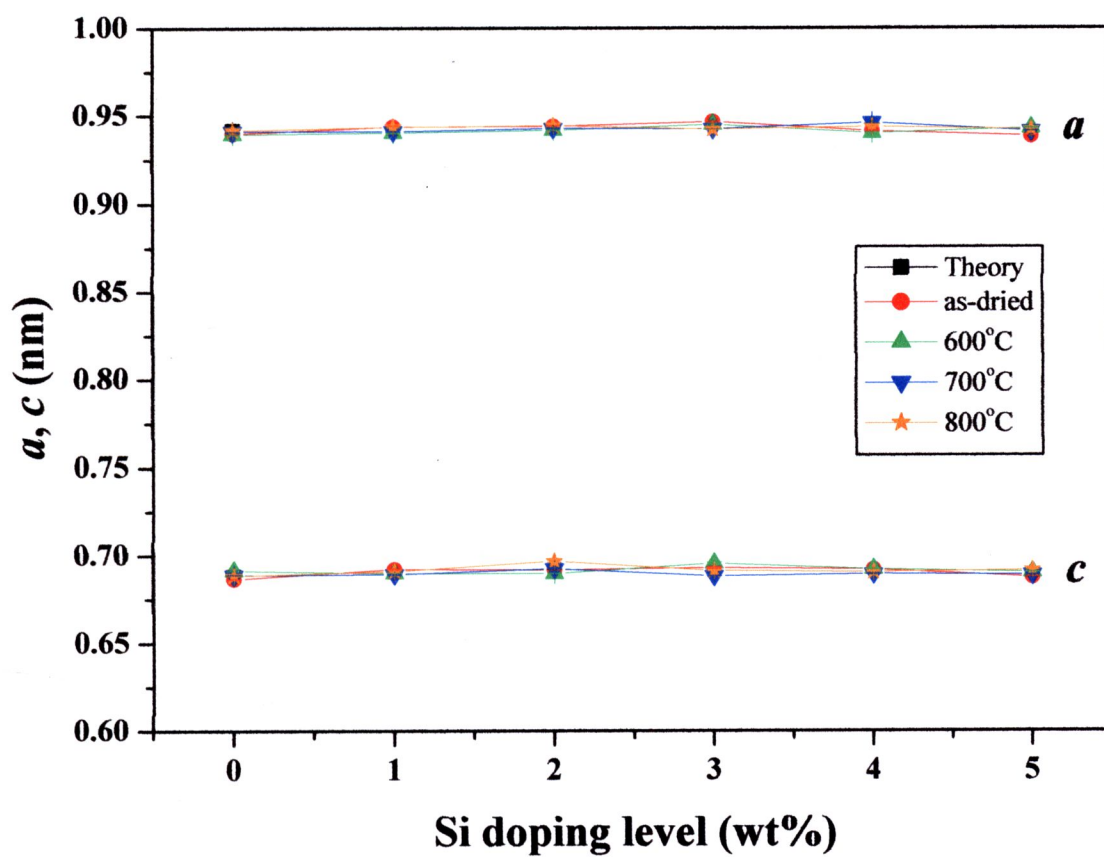
ภาพที่ 4.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากเทคนิค XRD ของวัสดุผง SiHA ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคและแลตทิซพารามิเตอร์ *a* และ *c* ของวัสดุผง SiHA ที่เติม Si ตั้งแต่ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 wt%

ชื่อสารตัวอย่าง		อุณหภูมิ/เวลา ในการแคลไซน์	ขนาดอนุภาค (nm)	<i>a</i> (nm)	<i>c</i> (nm)
HA มาตรฐาน		-	-	0.9418	0.6884
HA การทดลอง		อบ 90°C/24h	38.19 ± 0.70	0.9399 ± 0.0001	0.6867 ± 0.0001
SiHA	Si 1 wt%	อบ 90°C/24h	41.59 ± 0.83	0.9437 ± 0.0005	0.6923 ± 0.0005
	Si 2 wt%	อบ 90°C/24h	47.55 ± 0.76	0.9440 ± 0.0002	0.6919 ± 0.0002
	Si 3 wt%	อบ 90°C/24h	47.63 ± 0.73	0.9465 ± 0.0004	0.6931 ± 0.0004
	Si 4 wt%	อบ 90°C/24h	33.76 ± 1.01	0.9412 ± 0.0002	0.6921 ± 0.0002
	Si 5 wt%	อบ 90°C/24h	39.13 ± 1.06	0.9384 ± 0.0001	0.6876 ± 0.0001
HA การทดลอง		600°C/4h	33.75 ± 0.44	0.9395 ± 0.0001	0.6915 ± 0.0001
SiHA	Si 1 wt%	600°C/4h	35.20 ± 0.37	0.9403 ± 0.0002	0.6900 ± 0.0002
	Si 2 wt%	600°C/4h	37.90 ± 0.63	0.9417 ± 0.0002	0.6899 ± 0.0002
	Si 3 wt%	600°C/4h	41.26 ± 0.63	0.9449 ± 0.0007	0.6956 ± 0.0007
	Si 4 wt%	600°C/4h	33.37 ± 0.52	0.9400 ± 0.0002	0.6922 ± 0.0002
	Si 5 wt%	600°C/4h	45.39 ± 1.26	0.9428 ± 0.0002	0.6904 ± 0.0002
HA การทดลอง		700°C/4h	37.65 ± 0.50	0.9411 ± 0.0002	0.6889 ± 0.0002
SiHA	Si 1 wt%	700°C/4h	33.34 ± 0.46	0.9412 ± 0.0002	0.6894 ± 0.0002
	Si 2 wt%	700°C/4h	38.27 ± 0.43	0.9428 ± 0.0004	0.6927 ± 0.0004
	Si 3 wt%	700°C/4h	33.65 ± 0.50	0.9424 ± 0.0001	0.6883 ± 0.0001
	Si 4 wt%	700°C/4h	33.59 ± 0.49	0.9460 ± 0.0004	0.6895 ± 0.0004
	Si 5 wt%	700°C/4h	38.36 ± 0.52	0.9412 ± 0.0001	0.6889 ± 0.0001
HA การทดลอง		800°C/4h	36.80 ± 0.30	0.9417 ± 0.0001	0.6886 ± 0.0001
SiHA	Si 1 wt%	800°C/4h	41.69 ± 0.39	0.9436 ± 0.0004	0.6911 ± 0.0004
	Si 2 wt%	800°C/4h	34.75 ± 0.39	0.9443 ± 0.0006	0.6969 ± 0.0006
	Si 3 wt%	800°C/4h	39.39 ± 0.44	0.9422 ± 0.0003	0.6914 ± 0.0003
	Si 4 wt%	800°C/4h	36.55 ± 0.32	0.9436 ± 0.0003	0.6905 ± 0.0003
	Si 5 wt%	800°C/4h	38.15 ± 0.44	0.9420 ± 0.0001	0.6916 ± 0.0001



ภาพที่ 4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคกับปริมาณการเติม Si ในวัสดุผง HA ที่อบแห้งและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



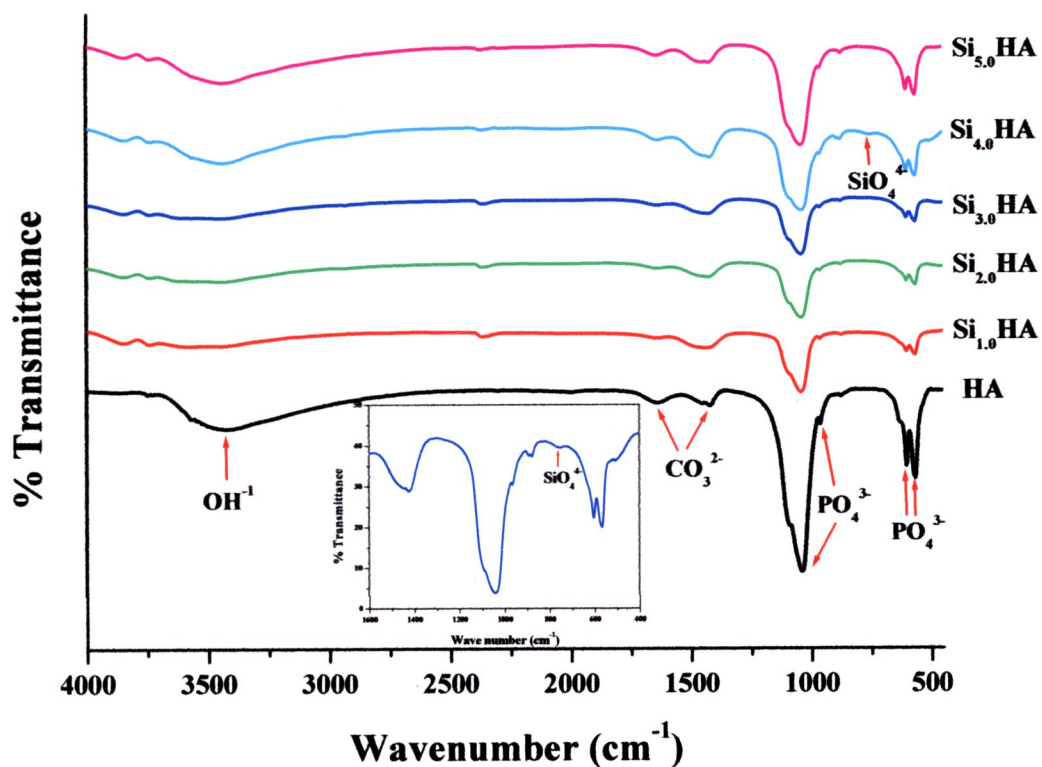
ภาพที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแลตทิซพารามิเตอร์ a และ c กับปริมาณการเติม Si ในวัสดุผง HA ที่อบแห้ง และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.2.2 ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบของวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีซิลิกอนในโครงสร้าง (SiHA) โดยเทคนิค FTIR

