

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปรายผล

การตรวจสอบสารตัวอย่างในงานวิจัยประกอบไปด้วย 2 ส่วนคือ การตรวจสอบผงเซรามิก ได้แก่ HAp, β -TCP และ BCP และการตรวจสอบชิ้นงานเซรามิก คือ ชิ้นงานเซรามิก BCP โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

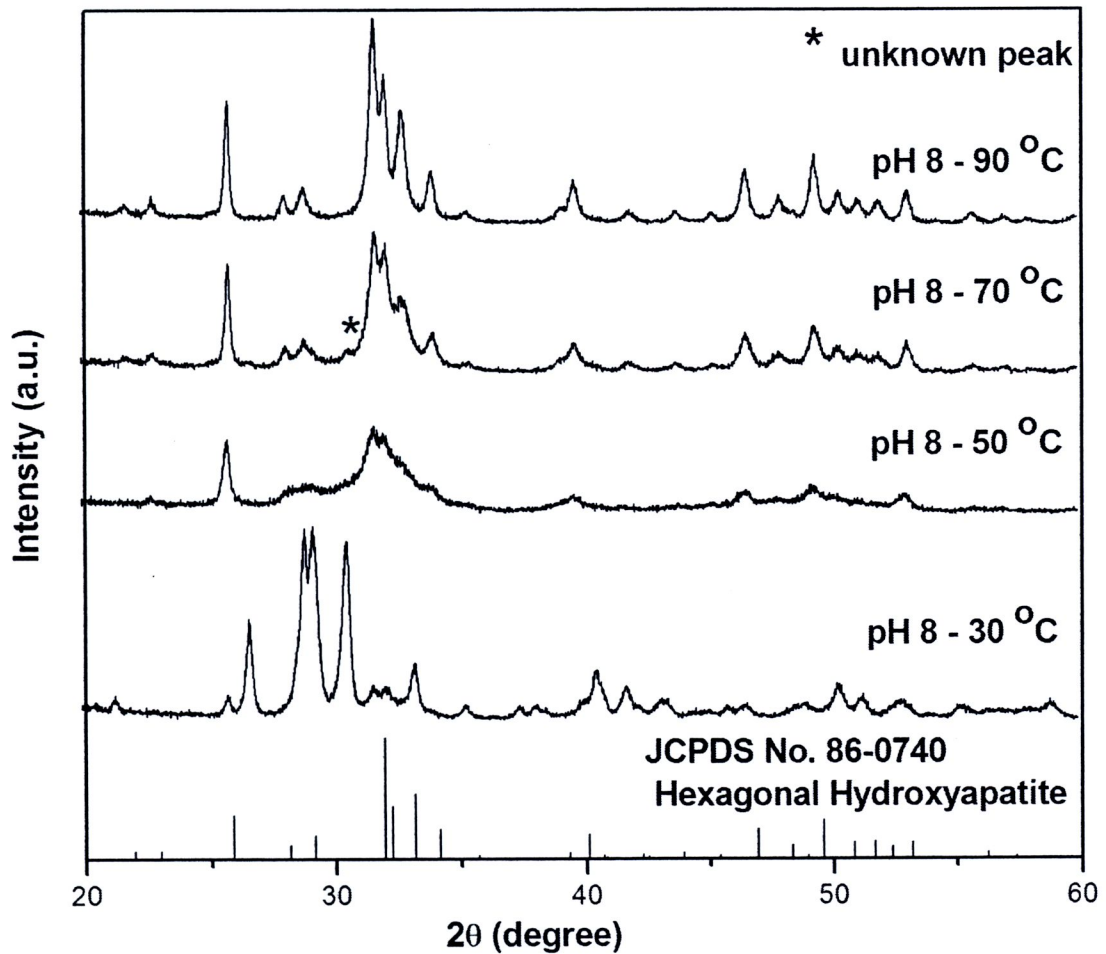
4.1 การตรวจสอบผงไฮดรอกซีอะพาไทต์

ในการตรวจสอบผง HAp ที่เตรียมได้จากกระบวนการตกตะกอน เริ่มจากการตรวจสอบเฟสของผง HAp โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) จากนั้นศึกษาสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคของ HAp ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) และตรวจสอบขนาดอนุภาคจากเงื่อนไขที่เลือกไว้ด้วยเทคนิควิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาค (particles distribute analysis) สุดท้ายตรวจสอบกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FTIR) โดยมีรายละเอียดดังนี้

4.1.1 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

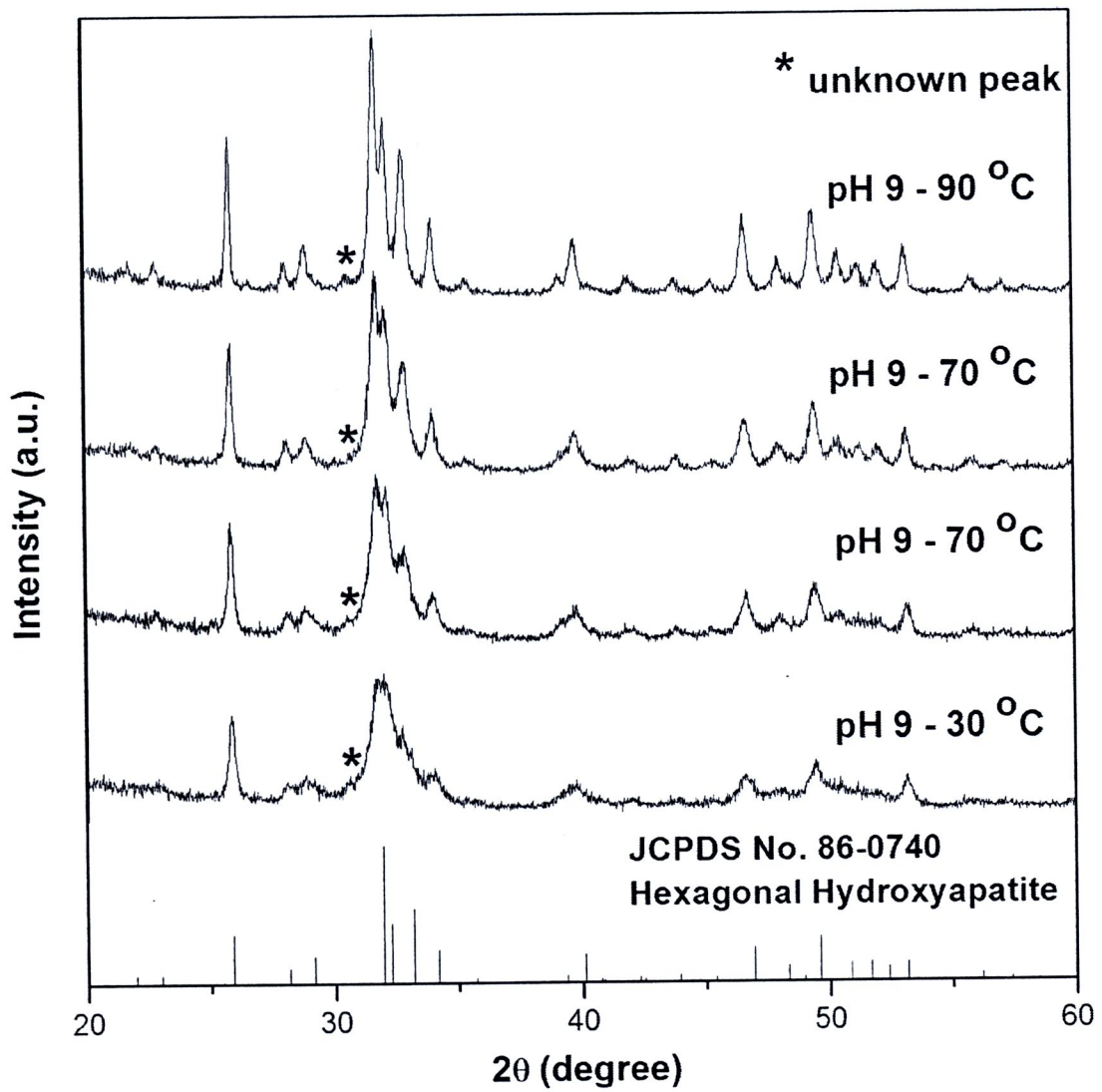
สัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันของผง HAp เป็นตัวแปรที่ต้องการศึกษา ดังนั้นในการสังเคราะห์ผง HAp ที่มีสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันออกไปจากการสังเคราะห์ตามหัวข้อ 3.3.1 เมื่อนำไปตรวจเฟสที่เกิดขึ้นพบว่าผง HAp สังเคราะห์ที่ค่า pH 8 ณ อุณหภูมิ 30 °C มีพีค XRD ไม่ตรงกับแฟ้มข้อมูลมาตรฐานของ HAp ในขณะที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 50, 70 และ 90 °C สามารถได้ผง HAp ที่มีเฟสที่สอดคล้องเป็นอย่างดีกับแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 86-0740 Hexagonal hydroxyapatite นอกจากนี้ยังพบว่าเกิดเฟสแปลกปลอมขึ้นที่บริเวณ (*) ซึ่งไม่สามารถตรวจสอบได้ว่าเป็นเฟสของสารชนิดใดและคาดว่าจะเป็นเฟสของสารตั้งต้นที่ทำปฏิกิริยากันไม่หมดหรืออาจเกิดจากการเผาไล่สารละลายตกค้างออกมาไม่หมด ในกรณีสังเคราะห์ที่ค่า pH 9 ทุกอุณหภูมิเกิดเป็น HAp เฟสเฮกซะโกนอลทั้งสิ้น โดยเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น พบว่าค่าความเป็นผลึกจะสูงขึ้น ในส่วนของของเฟสแปลกปลอมขึ้นที่บริเวณ (*) คาดว่าจะเป็นเหตุผลเดียวกัน

กับการสังเคราะห์ที่ pH 8 ณ อุณหภูมิ 70 °C กับค่า pH 10 และ 11 สามารถอธิบายได้เช่นเดียวกับกรณีค่า pH 9 แต่ค่าความเป็นผลึกของผง HAp นั้นจะมากขึ้นตามค่า pH ของสารตั้งต้นและอุณหภูมิที่สูงขึ้น



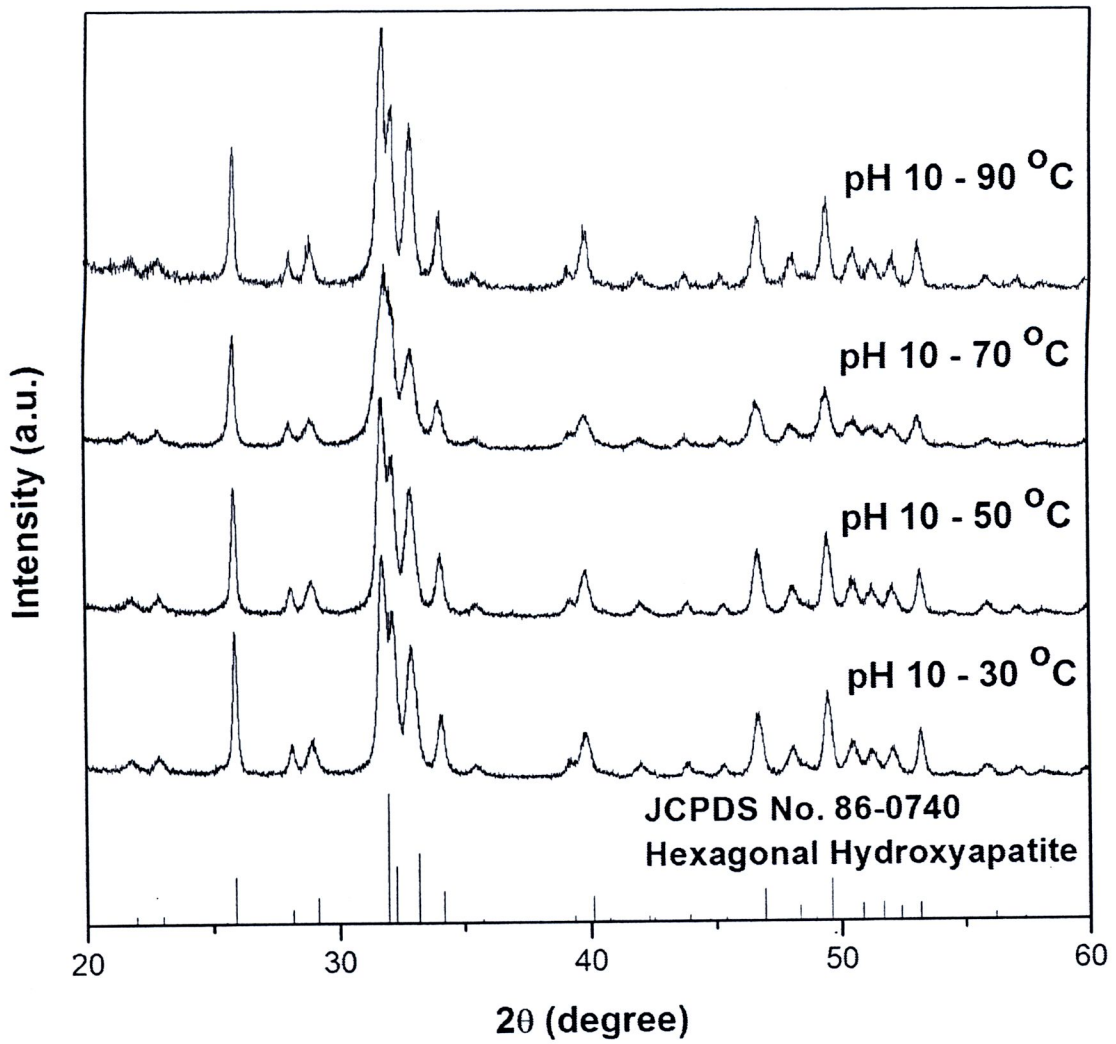
รูป 4.1 รูปแบบ XRD แสดงเฟสที่เกิดขึ้นจากการเตรียม HAp

ที่ค่า pH 8 อุณหภูมิ 30, 50, 70 และ 90 °C



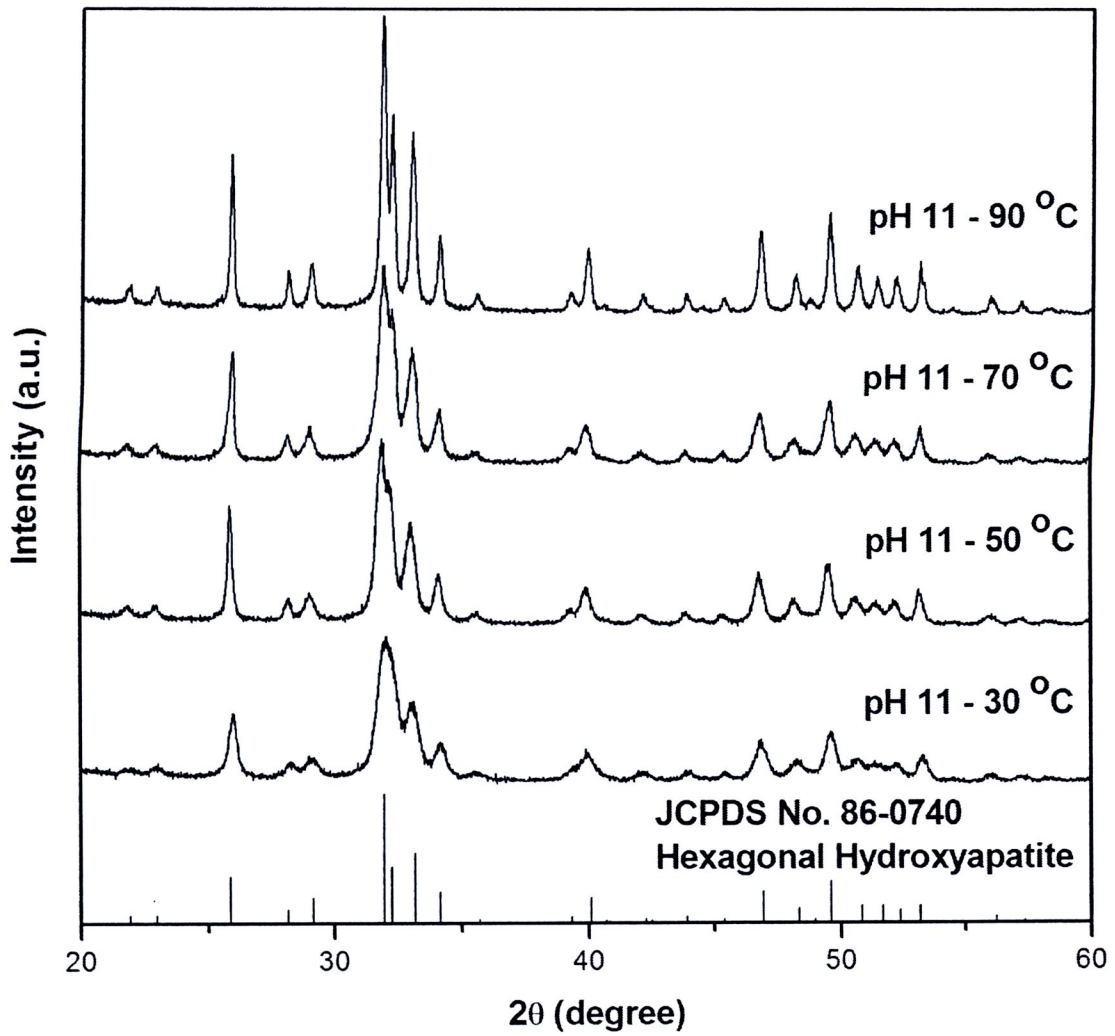
รูป 4.2 รูปแบบ XRD แสดงเฟสที่เกิดขึ้นจากการเตรียม HAp

ที่ค่า pH 9 อุณหภูมิ 30, 50, 70 และ 90 °C



รูป 4.3 รูปแบบ XRD แสดงเฟสที่เกิดขึ้นจากการเตรียม HAp

ที่ค่า pH 10 อุณหภูมิ 30, 50, 70 และ 90 °C

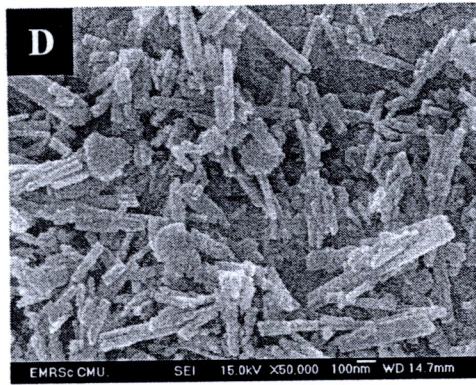
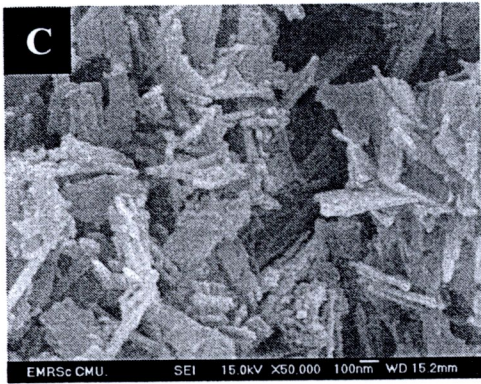
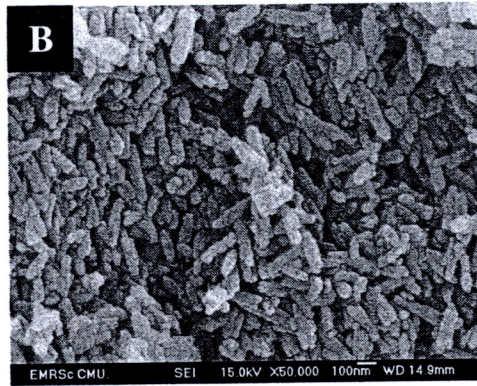
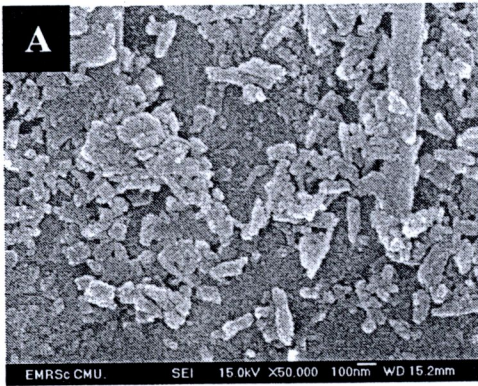


รูป 4.4 รูปแบบ XRD แสดงเฟสที่เกิดขึ้นจากการเตรียม HAp

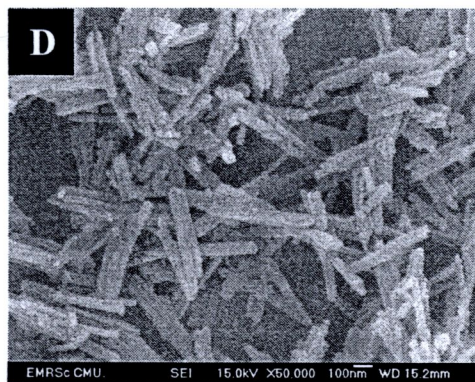
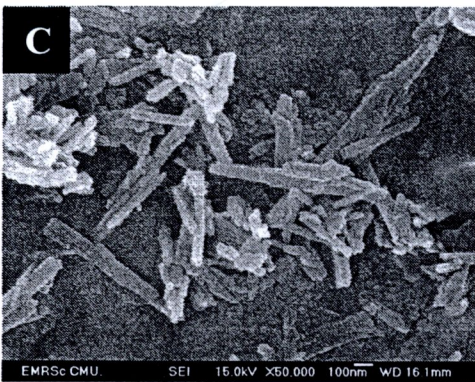
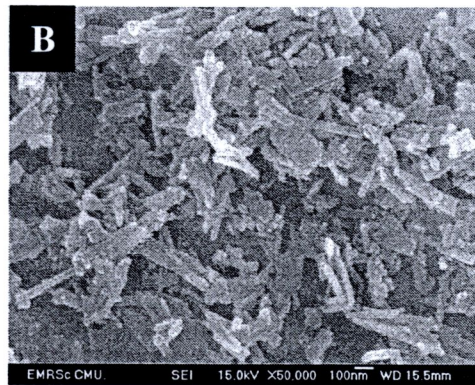
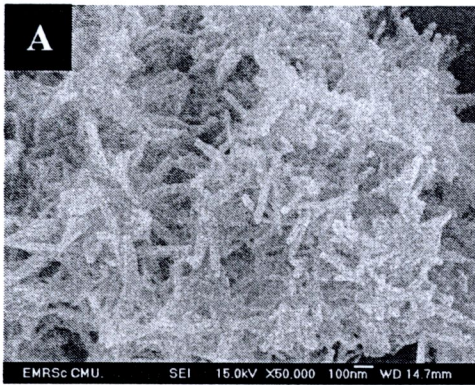
ที่ค่า pH 11 อุณหภูมิ 30, 50, 70 และ 90 °C

