

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะนำเสนอรายละเอียดของวัสดุ อุปกรณ์ ขั้นตอนและวิธีทำการทดลองเพื่อเตรียมผง HAp, β -TCP และBCP และการเตรียมชิ้นงานเซรามิก BCP และรายละเอียดในส่วนวิเคราะห์ผงและชิ้นงานเซรามิกโดยการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิครังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction, XRD) วิเคราะห์ขนาดอนุภาคผงด้วยเทคนิค particle size analysis วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (field emission scanning electron microscope, FE-SEM) วิธีการทดสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่น ความพรุน การหดตัว มวลของชิ้นงานเซรามิก และค่าความแข็งแรงแบบวิสเกอร์ สมบัติทางกลด้วยการทดสอบแรงอัดและความแข็งแรงต่อการคดงอแบบ 3-point bending และตรวจสอบฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR)

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองได้กล่าวในตารางที่ 3.1

ตาราง 3.1 รายละเอียดของสารตั้งต้นที่ใช้ในงานวิจัย

ชื่อสารเคมี	บริษัทที่ผลิต	มวลโมเลกุล (g/mol)	ความบริสุทธิ์
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Sigma-Aldrich	236.15	$\geq 99\%$
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	Fluka	132.06	$\geq 99\%$
NH_4OH	J.T. Baker	35.05	20-30 %
CaCO_3	Sigma-Aldrich	100.09	$\geq 99\%$
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$	Fluka	132.06	$\geq 98\%$

* Fluka Chemical GmbH, Germany
** Sigma-Aldrich Chemical GmbH, Japan
*** J.T. Baker Chemical GmbH, USA

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ตาราง 3.2 แสดงอุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือ	รุ่น
Particles analysis zetasizer nano series	DIAS 1640
Electric furnance	Thermolyne Type 46100
pH meter	Cyberscan PC300
X-ray diffractometer (XRD)	Siemens D-500
Grinding machine	Struers Rotopol-V
Field emission-scanning electron microscope (FE-SEM)	JEOL-840A
Uniaxial pressing (hydraulic system)	Carver 3853-0
Dropper machine	Eyela MP-3
Fourier transform infrared spectrometer (FTIR)	NICOLET 6700
Density meter (Archimedes method)	GR-200
Vickers hardness tester	Buehler
Universal testing machine (UTM)	Instron 5565
Ultrasonic probe type	Hielscher UP 200s

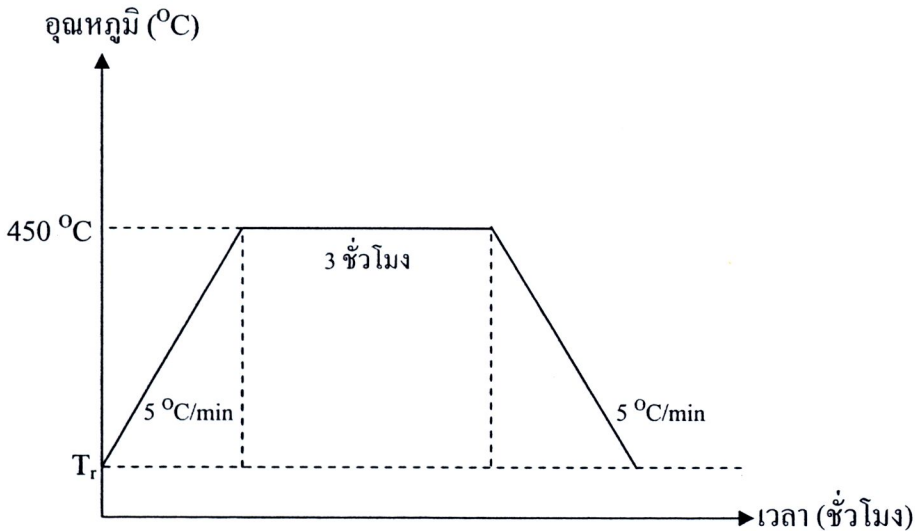
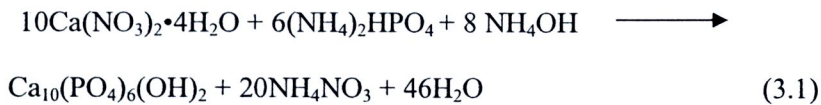
3.3 การเตรียมผงเซรามิก

โดยในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมผง HAp, β -TCP และ BCP ได้ดังนี้

3.3.1 การเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์

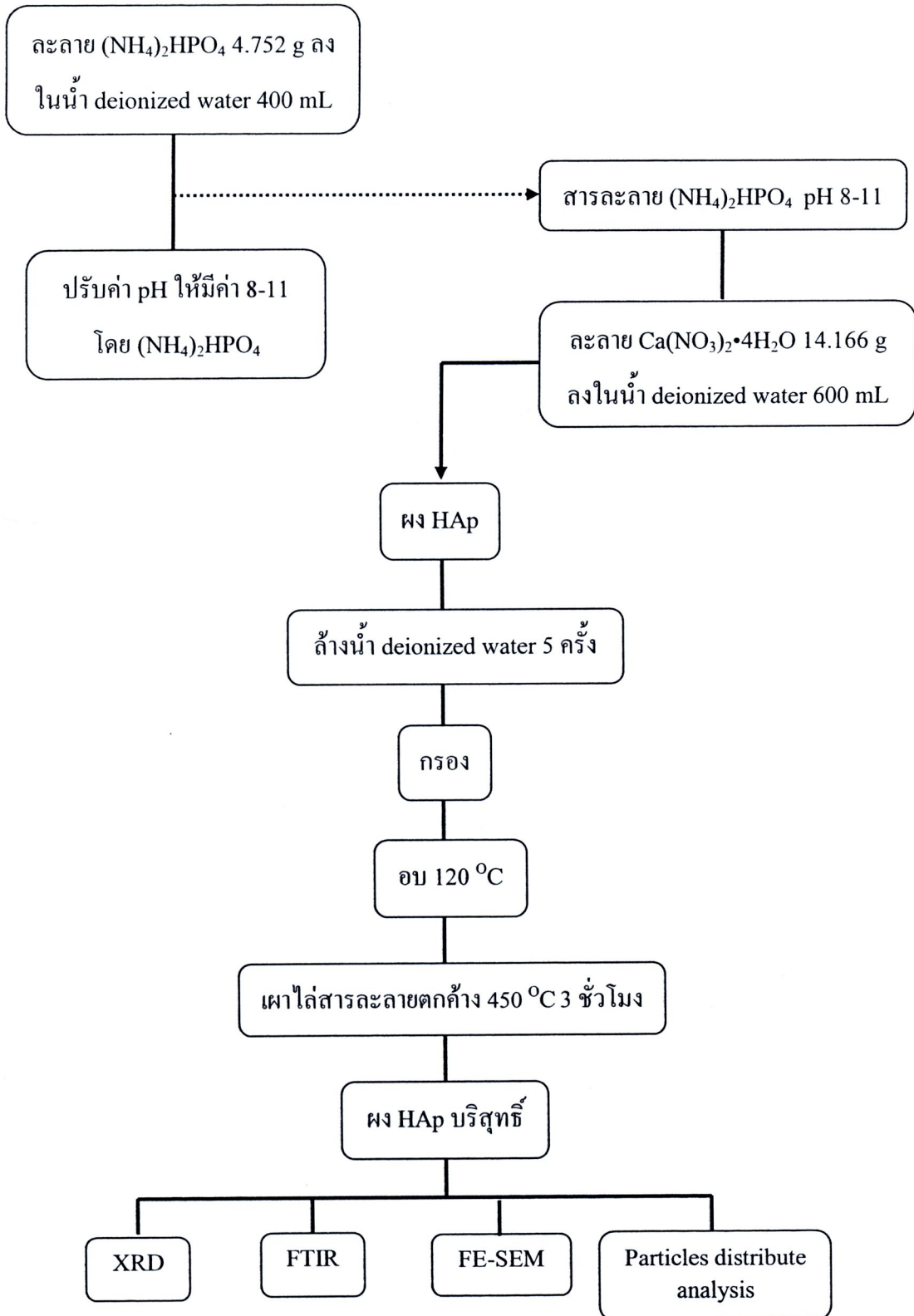
ผง HAp สามารถเตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอน (precipitation method) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามสมการที่ 3.1 โดยชั่งสารตั้งต้น $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 14.166 กรัม และ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 4.752 กรัม ละลายลงในน้ำ deionized water 600 และ 400 mL ตามลำดับจากนั้นนำไป stirring เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำสารละลาย $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ไปทำการปรับค่า pH ด้วยการหยด NH_4OH และอ่าน

ค่า pH meter (Cyberscan PC300) จนกระทั่งค่า pH มีค่า 8-11 ตามเงื่อนไข จากนั้นนำสารละลาย NH_4OH ที่ผ่านการปรับค่า pH ตามเงื่อนไขต่างๆแล้วไปหยดลงในสารละลาย $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Dropper machine (Eyela MP-3) ปล่อยให้สารละลายทำปฏิกิริยาตกตะกอนอย่างต่อเนื่องด้วยการ stirring เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำผงที่ได้จากกระบวนการตกตะกอนไปทำการล้างด้วยน้ำ deionized water เป็นจำนวนทั้งหมด 5 ครั้ง จากนั้นนำผงไปทำการกรองด้วยกระดาษกรองแล้วนำไปอบด้วยความร้อน $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ เมื่อผงผ่านการอบจนแห้งแล้วจะนำไปเผาเพื่อได้สารละลายตกค้างอยู่ด้วยความร้อน $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ อัตราขึ้นลงของความร้อน $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ผง HAp เมื่อได้ผง HAp ตามทุกเงื่อนไขแล้วจะนำไปวิเคราะห์เฟส, สัณฐานวิทยา, โครงสร้างจุลภาค, กลุ่มฟังก์ชันทางเคมีและขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, FTIR และ particles distribute analysis ตามลำดับเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมก่อนนำมาใช้งานต่อไป