จากผลการวิเคราะห์วัสดุผง SiHA ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าค่าการดูดกลืนที่เกิดขึ้นตรงกับเฟสของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD แต่จากผลการวิเคราะห์ XRD พบว่าที่อุณหภูมิ 600-800°C มีเฟสของ β -TCP และแคลเซียมซิลิเกตเจือปนอยู่เล็กน้อย ซึ่งทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปลี่ยนแปลงเล็กน้อย ดังภาพที่ (4.9-4.11) สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มีลักษณะคล้ายๆ กัน คือ เมื่อมีปริมาณการเติมซิลิกอนใน HA เพิ่มขึ้น พบว่าตำแหน่งเลขคลื่นเท่ากับ 567 กับ 602 cm^{-1} ซึ่งเป็นกลุ่มของหมู่ฟอสเฟตมีค่าลดลง ซึ่งสังเกตได้จากภาพที่ 4.14-4.17 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Seet (2009)

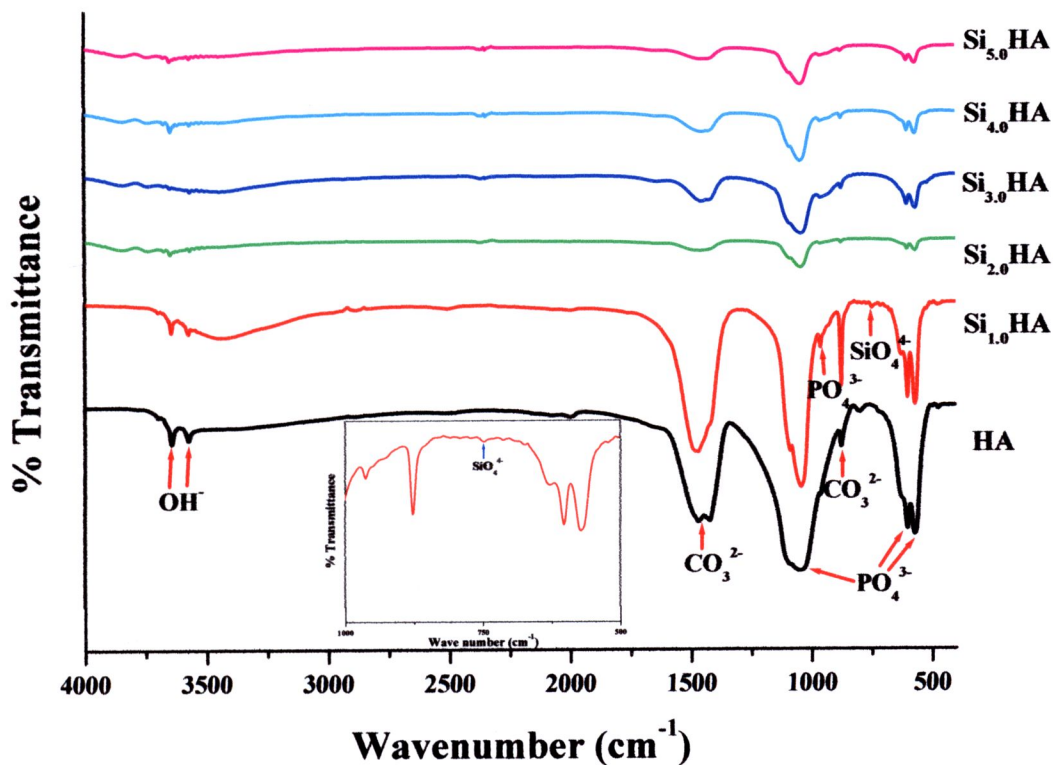
ภาพที่ 4.14 เป็นการวิเคราะห์วัสดุผง SiHA ที่มีปริมาณการเติมซิลิกอนใน HA คือ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 wt% และยังไม่ได้แคลไซน์ ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าค่าการดูดกลืนที่เกิดขึ้นตรงกับเฟสของไฮดรอกซีอะพาไทต์ทุกเงื่อนไข ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มีลักษณะคล้ายๆ กัน คือ เมื่อมีปริมาณการเติมซิลิกอนใน HA เพิ่มขึ้น พบว่าตำแหน่งของเลขคลื่นเท่ากับ 567 กับ 602 cm^{-1} ซึ่งเป็นกลุ่มของหมู่ฟอสเฟตมีค่าลดลง และจากภาพที่ 4.14 สังเกตเห็นว่าสารตัวอย่าง $\text{Si}_{4.0}\text{HA}$ พบว่าเกิดหมู่ของ SiO_4^{4-} ที่ตำแหน่งของเลขคลื่นเท่ากับ 752 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Seet (2009)

ภาพที่ 4.15-4.17 เป็นการวิเคราะห์วัสดุผง SiHA ที่มีปริมาณการเติมซิลิกอนใน HA คือ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 wt% และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 700 และ 800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าค่าการดูดกลืนที่เกิดขึ้นตรงกับเฟสของไฮดรอกซีอะพาไทต์ทุกเงื่อนไข ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มีลักษณะคล้ายๆ กัน คือ เมื่อมีปริมาณการเติมซิลิกอนใน HA เพิ่มขึ้น พบว่าตำแหน่งเลขคลื่นเท่ากับ 567 กับ 602 cm^{-1} ซึ่งเป็นกลุ่มของหมู่ฟอสเฟตมีค่าลดลง เนื่องจากซิลิกอนเข้าไปแทนที่ในตำแหน่งของหมู่ฟอสเฟตของ HA และจากภาพที่ 4.15 สังเกตเห็นว่าสารตัวอย่าง $\text{Si}_{1.0}\text{HA}$ พบว่าเกิดหมู่ของ SiO_4^{4-} ที่ตำแหน่งเลขคลื่นเท่ากับ 750 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Seet (2009)

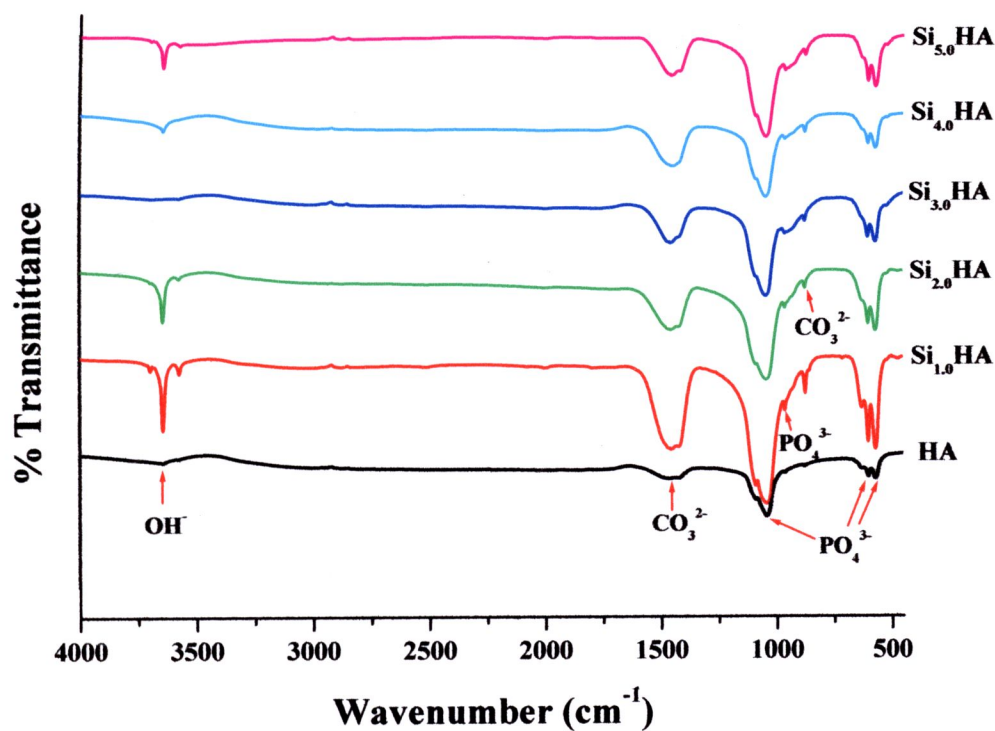


ภาพที่ 4.14 สเปกตรัม FTIR ของวัสดุผง HA และ SiHA ที่ยังไม่แคลไซน์ ได้แก่ HA บริสุทธิ์, $\text{Si}_{1.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 1 wt%, $\text{Si}_{2.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 2 wt%, $\text{Si}_{3.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 3 wt%, $\text{Si}_{4.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 4 wt% และ $\text{Si}_{5.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 5 wt%