4.1.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (FE-SEM)

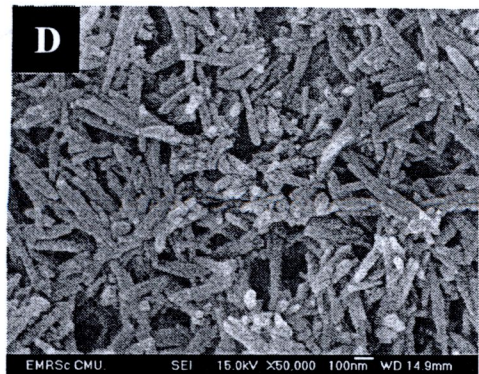
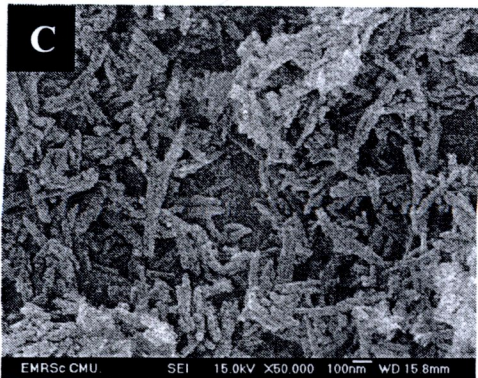
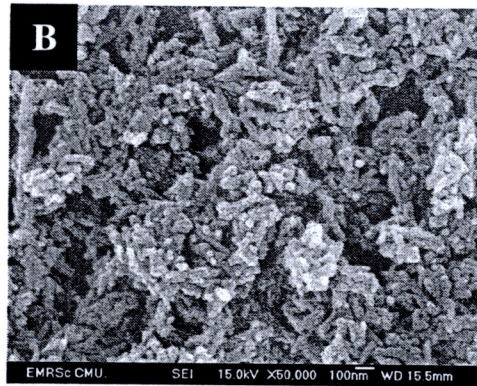
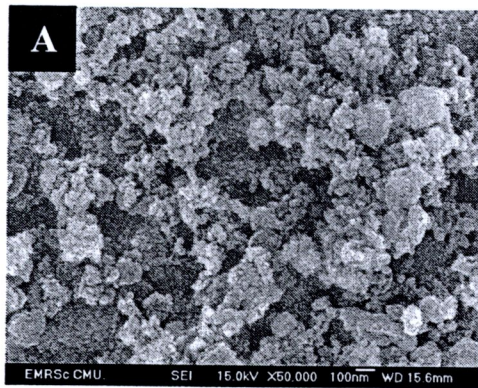
นำผง HAp ที่เตรียมได้ไปทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของผงด้วยการใช้เทคนิค FE-SEM พบว่ารูปแบบสัณฐานวิทยาของผงเกิดเป็นสามรูปแบบได้แก่ แบบเข็ม (needle) แบบกลม (spherical) และแบบแท่ง (rod) โดยแต่ละสัณฐานที่เกิดขึ้นจากกระบวนการเตรียมในเงื่อนไขต่าง ๆ นั้นสามารถแจกแจงได้ดังนี้ เริ่มจากการเตรียมผงที่ค่า pH 8 ณ อุณหภูมิ 30 °C มีรูปแบบสัณฐานที่ไม่สม่ำเสมอ มีการปะปนกันระหว่างรูปแบบแท่งและรูปแบบอื่นๆที่ไม่สามารถระบุได้อย่างแน่นอน เมื่อทำการเตรียมผงที่อุณหภูมิ 50 °C เกิดเป็นรูปแบบสัณฐานที่ชัดเจนมากขึ้น โดยผง HAp ที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบแท่งอย่างชัดเจน ที่อุณหภูมิ 70 °C มีรูปแบบสัณฐานที่ไม่ชัดเจนโดยมีการปะปนระหว่างรูปแบบเข็มและแบบแผ่น (plate) และที่อุณหภูมิ 90 °C เกิดเป็นสัณฐานแบบเข็มขึ้นอย่างชัดเจนและมีการปะปนกับรูปแบบแผ่นเล็กน้อย การเตรียมผงที่ค่า pH 9 ที่ทุกอุณหภูมิได้สัณฐานของผงเป็นไปในลักษณะเดียวกันคือรูปแบบเข็มโดยที่อุณหภูมิ 50 °C มีการปะปนเล็กน้อยของรูปแบบสัณฐานอื่นที่ไม่สามารถระบุรูปร่างได้อย่างแน่นอนคล้ายกับกรณี pH 8-30 °C และที่อุณหภูมิ 70 °C ขนาดของอนุภาคแบบเข็มนั้นค่อนข้างที่จะมีค่าเฉลี่ยแตกต่างกัน การเตรียมที่ค่า pH 10 ที่อุณหภูมิ 30 °C สัณฐานของผงที่ได้มีลักษณะกลมขนาดเฉลี่ยประมาณ 20 nm และมีสภาพที่เกาะกลุ่มกันเฉลี่ยขนาดประมาณ 100 nm ที่อุณหภูมิ 50 °C ผงมีลักษณะยืดยาวขึ้นจนอยู่ในลักษณะแบบแท่งโดยมีขนาดเฉลี่ยกว้าง 25 nm และยาว 100 nm ที่อุณหภูมิ 70 °C มีรูปแบบสัณฐานที่เป็นเข็มเกิดขึ้นปะปนเข้ามาอย่างชัดเจน และอุณหภูมิ 90 °C เกิดเป็นสัณฐานแบบเข็มทั้งหมดโดยมีค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาค 50 nm และยาว 250 nm และสุดท้ายการเตรียมผงที่ค่า pH 11 ณ อุณหภูมิ 30, 50 และ 70 °C นั้นมีลักษณะกระบวนการเกิดสัณฐานของผงที่เหมือนกับค่า pH 10 ต่างกันที่อุณหภูมิ 90 °C กลับปรากฏว่าเกิดรูปแบบสัณฐานเป็นแบบแท่งอย่างสมบูรณ์ โดยมีขนาดเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาค 50 nm และยาว 100 nm ซึ่งผลจากการเตรียมผง HAp ทั้งหมดสอดคล้องกับผลจากการเตรียมที่เคยได้มีการรายงานไว้



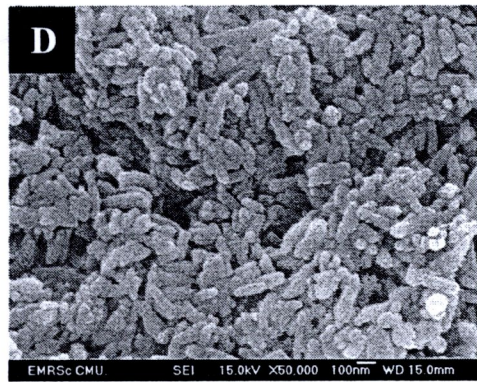
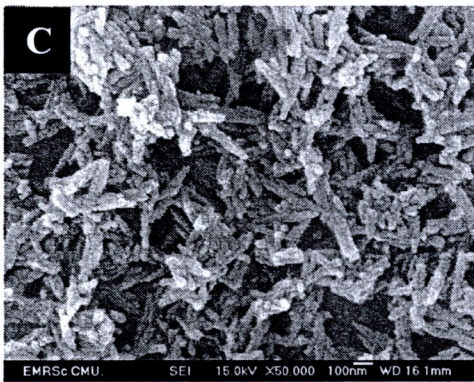
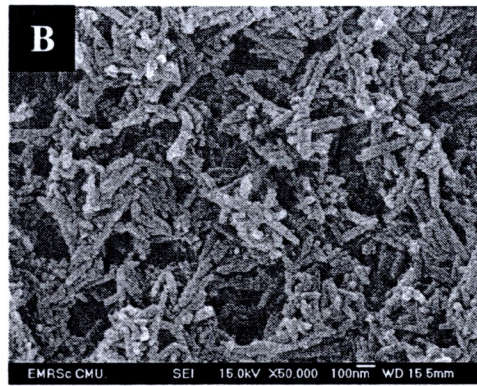
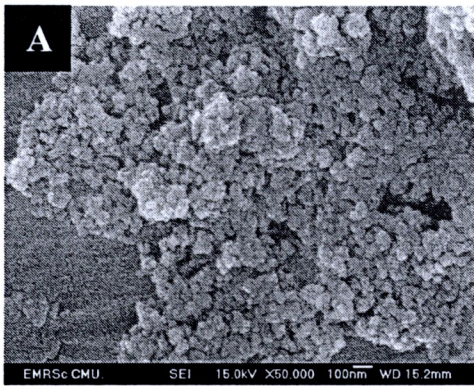
รูป 4.5 ภาพถ่าย FE-SEM ของ HAp เตรียมที่ค่า pH 8 ที่อุณหภูมิ (A) 30 °C (B) 50 °C (C) 70 °C และ (D) 90 °C



รูป 4.6 ภาพถ่าย FE-SEM ของ HAp เตรียมที่ค่า pH 9 ที่อุณหภูมิ (A) 30 °C (B) 50 °C (C) 70 °C และ (D) 90 °C



รูป 4.7 ภาพถ่าย FE-SEM ของ HAp เตรียมที่ค่า pH 10 ที่อุณหภูมิ (A) 30 °C (B) 50 °C (C) 70 °C และ (D) 90 °C



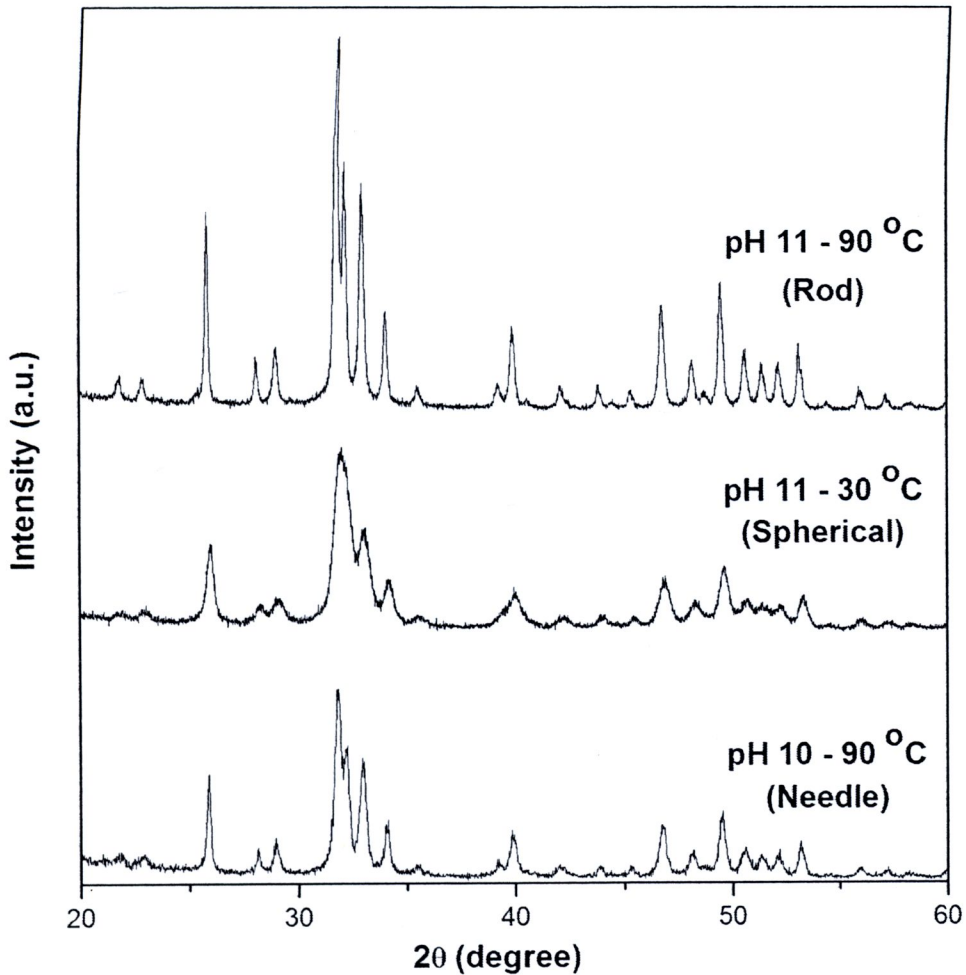
รูป 4.8 ภาพถ่าย FE-SEM ของ HAp เติบโตที่ค่า pH 11 ที่อุณหภูมิ (A) 30 °C (B) 50 °C (C) 70 °C และ (D) 90 °C

ตารางที่ 4.1 แสดงขนาดของผง HAp เตรียมโดยวิธีตกตะกอน โดยทำการควบคุมค่า pH และ อุณหภูมิ

pH value	Temperature (°C)							
	30		50		70		90	
	Shape	Size (nm)	Shape	Size (nm)	Shape	Size (nm)	Shape	Size (nm)
8	rod	100	rod	100	rod + plate	250	rod + plate	250
9	needle	200	needle	200	needle	200	needle	200
10	needle	250	rod	80	needle	200	needle	175
11	spherical	30	rod	100	rod	125	rod	100

4.1.3 การเลือกผงไฮดรอกซีอะพาไทต์

หลังจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ FE-SEM แล้วในการเลือกผง HAp จากจำนวนการสังเคราะห์ทั้งหมด 16 เงื่อนไข โดยรูปแบบสัณฐานวิทยาของ HAp นั้นสามารถเตรียมได้ทั้งสิ้น 3 รูปแบบ ดังหัวข้อที่ 4.1.2 เกณฑ์ในการเลือกผง HAp จะพิจารณาจากค่าความเป็นผลึก (crystallinity) จากพีค XRD โดยจะเลือกผงในแต่ละสัณฐานที่มีค่าความเป็นผลึกที่สูงมาทำการผสมกับผง β -TCP เพื่อทำเป็นเซรามิก BCP เนื่องจากว่าการสังเคราะห์ HAp ด้วยกระบวนการตกตะกอนนั้นจะได้ขนาดอนุภาคในเรือนนาที่ค่าอัตราส่วน Ca-P น้อยกว่า 1.67 และมีค่าเป็นผลึกที่ต่ำมากเมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธีอื่นๆ ดังนั้นเพื่อให้เกิดความใกล้เคียงกับคุณสมบัติของ HAp ในกระดูกมากที่สุด จึงเลือกผง HAp ที่มีค่าความเป็นผลึกสูงมาผสมกับ β -TCP เพื่อทดสอบคุณสมบัติของ BCP เซรามิกต่อไป



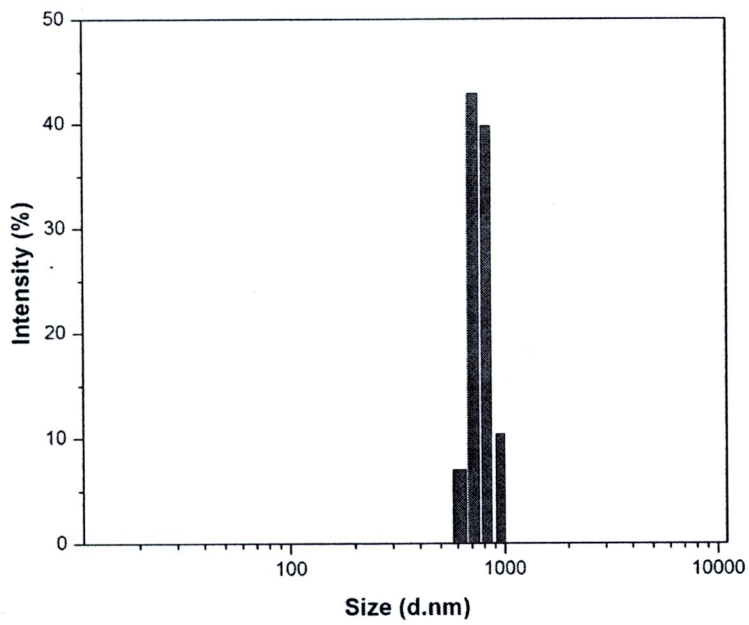
รูป 4.9 รูปแบบ XRD ของผง HAp ที่มีค่าความเป็นผลึกสูงที่สุดในแต่ละสัณฐาน

4.1.4 การวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาค (Particles distribute analysis)

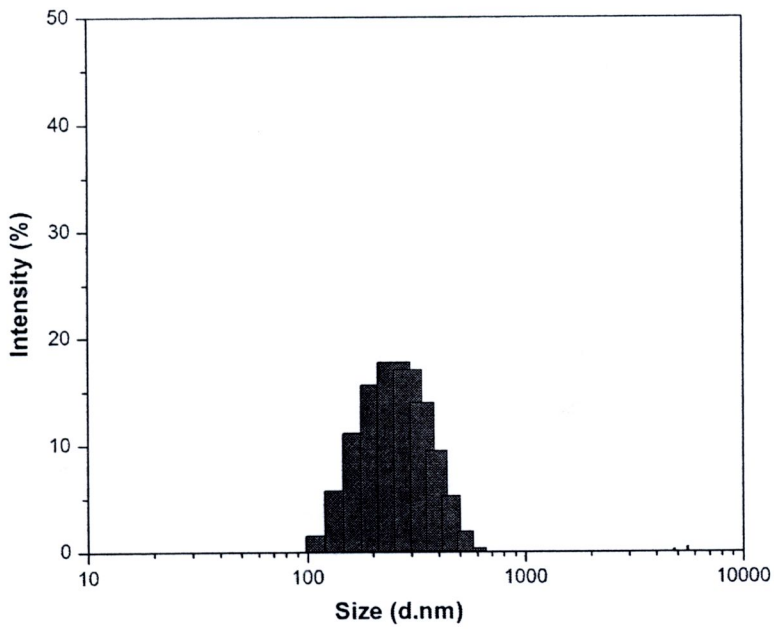
การตรวจสอบขนาดของอนุภาค HAp จากหัวข้อ 4.1.3 ด้วยวิธีการกระจายตัวของอนุภาค พบว่ามีขนาดของอนุภาคแบบเข็ม (pH 10-90 °C) มีค่าเฉลี่ย 775.5 nm ขนาดของอนุภาคแบบกลม (pH 11-30 °C) มีค่าเฉลี่ย 230.6 nm และขนาดของอนุภาคแบบแท่ง (pH 11-90 °C) มีเฉลี่ย 285.1 nm เมื่อทำการเปรียบเทียบกับขนาดอนุภาคจากภาพ FE-SEM ดังตารางที่ 4.2 เนื่องจากขนาดลำเลเซอร์ที่ใช้วิเคราะห์ขนาดอนุภาค HAp มีขนาดที่ใหญ่กว่าอนุภาคมานัก อีกทั้งขนาดอนุภาค HAp นั้นอยู่ในเรือนของนาโนเมตร จึงอาจทำให้มีความคลาดเคลื่อนในระดับหนึ่ง

ตารางที่ 4.2 แสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของอนุภาค HAp ระหว่างการวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาค และ FE-SEM

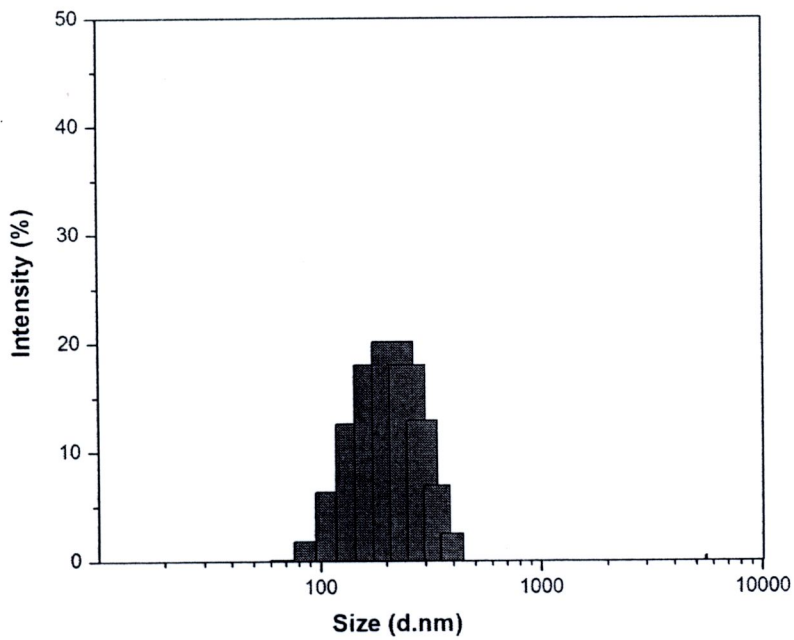
เทคนิค	ขนาดอนุภาค (nm)		
	pH 10-90 °C (needle)	pH 11-30 °C (spherical)	pH 11-90 °C (rod)
การกระจายตัวของอนุภาค	775.5	230.6	285.1
FE-SEM	250	50	150



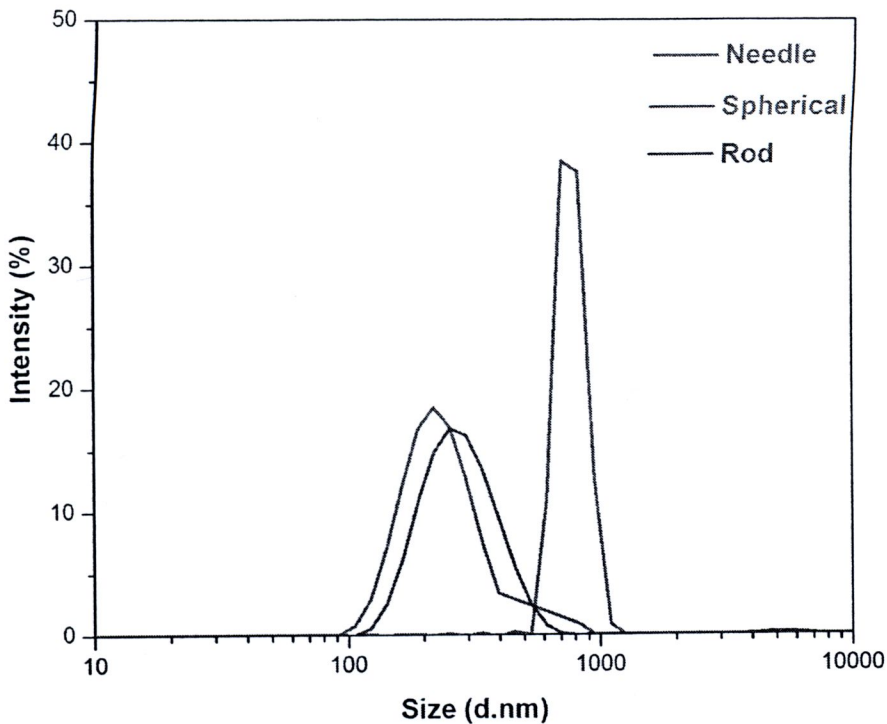
รูป 4.10 การกระจายตัวและขนาดอนุภาคของ HAp เตรียมที่ pH 10 อุณหภูมิ 90 °C



