

การสังเคราะห์แคลเซียมทิทานेटโดยวิธีทางเคมี  
เพื่อประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์



นางสาวกมลรีย์ ไชยเสน  
นางสาวศิรินภา อมรชัยเลิศรัตน์

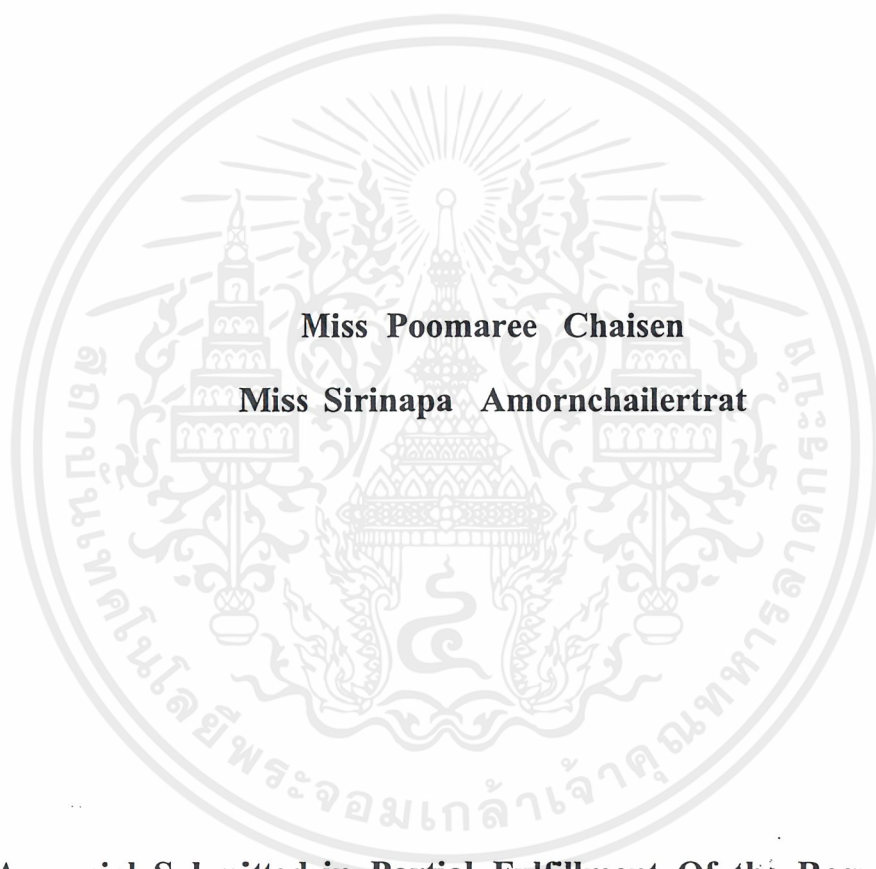
เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน 43888  
วัน, เดือน, ปี 7. ๓.๐. 2545

|         |
|---------|
| .b..... |
| .i..... |

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2544

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Synthesis of Calcium titanate by Chemical Reaction  
for medical applications**



**Miss Poomaree Chaisen**

**Miss Sirinapa Amornchailertrat**

**A special Submitted in Partial Fulfillment Of the Requirement  
for the Degree of Bachelor**

**Faculty of Science**

**Department of Chemistry of Science**

**King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang**

**2001**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

|                    |  |               |
|--------------------|--|---------------|
| หัวข้อโครงการพิเศษ | การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีทางเคมีที่ประยุกต์ใช้ใน<br>งานทางการแพทย์ |               |
| นักศึกษา           | นางสาวภุมรีย์ ไชยเสน   | รหัส 41052069 |
|                    | นางสาวศิริรภา อมรชัยเลิศรัตน์  | รหัส 41052083 |
| ภาควิชา            | เคมี   |               |
| ปีการศึกษา         | 2544   |               |
| อาจารย์ที่ปรึกษา   | ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน  |               |

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
อนุมัติให้โครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต



( ผศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย )

หัวหน้าภาควิชาเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษ



( ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย )

ประธานกรรมการ



( ดร.วันฉัตร ชื่นชม )

กรรมการ



( ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์โนน )

กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

|                    |  |
|--------------------|--|
| หัวข้อโครงการพิเศษ | การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีทางเคมีที่ประยุกต์ใช้ใน<br>งานทางการแพทย์ |
| นักศึกษา           | นางสาวภูมิรีย์ ไชยเสน<br>นางสาวศิริรภา อมรชัยเลิศรัตน์                       |
| อาจารย์ที่ปรึกษา   | ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน  |
| ภาควิชา            | เคมี   |
| ปีการศึกษา         | 2544   |

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม ( Coprecipitation ) และ วิธีโซล-เจล ( Sol-gel ) โดยใช้เตตระไอโซโพรพิลออกซิไททาเนต ( Tetra-isopropyl orthotitanate ,  $C_{12}H_{28}O_4Ti$  ) เข้มข้น 0.1 mol/l และ แคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต ( Calciumnitrate Tetrahydrate ,  $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  ) เข้มข้น 0.1 mol/l เป็นสารตั้งต้น องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจลจะมีอัตราส่วนโมลของ Ca/Ti เข้าใกล้ 1 ซึ่งเป็นค่าทางทฤษฎีของแคลเซียมทิตาเนต มากกว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม เนื่องจากค่าความเป็นกรด-ด่างที่ใช้ในวิธีการตกตะกอนร่วมมีค่าไม่สูงพอที่จะทำให้ CaO สามารถตกตะกอนในอัตราที่พอดีกับ  $TiO_2$  เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 และ  $1100^\circ C$  พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วมจะประกอบด้วยวัฏภาคที่เป็นผลึกของแคลเซียมทิตาเนตและทิตาเนียมไดออกไซด์ ในขณะที่สารที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจล จะมีวัฏภาคของแคลเซียมทิตาเนตเท่านั้น โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมทิตาเนตที่ผ่านการแคลไซน์แล้วจะมีเกรนขนาดเล็กและลักษณะค่อนข้างกลมซึ่งเป็นลักษณะของแคลเซียมทิตาเนตชนิด perovskite เมื่อนำผงแคลเซียมทิตาเนตไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ โดยแช่ในสารละลายจำลองของร่างกาย ( Simulated Body Fluid ) เป็นเวลา 1-20 วัน ภายหลังการแช่เป็นระยะเวลาานานพบว่ามียุ่มนอนุภาคที่มีโครงสร้างจุลภาคแตกต่างจากสารตั้งต้นบนพื้นผิวบางส่วน ของสารตัวอย่างโดยมีอนุภาคคล้ายดอกกะหล่ำซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ นอกจากนี้เมื่อทำการวิเคราะห์สารละลาย SBF ภายหลังการแช่สารตัวอย่าง พบว่ามีค่า pH และปริมาณแคลเซียมไอออนในสารละลายเพิ่มขึ้น ซึ่งผลดังกล่าวชี้ให้เห็นว่ามีการละลายของแคลเซียมออกมาจากสารตัวอย่างเป็นผลให้สารละลาย SBF มีสภาวะที่เหมาะสมต่อการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

|                         |  |
|-------------------------|--|
| Special Project Title   | Synthesis of Calcium titanate by Chemical Reaction for medical applications. |
| Student                 | Miss Poomaree chaisen<br>Miss Sirinapa Amornchailertrat                      |
| Special Project Advisor | Dr. Punnama Siriphannon  |
| Department              | Chemistry  |
| Academic Year           | 2001   |

### Abstract

This research studied a synthesis of calcium titanate by coprecipitation and sol-gel methods. Starting substances were 0.1 mol/l tetraisopropyl orthotitanate ( $C_{12}H_{28}O_4Ti$ ) and 0.1 mol/l calcium nitrate tetrahydrate ( $Ca(NO_3)_2 \cdot 4 H_2O$ ). Chemical composition of the synthesized powders that obtained by sol-gel method almost uniform molar Ca/Ti ratio, which was closer to the theoretical value of calcium titanate than those from the coprecipitation method. This result was because the pH in the coprecipitation method was not high enough to generate CaO in the same precipitation rate as  $TiO_2$ . After calcination at 1000 – 1100 °C, the powders from coprecipitation method consisted of the calcium titanate and titanium dioxide crystalline phase while the powders from sol-gel method comprised only calcium titanate phase. Microstructure of the calcined calcium titanate was small and almost round shaped grains which was the microstructure of Perovskite. Bioactivity property of the calcium titanate powder was investigated by soaking in simulated body fluid (SBF) for 1 – 20 days. After prolonged soaking, clusters of some particles which had different microstructure from the starting powder, the particle shape looked like cauliflower which is the specific characteristic of hydroxyapatite was observed on specimen surface. In addition the pH and calcium ion concentration of the SBF solution increased after soaking with the samples. These results indicated that the dissolution of calcium from the specimen caused SBF solution having the appropriate condition to induce create for the hydroxyapatite formation.

## กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษนี้สำเร็จได้เนื่องจากได้รับความร่วมมือ ความช่วยเหลือ และคำแนะนำที่เป็นประโยชน์จากบุคคลและองค์กรต่าง ๆ

ขอขอบพระคุณ ดร.ปณณมา ศิริพันธ์โนน ที่กรุณาให้ความรู้ คำปรึกษาและความช่วยเหลือในการทำโครงการพิเศษนี้มาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย และ ดร.วันฉัตร ชื่นชม อาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงการที่กรุณาตรวจทานและแก้ไขโครงการฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษาและความรู้ในงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณนักวิทย์และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีตลอดการทำโครงการพิเศษ

ขอขอบคุณศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ( MTEC ) ที่ให้ความอนุเคราะห์ตรวจวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกวาด ( SEM )

ขอขอบคุณบริษัทการปิโตรเลียมแห่งประเทศไทยจำกัด(มหาชน)ที่ให้ความอนุเคราะห์ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma ( ICP )

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ให้ความอนุเคราะห์และอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ ( XRD ) และ เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ ( XRF )

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และขอบคุณเพื่อน รุ่นพี่ รุ่นน้องทุกท่านที่คอยช่วยเหลือและให้กำลังใจมาโดยตลอด

นอกจากนี้ยังมีบุคคลอีกมากมายซึ่งยังมีได้กล่าวถึง ณ ที่นี้ที่มีส่วนช่วยเหลือ ทางผู้จัดทำก็ขอขอบพระคุณมา ณ โอกาสนี้ด้วย

นางสาวกัญมรีย์ ไชยเสน

นางสาวศรินภา อมรชัยเลิศรัตน์

## สารบัญ

|  | หน้า     |
|--|----------|
| บทคัดย่อภาษาไทย  | ก        |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ   | ข        |
| กิตติกรรมประกาศ  | ค        |
| สารบัญ   | ง        |
| สารบัญตาราง  |          |
| สารบัญรูป  |          |
| <b>บทที่ 1 บทนำ</b>  | <b>1</b> |
| 1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงงานวิจัย                                       | 1        |
| 1.2 วัตถุประสงค์   | 2        |
| 1.3 ขอบเขตของโครงงาน   | 2        |
| 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ  | 3        |
| 1.5 ขั้นตอนการดำเนินงาน  | 3        |
| <b>บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ</b>   | <b>4</b> |
| 2.1 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ                                     | 4        |
| 2.1.1 ประวัติความเป็นมาของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม                        | 4        |
| 2.1.2 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม                           | 6        |
| 2.1.3 วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ   | 8        |
| 2.1.4 การทดสอบวัสดุชีวภาพ  | 11       |
| 2.2 แคลเซียมทิตาเนต ( CaTiO <sub>3</sub> )                                 | 13       |
| 2.2.1 สมบัติของแคลเซียมทิตาเนต   | 13       |
| 2.2.2 โครงสร้างของแคลเซียมทิตาเนต  | 14       |
| 2.2.3 การประยุกต์ใช้งานแคลเซียมทิตาเนตในปัจจุบัน                           | 17       |
| 2.3 การสังเคราะห์วัสดุติบเซรามิกส์ประเภทสารประกอบออกไซด์ผสม                | 18       |
| 2.3.1 การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์ด้วยวิธีบดผสมเชิงกล<br>( Mechanical Mixing ) | 20       |
| 2.3.2 การเตรียมผงเซรามิกส์จากการตกตะกอนร่วม<br>( Coprecipitation )         | 20       |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

|   | หน้า      |
|---|-----------|
| 2.3.3 การเตรียมเซรามิกส์ด้วยโซล-เจล<br>( Sol – gel synthesis )                  | 21        |
| 2.3.4 การเตรียมเซรามิกส์โดยวิธีพิเศษ<br>( Non – conventional method )           | 22        |
| 2.3.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้<br>แคลเซียมทิตาเนต | 25        |
| <b>บทที่ 3 การวิจัยและการดำเนินงาน</b>  | <b>28</b> |
| 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง   | 28        |
| 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง   | 28        |
| 3.3 การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีทางเคมี                                  | 30        |
| 3.3.1 วิธีตกตะกอนร่วม ( Coprecipitation )                                       | 31        |
| 3.3.2 วิธีโซล – เจล ( Sol – gel )   | 33        |
| 3.3.3 การแคลไซน์ ( Calcine ) สารที่สังเคราะห์ได้                                | 35        |
| 3.3.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้                             | 35        |
| 3.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้<br>ในระบบจำลอง      | 36        |
| 3.4.1 การเตรียมสารละลาย Simulated Body Fluid                                    | 36        |
| 3.4.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของผงแคลเซียมทิตาเนต                           | 37        |
| 3.4.3 การปรับปรุงพื้นผิวของผงแคลเซียมทิตาเนตโดยใช้ NaOH                         | 38        |
| 3.4.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารตัวอย่างที่ผ่าน<br>การทดสอบทางชีวภาพ         | 38        |
| 3.4.5 การตรวจสอบสารละลาย Simulated Body Fluid (SBF)<br>ที่แยกตัวออกไปแล้ว       | 38        |
| <b>บทที่ 4 ผลการทดลอง</b>   | <b>40</b> |
| 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้                                     | 40        |
| 4.1.1 สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม ( Coprecipitate )                      | 40        |
| 4.1.2 สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจล ( Sol-gel )                                   | 41        |
| 4.2 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการเปลี่ยนวัฏภาคของสารที่สังเคราะห์ได้          | 43        |
| 4.3 โครงสร้างจุลภาค ( Microstructure ) ของสารที่สังเคราะห์ได้                   | 46        |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

|   | หน้า      |
|---|-----------|
| 4.4 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพ ( Bioactive ) ของแคลเซียมทิทานเนต       | 48        |
| 4.4.1 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึก                                  | 48        |
| 4.4.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของสาร                               | 55        |
| 4.4.3 การเปลี่ยนแปลงของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่<br>แคลเซียมทิทานเนต   | 58        |
| 4.5 แคลเซียมทิทานเนตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH                  | 60        |
| 4.5.1 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึก                                  | 60        |
| 4.5.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของสาร                               | 62        |
| 4.5.3 การเปลี่ยนแปลงค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย SBF<br>ภายหลังจากแช่ | 64        |
| <b>บทที่ 5 สรุปผลการศึกษา</b>   | <b>65</b> |
| 5.1 สรุปผลการศึกษา  | 65        |
| 5.2 ข้อเสนอแนะ  | 66        |
| บรรณานุกรม  | 67        |
| ภาคผนวก   | 69        |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

|              |   | หน้า |
|--------------|---|------|
| ตารางที่ 2-1 | วัสดุที่ใช้ทำวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม  | 6    |
| ตารางที่ 2-2 | กลไกการเชื่อมต่อระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุชีวภาพ   | 6    |
| ตารางที่ 2-3 | ประเภทการใช้งานของวัสดุชีวภาพ   | 7    |
| ตารางที่ 2-4 | อวัยวะที่มีการใช้วัสดุชีวภาพทดแทน   | 7    |
| ตารางที่ 2-5 | วัสดุชีวภาพในระบบต่างๆของร่างกาย  | 7    |
| ตารางที่ 2-6 | การเปรียบเทียบวิธีที่ใช้ในการเตรียม Mixed Oxide   | 24   |
| ตารางที่ 3-1 | สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์แคลเซียมฟอสเฟต<br>โดยวิธีโซล-เจล ( Sol-gel )                                       | 33   |
| ตารางที่ 3-2 | การเปรียบเทียบความเข้มข้นของไอออนระหว่างสารละลาย<br>SBF ( Simulated Body Fluid ) กับ Blood plasma                 | 36   |
| ตารางที่ 3-3 | สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF  | 36   |
| ตารางที่ 4-1 | องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมฟอสเฟตที่ได้จากวิธี<br>การตกตะกอนร่วม   | 40   |
| ตารางที่ 4-2 | องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้<br>โดยใช้สารตั้งต้นที่ต่างกัน                                | 41   |
| ตารางที่ 4-3 | องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้<br>โดยใช้อัตราส่วนตัวทำละลายที่ต่างกัน                       | 41   |
| ตารางที่ 4-4 | ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่<br>แคลเซียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมและโซล-เจล | 58   |
| ตารางที่ 4-5 | การเปลี่ยนแปลงของปริมาณแคลเซียมไอออนในสารละลาย SBF  | 59   |
| ตารางที่ 4-6 | ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย SBF ที่แช่สารตัวอย่างที่มี<br>การปรับปรุ้งพื้นผิวด้วย 5 M NaOH                     | 64   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

|             | หน้า  |    |
|-------------|---|----|
| รูปที่ 2-1  | หน้าที่ สมบัติ และการประยุกต์ใช้เซรามิกส์ในงานด้านต่างๆ   | 8  |
| รูปที่ 2-2  | ตัวอย่างการใช้งานวัสดุเซรามิกส์ในร่างกาย  | 9  |
| รูปที่ 2-3  | แผนภาพแสดงความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ  | 11 |
| รูปที่ 2-4  | กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง relative electric permittivity และ loss tangent ที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ                  | 14 |
| รูปที่ 2-5  | แสดงโครงสร้างผลึกของแคลเซียมทิตาเนตที่มีโครงสร้างผลึกรูป Orthorhombic   | 15 |
| รูปที่ 2-6  | แสดงแคลเซียมทิตาเนตที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ  | 16 |
| รูปที่ 2-7  | แสดงเฟสไดอะแกรมของ CaO และ TiO <sub>2</sub>   | 17 |
| รูปที่ 2-8  | แสดงลักษณะของแคลเซียมทิตาเนตที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น  | 17 |
| รูปที่ 2-9  | แสดงแผนภาพสรุปวิธีที่ใช้ในการเตรียม Mixed Oxide   | 19 |
| รูปที่ 2-10 | แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ผงเซรามิกส์โดยวิธีโซล-เจล   | 21 |
| รูปที่ 2-11 | แสดงเทคนิคในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล   | 23 |
| รูปที่ 2-12 | แสดงลำดับของการเกิดวิฤภาคต่างๆในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล   | 23 |
| รูปที่ 2-13 | แสดงการวิเคราะห์ด้วย TGA และ DTA  | 25 |
| รูปที่ 2-14 | แสดงแคลเซียมทิตาเนตที่มีขนาดรูพรุนระดับไมครอน   | 26 |
| รูปที่ 3-1  | แสดงแผนภาพการเตรียมแคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีทางเคมี  | 30 |
| รูปที่ 3-2  | แสดงแผนภาพการเตรียมแคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีตกตะกอนร่วม  | 32 |
| รูปที่ 3-3  | แสดงแผนภาพการเตรียมแคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีโซล-เจล  | 34 |
| รูปที่ 4-1  | แผนภาพการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมภายหลังจากเผาที่อุณหภูมิ 1000 – 1100 °C | 43 |
| รูปที่ 4-2  | แผนภาพการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจลภายหลังจากเผาที่อุณหภูมิ 1000 – 1100 °C        | 44 |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป ( ต่อ )

|   | หน้า |
|---|------|
| รูปที่ 4-3 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมทิทานเนตที่สังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนร่วมโดยใช้ $\text{NH}_4\text{OH}$ เป็นสารตกตะกอน ทำการตกตะกอนเป็นเวลา 6 ชั่วโมงที่ pH 12 กำลังขยาย 10,000 เท่า | 46   |
| รูปที่ 4-4 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมทิทานเนตที่สังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล ( Sol 3 ) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า   | 46   |
| รูปที่ 4-5 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมทิทานเนตที่สังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล ( Sol 4 ) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า   | 47   |
| รูปที่ 4-6 แสดงการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึกของสารตัวอย่าง pH12 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ตกตะกอน 6 ชม. หลังผ่านการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน                         | 48   |
| รูปที่ 4-7 แสดงการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึกของสารตัวอย่าง pH12 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ตกตะกอน 6 ชม. หลังผ่านการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.5 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน                         | 49   |
| รูปที่ 4-8 แสดงการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึกของสารตัวอย่าง Sol 3 หลังผ่านการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน   | 50   |
| รูปที่ 4-9 แสดงการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึกของสารตัวอย่าง Sol 3 หลังผ่านการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.5 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน   | 51   |
| รูปที่ 4-10 แสดงการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึกของสารตัวอย่าง Sol 4 หลังผ่านการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน  | 52   |
| รูปที่ 4-11 แสดงการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึกของสารตัวอย่าง Sol 4 หลังผ่านการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.5 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน  | 53   |
| รูปที่ 4-12 แสดง X-ray diffraction pattern ของไฮดรอกซีแอปาไทต์  | 54   |
| รูปที่ 4-13 แสดงโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่าง pH12 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ตกตะกอน 6 ชม. ก่อนและหลังการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า                       | 55   |
| รูปที่ 4-14 แสดงโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่าง Sol3 ก่อนและหลังการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า  | 55   |
| รูปที่ 4-15 แสดงโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่าง Sol4 ก่อนและหลังการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า  | 56   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

|  | หน้า |
|--|------|
| รูปที่ 4-16 แสดงโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่าง Sol4 ก่อนและหลังการ<br>แช่ด้วยสารละลาย SBF 1.5 เป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า   | 56   |
| รูปที่ 4-17 โครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวภาย<br>หลังการแช่สารละลาย SBF   | 57   |
| รูปที่ 4-18 แสดงการเปลี่ยนแปลงวิฎภาคที่เป็นผลึกของสารตัวอย่าง Sol 4<br>ภายหลังจากการผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้น<br>5 mol/l และเมื่อผ่านการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0          | 61   |
| รูปที่ 4-19 แสดงโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่าง Sol 4 ก่อนการปรับปรุง<br>พื้นผิวด้วย NaOH ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า   | 62   |
| รูปที่ 4-20 แสดงโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่าง Sol 4 เมื่อผ่านการปรับปรุง<br>พื้นผิวด้วย NaOH และหลังจากการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0 10 วัน<br>ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า                       | 62   |
| รูปที่ 4-21 แสดงโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่าง Sol 4 เมื่อผ่านการปรับปรุง<br>พื้นผิวด้วย NaOH และเผาที่ 600 °C หลังจากการแช่ด้วยสารละลาย<br>SBF 1.0 เป็นเวลา 10 วันที่กำลังขยาย 10,000 เท่า | 63   |

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงงานวิจัย

ปัจจุบันการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะเทียมที่ผลิตจากวัสดุชีวภาพเพื่อแทนที่อวัยวะและเนื้อเยื่อที่ติดเชื้อหรือบกพร่องในร่างกายมนุษย์เริ่มมีบทบาทสำคัญในทางการแพทย์โดยเฉพาะในช่วงหลายสิบปีที่ผ่านมา วิธีการรักษาโดยการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะเทียมจะช่วยให้อวัยวะที่บกพร่องซึ่งทำหน้าที่ได้น้อยหรือทำหน้าที่ไม่ได้เลยเนื่องมาจากโรคภัยไข้เจ็บหรืออุบัติเหตุอย่างรุนแรงซึ่งไม่สามารถจะรักษาได้หรือมีโอกาสที่จะหายน้อยมากให้กลับมาใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพ นอกจากนี้การเปลี่ยนถ่ายอวัยวะทางชีวภาพยังช่วยแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นกับวิธีการรักษาโดยการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะที่มาจากธรรมชาติซึ่งมีข้อจำกัดคือ การขาดแคลนผู้บริจาคอวัยวะทำให้อวัยวะที่ใช้ในการเปลี่ยนถ่ายมีไม่เพียงพอกับจำนวนผู้ป่วย ในขณะที่อวัยวะเทียมสามารถสร้างจากวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้นซึ่งเรียกว่า วัสดุชีวภาพ (Biomaterial) โดยการใช้กรรมวิธีและขบวนการเชิงกลทางไฟฟ้าหรือทางเคมีเพื่อให้ได้หรือบรรลุวัตถุประสงค์ทางด้านหน้าที่เช่นเดียวกับอวัยวะตามธรรมชาติ ซึ่งวัสดุทางชีวภาพนี้สามารถผลิตขึ้นได้เรื่อยๆ สามารถควบคุมสมบัติและคุณภาพของวัสดุให้เป็นไปตามต้องการได้ แต่วัสดุชีวภาพที่มีผู้ให้ความสนใจมากได้แก่ วัสดุชีวภาพประเภทที่ใช้เซรามิกส์เป็นวัตถุดิบในการผลิต เนื่องจากข้อดีหลายประการของเซรามิกส์ เช่น สามารถทนต่อแรงกดอัดและการขีดสีได้ดี มีความแข็งแรง มีความสามารถในการเข้ากันได้ (Biocompatibility) และมีความคล้ายคลึงกับเนื้อเยื่อของร่างกาย เป็นต้น วัตถุดิบเซรามิกส์ที่สำคัญในการผลิตวัสดุชีวภาพคือ ไฮดรอกซีแอพาไทต์ (Hydroxyapatite,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) เพราะไฮดรอกซีแอพาไทต์เป็นแร่ธาตุซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักในกระดูกและฟัน แต่ข้อด้อยที่สำคัญของไฮดรอกซีแอพาไทต์คือยากต่อการขึ้นรูปและมีสมบัติเชิงกลต่ำ ดังนั้นนักวิจัยหลายกลุ่มจึงทำการศึกษาวิจัยเพื่อแก้ไขข้อด้อยดังกล่าวของไฮดรอกซีแอพาไทต์ วิธีหนึ่งที่มีการวิจัยศึกษาโดยนักวิจัยหลายกลุ่มได้แก่ การนำไฮดรอกซีแอพาไทต์มาผลิตเป็นวัสดุประกอบ (composite) วัสดุประกอบที่ผลิตจากไฮดรอกซีแอพาไทต์มีอยู่หลายชนิด วัสดุประกอบประเภทหนึ่งที่มีการศึกษาและผลิตเพื่อใช้งานทางการแพทย์ได้แก่ การนำเอาไฮดรอกซีแอพาไทต์มาเคลือบบนโลหะซึ่งสามารถขึ้นรูปได้ง่ายกว่า โดยโลหะที่นิยมใช้ได้แก่ ทิทาเนียม (Titanium) และ ทิทาเนียมอัลลอยด์ เช่น  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  เมื่อพิจารณาถึงสมบัติของวัสดุประกอบแอพาไทต์ – ทิทาเนียม และ แอพาไทต์ – ทิทาเนียมอัลลอยด์ที่ผลิตได้เมื่อเทียบกับวัสดุที่ผลิตจากไฮดรอกซีแอพาไทต์หรือทิทาเนียมบริสุทธิ์ พบว่าวัสดุประกอบมีสมบัติเชิงกลและความเข้ากันได้ดีกับเนื้อเยื่อมากกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วัสดุบริสุทธิ์ [1] และจากการทำเป็นวัสดุประกอบนี้ได้มีนักวิจัยหลายกลุ่มเสนอว่าในขั้นตอนการเคลือบไฮดรอกซีแอปาทาไทต์บนพื้นผิวโลหะน่าจะเกิดปฏิกิริยาระหว่างโลหะทิทาเนียมที่เป็นซับสเตรท ( Substrate ) กับแคลเซียมไฮดรอกไซด์จากสารเคลือบ ( Coating agent ) ได้เป็นแคลเซียมทิทาเนต (  $\text{CaTiO}_3$  ) จากนั้นไฮดรอกไซด์ไฮดรอกไซด์และฟอสเฟตไฮดรอกไซด์จากสารเคลือบจะเกิดปฏิกิริยากับแคลเซียมไฮดรอกไซด์บนพื้นผิวซับสเตรทเกิดเป็นไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ [2,3,4]

จากแนวคิดข้างต้น โครงการวิจัยนี้จึงศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตซึ่งเป็นสารที่น่าจะมีความเหมาะสมในการใช้เป็นวัสดุชีวภาพในการผลิตวัสดุทางชีวภาพและอวัยวะเทียมเพื่อประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์

## 1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตโดยวิธีทางเคมี
- 1.2.2 เพื่อศึกษาถึงปัจจัยต่าง ๆ ในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อองค์ประกอบทางเคมีของแคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์ได้
- 1.2.3 เพื่อศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ ( bioactivity )

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์สารแคลเซียมทิทาเนตโดยวิธีทางเคมีเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์ โดยศึกษาถึงวิธีการและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนต แคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ และศึกษาถึงการเปลี่ยนวัฏภาคของสารแคลเซียมทิทาเนตเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง นอกจากนี้แคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์สมบัติความว่องไวทางชีวภาพภายใต้สภาวะจำลองของร่างกายมนุษย์ ข้อมูลในการวิเคราะห์นี้จะเป็นแนวทางในการทำนายความเป็นไปได้ในการใช้แคลเซียมทิทาเนตเป็นวัสดุชีวภาพในการผลิตวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมที่ใช้กับร่างกายมนุษย์

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากโครงการวิจัย

- 1.4.1 ทำให้ทราบถึงสภาวะและวิธีที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตด้วยวิธีทางเคมี
- 1.4.2 ทำให้ทราบถึงอิทธิพลของความร้อนต่อการเปลี่ยนแปลงวิฤภาคของแคลเซียม - ทิทาเนต
- 1.4.3 ทำให้ทราบถึงความเป็นไปได้ที่จะใช้แคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์ได้เป็นวัตถุดิบในการผลิตวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม

## 1.5 ขั้นตอนการดำเนินงาน

- 1.5.1 ค้นคว้าข้อมูลและทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับโครงการ
- 1.5.2 วางแผนการดำเนินการทดลอง
- 1.5.3 สังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตโดยวิธีทางเคมี
- 1.5.4 ตรวจสอบคุณสมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้
- 1.5.5 ทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง
- 1.5.6 วิเคราะห์ผลและสรุปผลการทดลอง
- 1.5.7 เขียนรายงานและเสนอผลการวิจัย

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

#### 2.1 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ

##### 2.1.1 ประวัติความเป็นมาของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม

ในอดีตการบำบัดรักษาเมื่ออวัยวะและเนื้อเยื่อต่างๆในร่างกายเกิดการติดเชื้อหรือถูกทำลายเนื่องจากโรคภัยไข้เจ็บและอุบัติเหตุคือตัดเนื้อเยื่อส่วนนั้นทิ้งไป การรักษาวินิจฉัยมีส่วนช่วยลดการติดเชื้อและการแพร่กระจายของโรคไปยังอวัยวะส่วนอื่นๆ แต่จะก่อให้เกิดความบกพร่องของร่างกายและมีโอกาสจะเกิดโรคแทรกซ้อนอื่นตามมา หลังจากที่มีการคิดค้นและพัฒนาความรู้ทางการแพทย์และวิทยาศาสตร์ แนวทางการรักษาในปัจจุบันได้มีการเปลี่ยนแปลงไป เช่น การค้นพบการฆ่าเชื้อโรค การให้วัคซีนเพื่อป้องกันโรค ฯลฯ วิวัฒนาการดังกล่าวนำไปสู่การรักษาโดยการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะและการใช้อวัยวะเทียมมาแทนที่อวัยวะและเนื้อเยื่อที่ติดเชื้อหรือบกพร่องในร่างกายของมนุษย์ซึ่งแนวคิดในการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะทางการแพทย์นี้เสนอว่าถ้าโรคที่เป็นอยู่เป็นมากจนไม่สามารถรักษาให้หายได้ วิธีการใช้วัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมในการเปลี่ยนถ่ายแทนที่อวัยวะที่ทำหน้าที่ได้น้อยหรือทำหน้าที่ไม่ได้เลยจะสามารถรักษาโรคดังกล่าวได้อย่างมีประสิทธิภาพมากกว่าที่จะพยายามรักษาโรคของอวัยวะนั้นๆโดยตรงด้วยยาหรือการผ่าตัด ดังนั้นวิธีการรักษาประเภทนี้จึงเริ่มมีบทบาทสำคัญในทางการแพทย์โดยเฉพาะในช่วงระยะเวลาหลายสิบปีที่ผ่านมา

การรักษาโดยการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะ [ 5,6 ] แบ่งออกเป็น 2 วิธีหลัก ๆ ได้แก่

##### 1. การปลูกถ่ายอวัยวะจากธรรมชาติ ( Transplantation )

การปลูกถ่ายอวัยวะตามธรรมชาตินั้นได้มีการนำเอาอวัยวะของมนุษย์ที่ได้จากการบริจาคมาผ่าตัดแทนที่อวัยวะที่บกพร่องในตัวผู้ป่วย แต่การปลูกถ่ายอวัยวะวิธีนี้มีข้อจำกัดคือขาดแคลนผู้บริจาคและเนื้อเยื่อคุณภาพดี นอกจากนี้เนื้อเยื่อที่ได้จากการบริจาคมักจะก่อให้เกิดปัญหาเรื่องภูมิคุ้มกันที่ร่างกายสร้างขึ้นเพื่อต่อต้านเมื่อมีเนื้อเยื่อแปลกปลอมเข้าไปในร่างกาย ดังนั้นจึงมีผู้ป่วยจำนวนน้อยที่ได้รับประโยชน์จากวิธีการรักษาวิธีนี้

##### 2. การเปลี่ยนถ่ายโดยใช้วัสดุสังเคราะห์ที่มนุษย์ผลิตขึ้นมาเอง ( Implantation )

วัสดุประเภทนี้มีข้อได้เปรียบหลายประการคือ ไม่มีข้อจำกัดในด้านปริมาณ สามารถผลิตขึ้นมาใหม่ได้และไม่มีปัญหาด้านคุณภาพของวัสดุ เนื่องจากกระบวนการผลิตจะถูกควบคุม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ให้มีประสิทธิภาพและมีการทดสอบซึ่งอยู่ภายใต้การควบคุมมาตรฐานเพื่อตรวจสอบว่าวัสดุที่สังเคราะห์ได้สามารถเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อของร่างกายหรือไม่ สร้างสารที่เป็นพิษต่อเนื้อเยื่อหรือไม่ ถ้าวัสดุประเภทนั้นถูกพบว่าก่อให้เกิดผลเสียต่อร่างกายแพทย์ผู้ทำการรักษาสามารถเลือกใช้วัสดุอื่นมาทดแทนได้ ทำให้โอกาสเกิดความล้มเหลวเชิงกลของวัสดุประเภทนี้ลดน้อยลง อย่างไรก็ตามวัสดุประเภทนี้มีข้อจำกัดคือ ไม่มีความซับซ้อนและทำหน้าที่ได้ไม่ดีเท่ากับอวัยวะของร่างกายที่มนุษย์สร้างขึ้น วัสดุประเภทนี้มีอายุการใช้งานจำกัด และปัญหาสำคัญที่พบคือ วัสดุชีวภาพในปัจจุบันยังขาดสมบัติที่สำคัญ 2 ประการ ได้แก่ ขาดความสามารถในการซ่อมแซมตัวเอง และขาดความสามารถในการปรับปรุงโครงสร้างและสมบัติของตนเองให้เหมาะสมเมื่ออยู่ภายใต้สภาวะของร่างกาย เช่น การรับแรงเชิงกล ฯลฯ

### วิวัฒนาการของอวัยวะเทียม [ 6 ]

การใช้อวัยวะเทียมในทางการแพทย์ถูกพบในช่วงก่อนปีค.ศ. 1950 โดยเทคโนโลยีการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะเทียมในระยะแรกยังใช้เทคโนโลยีไม่สูงมาก ได้แก่ การใช้ไม้มาทำขาเทียมหรือการใช้ลูกตาเทียมเพื่อช่วยป้องกันเนื้อเยื่อที่อยู่ภายในและช่วยไม่ให้เกิดความน่าเกลียด เป็นต้น การพัฒนาทางด้านนี้เป็นไปอย่างรวดเร็วภายในเวลาเพียงศตวรรษเดียว ซึ่งในปัจจุบันวิวัฒนาการที่โดดเด่นทางด้านนี้ เช่น ได้มีการสร้างเครื่องไตเทียม เครื่องหัวใจ - ปอดเทียม ลิ้นหัวใจเทียมและข้อสะโพกเทียม เป็นต้น

วัสดุที่นำมาใช้สร้างเป็นอวัยวะเทียมในปัจจุบันนี้ได้นำเอาวัสดุมาตรฐานทางพลาสติกและวัสดุในอุตสาหกรรมมาใช้ในการผลิต โดยมีการตระหนักถึงข้อจำกัดของวัสดุที่นำมาใช้ด้วย นั่นคือ เมื่อนำวัสดุนั้นมาสร้างเป็นอวัยวะเทียมและได้มีการฝังเข้าไปในร่างกาย พบว่าอาจทำให้คุณสมบัติของวัสดุที่สังเคราะห์นั้นเปลี่ยนแปลงไปเมื่อวัสดุได้สัมผัสกับเนื้อเยื่อต่างๆของร่างกายเป็นเวลานาน สมบัติดังกล่าวได้แก่ ความแข็งแรงทางเชิงกล ความสามารถในการโค้งงอ หรือความสามารถในการให้น้ำหรือก๊าซผ่านไปได้ด้วย การเปลี่ยนแปลงและทำให้เกิดข้อจำกัดดังกล่าวพบว่า วัสดุที่นำมาศึกษามากกว่า 1.5 ล้านชนิด จะเหลือสารประกอบทางเคมีเพียง 20 ชนิดเท่านั้นที่นำมาใช้ประโยชน์ได้ดีในทางคลินิก เช่น อลูมิเนียมออกไซด์ แคลเซียมฟอสเฟต เป็นต้น

การตอบสนองของร่างกายต่อวัสดุชีวภาพ [ 7 ] แบ่งออกได้เป็น 4 ประเภทหลัก ๆ ได้แก่

1. การตอบสนองเมื่อวัสดุนั้นเป็นพิษต่อร่างกาย (Toxic) จะทำให้เนื้อเยื่อเกิดความผิดปกติ กลายเป็นมะเร็ง และเนื้อเยื่อตาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. เนื้อเยื่อสร้างถุงเส้นใยที่ไม่ยึดติดกัน ( Non – adherant fibrous capsule ) ขึ้นมาห่อหุ้มวัสดุชีวภาพเอาไว้เพื่อแยกวัสดุออกจากสภาวะแวดล้อมของร่างกาย
3. เนื้อเยื่อสร้างพันธะที่บริเวณรอยต่อระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุทางชีวภาพ ( Bioactive )
4. เนื้อเยื่อสร้างตัวเองแทนที่วัสดุทางชีวภาพ ( Dissolution of implant )

### 2.1.2 การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม

การจำแนกประเภทของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมสามารถทำได้หลายวิธีขึ้นกับเกณฑ์ที่ใช้