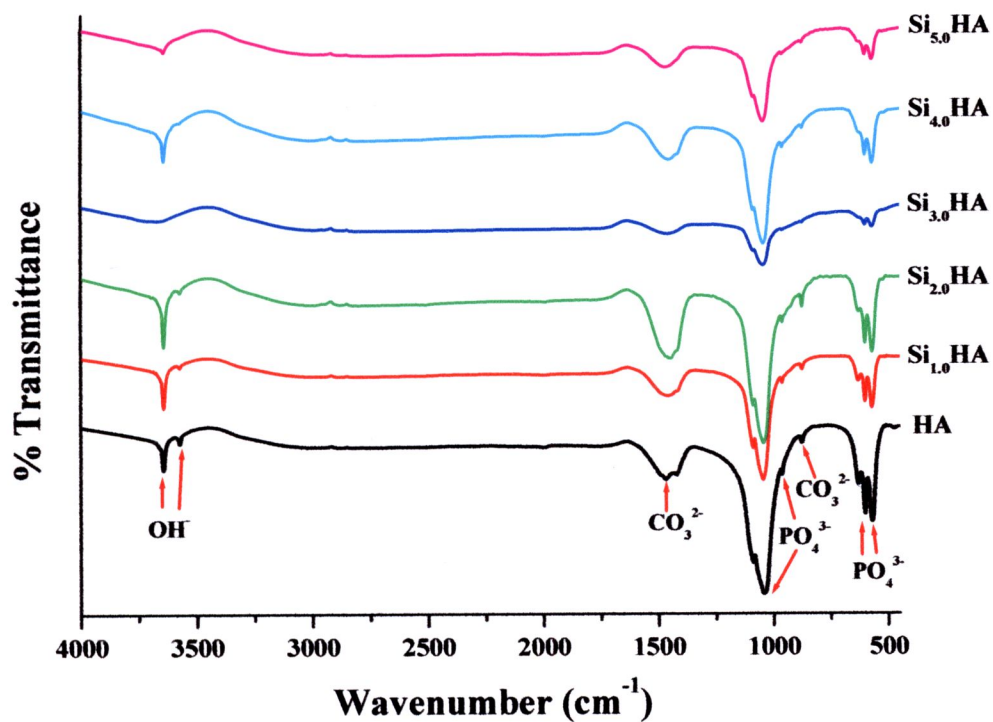




ภาพที่ 4.15 สเปกตรัม FTIR ของวัสดุผง HA และ SiHA ที่แคลไซน์ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ได้แก่ HA บริสุทธิ์, $\text{Si}_{1.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 1 wt%, $\text{Si}_{2.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 2 wt%, $\text{Si}_{3.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 3 wt%, $\text{Si}_{4.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 4 wt% และ $\text{Si}_{5.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 5 wt%



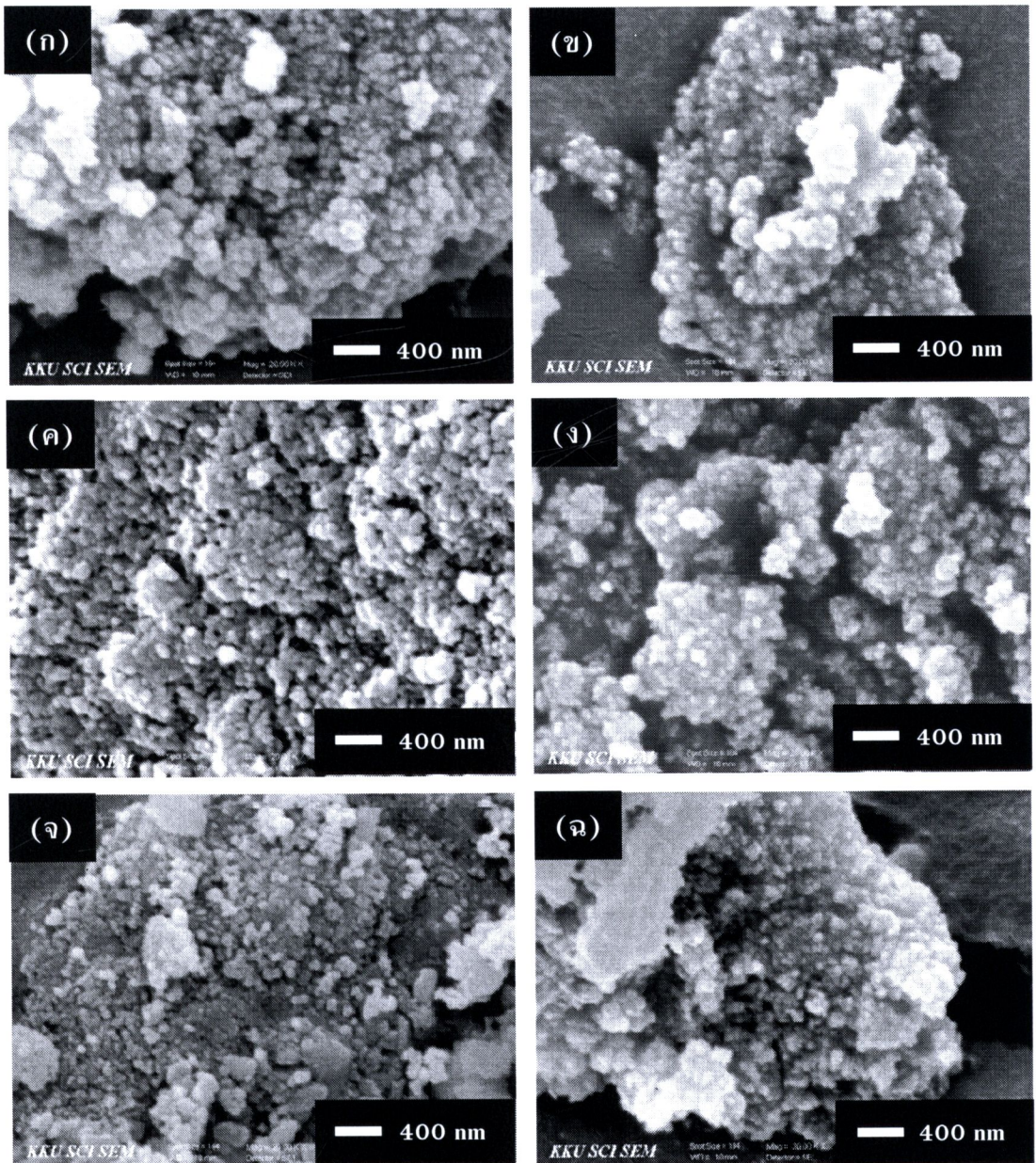
ภาพที่ 4.16 สเปกตรัม FTIR ของวัสดุผง HA และ SiHA ที่แคลไซน์ 700°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ได้แก่ HA บริสุทธิ์, Si_{1.0}HA คือ HA ที่เติมซิลิกอน 1 wt%, Si_{2.0}HA คือ HA ที่เติมซิลิกอน 2 wt%, Si_{3.0}HA คือ HA ที่เติมซิลิกอน 3 wt%, Si_{4.0}HA คือ HA ที่เติมซิลิกอน 4 wt% และ Si_{5.0}HA คือ HA ที่เติมซิลิกอน 5 wt%



ภาพที่ 4.17 สเปกตรัม FTIR ของวัสดุผง HA และ SiHA ที่แคลไซน์ 800°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ได้แก่ HA บริสุทธิ์, $\text{Si}_{1.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 1 wt%, $\text{Si}_{2.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 2 wt%, $\text{Si}_{3.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 3 wt%, $\text{Si}_{4.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 4 wt% และ $\text{Si}_{5.0}\text{HA}$ คือ HA ที่เติมซิลิกอน 5 wt%