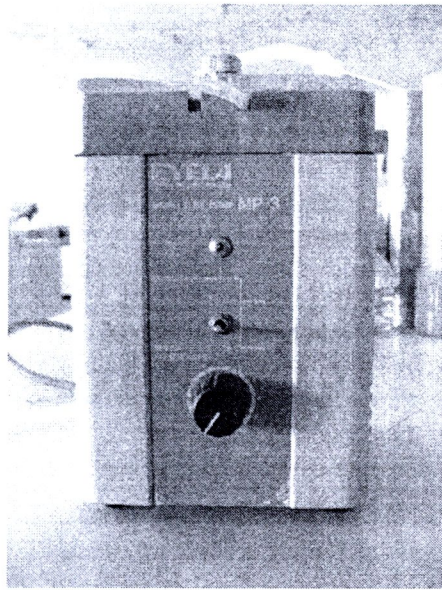


T_r คือ อุณหภูมิห้องประมาณ $25\text{ }^{\circ}\text{C}$

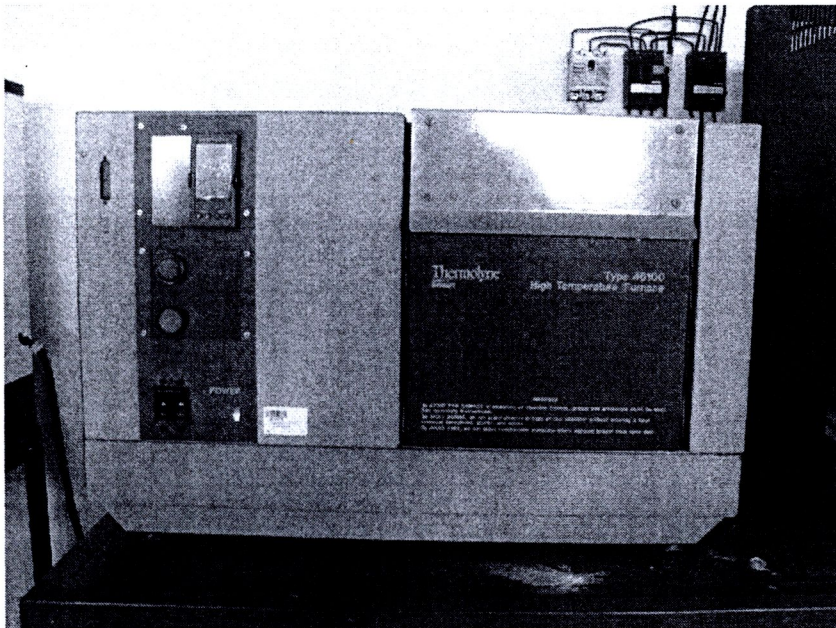
รูป 3.1 แผนผังการเผาได้สารละลายตกค้างของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์



รูป 3.2 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์



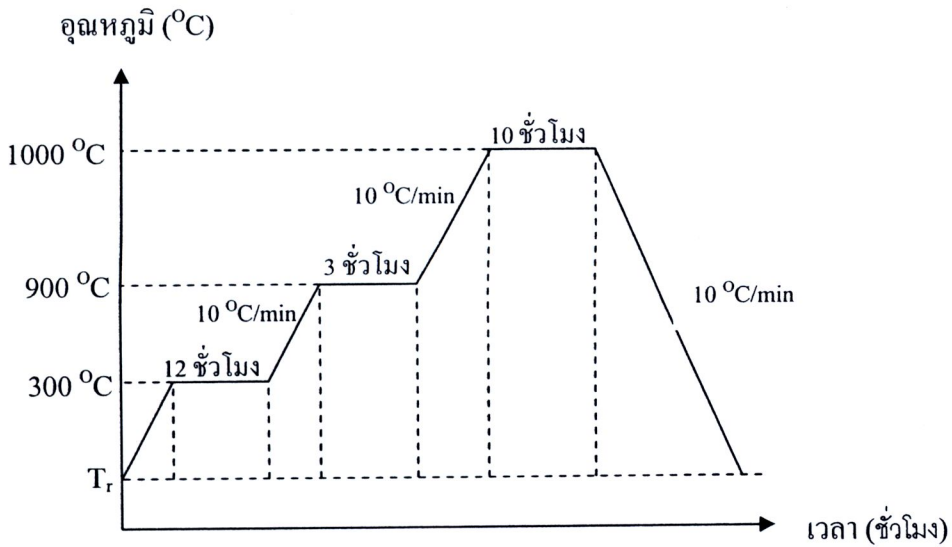
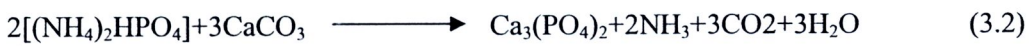
รูป 3.3 เครื่องหยดสาร รุ่น Eyela MP-3



รูป 3.4 เตาเผาสาร รุ่น Thermolyne Type 4610

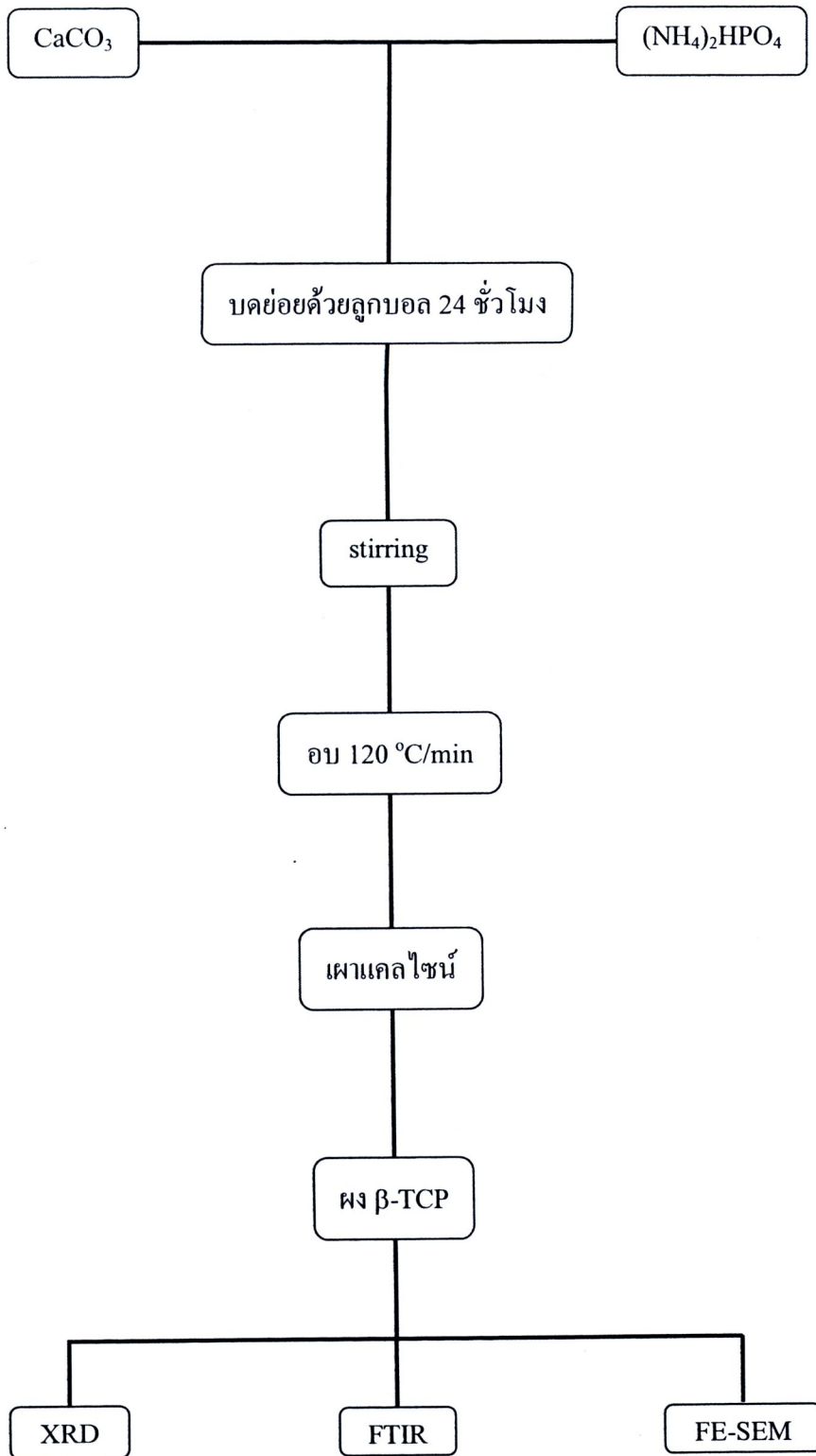
3.3.2 การเตรียมผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต

การเตรียมผง β -TCP สามารถเตรียมได้โดยชั่ง CaCO_3 96.8051 กรัม และ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 85.1588 กรัม ตามสมการ 3.2 จากนั้นนำมาผสมกันโดยวิธีบดย่อยโดยใช้ลูกบอลในเอทานอลเป็น ตัวกลาง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทำให้แห้งโดยการ stirring จนเกือบแห้งและนำไปอบต่อ ที่อุณหภูมิ 120°C ผงที่ได้นำไปผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300, 900 และ 1000°C เผาแช่เป็น เวลา 10, 2 และ 12 ชั่วโมงตามลำดับ อัตราการขึ้นลงอุณหภูมิที่ $10^\circ\text{C}/\text{min}$ นำผง β -TCP ไปทำการ วิเคราะห์เฟส, กลุ่มฟังก์ชันทางเคมี และโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค XRD, FTIR และ FE-SEM