1. จำแนกตามประเภทของวัสดุที่ใช้ทำอวัยวะเทียม ดังแสดงในตารางที่ 2-1

ตารางที่ 2-1 วัสดุที่ใช้ทำวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม [ 8 ]

| Materials  | Advantages                                       | Disadvantages                              | Examples  |
|------------|--|--|---|
| Polymer    | Resilient, easy to fabricate                     | Not strong, deforms with time, may degrade | Sutures, blood vessels, hip socket, ear, nose, other soft tissue      |
| Metal      | Strong, tough, ductile                           | May corrode, dense, difficult to make      | Joint replacement, bone plates and screws, dental root implant        |
| Ceramics   | Very biocompatible, inert, strong in compression | Brittle, not resilient                     | Dental, joint replacements, coating of dental and orthopedic implants |
| Composites | Strong, tailor- made                             | Difficult to make                          | Joint implants, heart valves  |

2. จำแนกตามกลไกการเชื่อมต่อระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุชีวภาพ ดังแสดงในตารางที่ 2-2

ตารางที่ 2-2 กลไกการเชื่อมต่อระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุชีวภาพ [ 7 ]

| Type of Biomaterials | Type of attachment  |
|----------------------|---|
| 1. Nearly inert      | Mechanical Interlock<br>( Morphological fixation)         |
| 2. Porous            | Ingrowth of tissue into pores<br>( Biological fixation)   |
| 3. Bioactive         | Interfacial bonding with tissues<br>( Bioactive Fixation) |
| 4. Resorbable        | Replacement with tissues                                  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. จำแนกตามประเภทการใช้งานของวัสดุชีวภาพ ดังแสดงในตารางที่ 2-3

ตารางที่ 2-3 ประเภทการใช้งานของวัสดุชีวภาพ [ 9 ]

| Proble area                      | Examples                                      |
|----------------------------------|---|
| Replace diseased or damaged part | Artificial hip joint, kidney dialysis machine |
| Assist in healing                | Sutures, bone plates and screws               |
| Improve function                 | Cardiac pacemaker, intraocular lens           |
| Correct functional abnormality   | Cardiac pacemaker                             |
| Correct cosmetic problem         | Augmentation mammoplasty, chin augmentation   |
| Aid diagnosis                    | Probes and catheters                          |
| Aid treatment                    | Catheters, drains                             |

4. จำแนกตามชนิดของอวัยวะ ดังแสดงในตารางที่ 2-4

ตารางที่ 2-4 อวัยวะที่มีการใช้วัสดุชีวภาพทดแทน [ 9 ]

| Organ   | Examples  |
|---------|---|
| Heart   | Cardiac pacemaker, artificial heart valve, total artificial heart |
| Lung    | Oxygenator machine  |
| Eye     | Contact lens, intraocular lens                                    |
| Ear     | Artificial stapes, cochlea implant                                |
| Bone    | Bone plate, intramedullary rod                                    |
| Kidney  | Kidney dialysis machine   |
| Bladder | Catheter and stent  |

5. จำแนกตามประเภทของระบบในร่างกาย ดังแสดงในตารางที่ 2-5

ตารางที่ 2-5 วัสดุชีวภาพในระบบต่างๆของร่างกาย [ 9 ]

| System        | Examples  |
|---------------|---|
| Skeletal      | Bone plate, total joint replacement                                   |
| Muscular      | Sutures, muscle stimulator  |
| Circulatory   | Artificial heart valves, blood vessels left ventricular assist device |
| Respiratory   | Oxygenator machine  |
| Integumentary | Sutures, Burn dressings, artificial skin                              |
| Urinary       | Catheters, stent, kidney dialysis machine                             |
| Nervous       | Hydrocephalus drain, cardiac pace maker, nerve stimulator             |
| Endocrine     | Microencapsulated pancreatic islet cells                              |
| Reproductive  | Augmentation mammoplasty, other cosmetic replacements                 |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



## CLINICAL USES OF BIOCERAMICS

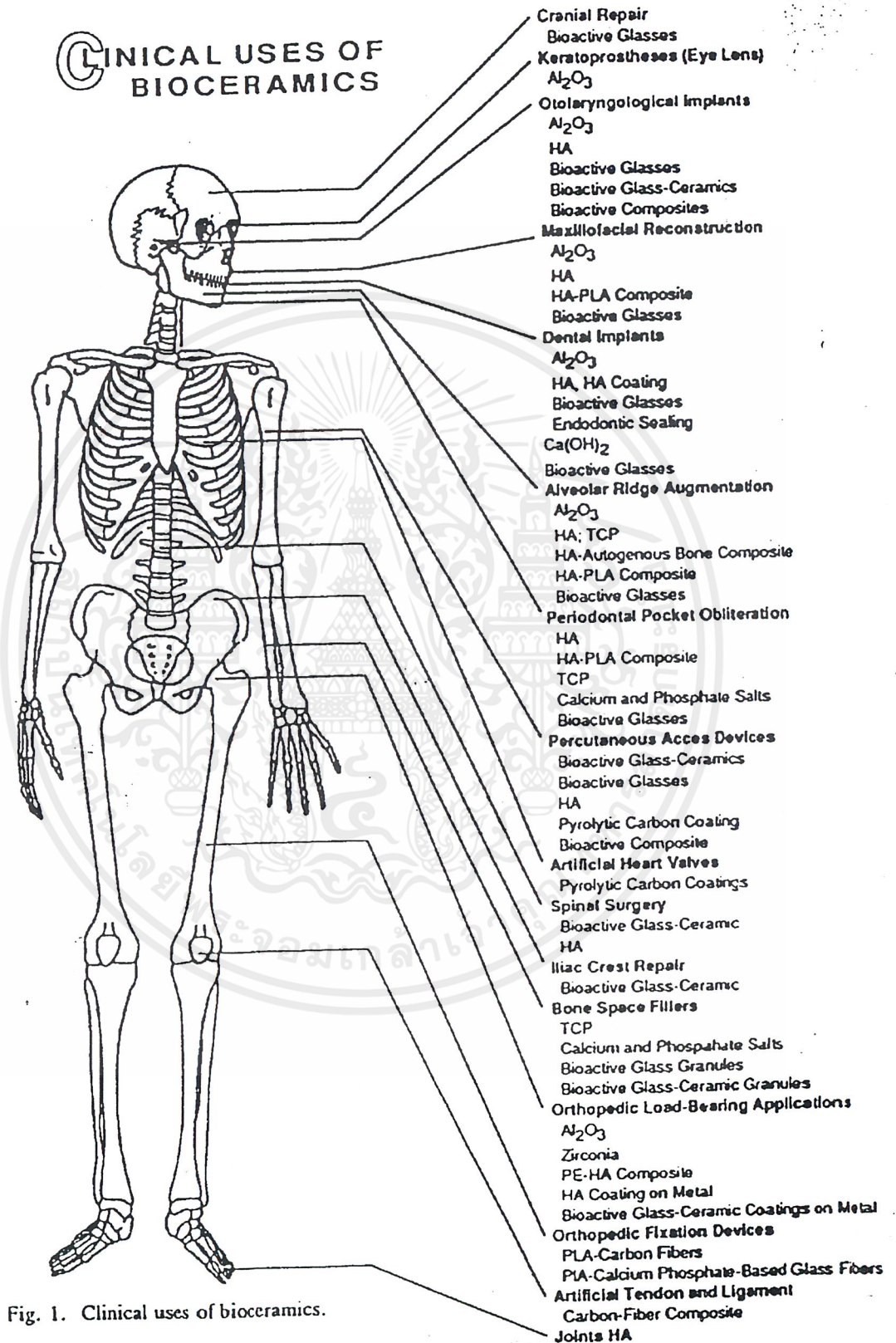


Fig. 1. Clinical uses of bioceramics.

### รูปที่ 2-2 ตัวอย่างการใช้งานวัสดุเซรามิกในร่างกาย [ 7 ]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ [ 7 ]

วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพสามารถแบ่งตามประเภทการตอบสนองของร่างกายและกลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพได้เป็น 4 ประเภท คือ

### 1. เซรามิกส์ค่อนข้างเฉื่อย ( Nearly inert / Bioinert Ceramics )

วัสดุประเภทนี้จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีหรือเปลี่ยนแปลงน้อยมากเมื่ออยู่ภายใต้สภาวะภายในร่างกายเป็นระยะเวลานาน เนื้อเยื่อภายในร่างกายจะสร้างเส้นใยขึ้นห่อหุ้มวัสดุชีวภาพเพื่อป้องกันการสัมผัสโดยตรงระหว่างของวัสดุชีวภาพกับเนื้อเยื่อของร่างกาย เมื่อเส้นใยมีความหนาแน่นมากขึ้นเนื่องมาจากการเคลื่อนที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อ จะทำให้เกิดการเลื่อนหลุดของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพได้

### 2. เซรามิกส์ที่มีรูพรุน ( Porous ceramics )

วัสดุประเภทนี้โดยส่วนใหญ่จะเป็นวัสดุที่มีรูพรุนซึ่งเคลือบผิวด้วยสารประเภทไฮดรอกซี - แอปปาไทต์ วัสดุประเภทนี้จะช่วยลดปัญหาการเลื่อนหลุดภายหลังจากการใช้งานได้โดยจะมีการสร้างกระดูกจากเนื้อเยื่อบริเวณข้างเคียงซึ่งจะเจริญเติบโตเข้าไปในรูพรุนที่พื้นผิวของวัสดุ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวช่วยยึดระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อข้างเคียง การเลือกวัสดุที่นำมาใช้ผลิตเซรามิกส์ประเภทนี้จะต้องเลือกวัสดุที่มีขนาดของรูพรุนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 10 ไมครอน เพื่อให้เส้นเลือดฝอยสามารถเจริญเข้าไปหล่อเลี้ยงเนื้อเยื่อกระดูกในรูพรุนได้ อย่างไรก็ตามถ้ามีการเคลื่อนที่โดยเฉพาะตรงบริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุชีวภาพและเนื้อเยื่อจะทำให้เส้นเลือดฝอยขาด ซึ่งจะทำให้เนื้อเยื่อที่อยู่ในรูพรุนตาย เกิดการอักเสบ และติดเชื่อตามมา

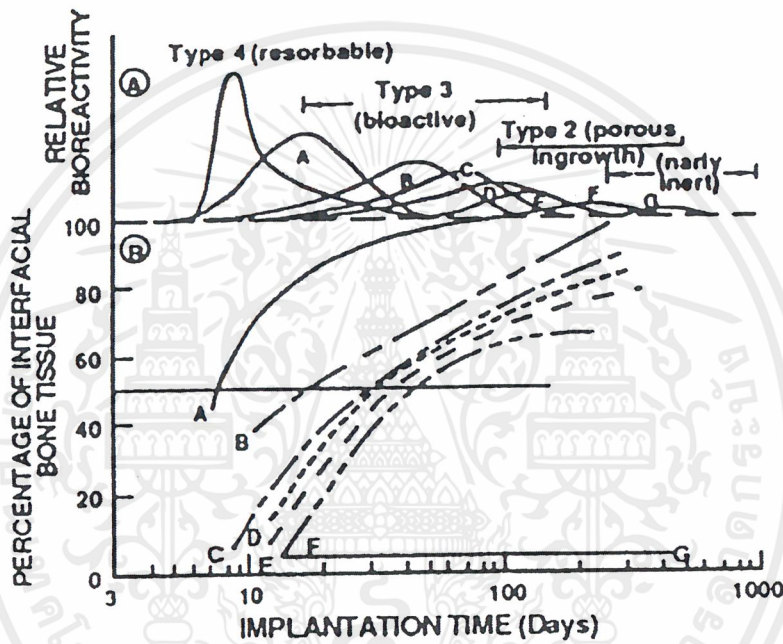
### 3. เซรามิกส์ที่สามารถถูกดูดซับหรือกั้ดเซาะภายใต้สภาวะทางสรีระวิทยา ( Resorbable ceramics )

วัสดุประเภทนี้ถูกออกแบบให้ค่อยๆ เกิดการสลายตัวเมื่ออยู่ใต้สภาวะแวดล้อมทางสรีระวิทยาและจะถูกแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อที่ร่างกายสร้างขึ้นมา การเลือกวัสดุประเภทนี้มีข้อกำหนดที่สำคัญได้แก่ ปริมาณและองค์ประกอบของวัสดุประเภทนี้จะต้องสามารถถูกย่อยสลายด้วยระบบเมตาบอลิซึมของร่างกาย และอัตราการถูกดูดซับของวัสดุจะต้องสอดคล้องกับอัตราการซ่อมแซมของเนื้อเยื่อ โดยสารที่ปลดปล่อยออกมาจะต้องไม่เป็นพิษต่อร่างกายและสามารถถูกกำจัดได้ด้วยระบบของร่างกาย ดังนั้นจึงมีวัสดุเพียงไม่กี่ชนิดที่สามารถครอบคลุมข้อกำหนดทุกข้อได้ และทำให้การออกแบบของวัสดุชนิดนี้มีความยากลำบาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. เซรามิกชีวภาพ ( Bioactive ceramics )

วัสดุประเภทนี้มีสมบัติอยู่กึ่งกลางระหว่างวัสดุที่ค่อนข้างเฉื่อยและวัสดุที่สามารถถูกดูดซับภายใต้สภาวะร่างกาย โดยจะมีลักษณะที่สำคัญคือจะเกิดปฏิกิริยาทางเคมีที่พื้นผิวของวัสดุภายใต้สภาวะทางสรีระทางวิทยาซึ่งจะทำให้เกิดการสร้างพันธะระหว่างวัสดุกับกระดูกหรือเนื้อเยื่อภายในร่างกายทำให้เกิดการเชื่อมต่อระหว่างกระดูกและวัสดุนั้น ดังนั้นจึงช่วยลดปัญหาเรื่องการเลื่อนหลุดที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุได้



รูปที่ 2-3 แสดงความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุเซรามิกชีวภาพทั้ง 4 ชนิด [ 7 ]

โดยที่วัสดุเซรามิกที่ใช้ได้แก่ A - 45S5 Bioglass<sup>®</sup>, B- KGC ceravital<sup>®</sup>, C - 55S4.3 Bioglass<sup>®</sup> D - A / W glass-ceramic<sup>®</sup>, E - HA , F - KGX Ceravital<sup>®</sup>, G - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

2.1.4 การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ [ 6 ]

การประเมินผลของวัสดุชีวภาพโดยทั่วไปมักกระทำใน 2 วิธีด้วยกัน คือ

1. การทดสอบนอกร่างกาย

มีวัตถุประสงค์หลัก 3 ประการ ดังนี้

- สังเกตวิธีการทำงานและประเมินประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพ
- เพื่อบ่งบอกสมรรถภาพของวัสดุชีวภาพภายใต้สภาวะแวดล้อมที่เปลี่ยนไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ประเมินความเชื่อถือได้และความคงทนของวัสดุชีวภาพ

เนื่องจากการใช้งานจริงของวัสดุชีวภาพจะต้องถูกนำไปใช้ในการสัมผัสกับเนื้อเยื่อหรือของเหลวในร่างกาย ซึ่งสภาวะแวดล้อมของร่างกายที่มีความซับซ้อนอาจจะทำให้สมบัติของวัสดุที่ใช้เปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นการทดสอบภายนอกร่างกายจึงมีข้อจำกัดในการนำไปใช้ในการวิเคราะห์และประเมินประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพ ในการศึกษาเพื่อให้ความสมจริงจะต้องออกแบบสภาพในห้องปฏิบัติการให้คล้ายสภาวะแวดล้อมในร่างกายให้มากที่สุด เช่น การทดสอบโดยใช้ของเหลวที่มีองค์ประกอบคล้ายกับพลาสมาหรือเลือด

2. การทดสอบภายในร่างกาย แบ่งได้เป็น 4 ขั้นตอนหลักๆ ดังนี้

2.1 การประเมินในสัตว์ทดลองที่สุขภาพดี

วิธีการทดสอบนี้จะทำโดยการผ่าตัดใส่วัสดุชีวภาพเข้าไปในร่างกายของสัตว์ทดลองที่มีสุขภาพดี โดยจะต้องประเมินการใช้งานในตำแหน่งที่ใกล้เคียงกับความเป็นจริงในร่างกายมากที่สุด การศึกษาวิธีนี้จะมีข้อจำกัดคือ วงจรชีวิตและอายุขัยของสัตว์ทดลองจะแตกต่างจากมนุษย์ ซึ่งจะเป็นตัวจำกัดผลการศึกษาเมื่อคำนึงถึงการไปฝังในตัวมนุษย์อย่างถาวร

2.2 การประเมินในสัตว์ทดลองที่เป็นโรค

การประเมินประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพในสัตว์ทดลองที่สุขภาพดีจะให้ผลแตกต่างจากสัตว์ทดลองที่เป็นโรค เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างวัสดุทางชีวภาพกับอวัยวะข้างเคียงที่เป็นโรคจะแตกต่างจากปฏิกิริยาระหว่างวัสดุกับอวัยวะสุขภาพดี ดังนั้นการทดลองในสัตว์สุขภาพดีไม่สามารถประเมินผลการทดลองเนื่องจากผลของอาการป่วยต่อประสิทธิภาพของวัสดุในสัตว์ทดลองได้ ดังนั้นจึงต้องทำการทดลองในสัตว์ทดลองที่เป็นโรค

2.3 การศึกษาจากกลุ่มผู้ป่วยในทางคลินิก

ขั้นตอนนี้เป็นการทดลองในมนุษย์เพื่อตรวจสอบความปลอดภัยของวัสดุชีวภาพ รวมทั้งศึกษาถึงภาวะโรคแทรกซ้อนที่เกิดจากการใช้วัสดุชีวภาพ ถ้าการศึกษาที่ผ่านมาได้จะต้องไปถึงขั้นการทดลองจริงในผู้ป่วยเพื่อประเมินประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพนั้น

2.4 การใช้ทางคลินิกทั่วไป

วัสดุชีวภาพที่ผ่านการทดสอบต่าง ๆ จะต้องผ่านการรับรองโดยองค์กรที่ทำหน้าที่ควบคุมก่อนนำไปใช้กับผู้ป่วยและใช้ในทางการแพทย์ต่อไป

ในการทดสอบภายในร่างกายจะมีข้อได้เปรียบมากกว่าการทดสอบภายนอกร่างกาย คือสภาวะที่ใช้ในการทดลองเป็นสภาวะจริงที่พบในสิ่งมีชีวิต ทำให้ผลการทดสอบที่ได้มีความถูกต้องมากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.2 แคลเซียมทิตาเนต

### 2.2.1 สมบัติของแคลเซียมทิตาเนต (CaTiO<sub>3</sub>) [ 11 ]

#### ข้อมูลทั่วไปของแคลเซียมทิตาเนต

|                       |   |
|-----------------------|---|
| โครงสร้างทางเคมี      | CaTiO <sub>3</sub>  |
| องค์ประกอบทางเคมี     | มวลโมเลกุล = 135.96<br>แคลเซียม 29.48 %wt<br>ทิตาเนียม 35.22 %wt<br>ออกซิเจน 35.30%wt<br>แคลเซียมออกไซด์ ( CaO ) 41.25 %wt<br>ทิตาเนียมไดออกไซด์ ( TiO <sub>2</sub> ) 58.75 %wt |
| แหล่งที่พบตามธรรมชาติ | โดยทั่วไปพบในทัลล ( talc ) , หินเซอร์เพนไทน์ ( serpentine )   |

#### สมบัติทางกายภาพของแคลเซียมทิตาเนต

|                               |  |
|-------------------------------|--|
| สี                            | ดำ , น้ำตาลแดง , เหลืองอ่อน , ส้มแดง   |
| ความหนาแน่น                   | 4.02 กรัม / ลบ.ซม.                     |
| ลักษณะการส่องผ่านของแสง       | โปร่งแสง – กึ่งโปร่งแสง – ทึบแสง       |
| ลักษณะการแตกร้าว ( Fracture ) | รูปเส้นลายหอย ( Conchoidal )           |
| การเรืองแสง                   | ไม่มี                                  |
| ความแข็ง                      | 5.5 ( knife blade )                    |
| ความเป็นมันเงา                | ค่อนข้างที่จะเป็นโลหะ ( Sub metallic ) |

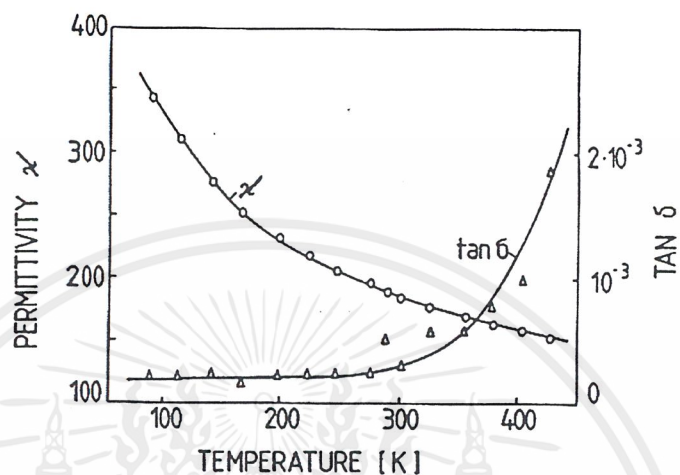
#### สมบัติทางเคมีของแคลเซียมทิตาเนต

|             |   |
|-------------|---|
| จุดหลอมเหลว | 1980 °C   |
| การละลาย    | ละลายได้ดีใน HF ที่เย็นแต่ไม่ละลายใน H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> |
| การลุกติดไฟ | ที่ 1343 – 1371 °C  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### สมบัติทางไฟฟ้าของแคลเซียมทิตาเนต [12]

- ที่อุณหภูมิห้องแคลเซียมทิตาเนตมี relative electric permittivity ประมาณ 180 และ  $\tan \delta = 3 \times 10^{-4}$  (ที่ 1 kHz) ดังแสดงในรูปที่ 2-4



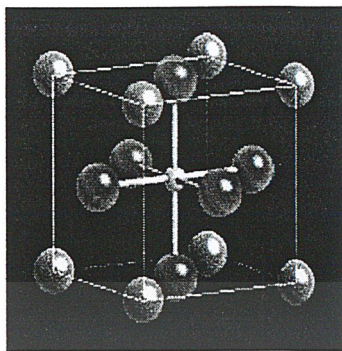
รูปที่ 2-4 . กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง relative electric permittivity และ loss tangent ที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ [ 12 ]

- แคลเซียมทิตาเนตเป็นวัสดุ high-dielectric เมื่อทำการทดสอบที่ 1 kHz และ 1 MHz พบว่ามีค่า

|                               |                |
|-------------------------------|----------------|
| dielectric constants          | ช่วง 150 -175  |
| power factor                  | น้อยกว่า 0.07% |
| ค่าสัมประสิทธิ์ความร้อนเชิงลบ | 1400 ppm / °C  |

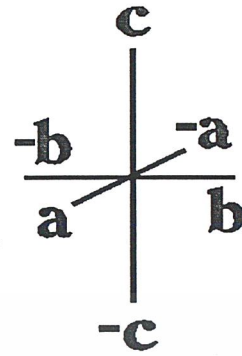
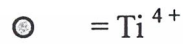
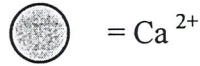
#### 2.2.2 โครงสร้างของแคลเซียมทิตาเนต

$\text{CaTiO}_3$  ที่เกิดจากรวมชาติจะจัดอยู่ในกลุ่มแร่ธาตุที่มีชื่อเรียกว่า Perovskite ซึ่งชื่อนี้หมายรวมถึงโครงสร้างของสารประกอบที่อยู่ในรูป  $\text{ABO}_3$  โดยสารประกอบประเภทนี้ที่อุณหภูมิห้องจะมีโครงสร้างผลึกอยู่ในรูป orthorhombic ดังแสดงในรูปที่ 2-5



(ก)

โดยที่



(ข)



(ค)

รูปที่ 2-5 โครงสร้างผลึกของ  $\text{CaTiO}_3$ 

(ก), (ค) โครงสร้างผลึกรูป orthorhombic [ 13 ]

(ข) แสดงทิศทางของแกนต่าง ๆ [ 11 ]

มิติของเซลล์ ( Cell dimension ) ดังแสดงทิศทางในรูปที่ 2-5 ( ข )

$$a \text{ ( alpha ) } = 4.950 \text{ \AA}$$

$$b \text{ ( beta ) } = 6.914 \text{ \AA}$$

$$c \text{ ( gamma ) } = 4.810 \text{ \AA}$$

สัดส่วนของแกน ( Axial ratio )

$$A : B : C = 0.7131 : 1 : 0.6956$$

$$( A = a/b , B = b/b , C = c/b )$$

จำนวนอนุภาคต่อหน่วยเซลล์

4

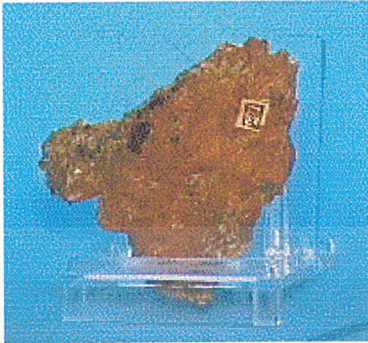
( Formular units per cell )

ปริมาตรต่อหน่วยเซลล์ ( V )

$$163.99 \text{ \AA}^3 \text{ ( V = abc )}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

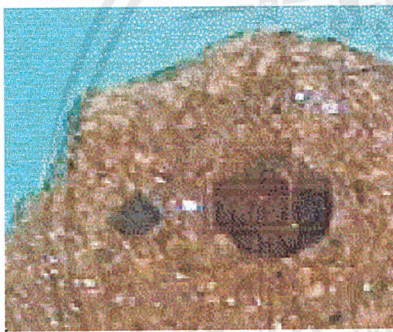
ส่วนที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติส่วนใหญ่จะมีสีเหลือง สีน้ำตาล และสีเทา ดังแสดงรูปที่ 2-6



(ก.)



(ข.)



(ง.)



(ง.)

รูปที่ 2-6 แสดง  $\text{CaTiO}_3$  และ  $\text{TiO}_2$  ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ

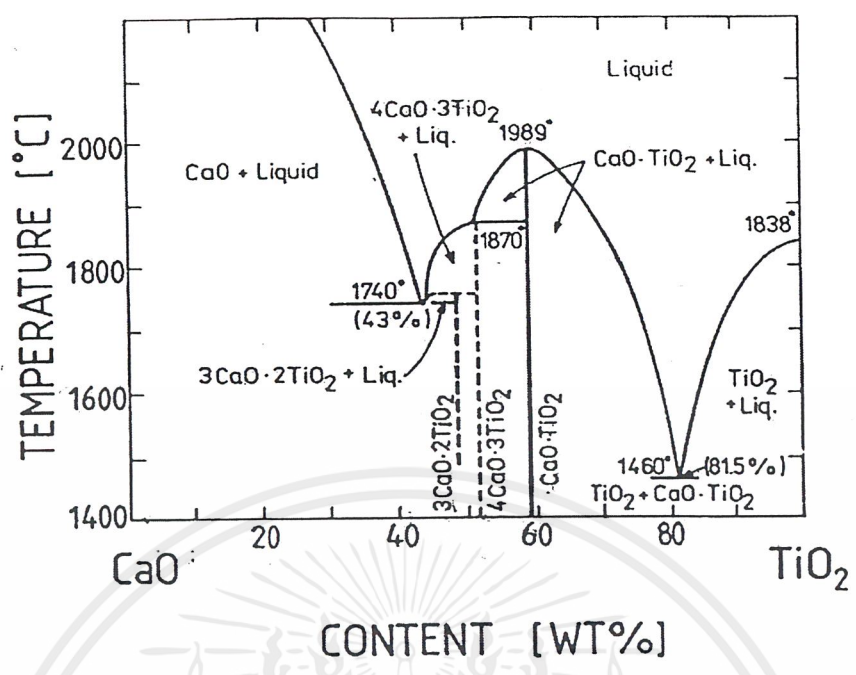
ก.  $\text{CaTiO}_3$  จากธรรมชาติ ข.  $\text{TiO}_2$  จากธรรมชาติ

ค.  $\text{TiO}_2$  จากธรรมชาติชนิด rutile

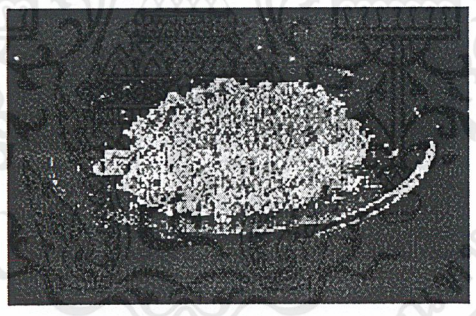
ง.  $\text{TiO}_2$  จากธรรมชาติชนิด brookite

แคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์จะมีส่วนประกอบทางเคมีดังนี้  $\text{CaO} = 41.24 \text{ \%wt}$  และ  $\text{TiO}_2 = 58.76 \text{ \%wt}$  ซึ่งจะแสดงแผนภาพวิภูภาค ( phase diagram ) ดังรูปที่ 2-7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-7 เฟสไดอะแกรมของ CaO และ TiO<sub>2</sub> [10]



รูปที่ 2-8 ลักษณะ CaTiO<sub>3</sub> ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นจะมีสีขาว

### 2.2.2 การประยุกต์ใช้งาน CaTiO<sub>3</sub> ในปัจจุบัน

แคลเซียมทิตาเนตเป็นที่รู้จักดีในด้านของวัสดุพื้นฐานประเภทเฟอร์โรอิเล็กทริกเซรามิกส์ (ferroelectric ceramics) สารประเภทนี้ถูกใช้ทางด้านการตรวจวัดความร้อนในอุปกรณ์ด้านกระแสในวงจรไฟฟ้า เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์ความร้อนเป็นลบ และยังเป็นวัสดุที่ทนต่อสารละลายที่ว่องไวในการกักความร้อนอีกด้วย

## 2.3 การสังเคราะห์วัสดุทึบเซรามิกส์ประเภทสารประกอบออกไซด์ผสม [ 12 ]

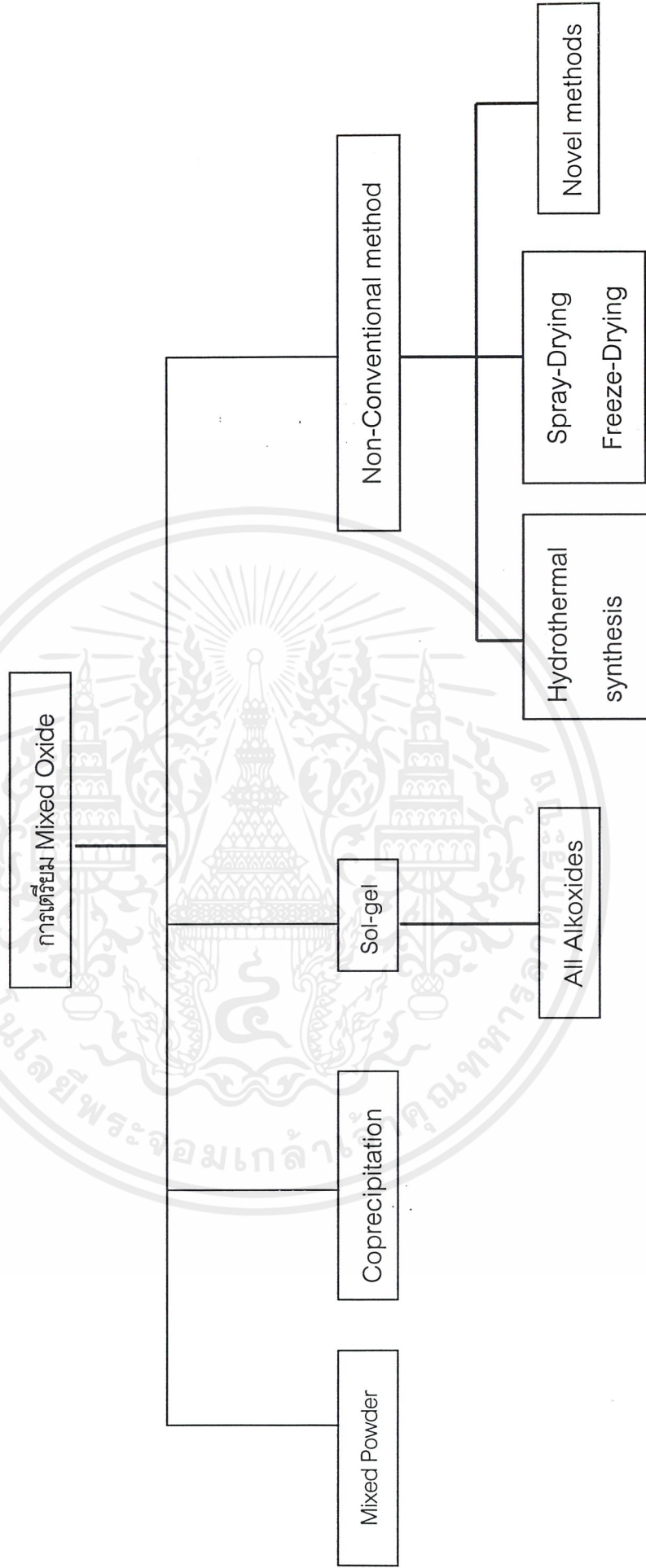
การศึกษาวิจัยเกี่ยวกับวัสดุเซรามิกส์ขั้นสูง ( Advance ceramic ) แต่เดิมอยู่บนพื้นฐานความรู้ด้านฟิสิกส์ประยุกต์ เช่น ฟิสิกส์พื้นผิว ( Surface physics ) และ กลศาสตร์จุลภาค ( Micromechanics ) เป็นต้น แต่ในช่วงหลายสิบปีที่ผ่านมาได้มีการนำความรู้ทางเคมี เช่น เคมีพื้นผิว ( Surface chemistry ) เคมีอินทรีย์ ( Organic chemistry ) และเคมีอนินทรีย์ ( Inorganic chemistry ) มาประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุทึบเซรามิกส์เพื่อนำไปใช้สำหรับงานเฉพาะทางมากขึ้น เช่น งานเซรามิกส์ทางด้านโครงสร้าง ( Structural Ceramics ) งานเซรามิกส์ทางด้านไฟฟ้า ( Electrical Ceramics ) และงานเซรามิกส์ทางด้านแสง ( Optical ceramics ) เป็นต้น

ผงเซรามิกส์มักจะสังเคราะห์อยู่ในรูปของผสมของสารประกอบโลหะออกไซด์ ( Mixed Metal Oxide ) ซึ่งจัดเป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่ประกอบไปด้วยโลหะแคตไอออนและออกซิเจน แอนไอออน

เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ผสมมีอยู่หลายเทคนิคดังแสดงในรูปที่ 2-9 ได้แก่

1. การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์โดยวิธีบดผสมเชิงกล ( Mechanical Mixing )
2. การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์โดยวิธีตกตะกอนร่วม ( Coprecipitation )
3. การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์โดยวิธีโซลเจล ( Sol-gel synthesis )
4. การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์โดยวิธีพิเศษ ( Non-Conventional method )

รูปที่ 2-9 สรุปวิธีที่ใช้ในการเตรียม Mixed Oxide [ 14 ]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.1 การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์ด้วยวิธีบดผสมเชิงกล ( Mechanical Mixing )

ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสมด้วยเทคนิคนี้จะนำเอาสารตั้งต้น ( Starting Materials ) ซึ่งเป็นของแข็งมาบดเข้าด้วยกันโดยใช้ลูกบอล ( Ball Mill ) ซึ่งจะทำให้ได้อนุภาคของสารที่ได้ค่อนข้างใหญ่โดยมีขนาดอนุภาคมากกว่า 1 ไมครอน ส่งผลทำให้คุณภาพของสารประกอบออกไซด์ผสมที่ได้มีความบริสุทธิ์ ( Purity ) และความเป็นเนื้อเดียวกัน ( Homogeneity ) ของสารน้อย เนื่องจากเกิดการกระจายตัวของอนุภาคไม่สม่ำเสมอทั่วถึงกัน

หลังจากได้ส่วนที่เป็นสารประกอบออกไซด์ผสมจากการบดแล้ว นำเอาส่วนผสมที่ได้ไปผ่านการเผา ( Calcination ) ที่อุณหภูมิสูงประมาณ 1,000 -1,500 °C ก็จะได้ผงเซรามิกส์ออกมา

### 2.3.2 การเตรียมผงเซรามิกส์จากการตกตะกอนร่วม ( Coprecipitation )

เทคนิคการตกตะกอนร่วม ( Coprecipitation ) จากสารละลายเป็นวิธีดั้งเดิมที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสม ( Mixed Oxide ) วิธีนี้ประกอบด้วยสารละลายที่มีแคตไอออนของสารที่ต้องการตกตะกอน นำไปผสมกับสารละลายอื่นๆที่มีสารที่ใช้ในการตกตะกอน ( Precipitating agent ) ทำให้เกิดการตกตะกอนร่วมของสารประกอบออกไซด์ที่ต้องการขึ้น สารละลายที่ผ่านการตกตะกอนแล้วสามารถนำไปแยกได้โดยการกรอง ( Filtration ) และนำไปทำแห้งโดยการอบ ตัวแปรที่มีผลต่อการควบคุมสมบัติของสารประกอบออกไซด์ผสมที่ได้ คือ ค่าความเป็นกรดต่าง ( pH ) อัตราการปั่นกวน ( Mixing rate ) อุณหภูมิ ( Temperature ) และความเข้มข้น ( Concentration )

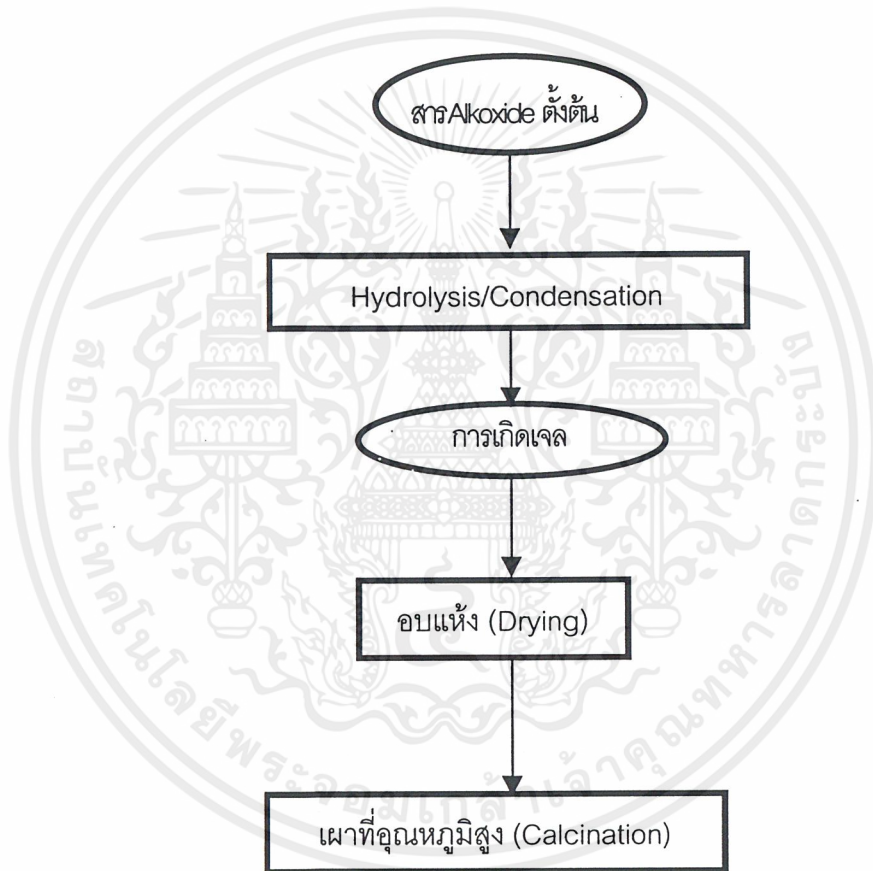
เทคนิคการเตรียมผงเซรามิกส์นี้สามารถควบคุมองค์ประกอบทางเคมี ( Chemical Composition ) ความบริสุทธิ์ ( Purity ) และลักษณะโครงสร้าง ( Morphology ) ของสารผลิตภัณฑ์ได้ดี อย่างไรก็ตามอัตราเร็วในการตกตะกอนของสารประกอบออกไซด์แต่ละชนิดก็จะแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับองค์ประกอบภายในของสารแต่ละชนิด ซึ่งอาจส่งผลต่อความสามารถในการเข้าเป็นเนื้อเดียวกันได้