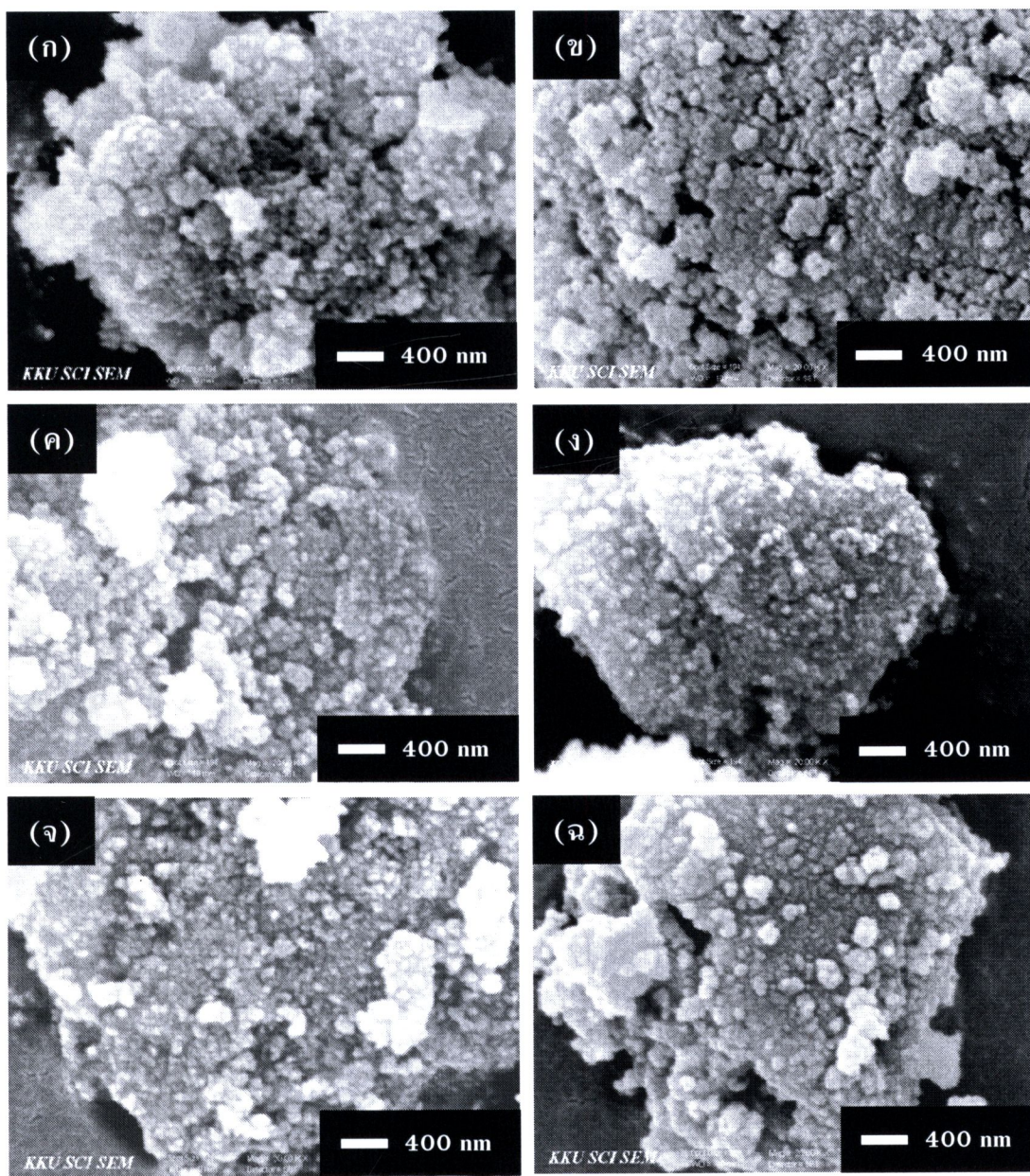
4.2.3 ผลการศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีซิลิกอนในโครงสร้าง โดยเทคนิค SEM

สำหรับการศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของวัสดุผง HA ที่มีปริมาณการเติมซิลิกอนตั้งแต่ 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 wt% โดยเทคนิคการถ่ายภาพ SEM ด้วยกำลังขยาย 20,000 เท่า แสดงดังภาพที่ 4.18 และ 4.19 จากภาพจะเห็นว่าวัสดุผง HA ที่เติมซิลิกอนในปริมาณที่ต่างกัน พบว่ามีลักษณะคล้ายคลึงกันในทุกสารตัวอย่าง นั่นคือมีลักษณะเป็นเม็ดค่อนข้างกลมและมีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคขนาดเล็กจำนวนมาก และเมื่อเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของวัสดุผง HA ที่เติมซิลิกอนเข้าไปในโครงสร้างด้วยปริมาณที่ต่างกัน จากภาพพบว่าวัสดุผง HA ที่ได้นี้แสดงแนวโน้มการลดลงของขนาดเมื่อมีการเติมซิลิกอนเพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์ให้สูงขึ้นพบว่าอนุภาคก็มีขนาดเล็กลงเช่นเดียวกัน ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาที่ได้ จาก XRD และเมื่อพิจารณาขนาดอนุภาคโดยเทคนิค SEM นี้ไม่สามารถระบุขนาดของอนุภาคได้อย่างชัดเจน เนื่องจากเครื่องมือที่ใช้มีขีดจำกัดที่ไม่สามารถถ่ายภาพด้วยกำลังขยายที่สูงกว่านี้ได้ ทำให้ไม่สามารถประมาณขนาดอนุภาคที่แท้จริงได้ ซึ่งคาดว่าอนุภาคที่ได้นั้นมีขนาดที่เล็กมากประมาณ 50 nm ทุกอุณหภูมิการแคลไซน์



ภาพที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 20,000 เท่า ของวัสดุผง SiHA ที่ยังไม่ได้แคลไซน์

- | | |
|---------------------------|---------------------------|
| (ก) HA บริสุทธิ์ | (ข) SiHA ที่เติม Si 1 wt% |
| (ค) SiHA ที่เติม Si 2 wt% | (ง) SiHA ที่เติม Si 3 wt% |
| (จ) SiHA ที่เติม Si 4 wt% | (ฉ) SiHA ที่เติม Si 5 wt% |



ภาพที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 20,000 เท่า ของวัสดุผง SiHA ที่เผาแคลไซน์ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

(ก) HA บริสุทธิ์

(ข) SiHA ที่เติม Si 1 wt%

(ค) SiHA ที่เติม Si 2 wt%

(ง) SiHA ที่เติม Si 3 wt%

(จ) SiHA ที่เติม Si 4 wt%

(ฉ) SiHA ที่เติม Si 5 wt%

4.3 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน HA, SiHA, HA/PCL และ SiHA/PCL

ในการศึกษาสมบัติเชิงกล ได้ทำการทดสอบเพื่อหาสมบัติเชิงกลของวัสดุผง HA, SiHA และวัสดุเชิงประกอบ HA/PCL, SiHA/PCL โดยศึกษาค่าความต้านทานแรงกดและค่าโมดูลัสของยัง ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานในงานวิจัยมีผล ดังต่อไปนี้

4.3.1 วัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์กับพอลิคาโพรแลคโตน (HA/PCL)

จากผลการทดสอบสมบัติความต้านทานแรงกด และ โมดูลัสของยังสำหรับวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL โดยมีสัดส่วนของ HA/PCL เท่ากับ 10/0, 6/4, 4/6, 2/8 และ 0/10 wt% ตามลำดับ พบว่าค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้น ในทางตรงกันข้ามเมื่อค่าความความต้านทานแรงกดมีค่าเพิ่มขึ้นพบว่าค่าโมดูลัสมีค่าลดลง ดังแสดงในตารางที่ 4.5 และภาพที่ 4.20-4.24

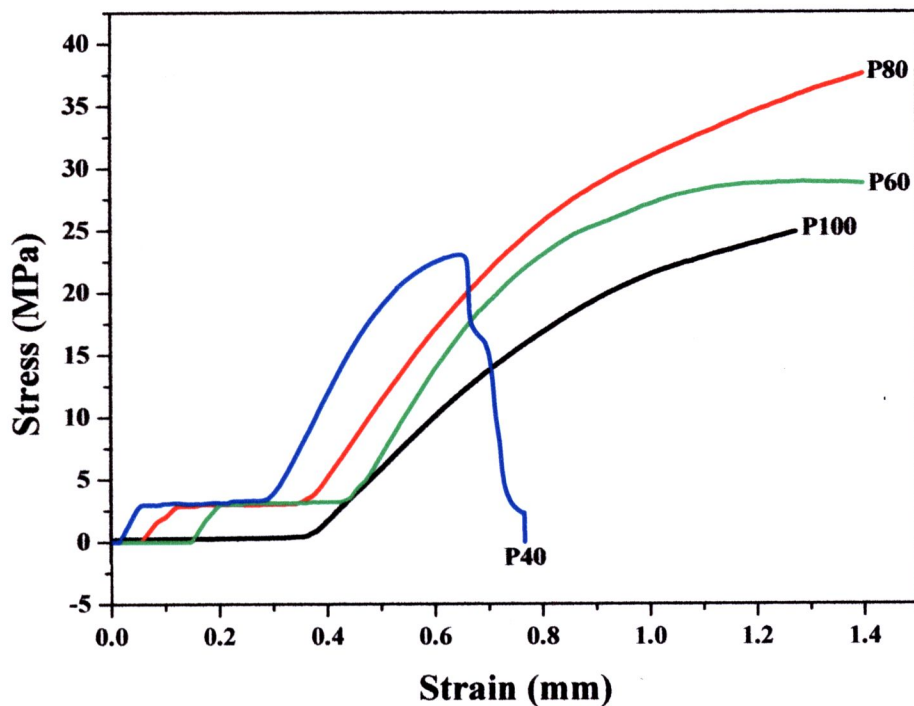
ตารางที่ 4.5 ผลการทดสอบความต้านทานแรงกดและ โมดูลัสของยังของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน

ข้อสารตัวอย่าง	Compressive Strength (MPa)	Compressive Young's Modulus (MPa)
PCL บริสุทธิ์ แทนด้วย P100	24.8537 ± 0.00	42.0699 ± 0.35
HA as-dried (comercial)	2.6744 ± 0.31	77.6153 ± 2.90
HA 10 wt% / PCL 0 wt% แทนด้วย P0	2.3151 ± 0.14	63.4893 ± 5.68
HA 6 wt% / PCL 4 wt% แทนด้วย P40	18.9850 ± 2.88	81.0154 ± 1.06
HA 4 wt% / PCL 6 wt% แทนด้วย P60	24.1676 ± 3.35	63.1678 ± 0.78
HA 2 wt% / PCL 8 wt% แทนด้วย P80	34.0402 ± 2.48	52.9210 ± 1.11
HA as-dried (synthesis)	3.6984 ± 0.16	84.7220 ± 1.28
HA 10 wt% / PCL 0 wt% แทนด้วย P0	2.1010 ± 0.00	60.7071 ± 0.75
HA 6 wt% / PCL 4 wt% แทนด้วย P40	17.3680 ± 0.25	50.0803 ± 1.70
HA 4 wt% / PCL 6 wt% แทนด้วย P60	27.7879 ± 2.09	58.4999 ± 1.17
HA 2 wt% / PCL 8 wt% แทนด้วย P80	26.4335 ± 0.78	55.6768 ± 0.92

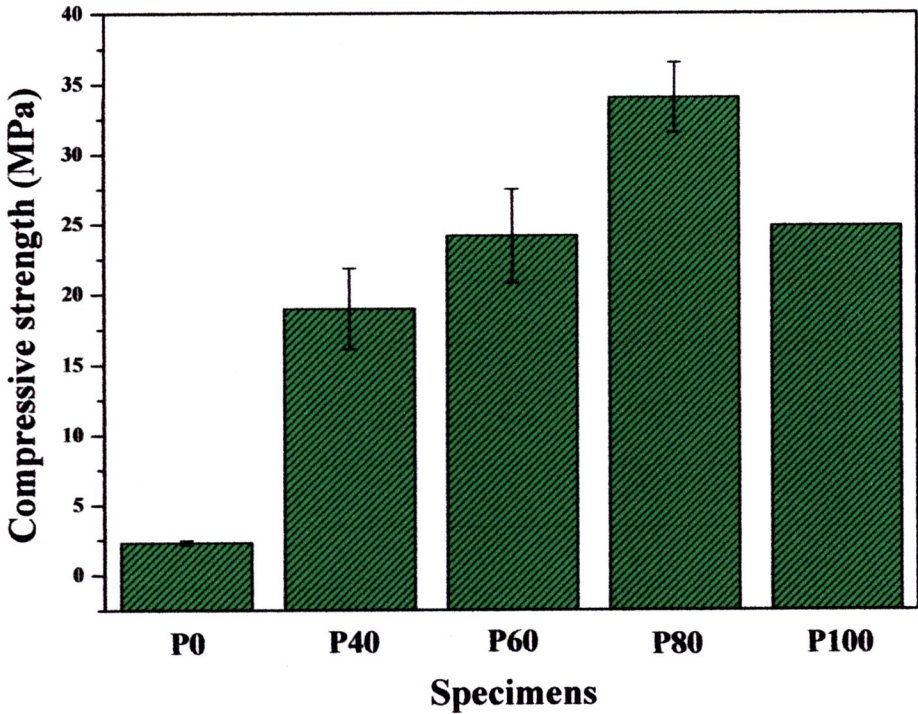
*หมายเหตุ HA ที่นำมาเตรียมวัสดุเชิงประกอบกับ PCL คือ HA ที่แคลไซน์ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพที่ 4.20 เป็นกราฟระหว่างค่าความเค้นและความเครียดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P80 มีค่าความเค้นมากที่สุด และที่ P40 พบว่าชิ้นงานเริ่มมีการเสียหายเกิดขึ้น และเกิดการแตกหักที่ค่าความเครียดประมาณ 0.77 mm เนื่องจากปริมาณของผง HA ที่ผสมกับ PCL มีค่ามากที่สุด จึงทำให้ชิ้นงานมีค่าความต้านทานแรงกดลดลงและมีความเปราะเพิ่มมากขึ้น

จากภาพที่ 4.21 เป็นแผนภูมิการเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 10/0 (P0), 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P0 มีค่าความต้านทานแรงกดน้อยที่สุด เนื่องจากวัสดุผง HA มีสมบัติที่แข็งแต่เปราะจึงทำให้มีค่าสมบัติเชิงกลที่ต่ำ และที่ P80 มีค่าความต้านทานแรงกดสูงที่สุดอย่างเห็นได้ชัด รองลงมาคือ P100, P60 และ P40 ตามลำดับ



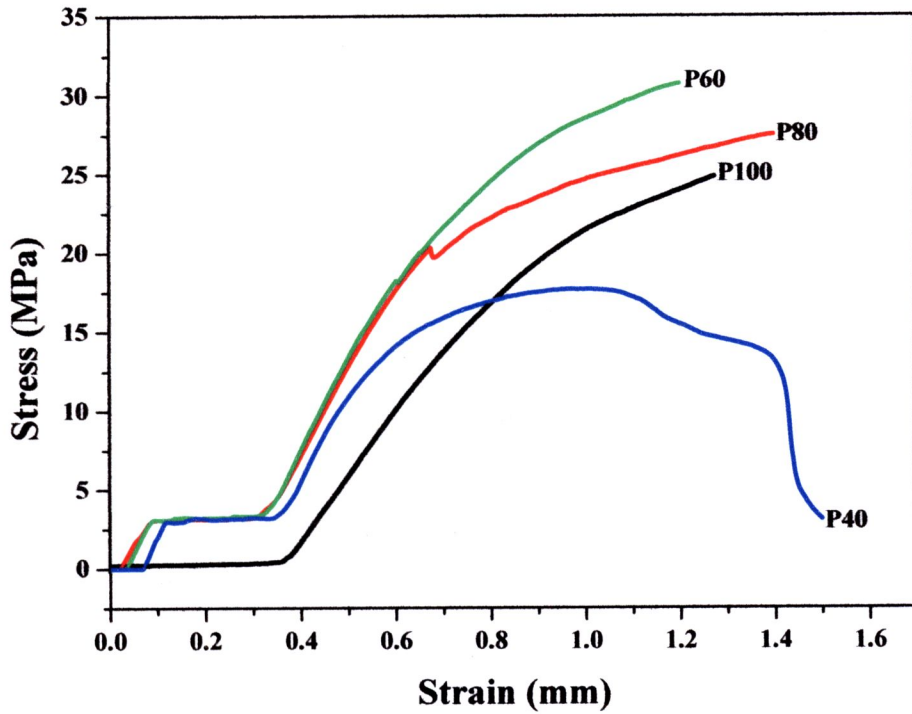
ภาพที่ 4.20 ผลของค่าความเค้นและความเครียดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL เมื่อ P40 แทน HA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน HA/PCL เท่ากับ 4/6, P80 แทน HA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์ (HA commercial)



ภาพที่ 4.21 แสดงกราฟแท่งค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL เมื่อ P0 แทน HA/PCL เท่ากับ 10/0 wt%, P40 แทน HA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน HA/PCL เท่ากับ 4/6 wt%, P80 แทน HA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์ (HA comercial)

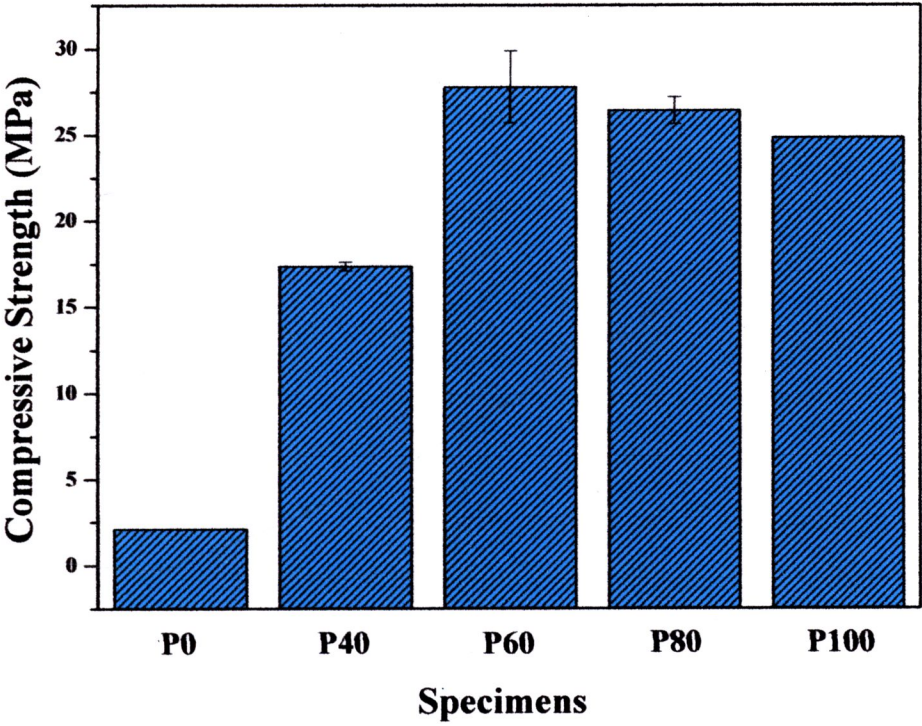
จากภาพที่ 4.22 เป็นกราฟระหว่างค่าความเค้นและความเครียดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P60 มีค่าความเค้นมากที่สุด และที่ P40 พบว่าชิ้นงานเริ่มมีการเสียหายเกิดขึ้นที่ความเครียดประมาณ 1.1 mm เนื่องจากปริมาณของวัสดุผง HA มีค่าเพิ่มขึ้น จึงทำให้ชิ้นงานมีค่าความต้านทานแรงกดลดลงและมีความเปราะเพิ่มมากขึ้น แสดงดังภาพที่ 4.22

