

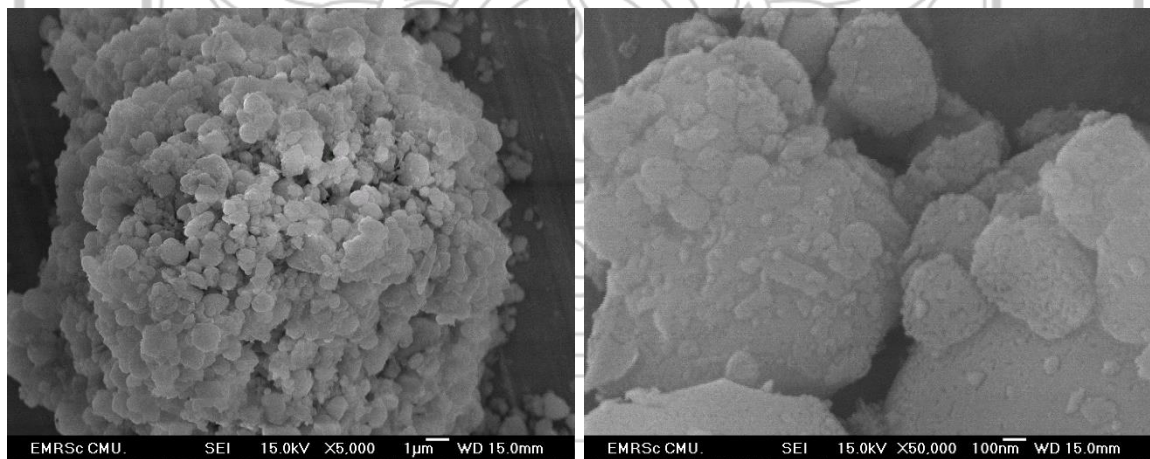
## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

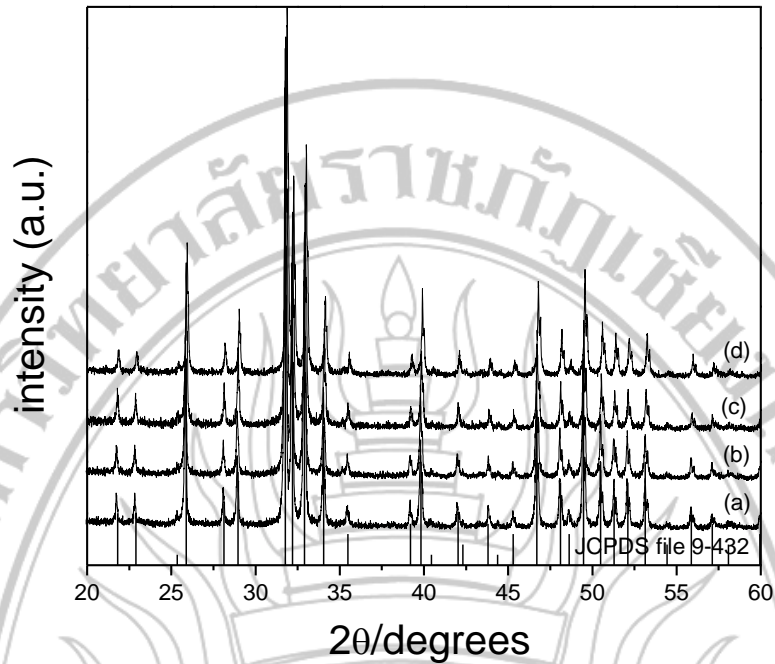
#### 4.1 ผลการเตรียมผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกควาย

โดยก่อนที่มีการศึกษางานวิจัยด้านนี้ด้วยนาโนเทคโนโลยี มีรายงานวิจัยจำนวนมากกล่าวว่าผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากกระดูกสัตว์ (กระดูกมนุษย์ วัว ควาย หมู ฯลฯ) มีความบริสุทธิ์ต่ำและต้องใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์ที่  $950^{\circ}\text{C}$  ขึ้นไปจึงมีความเป็นผลึกสูง ต่อมาในปี 2008 ผู้วิจัยพบว่าเมื่อบดผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากกระดูกวัวให้อยู่ในระดับนาโนเมตรแล้ว ผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์มีความบริสุทธิ์สูงโดยตรวจไม่พบธาตุอื่น ๆ เป็นส่วนประกอบนอกจากธาตุ Ca O H ที่เป็นส่วนประกอบหลักของแร่ไฮดรอกซีอะพาไทต์ ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) มีอัตราส่วนต่อโมลของ Ca : P เท่ากับ 1.66 ใกล้เคียงกับค่าในอุดมคติ คือ 1.67 และมีความเป็นผลึกสูงเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $800^{\circ}\text{C}$

ผลการเตรียมผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์ในงานวิจัยนี้ จากผลการบดกระดูกควายด้วยเครื่องบดแบบสั่นความเร็วสูง เป็นเวลา 0-4 ชั่วโมง พบว่าได้ผงนาโนของกระดูกควายหลังบดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามภาพที่ 2.1 ซึ่งเป็นเงื่อนไขของผงที่นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $500-900^{\circ}\text{C}$  โดยพบว่าอุณหภูมิในการแคลไซน์ที่ดีที่สุด คือ  $600^{\circ}\text{C}$

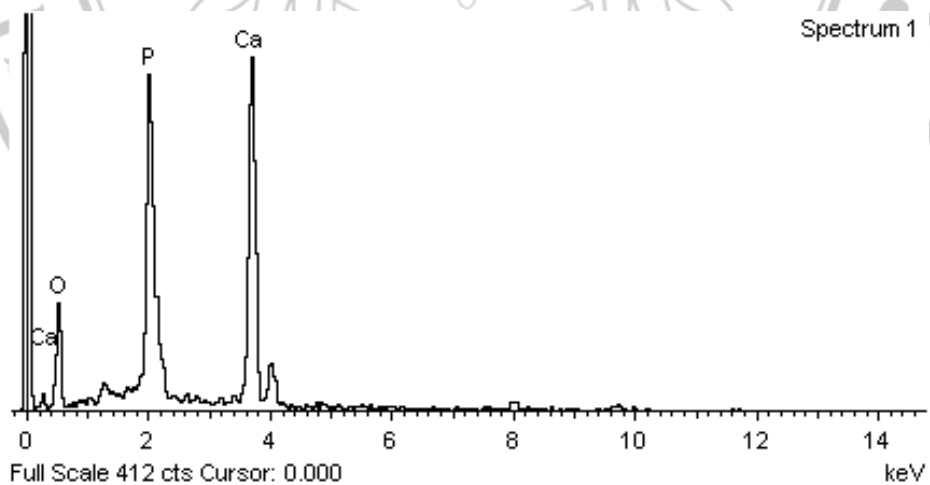


ภาพที่ 4.1 สัณฐานวิทยาของผงกระดูกควายหลังบดด้วยเครื่องบดแบบสั่นความเร็วสูง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



ภาพที่ 4.2 แบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (a) 600°C (b) 700°C (c) 800°C และ (d) 900°C ตามลำดับ

จากภาพที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมได้ในการทดลองนี้สอดคล้องเป็นอย่างดีกับแฟ้มมาตรฐานหมายเลข 9-432 ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA) ที่บริสุทธิ์ โดยไม่พบพีคของเฟสอื่นปลอมปนอยู่ในแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ซึ่งสามารถยืนยันได้ว่าผงกระดูกวัวที่เตรียมในการทดลองนี้มีเฟสเป็นไฮดรอกซีอะพาไทต์ภายใต้ข้อจำกัดของเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