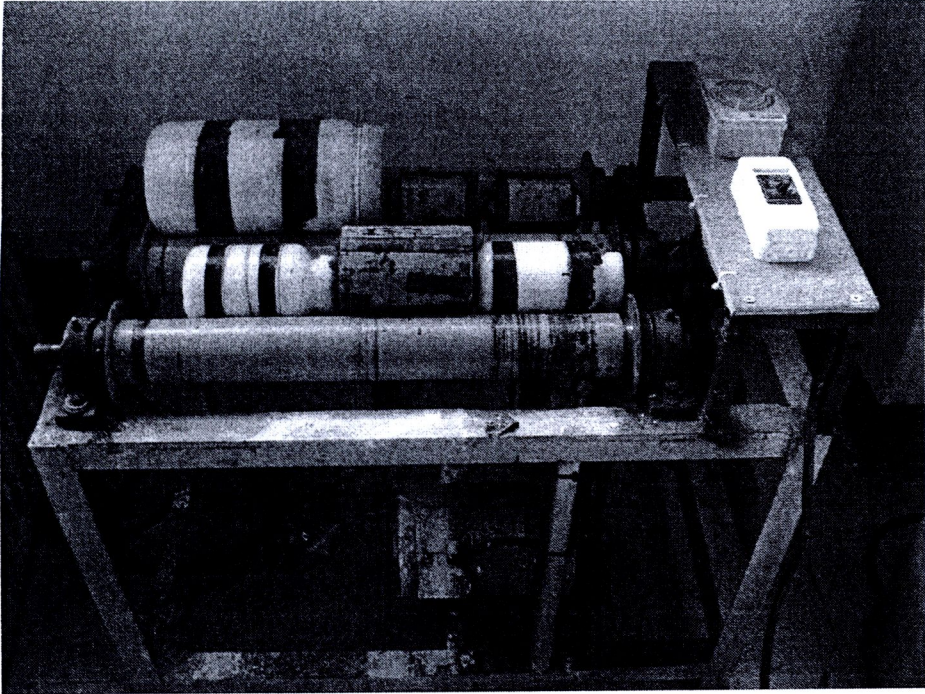


T_r คือ อุณหภูมิห้องประมาณ 25°C

รูป 3.5 แผนผังการเผาแคลไซน์ผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต



รูป 3.6 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเตรียมผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต

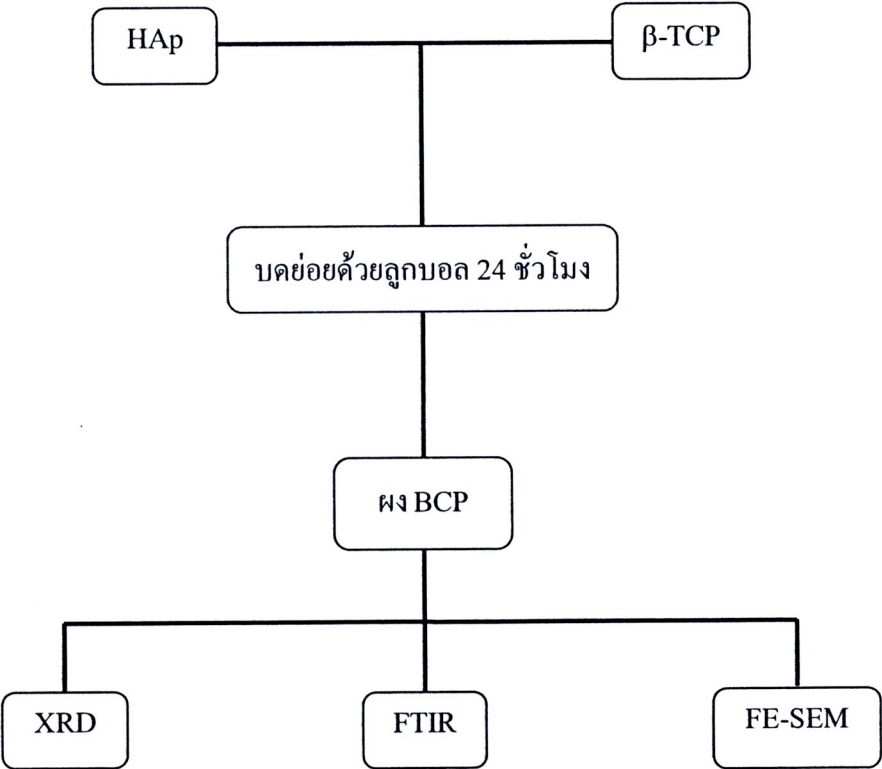


รูป 3.7 เครื่องบดย่อยด้วยลูกบอล



3.3.3 การเตรียมผงไบเฟล็กแคลเซียมฟอสเฟต

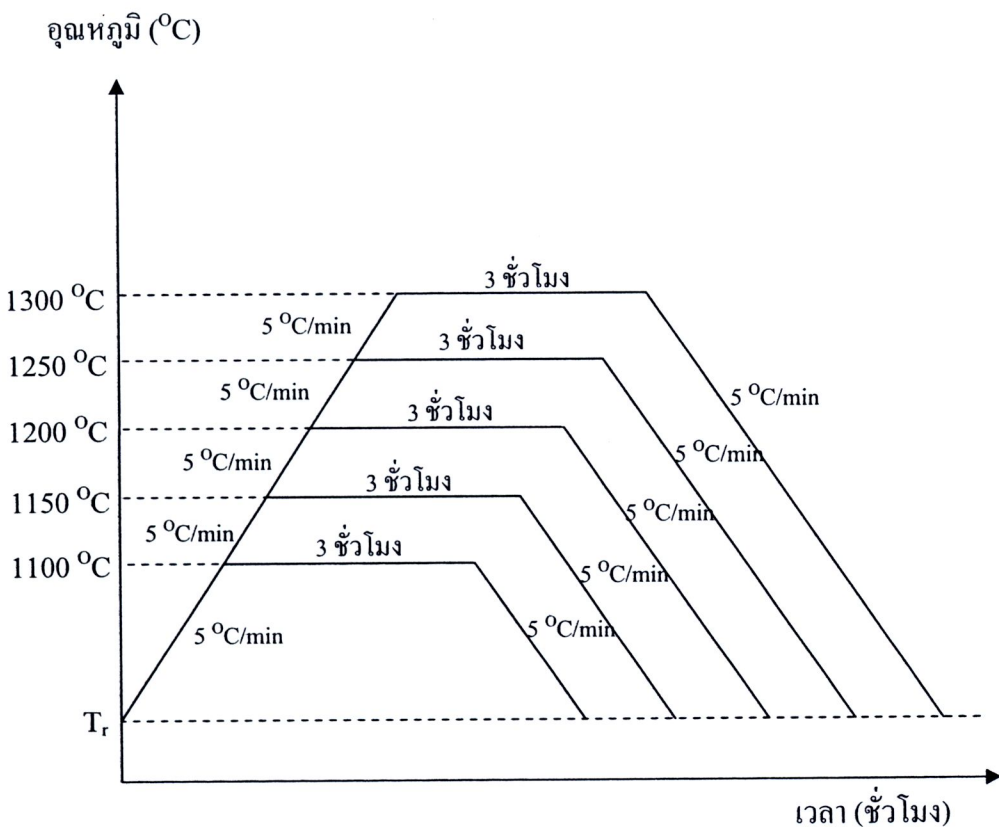
หลังจากทำการวิเคราะห์ และได้ผง HAp ตามเงื่อนไขที่ต้องการแล้ว จะนำผง HAp ไปทำการผสมกับผง β -TCP ที่อัตราส่วน HAp : β -TCP เท่ากับ 60 : 40 wt% โดยวิธีบดย่อยด้วยลูกบอลในเอทานอลเป็นตัวกลาง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำผงไปทำการ stirring จนเกือบแห้งและนำไปอบต่อให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 °C สุดท้ายจะนำผง BCP ไปทำการวิเคราะห์เฟส, กลุ่มฟังก์ชันทางเคมี และโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค XRD, FTIR และ FE-SEM



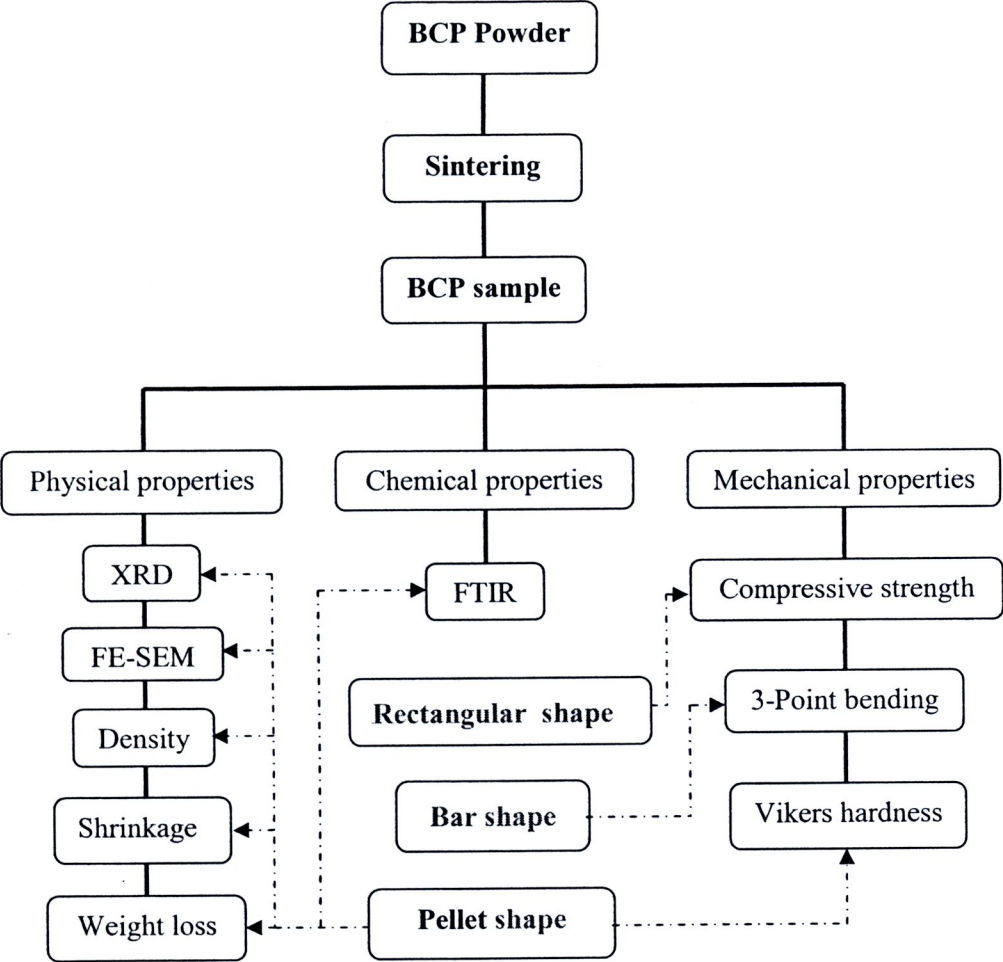
รูป 3.8 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเตรียมผงไบเฟล็กแคลเซียมฟอสเฟต