การทำให้ผงเซรามิกส์ที่ได้มีความบริสุทธิ์มากขึ้นสามารถทำได้โดยเผาผงเซรามิกส์ได้ที่อุณหภูมิประมาณ 550 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อทำการไล่สารประกอบอินทรีย์อื่นๆที่อาจปนเข้ามาได้เนื่องจากการเติมน้ำหรือจากสารละลายตั้งต้น

### 2.3.3 การเตรียมผงเซรามิกส์ด้วยวิธีโซล-เจล ( Sol-gel synthesis ) [ 15 ]

เทคนิคนี้เป็นการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ผสมซึ่งมีลักษณะเป็นวัฏภาคอสัณฐาน ( Amorphous phase ) จากสารละลายตั้งต้นเมื่อผ่านกระบวนการไล่น้ำออกที่อุณหภูมิต่ำ

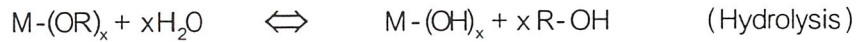
ข้อดีของวิธีการนี้คือ จะทำให้ได้ผงเซรามิกส์ที่มีความบริสุทธิ์สูง สามารถควบคุมองค์ประกอบของสารประกอบออกไซด์ผสมได้ดี อุปกรณ์ที่ใช้เป็นเครื่องแก้วที่ราคาไม่แพงและสารตั้งต้นสามารถผสมเข้ากันได้ในระดับโมเลกุล ซึ่งส่งผลให้ได้ผงเซรามิกส์ที่มีองค์ประกอบสม่ำเสมอ ขั้นตอนหลักๆในการเตรียมผงเซรามิกส์โดยวิธีโซล-เจล ดังแสดงในรูปที่ 2-10



รูปที่ 2-10 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ผงเซรามิกส์ด้วยวิธี โซล-เจล

การเตรียมโดยวิธีโซล – เจล ( Sol-gel ) นี้เริ่มจากการเตรียมสารละลายตั้งต้นจากสารประกอบประเภทอัลคอกไซด์ ( Alkoxide ) ในตัวทำละลายที่เหมาะสมซึ่งส่วนใหญ่มักจะเป็นพวกอัลกอฮอล์ จากนั้นปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ตามด้วยปฏิกิริยาการรวมตัว (Condensation) ดังสมการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



โดย M คือ โลหะที่มีวาเลนซ์เท่ากับ X

R คือ หมู่อัลคิล (alkyl) หรือ เอริล (aryl)

สารประกอบอัลคอกไซด์ที่ใช้ อาจจะมีมากกว่า 1 ชนิดก็ได้ขึ้นกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการว่าเป็นแบบองค์ประกอบเดี่ยว เช่น  $Al_2O_3$  หรือ องค์ประกอบเชิงซ้อน เช่น  $CaTiO_3$  ( $CaO$  และ  $TiO_2$ ) นอกจากนี้เรายังสามารถเติมเกลือของโลหะ (Metal salt) เช่น ไนเตรต ซัลเฟต หรืออะซิเตต เพื่อเพิ่มธาตุองค์ประกอบในเซรามิกส์ได้อีกด้วย

ปฏิกิริยารวมตัวจะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ทำให้เกิดเป็นสารที่มีโมเลกุลใหญ่ขึ้น (Oligomers) เกิดกิ่งก้านสาขา (Branching) และเกิดการเชื่อมโยง (Crosslinking) เป็นโครงสร้าง 3 มิติซึ่งจะได้สารที่มีลักษณะเป็นโซล (Sol) และ เจล (Gel) ตามลำดับ จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะทำให้ได้สารผลิตภัณฑ์ที่ขึ้นรวมด้วย สารผลิตภัณฑ์อื่นมักจะเป็นพวกอะลิฟาติกแอลกอฮอล์ (Aliphatic alcohol) ซึ่งเราสามารถขจัดออกโดยการนำไประเหย แต่สารผลิตภัณฑ์ที่เป็นพวกซิลิกอน และฟอสฟอรัสอัลคอกไซด์จะยากแก่การระเหย

โซล (Sol) จะอยู่ในรูปอนุภาคของแข็งที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 นาโนเมตรที่กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของเหลว หลังจากนั้นทำให้อนุภาคแน่นขึ้นและมีการเปลี่ยนวัฏภาคเป็น เจล (Gel) ซึ่งจะมีลักษณะเป็นของแข็งที่อยู่ในรูปโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่ขึ้นซึ่งอยู่ในวัฏภาคที่เป็นของเหลว ลำดับการเกิดในแต่ละวัฏภาคดังแสดงในรูปที่ 2-11, 2-12

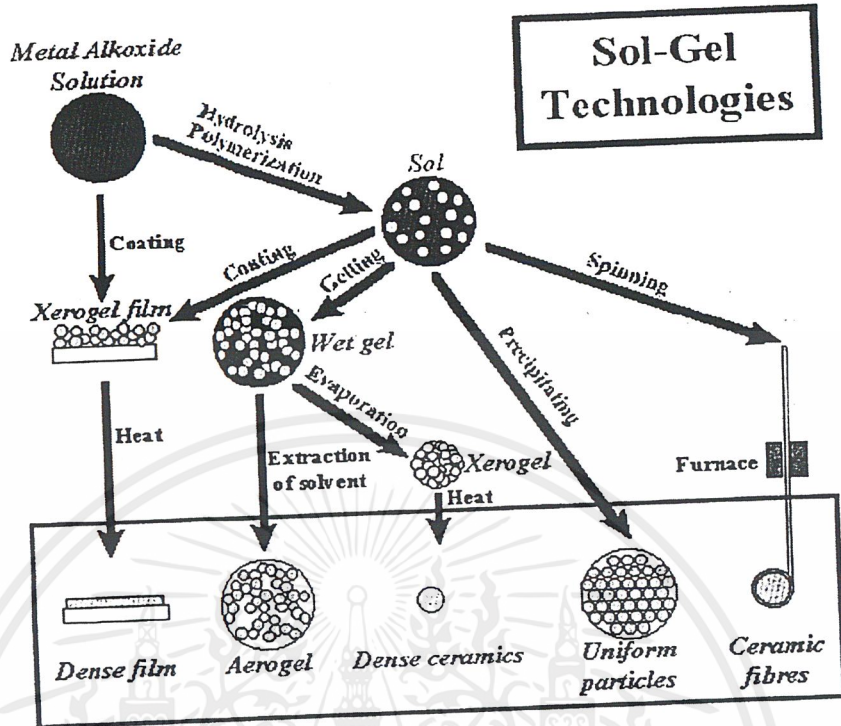
อัลคอกไซด์ที่ได้เมื่อนำไประเหยแล้วเราสามารถนำมาทำให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นโดยนำไปกลั่น (Distillation) ซึ่งจะส่งผลให้ได้อัลคอกไซด์ที่มีสมบัติดียิ่งขึ้น หลังจากนั้นนำไปอบแห้งและทำการเผาที่อุณหภูมิสูงก็จะได้เป็นเซรามิกส์ที่มีลักษณะเป็นผงออกมา โดยความร้อนที่ใช้ในการเผาจะต่ำกว่าเทคนิคอื่นๆ

#### 2.3.4 การเตรียมเซรามิกส์โดยวิธีพิเศษ (Non-Conventional method)

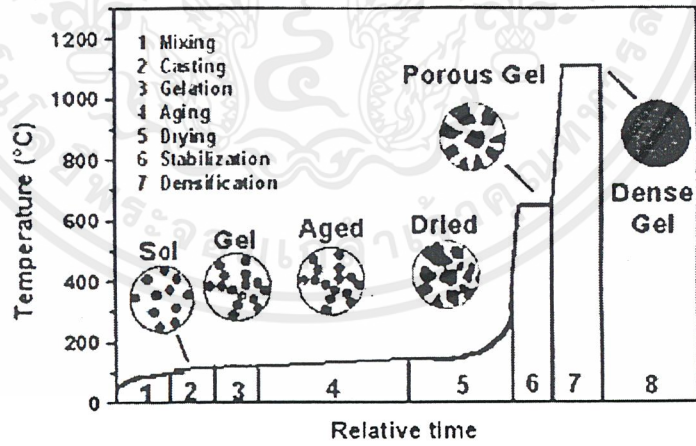
เป็นเทคนิคที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสมที่ต่างจาก 3 เทคนิคแรก โดยเทคนิคนี้จะเป็นเทคนิคที่ใช้กันมากในอุตสาหกรรม ได้แก่

1. Hydrothermal synthesis
2. Spray and Freeze drying
3. Novel method

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-11 เทคนิคในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล (Sol-gel) [ 15 ]



Gel glass process sequence

รูปที่ 2-12 ลำดับของการเกิดวิภูภาคต่างๆ ในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล (Sol-gel) [ 15 ]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2-6 ตารางเปรียบเทียบวิธีที่ใช้ในการเตรียม Mixed Oxide [ 14 ]

|                                  | Mixed powder    | Coprecipitation | Sol-gel          | Hydrothermal | Spray and Freeze drying |
|----------------------------------|-----------------|-----------------|------------------|--------------|-------------------------|
| Size particle (nm)               | > 1000          | >10             | >10              | >100         | > 10                    |
| Homogeneity                      | poor            | good            | Very good        | Very good    | Very good               |
| Purity                           | poor            | Very good       | Excellent        | Very good    | Excellent               |
| Temperature of calcinations (°C) | > 1000          | 500-1000        | 500-1000         | 80-374       | > 150                   |
| Agglomeration                    | Moderate        | High            | Moderate         | Low          | Low                     |
| Cost                             | Low to moderate | Moderate        | Moderate to high | Moderate     | Moderate to high        |

### 2.3.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้แคลเซียมทิตานเนต

จากงานวิจัยของ Myung Jin Kim และ Egon Matijevic [16] ได้ทำการเตรียมแคลเซียมทิตานเนตที่มีขนาดรูพรุนระดับไมครอนโดยใช้ปฏิกิริยาแทนที่ระหว่างสารละลาย peroxotitanium และสารละลาย NTA stock ( $\text{Na}_2\text{HNTA}$ ) ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็น Calcium Titanium Peroxohydroxide หลังจากนั้นนำผงแคลเซียมทิตานเนตที่สังเคราะห์ได้ไปเผาในเตาเผาแบบท่อ และทำการวิเคราะห์ผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้ด้วยเทคนิค DTA TGA และ XRD จากผลการวิเคราะห์พบว่าของแข็งที่เตรียมได้มีสัดส่วนโดยโมลของ Ca/Ti เป็น 0.33 จากกราฟ DTA ดังแสดงในรูปที่ 2-13a พบว่ามีพีคการดูดกลืนความร้อน (endothermic peak) ที่อุณหภูมิน้อยกว่า  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  และจากกราฟ TGA ดังแสดงในรูป 2-13b จะแสดงถึงปริมาณของน้ำหนักที่หายไป และพีคการคายความร้อน (exothermic peak) ซึ่งเกิดที่อุณหภูมิประมาณ  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  จากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะแสดงถึงการเปลี่ยนแปลงสถานะจากผงที่เป็นอสัณฐานไปเป็นของผลสมระหว่างผลึกแคลเซียมทิตานเนตและทิตานเนตดังแสดงในรูปที่ 2-14

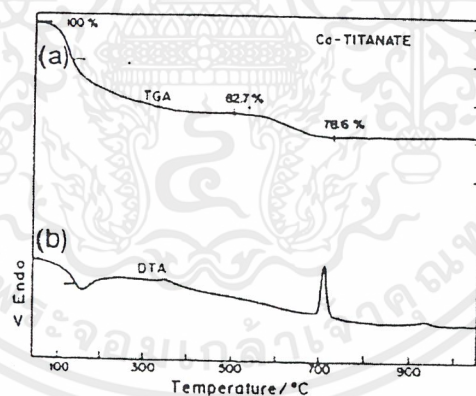
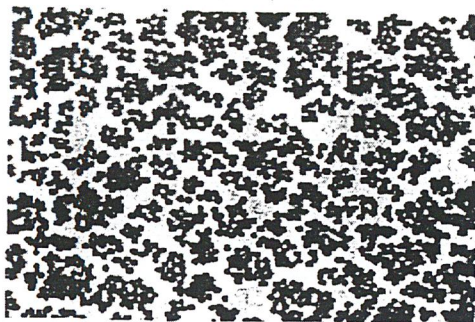


Fig. 2. TGA (a) and DTA (b) for the sample shown in Fig. 1(B).

รูปที่ 2-13 การวิเคราะห์ด้วย (a)TGA  
(b) DTA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-14 Uniform Submicrometer Particles of Calcium Titanate

จากงานวิจัยของ S.Kaciulis และคณะ [1] ได้ทำการวิเคราะห์พื้นผิวของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เคลือบบนโลหะทิตาเนียมซึ่งวัสดุนี้มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ ในการเคลือบผิวด้วยวิธีจุ่ม ( Dip coating method ) ทำโดยจะเคลือบผิวโลหะทิตาเนียมด้วยทิตาเนีย (  $TiO_2$  ) หรือ แคลเซียมทิตาเนต (  $CaTiO_3$  ) ก่อนเคลือบด้วยไฮดรอกซีแอปพาไทต์ เพื่อเพิ่มการยึดติดระหว่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์บนโลหะทิตาเนียม

ในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาเปรียบเทียบระหว่างการเคลือบผิวด้วยทิตาเนีย (  $TiO_2$  ) หรือ แคลเซียมทิตาเนต (  $CaTiO_3$  ) ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยเทคนิคโซล-เจล ( Sol-gel ) กับการเคลือบผิวโดยเทคนิค plasma spray ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้ในทางการค้าทั่วไป

ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบการเตรียมทิตาเนียและไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่ใช้ในการเคลือบผิวโลหะทิตาเนียมที่ใช้เทคนิคโซล-เจล ( Sol-gel ) กับเทคนิค plasma spray จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Scanning Auger microscopy ( SAM ) และ Scanning Electron microscopy ( SEM ) พบว่าการเตรียมโดยใช้เทคนิคโซล-เจล ( Sol-gel ) จะมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่า สารที่เตรียมได้สะอาดกว่าและมีการปนเปื้อนน้อยกว่าการเตรียมโดยใช้เทคนิค plasma spray

งานวิจัยของ Ping Zhou และ Masaru Akou [2] ได้ทำการเคลือบผิวโลหะทิตาเนียมแบบสองชั้นด้วยแคลเซียมทิตาเนต (  $CaTiO_3$  ) และ ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ( HA ) โดยใช้กระบวนการสลายตัวทางความร้อน ( thermal decomposition ) วิธีการเคลือบผิวด้วยกระบวนการสลายตัวทางความร้อน เริ่มโดยใช้สารละลายเคลือบลงบนพื้นผิวของโลหะทิตาเนียมและทำการเผาที่อุณหภูมิสูง ( Sintering ) โดยชั้นแรกจะเคลือบด้วยแคลเซียม - ทิตาเนต (  $CaTiO_3$  ) แล้วเผาที่  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  ชั้นบนสุดเคลือบด้วยไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ( HA ) แล้วเผาที่  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของชั้นเคลือบพบว่าจะมีสัดส่วนโดยโมลของแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสเป็น 1.65 ซึ่งจะมีค่าใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของไฮดรอกซีแอปาทาइटซึ่งมีสัดส่วนโดยโมลของแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสเท่ากับ 1.67

จากการตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD และ IR พบว่าผิวเคลือบจะประกอบด้วยไฮดรอกซีแอปาทาइटที่มีคาร์บอนเนตเป็นองค์ประกอบ ( Carbonated Hydroxyapatite ) และแคลเซียมทิตาเนต โดยผิวเคลือบมีความหนาประมาณ 4 ไมครอน ผิวด้านในมีขนาดของรูพรุนในช่วง 50 – 200 ไมครอน

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy ( SEM ) พบว่าพื้นผิวของโลหะทิทาเนียมก่อนทำการเคลือบจะมีพื้นผิวที่เรียบ แต่หลังจากทำการเคลือบผิวที่พื้นผิวของโลหะทิทาเนียมจะขรุขระมากกว่าก่อนทำการเคลือบ

ดังนั้นเมื่อทำการเปรียบเทียบวิธีการเคลือบผิวไฮดรอกซีแอปาทาइटแบบสองชั้นโดยใช้กระบวนการสลายตัวทางความร้อนกับวิธีที่ใช้ทั่วไป พบว่าวิธีการเคลือบผิวสองชั้นจะช่วยลดปริมาณการใช้ไฮดรอกซีแอปาทาइटและผิวของไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ได้จะมีความเสถียรมากกว่า เพราะมีชั้นของแคลเซียมทิตาเนตเป็นตัวช่วยยึดระหว่างชั้นของไฮดรอกซีแอปาทาइटกับซับสเตรทซึ่งเป็นโลหะทิทาเนียม

## บทที่ 3

### การวิจัยและการดำเนินงาน

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เตตระไอโซโพรพิลออร์โทไททาเนต ( Tetraisopropyl orthotitanate,  $C_{12}H_{28}O_4Ti$  )
2. แคลเซียมไนเตรต.เตตระไฮเดรต ( Calcium nitrate tetrahydrate,  $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  )
3. ไอโซโพรพานอล ( Isopropanol,  $C_3H_7OH$  )
4. แอมโมเนียไฮดรอกไซด์ ( Ammonia hydroxide,  $NH_4OH$  )
5. สารละลาย SBF ( Simulated body fluid )
6. กรดบอริก ( Boric acid,  $H_3BO_3$  )
7. แคลเซียมคลอไรด์ ( Calcium Chloride anhydrous,  $CaCl_2 \cdot anh$  )
8. น้ำกลั่น

#### 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
2. บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
3. บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
4. ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร
5. ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
6. ปีเปตขนาด 1 มิลลิลิตร
7. แท่งแม่เหล็ก ( Magnetic bar )
8. แท่งแก้ว
9. ช้อนตักสาร
10. ขวดพลาสติก
11. บีกเกอร์พลาสติก
12. หลอดหยด
13. กระจกนาฬิกา
14. ซิลิกาครุชชีเบล
15. ปอร์ซเลนครุชชีเบล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

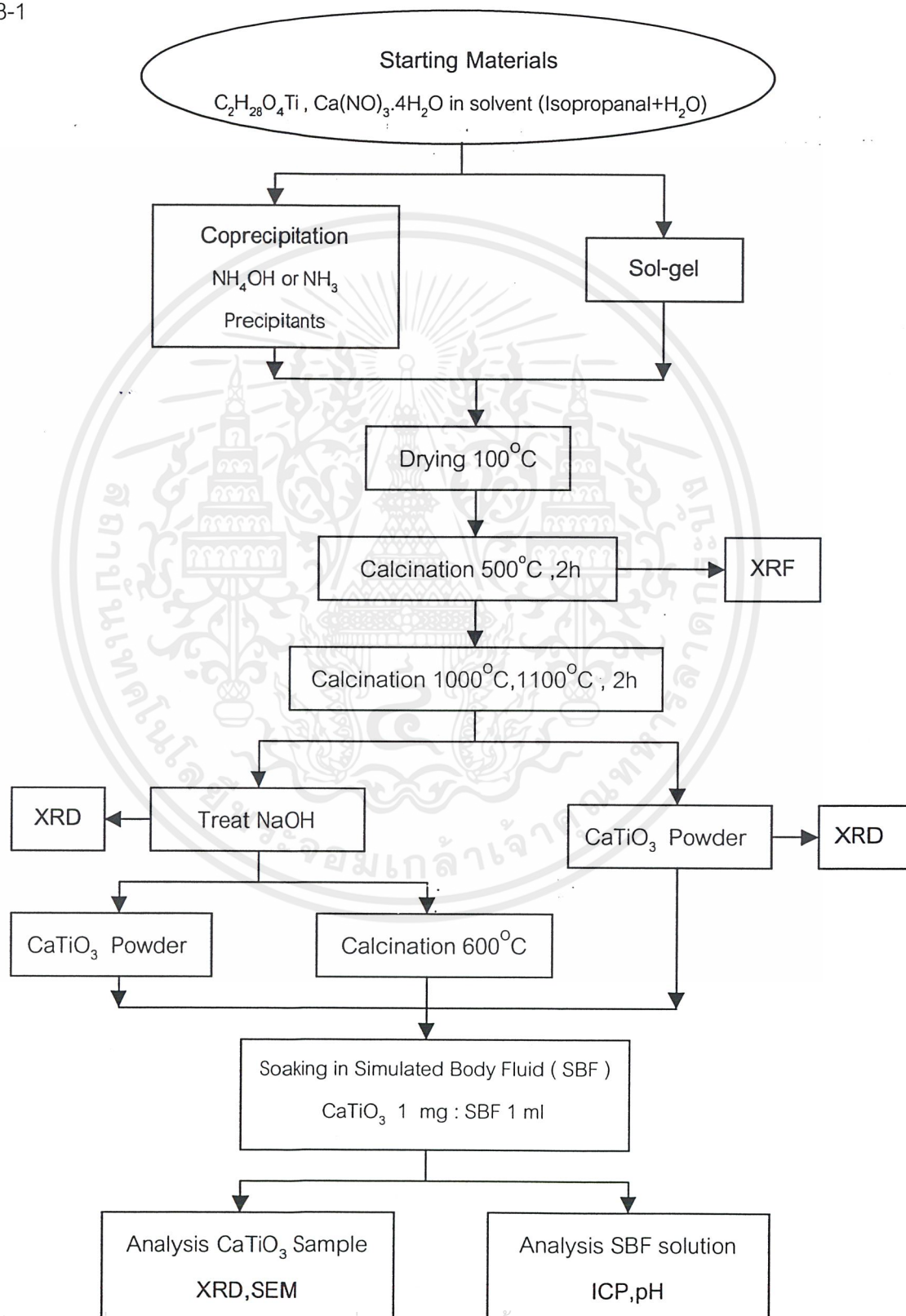
16. โกร่งบดสาร
17. ขวดรูปชมพู่
18. Hot plate
19. กระจกน้ำกลั่น
20. ชามระเหย
21. Ultrasonic bath
22. เครื่องกรองสุญญากาศ
23. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF
24. เต้าเผา
25. เครื่องผสม ( Rock Labs ) บริษัท HERZOG รุ่น TP 60/20
26. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
27. ตู้อบสาร
28. เครื่องเขย่า ( Centrifuge ) ยี่ห้อ Sanyo รุ่น Centaur 2
29. เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์เปกโตรสโคปี ( X-ray Fluorescence Spectroscopy ,XRF ) บริษัท Bruker AXS GMBH รุ่น SRS 3400
30. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ( X-ray Diffraction,XRD ) บริษัท Bruker AXS GMBH รุ่น D8 Advance
31. Inductively Coupled Plasma Atomic emission Spectroscopy ( ICP ) บริษัท Perkin รุ่น Optima 3000
32. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด ( Scanning Electron Microscope,SEM ) บริษัท JEOL รุ่น JSM-5410
33. เครื่องเคลือบผิวตัวอย่าง ( Fine Coater ) บริษัท JEOL รุ่น JFC-1200

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3 การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีทางเคมี

ในขั้นตอนการสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีทางเคมีจะใช้วิธีหลัก 2 วิธีคือ วิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation) และวิธีโซลเจล (Sol-gel) ซึ่งสามารถสรุปเป็นขั้นตอนได้ดังรูปที่

3-1



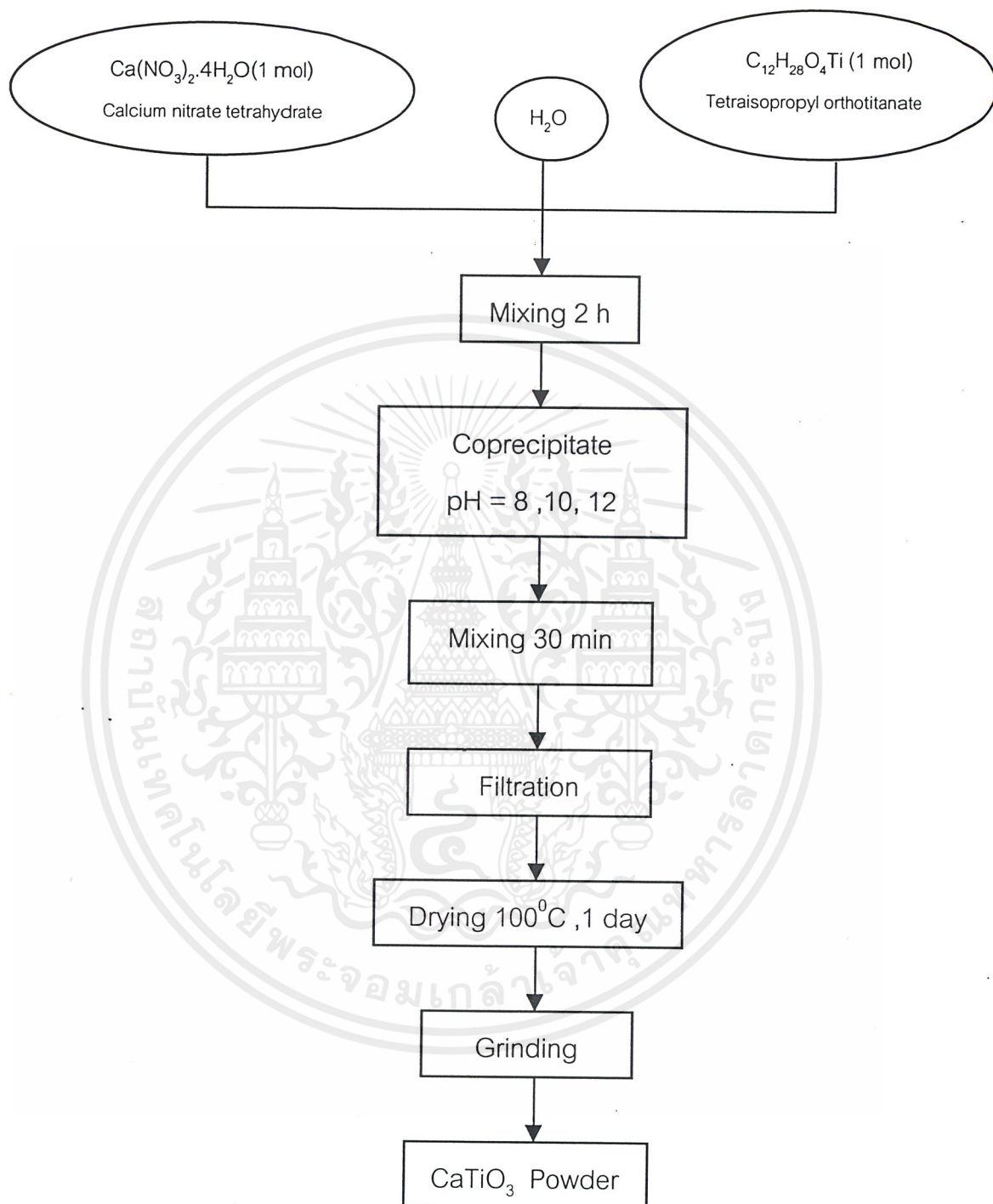
เอกสารนี้เป็นเอกสารทสวงนวิชาหกรใช้งานเพอการศีกษาเท่านั้น ไม่นอญาตใหนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งรูปที่ 3-1 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมทิตาเนตด้วยวิธีทางเคมี

### 3.3.1 การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีตกตะกอนร่วม (Coprecipitation)

เทคนิคนี้จะใช้สารละลายที่มีแคตไอออนของสารที่ต้องการตกตะกอน นำไปผสมกับสารละลายอื่นที่มีสารที่ใช้ในการตกตะกอน ซึ่งจะทำให้เกิดการตกตะกอนร่วมของสารประกอบออกไซด์ที่ต้องการ

#### ขั้นตอนที่ใช้ในการเตรียม

ทำการเตรียมสารละลายตั้งต้นโดยผสม  $C_{12}H_{28}O_4Ti$  เข้มข้น 1 mol/l กับ  $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  เข้มข้น 1 mol/l ในน้ำกลั่นปริมาตร 250 ml แล้วทำการผสมโดยการปั่นกวนสารตั้งต้นให้เข้ากันที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการปรับค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายด้วยสารละลาย  $NH_4OH$  จนได้สารละลายมีค่า pH=8,10 และ 12 โดยอ่านค่า pH ที่เปลี่ยนไปโดยใช้ pH meter จากนั้นทำการปั่นกวนต่อไปเป็นเวลา 30 นาที ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 2 และ 6 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาที่กำหนดนำสารที่ได้ไปผ่านการกรองตะกอนที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ นำตะกอนที่กรองได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ  $100^{\circ}C$  เป็นเวลา 1 วัน จากนั้นนำสารที่ได้ไปบดให้ละเอียดโดยใช้โม่บดสาร ขั้นตอนการสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตด้วยวิธีตกตะกอนร่วมสามารถสรุปได้ดังรูปภาพที่ 3-2



รูปที่ 3-2 แผนภาพการเตรียมแคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

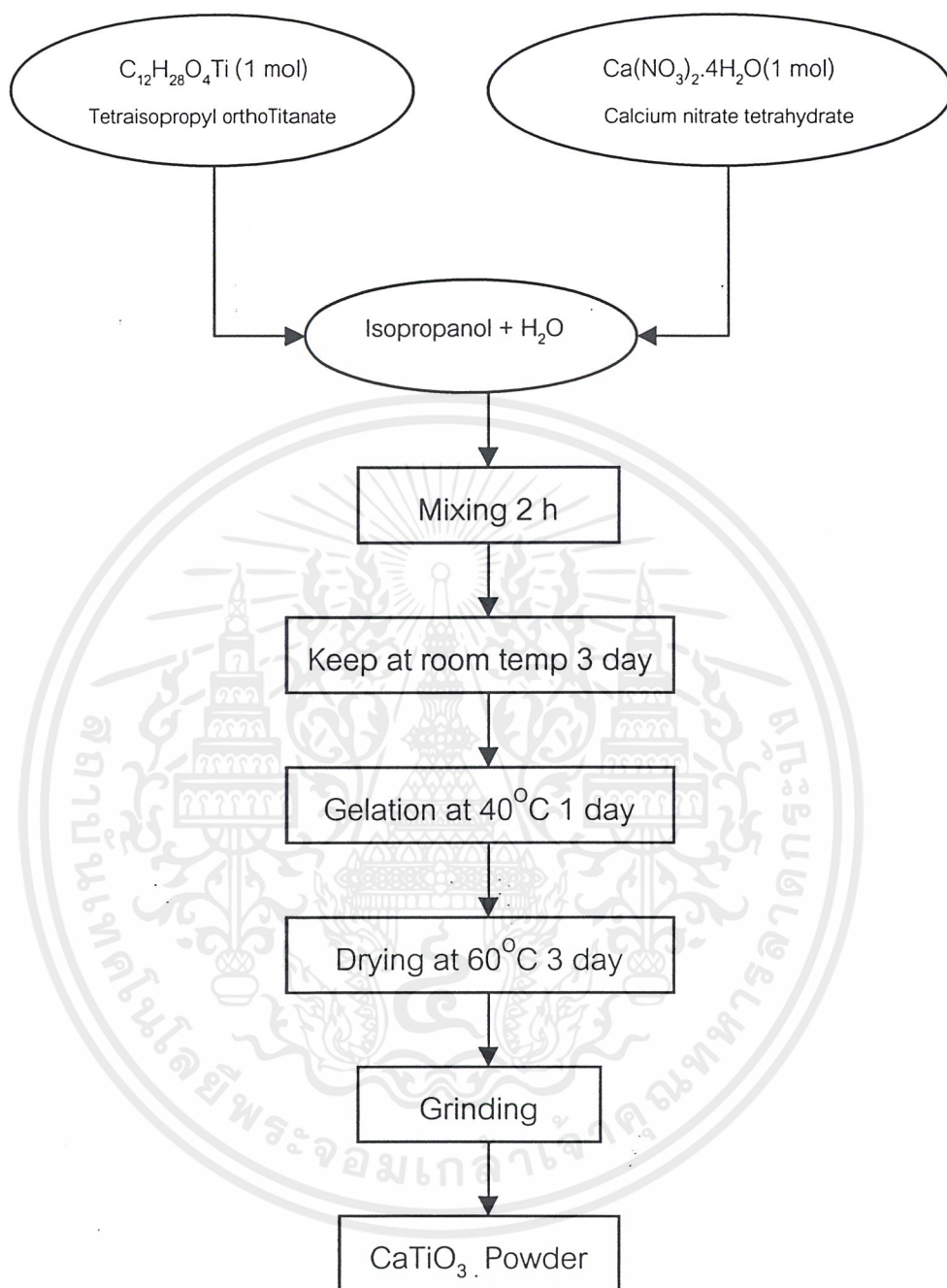
### 3.3.2 การสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตโดยวิธีโซล-เจล (Sol-gel Synthesis)

เทคนิคนี้เป็นการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ผสมที่มีลักษณะเป็นวัสดุภาค  
อสังฐานจากสารละลายตั้งต้นแล้วนำไปผ่านกระบวนการไล่น้ำ ( Dehydration ) ที่อุณหภูมิต่ำ  
ขั้นตอนการเตรียม

ทำการเตรียมสารละลายตั้งต้นโดยใช้สารเคมีดังตารางที่ 3-1  
ตารางที่ 3-1 สารตั้งต้นการที่ใช้ในสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตโดยวิธีโซล-เจล

| สารตัวอย่าง | Isopropanol | H <sub>2</sub> O | TiPT      | Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O | CaCl <sub>2</sub> .anh |
|-------------|-------------|------------------|-----------|--|------------------------|
| Sol 1       | 300 ml      | 50 ml            | 0.1 mol/l | -  | 0.1 mol/l              |
| Sol 2       | 300 ml      | 50 ml            | 0.1 mol/l | 0.1 mol/l  | -                      |
| Sol 3       | 50 ml       | 250 ml           | 0.1 mol/l | 0.1 mol/l  | -                      |
| Sol 4       | 150 ml      | 150 ml           | 0.1 mol/l | 0.1 mol/l  | -                      |
| Sol 5       | 250 ml      | 50 ml            | 0.1 mol/l | 0.1 mol/l  | -                      |

นำสารตั้งต้นที่เตรียมไว้มาผสมปั่นจนให้เข้ากันที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เก็บสารละลายที่ได้ไว้ในบีกเกอร์ที่ปิดด้วยกระจกนาฬิกา ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 วัน จากนั้นนำสารที่ได้ไปทำการระเหยในตู้อบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 1 วัน เพื่อให้เกิดการกลายเป็นเจล นำสารที่ได้ไปทำการระเหยในตู้อบที่ 60°C เป็นเวลา 3 วัน เพื่อให้สารแห้ง เมื่อครบกำหนดนำสารที่ได้ไปบดให้ละเอียดโดยใช้โกรบดสาร จะได้ผงแคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีโซล-เจล ซึ่งสามารถสรุปขั้นตอนได้ตามแผนรูปภาพที่ 3-3



รูปที่ 3-3 การเตรียมแคลเซียมทิตานตโดยวิธีโซล-เจล ( Sol-gel )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.3 การแคลไซน์ ( Calcine ) สารที่สังเคราะห์ได้

นำสารที่สังเคราะห์ได้มาเผาที่อุณหภูมิ  $500^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อขจัดองค์ประกอบอินทรีย์ที่อาจเจือปนอยู่ออกไป เลือกสารที่มีอัตราส่วนโมลของ Ca/Ti ที่ใกล้เคียงกับ 1 เพื่อนำไปแคลไซน์อีกครั้งที่อุณหภูมิ  $1000^{\circ}\text{C}$  หรือ  $1100^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อทำการเปลี่ยนวัฏภาคอสังฐานให้เป็นผลึกของแคลเซียมทิตาเนต ( Crystallization )

### 3.3.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

#### ก. องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้

นำสารที่ได้จากการสังเคราะห์มาทำการตรวจวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการคายรังสีเอกซ์ โดยใช้เครื่องเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรสโคปี ( X-ray Fluorescence Spectroscopy , XRF) รุ่น SRS 3400 บริษัท Bruker AXS GMBH

#### การเตรียมตัวอย่าง

ซึ่งตัวอย่างประมาณ 0.5 g บดผสมรวมกับกรดบอริกประมาณ 4.5 g โดยใช้เครื่องบดผสม ( Rock Lab ) แล้วนำไปอัดขึ้นรูปในภาชนะใส่สารตัวอย่าง ทำการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์

#### ข. วัฏภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้

นำสารที่แคลไซน์ที่  $1000$  และ  $1100^{\circ}\text{C}$  มาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) รุ่น D8 Advance บริษัท Bruker AXS GMBH โดยนำเอาผงของสารตัวอย่างมาบดละเอียดแล้วใส่ในภาชนะใส่ตัวอย่างที่ทำมาจาก PMMA ( Polymethyl methacrylate ) ทำการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มีทองแดง ( Cu ) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

### 3.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง

ในการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง จะทำการศึกษาโดยใช้สารละลาย simulated body fluid ( SBF ) ซึ่งจะมีความเข้มข้นและปริมาณไอออนของแร่ธาตุต่างๆ และค่าความเป็นกรด-ด่างคล้ายคลึงกับของเหลวภายในร่างกายมนุษย์ ดังแสดงในตารางที่ 3-2

ตารางที่ 3-2 การเปรียบเทียบความเข้มข้นของไอออนระหว่าง Simulated body fluid กับ Blood plasma

|                      | Ion concentration (mmol/l) |                |                 |                 |                 |                               |                                |
|----------------------|----------------------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-------------------------------|--------------------------------|
|                      | Na <sup>+</sup>            | K <sup>+</sup> | Mg <sup>+</sup> | Ca <sup>+</sup> | Cl <sup>-</sup> | HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> |
| Simulated body fluid | 142.0                      | 5.0            | 1.5             | 2.5             | 148.8           | 4.2                           | 1.0                            |
| Blood plasma         | 142.0                      | 5.0            | 1.5             | 2.5             | 103.0           | 27.0                          | 1.0                            |