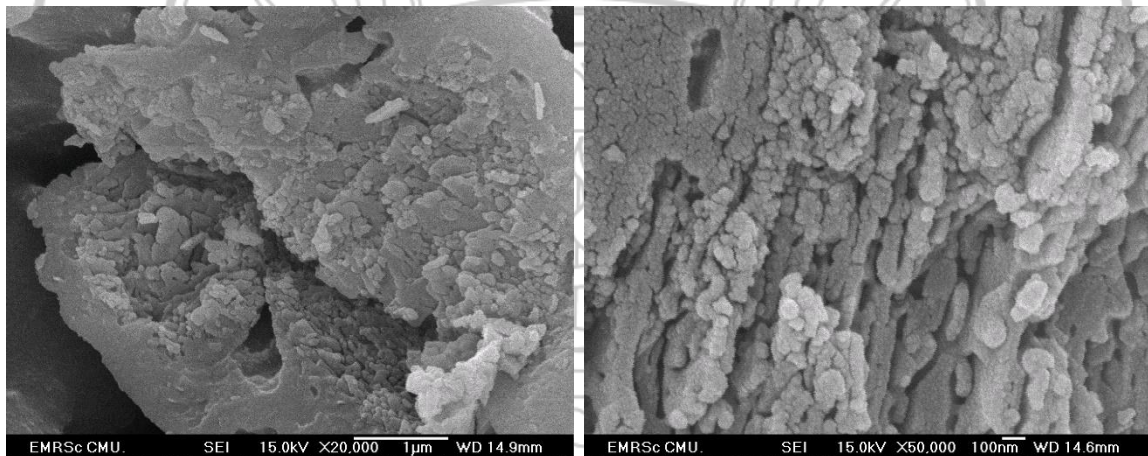


ภาพที่ 4.3 EDS สเปกตรัมของผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์

ภาพที่ 4.3 แสดง EDS สเปกตรัมของผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งพบว่ามีส่วนประกอบเป็น แคลเซียม ฟอสฟอรัส และออกซิเจน ที่เป็นส่วนประกอบหลักของไฮดรอกซีอะพาไทต์เท่านั้น ไม่มีการตรวจพบธาตุอื่น ๆ ในปริมาณที่มีนัยสำคัญนอกจากธาตุที่เป็นส่วนประกอบหลักเหล่านี้ จึงสามารถยืนยันได้ว่าผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์มีความบริสุทธิ์สูงและจากตารางที่ 4.1 สามารถหาค่าอัตราส่วนต่อโมลของแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสได้เท่ากับ 1.66 ซึ่งใกล้เคียงกับค่า 1.67 ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เป็นปริมาณสารสัมพันธ์

ตารางที่ 4.1 ส่วนประกอบทางเคมีของผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์

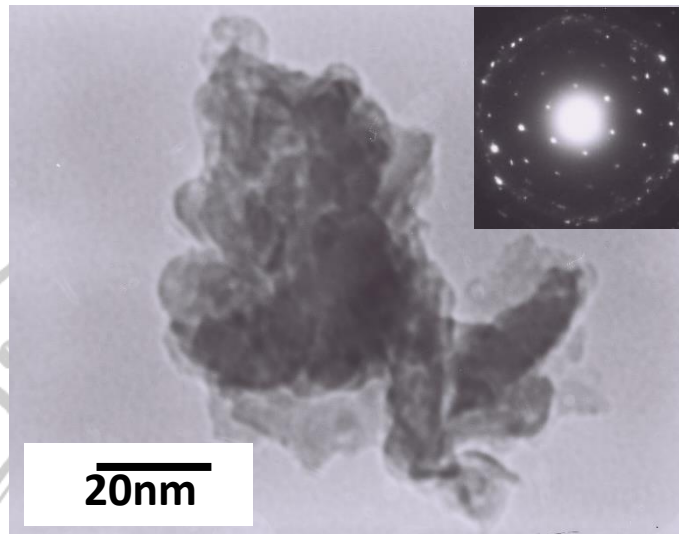
Element	Weight%	Atomic%
O K	39.28	58.86
P K	19.29	15.47
Ca K	41.43	25.68
Totals	100.00	100.00



ภาพที่ 4.4 สัณฐานวิทยาของผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $600^{\circ}\text{C}$  ที่ถ่ายจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

จากภาพที่ 4.4 รูปถ่ายสัณฐานวิทยาของผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $600^{\circ}\text{C}$  ด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะเห็นว่าอนุภาคแต่ละอนุภาคในผงไฮดรอกซีอะพาไทต์จับตัวกันเป็นก้อน แต่เกรนเดี่ยวทุกเกรนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่า 100 นาโนเมตร โดยผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์นี้จะใช้เป็นวัสดุดิบในการทดลองต่อไป





ภาพที่ 4.5 ผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์และแบบอย่างวงแหวนของการเลี้ยวเบนที่ถ่ายจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

ผลจากการวิเคราะห์ด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ในภาพที่ 4.5 พบว่าอนุภาคของผงมีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร แต่ผงยังไม่กระจายกันดี เห็นได้จากการจับกันเป็นกลุ่มก้อนด้วยแรงดึงดูด van der Waals ซึ่ง TEC pattern ในภาพที่ 4.5 ยืนยันว่าผงมีโครงสร้างผลึกแบบ hexagonal

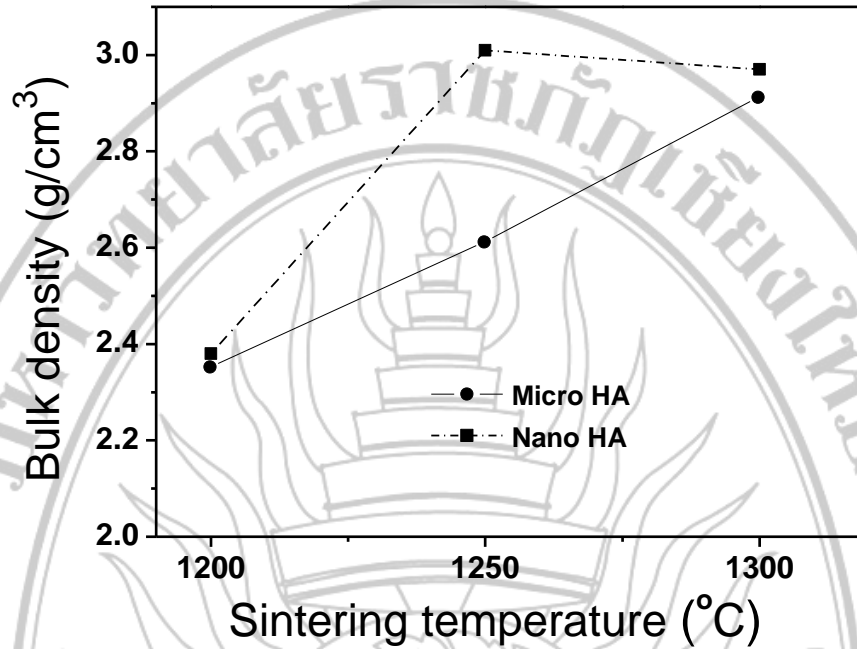
ผลการเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์ในการทดลองนี้แสดงให้เห็นถึงวิธีการใหม่ที่ทำให้ผงกระดูกสัตว์มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนก่อนนำไปเผาแคลไซน์ จากเดิมที่เผาแคลไซน์กระดูกเพื่อกำจัดโปรตีนและไขมันออกก่อนแล้วนำมาบดเป็นผง จากนั้นจึงนำผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์เพื่อให้ผงมีความเป็นผลึกสูงขึ้น วิธีการในการทดลองนี้ทำให้สามารถตัดขั้นตอนการนำกระดูกไปเผาก่อนออกไปและสามารถลดอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ลงได้  $200^{\circ}\text{C}$  ทำให้ลดต้นทุนในการผลิตลงได้เมื่อเทียบกับวิธีที่เคยใช้กันมา ซึ่งด้วยสมบัติพิเศษเมื่อผงกระดูกมีขนาดอนุภาคเล็กในระดับนาโนจึงมีความเป็นผลึกสูงได้ที่อุณหภูมิต่ำลงมาเป็น  $600^{\circ}\text{C}$  จากเดิมที่ต้องใช้อุณหภูมิที่  $800-950^{\circ}\text{C}$