3.4 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกไบเฟล็กแคลเซียมฟอสเฟต

เมื่อทำการเตรียมผง BCP ได้ครบทุกเงื่อนไขสำหรับขั้นตอนในการวิเคราะห์และทดสอบชิ้นงานเซรามิกต่อไป โดยการแบ่งการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก BCP เป็น 2 กลุ่ม คือชิ้นงานแบบเหรียญและแบบแท่งสี่เหลี่ยม โดยการเตรียมชิ้นงานเซรามิก BCP แบบเหรียญจะชั่งผง BCP ทุกเงื่อนไขเป็นจำนวน 0.5 กรัม จากนั้นนำไปขึ้นรูปโดยใช้โมลขึ้นรูปขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 mm อัดด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิกด้วยแรง 1 ตัน จากนั้นแช่ไว้เป็นเวลา 15 วินาที เมื่อนำชิ้นงานออกจากโมลแล้วทำการวัดความหนา เส้นผ่านศูนย์กลาง และมวลของชิ้นงาน หลังจากนั้นนำชิ้นงาน BCP ทั้งหมดไปทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100, 1150, 1200, 1250 และ 1300 °C อัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 °C/min เผาแช่ 3 ชั่วโมงทุกเงื่อนไข หลังจากเผาซินเตอร์แล้วเตรียมนำชิ้นงานเซรามิกสำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล และสมบัติทางเคมีต่อไป ต่อมาการขึ้นรูปชิ้นงาน BCP แบบแท่งสี่เหลี่ยม โดยจะชั่งผง BCP ทุกเงื่อนไขเป็นจำนวน 8 กรัม จากนั้นจะนำไปขึ้นรูปโดยใช้โมล 40x50x20 mm ขั้นตอนต่อจากนี้เหมือนกับขั้นตอนการขึ้นรูปแบบเหรียญทุกประการจากนั้นจะนำไปวัดคุณสมบัติทางกลต่อไป



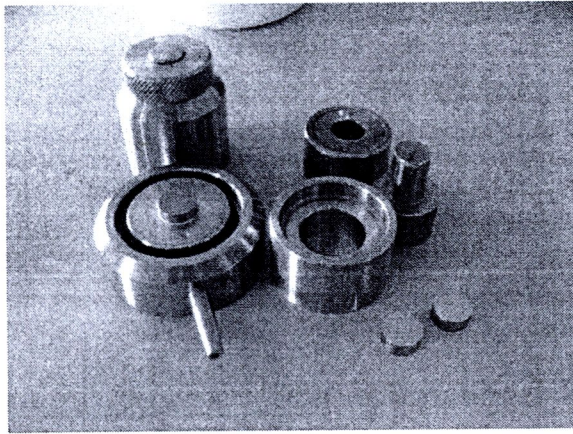
รูป 3.9 แผนผังการเผาซินเตอร์ของชิ้นงานเซรามิกไบเฟล็กแคลเซียมฟอสเฟต



รูป 3.10 แผนผังการเตรียมชิ้นงานเซรามิกไบเฟล็กแคลเซียมฟอสเฟต

3.4.1 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกแบบเหรียญ (Pellet shape)

การเตรียมเซรามิกแบบเหรียญจะใช้โมลที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm ทำการอัดด้วยระบบไฮดรอลิกแบบแกนเดียวด้วยแรง 1 ตัน และกดแช่เป็นเวลาประมาณ 15 วินาที สุดท้ายนำชิ้นงานไปทำการเผาซินเตอร์เพื่อนำชิ้นงานเซรามิกไปทดสอบดังรูป 3.11



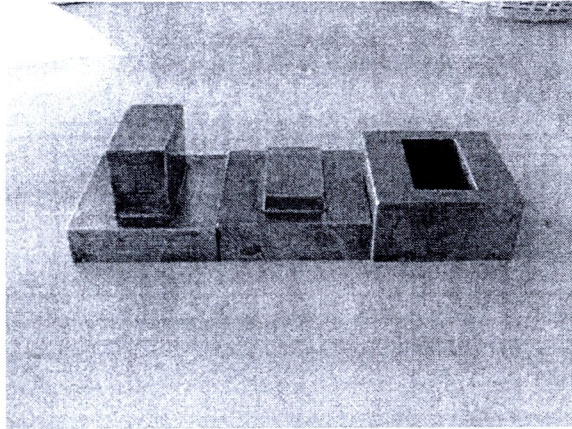
รูป 3.11 โมลขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกแบบเหรียญ

3.4.2 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกแบบแท่ง (Rectangular shape)

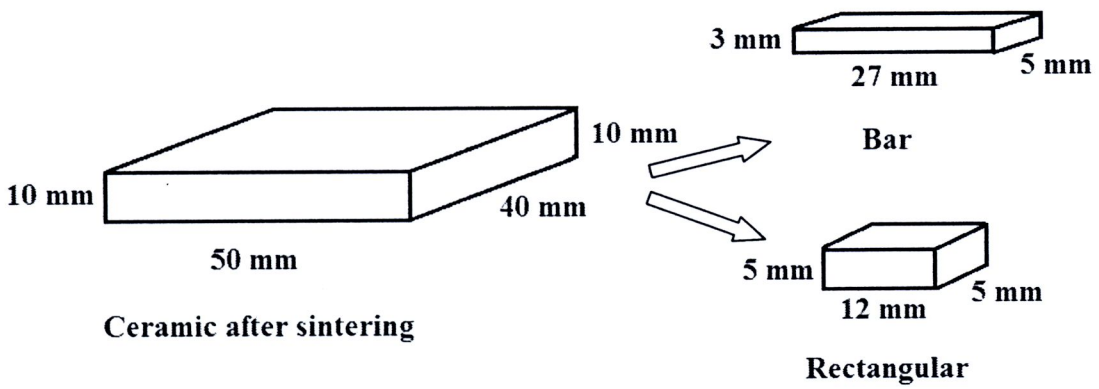
การเตรียมชิ้นงานเซรามิกแบบแท่งสำหรับการทดสอบความแข็งแรงต่อการกดอัดสามารถเตรียมได้โดยใช้โมลลักษณะเป็นรูปแท่งสี่เหลี่ยมดังรูป 3.12 โดยใช้แรงและกดแช่เหมือนกับการขึ้นรูปแบบเหรียญ หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปทำการเผาซินเตอร์แล้วจะนำชิ้นงานเซรามิกทั้งหมดมาทำการขัดหยาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 220 และขัดละเอียดอีกครั้งด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1200 จนกระทั่งชิ้นงานเซรามิกมีขนาด $5 \times 5 \times 12 \text{ mm}^3$

3.4.3 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกแบบบาร์ (Bar shape)

สำหรับการเตรียมชิ้นงานเซรามิกแบบบาร์จะเหมือนกับการเตรียมชิ้นงานแบบแท่งทุกประการ แต่ขนาดของชิ้นงานนั้นจะทำการขัดให้มีขนาด $3 \times 5 \times 27 \text{ mm}^3$



รูป 3.12 โมลชิ้นรูปชิ้นงานเซรามิกแบบแท่งและบาร์



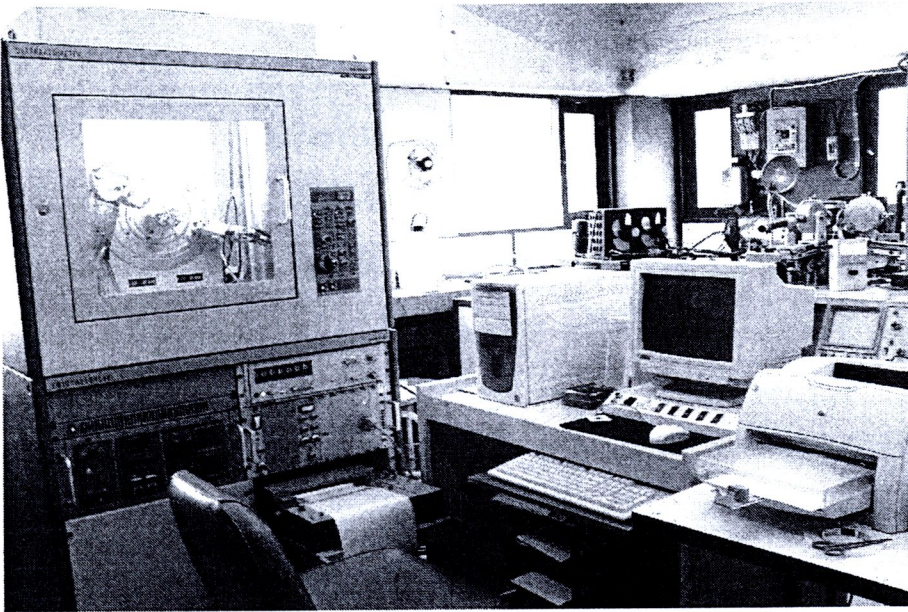
รูป 3.13 ขนาดชิ้นงานเซรามิก BCP แบบแท่งและบาร์

3.5 การวิเคราะห์ผงเซรามิก

ในการวิเคราะห์ผงเซรามิกนั้นจะเริ่มจากการวิเคราะห์ผง HAp เพื่อศึกษาถึงเฟส ฐานวิทยา และโครงสร้างจุลภาคเพื่อเลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมจากนั้นจะนำไปวิเคราะห์หากกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีและขนาดอนุภาคเพื่อในการนำไปใช้ไปใช้งานต่อไป จากนั้นจะทำการวิเคราะห์ผง β -TCP และ BCP เช่นเดียวกับกรณีของผง HAp