รูป 4.11 การกระจายตัวและขนาดอนุภาค HAp เตรียมที่ pH 11 อุณหภูมิ 30 °C



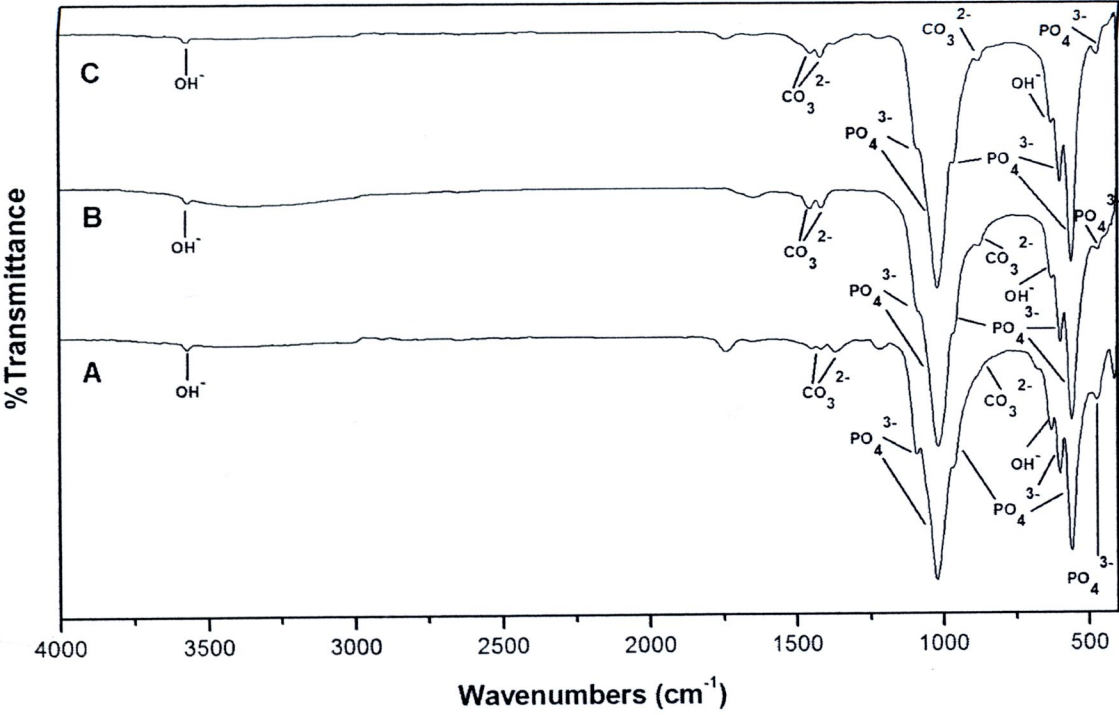
รูป 4.12 การกระจายตัวและขนาดอนุภาค HAp เตรียมที่ pH 11 อุณหภูมิ 90 °C



รูป 4.13 การเปรียบเทียบกระจายตัวและขนาดอนุภาค HAp

4.1.5 การตรวจสอบกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FTIR)

แถบการดูดกลืนของเทคนิค FTIR แสดงให้เห็นถึงฟิสิกส์หลักของกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีของผง HAp ทั้งสามรูปแบบคือกลุ่มฟอสเฟต (PO_4^{3-}) และกลุ่มไฮดรอกซิล (OH^-) แสดงในรูป 4.14 โดยการดูดกลืนในกลุ่มของ PO_4^{3-} ที่มีการสั่นแบบ stretching มีฟิสิกส์อยู่ในช่วง $955\text{--}1092\text{ cm}^{-1}$ ในกรณีการสั่นแบบ bending มีฟิสิกส์อยู่ในช่วง $465\text{--}603\text{ cm}^{-1}$ ส่วนการดูดกลืนในกลุ่มของ OH^- จะมีการสั่นแบบ stretching มีฟิสิกส์อยู่ ณ ตำแหน่ง $627\text{--}633\text{ cm}^{-1}$ และ $3570\text{--}3576\text{ cm}^{-1}$ นอกจากนี้ยังพบฟิสิกส์ประกอบอื่นๆคือกลุ่มคาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ณ ตำแหน่ง $860\text{--}877\text{ cm}^{-1}$ และ $1367\text{--}1450\text{ cm}^{-1}$



รูป 4.14 แถบการดูดกลืน FTIR ของผง HAp เตรียมด้วยกระบวนการตกตะกอน (A) pH 10-90 °C [needle] (B) pH 11-30 °C [spherical] และ (C) pH 11-90 °C [rod]

ตารางที่ 4.3 แสดงแถบการดูดกลืน FTIR ของหมู่ฟังก์ชันเคมีของผง HAp

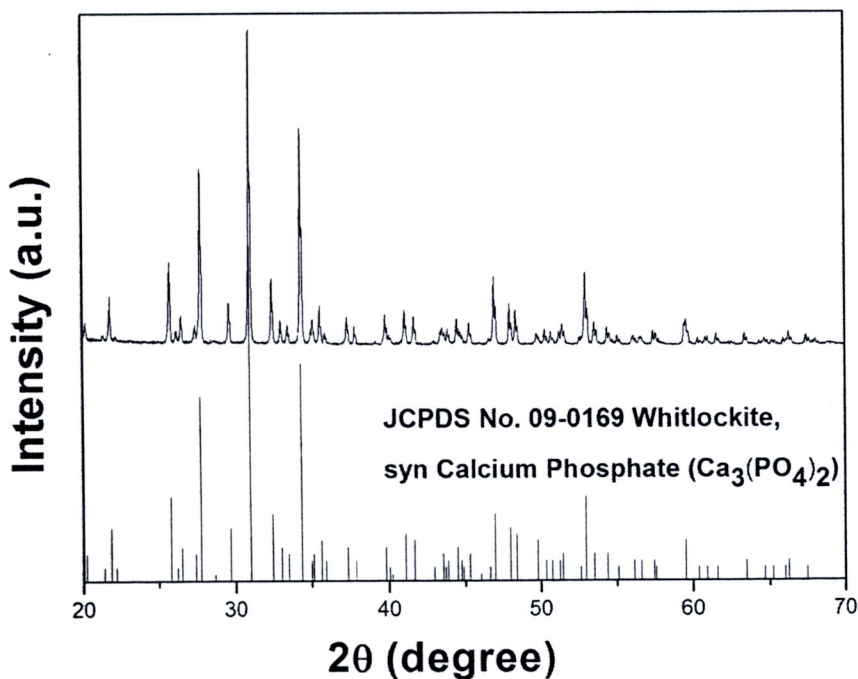
Conditions	Band (cm ⁻¹)				
	PO ₄ ³⁻ stretching	PO ₄ ³⁻ bending	OH ⁻ stretching	OH ⁻ Structure	CO ₃ ²⁻ group
pH 10-90 °C	969, 1021, 1092	471, 560, 597	633	3570	860, 1367, 1414
pH 11-30 °C	955, 1021, 1092	465, 560, 597	637	3570	872, 1408, 1450
pH 11-90 °C	961, 1021, 1086	471, 560, 603	627	3567	877, 1414, 1450

4.2 การตรวจสอบผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต

การตรวจสอบผง β -TCP จากการเตรียมด้วยวิธีบดย่อยด้วยลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เริ่มจากการตรวจสอบเฟสของผง β -TCP โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) จากนั้นจะศึกษาสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคของ β -TCP ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) และตรวจสอบกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (FTIR) โดยมีรายละเอียดดังนี้

4.2.1 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

เฟสของผง β -TCP ที่เตรียมได้ตามหัวข้อ 3.3.2 พบว่าตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 09-0169 Whitlockite, syn Calcium Phosphate ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) เนื่องจากว่าแร่ไวท์ลอคไคท์เป็นแร่ที่มีองค์ประกอบเป็น β -TCP ดังรูป 4.15 ดังนั้นจึงสามารถนำผง β -TCP ไปผสมกับผง HAp เพื่อเตรียมเป็นเซรามิก BCP ได้ต่อไป

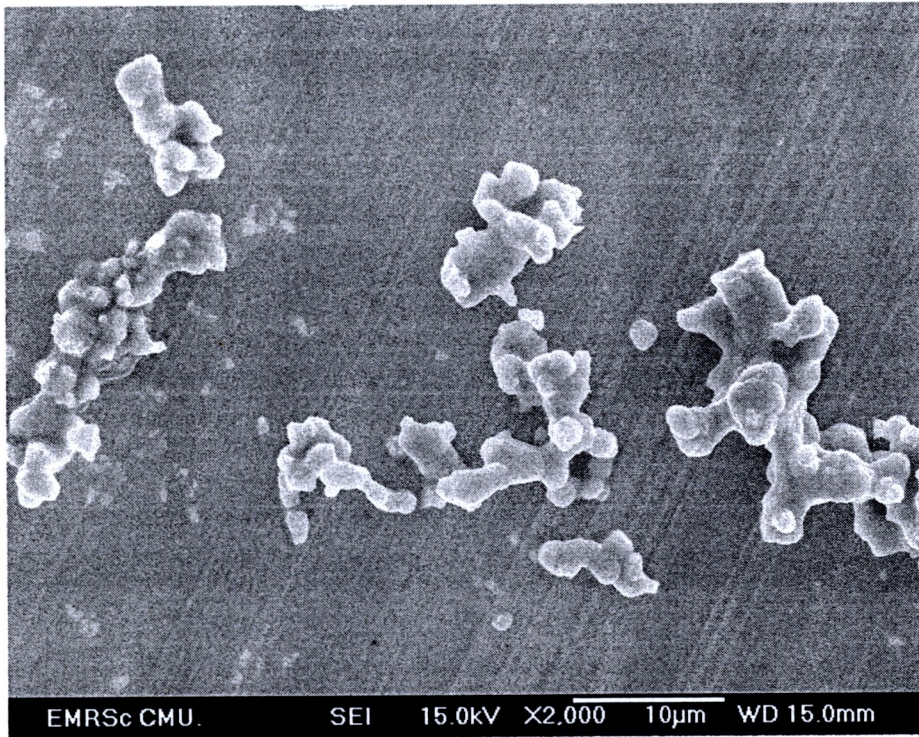


รูป 4.15 รูปแบบ XRD แสดงเฟสของ β -TCP

ที่เตรียมได้จากวิธีการบดย่อยด้วยลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.2.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (FE-SEM)

จากการตรวจสอบขนาดอนุภาค β -TCP ด้วย FE-SEM พบว่าขนาดอนุภาคของ β -TCP อยู่ในช่วง 5-15 μm มีรูปแบบของสัณฐานอนุภาคที่ไม่แน่นอนและเกาะกลุ่มกัน ดังรูป 4.16

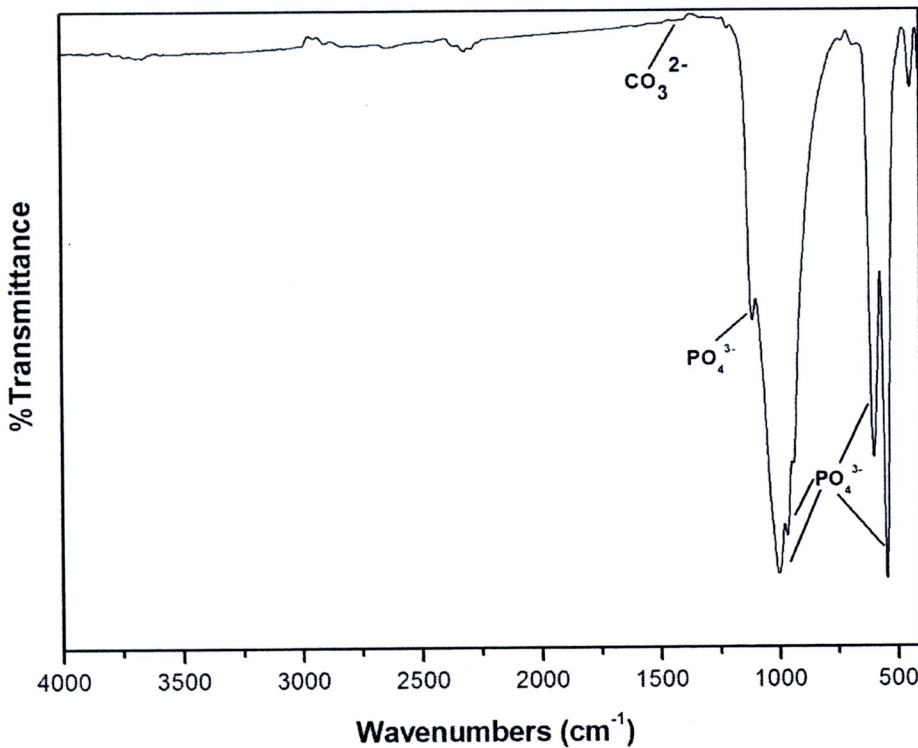


รูป 4.16 ภาพถ่าย FE-SEM แสดงสัณฐานวิทยาของอนุภาค β -TCP ที่เตรียมได้ด้วยการบดย่อย

ด้วยลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.2.3 การตรวจสอบกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ ทรานฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทสโคปี (FTIR)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ของ β -TCP โดยปกติจะมักพบการดูดกลืนในช่วงระหว่างแถบ 800-1200 cm^{-1} ซึ่งเป็นการดูดกลืนของกลุ่มฟังก์ชันเตตระฮีดรอลแอนไอออน (tetrahedral anions) ชนิด XO_4^n ซึ่งกลุ่มฟังก์ชันนี้ของผง β -TCP คือ PO_4^{3-} ในรูป 4.17 พบว่าแถบการดูดกลืนของกลุ่ม PO_4^{3-} อยู่ ณ ตำแหน่ง 551, 609, 1045 และ 1122 cm^{-1} นอกจากนี้ยังพบอีกว่า ณ ตำแหน่งการดูดกลืนที่ 1436 cm^{-1} อาจเป็นกลุ่ม CO_3^{2-} ซึ่งทั้งสองกลุ่มฟังก์ชันนี้สามารถพบได้ทั่วไปในการสังเคราะห์ β -TCP และกระดูกตามธรรมชาติ



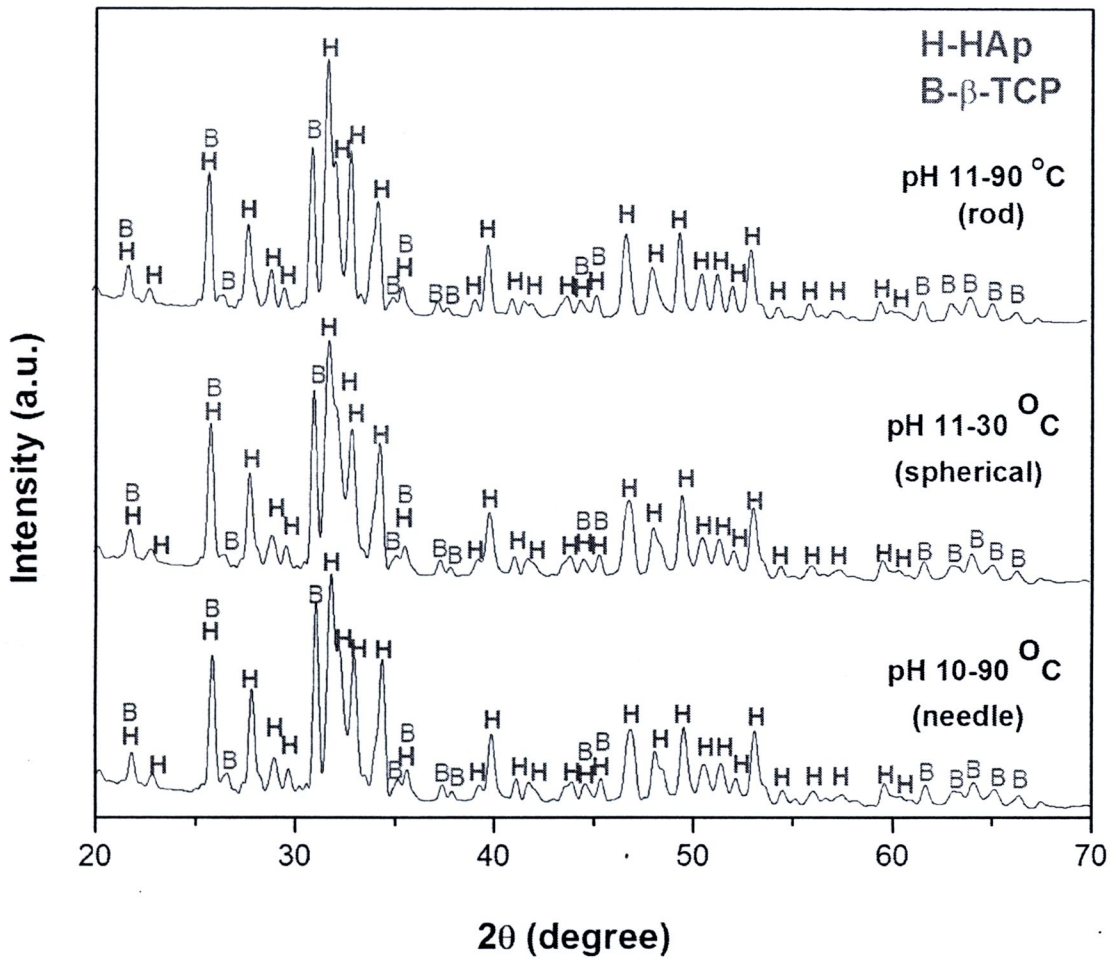
รูป 4.17 แถบการดูดกลืน FTIR ของผง β -TCP เตรียมจากกระบวนการบดย่อยด้วยลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.3 การตรวจสอบผงไบเฟล็กแคลเซียมฟอสเฟต

การตรวจสอบผงเซรามิก BCP ที่เตรียมได้ตามหัวข้อ 3.3.3 โดยเริ่มจากการตรวจสอบเฟสของผงเซรามิก BCP โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) จากนั้นจะศึกษาสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคของผงเซรามิก BCP ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (FE-SEM) และตรวจสอบกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FTIR) โดยมีรายละเอียดดังนี้

4.3.1 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

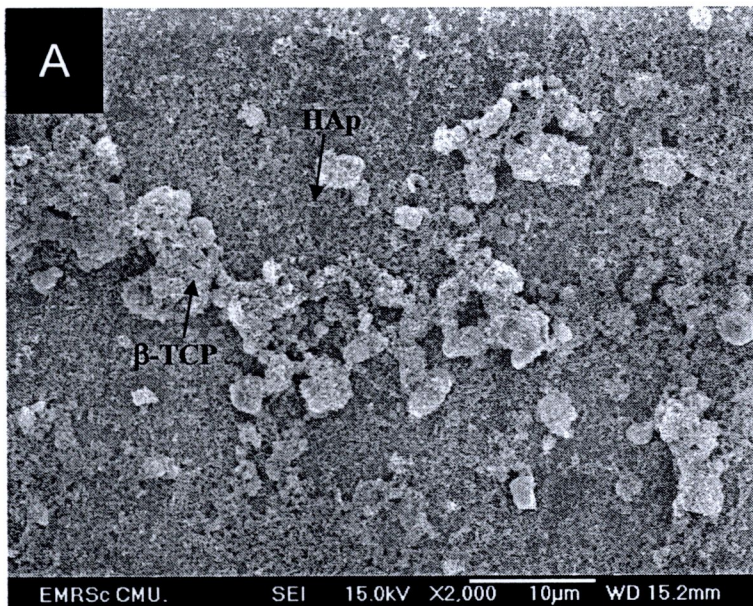
การตรวจสอบเฟสของ BCP พบว่าในส่วนที่เป็นเฟสของ HAp สอดคล้องกับเพิ่มข้อมูล JCPDS หมายเลข 86-0740 Hexagonal hydroxyapatite และในส่วนของเฟส β -TCP สอดคล้องกับเพิ่มข้อมูล JCPDS No. 09-0169 Whitelockite, syn Calcium Phosphate แสดงให้เห็นว่าการเตรียม BCP โดยวิธี solid state และทำการผสมด้วยวิธีการบดย่อยด้วยลูกบอลนั้นสามารถเตรียมผงเซรามิก BCP ที่มีความบริสุทธิ์ได้ โดยรูปแบบสัณฐานของผงที่แตกต่างกันไม่ส่งผลต่อรูปแบบเฟสและไม่เกิดเฟสแปลกปลอมปะปนในผงเซรามิก BCP แต่อย่างใด

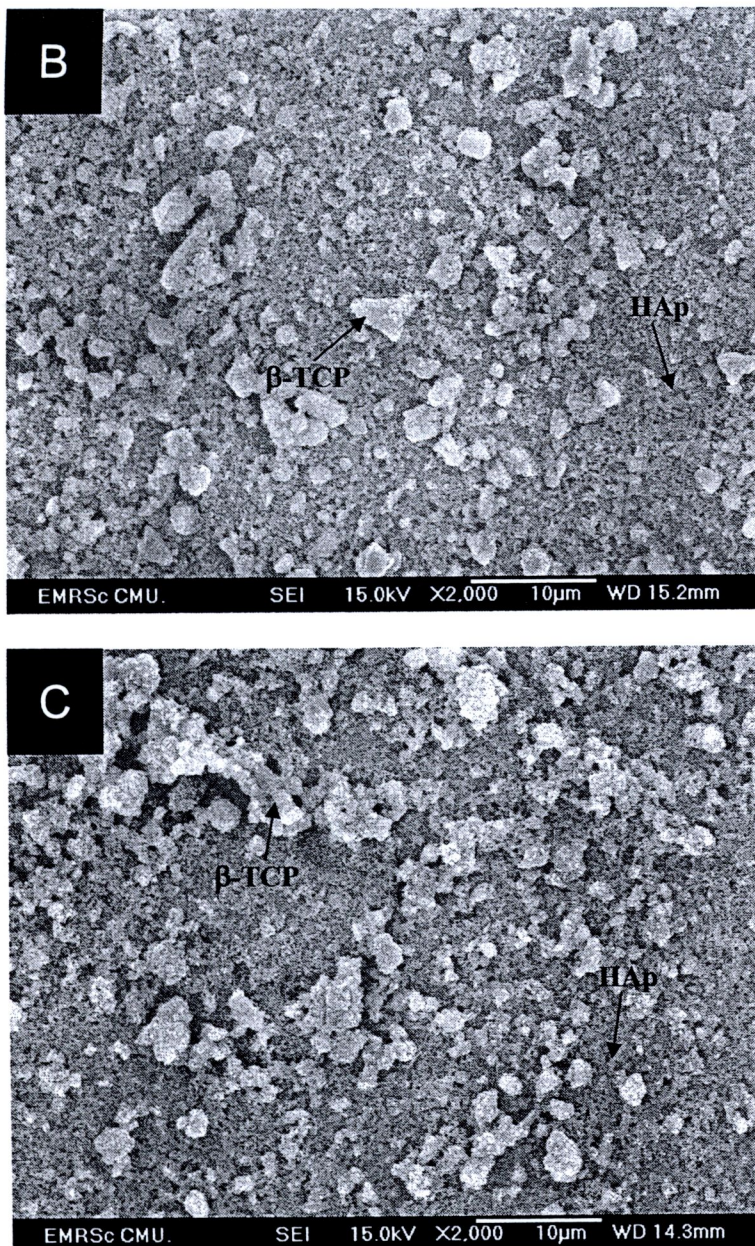


รูป 4.18 รูปแบบ XRD แสดงเฟสของ HAp และ β -TCP ที่ปรากฏในผงเซรามิก BCP ที่เตรียมจาก กระบวนการบดด้วยลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.3.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (FE-SEM)

ภาพจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่าของผงเซรามิก BCP แสดงให้เห็นว่าอนุภาค HAp และ β -TCP ไม่เกิดการลดขนาดด้วยการผสมด้วยวิธีบดด้วยลูกบอล จากรูป 4.19 แสดงให้เห็นถึงการแยกของอนุภาค HAp และ β -TCP ได้อย่างชัดเจนโดยอนุภาคที่มีขนาดใหญ่คืออนุภาค β -TCP มีขนาดในเรณูของไมครอนเฉลี่ย 5 - 15 μm ส่วนอนุภาคเล็กๆที่กระจายโดยรอบนั้นคืออนุภาค HAp ซึ่งมีขนาดในเรณูของนาโน โดยมีขนาดอยู่ในช่วง 30-250 nm ตามหัวข้อ 4.1.2

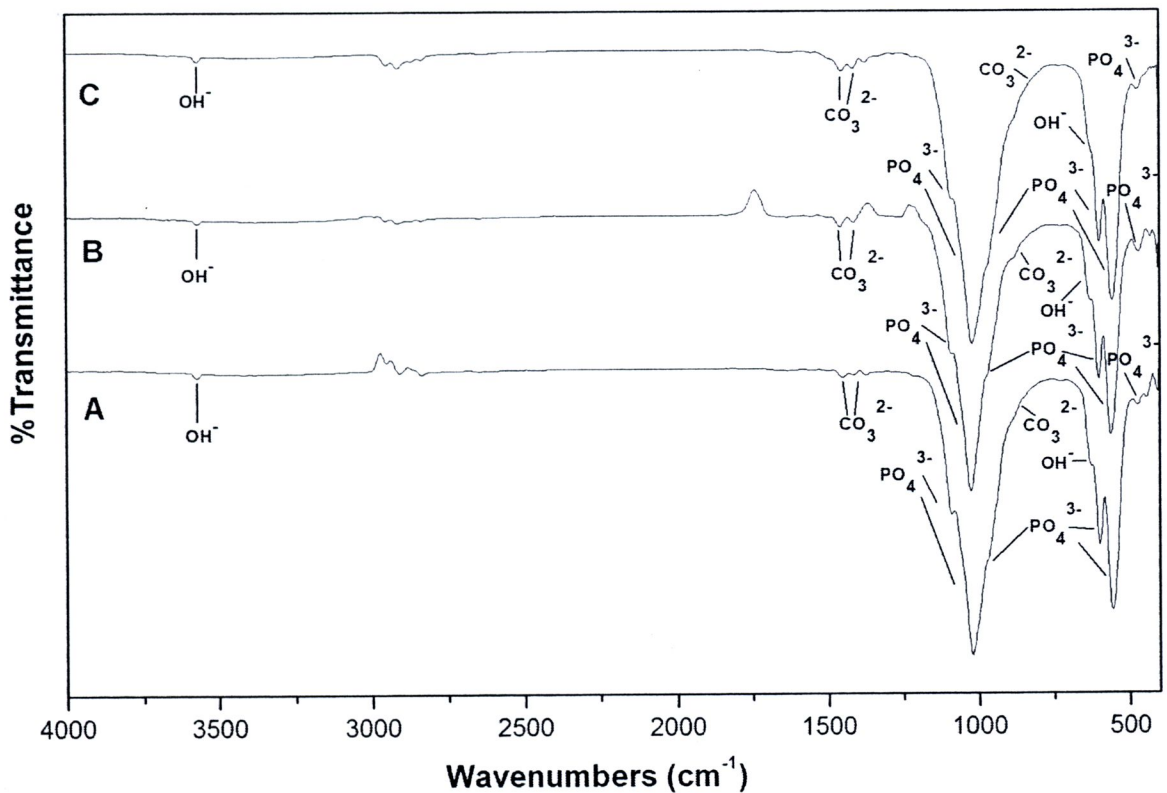




รูป 4.19 ภาพถ่าย FE-SEM ของผง BCP เซรามิกกำลังขยาย 2000 เท่า แสดงให้เห็นถึงการกระจายตัวของอนุภาค HAp (อนุภาคขนาดเล็ก) และอนุภาค β -TCP (อนุภาคขนาดใหญ่) โดย (A) pH 10-90 °C (B) pH 11-30 °C (C) pH 11-90 °C

4.3.3 การตรวจสอบกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ ทรานฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตสโคปี (FTIR)

นำผง BCP ที่เตรียมได้แล้วมาทำการตรวจ FTIR พบว่าทุกเงื่อนไขการเตรียมนั้นไม่พบความเปลี่ยนแปลงของพีคที่แตกต่างกันตามรูป โดยสัณฐานของอนุภาค HAp ไม่ส่งผลต่อผง BCP สามารถพบกลุ่มของสารเคมีหลักๆซึ่งประกอบไปด้วยแถบการดูดกลืนของ HAp และ β -TCP ได้ ดังนี้ กลุ่ม OH^- มีแถบการดูดกลืน ณ ตำแหน่ง 632 cm^{-1} และ 3578 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบ stretching ส่วนการดูดกลืนในกลุ่มของ PO_4^{3-} ที่มีการสั่นแบบ stretching มี พีคอยู่ในช่วง $472, 555, 606$ และช่วง $992-1102\text{ cm}^{-1}$ และสุดท้ายการดูดกลืนของกลุ่มของ CO_3^{2-} พบ ณ ตำแหน่ง $870, 1417$ และ 1462 cm^{-1}



รูป 4.20 แถบการดูดกลืน FTIR ของผง BCP (A) pH 11-30 °C [spherical] (B) pH 11-90 °C [rod]

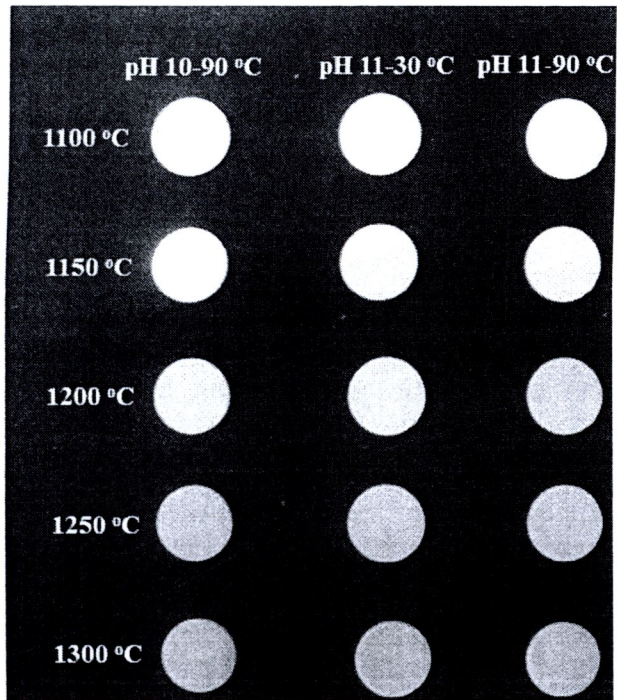
และ (C) pH 10-90 °C [needle]

4.4 การตรวจสอบชิ้นงานเซรามิกไบโพลีเมอร์เคลือบฟอสเฟต

ในกรณีของชิ้นงานเซรามิกจะทำการตรวจสอบชิ้นงาน BCP เพื่อศึกษาถึงผลของสัณฐานต่อสมบัติของเซรามิก BCP โดยในการตรวจสอบจะประกอบไปด้วยสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ เฟส โครงสร้างจุลภาค ค่าความหนาแน่น การหดตัวเชิงเส้น และปริมาณน้ำหนัที่สูญเสียหลังการเผา สมบัติทางกล ได้แก่ค่าความแข็งแรงต่อการกดอัด ค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอแบบสามจุด และค่าความแข็งแรงแบบวิสเคอส์ และสมบัติทางเคมี คือ การตรวจสอบกลุ่มฟังก์ชันทางเคมี โดยในการตรวจสอบชิ้นงานสามารถแจกแจงรายละเอียดได้ดังต่อไปนี้

4.4.1 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ (Physical properties)

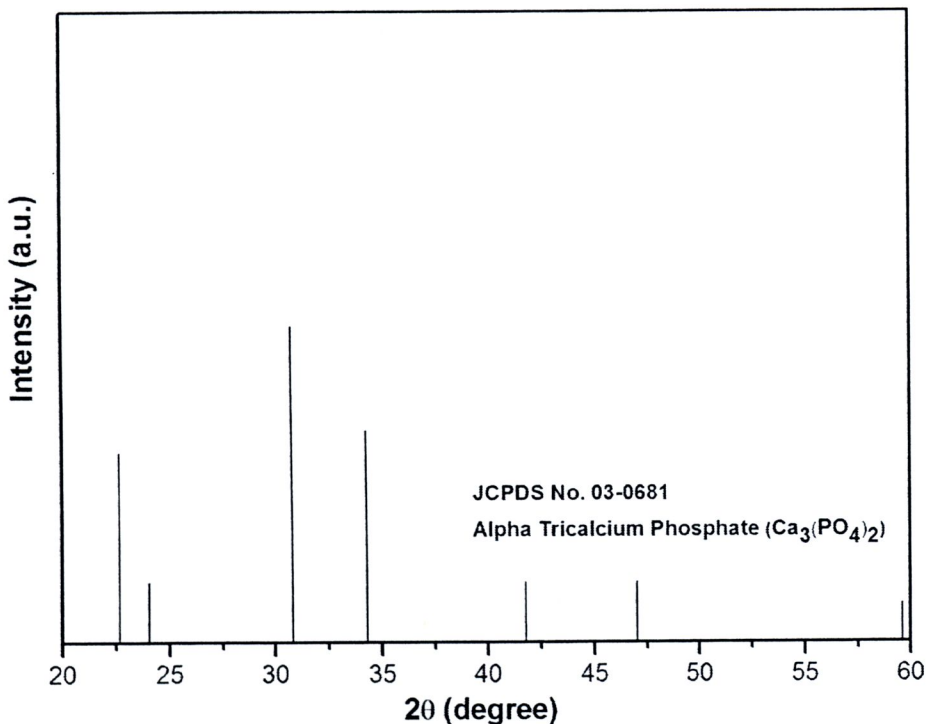
เมื่อนำเซรามิก BCP ที่อัดขึ้นรูปแบบเหรียญและบล็อกสี่เหลี่ยมผ่านการเผาซินเตอร์มาทำการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ พบว่าหลังการเผาที่อุณหภูมิ 1100 °C ชิ้นงานมีลักษณะเป็นสีขาว เช่นเดียวกับผง HAp และ β -TCP ก่อนทำการเผาซินเตอร์ เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นที่ 1200 °C ทำให้เกิดการเปลี่ยนสีของชิ้นงานจากสีขาวไปเป็นสีฟ้าเข้มขึ้นได้อย่างชัดเจน น่าจะมีสาเหตุมาจากการเปลี่ยนเฟส ภายในชิ้นงานเซรามิก เนื่องจากเซรามิกตระกูลแคลเซียมฟอสเฟตเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200-1250 °C จะเกิดการเปลี่ยนเฟสจาก β -TCP ไปเป็น α -TCP ทั้งนี้ปริมาณของเฟส α -TCP ที่เกิดขึ้นจะสัมพันธ์กับปริมาณของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์ ในกรณีของรูปร่างหลังการเผามีรูปร่างเป็นเหรียญและบล็อกสี่เหลี่ยมเช่นเดียวกับชิ้นงานก่อนนำไปเผาซินเตอร์ ไม่เกิดการบิดเบี้ยวและมีการหดตัวของชิ้นงานเพียงเล็กน้อยตามอุณหภูมิในการเผาดังแสดงในรูป



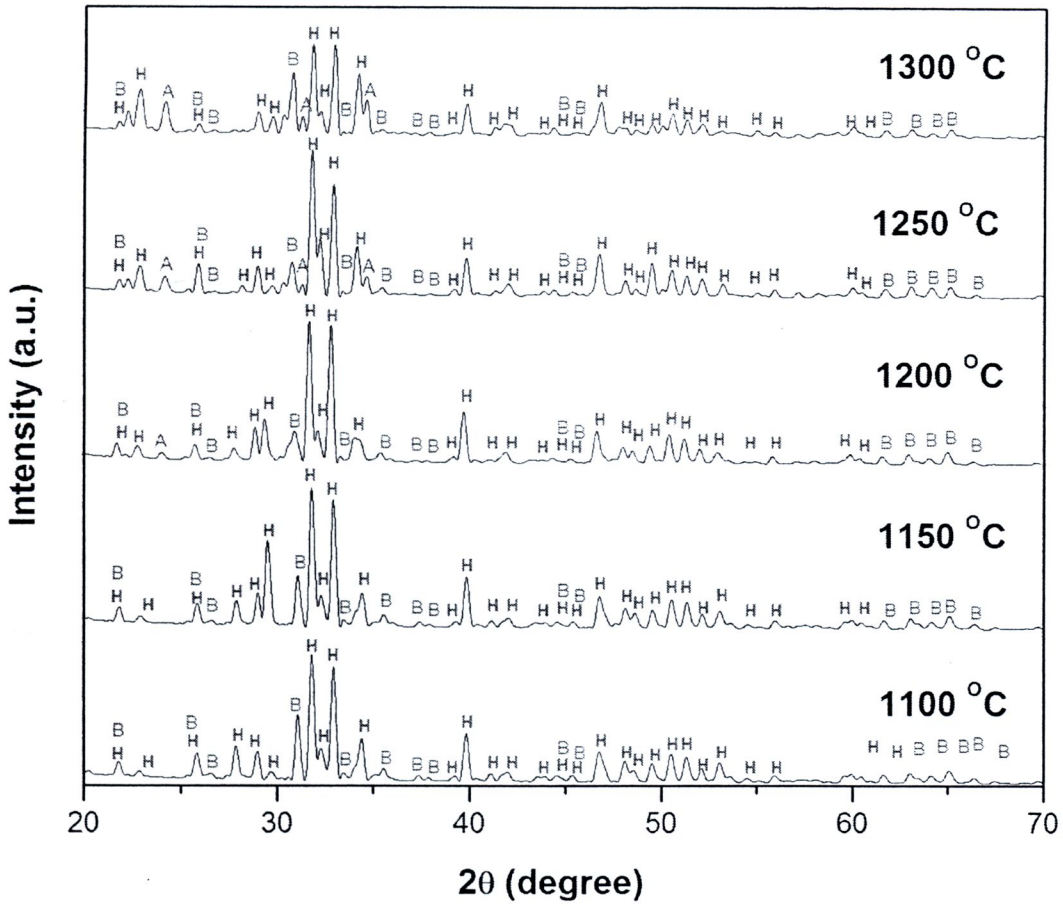
รูป 4.21 ภาพถ่ายแสดงลักษณะทางกายภาพของเซรามิก BCP ที่ผ่านการเผาซินเตอร์

4.4.1.1 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

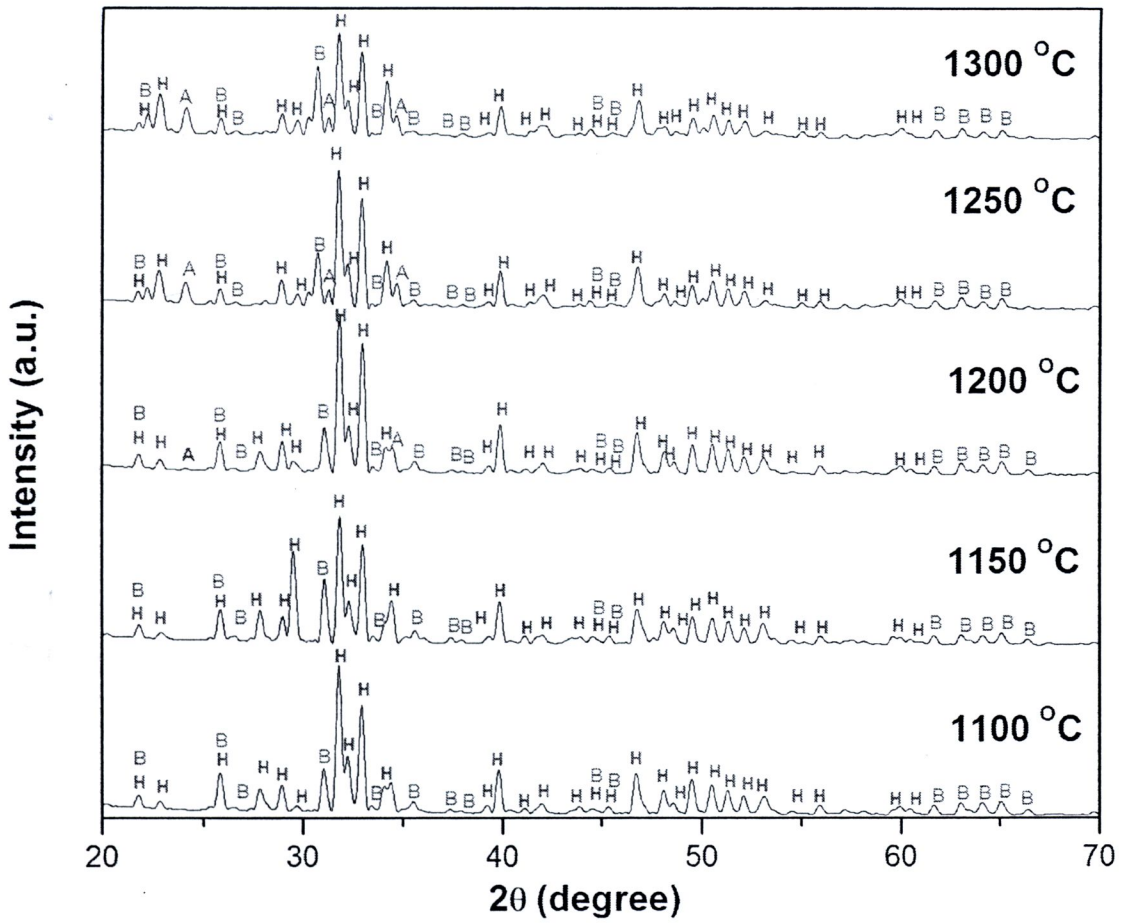
ชิ้นงานเซรามิก BCP ที่เตรียมเรียบร้อยแล้วตามหัวข้อ 3.4 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าชิ้นงานเซรามิก BCP ทุกเงื่อนไขเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100 และ 1150 °C ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นในชิ้นงานเซรามิก จากนั้นเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 °C ชิ้นงานเซรามิก BCP ทุกเงื่อนไขเริ่มมีการเกิดเฟส α -TCP ขึ้น สอดคล้องกับแฟ้มข้อมูล JCPDS หมายเลข 03-0681 และเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นต่อไปที่ 1250 และ 1300 °C พบว่าปริมาณเฟส α -TCP จะมากขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น พฤติกรรมทั้งหมดนี้สอดคล้องกับช่วงอุณหภูมิการเกิดเฟส α -TCP ที่ประมาณ 1200 -1250 °C โดยสัณฐานของอนุภาค HAp ไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิในการเปลี่ยนแปลงเฟสของเซรามิก BCP



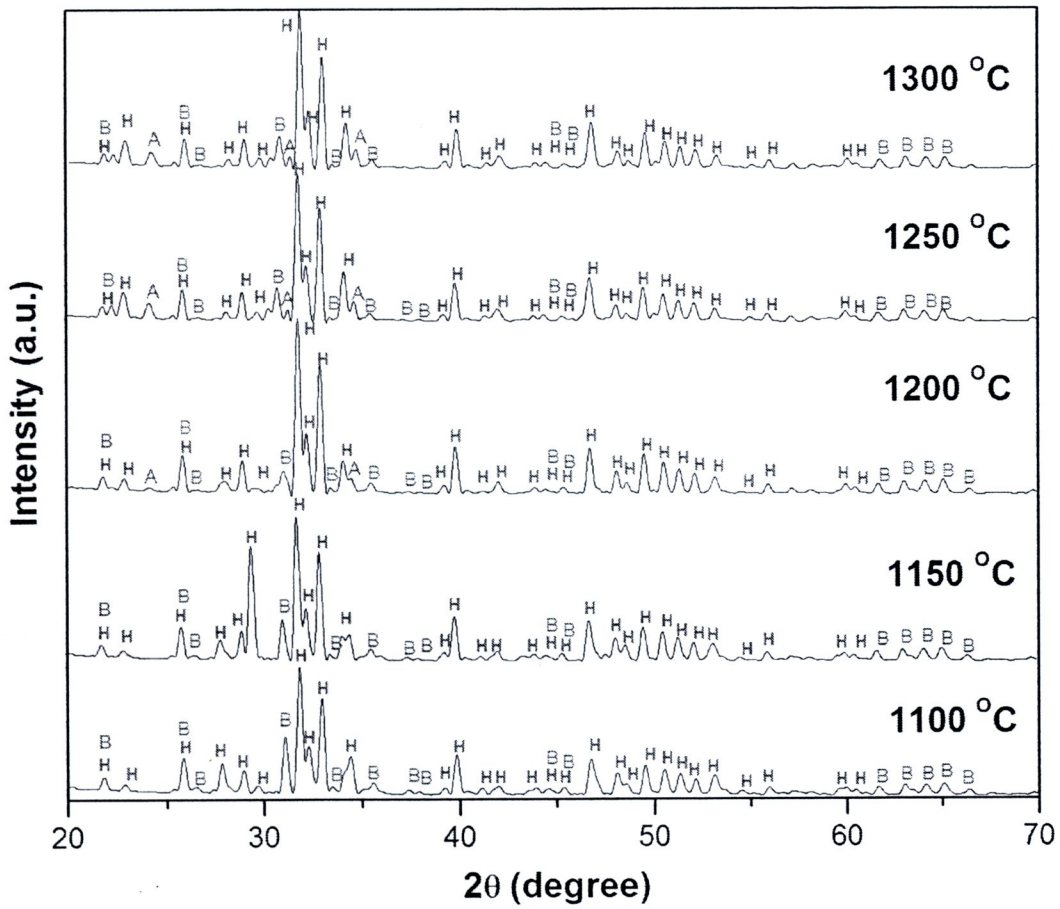
รูป 4.22 รูปแบบ XRD ของ α -TCP



รูป 4.23 รูปแบบ XRD ของเซรามิก BCP ที่เงื่อนไขการเตรียม 10-90 °C ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100, 1150, 1200, 1250 และ 1300 °C เมื่อ (H) HAp (B) β-TCP (A) α-TCP