#### 4.2 ผลการเปรียบเทียบการเผาซินเตอร์ของอนุภาคระดับนาโนกับระดับไมโคร

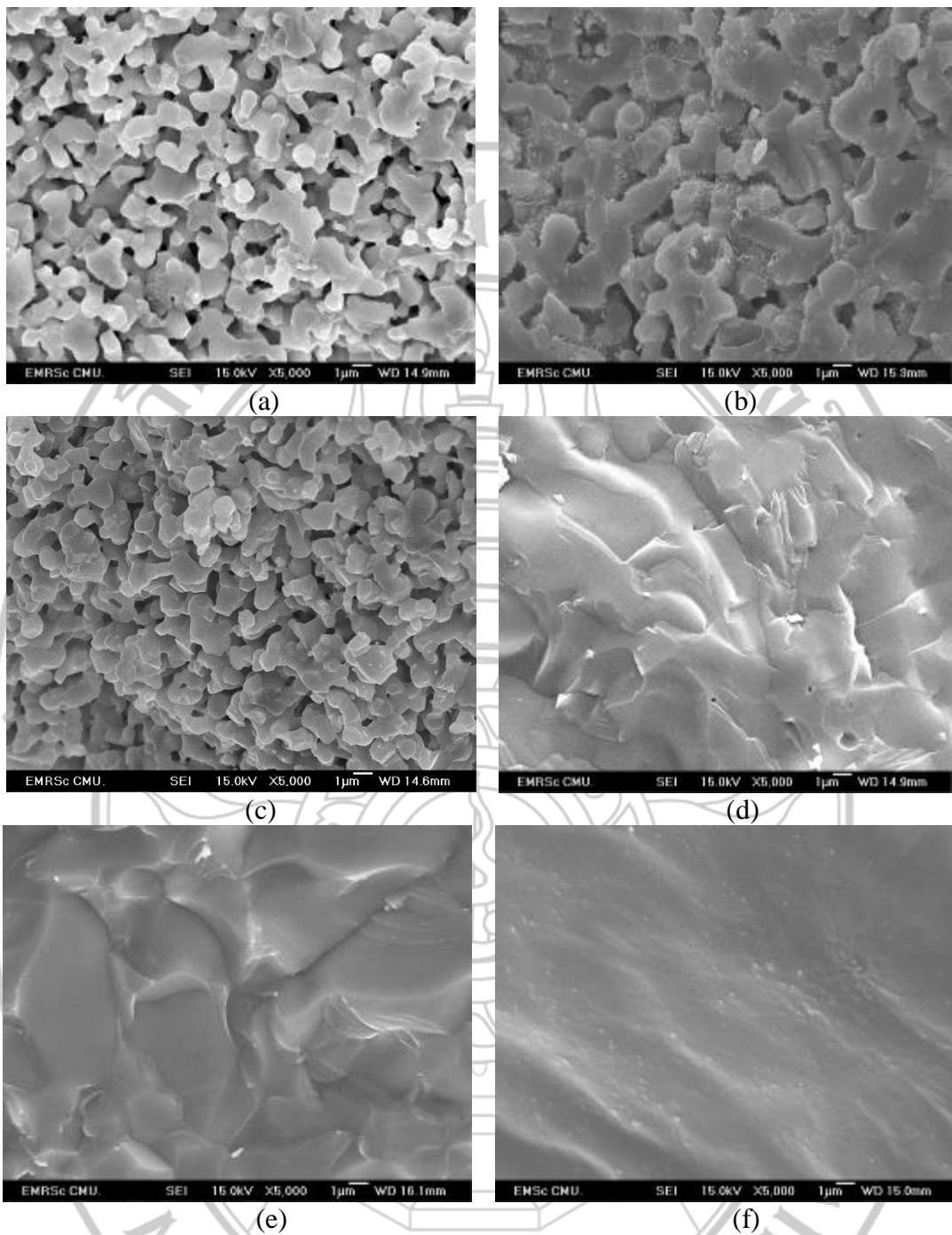
ชิ้นงานตัวอย่างหลังเผาซินเตอร์ในเตาไฟฟ้าแบบดั้งเดิม ที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$   $1250^{\circ}\text{C}$   $1300^{\circ}\text{C}$  และ  $1350^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงนาโนหลังเผาที่อุณหภูมิ  $1350^{\circ}\text{C}$  เกิดการบวมพองผิดรูปจนไม่สามารถนำไปทดสอบหาความแน่นตัวและสมบัติเชิงกลได้ ทำให้เปรียบเทียบการแน่นตัวและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานตัวอย่างหลังเผาซินเตอร์ที่ประดิษฐ์จากผงในระดับนาโนและระดับไมโครได้เพียง 3 อุณหภูมิ เท่านั้น คือ ที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$   $1250^{\circ}\text{C}$  และ  $1300^{\circ}\text{C}$

ภาพที่ 4.6 แสดงผลของอุณหภูมิต่อความหนาแน่นรวม (Bulk density) ของชิ้นงานตัวอย่างประดิษฐ์จากผงในระดับนาโนและระดับไมโคร เห็นได้ว่าชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงนาโนมีความแน่นตัวสูงกว่าผงในระดับไมโครในทุกอุณหภูมิ โดยความหนาแน่นรวมของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงในระดับไมโครมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น แตกต่างจากความหนาแน่นรวมของชิ้นงานตัวอย่างที่

ประติษฐ์จากผงในระดับนาโนที่มีความหนาแน่นรวมลดลงหลังเพิ่มอุณหภูมิการเผาจาก 1250°C เป็น 1300°C นั่นคือขนาดของผงมีผลทำให้พฤติกรรมความหนาแน่นตัวของชิ้นงานตัวอย่างมีความแตกต่างกัน



ภาพที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับความหนาแน่นของชิ้นงานตัวอย่างที่ประติษฐ์จากผงในระดับนาโนและระดับไมโคร



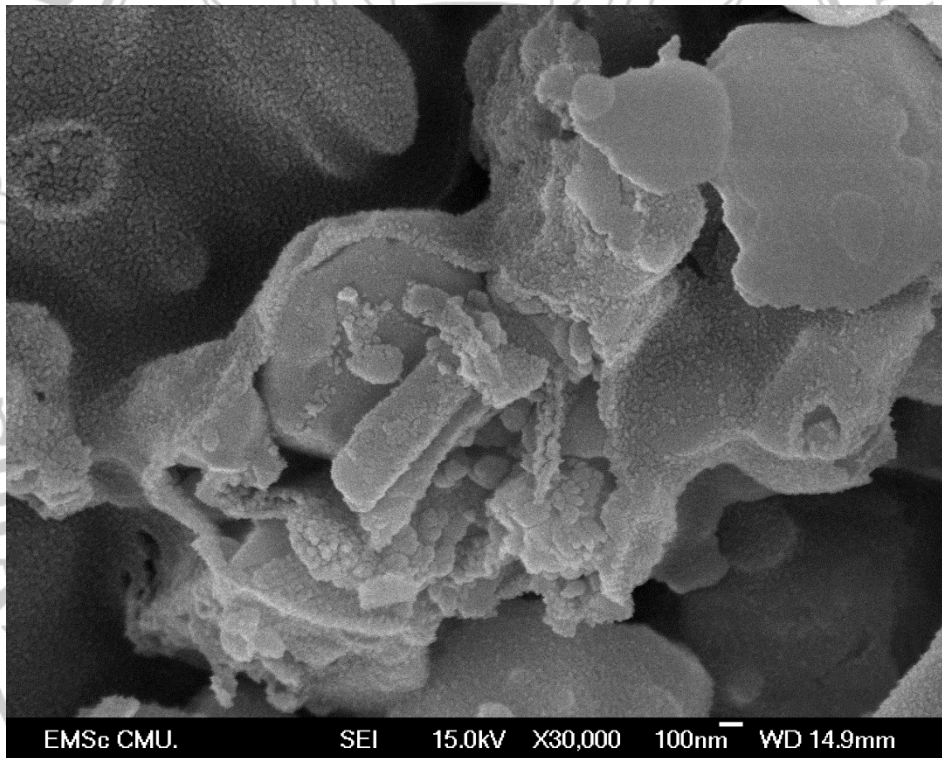
ภาพที่ 4.7 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงในระดับไมโครเฟสซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (a) 1200°C (c) 1250°C (e) 1300°C และชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงในระดับนาโน เฟสซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (b) 1200°C (d) 1250°C (f) 1300°C