3.5.1 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

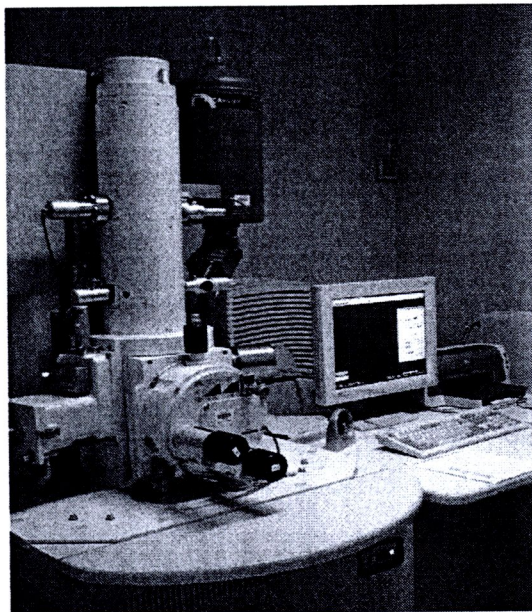
การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction technique) เพื่อตรวจสอบเฟสของสารตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอกซ์ลงบนผิววัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (scattering) และเลี้ยวเบน ซึ่งมุมในการเลี้ยวเบนจะแตกต่างกันออกไปตามแต่ละลักษณะโครงสร้างผลึกและระนาบ (hkl) ที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ ลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นมีความเฉพาะสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับการตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็สามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุของสารชนิดใด โดยพิจารณาความสัมพันธ์ของข้อมูลระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มฟลักของรังสีเอกซ์ของแบบอย่างการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ และดังที่ได้กล่าวไปแล้วว่าสารแต่ละชนิด จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะที่แตกต่างกัน จึงสามารถนำแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS file) เพื่อตรวจสอบชนิดของชนิดเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยในการทดลองจะนำสารตัวอย่างมาแปดใส่ holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง x-ray diffractometer รุ่น Siemens D-500 ใช้เป้าทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) ที่ให้รังสีเอกซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ 1.54 อังสตรอม ออกมาด้วย step ประมาณ 5 องศาต่อนาที (รูป 3.14)



รูป 3.14 เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)

3.5.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM)

นำผงประมาณ 0.5 g ใส่ในขวดขนาดเล็ก เติมน้ำจนล้นไปประมาณ 3 ใน 4 ของปริมาตรขวด จากนั้นนำไปทำการสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลาประมาณ 5 นาที เพื่อให้อนุภาคผงเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน นำสารแขวนลอยมาหยดลงบนแท่งทองเหลือง (Stub) ที่ติดแผ่นเทปทองแดงแล้วทิ้งให้แห้ง จากนั้นจึงนำไปทำการเคลือบด้วยทองคำโดยใช้เทคนิค Sputtering สำหรับทำขั้วไฟฟ้า โดยใช้เวลาในการเคลือบ 30 วินาที เพื่อให้ให้เกิดความหนาของชั้นทองคำมากเกินไป แล้วจึงนำไปทำการตรวจสอบสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope หรือ FE-SEM) (รูป 3.10) ในการวิเคราะห์ผง HAp จะใช้กำลังขยายที่ 50000 เท่า ผง β -TCP และ BCP จะใช้กำลังขยายที่ 2000 เท่ากัน



รูป 3.15 กล้อง Field-Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)

3.5.3 การตรวจสอบฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR)

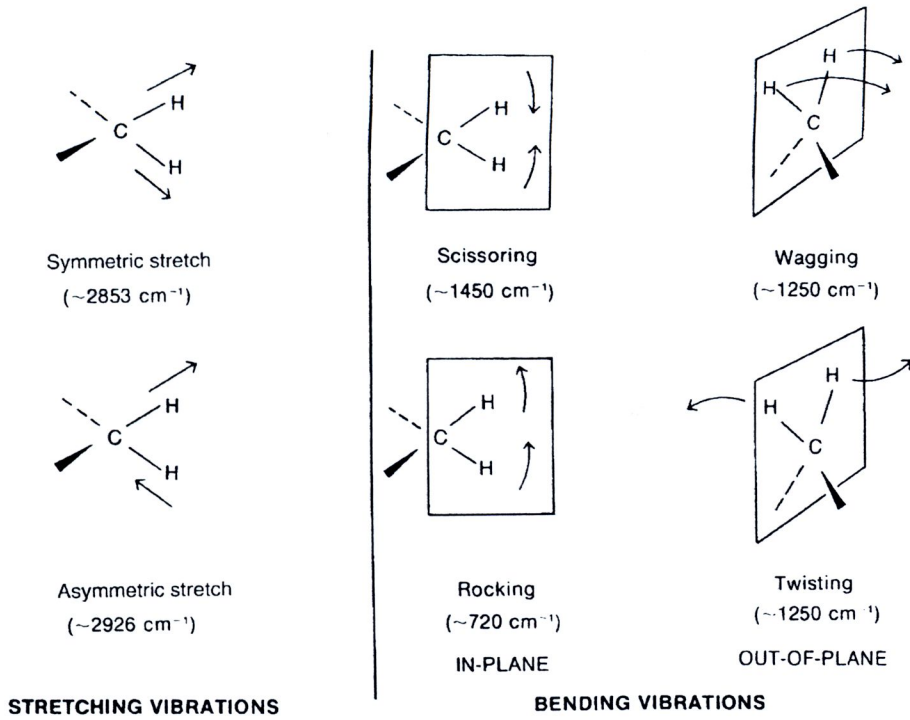
เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (IR) เป็นเทคนิคที่มีรูปแบบปฏิบัติการหลากหลายที่แตกต่างกันออกไป ในการวิเคราะห์จะใช้การแผ่พลังงานของ IR ไปยังชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลง (translational) การหมุน (rotational) และการสั่น (vibrational) ของโมเลกุลขึ้น โดยลักษณะเฉพาะของสเปกตรัม IR จะสอดคล้องกับโครงสร้างอะตอมหรือโมเลกุลแต่ละโมเลกุล ในการแบ่งบริเวณของคลื่น IR สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ส่วนได้แก่ (1) คลื่นอินฟราเรดย่านใกล้ (Near-infrared region; NIR) เป็นบริเวณที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่คลื่นแสงสีขาวยุค (visible light) 14000 cm^{-1} ($0.7\mu\text{m}$) ไปจนถึงคลื่นอินฟราเรดย่านกลาง (Mid-infrared region; MIR) 4000 cm^{-1} ($2.5\mu\text{m}$) ในการใช้งาน NIR มักจะใช้ร่วมกับ UV-Vis spectrometer (UV-Vis-NIR) หรือ MIR ในโหนดวิเคราะห์การสั่นอย่างง่าย สารอินทรีย์จะดูดกลืนในย่าน NIR ทั้งหมด (2) คลื่นอินฟราเรดย่านกลาง (Mid-infrared region; MIR) เป็นย่านที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีมากที่สุด MIR จะอยู่ในช่วง $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ ($2.5\text{--}20\mu\text{m}$) โดยในย่าน MIR สามารถแบ่งย่อยได้เป็น 2 บริเวณย่อย ได้แก่ บริเวณกลุ่มความถี่ (group frequency region) อยู่ในช่วง $4000\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$ ($2.5\text{--}8.0\mu\text{m}$) และบริเวณลักษณะเฉพาะ (fingerprint region) อยู่ในช่วง $1300\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ ($8.0\text{--}20\mu\text{m}$) โดยการดูดกลืนในบริเวณกลุ่มความถี่อาจกล่าวได้ว่าแถบที่มีการดูดกลืน (absorption bands) หลักนั้นเป็นแบบสั่นซึ่งสอดคล้องกับกลุ่มฟังก์ชันเฉพาะของแต่ละโมเลกุล เช่น NH-OH ($4000\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$) C-H stretch region ($3000\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$) window region ($2800\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$) และ carbonyl region ($1800\text{--}1500\text{ cm}^{-1}$) ในส่วนของการดูดกลืนบริเวณลักษณะเฉพาะ สเปกตรัมที่ได้สามารถบ่งบอกได้ว่าพันธะนั้นเป็นแบบพันธะเดี่ยว (single bond) หรืออาจกล่าวได้อีกนัยหนึ่งว่าเป็นการสั่นแบบ skeletal vibration ของระบบอะตอมเชิงซ้อน (polyatomic system) ตัวอย่างเช่น T-O-T การที่ในบริเวณนี้มีการดูดกลืนมากจึงทำให้ยากในการระบุแถบเฉพาะที่มีการดูดกลืนได้ แต่ในการดูดกลืนที่รวมกันทั้งหมดนี้ก็มีลักษณะเฉพาะตัวที่สูงมาก ทำให้สามารถจำลองและใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์วัสดุที่สอดคล้องกับสเปกตรัมมาตรฐาน (3) คลื่นอินฟราเรดย่านไกล (Far-infrared region; FIR) อยู่ในช่วง $500\text{--}20\text{ cm}^{-1}$ ($20\text{--}500\mu\text{m}$) โดย FIR จะนำไปประยุกต์ใช้กับโมเลกุลที่มีความถี่ในการดัดงอ (bending) และการบิด (torsion) ที่ต่ำ เช่น การสั่นของเลททิซ

(lattice vibrations) ในผลึกหรือโมเลกุลที่เกิดการสั่นได้ง่ายทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างโมเลกุลทั้งหมดเกิดขึ้นส่งผลให้วิเคราะห์ได้ยากในการใช้ MIR ตัวอย่างเช่น แถบการดูดกลืน FIR ของไอโซเมอร์และกรดไขมันที่มีสายโซ่ยาว

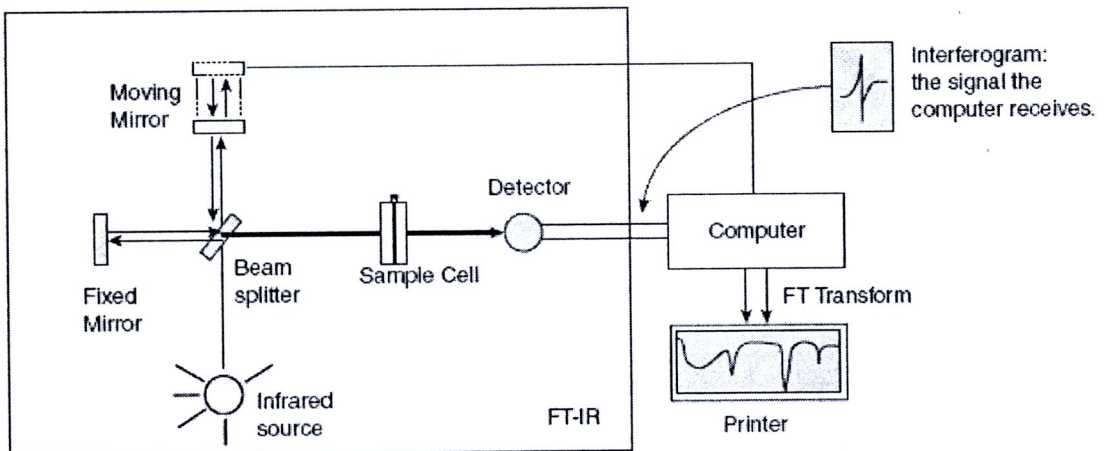
ในระบบปฏิบัติการที่ให้แสงผ่าน (optical) จะเกิดรูปแบบที่เรียกว่า interferogram ซึ่ง interferogram นี้จะเป็นระบบสัญญาณที่ซับซ้อน รูปแบบคลื่นหรือสัญญาณทั้งหมดนี้จะเป็นส่วนประกอบของความถี่ที่ทำให้เกิดอินฟราเรดสเปกตรัมทั้งสิ้น โดยพื้นฐานแล้ว interferogram จะเป็นความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม (intensity) กับเวลา (time) หรือในทางเคมีอาจมีความสนใจในเชิงลึกลงไปนั่นคือความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับความถี่ (frequency)

ฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) เป็นเทคนิคที่มีการนำเอาหลักปฏิบัติการที่รู้จักกันในชื่อของฟูเรียรทรานฟอร์ม (FT) เข้ามาประยุกต์ใช้ในระบบอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (IR) เพื่อใช้แยกการดูดกลืนความถี่เฉพาะ (individual absorption frequency) ออกจาก interferogram เพื่อได้สเปกตรัมที่เป็นแบบเดียวกันอย่างแท้จริง

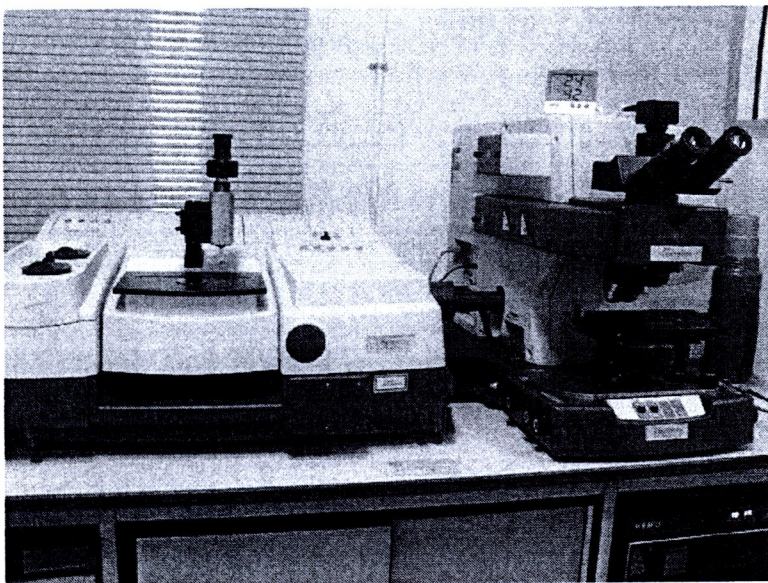
ใน FT-IR จะใช้ interferometer ในการกระบวนการส่งพลังงานไปยังชิ้นงาน ใน interferometer จะกำเนิดพลังงานส่งผ่านไปยังกระจกที่ทำหน้าที่เป็น beam splitter เอียงทำมุม 45° กับลำแสงที่ผ่าน ลำแสงที่ส่งผ่านมานี้จะสามารถผ่านทะลุ beam splitter ไปได้แต่จะเกิดการแยกเป็นลำแสง 2 ลำที่ตั้งฉากกันโดยลำหนึ่งจะไม่เกิดการเบี่ยงเบน ส่วนอีกลำจะเกิดการเบี่ยงเบนไปเป็นมุม 90° จากนั้นจะส่งผ่านไปยัง fixed mirror และถูกส่งกลับไปยังส่วน beam splitter อีกครั้ง ส่วนกรณีของลำแสงที่ไม่เกิดการเบี่ยงเบนจะผ่านไปยัง moving mirror และถูกส่งกลับไปยังส่วน beam splitter เช่นเดียวกัน ในส่วนของ moving mirror จะเกิดการเคลื่อนที่ทำให้ระยะทางของลำแสงที่ส่งผ่านมีค่าต่างๆกันออกไป เมื่อลำแสงทั้งสองกลับมาเจอกันที่ส่วน beam splitter จะเกิดการรวมเข้ากันอีกครั้ง แต่เนื่องจากระยะทางลำแสงทั้งสองแตกต่างกัน (ความยาวคลื่นแตกต่างกัน) ส่งผลให้เกิดการเสริมและหักล้างของคลื่นเกิดขึ้น ผลที่ได้นี้เรียกว่า interferogram ซึ่ง interferogram นี้จะประกอบไปด้วยพลังงานของลำแสงที่ส่งผ่านออกมาจากแหล่งกำเนิดทั้งหมด และมีความยาวคลื่นในช่วงที่กว้าง



รูป 3.16 แสดงรูปแบบการสั่นของพันธะเคมีที่ตอบสนองต่อ IR รูปแบบต่างๆ



รูป 3.17 แสดงแผนภาพหลักการทำงานของ FTIR



รูป 3.18 เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometers (FTIR)

3.6 การวิเคราะห์ชิ้นงานเซรามิกไบเฟล็กแคลเซียมฟอสเฟต

ในส่วนของการวิเคราะห์ชิ้นงานเซรามิกนั้นจะทำการวิเคราะห์ BCP หลังจากที่ได้ขึ้นรูปและทำการเผาขึ้นเตอร์แล้ว การวิเคราะห์เฟส โครงสร้างจุลภาคและฟังก์ชันทางเคมีจะเหมือนกับทางผงเซรามิกตามหัวข้อ 3.51-3.53 ข้อซึ่งรายละเอียดเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ชิ้นงานเซรามิก BCP อื่นๆดังต่อไปนี้

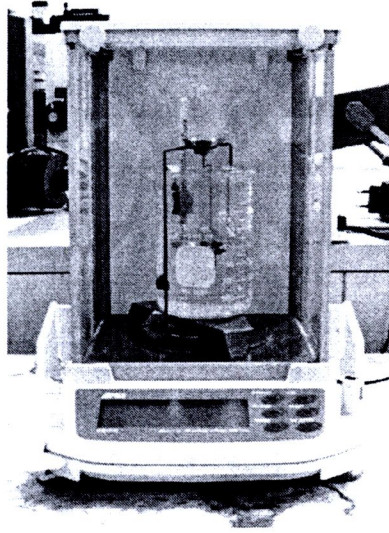
3.6.1 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ (Physical properties)

3.6.1.1 ความหนาแน่น (Density)

ทำการตรวจสอบความหนาแน่นของเซรามิกที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการของอาร์คิมิดีส (Archimedes) (รูป 3.13) เริ่มจากการนำเซรามิกที่ต้องการตรวจสอบมาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 4 ชั่วโมงเพื่อกำจัดอากาศที่อยู่ภายในเนื้อเซรามิกออกทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ จากนั้นจึงนำมาชั่งในน้ำ (w_3) ชั่งขณะเปียก (w_2) และนำมาอบในเตาให้แห้งเพื่อนำมาชั่งขณะแห้ง (w_1) แล้วจึงนำค่าที่ได้ทั้งหมดมาคำนวณหาความหนาแน่นตามสมการ 3.1

$$\rho_c = \left(\frac{w_1}{w_2 - w_3} \right) \times \rho_{H_2O} \tag{3.1}$$

เมื่อ	ρ_c	คือ	ความหนาแน่นของเซรามิก
	ρ_{H_2O}	คือ	ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.997 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
w_1 , w_2 และ w_3	คือ	น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในขณะแห้ง ขณะเปียก และในน้ำตามลำดับ	



รูป 3.19 เครื่องวัดความหนาแน่น (Archimedes method)

3.6.1.2 ความพรุน (Porosity)

นำชิ้นงานเซรามิก BCP ชั่งในอากาศแบบแห้งบันทึกค่าน้ำหนัก ต่อด้วยการนำเซรามิก BCP ไปแช่ในน้ำกลั่นเป็นเวลา 2 วัน และหลังจากนั้นนำเซรามิก BCP ไปชั่งในน้ำโดยเครื่องชั่งอาร์คิมิดีสบันทึกค่าน้ำหนัก จากนั้นนำไปซับให้แห้งและนำไปชั่งต่อในอากาศแบบเปียกบันทึกค่าน้ำหนัก นำค่าน้ำหนักที่ได้จากการชั่งทั้ง 3 แบบมาคำนวณเพื่อหาค่าความพรุนของเซรามิก BCP ดังสมการ 3.2

$$\text{Percentage of apparent porosity} = \frac{\text{Open pore volume}}{\text{Total volume}} \times 100 \% \quad (3.2)$$

$$\text{Apparent porosity} = \frac{W_w - W_D}{W_w - W_s} \times 100 \%$$

เมื่อ W_w คือ น้ำหนักของวัสดุที่มีน้ำอยู่ภายในหลังต้ม
 W_D คือ น้ำหนักวัสดุหลังจากการอบ
 W_s คือ น้ำหนักของวัสดุชั่งในอากาศแบบเปียก

3.6.1.3 การหดตัวหลังเผา (Shrinkage)

หลังจากทำการเผาซินเตอร์เม็ดเซรามิก BCP แล้ว จะนำชิ้นงานที่ได้มาทำการตรวจวัดการหดตัวของเซรามิกหลังเผาในรูปของการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนการเผาและหลังการเผาด้วยสมการ 3.3

$$S_L = \left[1 - \frac{l}{l_0} \right] \times 100 \quad (3.3)$$

เมื่อ S_L คือ ร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นเซรามิก

l คือ เส้นผ่านศูนย์กลางหลังเผาซินเตอร์

l_0 คือ เส้นผ่านศูนย์กลางก่อนเผาซินเตอร์

3.6.1.4 ปริมาณน้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา (Weight loss)

หลังจากผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์แล้วจึงนำเซรามิกที่ได้มาตรวจสอบหาปริมาณของสารที่สูญเสียไปในระหว่างกระบวนการเผาซินเตอร์ โดยจะใช้น้ำหนักของชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากผ่านการเผาซินเตอร์มาคำนวณหาร้อยละของปริมาณสารที่สูญเสียไป โดยคำนวณได้จากสมการ 3.10 ดังนี้

$$Weight\ loss\ (\%) = \left[\frac{W_1 - W_2}{W_1} \right] \times 100 \quad (3.4)$$

เมื่อ W_1 และ W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกก่อนและหลังการเผาซินเตอร์ตามลำดับ

3.6.2 การตรวจสอบสมบัติทางกล (Mechanical properties)