รูป 4.24 รูปแบบ XRD ของเซรามิก BCP ที่เงื่อนไขการเตรียม 11-30 °C ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100, 1150, 1200, 1250 และ 1300 °C เมื่อ (H) HAp (B) β-TCP (A) α-TCP



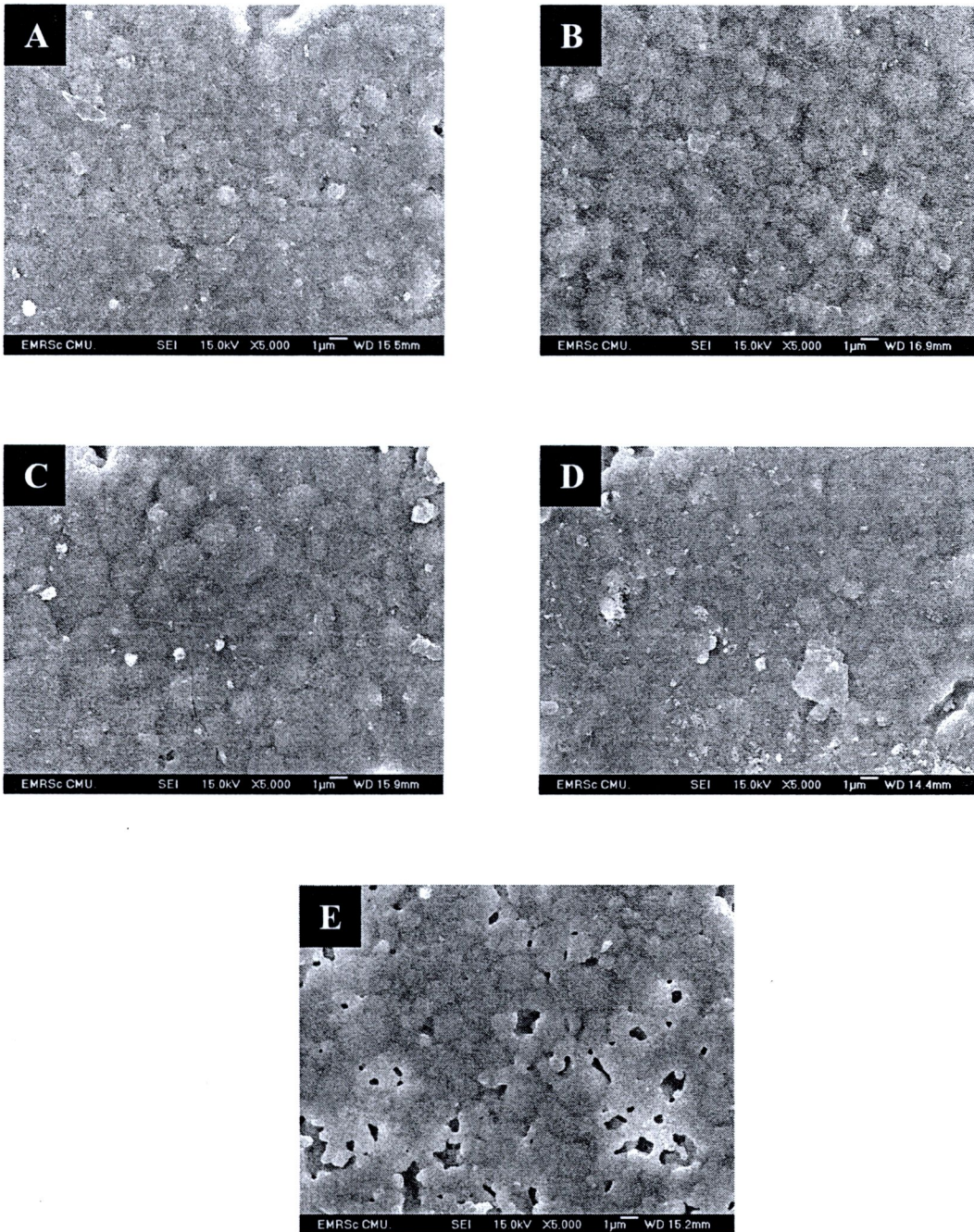
รูป 4.25 รูปแบบ XRD ของเซรามิก BCP ที่เงื่อนไขการเตรียม 11-90 °C ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1100, 1150, 1200, 1250 และ 1300 °C เมื่อ (H) HAp (B) β -TCP (A) α -TCP

4.4.1.2 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (FE-SEM)

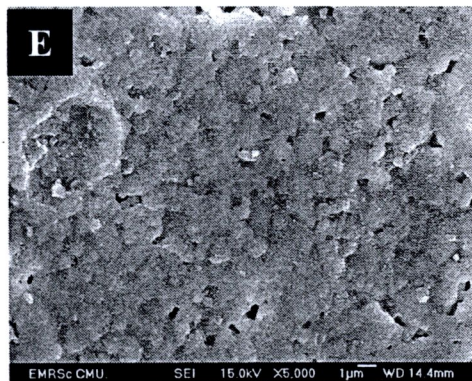
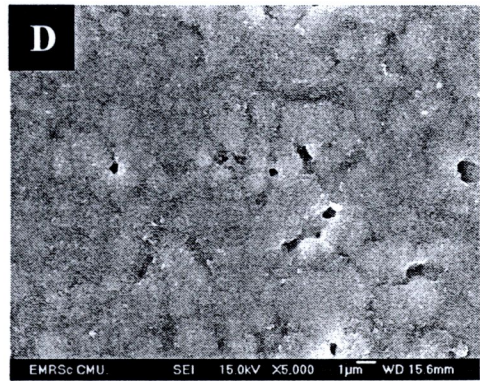
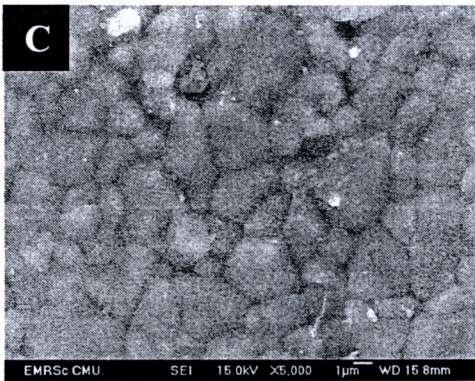
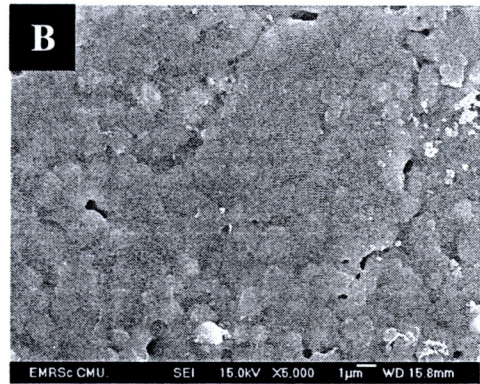
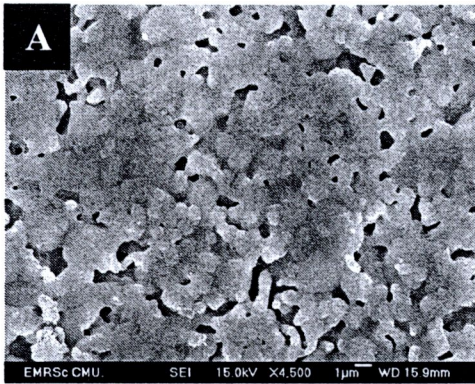
นำชิ้นงานเซรามิก BCP ทุกเงื่อนไขที่ผ่านการเผาซินเตอร์แล้วไปผ่านกระบวนการกัดด้วยความร้อน (thermal etching) ที่อุณหภูมิ 1000 °C แล้วนำไปทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าเซรามิก BCP นั้นเกิดประกอบด้วยเกรนขนาดปกติ (nomal grain) และเกรนที่เกิดการโตเกิดขึ้น (grain growth) โดยที่เงื่อนไขการเตรียมที่ค่า pH 10-90 °C ณ อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1100 °C เกรนขนาดปกติมีขนาดเฉลี่ย $1.45 \pm 0.22 \mu\text{m}$ และเกรนที่เกิดการโตมีขนาดเฉลี่ย $2.54 \pm 0.14 \mu\text{m}$ เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 1150 °C ขนาดเกรนทั้งสองไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดโดยมีขนาดเฉลี่ยของเกรนปกติและเกรนที่เกิดการโตอยู่ที่ $1.43 \pm 0.17 \mu\text{m}$ และ $2.66 \pm 0.17 \mu\text{m}$ ตามลำดับ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1200 °C มีการโตขึ้นของเกรนอย่างฉับพลัน โดยเกรนปกติมีการโตขึ้นจนมีขนาดเฉลี่ย $2.04 \pm 0.24 \mu\text{m}$ และเกรนที่เกิดการโตมีขนาดเฉลี่ย $3.33 \pm 0.47 \mu\text{m}$ หลังจากอุณหภูมิ 1200 °C พบว่าขนาดเกรนลดลงไปเท่าเดิมโดยที่อุณหภูมิ 1250 °C เกรนปกติมีขนาดเฉลี่ย $1.30 \pm 0.12 \mu\text{m}$ และเกรนที่เกิดการโตมีขนาดเฉลี่ย $2.49 \pm 0.20 \mu\text{m}$ ในขณะที่อุณหภูมิ 1300 °C ทั้งเกรนปกติและเกรนที่เกิดการโตมีขนาดค่อนข้างคงที่ที่ขนาดเฉลี่ย $1.18 \pm 0.09 \mu\text{m}$ และ $2.58 \pm 0.33 \mu\text{m}$ ตามลำดับ ดังรูป 4.25 ส่วนกรณีเงื่อนไขการเตรียมที่ค่า pH 11-30 °C จะมีพฤติกรรมการโตของเกรนสามารถแจกแจงได้ดังนี้ ที่อุณหภูมิ 1100 °C มีขนาดเกรนปกติเฉลี่ย $1.27 \pm 0.20 \mu\text{m}$ และเกรนที่เกิดการโตเฉลี่ย $2.439 \pm 0.176 \mu\text{m}$ จากนั้นที่อุณหภูมิ 1150 °C เกรนจะมีขนาดเล็กลงเล็กน้อย โดยมีขนาดมีขนาดเกรนปกติและเกรนที่เกิดการโตเฉลี่ย $0.98 \pm 0.10 \mu\text{m}$ และ $1.92 \pm 0.18 \mu\text{m}$ ตามลำดับ จากนั้นจะเกิดการโตของเกรนขึ้นอย่างฉับพลันเช่นเดียวกับกรณีค่า pH 10-90 °C นั่นคือมีขนาดเกรนปกติเฉลี่ย $2.24 \pm 0.41 \mu\text{m}$ และขนาดเกรนที่เกิดการโตเฉลี่ย $4.28 \pm 0.60 \mu\text{m}$ จากนั้นเกรนจะมีการลดขนาดลงอีกครั้งที่อุณหภูมิ 1250 °C โดยมีขนาดเกรนปกติและเกรนที่เกิดการโตเฉลี่ย $1.47 \pm 0.20 \mu\text{m}$ และ $3.33 \pm 0.44 \mu\text{m}$ และที่อุณหภูมิ 1300 °C เกรนปกติมีขนาดเกรนลดลงเล็กน้อยเฉลี่ย $1.43 \pm 0.24 \mu\text{m}$ และเกรนที่เกิดการโตมีขนาดเฉลี่ย $2.73 \pm 0.49 \mu\text{m}$ ดังรูป 4.26 สุดท้ายเงื่อนไขการเตรียมที่ค่า pH 11-90 °C จะพฤติกรรมการโครงสร้างจุลภาคที่แตกต่างไปจากการเตรียมในสองกรณีแรก นั่นคือไม่ปรากฏการโตของเกรนขึ้นในโครงสร้างจุลภาคของแต่ละอุณหภูมิเผาซินเตอร์ แต่พฤติกรรมการโตของเกรนนั่นจะเป็นไปในทิศทางเดียวกันกับเงื่อนไขค่า pH 11-30 °C โดยเริ่มต้นที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1100 °C เกรนขนาด

เฉลี่ย $1.95 \pm 0.29 \mu\text{m}$ จากนั้นเกรนจะเกิดการเล็กลงเล็กน้อยที่อุณหภูมิ 1150°C โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ย $1.63 \pm 0.19 \mu\text{m}$ และเกิดการโตขึ้นอย่างฉับพลันที่อุณหภูมิ 1200°C โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ย $5.15 \pm 1.83 \mu\text{m}$ ตามลำดับ หลังจากนั้นจะเกิดการลดลงของขนาดเกรนลงอย่างฉับพลันโดยที่อุณหภูมิ 1250°C มีขนาดเกรนเฉลี่ย $2.02 \pm 0.20 \mu\text{m}$ และที่อุณหภูมิ 1300°C มีขนาดเกรนเฉลี่ย $1.77 \pm 0.23 \mu\text{m}$ ดังรูป 4.27 เป็นที่สังเกตได้ว่าพฤติกรรมการโตของเกรนในแต่ละเงื่อนไขการเตรียมนั้นมีลักษณะการโตที่ค่อนข้างเป็นไปในทิศทางเดียวกัน แต่สิ่งที่แตกต่างกันคือขนาดของเกรนที่แตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งบ่งบอกได้ว่าสัณฐานของอนุภาค HAp ที่แตกต่างกันนั้นย่อมส่งผลต่อการเกิดเกรนและการโตของเกรนอย่างแน่นอน นอกจากนี้ยังพบอีกว่าชิ้นงานเซรามิกทุกเงื่อนไขมีการโตของเกรนมากที่สุด ณ อุณหภูมิ 1200°C น่าจะมีสาเหตุมาจากเกิดการตกตะกอนของเฟส α -TCP ที่บริเวณขอบเกรน ซึ่งบริเวณขอบเกรนนี้เป็นบริเวณที่มีพลังงานสูง ส่งผลให้เกิดการนิวเคลียสของอนุภาคใหม่ (nucleation) เกิดขึ้น ทำให้ที่อุณหภูมิ 1200°C มีการโตของเกรนเกิดขึ้นสูงมาก

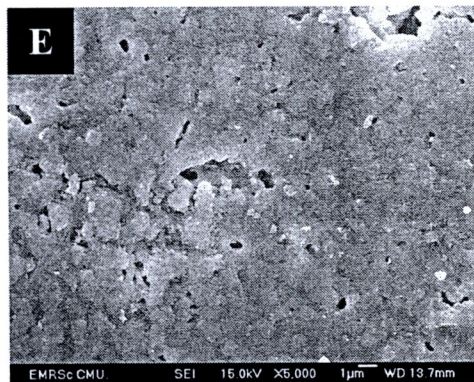
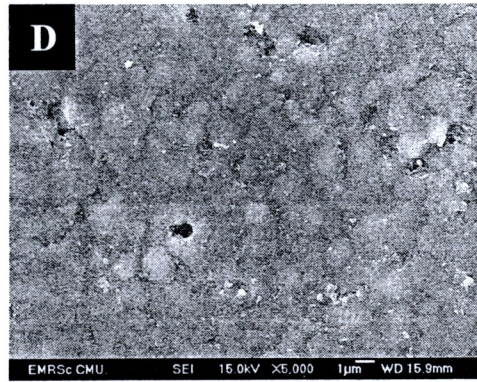
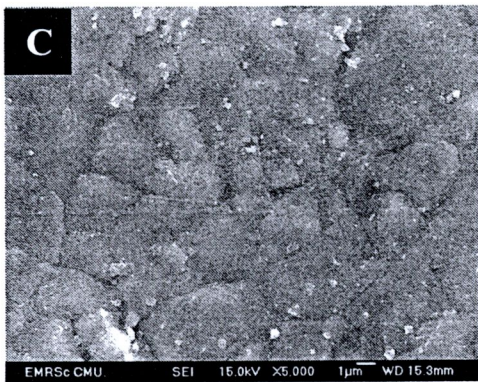
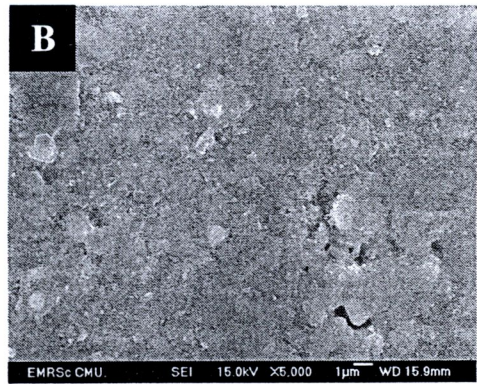
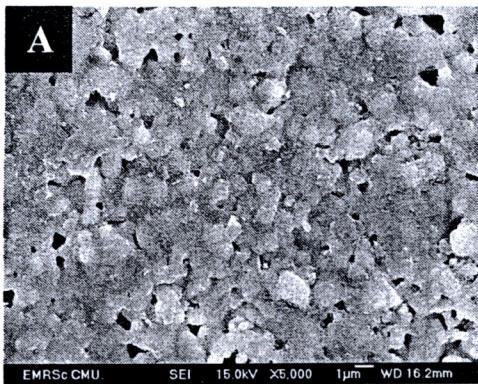




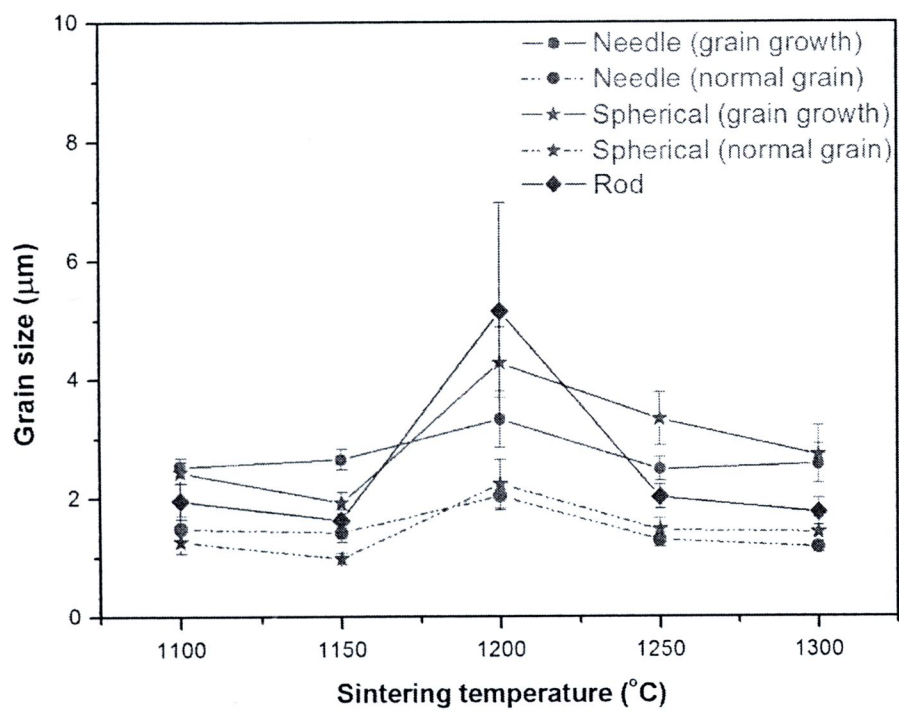
รูป 4.26 ภาพถ่าย FE-SEM โครงสร้างจุลภาคของของชิ้นงานเซรามิก BCP เตรียมที่ค่า pH 10-90 °C หลังจากผ่านการกัด้วยความร้อน (A) 1100 °C (B) 1150 °C (C) 1200 °C (D) 1250 °C และ (E) 1300 °C



รูป 4.27 ภาพถ่าย FE-SEM โครงสร้างจุลภาคของของชิ้นงานเซรามิก BCP เตรียมที่ค่า pH 11-30 °C หลังจากผ่านการกัดด้วยความร้อน (A) 1100 °C (B) 1150 °C (C) 1200 °C (D) 1250 °C และ (E) 1300 °C



รูป 4.28 ภาพถ่าย FE-SEM โครงสร้างจุลภาคของของชิ้นงานเซรามิก BCP เตรียมที่ค่า pH 11-90 °C หลังจากผ่านการกัด้วยความร้อน (A) 1100 °C (B) 1150 °C (C) 1200 °C (D) 1250 °C และ (E) 1300 °C



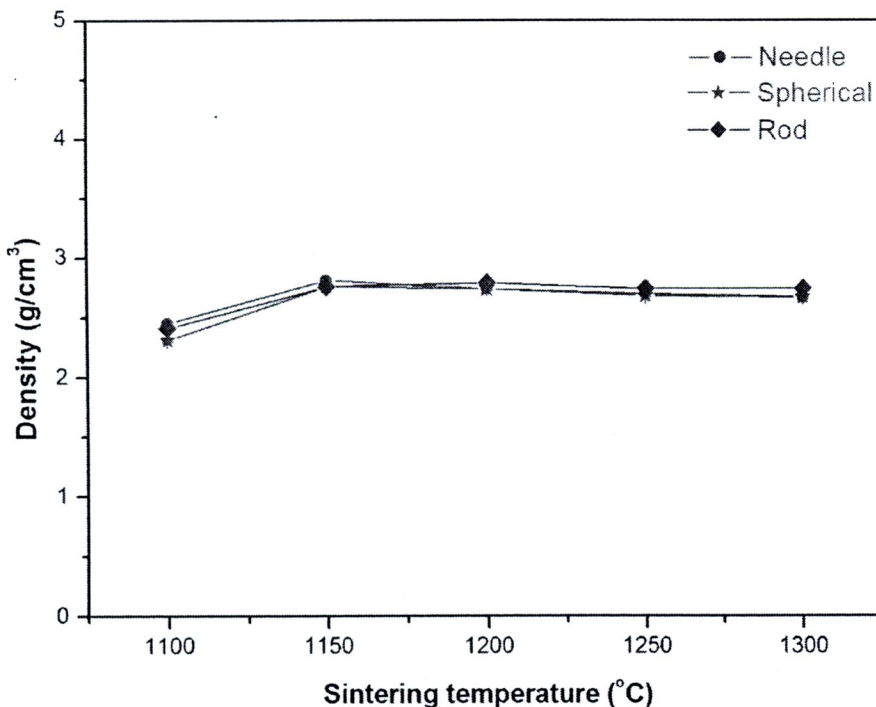
รูป 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนและอุณหภูมิของเซรามิก BCP