#### 3.4.1 การเตรียมสารละลาย simulated body fluid ( SBF )

สารละลาย SBF สามารถเตรียมได้โดยละลายสารประกอบต่างๆ ดังแสดงในตาราง 3-3 ในน้ำกลั่น โดยจะทำการเตรียมสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้นเท่ากับความเข้มข้นของเลือด (SBF 1.0) และสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้นสูงกว่าความเข้มข้นของเลือดเป็น 1.5 (SBF 1.5) ตารางที่ 3-3 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย simulated body fluid [17,18,19]

| สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย SBF  | SBF1.0 | SBF 1.5 |
|---|--------|---------|
| 1. NaCl   | 3.998g | 5.997g  |
| 2. NaHCO <sub>3</sub>   | 0.175g | 0.262g  |
| 3. KCl  | 0.112g | 0.168g  |
| 4. K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ·3H <sub>2</sub> O                                   | 0.114g | 0.171g  |
| 5. MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O   | 0.153g | 0.229g  |
| 6. 1M HCl   | 20 ml  | 30ml    |
| 7. CaCl <sub>2</sub>  | 0.139g | 0.208g  |
| 8. Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>  | 0.036g | 0.054g  |
| 9. Trishydroxymethyl-aminomethane [(CH <sub>2</sub> OH) <sub>3</sub> CNH <sub>2</sub> ] | 3.029g | 4.543g  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย SBF

1. เติมน้ำกลั่น 350 ml ในบีกเกอร์ขนาด 500 ml ซึ่งทำด้วยพอลิเอทิลีน
2. จุ่มบีกเกอร์ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 36.5°C ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก ปิดบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา
3. นำสารประกอบที่เตรียมไว้มาละลายในน้ำกลั่น โดยค่อยๆละลายสารทีละตัว ตั้งแต่ข้อ 1 จนถึงข้อ 8 (ในขั้นนี้ให้เติมสารละลายในข้อ 6 เพียงครั้งหนึ่งก่อน)
4. วัดค่า pH ของสารละลาย (ค่า pH ควรอยู่ประมาณ 1-2)
5. เติมสารประกอบข้อ 9 ลงไปที่ละน้อย พร้อมวัดค่า pH จนกระทั่งได้ค่า pH ประมาณ 7.3-7.4 แล้วจึงเติม 1M HCl ที่เหลือเพื่อปรับ pH ไปที่ 7.25 (ค่า pH ไม่ควรเกิน 7.4 เพราะจะเกิดการตกตะกอน)
6. ทำการปรับ pH ครึ่งสุดท้ายให้ได้ค่า pH เท่ากับ 7.4 โดยใช้ 1M HCl หรือสารประกอบในข้อ 9
7. ล้างขวด pH ที่จุ่มในสารละลายด้วยน้ำกลั่น โดยให้น้ำล้างไหลลงไปในบีกเกอร์ที่เตรียมสารละลาย
8. นำสารละลายที่เตรียมได้ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml แล้วล้างสารที่อาจตกค้างในบีกเกอร์ด้วยน้ำกลั่นลงในขวดวัดปริมาตร
9. ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
10. เก็บสารละลาย SBF ที่ได้ลงในขวดพอลิเอทิลีนแล้วนำไปเก็บไว้ในตู้เย็น

#### 3.4.2 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของผงแคลเซียมทิตานเนต

ทำการแช่ผงแคลเซียมทิตานเนตในสารละลาย SBF ( simulated body fluid ) ในอัตราส่วนผงแคลเซียมทิตานเนต 1 mg : ปริมาตรสารละลาย SBF 1 ml [17,18,19] เป็นระยะเวลาต่างกันตั้งแต่ 1 5 10 15 และ 20 วันโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 36.5°C (อุณหภูมิร่างกาย) เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดแล้วทำการแยกผงแคลเซียมทิตานเนตออกจากสารละลาย SBF โดยใช้เครื่อง Centrifuge ล้างผงแคลเซียมทิตานเนตด้วยน้ำกลั่นทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง สำหรับสารละลาย SBF ที่ได้ทำการเจือจางโดยปิเปตมา 5 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 50 ml สารละลายที่เจือจางแล้วจะถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy ( ICP ) ต่อไป ทำการวัดค่า pH ของสารละลายที่เหลือจากการปิเปตแล้วจดบันทึกไว้ นำผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ( XRD ) เพื่อดูการเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึก และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กราด ( SEM ) เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงแคลเซียมทิทาเนตที่บริเวณพื้นผิวก่อนและหลังการแช่ด้วยสารละลาย SBF

### 3.4.3 การปรับปรุงพื้นผิวของผงแคลเซียมทิทาเนตโดยใช้ NaOH

นำผงแคลเซียมทิทาเนตที่ผ่านการแคลไซน์แล้วซึ่งมา 0.1 g แช่ในสารละลาย NaOH เข้มข้น 5 mol/l ปริมาณ 50 ml ที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการแยกผงแคลเซียมทิทาเนตออกจากสารละลาย NaOH ทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ทำการแบ่งผงแคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์ได้ออกเป็น 2 ส่วน ส่วนแรกนำไปแช่ในสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 5 และ 10 วัน ส่วนที่เหลือจะนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงไปแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 5 และ 10 วัน

### 3.4.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบทางชีวภาพ

#### ก. การเปลี่ยนแปลงของวัฏภาคที่เป็นผลึก

สุ่มสารตัวอย่างภายหลังการแช่สารละลาย SBF มาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD โดยใช้ภาชนะบรรจุสารตัวอย่างที่ไม่มีการสะท้อนของรังสีเอกซ์ ( Zero background sample holder )

#### ข. การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง

นำผงที่ได้จากการแช่ไปเคลือบผิวด้วยทองแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด ( Scanning Electron Microscope ,SEM ) เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวสารหลังจากการแช่ด้วยสารละลาย SBF

### 3.4.5 การตรวจสอบสารละลาย Simulated Blood Fluid ที่แยกตัวอย่างออกไปแล้ว

#### ก. วัดการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-ด่าง

ทำการวัด pH ที่เปลี่ยนแปลงไปของสารละลายหลังจากแช่ตัวอย่างแล้วทำการจดบันทึกไว้

## ข. หาปริมาณแคลเซียมที่เปลี่ยนแปลง

นำสารละลาย SBF ที่ผ่านการแช่แคลเซียมทิตานีตปิเปตสารละลายมา 5 ml แล้วทำการเจือจางด้วยน้ำกลั่น 10 เท่า เพื่อช่วยในการหยุดปฏิกิริยาและไม่ทำให้เกิดผลึกอีก แล้วนำสารละลายที่ทำเจือจางได้ไปทดสอบด้วยเทคนิค Inductive coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP) เพื่อหาปริมาณแคลเซียมที่เปลี่ยนแปลงไป



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

#### 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้

นำเอาผงแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitate) และวิธีโซล-เจล (Sol-gel) มาแคลไซน์ที่ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการวิเคราะห์เพื่อหาองค์ประกอบทางเคมีโดยใช้เทคนิค XRF ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีจะแสดงไว้ในภาคผนวก ก. ซึ่งสามารถสรุปเปรียบเทียบสำหรับวิธีการสังเคราะห์แบบตกตะกอนร่วมและวิธีโซล-เจลดังแสดงในข้อ 4.1.1 และ 4.1.2 ตามลำดับ

##### 4.1.1 ผงแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม ( Coprecipitation )

ตารางที่ 4-1 องค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม

| สารตัวอย่าง | สารที่ใช้ตกตะกอน            | pH ในการตกตะกอน | องค์ประกอบทางเคมี ( % wt ) |                  |       | อัตราส่วนโมลของ Ca/Ti ในสารที่สังเคราะห์ |
|-------------|-----------------------------|-----------------|----------------------------|------------------|-------|--|
|             |                             |                 | CaO                        | TiO <sub>2</sub> | อื่นๆ |  |
| pH8         | NH <sub>4</sub> OH          | 8               | 16.70                      | 81.67            | 1.63  | 0.290                                    |
| pH10        | NH <sub>4</sub> OH          | 10              | 21.70                      | 76.99            | 1.13  | 0.402                                    |
| pH12        | NH <sub>4</sub> OH (2 hour) | 12              | 25.80                      | 72.51            | 1.69  | 0.507                                    |
| pH12        | NH <sub>4</sub> OH (6 hour) | 12              | 29.80                      | 66.89            | 3.31  | 0.640                                    |

หมายเหตุ: แสดงผลองค์ประกอบทางเคมีโดยละเอียดในภาคผนวก ก

จากตารางที่ 4-1 พบว่าเมื่อค่า pH ที่ใช้ในการตกตะกอนเพิ่มขึ้น จะทำให้ปริมาณการตกตะกอนของ CaO เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นผลให้อัตราส่วนโมลของ Ca/Ti ในแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ได้มีค่าเข้าใกล้ 1 มากขึ้น ซึ่งค่าดังกล่าวเป็นค่าทางทฤษฎีของแคลเซียมทิตาเนต เมื่อทำการเปรียบเทียบการตกตะกอนที่ pH 12 ที่ใช้เวลาในการตกตะกอนต่างกัน พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการตกตะกอนให้มากขึ้น จะทำให้อัตราส่วนโมลของ Ca/Ti มีค่าเข้าใกล้ 1 มากขึ้น

#### 4.1.2 ผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจล ( Sol-gel )

##### ก. ผลของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์

ตารางที่ 4-2 องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สารตั้งต้นที่ต่างกัน

| สารตัวอย่าง | สารตั้งต้น ( mol / l )                               |                        |   | องค์ประกอบทางเคมี |                  |        | อัตราส่วนโมล Ca/Ti ในสารที่สังเคราะห์ |
|-------------|--|------------------------|---|-------------------|------------------|--------|---------------------------------------|
|             | Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O | CaCl <sub>2</sub> anh. | C <sub>12</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Ti | CaO               | TiO <sub>2</sub> | อื่น ๆ |                                       |
| Sol 1       | -  | 0.1                    | 0.1   | 28.00             | 24.50            | 47.50  | 1.63                                  |
| Sol 2       | 0.1  | -                      | 0.1   | 13.00             | 25.00            | 62.00  | 0.74                                  |

จากตารางที่ 4-2 พบว่าผงเคลือบเซรามิกที่ได้จากการใช้ Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O เป็นสารตั้งต้นจะให้อัตราส่วนโมล Ca/Ti ที่เข้าใกล้ 1 มากกว่า CaCl<sub>2</sub>·anh ดังนั้นจึงเลือกใช้ Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ผงเคลือบเซรามิกแต่พบว่าองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ยังมีสารอื่นเจือปนอยู่มากจึงไม่ได้ใช้สารตัวอย่างดังกล่าวไปทำการวิเคราะห์ต่อไป

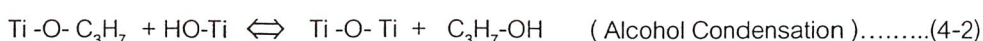
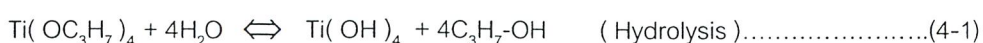
##### ข. ผลของตัวทำละลายที่ใช้

ตารางที่ 4-3 องค์ประกอบทางเคมีของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ได้โดยใช้อัตราส่วนตัวทำละลายที่ต่างกัน

| สารตัวอย่าง | สารตั้งต้น ( mol / l )                               |   | ตัวทำละลาย ( ml ) |             | องค์ประกอบทางเคมี ( % wt ) |                  |        | อัตราส่วนโมลของ Ca/Ti |
|-------------|--|---|-------------------|-------------|----------------------------|------------------|--------|-----------------------|
|             | Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·4H <sub>2</sub> O | C <sub>12</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Ti | H <sub>2</sub> O  | Isopropanol | CaO                        | TiO <sub>2</sub> | อื่น ๆ |                       |
| Sol 3       | 0.1  | 0.1   | 250               | 50          | 42.20                      | 51.70            | 6.10   | 1.16                  |
| Sol 4       | 0.1  | 0.1   | 150               | 150         | 42.80                      | 55.75            | 1.45   | 1.09                  |
| Sol 5       | 0.1  | 0.1   | 50                | 250         | 40.90                      | 56.45            | 2.70   | 1.03                  |

จากตารางที่ 4-3 พบว่าอัตราส่วนโมลของ Ca/Ti ของสารที่สังเคราะห์ได้จะมีค่าต่างกันเมื่อใช้อัตราส่วนของตัวทำละลายที่ต่างกัน

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจากการสังเคราะห์เคลือบเซรามิกด้วยวิธีโซล-เจล ดังแสดงในสมการที่ 4-1 และ 4-2



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

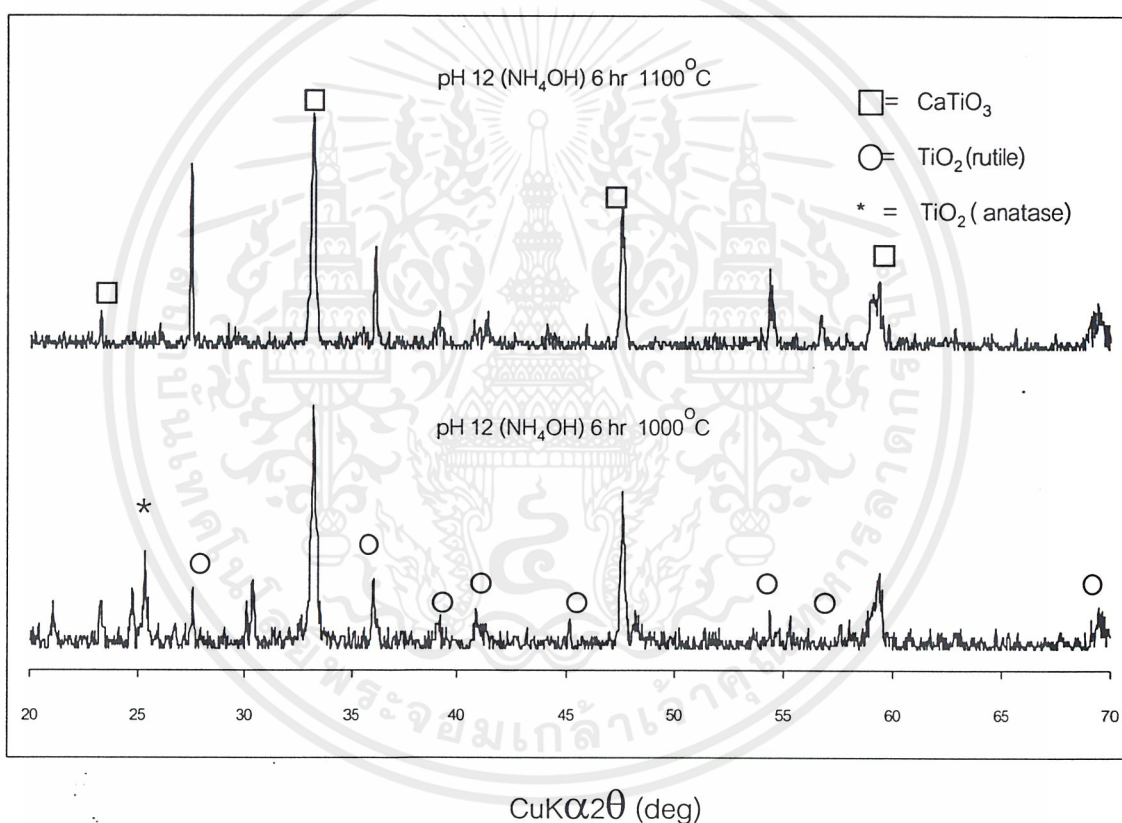
จากสมการที่ 4-1 และ 4-2 สามารถอธิบายได้ว่าในปฏิกิริยา สารตั้งต้นซึ่งได้แก่เตตระไฮโดรฟอสฟอไรท์ไททาเนต ( $C_{12}H_{28}O_4Ti$ ) จะเข้าทำปฏิกิริยากับน้ำ แต่เนื่องจากเตตระไฮโดรฟอสฟอไรท์ไททาเนตมีความสามารถละลายน้ำต่ำ ดังนั้นจึงใช้ไฮโดรฟอสฟอไรท์ไททาเนตเป็นตัวกลางเพื่อช่วยให้สารละลายมีความเป็นเนื้อเดียวกัน เพราะไฮโดรฟอสฟอไรท์ไททาเนตสามารถละลายได้ทั้งน้ำและเตตระไฮโดรฟอสฟอไรท์ไททาเนต การที่สารละลายเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้นจะช่วยเพิ่มความสามารถในการไฮโดรไลซิสของน้ำกับสารตั้งต้นมากยิ่งขึ้น ทำให้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดีกว่ากรณีที่สารละลายมีความเป็นเนื้อเดียวกันต่ำ

จากตารางที่ 4-3 เมื่อทำการเปรียบเทียบสารตัวอย่าง Sol 3 Sol 4 และ Sol 5 ซึ่งใช้ปริมาณตัวทำละลายที่เท่ากัน พบว่า Sol 5 จะมีอัตราส่วนโมลของ Ca/Ti เข้าใกล้ 1 มากที่สุด เนื่องจาก Sol 5 มีปริมาณไฮโดรฟอสฟอไรท์ไททาเนตในตัวทำละลายมากที่สุด ซึ่งปริมาณของไฮโดรฟอสฟอไรท์ไททาเนตที่มากขึ้นจะช่วยให้น้ำและเตตระไฮโดรฟอสฟอไรท์ไททาเนตละลายเป็นเนื้อเดียวกันได้มากขึ้น จึงเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ดีขึ้น เป็นผลให้เกิดสารผลิตภัณฑ์  $TiO_2$  ได้มากขึ้น ซึ่งส่งผลทำให้อัตราส่วนโมลของ Ca/Ti เข้าใกล้ 1 มากขึ้น

## 4.2 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการเปลี่ยนวัฏภาคของสารที่สังเคราะห์ได้

ผงแคลเซียมทิตาเนตมาทำการแคลไซน์ที่  $500^{\circ}\text{C}$  เพื่อได้สารอินทรีย์ จะถูกนำมาแคลไซน์อีกครั้งที่อุณหภูมิ  $1000^{\circ}\text{C}$  และ  $1100^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการเปลี่ยนวัฏภาคความเป็นผลึกของแคลเซียมทิตาเนต โดยจะทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

### ก. แคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์จากวิธีการตกตะกอนร่วม



รูปที่ 4-1 แผนภาพการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมภายหลังการเผาที่อุณหภูมิ  $1000^{\circ}\text{C}$  และ  $1100^{\circ}\text{C}$

หมายเหตุ: แสดงแผนภาพการกระเจิงรังสีเอ็กซ์โดยละเอียดในภาคผนวก ค.

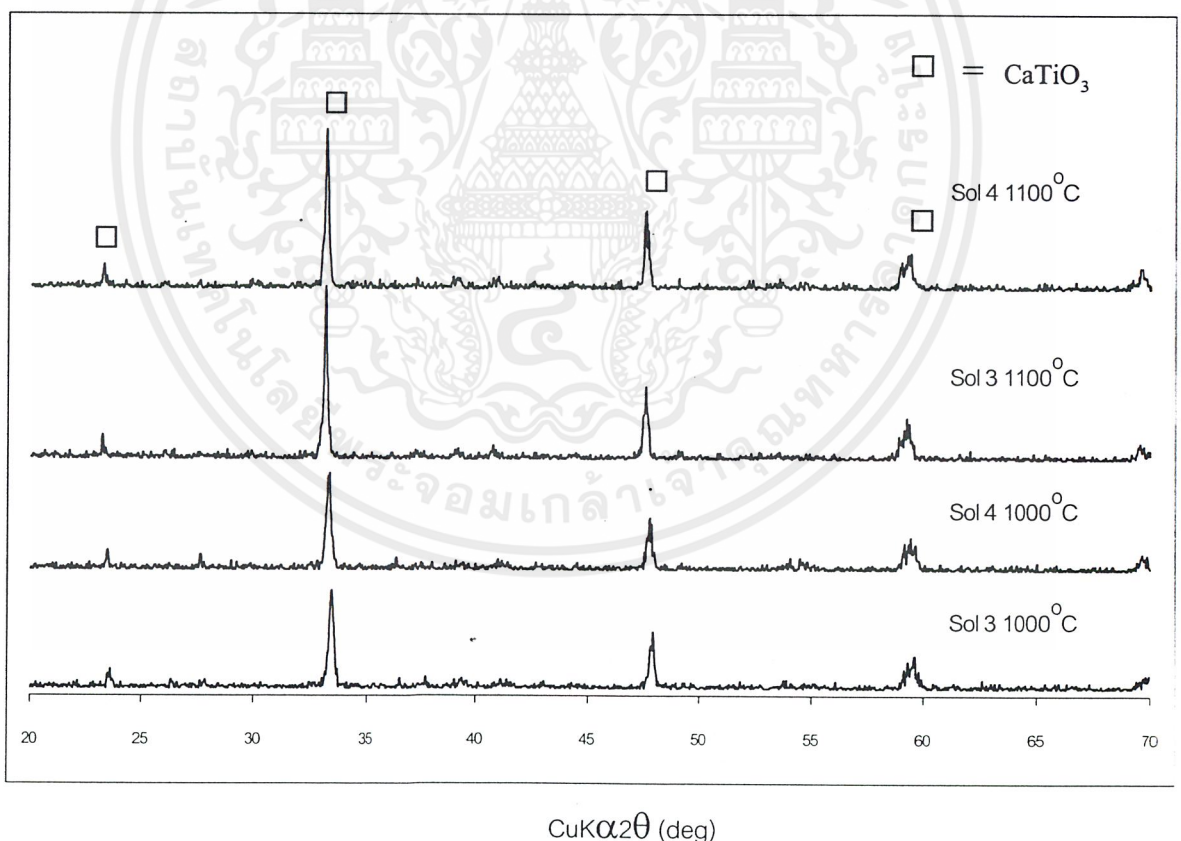
แสดงรูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารต่างๆจากฐานข้อมูล JCPDS ( Joint Committee of Powder Diffraction Standard ) โดยละเอียดในภาคผนวก ข.

จากรูปที่ 4-1 เมื่อนำแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ  $1000^{\circ}\text{C}$  พบว่าเกิดพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $23.2$   $33.1$   $47.4$  และ  $59.3^{\circ}$  ซึ่งเป็นพีคของแคลเซียมทิตาเนต เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชนิด Perovskite ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ Orthorhombic ส่วนพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 27.4 36.0 39.1 41.2 44.0 54.3 56.6 และ  $69.0^\circ$  ซึ่งเป็นพีคของ  $\text{TiO}_2$  ชนิด rutile และพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $25.3^\circ$  ซึ่งเป็นพีคของ  $\text{TiO}_2$  ชนิด anatase จากรูปจะพบว่าเกิดพีคของ  $\text{TiO}_2$  เนื่องจากการสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตด้วยวิธีตกตะกอนจะทำให้ CaO ตกตะกอนได้ไม่ดีเท่า  $\text{TiO}_2$  ดังนั้นจึงมี  $\text{TiO}_2$  เกินมา

เมื่อนำสารไปเผาที่อุณหภูมิ  $1100^\circ\text{C}$  พบว่าเกิดพีคที่ตำแหน่งของแคลเซียมทิตาเนตชนิด Perovskite และพีคที่ตำแหน่งของ  $\text{TiO}_2$  ชนิด rutile ที่ตำแหน่งเดียวกับสารที่เผาที่อุณหภูมิ  $1000^\circ\text{C}$  แต่ลักษณะของพีคที่ได้จะมีลักษณะแหลมและสูง (Sharp) กว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิ  $1000^\circ\text{C}$  เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้แคลเซียมทิตาเนตมีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น นอกจากนี้จะไม่พบพีคของ  $\text{TiO}_2$  ชนิด anatase เนื่องจาก  $\text{TiO}_2$  เกิดการเปลี่ยนวัฏภาค (Phase) จาก anatase เป็น rutile โดยสมบูรณ์

#### ข. แคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล



รูปที่ 4-2 แผนภาพการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล ภายหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 และ  $1100^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

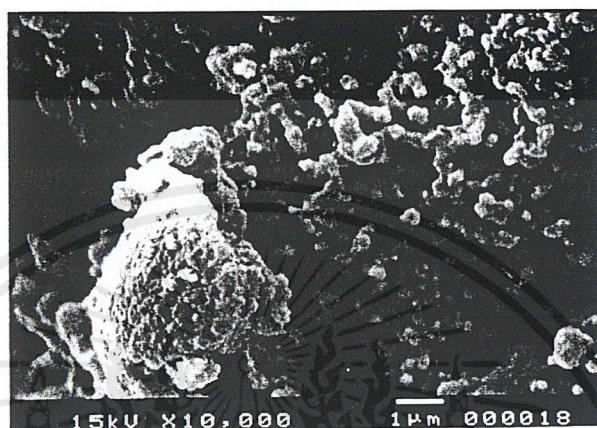
เมื่อทำการเผาเคลือบเคลือบที่อุณหภูมิที่  $1000^{\circ}\text{C}$  และ  $1100^{\circ}\text{C}$  พบว่าเกิดพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $23.2$   $33.1$   $47.4$  และ  $59.3^{\circ}$  ซึ่งเป็นพีคของเคลือบเคลือบที่ทาเนตชนิด Perovskite ในทุกตัวอย่าง ซึ่งต่างจากผลที่ได้ในการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮล-เจลนี้จะทำให้อัตราส่วนโมลของ Ca/Ti มีค่าเข้าใกล้ 1 มากกว่าวิธีตกตะกอนร่วม ส่งผลให้ CaO ตกตะกอนได้ดีจึงทำให้ไม่มี  $\text{TiO}_2$  เกินมา ดังนั้นจึงไม่พบพีคของ  $\text{TiO}_2$  ทั้งชนิด anatase และ rutile

จากรูปที่ 4-2 จะเห็นว่าพีคของเคลือบเคลือบที่ทาเนตที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ  $1000^{\circ}\text{C}$  จะมีลักษณะกว้าง (Broad) และไม่คมชัดเท่าพีคที่ได้จากการเผาที่  $1100^{\circ}\text{C}$  เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้เกิดความเป็นผลึกเพิ่มมากยิ่งขึ้น นอกจากนี้การเผาเคลือบเคลือบที่ทาเนตที่อุณหภูมิสูงจะทำให้เวลาขึ้นรูปเป็นชิ้นงานจะได้ความหนาแน่นที่ดีกว่าการเผาที่อุณหภูมิต่ำๆ ดังนั้นจึงทำการเลือกอุณหภูมิที่  $1100^{\circ}\text{C}$  มาใช้ในการเผาเคลือบเคลือบที่ทาเนตเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

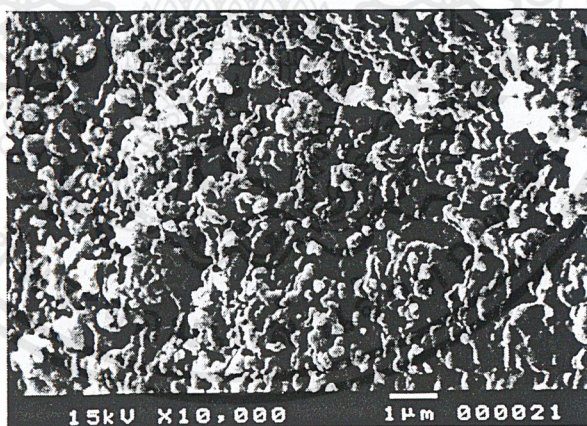


### 4.3 โครงสร้างจุลภาค ( Micro Structure ) ของสารที่สังเคราะห์ได้

โครงสร้างจุลภาคของผงแคลเซียมทิทาเนตที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $1100^{\circ}\text{C}$  ซึ่งตรวจวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด ( Scanning Electron Microscope, SEM ) จะมีลักษณะพื้นผิวของอนุภาคดังแสดงในรูป 4-3 – 4-5

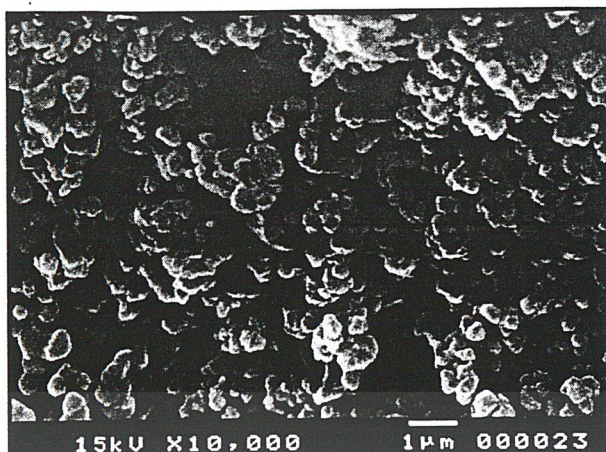


รูปที่ 4-3 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีตกตะกอนร่วมโดยใช้  $\text{NH}_4\text{OH}$  ตกตะกอน 6 ชั่วโมง ( pH 12 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 6 hr ) กำลังขยาย 10,000 เท่า



รูปที่ 4-4 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล ( Sol3 กำลังขยาย 10,000 เท่า )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-5 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล ( Sol4 กำลังขยาย 10,000 เท่า )

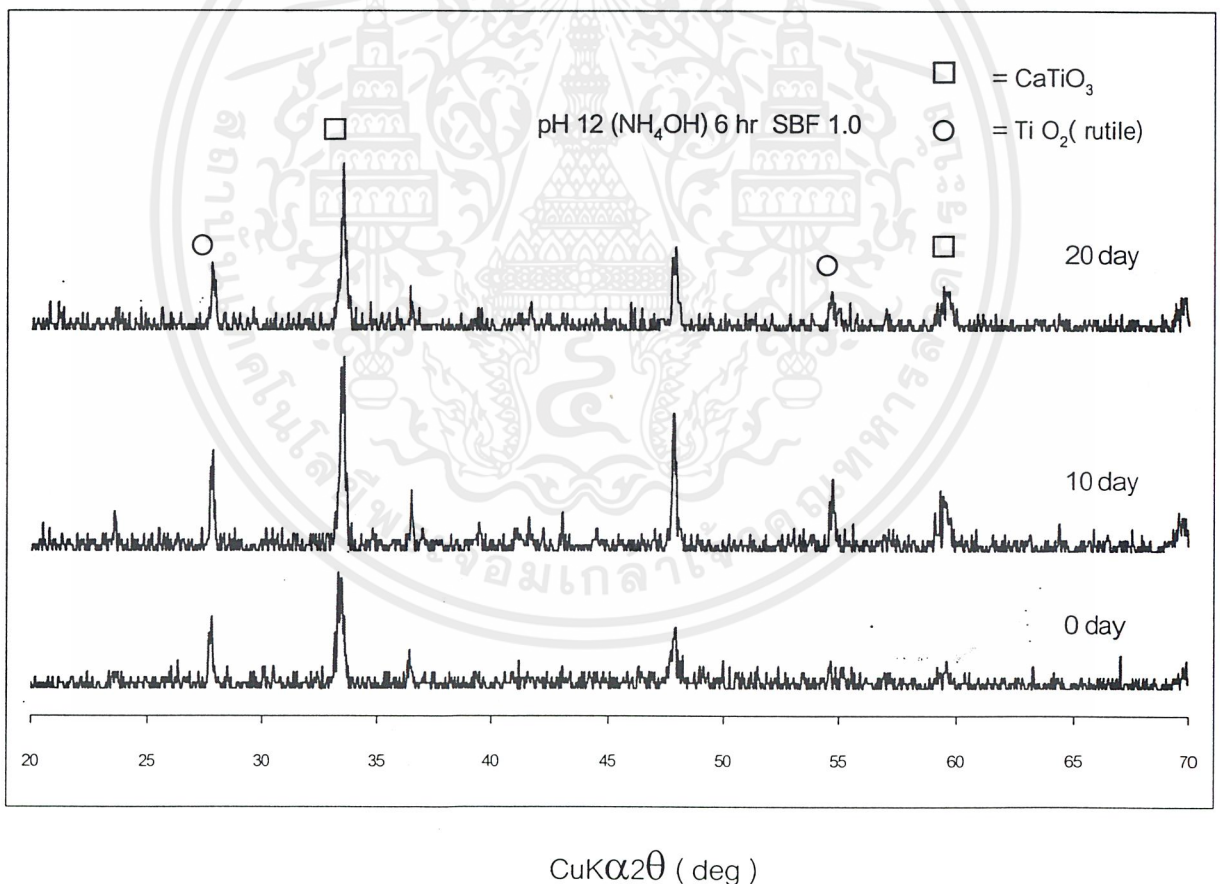
จากรูปที่ 4-3 – 4-5 พบว่าโครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ได้ภายหลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงจะมีลักษณะเกรน ( Grain ) ค่อนข้างกลม ซึ่งเป็นลักษณะผลึกของแคลเซียมทิตาเนตแบบ Perovskite นอกจากนี้จะสังเกตเห็นว่ามีการเชื่อมติดกันระหว่างเกรน เนื่องมาจากการเผาที่อุณหภูมิสูง จะทำให้อนุภาคมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ช่องว่างระหว่างอนุภาคลดลง ขนาดของเกรนใหญ่ขึ้น ซึ่งขนาดของเกรนที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่าง Sol 4 จะมีขนาดใหญ่ที่สุด รองลงมาคือ Sol 3 และ pH 12 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าขนาดของเกรนที่เกิดขึ้นมีขนาดสม่ำเสมอ ( Uniform grain size )

#### 4.4 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ ( Bioactivity ) ของแคลเซียมทิทาเนต

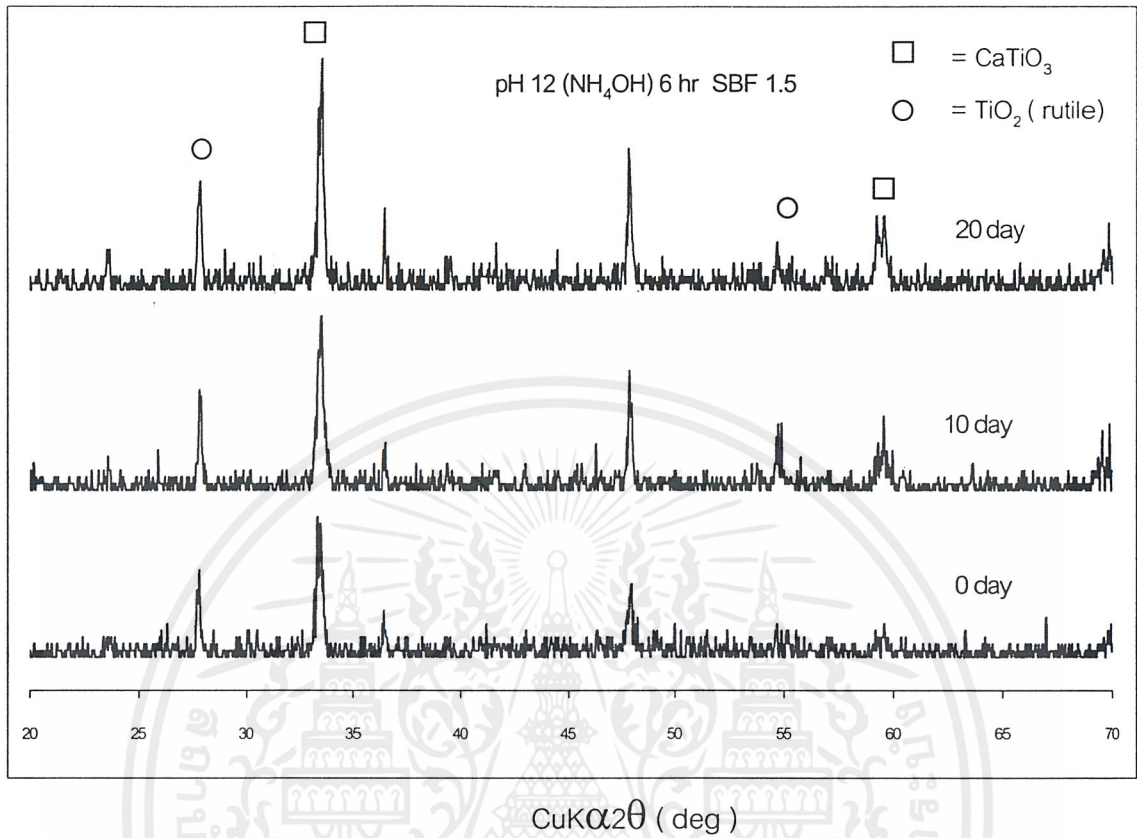
ผงแคลเซียมทิทาเนตที่ผ่านการแคลไซน์ที่  $1100^{\circ}\text{C}$  แล้วจะถูกนำไปแช่ในสารละลาย SBF เพื่อทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนดผงแคลเซียมทิทาเนตและสารละลาย SBF จะถูกนำมาตรวจพิสูจน์ด้วยเทคนิคต่างๆ

##### 4.4.1 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึก

ผงแคลเซียมทิทาเนตที่ได้จากวิธีตกตะกอนร่วมที่ใช้ในการทดลองคือ pH 12 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ตกตะกอนเป็นเวลา 6 ชั่วโมง เมื่อนำไปแช่ในสารละลาย SBF 1.0 และ 1.5 ครบตามเวลาที่กำหนดแล้วนำมาตรวจวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกโดยใช้เทคนิค XRD แสดงดังรูปที่ 4-6 ถึง 4-11

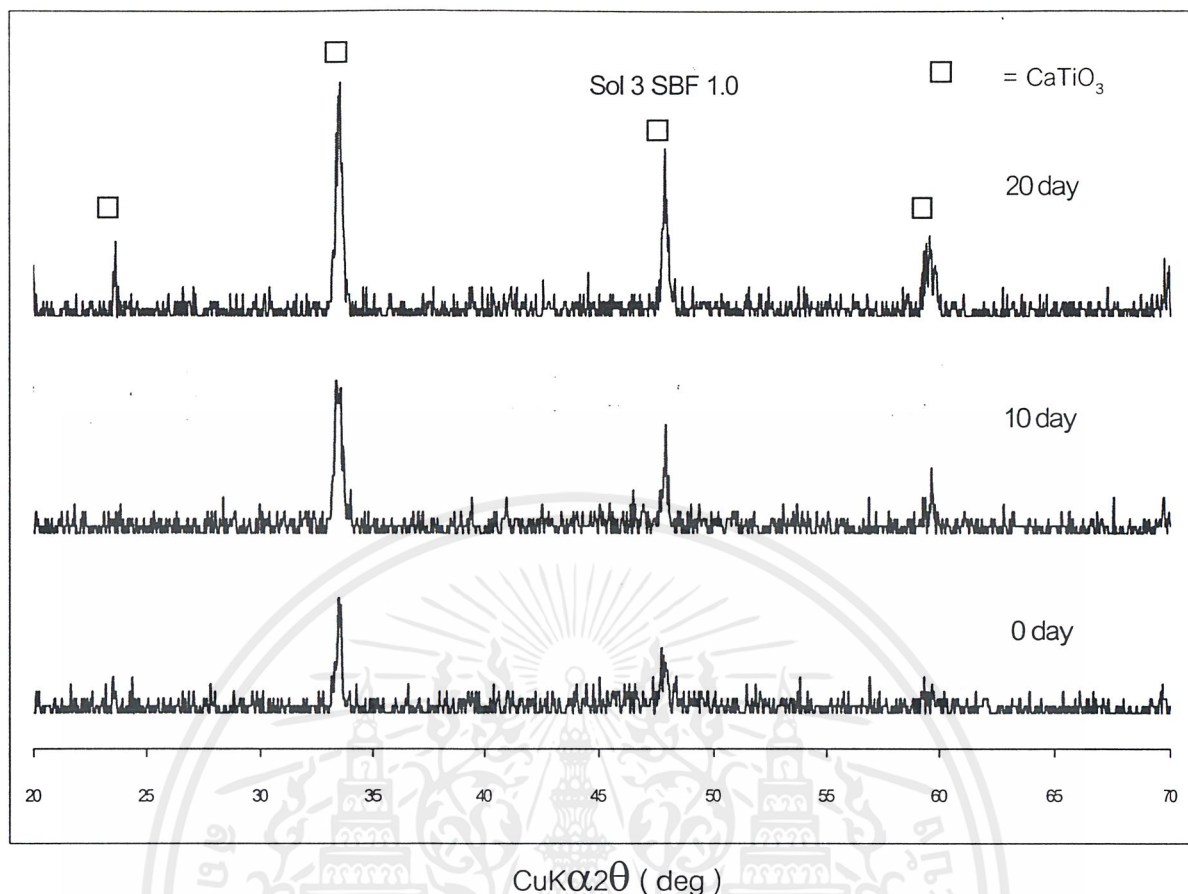


รูปที่ 4-6 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกของ pH 12 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ตกตะกอน 6 ชั่วโมง หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน



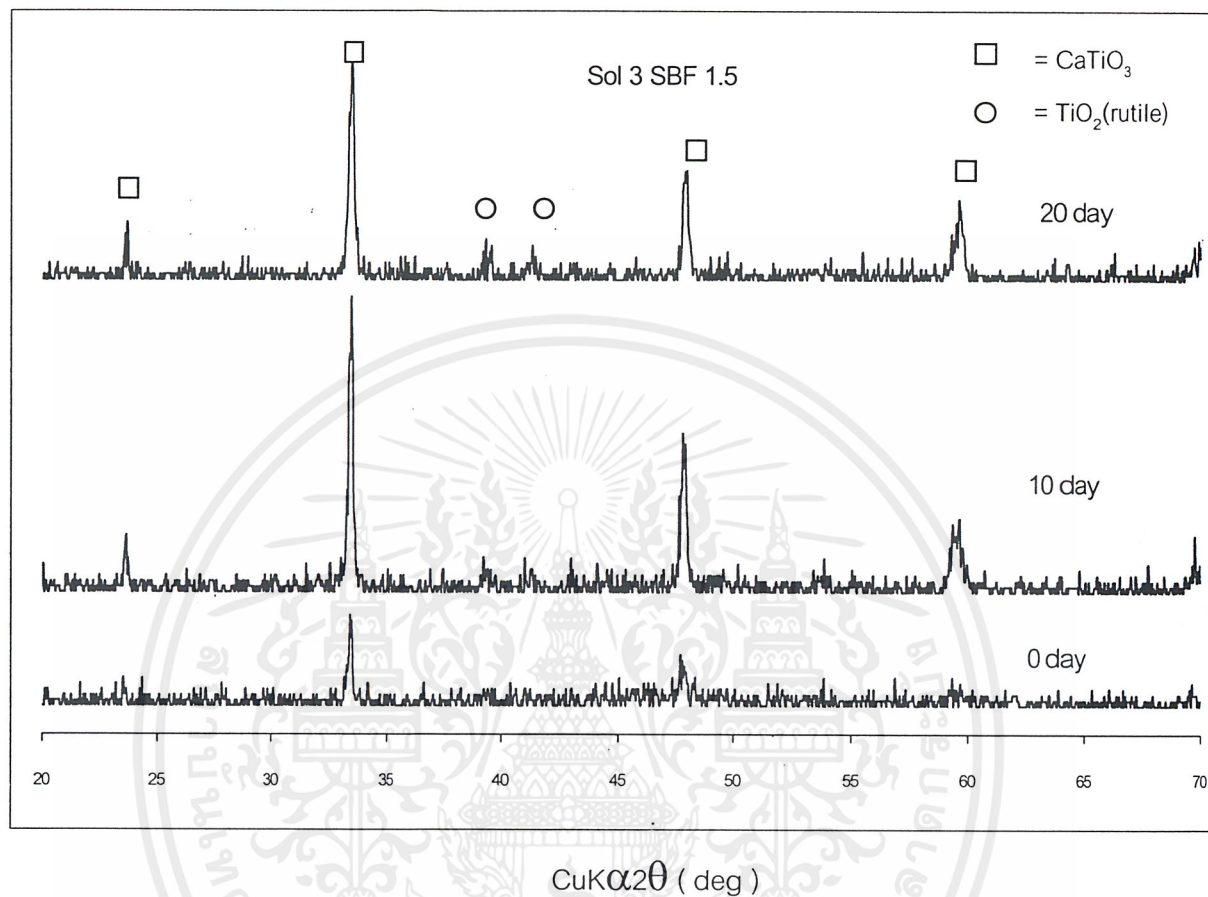
รูปที่ 4-7 การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึกของ pH 12 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ตกตะกอน 6 ชั่วโมง หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.5 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



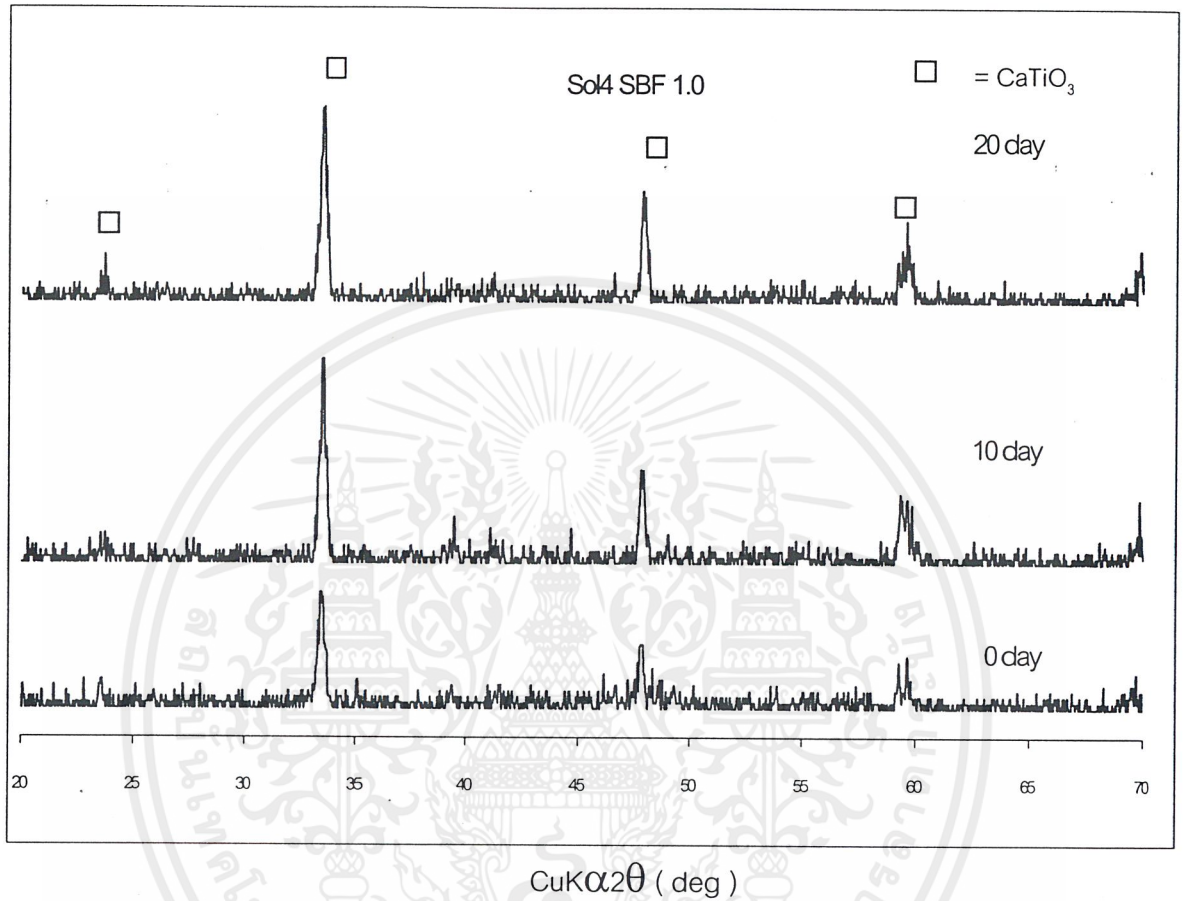
รูปที่ 4-8 การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึกของ Sol 3 หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



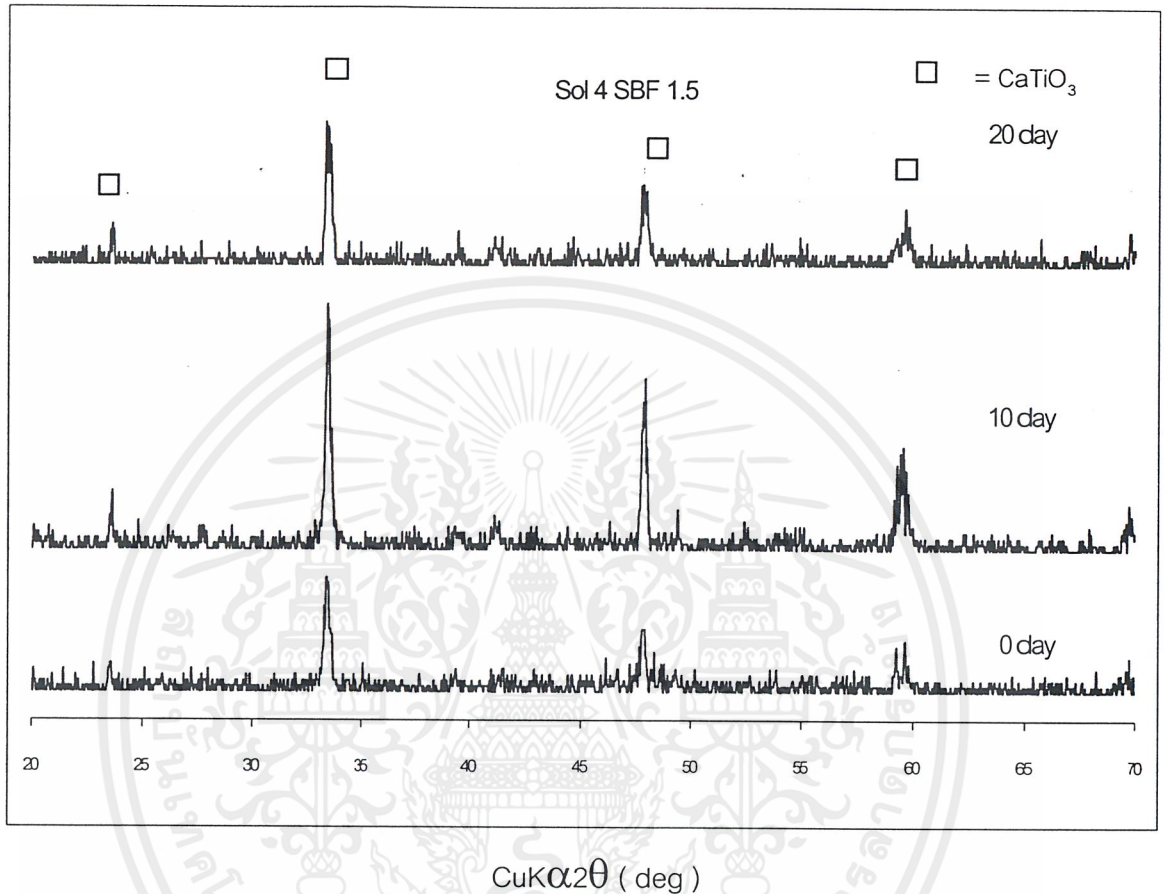
รูปที่ 4-9 การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึกของ Sol 3 หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.5 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-10 การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึกของ Sol 4 หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-11 การเปลี่ยนแปลงวิภาคที่เป็นผลึกของ Sol 4 หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.5 เป็นเวลา 10 และ 20 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

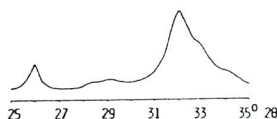
จากรูปที่ 4-6 และ 4-7 พบว่าพีคของ  $\text{TiO}_2$  ชนิด rutile มีลักษณะที่ชัดเจนมากขึ้นและมีลักษณะฐานพีคกว้างขึ้น ( broad peak ) โดยเฉพาะพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $54.3$  และ  $27.4^\circ$  ซึ่งอาจเกิดจากการเปลี่ยนแปลงของ  $\text{TiO}_2$  ไปเป็น  $\text{TiOH}$  ที่บริเวณพื้นผิวและพีคของแคลเซียมทิทาเนตมีลักษณะกว้างขึ้นโดยเฉพาะที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $33.1$  และ  $59.3^\circ$

จากรูปที่ 4-9 พบว่าพีคของ  $\text{TiO}_2$  ชนิด rutile มีลักษณะที่ชัดเจนมากขึ้นและมีความสูงของพีคเพิ่มขึ้นที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $39.1$  และ  $41.2^\circ$  เนื่องจากอาจจะเกิดการละลายของแคลเซียมออกมาจากสารตัวอย่าง ส่งผลให้มีปริมาณแคลเซียมลดลง ดังนั้นจึงมีปริมาณ  $\text{TiO}_2$  ในสารละลายเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความสูงพีคของ  $\text{TiO}_2$  ชนิด rutile เพิ่มขึ้น

จากรูปที่ 4-8 – 4-11 พบว่าพีคของแคลเซียมทิทาเนตที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $59-60^\circ$  มีลักษณะฐานพีคกว้างมากขึ้น

พบว่าเมื่อทำการแช่แคลเซียมทิทาเนตในสารละลาย SBF เป็นเวลานาน พีคหลักในแพทเทิร์น ยังคงเป็นพีคของแคลเซียมทิทาเนตและ  $\text{TiO}_2$  ซึ่งเป็นสารตั้งต้น เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของสารตัวอย่างภายใต้สารละลาย SBF จะเกิดขึ้นเฉพาะบริเวณพื้นผิวของอนุภาคเท่านั้น ดังนั้นเนื้อสารส่วนใหญ่ที่เหลืออยู่ยังคงเป็นสารตั้งต้น ทำให้แพทเทิร์นที่ได้จึงมีพีคของสารตั้งต้นเป็นพีคหลักเช่นเดิม นอกจากนี้พีคของสารตัวอย่างที่ได้เกิดจากการสุมตัวอย่างของแคลเซียมทิทาเนตเพียงเล็กน้อยในการตรวจวิเคราะห์ด้วย XRD โดยใช้ Zero background holder ดังนั้นสารที่สุมอาจจะไม่ใช่ส่วนที่ให้ผลที่ชัดเจนในการเปลี่ยนแปลง

จากพีคของ XRD ที่ได้จะสังเกตเห็นว่ารูปร่างพีคของสารที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF มีลักษณะเปลี่ยนไป พบว่าฐานของพีคกว้างขึ้น มีพีคบางตำแหน่งชัดเจนมากขึ้น แสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นกับผลึกบางส่วนของสารตั้งต้น การที่ฐานของพีคกว้างขึ้นแสดงถึงความเปราะบางลดลงเนื่องจากเกิดการละลายที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง หรืออาจมีการซ้อนทับของพีคของไฮดรอกซีแอปพาไทต์จึงมีขนาดผลึกที่เล็กมาก และอาจมีการแทนที่ของสารพวกคาร์บอเนตแทนที่หมู่  $\text{PO}_4^{3-}$  หรือ  $\text{OH}^-$  ในไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ซึ่งปกติจะเกิดขึ้นกับไฮดรอกซีแอปพาไทต์ในกระดูกและฟันดังแสดงในรูปที่ 4-12



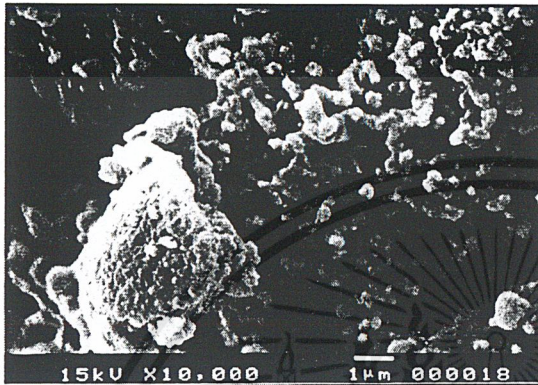
รูป 4-12 X-ray diffraction pattern ของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ [7]

อย่างไรก็ตามจากพีค XRD จะแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกในสารตัวอย่างภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 1 เดือน

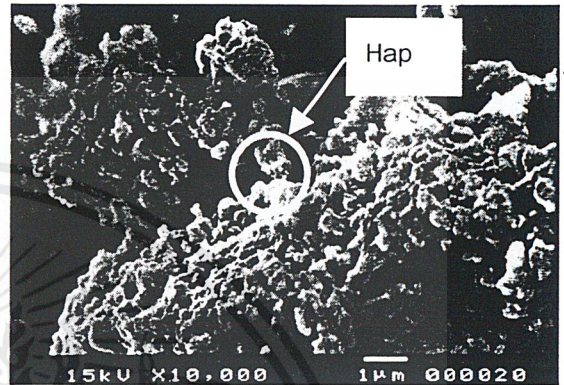
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.4.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของสาร

โครงสร้างจุลภาคของผงแคลเซียมฟอสเฟตที่ผ่านการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 20 วัน ซึ่งตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM จะมีลักษณะพื้นผิวของอนุภาคดังแสดงในรูปที่ 4-13 – 4-16

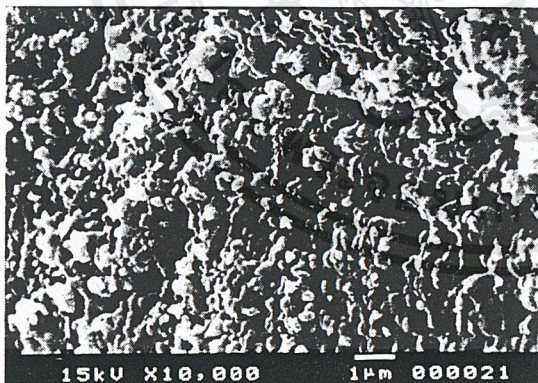


ก) ก่อนการแช่สารละลาย SBF

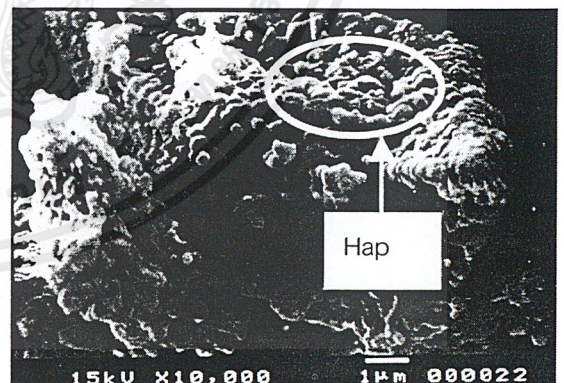


ข) หลังแช่สารละลาย SBF 20 วัน

รูปที่ 4-13 โครงสร้างจุลภาคของ pH 12 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ตกตะกอน 6 ชั่วโมง ก่อนและหลังจากผ่านการแช่สารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า



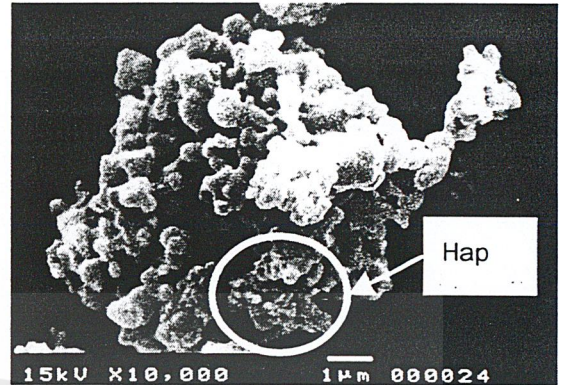
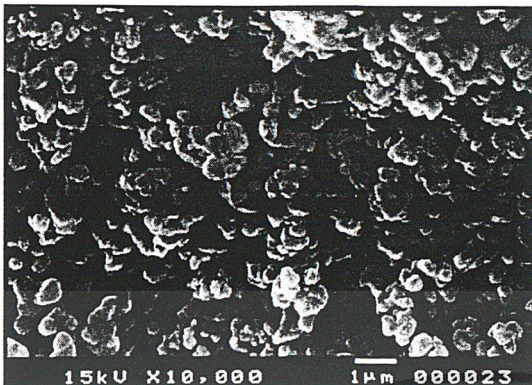
ก) ก่อนการแช่สารละลาย SBF



ข) หลังแช่สารละลาย SBF 20 วัน

รูปที่ 4-14 โครงสร้างจุลภาคของ Sol 3 ก่อนและหลังจากผ่านการแช่สารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า

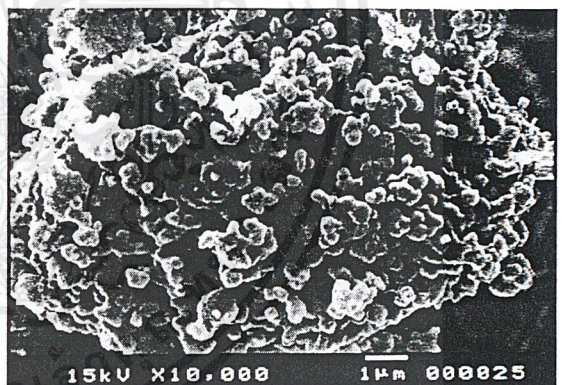
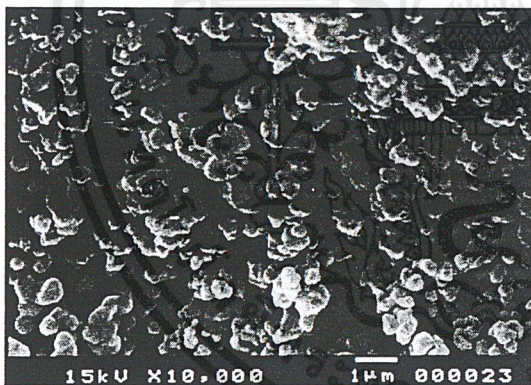
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ก) ก่อนการแช่สารละลาย SBF

ข) หลังแช่สารละลาย SBF 20 วัน

รูปที่ 4-15 โครงสร้างจุลภาคของ Sol 4 ก่อนและหลังจากผ่านการแช่สารละลาย SBF 1.0 เป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า



ก) ก่อนการแช่สารละลาย SBF

ข) หลังแช่สารละลาย SBF 20 วัน

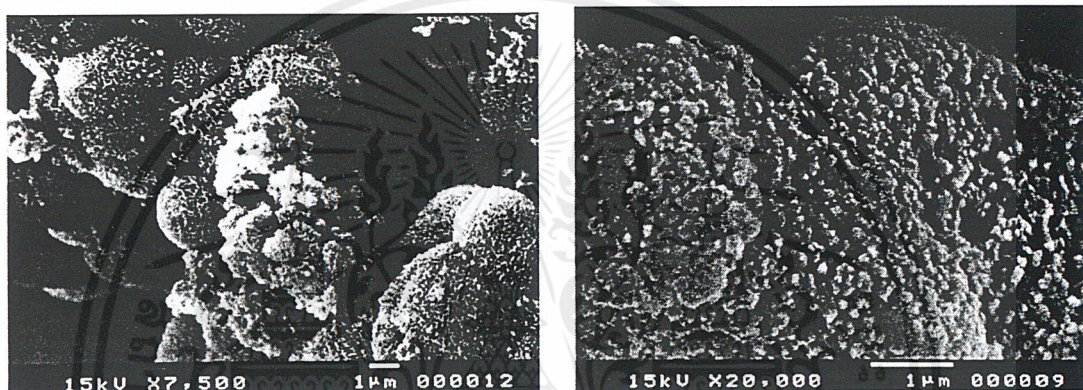
รูปที่ 4-16 โครงสร้างจุลภาคของ Sol 4 ก่อนและหลังจากผ่านการแช่สารละลาย SBF 1.5 เป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า

จากรูปที่ 4-13 – 4-16 จะสังเกตเห็นว่าลักษณะเกรนของผลึกบางส่วนมีลักษณะเปลี่ยนไป ความคมชัดของเกรนบางส่วนลดลง ซึ่งให้เห็นว่าผลึกบางส่วนอาจเกิดการละลายและมีความเป็นผลึกลดลง หรืออาจจะเกิดเป็น  $\text{TiOH}$  ขึ้นที่ผิวทำให้ลักษณะของเกรนไม่ชัดเจน ได้มีงานวิจัยที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกี่ยวข้องทำการศึกษา [4] พบว่าก่อนที่จะเกิดเป็นแคลเซียมทิทานเนตจะมี  $TiO_2$  บางส่วนเกิดเป็น  $TiOH$  ซึ่งเหมาะสมที่จะเกิดการยึดกับไฮดรอกซีแอปไทต์ได้

นอกจากนี้บางส่วนยังสังเกตเห็นอนุภาคที่มีลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่แตกต่างจากเกรนของสารตั้งต้น ( โครงสร้างภายในวงของรูปที่ 4-13 - 4-15 ) ซึ่งสันนิษฐานว่าอนุภาคดังกล่าวอาจเป็นสารใหม่ที่เกิดขึ้นภายหลังการแช่สารละลาย SBF ซึ่งอาจจะเป็นไฮดรอกซีแอปไทต์ที่มีขนาดผลึกเล็กมาก อย่างไรก็ตามผลึกไฮดรอกซีแอปไทต์ ที่มีการแทนที่ด้วยคาร์บอเนต จะมีโครงสร้างจุลภาคทรงกลมคล้ายดอกกะหล่ำดังแสดงในรูป 4-17 ซึ่งเป็นโครงสร้างที่มีลักษณะคล้ายคลึงกับสารตั้งต้น



รูปที่ 4-17 โครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีแอปไทต์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวภายหลังการแช่สารละลาย SBF [20]

#### 4.4.3 การเปลี่ยนแปลงของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่แคลเซียมฟอสเฟต

##### ก. การเปลี่ยนแปลงค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่

ตารางที่ 4-4 แสดงค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย SBF ของแคลเซียมฟอสเฟต ที่สังเคราะห์โดยวิธีตกตะกอนร่วมและวิธีโซล-เจล

| สารตัวอย่าง               | สารละลาย SBF | ค่า pH |       |       |        |        |        |
|---------------------------|--------------|--------|-------|-------|--------|--------|--------|
|                           |              | 0 วัน  | 1 วัน | 5 วัน | 10 วัน | 15 วัน | 20 วัน |
| Sol 3                     | 1.0          | 7.40   | 7.52  | 7.64  | 7.97   | 8.01   | 8.13   |
| Sol 4                     |              | 7.40   | 7.66  | 7.70  | 7.96   | 8.01   | 8.11   |
| pH12 (NH <sub>4</sub> OH) |              | 7.40   | 7.41  | 7.66  | 7.95   | 8.00   | 8.05   |
| Sol 3                     | 1.5          | 7.40   | -     | 8.13  | 8.19   | 8.28   | 8.31   |
| Sol 4                     |              | 7.40   | -     | 8.09  | 8.20   | 8.28   | 8.30   |
| pH12 (NH <sub>4</sub> OH) |              | 7.40   | -     | 8.11  | 8.19   | 8.26   | 8.29   |

##### ข. การเปลี่ยนแปลงปริมาณแคลเซียมในสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่

นำสารละลาย SBF ที่ผ่านการแช่สารตัวอย่างแล้วไปทำการวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy ( ICP ) เพื่อหาปริมาณของแคลเซียมที่เปลี่ยนแปลงไปของสารละลาย SBF ก่อนและหลังการแช่สารตัวอย่าง ดังแสดงผลในตารางที่ 4-5

ตารางที่ 4-5 แสดงการเปลี่ยนแปลงของปริมาณแคลเซียมในสารละลาย SBF

| สารตัวอย่าง                 | สารละลาย SBF | จำนวนวันที่แช่ | ปริมาณแคลเซียม ( ppm ) |
|-----------------------------|--------------|----------------|------------------------|
| ก่อนแช่                     | 1.0          | -              | 100.000                |
| Sol 3                       |              | 20             | 370.791                |
| Sol 4                       |              | 20             | 123.780                |
| pH12 ( NH <sub>4</sub> OH ) |              | 20             | 385.031                |
| ก่อนแช่                     | 1.5          | -              | 150.000                |
| Sol 3                       |              | 20             | 347.122                |
| Sol 4                       |              | 20             | 190.214                |
| pH12 ( NH <sub>4</sub> OH ) |              | 20             | 203.783                |

จากตารางที่ 4-4 พบว่าเมื่อทำการแช่สารตัวอย่างในสารละลาย SBF นานขึ้น ค่า pH ของสารละลายจะมีค่าเพิ่มขึ้น แสดงถึงการละลายของแคลเซียมออกจากสารตัวอย่าง ซึ่งจะยืนยันได้จากปริมาณแคลเซียมที่เพิ่มขึ้นเมื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4-5 เนื่องจากแคลเซียมละลายได้ที่ pH ที่เป็นกลาง ( pH เริ่มต้น = 7.40 ) ของสารละลาย SBF เมื่อแช่นานขึ้นค่า pH มากขึ้น เมื่อ pH เพิ่มขึ้นมากๆ ( มีค่ามากกว่า 8 ) จะเป็นการเพิ่มโอกาสให้เกิดการตกผลึกของไฮดรอกซีแอปาทิตเกิดขึ้น

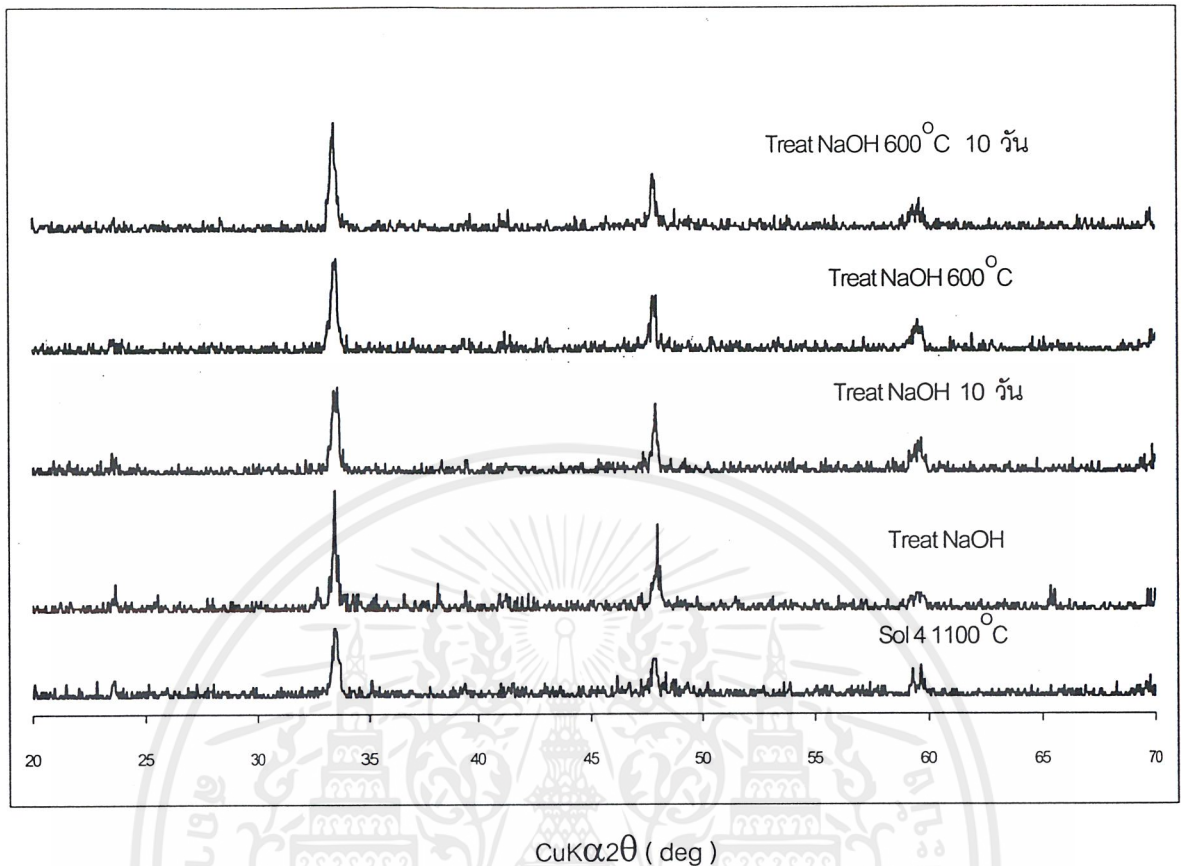
#### 4.5 แคลเซียมทิทาเนตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH

จากผลการทดลองการแช่แคลเซียมทิทาเนตในสารละลาย SBF ข้างต้นแสดงให้เห็นว่าการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์บนแคลเซียมทิทาเนตเกิดขึ้นได้ยากอาจจะต้องใช้เวลาในการศึกษานานขึ้น ผลที่เป็นเช่นนี้อาจจะเกิดเนื่องจากแคลเซียมทิทาเนตซึ่งเผาที่อุณหภูมิสูงจะมีโครงสร้างที่เสถียรเกิดการเปลี่ยนแปลงได้ยาก

ในการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง[4] มีผู้เสนอว่าไฮดรอกซีแอปพาไทต์จะเกิดบน  $\text{TiO}_2$  ภายใต้สารละลาย SBF ผ่านขั้นตอนการ Hydrolysis ของ  $\text{TiO}_2$  เกิดเป็น  $\text{TiOH}$  ดังนั้นบางงานวิจัยจึงทำการปรับปรุงพื้นผิวของ  $\text{TiO}_2$  โดยแช่ในสารละลาย NaOH เข้มข้นเพื่อเปลี่ยนเป็น  $\text{TiOH}$  ซึ่งช่วยเพิ่มโอกาสในการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ภายใต้สารละลาย SBF ดังนั้นในการศึกษาจึงทดลองทำการปรับปรุงพื้นผิวของแคลเซียมทิทาเนต โดยการนำแคลเซียมทิทาเนตที่แคลไซน์ที่  $1100^\circ\text{C}$  มาผ่านการแช่ในสารละลาย NaOH เข้มข้น  $5 \text{ mol/l}$  ที่อุณหภูมิ  $60^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

##### 4.5.1 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคความเป็นผลึก

ทำการเลือกแคลเซียมทิทาเนตที่มีอัตราส่วนของ Ca/Ti ใกล้เคียง 1 ได้แก่ Sol 4 เพื่อนำมาปรับปรุงพื้นผิวโดยการนำไปแช่ในสารละลาย NaOH เข้มข้น เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำสารที่ได้ไปแช่ในสารละลาย SBF 1.0 หลังจากครบตามกำหนดเวลาแล้ว นำแคลเซียมทิทาเนตมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ได้ผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4-18



รูปที่ 4-18 การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึกของ Sol 4 ภายหลังจากผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้น 5 mol/l และเมื่อผ่านการแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0

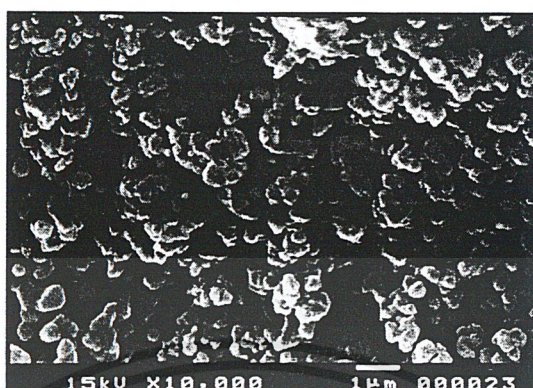
จากการปรับปรุงพื้นผิวของแคลเซียมทิทานเนตโดยใช้ NaOH พบว่าพีคที่ได้ยังคงเป็นพีคของแคลเซียมทิทานเนตชนิด Perovskite เช่นเดียวกับสารตั้งต้นก่อนแช่ NaOH

เมื่อนำไปแช่ในสารละลาย SBF พบว่าตำแหน่งของพีคในแพทเทิร์นไม่เปลี่ยนแปลง แต่รูปร่างฐานของพีคมีลักษณะกว้างขึ้น (broad peak) เมื่อทำการแช่นานวันขึ้น

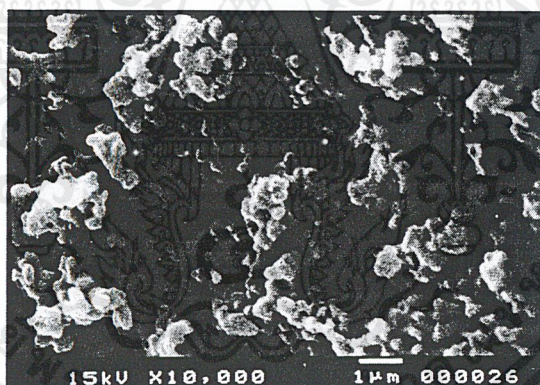
จากรูปที่ 4-18 พบว่าแพทเทิร์นของสารที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH มีการเปลี่ยนแปลงพีคซึ่งอาจเกิดจากการเปลี่ยนเฟสโดยแคลเซียมไอออนจากสารละลาย SBF ตกลงมาทำให้วิฤภาคของ  $\text{CaTiO}_3$  เปลี่ยนเป็นวิฤภาคอื่นเช่น  $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$  ดังปรากฏพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $33.0$   $47.4$  และ  $58.4^\circ$  และเมื่อมีแคลเซียมไอออนตกลงมามากขึ้นจะมีการก่อตัวเป็นไฮดรอกซีแอปาทาइटเกิดขึ้น

ดังนั้นจากพีค X-ray diffraction ที่ได้ยังไม่สามารถระบุได้ชัดเจนว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นไฮดรอกซีแอปาทาइटขึ้น

#### 4.5.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของสาร

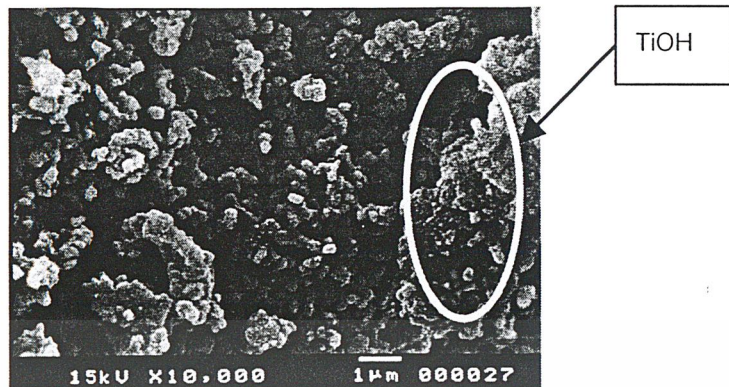


รูปที่ 4-19 โครงสร้างจุลภาคของแคลเซียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล Sol 4 ก่อนการปรับปรุงพื้นผิว กำลังขยาย 10,000 เท่า