พฤติกรรมทางกล (mechanical behavior) ของวัสดุต่าง ๆ นั้นสามารถนิยามได้จากลักษณะการผิดรูป (deformation) และการแตกหัก (fracture) ภายใต้การให้ความเค้นจากแรงดึง (tensile

stress) แรงกดอัด (compressive stress) หรือการให้แรงจากหลายทิศทาง (multiaxial stress) การหาปริมาณพฤติกรรมทางกลเหล่านี้ล้วนแต่ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายๆอย่าง เช่น วิธีการทดสอบและลักษณะการให้ความเค้น

สำหรับการตรวจสอบสมบัติทางกลของเซรามิก BCP จะประกอบไปด้วยการหาค่าความแข็งแรงต่อการกดอัด (compressive strength test) ความค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอ (3-point bending test) และการวัดค่าความแข็งแบบวิสเกอร์ (Vickers hardness) โดยแยกรายละเอียดได้ดังหัวข้อต่อไปนี้

3.6.2.1 ความแข็งแรงต่อการกดอัด (Compressive strength)

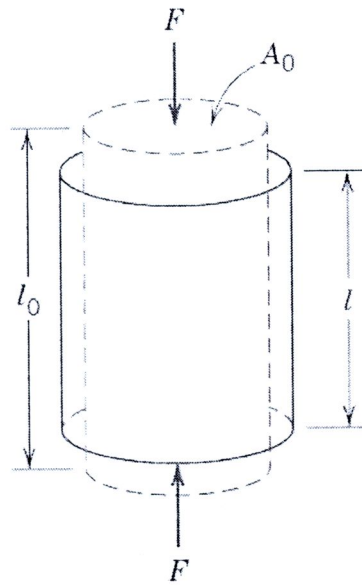
การอธิบายพฤติกรรมความแข็งแรงต่อการกดอัดนั้นสามารถอธิบายได้จากกราฟความสัมพันธ์ความเค้น-ความเครียด (stress versus strain curve) เมื่อพิจารณาจากค่าความเค้นทางวิศวกรรม (engineering stress : σ) นิยามได้ดังสมการที่ 3.5

$$\sigma = \frac{P}{A_0} \quad (3.5)$$

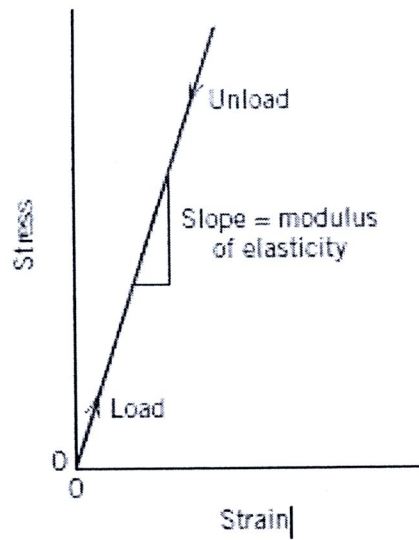
เมื่อ P คือ แรงที่ให้กับชิ้นงาน ณ จุดเริ่มต้น (ค่าความเค้นเป็นศูนย์) และ A_0 คือพื้นที่หน้าตัดใกล้เคียงบริเวณจุดศูนย์กลางส่วนค่าความเครียดทางวิศวกรรมนิยามได้ดังสมการ 3.6

$$\varepsilon = \frac{l-l_0}{l_0} \quad (3.6)$$

เมื่อ l คือ ค่าความยาวของชิ้นงานหลังจากทำการให้แรง และ l_0 คือค่าความยาวของชิ้นงานตอนเริ่มต้น (ค่าความเค้นเป็นศูนย์)

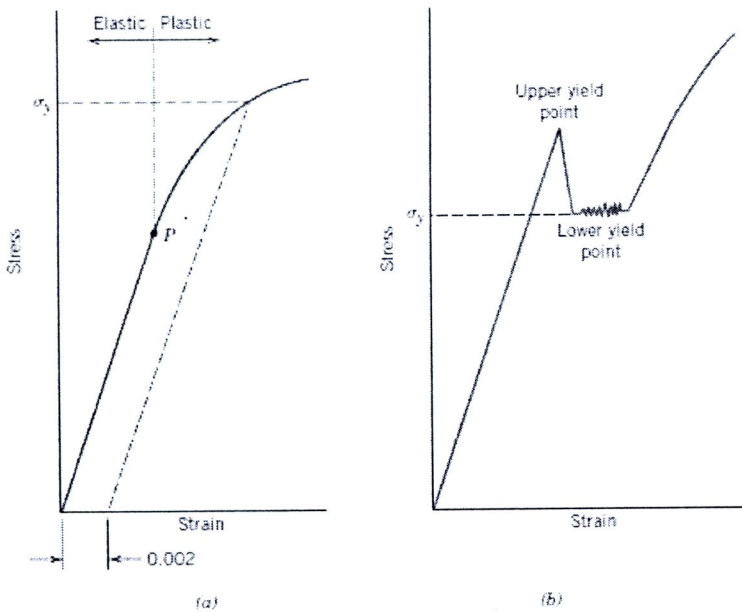


รูป 3.20 พฤติกรรมของชิ้นงานที่ได้รับแรงสำหรับการทดสอบความแข็งแรงต่อการกดอัด

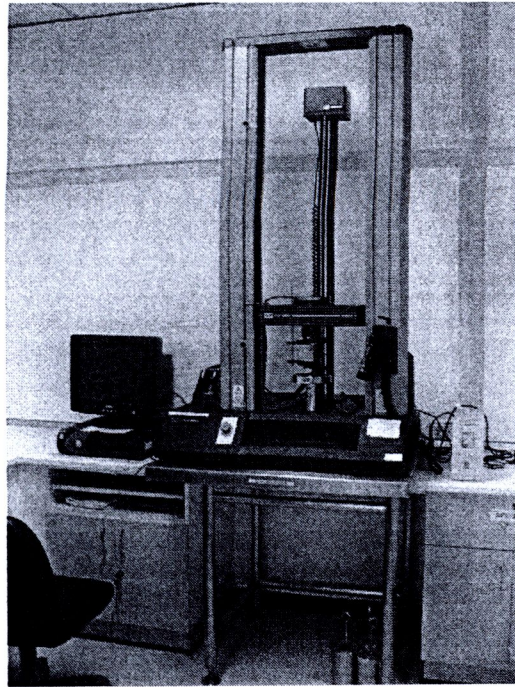


รูป 3.21 กราฟความสัมพันธ์ความเค้น-ความเครียดแสดงเส้นทางสำหรับการผิดรูปแบบยืดหยุ่น

การผิดรูปแบบยืดหยุ่น (elastic deformation) ซึ่งเป็นการผิดรูปแบบชั่วคราวและสามารถคืนรูปเดิมได้เมื่อนำแรงที่ให้แก่ชิ้นงานออก โดยเส้นทางการผิดรูปแบบยืดหยุ่นนี้มีลักษณะเป็นเส้นตรง (linear) แสดงได้ดังรูป 3.21 ในกรณีการผิดรูปแบบพลาสติก (plastic deformation) หรือการผิดรูปแบบถาวรเป็นการผิดรูปที่ไม่สามารถคืนรูปเดิมได้เมื่อนำแรงที่ให้แก่ชิ้นงานออก โดยบริเวณที่เกิดการผิดรูปแบบถาวรมันจะมีลักษณะไม่เป็นเส้นตรง (nonlinear) ดังรูป 3.22(a) คือกราฟแสดงบริเวณการผิดรูปแบบยืดหยุ่นและถาวรโดยมีค่าจำกัด ณ จุด P และค่าความเค้นสมยอม (σ_y) โดยปกติจะหาค่า 0.002 ของค่าความเครียด และรูป 3.22(b) แสดงให้เห็นรูปแบบกราฟของความแข็งแรงต่อการกดอัดที่เรียกว่าการผิดรูปแบบไม่เท่ากันทั่วทั้งชิ้นงาน (nonhomogeneous deformation) สังเกตได้ว่าจะเกิดบริเวณที่เรียกว่า upper yield point และ lower yield point เกิดขึ้นทุกชิ้นงาน



รูป 3.22 กราฟความสัมพันธ์ความเค้น-ความเครียดแสดงพฤติกรรมการผิดรูปแบบถาวร



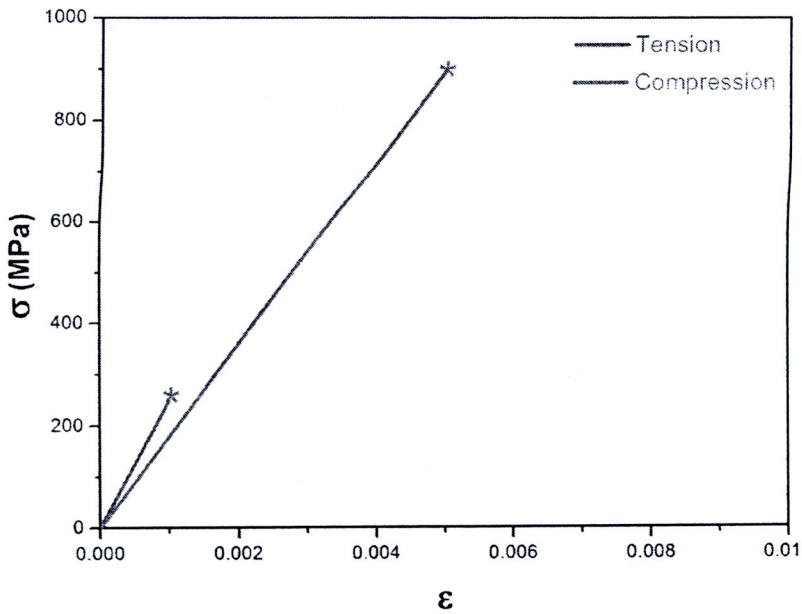
รูป 3.23 เครื่อง Universal Testing Machine (UTM)

3.6.2.2 ความแข็งแรงต่อการดัดงอ (3-point bending)