จากภาพที่ 4.23 เป็นแผนภูมิการเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 10/0 (P0), 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P0 มีค่าความต้านทานแรงกดน้อยที่สุด เนื่องมาจากวัสดุผง HA มีสมบัติที่แข็งแต่เปราะจึงทำให้มีค่าสมบัติเชิงกลที่ต่ำ และที่ P60 กับ P80 มีค่าความต้านทานแรงกดสูงที่ใกล้เคียงกัน และรองลงมา คือ P100, P40 และ P0 ตามลำดับ แสดงดังภาพที่ 4.23



ภาพที่ 4.22 ผลของค่าความเค้นและความเครียดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL เมื่อ P40 แทน HA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน HA/PCL เท่ากับ 4/6 wt%, P80 แทน HA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์ (HA synthesis)





ภาพที่ 4.23 ผลของค่าความต้านทานแรงกดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL เมื่อ P0 แทน HA/PCL เท่ากับ 10/0 wt%, P40 แทน HA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน HA/PCL เท่ากับ 4/6 wt%, P80 แทน HA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์ (HA synthesis)

4.3.2 วัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีซิลิกอนในโครงสร้างกับพอลิคาโพรแลคโตน (SiHA/PCL)

จากผลการทดสอบสมบัติความต้านทานแรงกดและ โมดูลัสของยังสำหรับวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL โดยมีสัดส่วนของ SiHA/PCL เท่ากับ 10/0, 6/4, 4/6, 2/8 และ 0/10 wt% ตามลำดับ พบว่าค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้น ในทางตรงกันข้ามเมื่อค่าความต้านทานแรงกดมีค่าเพิ่มขึ้นพบว่าค่า โมดูลัสของยังมีค่าลดลงเมื่อปริมาณของวัสดุผง SiHA ที่ผสมกับ PCL ในปริมาณที่สูงขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.6 และภาพที่ 4.24-4.29

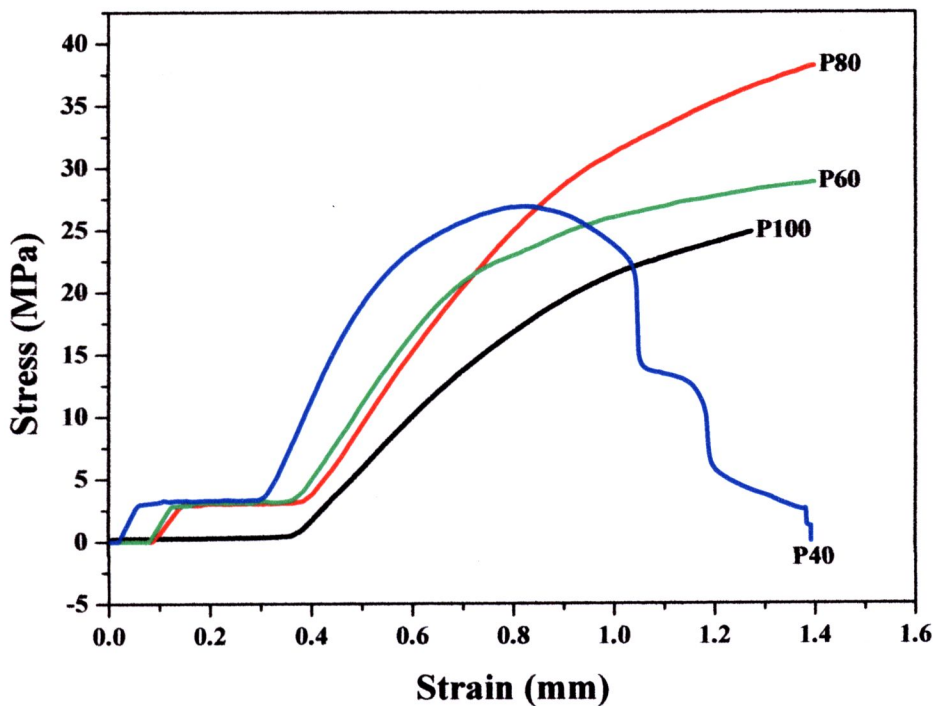
ตารางที่ 4.6 ผลการทดสอบความต้านทานแรงกด และ โมดูลัสของยังของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL

ข้อสารตัวอย่าง	Compressive Strength (MPa)	Compressive Young's Modulus (MPa)
PCL บริสุทธิ์ แทนด้วย P100	24.8537 ± 0.00	42.0699 ± 0.35
SiHA(Si 1 wt%) as-dried	3.3732 ± 0.11	72.4874 ± 1.36
SiHA 10 wt% / PCL 0 wt% แทนด้วย P0	3.2201 ± 0.34	75.7739 ± 2.61
SiHA 6 wt% / PCL 4 wt% แทนด้วย P40	22.3641 ± 3.21	79.2572 ± 1.26
SiHA 4 wt% / PCL 6 wt% แทนด้วย P60	26.7142 ± 1.52	64.0801 ± 1.30
SiHA 2 wt% / PCL 8 wt% แทนด้วย P80	37.2741 ± 0.65	54.2435 ± 0.66
SiHA(Si 3 wt%) as-dried	3.4551 ± 0.13	82.3994 ± 0.52
SiHA 10 wt% / PCL 0 wt% แทนด้วย P0	3.3834 ± 0.07	77.8133 ± 4.52
SiHA 6 wt% / PCL 4 wt% แทนด้วย P40	22.1904 ± 0.31	81.8062 ± 1.19
SiHA 4 wt% / PCL 6 wt% แทนด้วย P60	28.3791 ± 0.50	69.1678 ± 1.29
SiHA 2 wt% / PCL 8 wt% แทนด้วย P80	39.5021 ± 0.18	63.9794 ± 0.88
SiHA(Si 5 wt%) as-dried	4.1059 ± 0.43	74.1383 ± 5.00
SiHA 10 wt% / PCL 0 wt% แทนด้วย P0	4.0323 ± 0.22	72.8976 ± 6.40
SiHA 6 wt% / PCL 4 wt% แทนด้วย P40	17.1636 ± 0.66	81.6322 ± 1.78
SiHA 4 wt% / PCL 6 wt% แทนด้วย P60	27.3324 ± 1.03	66.9425 ± 0.66
SiHA 2 wt% / PCL 8 wt% แทนด้วย P80	36.9750 ± 1.97	68.0799 ± 1.02