รูปที่ 4-20 โครงสร้างจุลภาคของ Sol 4 เมื่อผ่านการ Treat ด้วย NaOH หลังจากผ่านการแช่สารละลาย SBF 1.0 10 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-21 โครงสร้างจุลภาคของ Sol 4 เมื่อผ่านการ Treat ด้วย NaOH และเผาที่ 600 °C หลังจากผ่านการแช่สารละลาย SBF 1.0 10 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า

จากรูปที่ 4-20 และ 4-21 พบว่าหลังจากแช่สารละลาย SBF แล้วโครงสร้างจุลภาคโดยรวมของสารตัวอย่างยังมีลักษณะเหมือนกับสารตั้งต้นแต่พบว่ามีส่วนมีโครงสร้างจุลภาคที่มีความแตกต่างจากสารตั้งต้น ซึ่งสันนิษฐานว่าเป็นลักษณะของ TiOH gel เนื่องจากการปรับปรุงพื้นผิวด้วยเบสแก่ (NaOH)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.5.3 การเปลี่ยนแปลงค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่

ตารางที่ 4-6 แสดงค่าความเป็นกรด - ด่างของสารละลาย SBF ที่แช่สารตัวอย่างที่มีการปรับปรุงพื้นผิวด้วย 5 M NaOH

| สารตัวอย่าง               | สารละลาย<br>SBF | ค่า pH |        |
|---------------------------|-----------------|--------|--------|
|                           |                 | 5 วัน  | 10 วัน |
| Sol 4                     | 1.0             | 7.70   | 7.96   |
| Sol 4 ( NaOH )            |                 | 7.83   | 8.13   |
| Sol 4 เผา 600 °C ( NaOH ) |                 | 7.75   | 8.12   |

จากตารางที่ 4-6 พบว่าเมื่อทำการแช่สารตัวอย่างในสารละลาย SBF นานขึ้นค่า pH ของสารละลายมีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งค่า pH ที่เพิ่มขึ้นนี้มีค่ามากกว่าเมื่อแช่ด้วยสารตัวอย่าง Sol 4 ที่ยังไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว เนื่องจากสารตัวอย่างที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวโดยการแช่ในสารละลาย NaOH เข้มข้นแล้ว จะทำให้โครงสร้างที่พื้นผิวของสารตัวอย่างเปลี่ยนจากสถานะที่เสถียรเป็นสภาพที่ไม่เสถียร ทำให้เคลือบสามารถเกิดการละลายออกมาได้ง่ายขึ้น

## บทที่ 5

### สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย

1. การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตด้วยวิธีโซล-เจลจะมีอัตราส่วนโมลของ Ca/Ti เข้าใกล้ 1 ซึ่งเป็นค่าทางทฤษฎีมากกว่าแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม เนื่องจากในวิธีการตกตะกอนร่วมอัตราการตกตะกอนของ CaO และ TiO<sub>2</sub> มีค่าแตกต่างกันขึ้นกับค่า pH ที่ใช้ โดย CaO จะเกิดการตกตะกอนได้ดีที่ค่า pH ค่อนข้างสูง ซึ่งเป็นการยากในการหาสารที่ใช้ในการตกตะกอนและทำให้ไม่สามารถควบคุมองค์ประกอบทางเคมีของสารผลิตภัณฑ์ได้ ในขณะที่การสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล การเกิดตะกอนของ CaO และ TiO<sub>2</sub> ไม่ขึ้นกับค่า pH และความสามารถในการตกตะกอนของสารสามารถควบคุมองค์ประกอบของสารผลิตภัณฑ์ได้ดี ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้นไม่เกิดการสูญหายขณะทำการสังเคราะห์ นอกจากนี้การสังเคราะห์ที่ใช้เวลานานจะทำให้มีการผสมกันของสารตั้งต้นได้มากขึ้น
2. เมื่อเผาผงแคลเซียมทิตาเนตที่อุณหภูมิสูงประมาณ 1000 - 1100 °C พบว่าแคลเซียมทิตาเนตที่ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วมซึ่งมีองค์ประกอบของ TiO<sub>2</sub> มากกว่า CaO ทำให้มีสารเจือปนของ TiO<sub>2</sub> ชนิด rutile ผสมกับแคลเซียมทิตาเนต ในขณะที่สารที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซล-เจลไม่พบสารเจือปนของ TiO<sub>2</sub>
3. อนุภาคของแคลเซียมทิตาเนตที่ได้จากการแคลไซน์ ( Calcine ) ที่ 1000 - 1100 °C มีลักษณะค่อนข้างกลมซึ่งเป็นลักษณะของแคลเซียมทิตาเนตแบบ Perovskite
4. เมื่อนำสารแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพโดยแช่ในสารละลาย Simulated Body Fluid ( SBF ) ไม่สามารถระบุได้ชัดเจนว่าเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์บนพื้นผิวของสารตัวอย่างเนื่องจากเมื่อนำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ไม่พบผลที่ยืนยันได้ชัดเจนว่ามีไฮดรอกซีแอปพาไทต์เกิดขึ้นบนผิวของแคลเซียมทิตาเนตตัวอย่าง อย่างไรก็ตามเมื่อนำมาวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพบว่าในบางส่วนของพื้นผิวของสารตัวอย่างมีกลุ่มของอนุภาคที่มีโครงสร้างแตกต่างจากสารตั้งต้น อนุภาคที่พบใหม่มีลักษณะอนุภาคกลมคล้ายดอกกะหล่ำซึ่งสันนิษฐานว่าอาจจะเกิดเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ แต่กลุ่มโครงสร้างที่พบมีขนาดเล็กมากทำให้ไม่สามารถระบุผลที่ชัดเจนได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. เมื่อนำสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่ด้วยสารตัวอย่างแคลเซียมทิตานเนตมาตรวจวิเคราะห์ พบว่าสารละลายมีค่า pH เพิ่มขึ้นซึ่งเป็นผลเนื่องมาจากปริมาณแคลเซียมในสารละลายเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าแคลเซียมจากสารตัวอย่างสามารถละลายออกมาได้ ซึ่งสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์บนพื้นผิวของสารตัวอย่างได้

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในการสังเคราะห์แคลเซียมทิตานเนตโดยวิธีตกตะกอนร่วมควรจะมีการเลือกใช้สารที่ใช้ในการตกตะกอนที่ pH สูงกว่านี้และใช้เวลาในการตกตะกอนให้นานขึ้นซึ่งจะส่งผลทำให้การตกตะกอนของ CaO เกิดได้ดีขึ้นน่าจะทำให้อัตราส่วนโดยโมลของ Ca/Ti มีค่าเข้าใกล้ 1 มากขึ้น
2. ผงแคลเซียมทิตานเนตที่ใช้ในการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพควรจะเผาที่อุณหภูมิประมาณ 500-600 °C เพื่อให้ TiO<sub>2</sub> อยู่ในรูปของ anatase ซึ่งจะเหนี่ยวนำให้เกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ได้ดีกว่าการเผาที่อุณหภูมิสูง 1000-1100 °C ซึ่ง TiO<sub>2</sub> จะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นชนิด rutile [21] ซึ่งการเผาที่อุณหภูมิสูงนี้จะเหมาะกับเมื่อเตรียมสารตัวอย่างในลักษณะที่เป็นเม็ดมากกว่าเป็นผง เนื่องจากจะทำให้ได้สารที่มีความหนาแน่นสูง
3. ในการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพระยะเวลาที่ใช้ในการทดสอบสั้นเกินไปทำให้ผลการทดลองที่ได้ออกมาไม่ชัดเจน ดังนั้นควรที่จะเพิ่มเวลาในการแช่สารตัวอย่างในสารละลาย SBF ให้นานขึ้น เพื่อทำให้แคลเซียมมีการตกตะกอนเพิ่มมากขึ้น ซึ่งจะส่งผลให้ค่า pH สูงขึ้น ช่วยเพิ่มโอกาสในการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์มากขึ้น เนื่องจากไฮดรอกซีแอปพาไทต์จะเกิดได้ดีที่ pH มากกว่า 8
4. ควรใช้เทคนิค EDS ( Energy Dispersive X-ray Spectroscopy ) ในการวิเคราะห์ร่วมกับ SEM โดยเฉพาะในตำแหน่งที่มีโครงสร้างแตกต่างจากสารตั้งต้นเพื่อยืนยันองค์ประกอบทางเคมีว่าแตกต่างจากสารตั้งต้นหรือไม่ พบองค์ประกอบที่เป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์หรือไม่
5. การนำแคลเซียมทิตานเนตไปผ่านการปรับปรุงพื้นผิวโดยการแช่ในสารละลายเบสแก่ (NaOH เข้มข้น 5 mol/l) เพื่อเปลี่ยนให้บริเวณพื้นผิวอยู่ในรูปของ TiOH ซึ่งจะเหนี่ยวนำให้เกิดเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ได้เร็วขึ้นและควรเพิ่มเวลาที่ใช้ในการแช่สารละลาย NaOH ให้นานขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### บรรณานุกรม

- [1] S. Kaciulis , G. Mattozna and A. Napoli , J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom., 95,61(1998)
- [2] Ping Zhou and Masaru Akou , Bio. Med. Mater. And Eng. ,7,67(1997)
- [3] Tadshi Kokubo , Hyun – Min Kim ,and Takashi Nakamura , Materials science for the 21<sup>st</sup> century: vol.A, Kyoto , 2001 , pp.81-88
- [4] T. Kokubo , H.- M. Kim , M. Kawashita and T. Nakamura , J. Of Australasian Ceramic society , 36 [1] ,37(2000)
- [5] เอกสารประกอบการสอนวิชาวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง โดย ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน , 2544
- [6] ชูศักดิ์ เวชแพศย์ และ สมศรี ดาวฉาย , อวัยวะเทียม ,โครงการวิจัยและพัฒนาอุปกรณ์ทางชีวภาพทางการแพทย์ สถาบันวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยมหิดล , 2543 , หน้า 1-12
- [7] Larry L. Hence and Jane Wilson , An introduction to Bioceramics : Advance series in ceramics - vol. 1 , Florida : World Scientific Publishing , 1993 , pp.1-24
- [8] Joon Bu Park , Biomaterials - An introduction : Clemson University , Newyork and London : Plenum Press , 1979
- [9] Joseph D Bronzino , Biomedical Engineering Handbook , USA : CRC Press , 1999
- [10] Mel M Schwartz , Handbook of structural ceramics , Newyork : Mc Graw - Hill , 1992
- [11] [http:// webmineral.com/data/perovskite.shtml](http://webmineral.com/data/perovskite.shtml)
- [12] Janusz Nowotny , Electronic ceramic Materials , Switzerland : Trans. Tech. Publication , 1992 , pp. 87-88
- [13] <http://image.google.com/images?q=Perovskite&imgsafe=on>
- [14] P. cousin and R.A. Ross , Materials Science and Engineering , A130 .119(1990)
- [15] C.J. Brinker and G.W. Scherer , Sol-gel Science - The Physics and chemistry of Sol-gel processing , New york : Acedemic Press ,1990
- [16] Myung Jin Kim and Egon Matijevic , J. Am. Ceram. Soc. , 77[7] , 1950(1994)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [17] T. Kokubo , J. Non - cryst. Solids. , 120 ,138 (1990)
- [18] T. Kokubo , An introduction to Bioceramics , Singapore : World scientific publishing , 1993 , pp. 75-99
- [19] S.B. Cho , K. Nakanishi and T. Kokubo , J. Am. Ceram. ,78 , 1769(1995)
- [20] ปิยวิทย์ รัตนฤทธิ์พันธ์ และ เซาวเรศ มะลิมาศ , การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต เพื่อประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์ , ครงงานพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปีการศึกษา 2544
- [21] Guomin Mi , Yasukazu Murakami , Daisuke Shindo and Fumio Saito , Powder Technol. , 105 , 162 (1999)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก-1 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีการตกตะกอน  
รวม ( pH8 )

| องค์ประกอบ                    | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|-------------------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub>              | 81.67                |
| CaO                           | 16.70                |
| SiO <sub>2</sub>              | 0.85                 |
| MgO                           | 0.45                 |
| V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 0.35                 |

ตารางที่ ก-2 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีการตกตะกอนรวม  
( pH10 )

| องค์ประกอบ       | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub> | 76.99                |
| CaO              | 21.70                |
| SiO <sub>2</sub> | 0.74                 |
| MgO              | 0.57                 |

ตารางที่ ก-3 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีการตกตะกอนรวม  
( pH12 ( NH<sub>4</sub>OH ) ตกตะกอน 2 ชั่วโมง )

| องค์ประกอบ        | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|-------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub>  | 72.51                |
| CaO               | 25.80                |
| SiO <sub>2</sub>  | 0.66                 |
| Na <sub>2</sub> O | 1.00                 |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก-4 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีการตกตะกอน  
รวม ( pH12 (NH<sub>4</sub>OH) ตกตะกอน 6 ชั่วโมง)

| องค์ประกอบ                    | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|-------------------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub>              | 66.89                |
| CaO                           | 29.80                |
| SiO <sub>2</sub>              | 1.30                 |
| MgO                           | 1.20                 |
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 0.87                 |

ตารางที่ ก-5 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีโซล-เจล  
( Sol 1 )

| องค์ประกอบ       | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub> | 24.50                |
| CaO              | 28.00                |
| Cl               | 47.00                |
| SiO <sub>2</sub> | 0.51                 |

ตารางที่ ก-6 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีโซล-เจล  
( Sol 2 )

| องค์ประกอบ       | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub> | 25.00                |
| CaO              | 13.00                |
| CO <sub>2</sub>  | 46.00                |
| N                | 15.00                |
| F                | 0.69                 |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก-7 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีโซล-เจล

( Sol 3 )

| องค์ประกอบ       | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub> | 51.70                |
| CaO              | 42.20                |
| F                | 4.80                 |
| MgO              | 0.75                 |
| SiO <sub>2</sub> | 0.53                 |

ตารางที่ ก-8 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีโซล-เจล

( Sol 4 )

| องค์ประกอบ       | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub> | 55.75                |
| CaO              | 42.80                |
| MgO              | 0.82                 |
| SiO <sub>2</sub> | 15.00                |

ตารางที่ ก-9 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแคลเซียมทิตานเนตที่ได้จากวิธีโซล-เจล

( Sol 5 )