ตารางที่ 4.4 แสดงขนาดเกรนของชิ้นงานเซรามิก BCP

Conditions	Sintering temperature (°C)				
	1100	1150	1200	1250	1300
pH 10-90 °C (normal grain)	1.50 ± 0.22	1.43 ± 0.17	2.04 ± 0.24	1.30 ± 0.12	1.18 ± 0.10
pH 10-90 °C (grain growth)	2.54 ± 0.14	2.66 ± 0.17	3.33 ± 0.47	2.50 ± 0.20	2.58 ± 0.33
pH 11-30 °C (normal grain)	1.27 ± 0.20	0.98 ± 0.10	2.24 ± 0.41	1.47 ± 0.20	1.43 ± 0.24
pH 11-30 °C (grain growth)	2.44 ± 0.18	1.92 ± 0.18	4.28 ± 0.60	3.33 ± 0.44	2.73 ± 0.49
pH 11-90 °C	1.95 ± 0.30	1.63 ± 0.19	5.15 ± 1.83	2.02 ± 0.20	1.77 ± 0.23

4.4.1.3 ความหนาแน่น (Density)

ชิ้นงานเซรามิก BCP ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆแล้วนำไปหาค่าความหนาแน่นด้วยวิธีอาคิมิดีส (Archimedes method) พบว่าค่าความหนาแน่นของเซรามิก BCP ทุกเงื่อนไขการเตรียมนั้นมีค่าที่เหมือนและใกล้เคียงกันมาก กล่าวคือที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์จาก 1100 °C ไป 1150 °C เซรามิก BCP ทุกเงื่อนไขมีค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น หลังจากนั้นในช่วงอุณหภูมิ 1150 - 1300 °C ความหนาแน่นของเซรามิก BCP มีขึ้นหรือลงเพียงเล็กน้อยเท่านั้นหรืออาจกล่าวได้ว่ามีความหนาแน่นคงที่ ดังในรูป 4.29 และตารางที่ 4.5 แสดงให้เห็นว่าหลังจากอุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1100 °C ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิก BCP นั้นค่อนข้างมีค่าคงที่ นั่นแสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิเผาซินเตอร์ตั้งแต่ 1150 °C ขึ้นไปและสัณฐานของอนุภาค HAp ไม่ส่งผลต่อความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิก BCP แต่อย่างใด



รูป 4.30 ค่าความหนาแน่นของของเซรามิก BCP

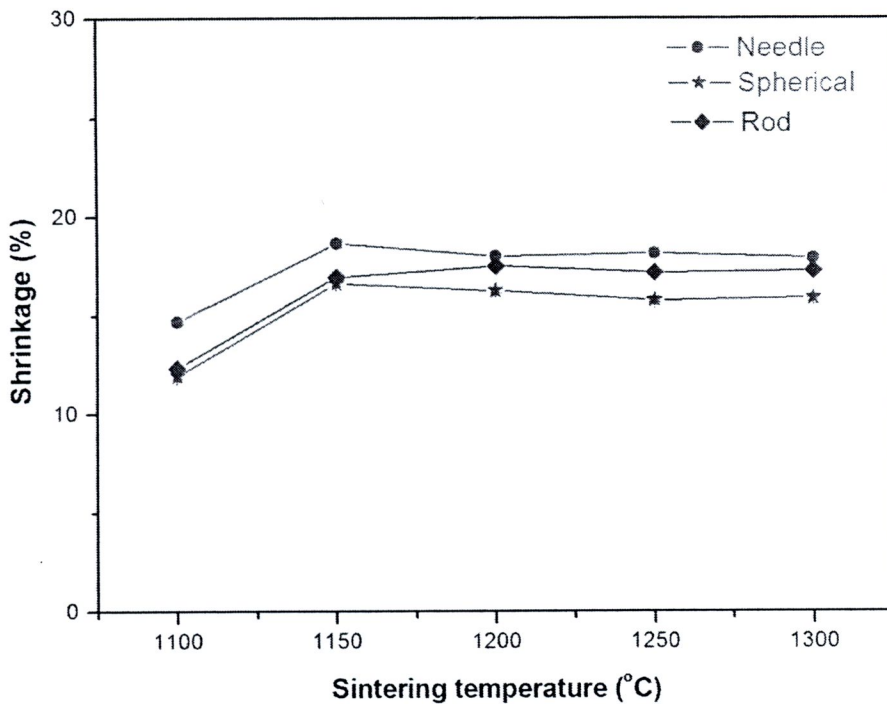
ตารางที่ 4.5 เปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิก BCP ที่เงื่อนไขต่างๆ

Conditions	The apparent densities (g/cm ³)				
	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	1300 °C
pH 10-90 °C (Needle)	2.45 ± 0.01	2.81 ± 0.01	2.74 ± 0.01	2.70 ± 0.01	2.67 ± 0.01
pH 11-30 °C (Spherical)	2.31 ± 0.01	2.76 ± 0.01	2.74 ± 0.01	2.68 ± 0.01	2.67 ± 0.00
pH 11-90 °C (Rod)	2.41 ± 0.01	2.76 ± 0.02	2.79 ± 0.02	2.74 ± 0.02	2.74 ± 0.01
The theoretical densities (g/cm ³)	HAp 3.16		β-TCP 3.07		α-TCP 2.86

4.4.1.4 การหดตัวเชิงเส้น (Shrinkage)

พฤติกรรมการหดตัวเชิงเส้นหลังการตัวหลังการเผาซินเตอร์ของเซรามิก BCP ทุกเงื่อนไข การเตรียมนั้นมีแนวโน้มเป็นไปในทิศทางเดียวกัน จากรูป 4.30 และตารางที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BCP มีค่าเพิ่มขึ้นหลังการเผาซินเตอร์จากอุณหภูมิ 1100 °C ไป 1150 °C หลังอุณหภูมิ 1150 °C พบว่าค่าการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BCP ก่อนข้างมีค่าคงที่หรือมีการเพิ่มขึ้นหรือลดลงในปริมาณที่น้อยมาก จากกรณีอุณหภูมิการเผาซินเตอร์สามารถทำให้สรุปได้ว่า อุณหภูมิเผาซินเตอร์ตั้งแต่ 1150 °C นั้นไม่ส่งผลต่อพฤติกรรมการหดตัวเชิงเส้นแต่อย่างใด โดยค่าความหนาแน่นมากที่สุดคือ $18.67 \pm 0.08 \text{ g/cm}^3$ และต่ำสุดคือ $11.93 \pm 0.14 \text{ g/cm}^3$ หากพิจารณาในเทอมของสัณฐานของอนุภาค HAp ในรูป 4.30 เห็นได้ว่าสัณฐานของอนุภาค HAp ส่งผลโดยตรงต่อค่าการหดตัวเชิงเส้น โดยหากพิจารณาขนาดของอนุภาค HAp จะเห็นได้ว่ามิติของสัณฐานนั้นแปรผกผันกับค่าการหดตัวเชิงเส้น กล่าวคืออนุภาค HAp ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่และความยาวที่มากกว่าย่อมให้ค่าการหดตัวเชิงเส้นที่สูงกว่า ค่าการหดตัวเชิงเส้นที่สูงที่สุดโดยเรียงตามขนาด

ของสัณฐานอนุภาค HAp คือ 16.62 ± 0.15 % (spherical), 17.51 ± 0.06 % (rod) และ 18.67 ± 0.08 % (needle) ส่วนสาเหตุของการอธิบายพฤติกรรมตรงจุดนี้ยังไม่แน่ชัด สามารถสรุปได้ว่ามีติของสัณฐานอนุภาค HAp นั้นมีการแปรผกผันกับการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก BCP



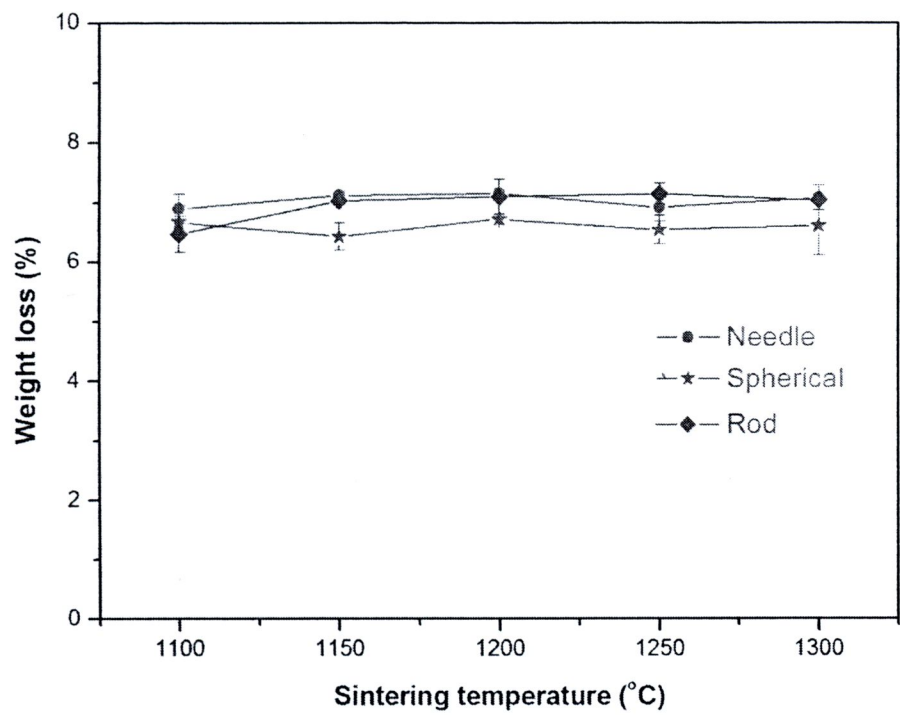
รูป 4.31 ค่าการหดตัวเชิงเส้นของของเซรามิก BCP

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าการหดตัวเชิงเส้นของชิ้นงานเซรามิก BCP ที่เงื่อนไขต่างๆ

Conditions	Shrinkage (%)				
	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	1300 °C
pH 10-90 °C (Needle)	14.67 ± 0.09	18.67 ± 0.08	18.01 ± 0.08	18.15 ± 0.09	17.92 ± 0.06
pH 11-30 °C (Spherical)	11.93 ± 0.14	16.62 ± 0.15	16.26 ± 0.12	15.77 ± 0.16	15.89 ± 0.03
pH 11-90 °C (Rod)	12.32 ± 0.15	16.94 ± 0.03	17.51 ± 0.06	17.18 ± 0.13	17.29 ± 0.03

4.4.1.5 ปริมาณน้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา (Weight loss)

หลังจากการเผาเซรามิก BCP แล้วพบว่าเปอร์เซ็นต์การลดลงของน้ำหนักชิ้นงานนั้นมีพฤติกรรมคล้ายกับค่าการหดตัวเชิงเส้น กล่าวคือทุกอุณหภูมิเผาซินเตอร์ไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าน้ำหนักที่ลดลงแต่อย่างใด กล่าวได้อีกนัยว่าการลดลงของน้ำหนักของชิ้นงานเซรามิก BCP มีค่าคงที่ทุกอุณหภูมิเผาซินเตอร์ดังรูป 4.31 และตารางที่ 4.7 โดยค่าน้ำหนักที่ลดลงนี้มีค่ามากที่สุดอยู่ที่ค่า $7.16 \pm 0.03 \%$ และต่ำสุดอยู่ที่ค่า $6.43 \pm 0.23 \%$ พิจารณาในเทอมสัณฐานของอนุภาค HAp ดังรูป 4.31 พบว่าส่งผลต่อค่าน้ำหนักเซรามิกที่ลดลงนั้นหมายความว่าขนาดมีผล แต่สิ่งที่แตกต่างออกไปจากรณีของค่าการหดตัวเชิงเส้นคือไม่สามารถอธิบายได้ว่าความสัมพันธ์ระหว่างขนาดนั้นมีความสัมพันธ์อย่างไรกับค่าน้ำหนักเซรามิก แต่อาจสันนิษฐานได้ว่าสัณฐานที่มีมิตคล้ายคลึงอาจส่งผลให้ค่าน้ำหนักที่ลดลงไปนั้นมีค่าที่ใกล้เคียงกัน เช่นในกรณีระหว่างสัณฐานแบบ rod และ needle นั้นมีค่าน้ำหนักที่ลดลงไปใกล้เคียงกันมาก นั้นอาจกล่าวโดยสรุปได้ว่าสัณฐานของอนุภาค HAp นั้นส่งผลต่อค่าน้ำหนักที่ลดลงในขณะที่อุณหภูมิและขนาดของอนุภาคไม่ส่งผลต่อค่าน้ำหนักที่หายไปของเซรามิก BCP



รูป 4.32 คำนำน้หนักชิ้นงานเซรามิก BCP ที่ลดลง

ตารางที่ 4.7 แสดงค่าคำนำน้หนักชิ้นงานเซรามิก BCP ที่ลดลงที่เงื่อนไขต่างๆ

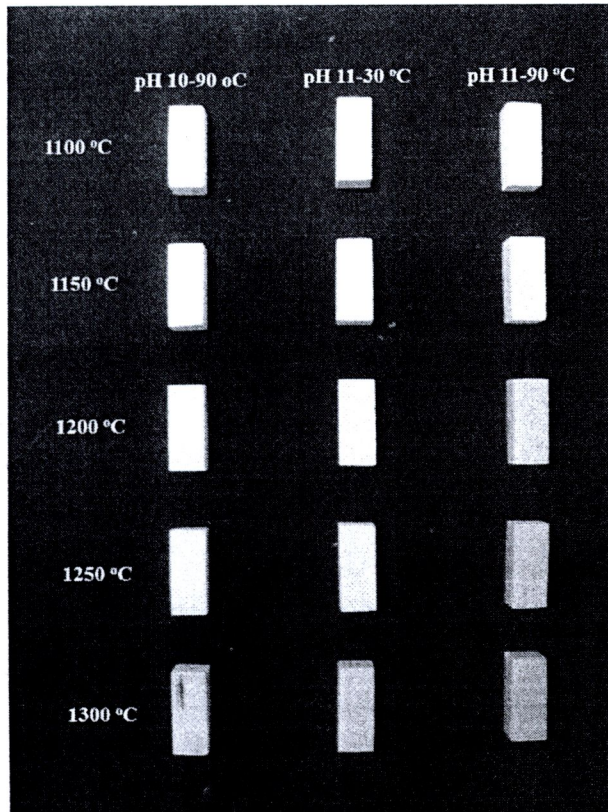
Conditions	Weight loss (%)				
	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	1300 °C
pH 10-90 °C (Needle)	6.90 ± 0.25	7.12 ± 0.07	7.16 ± 0.03	6.92 ± 0.24	7.08 ± 0.21
pH 11-30 °C (Spherical)	6.67 ± 0.28	6.43 ± 0.23	6.72 ± 0.08	6.54. ± 0.24	6.61 ± 0.50
pH 11-90 °C (Rod)	6.47 ± 0.30	7.03 ± 0.04	7.10 ± 0.29	7.15 ± 0.17	7.04 ± 0.05

4.4.2 การตรวจสอบสมบัติทางกล (Mechanical properties)

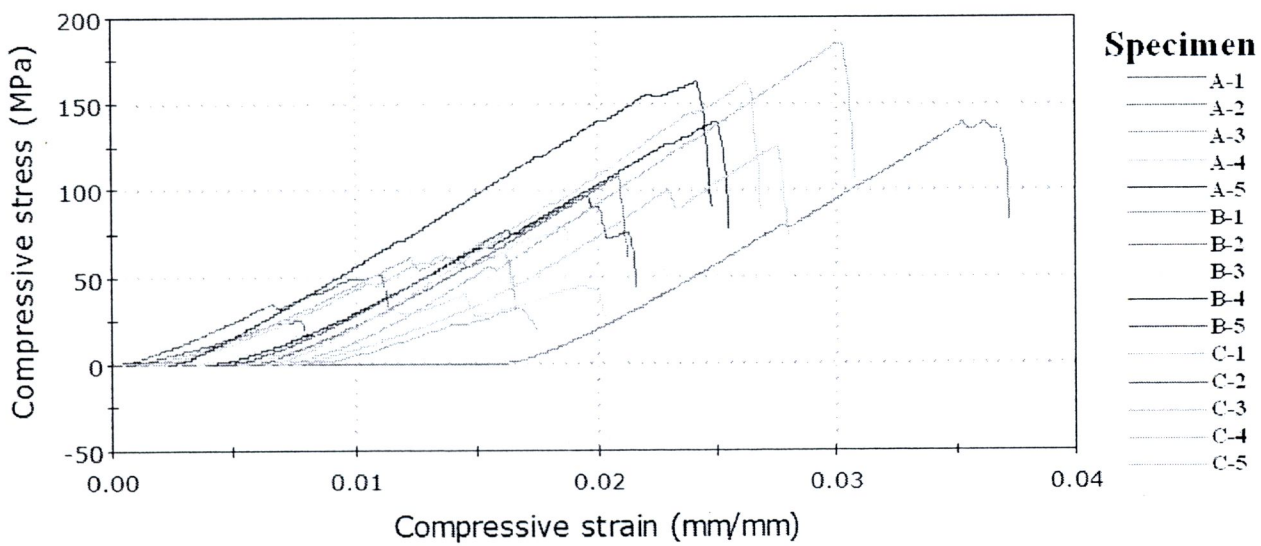
สำหรับการตรวจสอบสมบัติทางกลของชิ้นงานเซรามิก BCP นั้นจะแบ่งลักษณะการขึ้นรูปชิ้นงานเป็น 3 แบบ สำหรับการทดสอบ 3 ชนิดคือ รูปแบบชิ้นงานแบบแท่งสำหรับการทดสอบค่าความแข็งแรงต่อการกดอัด แบบบาร์สำหรับการทดสอบค่าความแข็งแรงต่อการดึงแบบสามจุด และแบบเหรียญสำหรับการทดสอบค่าความแข็งแรงแบบวิสเกอร์ มีรายละเอียดดังนี้

4.4.2.1 ความแข็งแรงต่อการกดอัด (Compressive strength test)

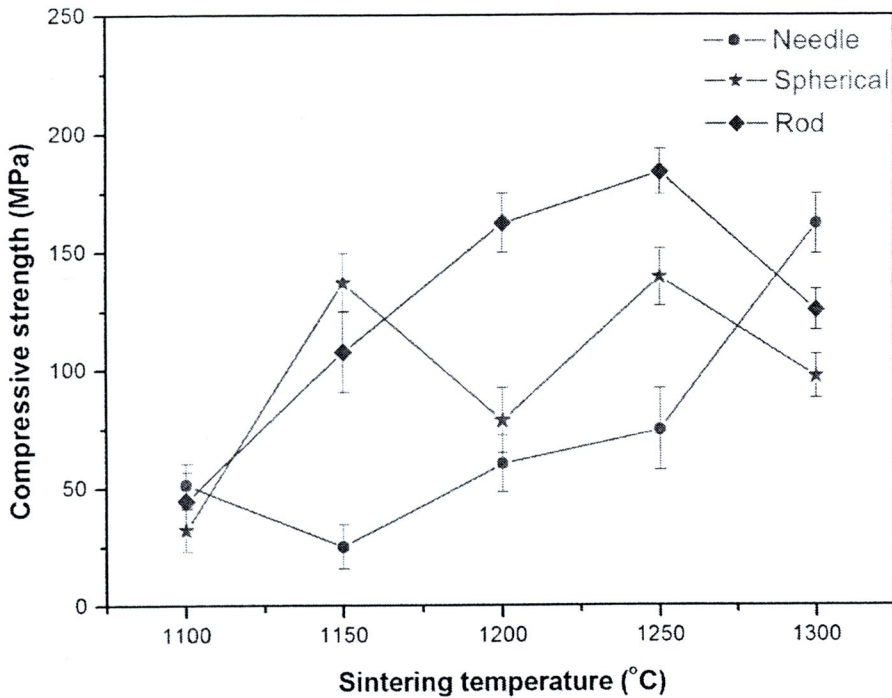
ค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของชิ้นงานเซรามิก BCP หลังจากผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆและทำการขึ้นรูปด้วยการขัดดังรูป 4.32 จากรูป 4.33 แสดงให้เห็นรูปแบบกราฟของความแข็งแรงต่อการกดอัดที่เรียกว่าการผิดรูปแบบไม่เท่ากันทั่วทั้งชิ้นงาน (nonhomogeneous deformation) สังเกตได้ว่าจะเกิดบริเวณที่เรียกว่า upper yield point และ lower yield point เกิดขึ้นทุกชิ้นงานดังรูป 3.22(b) ในบทที่ 3 โดยค่าความแข็งแรงอยู่ในช่วง 98.83 - 184.09 MPa จากค่าความสัมพันธ์ในรูป 4.34 แสดงให้เห็นพฤติกรรมความแข็งแรงต่อการกดอัดของชิ้นงานเซรามิก โดยสามารถกล่าวได้ว่าอุณหภูมิที่สูงขึ้นไม่ได้ส่งผลให้ค่าความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเสมอไป ในสัณฐานแบบ needle (pH 10-90 °C) ค่าความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น โดยมีค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดสูงที่สุดที่ 162.15 MPa ณ อุณหภูมิ 1300 °C ส่วนสัณฐานแบบ spherical (pH 11-30 °C) มีค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดที่ไม่แน่นอน โดยมีการเพิ่มขึ้นและลดลงของค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดเป็นช่วงๆทำให้ยากต่อการคาดเดาพฤติกรรมได้ถูก ค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดสูงที่สุดอยู่ที่ค่า 139.33 MPa สุดท้ายที่สัณฐานแบบ rod (pH 11-90 °C) จะมีพฤติกรรมค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดคล้ายกับสัณฐานแบบ needle มีค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดสูงที่สุดที่ 184.09 MPa ณ อุณหภูมิ 1250 °C แต่ในช่วงอุณหภูมิ 1300 °C เกิดการลดลงของค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดอย่างรวดเร็วเหลือ 125.43 MPa