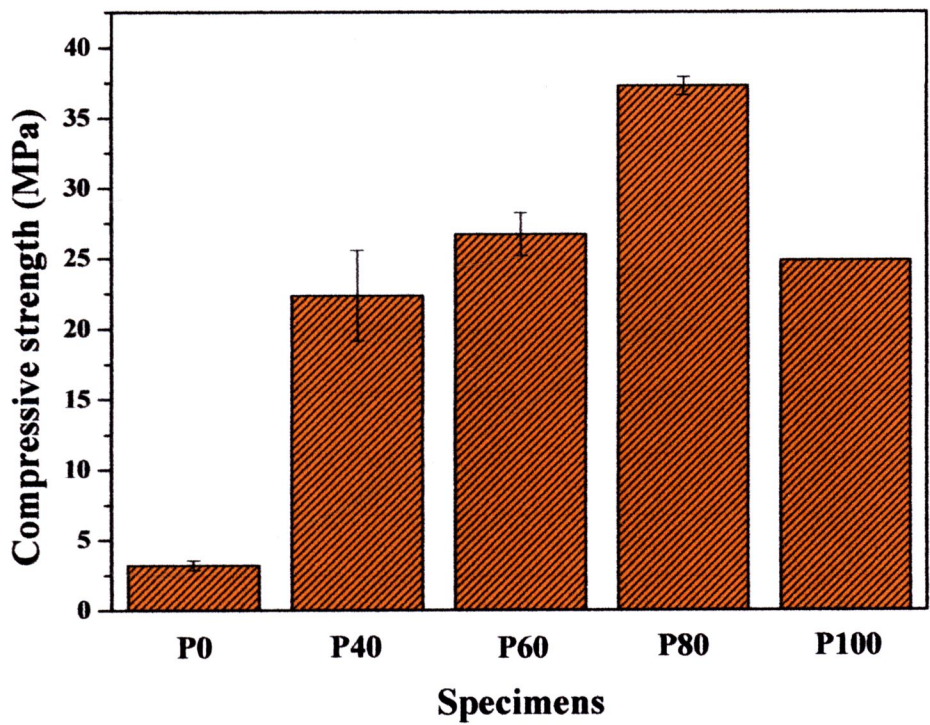
* หมายเหตุ SiHA ที่นำมาเตรียมวัสดุเชิงประกอบกับ PCL คือ SiHA ที่แคลไซน์ 600°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพที่ 4.24 เป็นกราฟระหว่างค่าความเค้นและความเครียดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 1 wt%) ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P80 มีค่าความเค้นมากที่สุด และที่ P40 พบว่าชิ้นงานเริ่มมีการเสียหายเกิดขึ้นที่ความเครียดประมาณ 0.8 mm และเกิดการแตกหักที่ประมาณ 1.4 mm เนื่องจากปริมาณของผง SiHA ที่ผสมกับ PCL มีค่ามากที่สุด จึงทำให้ชิ้นงานมีความต้านทานแรงกดลดลงและมีความเปราะเพิ่มขึ้น

จากภาพที่ 4.25 เป็นแผนภูมิการเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 1 wt%) ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 10/0 (P0), 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P0 มีค่าความต้านทานแรงกดน้อยที่สุด เนื่องจากวัสดุผง HA มีสมบัติที่แข็งแต่เปราะจึงทำให้มีค่าสมบัติเชิงกลที่ต่ำ และที่ P80 มีค่าความต้านทานแรงกดสูงที่สุด และรองลงมาคือ P60, P100, P40 และ P0 ตามลำดับ แสดงดังภาพที่ 4.25



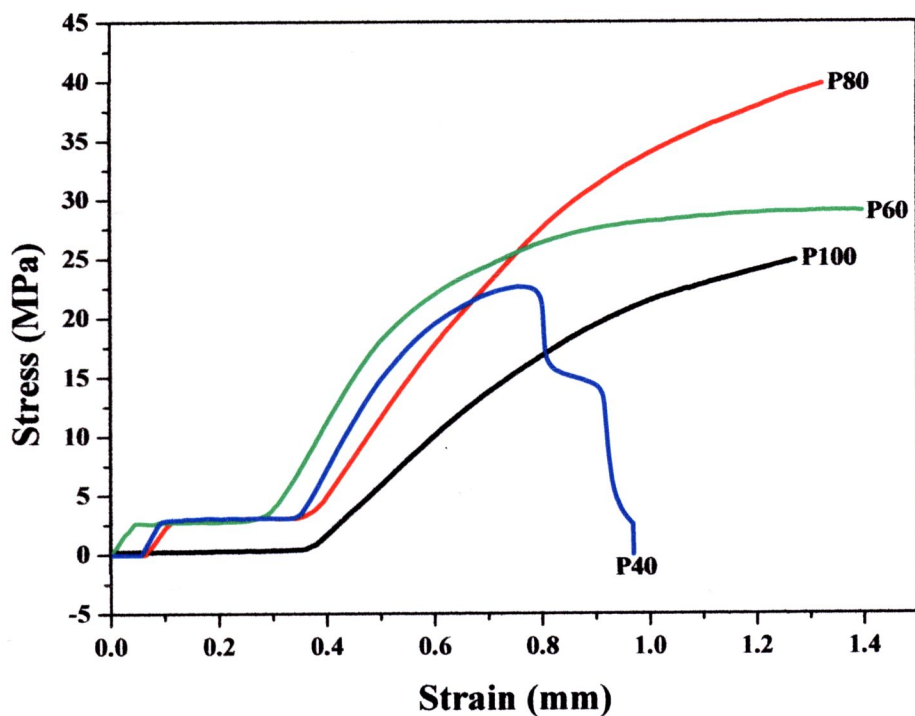
ภาพที่ 4.24 ผลของค่าความเค้นและความเครียดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 1 wt%) เมื่อ P40 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 4/6 wt%, P80 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์



ภาพที่ 4.25 ผลของค่าความต้านทานแรงกดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 1 wt%) เมื่อ P0 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 10/0 wt%, P40 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 4/6wt%, P80 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์

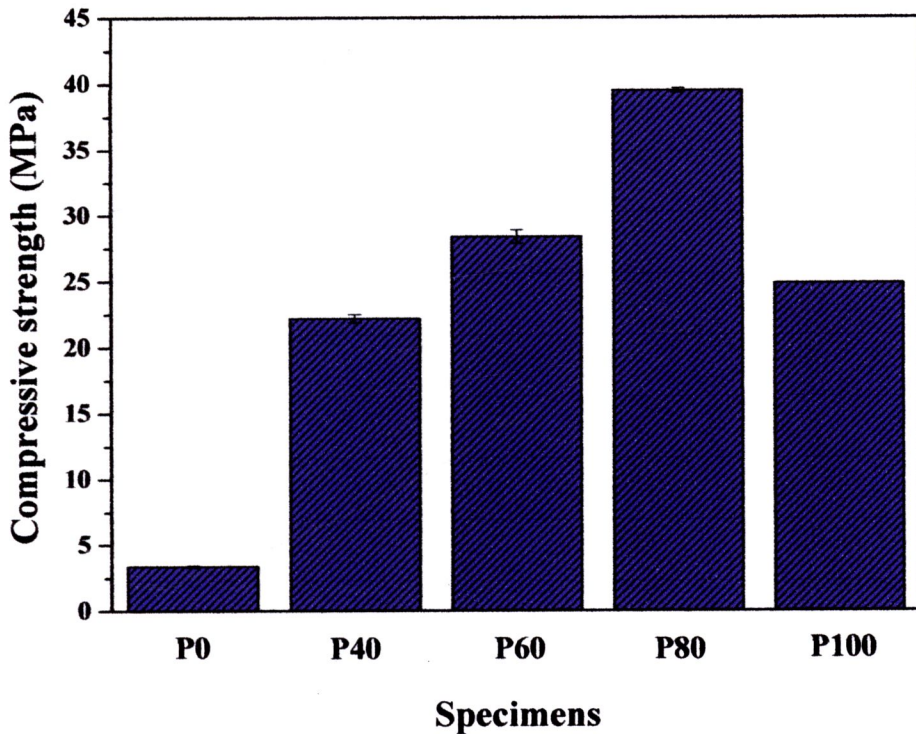
จากภาพที่ 4.26 เป็นกราฟระหว่างค่าความเค้นและความเครียดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 3 wt%) ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P80 มีค่าความเค้นมากที่สุด และที่ P40 พบว่าชิ้นงานเริ่มมีการเสียหายเกิดขึ้นที่ความเครียดประมาณ 0.8 mm และเกิดการแตกหักที่ประมาณ 0.97 mm เนื่องจากปริมาณของผง SiHA ที่ผสมกันกับ PCL มีค่ามากที่สุด จึงทำให้ชิ้นงานมีความต้านทานแรงกดลดลงและมีความเปราะเพิ่มมากขึ้น

จากภาพที่ 4.27 เป็นแผนภูมิการเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 3 wt%) ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 10/0 (P0), 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P0 มีค่าความต้านทานแรงกดน้อยที่สุด เนื่องมาจากวัสดุผง HA มีสมบัติที่แข็งแต่เปราะจึงทำให้มีค่าสมบัติเชิงกลที่ต่ำ และที่ P80 มีค่าความต้านทานแรงกดสูงที่สุด รองลงมาคือ P60, P100, P40 และ P0 ตามลำดับ แสดงดังภาพที่ 4.27



ภาพที่ 4.26 ผลของค่าความเค้นและความเครียดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 3 wt%) เมื่อ P40 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 4/6 wt%, P80 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์