จากภาพที่ 4.7 จะเห็นได้ว่าโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์ได้จากผงทั้ง 2 ขนาดมีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิในแบบเดียวกับแนวโน้มของความหนาแน่นรวม โดยเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้นจาก 1200°C เป็น 1250°C ชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงในระดับนาโนมีความพรุน

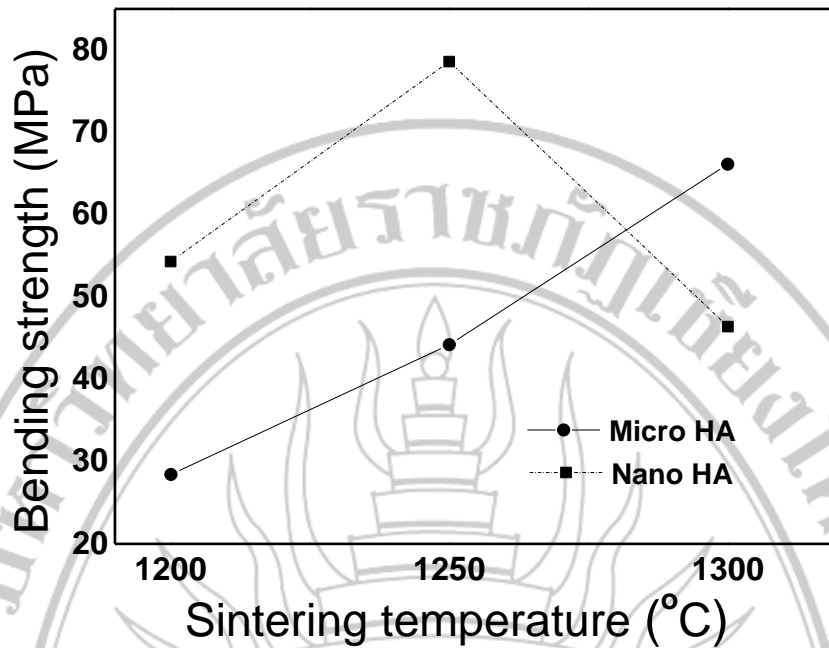


ลดลงเข้าใกล้ศูนย์ แสดงว่ามีความแน่นตัวสูงขึ้นอย่างมาก จากนั้นมีโครงสร้างทางจุลภาคในลักษณะเรียงคล้ายแก้วที่อุณหภูมิ 1300°C ซึ่งเป็นผลทำให้มีความแน่นรวมลดลงดังที่เห็นในภาพที่ 4.7 ในขณะที่โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์ได้จากผงในระดับไมโครมีความพรุนลดลงตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นสอดคล้องกับการมีความหนาแน่นรวมเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นในภาพที่ 4.7 และมีความพรุนเข้าใกล้ศูนย์ที่อุณหภูมิ 1300°C

จากภาพถ่ายโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแสดงให้เห็นว่าผงนาโนสามารถเกิดการแน่นตัวได้ดีที่อุณหภูมิต่ำกว่าผงในระดับไมโครอน และการเผาซินเตอร์ผงนาโนที่อุณหภูมิ 1200°C แม้ชิ้นงานตัวอย่างมีความพรุนสูงเนื่องจากปัญหาการจับกันเป็นกลุ่มก้อนแต่มีเกรนในระดับนาโนอยู่ที่ขอบของรูพรุน ดังภาพที่ 4.8 แสดงให้เห็นว่าการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมินี้สามารถรักษาขนาดของเกรนให้อยู่ในระดับนาโนได้ และถ้าเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 1200°C จะไม่สามารถรักษาขนาดของเกรนให้อยู่ในระดับนาโนได้



ภาพที่ 4.8 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงในระดับนาโนและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200°C



ภาพที่ 4.9 ผลของอุณหภูมิต่อความทนทานต่อการกดตัดของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงในระดับนาโนและระดับไมโคร

จากภาพที่ 4.9 จะเห็นได้ว่าผลของอุณหภูมิต่อความทนทานต่อการกดตัดของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงทั้งในระดับนาโนและระดับไมโครมีแนวโน้มเช่นเดียวกับความหนาแน่นรวมและโครงสร้างทางจุลภาค นั่นคือค่าความทนทานต่อการกดตัดของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงระดับไมโครมีค่าสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น และค่าความทนทานต่อการกดตัดของชิ้นงานตัวอย่างที่ประดิษฐ์จากผงระดับนาโนมีค่าสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจาก 1200°C เป็น 1250°C โดยมีค่าสูงกว่าที่ใช้ผงระดับไมโครทั้ง 2 อุณหภูมิ จากนั้นมีค่าลดลงต่ำกว่าค่าของระดับไมโครที่อุณหภูมิ 1300°C

จากผลการเปรียบเทียบการเผาซินเตอร์ของอนุภาคระดับนาโนกับระดับไมโคร แสดงให้เห็นว่าผงนาโนสามารถเผาที่อุณหภูมิต่ำกว่าและมีสมบัติเชิงกลสูงกว่าผงระดับไมโคร



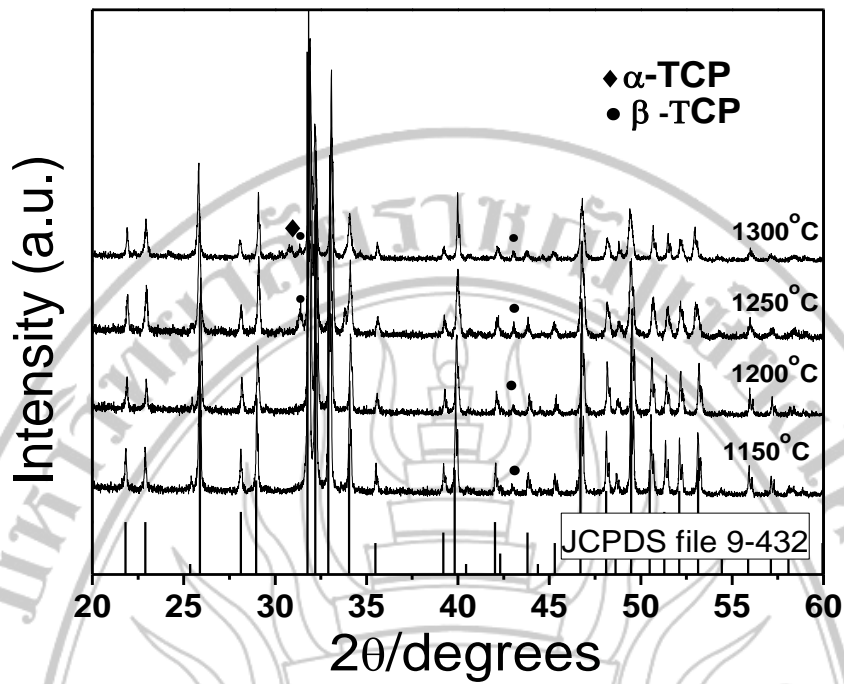
### 4.3 ผลของวิธีการเผาและอุณหภูมิต่อโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง



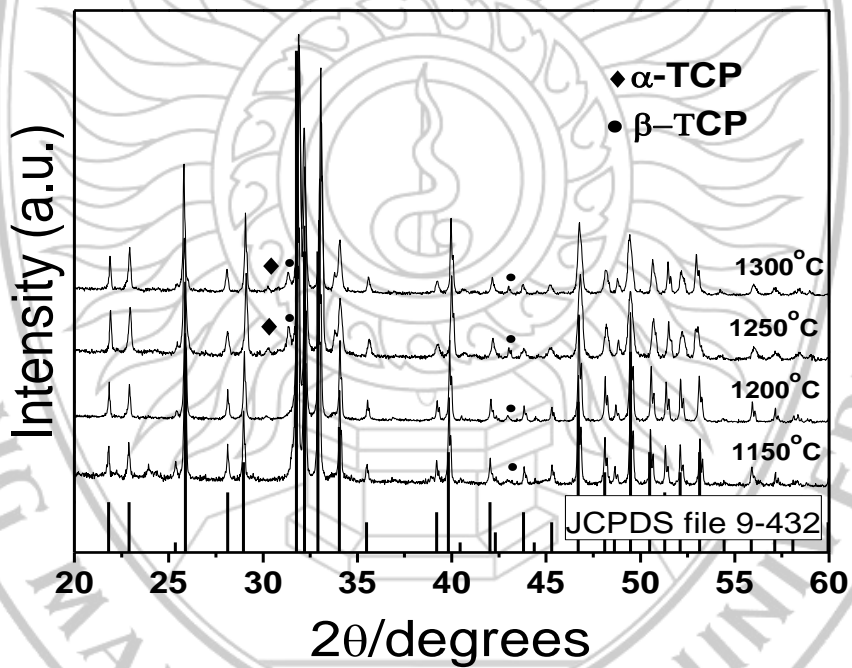
ภาพที่ 4.10 ตัวอย่างชิ้นงานหลังเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 1200 1250 และ 1300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในเตาไฟฟ้า

ในขั้นตอนการทดลองนี้ทำการประดิษฐ์เซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยการเผาซินเตอร์ 2 แบบ คือ แบบดั้งเดิม และแบบ rate-controlled sintering แล้วใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์วิเคราะห์ การเกิดเฟสของชิ้นงานตัวอย่าง ดังภาพที่ 4.11 ซึ่งภาพที่ 4.11(a) แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกที่เผาซินเตอร์แบบดั้งเดิม จะเห็นได้ว่าเฟสหลักของชิ้นงานตัวอย่าง คือ ไฮดรอกซี อะพาไทต์ แต่มีเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟส ( $\beta$ -TCP) เกิดขึ้นในทุกตัวอย่างหลังเผาซินเตอร์ และพบว่ามีเฟส ( $\alpha$ -TCP) ในชิ้นงานตัวอย่างเมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250°C และ 1300°C ซึ่งมีลักษณะเดียวกับในแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์แบบ rate-controlled sintering ดังภาพที่ 4.11(b) แสดงว่าการเปลี่ยนเฟสในเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ไม่ขึ้นอยู่กับวิธีการเผาแต่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิในการเผา

จากแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของชิ้นงานตัวอย่างหลังเผาซินเตอร์ทั้ง 2 แบบ ไม่พบเฟสหลักของ ( $\beta$ -TCP) และ ( $\alpha$ -TCP) แต่พบเป็นพีคเล็ก ๆ ที่ประมาณ 32° และ 47° หมายความว่า ปริมาณของ ( $\beta$ -TCP) และ ( $\alpha$ -TCP) เกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยในชิ้นงานตัวอย่างที่เกิดจากการค่อย ๆ สูญเสีย หมู่ OH<sup>-</sup> ออกจากโครงสร้างของไฮดรอกซีอะพาไทต์เมื่อถูกเผาในอากาศที่อุณหภูมิสูงกว่า 800°C เรียกว่า กระบวนการ dihydroxylation ซึ่งเป็นกระบวนการที่ย้อนกลับไม่ได้ อาจกล่าวได้อีกอย่างว่าในขณะที่ไฮดรอกซีอะพาไทต์ถูกเผาที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดวิกฤตแล้วจะสูญเสียน้ำออกไปจากโครงสร้าง

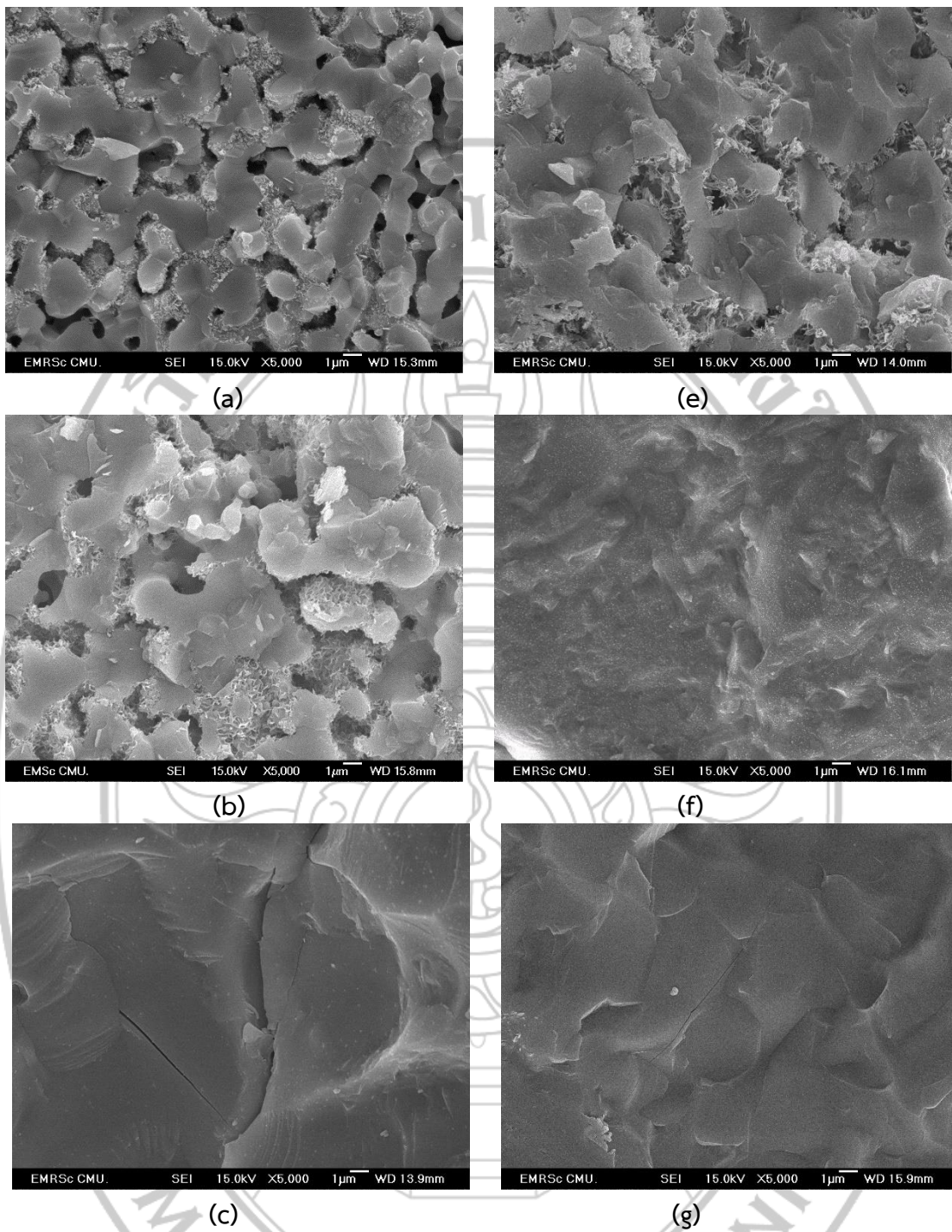


(a)