เซรามิกและแก้วโดยปกติทั่วไปนั้นไม่สามารถทำการทดสอบความแข็งแรงต่อแรงดึงได้ เนื่องจากว่าเกิดการเสียหายของชิ้นงาน ณ บริเวณที่มีการยืดหยุ่น (elastic region) ลักษณะเช่นนี้เรียกว่าการแตกหักแบบเปราะ (brittle fracture) ซึ่งลักษณะเช่นนี้เป็นเอกลักษณ์เฉพาะของเซรามิกและแก้ว จากรูป 3.24 เห็นได้ว่าการทดสอบแรงดึงนั้นจะมีจุดแตกหักที่ 280 MPa ในขณะที่การทดสอบแรงกดอัดนั้นมีค่า 900 MPa จากตัวอย่างนี้แสดงให้เห็นว่าวัสดุเซรามิกนั้นไม่ทนต่อการดึง ในขณะที่สามารถทนการกดอัดได้สูง สำหรับค่าที่เรียกว่ามอดูลัสของการแตก (modulus of rupture : MOR) นั้นเป็นปริมาณที่ใช้ในการคำนวณหาความแข็งแรงต่อการดัดงอ นิยามได้จากสมการ 3.7

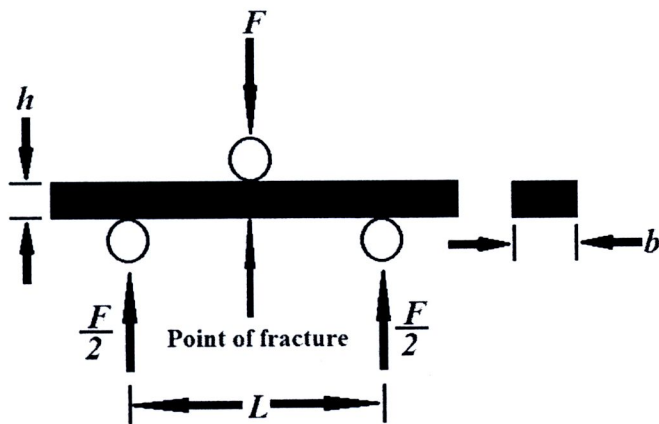
$$MOR = \frac{3LF}{2bh^2} \quad (3.7)$$

เมื่อ F และ b, h และ L คือ ขนาดมิติของชิ้นงานนิยามไว้ดังรูป 3.25

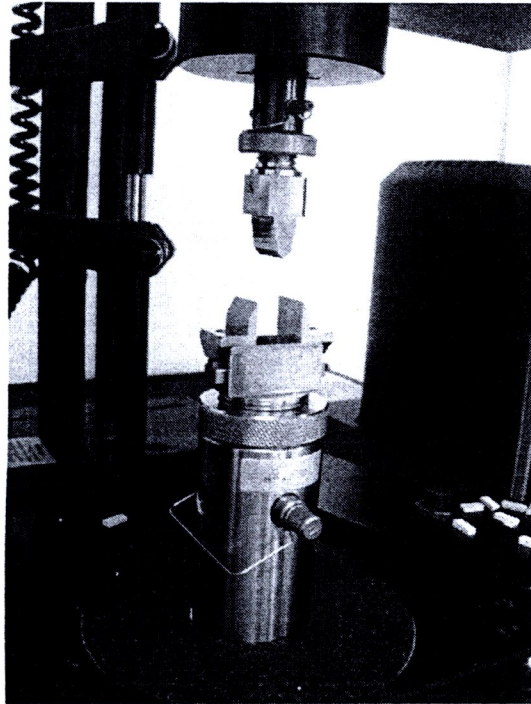


รูป 3.24 ลักษณะการแตกแบบเปราะและการกดอัดของเซรามิก

บางครั้งอาจนิยมเรียกค่า MOR ว่าเป็นค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอมากกว่า (flexural strength : F.S.) ซึ่งสามารถเปรียบได้กับค่าความแข็งแรงต่อแรงดึง



รูป 3.25 การทดสอบความแข็งแรงต่อการดัดงอ (MOR)



รูป 3.26 ชุดทดสอบสำหรับความแข็งแรงต่อการค้ดงอ (3-Point Bending Test)

3.6.2.3 ความแข็งแบบวิสเกอร์ (Vickers hardness)

การทดสอบความแข็งแบบวิสเกอร์ (Vickers hardness testing : HV) เป็นรูปแบบการทดสอบความแข็งของชิ้นงานแบบใช้หัวกดเป็นแบบพีรามิดที่มีด้านเท่ากันทั้ง 4 ด้าน มีมุมระหว่างผิวหน้าของหัวกด (α) 136° ซึ่งการออกแบบลักษณะทางเรขาคณิตของหัวกดแบบนี้ทำให้ค่าความแข็งแบบวิสเกอร์ (HV) นี้มีความสัมพันธ์ที่ดีกับค่าความแข็งแบบบริเนล (HBS) ที่ค่าระหว่าง 350 - 400

การทดสอบโดยหัวกดแบบวิสเกอร์จะทำการกดลงไปในทิศทางแนวดิ่งกับชิ้นงานด้วยแรง P (kgf) ดังรูป 3.27 โดยที่มุมระหว่างผิวหน้าของหัวกด (α) จะทำมุมกัน 136° ค่า d_1 และ d_2 คือค่าเส้นทแยงมุมของรอยกด (mm) ดังนั้นค่าเฉลี่ย d จะใช้ในการคำนวณหาความแข็งดังสมการ 3.8

$$HV = 0.9272 \frac{P}{A} = \frac{2P \sin(\frac{136^\circ}{2})}{d^2} \sim 1.8544 \frac{P}{d^2} \quad (3.8)$$

เมื่อ HV คือ ค่าความแข็งแบบวิสเกอร์

P คือ แรงที่ใช้ในการทดสอบ (kgf)

A คือ พื้นที่ผิวของหัวกด (mm^2)

d คือ ค่าเฉลี่ยของความยาวเส้นทแยงมุมของรอยกด (mm)

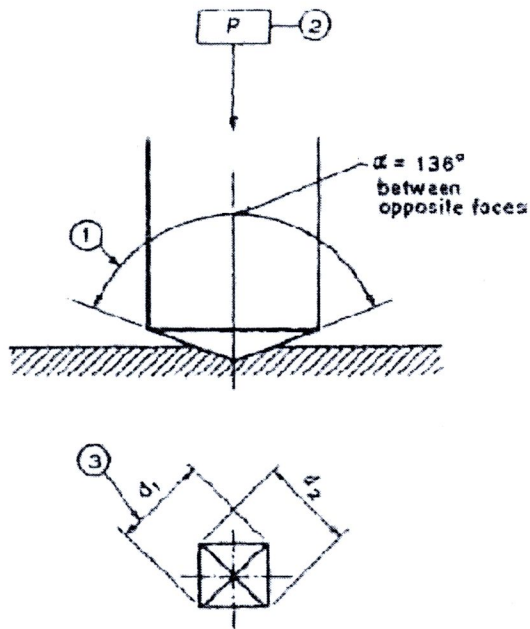
ในกรณีหาค่าความแข็งแบบวิสเกอร์ให้อยู่ในหน่วย GPa ได้โดยสมการ 3.9

$$HV = 0.0018544 \times \frac{P_2}{d_2^2} \quad (3.9)$$

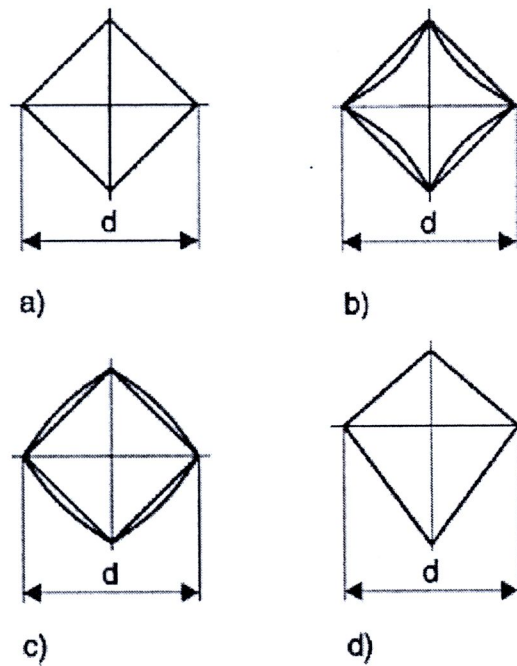
เมื่อ P_2 มีหน่วยเป็นนิวตัน

เนื่องจากเรขาคณิตแบบพีรามิดจากจะมีค่าความสัมพันธ์ระหว่างค่าความลึกของรอยกดกับความยาวของเส้นทแยงมุมของรอยกดดังสมการ 3.10

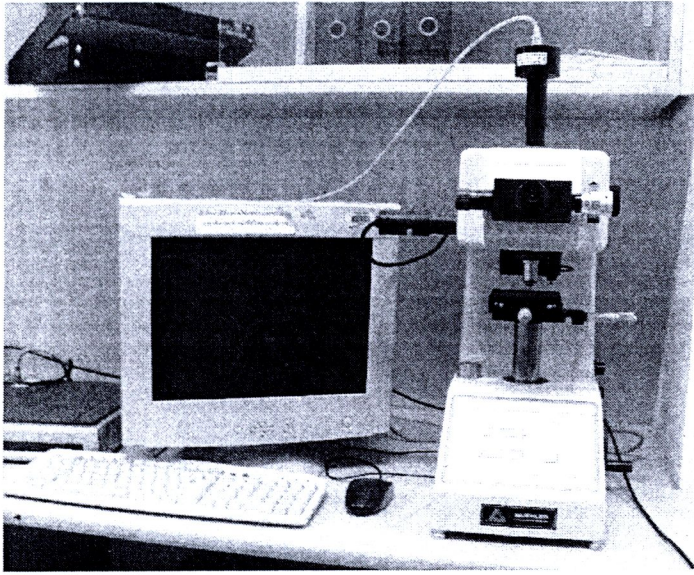
$$h = \frac{d}{7.0006} \quad (3.10)$$



รูป 3.27 หลักการทำงานของทดสอบความแข็งแบบวิสเกอร์ตามมาตรฐาน ASTM E 92



รูป 3.28 ลักษณะรอยกดแบบต่างๆจากการทดสอบความแข็งแบบวิสเกอร์ (a) รอยกดแบบสมบูรณ์ (ideal indentation) (b) รอยกดลักษณะบุ๋มลงไป (sink-in indentation) (c) รอยกดลักษณะซ้อนๆกันขึ้นไป (pile-up indentation) (d) รอยกดสี่เหลี่ยมรูปว่าว (kite-shaped indentation)



รูป 3.29 เครื่องวัดค่าความความแข็งแบบวิสเกอร์ (Vickers Hardness Tester)