| องค์ประกอบ        | ความเข้มข้น ( % wt ) |
|-------------------|----------------------|
| TiO <sub>2</sub>  | 56.40                |
| CaO               | 40.90                |
| MgO               | 1.30                 |
| SiO <sub>2</sub>  | 0.76                 |
| Na <sub>2</sub> O | 0.64                 |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 22-153   |                                       | Radiation = 1.540598 |          | Quality : High |          |          |
|--|---------------------------------------|----------------------|----------|----------------|----------|----------|
| Ca Ti O <sub>3</sub><br>/ Ca O · Ti O <sub>2</sub><br>Perovskite, syn / Calcium Titanium Oxide   |                                       | <b>2th</b>           | <b>l</b> | <b>h</b>       | <b>k</b> | <b>l</b> |
|  |                                       | 23.242               | 14       | 1              | 0        | 1        |
|  |                                       | 26.010               | 3        | 1              | 1        | 1        |
|  |                                       | 32.915               | 40       | 2              | 0        | 0        |
|  |                                       | 33.140               | 100      | 1              | 2        | 1        |
|  |                                       | 34.981               | 1        | 2              | 1        | 0        |
|  |                                       | 36.994               | 1        | 2              | 0        | 1        |
|  |                                       | 37.233               | 2        | 1              | 0        | 2        |
|  |                                       | 38.906               | 4        | 2              | 1        | 1        |
|  |                                       | 39.081               | 7        | 0              | 3        | 1        |
|  |                                       | 40.663               | 6        | 2              | 2        | 0        |
|  |                                       | 40.972               | 4        | 0              | 2        | 2        |
|  |                                       | 42.591               | 2        | 1              | 3        | 1        |
|  |                                       | 44.142               | 2        | 2              | 2        | 1        |
|  |                                       | 44.370               | 1        | 1              | 2        | 2        |
|  |                                       | 47.543               | 50       | 0              | 4        | 0        |
|  |                                       | 48.930               | 2        | 2              | 3        | 0        |
|  |                                       | 49.043               | 3        | 2              | 1        | 2        |
|  |                                       | 52.006               | 1        | 2              | 3        | 1        |
|  |                                       | 52.165               | 1        | 1              | 3        | 2        |
|  |                                       | 52.358               | 1        | 0              | 1        | 3        |
|  |                                       | 53.245               | 2        | 3              | 0        | 1        |
|  |                                       | 53.547               | 3        | 1              | 4        | 1        |
|  |                                       | 53.785               | 2        | 1              | 0        | 3        |
|  |                                       | 54.723               | 3        | 3              | 1        | 1        |
|  |                                       | 55.187               | 1        | 1              | 1        | 3        |
|  |                                       | 58.888               | 14       | 3              | 2        | 1        |
|  |                                       | 59.054               | 16       | 2              | 4        | 0        |
|  |                                       | 59.304               | 25       | 0              | 4        | 2        |
|  |                                       | 60.502               | 1        | 2              | 3        | 2        |
|  |                                       | 61.900               | 1        | 1              | 4        | 2        |
|  |                                       | 63.194               | 1        | 0              | 5        | 1        |
|  |                                       | 63.382               | 1        | 0              | 3        | 3        |
|  |                                       | 65.464               | 1        | 3              | 3        | 1        |
|  |                                       | 68.981               | 3        | 4              | 0        | 0        |
|  |                                       | 69.454               | 11       | 2              | 4        | 2        |
|  |                                       | 69.850               | 5        | 0              | 0        | 4        |
|  |                                       | 70.220               | 2        | 4              | 1        | 0        |
|  |                                       | 71.465               | 1        | 4              | 0        | 1        |
|  |                                       | 72.313               | 1        | 1              | 0        | 4        |
|  |                                       | 73.079               | 1        | 2              | 5        | 1        |
|  |                                       | 73.244               | 1        | 1              | 5        | 2        |
|  |                                       | 74.132               | 1        | 3              | 4        | 1        |
|  |                                       | 75.529               | 1        | 3              | 1        | 3        |
|  |                                       | 77.133               | 1        | 1              | 2        | 4        |
|  |                                       | 78.783               | 2        | 4              | 0        | 2        |
|  |                                       | 79.173               | 7        | 1              | 6        | 1        |
|  |                                       | 79.910               | 1        | 4              | 3        | 0        |
|  |                                       | 80.336               | 1        | 2              | 5        | 2        |
|  |                                       | 80.572               | 1        | 2              | 1        | 4        |
|  |                                       | 83.027               | 1        | 1              | 3        | 4        |
|  |                                       | 84.824               | 1        | 3              | 5        | 1        |
|  |                                       | 85.026               | 1        | 3              | 3        | 3        |
|  |                                       | 85.220               | 1        | 1              | 5        | 3        |
|  |                                       | 88.089               | 2        | 4              | 4        | 0        |
|  |                                       | 88.898               | 2        | 0              | 4        | 4        |
|  |                                       | 89.329               | 1        | 4              | 3        | 2        |
|  |                                       | 92.071               | 1        | 0              | 7        | 1        |
|  |                                       | 92.450               | 1        | 5              | 0        | 1        |
|  |                                       | 93.623               | 1        | 5              | 1        | 1        |
|  |                                       | 95.275               | 1        | 4              | 2        | 3        |
|  |                                       | 95.638               | 1        | 3              | 2        | 4        |
|  |                                       | 97.138               | 1        | 5              | 2        | 1        |
|  |                                       | 97.519               | 3        | 4              | 4        | 2        |
|  |                                       | 97.609               | 4        | 3              | 6        | 1        |
|  |                                       | 98.059               | 5        | 1              | 6        | 3        |
|  |                                       | 98.397               | 6        | 1              | 2        | 5        |
|  |                                       | 103.040              | 1        | 5              | 3        | 1        |
|  |                                       | 107.301              | 2        | 4              | 0        | 4        |
|  |                                       | 107.448              | 1        | 0              | 8        | 0        |
|  |                                       | 108.507              | 1        | 4              | 1        | 4        |
|  |                                       | 111.699              | 1        | 5              | 4        | 1        |
|  |                                       | 112.229              | 1        | 4              | 2        | 4        |
|  |                                       | 113.046              | 1        | 5              | 1        | 3        |
|  |                                       | 113.423              | 1        | 3              | 7        | 1        |
|  |                                       | 116.349              | 1        | 6              | 0        | 0        |
|  |                                       | 116.902              | 1        | 5              | 2        | 3        |
|  |                                       | 117.464              | 4        | 3              | 6        | 3        |
|  |                                       | 117.779              | 4        | 3              | 2        | 5        |
| <b>Lattice</b> : Orthorhombic  | <b>Mol. weight</b> = 135.98           |                      |          |                |          |          |
| <b>S.G.</b> : Pnma (62)  | <b>Volume [CD]</b> = 223.78           |                      |          |                |          |          |
| <b>a</b> = 5.44050   | <b>Dx</b> = 4.036                     |                      |          |                |          |          |
| <b>b</b> = 7.64360   | <b>Dm</b> = 4.030                     |                      |          |                |          |          |
| <b>c</b> = 5.38120   |                                       |                      |          |                |          |          |
| <b>a/b</b> = 0.71177   | <b>Z</b> = 4                          | <b>l/cor</b> = 2.60  |          |                |          |          |
| <b>c/b</b> = 0.70401   |                                       |                      |          |                |          |          |
| OPTICAL DATA : B=2.38<br>COLOR : Yellowish white<br>TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 25 C.<br>SAMPLE PREPARATION : Prepared by mixing equimolar amounts of CaO + Ti O <sub>2</sub> and pelletizing at 5000 pounds per inch +2.<br>GENERAL COMMENTS : The pellets were heated to 1000-1200 C for 4 hours in an oxidizing atmosphere. |                                       |                      |          |                |          |          |
| *Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 9, page 17, (1971) primary reference :  |                                       |                      |          |                |          |          |
| *Elements of Optical Mineralogy, volume 2, page 92, (1951) optical data : Winchell.  |                                       |                      |          |                |          |          |
| <b>Radiation</b> : CuKα1   | <b>Filter</b> : Monochromator crystal |                      |          |                |          |          |
| <b>Lambda</b> : 1.54056  | <b>d-sp</b> : Not given               |                      |          |                |          |          |
| <b>SS/FOM</b> : F30= 49(0.0152,40)   | <b>Internal standard</b> : W          |                      |          |                |          |          |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 43-226   |  | Radiation = 1.540598   |     | Quality : High |   |   |
|--|--|--|-----|----------------|---|---|
| CaTiO <sub>3</sub>   |  | 2th  | l   | h              | k | l |
| Calcium Titanium Oxide   |  | 22.813   | 5   | 1              | 0 | 0 |
|  |  | 32.485   | 12  | 1              | 1 | 0 |
|  |  | 40.059   | 100 | 1              | 1 | 1 |
|  |  | 46.586   | 23  | 2              | 0 | 0 |
|  |  | 52.488   | 2   | 2              | 1 | 0 |
|  |  | 57.947   | 1   | 1              | 1 | 2 |
|  |  | 68.018   | 12  | 2              | 2 | 0 |
|  |  | 72.779   | 4   | 3              | 0 | 0 |
|  |  | 77.415   | 5   | 3              | 1 | 0 |
|  |  | 81.977   | 33  | 3              | 1 | 1 |
|  |  | 86.483   | 3   | 2              | 2 | 2 |
|  |  | 90.966   | 6   | 0              | 2 | 3 |
|  |  | 95.456   | 3   | 1              | 2 | 3 |
|  |  | 104.563  | 1   | 4              | 0 | 0 |
|  |  | 109.252  | 2   | 3              | 2 | 2 |
|  |  | 114.072  | 2   | 3              | 3 | 0 |
|  |  | 119.038  | 10  | 3              | 3 | 1 |
|  |  | 124.352  | 2   | 4              | 2 | 0 |
|  |  | 136.101  | 2   | 3              | 3 | 2 |
| <b>Lattice :</b> Cubic<br><b>S.G. :</b> Pm3m (221)<br><b>a =</b> 3.89500<br><br><b>Z =</b> 1   |  | <b>Mol. weight =</b> 135.98<br><b>Volume [CD] =</b> 59.09<br><b>Dx =</b> 3.821                         |     |                |   |   |
| <b>MELTING POINT :</b> 3150 K<br><b>COLOR :</b> Colorless<br><b>SAMPLE SOURCE OR LOCALITY :</b> Calcium titanate 99.5% purchased from Alfa Produkte, Karlsruhe, Germany, Lot No. 031280911, washed in acetic acid.<br><b>GENERAL COMMENTS :</b> Sample investigated at 1600 K in platinum can using a mirror furnace, intensities and d-values evaluated by Rietveld method, observed intensities are given.<br><b>GENERAL COMMENTS :</b> High temperature form.<br><b>TEMP. OF DATA COLLECTION :</b> Pattern taken at 1600 K. |  |  |     |                |   |   |
| <b>*Private Communication, (1991) primary reference :</b><br><b>Fuess, H.,</b> Fachbereich Materialwissenschaft, Technische Hochschule Darmstadt, Germany.<br><b>*Private Communication, :</b><br><b>Schmahl, W.</b>   |  |  |     |                |   |   |
| <b>Radiation :</b> Neut<br><b>Lambda :</b> 1.59400<br><b>SS/FOM :</b> F19=134(0.0071,20)   |  | <b>Filter :</b> Monochromator crystal<br><b>d-sp :</b> Diffractometer<br><b>External standard :</b> Si |     |                |   |   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 82-228   |  | Radiation = 1.540598   |     |   |   |   | Quality : Calculated |    |   |   |   |
|--|--|--|-----|---|---|---|----------------------|----|---|---|---|
| Ca Ti O <sub>3</sub>   |  | 2th  | l   | h | k | l | 2th                  | l  | h | k | l |
| Perovskite, syn / Calcium Titanium Oxide   |  | 20.175   | <1  | 1 | 0 | 1 | 85.000               | 1  | 3 | 3 | 3 |
|  |  | 23.234   | 15  | 1 | 1 | 0 | 85.271               | 1  | 3 | 3 | 5 |
|  |  | *23.234  | 15  | 0 | 0 | 2 | 86.172               | <1 | 1 | 2 | 6 |
|  |  | 26.029   | 3   | 1 | 1 | 1 | 86.336               | <1 | 2 | 1 | 6 |
|  |  | 32.891   | 28  | 0 | 2 | 0 | 88.078               | 3  | 0 | 4 | 4 |
|  |  | 33.115   | 100 | 1 | 1 | 2 | 88.950               | 2  | 4 | 0 | 4 |
|  |  | 33.289   | 32  | 2 | 0 | 0 | 89.980               | <1 | 4 | 2 | 3 |
|  |  | 34.977   | 1   | 0 | 2 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 36.995   | 1   | 1 | 2 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 37.266   | 1   | 2 | 1 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 38.890   | 2   | 1 | 2 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 39.105   | 5   | 1 | 0 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | *39.105  | 5   | 2 | 1 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 40.678   | 5   | 0 | 2 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 41.011   | 4   | 2 | 0 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 42.615   | 1   | 1 | 1 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 44.163   | 1   | 1 | 2 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 44.397   | 1   | 2 | 1 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 47.498   | 45  | 2 | 2 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 47.569   | 36  | 0 | 0 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 48.949   | 1   | 0 | 2 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 49.059   | 2   | 2 | 2 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 51.997   | 1   | 1 | 2 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 52.204   | 1   | 2 | 1 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 52.377   | 1   | 3 | 0 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 53.250   | 2   | 1 | 3 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 53.538   | 3   | 2 | 2 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | *53.538  | 3   | 1 | 1 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 54.690   | 2   | 1 | 3 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 55.223   | 1   | 3 | 1 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 58.869   | 13  | 1 | 3 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 59.042   | 15  | 0 | 2 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 59.376   | 20  | 3 | 1 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 60.486   | <1  | 2 | 2 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 61.624   | <1  | 2 | 3 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 61.745   | <1  | 1 | 2 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 61.933   | <1  | 2 | 1 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | *61.933  | <1  | 3 | 2 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 62.940   | <1  | 2 | 3 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 63.211   | <1  | 1 | 0 | 5 |                      |    |   |   |   |
|  |  | *63.211  | <1  | 3 | 2 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 63.397   | <1  | 3 | 0 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 65.459   | 1   | 1 | 3 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 65.937   | <1  | 3 | 1 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 66.801   | <1  | 2 | 3 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 67.097   | <1  | 3 | 2 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 68.971   | 4   | 0 | 4 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 69.493   | 14  | 2 | 2 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 69.902   | 4   | 4 | 0 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 70.214   | 1   | 0 | 4 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 71.469   | <1  | 1 | 4 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 72.328   | <1  | 4 | 1 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 73.006   | <1  | 2 | 3 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 73.118   | 1   | 1 | 2 | 5 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 73.290   | 1   | 2 | 1 | 5 |                      |    |   |   |   |
|  |  | *73.290  | 1   | 3 | 2 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 73.547   | 1   | 4 | 1 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 73.888   | <1  | 0 | 4 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 74.156   | 1   | 1 | 3 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 74.327   | 1   | 3 | 3 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 74.608   | <1  | 3 | 1 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 74.793   | 1   | 4 | 0 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 75.534   | <1  | 3 | 3 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 76.320   | <1  | 1 | 4 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 77.159   | <1  | 4 | 1 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 78.770   | 2   | 2 | 4 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 79.117   | 4   | 3 | 3 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 79.223   | 5   | 1 | 1 | 6 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 79.436   | 4   | 4 | 2 | 0 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 79.955   | 1   | 2 | 4 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 80.367   | <1  | 2 | 2 | 5 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 80.619   | <1  | 4 | 2 | 1 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 81.376   | <1  | 2 | 3 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 81.651   | <1  | 3 | 2 | 4 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 82.251   | <1  | 1 | 4 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 82.963   | <1  | 3 | 0 | 5 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 83.075   | <1  | 4 | 1 | 3 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 83.813   | <1  | 0 | 2 | 6 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 84.031   | <1  | 2 | 0 | 6 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 84.145   | <1  | 4 | 2 | 2 |                      |    |   |   |   |
|  |  | 84.833   | 1   | 1 | 3 | 5 |                      |    |   |   |   |
| Lattice : Orthorhombic<br>S.G. : Pbnm (62)<br>a = 5.37850<br>b = 5.44190<br>c = 7.64000<br>a/b = 0.98835      Z = 4<br>c/b = 1.40392                 |  | Mol. weight = 135.98<br>Volume [CD] = 223.62<br>Dx = 4.039<br>V/cor = 2.73 |     |   |   |   |                      |    |   |   |   |
| ICSD COLLECTION CODE : 074212<br>REMARKS FROM ICSD : REM TEM 298.<br>REMARKS FROM ICSD : REM RVP.<br>TEMPERATURE FACTOR : ITF                        |  |  |     |   |   |   |                      |    |   |   |   |
| *Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference :<br>*Phys. Chem. Miner., volume 20, page 171, (1993) :<br>Liu, X., Liebermann, R.C. |  |  |     |   |   |   |                      |    |   |   |   |
| Radiation : CuKα1<br>Lambda : 1.54060  |  | Filter : Not specified<br>d-sp : Calculated spacings                       |     |   |   |   |                      |    |   |   |   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 1-1055   |  | Radiation = 1.540598                       |          | Quality : Deleted |          |          |
|--|--|--|----------|-------------------|----------|----------|
| Ca Ti O <sub>3</sub>   |  | 2th  | <i>I</i> | <i>h</i>          | <i>k</i> | <i>l</i> |
| Perovskite / Calcium Titanium Oxide  |  | 23.329                                     | 7        | 2                 | 0        | 0        |
|  |  | 33.280                                     | 100      | 2                 | 2        | 0        |
|  |  | 34.882                                     | 1        | 3                 | 0        | 0        |
|  |  | 37.121                                     | 1        | 3                 | 1        | 0        |
|  |  | 39.312                                     | 6        | 3                 | 1        | 1        |
|  |  | 40.991                                     | 6        | 2                 | 2        | 2        |
|  |  | 42.824                                     | 1        | 3                 | 2        | 0        |
|  |  | 44.600                                     | 1        | 3                 | 2        | 1        |
|  |  | 47.835                                     | 75       | 4                 | 0        | 0        |
|  |  | 49.212                                     | 2        | 4                 | 1        | 0        |
|  |  | 53.888                                     | 4        | 4                 | 2        | 0        |
|  |  | 54.936                                     | 3        | 4                 | 2        | 1        |
|  |  | 59.599                                     | 60       | 4                 | 2        | 2        |
|  |  | 69.583                                     | 30       | 4                 | 4        | 0        |
|  |  | 79.870                                     | 20       | 4                 | 4        | 3        |
|  |  | 85.017                                     | 3        | 6                 | 3        | 0        |
|  |  | 88.898                                     | 5        | 4                 | 4        | 4        |
|  |  | 98.085                                     | 18       | 6                 | 4        | 2        |
|  |  | 117.716                                    | 13       | 6                 | 6        | 0        |
| Lattice : Cubic<br>S.G. : (0)<br>a = 7.64500<br>Z = 8<br>Mol. weight = 135.98<br>Volume [CD] = 446.82<br>Dx = 4.043<br>Dm = 4.10C  |  |  |          |                   |          |          |
| DELETED AND REJECTED BY : Delete: see Post's comments January 1955.<br>COLOR : Black<br>MELTING POINT : 1975<br>OPTICAL DATA : B=2.34<br>GENERAL COMMENTS : Reference reports pseudoisometric. |  |  |          |                   |          |          |
| *Private Communication, primary reference :<br>New Jersey Zinc Co., Palmerton, PA, USA.<br>*Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., unit cell data :   |  |  |          |                   |          |          |
| Radiation : MoKa<br>Lambda : 0.70900<br>SS/FOM : F19= 4(0.0870,61)   |  | Filter : Not specified<br>d-sp : Not given |          |                   |          |          |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 21-1276   |  | Radiation = 1.540598  |     | Quality : High |   |   |  |
|---|--|---|-----|----------------|---|---|--|
| TiO <sub>2</sub>  |  | 27.447  | 100 | 1              | 1 | 0 |  |
| Rutile, syn / Titanium Oxide titania  |  | 36.086  | 50  | 1              | 0 | 1 |  |
|   |  | 39.188  | 8   | 2              | 0 | 0 |  |
|   |  | 41.226  | 25  | 1              | 1 | 1 |  |
|   |  | 44.052  | 10  | 2              | 1 | 0 |  |
|   |  | 54.323  | 60  | 2              | 1 | 1 |  |
|   |  | 56.642  | 20  | 2              | 2 | 0 |  |
|   |  | 62.742  | 10  | 0              | 0 | 2 |  |
|   |  | 64.040  | 10  | 3              | 1 | 0 |  |
|   |  | 65.480  | 2   | 2              | 2 | 1 |  |
|   |  | 69.010  | 20  | 3              | 0 | 1 |  |
|   |  | 69.790  | 12  | 1              | 1 | 2 |  |
|   |  | 72.410  | 2   | 3              | 1 | 1 |  |
|   |  | 74.411  | 1   | 3              | 2 | 0 |  |
|   |  | 76.510  | 4   | 2              | 0 | 2 |  |
|   |  | 79.822  | 2   | 2              | 1 | 2 |  |
|   |  | 82.335  | 6   | 3              | 2 | 1 |  |
|   |  | 84.260  | 4   | 4              | 0 | 0 |  |
|   |  | 87.464  | 2   | 4              | 1 | 0 |  |
|   |  | 89.557  | 8   | 2              | 2 | 2 |  |
|   |  | 90.708  | 4   | 3              | 3 | 0 |  |
|   |  | 95.275  | 6   | 4              | 1 | 1 |  |
|   |  | 96.017  | 6   | 3              | 1 | 2 |  |
|   |  | 97.176  | 4   | 4              | 2 | 0 |  |
|   |  | 98.514  | 1   | 3              | 3 | 1 |  |
|   |  | 105.099   | 2   | 4              | 2 | 1 |  |
|   |  | 106.019   | 2   | 1              | 0 | 3 |  |
|   |  | 109.406   | 2   | 1              | 1 | 3 |  |
|   |  | 116.227   | 4   | 4              | 0 | 2 |  |
|   |  | 117.527   | 4   | 5              | 1 | 0 |  |
|   |  | 120.059   | 8   | 2              | 1 | 3 |  |
|   |  | 122.788   | 8   | 4              | 3 | 1 |  |
|   |  | 123.660   | 8   | 3              | 3 | 2 |  |
|   |  | 131.847   | 6   | 4              | 2 | 2 |  |
|   |  | 136.549   | 8   | 3              | 0 | 3 |  |
|   |  | 140.052   | 12  | 5              | 2 | 1 |  |
|   |  | 143.116   | 2   | 4              | 4 | 0 |  |
|   |  | 155.869   | 2   | 5              | 3 | 0 |  |
| <b>Lattice</b> : Tetragonal<br><b>S.G.</b> : P42/mmm (136)<br><b>a</b> = 4.93330<br><b>c</b> = 2.95920<br><b>Z</b> = 2  |  | <b>Mol. weight</b> = 79.90<br><b>Volume [CD]</b> = 62.43<br><b>Dx</b> = 4.250<br><b>Dm</b> = 4.230<br><b>I/cor</b> = 3.40 |     |                |   |   |  |
| <b>GENERAL COMMENTS</b> : No impurity over 0.001%.<br><b>SAMPLE SOURCE OR LOCALITY</b> : Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, NJ, USA.<br><b>TEMP. OF DATA COLLECTION</b> : Pattern taken at 25 C.<br><b>GENERAL COMMENTS</b> : Two other polymorphs, anatase (tetragonal) and brookite (orthorhombic), converted to rutile on heating above 700 C.<br><b>OPTICAL DATA</b> : A=2.9467, B=2.6505, Sign=+<br><b>GENERAL COMMENTS</b> : Optical data on specimen from Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., I 555.<br><b>GENERAL COMMENTS</b> : Opaque mineral optical data on specimen from Sweden: R3R%=20.3, Disp.=Std., VHN100=1132-1187, Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF.<br><b>GENERAL COMMENTS</b> : Pattern reviewed by Syvinski, W., McCarthy, G., North Dakota State Univ, Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns.<br><b>GENERAL COMMENTS</b> : Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed.<br><b>ADDITIONAL PATTERN</b> : Validated by calculated pattern.<br><b>GENERAL COMMENTS</b> : Naturally occurring material may be reddish brown.<br><b>COLOR</b> : White |  |   |     |                |   |   |  |
| *Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 7, page 83, (1969) primary reference :<br>*Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., volume 0, page 575, optical data :  |  |   |     |                |   |   |  |
| <b>Radiation</b> : CuKα1<br><b>Lambda</b> : 1.54056<br><b>SS/FOM</b> : F30=107(0.0088,32)   |  | <b>Filter</b> : Monochromator crystal<br><b>d-sp</b> : Not given<br><b>Internal standard</b> : W                          |     |                |   |   |  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| TiO <sub>2</sub>  |              | <table border="1"> <thead> <tr> <th>2<math>\theta</math></th> <th><i>I</i></th> <th><i>h</i></th> <th><i>k</i></th> <th><i>l</i></th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>27.447</td><td>100</td><td>1</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr><td>36.086</td><td>50</td><td>1</td><td>0</td><td>1</td></tr> <tr><td>39.188</td><td>8</td><td>2</td><td>0</td><td>0</td></tr> <tr><td>41.226</td><td>25</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>44.052</td><td>10</td><td>2</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr><td>54.323</td><td>60</td><td>2</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>56.642</td><td>20</td><td>2</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>62.742</td><td>10</td><td>0</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>64.040</td><td>10</td><td>3</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr><td>65.480</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr><td>69.010</td><td>20</td><td>3</td><td>0</td><td>1</td></tr> <tr><td>69.790</td><td>12</td><td>1</td><td>1</td><td>2</td></tr> <tr><td>72.410</td><td>2</td><td>3</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>74.411</td><td>1</td><td>3</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>76.510</td><td>4</td><td>2</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>79.822</td><td>2</td><td>2</td><td>1</td><td>2</td></tr> <tr><td>82.335</td><td>6</td><td>3</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr><td>84.260</td><td>4</td><td>4</td><td>0</td><td>0</td></tr> <tr><td>87.464</td><td>2</td><td>4</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr><td>89.557</td><td>8</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>90.708</td><td>4</td><td>3</td><td>3</td><td>0</td></tr> <tr><td>95.275</td><td>6</td><td>4</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>96.017</td><td>6</td><td>3</td><td>1</td><td>2</td></tr> <tr><td>97.176</td><td>4</td><td>4</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>98.514</td><td>1</td><td>3</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>105.099</td><td>2</td><td>4</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr><td>106.019</td><td>2</td><td>1</td><td>0</td><td>3</td></tr> <tr><td>109.406</td><td>2</td><td>1</td><td>1</td><td>3</td></tr> <tr><td>116.227</td><td>4</td><td>4</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>117.527</td><td>4</td><td>5</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr><td>120.059</td><td>8</td><td>2</td><td>1</td><td>3</td></tr> <tr><td>122.788</td><td>8</td><td>4</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>123.660</td><td>8</td><td>3</td><td>3</td><td>2</td></tr> <tr><td>131.847</td><td>6</td><td>4</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>136.549</td><td>8</td><td>3</td><td>0</td><td>3</td></tr> <tr><td>140.052</td><td>12</td><td>5</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr><td>143.116</td><td>2</td><td>4</td><td>4</td><td>0</td></tr> <tr><td>155.869</td><td>2</td><td>5</td><td>3</td><td>0</td></tr> </tbody> </table> |          |          |  |  | 2 $\theta$ | <i>I</i> | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 27.447 | 100 | 1 | 1 | 0 | 36.086 | 50 | 1 | 0 | 1 | 39.188 | 8 | 2 | 0 | 0 | 41.226 | 25 | 1 | 1 | 1 | 44.052 | 10 | 2 | 1 | 0 | 54.323 | 60 | 2 | 1 | 1 | 56.642 | 20 | 2 | 2 | 0 | 62.742 | 10 | 0 | 0 | 2 | 64.040 | 10 | 3 | 1 | 0 | 65.480 | 2 | 2 | 2 | 1 | 69.010 | 20 | 3 | 0 | 1 | 69.790 | 12 | 1 | 1 | 2 | 72.410 | 2 | 3 | 1 | 1 | 74.411 | 1 | 3 | 2 | 0 | 76.510 | 4 | 2 | 0 | 2 | 79.822 | 2 | 2 | 1 | 2 | 82.335 | 6 | 3 | 2 | 1 | 84.260 | 4 | 4 | 0 | 0 | 87.464 | 2 | 4 | 1 | 0 | 89.557 | 8 | 2 | 2 | 2 | 90.708 | 4 | 3 | 3 | 0 | 95.275 | 6 | 4 | 1 | 1 | 96.017 | 6 | 3 | 1 | 2 | 97.176 | 4 | 4 | 2 | 0 | 98.514 | 1 | 3 | 3 | 1 | 105.099 | 2 | 4 | 2 | 1 | 106.019 | 2 | 1 | 0 | 3 | 109.406 | 2 | 1 | 1 | 3 | 116.227 | 4 | 4 | 0 | 2 | 117.527 | 4 | 5 | 1 | 0 | 120.059 | 8 | 2 | 1 | 3 | 122.788 | 8 | 4 | 3 | 1 | 123.660 | 8 | 3 | 3 | 2 | 131.847 | 6 | 4 | 2 | 2 | 136.549 | 8 | 3 | 0 | 3 | 140.052 | 12 | 5 | 2 | 1 | 143.116 | 2 | 4 | 4 | 0 | 155.869 | 2 | 5 | 3 | 0 |
|---|--------------|---|----------|----------|--|--|------------|----------|----------|----------|----------|--------|-----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|----|---|---|---|---------|---|---|---|---|---------|---|---|---|---|
| 2 $\theta$  | <i>I</i>     | <i>h</i>  | <i>k</i> | <i>l</i> |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 27.447  | 100          | 1   | 1        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 36.086  | 50           | 1   | 0        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 39.188  | 8            | 2   | 0        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 41.226  | 25           | 1   | 1        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 44.052  | 10           | 2   | 1        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 54.323  | 60           | 2   | 1        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 56.642  | 20           | 2   | 2        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 62.742  | 10           | 0   | 0        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 64.040  | 10           | 3   | 1        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 65.480  | 2            | 2   | 2        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 69.010  | 20           | 3   | 0        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 69.790  | 12           | 1   | 1        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 72.410  | 2            | 3   | 1        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 74.411  | 1            | 3   | 2        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 76.510  | 4            | 2   | 0        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 79.822  | 2            | 2   | 1        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 82.335  | 6            | 3   | 2        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 84.260  | 4            | 4   | 0        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 87.464  | 2            | 4   | 1        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 89.557  | 8            | 2   | 2        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 90.708  | 4            | 3   | 3        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 95.275  | 6            | 4   | 1        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 96.017  | 6            | 3   | 1        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 97.176  | 4            | 4   | 2        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 98.514  | 1            | 3   | 3        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 105.099   | 2            | 4   | 2        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 106.019   | 2            | 1   | 0        | 3        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 109.406   | 2            | 1   | 1        | 3        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 116.227   | 4            | 4   | 0        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 117.527   | 4            | 5   | 1        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 120.059   | 8            | 2   | 1        | 3        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 122.788   | 8            | 4   | 3        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 123.660   | 8            | 3   | 3        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 131.847   | 6            | 4   | 2        | 2        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 136.549   | 8            | 3   | 0        | 3        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 140.052   | 12           | 5   | 2        | 1        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 143.116   | 2            | 4   | 4        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| 155.869   | 2            | 5   | 3        | 0        |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| Rutile, syn / Titanium Oxide titania  |              |   |          |          |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| <b>Lattice</b> : Tetragonal<br><b>S.G.</b> : P42/mnm (136)  |              | <b>Mol. weight</b> = 79.90<br><b>Volume [CD]</b> = 62.43  |          |          |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| <b>a</b> = 4.59330<br><br><b>c</b> = 2.95920  | <b>Z</b> = 2 | <b>Dx</b> = 4.250<br><b>Dm</b> = 4.230<br><b>l/cor</b> = 3.40   |          |          |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| <p>GENERAL COMMENTS : No impurity over 0.001%.</p> <p>SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, NJ, USA.</p> <p>TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 25 C.</p> <p>GENERAL COMMENTS : Two other polymorphs, anatase (tetragonal) and brookite (orthorhombic), converted to rutile on heating above 700 C.</p> <p>OPTICAL DATA : A=2.9467, B=2.6505, Sign=+</p> <p>GENERAL COMMENTS : Optical data on specimen from Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., 1555.</p> <p>GENERAL COMMENTS : Opaque mineral optical data on specimen from Sweden: R3R%=20.3, Disp.=Std., VHN100=1132-1187, Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF.</p> <p>GENERAL COMMENTS : Pattern reviewed by Syvinski, W., McCarthy, G., North Dakota State Univ, Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns.</p> <p>GENERAL COMMENTS : Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed.</p> <p>ADDITIONAL PATTERN : Validated by calculated pattern.</p> <p>GENERAL COMMENTS : Naturally occurring material may be reddish brown.</p> <p>COLOR : White</p> |              |   |          |          |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| <p>*Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 7, page 83, (1969) primary reference :</p> <p>*Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., volume 0, page 575, optical data :</p>   |              |   |          |          |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |
| <b>Radiation</b> : CuK $\alpha$ 1<br><b>Lambda</b> : 1.54056<br><b>SS/FOM</b> : F30=107(0.0088,32)  |              | <b>Filter</b> : Monochromator crystal<br><b>d-sp</b> : Not given<br><b>Internal standard</b> : W  |          |          |  |  |            |          |          |          |          |        |     |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |         |    |   |   |   |         |   |   |   |   |         |   |   |   |   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 73-1765   |  | Radiation = 1.540598   |     | Quality : Calculated |   |   |
|---|--|--|-----|----------------------|---|---|
| Ti O <sub>2</sub>   |  | 2th  | l   | h                    | k | l |
| Rutile, syn / Titanium Oxide  |  | 27.465   | 100 | 1                    | 1 | 0 |
|   |  | 36.133   | 46  | 1                    | 0 | 1 |
|   |  | 39.232   | 6   | 2                    | 0 | 0 |
|   |  | 41.297   | 17  | 1                    | 1 | 1 |
|   |  | 44.091   | 5   | 2                    | 1 | 0 |
|   |  | 54.392   | 45  | 2                    | 1 | 1 |
|   |  | 56.689   | 14  | 2                    | 2 | 0 |
|   |  | 62.870   | 6   | 0                    | 0 | 2 |
|   |  | 64.121   | 6   | 3                    | 1 | 0 |
|   |  | 65.595   | <1  | 2                    | 2 | 1 |
|   |  | 69.094   | 13  | 3                    | 0 | 1 |
|   |  | 69.922   | 7   | 1                    | 1 | 2 |
|   |  | 72.514   | 1   | 3                    | 1 | 1 |
|   |  | 74.489   | <1  | 3                    | 2 | 0 |
|   |  | 76.667   | 1   | 2                    | 0 | 2 |
|   |  | 79.965   | 1   | 2                    | 1 | 2 |
|   |  | 82.448   | 3   | 3                    | 2 | 1 |
|   |  | 84.355   | 2   | 4                    | 0 | 0 |
|   |  | 87.592   | 1   | 4                    | 1 | 0 |
|   |  | 89.702   | 4   | 2                    | 2 | 2 |
| Lattice : Tetragonal<br>S.G. : P4 <sub>2</sub> /mm (136)<br>a = 4.58900<br>c = 2.95400<br>Z = 2   |  | Mol. weight = 79.90<br>Volume [CD] = 62.21<br>Dx = 4.266<br>I/cor = 3.45 |     |                      |   |   |
| ICSD COLLECTION CODE : 024277<br>TEST FROM ICSD : No R value given.<br>TEST FROM ICSD : At least one TF missing.  |  |  |     |                      |   |   |
| *Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference :<br>*Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., volume 104, page 358, (1942) : Schossberger, F. |  |  |     |                      |   |   |
| Radiation : CuKα1<br>Lambda : 1.54060   |  | Filter : Not specified<br>d-sp : Calculated spacings                     |     |                      |   |   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 78-2486   |     | Radiation = 1.540598  |   | Quality : Calculated   |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
|---|-----|---|---|--|--|-----|---|---|---|---|--------|-----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|--------|---|---|---|---|
| TiO <sub>2</sub>  |     |   |   |  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| Anatase, syn / Titanium Oxide   |     |   |   |  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| Lattice : Body-centered tetragonal<br>S.G. : I41/amd (141)<br>a = 3.78450<br>c = 9.51430<br>Z = 4   |     | Mol. weight = 79.90<br>Volume [CD] = 136.27<br>Dx = 3.895<br>I/cor = 4.96 |   | <table border="1"> <thead> <tr> <th>2th</th> <th>I</th> <th>h</th> <th>k</th> <th>l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>25.307</td><td>100</td><td>1</td><td>0</td><td>1</td></tr> <tr><td>36.951</td><td>6</td><td>1</td><td>0</td><td>3</td></tr> <tr><td>37.792</td><td>19</td><td>0</td><td>0</td><td>4</td></tr> <tr><td>38.570</td><td>7</td><td>1</td><td>1</td><td>2</td></tr> <tr><td>48.043</td><td>24</td><td>2</td><td>0</td><td>0</td></tr> <tr><td>51.966</td><td>&lt;1</td><td>2</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>53.886</td><td>15</td><td>1</td><td>0</td><td>5</td></tr> <tr><td>55.068</td><td>15</td><td>2</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>62.113</td><td>3</td><td>2</td><td>1</td><td>3</td></tr> <tr><td>62.689</td><td>11</td><td>2</td><td>0</td><td>4</td></tr> <tr><td>68.756</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td><td>6</td></tr> <tr><td>70.297</td><td>5</td><td>2</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>74.052</td><td>&lt;1</td><td>1</td><td>0</td><td>7</td></tr> <tr><td>75.050</td><td>8</td><td>2</td><td>1</td><td>5</td></tr> <tr><td>76.044</td><td>2</td><td>3</td><td>0</td><td>1</td></tr> <tr><td>78.661</td><td>&lt;1</td><td>2</td><td>0</td><td>6</td></tr> <tr><td>80.736</td><td>&lt;1</td><td>0</td><td>0</td><td>8</td></tr> <tr><td>82.167</td><td>1</td><td>3</td><td>0</td><td>3</td></tr> <tr><td>82.682</td><td>4</td><td>2</td><td>2</td><td>4</td></tr> <tr><td>83.167</td><td>2</td><td>3</td><td>1</td><td>2</td></tr> </tbody> </table> |  | 2th | I | h | k | l | 25.307 | 100 | 1 | 0 | 1 | 36.951 | 6 | 1 | 0 | 3 | 37.792 | 19 | 0 | 0 | 4 | 38.570 | 7 | 1 | 1 | 2 | 48.043 | 24 | 2 | 0 | 0 | 51.966 | <1 | 2 | 0 | 2 | 53.886 | 15 | 1 | 0 | 5 | 55.068 | 15 | 2 | 1 | 1 | 62.113 | 3 | 2 | 1 | 3 | 62.689 | 11 | 2 | 0 | 4 | 68.756 | 5 | 1 | 1 | 6 | 70.297 | 5 | 2 | 2 | 0 | 74.052 | <1 | 1 | 0 | 7 | 75.050 | 8 | 2 | 1 | 5 | 76.044 | 2 | 3 | 0 | 1 | 78.661 | <1 | 2 | 0 | 6 | 80.736 | <1 | 0 | 0 | 8 | 82.167 | 1 | 3 | 0 | 3 | 82.682 | 4 | 2 | 2 | 4 | 83.167 | 2 | 3 | 1 | 2 |
| 2th   | I   | h   | k | l  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 25.307  | 100 | 1   | 0 | 1  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 36.951  | 6   | 1   | 0 | 3  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 37.792  | 19  | 0   | 0 | 4  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 38.570  | 7   | 1   | 1 | 2  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 48.043  | 24  | 2   | 0 | 0  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 51.966  | <1  | 2   | 0 | 2  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 53.886  | 15  | 1   | 0 | 5  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 55.068  | 15  | 2   | 1 | 1  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 62.113  | 3   | 2   | 1 | 3  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 62.689  | 11  | 2   | 0 | 4  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 68.756  | 5   | 1   | 1 | 6  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 70.297  | 5   | 2   | 2 | 0  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 74.052  | <1  | 1   | 0 | 7  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 75.050  | 8   | 2   | 1 | 5  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 76.044  | 2   | 3   | 0 | 1  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 78.661  | <1  | 2   | 0 | 6  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 80.736  | <1  | 0   | 0 | 8  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 82.167  | 1   | 3   | 0 | 3  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 82.682  | 4   | 2   | 2 | 4  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| 83.167  | 2   | 3   | 1 | 2  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| ICSD COLLECTION CODE : 063711<br>TEMPERATURE FACTOR : ATF<br>REMARKS FROM ICSD : REM RVP.<br>REMARKS FROM ICSD : REM M PDF 21-1272.   |     |   |   |  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| *Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference :<br>*Acta Crystallogr., Sec. B: Structural Science, volume 47, page 462, (1991) :<br>Howard, C.J., Sabine, T.M., Dickson, F. |     |   |   |  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| Radiation : CuKα1   |     | Filter : Not specified  |   |  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |
| Lambda : 1.54060  |     | d-sp : Calculated spacings  |   |  |  |     |   |   |   |   |        |     |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |        |   |   |   |   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 29-1360  |  | Radiation = 1.540598                         |     | Quality : High |   |   |  |
|--|--|--|-----|----------------|---|---|--|
| TiO <sub>2</sub>   |  | 25.340                                       | 100 | 1              | 2 | 0 |  |
| Brookite / Titanium Oxide  |  | 25.689                                       | 80  | 1              | 2 | 1 |  |
|  |  | 30.808                                       | 90  | 1              | 2 | 1 |  |
|  |  | 32.791                                       | 4   | 2              | 0 | 0 |  |
|  |  | 36.252                                       | 25  | 0              | 1 | 2 |  |
|  |  | 37.297                                       | 18  | 2              | 0 | 1 |  |
|  |  | 37.934                                       | 6   | 1              | 3 | 1 |  |
|  |  | 38.371                                       | 4   | 2              | 2 | 0 |  |
|  |  | 38.576                                       | 4   | 2              | 1 | 1 |  |
|  |  | 39.205                                       | 5   | 0              | 4 | 0 |  |
|  |  | 39.967                                       | 8   | 1              | 1 | 2 |  |
|  |  | 40.153                                       | 18  | 0              | 2 | 2 |  |
|  |  | 42.340                                       | 16  | 2              | 2 | 1 |  |
|  |  | 46.072                                       | 16  | 0              | 3 | 2 |  |
|  |  | 48.012                                       | 30  | 2              | 3 | 1 |  |
|  |  | 49.173                                       | 18  | 1              | 3 | 2 |  |
|  |  | 49.694                                       | 3   | 2              | 1 | 2 |  |
|  |  | 52.012                                       | 3   | 2              | 4 | 0 |  |
|  |  | 54.205                                       | 20  | 3              | 2 | 0 |  |
|  |  | 55.234                                       | 30  | 2              | 4 | 1 |  |
|  |  | 55.711                                       | 5   | 1              | 5 | 1 |  |
|  |  | 57.176                                       | 13  | 1              | 1 | 3 |  |
|  |  | 57.685                                       | 2   | 2              | 3 | 2 |  |
|  |  | 59.991                                       | 7   | 1              | 2 | 3 |  |
|  |  | 62.065                                       | 10  | 0              | 5 | 2 |  |
|  |  | 63.065                                       | 4   | 1              | 6 | 0 |  |
|  |  | 63.415                                       | 9   | 3              | 1 | 2 |  |
|  |  | 63.643                                       | 12  | 2              | 5 | 1 |  |
|  |  | 64.104                                       | 12  | 2              | 0 | 3 |  |
|  |  | 64.603                                       | 6   | 1              | 3 | 3 |  |
|  |  | 65.002                                       | 10  | 2              | 1 | 3 |  |
|  |  | 65.876                                       | 9   | 1              | 6 | 1 |  |
|  |  | 68.768                                       | 5   | 4              | 0 | 0 |  |
|  |  | 70.432                                       | 8   | 3              | 3 | 2 |  |
|  |  | 71.490                                       | 3   | 4              | 0 | 1 |  |
|  |  | 71.931                                       | 2   | 2              | 3 | 3 |  |
|  |  | 73.648                                       | 2   | 0              | 0 | 4 |  |
|  |  | 76.948                                       | 10  | 0              | 2 | 4 |  |
|  |  | 79.024                                       | 2   | 4              | 3 | 1 |  |
|  |  | 79.283                                       | 1   | 1              | 2 | 4 |  |
|  |  | 83.643                                       | 4   | 3              | 3 | 3 |  |
|  |  | 84.287                                       | 2   | 0              | 8 | 0 |  |
|  |  | 84.724                                       | 2   | 4              | 4 | 1 |  |
|  |  | 86.743                                       | 4   | 0              | 4 | 4 |  |
|  |  | 95.590                                       | 3   | 5              | 2 | 1 |  |
|  |  | *95.590                                      | 3   | 4              | 2 | 3 |  |
|  |  | 95.993                                       | 2   | 2              | 8 | 1 |  |
|  |  | 97.609                                       | 4   | 3              | 2 | 4 |  |
|  |  | 102.559                                      | 2   | 1              | 2 | 5 |  |
|  |  | 103.201                                      | 4   | 3              | 7 | 2 |  |
|  |  | *103.201                                     | 4   | 2              | 5 | 4 |  |
| <p>OPTICAL DATA : A=2.5831, B=2.5843, Q=2.7004, Sign=+, 2V=-28 deg.<br/>         COLOR : Black<br/>         SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Magnet Cove, AR, USA (USNM 97661).<br/>         ANALYSIS : Spectrographic analysis: 0.1-1.0% Si; 0.01-0.1% each of Al, Fe, and V; 0.001-0.01% Mg.<br/>         GENERAL COMMENTS : Niobian brookite from Mozambique [Chemical analysis (wt.%): TiO<sub>2</sub> 80.7, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 14.1, FeO 5.53]; Carvalho et al., Rev. Cien. Geol. Ser. A, 7 61 (1974) reports an identical pattern.<br/>         TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 25 C.<br/>         GENERAL COMMENTS : Intensities verified by calculated pattern.<br/>         ADDITIONAL PATTERN : To replace 16-617 and validated by calculated pattern.<br/>         ADDITIONAL PATTERN : See ICSD 36408 (PDF 76-1934).</p> |  |  |     |                |   |   |  |
| <p>*Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 3, page 57, (1964) primary reference :</p> <p>*Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., volume 0, page 588, (1944) optical data :</p>   |  |  |     |                |   |   |  |
| <p>Radiation : CuKα1</p> <p>Lambda : 1.54056</p> <p>SS/FOM : <math>\bar{r}_{30}=58(0.0116,45)</math></p>   |  | <p>Filter : Beta</p> <p>d-sp : Not given</p> |     |                |   |   |  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 36-697  |  | Radiation = 1.540598  |          | Quality : Indexed |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
|---|--|---|----------|-------------------|----------|----------|----------|----------|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|-----|---|---|---|--------|----|----|---|---|--------|---|----|---|---|--------|---|----|---|---|--------|----|----|---|---|--------|----|----|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|----|---|---|--------|---|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|----|--------|----|----|---|---|--------|----|---|---|---|--------|---|---|---|---|--|--|
| Ti(OH)PO <sub>4</sub>   |  |   |          |                   |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| Titanium Phosphate Hydroxide  |  |   |          |                   |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| <b>Lattice</b> : Monoclinic<br><b>S.G.</b> : C (0)  |  | <b>Mol. weight</b> = 159.88<br><b>Volume [CD]</b> = 342.33  |          |                   |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| <b>a</b> = 7.39300<br><b>b</b> = 7.07100<br><b>c</b> = 7.40100<br><b>a/b</b> = 1.04554<br><b>c/b</b> = 1.04667  | <b>Beta</b> = 117.77<br><br><b>Z</b> = 4 | <b>Dx</b> = 3.102<br><b>Dm</b> = 3.050  |          |                   |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| GENERAL COMMENTS : Probable space group Cc.   |  |   |          |                   |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| *Russ. J. Inorg. Chem. (Engl. Transl.), volume 27, page 1728, (1982) primary reference : Chernorukov, N. et al. |  |   |          |                   |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| <b>Radiation</b> : CuK $\alpha$<br><b>Lambda</b> : 1.54180<br><b>SS/FOM</b> : F18= 10(0.0290,64)                |  | <b>Filter</b> : Not specified<br><b>d-sp</b> : Diffractometer   |          |                   |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
|   |  | <table border="1"> <thead> <tr> <th>2<math>\theta</math></th> <th><i>l</i></th> <th><i>h</i></th> <th><i>k</i></th> <th><i>l</i></th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>18.543</td><td>19</td><td>1</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr><td>25.143</td><td>20</td><td>0</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>26.458</td><td>100</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>28.136</td><td>68</td><td>-2</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>35.051</td><td>4</td><td>-2</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr><td>39.046</td><td>5</td><td>-3</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>40.855</td><td>10</td><td>-1</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>44.740</td><td>10</td><td>-3</td><td>1</td><td>3</td></tr> <tr><td>45.187</td><td>28</td><td>1</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>47.540</td><td>14</td><td>2</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>49.258</td><td>4</td><td>-2</td><td>0</td><td>4</td></tr> <tr><td>51.696</td><td>5</td><td>0</td><td>4</td><td>0</td></tr> <tr><td>54.575</td><td>14</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>56.171</td><td>15</td><td>4</td><td>0</td><td>0</td></tr> <tr><td>57.511</td><td>2</td><td>4</td><td>2</td><td>-1</td></tr> <tr><td>58.630</td><td>21</td><td>-3</td><td>3</td><td>3</td></tr> <tr><td>59.367</td><td>25</td><td>2</td><td>4</td><td>0</td></tr> <tr><td>62.568</td><td>5</td><td>3</td><td>1</td><td>2</td></tr> </tbody> </table> |          | 2 $\theta$        | <i>l</i> | <i>h</i> | <i>k</i> | <i>l</i> | 18.543 | 19 | 1 | 1 | 0 | 25.143 | 20 | 0 | 2 | 0 | 26.458 | 100 | 1 | 1 | 1 | 28.136 | 68 | -2 | 0 | 2 | 35.051 | 4 | -2 | 2 | 1 | 39.046 | 5 | -3 | 1 | 1 | 40.855 | 10 | -1 | 3 | 1 | 44.740 | 10 | -3 | 1 | 3 | 45.187 | 28 | 1 | 3 | 1 | 47.540 | 14 | 2 | 0 | 2 | 49.258 | 4 | -2 | 0 | 4 | 51.696 | 5 | 0 | 4 | 0 | 54.575 | 14 | 2 | 2 | 2 | 56.171 | 15 | 4 | 0 | 0 | 57.511 | 2 | 4 | 2 | -1 | 58.630 | 21 | -3 | 3 | 3 | 59.367 | 25 | 2 | 4 | 0 | 62.568 | 5 | 3 | 1 | 2 |  |  |
| 2 $\theta$  | <i>l</i>                                 | <i>h</i>  | <i>k</i> | <i>l</i>          |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 18.543  | 19                                       | 1   | 1        | 0                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 25.143  | 20                                       | 0   | 2        | 0                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 26.458  | 100                                      | 1   | 1        | 1                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 28.136  | 68                                       | -2  | 0        | 2                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 35.051  | 4  | -2  | 2        | 1                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 39.046  | 5  | -3  | 1        | 1                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 40.855  | 10                                       | -1  | 3        | 1                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 44.740  | 10                                       | -3  | 1        | 3                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 45.187  | 28                                       | 1   | 3        | 1                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 47.540  | 14                                       | 2   | 0        | 2                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 49.258  | 4  | -2  | 0        | 4                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 51.696  | 5  | 0   | 4        | 0                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 54.575  | 14                                       | 2   | 2        | 2                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 56.171  | 15                                       | 4   | 0        | 0                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 57.511  | 2  | 4   | 2        | -1                |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 58.630  | 21                                       | -3  | 3        | 3                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 59.367  | 25                                       | 2   | 4        | 0                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |
| 62.568  | 5  | 3   | 1        | 2                 |          |          |          |          |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |     |   |   |   |        |    |    |   |   |        |   |    |   |   |        |   |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |    |   |   |        |   |   |   |   |        |    |   |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |    |        |    |    |   |   |        |    |   |   |   |        |   |   |   |   |  |  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

|   |  |  |  |                   |  |
|---|--|--|--|-------------------|--|
| Pattern : 1-1160  |  | Radiation = 1.540598   |  | Quality : Deleted |  |
| Ca O  |  | 2th  |  | I                 |  |
| Calcium Oxide   |  | 32.412   |  | 40                |  |
|   |  | 37.604   |  | 100               |  |
|   |  | 54.233   |  | 63                |  |
|   |  | 64.179   |  | 20                |  |
|   |  | 67.861   |  | 20                |  |
|   |  | 79.870   |  | 10                |  |
|   |  | 88.898   |  | 7                 |  |
|   |  | 92.093   |  | 25                |  |
|   |  | 103.630  |  | 13                |  |
|   |  | 113.708  |  | 3                 |  |
|   |  | 129.980  |  | 3                 |  |
|   |  | 143.974  |  | 3                 |  |
|   |  | 148.677  |  | 6                 |  |
|   |  |  |  | 2                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
|   |  |  |  | 5                 |  |
|   |  |  |  | 6                 |  |
|   |  |  |  | 7                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
|   |  |  |  | 0                 |  |
|   |  |  |  | 0                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
|   |  |  |  | 2                 |  |
|   |  |  |  | 2                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
|   |  |  |  | 0                 |  |
|   |  |  |  | 0                 |  |
|   |  |  |  | 0                 |  |
|   |  |  |  | 0                 |  |
|   |  |  |  | 3                 |  |
|   |  |  |  | 2                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
|   |  |  |  | 1                 |  |
| <p>Lattice : Face-centered cubic</p> <p>S.G. : Fm3m (225)</p> <p>a = 4.79700</p> <p>Z = 4</p>   |  | <p>Mol. weight = 56.08</p> <p>Volume [CD] = 110.38</p> <p>Dx = 3.374</p> <p>Dm = 3.320</p> |  |                   |  |
| <p>DELETED AND REJECTED BY : Deleted by NBS card 4-0777.</p> <p>COLOR : Colorless</p> <p>MELTING POINT : 2572</p> <p>OPTICAL DATA : B=1.837</p>   |  |  |  |                   |  |
| <p>*Anal. Chem., volume 10, page 475, (1938) primary reference : Hanawalt et al.</p> <p>*The Structure of Crystals, 1st Ed., unit cell data :</p> |  |  |  |                   |  |
| <p>Radiation : MoK<math>\alpha</math></p> <p>Lambda : 0.70900</p> <p>SS/FOM : F17= 10(0.0980,18)</p>  |  | <p>Filter : Not specified</p> <p>d-sp : Not given</p>                                      |  |                   |  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 37-1497  |  | Radiation = 1.540598  |     | Quality : High |   |   |
|--|--|---|-----|----------------|---|---|
| Ca O   |  | 2th   | l   | h              | k | l |
|  |  | 32.204  | 36  | 1              | 1 | 1 |
|  |  | 37.347  | 100 | 2              | 0 | 0 |
| Lime, syn / Calcium Oxide calcia burnt lime quicklime  |  | 53.856  | 54  | 2              | 2 | 0 |
|  |  | 64.154  | 16  | 3              | 1 | 1 |
|  |  | 67.375  | 16  | 2              | 2 | 2 |
|  |  | 79.665  | 6   | 4              | 0 | 0 |
|  |  | 88.524  | 6   | 3              | 3 | 1 |
|  |  | 91.459  | 16  | 4              | 2 | 0 |
|  |  | 103.343   | 12  | 4              | 2 | 2 |
|  |  | 112.631   | 6   | 5              | 1 | 1 |
|  |  | 129.879   | 6   | 4              | 4 | 0 |
|  |  | 142.642   | 10  | 5              | 3 | 1 |
|  |  | 147.776   | 16  | 6              | 0 | 0 |
| <b>Lattice</b> : Face-centered cubic<br><b>S.G.</b> : Fm3m (225)<br><b>a</b> = 4.81059<br><br><b>Z</b> = 4   |  | <b>Mol. weight</b> = 56.08<br><b>Volume [CD]</b> = 111.33<br><b>Dx</b> = 3.346                        |     |                |   |   |
| <p><b>SAMPLE PREPARATION</b> : The sample was prepared from calcium hydroxide obtained from Fisher Scientific Co., Fair Lawn, NJ, USA, by heating it to 925 deg. overnight. It was kept under a stream of dry N<sub>2</sub> during data collection.</p> <p><b>STRUCTURE</b> : The structure was determined by Oftedal (1).</p> <p><b>TEMP. OF DATA COLLECTION</b> : The mean temperature of data collection was 25.3 deg..</p> <p><b>ADDITIONAL PATTERN</b> : To replace 4-777 (2).</p> <p><b>GENERAL COMMENTS</b> : References to earlier patterns will be found in reference 4.</p> <p><b>COLOR</b> : Colorless</p> <p><b>GENERAL COMMENTS</b> : Pattern reviewed by K. Martin and G. McCarthy, North Dakota State Univ., Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). Except for the (220) reflection, there is good agreement with experimental and calculated patterns. The experimental pattern had I(220)=25; the calculated value is I(220)=49.</p> |  |   |     |                |   |   |
| <p>*Powder Diffraction, volume 1, page 266, (1986) primary reference :<br/>           McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B., Wong-Ng, W., Hubbard, C.<br/>           *Z. Phys. Chem. (Leipzig), volume 128, page 154, (1927) :<br/>           1. Oftedal, I.<br/>           *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 1, page 43, (1953) :<br/>           2. Swanson, H., Tatge, E.</p>  |  |   |     |                |   |   |
| <b>Radiation</b> : CuKα1<br><b>Lambda</b> : 1.54060<br><b>SS/FOM</b> : F13=146(0.0069,13)  |  | <b>Filter</b> : Monochromator crystal<br><b>d-sp</b> : Diffractometer<br><b>Internal standard</b> : W |     |                |   |   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Ca(OH) <sub>2</sub>  |  | 2th              | l   | h | k | l |
|--|--|------------------|-----|---|---|---|
| Portlandite, syn / Calcium Hydroxide   |  | 18.089           | 74  | 0 | 0 | 1 |
|  |  | 28.662           | 23  | 1 | 0 | 0 |
|  |  | 34.089           | 100 | 1 | 0 | 1 |
|  |  | 36.697           | 3   | 0 | 0 | 2 |
|  |  | 47.124           | 42  | 1 | 0 | 2 |
|  |  | 50.795           | 36  | 1 | 1 | 0 |
|  |  | 54.337           | 21  | 1 | 1 | 1 |
| Lattice : Hexagonal  |  | 56.253           | 1   | 0 | 0 | 3 |
| S.G. : P-3m1 (164)   |  | 59.304           | 3   | 2 | 0 | 0 |
| a = 3.59300  |  | 62.540           | 13  | 2 | 0 | 1 |
| c = 4.90900  |  | 64.228           | 13  | 1 | 1 | 2 |
| Z = 1  |  | 71.779           | 8   | 2 | 0 | 2 |
| Mol. weight = 74.09  |  | 77.699           | 1   | 0 | 0 | 4 |
| Volume [CD] = 54.88  |  | 79.001           | 1   | 1 | 1 | 3 |
| Dx = 2.242   |  | 81.825           | 3   | 2 | 1 | 0 |
| l/cor = 1.40   |  | 84.724           | 11  | 2 | 1 | 1 |
|  |  | 86.187           | 2   | 2 | 0 | 3 |
|  |  | 93.232           | 12  | 2 | 1 | 2 |
|  |  | 95.993           | 5   | 3 | 0 | 0 |
|  |  | 98.830           | 7   | 3 | 0 | 1 |
|  |  | 107.513          | 4   | 2 | 1 | 3 |
|  |  | 110.607          | 1   | 1 | 0 | 5 |
|  |  | 118.161          | 1   | 2 | 2 | 0 |
|  |  | 121.285          | 2   | 2 | 2 | 1 |
|  |  | 123.125          | 1   | 3 | 0 | 3 |
|  |  | 126.584          | 2   | 3 | 1 | 0 |
|  |  | 130.125          | 6   | 2 | 1 | 4 |
|  |  | 142.281          | 5   | 3 | 1 | 2 |
| <p>GENERAL COMMENTS : Levi, Giorn, Chim. Ind. Applicata, 6 333-7 (1924).<br/> ANALYSIS : NBS analysis shows about 0.21% MgO, 0.1% Ba and no other<br/> impurities over 0.04%.<br/> TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 27 C.</p> |  |                  |     |   |   |   |
| <p>*Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 0, page 58, (1953) primary<br/> reference :<br/> Swanson, Tatge.</p>   |  |                  |     |   |   |   |
| Radiation : CuKα1  |  | Filter : Beta    |     |   |   |   |
| Lambda : 1.54056   |  | d-sp : Not given |     |   |   |   |
| SS/FOM : F28= 14(0.0520,39)  |  |                  |     |   |   |   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 78-2480                              |  | Radiation = 1.540598 |     |   |    |   | Quality : Calculated |    |   |    |   |
|--|--|----------------------|-----|---|----|---|----------------------|----|---|----|---|
| Ca <sub>3</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>7</sub> |  | 2th                  | l   | h | k  | l | 2th                  | l  | h | k  | l |
| Calcium Titanium Oxide                         |  | 9.102                | 20  | 0 | 2  | 0 | 74.561               | 1  | 1 | 13 | 2 |
|  |  | 16.979               | 1   | 1 | 1  | 0 | 74.795               | <1 | 4 | 4  | 1 |
|  |  | 18.261               | 18  | 0 | 4  | 0 | 75.216               | <1 | 3 | 11 | 0 |
|  |  | 21.372               | <1  | 1 | 3  | 0 | 75.444               | <1 | 1 | 15 | 0 |
|  |  | 23.642               | 7   | 1 | 1  | 1 | 75.842               | 1  | 3 | 3  | 3 |
|  |  | 27.015               | 3   | 1 | 3  | 1 | 76.134               | <1 | 0 | 6  | 4 |
|  |  | 28.253               | 1   | 1 | 5  | 0 | *76.134              | <1 | 4 | 6  | 0 |
|  |  | 32.805               | 100 | 1 | 5  | 1 | 76.389               | <1 | 1 | 5  | 4 |
| Lattice : Orthorhombic                         |  | 33.045               | 81  | 0 | 0  | 2 | 77.080               | 1  | 2 | 12 | 2 |
| Mol. weight = 328.04                           |  | *33.045              | 81  | 2 | 0  | 0 | 77.193               | 1  | 0 | 14 | 2 |
| S.G. : Ccm21 (36)                              |  | 34.308               | 1   | 0 | 2  | 2 | *77.193              | 1  | 2 | 14 | 0 |
| Volume [CD] = 570.46                           |  | *34.308              | 1   | 2 | 2  | 0 | 77.308               | 1  | 3 | 9  | 2 |
| a = 5.41720                                    |  | 36.358               | 2   | 1 | 7  | 0 | 77.551               | <1 | 1 | 11 | 3 |
| Dx = 3.819                                     |  | 37.070               | 3   | 0 | 8  | 0 | *77.551              | <1 | 3 | 11 | 1 |
|  |  | *37.070              | 3   | 2 | 0  | 1 | 77.820               | 3  | 1 | 15 | 1 |
| b = 19.41690                                   |  | 37.342               | 1   | 1 | 1  | 2 | 78.800               | 6  | 3 | 5  | 3 |
|  |  | 37.978               | 1   | 0 | 4  | 2 | *78.800              | 6  | 0 | 16 | 0 |
| c = 5.42340                                    |  | *37.978              | 1   | 2 | 4  | 0 | 78.954               | 6  | 2 | 0  | 4 |
| a/b = 0.27899                                  |  | 38.251               | 2   | 2 | 2  | 1 | *78.954              | 6  | 4 | 0  | 2 |
| Z = 4  |  | 39.660               | 2   | 1 | 3  | 2 | 79.623               | 1  | 2 | 2  | 4 |
| l/lor = 2.32                                   |  | 40.095               | 7   | 1 | 7  | 1 | *79.623              | 1  | 4 | 2  | 2 |
|  |  | 41.623               | 2   | 2 | 4  | 1 | 80.806               | <1 | 2 | 10 | 3 |
|  |  | 43.506               | 7   | 0 | 6  | 2 | *80.806              | <1 | 1 | 7  | 4 |
|  |  | *43.506              | 7   | 2 | 6  | 0 | 81.199               | <1 | 0 | 8  | 4 |
| ICSD COLLECTION CODE : 063705                  |  | 43.988               | 1   | 1 | 5  | 2 | 81.881               | <1 | 2 | 4  | 4 |
| REMARKS FROM ICSD : REM RVP.                   |  | 45.203               | 1   | 1 | 9  | 0 | *81.881              | <1 | 4 | 4  | 2 |
| TEMPERATURE FACTOR : ITF                       |  | 46.746               | 25  | 0 | 10 | 0 | 83.183               | 1  | 3 | 7  | 3 |
|  |  | *46.746              | 25  | 2 | 6  | 1 | 83.617               | <1 | 4 | 8  | 1 |
|  |  | 47.401               | 40  | 2 | 0  | 2 | 84.025               | <1 | 3 | 13 | 0 |
|  |  | 48.375               | 8   | 2 | 2  | 2 | 84.618               | <1 | 3 | 11 | 2 |
|  |  | *48.375              | 8   | 1 | 9  | 1 | 84.839               | <1 | 1 | 15 | 2 |
|  |  | 49.914               | <1  | 1 | 7  | 2 | 85.447               | <1 | 2 | 6  | 4 |
|  |  | 50.419               | 2   | 0 | 8  | 2 | *85.447              | <1 | 4 | 6  | 2 |
|  |  | *50.419              | 2   | 2 | 8  | 0 | 86.302               | 1  | 1 | 13 | 3 |
|  |  | 50.735               | 1   | 3 | 1  | 0 | *86.302              | 1  | 3 | 13 | 1 |
|  |  | 51.208               | 2   | 2 | 4  | 2 | 86.565               | 2  | 2 | 14 | 2 |
|  |  | 52.575               | 1   | 3 | 3  | 0 | *86.565              | 2  | 1 | 9  | 4 |
|  |  | 53.384               | <1  | 2 | 8  | 1 | 87.141               | <1 | 1 | 17 | 0 |
|  |  | 53.609               | 2   | 1 | 1  | 3 | 87.725               | 4  | 0 | 10 | 4 |
|  |  | *53.609              | 2   | 3 | 1  | 1 | 88.120               | 2  | 0 | 16 | 2 |
|  |  | 54.641               | <1  | 1 | 11 | 0 | *88.120              | 2  | 2 | 16 | 0 |
|  |  | 55.381               | 3   | 1 | 3  | 3 | 88.748               | <1 | 2 | 12 | 3 |
|  |  | *55.381              | 3   | 3 | 3  | 1 | 88.970               | 1  | 3 | 9  | 3 |
|  |  | 55.699               | 1   | 2 | 6  | 2 | 89.454               | 1  | 1 | 17 | 1 |
|  |  | 56.127               | <1  | 3 | 5  | 0 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 56.856               | 1   | 0 | 12 | 0 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 57.429               | 1   | 1 | 11 | 1 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 58.434               | 20  | 0 | 10 | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | *58.434              | 20  | 2 | 10 | 0 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 58.868               | 29  | 1 | 5  | 3 |                      |    |   |    |   |
|  |  | *58.868              | 29  | 3 | 5  | 1 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 61.110               | 1   | 2 | 10 | 1 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 61.196               | 1   | 3 | 7  | 0 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 61.614               | 1   | 2 | 8  | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | *61.614              | 1   | 2 | 0  | 3 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 61.867               | 1   | 3 | 1  | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 62.449               | <1  | 2 | 2  | 3 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 63.491               | <1  | 3 | 3  | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 63.755               | 2   | 1 | 7  | 3 |                      |    |   |    |   |
|  |  | *63.755              | 2   | 3 | 7  | 1 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 64.684               | <1  | 1 | 13 | 0 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 64.864               | <1  | 2 | 4  | 3 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 65.335               | <1  | 1 | 11 | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 66.673               | 1   | 3 | 5  | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 67.357               | 2   | 0 | 12 | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | *67.357              | 2   | 2 | 12 | 0 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 67.477               | 1   | 0 | 14 | 0 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 68.771               | 15  | 2 | 10 | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | *68.771              | 15  | 2 | 6  | 3 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 69.240               | 5   | 0 | 0  | 4 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 69.330               | 4   | 4 | 0  | 0 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 69.841               | 1   | 2 | 12 | 1 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 70.033               | 4   | 1 | 9  | 3 |                      |    |   |    |   |
|  |  | *70.033              | 4   | 3 | 9  | 1 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 71.311               | <1  | 3 | 7  | 2 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 71.888               | <1  | 1 | 1  | 4 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 72.296               | <1  | 0 | 4  | 4 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 72.540               | <1  | 4 | 2  | 1 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 73.400               | <1  | 1 | 3  | 4 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 74.117               | <1  | 2 | 8  | 3 |                      |    |   |    |   |
|  |  | 74.349               | <1  | 3 | 1  | 3 |                      |    |   |    |   |
| Radiation : CuKα1                              |  |                      |     |   |    |   |                      |    |   |    |   |
| Filter : Not specified                         |  |                      |     |   |    |   |                      |    |   |    |   |
| Lambda : 1.54060                               |  |                      |     |   |    |   |                      |    |   |    |   |
| d-sp : Calculated spacings                     |  |                      |     |   |    |   |                      |    |   |    |   |