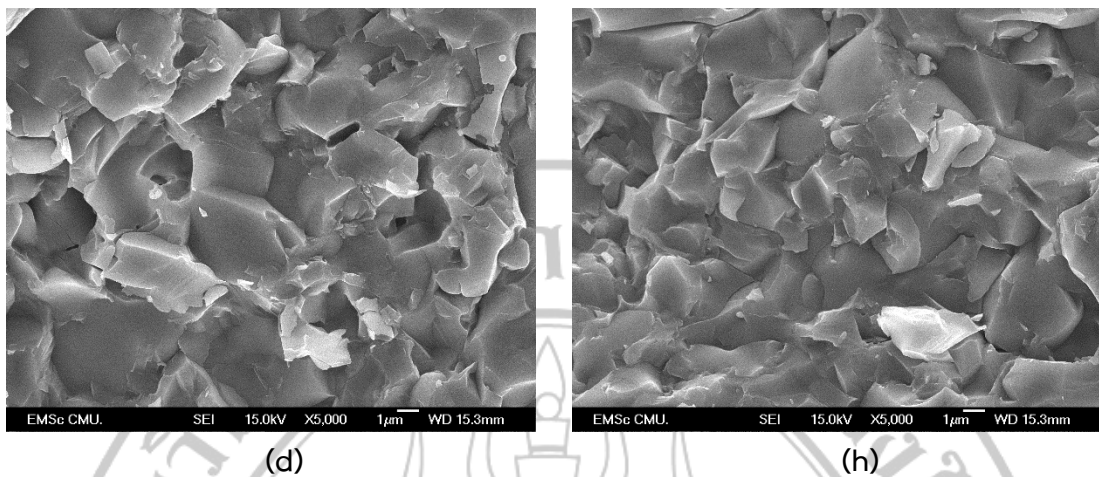
(b)

ภาพที่ 4.11 แบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานตัวอย่าง เมื่อ (a) การเผาซินเตอร์แบบดั้งเดิม และ (b) rate-controlled sintering



ภาพที่ 4.12 SEM ตรงรอยหักของชิ้นงานตัวอย่างหลังเผาซินเตอร์ (a-d) การเผาซินเตอร์แบบดั้งเดิม และ (e-h) rate-controlled sintering โดยเผาที่อุณหภูมิ 1150°C (a และ e) 1200°C (b และ f) 1250°C (c และ g) และ 1300°C (d และ h) ตามลำดับ





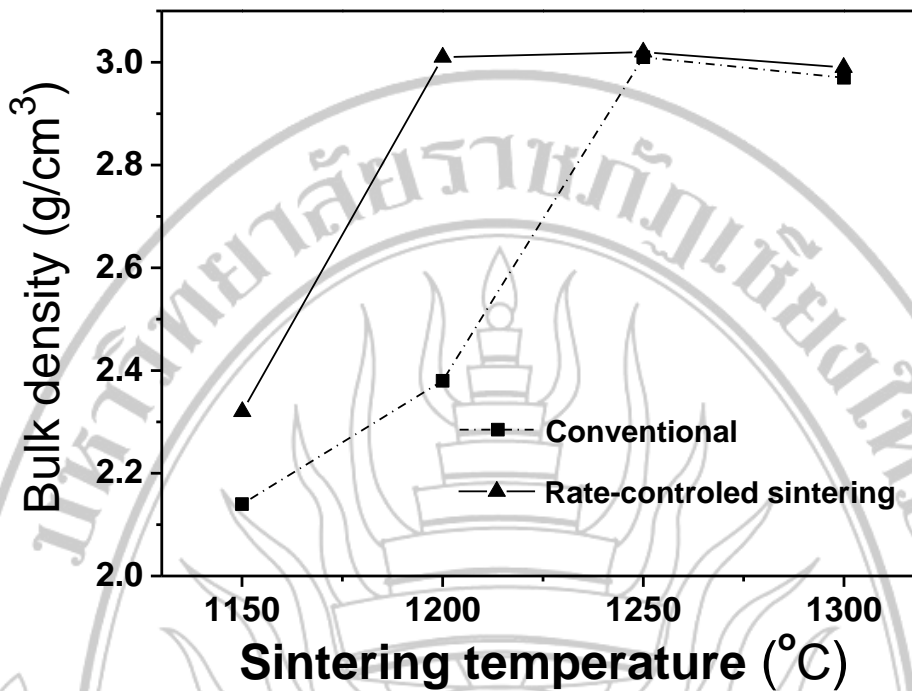
ภาพที่ 4.12. SEM ตรงรอยหักของชิ้นงานตัวอย่างหลังเผาซินเตอร์ (a-d) การเผาซินเตอร์แบบดั้งเดิม และ (e-h) rate-controlled sintering โดยเผาที่อุณหภูมิ  $1150^{\circ}\text{C}$  (a และ e)  $1200^{\circ}\text{C}$  (b และ f)  $1250^{\circ}\text{C}$  (c และ g) และ  $1300^{\circ}\text{C}$  (d และ h) ตามลำดับ (ต่อ)

จากภาพที่ 4.12 จะเห็นได้ว่ารอยหักของชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบดั้งเดิมมีการเปลี่ยนโหมดการแตกจากการแตกระหว่างเกรนไปเป็นการแตกผ่าเกรนที่อุณหภูมิ  $1250^{\circ}\text{C}$  แต่ชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering มีการเปลี่ยนโหมดการแตกที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$  แสดงว่าการเผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering ทำให้เกิดการแน่นตัวได้เร็วกว่า สอดคล้องกับการที่มีจำนวนรูพรุนลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อเมื่ออุณหภูมิการเผาแบบ rate-controlled sintering สูงขึ้น นอกจากนี้ภาพ SEM ที่กำลังขยายสูงในภาพที่ 4.13 แสดงให้เห็นนาโนเกรนในโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering ที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$



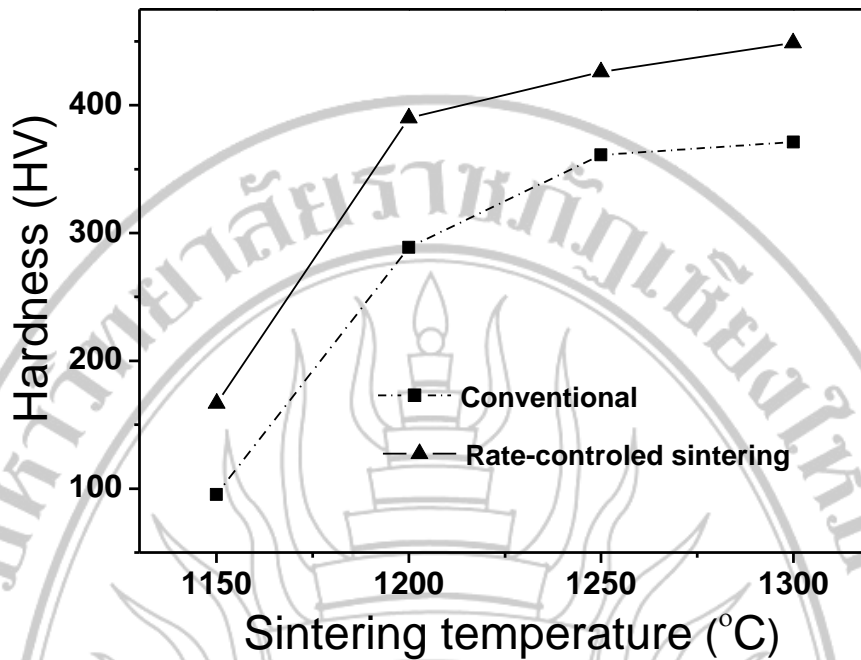
ภาพที่ 4.13 โครงสร้างนาโนเกรนของชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering ที่ อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$