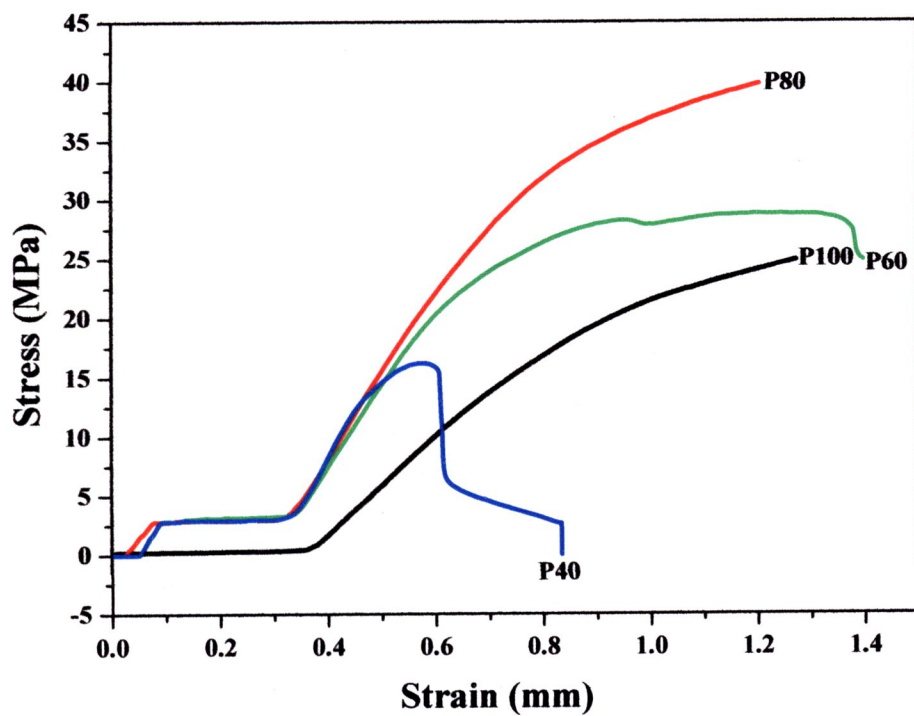




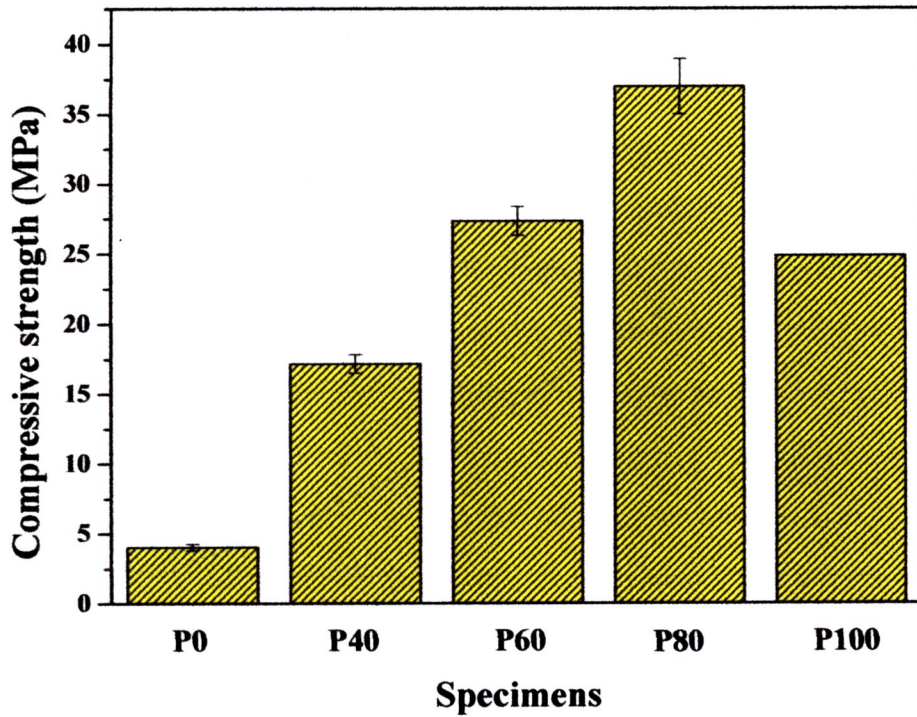
ภาพที่ 4.27 ผลของค่าความต้านทานแรงกดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 3 wt%) เมื่อ P0 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 10/0 wt%, P40 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 4/6 wt%, P80 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์

จากภาพที่ 4.28 เป็นกราฟระหว่างค่าความเค้นและความครีดยของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 5 wt%) ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P80 มีค่าความเค้นมากที่สุด และที่ P40 พบว่าชิ้นงานเริ่มมีการเสียหายเกิดขึ้นที่ความเครียดประมาณ 0.6 mm และเกิดการแตกหักที่ประมาณ 0.84 mm ส่วน P60 เริ่มมีการเสียหายของชิ้นงานที่ความเครียดประมาณ 1.4 mm เนื่องจากปริมาณของผง SiHA ที่ผสมกับ PCL มีค่าเพิ่มขึ้น จึงทำให้ชิ้นงานมีความต้านทานแรงกดลดลงและมีความเปราะเพิ่มมากขึ้น

จากภาพที่ 4.29 เป็นแผนภูมิการเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 5 wt%) ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน คือ 10/0 (P0), 6/4 (P40), 4/6 (P60), 2/8 (P80) และ 0/10 (P100) wt% ตามลำดับ พบว่าที่ P0 มีค่าความต้านทานแรงกดน้อยที่สุด เนื่องมาจากวัสดุผง HA มีสมบัติที่แข็งแรงแต่เปราะจึงทำให้มีค่าสมบัติเชิงกลที่ต่ำ และที่ P80 มีค่าความต้านทานแรงกดสูงที่สุด และรองลงมาคือ P60, P100, P40 และ P0 ตามลำดับ แสดงดังภาพที่ 4.29

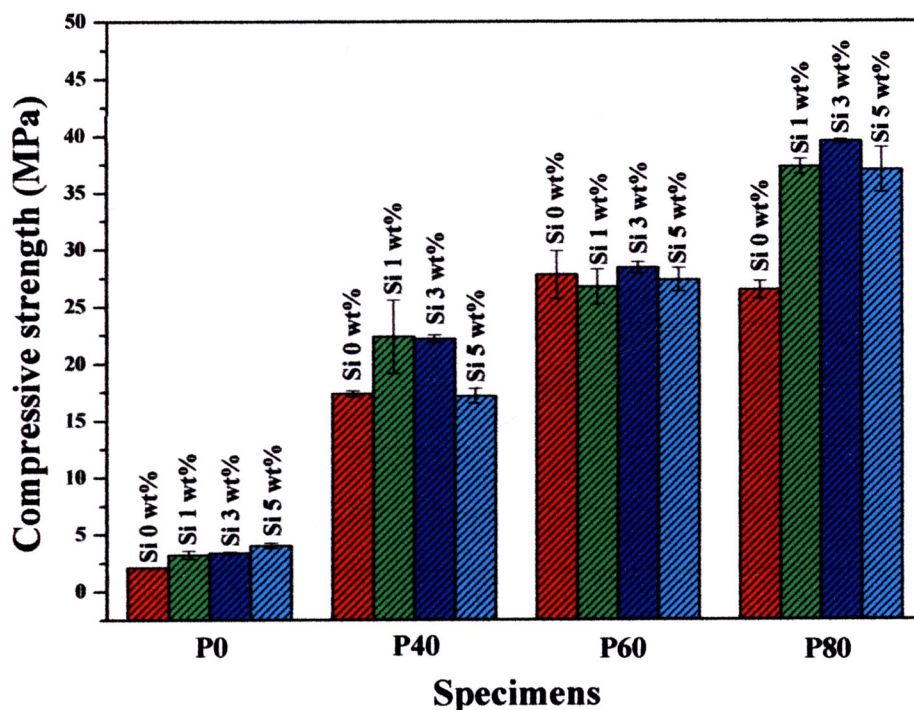


ภาพที่ 4.28 ผลของค่าความเค้นและความเครียดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 5 wt%) เมื่อ P40 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 4/6 wt%, P80 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์



ภาพที่ 4.29 ผลของค่าความต้านทานแรงกดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL (Si 5 wt%) เมื่อ P0 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 10/0 wt%, P40 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 4/6 wt%, P80 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% และ P100 แทน PCL บริสุทธิ์

จากภาพที่ 4.30 เป็นแผนภูมิการเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกดของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL ในสัดส่วนที่ต่างกัน พบว่าชิ้นงานที่มีค่าความต้านทานแรงกดมากที่สุด เมื่อสัดส่วนของวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL เท่ากับ 2/8 wt% หรือ P80 และค่าความต้านทานแรงกดยาวที่สุด เมื่อสัดส่วนของวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL เท่ากับ 6/4 wt% หรือ P40 แสดงดังภาพที่ 4.30



ภาพที่ 4.30 ผลรวมของค่าความต้านทานแรงกดของวัสดุของชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบของ SiHA/PCL เมื่อ P0 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 10/0 wt%, P40 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 6/4 wt%, P60 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 4/6 wt% และ P80 แทน SiHA/PCL เท่ากับ 2/8 wt%

จากผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบของ HA/PCL และ SiHA/PCL พบว่ามีค่าความต้านทานแรงกดอยู่ในช่วง 2.1010-39.5021 MPa และค่าโมดูลัสของยังอยู่ในช่วง 42.0699-84.7220 MPa เมื่อเปรียบเทียบกับกระดูกจริงแล้วพบว่ามีค่าความต้านทานแรงกด และค่าโมดูลัสของยังน้อยกว่ากระดูกจริง เพราะกระดูกจริงมีค่าความต้านทานแรงกดอยู่ในช่วง 130-180 MPa และค่าโมดูลัสยืดหยุ่นอยู่ในช่วง 3-30 GPa (Heimann, 2002)