รูป 4.33 ตัวอย่างชิ้นงานเซรามิก BCP สำหรับทดสอบความแข็งแรงต่อการกดอัด

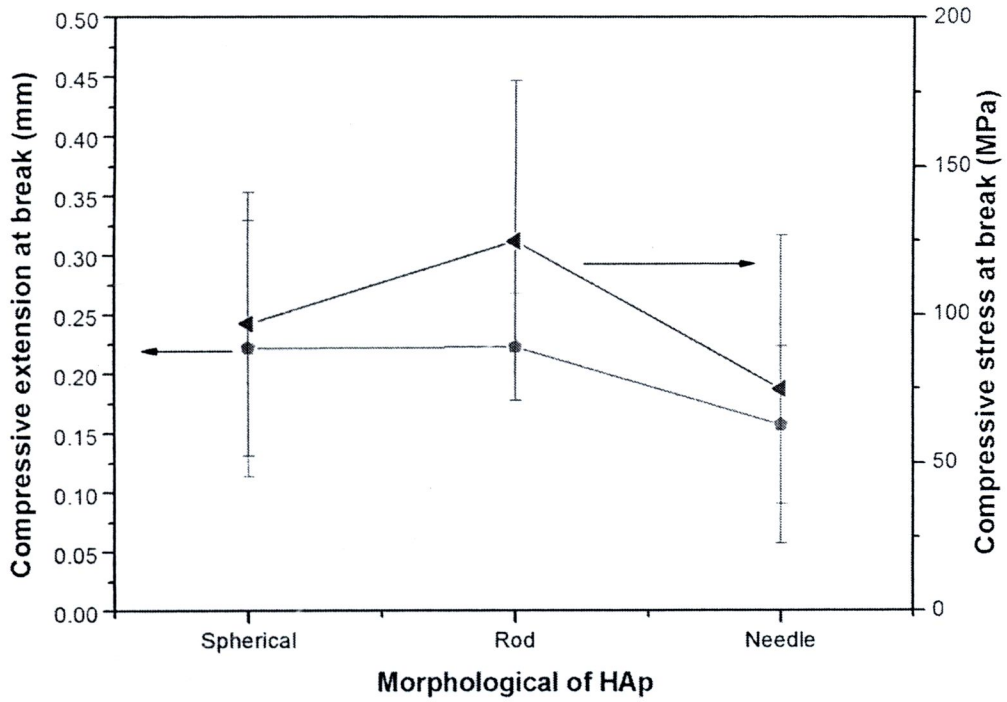


รูป 4.34 กราฟแสดงพฤติกรรมความแข็งแรงต่อการกดอัดของเซรามิก BCP

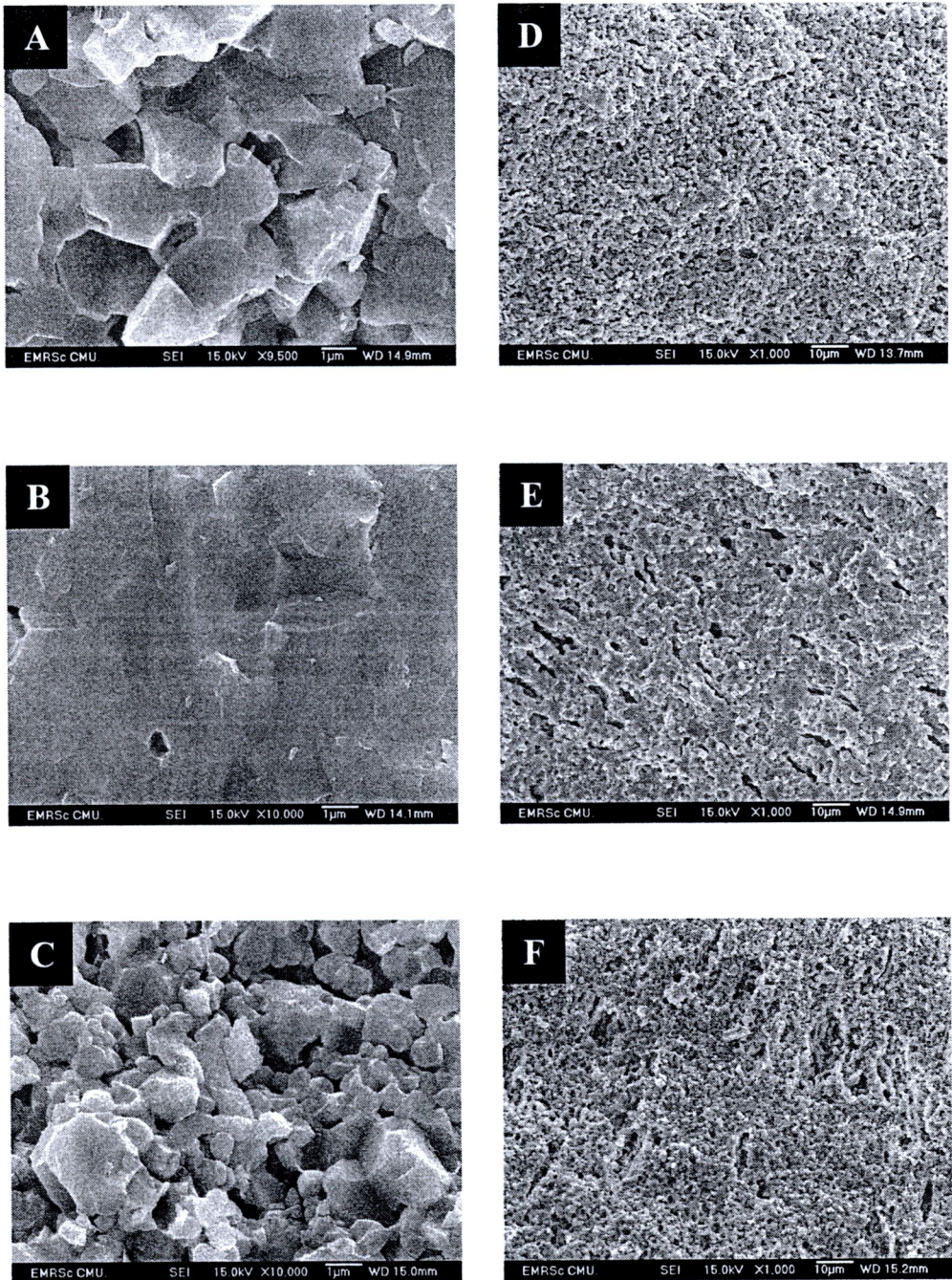


รูป 4.35 กราฟแสดงการเปรียบเทียบค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของเซรามิก BCP

หากพิจารณาในเทอมสัณฐานของอนุภาค HAp ดังรูป 4.35 จะเห็นได้ว่าขนาดหรือมิติของสัณฐานมีผลต่อค่าระยะการแตกหัก (compressive extension) ของเซรามิก BCP นั้นหมายความว่าความเป็นโมดูลัสของความยืดหยุ่น (modulus elastic) ขึ้นอยู่กับมิติของอนุภาค HAp โดยมีความสัมพันธ์แบบแปรผกผันกัน ส่วนในกรณีของมิติของสัณฐานของอนุภาค HAp ต่อค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดนั้นอาจสามารถได้จากรูป 4.36 กล่าวได้ว่าในกรณีของสัณฐานแบบ rod มีความแข็งแรงต่อการกดอัดสูงที่สุดเนื่องจากการแตกหักแบบผ่านตัวเกรน (intragranular cracking) ทำให้ต้องใช้การส่งแรงที่มาก อีกทั้งยังมีรูปพรุนภายในชิ้นงานที่น้อยอีกด้วย ส่วนในกรณีสัณฐานแบบ needle ที่มีค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดต่ำที่สุดเนื่องจากการแตกหักแบบผ่านไปตามขอบเกรน (intergranular cracking) ซึ่งเป็นการส่งแรงไปตามขอบเกรนทำให้ไม่ต้องการในการความเสียหายให้กับชิ้นงานมากนัก กรณีสุดท้ายคือสัณฐานแบบ spherical มีการแตกแบบผ่านตัวเกรนเช่นเดียวกับสัณฐานแบบ rod แต่เนื่องจากมีรูปพรุนภายในชิ้นงานมากกว่าจึงทำให้ค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดต่ำกว่าสัณฐานแบบ rod แต่สูงกว่าแบบ needle



รูป 4.36 กราฟแสดงพฤติกรรมความแข็งแรงต่อการกดอัดและระยะการแตกหักของเซรามิก BCP



รูป 4.37 รอยแตกของชิ้นงานเซรามิก BCP (A) Spherical (B) Rod (C) Needle
กำลังขยาย 10000 เท่า (D) Spherical (E) Rod (F) Needle กำลังขยาย 1000 เท่า

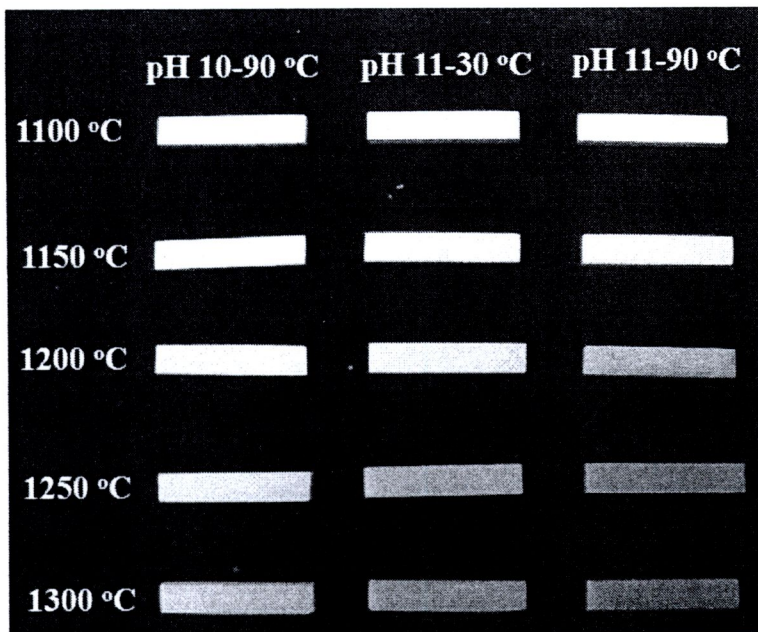
ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดของชิ้นงานเซรามิก BCP

Conditions	Compressive load at Break (Cursor) (N)	Compressive extension at Break (Cursor) (mm)	Compressive stress at Break (Cursor) (MPa)	Compressive strain at Break (Cursor) (mm/mm)
A-1	1282.9410	0.13107	51.31764	0.01092
A-2	628.0141	0.08602	25.12056	0.00717
A-3	1510.7363	0.13379	60.42945	0.01115
A-4	1872.0688	0.17108	74.88275	0.01426
A-5	4053.7879	0.26276	162.15152	0.02190
B-1	806.4242	0.10410	32.25697	0.00867
B-2	3426.0604	0.39066	137.04242	0.03256
B-3	1966.2103	0.18162	78.64841	0.01513
B-4	3483.3482	0.25228	139.33393	0.02102
B-5	2429.5029	0.17963	97.18012	0.01497
C-1	1115.9538	0.17119	44.63815	0.01427
C-2	2689.9660	0.18167	107.59864	0.01514
C-3	4061.8229	0.24038	162.47292	0.02003
C-4	4602.3011	0.27852	184.09204	0.02321
C-5	3135.6183	0.24185	125.42473	0.02015
Mean	2470.9837	0.20044	98.83935	0.01670
Maximum	4602.3011	0.39066	184.09204	0.03256
Minimum	628.0141	0.08602	25.12056	0.00717
Standard Deviation	1280.55334	0.07867	51.22213	0.00656

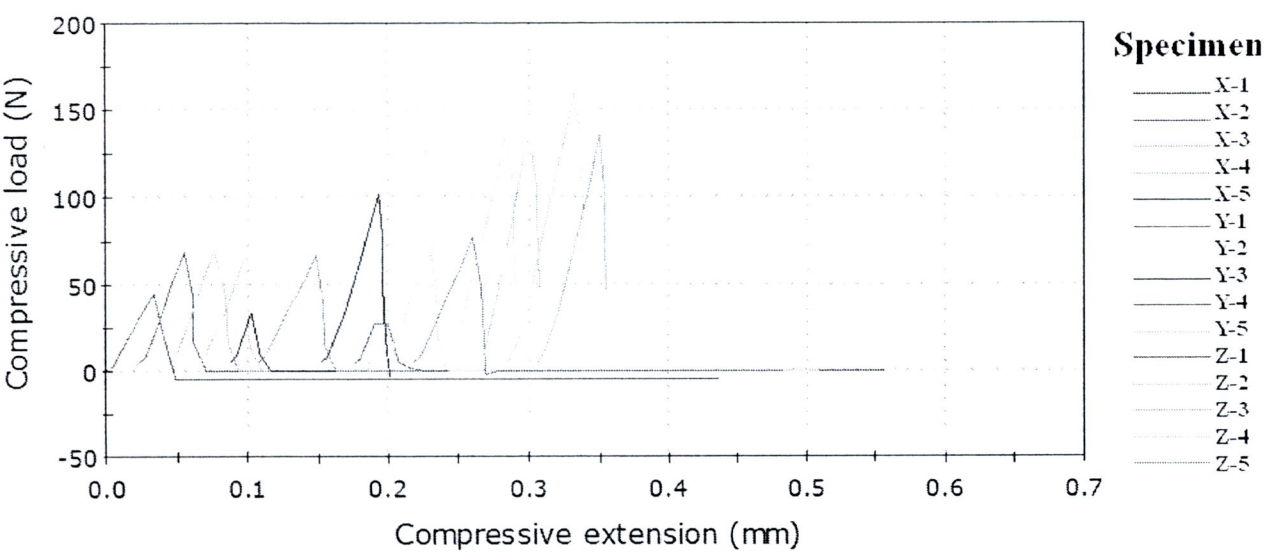


4.4.2.2 ความค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอแบบสามจุด (3-point bending test)

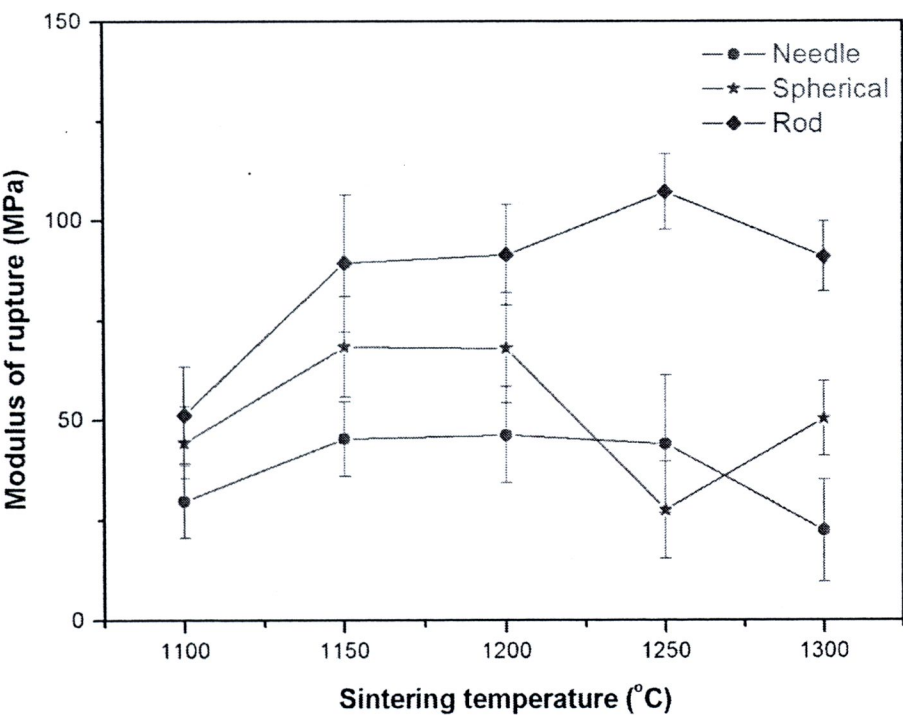
ค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอโดยใช้การทดสอบแบบสามจุด (3-point bending) ของชิ้นงานเซรามิก BCP หลังจากเตรียมชิ้นงานดังรูป 4.37 จากรูป 4.38 แสดงให้เห็นรูปแบบกราฟของแรงที่ใช้กดต่อระยะที่เกิดการแตกหักโดยมีค่าอยู่ในช่วง 27.50 - 160.75 N และจากรูป 4.39 แสดงให้เห็นความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแรงต่อการดัดงอแบบสามจุดกับอุณหภูมิเผาซินเตอร์ กล่าวได้ว่าที่อุณหภูมิ 1150 °C มีค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอเพิ่มมากขึ้นและคงตัวที่อุณหภูมิ 1200 °C เมื่อเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 1250 °C การเตรียมที่ค่า pH 10-90 °C มีค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอลดลง ส่วนการเตรียมที่ค่า pH 11-30 °C กลับมีค่าลดลงอย่างมาก สาเหตุน่าจะมาจากตัวชิ้นงานเอง และการเตรียมที่ค่า pH 11-90 °C มีการเพิ่มค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอและมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมินี้สุดท้ายที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1300 °C การเตรียมที่ค่า pH 10-90 °C และ pH 11-90 °C นั้นมีค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอลดลงส่วนที่ค่า pH 11-30 °C นั้นไม่สามารถสรุปได้ว่ามีการเพิ่มหรือลดลงเนื่องจากคาดการณ์ว่าค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอ ณ อุณหภูมิ 1300 °C น่าจะมีความผิดพลาด



รูป 4.38 ตัวอย่างชิ้นงานเซรามิก BCP สำหรับทดสอบความแข็งแรงต่อการดัดงอแบบสามจุด

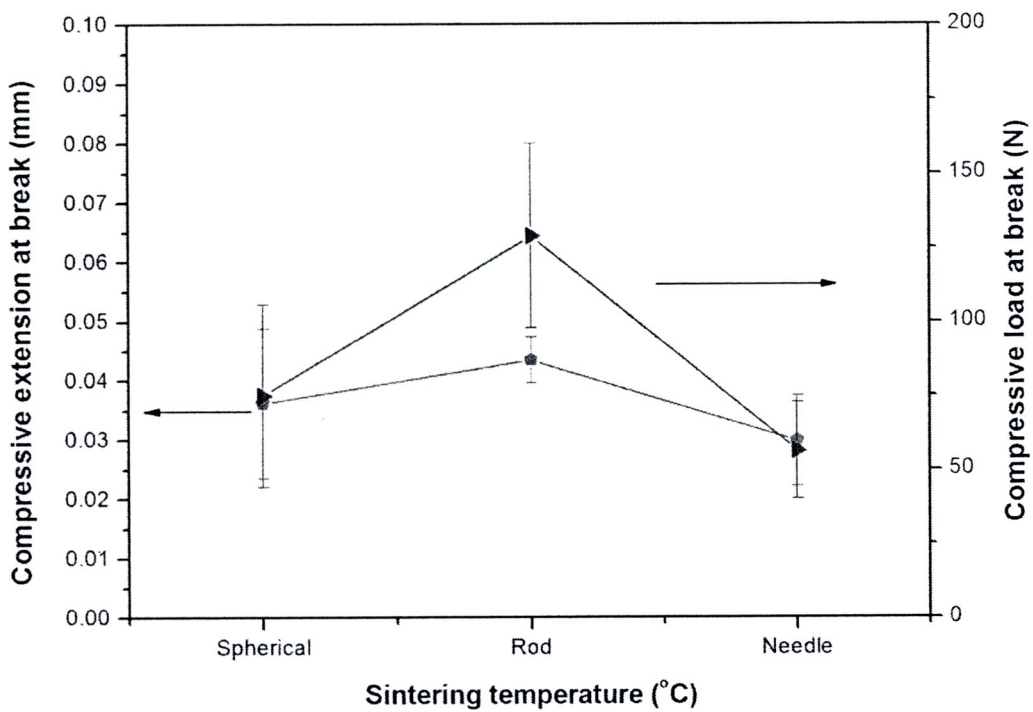


รูป 4.39 กราฟแสดงแรงกดต่อระยะการยุบของเซรามิก BCP



รูป 4.40 กราฟแสดงการเปรียบเทียบค่าความแข็งแรงต่อการคั้งอแบบสามจุดของเซรามิก BCP

พิจารณาในเทอมของสัณฐานของอนุภาค HAp สรุปได้ว่าสัณฐานหรือมีตินั้นส่งผลต่อค่าแรงกดและระยะการแตกหักดังรูป 4.40 และยังสามารถบ่งบอกถึงค่าโมดูลัสความยืดหยุ่นได้อีกด้วย โดยค่าโมดูลัสความยืดหยุ่นนั้นจะสัมพันธ์กับระยะการแตกหักของชิ้นงาน BCP ส่วนสาเหตุของพฤติกรรมความแข็งแรงต่อการคดงอเนื่องจากสัณฐานของอนุภาค HAp นั้นน่าจะมีสาเหตุและอธิบายได้ด้วยเหตุผลเดียวกันกับค่าความแข็งแรงต่อการกดอัด