#### 4.4 ผลของวิธีการเผาและอุณหภูมิต่อลักษณะเฉพาะเชิงกลของชิ้นงานตัวอย่าง



ภาพที่ 4.14 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับความหนาแน่น

จากรูปที่ 4.14 จะเห็นได้ว่าชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering มีความหนาแน่นรวมสูงกว่าชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบดั้งเดิมในทุกอุณหภูมิ โดยชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering มีความหนาแน่นสูงสุดที่ 3.1 ส่วนชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบดั้งเดิม มีความหนาแน่นสูงสุดที่ 2.9 g/cm<sup>3</sup> คิดเป็น 98% และ 92% ของค่าความหนาแน่นของไฮดรอกซีอะพาไทต์ตามทฤษฎี (3.16 g/cm<sup>3</sup>) ตามลำดับ จากนั้นมีแนวโน้มลดลงที่อุณหภูมิ 1300°C เหมือนกันทั้ง 2 วิธี ผลการหาความหนาแน่นแสดงให้เห็นว่าการเผาแบบ rate-controlled sintering ทำให้ชิ้นงานตัวอย่างมีการแน่นตัวได้เร็วและดีกว่าการเผาแบบดั้งเดิม โดยชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering ที่อุณหภูมิ 1200-1250°C มีความหนาแน่นมากกว่า 95% ของค่าความหนาแน่นของไฮดรอกซีอะพาไทต์ตามทฤษฎี (3.16 g/cm<sup>3</sup>) สอดคล้องเป็นอย่างดีกับภาพ SEM ตรงผิวรอยหักของชิ้นงานตัวอย่างที่แสดงในรูปที่ 4.12

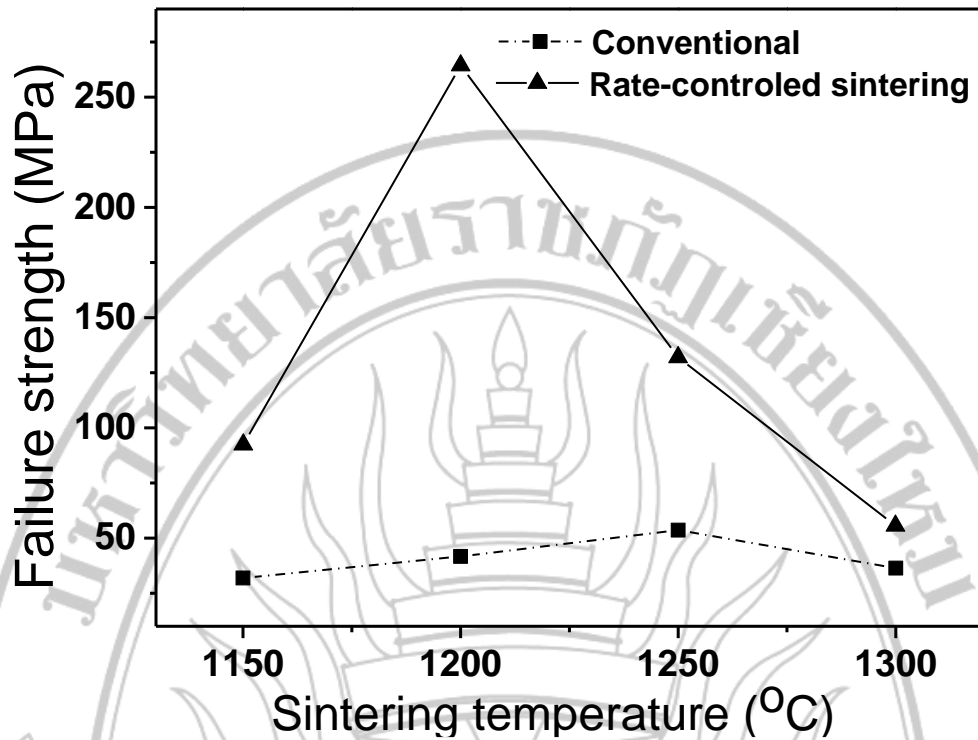


ภาพที่ 4.15 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับ Microhardness

จากรูปที่ 4.15 จะเห็นได้ว่าค่า Microhardness ของทั้ง 2 วิธี เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น โดยที่ชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering มีค่า Microhardness สูงกว่าชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบดั้งเดิมในทุกอุณหภูมิ ดังนั้นการเผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering สามารถเพิ่มความแข็งของเซรามิกตัวอย่างได้เพราะทำให้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นจากการเปลี่ยนโมดของโครงสร้างทางจุลภาค

จากการศึกษากระบวนการแน่นตัวของเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ พบว่าการเผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering นั้น ทำให้กระบวนการแน่นตัวของเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ดีกว่าการเผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบดั้งเดิม โดยดูได้จากการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นและการเพิ่มขึ้นของความแข็ง ซึ่งเมื่อเผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering แล้วทำให้กระบวนการแน่นตัวของเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ดีขึ้นนี้ คาดว่าจะส่งผลทำให้สมบัติเชิงกลของเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ดีขึ้นด้วย





ภาพที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเตอร์กับความทนทานต่อการกดอัด

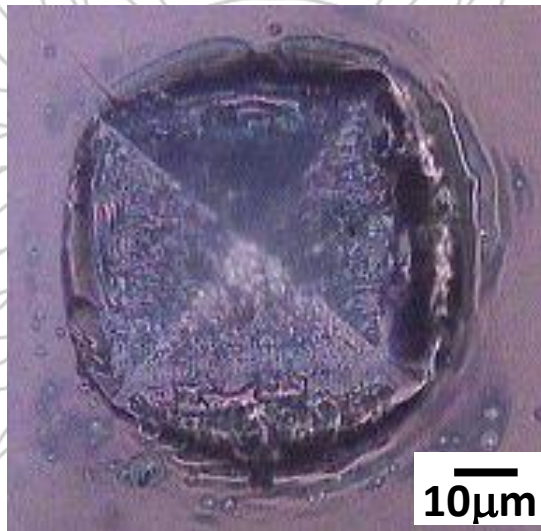
จากรูปที่ 4.16 จะเห็นได้ว่าค่าความทนทานต่อการกดอัดของชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering มีค่าสูงขึ้นเมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150-1200°C แล้วมีค่าลดลงที่อุณหภูมิ 1250-1300°C แต่เซรามิกตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบดั้งเดิมมีค่าความทนทานต่อการกดอัดเพิ่มขึ้นจากอุณหภูมิ 1150-1250°C แล้วจะลดลงที่อุณหภูมิ 1300°C โดยที่ชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering มีค่าความทนทานต่อการกดอัดสูงกว่าชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบดั้งเดิมในทุกอุณหภูมิเช่นเดียวกับค่าความหนาแน่นและความแข็ง และจากการทดลองครั้งนี้ได้ค่าความทนทานต่อการกดอัดเฉลี่ยสูงสุดเท่ากับ  $288 \pm 4.6$  MPa จากชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering ที่อุณหภูมิ 1200°C ซึ่งเพิ่มขึ้นจากค่าความทนทานต่อการกดอัดของเซรามิกตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบดั้งเดิมที่เผาที่อุณหภูมิ 1200°C เหมือนกันกว่า 500% เพราะมีเนื้อแน่นและภายในโครงสร้างทางจุลภาคมีขนาดของเกรนทุกเกรนเล็กกว่า 100 นาโนเมตร (นาโนเกรน)

มีหลาย ๆ รายงานก่อนหน้านี้ที่ได้รายงานว่าเซรามิกนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์และเซรามิกผสมนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์จะมีกระบวนการแน่นตัวดีกว่าเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์แบบดั้งเดิม โดยคาดว่าเกิดจากการมีความสามารถในการถูกเผาซินเตอร์ที่ดี เมื่อผงไฮดรอกซีอะพาไทต์อยู่ในระดับนาโนเมตร

ในการทดลองนี้มีจุดประสงค์เพื่อที่จะเตรียมผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกควายเพื่อให้ได้ผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีคุณภาพที่ดีและมีราคาถูก จากนั้นจะทำการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150°C 1200°C 1250°C และ 1300°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยวิธีการเผาซินเตอร์แบบ rate-controlled sintering

ผลของการเตรียมผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกควาย เมื่อนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD และ EDS พบว่าได้ผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมได้อยู่ในเกณฑ์ที่ดี เพราะมีแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สอดคล้องกับแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแฟ้มข้อมูลหมายเลข 9-432 ของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีสูตรทางเคมีเป็น  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  มีหน่วยเซลล์จัดอยู่ในระบบผลึกแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonol) และมีค่าอัตราส่วนต่อโมลของ Ca/P เท่ากับ 1.66 ซึ่งถือว่าใกล้เคียงกับผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่บริสุทธิ์มาก

โดยสมบัติเชิงกลของเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์จะขึ้นอยู่กับโครงสร้างทางจุลภาค นั่นคือการปรากฏหรือปราศจากรูพรุนในเนื้อเซรามิกจะมีผลอย่างมากต่อสมบัติเชิงกล การเกิด Liquid – phase sintering และขนาดของเกรนในระดับนาโนจะทำให้เซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์มีสมบัติเชิงกลที่ดีมาก และจากผลการทดลองพบว่าวิธีการเผาซินเตอร์แบบ rate-controlled sintering ทำให้มีกระบวนการแน่นตัวดีขึ้น ซึ่งทำให้ความหนาแน่นสูงขึ้นและไม่มีรูพรุนด้วยกลไกของ Liquid-phase sintering ที่ช่วยเร่งการเกิดพันธะและการแพร่ระหว่างอนุภาค แต่ทั้งนี้ต้องขึ้นอยู่กับอุณหภูมิของการเผาซินเตอร์ โดยในการทดลองครั้งนี้ได้เงื่อนไขที่ดีที่สุดของการเผาซินเตอร์ คือ การเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$  ด้วยวิธีการเผาซินเตอร์แบบ rate-controlled sintering ซึ่งเมื่อนำไปหาค่าความทนทานต่อการแตกหัก ( $K_{1c}$ ) ได้รูปตัวอย่างของรอยกดตรงพื้นผิวดังภาพที่ 4.17



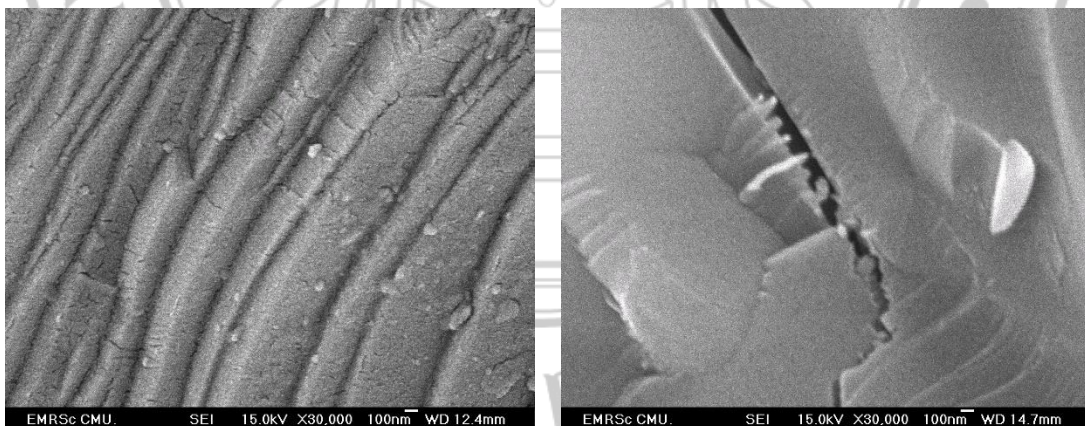
ภาพที่ 4.17 รอยกดบนพื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering ที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$

จากภาพที่ 4.17 จะเห็นได้ว่ารอยกดของหัว Vickers บนพื้นผิวของชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering ที่อุณหภูมิ  $1200^{\circ}\text{C}$  แทบจะไม่มีรอยแตกตรงมุมทั้ง 4 แต่เกิดลักษณะของการยืดหยุ่นตรงบริเวณด้านข้างของขอบรอยกด ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากการเกิด Liquid – phase sintering และการมีขนาดของเกรนในระดับนาโน ทำให้เกิดปรากฏการณ์ grain-boundary sliding ส่งผลให้มีความทนทานต่อการแตกหักสูงถึง  $5.6 \pm 0.1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  โดยมีค่าสูงกว่าค่าความทนทานต่อการแตกหักของเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์แบบดั้งเดิมที่มีค่าเฉลี่ยไม่เกิน  $1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  มาก และมีค่า

อยู่ในช่วงของความทนทานต่อการแตกหักของกระดูกส่วนที่เป็นเนื้อแน่น (Cortical bone) ของมนุษย์ที่มีค่าอยู่ในช่วง  $2-12 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

ดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์มีสมบัติทางเคมีคล้ายกับแร่ที่เป็นส่วนประกอบของกระดูกมนุษย์ แต่มีสมบัติเชิงกลต่ำ คือ จะมีความเปราะมาก (Brittleness) มีความแข็งแรง (Strength) และความต้านทานต่อความล้า (Fatigue resistance) ต่ำมาก เช่น ไฮดรอกซีอะพาไทต์แบบเนื้อแน่นจะมีความแข็ง (Hardness) ประมาณ 350 HV ค่าความทนทานต่อการกด (Compressive strength) อยู่ระหว่าง 100 – 200 MPa ความทนทานต่อการกดตัด อยู่ระหว่าง 80 – 160 MPa และค่าความทนทานต่อการแตกหัก (Fracture toughness) ไม่เกิน  $1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  และจากความก้าวหน้าทางด้านนาโนเทคโนโลยี ทำให้นักวิจัยได้หันมาใช้เทคโนโลยีนี้ในการพัฒนาด้านชีววัสดุ (Biomaterials) โดยเฉพาะอย่างยิ่งเพื่อที่จะเอาชนะข้อจำกัดของการใช้งานเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ในทางการแพทย์ด้วยการประดิษฐ์เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างทางจุลภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร โดยการเลียนแบบรายละเอียดของกระดูกในธรรมชาติที่ประกอบไปด้วยผลึกขนาดนาโนเมตรของแร่ไฮดรอกซีอะพาไทต์ และจากการศึกษาค้นคว้าที่ผ่านพบว่าการใช้ผงนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์มีแนวโน้มที่ดีที่จะสามารถปรับปรุงความสามารถในการเผาซินเตอร์และการแน่นตัวของเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ให้ดีขึ้นได้ และสามารถทำให้มีค่าความทนทานต่อการแตกหักรวมถึงค่าสมบัติเชิงกลอื่น ๆ สูงขึ้น เพื่อการซ่อมแซมและทดแทนกระดูกและฟันที่เกิดความบกพร่องในส่วนที่รับน้ำหนักได้

ในการทดลองนี้ได้ลองผลิตลองถูกจากพื้นฐานของ rate-controlled sintering จนสามารถประดิษฐ์เซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์แบบเนื้อแน่นที่มีความหนาแน่นรวม (Bulk density) 98% ของค่าความหนาแน่นของไฮดรอกซีอะพาไทต์ตามทฤษฎี ( $3.16 \text{ g/cm}^3$ ) มีขนาดของเกรนทุกเกรนเล็กกว่า 100 นาโนเมตร (นาโนเกรน) มีความทนทานต่อการแตกหักสูงจนอยู่ในช่วงของความทนทานต่อการแตกหักของกระดูกส่วนที่เป็นเนื้อแน่นของมนุษย์ โดยพื้นฐานแล้วสมบัติของวัสดุขึ้นอยู่กับโครงสร้างทางจุลภาค ดังนั้นเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์นาโนเกรนที่ได้ในการทดลองนี้จึงแสดงสมบัติพิเศษหลายประการ คือ การเกิด Liquid – phase sintering grain-boundary sliding และ pull-out ทำให้เมื่อถูกแรงกระทำจึงมีความทนทานสูง ดังแสดงในภาพที่ 4.18



ภาพที่ 4.18 การเกิด grain-boundary sliding และ pull-out เมื่อถูกแรงกระทำในโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ด้วยวิธีการแบบ rate-controlled sintering ที่อุณหภูมิ  $1200 \text{ }^{\circ}\text{C}$