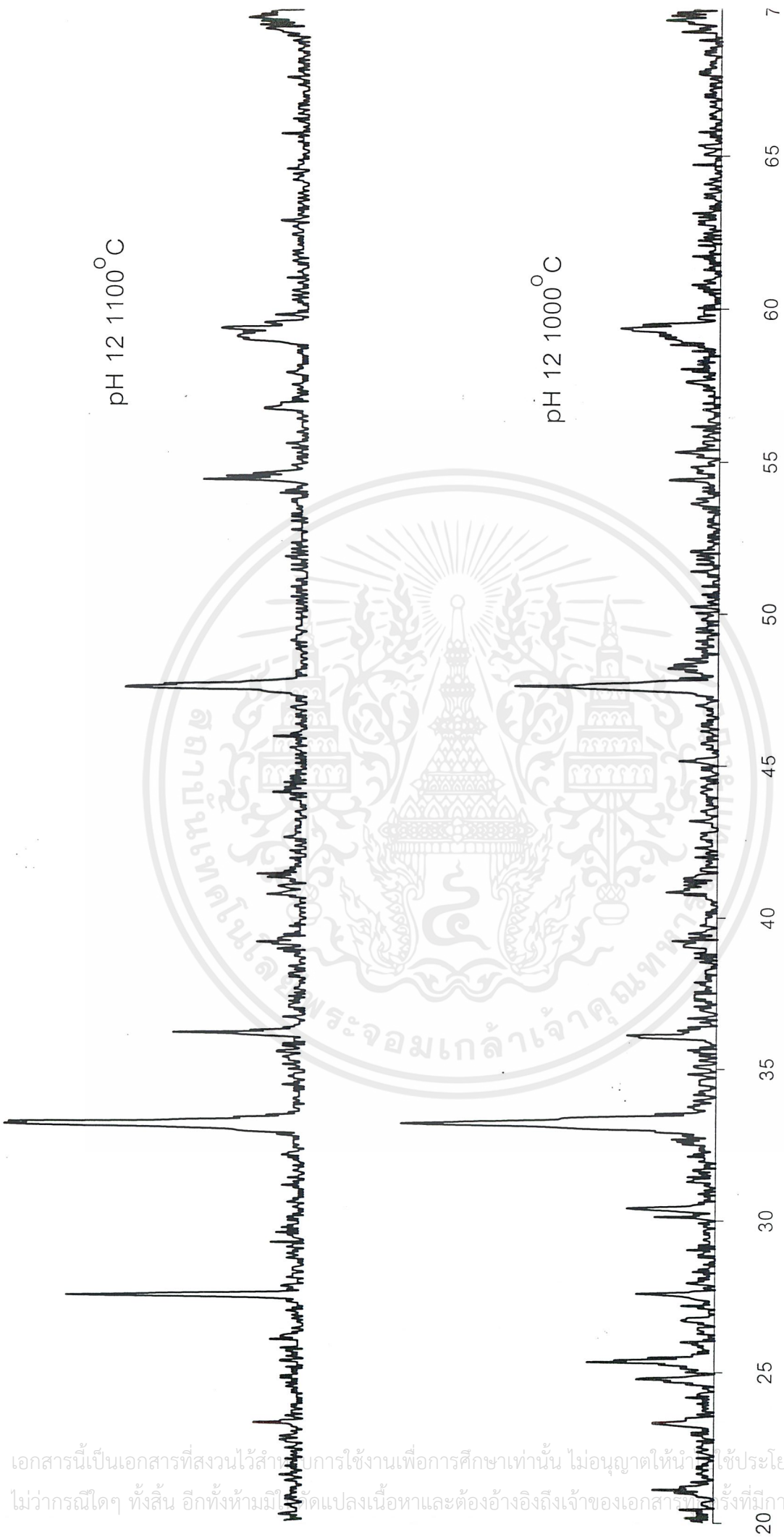
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| Pattern : 1-1008   |  | Radiation = 1.540598                               |     | Quality : Deleted |   |   |
|--|--|--|-----|-------------------|---|---|
| $\text{Ca}_{10}(\text{OH})_2(\text{PO}_4)_6$<br>$10 \text{ Ca O} \cdot 3 \text{ P}_2 \text{ O}_5 \cdot \text{H}_2 \text{ O}$<br>Hydroxyapatite / Calcium Hydroxide Phosphate                                   |  | 2th  | l   | h                 | k | l |
|  |  | 25.879   | 40  |                   |   |   |
|  |  | 28.681   | 8   |                   |   |   |
|  |  | 32.054   | 100 |                   |   |   |
|  |  | 34.196   | 8   |                   |   |   |
|  |  | 39.673   | 16  |                   |   |   |
|  |  | 42.402   | 4   |                   |   |   |
|  |  | 43.917   | 4   |                   |   |   |
|  |  | 46.789   | 20  |                   |   |   |
|  |  | 49.498   | 20  |                   |   |   |
|  |  | 53.547   | 16  |                   |   |   |
|  |  | 64.179   | 8   |                   |   |   |
|  |  | 72.032   | 8   |                   |   |   |
|  |  | 76.809   | 4   |                   |   |   |
|  |  | 87.889   | 8   |                   |   |   |
| Lattice : Not assigned<br>S.G. : (65535)   |  | Mol. weight = 1004.64                              |     |                   |   |   |
|  |  | Dm = 3.076   |     |                   |   |   |
| DELETED AND REJECTED BY : Delete: Berry Parcel of July 31, 1958.<br>COLOR : Colorless<br>OPTICAL DATA : A=1.6413, B=1.6452, Sign=-<br>GENERAL COMMENTS : Reference reports hexagonal.<br>MELTING POINT : 1400d |  |  |     |                   |   |   |
| *Anal. Chem., volume 10, page 475, (1938) primary reference :<br>Hanawalt. et al.  |  |  |     |                   |   |   |
| Radiation : MoKa1<br>Lambda : 0.70900  |  | Filter : Not specified<br>d-sp : Not given<br>ZrO2 |     |                   |   |   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



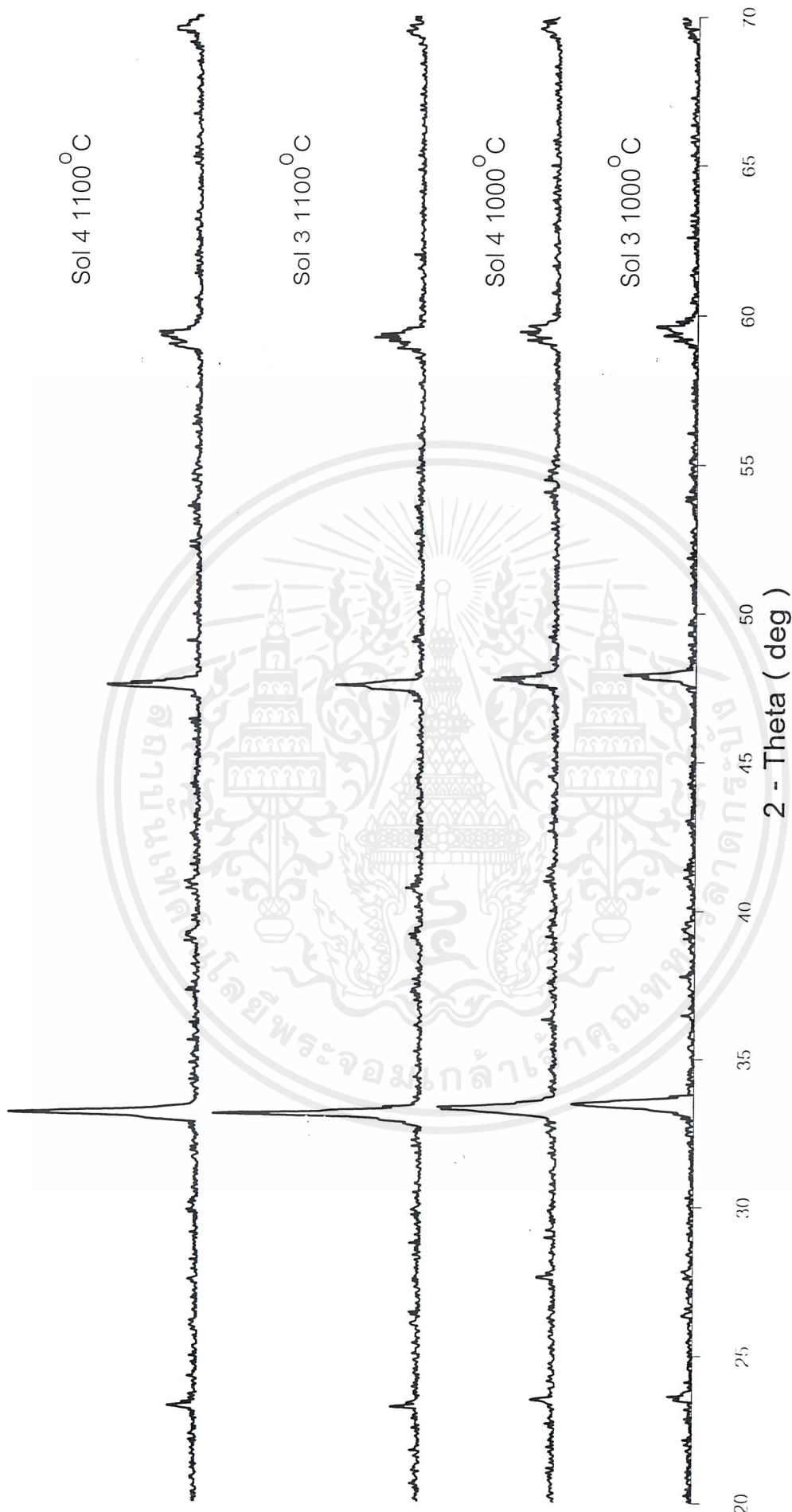
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



2 - Theta ( deg )

รูปที่ ค-1 แผนภาพการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมฟิทาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมภายใต้สภาวะที่อุณหภูมิ 1000 และ 1100°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารที่ปรากฏไว้ที่การนำไปใช้



รูปที่ ค 2 แผนภาพการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ที่คงแคงเดิมที่อุณหภูมิที่สามและที่สี่ของตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1000 และ 1100 $^{\circ}$ C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

pH 12:(NH<sub>4</sub>OH) SBF 1.0

20 day



15 day



10 day



5



1



0 day

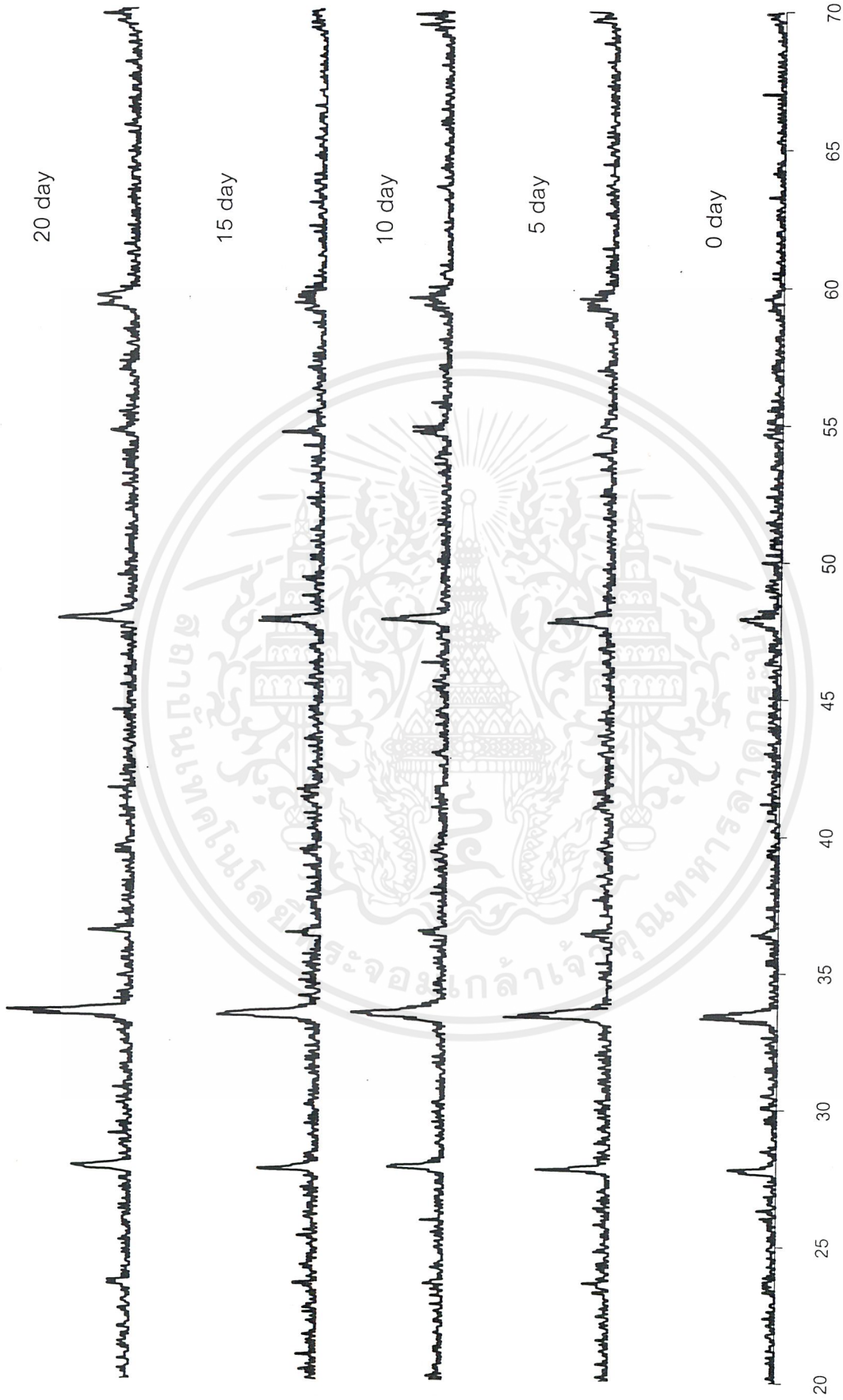


25 30 35 40 45 50 55 60 65 70

2 - Theta ( deg )

รูปที่ ค-3 การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึกของ pH 12 (NH<sub>4</sub>OH) ตกตะกอน 6 ชั่วโมง หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.0

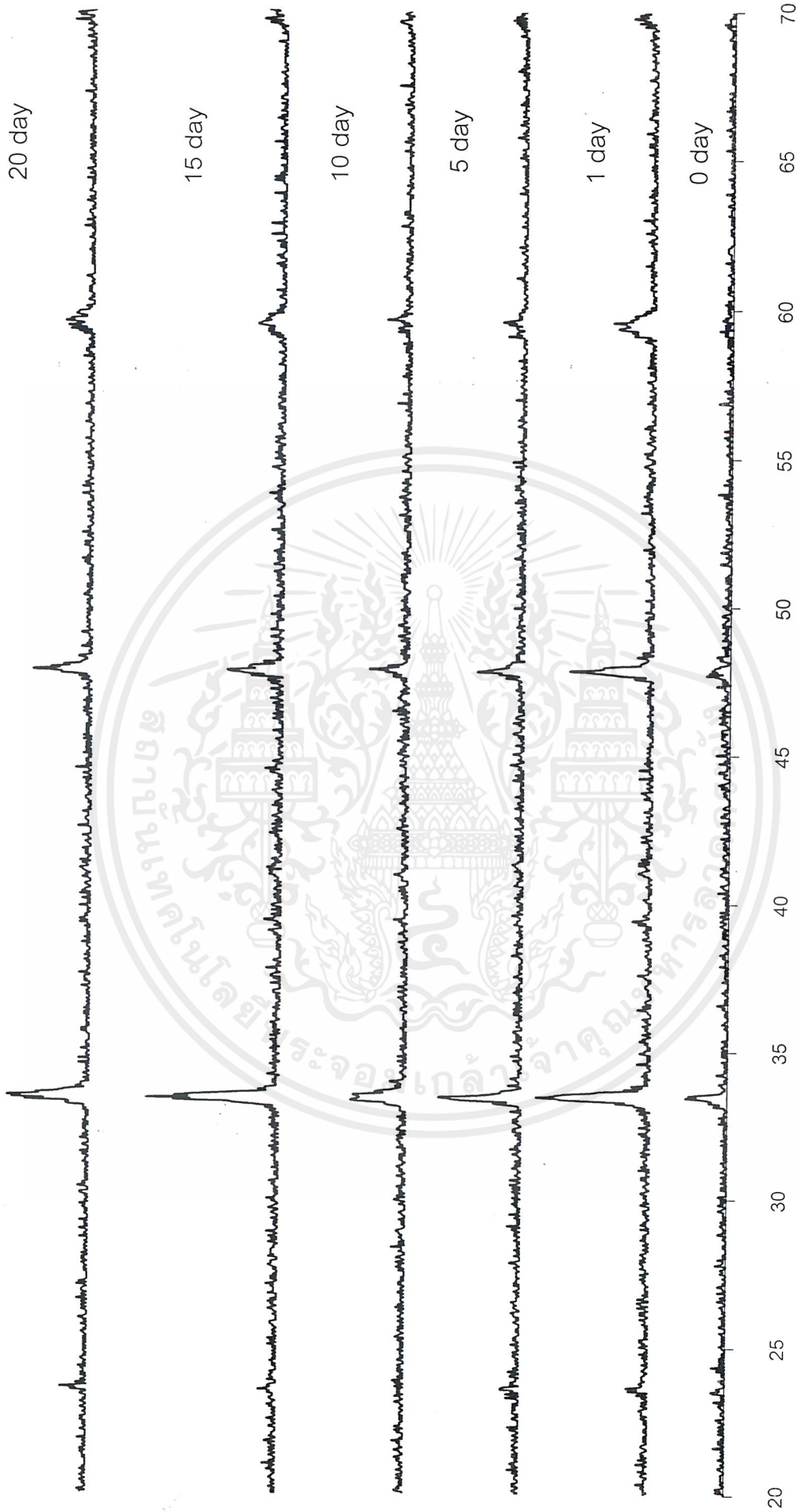
pH 12(NH<sub>4</sub>OH) SBF 1.5



รูปที่ ค-4 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกของ pH 12 (NH<sub>4</sub>OH) ตกตะกอน 6 ชั่วโมง หลังจากฝนการแช่ในสารละลาย SBF 1.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### Sol 3 SBF 1.0

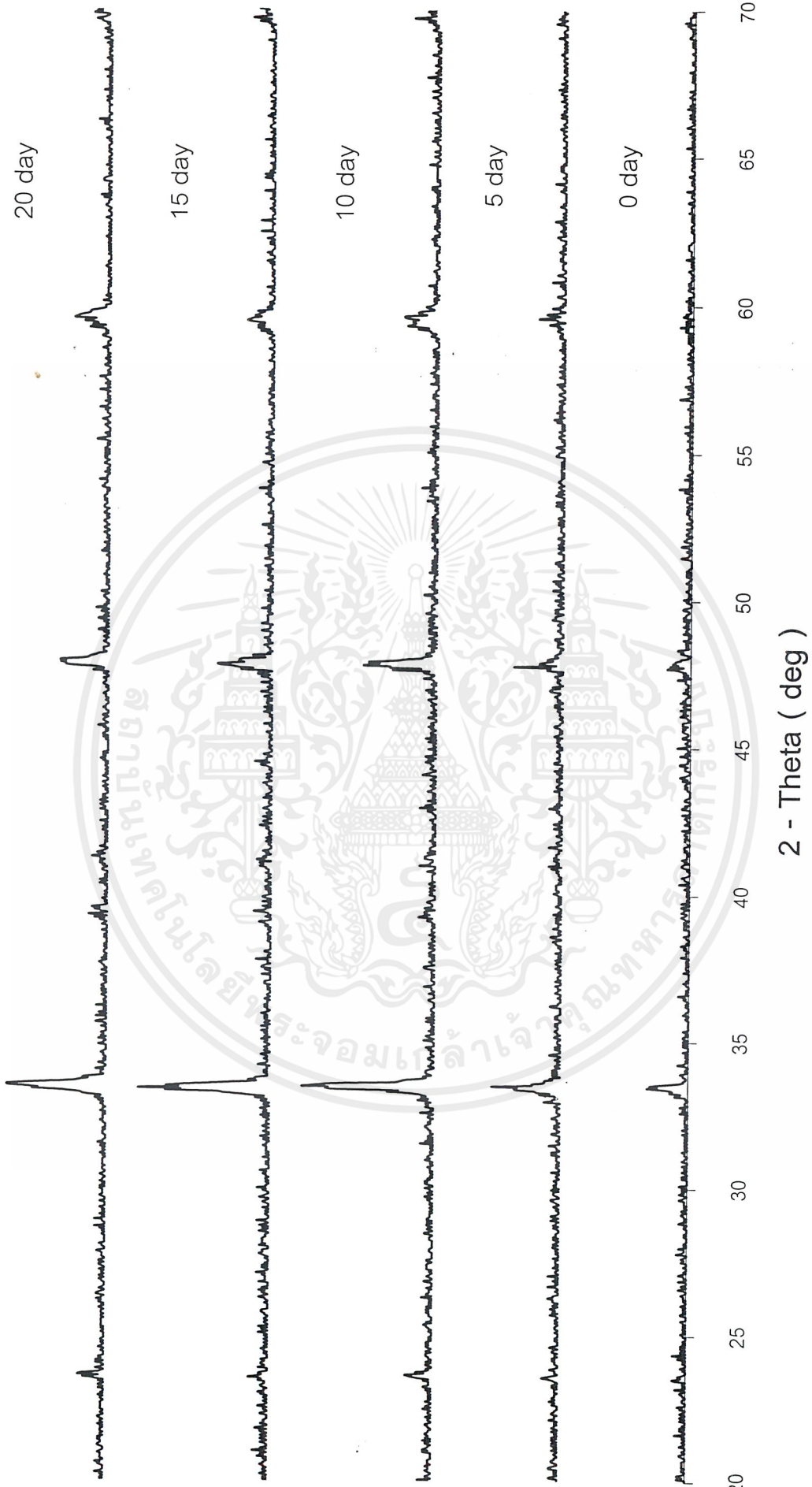


2 - Theta ( deg )

รูปที่ ค-5 การเปลี่ยนแปลงวิภาคที่เป็นผลึกของ Sol 3 หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.0

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# SoI 3 SBF 1.5

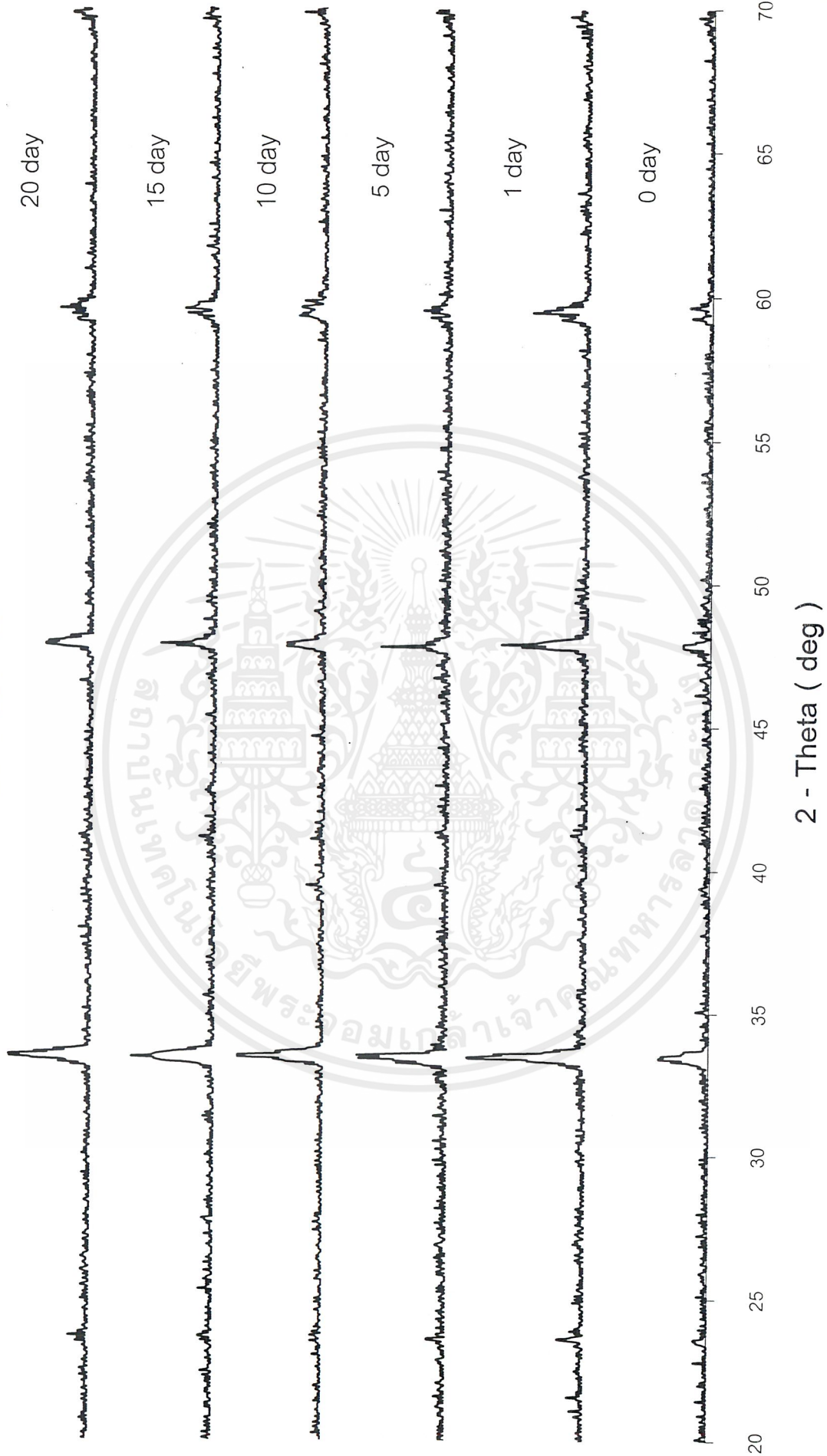


2 - Theta ( deg )

รูปที่ ค-6 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกของ SoI 3 หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# Sol4 SBF 1.0

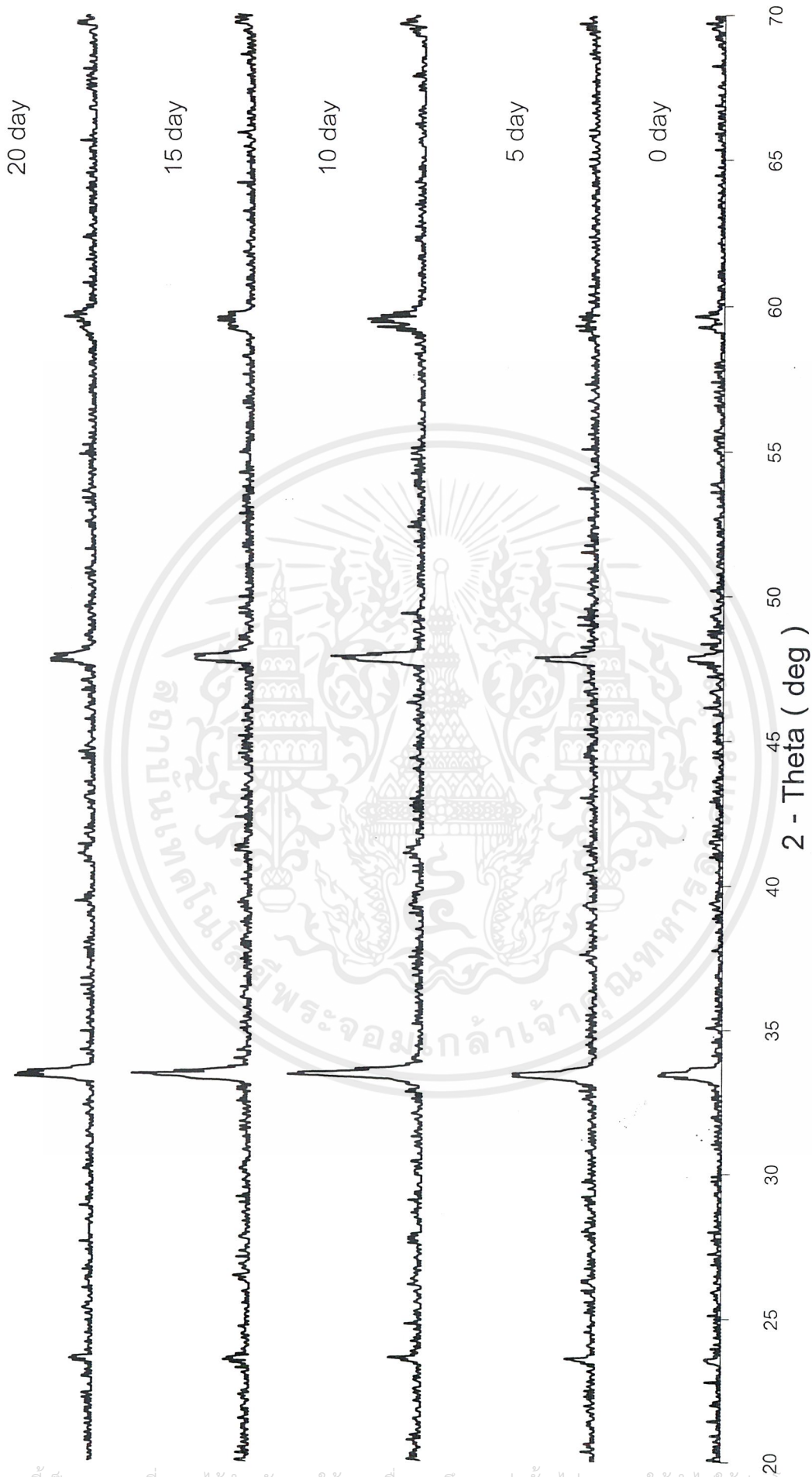


2 - Theta ( deg )

รูปที่ ค-7 การเปลี่ยนแปลงวิฤภาคที่เป็นผลึกของ Sol 4 หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.0

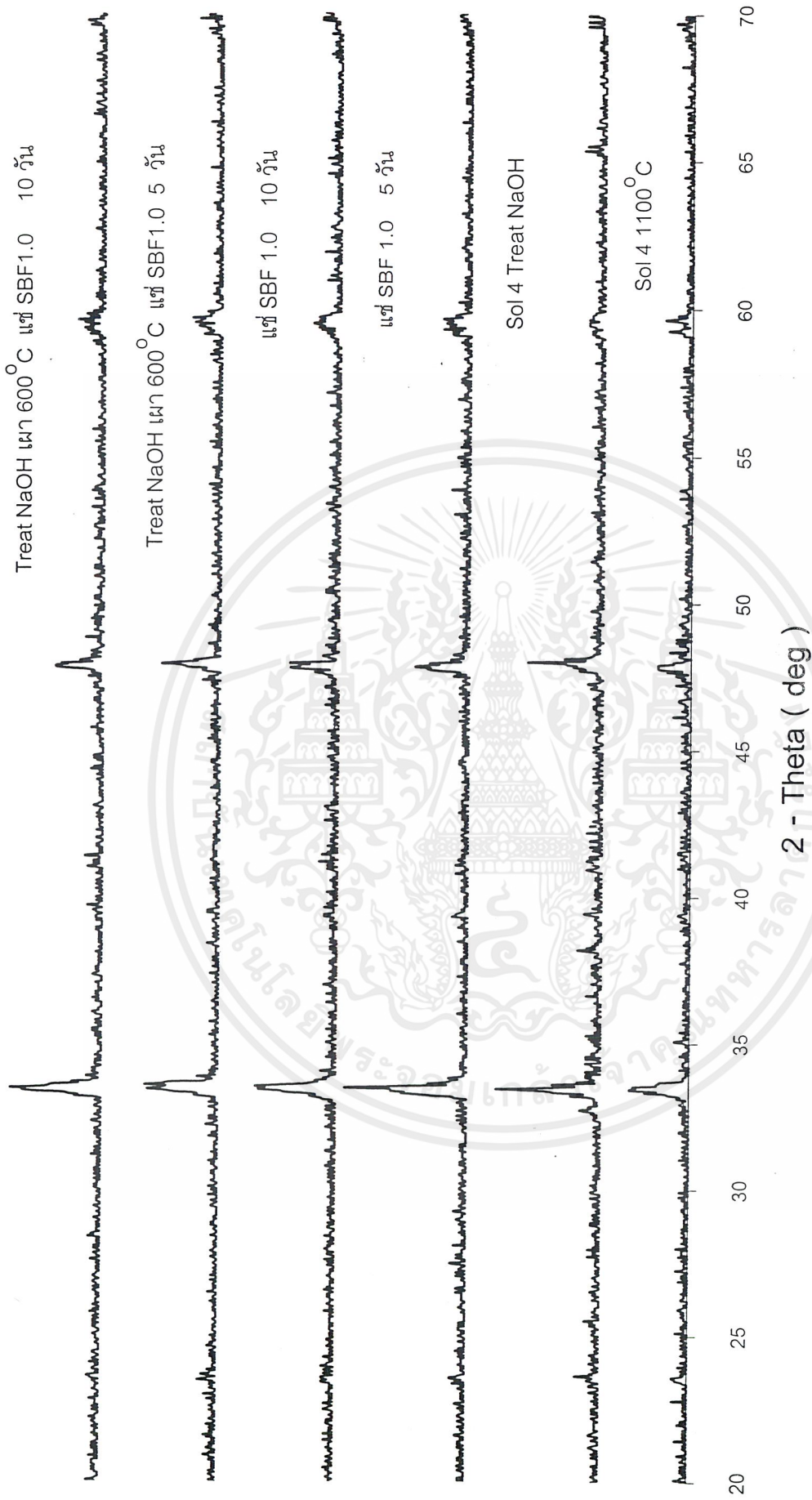
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# Sol 4 SBF 1.5



รูปที่ ค-8 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกของ Sol 4 หลังจากผ่านการแช่ในสารละลาย SBF 1.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค-9 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกของ Sol 4 ภายหลังจากผ่านกระบวนการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้น 5 mol/l และเมื่อนำมาแช่ด้วยสารละลาย SBF 1.0