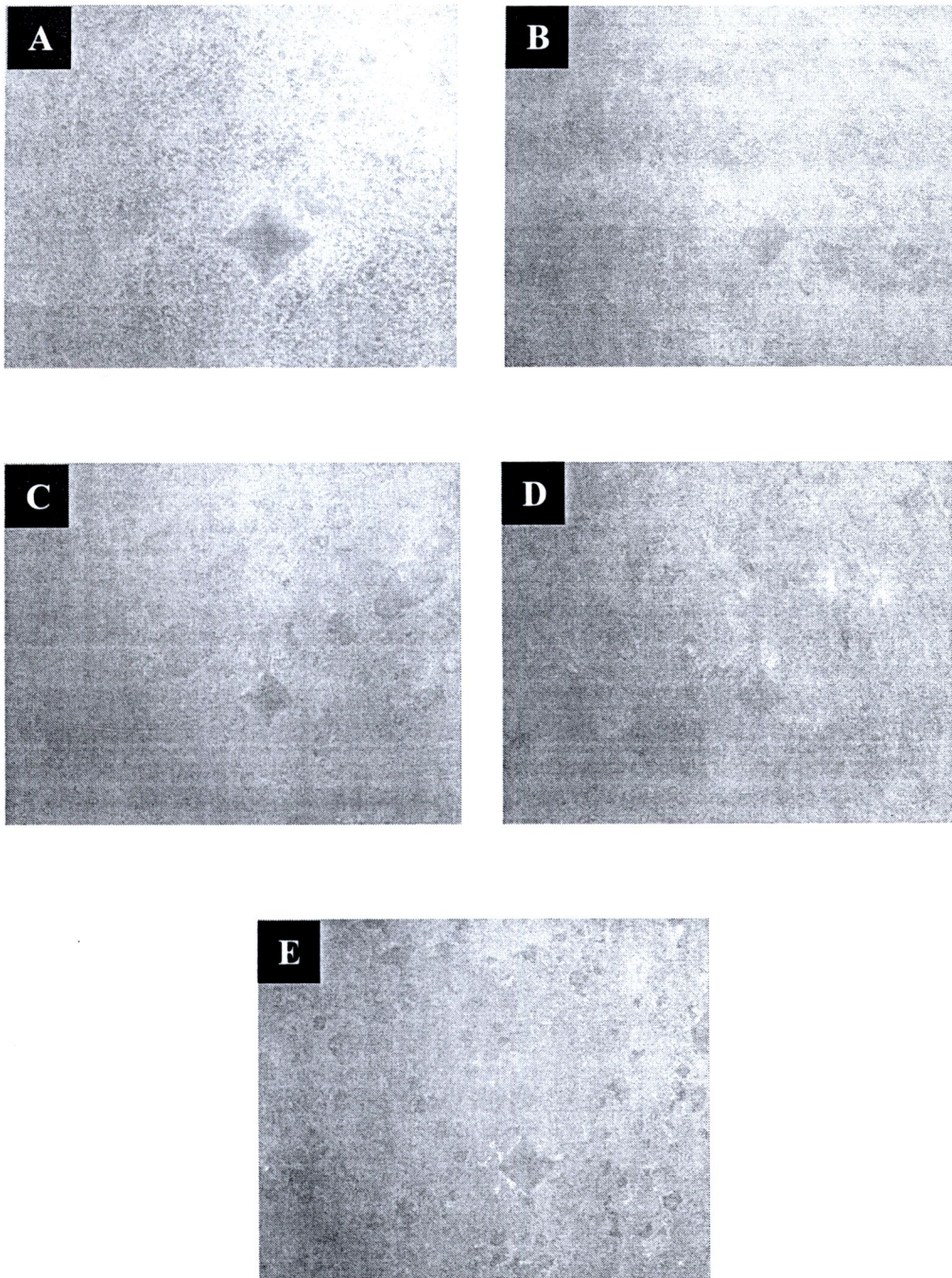
รูป 4.41 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงกดและระยะการแตกหักของเซรามิก BCP

ตารางที่ 4.9 แสดงค่าความแข็งแรงต่อการดัดงอแบบสามจุดของชิ้นงานเซรามิก BCP

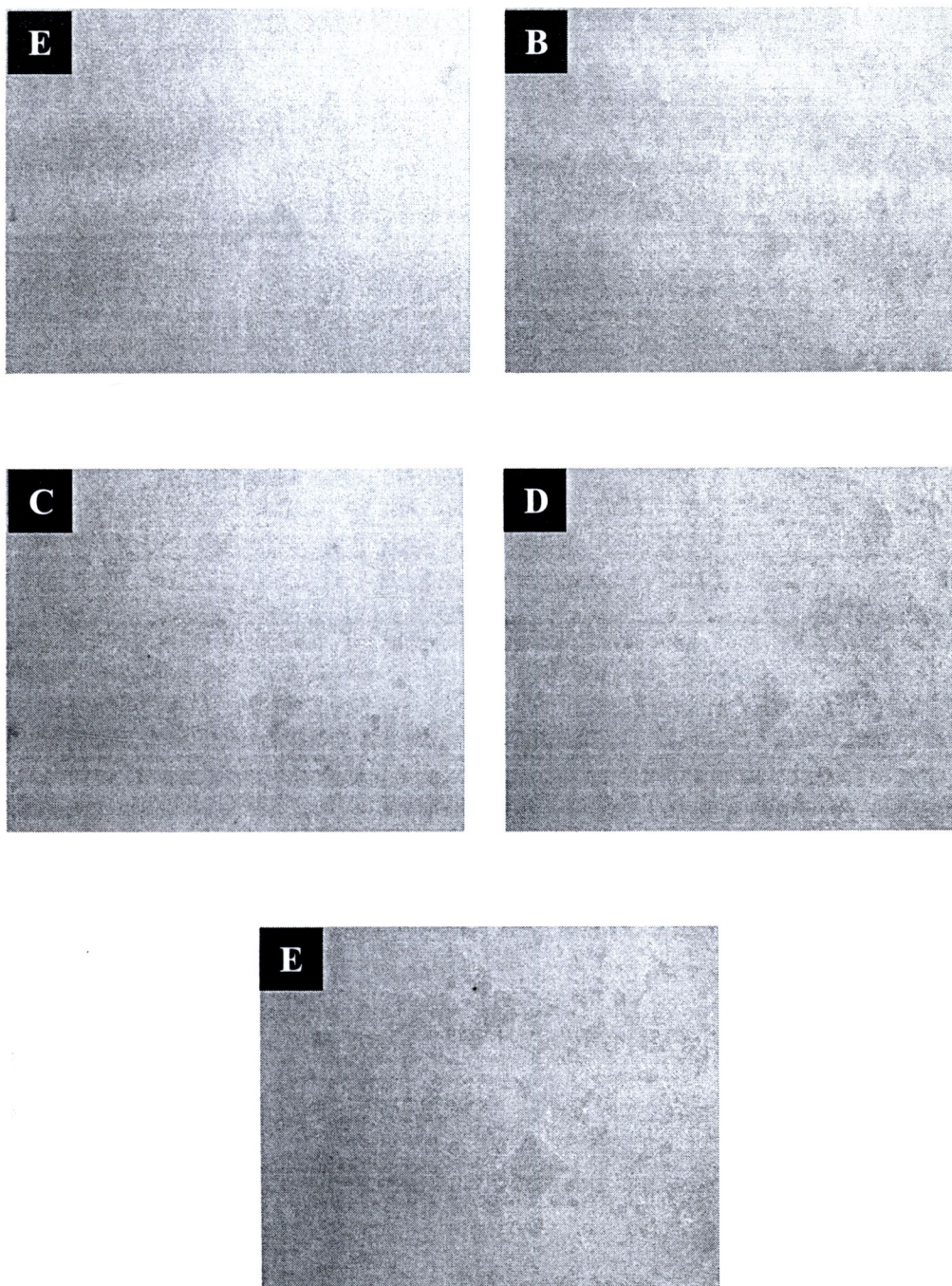
Conditions	Compressive load at Break (Cursor) (N)	Compressive extension at Break (Cursor) (mm)
X-1	44.42350	0.03326
X-2	67.97818	0.03321
X-3	69.41875	0.03326
X-4	66.11229	0.03315
X-5	33.57531	0.01609
Y-1	136.28523	0.04562
Y-2	102.52086	0.04998
Y-3	102.05613	0.04154
Y-4	27.50067	0.01621
Y-5	75.58586	0.03332
Z-1	76.97172	0.04148
Z-2	133.88350	0.04324
Z-3	136.95166	0.03836
Z-4	160.74885	0.04851
Z-5	66.62378	0.03995
Mean	86.70909	0.03648
Maximum	160.74885	0.04998
Minimum	27.50067	0.01609
Standard Deviation	40.52148	0.01000

4.4.2.3 ความค่าความแข็งแบบวิสเกอร์ (Vickers hardness)

จากการตรวจสอบความแข็งแบบวิสเกอร์พบว่าที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1100 °C มีค่าความแข็งของเซรามิกทุกเงื่อนไขการเตรียมเท่ากันกันคือ 0.78 ± 0.06 , 0.76 ± 0.03 และ 0.77 ± 0.03 GPa เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ 1150 °C พบว่าความแข็งของเซรามิก BCP มีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 1.91 ± 0.08 , 1.62 ± 0.13 และ 2.21 ± 0.13 GPa เมื่อทำการเผาซินเตอร์ต่อไปที่อุณหภูมิ 1200 °C ค่าความแข็งของทุกเงื่อนไขมีค่าเพิ่มขึ้น โดยที่เงื่อนไขค่า pH 10-90 °C มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้นเล็กน้อยคือ 2.04 ± 0.25 GPa ส่วนชิ้นเงื่อนไขการเตรียมค่า pH 11-30 °C และ pH 11-90 °C มีการเพิ่มค่าความแข็งสูงที่สุดที่อุณหภูมินี้ โดยที่เงื่อนไขค่า pH 11-30 °C มีค่าความแข็ง 1.69 ± 0.15 และที่เงื่อนไขค่า pH 11-30 °C มีการเพิ่มค่าความแข็งอย่างฉับพลันไปที่ค่า 2.76 ± 0.43 GPa หลังจากนั้นเมื่อทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250 °C พบว่าค่าความแข็งของเงื่อนไขค่า pH 10-90 °C มีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยค่อนข้างที่จะคงที่นั่นคือมีค่าความแข็ง 2.11 ± 0.10 GPa และมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมินี้ส่วนเงื่อนไข pH 11-30 °C นั้นค่อนข้างมีค่าความแข็งที่คงที่ ณ อุณหภูมินี้ นั่นคือมีค่าความแข็ง 1.66 ± 0.16 GPa และที่เงื่อนไขการเตรียม pH 11-90 °C นั้นกลับพบว่าเกิดการลดของค่าความแข็งอย่างฉับพลันไปที่ค่า 1.69 ± 0.19 GPa สุดท้ายที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1300 °C ค่าความแข็งเซรามิก BCP ทุกเงื่อนไขการเตรียมมีค่าเซรามิกลดลงเล็กน้อย ที่ค่า 1.82 ± 0.19 , 1.62 ± 0.20 และ 1.56 ± 0.24 GPa จากค่าความแข็งทั้งหมดนี้อาจกล่าวได้ว่าที่อุณหภูมิ 1200 °C นั้นมีค่าความแข็งของเซรามิกที่สูงที่สุด และมีค่าความแข็งอยู่ในช่วง 0.8-2.8 GPa

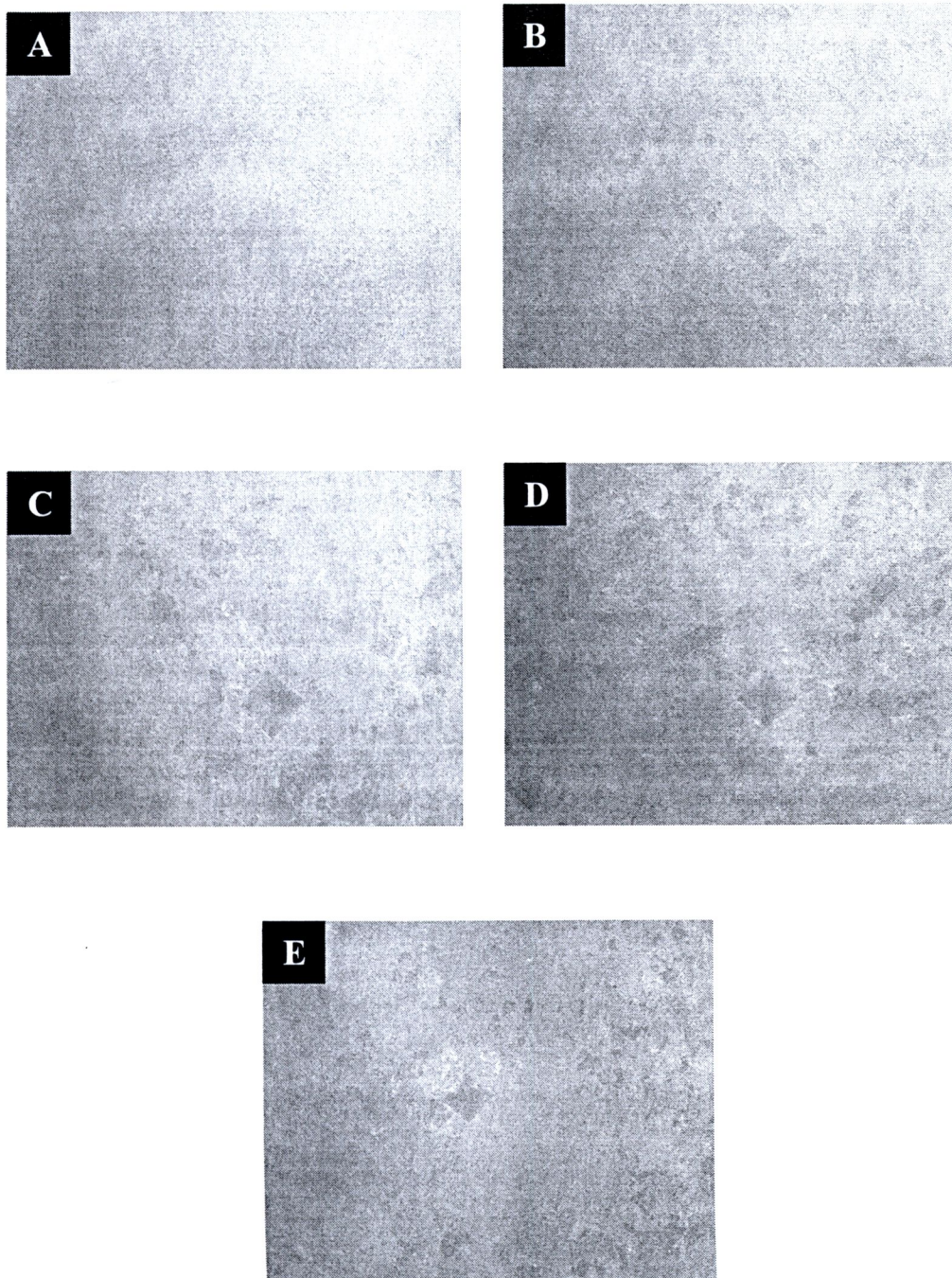


รูป 4.42 รอยห้วกดแบบวิสเกอร์บนชิ้นงานเซรามิก BCP เตรียมที่ค่า pH 10-90 °C
(A) 1100°C (B) 1150°C (C) 1200°C (D) 1250°C และ (E) 1300°C



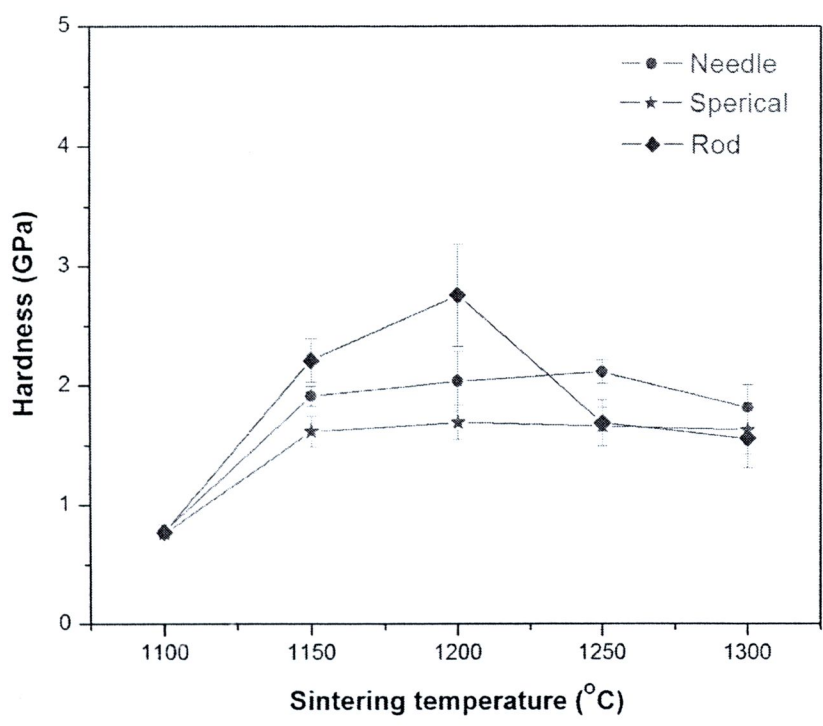
รูป 4.43 รอยห้วกดแบบวิสเกอร์บนชิ้นงานเซรามิก BCP เตรียมที่ค่า pH 11-30 °C

(A) 1100°C (B) 1150°C (C) 1200°C (D) 1250°C และ (E) 1300°C



รูป 4.44 รอยห้วกดแบบวิสเกอร์บนชิ้นงานเซรามิก BCP เตรียมที่ค่า pH 11-90 °C

(A) 1100°C (B) 1150°C (C) 1200°C (D) 1250°C และ (E) 1300°C



รูป 4.45 ความสัมพันธ์ของค่าความแข็งแบบวิสเกอร์กับอุณหภูมิเผาซินเตอร์ของเซรามิก BCP

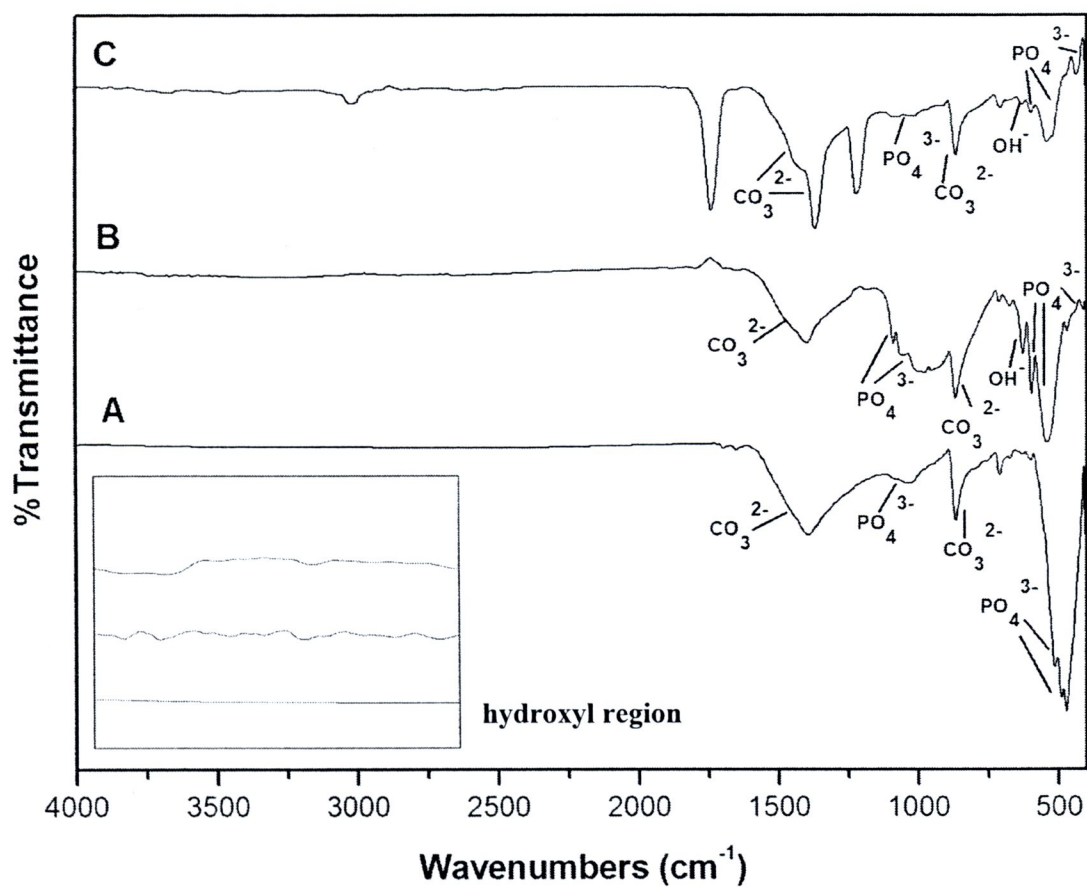
ตารางที่ 4.10 แสดงค่าความแข็งแบบวิสเกอร์ของเซรามิก BCP

Conditions	Vickers hardness (GPa)				
	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	1300 °C
pH 10-90 °C (Needle)	0.78 ± 0.06	1.91 ± 0.08	2.04 ± 0.25	2.11 ± 0.10	1.82 ± 0.19
pH 11-30 °C (Spherical)	0.76 ± 0.03	1.62 ± 0.13	1.69 ± 0.15	1.66 ± 0.16	1.62 ± 0.20
pH 11-90 °C (Rod)	0.77 ± 0.03	2.21 ± 0.13	2.76 ± 0.43	1.69 ± 0.19	1.56 ± 0.24

4.4.3 การตรวจสอบสมบัติทางเคมี (Chemical properties)

4.4.3.1 การตรวจสอบกลุ่มฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ ทรานฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FTIR)

สำหรับชิ้นงานเซรามิก BCP ที่นำมาวิเคราะห์ FTIR เลือกมาจากชิ้นงานที่มีความหนาแน่นสูงที่สุดของแต่ละเงื่อนไขการเตรียม จากรูป 4.45 เห็นชัดได้ว่าเซรามิก BCP ทุกเงื่อนไขมีการเพิ่มขึ้นของกลุ่ม CO_3^{2-} อย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับก่อนทำการเผาซินเตอร์ โดยมีพีคอยู่บริเวณ 866 cm^{-1} และ $1181\text{-}1563\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งบริเวณนี้จะเกิดไอออนของ CO_3^{2-} แทรกเข้ามาใน HAp ทำให้เกิดบริเวณที่เรียกว่า carbonate B site ณ ที่นี้จะเกิดการรวมตัวเข้ากับ กลายไปเป็นคาร์บอเนตฟอสเฟต ซึ่งตามธรรมชาติแล้วกระดูกทั่วไปย่อมประกอบไปด้วย HAp ที่มีปริมาณสารสัมพันธ์ที่หลากหลาย ดังนั้นไอออน CO_3^{2-} จึงเป็นไอออนที่สำคัญที่ทำให้เกิดองค์ประกอบของกระดูก ณ จุดนี้ รูป 4.5A แสดงให้เห็นว่าสัณฐานแบบ spherical ทำให้กลุ่ม OH^- (hydroxyl region) หายไปหลังทำการเผาซินเตอร์ ในขณะที่สัณฐานแบบ rod (4.5B) และ needle (4.5C) ปรากฏการสั่นแบบ stretching ของกลุ่ม OH^- ณ ตำแหน่ง 634 cm^{-1} และ $3500\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$ ส่วนกลุ่ม PO_4^{3-} พบว่าแถบการดูดกลืนของกลุ่ม PO_4^{4-} อยู่ ณ ตำแหน่ง $431, 528, 601$ และ $928\text{-}1082\text{ cm}^{-1}$



รูป 4.46 แถบการดูดกลืน FTIR ของชิ้นงานเซรามิก BCP (A) pH 11-30 °C [spherical] (B) pH 11-90 °C [rod] และ (C) pH 10-90 °C [needle]